

CAPÍTULO IV. CARACTERIZACIÓN TÉRMICA

El análisis térmico se ha usado intensamente en la mineralogía de arcillas, así como en un amplio rango de aplicaciones. Actualmente, también encuentra aplicaciones en la ciencia de suelos, ya que es una excelente alternativa en el análisis de materia orgánica. La aplicación de estas técnicas aporta conocimientos acerca del comportamiento de las arcillas durante su sometimiento a altas temperaturas (Eloussaief et al., 2011; Fadi-Djenabou et al., 2015; Kubiliūtė & Kaminskas, 2013; Mahmoudi et al., 2016).

El análisis térmico se ha convertido en una herramienta poderosa para entender las reacciones que le suceden al material arcilloso en función de la temperatura, es decir, las transformaciones de fase; de esta manera se puede comprender el comportamiento durante la vitrificación y sinterización de los productos cerámicos (Chin et al., 2017; Plante et al., 2009).

Durante el proceso de cocción de la arcilla o pasta cerámica ocurren cambios polimórficos, reacciones endotérmicas y exotérmicas a altas temperaturas. Inicialmente ocurre una deshidratación, luego viene la descomposición de la materia orgánica que pueda contener la arcilla, este proceso ocurre entre los 100 °C y 500 °C (Baïoumy & Ismael, 2014; Plante, Fernández, & Leifeld, 2009; Zahra, Asim, & Sutan, 2015).

En la fabricación de productos cerámicos los materiales arcillosos sufren procesos de vitrificación y sinterización, ya que las piezas moldeadas son sometidas a tratamientos térmicos a una temperatura de fusión inferior de la mezcla y al finalizar el tratamiento se logra mantener la pieza consolidada y compacta; y durante el tratamiento térmico algunos materiales de la mezcla se convierten en sólidos amorfos, es decir, carentes de estructuras cristalinas (Asociación técnicos cerámicos SACMI IMOLA, 1990).

El análisis térmico provee información importante que permite diferenciar los materiales arcillosos en función de la composición química, ambiente geológico y formación. La información obtenida en la caracterización mineralógica y química es crucial en la fabricación de productos cerámicos que implican un procesamiento a altas temperaturas, esta información se debe correlacionar con los análisis térmicos, con el fin de producir materiales cerámicos con características deseadas y de esta manera asegurar que los materiales que componen la pasta cerámica puedan reaccionar completamente (Chin et al., 2017).

Los materiales arcillosos al ser sometidos a temperaturas superiores a los 1000 °C experimentan cambios permanentes e irreversibles, sufriendo modificaciones en su forma, tamaño, estructura y composición. Los cambios producidos pueden ser físicos y químicos; las transformaciones que no alteran la composición química son fundamentalmente de tres tipos: cambios de inversión, sinterización y cambios de estado

sólido-líquido y líquido-gas. Los cambios alotrópicos o de inversión son reacciones que implican pequeñas variaciones estructurales, pero sin ruptura ni formación de nuevos enlaces. En la sinterización las partículas individuales o de un cuerpo poroso modifican algunas de sus propiedades, con el fin de obtener un estado de máxima compacidad (Barba et al., 2002; Chin et al., 2017; Eloussaief et al., 2011).

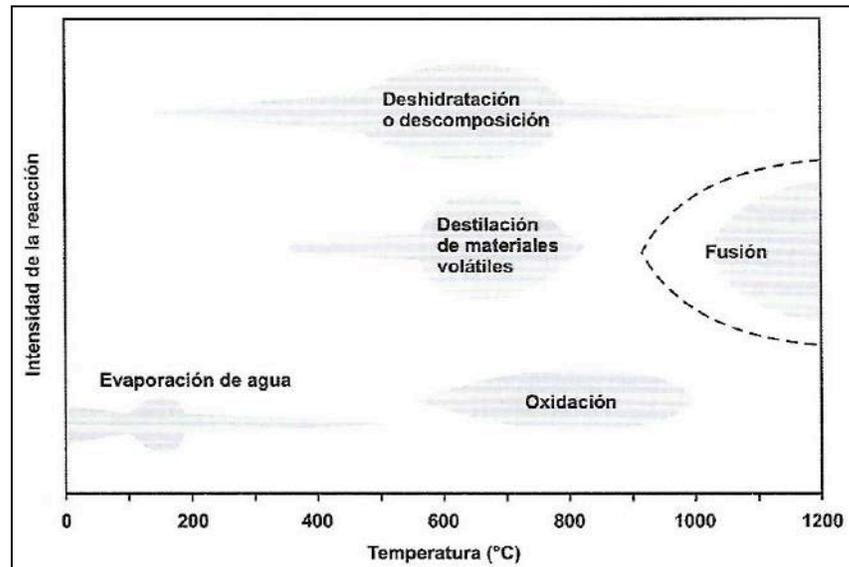


Figura 56. Cambios físicoquímicos que experimentan las arcillas durante la cocción
Fuente: Barba et al., 2002.

Las transformaciones que alteran la composición química de los materiales arcillosos son: la oxidación de la materia orgánica, la descomposición de los compuestos que contienen oxígeno (sulfatos y carbonatos), las deshidroxilaciones, la cristalización y la formación de soluciones sólidas.

Las deshidroxilaciones de los minerales arcillosos son reacciones que consisten en la descomposición de los cristales del mineral para dar lugar a una estructura amorfa, es decir, desordenada, lo que conlleva a pérdida de grupos OH^- en forma de agua. Al incrementarse la temperatura, los productos inestables amorfos formados en la deshidroxilación comienza a cristalizarse; los cristales adyacentes de dos materiales diferentes pero con estructuras similares pueden reaccionar entre sí, formando una solución sólida (Barba et al., 2002; Plante et al., 2009; Selmani et al., 2015).

En la Figura 56 se resumen los cambios físicoquímicos más importantes que tienen lugar durante el calentamiento de los materiales arcillosos, así como el intervalo de temperaturas donde se producen.

Las técnicas que estudian las propiedades de una muestra con los cambios de temperatura se conocen como análisis térmico. Los métodos más comunes son el análisis térmico diferencial (DTA), calorimetría diferencial de barrido (DSC), análisis termogravimétrico (TGA), dilatometría (DIL), entre otros (Plante et al., 2009).

Los análisis térmicos de las muestras del polvo de arcilla se realizan mediante las técnicas de dilatometría (DIL), calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA); con el fin de identificar los cambios químicos y físicos que presentan las muestras de material arcilloso durante el calentamiento, con base en estos análisis se puede establecer una curva adecuada de cocción para los materiales arcillosos.

1 Dilatometría

Los análisis dilatométricos de las muestras de los materiales arcillosos permiten medir con gran precisión los cambios en la dimensión de los sólidos, materiales fundidos, polvos y pastas en un cambio de temperatura programado.

Los análisis dilatométricos permiten medir los cambios de volumen cuando una muestra es sometida a un proceso de calentamiento (Rossini R. et al., 1970; Vasić, Pezo, Zdravković, Bačkalić, & Radojević, 2017); la composición mineralógica y química está directamente relacionada con estos cambios, debido a que la variación de volumen es consecuencia de las diferentes reacciones físicas y químicas que le ocurren al material (Vasić et al., 2017).

