

Vivianne Isel Cáceres | Amanda Lucía Chaparro García | Jorge Sánchez Molina

# CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES ARCILLOSOS

y su potencial aplicación en la  
industria cerámica



Universidad Francisco  
de Paula Santander  
Vigilada Mineducación

ISBN: 978-958-53581-3-3

# SOBRE LOS AUTORES

## Del libro

### VIVIANNE ISEL GÁCERES



Química y Magister en Química de la Universidad de Pamplona, estudiante de Doctorado en Avances en Ingeniería de Materiales y Energías Sostenibles de la Universidad de Jaén - España.

Su experiencia profesional se ha enfocado especialmente en la industria cerámica, análisis cromatográfico de PCB's, implementación de la norma ISO/IEC 17025:2017 y dirección técnica de laboratorios.

Se destaca su experiencia como docente investigador en el área de caracterización de materiales cerámicos en el Grupo de Investigación en Tecnología Cerámica de la Universidad Francisco de Paula Santander GITEC - UFPS.

Ha sido docente cátedra de la Universidad de Pamplona y Universidad Francisco de Paula Santander en el área de química. Ha sido co-investigador en 11 proyectos de investigación y desarrollo, co-autor de 2 artículos de investigación y ponentes en eventos científicos nacionales e internacionales.



### AMANDA LUCÍA CHAPARRO GARCÍA

Química de la U. Industrial de Santander, Master en Ciencias por méritos en investigación de la U. de Massachusetts, PhD. En Química de la U. de Massachusetts.

Además de su experiencia profesional en la industria de Alimentos y Pesticidas, en los departamentos de control de calidad e investigación y desarrollo, cuenta con una amplia trayectoria investigativa en caracterización de polímeros y de arcillas, estudios de complejos de importancia ambiental por espectrometría de masas y estudios de la contaminación por metales pesados y técnicas para su remediación.

Es docente titular en el área química analítica de la U. de Pamplona, donde también se ha desempeñado como Directora de Departamento Biología- Química, Decana Facultad de Ciencias Básicas, Vicerrectora académica, Vicerrectora de Investigaciones y docente-Investigadora perteneciente al grupo de investigación en Recursos Naturales

Como resultado de su participación y colaboración en proyectos de investigación y desarrollo, ha sido ponente en 27 eventos académicos y co-autor de 17 artículos de investigación.

**CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES ARCILLOSOS Y SU POTENCIAL APLICACIÓN  
EN LA INDUSTRIA CERÁMICA**

**VIVIANNE ISEL CÁCERES  
AMANDA LUCÍA CHAPARRO GARCÍA  
JORGE SÁNCHEZ MOLINA**

## DEDICATORIA

*A Dios por permitirme realizar mis sueños día a día y por darme todo lo que he deseado siguiendo su voluntad. A mi esposo amado por tenerme tanta paciencia, por su amor incondicional, por apoyarme en todas las locuras que he deseado hacer y por todo el tiempo que he tenido que ausentarme. A mi mamá por ser ese apoyo incondicional, porque siempre está ahí ayudándome a salir adelante. A mis muñecos hermosos porque son la felicidad de nuestras vidas, porque han sacrificado parte de su tiempo para permitirme terminar este sueño.*

**Vivianne IseI Cáceres**

*A Dios fuente de todo conocimiento; a mis amados padres Juan B. Chaparro y Lucila García a quienes les debo todo lo que soy; a mi querido esposo Jesús Alberto Moreno Bayona y mis adorados hijos Carlos Alberto y María Lucía por su amor, comprensión y por siempre estar ahí apoyando todos mis proyectos.*

**Amanda Lucía Chaparro García**

*A mi hija Jessica Viviana Sánchez Zúñiga que es el motor de mi vida, por permitirme aún seguir soñando y dejar un legado de conocimiento para la juventud que le gusta las ciencias. A mi señora Janeth Lucia Zuñiga Lázaro por comprenderme cuando le dedico tiempo a la investigación. A Dios y la Virgen de Belen (la ojona) pro darme una segunda oportunidad en mi vida.*

**Jorge Sánchez Molina**

## AGRADECIMIENTOS

Los autores expresamos nuestros agradecimientos a:

La Universidad Francisco de Paula Santander, dirigida por el Dr. Héctor Miguel Parra López y la Universidad de Pamplona, dirigida por el Dr. Ivaldo Torres Chávez, por financiar el proyecto de investigación del que se deriva este libro.

Al Centro de Investigación de Materiales Cerámicos CIMAC de la Universidad Francisco de Paula Santander, por la colaboración en la realización de los análisis físico-cerámicos y dilatométricos.

Al Laboratorio de Biocalorimetría de la Universidad de Pamplona, especialmente a la Dra. Diana Alexandra Torres Sánchez, por la colaboración en la ejecución de los análisis térmicos y espectroscopia infrarroja.

Al Laboratorio de Rayos X de la Universidad Industrial de Santander, especialmente al Dr. José Antonio Henao Martínez, por toda la colaboración prestada en el desarrollo de los análisis de difracción de rayos X y fluorescencia de rayos X.

Al Laboratorio de Ingeniería Civil de la Universidad Francisco de Paula Santander, por su colaboración en la realización de los ensayos de plasticidad.

Al sector cerámico del Área Metropolitana de Cúcuta especialmente a las empresas que participaron, por su colaboración y disposición en el suministro de los materiales arcillosos para la ejecución de la investigación.

Al Grupo de Investigación de Recursos Naturales (GIRN) de la Universidad de Pamplona y al Grupo de Investigación de Tecnología Cerámica (GITEC), por su valioso apoyo en esta investigación.

