

CAPÍTULO III

CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

15. Arcilla La Alejandra

Se empleó esta arcilla roja de la Formación Guayabo debido a que la arcilla gris de la Formación León, por su distribución granulométrica, es muy plástica, pues posee un bajo porcentaje de arena y presenta unas contracciones en secado más bajas en comparación con la arcilla roja para las dos técnicas de conformado analizadas (Gelves *et al.*, 2013). A su vez, la arcilla roja se encuentra en mayor abundancia y su costo es menor.

Figura 17. Mina donde se realizó la explotación del mineral arcilloso



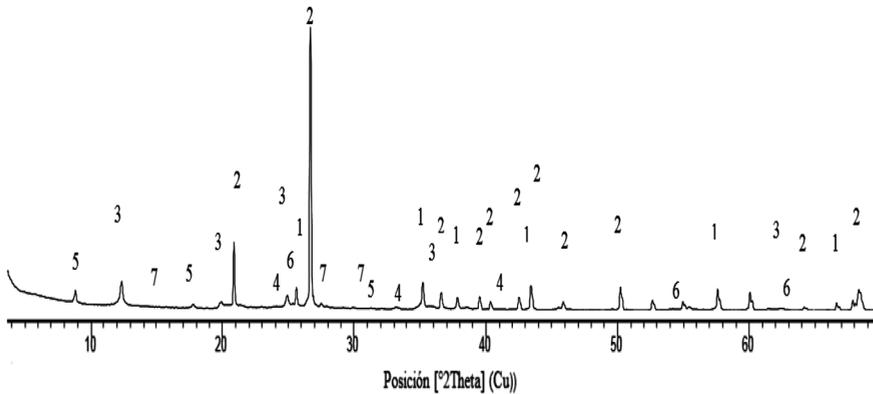
15.1 Localización del material arcilloso

El material arcilloso está localizado en el municipio El Zulia, vereda La Alejandra, departamento de Norte de Santander. Esta zona comprende un área de 13.162 ha. Los linderos del predio minero se encuentran dentro de la plancha número 87 del Instituto Geográfico Agustín Codazzi (IGAC) (Mora, 2015).

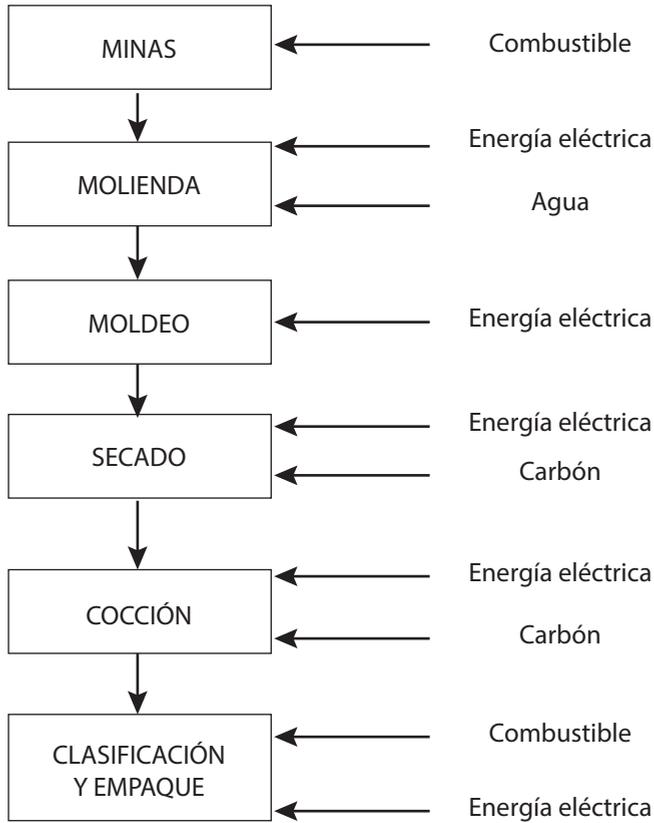
Este terreno es apto para la ejecución de las labores de explotación necesarias de la materia prima arcillosa para su posterior beneficio en la planta de procesamiento. Cuenta con una vía de acceso en buen estado, así como con un frente de explotación de 250 m apropiado para la extracción de la arcilla. También se ha adecuado un sitio especial para el depósito de estériles como el producido en la operación de descapote y preparación del frente de explotación, así como las capas de arenisca que suprayacen a los mantos arcillosos, cumpliendo de esta manera parte importante de la normatividad ambiental vigente (Lombana, 2011).

15.2 Caracterización estructural

Como se expresó en la metodología, este proceso se realizó mediante difracción de rayos X. En la figura 18 se presenta el patrón de difracción obtenido y en la tabla 15 se muestra el análisis cuantitativo realizado mediante refinamiento Rietveld.



1) corindón; 2) cuarzo; 3) caolinita; 4) hematita; 5) moscovita; 6) anatasa; 7) feldespato potásico (microclina)

Figura 18. Patrón de difracción de rayos X de la muestra arcillosa**Tabla 15. Composición estructural del material arcilloso**

	Fase	N.º Tarjeta PDF-2	Nombre	Cuantitativo (en % peso)
Cristalino	SiO ₂	000-85-0796	Cuarzo	47,4
	KAl ₃ Si ₃ O ₁₀ (OH) ₂	000-84-1302	Moscovita	10,7
	TiO ₂	000-71-1166	Anatasa	0,4
	Al ₂ (Si ₂ O ₅)(OH) ₄	000-89-6538	Caolinita	14,4
	Ca(CO ₃)	000-86-2342	Calcita	N.C.
	Fe ₂ O ₃	000-85-0599	Hematita	1,1
	CaO ₂ (Al, Mg)- Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ H ₂ O	000-13-0135	Montmorillonita	N.C.
	K(AlSi ₃ O ₈)	000-72-1114	Microclina	0,9

Fase	N.º Tarjeta PDF-2	Nombre	Cuantitativo (en % peso)
Total cristalino			74,9
Amorfos y otros			25,1

De la tabla 15 se puede apreciar que la fase predominante en el material arcilloso es el cuarzo. En relación con las fases arcillosas, sobresale la presencia de la caolinita y de la moscovita dentro del grupo de las micas, y montmorillonita aparece como fase traza. Esta clase de filosilicatos permitirá tener un comportamiento particular de las fases formadas a alta temperatura, lo cual podría arrojar resultados diferentes a los reportados en la literatura.

15.3 Caracterización química

La composición química del material arcilloso es presentada en la tabla 16, la cual fue realizada mediante fluorescencia de rayos X.

Tabla 16. Composición química del material arcilloso (FRX)

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración (peso)	Óxido	Concentración (% peso)
Si	14	30,69%	SiO ₂	65,66
Al	13	9,37%	Al ₂ O ₃	17,71
Fe	26	4,01%	Fe ₂ O ₃	5,74
K	19	1,33%	K ₂ O	1,60
Ti	22	0,55%	TiO ₂	0,91
Mg	12	0,43%	MgO	0,71
P	15	0,27%	P ₂ O ₅	0,62
Ca	20	0,24%	CaO	0,34
Na	11	0,10%	Na ₂ O ₅	0,14
Ba	56	0,04%	BaO	0,05
Zr	40	0,03%	ZrO ₂	0,04
V	23	0,02%	V ₂ O ₅	0,04
Cu	29	0,02%	CuO	0,03
Zn	30	0,02%	ZnO	0,03
Mn	25	0,02%	MnO	0,02
Sr	38	0,01%	SrO	0,01
Cr	24	0,01%	Cr ₂ O ₃	0,01
		---	* LOI	6,28

**LOI = Loss On Ignition* (los especímenes seleccionados de las muestras fueron calcinados a 950 °C durante dos horas para determinar las pérdidas por ignición).