La interpretación de las curvas dilatométricas permiten programar curvas óptimas de cocción, con el objeto de obtener productos bien densificados y de esta manera mejorar las propiedades físicoquímicas del material (Rossini R. et al., 1970; UCLM Escuela Politécnica de Cuenca - Jorge Velasco, 2018b). Así mismo, el comportamiento dilatométrico permite fijar en forma absoluta las variaciones de longitud, es decir, las contracciones y expansiones que sufrirá el material, y por ende, establecer las dimensiones correctas del producto (Abajo, 2000).

El proceso de cocción es una de las etapas más sobresalientes del proceso cerámico, ya que en este se pueden corregir algunos defectos que se hayan podido generar en las etapas anteriores como en la preparación de la pasta, el moldeo y hasta en el mismo secado; así mismo, una cocción inapropiada también podría modificar de manera negativa todas las etapas anteriores que se hayan podido realizar correctamente en el proceso de producción (Abajo, 2000; Asociación técnicos cerámicos SACMI IMOLA, 1990; Barba et al., 2002).

En el proceso de cocción los minerales que componen la pasta cerámica se ven afectados por el aporte de calor, modificando su estructura y formando nuevas fases cristalinas y amorfas, que finalmente le confieren al material propiedades que son fundamentales en los productos cerámicos como resistencia mecánica, durabilidad, valor estético, entre otros (Rossini R. et al., 1970; UCLM Escuela Politécnica de Cuenca - Jorge Velasco, 2018b).

Con el fin de optimizar los procesos de cocción y evitar defectos que se pudieran producir en el producto terminado, es importante conocer las reacciones químicas que se presentan en las muestras durante la cocción. Durante el calentamiento de la pasta cerámica no solo ocurren cambios físicos sino también químicos, por esta razón, la dilatación térmica cobra importancia en los procesos cerámicos, ya que las reacciones producidas pueden generar variaciones bruscas de tamaño sino se controlan (Abajo, 2000; UCLM Escuela Politécnica de Cuenca - Jorge Velasco, 2018b; Vasić et al., 2017).

1.1 Condiciones de las mediciones

Las mediciones por dilatometría se realizan en un dilatómetro marca NETZSCH modelo DIL 402C y se trabaja a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min hasta alcanzar 1200 °C.

1.2 Tratamiento de las muestras

Se elabora una probeta de 25 mm de longitud por el método de extruido y posteriormente se mide en el equipo.

1.3 Análisis cualitativo

El análisis cualitativo de los cambios dimensionales que presentan las muestras se realiza mediante comparación de los dilatogramas para material arcilloso reportados en la literatura.

1.4 Análisis dilatométricos

Los análisis dilatométricos se realizan tanto en el calentamiento como en el enfriamiento, en la Figura 57 se muestran las curvas dilatométricas que se obtienen para los materiales arcillosos estudiados pertenecientes a la Formación Guayabo, Carbonera y León. Para asignar las respectivas inflexiones en las curvas se utiliza la técnica de primeras derivadas (Figura 58 – 60).

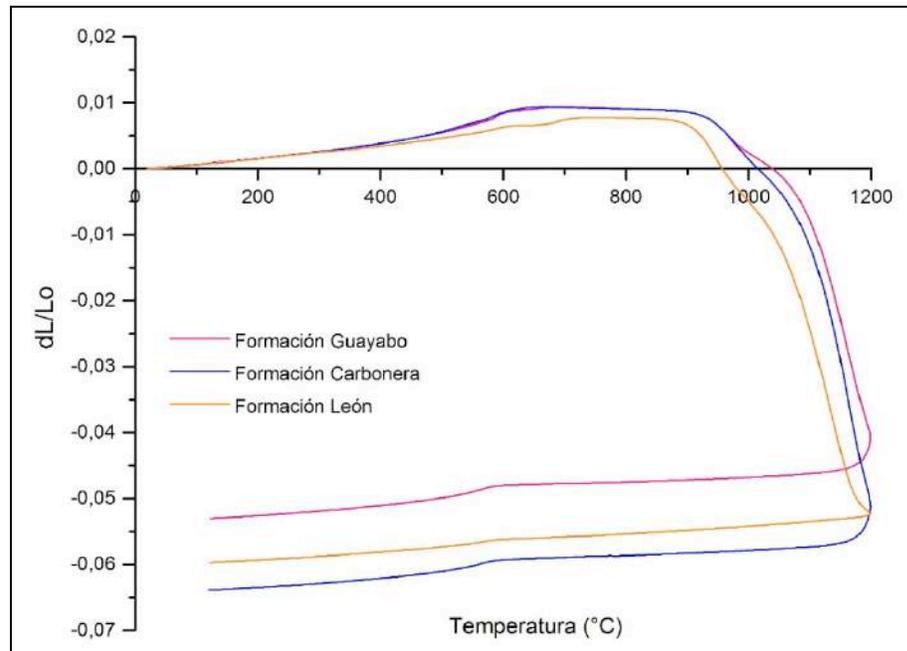


Figura 57. Curvas dilatométricas de los materiales arcillosos pertenecientes a la Formación Guayabo, Carbonera y León

De la Figura 57 se puede deducir que las curvas dilatométricas para la muestra de la Formación Guayabo y Carbonera tienen cierta similitud en el proceso de cocción, la dilatación que se presenta desde temperatura ambiente hasta aproximadamente 980 °C es similar, estas arcillas según el análisis mineralógico presentan concentraciones de cuarzo de 36,1 % y 37,4 % respectivamente, mientras que la muestra de la Formación León presenta valores más bajos 24,5 %, aunque esta muestra es la que presenta mayor concentración de caolinita.

Entre 550 °C – 650 °C se produce una leve contracción debido a la deshidroxilación de la caolinita en metacaolín, pero en este intervalo también ocurre la modificación del cuarzo el cual hace que el material se dilate, es por esto que en la curva no se observa esta leve contracción, es decir, fue inhibida por la presencia del cuarzo. En el rango de 980 °C – 1190 °C se generan contracciones cuyo comportamiento se asocia con el reordenamiento molecular gradual de la fase de metacaolín dando lugar a la formación de la fase de mullita (Rossini R. et al., 1970; Vasić et al., 2017).

La muestra arcillosa de la Formación León presenta mayor contenido de caolinita con respecto a las otras, alrededor de 550 °C se convierte en metacaolín estabilizándose, al alcanzar temperaturas superiores a 1000 °C se forma la fase de mullita, siendo esta muestra la que presenta la mayor concentración a los 1100 °C que es la temperatura máxima de cocción.

Los dilatogramas en forma general presentan las siguientes inflexiones:

Al inicio del calentamiento se presenta una suave dilatación que llega a un máximo aproximadamente a 500 °C, este leve aumento de volumen se debe a la dilatación térmica propia del sólido y es dependiente de la naturaleza química, mineralógica o cristalográfica del material arcilloso.

Desde temperatura ambiente hasta 150 °C se elimina el agua de hidratación, lo que produce una leve contracción si se encuentra en cantidades apreciables, es decir, si la muestra está muy húmeda; las muestras se secan con el fin de eliminar la humedad, y es la razón por la cual no se observa la contracción.

En este mismo rango de temperatura la materia orgánica es eliminada de la pasta cerámica en forma de gases (producto de la combustión) lo que produce una leve dilatación, al mismo tiempo los poros formados en el material se cierran produciendo contracción (Abajo, 2000; Barba et al., 2002).

Posteriormente el material se contrae levemente entre 500 °C y 580 °C, esto se debe a la pérdida de agua, por condensación de los grupos hidroxilos del retículo cristalino de la especie mineralógica caolinita la cual se transforma en metacaolín (Vaculíková & Plevová, 2005).

