

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



**ESTUDIO DEL INCREMENTO DE LA RESISTENCIA MECÁNICA DE
CUERPOS CERÁMICOS PARA LOSETAS CERÁMICAS**

TRABAJO DE DIPLOMA PRESENTADO POR:

BR. ASDRID SOFÍA GONZÁLEZ FAJARDO

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

TUTOR:

Dr. Gregorio Vargas

Managua, Nicaragua 2018

DEDICATORIA

Cada trabajo desafiante necesita esfuerzos personales, así como la guía de nuestros mayores, especialmente aquellos que están muy cerca de nuestro corazón.

Mi humilde esfuerzo lo dedico principalmente a Dios, a mis amorosos padres y abuelitos, por quienes me he convertido en la persona que hoy soy, y cuyo amor, paciencia, apoyo desinteresado y ejemplo durante muchos años sentó las bases de la disciplina y el interés necesario para culminar este trabajo.

AGRADECIMIENTOS

A Dios, quien nunca me ha fallado y me acompaña siempre. A mis padres María Isabel Fajardo y Jair González, mis pilares, por todo el apoyo brindado a lo largo de mi formación profesional, por su amor incondicional y apoyo desinteresado. A mis abuelitos Francisco Fajardo y Hermelinda Oporta por sus sabios consejos, palabras de aliento, apoyo y sus oraciones.

Agradezco especialmente a mi tutor el Dr. Gregorio Vargas por brindarme la oportunidad de trabajar en su equipo, por su tiempo y gran paciencia al momento de aclarar mis dudas. Por todo su apoyo en el transcurso de mi trabajo de investigación, muchas gracias, ya que sin su colaboración la culminación de esta etapa de mi vida académica no hubiese sido tan próxima.

A mis amigos: Kelly Téllez, por avocarse con el Dr. Vargas y ayudarme con amor y paciencia en todo lo referente a los trámites para realizar mi estudio en CINVESTAV, por tus consejos y amistad, fuiste determinante en etapa de mi vida; Hugo Uriel López, por ser esa mano amiga que, aunque yo no quisiera me brindaba ayuda, por quedarte conmigo hasta tarde apoyándome en el laboratorio, por motivarme a seguir trabajando aun cuando ya no quería, por todo tu apoyo y amor incondicional, muchas gracias.

A mis compañeros de laboratorio: Margarita, Obed, Uriel, David, Paty, Liz, Christian, Aldo y Hugo por ser tan amables conmigo y responder todas mis dudas. Gracias.

Al personal del Cinvestav Unidad: Saltillo, ya que, sin sus atenciones, no hubiese sido posible culminar este proyecto.

A cada uno de mis docentes de la Facultad de Ingeniería Química, por tan inmensa labor en mi formación profesional.



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL IPN
UNIDAD SALTILLO**

CARTA DEL INVESTIGADOR GUÍA

El presente trabajo de diploma "**Estudio del incremento de la resistencia mecánica de cuerpos cerámicos para losetas cerámicas**", presentado por la Br. Asdrid Sofía González Fajardo, es un estudio novedoso en el área de ciencia de materiales y precursor en la obtención de losetas cerámicas de semigrés con alta resistencia mecánica, mediante la incorporación de aditivos en el cuerpo cerámico base. Es importante señalar que la Br. Asdrid realizó una exhaustiva búsqueda bibliográfica en bases de datos científicos, literatura e internet respecto a estos aditivos y su efecto sobre el cuerpo cerámico, además de un estudio de las patentes y publicaciones científicas hasta la fecha, estableciendo un excelente respaldo bibliográfico para el desarrollo del tema en cuestión.

Durante la realización del presente trabajo de investigación, la Br. Asdrid demostró iniciativa para: resolver los retos que se presentaron en cada etapa y adquirir nuevos conocimientos tanto en la obtención de formulaciones cerámicas que presentaran cuerpos con altas propiedades mecánicas como en la caracterización *de los cuerpos cerámicos sinterizados*.

Es de mi agrado manifestar que el presente trabajo de tesis cumple con los requisitos académicos que exige un trabajo monográfico e igualmente puedo afirmar que el éxito del mismo se consolidó principalmente gracias a la dedicación y compromiso de la autora.

Por tanto, solicito a los honorables miembros del jurado valoren de forma positiva el presente trabajo monográfico.

Dr. Gregorio Vargas
Tutor

Programa de Ingeniería Cerámica del Cinvestav Unidad Saltillo

RESUMEN

La fabricación de losetas cerámicas es un sector industrial dinámico donde las tendencias del mercado y la innovación tecnológica han creado una gama muy amplia de productos y procesos (Corma, 2008). Dentro de las tendencias actuales de este sector se encuentra el desarrollo de revestimientos cerámicos que presenten alta resistencia mecánica.

En el presente estudio se realiza una evaluación del efecto de ciertos aditivos en el cuerpo cerámico con el objetivo de determinar las mejores formulaciones que contribuyan a incrementar la resistencia mecánica a la flexión de losetas cerámicas de semigres.

En este trabajo de investigación la obtención de las probetas cerámicas con mejores resistencias mecánicas se realizó en tres etapas: en la primera se realizaron pruebas exploratorias con cada uno de los aditivos en un intervalo de porcentajes determinado, la segunda etapa consistió en desarrollar un diseño experimental tipo Taguchi que brindara diferentes formulaciones con los 4 aditivos y en la última etapa se obtuvo la formulación optimizada, con la cual se alcanzó la resistencia mecánica más alta.

Las propiedades físicas y mecánicas de las probetas de semigres se midieron a través de los ensayos propuestos para losetas cerámicas por las normas ASTM C326-03 (% contracción lineal), ISO 10545-4 (% absorción de agua) e ISO 10545-3 (resistencia mecánica).

Las probetas cerámicas alcanzaron resistencias mecánicas superiores al valor mínimo reportado por la norma ISO 10545-4 (22 N/mm^2) y también cumplieron con el % de absorción de agua requerido para losetas de semigres ($3 \% < E < 6 \%$), con valores por encima de los 56 N/mm^2 . La resistencia mecánica más alta resultó de $57,91 \text{ N/mm}^2$ correspondiente a la formulación optimizada (cuerpo estándar + 2 % Talco y 2 % Caolín)

Las propiedades morfológicas y de composición química de las probetas con mejores resultados de resistencia mecánica se caracterizaron por análisis por fluorescencia de rayos X, difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido.

Basado en el presente trabajo monográfico se escribió el artículo:

“Estudio del incremento de la resistencia mecánica de cuerpos cerámicos para losetas cerámicas”.

El cual fue presentado en el III Foro de Investigación de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI), desarrollado los días 14 y 15 de Noviembre de 2018.

Dicho artículo se incluye en el Anexo A de este trabajo monográfico.

INDICE DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	1
2. OBJETIVOS	3
2.1 General.....	3
2.2 Específicos	3
3. FUNDAMENTO TEÓRICO.....	4
3.1 Loseta cerámica.....	4
3.1.1 Materias primas que constituyen al cuerpo cerámico.....	4
3.1.2 Tipos de losetas cerámicas	7
3.1.3 Proceso de fabricación de losetas cerámicas no esmaltadas a nivel industrial	8
3.2 Propiedades mecánicas de las piezas cerámicas.....	15
3.2.1 Resistencia mecánica de las piezas cerámicas en verde.....	15
3.2.2 Resistencia mecánica de las piezas sinterizadas.....	16
3.2 Técnicas de caracterización de materiales cerámicos	18
3.3 Diseño de experimentos	19
3.3.1 Metodología Taguchi	20
4. MATERIALES.....	24
4.1 Materiales y equipos	24
5. METODOLOGÍA.....	27
5.1 Caracterización inicial	27
5.2 Metodología para la obtención de probetas del cuerpo cerámico.....	28
5.2.1 Procedimiento para la obtención de probetas de cuerpo cerámico estándar	28
5.2.2 Procedimiento para la obtención de probetas de cuerpo cerámico con los diferentes aditivos.....	30
5.3 Diseño experimental	30
5.3.1 Pruebas preliminares.....	30
5.3.2 Pruebas con diseño ortogonal Taguchi con aditivos al 2 %	32
5.3.3 Repetición de los experimentos T2, T5 y T6 del diseño Taguchi y obtención de la respuesta optimizada	33
5.4 Caracterización microestructural y química.	34
5.5 Ensayos de medición de las propiedades físicas y mecánicas de las probetas.....	35

5.5.1	Determinación de la contracción lineal	35
5.5.2	Determinación de la resistencia mecánica a la flexión	36
5.5.3	Determinación del porcentaje de absorción de agua.....	37
6.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	38
6.1	Caracterización inicial	38
6.1.1	Análisis por fluorescencia de rayos X (FRX)	38
6.1.2	Análisis por difracción de rayos X (DRX).....	39
6.2	Pruebas preliminares	45
6.2.1	Pruebas para la determinación de la velocidad de calentamiento.....	45
6.2.2	Pruebas con ceniza volante, talco, y caolín en diferentes proporciones	46
6.2.3	Repetición de pruebas con ceniza volante, talco, caolín y realización de pruebas con feldespato al 2 %	54
6.3	Pruebas con diseño ortogonal Taguchi con aditivos al 2 %.....	57
6.4	Repetición de los experimentos T2, T5 y T6 del diseño Taguchi y obtención de la respuesta optimizada con los aditivos talco y feldespato (al 2 %).....	59
6.5	Caracterización microestructural y química.	62
6.5.1	Análisis por fluorescencia de rayos X (FRX)	62
6.5.2	Análisis por difracción de rayos X (DRX).....	63
6.5.3	Análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB)	64
7.	CONCLUSIONES.....	66
8.	RECOMENDACIONES.....	67
9.	REFERENCIAS	68
	ANEXO A.....	72

INDICE DE FIGURAS

Figura 3. 1	Proceso de fabricación de productos cerámicos conformados.....	8
Figura 3. 2	Proceso de fabricación con molturación por vía húmeda.....	9
Figura 3. 3	Esquema del proceso de secado por atomización.....	10
Figura 3. 4	Esquema de un proceso.....	20
Figura 4. 1	Materias primas y aditivos para la obtención de probetas de cuerpo cerámico.....	24
Figura 4. 2	Equipos para la obtención de probetas de cuerpo cerámico.....	25
Figura 4. 3	Equipos para los ensayos de medición de propiedades físicas y mecánicas.....	26
Figura 5. 1	Metodología experimental.....	27
Figura 5. 2	Diagrama de flujo para la obtención de probetas de cuerpo cerámico estándar.....	29
Figura 5. 3	Rampa de sinterización P1.....	31
Figura 5. 4	Rampa de sinterización P2.....	31
Figura 5. 5	Equipos para las técnicas de caracterización.....	35
Figura 5. 6	Sistema de carga en la medición del módulo de ruptura y resistencia a la ruptura.....	36
Figura 6. 1	Difractograma correspondiente al componente A.....	40
Figura 6. 2	Difractograma correspondiente al componente B.....	40
Figura 6. 3	Difractograma correspondiente al componente C.....	41
Figura 6. 4	Difractograma correspondiente al componente D.....	41
Figura 6. 5	Difractograma correspondiente al componente E.....	42
Figura 6. 6	Difractograma correspondiente al componente F.....	42
Figura 6. 7	Difractograma correspondiente a la ceniza volante.....	43
Figura 6. 8	Difractograma correspondiente al talco.....	43
Figura 6. 9	Difractograma correspondiente al caolín.....	44
Figura 6. 10	Difractograma correspondiente al feldespato.....	44
Figura 6. 11	Probetas sinterizadas aplicando la rampa P1.....	45
Figura 6. 12	Probetas sinterizadas aplicando la rampa P2.....	46
Figura 6. 13	Diagrama de gresificación de probetas con ceniza volante a diferentes proporciones.....	48
Figura 6. 14	Efecto de la ceniza volante en diferentes proporciones sobre la resistencia mecánica.....	49
Figura 6. 15	Diagrama de gresificación de probetas con talco a diferentes proporciones.....	50
Figura 6. 16	Efecto del talco en diferentes proporciones sobre la resistencia mecánica.....	51
Figura 6. 17	Diagrama de gresificación de probetas con caolín a diferentes proporciones.....	53
Figura 6. 18	Efecto del caolín en diferentes proporciones sobre la resistencia mecánica.....	54
Figura 6. 19	Porcentaje de contracción lineal y absorción de agua de probetas con los 4 aditivos al 2 %.....	55

Figura 6. 20 Efecto de los aditivos al 2 % sobre la resistencia mecánica.....	56
Figura 6. 21 Porcentaje de contracción lineal y absorción de agua de probetas del diseño ortogonal Taguchi.	58
Figura 6. 22 Efecto de las formulaciones provistas por el diseño Taguchi sobre la resistencia mecánica.	59
Figura 6. 23 Porcentajes de contracción lineal y absorción de agua de los 3 mejores resultados de RM del diseño Taguchi y respuesta optimizada.	61
Figura 6. 24 Efecto de los 3 mejores resultados de RM del diseño ortogonal Taguchi y de la respuesta optimizada sobre la resistencia mecánica.	62
Figura 6. 25 Difractogramas correspondientes a las muestras a)ST, b)T1, c)T2, d)T3 y e)T4.....	64
Figura 6. 26 Micrografías de las muestras a)ST, b)T1, c)T2, d)T3 y e)T4 a 50 x	65

INDICE DE TABLAS

Tabla 3. 1	Grupos normalizados de losetas cerámicas.....	7
Tabla 3. 2	Valores mínimos exigidos de fuerza de ruptura y resistencia a la flexión para losetas prensadas	18
Tabla 5. 1	Formulación para 200 g de mezcla base.	28
Tabla 5. 2	Aditivos y porcentajes en que fueron utilizados.	30
Tabla 5. 3	Factores y niveles para el diseño experimental Taguchi.....	33
Tabla 5. 4	Arreglo ortogonal L8.....	33
Tabla 5. 5	Respuesta optimizada.....	33
Tabla 5. 6	Parámetros instrumentales para la medida del módulo de ruptura, según el formato de las losetas.	37
Tabla 6. 1	Composición química de los componentes de la mezcla base para cuerpo cerámico (% e.p.).....	38
Tabla 6. 2	Composición química de los aditivos (% e.p.).....	39
Tabla 6. 3	% Contracción lineal de probetas con ceniza volante.	47
Tabla 6. 4	% Absorción de agua en probetas con ceniza volante.....	47
Tabla 6. 5	Resistencia mecánica promedio de probetas con ceniza volante.	48
Tabla 6. 6	% Contracción lineal de probetas con talco.	49
Tabla 6. 7	% Absorción de agua en probetas con talco.	49
Tabla 6. 8	Resistencia mecánica promedio de probetas con talco.	51
Tabla 6. 9	% Contracción lineal de probetas con caolín	52
Tabla 6. 10	% Absorción de agua en probetas con caolín	52
Tabla 6. 11	Resistencia mecánica promedio de probetas con caolín a diferentes proporciones.....	53
Tabla 6. 12	% Contracción lineal de probetas con aditivos al 2 %.....	54
Tabla 6. 13	% Absorción de agua en probetas con aditivos al 2 %.....	55
Tabla 6. 14	Resistencia mecánica promedio de probetas con aditivos al 2 %... ..	56
Tabla 6. 15	% Contracción lineal de probetas del diseño ortogonal Taguchi.....	57
Tabla 6. 16	% Absorción de agua en probetas del diseño ortogonal Taguchi. ..	57
Tabla 6. 17	Resistencia mecánica promedio de las probetas del diseño Taguchi	58
Tabla 6. 18	% Contracción lineal de probetas con los 3 mejores resultados de resistencia mecánica del diseño ortogonal Taguchi y respuesta optimizada.....	60
Tabla 6. 19	% Absorción de agua en probetas con los 3 mejores resultados de resistencia mecánica del diseño ortogonal Taguchi y respuesta optimizada.....	60
Tabla 6. 20	Resistencia mecánica promedio de probetas con los 3 mejores resultados de RM del diseño Taguchi y respuesta optimizada.....	61
Tabla 6. 21	Composición química del cuerpo cerámico estándar y las 4 muestras con mejores resistencias mecánicas (% e.p.).....	63

INDICE DE ECUACIONES

Ecuación 3. 1 Modelo en que se basa la filosofía Taguchi.....	21
Ecuación 5. 1 Determinación del porcentaje de contracción lineal.....	35
Ecuación 5. 2 Determinación de la resistencia a la flexión.....	37
Ecuación 5. 3 Determinación del porcentaje de absorción de agua.....	37

1. INTRODUCCIÓN

Las cualidades estéticas y funcionales de la cerámica han hecho de su uso un suceso universal. Su utilización en arquitectura, con diferentes fines, es muy antigua; uno de los más populares, y que tiene larga y extensa tradición, es el empleo de losetas cerámicas para revestir suelos y paredes, por lo tanto, el mercado relacionado con el mantenimiento y la renovación es especialmente relevante para estos productos.

Las losetas cerámicas están compuestas por variados materiales cerámicos, esencialmente arcillas y otras materias primas inorgánicas tales como cuarzo, feldspatos y carbonatos, siendo los aluminosilicatos hidratados (arcillas) las materias primas más importantes (Celik, 2010). Al estar compuestas por materias primas abundantes y de gran acceso en diferentes regiones, ya son varios los países que las producen en una amplia gama. Por tal razón, este sector industrial se está desarrollando en todo el mundo a un ritmo creciente; según Stock (2012) la producción de losetas cerámicas alcanzó los 300 millones de m²/ año y de acuerdo con Machinery Economics Studies por ACIMAC (2017) la producción ha superado los 10 mil millones de m² en 2012, llegando a alcanzar los 13 mil millones de m² en 2016. Su progresiva demanda es producto de las economías crecientes, la urbanización, la expansión poblacional, mayores ingresos y gasto per cápita, entre otros.

La ciencia y tecnología de losetas cerámicas está en constante evolución, con la finalidad de crear mejoras en estos productos y satisfacer las necesidades del público que los demanda. Tanto la durabilidad como los variados diseños que estas presentan, aunado a la oferta de novedosas mejoras en sus propiedades que se incluyen cada vez (como superficies anti-rayas, losetas con menores espesores, superficies antibacterianas, cuerpos con mayor resistencia, losetas con superficies auto limpiantes, entre otros), también justifican el éxito comercial de este sector industrial.

En las últimas tres décadas se han presentado revoluciones tecnológicas como la cocción rápida, que provocó cambios drásticos en las materias primas y finalmente dio lugar a productos novedosos (por ejemplo, monoporosa y gres porcelánico) y a la desaparición de los tipos clásicos (por ejemplo, mayólica y loza calcárea) (Dondi, 2003). En la actualidad, la empresa cerámica está llevando a cabo una intensa labor para desarrollar revestimientos cerámicos con altas propiedades mecánicas. Ciertos estudios demuestran que la mejora de las propiedades mecánicas de materiales a base de arcillas se puede lograr mediante el control de la composición de la mezcla inicial, el ciclo de tratamiento térmico, la presión aplicada para conformar la pieza verde, reducción de defectos, entre otros.

La resistencia mecánica es una de las propiedades de gran importancia en losetas cerámicas, la inclusión de ciertos aditivos, desde la preparación de las materias primas, podría presentar efectos significativos sobre esta propiedad, dando lugar a pavimentos cerámicos con resistencias mecánicas mejores a las existentes en las normas.

Para conocer el tipo de efecto (positivo o negativo) que producen estos aditivos en esta propiedad tan importante, se debe recurrir en la práctica a la formulación de pastas cerámicas que los contengan y que cumplan con las propiedades funcionales de los revestimientos cerámicos.

El propósito de este trabajo investigativo es estudiar diferentes formulaciones del cuerpo cerámico base con ciertos aditivos, las cuales permitan desarrollar, después del ciclo térmico y sin modificaciones a las instalaciones actuales de la empresa Porcelanite-Lamosa[®], microestructuras que permitan incrementar la resistencia mecánica de las losetas cerámicas. Se estudiaron diferentes agregados como aditivos a la formulación base actual en concentraciones menores al 10 %. Los aditivos por considerar fueron: ceniza volante, talco, caolín y feldespato.

La importancia del uso de estos aditivos radica en que estos aportan componentes para la formación de fases líquidas durante la etapa de cocción, por lo cual contribuyen a la formación de menor porosidad, razón por la cual se ha optado por estos aditivos para ser incluidos en las formulaciones de las pastas y así esperar un aumento significativo en la resistencia mecánica de las piezas cerámicas. Sin embargo, definir las proporciones indicadas de estos aditivos es de gran interés por los costos que estos representan.

La incorporación de aditivos a la composición de la mezcla inicial que contribuyan a la reducción de la porosidad y a una buena densificación de la pieza podría brindar no solo mejores propiedades mecánicas e incluso menores temperaturas de sinterización, sino además un menor impacto ambiental al utilizar materiales de desecho, como la ceniza volante.

En el presente trabajo de investigación se reportan los resultados obtenidos de las experimentaciones realizadas para la obtención de las formulaciones que brindarían la mayor resistencia mecánica a la flexión; y los ensayos previos para determinar dichas formulaciones.

2. OBJETIVOS

2.1 General

Estudiar el efecto de adiciones de ceniza volante, talco, caolín y feldespato en el cuerpo cerámico para mejorar la resistencia mecánica en losetas cerámicas de semigres.

2.2 Específicos

- Determinar la velocidad de calentamiento adecuada para la sinterización de probetas cerámicas de semigres a nivel de laboratorio.
- Evaluar el efecto individual de los diferentes aditivos (ceniza volante, talco, caolín y feldespato) sobre la resistencia mecánica de las probetas.
- Desarrollar un diseño experimental que proponga las mejores formulaciones de aditivos que aumenten la resistencia mecánica a la flexión de las probetas cerámicas.
- Caracterizar las muestras con las mayores resistencias mecánicas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X (DRX) y fluorescencia de rayos X (FRX).

3. FUNDAMENTO TEÓRICO

El objetivo de este capítulo es definir que es una loseta cerámica, las materias primas que la conforman, como se lleva a cabo la fabricación de losetas a nivel industrial y cómo influyen ciertos factores sobre la resistencia mecánica de estas.

3.1 Loseta cerámica

Según la norma ISO 13006 (2012), una loseta cerámica es una placa fina hecha de arcillas y/o otros materiales inorgánicos calcinados a temperatura suficiente como para desarrollar las propiedades requeridas. Se forman por extrusión, por prensado o por otros métodos y se usan generalmente como recubrimiento de pisos y paredes. Pueden ser esmaltadas o sin esmaltar, son incombustibles y no las afecta la luz.

3.1.1 Materias primas que constituyen al cuerpo cerámico

Las pastas cerámicas deben tener características tales que permitan su conformación en crudo, un secado satisfactorio y de buena calidad, adecuada resistencia, temperatura de fusión ajustada, y otras características específicas de acuerdo con el producto final.

De acuerdo con Dondi, Raimondo y Zanelli (2014) son necesarios 4 componentes básicos para la formulación de cuerpos para losetas cerámicas tradicionales: materias plásticas (arcillas), fundentes, materias antiplásticas y otros aditivos.

Es común en la práctica industrial usar más de una fuente de arcilla, fundente y relleno para eliminar cualquier fluctuación en la composición y las propiedades tecnológicas. La formulación del cuerpo se centra en el comportamiento tecnológico y el rendimiento técnico de los productos terminados, por lo que está estrictamente conectado con las propiedades específicas de cada tipología de losetas de cerámica.

- **Materias primas plásticas**

Son esencialmente arcillas naturales, empleadas en forma pura o, con más frecuencia, mezclados con aditivos (desgrasantes, fundentes, plastificantes, colorantes, etc.). Consisten en finas partículas de silicato de aluminio hidratado, que se convierten en una sustancia plástica y fácil de moldear al mezclarse con agua; otorgándole resistencia mecánica a las baldosas sin cocer. Estas arcillas minerales varían en composición en términos de proporciones de los componentes básicos y por la adición de otros elementos como el magnesio, el sodio y el potasio (Universidad de Oviedo, 2007).

Las arcillas tienen otros minerales que se denominan “minerales asociados” (cuarzo, feldespatos, calcita, pirita), fases asociadas no cristalinas, que pueden o no impartir plasticidad, y la materia orgánica (Guggenheim y Martin, 1995).

El objetivo principal de estos aluminosilicatos hidratados en la preparación del cuerpo cerámico es múltiple y consiste en: impartir la plasticidad necesaria para su moldeo, mejorar las propiedades mecánicas, mejorar las propiedades de la suspensión, y aportar los componentes para la formación de fases líquidas y cristalinas durante la cocción.

Además de su plasticidad, otra característica que hace muy importantes a las arcillas es su gran facilidad de transformación en un material denso y fuerte tras un adecuado proceso de sinterización.

Según Groover (1997), las arcillas más comunes se basan en el mineral caolinita $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y montmorillonita $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

El caolín es la arcilla más blanca. Este es uno de los minerales arcillosos más importantes en la fabricación de cuerpos porcelánicos. Las propiedades más importantes que imparte el caolín a los materiales cerámicos son: plasticidad, resistencia en verde, resistencia en seco, resistencia a altas temperaturas, color, refractariedad, baja absorción de agua (menos del 1 % de absorción de agua) y control en el encogimiento o contracción (Murray, 2006).

- **Fundentes**

Se añaden a la pasta para reducir la temperatura de cocción ya que bajan el punto de fusión del material, disminuyendo costos y permitiendo la parcial vitrificación de las piezas. Forman una fase líquida a alta temperatura que permite densificar el cuerpo cerámico por un flujo viscoso.

De acuerdo con la Junta de Castilla y León (2001), los fundentes más utilizados son:

- Feldespatos: que consisten en silicato de aluminio combinado con potasio, sodio, calcio o bario (KAlSi_3O_8 , $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ y $\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ respectivamente).
- Caliza: también llamada fundente blanco, es una roca formada mayoritariamente por carbonato cálcico (CaCO_3) y frecuente como impureza de la arcilla.
- Talco: es un silicato de magnesio hidratado [$\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$] utilizado como fundente y estabilizador, fomenta la conversión del exceso de cuarzo libre a cristobalita lo que reduce el agrietamiento.
- Ciertos óxidos: Fe_2O_3 , CuO , MnO , TiO_2 y otros, los cuales suelen actuar como pigmentos.

- **Materias primas no plásticas:**

Este grupo está formado por los materiales más refractarios, los cuales reducen la excesiva plasticidad de algunas arcillas, ya que no retienen agua, facilitando el secado. Brindan fácil manejabilidad del cuerpo cerámico en verde (Groover, 1997).

Los desgrasantes más utilizados en la cerámica tradicional son la arena de cuarzo (SiO_2) (a veces presente en la propia arcilla) y el feldespato potásico (KAlSi_3O_8) aunque a veces se usan chamotas u otros tipos de arena (Universidad de Oviedo, 2007).

Actualmente se incluyen residuos de la propia producción y hasta residuos industriales como las cenizas volantes (Menezes et al., 2007), las cuales según la definición de la norma UNE 83414 (1990) "son el producto sólido y en estado de fina división procedente de la combustión de carbón pulverizado en las centrales carboeléctricas".

- **Aditivos**

Los aditivos son sustancias que se añaden a una pasta cerámica para modificar sus propiedades físicas, químicas, visuales, entre otras. Estos pueden ser minerales u orgánicos. De acuerdo con G. D. Chiara, G. M. Borroni & A. D. Chiara (2000), el empleo de estos aditivos puede mejorar las propiedades mecánicas del producto final.

Estos aditivos también reducen la excesiva plasticidad y facilitan la defloculación, mejoran la permeabilidad y empaquetamiento de la pasta, y aportan óxidos para la formación de fases líquidas y cristalinas o son inertes.

