

MONOCOCCIÓN RÁPIDA APLICADA A TEJAS DE ARCILLA

⁽¹⁾ J. Botega, ⁽¹⁾ E. Uggionia, ^(1,2) A. Michael Bernardin

⁽¹⁾ Tecnologia em Cerâmica, Universidade do Extremo Sul Catarinense,
Criciúma, Santa Catarina, Brasil

⁽²⁾ Tecnologia em Cerâmica, Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial,
Tijucas, Santa Catarina, Brasil
amb@unesc.net

RESUMEN

El objetivo de este trabajo ha sido la obtención de tejas de arcilla usando el proceso de monococción rápida. Se caracterizaron cuatro muestras de arcilla por medio de análisis químicos (FRX), mineralógicos (DRX), y de tamaño de partícula (difracción por láser) y se usó un diseño de mezclas para la formulación de ocho composiciones. Se secaron las composiciones, y se homogeneizaron con un 15% de humedad; luego se procesaron en un extrusor de laboratorio. Tras el secado (110°C, 24h), las formulaciones se cocieron en un horno de rodillos de laboratorio (1050°C, 55min) y luego se caracterizaron (absorción de agua y resistencia a la flexión, de acuerdo a las normas ISO). La temperatura de sinterización máxima de cada formulación se determinó por medio de dilatometría óptica (10°C/min) y la composición mineralógica por medio de DRX. Se usó el análisis de la varianza (ANOVA) para mostrar el efecto que tiene la composición química y mineralógica de cada mineral arcilloso sobre las propiedades de las composiciones finales. El estudio muestra la posibilidad de obtener tejas de arcilla con ciclos de cocción rápidos de 55min con un 7% en peso de absorción de agua.

1. INTRODUCCIÓN

Tras el secado, se somete a los productos de arcilla a cocción en hornos túnel durante varias horas (hasta 48h) a una temperatura que va de 850°C (ladrillos) a los 1200°C (tubos de cerámica). Tras el secado, los productos cerámicos tienen un contenido específico de agua residual, dependiendo de la eficacia del proceso. La fracción de masa del agua residual se elimina a continuación en el horno a temperaturas cerca de los 110°C [1-3].

Las reacciones que se dan en los productos de arcilla durante el proceso de cocción son de distinta naturaleza y dependen de la composición mineralógica de la arcilla. El primer fenómeno que se da en el horno es la eliminación de agua residual, un fenómeno físico, y los productos cerámicos experimentan una pérdida en peso sin contracción porque el agua atrapada en los poros se elimina. Entre los 200°C y los 300°C se da un proceso de deshidratación del mineral de montmorillonita. A temperaturas más elevadas, de 250°C a 300°C, se libera el hidroxilo de los hidróxidos (como el hidróxido de aluminio), y de 400°C a 500°C, se da la eliminación del agua de cristalización de varios minerales arcillosos. La descomposición de los minerales de arcilla se da de los 450°C a los 650°C, liberándose agua en forma de vapor (combinado químicamente con la caolinita, un constituyente fundamental de la arcilla, que contiene sílice y alúmina) [2,3].

Estas reacciones son todas endotérmicas, es decir, absorben energía. Sin embargo, también se producen reacciones exotérmicas, con una liberación de energía, debida a la combustión de sustancias orgánicas que están presentes, de forma natural, en las materias primas (o bien son añadidas a éstas). La transformación de α -cuarzo en β -cuarzo se da en torno a los 570°C, y va acompañada de una expansión significativa (durante el enfriamiento a esta temperatura se da el proceso de contracción) [1-5].

Si la arcilla contiene carbonatos, a los 550°C a 600°C estos comienzan un proceso de disociación. Primero, se disocia el carbonato de magnesio y a mayores temperaturas, sobre los 800°C, se disocia el carbonato de calcio, que es un mineral más abundante. Debe dejarse claro que estas reacciones se ven influenciadas por la velocidad de calentamiento y que la disociación de carbonato libera CO_2 y absorbe calor. Todas las reacciones dependen del tiempo y se necesita tiempo para que la distribución de calor sea uniforme en la pieza cerámica. Por encima de los 700°C se producen reacciones químicas entre la sílice y el óxido de aluminio y los elementos fundentes, con la consiguiente formación de silicoaluminatos complejos que generan dureza, resistencia mecánica, y estabilidad química y física de los productos cerámicos [1,6,7].