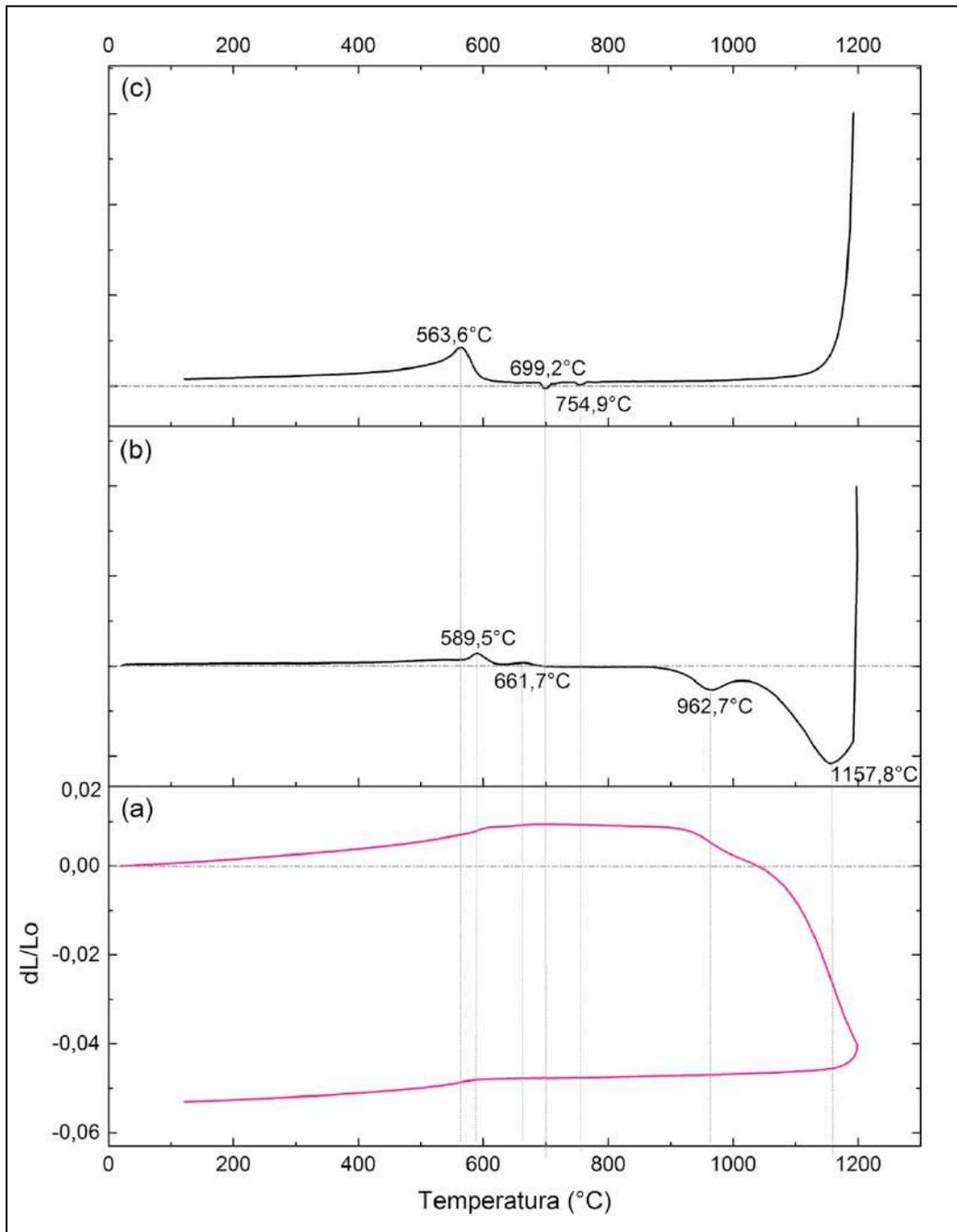


Figura 58. Muestra Formación Guayabo: (a) Curva dilatométrica de cocción y enfriamiento; (b) Primera derivada cocción; (c) Primera derivada enfriamiento

Entre 500 °C y 650 °C también ocurre la transformación alotrópica del cuarzo α en cuarzo β específicamente a 573 °C lo cual produce una brusca dilatación, es decir, produce un aumento de volumen en la pieza cerámica lo cual afecta el producto. Esta transformación es reversible, en el enfriamiento a 573 °C el cuarzo β libre que no reacciona en la

formación de nuevas fases de silicoaluminatos y silicatos se transforma a cuarzo α produciendo una fuerte contracción dimensional, haciendo que el volumen del material disminuya.