De acuerdo con la Universidad de Oviedo (2007), dentro de los aditivos más utilizados se destacan los siguientes:

- ✓ Quemantes

Añadidos a la pasta con el fin de favorecer la sinterización uniforme de la pasta cerámica. Combinando diferentes aditivos se puede lograr un gran efecto. Se utilizan materiales orgánicos como el serrín o carbón (lignito) que al quemarse en el horno dan piezas de alta porosidad y poco peso.

- ✓ Defloculantes

Dispersan las finas partículas de arcilla cuando están en suspensión acuosa, aumentando sensiblemente la fluidez de la barbotina. Los defloculantes más conocidos son el silicato sódico (Na_2SiO_3) y el carbonato sódico (Na_2CO_3). La cantidad empleada de defloculante oscila entre un 0,1-0,3 % en peso.

3.1.2 Tipos de losetas cerámicas

Los revestimientos cerámicos se dividen en grupos de acuerdo con los métodos de fabricación y su capacidad de absorción de agua. Esta clasificación no presupone criterios de uso de los productos (ISO 13006, 2012).

- Grupos según los métodos de manufactura

Según la norma ISO 13006 (2012) las losetas pueden ser moldeadas por extrusión o por prensado en seco. Las losetas extruidas forman el grupo A de las normas y las prensadas en seco, el grupo B.

- ✓ Losetas extruidas (Designadas como A): Piezas cuyo cuerpo ha sido formado en estado plástico por una extrusora. La barra arcillosa se corta a medidas predeterminadas al emerger de la extrusora.
- ✓ Losetas prensadas en seco (Designadas como B): Piezas formadas por una mezcla de materias primas molidas muy finamente y luego prensadas con muy baja humedad y alta presión.

- Grupos según la absorción de agua (E)

La porosidad de las losetas cerámicas se expresa por el porcentaje de absorción de agua sobre el peso total de la loseta, medido según un ensayo normalizado. La porosidad guarda una relación próxima con algunas de las restantes características de las losetas cerámicas. En la Tabla 3.1 se indican los grupos normalizados de losetas cerámicas.

Tabla 3. 1 Grupos normalizados de losetas cerámicas.

		Grupo I	Grupo II _a	Grupo II _b	Grupo III
		E ≤ 3 %	3 % < E ≤ 6 %	6 % < E ≤ 10 %	E > 10 %
Tipo de Conformado	A Losetas Extruidas	Grupo AI	Grupo AII _a	Grupo AII _b	Grupo AIII
		Absorción de agua baja (E ≤ 3 %)	Absorción de agua media baja.	Absorción de agua media alta.	Absorción de agua alta.
	B Losetas Prensadas En seco	Grupo BI _a	Grupo BII _a	Grupo BII _b	Grupo BIII
		Absorción de agua muy baja (E ≤ 0,5 %)	Absorción de agua media baja.	Absorción de agua media alta.	Absorción de agua alta.
		Grupo BI _b			
		Absorción de agua baja (0,5 < E ≤ 0,5 %)			

Fuente: ISO 13006 (2012)

3.1.3 Proceso de fabricación de losetas cerámicas no esmaltadas a nivel industrial

Las losetas cerámicas se fabrican actualmente por vía húmeda o seca (Figura 3.1). La tecnología de producción para losetas cerámicas tradicionales incluye la siguiente secuencia de procesamiento (Instituto de tecnología cerámica, 2011):

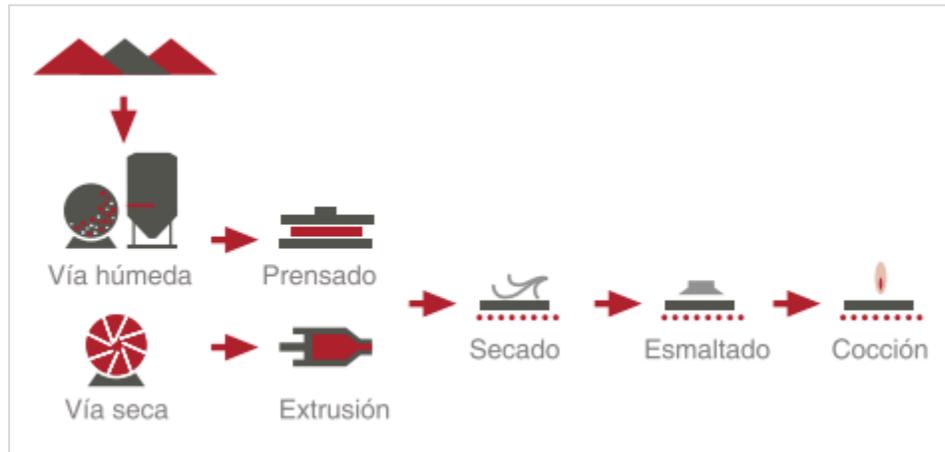


Figura 3. 1 Proceso de fabricación de productos cerámicos conformados.

Fuente: Instituto de tecnología cerámica, 2011

- Preparación de las materias primas

El proceso cerámico comienza con la selección de las materias primas que deben formar parte de la composición de la pasta. En la empresa cerámica tradicional las materias primas se suelen utilizar, por lo general, tal y como se extraen de la mina o cantera, o después de someterlas a mínimos tratamientos. Su procedencia natural exige, en la mayoría de los casos, una homogeneización previa que asegure la continuidad de sus características.

- Molturación

Una vez realizada la primera mezcla de los distintos componentes de la pasta cerámica, ésta se somete a un proceso de molturación que puede ser por vía seca (molinos de martillos o pendulares) o vía húmeda (molinos de bolas continuos o discontinuos).

- Molturación por vía húmeda

El procedimiento que se ha impuesto totalmente en la fabricación de pavimentos y revestimientos cerámicos por monococción, como consecuencia de las importantes mejoras técnicas que supone, es el de vía húmeda y posterior secado de la suspensión secada por atomización (Figura 3.2).

La molturación vía húmeda se lleva a cabo en un molino de bolas que trabaja en continuo. Se trata de un cuerpo cilíndrico o cilíndrico-cónico, cuyas paredes interiores están protegidas, y que gira alrededor de un eje horizontal. En el interior del tambor se coloca una carga de molienda (que suelen ser bolas de sílex o bolas de alúmina), con una distribución de tamaños apropiados para optimizar la molturación (Instituto de tecnología cerámica, 2011).

Por un lado del molino se introducen los sólidos mezclados con un 35 % de agua aproximadamente y el aditivo defloculante que ayuda a mantener aquellos en suspensión y, por tanto, la molturación.

Por efecto de la rotación del tambor, las bolas son arrastradas a lo largo de las paredes hasta que caen en cascada, por lo que someten al material por moler a innumerables acciones de presión, de rozamiento y de choque entre las bolas y entre las bolas y las paredes del tambor.

Por el otro extremo del molino se obtiene el producto molturado en forma de suspensión, habitualmente denominado barbotina, y que resultará con un tamaño de partícula que dependerá del tiempo que permanezca en el interior, de la velocidad de rotación y de la longitud del molino.

La barbotina obtenida se pasa a través de un vibrotamiz para eliminar las partículas superiores a 125-200 μm y posteriormente, se mantiene en unos depósitos provistos de agitadores (balsas) para homogeneizar el producto y evitar que sedimente.

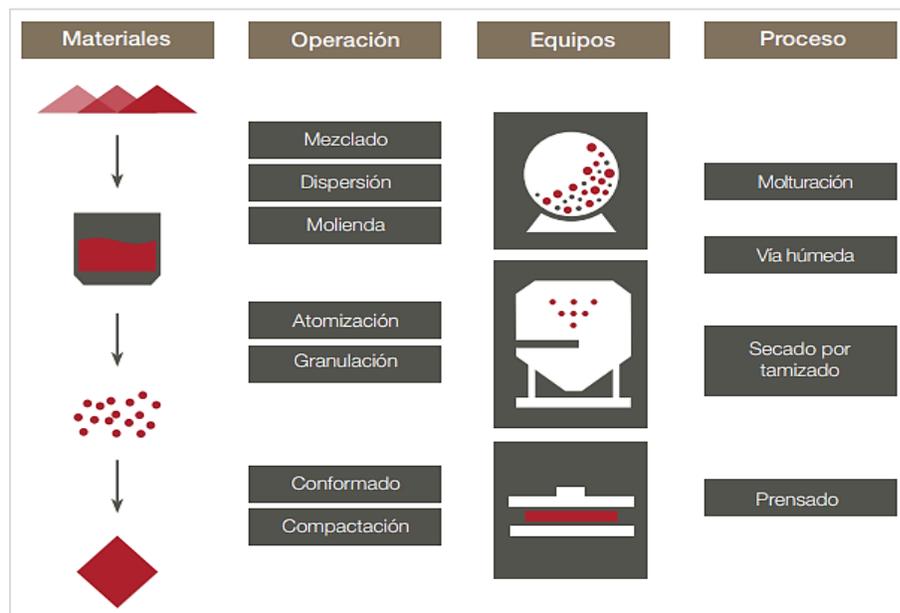


Figura 3. 2 Proceso de fabricación con molturación por vía húmeda.

Fuente: Instituto de tecnología cerámica, 2011

La barbotina obtenida tras la molienda vía húmeda de las materias primas se seca en un proceso continuo y automático denominado atomización, como lo muestra la Figura 3.3, el cual permite la obtención de aglomerados esféricos huecos de partículas, llamados gránulos de atomizado, con un contenido en humedad controlado (5- 6 % en peso aproximadamente) y con una forma y un tamaño idóneos para que fluyan en la siguiente fase de conformado. El producto obtenido se denomina polvo atomizado.

El atomizador es un cilindro troncocónico que consta principalmente de un conjunto de boquillas que pulverizan la suspensión en su parte interior central, y de un sistema que introduce aire caliente en la parte superior y en contracorriente con el flujo de material.

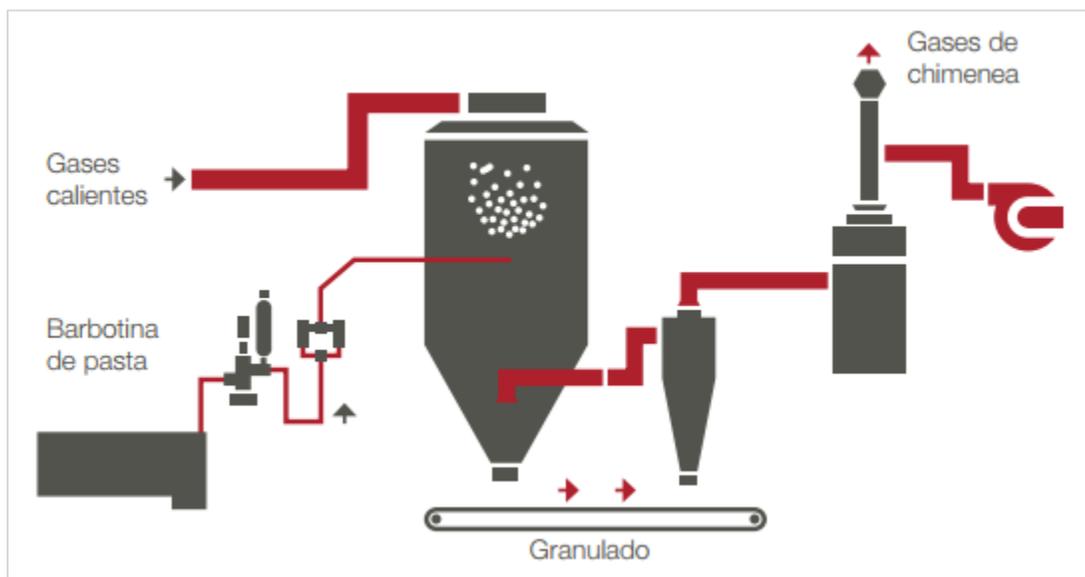


Figura 3. 3 Esquema del proceso de secado por atomización.

Fuente: Instituto de tecnología cerámica, 2011

La barbotina almacenada en la balsa se transporta mecánicamente al depósito de alimentación del atomizador, y se inyecta a través de las boquillas, donde se encuentra con el flujo de aire caliente. El aire caliente en contacto con las gotas de barbotina dispersas provoca la evaporación del agua, por convección y por radiación de calor, y por tanto el secado de las partículas. Estas partículas se aglomeran adquiriendo la forma esférica característica del polvo atomizado.

El polvo atomizado se descarga por la parte inferior del atomizador y se transporta a una serie de silos donde va a permanecer de 2 a 3 días para homogeneizar su humedad antes de iniciarse el proceso del conformado.

Inmediatamente antes del prensado, el polvo atomizado se tamiza en un vibrotamiz, con objeto de eliminar posibles impurezas y aglomerados de gran tamaño formados por gránulos pegados.

- Molturación por vía seca

Según el Instituto de tecnología cerámica (2011), la molturación en seco se realiza con molinos de martillos o, más habitualmente con molinos pendulares, que son capaces de producir partículas de menor tamaño.

Los molinos pendulares están provistos de un sistema de calefacción para facilitar la molienda de las arcillas húmedas, y de un clasificador neumático que es capaz de extraer las partículas de menor tamaño, permaneciendo las de mayor tamaño en el interior de la cámara durante más tiempo hasta alcanzar el tamaño deseado.

El material molido puede emplearse en la fabricación de piezas por extrusión o por prensado. En este último caso, el material fino debe ser humectado y granulado para poder ser alimentado correctamente a la prensa. En general, se utilizan granuladoras donde se humecta a la vez que se aglomeran las partículas más finas aumentando la densidad aparente del polvo, y lo que es más importante, incrementando su fluidez. Esto facilitará enormemente la posterior etapa de prensado.

- Conformado de las piezas

El sistema más utilizado para dar forma a los pavimentos y revestimientos, a partir de mezclas de materias primas molturadas vía húmeda y secadas por atomización, es el prensado en seco (5-7 % de humedad), mientras que el empleado para conformar las piezas a partir de mezclas obtenidas por vía seca es la extrusión.

- Prensado en seco

El moldeo de las piezas planas, debido a su forma sencilla (rectangular, cuadrada, etc), y a la pequeña relación espesor/superficie, se realiza por prensado unidireccional en seco en prensas de efecto simple, donde la presión se realiza sólo en una de las superficies de la pieza. La sencillez de este método facilita su automatización y permite alcanzar producciones más elevadas que con otros tipos de prensado (Instituto de tecnología cerámica, 2011).

Esta operación se realiza generalmente con prensas hidráulicas, debido a que son las más indicadas para controlar el ciclo de prensado.

Las principales ventajas de la utilización del prensado son las siguientes:

- ✓ Elevada producción con un empleo mínimo de mano de obra especializada.
- ✓ Facilidad de secado de las piezas prensadas.
- ✓ Mínima deformación de las piezas en operaciones posteriores (secado y cocción).

- Extrusión

El material molido vía seca en un molino pendular se somete a un primer amasado con un 10-15 % de agua y, generalmente es almacenado por un cierto tiempo. Posteriormente, y justo antes de ser introducido en la extrusora, es amasado de nuevo hasta obtener un 15-20 % de agua total.

El proceso de extrusión consiste en hacer pasar una columna de pasta, en estado plástico, a través de una matriz, mediante el empuje de un sistema propulsor. Una vez realizada la extrusión, el material obtenido se corta o troquela para obtener la dimensión de la pieza requerida.

El sistema propulsor puede ser helicoidal, de cilindros o de pistón, pero el más empleado en la fabricación de baldosas cerámicas es el helicoidal, por su elevada productividad y por su posibilidad de trabajar en régimen continuo.

El Instituto de tecnología cerámica (2011) reporta que este tipo de conformado de piezas se emplea en la fabricación de objetos de sección constante, como son por ejemplo las piezas de gres rústico.

- Secado de piezas conformadas

Las piezas recién moldeadas se introducen en un secador continuo (vertical u horizontal) para reducir su humedad (0,2-0,5 %), duplicando o triplicando así su resistencia mecánica, lo que permite su procesado posterior.

Predomina el uso de secadores horizontales del tipo horno monoestrato de rodillos debido a la mejor disposición de las piezas dentro del secador. Las piezas se introducen en diversos planos en el interior del secador y se mueven horizontalmente en su interior por encima de los rodillos.

El ciclo de secado depende tanto de las variables propias de la operación (temperatura, caudal de aire, etc.), como de las características de las piezas prensadas (dimensiones, humedad, compactación, etc.) y de la composición químico-mineralógica de las mismas.

En el interior de los secadores las piezas se ponen en contacto en contracorriente con gases calientes. Estos gases calientes suelen proceder de sistemas de recuperación de calor de la chimenea de enfriamiento del horno donde posteriormente va a producirse la cocción de la pieza.

- Cocción o sinterizado

De acuerdo con el Instituto de tecnología cerámica (2011), esta es la etapa más importante del proceso de producción de losetas cerámicas, ya que es el momento en el que las piezas previamente moldeadas sufren una modificación fundamental

en sus propiedades, dando lugar a un material duro, resistente al agua y a los productos químicos. Por otro lado, es el momento en el que se pone de manifiesto si las operaciones realizadas en las anteriores etapas del proceso productivo se han desarrollado convenientemente y si el producto acabado ha adquirido las propiedades y características deseadas.

El ciclo de calentamiento elegido y la temperatura máxima de cocción es propia de cada tipo de producto, ya que las exigencias térmicas están en función de la naturaleza de la composición que se ha preparado, e incluso del propio fabricante, quien define sus propios parámetros de funcionamiento.

Según el Instituto de tecnología cerámica (2011), se presenta una etapa de calentamiento claramente diferenciada de la etapa de enfriamiento, cuyas características principales son:

- Etapa de calentamiento

Abarca entre el 55 y 60 % de la longitud total del horno y se puede diferenciar entre:

Precaalentamiento: En la entrada del horno el factor que limita la velocidad de calentamiento es el peligro de explosión de las piezas, motivada por una eliminación violenta del exceso de humedad residual en forma de vapor. Esta humedad procede de la absorción de la humedad del ambiente de las piezas durante su almacenamiento, el agua que se aplica en el esmaltado, y la humedad residual a la salida del secador.

En esta primera zona se inicia el calentamiento de las piezas de forma lenta hasta alcanzar aproximadamente los 400 °C, facilitando la eliminación del exceso de humedad, y la extracción de los gases producidos durante la combustión.

Calentamiento: En esta zona es donde tiene lugar el aporte energético que permite llevar a cabo la oxidación de la materia orgánica y de las impurezas, la eliminación de los productos gaseosos generados durante ellas, así como la descomposición de los carbonatos presentes (Instituto de tecnología cerámica, 2011).

Para evitar la aparición de defectos superficiales, alteraciones en el color y texturas en el interior del producto acabado, es imprescindible que todas las reacciones indicadas, se completen antes de que la permeabilidad de la pieza sea tan baja, que prácticamente impida la difusión de las especies gaseosas (CO₂, O₂, etc..) producidas en el interior de ésta. Las temperaturas a las que transcurre esta etapa están comprendidas generalmente entre 750 °C y 900 °C.

Cocción. Se considera como tal el momento en el que se produce la sinterización de las piezas. En la pieza cerámica, al irse calentando, de una manera progresiva, se inicia la formación de fases cristalinas estables y la mezcla de materias primas se va transformando en una única estructura química compleja.

El Instituto de tecnología cerámica (2011) reporta que la zona de cocción debe corresponder al intervalo de temperaturas comprendido entre el inicio de la vitrificación (formación de fase vítrea) y el inicio de la deformación de la pieza por efecto del calor. El tiempo de permanencia de la pieza en esta zona debe ser lo suficientemente largo como para que toda la pieza pueda sufrir la vitrificación completa y así asegurar la estabilidad dimensional del producto.

Durante la etapa de cocción (y también durante el final del calentamiento) la pieza sufre una importante variación dimensional por dilatación térmica, que se invertirá durante el enfriamiento de ésta. Esta dilatación térmica debe ser considerada durante la formulación de la pasta, el engobe y el esmalte, ya que la falta de acoplamiento entre ellos puede provocar importantes problemas de curvatura en el producto final.

La temperatura máxima de cocción varía en función del tipo de producto, pero se puede decir que está comprendida entre 1130-1220 °C, y el tiempo de permanencia a dicha temperatura es de 2 ó 3 minutos.

- Etapa de enfriamiento

Abarca entre el 40 y el 50 % restante de la longitud total del horno y se pueden diferenciar tres etapas:

Enfriamiento forzado a alta temperatura: Se realiza por convección forzada, haciendo incidir aire a temperatura ambiente en el interior del horno a poca distancia de las piezas.

La elevada resistencia al choque térmico de las piezas a alta temperatura permite que éstas puedan enfriarse de forma rápida sin que se produzcan roturas, a pesar del elevado gradiente térmico que se establece en su interior.

Enfriamiento natural: En este intervalo de temperaturas el enfriamiento de las piezas se realiza casi exclusivamente por radiación y convección natural. Durante este periodo de enfriamiento se produce la transformación alotrópica que presenta el cuarzo a 537 °C, por la cual existe un cambio de estructura cristalina de cuarzo $\beta \rightarrow$ cuarzo α con una importante disminución de volumen (0.8 %), lo que puede provocar roturas, falta de uniformidad y tensiones que minimicen la estabilidad final de la pieza. Esta transformación que, aunque no es la única que se produce, condiciona a que este segmento de enfriamiento sea lento.

Esta transformación del cuarzo es reversible, con lo cual también se ha producido en la etapa de calentamiento, pero en sentido contrario. Como la etapa de calentamiento es lenta y larga de por sí, no suele ser conflictiva en dicho segmento.

Enfriamiento forzado a baja temperatura: Superado el anterior punto crítico, el material se hace nuevamente resistente al choque térmico, por lo que el enfriamiento final se hace otra vez por convección forzada, hasta una temperatura en la que el producto pueda ser manipulado (aproximadamente 100 °C).

Esta curva de cocción puede ser aplicada en líneas generales, tanto para los casos de bicocción como de monococción, teniendo en cuenta que en monococción la aparición de defectos generados por procesos de calentamiento o enfriamientos demasiado rápidos van a ser más probables (por el efecto de la cocción del esmalte sobre el soporte crudo), por lo que deben tenerse más precauciones tanto en la etapa de calentamiento, como en la de cocción (Instituto de tecnología cerámica, 2011).

3.2 Propiedades mecánicas de las piezas cerámicas

Los enlaces en los materiales cerámicos son rígidos y no admiten deslizamiento ante los esfuerzos. Esta inhabilidad no les permite absorber esfuerzos (Groover,1997).

Las propiedades mecánicas de los materiales determinan su comportamiento cuando se les sujeta a esfuerzos mecánicos. Estas propiedades incluyen el módulo de elasticidad, ductilidad, dureza y resistencia. Las propiedades mecánicas son importantes en el diseño de las piezas cerámicas, porque el funcionamiento y desempeño de estas dependen de su capacidad para resistir deformaciones bajo carga en servicio.

Por lo tanto, lograr las propiedades mecánicas deseadas radica en la adecuada realización del proceso de fabricación, desde la preparación de las materias primas, hasta el conformado de la pieza cerámica (cuerpo verde). Esto debido a que los defectos significativos introducidos durante el conformado, en general, no son eliminados o corregidos durante la cocción.

3.2.1 Resistencia mecánica de las piezas cerámicas en verde

La microestructura del cuerpo verde tiene un efecto significativo en la etapa posterior de sinterización. Si se producen variaciones severas en la etapa de compactación del cuerpo verde, el cuerpo sinterizado, en general, contendrá heterogeneidades que limitarán las propiedades de ingeniería.

El tamaño de los granos afecta las propiedades físicas y químicas, por esto, el empaquetamiento homogéneo de las partículas en el cuerpo verde es el objetivo

deseado en la etapa de compactación. Dado que la densidad de empaquetamiento controla la cantidad de contracción durante la cocción, también es deseable lograr una alta densidad de empaquetamiento (Restrepo,2011).

Según la Universidad de Oviedo (2007), de no lograrse un empaquetamiento homogéneo, aparecen variaciones de densidad en la pieza, las cuales producen defectos como el alabeo, distorsión e incluso grietas. Esta falta de uniformidad de la densidad puede deberse: a la fricción existente entre el polvo cerámico y el molde, llenado no uniforme del molde o presencia en el polvo granulado de alta fluidez, a la presencia de aglomerados duros o de gránulos de distinta dureza. Como resultado, las zonas de menor densidad o no densifican completamente o bien sufrirán una mayor contracción que las zonas que la rodean.

Los polvos cerámicos deben tener una distribución granulométrica y porcentaje de tamaño tal, que den lugar al menor número posible de huecos entre ellos después de la compactación (por ejemplo, mediante prensado). Con ello se consigue una mayor compactación (menor porosidad) y se alcanza una máxima densidad en verde. Por consiguiente, la resistencia del producto en verde es la suficiente para que éste pueda ser manejado y, en su caso, realizar alguna operación de acabado en verde (Universidad de Oviedo, 2007).

A mayor compactación, menor volumen de huecos y, por tanto, menor porosidad, que será más fácil de eliminar en el posterior proceso de cocción y dotará de mayor resistencia a la pieza cerámica.

Junto a la distribución granulométrica, el proceso de prensado es determinante en la generación de defectos de la pieza en verde. Los defectos más comunes son las laminaciones y las grietas, las cuales pueden deberse a: aire atrapado, baja resistencia de la pieza, diseño impropio del molde, fricción con las paredes del molde (falta de lubricación), recuperación elástica de la pieza durante su extracción del molde (springback), desgaste del molde, entre otras causas (De Aza Pendas, 1964).

Tales defectos, al ser introducidos durante el conformado se verán reflejados en la pieza sinterizada lo cual se traduce en la efectiva disminución de la resistencia mecánica de ésta. Con el fin de disminuir estos defectos se busca una adecuada distribución granulométrica (para reducir porosidad), lubricación del molde (para disminuir gradientes de presión), composición de aditivos utilizados y presión de conformado.

3.2.2 Resistencia mecánica de las piezas sinterizadas

Teóricamente la resistencia mecánica de un material cerámico es igual a la tensión máxima necesaria para separar dos planos atómicos adyacentes (Ibáñez A. & Sandoval F., 2000).

La resistencia mecánica de un material cerámico está estrechamente relacionada con la uniformidad de las materias primas, el tamaño de grano, la porosidad que adquiere el cuerpo cerámico sinterizado, la concentración de fallas internas, entre otras.

Las mayores resistencias y tenacidades se encuentran en aquellos materiales que tienen los granos más finos. Durante la sinterización, se da la formación de una fase amorfa, líquida o viscosa, esta fase fundida fluye alrededor de las partículas no fundidas y llena los poros debido a fuerzas de tensión superficial (o acción capilar); la contracción de la pieza acompaña este proceso. Al enfriar, esta fase fundida forma una matriz vítrea que favorece la formación de un cuerpo resistente y denso (Askeland,1998).

La porosidad y la resistencia mecánica de las piezas están directamente ligadas. Durante la cocción, se genera una movilidad atómica que conduce a la unión de las partículas y a la disminución de la porosidad. La variación de dimensiones que se produce modifica la porosidad, dependiendo del proceso de fabricación y del grado de cocción. Si las variaciones de volumen no se producen de modo regular durante el proceso de cocción, las piezas presentarán falta de uniformidad y tensiones. Es necesario, controlar la velocidad de cocción ya que una contracción rápida puede llevar a tensiones y provocar la rotura (Elías,2006).

En su estructura cristalina, los cerámicos poseen imperfecciones como: vacantes, intersticios, átomos desplazados y grietas microscópicas. Estas fallas internas tienden a concentrar los esfuerzos, sobre todo en presencia de tensión, flexión o impacto, provocando la acentuación de defectos que fueron incluidos durante el conformado y que no pueden corregirse en la cocción.