**CONTENIDO**

CONTENIDO	3
LISTA DE FIGURAS	9
PRÓLOGO	18
RESUMEN	19
ABSTRACT	21
INTRODUCCIÓN	23
CAPÍTULO I. ARCILLAS	26
1 CLASIFICACIÓN DE LAS ARCILLAS	27
1.1 Clasificación geológica	27
1.2 Clasificación mineralógica	27
1.3 Clasificación según propiedades	28
2 ARCILLAS EN EL ÁREA METROPOLITANA DE CÚCUTA	28
2.1 Formación Guayabo ( <i>Tmg</i> )	28
2.2 Formación León ( <i>Tol</i> )	29
2.3 Formación Carbonera ( <i>Tec</i> )	29
2.4 Materiales arcillosos empleados	29
3 APLICACIONES DE LAS ARCILLAS	31
4 CARACTERIZACIÓN DE ARCILLAS	34
CAPÍTULO II. CARACTERIZACIÓN MINERALÓGICA	35
1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X	35
1.1 Método de polvo desorientado	36
1.2 Método de agregados orientados	36
1.3 Condiciones de las mediciones	37
1.4 Análisis cualitativo	38
1.5 Análisis cuantitativo	38
1.6 Patrones de DRX por el método de polvo desorientado	38
1.7 Patrones de DRX por el método de agregados orientados	53
2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	59
2.1 Condiciones de las mediciones	60
2.2 Medición por transmitancia	60
2.3 Análisis cualitativo	60

2.4	Espectros de FTIR del polvo de arcilla	60
2.5	Espectros de FTIR del material calcinado	68
CAPÍTULO III. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA		76
1	FLUORESCENCIA DE RAYOS X	76
1.1	Tratamiento de las muestras	77
1.2	Condiciones de las mediciones	77
1.3	Análisis cuantitativo	77
1.4	FRX de muestras arcillosas	77
CAPÍTULO IV.		85
CARACTERIZACIÓN TÉRMICA		85
1	DILATOMETRÍA	87
1.1	Condiciones de las mediciones	88
1.2	Tratamiento de las muestras	88
1.3	Análisis cualitativo	88
1.4	Análisis dilatométricos	88
2	CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO Y ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO	95
2.1	Condiciones de las mediciones	95
2.2	Análisis cualitativo	95
2.3	Termogramas de muestras arcillosas	95
3	CURVA DE COCCIÓN DISEÑADA	103
CAPÍTULO V. CARACTERIZACIÓN FÍSICO-CERÁMICA		106
1	PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	107
2	CONTROL DE HUMEDAD	108
3	RETENIDO SOBRE TAMIZ	108
3.1	Procedimiento	109
3.2	Resultados	109
4	DISTRIBUCIÓN GRANULOMÉTRICA	110
4.1	Granulometría por hidrómetro	111
4.1.1	<i>Procedimiento</i>	111
4.1.2	<i>Resultados</i>	112
4.2	Granulometría por tamizado	115
4.2.1	<i>Procedimiento</i>	115

4.2.2	<i>Resultados</i>	116
5	PLASTICIDAD	117
5.1	Método de Pfefferkorn	118
5.1.1	<i>Procedimiento</i>	118
5.1.2	<i>Resultados</i>	119
5.2	Límites de Atterberg	120
5.2.1	<i>Límite Plástico (LP)</i>	120
5.2.2	<i>Límite Líquido (LL)</i>	121
5.2.3	<i>Índice de Plasticidad (IP)</i>	123
5.2.4	<i>Resultados</i>	123
6	SULFATOS SOLUBLES	125
6.1	Extracción de los sulfatos solubles	125
6.2	Cuantificación de los sulfatos solubles	125
6.3	Resultados	127
7	CARBONATOS	128
7.1	Procedimiento	129
7.2	Resultados	129
8	CONFORMADO DE LAS PROBETAS	130
9	CURVA DE BIGOT	132
9.1	Procedimiento	132
9.2	Resultados	133
10	ANÁLISIS FÍSICO CERÁMICO	135
10.1	Contracción lineal en secado	136
10.1.1	<i>Procedimiento</i>	136
10.2	Pérdidas por secado	136
10.2.1	<i>Procedimiento</i>	136
10.3	Curva de cocción	137
10.3.1	<i>Curva de cocción diseñada</i>	138
10.3.2	<i>Curva de cocción CIMAC</i>	138
10.4	Contracción lineal en cocido	139
10.4.1	<i>Procedimiento</i>	139
10.5	Pérdidas por calcinación	139
10.5.1	<i>Procedimiento</i>	139



10.6	Curva de gresificación	140
10.7	Resultados	140
CAPITULO VI CARACTERIZACIÓN TECNOLÓGICA		147
1	SECADO A MASA CONSTANTE DE LAS PROBETAS COCIDAS	147
2	ABSORCIÓN DE AGUA	148
2.1	Procedimiento	148
2.2	Resultados	149
3	RESISTENCIA A LA FLEXIÓN Y MÓDULO DE ROTURA	150
3.1	Procedimiento	150
3.2	Resultados	151
4	ABRASIÓN PROFUNDA	153
4.1	Procedimiento	154
4.2	Resultados	156
5	RESISTENCIA QUÍMICA	156
5.1	Procedimiento	156
5.2	Resultados	158
6	EFLORESCENCIA	159
6.1	Procedimiento	159
6.2	Resultados	161
CAPÍTULO VII EVALUACIÓN PARA POTENCIAL APLICACIÓN		163
CAPÍTULO VIII TRATAMIENTO ESTADÍSTICO		166
1	EVALUACIÓN TIPO A	166
2	EVALUACIÓN TIPO B	167
3	INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR COMBINADA DEL MÉTODO	167
4	INCERTIDUMBRE COMBINADA	168
5	INCERTIDUMBRE EXPANDIDA	168
6	FACTOR DE COBERTURA Y EL NIVEL DE CONFIANZA	169
7	EXPRESIÓN DEL RESULTADO DE LA MEDICIÓN	169
CONCLUSIONES		171
RETOS A FUTURO		173
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		176