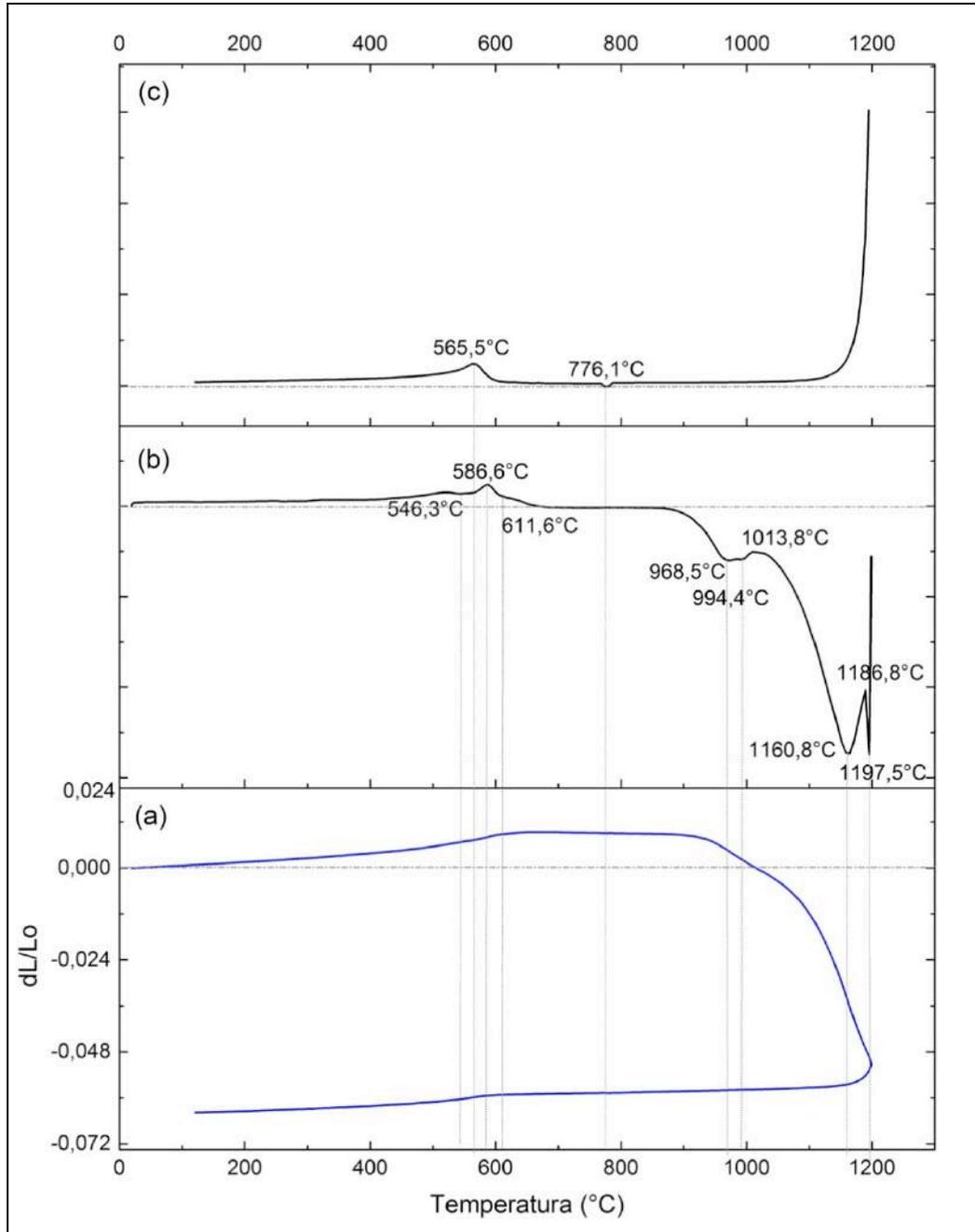


Figura 59. Muestra Formación Carbonera: (a) Curva dilatométrica de cocción y enfriamiento; (b) Primera derivada cocción; (c) Primera derivada enfriamiento

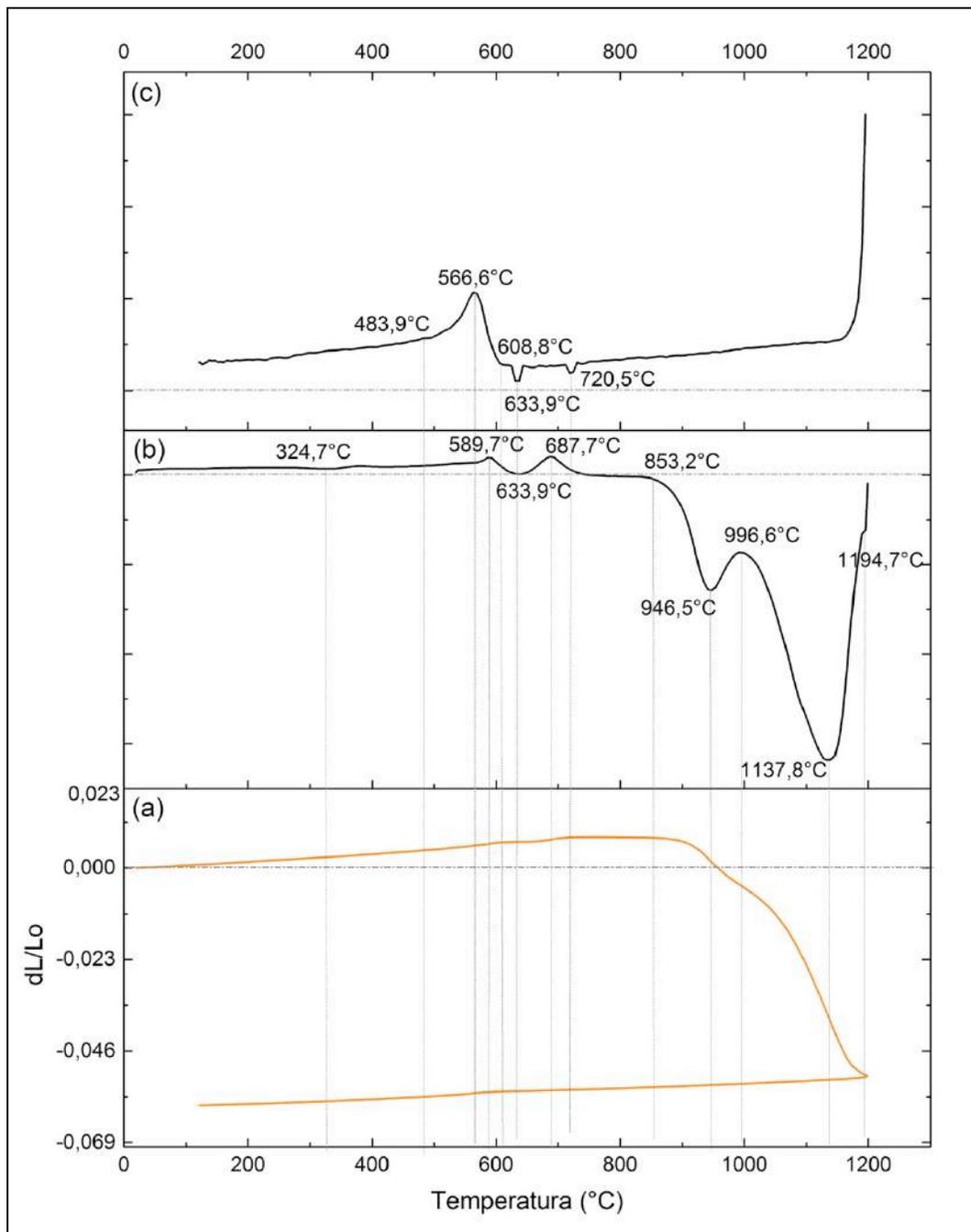


Figura 60. Muestra Formación León: (a) Curva dilatométrica de cocción y enfriamiento; (b) Primera derivada cocción; (c) Primera derivada enfriamiento

El cuarzo es una de las formas de cristalización de la sílice, es un componente muy común y abundante en las pastas cerámicas para la fabricación de materiales cerámicos para la construcción, lo que hace necesario que tanto en la cocción como el enfriamiento se realice a un gradiente bajo, con el fin de evitar que el producto no sufra tensiones, y de

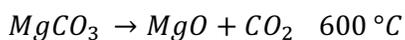
esta manera se obtendrían productos terminados sin fisuras ni roturas (Abajo, 2000; Bernal et al., 2003; Chin et al., 2017).

En la Figuras 58 – 60 se observa en la primera derivada de la curva dilatométrica en el proceso de cocción que entre 586 °C – 590 °C ocurre la inversión de α -cuarzo a β -cuarzo produciendo dilatación en el material. Así mismo, en la gráfica de la primera derivada de la curva dilatométrica en el proceso en enfriamiento, se observa la inversión nuevamente del cuarzo de β -cuarzo a α -cuarzo.

En el intervalo de temperatura entre 550 °C y 650 °C se produce una contracción debido a la pérdida de una parte de agua de cristalización en la moscovita, muchas veces esta contracción queda enmascarada con la dilatación de la transformación del cuarzo como en el caso de las muestras analizadas, ya que el contenido de este mineral es considerable. La pérdida del resto de agua de cristalización o agua residual de la red cristalina de los minerales arcillosos generan el rompimiento de la estructura cristalina, esto ocurre entre 650 °C y 850 °C provocando una suave contracción según lo observado en las curvas dilatométricas (Asociación técnicos cerámicos SACMI IMOLA, 1990; Barba et al., 2002).

La formación de silicatos amorfos se da entre 800 °C y 1000 °C lo que provoca una fuerte contracción con pérdida de porosidad. En las muestras analizadas se observa una segunda gran contracción, la cual inicia aproximadamente a 850 °C y se mantiene hasta completar el análisis. Entre 850 °C y 900 °C se observa una contracción que corresponde a la formación de metacaolín y/o reordenamientos de las formas cristalinas no perfeccionadas de silicatos aluminio anhidro, con liberación de sílice amorfa. La formación de mullita se produce por encima de 1000 °C, lo que no es muy frecuente que se produzca en materiales cerámicos de color rojo, ya que estos se suelen cocer a temperaturas inferiores a 1100 °C. La contracción que se observa entre 880 – 980 °C es debida al inicio de la sinterización de las muestras, sobre los 950 – 980 °C la contracción se mantiene por los procesos de recristalización hasta aproximadamente 1050 °C. A temperaturas más elevadas la contracción es debida a la sinterización de las fases existentes (Abajo, 2000; Barba et al., 2002; Chin et al., 2017; Manoharan et al., 2012).