Cerca de los 800°C se da la expansión máxima del producto de arcilla. A esta temperatura es posible establecer un hombro más o menos amplio en la cocción o en las curvas dilatométricas de sinterización, abarcando un intervalo de temperatura hasta 900°C o 950°C, cuando se inicia la contracción de sinterización y, por

tanto, cuando se dan las transformaciones mineralógicas. La illita sufre contracción tras el pico de expansión a los 800°C aproximadamente. En secuencia, el producto de arcilla sufre una contracción súbita y rápida en un intervalo de temperaturas muy pequeño, y a menudo esto va ligado a la presencia de carbonatos en el mineral de illita, llevando a una expansión a temperaturas más elevadas que da como resultado un punto de inflexión característico a los 920°C aproximadamente en la curva del termograma [1,3].

Tras alcanzar la temperatura de cocción máxima, que es de 1000°C para los ladrillos, el producto empieza a contraerse y es ahí cuando ha de cortarse el suministro de combustible. El producto continúa contrayéndose y liberando calor en la atmósfera del horno, en contraste con las fases de precalentamiento e iniciales del proceso de cocción. Es interesante determinar las reacciones diferentes y los cambios dimensionales que suceden en distintos intervalos de temperatura, especialmente durante la fase de contracción [1,4-6].

Todas estas reacciones son bien conocidas en la técnica convencional de cocción y en los hornos de túnel de ciclo lento, en algunos casos, pueden durar hasta 24 horas sólo en lo que se refiere a la sinterización, esto sin mencionar las fases de calentamiento y enfriamiento [7]. Por tanto, el objetivo de este estudio ha sido el de evaluar la influencia de las materias primas en la sinterabilidad y en las propiedades, como la absorción de agua y la resistencia a la flexión, de las tejas de arcilla cuando son sometidas a ciclos de cocción rápidos usando un horno de rodillos de laboratorio.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se seleccionaron cuatro arcillas para este estudio. Las arcillas se caracterizaron por medio de difracción de rayos X (Philips, CuK α ($\lambda=1.5418\text{\AA}$)), operando a 30kV y 15mA, 2θ desde 0° a 70°, tamaño de paso de 0.05° y tiempo de residencia de 1s) y fluorescencia de rayos X (Philips, CuK α ($\lambda=1.5418\text{\AA}$)). Tras la caracterización, se secaron las arcillas (90°C, 24h) y se mezclaron de acuerdo con un diseño experimental de mezclas usando cuatro factores con restricciones, dando como resultado ocho formulaciones, tabla 1.

Tras el secado, se mezclaron las arcillas en un molino excéntrico (300mL, alta alúmina) de acuerdo con las formulaciones del diseño de la mezcla (tabla 1) y luego fueron extrudidas en un extrusor de laboratorio (muestras con las siguientes dimensiones: 3cm \times 1cm \times 10cm) con un 15% en peso en humedad; tras la extrusión, se secaron las composiciones (110°C, 24h). Las muestras de cada composición se prepararon también para dilatometría óptica (Misura, 10°C/min, 20°C a 1200°C). Finalmente, se cocieron un total de 10 muestras de cada composición en un horno de rodillos eléctrico de laboratorio (temperatura máxima de 1050°C, ciclo de 55min).

Tras el proceso de cocción, las muestras cocidas fueron sometidas a ensayos de absorción de agua y resistencia mecánica (Emic, 1mm/min) (de acuerdo con la ISO 10545).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los análisis químicos y de la fase se muestran en la tabla 1. Un contenido mayor de alcalinos y de Fe_2O_3 nos indica que la arcilla es más fundente, y el contenido de sílice y alúmina indica que la arcilla es más refractaria. Por tanto, la arcilla M presenta probablemente un comportamiento más fundente debido al contenido de alcalinos (8.1% en peso); la arcilla 3L y la VD son similares en cuanto al contenido de alcalinos (2.4 y 3.1% en peso, respectivamente), pero el contenido de óxido de aluminio de la arcilla 3L es mayor (19.8% por ciento en peso). Finalmente, la arcilla SA parece ser más refractaria debido a un contenido bajo de alcalinos (1.5% en peso) y un contenido mayor de sílice (72.2% en peso).

Arcilla	SiO_2	Al_2O_3	TiO_2	Fe_2O_3	MgO	K_2O	Na_2O	P_2O_5	Ppc	Fases
SA	72.2	14.4	1.3	3.3	0.4	0.9	0.2	0.0	7.2	Q, C, A, R
3L	60.8	19.8	1.0	8.2	0.6	1.7	0.1	0.1	8.1	Q, C, I, H
VD	67.8	15.3	1.3	5.8	0.7	1.5	0.9	0.1	7.1	Q, C, M
M	55.8	19.5	0.8	9.0	2.8	4.7	0.6	0.4	6.6	Q, C, I, Cl, R

Donde: Ppc=Pérdida por calcinación, Q=Cuarzo, C=Caolinita, A=Anatasa, R=Rutilo, I=Illita, H=Hematita, Cl=Clinocloro, M=Microclina.