Como resultado de los factores mencionados anteriormente, los materiales cerámicos fallan por fractura, y las grietas pueden extenderse de forma muy rápida, con muy poca deformación plástica. Tales grietas se denominan inestables, y la propagación de la grieta, una vez iniciada, continúa espontáneamente sin un aumento en la tensión aplicada.

Es por ello que, con el fin de mejorar el rendimiento mecánico del producto final y considerando la evolución en la tecnología de fabricación, varios aditivos como el serrín, la hulla, silicato de sodio, carbonato sódico, entre otros, han sido incluidos en las formulaciones cerámicas (actuando como defloculantes, floculantes, lubricantes, etc.).

Las losetas cerámicas son materiales duros y frágiles que poseen poca o ninguna plasticidad. Es posible ensayar probetas de losetas cerámicas mediante el método establecido por la norma ISO 10545-4 (para todo tipo de losetas cerámicas) denominado "ensayo de flexión en tres puntos", donde el rompimiento del espécimen ocurre generalmente porque se ha sobrepasado la última resistencia a la tensión de las fibras externas de este.

Debido a que las losetas cerámicas prensadas son de especial interés en este estudio de investigación, se hará énfasis únicamente en los valores mínimos que exige la norma para este tipo de losetas. Los valores mínimos exigidos se muestran en la Tabla 3.2.

Tabla 3. 2 Valores mínimos exigidos de fuerza de ruptura y resistencia a la flexión para losetas prensadas

ISO 10545-4	Grupos normalizados de losetas cerámicas				
	BI _a	BI _b	BII _a	BII _b	BIII
Fuerza de ruptura (N)					
Losetas de grosor ≥ 7.5 mm	$\geq 1,300$	$\geq 1,100$	$\geq 1,000$	≥ 800	≥ 600
Losetas de grosor < 7.5 mm	≥ 700	≥ 700	≥ 600	≥ 500	≥ 200
Resistencia a la flexión ó Módulo de ruptura (N/mm²)					
Losetas de grosor ≥ 7.5 mm	35/32	30/27	22/20	18/16	12
Losetas de grosor < 7.5 mm	35/32	30/27	22/20	18/16	15

Fuente: ISO 13006 (2012)

3.2 Técnicas de caracterización de materiales cerámicos

Las técnicas de caracterización de materiales cerámicos permiten la obtención de información a partir de la respuesta de un material al ser perturbado por una señal. Estas técnicas son necesarias ya que permiten conocer o predecir las propiedades de un material a través de su estructura y así valorar su utilidad en diversas aplicaciones.

Dentro de las técnicas utilizadas para caracterizar estos materiales se encuentran las siguientes:

- Análisis por fluorescencia de rayos X (FRX)

La espectroscopía de fluorescencia de rayos X, es una técnica de caracterización elemental. Consiste en irradiar la muestra con un haz electromagnético, continuo y característico procedente de un tubo de rayos X equipado con una placa de tungsteno.

La radiación emitida se pasa a un analizador capaz de separar la radiación fluorescente en sus longitudes de onda constituyentes. Este analizador suele ser un cristal de fluoruro de litio (LiF), el cual funge como rejilla de difracción. El detector escanea las longitudes de onda emitidas y mide la intensidad de cada una. Al finalizar el barrido, la información es comparada con los espectros conocidos para identificar las especies elementales manifestadas (Universitat de Valencia, 2016).

- Difracción de rayos X (DRX)

Según R.W. Cahn FRS y E. Lifshin (1993), la técnica de difracción de rayos X constituye una herramienta útil para conocer las fases presentes en los materiales.

En esta técnica un haz de rayos X monocromático incide sobre una muestra de polvo muy fino, que idealmente tiene los cristales dispuestos al azar en todas las posibles orientaciones, detectándose los rayos X difractados mediante una película fotográfica o contador de radiación. Los datos obtenidos por el detector son registrados en una gráfica conocida como difractograma, el cual registra la intensidad de los rayos X difractados. En dicha gráfica, se pueden observar los picos que son característicos de cada material y se encuentran relacionados con su estructura cristalina y parámetros de red. Además, los difractogramas son característicos para cada material.

- Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido (MEB) es un instrumento que emplea un haz de electrones acelerados para escanear la superficie de una muestra, detecta la información o las señales producidas por la muestra por un barrido del haz de electrones y presenta una imagen aumentada de la superficie de la muestra en la pantalla del monitor. El análisis se lleva a cabo en condiciones de vacío.

Esta técnica proporciona una amplia información estructural. Con MEB se producen varios efectos útiles en la interacción electrón-materia (muestra), electrones secundarios permiten obtener imágenes topográficas, electrones retrodispersados permiten obtener imágenes composicionales y rayos X, permiten obtener información analítica (Universitat de València, 2016).

3.3 Diseño de experimentos

Una herramienta que permite el mejoramiento tanto de los productos como de procesos con el objetivo de que los bienes producidos se adecuen de la mejor manera posible a las exigencias del mercado es el Diseño de Experimentos, campo cuyo pionero fue Ronald A. Fisher, matemático y actuari, quien en 1919 realizó los primeros avances en este campo en la agricultura.

Según Lawson, Madrigal y Erjavec (1992), los métodos estadísticos y las técnicas de diseños experimentales con aplicaciones a problemas industriales fueron desarrollados principalmente en Estados Unidos y Gran Bretaña por científicos del área aplicada. Una de las ventajas de estos métodos es que permite el estudio de diferentes variables simultáneamente. Además, son empíricos y no requieren la definición de modelos matemáticos para describir situaciones físicas. En lugar de eso, involucran planes de experimentos con procedimientos definidos que agilizan la determinación de soluciones e interpretación de datos.

Un experimento es una prueba o ensayo. El experimento diseñado es una prueba o serie de pruebas en las cuales se inducen cambios deliberados en la variable de entrada de un proceso o sistema, de manera que sea posible observar e identificar las causas de los cambios en la respuesta de salida (Montgomery, 1996).

Un proceso o sistema puede ser representado por medio de una caja negra (Figura 3.4).

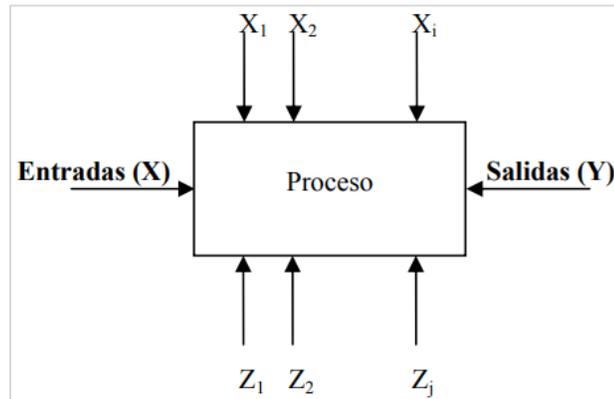


Figura 3. 4 Esquema de un proceso

Fuente: Medina, P., Cruz, E., Restrepo, J., 2007

En la Figura 3.4, se observa la existencia de factores controlables X_1, X_2, \dots, X_i ; factores no controlables Z_1, Z_2, \dots, Z_i (aunque pueden ser controlables para los fines del experimento); entradas y una respuesta o salida del sistema. Entre los objetivos del experimento pueden incluirse:

- Determinar cuáles variables (factores) tienen mayor influencia en la salida del proceso (Y).
- Determinar el mejor valor de las X que influyen en la salida del proceso, de manera que Y tenga un valor cercano al valor deseado.
- Determinar el mejor valor de las X que influyen en Y de modo que su variabilidad sea pequeña.
- Determinar el mejor valor de las X que influyen en Y, de modo que se minimicen los efectos de los factores no Controlables Z.

3.3.1 Metodología Taguchi

El Diseño de Experimentos es una herramienta que también puede llegar a ser usada en las etapas de diseño de productos y procesos con el objetivo de minimizar la variación del desempeño de éstos en manos de los consumidores finales con respecto a los factores ambientales como medio para mejorar la calidad (Medina, P., Cruz, E. & Restrepo, J., 2007).

La idea de diseñar productos y procesos cuyo desempeño sea insensible a las condiciones ambientales (robustez del sistema) y realizar esto en las etapas de diseño a través del uso de Diseño de Experimentos ha sido la piedra angular de la metodología Taguchi. Las fortalezas de la metodología de Taguchi son las siguientes:

- Enfatiza en la calidad durante la etapa del diseño del proceso.
- Reconoce la importancia relativa de los factores que influyen en el desempeño de los productos o procesos.
- Enfatiza en la reducción de la variabilidad, por medio del uso de la función de pérdida y de la razón señal-ruido (existiendo una para cada objetivo que se quiera lograr con el experimento).
- Se concentra en el concepto de diseño de parámetros que sirvan para disminuir la variabilidad en el desempeño de los productos.
- También puede ser utilizada para el mejoramiento de procesos y productos ya existentes.

El modelo de Taguchi enfatiza la importancia de evaluar el desempeño bajo condiciones de campo como parte del proceso de diseño y el hecho que la variación funcional en el desempeño está influenciada por los factores de ruido los cuales varían en el ambiente en el que los procesos o productos están funcionando.

De acuerdo con Fowkles y Creveling (1995), la filosofía Taguchi está basada en un modelo aditivo de los efectos principales para la cual, la presencia de interacciones es algo indeseable y en caso de que en el proceso se encuentre una relación de este tipo esta es tomada como parte del error experimental. Por consiguiente, la filosofía Taguchi está basada en un modelo como el expresado en los siguientes términos:

$$Y = .0 + .2 X_2 + .3 X_3 + \dots + .k X_k \quad (\text{Ec. 3.1})$$

En la expresión anterior se representa la aditividad característica en ésta metodología y la no presencia de interacciones bajo la cual se ampara el método de diseño experimental propuesto por Taguchi. Otra característica clave de esta metodología son los arreglos ortogonales, los cuales no son más que arreglos factoriales fraccionados en los que se basa como medio para la realización del experimento, así como la utilización de una medida de variabilidad denominada razón señal ruido (S/N) para la realización del análisis de resultados.

- **Arreglos ortogonales**

Según Ruiz (2005), para el estudio de los factores que afectan a un producto o proceso, Taguchi se basa en un conjunto pequeño de matrices del diseño. Estas matrices definen diseños ortogonales, es decir, sus columnas son ortogonales. Los diseños factoriales 2^k son un ejemplo de diseños ortogonales. Taguchi utiliza los valores 1 y 2 para denotar los niveles bajo y alto, respectivamente, en lugar de la notación usual \pm , puesto que considera la posibilidad de más de dos niveles en cada factor.

En la metodología de Taguchi se consideran diseños ortogonales fraccionarios, es decir, se reduce el número de filas de la matriz del diseño mediante identificación de factores principales y de factores de interacción. Esto permite una mayor viabilidad del estudio de tratamientos. Por ejemplo, para el diseño 2^7 de 7 factores con dos niveles, Taguchi considera la siguiente matriz de diseño:

$$\begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 2 & 2 & 2 & 2 \\ 1 & 2 & 2 & 1 & 1 & 2 & 2 \\ 1 & 2 & 2 & 2 & 2 & 1 & 1 \\ 2 & 1 & 2 & 1 & 2 & 1 & 2 \\ 2 & 1 & 2 & 2 & 1 & 2 & 1 \\ 2 & 2 & 1 & 1 & 2 & 2 & 1 \\ 2 & 2 & 1 & 2 & 1 & 1 & 2 \end{bmatrix}$$

Esta matriz es referida como matriz del diseño L_8 . Tiene siete columnas ortogonales y ocho filas, en contraste con los $2^7 = 128$ experimentos que constituirían la matriz del diseño de un diseño factorial completo de siete factores con dos niveles. Esta matriz L_8 puede ser utilizada también para el estudio de un número inferior de factores, cuando no se asignan a algunas de las columnas factores principales (según se ha visto en el tema anterior). Con un conjunto relativamente pequeño de diseños, Taguchi proporciona un catálogo reducido de modelos que permiten abordar un número relativamente alto de experimentos en ingeniería (Ruiz, 2005). Por ejemplo, Taguchi considera los siguientes diseños ortogonales fraccionarios con dos niveles: L_4 , L_8 , L_{12} , L_{16} , L_{32} y L_{64} . El listado de diseños con tres niveles incluye; L_9 , L_{18} , L_{27} y L_{81} . En general, un diseño L_N está definido mediante una matriz del diseño con N filas y permite considerar hasta $N - 1$ factores.

Intuitivamente, cuando se reduce el número de filas de la matriz del diseño asociada, por ejemplo, a un diseño factorial 2^k , se produce una pérdida que se refleja en:

- La pérdida de capacidad para estimar las interacciones entre factores.
- La pérdida de capacidad para estimar algunos de los efectos principales.

Taguchi proporciona reglas gráficas para cada matriz del diseño utilizada en su catálogo. Específicamente, en los gráficos que propone, los nodos son asignados a factores principales y los segmentos que unen dos nodos son asignados a los factores de interacción correspondientes.

Selección de un diseño ortogonal. De acuerdo con Ruiz (2005), para seleccionar un diseño ortogonal se utiliza el siguiente método. Nótese primero que un diseño L_N tiene asociados $N - 1$ grados de libertad. Entonces, un diseño apropiado para el desarrollo de un estudio es el más pequeño cuyos grados de libertad están justo

por encima de los grados de libertad asociados con todos los factores e interacciones. El proceso de selección se puede resumir en los siguientes puntos:

1. Cada factor con k niveles tiene $k-1$ grados de libertad.
2. Los grados de libertad para un factor de interacción doble son el producto de los grados de libertad de los factores principales que lo definen.
3. Los grados de libertad requeridos para todos los factores principales e interacciones se suman para obtener el total de grados de libertad $d.f._{total}$ requeridos en el desarrollo del experimento.
4. Se selecciona el L_N más pequeño para el cual $N-1 \geq d.f._{total}$ y que puede acomodar a los factores e interacciones que intervienen en el experimento.

En algunos casos, el estudio requiere combinaciones de factores principales e interacciones que impiden que el diseño seleccionado en el punto 4 sea apropiado y, por tanto, se tenga que considerar el siguiente L_N en magnitud. Por ejemplo, este hecho se da cuando se incluye un número elevado de factores de interacción en el estudio. Para resolver este problema también se puede desarrollar un análisis preliminar de los factores de interacción que son realmente significativos.

4. MATERIALES

En este capítulo se describen las materias primas utilizadas en la pasta cerámica, así como los equipos necesarios desde la preparación de estas, hasta la etapa final de sinterización. De igual forma se incluye el diseño experimental y los métodos de análisis empleados en este estudio.

4.1 Materiales y equipos

- Componentes principales de la mezcla base para cuerpo cerámico (semigres), designados como: A, B, C, D, E y F (debido a políticas de privacidad de la empresa Porcelanite-Lamosa[®]) (Figura 4.1).
- Carbonato de calcio (CaCO_3) y silicato de sodio (Na_2SiO_3) suministrados por la empresa Porcelanite-Lamosa[®].
- Aditivos: ceniza volante (con previo tratamiento térmico a 900 °C), talco, caolín y feldespato.
- Agua de grifo.



Figura 4. 1 Materias primas y aditivos para la obtención de probetas de cuerpo cerámico

Fuente: Porcelanite-Lamosa[®]

A continuación, se muestran los equipos empleados en las diferentes etapas de esta investigación:

- Para la obtención de probetas de cuerpo cerámico (Figura 4.2)
 1. Balanza analítica marca OHAUS, modelo Explorer.
 2. Molino planetario de bolas marca MTI, modelo SFM-1 Desk -Top.
 3. Horno de convección de aire forzado, marca MTI.
 4. Molde rectangular de acero D2 de 29 mm x 70mm.
 5. Prensa hidráulica de 30 Toneladas.

6. Horno marca MTI, modelo KSL-1700X.
7. Tamiz de pruebas físicas malla #12, marca Montiel inoxidable México



Figura 4. 2 Equipos para la obtención de probetas de cuerpo cerámico
Fuente: CINVESTAV. Unidad Saltillo

- Para los ensayos de medición de propiedades físicas y mecánicas (Figura 4.3)
 1. Contracción lineal: Calibrador Vernier digital.
 2. Espesor: Micrómetro digital marca Truper.
 3. Resistencia mecánica: máquina de ensayo universal marca MTS, modelo Q TEST/100, micrómetro digital electrónico Truper (medir espesor).

4. Absorción de agua: parrilla de calentamiento marca Thermo scientific cimarec, recipiente metálico rectangular y soporte metálico.



Figura 4. 3 Equipos para los ensayos de medición de propiedades físicas y mecánicas

Fuente: CINVESTAV. Unidad Saltillo

5. METODOLOGÍA

El procedimiento utilizado para la obtención de las probetas de cuerpo cerámico y los métodos de análisis involucrados a lo largo de todo el proceso, se muestran en el diagrama de flujo de la Figura 5.1.

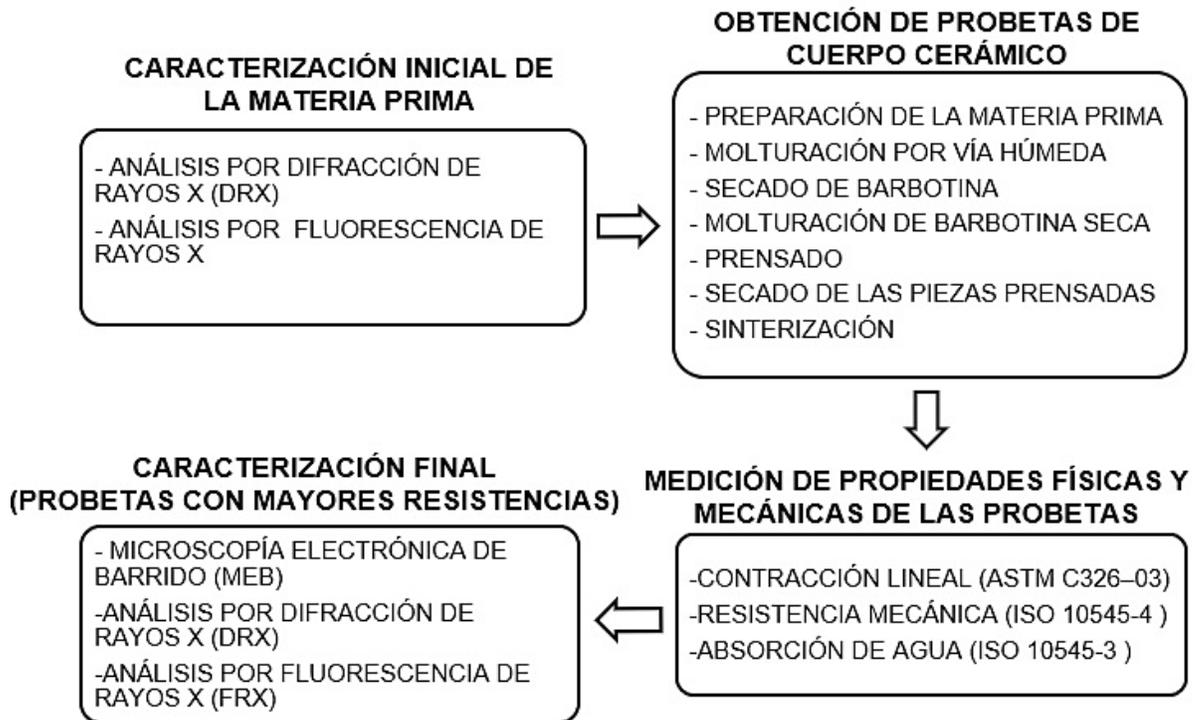


Figura 5. 1 Metodología experimental.

Fuente: Elaboración propia

5.1 Caracterización inicial

Cada uno de los componentes principales de la mezcla base para cuerpo cerámico (incluyendo aditivos) fue analizado por medio de las técnicas de fluorescencia de rayos X (FRX) y difracción de rayos X (DRX) para confirmar su composición química.

a) Análisis por fluorescencia de rayos X (FRX)

Para conocer la composición de la materia prima, se utilizó la técnica de fluorescencia de rayos X, utilizando un espectrómetro de FRX dispersivo de la marca BRUKER AXS modelo s4 PIONEER, con un voltaje de excitación de 25 a 60kv. La medición de pérdidas por ignición (PPI) fue obtenida calentando las muestras en una mufla a 950 °C durante 1 h. Para este análisis se necesitaron 15 g de cada muestra que pasaran por la malla #140.

b) Análisis por difracción de rayos X (DRX)

Esta técnica fue utilizada para determinar las fases cristalinas presentes en las muestras. Para esto, se necesitó 1 g de polvo que pasara por malla #200 perteneciente a cada una de las muestras a analizar. Se utilizó un difractómetro de rayos X marca Phillips, modelo XPert PW 3040 utilizando una radiación de $\text{CuK}\alpha$. La velocidad de barrido fue de s^{-1} en el ángulo 2θ de intervalos de $10\text{-}80^\circ$.

5.2 Metodología para la obtención de probetas del cuerpo cerámico

A continuación, se explica la metodología utilizada para la obtención de probetas de cuerpo cerámico estándar y probetas de cuerpo cerámico con aditivos. Ambos procedimientos fueron determinados por la empresa Porcelanite-Lamosa®.

5.2.1 Procedimiento para la obtención de probetas de cuerpo cerámico estándar

1. Los componentes del cuerpo cerámico base (A, B, C, D, E y F) fueron suministrados por la empresa Porcelanite-Lamosa® y se utilizaron sin realizar más tratamientos previos que los efectuados en su planta de producción.

A la mezcla de componentes principales (A+B+...+F) se le designó el nombre de “mezcla base”. La formulación de la mezcla base fue otorgada por la empresa y se presenta en la Tabla 5.1. Dicha formulación es para producir probetas con una absorción de agua ($3\% < E \leq 6\%$), denominado “semigres”.

Tabla 5. 1 Formulación para 200 g de mezcla base.

Componente	Cantidad (g)
A	40
B	38
C	42,4
D	25,4
E	40,4
F	14,0

Fuente: Porcelanite-Lamosa®.

Se pesó cada uno de los componentes en la balanza y se integraron todos para obtener la mezcla base.

2. Se realizó la molienda en húmedo agregando 180 g de agua, 0,6 g de cal y 0,6 g de silicato de sodio a los 200 g de mezcla base. Esta etapa se llevó a cabo en un molino planetario de bolas a 30 Hz por 15 minutos.

3. La barbotina obtenida de la molturación húmeda se depositó en contenedores rectangulares de aluminio y fue sometida a secado por convección en la estufa por un tiempo de 2 horas a una temperatura de $120\text{ }^\circ\text{C}$.

4. La barbotina ya seca se llevó a molienda en un molino planetario a 30 Hz por un tiempo de 5 minutos con el fin de obtener un polvo fluido (no aglomerado).
5. Se pesaron 40 g de polvo cerámico (por triplicado), añadiendo el 5 % de humedad a cada muestra (2 g de agua).
6. Con el fin de deshacer los granos de humedad, cada muestra fue pasada a través de un tamiz de pruebas físicas con malla número 12.
7. Para obtener las probetas, se prensó de forma uniaxial el polvo cerámico a 306 kgf/cm² en un molde rectangular de acero D2 de 29 mm x 70mm. Cada probeta se llevó a secado a la estufa por un tiempo de 1 hora, a una temperatura de 120 °C con el fin de reducir la humedad contenida en estas.
8. Posterior al secado de las muestras se procedió a la sinterización. La sinterización de las probetas se llevó a cabo en el horno eléctrico a una velocidad de 5 °C /min hasta alcanzar una temperatura de sinterización de 1150 °C (tiempo de residencia a la temperatura máxima igual a 15 minutos). Se dejó enfriar de forma natural el horno hasta 50 °C y se retiraron las muestras.

El diagrama de flujo de la Figura 5.2 muestra el procedimiento realizado para la obtención de probetas de cuerpo cerámico estándar.

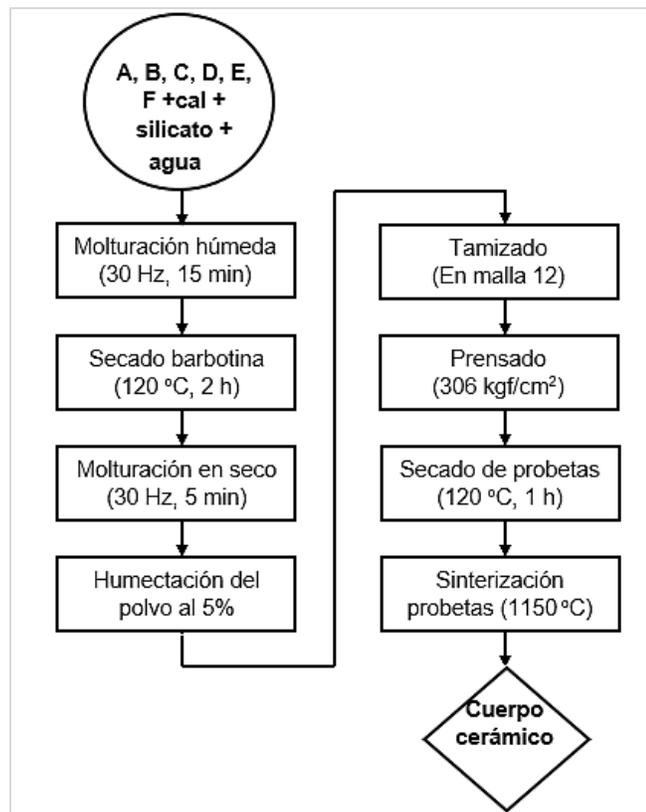


Figura 5. 2 Diagrama de flujo para la obtención de probetas de cuerpo cerámico estándar.

5.2.2 Procedimiento para la obtención de probetas de cuerpo cerámico con los diferentes aditivos

El proceso para obtener probetas de cuerpo cerámico estándar y probetas con los diferentes aditivos varía únicamente en la etapa de preparación de las materias primas, donde a la mezcla base se añaden los aditivos. Sin embargo, una vez incorporados los aditivos a la mezcla base, desde la molturación húmeda hasta la etapa de sinterización, el procedimiento se llevó a cabo siguiendo las mismas etapas y condiciones que para probetas de cuerpo cerámico estándar (Ver Figura 5.2).

En la Tabla 5.2 se presentan los 4 aditivos utilizados en sus diferentes proporciones, el efecto de cada uno de estos se estudió por separado. Cada aditivo se añadió directamente sobre 200 g de mezcla base.

Tabla 5. 2 Aditivos y porcentajes en que fueron utilizados.

Aditivos	% utilizado
Ceniza Volante	2 4 6 8
Talco	1 2 3 4
Caolín	1 2 3 4
Feldespatos	2

Fuente: Elaboración propia

5.3 Diseño experimental

Las pruebas realizadas en el presente proyecto se efectuaron en tres etapas; la primera de ellas consta de una serie de pruebas exploratorias, la segunda muestra el diseño experimental tipo Taguchi que se utilizó y la tercera presenta la formulación optimizada para obtener la resistencia mecánica más alta. Todas las pruebas se realizaron por triplicado.

5.3.1 Pruebas preliminares

En todas las pruebas se incluyeron probetas de cuerpo cerámico estándar como muestra testigo o de referencia.

5.3.1.1 Pruebas para la determinación de la velocidad de calentamiento

Estas pruebas fueron realizadas con el fin de determinar la velocidad de calentamiento adecuada para la sinterización de las probetas a nivel de laboratorio. Se utilizaron probetas de cuerpo cerámico estándar.

Se experimentó con 2 velocidades de calentamiento, manteniendo constantes la temperatura de sinterización y el tiempo de residencia a dicha temperatura, correspondientes a 1150 °C y 15 minutos respectivamente.