Es importante resaltar que en las curvas dilatometricas no se presenta el buque característico de la descomposición de carbonatos, lo que confirma la baja concentración de estos en las muestras (Selmani et al., 2015; UCLM Escuela Politécnica de Cuenca - Jorge Velasco, 2018b). Durante la cocción los carbonatos se decomponen liberando dióxido de carbono y el óxido correspondiente, tal como se muestra a continuación:



Al descomponerse los carbonatos se liberará el dióxido de carbono y en el interior de la pieza quedará un residuo de óxido de calcio y óxido de magnesio, estos óxidos pueden reaccionar con la sílice presente en la muestra, dando silicato de magnesio $MgSiO_3$ y silicato de sodio (pseudowollastonita) $CaSiO_3$. Estos cristales contribuyen a la formación de estructuras cristalinas internas, lo que permite que la resistencia a la deformación de la pieza cocida aumente (Abajo, 2000).

2 Calorimetría Diferencial de Barrido y Análisis Termogravimétrico

Los análisis térmicos de las muestras de los materiales arcillosos aplicando las técnicas de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA), permiten determinar el flujo de calor (DSC) y los cambios de peso (TGA) que presenta cada muestra como función de la temperatura o el tiempo en una atmósfera controlada.

Al realizar las mediciones de manera simultánea la capacidad de análisis se mejora, lo que permite que la interpretación de los resultados se simplifique ya que se obtiene información concerniente al comportamiento de la muestra, que permite diferenciar entre eventos endotérmicos y exotérmicos no asociados a la pérdida de peso como la fusión y la cristalización, y aquellos que involucran pérdida de peso como la degradación.

2.1 Condiciones de las mediciones

Las mediciones de TGA y DSC se realizan en un equipo de análisis térmico simultáneo marca Thermal Analysis modelo SDT Q600. Para realizar las mediciones de TGA/DSC, la muestra se pulveriza y se coloca aproximadamente 10 mg en una celda de alúmina, en una atmósfera de aire sintético cuyo caudal es de 100 mL/min y la velocidad de calentamiento de 5 °C/min hasta alcanzar 1200 °C; se trabaja hasta esta temperatura con el fin de asemejar los procesos a nivel industrial.

2.2 Análisis cualitativo

El análisis cualitativo de los cambios que presentan las muestras se realiza mediante comparación de los termogramas para material arcilloso reportados en la literatura.

2.3 Termogramas de muestras arcillosas

Mediante los análisis térmicos se logra conocer la pérdida de masa que sufre el material en el calentamiento y es posible detectar las transformaciones que implican cambios energéticos, los cuales se deben tanto a los fenómenos físicos y químicos que se presentan en las muestras estudiadas. Los cambios presentados pueden ser endotérmicos (absorción de calor) y exotérmicos (desprendimiento de calor) (Plante et al., 2009). El tratamiento térmico proporciona información valiosa tal como la deshidroxilación

de la arcilla, que involucra la formación de fases de metacaolín, espinela y mullita bajo temperatura específica debido a la naturaleza de la arcilla. La fase de mullita se considera como una de las fases más importantes en la producción de baldosas cerámicas (Chin et al., 2017).

En las Figuras 61 – 63 se muestran las curvas obtenidas en el análisis termogravimétrico (TGA) y su primera derivada (DTG). La información obtenida mediante estas curvas son las pérdidas de masa durante el calentamiento de las muestras que dependerán de su composición. En las Figuras 64 – 66 se muestran las curvas obtenidas del análisis térmico diferencial (DTA) y su primera derivada, así mismo, en las Figuras 67 – 69 se muestran las curvas relacionadas con el flujo de calor (DSC) y su respectiva segunda derivada. Estas curvas informan de los cambios energéticos ocurridos durante el calentamiento de las muestras, el análisis registra los cambios endotérmicos o exotérmicos (Pu, Pang, & Jia, 2015).

Las muestras analizadas en las curvas de TGA presentan pérdidas de masa del 1,3 % al 2,0 % entre temperatura ambiente y 150 °C, que se le atribuyen a la eliminación de agua absorbida y adsorbida, es decir, a la evaporación del agua físicamente unida y el agua adsorbida entre capas. Esta deshidratación es una reacción endotérmica, el cual se relaciona con el pico endotérmico ancho que se observan en la curvas DTA y DSC (Chin et al., 2017; Eloussaief et al., 2011; Selmani et al., 2015).