**LISTA DE TABLAS**

<b>Tabla 1.</b> Condiciones de las mediciones de DRX de las muestras	37
<b>Tabla 2.</b> Bandas IR importantes de las muestras analizadas con sus asignaciones, en función del número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	62
<b>Tabla 3.</b> Número de golpes	123
<b>Tabla 4.</b> Obtención de datos para la curva de Bigot	132
<b>Tabla 5.</b> Resistencia química presentada en las muestras analizadas	158
<b>Tabla 6.</b> Evaluación de eflorescencias	160
<b>Tabla 7.</b> Clasificación de las baldosas cerámicas con respecto a la absorción de agua y el moldeado (extrusión)	163
<b>Tabla 8.</b> Clasificación según NTC 919 de las muestras analizadas – Curva de cocción diseñada	164
<b>Tabla 9.</b> Clasificación según NTC 919 de las muestras analizadas – Curva de cocción CIMAC	164
<b>Tabla 10.</b> Principales fuentes de incertidumbre	167

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Geología del Cuadrángulo G-13 Cúcuta	30
<b>Figura 2.</b> Área de muestreo	31
<b>Figura 3.</b> Ley de Bragg	35
<b>Figura 4.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Bulk a temperatura ambiente	39
<b>Figura 5.</b> Análisis cuantitativo DRX de las muestras analizadas – Bulk a temperatura ambiente	40
<b>Figura 6.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Bulk a 200 °C	41
<b>Figura 7.</b> Análisis cuantitativo DRX de las muestras analizadas – Bulk a 200 °C	42
<b>Figura 8.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Bulk a 500 °C	43
<b>Figura 9.</b> Análisis cuantitativo DRX de las muestras analizadas – Bulk a 500 °C	44
<b>Figura 10.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Bulk a 700 °C	45
<b>Figura 11.</b> Análisis cuantitativo DRX de las muestras analizadas – Bulk a 700 °C	45
<b>Figura 12.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Bulk a 1000 °C	46
<b>Figura 13.</b> Análisis cuantitativo DRX de las muestras analizadas – Bulk a 1000 °C	47
<b>Figura 14.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Bulk a 1100 °C	47
<b>Figura 15.</b> Análisis cuantitativo DRX de las muestras analizadas – Bulk a 1100 °C	48
<b>Figura 16.</b> Patrones de DRX a diferentes temperaturas de la muestra de la Formación Guayabo	49
<b>Figura 17.</b> Patrones de DRX a diferentes temperaturas de la muestra de la Formación Carbonera	49
<b>Figura 18.</b> Patrones de DRX a diferentes temperaturas de la muestra de la Formación León	50
<b>Figura 19.</b> Fases cristalinas en función de la temperatura	51
<b>Figura 20.</b> Patrones de DRX de los planos de reflexión de la caolinita en las muestras analizadas: a) hkl (001) 12,3° 2θ y b) hkl (002) 24,8° 2θ	52
<b>Figura 21.</b> Índices de orden/desorden estructural $FWHM_{001}$ y $FWHM_{002}$ para las muestras analizadas	53
<b>Figura 22.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Fracción arcillosa normal	54
<b>Figura 23.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Fracción arcillosa saturada con iones de $K^+$ secada al aire libre.	54

<b>Figura 24.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Fracción arcillosa saturada con iones de $K^+$ secada a 350 °C.	55
<b>Figura 25.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Fracción arcillosa saturada con iones de $K^+$ secada a 550 °C.	56
<b>Figura 26.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Fracción arcillosa saturada con iones de $Mg^{+2}$ secada al aire libre.	56
<b>Figura 27.</b> Patrones de DRX de las muestras analizadas – Fracción arcillosa saturada con iones de $Mg^{+2}$ solvatada con etilenglicol.	57
<b>Figura 28.</b> Patrones de DRX de la fracción arcillosa de la muestra de la Formación Guayabo con diferentes tratamientos	58
<b>Figura 29.</b> Patrones de DRX de la fracción arcillosa de la muestra de la Formación Carbonera con diferentes tratamientos	58
<b>Figura 30.</b> Patrones de DRX de la fracción arcillosa de la muestra de la Formación León con diferentes tratamientos	59
<b>Figura 31.</b> Medición por transmitancia	60
<b>Figura 32.</b> Espectros FTIR de las muestras analizadas en estado natural	61
<b>Figura 33.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación Guayabo en estado natural y su respectiva segunda derivada	64
<b>Figura 34.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación Carbonera en estado natural y su respectiva segunda derivada	65
<b>Figura 35.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación León en estado natural y su respectiva segunda derivada	65
<b>Figura 36.</b> Espectros FTIR de las muestras analizadas en el intervalo de $3750\text{ cm}^{-1}$ a $3550\text{ cm}^{-1}$ Bandas usadas para la obtención de los índices $P_0$ y $P_2$ : (a) $3700\text{ cm}^{-1}$ , (b) $3670\text{ cm}^{-1}$ , (c) $3650\text{ cm}^{-1}$ y (d) $3620\text{ cm}^{-1}$	67
<b>Figura 37.</b> Índices de orden/desorden estructural $P_0$ y $P_2$ para las muestras analizadas	67
<b>Figura 38.</b> Espectro FTIR de las muestras calcinadas bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada	69
<b>Figura 39.</b> Espectro FTIR de las muestras calcinadas bajo los parámetros de la curva de cocción CIMAC	69
<b>Figura 40.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación Guayabo calcinada bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada y su respectiva segunda derivada	71