1. Se aplicó la rampa de calentamiento usada en la planta Porcelanite-Lamosa® (Ver Figura 5.3) con el fin de que las condiciones de operación en el laboratorio fueran lo más similares a las de la empresa. El calentamiento ocurre a una velocidad de 28 °C /min hasta llegar a la temperatura de sinterización, donde reside por 15 minutos.
2. De acuerdo con estudios previos, E. Eren Gültekin (2017) reporta para temperaturas de sinterización entre 1100 °C y 1200 °C una velocidad de calentamiento adecuada correspondiente a 5 °C/min. Por ello, se optó por dicha velocidad de calentamiento. La rampa de calentamiento correspondiente a esta prueba se muestra en la Figura 5.4.

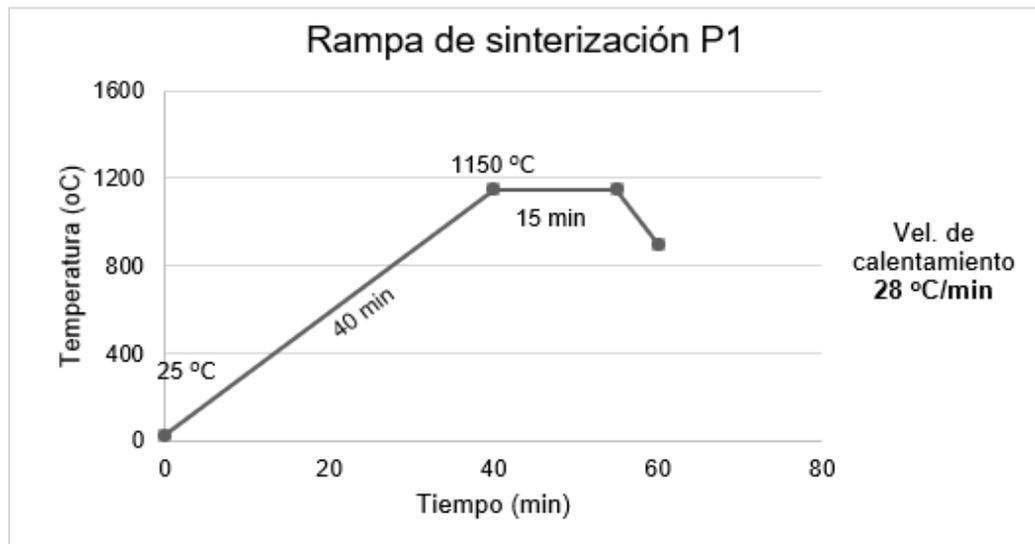


Figura 5. 3 Rampa de sinterización P1.
Fuente: Porcelanite-Lamosa®

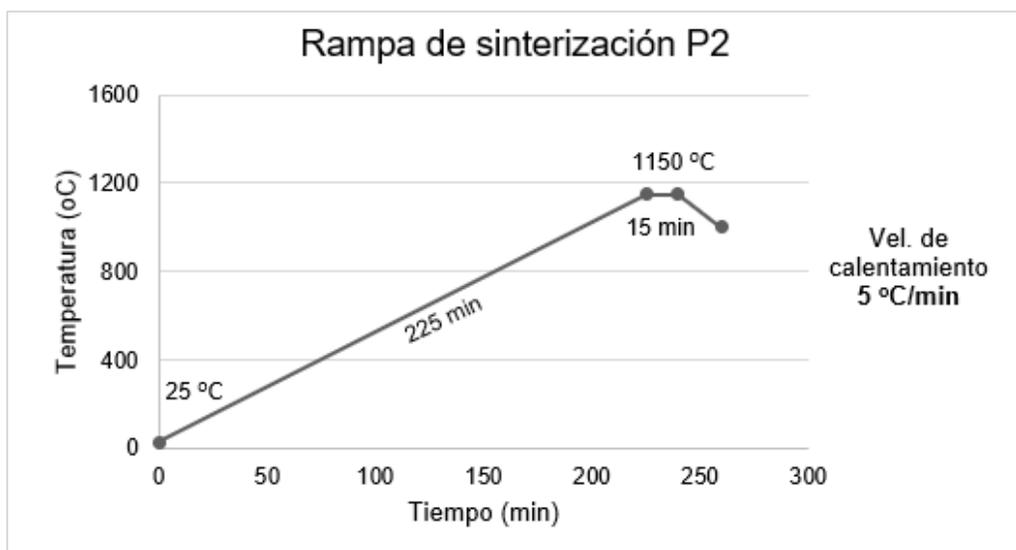


Figura 5. 4 Rampa de sinterización P2.
Fuente: Elaboración propia

5.3.1.2 Pruebas con ceniza volante, talco y caolín a diferentes proporciones

La realización de estas pruebas tenía como objetivo observar el comportamiento de los 3 aditivos en un intervalo de proporciones determinado y así posteriormente, en dependencia de los resultados observados, seleccionar un valor puntual a ser evaluado.

En este apartado se mencionan las pruebas con la variación porcentual de los siguientes aditivos:

- Ceniza volante: Se hicieron probetas cerámicas con ceniza volante en proporciones de 2 %, 4 %, 6 % y 8 %
- Talco: Se hicieron probetas cerámicas con talco en proporciones de 1 %, 2 %, 3 % y 4 %
- Caolín: Se hicieron probetas cerámicas con caolín en proporciones de 1 %, 2 %, 3 % y 4 %

A todas las probetas se les realizaron los ensayos de medición de las propiedades físicas y mecánicas (descritos en el apartado 5.5).

5.3.1.3 Repetición de pruebas con ceniza volante, talco y caolín al 2 % y realización de pruebas con feldespato al 2 %

A todas las probetas se les realizaron los ensayos de medición de las propiedades físicas y mecánicas (descritos en el apartado 5.5).

5.3.2 Pruebas con diseño ortogonal Taguchi con aditivos al 2 %

A partir de estas pruebas, y por recomendación de Porcelanite-Lamosa®, se utilizaron 30 g de polvo para conformar cada probeta cerámica, esto con el fin de reducir el espesor de estas, pues en planta las losetas de producción están en el intervalo de 7 mm (ya esmaltadas).

Se empleó un diseño experimental Taguchi con los 4 aditivos al 2 %, esto para determinar el grado de influencia de cada factor y así encontrar las mejores formulaciones que proporcionarían un aumento en la resistencia mecánica.

Los factores y sus respectivos niveles se muestran en la Tabla 5.3.

Tabla 5. 3 Factores y niveles para el diseño experimental Taguchi.

Factores	Nivel 1	Nivel 2
Ceniza volante	2 %	0 %
Talco	2 %	0 %
Caolín	2 %	0 %
Feldespatos	2 %	0 %

Fuente: Elaboración propia

En la Tabla 5.4 se muestra el arreglo ortogonal L8 (cuatro factores de dos niveles cada uno, en ocho corridas) obtenido mediante el uso del software Minitab17, el cual será la matriz del diseño experimental usado.

Tabla 5. 4 Arreglo ortogonal L8.

Experimento	Ceniza volante	Talco	Caolín	Feldespatos
T1	2 %	2 %	2 %	2 %
T2	2 %	2 %	2 %	0 %
T3	2 %	0 %	0 %	2 %
T4	2 %	0 %	0 %	0 %
T5	0 %	2 %	0 %	2 %
T6	0 %	2 %	0 %	0 %
T7	0 %	0 %	2 %	2 %
T8	0 %	0 %	2 %	0 %

Fuente: Minitab17

A todas las probetas se les realizaron los ensayos de medición de las propiedades físicas y mecánicas (descritos en el apartado 5.5).

5.3.3 Repetición de los experimentos T2, T5 y T6 del diseño Taguchi y obtención de la respuesta optimizada

Se realizó la repetición de los 3 mejores resultados de resistencia mecánica del diseño Taguchi con la finalidad de comprobar la veracidad de los datos. La respuesta optimizada (RO) se obtuvo haciendo uso del software Minitab17 y se muestra en la Tabla 5.5.

Tabla 5. 5 Respuesta optimizada

Experimento	Ceniza volante	Talco	Caolín	Feldespatos
RO	0 %	2 %	2 %	0 %

Fuente: Minitab17

A todas las probetas se les realizaron los ensayos de medición de las propiedades físicas y mecánicas (descritos en el apartado 5.5).

5.4 Caracterización microestructural y química.

La aplicación de técnicas de análisis instrumental permitió obtener un conocimiento más detallado de las estructuras de las probetas cerámicas obtenidas, así como de saber de forma cualitativa que fases fueron generadas durante el proceso de sinterización y determinar la presencia cualitativa de los elementos en el cuerpo cerámico.

Los análisis mencionados a continuación se realizaron únicamente a 5 muestras: el cuerpo cerámico estándar, los tres mejores resultados del diseño Taguchi y la respuesta optimizada.

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

Para conocer las composiciones de las probetas con mayores resistencias mecánicas, se utilizó la técnica de fluorescencia de rayos X, con un voltaje de excitación de 25 a 60kv. La medición de pérdidas por ignición (PPI) fue obtenida calentando las muestras en una mufla a 950 °C durante 1 h. Para este análisis se necesitaron 15 g de cada muestra que pasaran por la malla #140.

- **Análisis por Difracción de rayos X (DRX)**

Esta técnica fue utilizada para determinar las fases cristalinas presentes en las muestras. Para esto, se necesitó 1 g de polvo que pasara por malla #200 perteneciente a cada una de las muestras a analizar. Se empleó un difractómetro de rayos X utilizando una radiación de $\text{CuK}\alpha$. La velocidad de barrido fue de s^{-1} en el ángulo 2θ de intervalos de 10-80°.

- **Análisis por Microscopía Electrónica de barrido (MEB)**

Con el fin de conocer la composición de las diferentes fases y la distribución elemental, la morfología de la superficie de las probetas se analizó utilizando MEB.

Para esto, se cortó una sección de 1 cm x 1 cm de cada loseta a analizar, luego estas fueron pulidas hasta obtener acabado espejo. Posteriormente, las probetas fueron recubiertas con una aleación de oro-paladio y fueron cubiertas con papel aluminio (a excepción de la superficie pulida a analizar), para facilitar la conducción y la visualización de la superficie de estas. Para obtener las micrografías se utilizaron electrones retrodispersados, voltaje de 10 y 20 KeV en condiciones de vacío.

Los equipos utilizados se detallan a continuación y se muestran en la Figura 5.5.

1. FRX: espectrómetro de FRX dispersivo marca BRUKER AXS modelo s4 PIONEER.
2. DRX: difractómetro de rayos X marca PHILIPS, modelo XPert PW 3040.

3. MEB: microscopio electrónico de barrido marca PHILIPS, modelo XL30ESEM.



Figura 5. 5 Equipos para las técnicas de caracterización

5.5 Ensayos de medición de las propiedades físicas y mecánicas de las probetas

Los 3 ensayos descritos a continuación, fueron realizados a todas las probetas y están regidos por sus respectivas normas.

5.5.1 Determinación de la contracción lineal

La aplicación de este ensayo se realizó de acuerdo con la norma ASTM C326–03. Se midió la longitud de cada lado de la probeta en verde y una vez sinterizada, por medio de un calibrador Vernier digital.

Para realizar este cálculo se utilizó la siguiente fórmula:

$$\% C.L = \frac{L_p - L_q}{L_p} * 100 \quad (\text{Ec. 5.1})$$

Donde:

$\% C.L$ = Contracción lineal.

L_p = Longitud plástica (probeta en verde).

L_q = Longitud final (probeta sinterizada).

5.5.2 Determinación de la resistencia mecánica a la flexión

Este ensayo, también conocido como “*ensayo de flexión en 3 puntos*” se realizó siguiendo la norma ISO 10545-4 con el cual se determinó el módulo de ruptura y la fuerza de ruptura de cada probeta. Para este ensayo se empleó una máquina de ensayo universal marca MTS, modelo Q TEST/100 provista del software TestWorks 4 para el procesamiento de datos.

Para realizar el ensayo, la probeta se colocó sobre dos barras de apoyo con la superficie adecuada hacia arriba (Ver Figura 5.6) de manera que sobresaliera por el largo (L) de cada barra de soporte. La carga se aplicó de manera uniforme a una velocidad constante de 0,5 mm/min por medio de una tercera barra en contacto con la superficie adecuada. En losetas rectangulares, el lado más largo debe ser perpendicular a las barras de soporte.

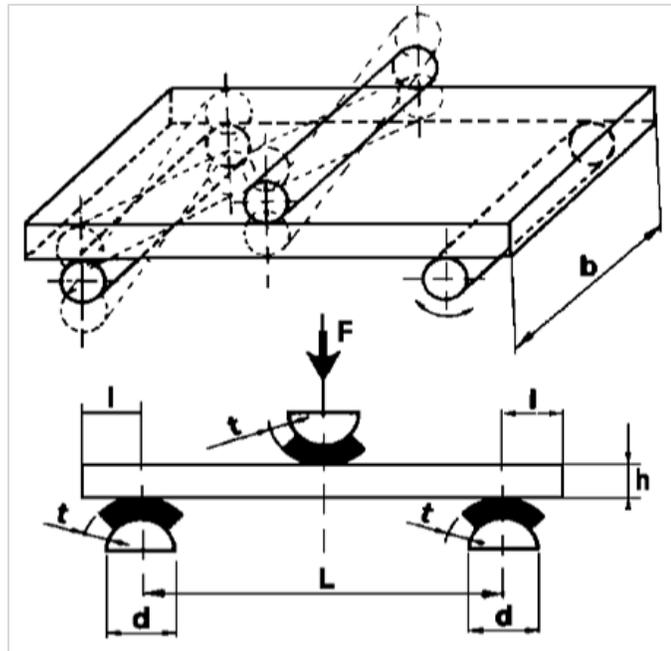


Figura 5. 6 Sistema de carga en la medición del módulo de ruptura y resistencia a la ruptura.

Fuente: Norma ISO 10545-4

La Tabla 5.6 muestra las especificaciones a considerar para el montaje del ensayo. Debido a que las probetas son de aproximadamente 70 mm de largo, se seleccionaron los datos correspondientes a la línea central.

Tabla 5. 6 Parámetros instrumentales para la medida del módulo de ruptura, según el formato de las losetas.

Dimensión de la probeta (mm)	Diámetro de los rodillos (mm)	Espesor del caucho (mm)	Distancia (mm)
≥95	20	5	10
<95≥48	10	2,5	5
<48≥18	5	1	2

Fuente: Norma ISO 10545-4

La resistencia a la flexión (σ) se calculó mediante la fórmula siguiente:

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (\text{Ec. 5.2})$$

Donde:

F = carga (N).

L = longitud de entre las varillas de soporte (mm).

b = ancho de la loseta en el borde roto (mm) (obtenido con el micrómetro digital).

h = espesor mínimo de la loseta (mm) medida a lo largo del borde roto.

5.5.3 Determinación del porcentaje de absorción de agua

La realización de este ensayo se llevó a cabo conforme a la norma ISO 10545-3.

Una vez realizado el ensayo de flexión en tres puntos, se tomó un trozo (de los dos) de cada probeta y se pesó, con el fin de obtener el peso en seco. Posteriormente se colocaron en un recipiente con agua desionizada para hervirlas, de tal forma que no tocaran el fondo y quedaran completamente sumergidas. El contenedor se mantuvo en el punto de ebullición durante dos horas. Luego las probetas se dejaron enfriar durante cuatro horas sumergidas en el agua. Transcurridas las cuatro horas, las probetas fueron retiradas del contenedor con agua. Rápidamente con un paño húmedo se eliminó el exceso de agua en la superficie de cada una de las piezas y se pesaron nuevamente con la misma precisión que para el peso en seco.

La absorción de agua, expresada como un porcentaje del peso del material seco, se expresa en la fórmula:

$$\% A.A = \frac{m_m - m_s}{m_s} * 100 \quad (\text{Ec. 5.3})$$

Dónde:

% A.A. = Porcentaje de absorción de agua.

m_m = Masa de la probeta húmeda

m_s = Masa de la probeta seca.

6. RESULTADOS Y DISCUSIONES

En este capítulo se presentan los resultados de las diferentes etapas del trabajo de investigación, así como una discusión integral de estos para el entendimiento y resolución de los objetivos planteados.

6.1 Caracterización inicial

Se presentan los resultados de los análisis realizados a los componentes principales de la mezcla base para cuerpo cerámico y a los aditivos.

6.1.1 Análisis por fluorescencia de rayos X (FRX)

En la Tabla 6.1 se presenta la composición química en forma de óxidos de las materias primas utilizadas para el cuerpo cerámico. La interpretación de datos se realizó utilizando el software SPECTRA plus. Se evidencian mayores proporciones de compuestos aluminosilicatos (Al_2O_3 , SiO_2). De acuerdo con la literatura consultada se confirma que “las materias primas son en su mayoría agregados de aluminosilicatos y bajos contenidos de metales como el hierro, el magnesio, el sodio y el potasio” (Dondi, Raimondo & Zanelli, 2014).

Tabla 6. 1 Composición química de los componentes de la mezcla base para cuerpo cerámico (% e.p.).

A		B		C		D		E		F	
SiO ₂	58,89	SiO ₂	64,02	SiO ₂	61,10	SiO ₂	46,14	SiO ₂	57,44	SiO ₂	60,54
Al ₂ O ₃	18,76	Al ₂ O ₃	20,46	Al ₂ O ₃	18,10	PPI	17,40	Al ₂ O ₃	12,77	Al ₂ O ₃	16,82
Fe ₂ O ₃	7,78	PPI	6,44	PPI	8,25	CaO	13,09	PPI	10,40	PPI	6,59
K ₂ O	5,37	K ₂ O	3,63	Fe ₂ O ₃	7,19	Al ₂ O ₃	12,99	CaO	7,49	Fe ₂ O ₃	5,96
PPI	5,33	Fe ₂ O ₃	3,26	K ₂ O	2,30	Fe ₂ O ₃	5,25	K ₂ O	4,59	K ₂ O	3,89
CaO	1,30	TiO ₂	0,82	TiO ₂	0,80	K ₂ O	2,69	Fe ₂ O ₃	4,41	CaO	3,22
TiO ₂	0,94	MgO	0,66	MgO	0,60	MgO	1,24	MgO	1,19	MgO	1,01
MgO	0,80	SO ₃	0,24	CaO	0,42	TiO ₂	0,61	Na ₂ O	0,70	TiO ₂	0,78
Na ₂ O	0,36	CaO	0,15	SO ₃	0,16	P ₂ O ₅	0,14	TiO ₂	0,51	Na ₂ O	0,54
SO ₃	0,17	P ₂ O ₅	0,14	P ₂ O ₅	0,13	Na ₂ O	0,10	SO ₃	0,14	SO ₃	0,24
P ₂ O ₅	0,10	Na ₂ O	0,06	MnO	0,06	SO ₃	0,10	P ₂ O ₅	0,13	P ₂ O ₅	0,13
MnO	0,05	ZrO ₂	0,03	Na ₂ O	0,06	MnO	0,05	Cl	0,06	ZnO	0,09
ZrO ₂	0,03	MnO	0,02	ZnO	0,04	ZrO ₂	0,03	MnO	0,05	ZrO ₂	0,07
Cr ₂ O ₃	0,02	Cr ₂ O ₃	0,02	Y ₂ O ₃	0,03	ZnO	0,03	ZrO ₂	0,03	MnO	0,04
CuO	0,02	ZnO	0,01	ZrO ₂	0,02	SrO	0,03	SrO	0,02	Cr ₂ O ₃	0,01
SrO	0,01	CuO	0,01	CuO	0,02	PbO	0,03	ZnO	0,01	SrO	0,01
ZnO	0,01	SrO	0,01	SrO	0,01	Cr ₂ O ₃	0,01			CuO	0,01
				NiO	0,01						

Fuente: Laboratorio de análisis químico CINVESTAV. Unidad Saltillo

La composición en forma de óxidos de los aditivos se muestra en la Tabla 6.2.

El análisis por FRX muestra que la viabilidad de los 4 aditivos en ser utilizados en el cuerpo cerámico radica en los constituyentes similares que estos poseen con respecto a los contenidos de cerámica (siendo principales los materiales aluminosilicosos) los cuales aportan componentes para la formación de fases líquidas durante la etapa de cocción contribuyendo así a la formación de menor porosidad y por lo tanto provocando un aumento en la resistencia.

Tabla 6. 2 Composición química de los aditivos (% e.p.).

Ceniza Volante		Talco		Caolín		Feldespato	
SiO ₂	58,83	SiO ₂	39,97	SiO ₂	64,82	SiO ₂	68,62
Al ₂ O ₃	23,84	MgO	28,13	Al ₂ O ₃	23,54	Al ₂ O ₃	16,53
Fe ₂ O ₃	5,81	Al ₂ O ₃	17,62	PPI	8,73	K ₂ O	8,35
PPI	3,6	PPI	13,6	TiO ₂	0,87	Na ₂ O	4,90
CaO	2,61	Fe ₂ O ₃	0,21	Fe ₂ O ₃	0,72	CaO	0,59
K ₂ O	1,61	CaO	0,18	SO ₃	0,40	Fe ₂ O ₃	0,43
TiO ₂	1,18	K ₂ O	0,14	K ₂ O	0,31	PPI	0,27
SO ₃	1,11	TiO ₂	0,10	P ₂ O ₅	0,16	SO ₃	0,14
MgO	0,69	SO ₃	0,01	Na ₂ O	0,14	TiO ₂	0,07
Na ₂ O	0,47	ZrO ₂	0,01	ZrO ₂	0,11	ZrO ₂	0,04
ZrO ₂	0,05			CaO	0,09	MgO	0,01
P ₂ O ₅	0,05			MgO	0,02	P ₂ O ₅	0,01
ZnO	0,04			SrO	0,01		
SrO	0,04			Y ₂ O ₃	0,01		
MnO	0,02						
CuO	0,01						

Fuente: Laboratorio de análisis químico CINVESTAV. Unidad Saltillo

6.1.2 Análisis por difracción de rayos X (DRX)

Los difractogramas de las fases cristalinas existentes en los polvos empleados como materias primas (componentes de la mezcla base) y en los aditivos utilizados fueron identificados con el software X'pert. Los resultados de todas las muestras coinciden con sus análisis químicos (Apartado 6.1.1).

- Componentes de la mezcla base

La Figura 6.1 muestra el difractograma del componente A, en el cual se identificaron las siguientes fases: cuarzo (SiO_2), calcita (CaCO_3), muscovita ($\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), hematita (Fe_2O_3), albita baja en calcio ($\text{Na}_{0.84}\text{Ca}_{0.16}(\text{Al}_{1.16}\text{Si}_{2.84}\text{O}_8)$) y caolinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$).

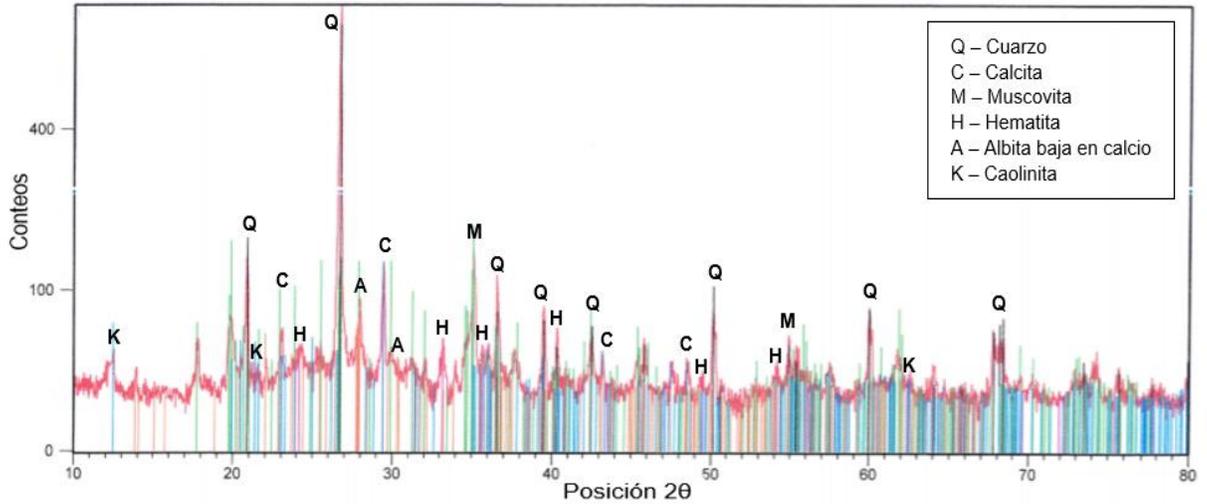


Figura 6. 1 Difractograma correspondiente al componente A.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

En el componente B se presentaron los picos representativos de las fases cristalinas: cuarzo (SiO_2), caolinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) e illita ($\text{KAl}_4\text{Si}_2\text{O}_9(\text{OH})_3$) (Figura 6.2).

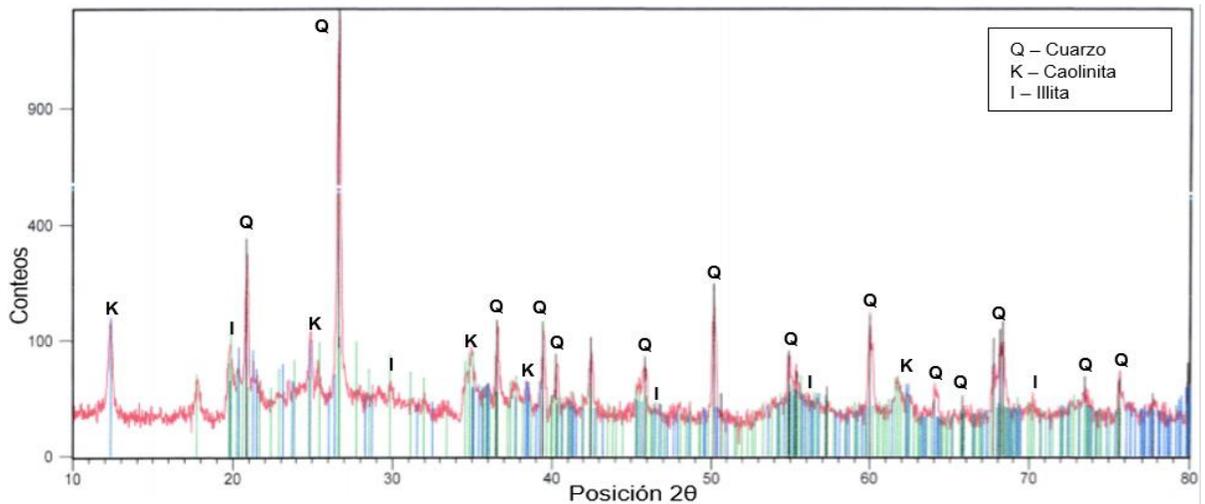


Figura 6. 2 Difractograma correspondiente al componente B.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

Las fases cristalinas que se identificaron en el componente C corresponden a cuarzo (SiO_2), caolinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), muscovita ($\text{KA}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) y hematita (Fe_2O_3) (Figura 6.3).