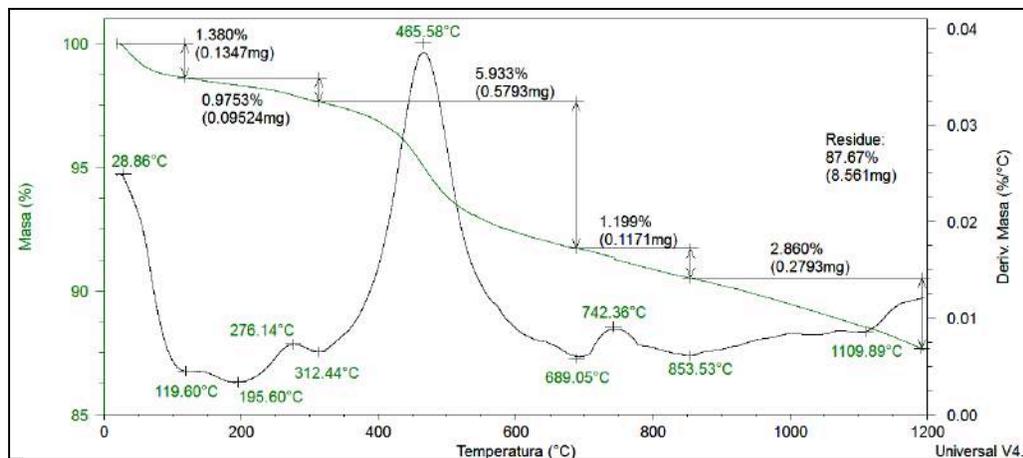


Figura 61. Curva TGA y DTG de la muestra Formación Guayabo

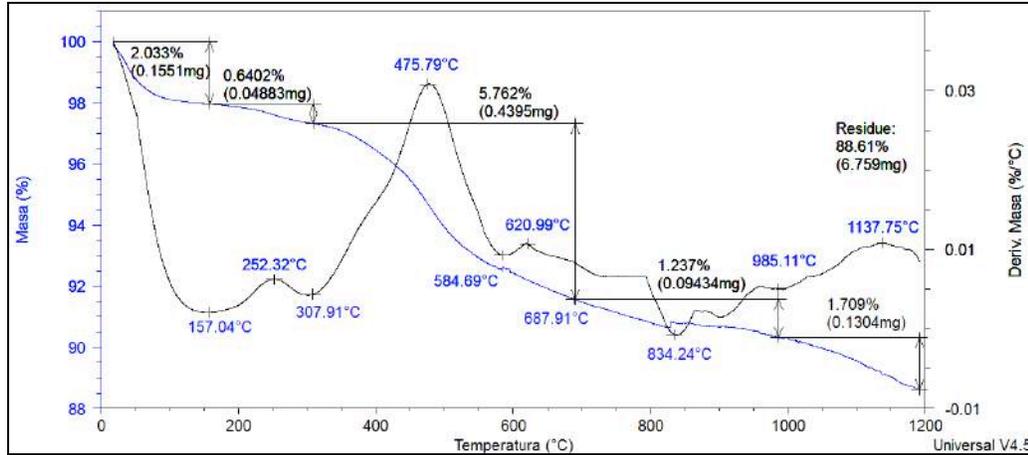


Figura 62. Curva TGA y DTG de la muestra Formación Carbonera

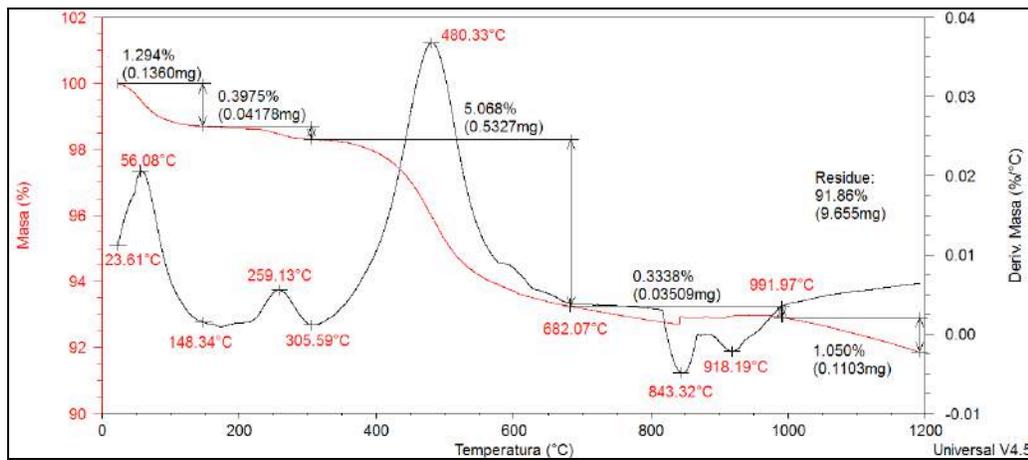


Figura 63. Curva TGA y DTG de la muestra Formación León

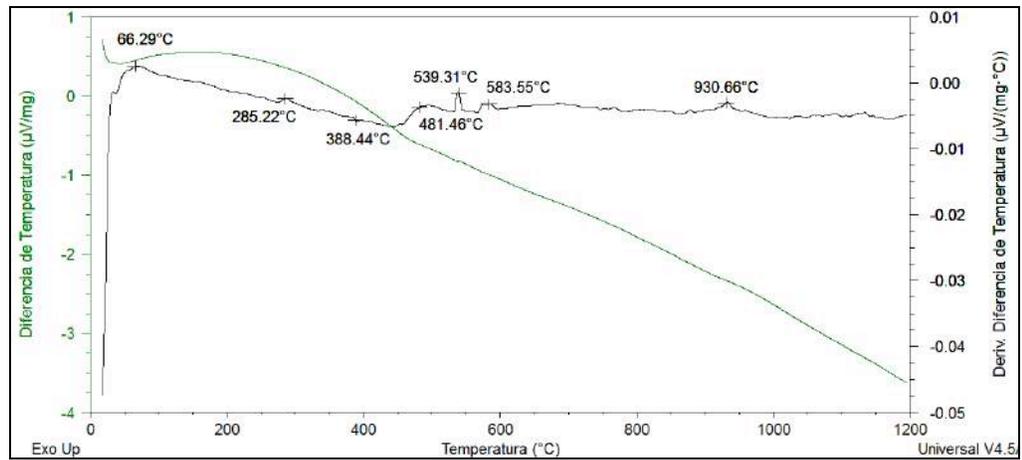


Figura 64. Curva DTA y su respectiva primera derivada de la muestra Formación Guayabo

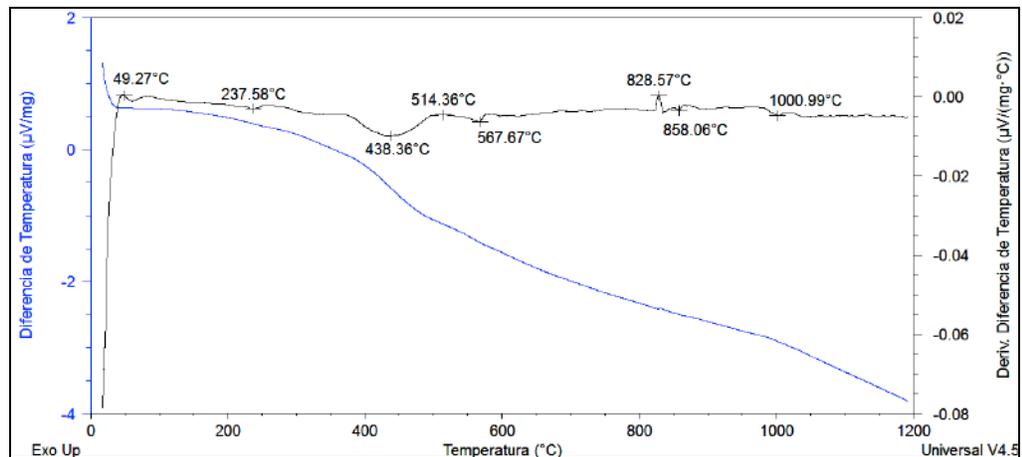


Figura 65. Curva DTA y su respectiva primera derivada de la muestra Formación Carbonera

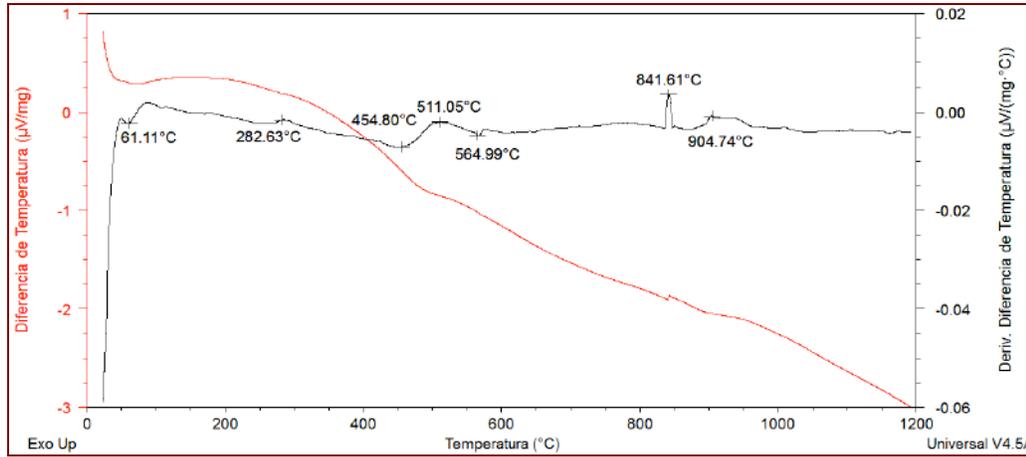


Figura 66. Curva DTA y su respectiva primera derivada de la muestra Formación León