<b>Figura 41.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación Guayabo calcinada bajo los parámetros de la curva de cocción CIMAC y su respectiva segunda derivada	71
<b>Figura 42.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación Carbonera calcinada bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada y su respectiva segunda derivada	72
<b>Figura 43.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación Carbonera calcinada bajo los parámetros de la curva de cocción CIMAC y su respectiva segunda derivada	72
<b>Figura 44.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación León calcinada bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada y su respectiva segunda derivada	73
<b>Figura 45.</b> Espectro FTIR de la muestra de la Formación León calcinada bajo los parámetros de la curva de cocción CIMAC y su respectiva segunda derivada	73
<b>Figura 46.</b> Espectros FTIR de la muestra de la Formación Guayabo	74
<b>Figura 47.</b> Espectros FTIR de la muestra de la Formación Carbonera	74
<b>Figura 48.</b> Espectros FTIR de la muestra de la Formación León	75
<b>Figura 49.</b> Principio de medición por FRX	76
<b>Figura 50.</b> Composición química de las muestras analizadas en función de óxidos	78
<b>Figura 51.</b> Composición química de las muestras analizadas en forma elemental	79
<b>Figura 52.</b> Relación estequiométrica del aluminio en las muestras analizadas	80
<b>Figura 53.</b> Relación estequiométrica del silicio en las muestras analizadas	81
<b>Figura 54.</b> Relación estequiométrica del hierro en las muestras analizadas	82
<b>Figura 55.</b> Relación estequiométrica del titanio en las muestras analizadas	83
<b>Figura 56.</b> Cambios físicoquímicos que experimentan las arcillas durante la cocción	86
<b>Figura 57.</b> Curvas dilatométricas de los materiales arcillosos pertenecientes a la Formación Guayabo, Carbonera y León	89
<b>Figura 58.</b> Muestra Formación Guayabo: (a) Curva dilatométrica de cocción y enfriamiento; (b) Primera derivada cocción; (c) Primera derivada enfriamiento	91
<b>Figura 59.</b> Muestra Formación Carbonera: (a) Curva dilatométrica de cocción y enfriamiento; (b) Primera derivada cocción; (c) Primera derivada enfriamiento	92
<b>Figura 60.</b> Muestra Formación León: (a) Curva dilatométrica de cocción y enfriamiento; (b) Primera derivada cocción; (c) Primera derivada enfriamiento	93
<b>Figura 61.</b> Curva TGA y DTG de la muestra Formación Guayabo	96
<b>Figura 62.</b> Curva TGA y DTG de la muestra Formación Carbonera	97
<b>Figura 63.</b> Curva TGA y DTG de la muestra Formación León	97

<b>Figura 64.</b> Curva DTA y su respectiva primera derivada de la muestra Formación Guayabo	98
<b>Figura 65.</b> Curva DTA y su respectiva primera derivada de la muestra Formación Carbonera	98
<b>Figura 66.</b> Curva DTA y su respectiva primera derivada de la muestra Formación León	99
<b>Figura 67.</b> Curva DSC y su respectiva segunda derivada de la muestra Formación Guayabo	99
<b>Figura 68.</b> Curva DSC y su respectiva segunda derivada de la muestra Formación Carbonera	100
<b>Figura 69.</b> Curva DSC y su respectiva segunda derivada de la muestra Formación León	100
<b>Figura 70.</b> Estructura de la caolinita	101
<b>Figura 71.</b> Estructura del metacaolín	102
<b>Figura 72.</b> Estructuras del cuarzo	102
<b>Figura 73.</b> Curva de cocción diseñada	104
<b>Figura 74.</b> Metodología para la caracterización físico cerámica de las muestras	106
<b>Figura 75.</b> Etapas en la preparación de las muestras	107
<b>Figura 76.</b> Retenido sobre tamiz ASTM 230	109
<b>Figura 77.</b> Retenido sobre tamiz malla ASTM 230 (63 $\mu\text{m}$ ) de las muestras analizadas	110
<b>Figura 78.</b> Análisis granulométrico por hidrómetro	111
<b>Figura 79.</b> Análisis granulométrico por hidrómetro de las muestras analizadas	113
<b>Figura 80.</b> Triángulo textural de las muestras analizadas	114
<b>Figura 81.</b> Triángulo de aptitudes de Winkler de las muestras analizadas: zona I – ladrillo macizo; zona II – ladrillo en bloque perforado; zona III – tejas y bloques ligeros; zona IV ladrillo hueco de pared delgada y pavimento	115
<b>Figura 82.</b> Análisis granulométrico mecánico	116
<b>Figura 83.</b> Fracciones de los elementos finos de las muestras analizadas	117
<b>Figura 84.</b> Método de Pfefferkorn	118
<b>Figura 85.</b> Índice de plasticidad por el método de Pfefferkorn de las muestras analizadas	119
<b>Figura 86.</b> Método de Atterberg – Límite plástico	121

<b>Figura 87.</b> Método de Atterberg – Límite líquido: a) Montaje del ensayo y b) Surco formado	121
<b>Figura 88.</b> Surco después del ensayo	122
<b>Figura 89.</b> Deslizamiento de la muestra	122
<b>Figura 90.</b> Muestras secas después del ensayo	122
<b>Figura 91.</b> Límites de Atterberg de las muestras analizadas	124
<b>Figura 92.</b> Clasificación de las muestras analizadas según los límites de Atterberg	125
<b>Figura 93.</b> Fotómetro Ultravioleta-Visible Genesys 20	126
<b>Figura 94.</b> Concentración de sulfatos solubles en las muestras analizadas	128
<b>Figura 95.</b> Calcímetro de Pizzarelli	128
<b>Figura 96.</b> Concentración de carbonatos en las muestras analizadas	130
<b>Figura 97.</b> Homogenización de la muestra	131
<b>Figura 98.</b> Extrusión de la muestra	131
<b>Figura 99.</b> Dimensión de las probetas	132
<b>Figura 100.</b> Curva de secado	133
<b>Figura 101.</b> Curva de Bigot de las muestras analizadas	134
<b>Figura 102.</b> Tipos de agua a eliminar durante el secado: (a) Agua libre no ligada por fuerzas eléctricas a la arcilla y (b) Agua fijada eléctricamente a la superficie de las partículas arcillosas	135
<b>Figura 103.</b> Metodología utilizada para la comparación de las curvas de cocción	137
<b>Figura 104.</b> Cocción de las muestras en el horno mufla de laboratorio	138
<b>Figura 105.</b> Curva de cocción CIMAC	138
<b>Figura 106.</b> Contracción lineal en secado de las muestras analizadas	141
<b>Figura 107.</b> Pérdidas por secado de las muestras analizadas	142
<b>Figura 108.</b> Contracción lineal en cocido de las muestras analizadas	143
<b>Figura 109.</b> Pérdidas por calcinación de las muestras analizadas	144
<b>Figura 110.</b> Colores que presentaron las muestras analizadas en secado y cocción	145
<b>Figura 111.</b> Metodología para la caracterización tecnológica de las muestras	147
<b>Figura 112.</b> Aplicación ensayo de absorción de agua	148
<b>Figura 113.</b> Absorción de agua en las muestras analizadas	149
<b>Figura 114.</b> Principio del ensayo de resistencia a la flexión	150
<b>Figura 115.</b> Aplicación ensayo de resistencia a la flexión	151
<b>Figura 116.</b> Resistencia a la flexión en las muestras analizadas	152