Los resultados de composición química se correlacionan bastante bien con el resultado mineralógico. El alto contenido de silicio está asociado a la presencia de cuarzo en el material, así como de filosilicatos y de feldespato potásico. El aluminio se relaciona con la presencia de estos dos grupos de minerales.

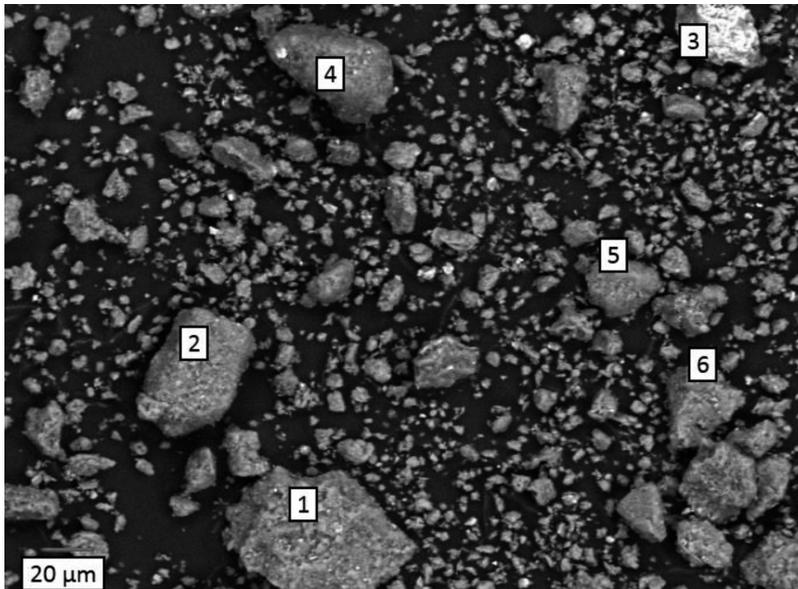
El hierro se encuentra asociado a la presencia de hematita en el material; también podría estar presente en la estructura del feldespato y de los filosilicatos. El potasio se correlaciona con la presencia de moscovita y de feldespato potásico. El óxido de titanio aparentemente está relacionado con la presencia de anatasa o en su defecto de la fase rutilo.

La presencia de magnesio y calcio puede asociarse a la moscovita. Sin embargo, también podría estar relacionada con la presencia de caliza en la muestra. El porcentaje de pérdidas por calcinación no es muy alto y se atribuye a la pérdida de agua adsorbida físicamente y a la deshidroxilación de los minerales filosilicatos.

15.4 Aspectos morfológicos y microquímica

Estos aspectos fueron realizados mediante microscopía electrónica de barrido, con un detector de energía dispersiva de rayos X acoplado. Los resultados obtenidos son presentados en la figura 19 y en la tabla 17.

Figura 19. Microfotografía (MEB) del material arcilloso



Los resultados de la micrografía superior (figura 19) muestran los aspectos morfológicos de la muestra arcillosa. Se aprecia una granulometría muy variada, con granos entre 200 μm y 1 μm aproximadamente. Un valor promedio de grano podría estar en torno a los 40 μm . Los granos parecen ser el producto de la aglomeración de partículas más pequeñas.

Las imágenes mostradas han sido elaboradas con la ayuda del detector de electrones retrodispersos. Este hecho permitió observar el contraste de los elementos pesados y livianos presentes en la muestra observada. Se evidencian en la imagen algunas regiones más brillantes que corresponden a la acumulación de los elementos más pesados. Estas regiones aparentemente se ubican en la superficie de algunos granos.

La información microquímica de las seis regiones que se aprecian en la figura 19 se ha consolidado en la tabla 17.

Tabla 17. Microquímica de algunos granos presentes en el material arcilloso (% atómico)

Elemento	Sitio 1	Sitio 2	Sitio 3	Sitio 4	Sitio 5	Sitio 6
O	69,79	68,60	59,96	69,84	51,79	63,08
Na	0,23	0,24	---	0,23	---	---
Mg	0,37	0,40	1,02	0,35	0,30	0,24
Al	8,49	9,81	2,75	6,91	7,79	5,67
Si	19,22	19,50	10,53	21,42	38,88	28,74
S	---	---	---	---	0,20	---
K	0,70	0,60	0,21	0,52	0,54	0,96
Mn	---	---	0,15	---	---	---
Ti	0,20	0,16	---	0,11	---	0,55
Fe	0,99	0,70	25,38	0,62	0,51	0,76

De la información de la tabla 17 se puede destacar lo siguiente:

- El elemento pesado que resalta en la micrografía de MEB se trata de hierro, muy posiblemente presente en alguna fase en forma de óxido debido a la alta concentración de Fe y O en el resultado del sitio 3.
- Con excepción del sitio 3, los resultados microquímicos son muy característicos de compuestos aluminosilicatos, como las arcillas y los feldespatos.
- La presencia de hierro es evidente en todos los granos analizados. En el sitio 3 este elemento está más concentrado (sitios brillantes de la imagen), posiblemente asociado a fases óxido. En los demás análisis este elemento puede estar formando parte de la estructura de las fases del tipo aluminosilicatos

o como catión de intercambio en arcillas/micas, lo cual podría explicar su dispersión en los granos. La presencia de este elemento puede favorecer la fusión del material y modificar el color de la pieza cerámica.

- La presencia de azufre en la muestra (sitio 5) podría llegar a ser un problema en las características estéticas del material cerámico (eflorescencias). El reporte de composición química volumétrica obtenido por FRX muestra que la concentración de este elemento es baja; por tanto, existe un bajo riesgo de aparición de eflorescencias.

15.5 Análisis termogravimétrico/calorimetría diferencial de barrido

Las figuras 20 y 21 presentan los resultados del análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido.

Figura 20. Perfiles TG y DTG del material arcilloso (atmósfera de aire)

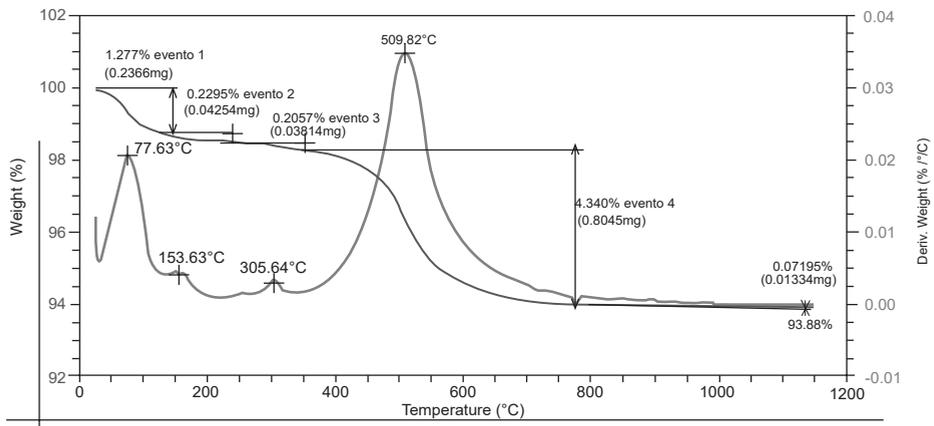
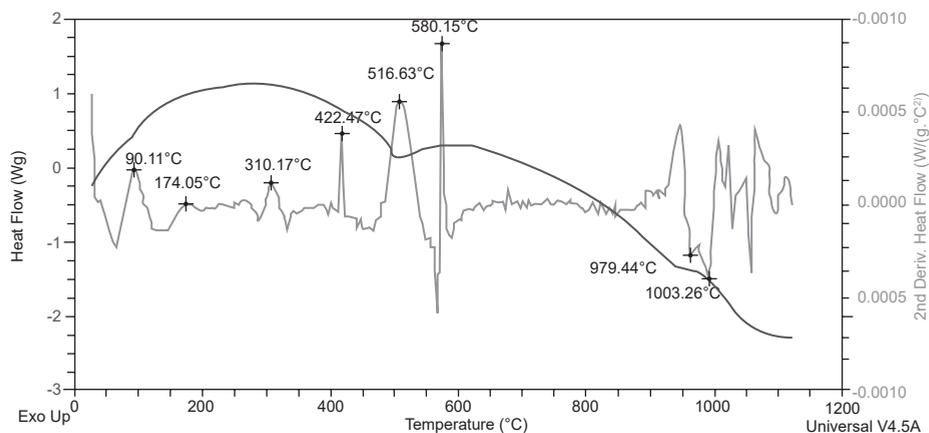