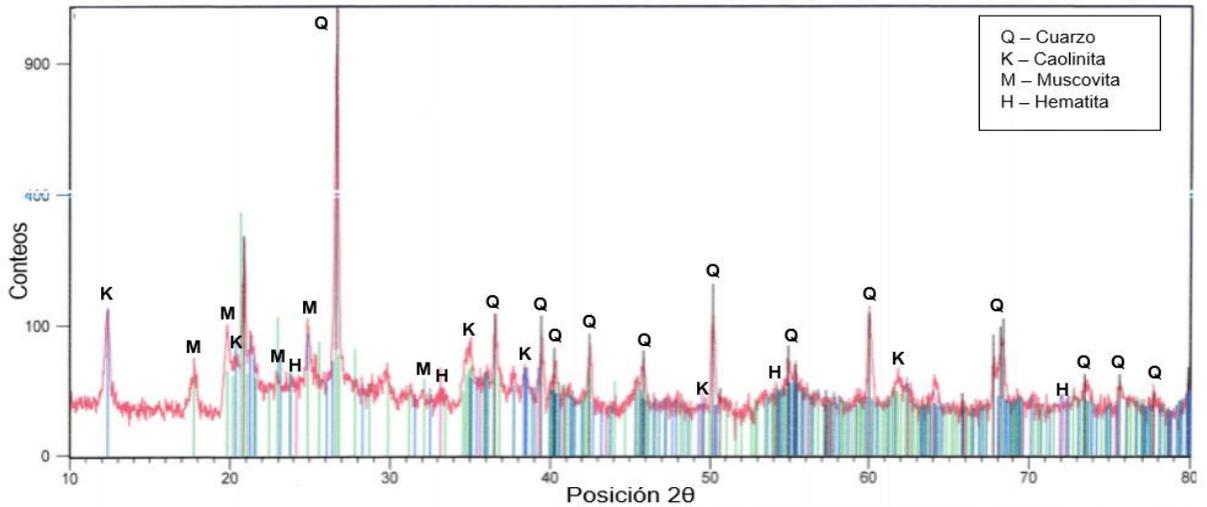


Figura 6. 3 Difractograma correspondiente al componente C.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

En la Figura 6.4, correspondiente al componente D fueron identificadas las fases cristalinas cuarzo (SiO_2 , 00-033-1161), calcita (CaCO_3 , 00-005-0586) e illita ($\text{KA}_4\text{Si}_2\text{O}_9(\text{OH})_3$).

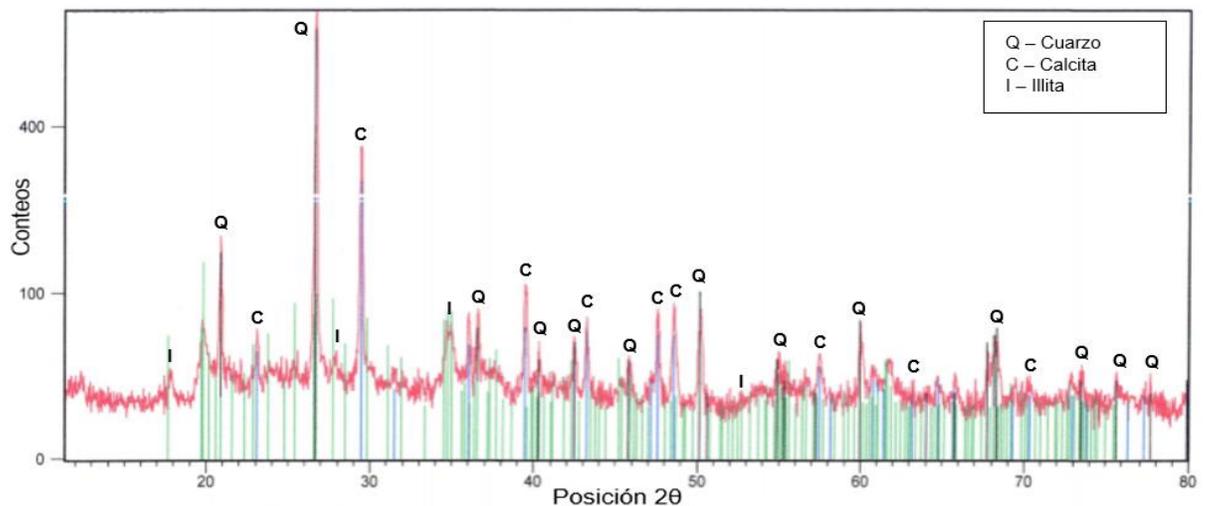


Figura 6. 4 Difractograma correspondiente al componente D.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

Para el componente E, según las cartas 00-033-1161, 00-005-0586 y 01-070-0027 del software, se identificaron cuarzo (SiO_2), calcita (CaCO_3) y albita baja en calcio ($(\text{Na}_{0.84}\text{Ca}_{0.16})\text{Al}_{1.16}\text{Si}_{2.84}\text{O}_8$) (Figura 6.5).

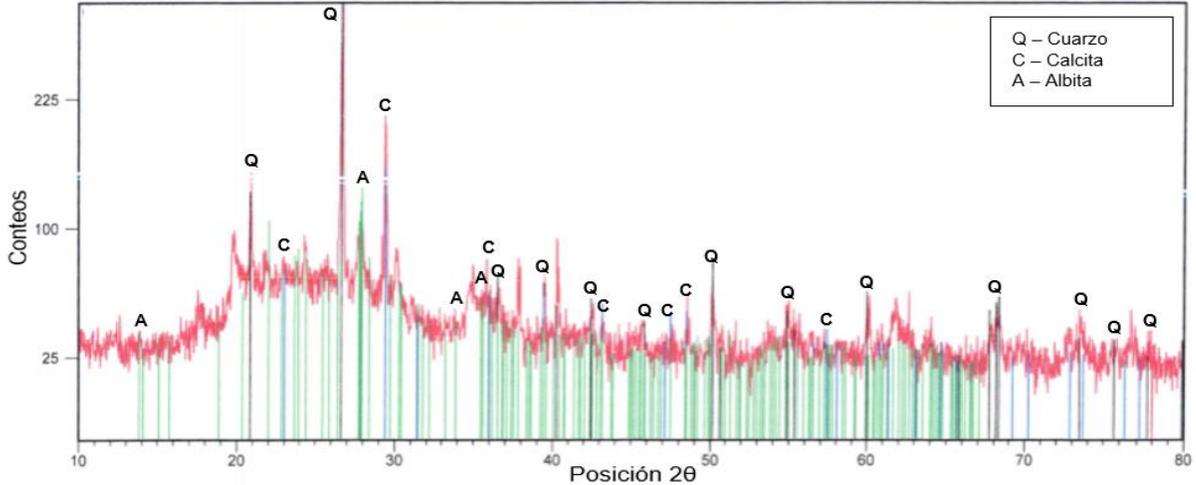


Figura 6. 5 Difractograma correspondiente al componente E.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

La Figura 6.6 muestra el difractograma del componente F, en el cual se identificaron las siguientes fases cristalinas: cuarzo (SiO_2), calcita (CaCO_3), muscovita ($\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) y caolinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$).

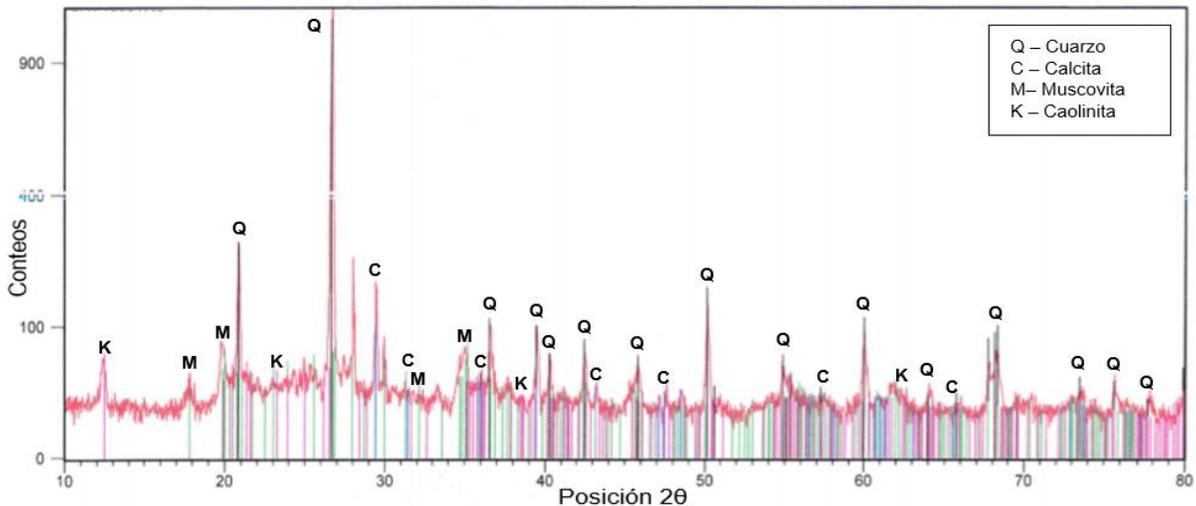


Figura 6. 6 Difractograma correspondiente al componente F.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

- Aditivos

En el difractograma de la Figura 6.7 correspondiente a la ceniza volante, las fases cristalinas presentes fueron Mullita ($Al_{4.52}Si_{1.48}O_{9.74}$) y cuarzo (SiO_2) según las cartas 01-079-1457 y 00-033-1161 respectivamente. La presencia de mullita indica que se trata de una ceniza con bajo contenido de cal (<5 %), lo cual coincide con el análisis por FRX.

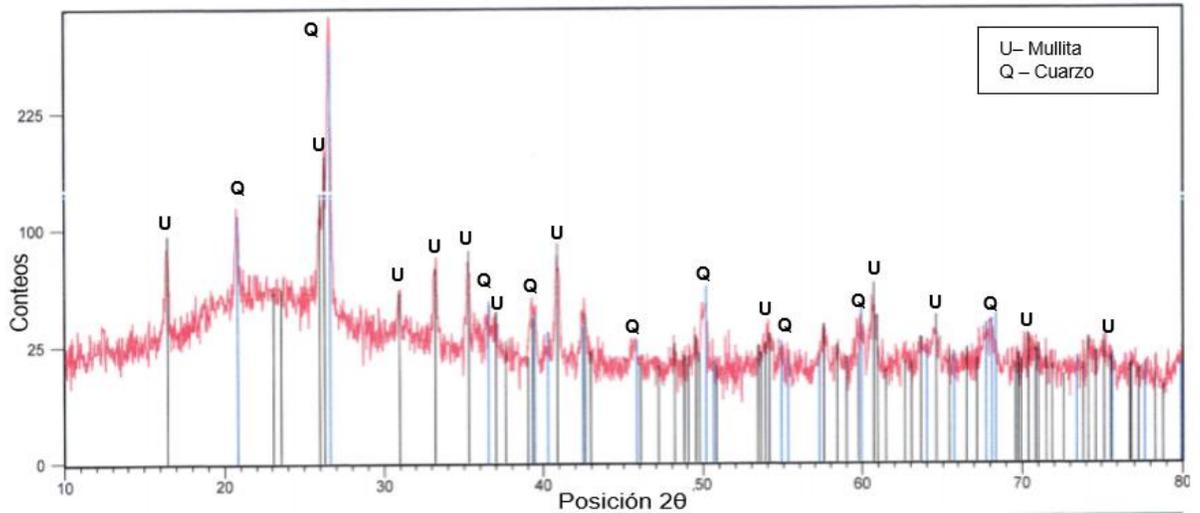


Figura 6. 7 Difractograma correspondiente a la ceniza volante.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

En el talco, se presenta la fase clinocloro como fase dominante ($Mg_{4.54}Al_{0.97}Fe_{0.46}Mn_{0.03}(Si_{2.85}Al_{1.15}O_{10})(OH)_8$) (Figura 6.8).

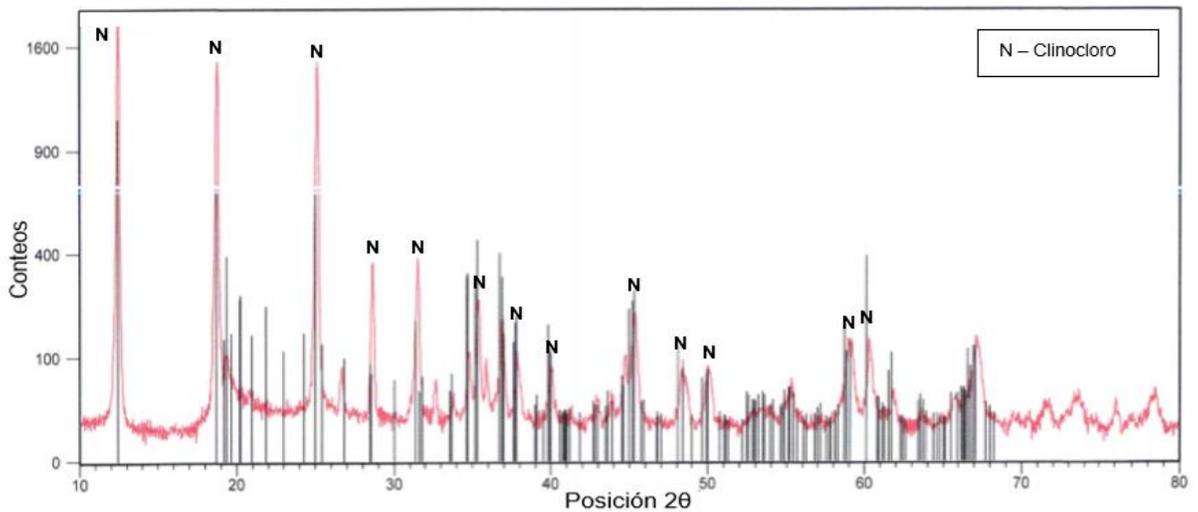


Figura 6. 8 Difractograma correspondiente al talco.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

En la Figura 6.9 se presenta el difractograma correspondiente al caolín, en el cual se confirma la presencia de la fase caolinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), también cuarzo (SiO_2) y cristobalita (SiO_2).

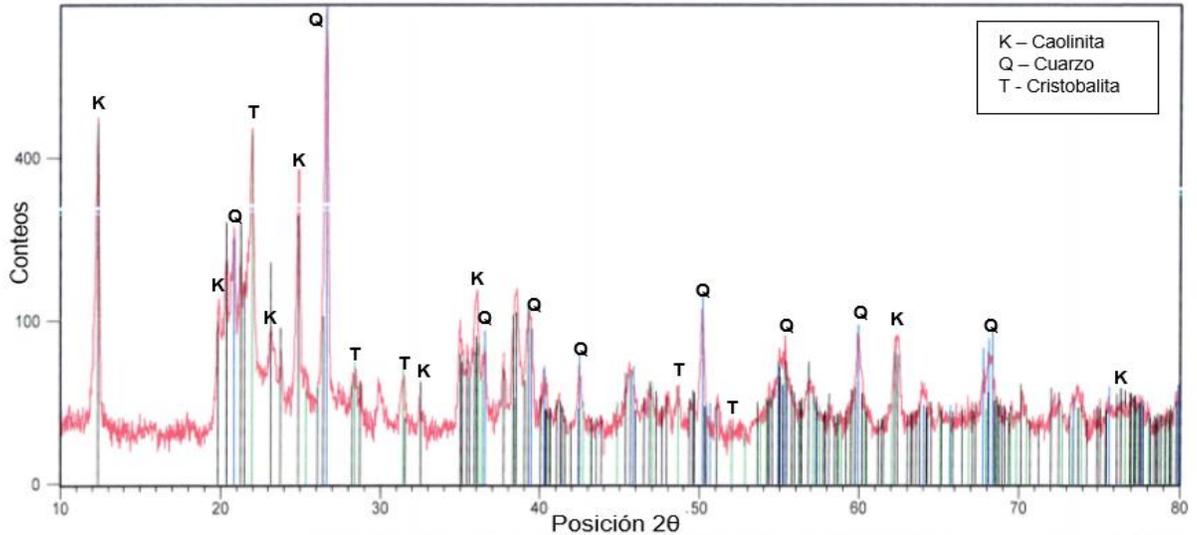


Figura 6. 9 Difractograma correspondiente al caolín.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

Para el feldespato, según las cartas 01-076-0826, 00-033-1161 y 01-076-0927, se identifican las fases microclina (KAlSi_3O_8), cuarzo (SiO_2) y albita baja en calcio ($(\text{Na}_{0.84}\text{Ca}_{0.16})\text{Al}_{1.16}\text{Si}_{2.84}\text{O}_8$) respectivamente (Figura 6.10).

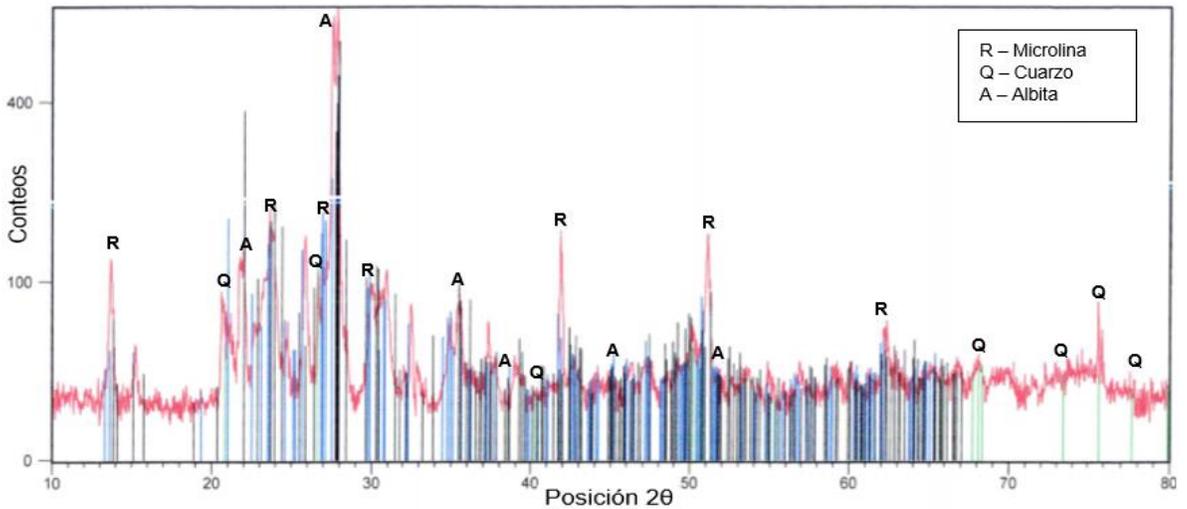


Figura 6. 10 Difractograma correspondiente al feldespato.
Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

6.2 Pruebas preliminares

Todas las pruebas se realizaron por triplicado. Se presentan valores medios. En todas las pruebas se incluyen probetas de cuerpo cerámico estándar como muestra testigo o de referencia.

Para las representaciones gráficas de los datos obtenidos en estas pruebas se utilizó el software OriginPro 8 SR0.

6.2.1 Pruebas para la determinación de la velocidad de calentamiento

Estas pruebas se hicieron únicamente con el objetivo de determinar la velocidad de calentamiento adecuada para la sinterización de las probetas de cuerpo cerámico a nivel de laboratorio. Se seleccionó la velocidad de calentamiento que proporcionó probetas con la menor presencia de defectos estructurales (grietas superficiales, laminaciones, alabeo, entre otros). Para esta prueba se utilizaron únicamente probetas de cuerpo cerámico estándar.

- Probetas sinterizadas aplicando la rampa P1.

Las probetas sinterizadas a la velocidad de calentamiento utilizada en la planta Porcelanite-Lamosa® (28 °C/min) presentaron laminaciones, grietas y alabeo muy notable, a como se muestra en la Figura 6.11, por lo cual fueron descartadas inmediatamente.



Figura 6. 11 Probetas sinterizadas aplicando la rampa P1.

La presencia de defectos visibles en las probetas podría atribuirse a que la velocidad de calentamiento aplicada fue muy rápida. Usualmente en las primeras horas de cocción se aconseja utilizar una velocidad de calentamiento no tan rápida que permita que las reacciones esperadas (eliminación de humedad residual,

generación de especies gaseosas dentro de las piezas, etc.) se completan y ocurran de manera no violenta antes de que la permeabilidad de la pieza sea tan baja como para producir el agrietamiento de esta (Instituto de tecnología cerámica, 2011). Así mismo, los defectos incluidos en la etapa de conformado de la pieza en verde (por posible oclusión por aire o fricción con las paredes del molde) son determinantes durante la etapa de cocción donde estos únicamente se acentúan y vuelven visibles.

- Probetas sinterizadas aplicando la rampa P2.

Las probetas sinterizadas a esta velocidad (5 °C/min) no mostraron defectos visibles. Se comprueba que la velocidad de calentamiento utilizada no fue tan rápida como para generar fallas. Se determinó la rampa P2 (Figura 6.12) como la adecuada para efectuar la sinterización de probetas de semigres a nivel de laboratorio.

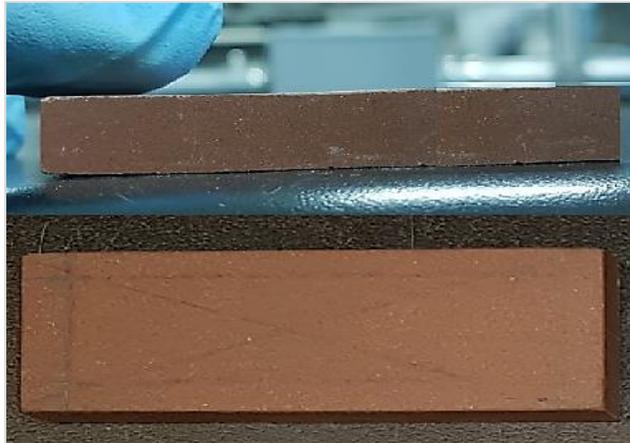


Figura 6. 12 Probetas sinterizadas aplicando la rampa P2.

6.2.2 Pruebas con ceniza volante, talco, y caolín en diferentes proporciones

A las probetas sinterizadas se les efectuaron los ensayos de medición de las propiedades físicas y mecánicas. Los resultados obtenidos de contracción lineal y absorción de agua se representan mediante diagramas de gresificación.

Una vez que se determinó la velocidad de calentamiento adecuada para la sinterización de probetas de semigres, el siguiente objetivo fue encontrar la proporción a la que cada aditivo presentara mejores resultados de resistencia mecánica (y cumpliera con el % de absorción de agua) para la posterior realización de un diseño experimental Taguchi con dicho valor puntual.

- Probetas con ceniza volante a diferentes proporciones

Los resultados obtenidos de los ensayos de contracción lineal y absorción de agua se muestran en las tablas 6.3 y 6.4 respectivamente.

Tabla 6. 3 % Contracción lineal de probetas con ceniza volante.

% Ceniza Volante	Longitud plástica (mm)	Longitud final (mm)	%Contracción lineal
0	70,68	66,58	5,81
2	70,68	66,49	5,94
4	70,68	66,48	5,95
6	70,68	66,91	5,34
8	70,68	66,55	5,85

Fuente: Elaboración propia

Tabla 6. 4 % Absorción de agua en probetas con ceniza volante.

% Ceniza Volante	Masa seca (mm)	Masa húmeda (mm)	% Absorción de agua
0	18,82	19,72	4,82
2	19,82	20,94	5,65
4	18,91	19,98	5,69
6	17,61	18,58	5,55
8	17,58	18,90	7,55

Fuente: Elaboración propia

En la Figura 6.13 se muestra el diagrama de gresificación para probetas con ceniza volante. Se observó que la absorción de agua aumentó con el creciente porcentaje de ceniza volante y, por lo tanto, se presentó una disminución en la contracción lineal. Según Freidin K. y Erell E. (1995), el aumento en el porcentaje de absorción de agua se puede atribuir a la alta capacidad de absorción que posee la ceniza volante debido al grado de finura que ofrece gran superficie de contacto y a su textura irregular y porosa. Todas las probetas con adiciones de ceniza volante en los diferentes porcentajes presentaron absorciones de agua dentro de los valores establecidos por la norma ISO 10545-3 ($3\% < E < 6\%$) para losetas de semigres.

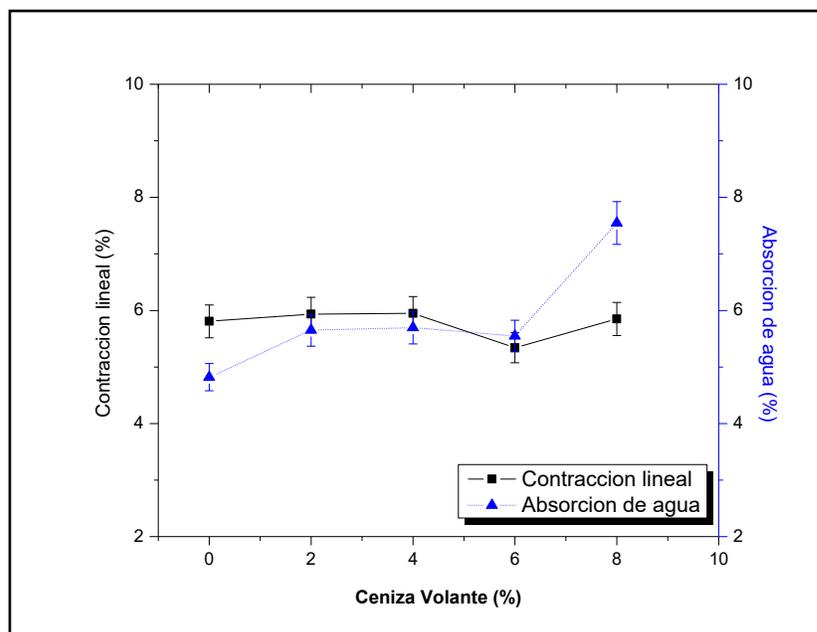


Figura 6. 13 Diagrama de gresificación de probetas con ceniza volante a diferentes proporciones.

Fuente: OriginPro 8 SR0

A continuación, se presentan los resultados obtenidos del ensayo de resistencia mecánica a la flexión (Tabla 6.5).

Tabla 6. 5 Resistencia mecánica promedio de probetas con ceniza volante.

% Ceniza Volante	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga máxima (N)	Longitud entre barras (mm)	Fuerza de ruptura (N)	Resistencia a la flexión promedio (N/mm ²)
0	9,37	27,91	924,71	67	2219,69	37,95
2	9,35	27,93	1025,73	67	2461,01	42,25
4	9,43	27,85	884,48	67	2127,71	35,90
6	9,49	28,07	737,64	67	1760,45	29,29
8	9,72	27,79	893,41	67	2153,70	34,17

Fuente: Elaboración propia

La Figura 6.14 muestra los resultados de resistencia a la flexión de las probetas cerámicas tras incorporar la ceniza volante en diferentes proporciones. Los resultados mostraron una disminución en la resistencia mecánica al incrementar el contenido de ceniza volante, lo cual concuerda con el incremento de la porosidad (aumento del % de absorción de agua). De acuerdo con la norma ISO 10545-4, el requisito mínimo para la resistencia a la flexión para semigres es de 22 N/mm². Las probetas presentaron módulos de ruptura por encima del mínimo establecido por la norma, en el intervalo de 29-43 N/mm².

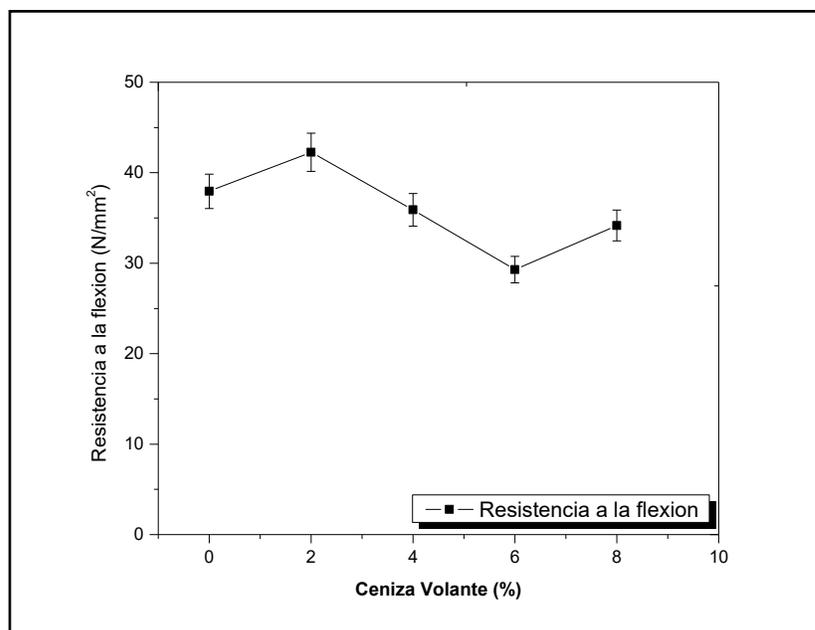


Figura 6. 14 Efecto de la ceniza volante en diferentes proporciones sobre la resistencia mecánica.