Tabla 1. Composición química y mineral de las arcillas.

Con respecto a los minerales arcillosos, todas las arcillas presentan cuarzo y caolinita en su composición, y los dos son minerales refractarios. Las arcillas 3L y M contienen illita en su composición, lo que les da plasticidad además de ser beneficiosa para el proceso de extrusión, pero no se ha determinado esta propiedad para este trabajo. La arcilla 3L también contiene hematita, que le aporta al producto un color rojizo fuerte. Debido a que la composición de la arcilla 3L no es la que tiene el nivel más elevado de óxido de hierro, probablemente sea el Fe_2O_3 el que forme los minerales de illita o de clinocloro en la arcilla M, o incluso una fase amorfa en las arcillas SA y VD. La arcilla VD está formada por microclina y la M por clinocloro, un mineral arcilloso compuesto por Mg y Fe.

Se desarrolló un diseño de mezcla con 4 variables a partir del análisis de las materias primas, siendo las arcillas SA, 3L y VD los factores del diseño. El diseño de la mezcla se llevó a cabo con restricciones en la formulación, con el resultado de 7 vértices y un punto central, tabla 2.

Formulación (%)	SA	VD	M	3L	T _{sinter} (°C)	WAbs (%)	σ_c (kgf/cm ²)
1V	0.4	0.0	0.0	0.6	1091	7.8	165.3
2V	0.4	0.2	0.0	0.4	1092	10.1	233.1
3V	0.4	0.0	0.2	0.4	1073	7.3	256.4
4V	0.0	0.2	0.2	0.6	1064	8.7	185.8
5V	0.4	0.2	0.2	0.2	1053	9.7	354.7
6V	0.2	0.2	0.0	0.6	1089	10.6	238.2
7V	0.2	0.0	0.2	0.6	1083	6.3	208.4
8C	0.3	0.1	0.1	0.5	1075	7.2	226.7

Donde: V=vértices; C=Punto Central; Tsinter= Temperatura de velocidad máxima de sinterización; Wabs=absorción de agua; y σ_c =resistencia a la compresión.

Tabla 2. Diseño experimental de la mezcla (4 factores, con restricciones).

Los resultados para la temperatura de velocidad máxima de sinterización se muestran en la tabla 3 y la curva de contorno en la figura 1. Para el diseño elegido, un diseño de mezcla con 4 factores y restricciones, sólo se puede analizar el modelo lineal. Los resultados presentan una gran fiabilidad desde el punto de vista estadístico (96%, $p=0.04$) y un buen ajuste al modelo ideal ($R^2=86\%$).

Modelo	SS _{efecto}	Y _{efecto}	MS _{efecto}	SS _{error}	Y _{error}	MS _{error}	Ensayo F	Ensayo p	R ²
Lineal	1168	3	389.2	196.5	4	49.1	7.9	0.04	0.86
Total	1364	7	194.9						

En donde: SS=Suma de los cuadrados; γ =Grado de libertad; MS=Cuadrados promedio.

Tabla 3. Análisis de la varianza para la temperatura de velocidad máxima de sinterización.

La curva de contorno de la figura 1 muestra claramente el efecto de la arcilla M al reducir la temperatura de cocción, medida por la temperatura de velocidad máxima de sinterización, obtenida por medio de dilatometría óptica: la arcilla M tiende a reducir la velocidad de sinterización máxima por debajo de los 1010°C. La composición química de la arcilla M justifica su comportamiento (tabla 1). Sin embargo, estas temperaturas son mucho más elevadas que las usadas normalmente en los hornos cerámicos para los productos de arcilla.