Figura 21. Perfil DSC del material arcilloso (atmósfera de aire)

En relación con la figura 20, se puede observar la presencia de diferentes eventos de pérdida de masa en el rango de temperatura establecido. La pérdida de masa presente en 510 °C (evento 4) está asociada a la deshidroxilación de la fase caolinita en el material (ver también resultado de DRX) (Smykatz-Kloss, 1974). Con base en el perfil de deshidratación de la caolinita (DTG), es posible clasificar esta fase como una caolinita extremadamente desordenada, acorde con lo expresado por Smykatz-Kloss (1974).

Haciendo uso de la fórmula ideal de la caolinita $(Al_2Si_2O_5)(OH)_4$ es posible inferir la concentración de esta fase en el material analizado, tomando como base la concentración másica de los grupos OH en la fórmula ideal (26,3%). 0,8045 mg fue la cantidad de masa eliminada (medida por DTG) en el proceso de deshidroxilación, es decir, este valor corresponde al 26,3% de la masa de la caolinita. Por tanto, la masa total aproximada presente de caolinita será de 3,059 mg. Si la masa total empleada en el análisis fue de 18,58 mg, entonces la concentración másica de caolinita en dicho material será de aproximadamente de 16,5%.

Este valor obtenido es bastante cercano al obtenido por refinamiento Rietveld. Sin embargo, es importante resaltar que la cantidad de masa usada en el análisis térmico es menos representativa en relación con la usada mediante la técnica de DRX. Además de ello, podrían existir contribuciones de deshidroxilación de filosilicatos del grupo de las micas en el mismo rango de temperaturas. La illita, por ejemplo, presenta una estructura cristalina muy similar a la moscovita, con deshidroxilación en este rango de temperaturas; por tanto, se podría pensar que esta fase está presente en el material arcilloso utilizado (Smykatz-Kloss, 1974; Földvári, 2011).

La pérdida de masa a baja temperatura (77 °C) muy probablemente se trate de agua higroscópica absorbida en el material (Smykatz-Kloss, 1974; Földvári, 2011). Los pequeños eventos de pérdida de masa en 154 y 305 °C (eventos endotérmicos) podrían estar asociados a la presencia de diferentes minerales. Así, el primero de ellos puede llegar a relacionarse con trazas de montmorillonita en el material, y el segundo, con compuestos hidratos de hierro como la goethita o la lepidocrocita (Smykatz-Kloss, 1974; Földvári, 2011). En este último caso la existencia de dicha fase podría llegar a explicar las discrepancias en cuanto al contenido de hierro presentado en la composición mineralógica (Tabla 15) y su composición química (Tabla 16).

El perfil de segunda derivada del flujo de calor (figura 21) permitió identificar un evento endotérmico en 580 °C, el cual muy probablemente esté asociado a la transformación del cuarzo de la fase alfa a la fase beta (Smykatz-Kloss, 1974; Földvári, 2011). Este resultado guarda correlación con el análisis de fases realizado por DRX.

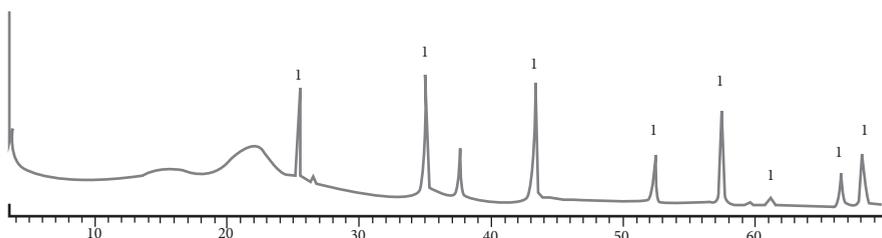
Dos eventos exotérmicos se aprecian a 979°C y 1003°C en la figura 21. Estos pueden estar asociados a la cristalización de metacaolinita (fase obtenida después del proceso de deshidroxilación de la caolinita) a una fase tipo espinela, la cual contribuirá posteriormente a la formación de mullita primaria (Smykatz-Kloss, 1974; Földvári, 2011; Ramírez, 2012; Ríos, 2009).

16. Cascarilla de arroz

16.1 Caracterización estructural

Los resultados de caracterización mediante difracción de rayos X se presentan en la figura 22 y en la tabla 18.

Figura 22. Patrón de difracción de rayos X de la cascarilla de arroz



1) corindón; 2) cuarzo

Tabla 18. Composición estructural de la cascarilla de arroz (% peso)

Fase		N.º Tarjeta PDF-2	Nombre	Cuantitativo (%)
Cristalino	SiO ₂	000-85-0796	Cuarzo	0,2
Total cristalino				0,2
Amorfos y otros				99,8

El proceso de refinamiento Rietveld del patrón de difracción de rayos X, presentado en la tabla 18, deja ver que este material se caracteriza por ser amorfo casi en su totalidad. Solo el cuarzo aparece como fase cristalina, pero su concentración es muy baja.

16.2 Caracterización química

Los resultados de fluorescencia de rayos X son presentados en la tabla 19.

Tabla 19. Composición química de la cascarilla de arroz

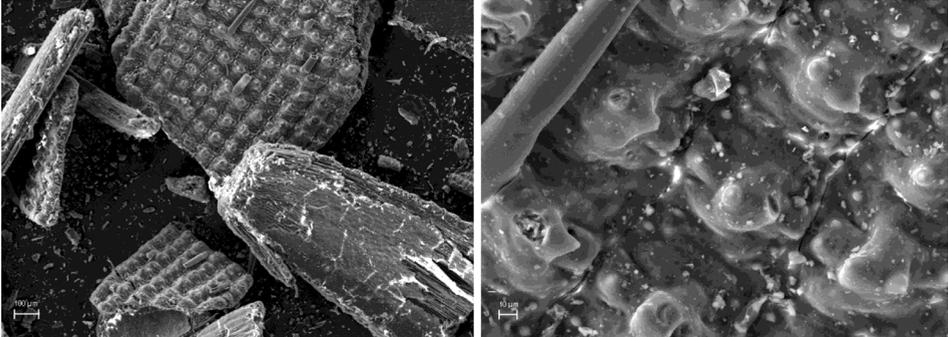
Elemento	Número atómico (Z)	Concentración (% peso)	Óxido	Concentración (% peso)
Si	14	7,27%	SiO ₂	15,56
K	19	0,23%	K ₂ O	0,28
Al	13	0,11%	Al ₂ O ₃	0,20
P	15	0,07%	P ₂ O ₅	0,15
Ca	20	0,06%	MgO	0,09
Mg	12	0,05%	MgO	0,09
Fe	26	0,04%	Fe ₂ O ₃	0,06
Mn	25	0,01%	SO ₃	0,03
S	16	0,01%	MnO	0,02
		---	LOI	83,50