Fuente: OriginPro 8 SR0

- Probetas con talco a diferentes proporciones

Los resultados obtenidos de los ensayos de contracción lineal y absorción de agua se muestran en las tablas 6.6 y 6.7 respectivamente.

Tabla 6. 6 % Contracción lineal de probetas con talco.

% Talco	Longitud plástica (mm)	Longitud final (mm)	%Contracción lineal
0	70,68	66,58	5,81
1	70,68	66,53	5,88
2	70,68	66,77	5,53
3	70,68	65,46	7,39
4	70,68	65,15	7,83

Fuente: Elaboración propia

Tabla 6. 7 % Absorción de agua en probetas con talco.

% Talco	Masa seca (mm)	Masa húmeda (mm)	% Absorción de agua
0	18,82	19,72	4,82
1	17,99	18,88	4,91
2	17,18	18,15	5,63
3	18,01	18,62	3,39
4	18,95	19,38	2,30

Fuente: Elaboración propia

El diagrama de gresificación de la Figura 6.15 muestra el comportamiento del cuerpo cerámico con la inclusión creciente en el porcentaje de talco. Se observó que el aumento de talco arriba de un 2 % mostró un incremento sensible en la contracción lineal y análogamente un decremento en la absorción de agua, lo cual podría ser efecto de la acción fundente de la magnesia contenida en el talco, la cual reduce la porosidad en los cuerpos cerámicos (E. H. Sallam, S.M. Naga & D.M. Ibrahim, 1984). La adición de talco en un 4 % presentó el mayor valor de contracción lineal y un porcentaje de absorción de agua muy bajo, el cual no cumple con el valor mínimo para absorción de agua establecido por la norma ISO 13006 para cuerpos de semigres (correspondiente a 3 %).

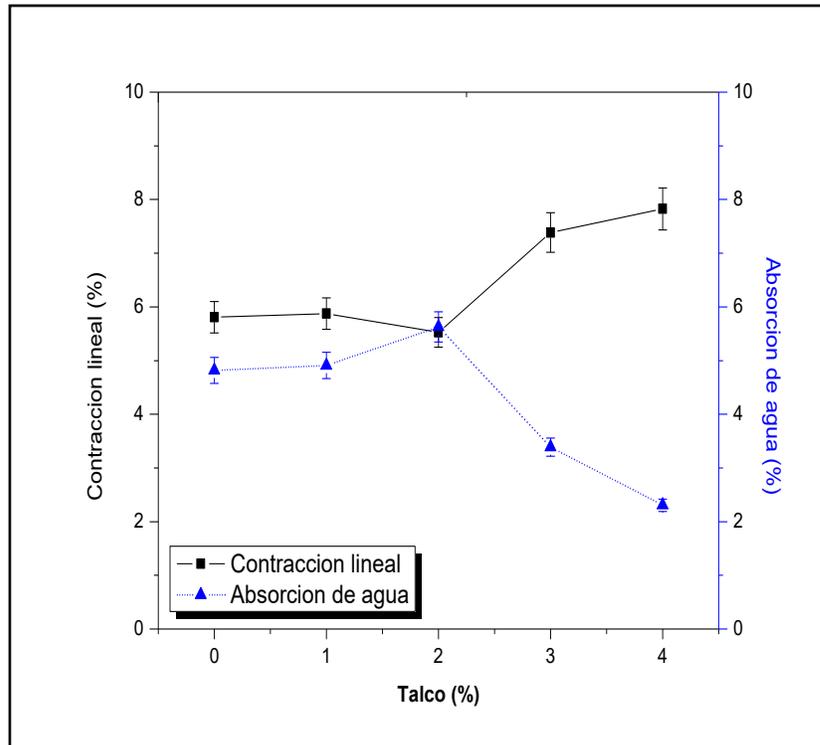


Figura 6. 15 Diagrama de gresificación de probetas con talco a diferentes proporciones.

Fuente: OriginPro 8 SR0

En la Tabla 6.8 se muestran los resultados obtenidos del ensayo de resistencia mecánica a la flexión.

Tabla 6. 8 Resistencia mecánica promedio de probetas con talco.

% Talco	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga máxima (N)	Longitud entre barras (mm)	Fuerza de ruptura (N)	Resistencia a la flexión promedio (N/mm ²)
0	9,37	27,91	924,71	67	2219,69	37,95
1	9,27	27,85	845,37	67	2033,86	35,51
2	9,26	27,98	964,58	67	2310,02	40,38
3	9,24	27,51	870,57	67	2120,25	37,25
4	9,22	27,42	1141,50	67	2789,40	49,23

Fuente: Elaboración propia

Los datos de la Tabla 6.8 se expresan gráficamente en la Figura 6.16. De acuerdo con E. H. Sallam, S.M. Naga y D.M. Ibrahim (1984) la resistencia a la flexión aumenta al incrementar el contenido de talco, lo cual se evidencia a un 4 % de talco con una resistencia a la flexión correspondiente a 49,23 N/mm². Sin embargo, a pesar de ser el resultado más alto, las probetas con este contenido de talco muestran valores por debajo de los mínimos requeridos para absorción de agua en este tipo de losetas, a como se discutió anteriormente. No obstante, resultados satisfactorios fueron obtenidos en probetas con talco al 2%, con una resistencia mecánica a la flexión de 40,38 N/mm², que cumple tanto con los valores de resistencia mecánica (22 N/mm²) y de absorción de agua (3 % < E < 6 %) establecidos por las normas para probetas de semigres. Las probetas de cuerpo cerámico tras incorporar este aditivo presentaron módulos de ruptura en el intervalo de 35-50 N/ mm².

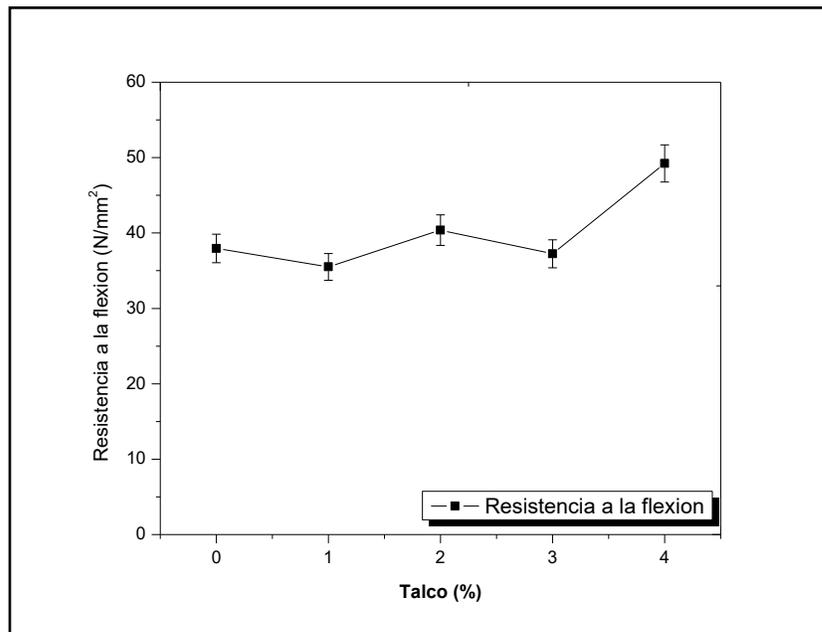


Figura 6. 16 Efecto del talco en diferentes proporciones sobre la resistencia mecánica.

Fuente: OriginPro 8 SR0

- Probetas con caolín a diferentes proporciones

Los resultados obtenidos de los ensayos de contracción lineal y absorción de agua se muestran en las Tablas 6.9 y 6.10 respectivamente.

Tabla 6. 9 % Contracción lineal de probetas con caolín

% Caolín	Longitud plástica (mm)	Longitud final (mm)	%Contracción lineal
0	70,68	66,58	5,81
1	70,68	66,19	6,36
2	70,68	66,07	6,52
3	70,68	65,64	7,13
4	70,68	65,20	7,75

Fuente: Elaboración propia

Tabla 6. 10 % Absorción de agua en probetas con caolín

% Caolín	Masa seca (mm)	Masa húmeda (mm)	% Absorción de agua
0	18,82	19,72	4,82
1	16,52	17,38	5,16
2	17,80	18,68	4,93
3	17,90	18,69	4,41
4	18,21	18,37	0,84

Fuente: Elaboración propia

En el diagrama de gresificación de la Figura 6.17 se muestran los datos de las Tablas 6.9 y 6.10. Se observó que a medida que incrementaba el porcentaje de caolín aumentaba la contracción lineal en las piezas, y por lo tanto se obtuvo una menor absorción de agua. Las probetas con adiciones inferiores al 4 % de caolín mostraron contracciones lineales de 6 a 7 % y absorción de agua de 5 a 0,8 % respectivamente. Prueba de ello es que las probetas con el porcentaje de caolín más alto (4%) fueron las únicas que no cumplieron con los parámetros establecidos por la norma para losetas de semigres ($3 \% < E < 6 \%$). La disminución en la absorción de agua con el incremento en el porcentaje de caolín podría atribuirse a que una de las propiedades que imparte este aditivo en el cuerpo cerámico una vez cocido es la baja absorción de agua (Murray,2006).

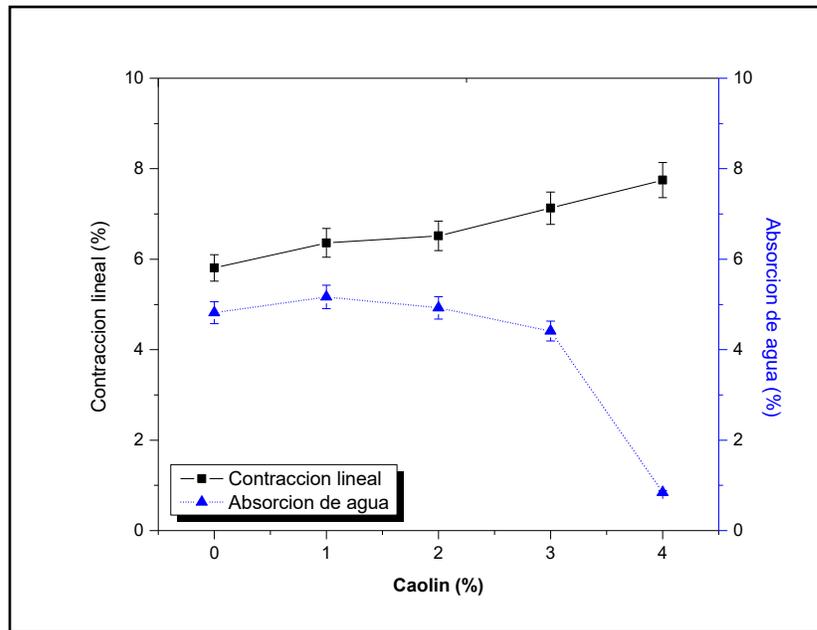


Figura 6. 17 Diagrama de gresificación de probetas con caolín a diferentes proporciones.

Fuente: OriginPro 8 SR0

En la Tabla 6.11 se presentan los resultados obtenidos del ensayo de resistencia mecánica a la flexión.

Tabla 6. 11 Resistencia mecánica promedio de probetas con caolín a diferentes proporciones.

% Caolín	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga máxima (N)	Longitud entre barras (mm)	Fuerza de ruptura (N)	Resistencia a la flexión promedio (N/mm ²)
0	9,37	27,91	924,71	67	2219,69	37,95
1	9,26	27,83	912,63	67	2197,38	38,45
2	9,26	27,74	1030,95	67	2490,19	43,61
3	9,34	27,54	1061,06	67	2581,84	44,37
4	9,13	27,26	1101,75	67	2707,90	48,75

Fuente: Elaboración propia

La Figura 6.18 muestra los resultados de la Tabla 6.11 para resistencia mecánica en probetas con caolín. En el intervalo del 1 al 4 % de adición de caolín se presentó un incremento en la resistencia mecánica con el aumento en el porcentaje de este aditivo, lo cual coincide con los bajos valores de absorción de agua obtenidos. Los resultados son similares a los informados por Das et al. (2005). Los mejores resultados de resistencia mecánica, que también cumplen con los mínimos de absorción de agua establecidos, fueron los de 2 y 3 % de caolín con resistencias de 43,61 y 44,37 N/mm² y absorción de agua de 4,93 y 4,41 % respectivamente. En general, las probetas de cuerpo cerámico tras la

inclusión de caolín presentaron módulos de ruptura en el intervalo de 38-49 N/mm².

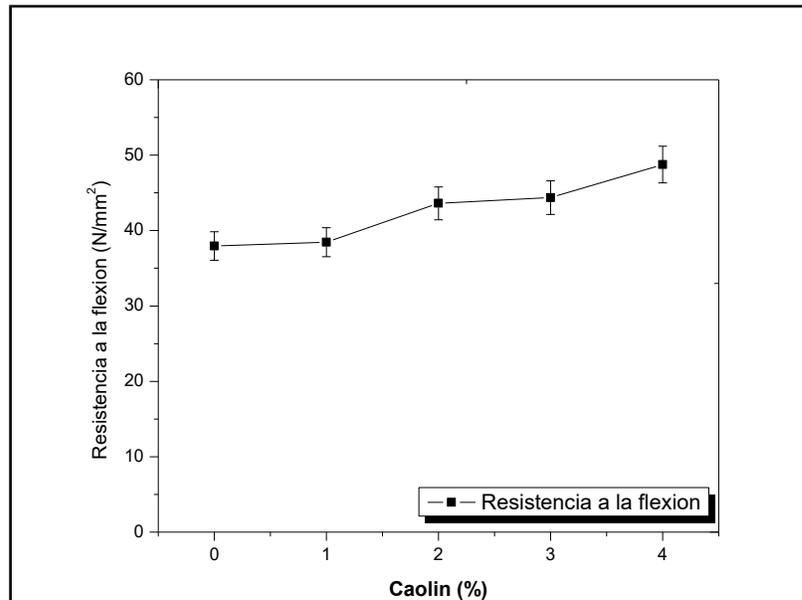


Figura 6. 18 Efecto del caolín en diferentes proporciones sobre la resistencia mecánica.

Fuente: OriginPro 8 SR0

Una vez realizadas las pruebas correspondientes, y de acuerdo con los resultados obtenidos, se observó que al 2 % los tres aditivos evaluados presentaron resultados de resistencia mecánica y absorción de agua que cumplieron con los valores establecidos por las normas para dichos parámetros. Con base en esto, y considerando los costos adicionales que la inclusión de estos aditivos representa, Porcelanite – Lamosa seleccionó el 2 % para las pruebas posteriores.

6.2.3 Repetición de pruebas con ceniza volante, talco, caolín y realización de pruebas con feldespato al 2 %

Los resultados obtenidos de los ensayos de contracción lineal y absorción de agua se muestran en las Tablas 6.12 y 6.13 respectivamente.

Tabla 6. 12 % Contracción lineal de probetas con aditivos al 2 %

Aditivo al 2 %	Longitud plástica (mm)	Longitud final (mm)	%Contracción lineal
Cuerpo estándar	70,68	65,58	7,22
Ceniza volante	70,68	66,01	6,61
Talco	70,68	65,41	7,46
Caolín	70,68	66,15	6,41
Feldespato	70,68	66,00	6,62

Fuente: Elaboración propia

Tabla 6. 13 % Absorción de agua en probetas con aditivos al 2 %

Aditivo al 2 %	Masa seca (mm)	Masa húmeda (mm)	% Absorción de agua
Cuerpo estándar	17,23	17,91	3,95
Ceniza volante	17,24	17,95	4,12
Talco	17,63	18,06	2,44
Caolín	17,62	18,54	5,22
Feldespató	18,41	19,41	5,43

Fuente: Elaboración propia

En la Figura 6.19 se muestran los resultados de contracción lineal y absorción de agua para los 4 aditivos al 2 %. Se presentan los resultados en orden ascendente. Los datos obtenidos de % de contracción lineal para probetas de cuerpo estándar y probetas con los 4 aditivos no presentaron gran diferencia, encontrándose estos en el intervalo de 6 – 7,5 %. Se observó que las probetas con ceniza volante, caolín y feldespató presentaron valores de absorción de agua mayores al del cuerpo estándar, con 4,12 %, 5,22 % y 5,43 % respectivamente, y los cuales son aceptables de acuerdo con la norma ISO 13006 ($3 \% < E < 6 \%$). Sin embargo, la menor absorción de agua fue registrada en probetas con talco (2.44 %), valor que se encontró por debajo del mínimo permitido.

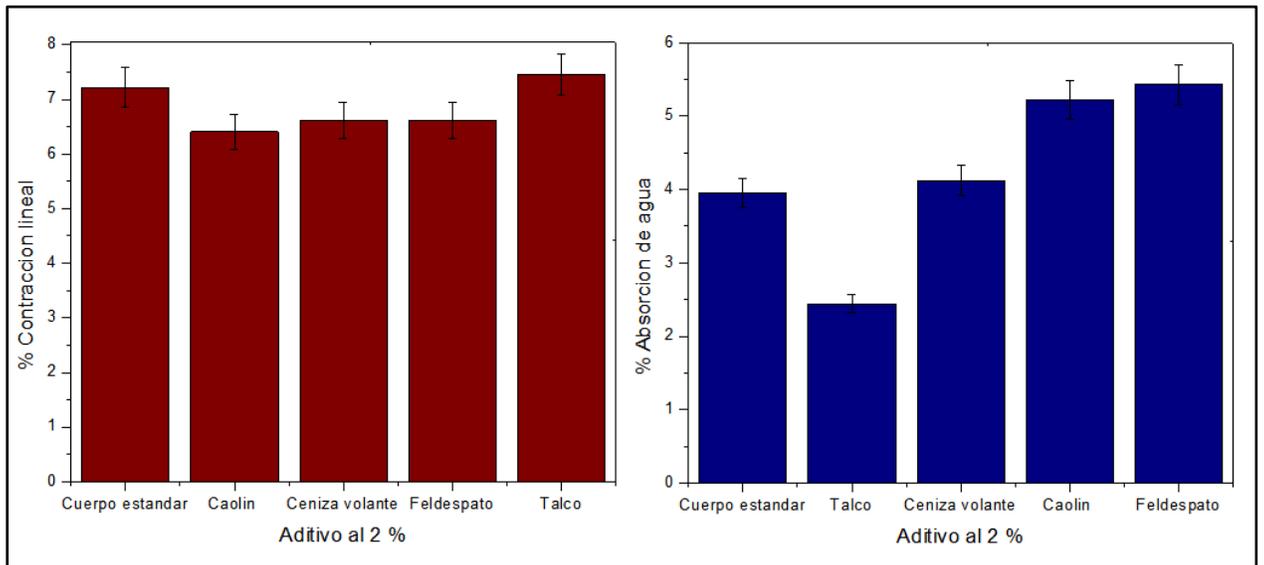


Figura 6. 19 Porcentaje de contracción lineal y absorción de agua de probetas con los 4 aditivos al 2 %.

Fuente: OriginPro 8 SR0

La Tabla 6.14 refleja los resultados de resistencia mecánica para probetas de cuerpo estándar y los 4 aditivos tras la realización de su correspondiente ensayo.

Tabla 6. 14 Resistencia mecánica promedio de probetas con aditivos al 2 %

Aditivo al 2 %	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga máxima (N)	Longitud entre barras (mm)	Fuerza de ruptura (N)	Resistencia a la flexión promedio (N/mm ²)
Cuerpo estándar	9,04	28,09	1105,85	67	2637,67	48,43
Feldespató	9,05	28,28	988,17	67	2341,14	42,84
Caolín	8,94	28,41	1018,79	67	2403,05	45,15
Ceniza volante	8,89	28,35	1083,74	67	2561,68	48,65
Talco	8,79	28,08	1053,28	67	2513,60	48,80

Fuente: Elaboración propia

La Figura 6.20 muestra los resultados de resistencia mecánica de la Tabla 6.14. De acuerdo con la norma ISO 10545-4, el requisito mínimo para la resistencia a la flexión es de 22 N/mm² para losetas del grupo BII_a (semigres). Probetas de cuerpo cerámico estándar con ceniza volante al 2 % presentaron una resistencia mecánica mayor a la reportada, con 48,65 N/mm² y también cumplieron con la absorción de agua determinada para este tipo de losetas. Las probetas con feldespató, caolín y talco presentaron resistencias de 42,84, 45,15 y 48,80 N/mm² respectivamente.

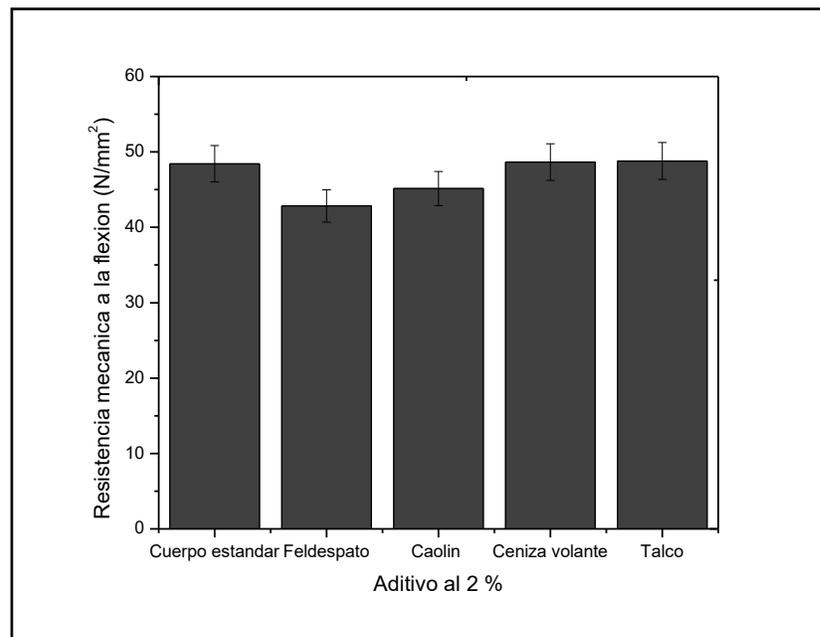


Figura 6. 20 Efecto de los aditivos al 2 % sobre la resistencia mecánica.

Fuente: OriginPro 8 SR0

Tras la repetición de las pruebas, se observó que los resultados obtenidos en los tres ensayos realizados (contracción lineal, absorción de agua y resistencia mecánica a la flexión) difieren un poco respecto a los del apartado 6.2.2, esto podría atribuirse a que para la realización de estas pruebas se utilizó otro lote de materia prima. Según Restrepo (2011) cada yacimiento de minerales es distinto

en cuanto a composición, habiendo incluso diferencias dentro del mismo yacimiento.

6.3 Pruebas con diseño ortogonal Taguchi con aditivos al 2 %

A partir de estas pruebas, y por recomendación de Porcelanite-Lamosa®, se redujo la cantidad de material empleado para conformar cada probeta cerámica de 40 g a 30 g, esto con el fin de reducir el espesor de estas, pues en planta las losetas de producción tienen un espesor de 7 mm (ya esmaltadas).

Los resultados de % de contracción lineal y % de absorción de agua se muestran en las Tablas 6.15 y 6.16 respectivamente.

Tabla 6. 15 % Contracción lineal de probetas del diseño ortogonal Taguchi.

Muestra	Longitud plástica (mm)	Longitud final (mm)	%Contracción lineal
T estándar	70,68	65,58	7,22
T1	70,68	64,48	8,78
T2	70,68	64,83	8,28
T3	70,68	64,84	8,26
T4	70,68	66,18	6,37
T5	70,68	64,92	8,16
T6	70,68	64,45	8,81
T7	70,68	65,31	7,60
T8	70,68	66,74	5,57

Fuente: Elaboración propia

Tabla 6. 16 % Absorción de agua en probetas del diseño ortogonal Taguchi.

Muestra	Masa seca (mm)	Masa húmeda (mm)	% Absorción de agua
T estándar	13,69	14,22	3,87
T1	12,97	13,74	5,94
T2	13,66	14,05	2,86
T3	12,30	12,86	4,55
T4	13,88	14,64	5,48
T5	12,61	12,80	1,51
T6	14,52	14,60	0,55
T7	13,87	14,42	3,97
T8	13,61	14,59	7,20

Fuente: Elaboración propia

La Figura 6.21 muestra los resultados en orden ascendente de contracción lineal y absorción de agua de los 8 experimentos de diseño Taguchi. Las muestras T7, T3, T4 y T1 presentaron los mejores resultados de absorción de agua con valores de 3,97, 4,55, 5,48 y 5,94%, todos dentro del intervalo establecido para semigres (3 – 6 %). Por otro lado, se presentaron tres valores por debajo del mínimo

requerido en la norma ISO 10545-3, correspondientes a las muestras T6, T5 y T2 con 0,55, 1,51 y 2,86 % respectivamente, los cuales coinciden con sus altos valores de contracción lineal. El menor porcentaje de contracción lineal fue de 5,57 % correspondiente a la muestra T8 y cuya absorción de agua fue también el valor más alto. Las muestras T1, T3 y T4 presentan en común la adición de ceniza volante, las muestras T2, T5 y T6 la adición de talco.

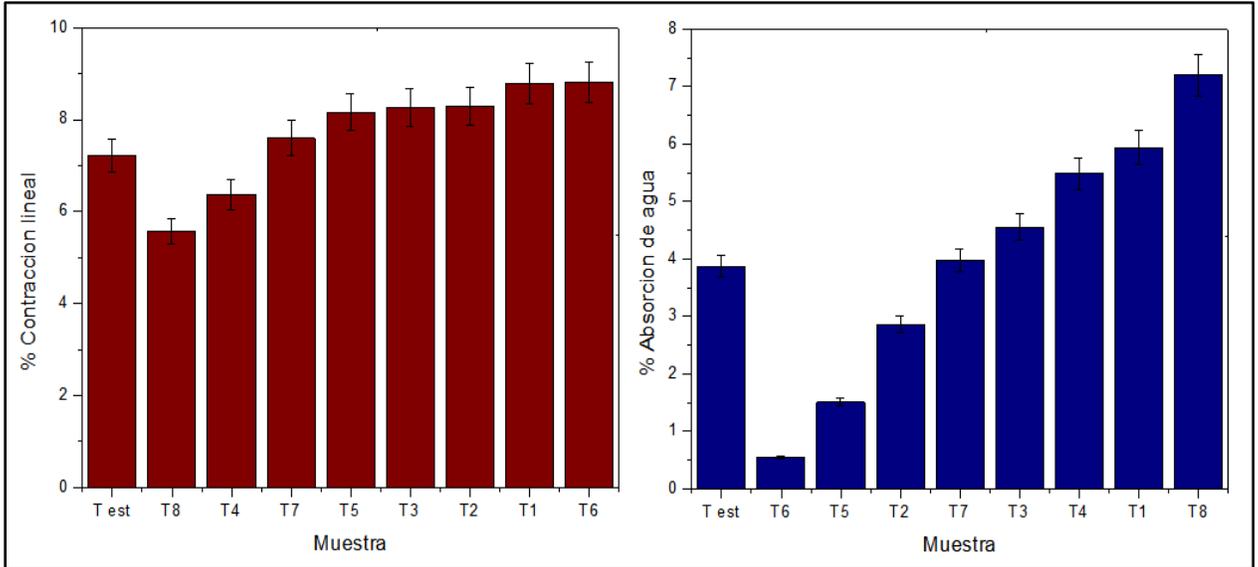


Figura 6. 21 Porcentaje de contracción lineal y absorción de agua de probetas del diseño ortogonal Taguchi.