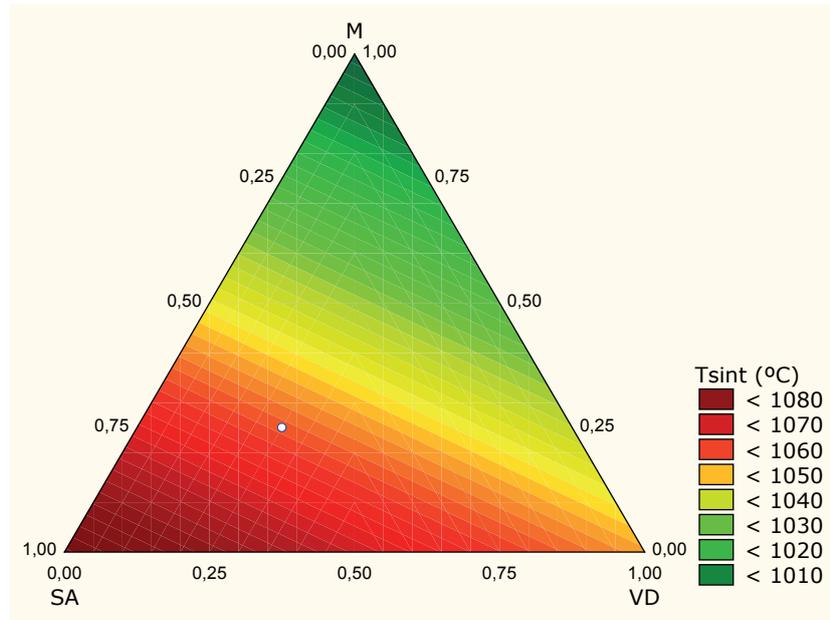


Figura 1. Líneas de contorno para la temperatura de velocidad máxima de sinterización, modelo lineal.

Con respecto a la absorción de agua, tabla 4, los resultados muestran un grado bajo de fiabilidad (60%, $p=0.40$) además de un pobre ajuste al modelo ideal, ($R^2=48\%$). Pero esta característica no es sorprendente en si misma, ya que la absorción de agua es una de las características más variables de los productos cerámicos.

Modelo	SS _{efecto}	Y _{efecto}	MS _{efecto}	SS _{error}	Y _{error}	MS _{error}	Ensayo F	Ensayo p	R ²
Lineal	10.7	3	3.55	11.4	4	2.86	1.24	0.40	0.48
Total	22.1	7	3.15						

En donde: SS=Suma de los cuadrados; γ =Grados de libertad; MS=Cuadrados promedio.

Tabla 4. Análisis de la varianza para la absorción de agua.

La curva de contorno de la figura 2 muestra el efecto de la arcilla VD al reducir la absorción de agua, observándose un grado de fiabilidad bajo de los resultados. A pesar de que la arcilla M es la más efectiva para la velocidad de sinterización, figura 1, aparentemente, la arcilla VD es la que más reduce la absorción de agua, al menos a la temperatura de 1050°C, usada para el ensayo. Probablemente, la acción de M es evidente sólo a temperaturas de aproximadamente 1200°C.

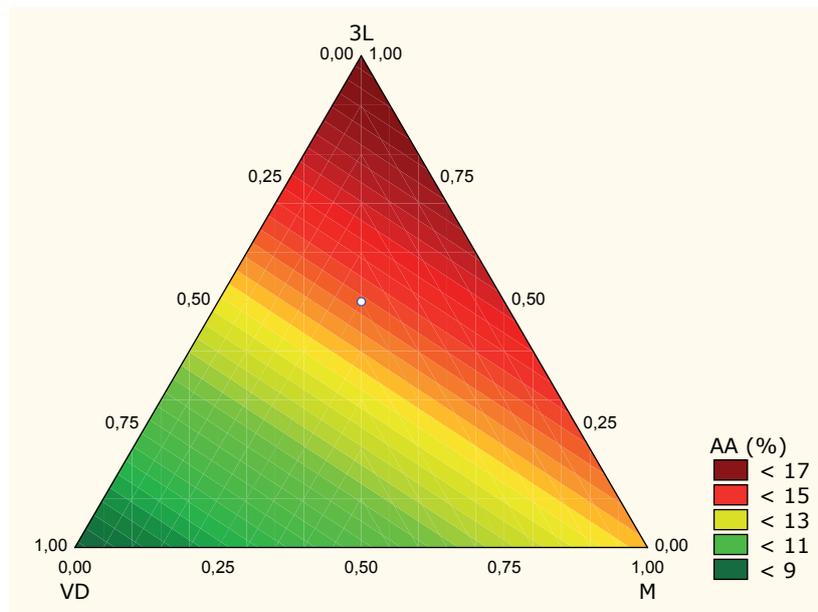


Figura 2. Líneas de contorno para la absorción de agua, modelo lineal.

Finalmente, en cuanto a la resistencia mecánica, tabla 5, la fiabilidad de los resultados vuelve a ser alta (95%, $p=0.05$) y se ajusta bien al modelo ideal ($R^2=83\%$).

Modelo	SS _{efecto}	Y _{efecto}	MS _{efecto}	SS _{error}	Y _{error}	MS _{error}	Ensayo F	Ensayo p	R ²
Lineal	19011	3	6337	3827	4	957	6.62	0.05	0.83
Total	22839	7	3263						

En donde: SS=Suma de los cuadrados; γ =Grados de Libertad; MS=Cuadrados promedio.