De la tabla 19 se puede apreciar que solo 16,5% del peso de la cascarilla corresponde a fase inorgánica; el valor restante está asociado a la materia orgánica y al agua adsorbida en el material (ver análisis térmico). El silicio es el elemento más representativo de la fracción inorgánica, acorde con la tabla 19; por tanto, al correlacionar este valor con el resultado de análisis estructural se podría pensar que la fase amorfa está enriquecida en este elemento. Esta fase, al estar presente en la pasta cerámica, podría interactuar con el material arcilloso, lo que ocasiona cambios estructurales en el cerámico en altas temperaturas de cocción.

16.3 Caracterización morfológica

Los principales aspectos morfológicos de la cascarilla de arroz son presentados en la figura 23.

Figura 23. Microfotografías (MEB) de la cascarilla de arroz



La morfología de la cascarilla de arroz parece ser de tipo fibroso, cuya agrupación conlleva a la formación de granos de tipo laminar posterior al proceso de molturación. El tamaño de las partículas es muy variada: se evidencian granos entre 300 y 700 micrómetros. Este tamaño de grano observado en la imagen podría afectar las propiedades tecnológicas del material cerámico obtenido. De aquí la importancia de analizar el efecto del tamaño de grano de este material en la pasta cerámica.

16.4 Caracterización termogravimétrica/calorimétrica

Las figuras 24 y 25 presentan los resultados del análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido.

Figura 24. Perfiles TG y DTG de la cascarilla de arroz (atmósfera de aire)

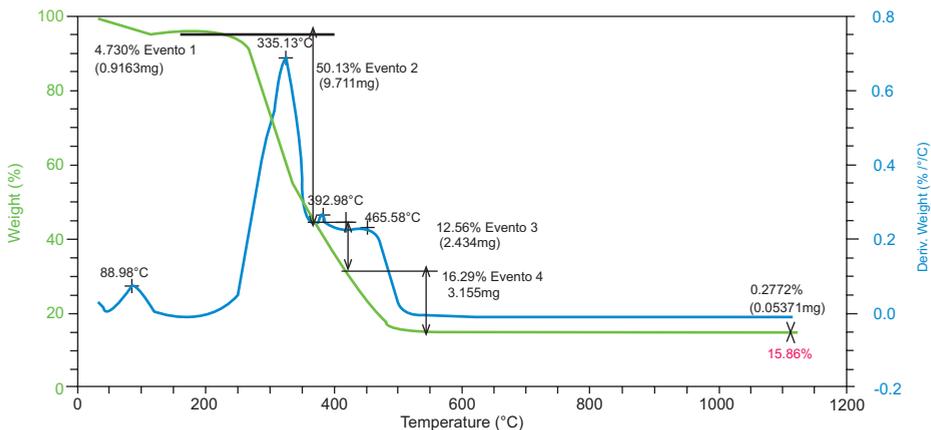
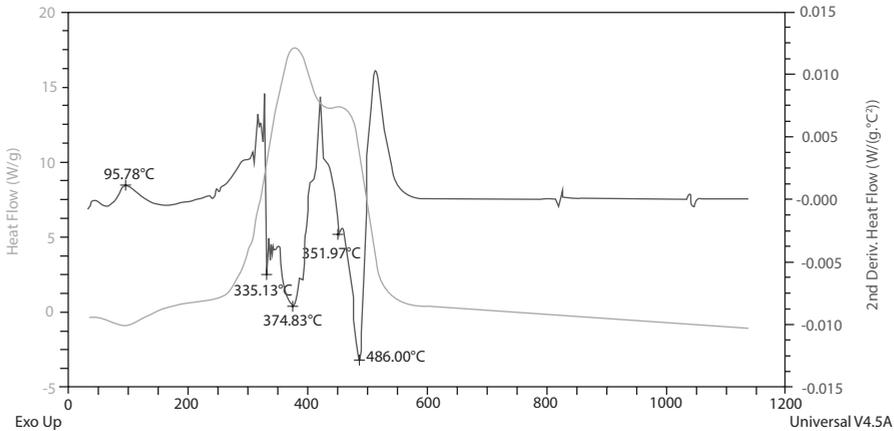


Figura 25. Perfil DSC de la cascarilla de arroz (atmósfera de aire)

En el perfil DTG de la figura 24 se pueden apreciar cuatro eventos de pérdida de masa. El primero de ellos (cerca de 89 °C) usualmente está asociado a la pérdida de humedad presente en el material. El pico observado en 335 °C (segundo evento) presenta una forma asimétrica, lo que podría indicar que hay más de un evento de pérdida de masa, probablemente la descomposición de hemicelulosa y celulosa. El tercer evento y el cuarto evento podrían tratarse de la descomposición de lignina (Gómez, Hincapié & Rivera, 2011). La pérdida total de masa fue de 84,14%, valor muy similar al obtenido en las pérdidas de calcinación presentado en la tabla 16 (FRX).

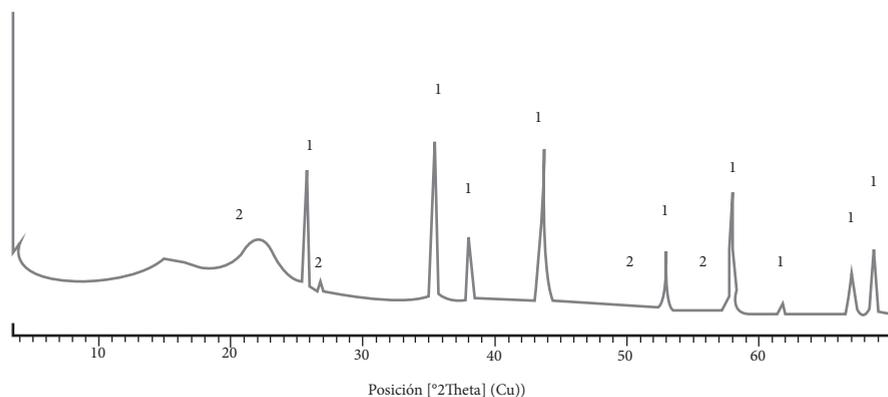
En relación con el perfil de DSC (figura 25, segunda derivada), un solo evento endotérmico fue evidenciado (96 °C). Este posiblemente está asociado al calor requerido para evaporar el agua presente en la cascarilla de arroz. Diferentes eventos exotérmicos se evidencian en el perfil de la figura 25 en el rango comprendido entre 300 y 550 °C. Estos eventos estarían relacionados con la oxidación de la materia orgánica presente en la cascarilla. No se evidencian eventos exotérmicos significativos en altas temperaturas que indiquen procesos de recristalización en el material.

17. Cisco de café

17.1 Caracterización estructural

Para este material se llevó a cabo un proceso similar al de la cascarilla de arroz. Los resultados son presentados en la figura 26 y en la tabla 20.