<b>Figura 117.</b> Módulo de rotura en las muestras analizadas	153
<b>Figura 118.</b> Principio del ensayo de abrasión profunda	154
<b>Figura 119.</b> Definición de la huella	154
<b>Figura 120.</b> Aplicación ensayo de abrasión profunda	155
<b>Figura 121.</b> Abrasión profunda en las muestras analizadas	156
<b>Figura 122.</b> Aplicación ensayo de resistencia química	157
<b>Figura 123.</b> Determinación de clase en las probetas analizadas	158
<b>Figura 124.</b> Resistencia química muestra de la Formación Guayabo – Hidróxido de potasio 100g/L: a) Antes del ensayo y b) Después del ensayo	159
<b>Figura 125.</b> Resistencia química muestra de la Formación León – Hidróxido de potasio 100g/L: a) Antes del ensayo y b) Después del ensayo	159
<b>Figura 126.</b> Partes de las probetas elaboradas	160
<b>Figura 127.</b> Aplicación ensayo de eflorescencia	160
<b>Figura 128.</b> Eflorescencias presentadas en las muestras analizadas	161
<b>Figura 129.</b> Probetas después de realizado el ensayo de eflorescencia: a) Formación Guayabo; b) Formación Carbonera y c) Formación León	162
<b>Figura 130.</b> Curva de cocción diseñada para materiales arcillosos con características similares a la muestra de la Formación León	173
<b>Figura 131.</b> Curva de cocción diseñada para materiales arcillosos con características similares a la muestra de la Formación Carbonera	174
<b>Figura 132.</b> Curva de cocción para un horno túnel a nivel industrial	174
<b>Figura 133.</b> Curva de cocción para un horno colmena a nivel industrial	175



## LISTA DE ECUACIONES

<b>Ecuación 1.</b> Definición de $P_0$ y $P_2$	66
<b>Ecuación 2.</b> Retenido sobre tamiz ASTM 230	109
<b>Ecuación 3.</b> Porcentaje de material más fino	112
<b>Ecuación 4.</b> Diámetro de las partículas	112
<b>Ecuación 5.</b> Porcentaje de retenido	116
<b>Ecuación 6.</b> Porcentaje de humedad	119
<b>Ecuación 7.</b> Factor de alturas	119
<b>Ecuación 8.</b> Límite Plástico	121
<b>Ecuación 9.</b> Índice de plasticidad	123
<b>Ecuación 10.</b> Concentración de sulfatos – curva de calibración	126
<b>Ecuación 11.</b> Factor agua/sólidos	126
<b>Ecuación 12.</b> Factor de volumen	127
<b>Ecuación 13.</b> Concentración de sulfatos solubles en la muestra analizada	127
<b>Ecuación 14.</b> Concentración de carbonatos en la muestra analizada	129
<b>Ecuación 15.</b> Contracción lineal en secado	136
<b>Ecuación 16.</b> Pérdidas por secado	137
<b>Ecuación 17.</b> Contracción lineal en cocido	139
<b>Ecuación 18.</b> Pérdidas por calcinación	140
<b>Ecuación 19.</b> Porcentaje de absorción de agua de cada espécimen	149
<b>Ecuación 20.</b> Resistencia a la rotura por flexión	151
<b>Ecuación 21.</b> Módulo de rotura	151
<b>Ecuación 22.</b> Ángulo proyectado en el centro del disco rotatorio por la huella, en grados	155
<b>Ecuación 23.</b> Volumen de material removido para cada huella	155
<b>Ecuación 24.</b> Modelo matemático del método de ensayo	166
<b>Ecuación 25.</b> Incertidumbre estándar de la media	166
<b>Ecuación 26.</b> Contribución de cada fuente a la incertidumbre estándar combinada	167
<b>Ecuación 27.</b> Incertidumbre estándar combinada del método	168
<b>Ecuación 28.</b> Incertidumbre combinada	168
<b>Ecuación 29.</b> Incertidumbre expandida	169
<b>Ecuación 30.</b> Grados de libertad efectivos	169

**Ecuación 31.** Expresión de los resultados de medición

169

**ABREVIATURAS Y ACRÓNIMOS**

<b>°C</b>	Grado(s) <i>Celsius</i>
<b>CIMAC</b>	Centro de Investigación de Materiales Cerámicos
<b>FTIR</b>	Espectroscopia Infrarroja con transformada de Fourier
<b>DRX</b>	Difracción de Rayos X
<b>FRX</b>	Fluorescencia de Rayos X
<b>DTA</b>	Análisis Térmico Diferencial
<b>DSC</b>	Calorimetría Diferencial de Barrido
<b>TGA</b>	Análisis Termogravimétrico
<b>DIL</b>	Dilatometría
<b>MAE</b>	Extracción Asistida por Microondas
<b>USDA</b>	Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de América

## PRÓLOGO

Debido a los problemas económicos y sociales en la frontera las empresas se han visto obligadas a conquistar nuevos mercados con productos de excelente calidad y con valores agregados, aprovechando al máximo las propiedades que tienen las arcillas. La finalidad de este libro es conocer las propiedades más relevantes de los materiales arcillosos provenientes de la Formación Guayabo, León y Carbonera del Nororiente Colombiano, mediante la caracterización física, química, térmica, mineralógica y tecnológica; lo cual sirve de base para optimizar los procesos de fabricación de productos cerámicos para la construcción y de esta manera darle valor agregado, y a su vez permite evaluar su aptitud de uso en los diferentes campos de utilización de este material tan valioso.