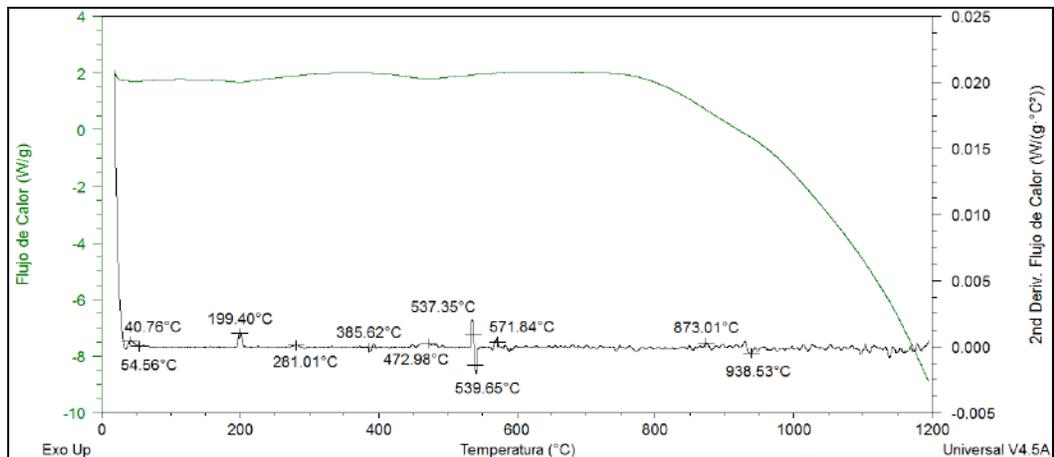


Figura 67. Curva DSC y su respectiva segunda derivada de la muestra Formación Guayabo

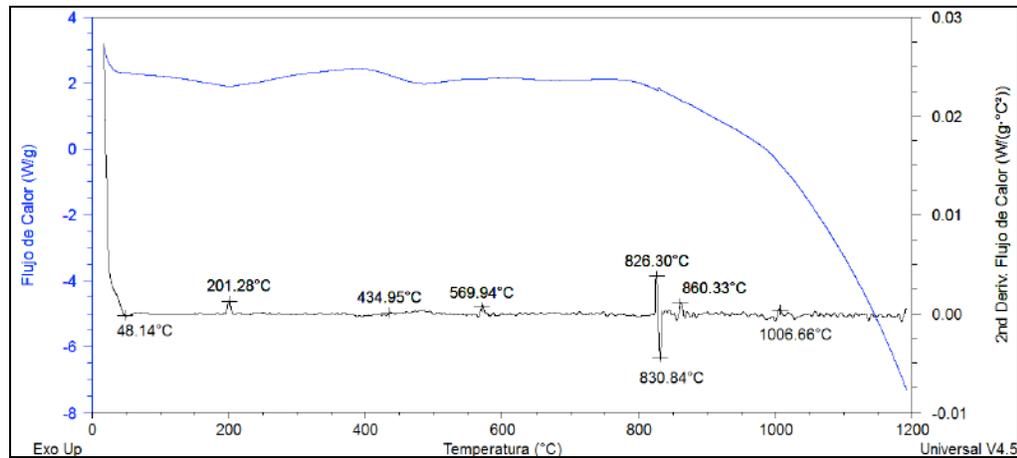


Figura 68. Curva DSC y su respectiva segunda derivada de la muestra Formación Carbonera

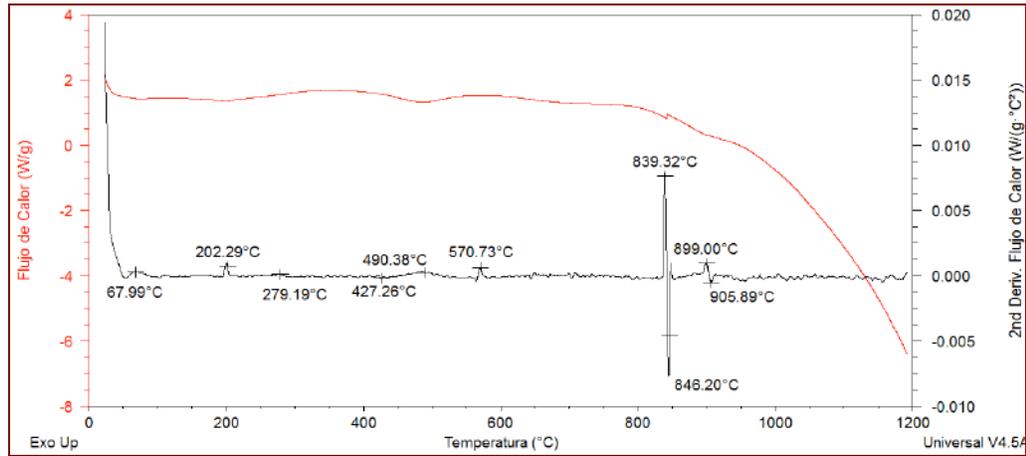


Figura 69. Curva DSC y su respectiva segunda derivada de la muestra Formación León

La descomposición de hidróxidos y otros minerales que contienen agua en la red cristalina proporciona picos endotérmicos, que frecuentemente caracterizan a minerales específicos; los cambios se pueden presentar entre 200 °C y 800 °C. La descomposición de compuestos que contienen oxígeno, como los sulfatos, carbonatos, entre otros, implican cambios entre 500 °C y 1200 °C (Manoharan et al., 2012).

Entre 300 °C – 500 °C se presenta un ligero pico exotérmico que corresponde a la oxidación de la materia orgánica cuya pérdida de masa es entre 0,4 % – 1,0 %. La pérdida de masa tiene valores bajo lo que significa que las muestras presentan poco contenido de este tipo de impureza (Plante et al., 2009).

Entre 400 °C – 500 °C ocurre una reacción endotérmica, la cual representa la deshidroxilación en el proceso de transformación de la caolinita en metacaolín, lo que

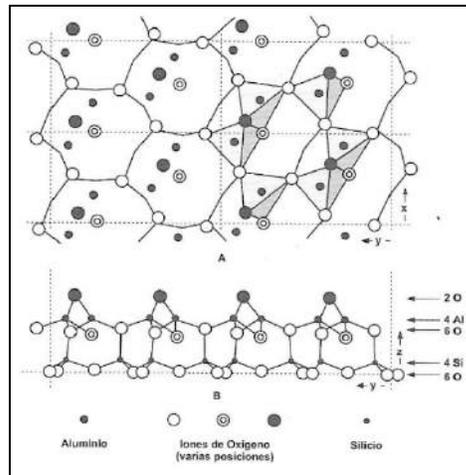


Figura 71. Estructura del metacaolín
Fuente: Barba et al., 2002.

Los cambios de conversión e inversión que experimenta la sílice al calentarse pueden ocasionar picos exotérmicos y endotérmicos, por los cambios de densidad que presenta. Para la sílice el análisis térmico es capaz de proporcionar información importante sobre las modificaciones del cristal de la sílice tales como la inversión de α a β cuarzo alrededor de $570\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Abajo, 2000; Barba et al., 2002; Moutou et al., 2012).