Figura 26. Patrón de difracción del cisco de café



1) corindón; 2) cuarzo

Tabla 20. Composición estructural del cisco de café

Fase		N.º Tarjeta PDF-2	Nombre	Cuantitativo (%)
Cristalino	SiO ₂	000-85-0796	Cuarzo	0,4
Total cristalino				0,4
Amorfos y otros				99,6

Según la tabla 20, este material es prácticamente amorfo, presenta pequeñas trazas de cuarzo.

17.2 Caracterización química

El resultado del análisis de fluorescencia de rayos X es presentado en la tabla 21.

Tabla 21. Composición química del cisco de café

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración (% peso)	Óxido	Concentración (% peso)
Si	14	0,29%	SiO ₂	0,62
K	19	0,20%	K ₂ O	0,24
Ca	20	0,17%	CaO	0,24
Mg	12	0,14%	MgO	0,24
Al	12	0,14%	Al ₂ O ₃	0,17
S	16	0,05%	SO ₃	0,11
Fe	26	0,03%	Fe ₂ O ₃	0,07

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración (% peso)	Óxido	Concentración (% peso)
P	15	0,03%	P ₂ O ₅	0,05
		---	LOI	98,24

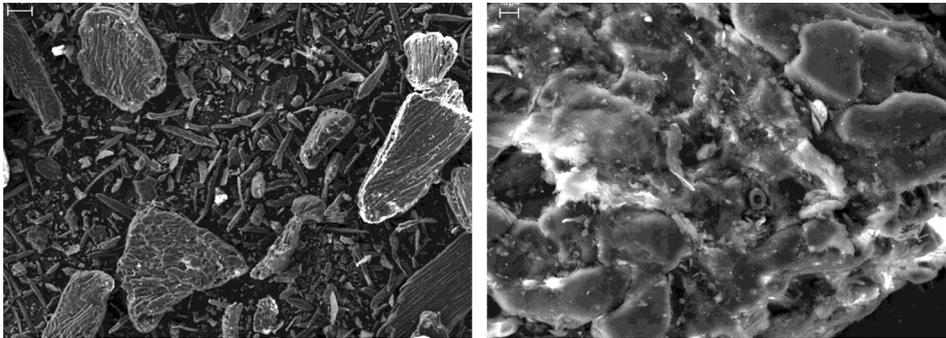
Este material se caracteriza por tener un muy alto contenido de fase orgánica acorde con las pérdidas de calcinación observadas en la tabla 21. Respecto al material residual (ceniza), se observa una alta concentración de elementos alcalinos y alcalinotérreos. La presencia de estos elementos podría favorecer el proceso de vitrificación cuando se haga sustitución parcial del material arcilloso.

Como aspecto por resaltar está la presencia de azufre en la ceniza obtenida. Este hecho podría llegar a tener un efecto negativo si el elemento llega a reaccionar para dar paso a la formación de sulfatos a nivel de superficie. Aun así, el riesgo es bajo debido a la baja cantidad de fase sólida que queda como ceniza.

17.3 Caracterización morfológica

Las principales características morfológicas del cisco son presentadas en la figura 27.

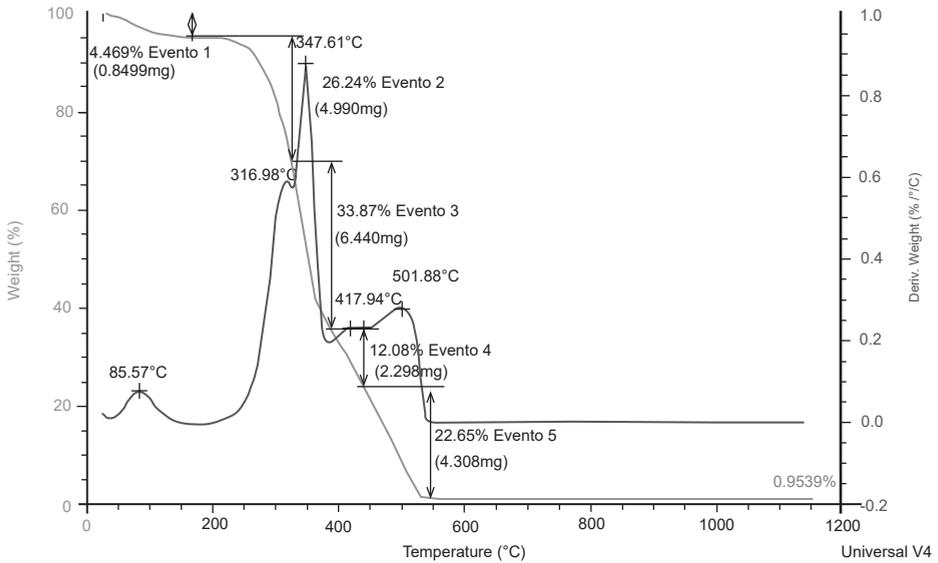
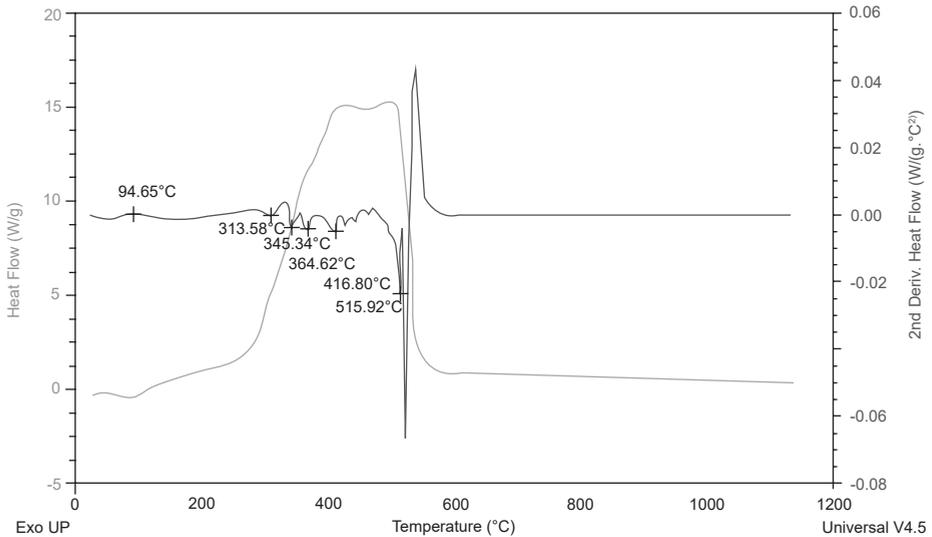
Figura 27. Microfotografías (MEB) del cisco de café



En la figura 27 se evidencian dos tipos de morfologías. La primera de ellas es de aspecto alargado, con un largo no mayor a los 150 μm y un ancho no mayor a 60 μm . La segunda presenta partículas que varían entre 300 y 500 μm . La presencia de estos granos de mayor tamaño puede llegar a afectar la resistencia mecánica después de la oxidación de la materia orgánica.

17.4 Caracterización termogravimétrica/calorimétrica

Las figuras 28 y 29 presentan los resultados del análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido.