Entre los temas más importantes se destacan el conocimiento en la estructura, composición y comportamiento de los materiales arcillosos estudiados. El libro está organizado en ocho capítulos donde se definen las arcillas, la caracterización mineralógica, la caracterización química, la caracterización térmica, la caracterización físico-cerámica, la caracterización tecnológica, la evaluación para potencial aplicación y el tratamiento estadístico que se desarrolló para darle validez a los resultados.

La información contemplada en este libro es de gran utilidad para la industria cerámica y estudiantes interesados en la ciencia de los materiales, permitirá al lector explorar los cambios químicos y físicos más relevantes que presentan estos compuestos durante diferentes procesos de calentamiento y su impacto en las propiedades de producto terminado.

Debo resaltar el trabajo de investigación de alta calidad realizado por los autores, Vivianne Isel Cáceres egresada de la maestría en Química de la Universidad de Pamplona y actual estudiante del doctorado en Avances en Ingeniería de los Materiales y Energías Sostenibles de la Escuela Politécnica de Linares – Universidad de Jaén España; Jorge Sánchez Molina, egresado del mismo programa de doctorado y docente investigador de la Universidad Francisco de Paula Santander – Colombia, quién se ha dedicado a los materiales cerámicos por más de 30 años; Amanda Lucía Chaparro García, doctora en Química de la Universidad de Massachusetts – Estados Unidos y docente investigadora de la Universidad de Pamplona – Colombia, con amplia experiencia en la caracterización de los materiales. Los tres investigadores generan conocimiento sobre las arcillas del Nororiente Colombiano, permitiendo dar mejor uso a esta excelente materia prima.

Dr. Francisco Antonio Corpas Iglesias  
Catedrático de la Universidad de Jaén - España  
12 de diciembre de 2020

## RESUMEN

El Área Metropolitana de Cúcuta se encuentra privilegiada por poseer formaciones arcillosas de excelente calidad, lo que ha permitido dar origen a uno de los sectores más significativos de la región: la industria cerámica, dedicada a la fabricación de productos a base de arcilla, de los que se destacan los materiales de la construcción. Los depósitos de minerales arcillosos en el departamento de Norte de Santander son aproximadamente de 2196 km<sup>2</sup> lo que corresponden al 10,1 % de la extensión departamental. Otro factor significativo en esta industria es la mano de obra cualificada que tienen las empresas, este arte ha sido tradición de las familias Nortesantandereanas, el conocimiento se ha transmitido por generaciones y se ha ido fortaleciendo a través de capacitaciones generadas por diferentes instituciones. Ésta industria tiene en la actualidad 27 empresas asociadas en Induarcillas, lo que la convierte en una de las principales alternativas económicas para la región, la participación que ocupa en las exportaciones realizadas por el departamento de Norte de Santander ha ido variando debido a los problemas propios que se presentan en la frontera. El hecho de que se tengan problemas económicos y sociales en la frontera, ha obligado en la actualidad a las empresas a conquistar nuevos mercados con productos de excelente calidad y con valores agregados, debido a ésta necesidad se requiere aprovechar al máximo las propiedades que tienen las arcillas de la región, pero para lograr este objetivo se necesita adquirir conocimiento en la estructura, composición y comportamiento de estas materias primas, las investigaciones que se han venido realizando en la región en esta área buscan aportar a lograr este objetivo.

En este trabajo se caracterizó física, química, térmica, mineralógica y tecnológicamente tres materiales arcillosos provenientes de la Formación Guayabo, León y Carbonera del Área Metropolitana de Cúcuta, para ello se seleccionó una mina de cada formación. La caracterización mineralógica se realizó mediante difracción de rayos (DRX) y espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), para la composición química se aplicó la técnica de fluorescencia de rayos X (FRX), el comportamiento térmico se analizó a través de dilatometría, calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA) y la potencial aplicación en cerámica se evaluó con base en las propiedades físico-cerámicas y tecnológicas, para esto se conformaron probetas por el proceso de extrusión, pasando por las diferentes etapas a nivel de laboratorio: secado y cocción en condiciones constantes, tratando de simular el proceso industrial de fabricación de un producto cerámico tradicional.

El análisis mineralógico determinó que las principales fases cristalinas en las muestras fueron cuarzo, caolinita, moscovita y hematita, lo que indican que son arcillas illitas – caolinitas. Así mismo, el análisis químico indicó la presencia principalmente de Si, Al, Fe y K. Los resultados por espectroscopia infrarroja confirmaron la presencia de los grupos funcionales de los minerales, tales como, cuarzo, hematita, caolinita y de los aluminosilicatos. Los análisis térmicos indicaron las transformaciones químicas y físicas

que sufren los materiales arcillosos cuando son sometidos a un proceso de calentamiento, como deshidrataciones de agua absorbida y adsorbida, deshidroxilaciones de los minerales arcillosos, descomposición de materia orgánica y formación de nuevas fases como la mullita. Con la información obtenida de DRX y FTIR se determinó que la caolinita contenida en la muestra estaba estructuralmente ordenada. Los análisis físico-cerámicos indicaron que las muestras eran de plasticidad media, excepto la muestra de la Formación León, la cual era altamente plástica; esto se vio evidenciado en las pérdidas de masa y en la contracción lineal.

En los análisis tecnológicos las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción presentaron mejores propiedades en comparación a las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción sugerida por el CIMAC. Las muestras de la Formación Guayabo y Formación carbonera son aptas para elaborar baldosas del grupo All, mientras que la muestra de la Formación León es apta para elaborar baldosas de baja absorción de agua (grupo AI) como los soportes del porcelanato. Es importante resaltar que todas las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada presentaron la fase mullita, que no suele ser muy común en los productos de arcilla roja, y es un indicador que demuestra que se llevó a cabo un buen proceso de cocción.