Tabla 5. Análisis de la varianza para la resistencia mecánica.

La curva de contorno de la figura 3 muestra nuevamente el efecto de la arcilla VD en la resistencia mecánica, teniendo en cuenta que también se ha determinado esta propiedad a 1050°C, temperatura usada en este estudio para reducir el ciclo de cocción. Las mismas consideraciones que se han tomado para la absorción de agua deberían de ser tenidas en cuenta para la resistencia a la compresión, es decir, el efecto de la arcilla VD en la densificación de las muestras incluso a temperaturas bajas (<1000°C).

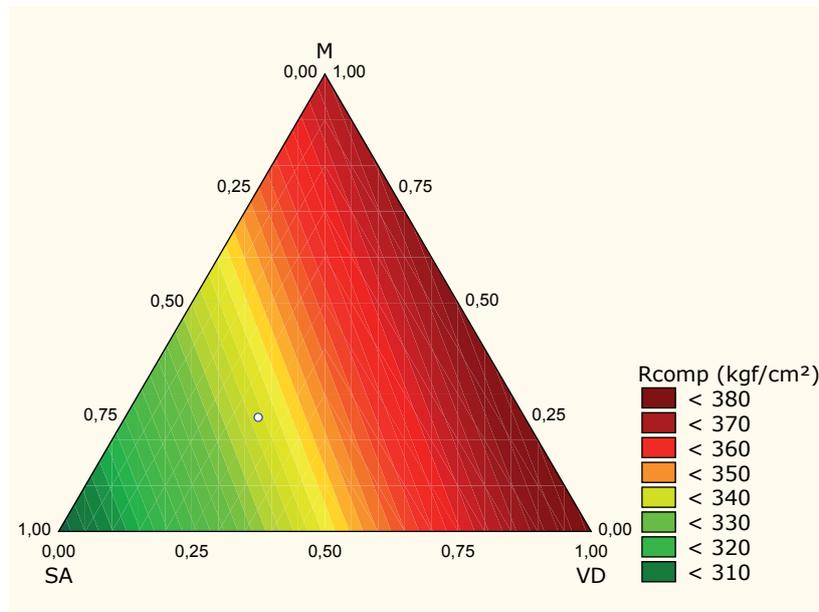


Figura 3. Líneas de contorno para la resistencia a la compresión.

4. CONCLUSIÓN

Los resultados muestran el efecto de la composición mineralógica y química de las arcillas objeto de estudio en las propiedades físico mecánicas de las composiciones finales. Las composiciones caoliníticas fueron más refractarias, con una resistencia a la compresión baja y un alto nivel de absorción de agua. Al aumentar la fracción de illita y microclina, y las fases fundentes, las composiciones se han sinterizado a temperaturas más bajas, haciéndose más resistentes y menos porosas. Las fases cristalinas presentes en la arcilla antes de la cocción son fundamentales para el desarrollo de cerámica tras la cocción, ya que afectan de forma directa a la conformación de las muestras y además a la microestructura final. La caracterización microestructural de las muestras cocidas está en curso, pero el uso del proceso de monococción rápida para la cerámica de arcilla es totalmente viable, ya que el estudio ha sido realizado con un ciclo de 55 minutos.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] [1] FACINCANI, E. Tecnología cerámica: I laterizi. Faenza: Faenza Ed., 1992.
- [2] GESICKI, A.L.D. Panorama produtivo da indústria de cerâmica vermelha em Mato Grosso do Sul. São Paulo: ABC, Cerâmica Industrial, v.7, n.01, p.44-50, 2002.
- [3] JAHN, T.J. et al. Influência da temperatura e velocidade de queima nas propriedades de tijolos comuns. São Paulo: 46o Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2002.

- [4] KAWAGUTI, W.M. Análise numérica e experimental de um forno intermitente para a queima de produtos cerâmicos. 2o Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, 2002.
- [5] MENDES, R.J.K. Resistência à compressão de alvenarias de blocos cerâmicos estruturais. Florianópolis: Dissertação de mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica Universidade Federal de Santa Catarina, 1998.
- [6] NICOLAU, V.P. Análise numérica e experimental de um forno túnel utilizado em cerâmica vermelha. IX Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências Térmicas, CIT02-0533, 2002.
- [7] SANTOS, G.M. Estudo do comportamento térmico de um forno túnel aplicado à indústria de cerâmica vermelha. Florianópolis: Dissertação de mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, 2001.