Figura 28. Perfiles TG y DTG del cisco de café (atmósfera de aire)**Figura 29. Perfil DSC del cisco de café (atmósfera de aire)**

El resultado del TG/DSC del cisco de café (figuras 28 y 29) presenta mucha similitud al obtenido para la cascarilla de arroz. En el perfil TG se observan eventos asociados a la presencia de hemicelulosa, celulosa y lignina reportados para este material (Manals-Cutiño, Penedo-Medina & Giralt-Ortega, 2011). Estas fases representan la gran mayoría del material acorde con las pérdidas de calcinación obtenidas (aproximadamente el 99%). Un aspecto diferenciador del cisco de café

en comparación con la cascarilla de arroz se aprecia en el perfil de flujo de calor. Se observa que en este caso el mayor evento exotérmico se da arriba de los 500 °C, posiblemente asociado a una mayor concentración de lignina en este residuo. No se evidencian eventos exotérmicos significativos en altas temperaturas que indiquen procesos de recristalización en el material.

18. Cenizas volantes

18.1 Caracterización estructural

Los resultados de caracterización estructural mediante difracción de rayos X son presentados en la figura 30 y en la tabla 22.

1) corindón; 2) cuarzo; 3) mullita; 4) hematita

Figura 30. Patrón de difracción de la ceniza volante

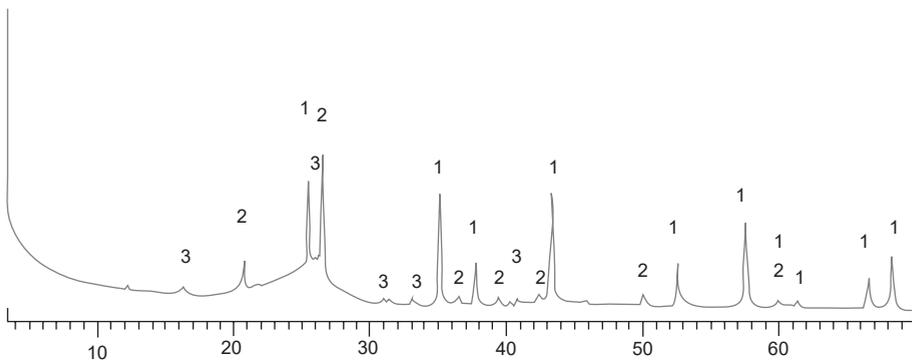


Tabla 22. Composición estructural de la ceniza volante de termoelectrica

Fase	N.º Tarjeta PDF-2	Nombre	Cuantitativo (%)	
Cristalino	SiO ₂	000-78-1252	Cuarzo	5,9
	SiO ₂	000-89-8937	Cuarzo	6,0
	Al _{4.59} Si _{1.41} O _{9.7}	000-79-1455	Mullita	23,4
	Fe ₂ O ₃	010-73-0603	Hematita	1,9
Total cristalino			37,2	
Amorfos y otros			62,8	

Los resultados de caracterización estructural de la tabla 22 dejan ver que la ceniza volante contiene tanto material cristalino como amorfo, siendo este último el de mayor representatividad. Dentro del grupo de fases cristalinas resalta la mullita

como compuesto mayoritario. En menor grado se evidencia la presencia de cuarzo y de hematita.

18.2 Composición química

El resultado del análisis de fluorescencia de rayos X es presentado en la tabla 23.

Tabla 23. Composición química de la ceniza volante de termoeléctrica

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración (peso)	Óxido	Concentración (% peso)
Si	14	24,70%	SiO ₂	52,85
Al	13	13,90%	Al ₂ O ₃	26,27
Fe	26	5,44%	Fe ₂ O ₃	7,77
K	19	1,09%	K ₂ O	1,31
Ca	20	0,83%	CaO	1,17
Ti	22	0,70%	TiO ₂	1,16
Mg	12	0,39%	MgO	0,65
P	15	0,25%	P ₂ O ₅	0,56
Na	11	0,16%	Na ₂ O	0,26
S	16	0,11%	SO ₃	0,21
Ba	56	0,10%	BaO	0,11
V	23	0,06%	V ₂ O ₅	0,11
Cu	29	0,03%	CuO	0,04
Zn	30	0,03%	ZnO	0,04
Zr	40	0,02%	ZrO ₂	0,03
Sr	38	0,02%	SrO	0,02
Ni	28	0,02%	NiO	0,02
Mn	25	0,01%	MnO	0,02
		---	LOI	7,36

El resultado de composición química presentado en la tabla 23 deja ver que el silicio es el elemento predominante en el material. Este elemento, además de estar en el cuarzo y en la mullita, podría estar presente en la composición de la fase amorfa del material.

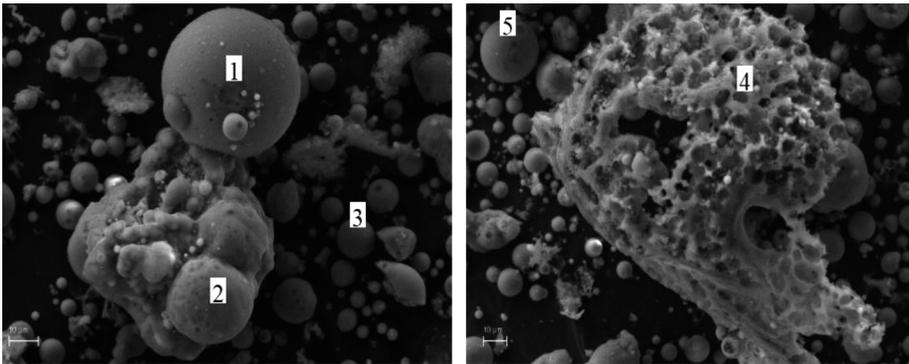
El resultado del análisis químico se correlaciona bastante bien con los resultados de composición estructural. Los óxidos fundentes posiblemente están dentro de la fase amorfa, tal como se podrá apreciar en los resultados de microquímica hechos

por EDX. Es importante evaluar el efecto que puede tener la presencia de azufre de la ceniza sobre las propiedades estéticas del cerámico obtenido.

18.3 Caracterización morfológica y microquímica

Las principales características morfológicas de la ceniza volante son presentadas en la figura 31.

Figura 31. Microfotografías (MEB) de la ceniza volante



Este tipo de compuesto se caracteriza por la presencia de dos tipos de morfologías (ver figura 31). La primera de ellas incluye partículas de tipo esférico, con diámetros entre 1 y 40 μm . La segunda manifiesta partículas de mayor tamaño de aspecto poroso entre 50 y 150 μm . Se evidencia sinterización entre algunas partículas. El consolidado de las medidas microquímicas (cinco medidas) se presenta en la tabla 24.

Tabla 24. Microquímica de algunas partículas presentes en la ceniza volante (% atómico)

Elemento	Sitio 1	Sitio 2	Sitio 3	Sitio 4	Sitio 5
O	68,78	71,69	68,37	67,61	67,56
Na	---	0,22	0,42	---	0,18
Mg	0,28	0,27	0,38	---	0,29
Al	9,13	12,42	8,15	12,68	10,89
Si	15,29	14,39	18,74	16,68	18,41
S	---	---	---	1,30	---
K	0,38	0,29	0,93	0,33	0,41
Ca	---	---	0,13	0,21	0,46
Ti	0,11	0,23	0,27	0,33	0,35

Elemento	Sitio 1	Sitio 2	Sitio 3	Sitio 4	Sitio 5
Fe	6,03	0,48	2,62	0,85	1,36
Cu	---	---	----	---	0,08

Sobre la microquímica de la ceniza volante se puede concluir:

- El material se caracteriza por el predominio de oxígeno, silicio y aluminio. Este resultado presenta correlación con los datos obtenidos por FRX.
- No se evidencia algún patrón químico que permita inferir la presencia de más de una fase sólida. Posiblemente hay fase amorfa/vítrea.
- Es de interés la presencia de elementos alcalinos que puedan favorecer el proceso de fusión al utilizar la ceniza como materia prima en la pasta cerámica.
- Al igual que por FRX, se identificó la presencia de azufre en algunas partículas. Es importante evaluar el efecto de este elemento en la formación de eflorescencias.
- El cobre solo aparece en uno de los análisis, y su concentración es muy baja. Podría considerarse como un elemento traza, acorde con el resultado de FRX.