La información obtenida en esta investigación permitió conocer las propiedades físico-cerámicas, tecnológicas, el comportamiento térmico y la composición química y mineralógica de forma general del material arcilloso de la región, ya que se analizaron diferentes muestras del Área Metropolitana de Cúcuta, lo que permite ser un precedente para futuras investigaciones con el fin de optimizar los procesos de fabricación de productos cerámicos para la construcción y de esta manera darle valor agregado, y a su vez permita evaluar su aptitud de uso en los diferentes campos de utilización de este material tan valioso.

**Palabras clave:** Material arcilloso, Caracterización físico-cerámico, DRX, FRX, TGA, DSC, FTIR, Dilatometría.

## ABSTRACT

The Cúcuta Metropolitan Area is privileged to possess excellent quality clay formations, which has allowed to give rise to one of the most significant sectors of the region: the ceramic industry, dedicated to the manufacture of clay-based products, of which construction materials stand out. The clay mineral deposits in the department of Norte de Santander are approximately 2,196 km<sup>2</sup>, which corresponds to 10.1% of the departmental extension. Another significant factor in this industry is the qualified workforce that companies have, this art has been a tradition of the families of this region, knowledge has been transmitted for generations and has been strengthened through training generated by different institutions. This industry currently has 27 companies associated in Induarcillas, which makes it one of the main economic alternatives for the region, the participation that it occupies in the exports made by the department of Norte de Santander has been changing due to its own problems that are presented at the border. The fact that there are economic and social problems on the border, has currently forced companies to conquer new markets with products of excellent quality and with added values. Because of this need it is necessary to take advantage of the region clays properties, but to achieve this objective it is necessary to acquire knowledge on the structure, composition and behavior of these raw materials, the research that has been carried out in the region in this area seeks to contribute to achieving this objective.

In this work, three clay materials from the Guayabo, León and Carbonera Formation of the Cúcuta Metropolitan Area were characterized physically, chemically, thermally, mineralogically and technologically, for which a mine was selected from each formation. The mineralogical characterization was carried out by means of X-Ray Diffraction (XRD) and Fourier transform Infrared Spectroscopy (FTIR), for the chemical composition the X-Ray Fluorescence technique (XRF) was applied, the thermal behavior was analyzed through dilatometry, Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Thermogravimetric Analysis (TGA) and the potential application in ceramics was evaluated based on the physical-ceramic and technological properties, for this, specimens were formed by the extrusion process, passing through the different stages at level laboratory: drying and firing under constant conditions, trying to simulate the industrial manufacturing process of a traditional ceramic product.

The mineralogical analysis determined that the main crystalline phases in the samples were quartz, kaolinite, muscovite and hematite, which indicate that they are illite-kaolinite clays. Likewise, the chemical analysis indicated the presence mainly of Si, Al, Fe and K. The results by infrared spectroscopy confirmed the presence of the functional groups of the minerals, such as quartz, hematite, kaolinite and the aluminosilicates. The thermal analyzes indicated the chemical and physical transformations that clay materials undergo when they are subjected to a heating process, such as dehydration of absorbed and adsorbed water, dehydroxylations of clay minerals, decomposition of organic matter and

formation of new phases such as mullite. With the information obtained from XRD and FTIR, it was determined that the kaolinite contained in the sample was structurally ordered. The physical-ceramic analyzes indicated that the samples were of medium plasticity, except for the León Formation sample, which was highly plastic; this was evidenced in mass losses and linear contraction.

In technological analyzes, the firing samples under the parameters of the proposed firing curve showed better properties compared to the firing samples under the parameters of the firing curve suggested by CIMAC. The samples from the Guayabo Formation and the Carbonera Formation are suitable for making group AII tiles, while the sample from the León Formation is suitable for making tiles with low water absorption (group AI) such as porcelain tile supports. It is important to highlight that all the samples fired under the parameters of the designed firing curve presented the mullite phase, which is not usually very common in red clay products, and is an indicator that shows that a good firing process was carried out.

The information obtained in this research allowed to know the physical-ceramic, technological properties, the thermal behavior and the chemical and mineralogical composition in general of the clay material of the region, since different samples of the Metropolitan Area of Cúcuta were analyzed, which allows be a precedent for future research in order to optimize the manufacturing processes of ceramic products for construction and in this way give them added value, and at the same time allow evaluating their aptitude for use in the different fields of use of this highly valuable material

**Keywords:** Clay material, Physical-ceramic characterization, XRD, FRX, TGA, DSC, FTIR, Dilatometry.



## INTRODUCCIÓN

Las arcillas son minerales naturales que están compuestas de múltiples silicoaluminatos hidratados que contienen iones tales como K, Fe, Mg y Na, y otros minerales como feldespatos, cuarzo, anatasa, rutilo, hematita, carbonatos, entre otros; ya que se encuentran en la naturaleza generalmente están acompañadas por materia orgánica (Díaz Rodríguez & Torrecillas, 2002; Muñoz Meneses, Muñoz Chaves, P. Mancilla, & Rodríguez Páez, 2007). En Colombia las arcillas se usan principalmente para la fabricación de materiales de construcción y alfarería (Servicio Nacional de Aprendizaje SENA, 2003). Cúcuta y su Área Metropolitana se encuentra privilegiada por poseer formaciones arcillosas de excelente calidad (J. F. Gelves, Monroy, Sánchez, & Ramírez, 2013; Información Minera de Colombia IMC, 2006; Sánchez Molina, Gelves Díaz, & Romero Arcos, 2012; Sánchez Molina & Monroy Sepúlveda, 2009; Sánchez Molina, 2007), lo que ha permitido dar origen a uno de los sectores más significativos de la región: la industria cerámica, en la actualidad tiene 27 empresas asociadas a Induarcillas, todas ellas dedicadas a la fabricación de productos a base de arcilla, de los que se destacan los materiales de la construcción, tales como: ladrillos, bloques, tejas, tabletas vitrificadas, tabletas esmaltadas y no esmaltadas, productos artesanales (decorados y enchapes), entre otros (Díaz, Molina, & Prato, 2016); convirtiéndose en una de las principales alternativas de desarrollo para la región, es por ello que es de gran importancia mejorar constantemente la calidad de los productos ofertados con el fin de alcanzar la competitividad necesaria para mantenerse en los mercados actuales e incursionar en otros a nivel internacional (Sánchez Molina & Ramírez Delgado, 2013).