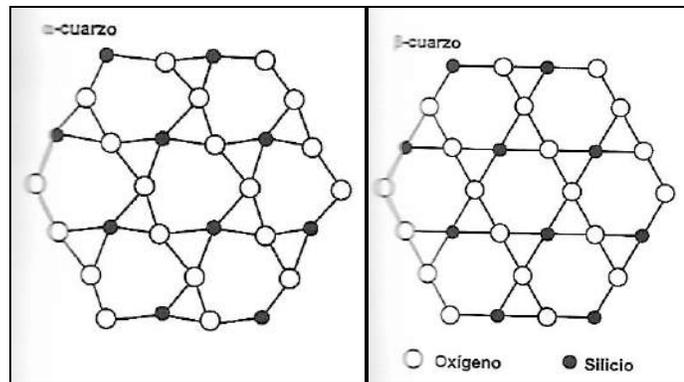


Figura 72. Estructuras del cuarzo
Fuente: Barba et al., 2002.

De la Figura 72, se observa que la inversión que sufre el cuarzo es sólo una variación estructural, pero no hay ruptura ni formación de nuevos enlaces (Barba et al., 2002).

La moscovita sufre dos eliminaciones de los grupos oxidrilos (OH) de la estructura cristalina siendo estas reacciones endotérmicas, a partir de los $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ocurre la primera pérdida. En la muestra se observa la segunda deshidroxilación progresiva en un amplio intervalo de temperatura de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ con un amplio efecto endotérmico (Chin et

al., 2017; Shoval & Beck, 2005). Al mismo tiempo se forman las nuevas estructuras como los silicoaluminatos, que corresponden a reacciones exotérmicas. En las curvas DTA y DSC entre 800 °C – 850 °C se observan estos cambios para la moscovita y para la formación de mullita a partir de los 900 °C. En las curvas de TGA las pérdidas de masa que se observan en el por encima de 700 °C se deben a las deshidroxilaciones presentadas en los minerales (Rossini R. et al., 1970).

Las reacciones de recristalización de fases amorfas o vítreas originan frecuentemente cambios exotérmicos bruscos. En las muestras se observa que entre 980 °C – 1150 °C ocurre una reacción exotérmica, que está asociada a la formación de mullita y a la redistribución de los aluminosilicatos (Selmani et al., 2015). El metacaolín formado a partir de la deshidroxilación de la caolinita, contribuye al proceso de mullitización, su formación inicia a temperaturas de 900 °C a 1000 °C, el perfeccionamiento y crecimiento de los núcleos de los cristales, por reacción de difusión de la sílice en los granos de alúmina, depende de la temperatura y de la naturaleza físico-química de sus componentes, tales como, el tamaño de partículas, forma cristalográfica, presencia de catalizadores, entre otros; su formación se acelera entre 1300 °C y 1400 °C y se hace mucho más rápida entre 1600 °C y 1700 °C. Cuanto mayor amplitud posea este pico aproximadamente a 980 °C, mayor será el intervalo de temperatura que limita dicha zona, y da indicios de la pureza de la caolinita, por ende, se genera un buen desarrollo cristalino. Tan pronto la fusión inicia, las fases cristalinas se disuelven en el fundido y reaccionan con la sílice para formar las nuevas fases (Chin et al., 2017; Mohsen & El-maghraby, 2010; Rossini R. et al., 1970; Vaculíková & Plevová, 2005).

Cuando se utilizan arcillas con carácter caolinítico para fabricar materiales cerámicos, la presencia de mullita en el producto final indica que ha sido de manera adecuada. La mullita al ser dura, químicamente resistente con estructura cristalina alargada proporciona una gran resistencia mecánica al material (Barba et al., 2002).

3 Curva de cocción diseñada

Con base en los análisis térmicos se establece una curva adecuada de cocción para las tres muestras, en la Figura 73 se muestra la curva de cocción y enfriamiento propuesta en donde se evidencia el tiempo, la temperatura, el gradiente y la mesa de calentamiento.

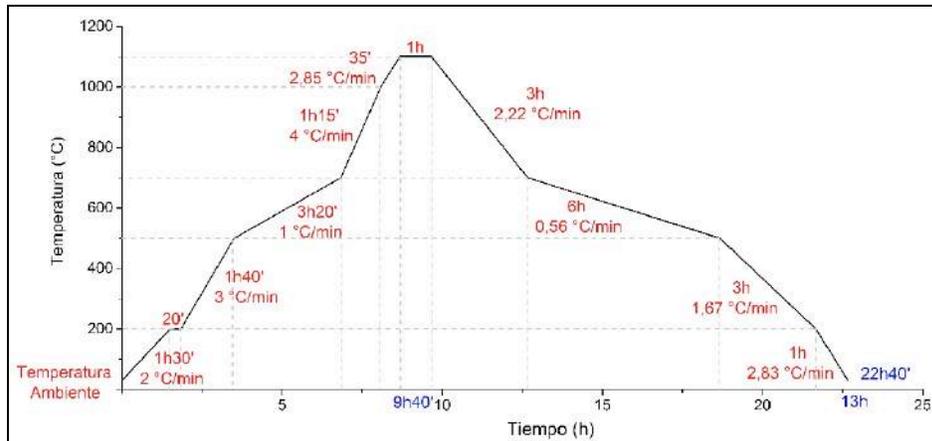


Figura 73. Curva de cocción diseñada

De temperatura ambiente a 200 °C se deja un gradiente de 2 °C/min con el fin de eliminar toda el agua higroscópica absorbida entre las capas del cristal y evitar el choque térmico, se debe tener en cuenta que las muestras ingresan al horno con un máximo de 1 % de humedad ya que el calentamiento en las muestras se da de afuera hacia adentro.

De 200 °C a 500 °C el incrementó de temperatura es de 3 °C/min, así de esta manera las muestras van a tener el tiempo suficiente para descomponer la materia orgánica y eliminar el agua de cristalización.

De 500 °C a 700 °C el gradiente establecido es de 1 °C/min, se hace de esta forma con el propósito que las transformaciones alotrópicas del cuarzo y las reacciones de deshidroxilación ocurran lo más lentamente posible y los cambios generados no causen tensiones al material. En este intervalo de temperatura la elasticidad de la muestra disminuye a medida que aumenta la temperatura, lo que lo hace más sensible a las tensiones.

A partir de 700 °C a 1000 °C el gradiente utilizado es de 4 °C/min, en este punto se debe asegurar que toda la pieza tenga la misma temperatura y se logra con el gradiente establecido anteriormente de 1°C/min, en este intervalo las reacciones de deshidroxilaciones se terminan, pero inicia el proceso de fusión. Al alcanzar la misma temperatura en la pieza se evitan generar fisuras y tensiones de tracción, que son aquellas que se derivan de las diferencias de contracción o dilatación que tienen lugar en la misma pieza. A partir de los 650 °C las piezas pasan del estado elástico al plástico, y ya no existen peligro de roturas, pero esto sólo se logra si toda la pieza tiene la misma temperatura, de lo contrario en la superficie de la pieza se encuentra en estado plástico y en el interior en estado elástico.

De 1000 °C a 1100 °C el gradiente es de 2,85 °C/min con el fin de que las reacciones de sinterización y cristalización se lleven a cabo. La mesa de una hora a 1100 °C tiene como

finalidad mantener la temperatura y de esta manera lograr completar las reacciones que se están llevando a cabo, es decir, que el material se sinterice correctamente.

En el enfriamiento el punto crítico que se considera es la transformación alotrópica del cuarzo, por esta razón entre 700 °C a 500 °C se utiliza un gradiente de 0,56 °C/min. A partir de los 500 °C el enfriamiento puede ser rápido ya que el material se encuentra en un estado priplástico y se adapta sin problemas a las tensiones derivadas del enfriamiento (Abajo, 2000).