18.4 Caracterización termogravimétrica/calorimétrica

Las figuras 32 y 33 presentan los resultados del análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido.

Figura 32. Perfiles TG y DTG de la ceniza volante (atmósfera de aire)

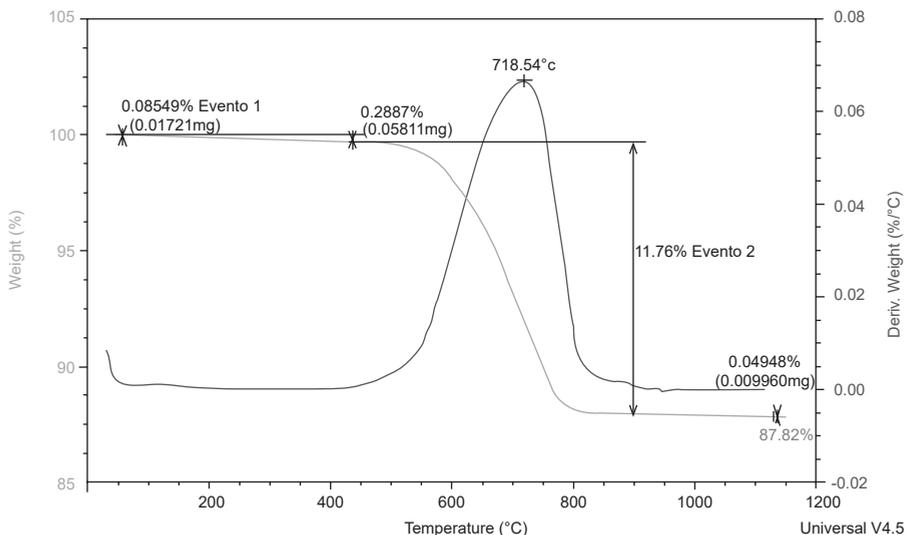
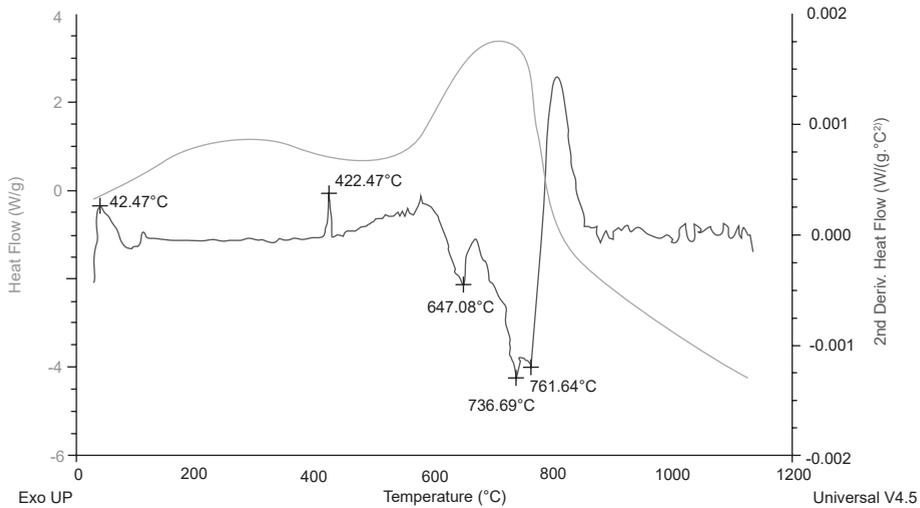


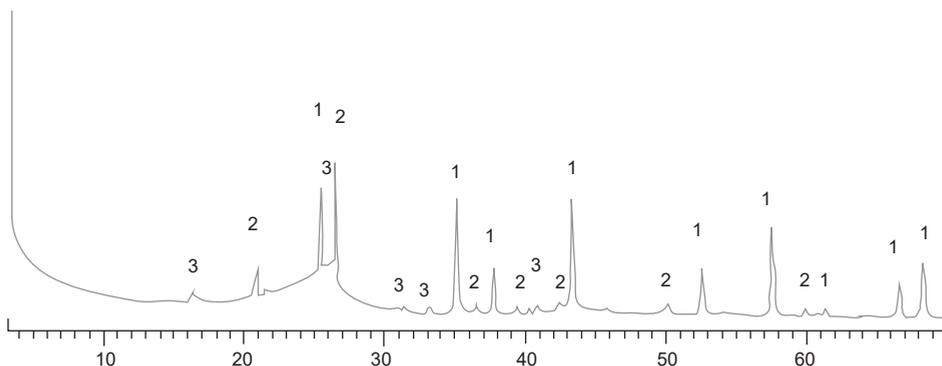
Figura33. Perfil DSC de la ceniza volante (atmósfera de aire)

El perfil TG de la ceniza volante (figura 32) muestra la presencia de solo dos eventos de pérdida de masa. El primero de ellos debajo de los 100 °C, posiblemente agua físicamente adsorbida en el material, y el segundo en 718 °C, probablemente asociado a carbono residual que no reaccionó durante el proceso de combustión (12% aproximadamente). Estas afirmaciones tienen su respaldo en la discriminación entre eventos endotérmicos/exotérmicos observados en el perfil de flujo de calor de la figura 33. Este contenido de carbono identificado en la ceniza volante resulta de interés a la hora de la formulación de las pastas cerámicas, ya que su presencia puede llegar a disminuir el consumo energético para la fabricación del cerámico. Un evento endotérmico en 423 °C se observa en la figura 33; sin embargo, no se ha podido evidenciar alguna correlación con las fases presentes.

19. Inquemados de carbón

19.1 Caracterización estructural

Los resultados obtenidos se presentan en la figura 34 y en la tabla 25.

Figura 34. Patrón de difracción de rayos X de los inquemados de carbón

1) corindón; 2) cuarzo; 3) mullita

Tabla 25. Composición estructural de los inquemados de carbón en horno colmena

Fase		N.º Tarjeta PDF-2	Nombre	Cuantitativo (%)
Cristalino	SiO ₂	010-75-8321	Cuarzo	4,8
	Al _{4,52} Si _{1,48} O _{9,74}	010-79-1457	Mullita	3,3
Total cristalino				8,1
Amorfos y otros				91,9

Los inquemados del carbón se caracterizan por ser mayoritariamente amorfos y de tipo orgánico acorde con los resultados de FRX y TG/DSC que se presentan más adelante.

19.2 Composición química

Los resultados de fluorescencia de rayos X son presentados en la tabla 26.