Fuente: OriginPro 8 SR0

A continuación, se presenta la Tabla 6.17 con los resultados de resistencia mecánica para las probetas del diseño Taguchi.

Tabla 6. 17 Resistencia mecánica promedio de las probetas del diseño Taguchi

Muestra	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga máxima (N)	Longitud entre barras (mm)	Fuerza de ruptura (N)	Resistencia a la flexión promedio (N/mm ²)
T estándar	6,79	28,02	655,39	67	1567,14	51,06
T1	6,99	27,53	761,70	67	1854,09	56,99
T2	6,72	27,76	766,37	67	1849,68	61,37
T3	6,97	27,79	697,76	67	1682,24	51,99
T4	6,91	28,16	580,14	67	1380,55	43,34
T5	6,59	27,86	816,06	67	1962,87	67,84
T6	6,72	27,59	732,15	67	1778,29	59,00
T7	6,79	27,93	681,31	67	1634,66	53,18
T8	6,79	28,03	581,75	67	1390,75	45,31

Fuente: Elaboración propia

En la Figura 6.22 se muestran los resultados en orden creciente de resistencia mecánica de la Tabla 5.17. Los mejores resultados de resistencia mecánica, que también cumplen con los parámetros de absorción de agua de la norma ISO 10545-3, corresponden a las muestras T4, T3, T7 y T1 con valores de 43,34, 51,99, 53,18 y 56,99 N/mm² respectivamente. Se presentaron 3 valores mayores a los antes mencionados (correspondientes a las muestras T2, T5 y T6), sin embargo, estos no cumplen con el porcentaje de absorción de agua establecido para semigres.

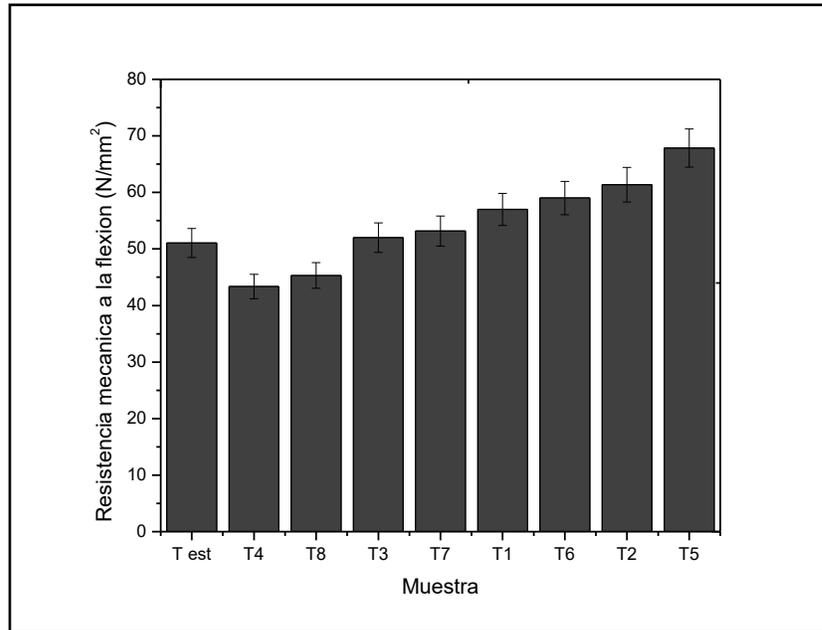


Figura 6. 22 Efecto de las formulaciones provistas por el diseño Taguchi sobre la resistencia mecánica.

Fuente: OriginPro 8 SR0

6.4 Repetición de los experimentos T2, T5 y T6 del diseño Taguchi y obtención de la respuesta optimizada con los aditivos talco y feldespatos (al 2 %)

Los experimentos T2, T5 y T6 fueron repetidos por los altos valores de resistencia mecánica (RM) que estos presentaron y para verificar sus resultados de absorción de agua.

En la realización de estas pruebas se reasignaron los nombres a las muestras, los cuales se presentan a continuación:

- "ST" para identificar las probetas de cuerpo cerámico estándar
- "T1", "T2" y "T3" para los experimentos T2, T5 y T6 respectivamente
- "T4" para identificar las probetas con la respuesta optimizada propuesta por el software Minitab17

Las Tablas 6.18 y 6.19 muestran los resultados obtenidos tras efectuar los ensayos de contracción lineal y absorción de agua respectivamente.

Tabla 6. 18 % Contracción lineal de probetas con los 3 mejores resultados de resistencia mecánica del diseño ortogonal Taguchi y respuesta optimizada.

Muestra	Longitud plástica (mm)	Longitud final (mm)	%Contracción lineal
ST	70,68	65,90	6,76
T1	70,68	65,48	7,36
T2	70,68	66,47	5,95
T3	70,68	65,34	7,55
T4	70,68	65,94	6,70

Fuente: Elaboración propia

Tabla 6. 19 % Absorción de agua en probetas con los 3 mejores resultados de resistencia mecánica del diseño ortogonal Taguchi y respuesta optimizada.

Muestra	Masa seca (mm)	Masa húmeda (mm)	% Absorción de agua
ST	13,68	14,26	4,24
T1	13,57	14,17	4,42
T2	12,86	13,44	4,54
T3	13,69	14,10	3,02
T4	13,23	13,79	4,21

Fuente: Elaboración propia

La Figura 6.23 presenta los resultados de contracción lineal y absorción de agua de las Tablas 6.18 y 6.19. Se registraron valores de contracción lineal entre 5 y 8 % y se observó que los valores de absorción de agua de todas las muestras se encuentran dentro de los valores establecidos por la norma ISO 10545-3, siendo estos de 3,02, 4,21, 4,42 y 4,54 % para las muestras T3, T4, T1 y T2 respectivamente.

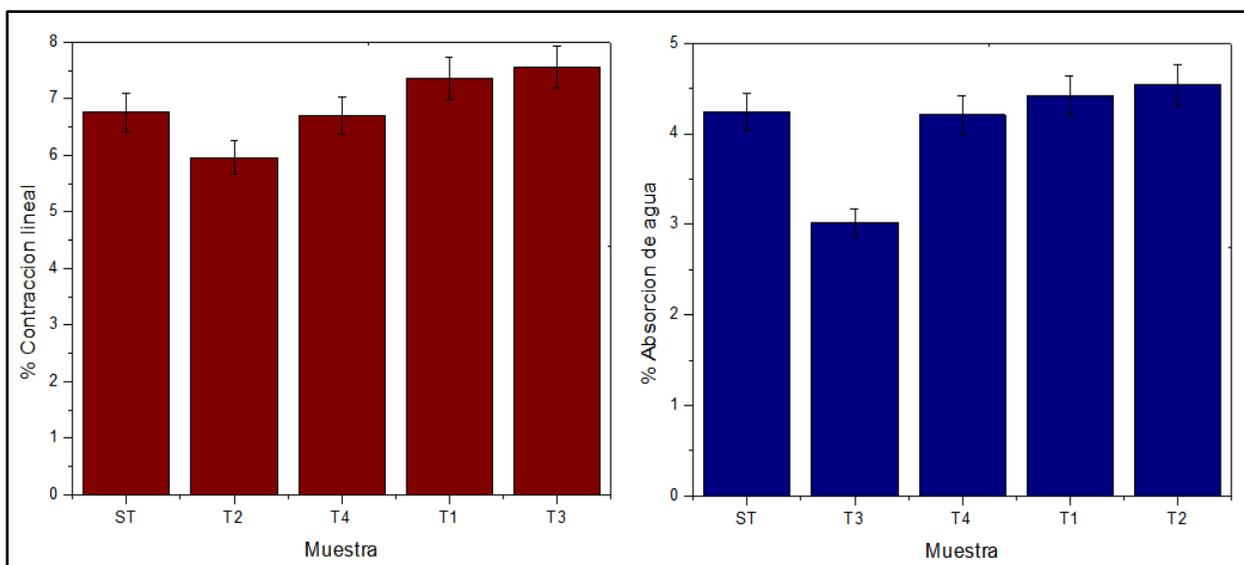


Figura 6. 23 Porcentajes de contracción lineal y absorción de agua de los 3 mejores resultados de RM del diseño Taguchi y respuesta optimizada.

Fuente: OriginPro 8 SR0

Los resultados obtenidos del ensayo de resistencia a la flexión para estas pruebas se presentan en la Tabla 6.20.

Tabla 6. 20 Resistencia mecánica promedio de probetas con los 3 mejores resultados de RM del diseño Taguchi y respuesta optimizada

Muestra	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga máxima (N)	Longitud entre barras (mm)	Fuerza de ruptura (N)	Resistencia a la flexión promedio (N/mm ²)
ST	6,88	28,15	689,53	67	1641,05	52,04
T1	6,81	28,00	724,10	67	1732,78	56,06
T2	6,90	28,15	756,29	67	1799,85	56,67
T3	6,84	27,86	749,30	67	1802,30	57,73
T4	6,84	28,15	759,02	67	1806,86	57,91

Fuente: Elaboración propia

La Figura 6.24 muestra los resultados de resistencia mecánica contenidos en la Tabla 5.20. Se observaron valores de resistencia mecánica superiores al cuerpo estándar y a los valores especificados por la norma ISO 10545-4 (correspondiente a 22 N/mm²). El mayor valor de resistencia mecánica fue presentado por la muestra T4 con 57,91 N/mm², muestra que corresponde a la formulación optimizada (cuerpo estándar + 2 % Talco y 2 % Caolín) propuesta por el Software Minitab17.

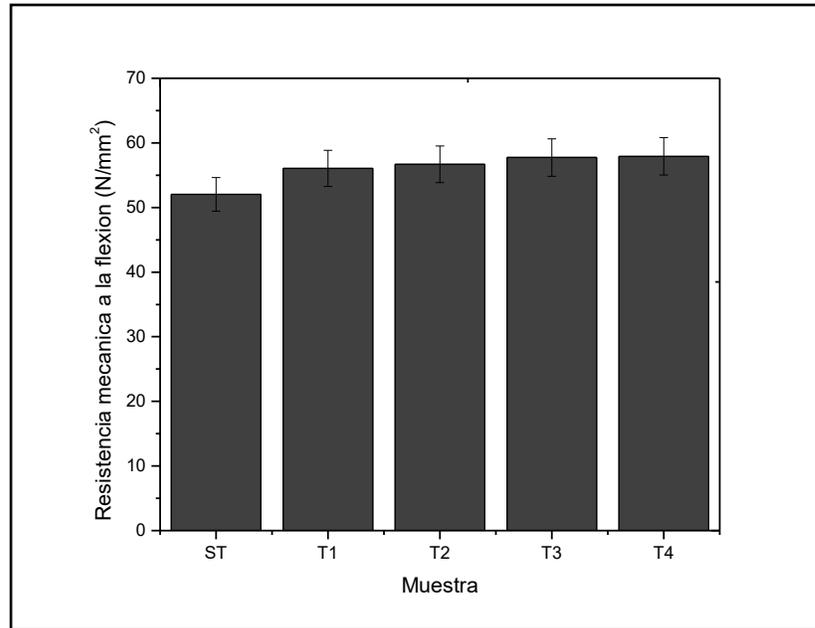


Figura 6. 24 Efecto de los 3 mejores resultados de RM del diseño ortogonal Taguchi y de la respuesta optimizada sobre la resistencia mecánica.

Fuente: OriginPro 8 SR0

6.5 Caracterización microestructural y química.

Las muestras ST, T1, T2, T3 y T4, correspondientes a las pruebas del apartado 6.4, presentaron los mejores resultados de resistencia mecánica, por lo cual fueron seleccionadas para caracterizarlas microestructural y químicamente.

6.5.1 Análisis por fluorescencia de rayos X (FRX)

En la Tabla 6.21 se presenta la composición química porcentual en forma de óxidos de cada una de las muestras con mejores resultados de resistencia mecánica y del cuerpo cerámico estándar. La interpretación de datos se realizó utilizando el software SPECTRA plus.

Se identificaron para las cinco muestras altas concentraciones de sílice, con aproximadamente 65 % en peso, seguido de alúmina en una menor proporción (con 15 % e.p. aprox.) y en tercer lugar con 7 % e.p. Fe_2O_3 , el cual es el responsable del color rojizo del cuerpo cerámico.

Los resultados del análisis por FRX evidencian que, a pesar de la diferente formulación de cada una de las muestras, su composición química porcentual no difiere en gran medida, lo cual podría atribuirse a la baja concentración en que los aditivos fueron incluidos en las muestras.

Tabla 6. 21 Composición química del cuerpo cerámico estándar y las 4 muestras con mejores resistencias mecánicas (% e.p.).

ST		T1		T2		T3		T4	
SiO ₂	65,38	SiO ₂	64,99	SiO ₂	64,96	SiO ₂	65,01	SiO ₂	65,34
Al ₂ O ₃	14,48	Al ₂ O ₃	15,05	Al ₂ O ₃	14,45	Al ₂ O ₃	14,31	Al ₂ O ₃	14,62
Fe ₂ O ₃	7,61	Fe ₂ O ₃	7,50	Fe ₂ O ₃	7,53	Fe ₂ O ₃	7,74	Fe ₂ O ₃	7,39
CaO	4,41	CaO	4,28	CaO	4,36	CaO	4,38	CaO	4,05
K ₂ O	4,10	K ₂ O	4,01	K ₂ O	4,26	K ₂ O	4,10	K ₂ O	3,90
PPI	0,91	MgO	1,20	MgO	1,27	MgO	1,28	PPI	1,39
MgO	0,87	TiO ₂	0,86	PPI	0,96	PPI	0,97	MgO	1,29
TiO ₂	0,82	PPI	0,79	TiO ₂	0,85	TiO ₂	0,86	TiO ₂	0,82
Na ₂ O	0,66	Na ₂ O	0,66	Na ₂ O	0,68	Na ₂ O	0,60	Na ₂ O	0,59
ZrO ₂	0,30	ZrO ₂	0,22	ZrO ₂	0,25	ZrO ₂	0,30	ZrO ₂	0,23
P ₂ O ₅	0,13	SO ₃	0,12	P ₂ O ₅	0,12	P ₂ O ₅	0,13	P ₂ O ₅	0,12
SO ₃	0,07	P ₂ O ₅	0,11	SO ₃	0,10	SO ₃	0,11	SO ₃	0,08
MnO	0,07	MnO	0,06	MnO	0,06	MnO	0,08	MnO	0,06
Cl	0,04	ZnO	0,03	ZnO	0,03	ZnO	0,03	ZnO	0,03
ZnO	0,03	SrO	0,02	SrO	0,02	SrO	0,02	SrO	0,02
SrO	0,02	Cl	0,01	Cr ₂ O ₃	0,02	CuO	0,01	CuO	0,01
CuO	0,02	CuO	0,01	CuO	0,01	Cl	0,01		
Cr ₂ O ₃	0,01			Cl	0,01				

Fuente: Laboratorio de análisis químico CINVESTAV. Unidad Saltillo

6.5.2 Análisis por difracción de rayos X (DRX)

Los difractogramas de las fases cristalinas existentes en cada una de las muestras y del cuerpo cerámico estándar fueron identificados con el software X'pert.

En la Figura 6.25 se presenta el patrón de difracción de la muestra estándar (ST), muestra T1 (cuerpo estándar + 2 % ceniza volante + 2 % talco + 2 % caolín), muestra T2 (cuerpo estándar + 2 % talco y 2 % feldespato), muestra T3 (cuerpo estándar + 2 % talco) y muestra T4 (cuerpo estándar + 2 % talco y 2 % caolín).

Las principales fases cristalinas identificadas en la muestra estándar y las otras 4 muestras corresponde a: cuarzo (SiO₂), hematita (Fe₂O₃) y albita baja en calcio (Na_{0.84}Ca_{0.16}(Al_{1.16} Si_{2.84}O₈)), según las cartas 00-033-1161, 00-033-0664 y 01-076-0927 respectivamente.

En los patrones de difracción presentados se observó la presencia muy bien definida de cuarzo, lo cual concuerda con los altos contenidos de sílice registrados en el análisis químico de estas muestras, seguido de alúmina que se presenta como albita y en tercer lugar hematita, que es óxido ferroso, responsable del color rojizo que presenta el cuerpo cerámico.

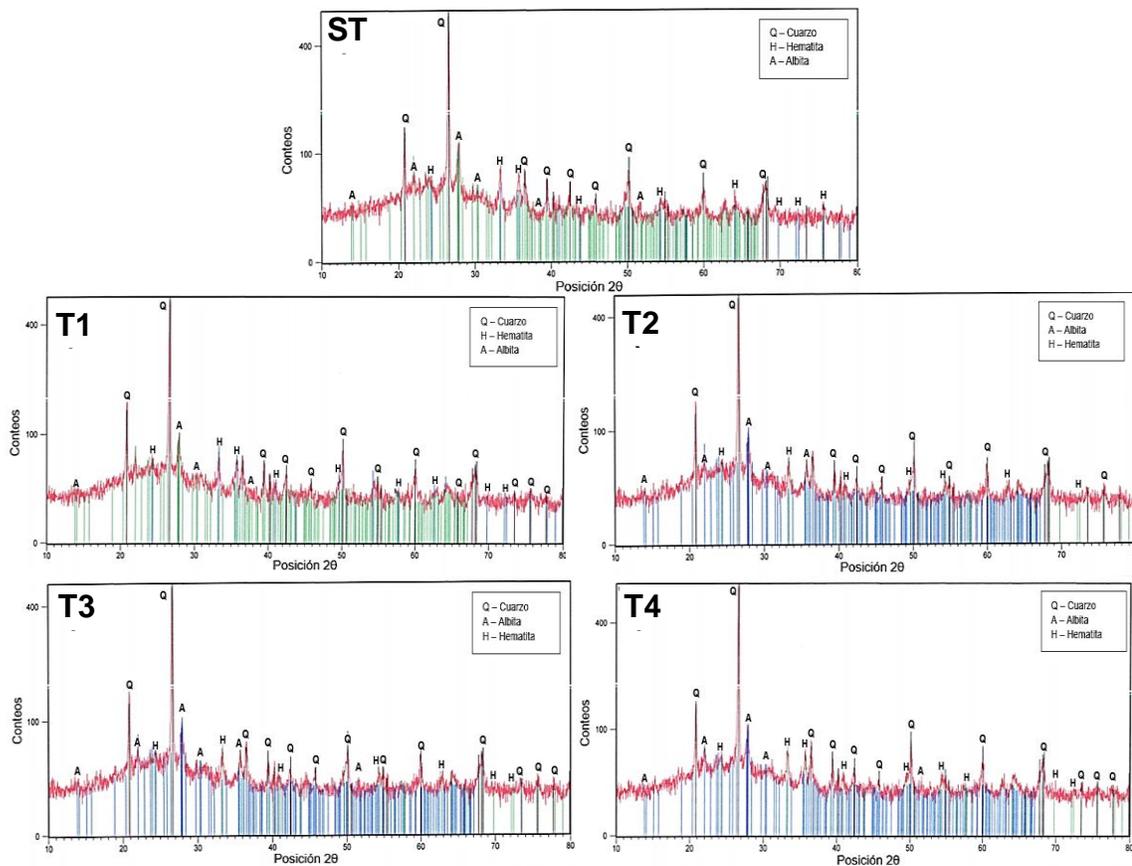


Figura 6. 25 Difractogramas correspondientes a las muestras a)ST, b)T1, c)T2, d)T3 y e)T4.

Fuente: PHILIPS X'Pert PW 3040

Los difractogramas de las muestras T1, T2, T3 y T4 no presentaron una diferencia muy marcada entre ellos y el patrón de difracción del cuerpo estándar, esto podría traducirse en que, a pesar de la diferente formulación de cada una de las muestras, el porcentaje en que los aditivos fueron utilizados no fue tan significativo como para generar cambios en la estructura cristalina del cuerpo cerámico.

Las fases cristalinas identificadas en las muestras coinciden con sus análisis químicos, presentados en el apartado 6.5.1.

5.5.3 Análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB)

En las micrografías de la Figura 6.26 se aprecia la morfología superficial de las probetas con los 4 mejores resultados de resistencia mecánica a la flexión y del cuerpo estándar (ST). Es posible observar que se trata de cuerpos cerámicos completamente heterogéneos, lo cual se evidencia al distinguirse zonas con tonalidades muy marcadas y diferenciadas. En la Figura 6.26a, correspondiente al cuerpo estándar, se presentó gran número de poros pequeños y algunos poros mucho más grandes e irregulares. La Figura 6.26b correspondiente a la muestra

T1 presenta gran cantidad de poros pequeños, sin embargo, presentó menor porosidad que la muestra estándar. En la Figura 6.26c (muestra T2) se observó menor presencia de poros pequeños y zonas brillantes que en las muestras T1 y ST. Las micrografías de la Figura 6.26d correspondientes a la muestra T3 presentan porosidad en menor medida que las anteriores muestras, e inclusive tonalidades menos marcadas. En las micrografías de la Figura 6.26e (muestra T4) se muestra claramente que la porosidad disminuyó en gran medida, las áreas que rodean a estos poros se observan bien densificadas y la superficie de la muestra se observó con una tonalidad más uniforme. En general, en cuanto porosidad, se observó que esta iba disminuyendo en las diferentes muestras, lo cual concuerda con los resultados de resistencia mecánica de la Tabla 6.20.

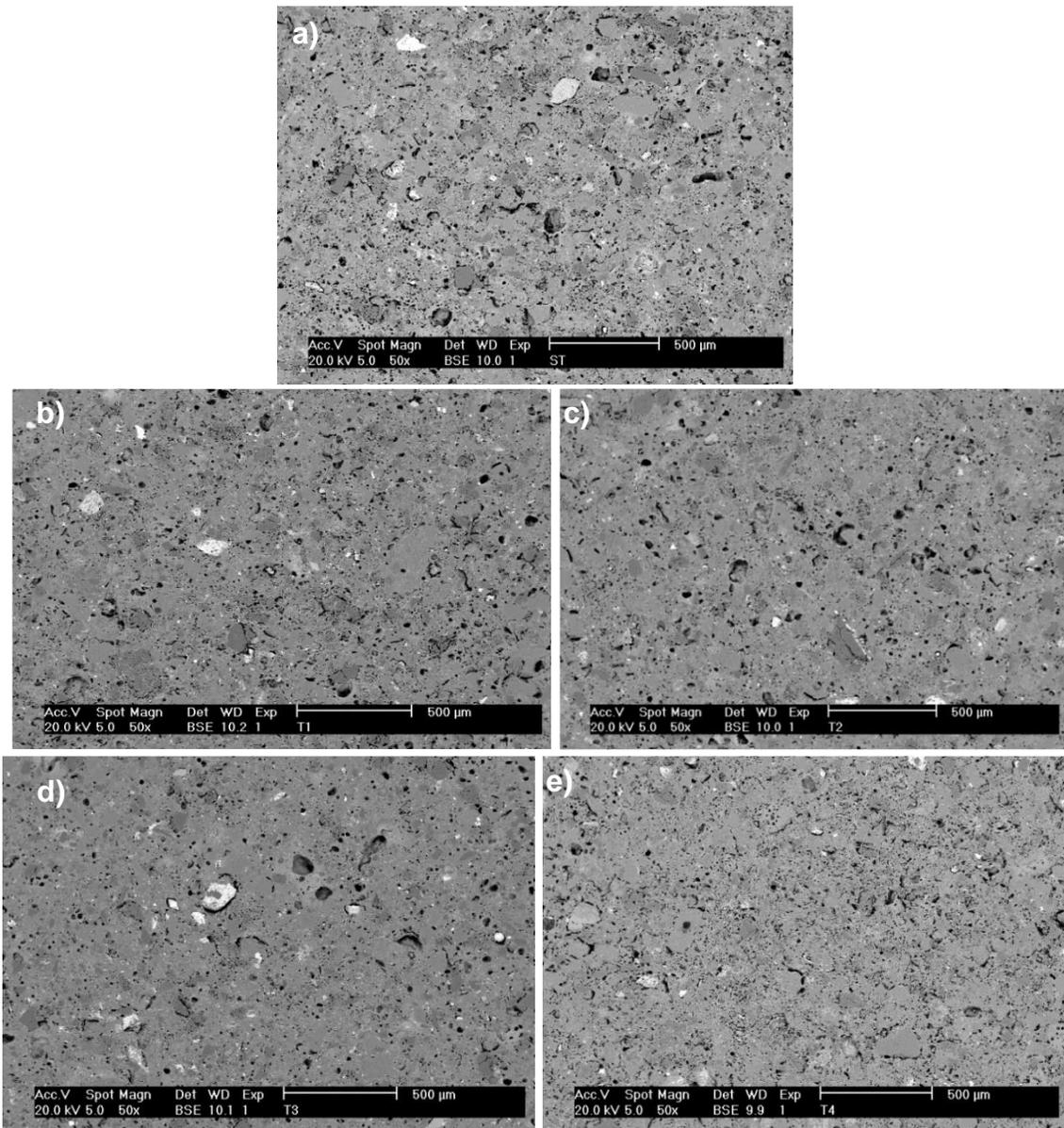


Figura 6. 26 Micrografías de las muestras a)ST, b)T1, c)T2, d)T3 y e)T4 a 50 x
Fuente: PHILIPS XL30ESEM

7. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se han presentado contribuciones relacionadas al mejoramiento de la resistencia mecánica a la flexión de cuerpos para losetas cerámicas mediante el desarrollo de formulaciones con 4 diferentes aditivos (ceniza volante, talco, caolín y feldespato), los cuales aportan a la formación de fase líquida, la cual reduce la porosidad y provoca una buena densificación de la pieza.

La velocidad de calentamiento adecuada para la sinterización de probetas cerámicas de semigres a nivel de laboratorio resultó de 5 °C/min.

Se seleccionó el 2 % como el porcentaje indicado para la realización de un diseño experimental tipo Taguchi.

Los 3 mejores valores de resistencia mecánica del diseño Taguchi resultaron superiores al valor mínimo establecido por la norma ISO 10545-4 para losetas del grupo BII_a (22 N/mm²) y fueron de 56,06, 56,67 y 57,73 N/mm², dichas muestras también cumplen con el % de absorción de agua requerido para losetas de semigres (3 % < E < 6 %).

Se caracterizó cualitativamente las 3 muestras correspondientes a los mejores resultados de resistencia mecánica del diseño Taguchi y la muestra de la formulación optimizada mediante MEB, DRX y fluorescencia de rayos X. Las 3 técnicas revelaron gran similitud entre las 4 muestras, tanto para composición química, como para fases cristalinas y morfología superficial.

El incremento de la resistencia mecánica de cuerpos cerámicos de semigres se logró gracias a la formulación optimizada, correspondiente a cuerpo cerámico estándar + 2 % talco + 2 % caolín, con la cual se alcanzó un valor de resistencia de 57,91 N/mm² el cual superó en un 163% al valor mínimo establecido por la norma ISO 10545-4 para losetas de semigres (22 N/mm²), y también cumplió con las normas establecidas de absorción de agua para esta tipología de losetas cerámicas.