Es importante destacar que hasta el momento, en la literatura se encuentran pocos estudios químicos, térmicos y/o mineralógicos completos reportados para las arcillas de Norte de Santander (Sánchez Molina & Ramírez Delgado, 2013). Por lo tanto, el sector cerámico de Cúcuta y su Área Metropolitana no tienen caracterizadas sus arcillas química, térmica y mineralógicamente, sólo se cuentan con estudios de caracterización físico cerámico y tecnológico de algunas arcillas de la región; además sus procesos de producción son poco tecnificados. Esta falta de conocimiento en la estructura, composición, características y propiedades de las materias primas han generado materiales cerámicos que muchas veces no cumplen con los estándares mínimos de calidad para competir en los exigentes mercados nacionales e internacionales. Norte de Santander posee depósitos de minerales arcillosos muy extensos aproximadamente de 2196 km<sup>2</sup> que corresponde al 10,1 % de la extensión departamental y las principales arcillas explotadas en el departamento se encuentran en el Área Metropolitana de Cúcuta (Prato Cruz, 2007); en la actualidad, no se están aprovechando al máximo las propiedades que tienen las arcillas de la región, por falta de conocimiento en la estructura, composición y comportamiento de estas materias primas.

En el Plan Departamental de Desarrollo 2020 – 2023 “MAS PROSPERIDAD PARA TODOS”, se tiene como eje estratégico de productividad el sector de la cerámica, el cual deberá ser el líder nacional y binacional en el campo de los productos cerámicos de alta calidad. Para esto, se quieren aprovechar ventajas, tales como: proximidad con la frontera, alta concentración geográfica de las industrias cerámicas, mano de obra económica cualificada, competitividad de los precios frente a otras regiones y la calidad de las arcillas de la región. Para cumplir con esta meta, la tecnificación del sector cerámico en la región es imprescindible y ésta se logra únicamente mediante el conocimiento de las propiedades tanto físicas como químicas de las arcillas, y de los productos terminados.

La calidad de los materiales cerámicos se puede garantizar si se lleva a cabo control de calidad en las diferentes etapas del proceso de producción, es decir, en las materias primas, producto en proceso y producto terminado. El control de las materias primas es fundamental, ya que mediante las propiedades físico-cerámicas se pueden predecir el comportamiento del producto terminado; así mismo la composición mineralógica y química permite establecer las condiciones que la pasta cerámica debe cumplir para un determinado producto según sus características físicas. Con los análisis del comportamiento térmico se pueden establecer los parámetros más adecuados para el producto en proceso.

El objetivo de este trabajo fue realizar la caracterización física, química, térmica, mineralógica y tecnológica de tres materiales arcillosos provenientes de la Formación Guayabo, León y Carbonera del Área Metropolitana de Cúcuta, para ello se seleccionó una mina de cada formación. La caracterización mineralógica se realizó mediante difracción de rayos (DRX) y espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), para la composición química se aplicó la técnica de fluorescencia de rayos X (FRX), el comportamiento térmico se analizó a través de dilatometría, calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA) y la potencial aplicación en cerámica se evaluó con base en las propiedades físico-cerámicas y tecnológicas, para esto se conformaron probetas por el proceso de extrusión, pasando por las diferentes etapas a nivel de laboratorio: secado y cocción en condiciones constantes, tratando de simular el proceso industrial de fabricación de un producto cerámico tradicional.

El análisis mineralógico determinó que las principales fases cristalinas en las muestras fueron cuarzo, caolinita, moscovita y hematita, lo que indican que son arcillas illitas – caolinitas. Así mismo, el análisis químico indicó la presencia principalmente de Si, Al, Fe y K. Los resultados por espectroscopia infrarroja confirmaron la presencia de los grupos funcionales de los minerales, tales como, cuarzo, hematita, caolinita y de los aluminosilicatos. Los análisis térmicos indicaron las transformaciones químicas y físicas que sufren los materiales arcillosos cuando son sometidos a un proceso de calentamiento, como deshidrataciones de agua absorbida y adsorbida, deshidroxilaciones de los minerales arcillosos, descomposición de materia orgánica y formación de nuevas fases

como la mullita. Con la información obtenida de DRX y FTIR se determinó que la caolinita contenida en la muestra estaba estructuralmente ordenada. Los análisis físico-cerámicos indicaron que las muestras eran de plasticidad media, excepto la muestra de la Formación León, la cual era altamente plástica; esto se vio evidenciado en las pérdidas de masa y en la contracción lineal.

En los análisis tecnológicos las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción presentaron mejores propiedades en comparación a las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción sugerida por el CIMAC. La muestra de la Formación Guayabo y Formación carbonera es apta para elaborar baldosas del grupo AII, mientras que la muestra de la Formación León es apta para elaborar baldosas de baja absorción de agua (grupo AI) como los soportes del porcelanato. Es importante resaltar que todas las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada presentaron la fase mullita, que no suele ser muy común en los productos de arcilla roja, y es un indicador que demuestra que se llevó a cabo un buen proceso de cocción.

La información obtenida en esta investigación permitió conocer las propiedades físico-cerámicas, tecnológicas, el comportamiento térmico y la composición química y mineralógica de forma general el material arcilloso de la región, ya que se analizaron diferentes muestras del Área Metropolitana de Cúcuta, lo que permite ser un precedente para futuras investigaciones con el fin de optimizar los procesos de fabricación de productos cerámicos para la construcción y de esta manera darle valor agregado, y a su vez permita evaluar su aptitud de uso en los diferentes campos de utilización de este material tan valioso propiciando la explotación correcta del mismo.