Tabla 26. Composición química de los inquemados del carbón

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración (peso)	Óxido	Concentración (% peso)
Si	14	5,77	SiO ₂	12,34
Al	13	4,73	Al ₂ O ₃	8,94
Fe	26	0,62	Fe ₂ O ₃	0,89
K	19	0,08	K ₂ O	0,10

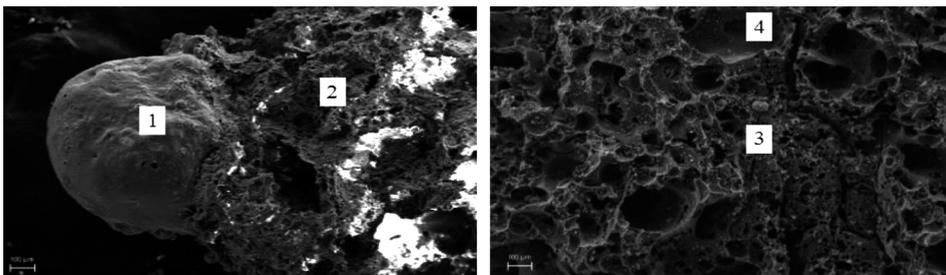
Elemento	Número atómico (Z)	Concentración (peso)	Óxido	Concentración (% peso)
Ca	20	0,24	CaO	0,33
Ti	22	0,12	TiO ₂	0,20
Mg	12	0,12	MgO	0,29
Na	11	0,06	Na ₂ O	0,09
S	16	0,12	SO ₃	0,77
Ba	56	0,02	BaO	0,02
		---	LOI	76,01

De la tabla 26 se puede apreciar que solo 23,97% del peso de los inquemados de carbón corresponde a fase inorgánica. El valor restante está asociado a la materia orgánica presente en el material (ver análisis térmico). El silicio y el aluminio son los elementos más representativos de la fracción inorgánica, estando en concordancia con la tendencia del análisis de fases cristalinas establecidas por refinamiento Rietveld en la tabla 26. El contenido de azufre evidenciado puede llegar a aumentar las probabilidades de formación de eflorescencias en cerámicos donde se use este nutriente.

19.3 Caracterización microestructural

Las principales características morfológicas de los inquemados procedentes de hornos colmena son presentadas en la figura 35.

Figura 35. Microfotografías (MEB) de los inquemados procedentes del horno colmena



En las imágenes de los inquemados del carbón (figura 35) no se observan granos separados. Este hecho posiblemente esté asociado al tipo de elementos presentes en el material y al proceso de combustión usado en el horno colmena. Se puede apreciar que hay dos regiones, las cuales se diferencian por la mayor o menor presencia de porosidad. La región menos porosa parece tener un aspecto redondeado con posiblemente presencia de fase vítrea. La otra región es bastante

porosa, con diámetros de poro entre 20 y 200 micrómetros, posiblemente originados por la salida de gases del interior del carbón durante el proceso de combustión. Para este material se realizaron medidas de microanálisis químico en cuatro regiones, tal como se aprecia en la tabla 27.

Tabla 27. Microquímica de algunas partículas presentes en los inquemados del carbón (% atómico)

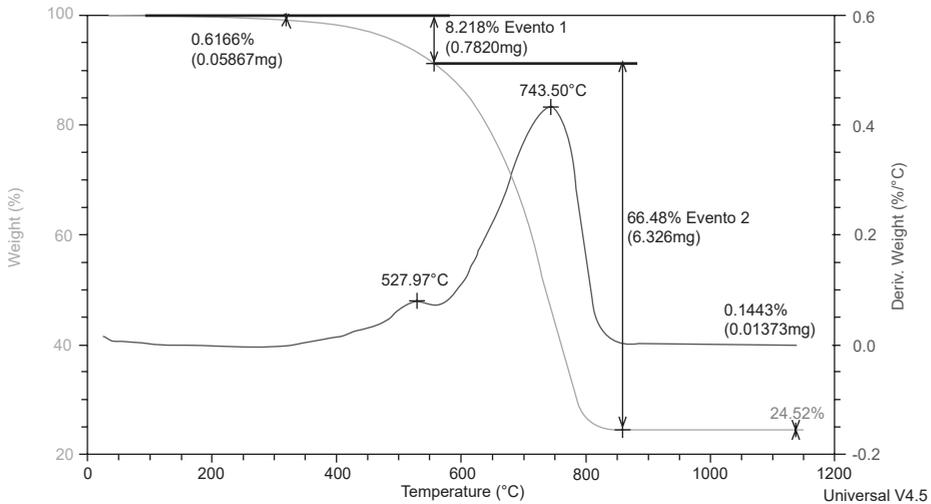
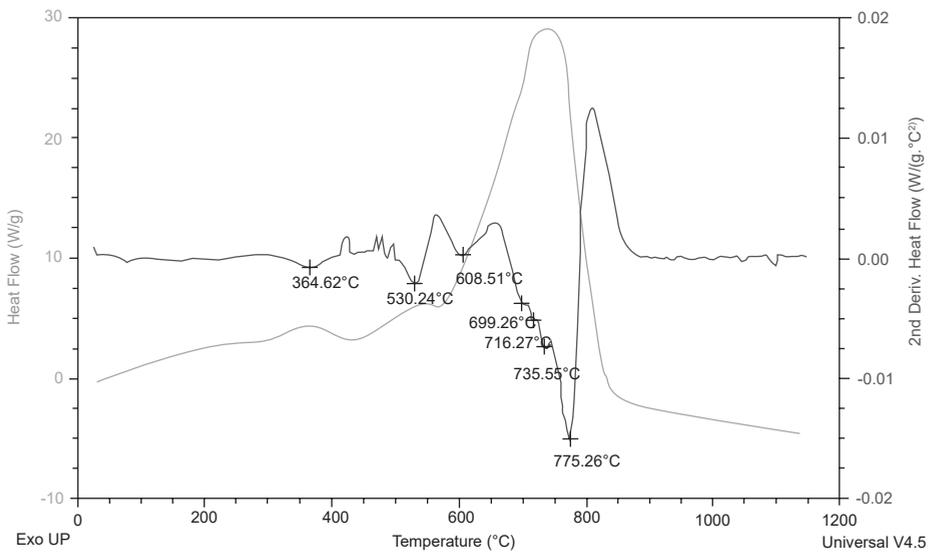
Elemento	Sitio 1	Sitio 2	Sitio 3	Sitio 4
O	68,83	70,42	71,26	74,56
Na	0,37	0,22	---	---
Mg	0,42	0,19	---	---
Al	9,58	10,84	8,71	7,48
Si	16,14	16,12	12,54	8,93
S	---	---	1,70	2,83
K	0,85	0,98	0,41	---
Ca	0,17	0,12	1,26	1,83
Ti	0,33	0,66	0,49	---
Fe	3,30	0,44	3,64	4,36

Sobre la microquímica de este material se puede concluir:

- Es un material rico en oxígeno, silicio y aluminio.
- La región porosa se caracteriza por la presencia de azufre y por la escasa presencia de sodio y magnesio.
- La región menos porosa (sitio 1 y sitio 6) aparentemente presenta más concentración de hierro.

19.4 Caracterización termogravimétrica/calorimétrica

Las figuras 36 y 37 presentan los resultados del análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido.

Figura 36. Perfiles TG y DTG de los inquemados del carbón (atmósfera de aire)**Figura 37. Perfil DSC de los inquemados del carbón (atmósfera de aire)**

Del perfil TG de la figura 36 se puede evidenciar que el material no presenta eventos de pérdida de masa asociados a agua físicamente absorbida/absorbida (<150 °C). Los eventos de pérdida de masa se evidencian arriba de los 500 °C y se caracterizan por ser de tipo exotérmico, acorde con los resultados del perfil de flujo de calor mostrado en la figura 37. Este resultado de pérdida de masa total (75 % aproximadamente) conlleva a sugerir que el material analizado es rico en fases orgánicas que no han logrado oxidarse durante el proceso de combustión en el horno colmena, dejando un material con bastante energía que puede ser de gran utilidad cuando se emplee en la formulación de pastas cerámicas.