8. RECOMENDACIONES

- Utilización de los mismos equipos y materias primas a lo largo de todo el proceso de la investigación, con la finalidad de reducir variantes que provoquen efectos significativos en los resultados.
- Intentar en posteriores estudios disminuir el espesor del cuerpo cerámico sin comprometer las propiedades físicas y mecánicas, esto para reducir el gasto de materia prima, consumo energético, costos de empaque y transporte, así como para obtener losetas de tipología moderna.
- Para investigaciones posteriores, reemplazar una parte del cuerpo cerámico por los aditivos y evaluar las propiedades mecánicas y físicas de las probetas con esas formulaciones.
- Implementación de la técnica de atomización a nivel de laboratorio para obtener un polvo cerámico más fluido y resultados más acertados y comparables con el proceso empleado a nivel industrial.

9. REFERENCIAS

- Askeland, R. (1998). *Ciencia e ingeniería de los materiales*. [Traducido al español de The Science and Engineering of Materials, 3º edición]. 625-648. México: International Thomsom Publishing.
- Cahn FRS, R.W. & Lifshin, E. (1993). *Concise Enciclopedia of Materials Characterization*. Cambridge: Pergamon Pres.
- Celik, H. (2010). "Technological characterization and industrial application of two Turkish clays for the ceramic industry". *Applied Clay Science*. 50(2), 245-254. doi: 10.1016/j.clay.2010.08.005
- Chiara, G. D., Borroni, G. M. & Chiara, A. D. (2000). A tecnologia do processo de produção na indústria de cerâmica vermelha. *Curso de formação para profissionais da indústria de cerâmica vermelha*, Apostila, ACIMAC/IEC, Florianópolis.
- Corma, P. (2008). Innovations and innovative processes in the Castellón ceramic district. *Qualicer 2008*, 59–78.
- Das, S., Dana, K., Singh, N. & Sarkar, R. (2005). Shrinkage and strength behavior of quartzitic and kaolinitic clays in wall tile compositions. *Applied Clay Science*. 29 (2), 137-143. doi: 10.1016/j.clay.2004.10.002
- De Aza Pendas, S. (1964). Defectos de prensado. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica*, 3(4),397.
- Dondi, M. (2003). Technological and compositional requirements of clay materials for ceramic tiles. Proc. 12th International Clay Conference. Elsevier, Bahía Blanca, Argentina. 23–30. doi: 10.1016/B978-044450945-1/50092-0
- Dondi, M., Raimondo, M. & Zanelli, C. (2014). Clays and bodies for ceramic tiles: Reappraisal and technological classification. *Applied Clay Science*, 96, 91-109. doi: 10.1016/j.clay.2014.01.013
- Elías, X. (2006). *Ponencia: Las cerámicas como tecnologías para la valoración de residuos*. 8-13. Recuperado de <http://www.ingenieroambiental.com/4014/ponencias-id65.pdf>.
- Fowlkes, W. Y., Creveling, C. M. (1995). *Engineering Methods for Robust Product Design: Using Taguchi Methods in Technology and Product Development*. USA: Addison-Wesley.

- Freidin K., Erell E. (1995). Bricks made of coal fly-ash and slag, cured in the open air. *Cement and Concrete Composites*.17 (4), 289–300. doi: 10.1016/0958-9465(95)00017-7
- Groover, Mikell P. (1997). *Fundamentos de manufactura moderna*. [Traducido al español de Fundamentals of modern manufacturing]. 43-57; 420-427. México: Prentice Hall.
- Guggenheim, S. & Martín, R.T. (1995). Definition of clay and clay mineral: Joint report of the AIPEA and CMS Nomenclature Committees. *Clays and Clay Minerals*. 43, 255-256. doi: 10.1180/claymin.1995.030.3.09
- Gültekin, E. E. (2017). The effects of heating rate and sintering temperature on the strength, firing shrinkage and bulk density of porcelain tiles. *Journal of the Australian Ceramic Society*. doi: 10.1016/j.ultras.2017.06.005.
- Gupta, R., Misra, A. & Raisinghani, M. (2009). Flexural strength and creep characteristic of tiles containing marble powder. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. Recuperado de https://www.researchgate.net/publication/242590012_FLEXURAL_STRENGTH_AND_CREEP_CHARACTERISTIC_OF_TILES_CONTAINING_MARBLE_POWDER
- Ibáñez, A. & Sandoval, F. (2000). Discusión sobre la influencia de la porosidad en la resistencia mecánica de las baldosas cerámicas. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 39(2),256.
- Instituto de tecnología cerámica (2011). *Procesos de fabricación de baldosas cerámicas, conocimientos básicos*. Recuperado de https://issuu.com/itceramica/docs/procesos_fabricacion
- Junta de Castilla y León (2001). *Los minerales industriales*. Recuperado de http://ocw.usal.es/ciencias-experimentales/rocas-industriales/contenidos/minerales_industriales_cyl.pdf
- Lawson, J., Madrigal, J. & Erjavec, J. (1992). Estrategias Para el Mejoramiento de la Calidad en la Industria. Grupo Editorial Iberoamericana.
- Lee, V. & Yeh, T. (2008). Sintering effects on the development of mechanical properties of fired clay ceramics. *Materials Science and Engineering*. 485 (1-2), 5-13. doi: 10.1016/j.msea.2007.07.068
- Machinery Economics Studies, ACIMAC (2017). *World production and consumption of ceramic tiles*. 5^o edición. Recuperado de <http://www.materialicasa.com/file/Home/materialicasa/pdf/tile->

- international/2017/3/042_049%20Statistic%20PROD%20CONS%20Mondiale.pdf
- Martin, J., Rincón, J. & Romero, M. (2008). Effect of firing temperature on sintering of porcelain stoneware tiles. *Ceramics International*. 34(8), 1867-1876. doi: 10.1016/j.ceramint.2007.06.006
- Menezes, R. R, De Almeida, R. R., Santana, L. N. L., Neves, G. A., Lira, H. L. & Ferreira, H. C (2007) Utilização do resíduo do beneficiamento do caulim na produção de blocos e telhas cerâmicos. *Matéria (Rio J.)*, 2(1), 192. doi: 10.1590/S1517-70762007000100028
- Medina, P., Cruz, E. & Restrepo, J. (2007). Aplicación del modelo de experimentación Taguchi en un ingenio azucarero del valle del cauca. *Scientia et Technica* Año XIII, 34. Universidad Tecnológica de Pereira. ISSN 0122-1701
- Montgomery, D. C. (1996). *Design and Analysis of Experiments*. 4th Ed. Arizona: John Wiley & Sons.
- Murray, H. (2006). *Applied Clay Mineralogy: Occurrences, Processing and Applications of Kaolins, Bentonites, Palygorskitesepiolite, and Common Clays*. Netherlands: Elsevier.
- Nasseti, G. (1989). Technological and productive innovations in the ceramic industry with particular reference to ceramic floor and wall tiles. *Materials Science and Engineering*. A109, 417–425. doi: 10.1016/0921-5093(89)90623-0
- Norma ASTM C326–03 (2003). *Standard Test Method for Drying and Firing Shrinkages of Ceramic Whiteware Clays*. Recuperado de <https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/C326-03.htm>
- Norma ISO 13006 (2012). *Ceramic tiles -- Definitions, classification, characteristics and marking*. Recuperado de <https://www.iso.org/standard/51063.html>
- Norma ISO 10545-3 (1995). *Ceramic tiles -- Part 3: Determination of water absorption, apparent porosity, apparent relative density and bulk density*. Recuperado de <https://www.iso.org/standard/18617.html>
- Norma ISO 10545-4 (2014). *Ceramic tiles -- Part 4: Determination of modulus of rupture and breaking strength*. Recuperado de <https://www.iso.org/standard/60976.html>
- Norma UNE 83414 (1990). *Adiciones al hormigón. Ceniza volante. Recomendaciones generales para la adición de cenizas volantes a los hormigones fabricados con cemento tipo I*. Recuperado de

<http://www.aenor.es/aenor/normas/normas/fichanorma.asp?tipo=N&codigo=N0007334#.WrRzY4jwblU>

- Radomir, S. & Vodova, L. (2011). The effect of fluidized fly ash on the properties of dry pressed ceramic tiles based on fly ash–clay body. *Ceramics International*. 37(7), 2879-2885. doi: 10.1016/j.ceramint.2011.05.005
- Ruiz, M. D. (2005) *Desarrollo de la metodología de Taguchi*. 8-10. Departamento de Estadística e Investigación Operativa. Universidad de Granada. Recuperado de https://www.ugr.es/~mruiz/temas/Tema_9.pdf
- Sallam, E. H., Naga, S.M. & Imbrahim, D.M. (1984). Mode of Talc Addition and its effect on the properties of ceramic bodies. *Ceramics International*. 10 (3), 87-92. doi: 10.1016/0272-8842(84)90008-7
- Stock, D. (2012). “World production and consumption of ceramic tile”. *Tile Today* 77, 30–37. Recuperado de https://www.researchgate.net/publication/288348012_World_production_and_consumption_of_ceramic_tile
- Restrepo B., O. (2011). *Baldosas cerámicas y gres porcelánico: Un mundo en permanente evolución*. 17-22. Colombia: Facultad de Minas.
- Universidad de Oviedo (2007). *Lección 1. Materias primas de la empresa cerámica*. Recuperado de <http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/Leccion2.MateriasPrimas.Ceramicas.2007.pdf>
- Universidad de Oviedo (2007). *Lección 7. Cocción de los productos cerámicos*. Recuperado de <http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/Leccion7.COCCION.pdf>
- Universitat de València (2016). *Técnicas de caracterización de materiales cerámicos*. Módulo de materiales cerámicos.1-9. Recuperado de <https://www.uv.es/~uimcv/Castellano/ModuloMatCeramicos/Unidad%203.pdf>

ANEXO A

ESTUDIO DEL INCREMENTO DE LA RESISTENCIA MECÁNICA DE CUERPOS CERÁMICOS PARA LOSETAS CERÁMICAS

Asdrid S. González Fajardo

Facultad de Ingeniería Química, Universidad Nacional de Ingeniería
Avenida Universitaria, P.O. Box 5595, Managua, Nicaragua

asdridgonzalez@hotmail.com

Resumen: En el presente estudio se realiza una evaluación del efecto en el cuerpo cerámico de cuatro aditivos: ceniza volante, talco, caolín y feldespato; con el objetivo de determinar las mejores formulaciones que permitan desarrollar, después del ciclo térmico y sin modificaciones a las instalaciones actuales de cierta empresa cerámica*, microestructuras que incrementen la resistencia mecánica de losetas cerámicas de semigres. La obtención de las probetas cerámicas se llevó a cabo utilizando el procedimiento y la formulación propuesta por la empresa productora. Las propiedades estudiadas fueron porcentaje de contracción lineal, porcentaje de absorción de agua y resistencia mecánica a la flexión. Los ensayos correspondientes se realizaron de acuerdo con las normas correspondientes. El valor más alto de resistencia mecánica a la flexión resultó de 57,91 N/mm² correspondiente a probetas cerámicas con la formulación optimizada: cuerpo estándar más 2 % de talco y 2 % de caolín.

Introducción: La ciencia y tecnología de losetas cerámicas está en constante evolución, con el fin de crear mejoras en los productos y satisfacer las necesidades del público. En la actualidad, la industria cerámica intenta desarrollar revestimientos cerámicos con altas propiedades mecánicas. Esto se puede lograr mediante el control de la composición de la mezcla inicial, el ciclo de tratamiento térmico, reducción de defectos, entre otros.

La resistencia mecánica es una de las propiedades de gran importancia en losetas cerámicas. La inclusión de ciertos aditivos, desde la preparación de las materias primas, podría presentar efectos significativos sobre esta propiedad, dando lugar a pavimentos cerámicos con resistencias mecánicas mejores a las existentes en las normas. Para conocer el efecto (positivo o negativo) que producen los aditivos en esta propiedad se debe recurrir en la práctica a la formulación de pastas cerámicas que los contengan y que cumplan con las propiedades funcionales de los revestimientos cerámicos.

El propósito de este trabajo investigativo era estudiar diferentes formulaciones del cuerpo cerámico base con ciertos aditivos, las cuales permitan desarrollar, después del ciclo térmico y sin modificaciones a las instalaciones actuales del proceso de producción, microestructuras que permitan incrementar la resistencia mecánica de las losetas cerámicas. Los aditivos incorporados en las formulaciones de las pastas fueron: ceniza volante, talco, caolín y feldespato. Se seleccionó estos aditivos debido a que aportan componentes para la formación de fases líquidas durante la etapa de cocción, por lo cual contribuyen a la formación de menor porosidad. Sin embargo, definir las proporciones adecuadas de estos aditivos es de gran interés por los costos que estos representan.

La incorporación de aditivos a la composición de la mezcla inicial que contribuyan a la reducción de la porosidad y a una buena densificación de la pieza podría brindar no solo mejores propiedades mecánicas e incluso menores temperaturas de sinterización, sino además un menor impacto ambiental al utilizar materiales de desecho, como la ceniza volante.

Contraparte: Este investigación se realizó como parte del convenio de cooperación entre la Universidad Nacional de Ingeniería y el Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (CINVESTAV – Unidad Saltillo); en cuyas instalaciones se realizaron los experimentos y los análisis requeridos.

Aplicación: Este trabajo de investigación presenta losetas cerámicas de semigres con resistencias mecánicas de 57,91 N/mm², superiores a las reportadas por las normas (22 N/mm²). Su utilización está directamente relacionada con el sector cerámico, en el área de renovación o mantenimiento de pavimentos cerámicos. Dicha investigación es también precursora del desarrollo de losetas cerámicas con altas resistencias mecánicas que cuenten con menores espesores.

Beneficiarios: Este trabajo se realizó en colaboración con una empresa cerámica cuyo nombre será omitido por secreto industrial.

Metodología:

-Materiales: Una loseta cerámica es una placa fina hecha de arcillas y/u otros materiales inorgánicos calcinados a temperatura suficiente como para desarrollar las propiedades requeridas (ISO 13006, 2012).

La formulación del cuerpo cerámico base (protegida bajo secreto industrial), las materias primas y los aditivos fueron suministrados por la empresa beneficiaria y se utilizaron sin más tratamientos previos que los efectuados en su planta de producción, a excepción de la ceniza volante la cual tuvo un previo tratamiento térmico a 900 °C.

-Método: El procedimiento de obtención de las probetas cerámicas se resume en la Figura 1. Las losetas cerámicas de semigres fueron prensadas en seco, y posteriormente fueron sinterizadas a una velocidad de 5 °C /min hasta alcanzar una temperatura de 1150 °C (tiempo de residencia a la temperatura máxima igual a 15 minutos).

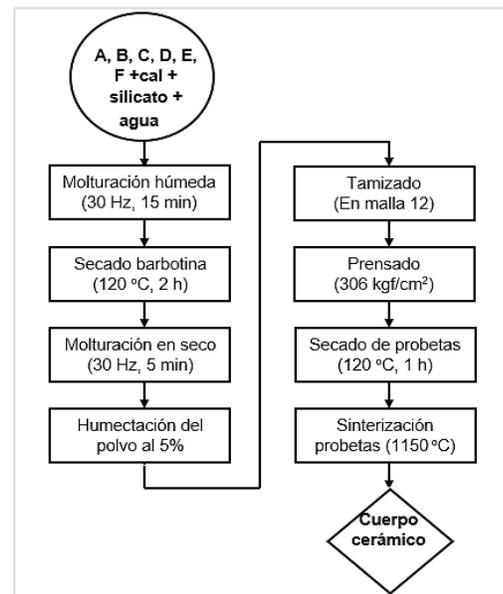


Figura 1. Obtención de probetas de cuerpo cerámico estándar.

Determinación de las propiedades físicas y mecánicas:

El porcentaje de absorción de agua (%A.A) de las probetas cerámicas se determinó de acuerdo a la norma ISO 10545-3. Se aplicó la Ecuación (1), donde: m_m , masa de la probeta húmeda a las condiciones de saturación; m_s , masa de la probeta seca.

La *resistencia mecánica a la flexión*, RMF, se determinó de acuerdo a la norma ISO 10545-4. Se utilizó una máquina de ensayo universal para realizar pruebas de flexión en 3 puntos en un tramo de 70 mm con una velocidad transversal de 0.5 mm/min. La resistencia (σ) se obtuvo con la Ecuación (2), donde: F, carga (N); L, longitud entre varillas (mm); b, ancho de probeta (mm); y h, espesor mínimo de la loseta (mm).

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (2)$$

La *contracción lineal* (%C.L) de las muestras sinterizadas, se determinó utilizando la Ecuación (3), donde: L_p y L_q son las longitudes laterales (mm) de las muestras verde y sinterizada, respectivamente, según lo medido con un calibrador Vernier digital.

$$\%C.L = \frac{L_p - L_q}{L_p} \times 100 \quad (3)$$

Todas las pruebas se realizaron por triplicado e incluyeron probetas de cuerpo cerámico estándar (ST) como muestra testigo o de referencia. Para los resultados se presentan los valores medios.

Diseño experimental:

Para lograr probetas con altos valores de RMF primero se realizaron pruebas exploratorias con los aditivos en un intervalo de porcentajes determinado. La segunda etapa consistió en desarrollar, con ayuda del software Minitab17, un diseño experimental Taguchi con los cuatro aditivos: cuatro factores de dos niveles cada uno, en ocho corridas (Tabla 1). El nivel 1 corresponde al porcentaje al que se presentaron los mejores resultados de RMF en las pruebas exploratorias. Por su parte el nivel 2 corresponde a no añadir aditivo. Finalmente, con base en resultados del diseño Taguchi se utilizó Minitab17 para obtener la formulación optimizada con la cual se obtendría la resistencia mecánica más alta.

Tabla 1. Factores y niveles para el diseño Taguchi

Factores	Nivel 1	Nivel 2
Ceniza	2 %	0 %
Talco	2 %	0 %
Caolín	2 %	0 %
Feldespató	2 %	0 %

Caracterización microestructural y química:

El uso de técnicas de análisis instrumental como análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB), análisis por difracción de rayos X (DRX) y análisis por fluorescencia de rayos X (FRX) permitió: observar la morfología superficial de las probetas cerámicas con mejores resultados de resistencia mecánica, conocer cualitativamente las fases cristalinas generadas durante el proceso de sinterización y determinar la presencia cualitativa de los elementos presentes en el cuerpo cerámico, respectivamente, de las probetas con mejores resultados de RMF.

Resultados: Las pruebas exploratorias se realizaron en proporciones de 2, 4, 6 y 8 % para ceniza volante y 1, 2, 3 y 4 % para talco y caolín. Se determinó que al 2% de los tres aditivos se obtuvieron resultados de RMF y %A.A que cumplen con los valores establecidos por las normas para tales parámetros (22 N/mm² y 3% < E < 6%, respectivamente); aunque para el talco el %A.A resultó un poco por debajo del valor normado. Con base

Tabla 2. Resultados de las pruebas exploratorias al añadir 2% de los aditivos.

Aditivo al 2%	%C.L	%A.A	RMF (N/mm ²)
ST	7,22	3,95	48,43
Ceniza	6,61	4,12	42,84
Talco	7,46	2,44	45,15
Caolín	6,41	5,22	48,65
Feldespató	6,62	5,43	48,80

en esto y considerando los costos adicionales que representa la inclusión de estos aditivos, se seleccionó también el 2% para las pruebas con feldespató. En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos en las pruebas

Posteriormente se realizó el diseño Taguchi con los cuatro aditivos al 2 %, para determinar el grado de influencia de cada factor y así encontrar las mejores formulaciones que proporcionen un aumento en la resistencia mecánica. En la Tabla 3 se muestra el arreglo ortogonal L8 el cual fue la matriz del diseño experimental utilizado.

Tabla 3. Arreglo ortogonal L8 del diseño Taguchi.

Muestra	Ceniza	Talco	Caolín	Feldespato
T1	2 %	2 %	2 %	2 %
T2	2 %	2 %	2 %	0 %
T3	2 %	0 %	0 %	2 %
T4	2 %	0 %	0 %	0 %
T5	0 %	2 %	0 %	2 %
T6	0 %	2 %	0 %	0 %
T7	0 %	0 %	2 %	2 %
T8	0 %	0 %	2 %	0 %

Tabla 4. Resultados de los experimentos realizados de acuerdo al diseño Taguchi.

Muestra	%C.L	%A.A	RMF (N/mm ²)
ST	7,22	3,87	51,06
T1	8,78	5,94	56,99
T2	8,28	2,86	61,37
T3	8,26	4,55	51,99
T4	6,37	5,48	43,34
T5	8,16	1,51	67,84
T6	8,81	0,55	59,00
T7	7,60	3,97	53,18
T8	5,57	7,20	45,31

A partir de estas pruebas, y por recomendación de la empresa beneficiaria, se redujo la cantidad de material empleado para conformar cada probeta cerámica de 40 g a 30 g. Esto tenía como objetivo reducir el espesor de las probetas, pues en planta las losetas de producción tienen un espesor de 7 mm ya esmaltadas. En la Tabla 4 se muestran los resultados de las propiedades físicas y mecánicas de los experimentos realizados de acuerdo al diseño Taguchi.

Se observó que los mejores resultados de RMF, que cumplen con %A.A según la norma ISO 10545-3, corresponden a las muestras T4, T3, T7 y T1 con valores de 43,34, 51,99, 53,18 y 56,99 N/mm² respectivamente. El menor %C.L fue de 5,57 % perteneciente a la muestra T8, lo cual coincide con su alto %A.A (7,20%). La absorción de agua de las muestras T2, T5 y T6 resultó inferior al mínimo normado (3%). Sin embargo, al presentar estas probetas los valores más altos de RMF (Figura 2) se repitió dichas pruebas para verificar los datos.

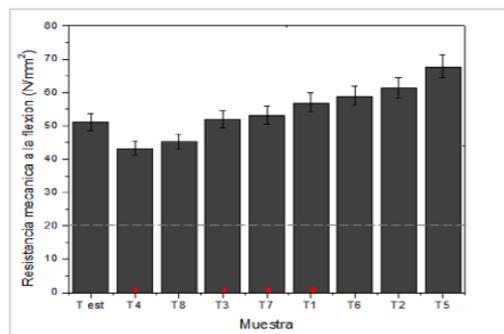


Figura 2. Resultados experimentales de RMF.

Tabla 5. Tres mejores resultados de RMF según Taguchi y RO.

Muestra	%C.L	%A.A	RMF (N/mm ²)
ST	6,76	4,24	52,04
T1	7,36	4,42	56,06
T2	5,95	4,54	56,67
T3	7,55	3,02	57,73
T4	6,70	4,21	57,91

La respuesta optimizada (RO) propuesta por Minitab17 corresponde a cuerpo cerámico estándar + 2% talco + 2% caolín. Tal formulación presentó la RMF más alta. Los datos obtenidos de la repetición de los tres resultados Taguchi y la RO se muestran en la Tabla 5. Se reasignaron los nombres a las muestras: "T1", "T2" y "T3" para los resultados Taguchi T2, T5 y T6 respectivamente; T4 para la respuesta optimizada.

Se registraron valores de contracción lineal entre 5 y 8 % y se observó que los valores de %A.A de todas las muestras se encuentran dentro de los valores establecidos por la norma ISO 10545-3 (3% < E < 6%). En cuanto a RMF, se obtuvieron valores superiores al mínimo normado en ISO 10545-4 (22 N/mm²). Se comprobó que la respuesta

En la Tabla 6 se presenta el análisis por FRX de las muestras. La interpretación de datos se realizó utilizando el software SPECTRA plus. Se identificó para las cinco muestras altas concentraciones de sílice, con aproximadamente 65% en peso, seguido de alúmina en una menor proporción (aprox. 15% e.p.) y en tercer lugar Fe_2O_3 , con 7% e.p., el cual es el responsable del color rojizo del cuerpo cerámico.

Tabla 6. Composición química en porcentaje en peso.

Muestra \ Óxido	ST	T1	T2	T3	T4
SiO_2	65,38	64,99	64,99	65,01	65,34
Al_2O_3	14,48	15,05	15,05	14,31	14,62
Fe_2O_3	7,61	7,50	7,50	7,74	7,39

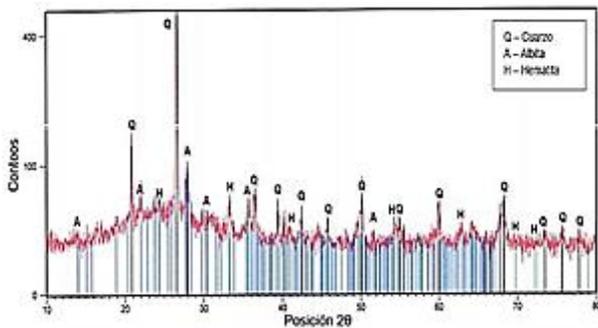


Figura 3. Fases cristalinas presentes en las cinco muestras indicadas en las Tablas 5 y 6.

Las principales fases cristalinas presentes en las cinco muestras se identificaron mediante DRX con el software X'pert (Figura 3). Las fases corresponden a cuarzo (SiO_2); alúmina presente como albita baja en calcio ($Na_{0.84}Ca_{0.16}(Al_{1.16}Si_{2.84}O_8)$); y hematita (Fe_2O_3). Los resultados concuerdan con el análisis por FRX. No se presentó diferencia notable entre el difractograma del cuerpo estándar y las cuatro muestras. Esto podría atribuirse a que, a pesar de la diferente formulación de las muestras, el porcentaje de aditivos no fue tan significativo para generar cambios en la estructura cristalina del cuerpo cerámico.

En las micrografías de las cinco muestras (Figura 4) se aprecia la morfología superficial, la cual indica que se trata de cuerpos cerámicos completamente heterogéneos, al distinguirse zonas con tonalidades muy marcadas y diferenciadas. El análisis por MEB permitió observar que la porosidad disminuía en las diferentes muestras. En la muestra T4 se presentan poros más pequeños que los existentes en las demás muestras. Las áreas que rodean estos poros están bien densificadas, lo cual justifica que hayan sido las probetas con el mejor resultado de RMF.

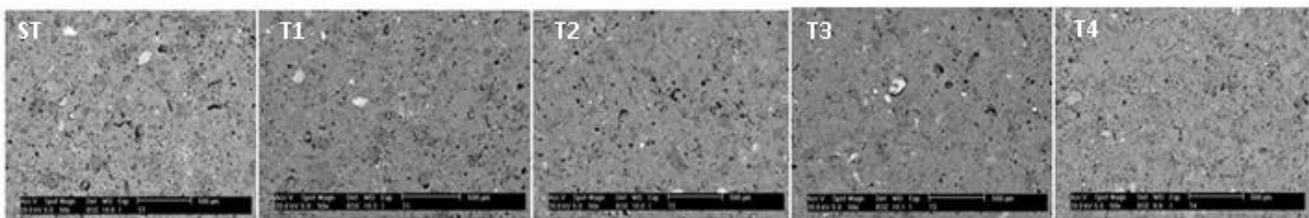


Figura 4. Micrografías del cuerpo cerámico estándar y de las cuatro muestras con mejores resistencias mecánicas.

Perspectivas futuras: En posteriores estudios podría implementarse la técnica de atomización a nivel de laboratorio para obtener un polvo cerámico más fluido. De igual modo, la disminución del espesor del cuerpo cerámico sin comprometer sus propiedades físicas y mecánicas podría dar lugar a losetas de tipología moderna: delgadas, livianas y más resistentes. Al reducir el espesor del cuerpo cerámico también se puede reducir el gasto de materia prima, consumo energético, costos de empaque y transporte. Se propone también reemplazar una parte del cuerpo cerámico por los aditivos y evaluar las propiedades mecánicas y físicas de las probetas con esas formulaciones.