CAPITULO 3

3. MANUAL DE PROCEDIMIENTOS PARA UNA CORRECTA CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS NO-METÁLICAS.

Para el desarrollo de este capitulo nos basamos en la normativa **ASTM 2004 Vol. 15.02 Glass and Ceramic Whitewares** y de procedimientos desarrollados en la industria cerámica del Ecuador, tratando de adecuarlos a nuestras limitaciones tecnológicas, tomando en cuenta que el objetivo de la creación del Laboratorio esta enfocado al análisis de los materiales no metálicos usados en la industria de cerámica tradicional del país.

Las prácticas de laboratorio aquí descritas nos permiten conocer de manera didáctica las propiedades físico - químicas de algunas materias primas comúnmente usadas, así también, su reología.

3.1. PRÁCTICA 1: Reducción de Tamaño de Grano.

Propósito.- Lograr mediante procesos mecánicos la reducción del tamaño de grano de una muestra de materia prima desde su tamaño en estado natural hasta un tamaño que permita realizar trabajos de caracterización.

Síntesis.- El grado de reducción de tamaño que se logra por medio de cualquier maquina se la describe por la *relación de reducción.* Por lo que hay que tener en cuenta que la trituradora de rodillos se utiliza para tamaños de grano menores a los 2 cm de diámetro, mientras que el molino de Bolas la relación de reducción esta dada por la velocidad de rotación, la distribución de tamaños de los medios de molienda (bolas) y el tiempo de molienda.

Equipos y Materiales.

1. Horno eléctrico Triturador de Rodillos.
2. Molino de Bolas (Tambor y bolas de Alumina)
3. Mazo de Caucho
4. Martillo
5. Balanza electrónica.
6. Bandejas plásticas o metálicas.
7. Cronometro.

Procedimiento.

1. Obtener un kilogramo de la muestra de análisis del lote de materia prima.
2. Usando el mazo de caucho o el martillo dependiendo de la dureza del material se trata de reducir lo máximo posible el tamaño de grano, además, se trata de dispersar la muestra.
3. La muestra dispersa se coloca en una bandeja metálica y se la introduce en el horno secador a unos 105 °C por 12 horas para eliminar completamente la humedad.

Triturador de rodillos.

1. Se selecciona mediante los tornillos de ajuste la separación deseada de los rodillos, de acuerdo al tamaño del material de ingreso.
2. Se coloca en material seco en la tolva de ingreso procurando que no se aglomere el material al ingreso, evitando que pase a los rodillos de trituración.
3. Se enciende la trituradora desde la botonera ubicada en la pared y se presiona con el pie el embrague para poner a funcionar los medios de trituración y comenzar así la reducción de tamaño.

4. El material reducido cae en la bandeja metálica propia de la maquina donde se almacena antes de pasar a la siguiente etapa de molienda.

Molino de Bolas.

1. Se comprueba que el tambor y los medios de molienda estén completamente secos para que el material no se adhiera.
2. Se coloca el material de la trituración en el molino de bolas procurando que ocupe no más del 40% del volumen del tambor.
3. Los medios de molienda deben tener tamaños distribuidos de manera que ocupen todos los intersticios posibles de molienda.
4. Seleccionar la velocidad en RPM en el controlador digital del sistema de rodillos, las cuales dependiendo el proceso y el tipo de material.
5. Se coloca el molino en los rodillos y se controla el tiempo de molienda con el cronometro.
6. Acabado el tiempo de molienda se descarga el contenido del molino en un tamiz ASTM No. 8 o 10, con el fin de que el material molido pase al recipiente plástico y las bolas de Alumina se queden en el tamiz.

3.2. PRÁCTICA 2: Análisis Granulométrico (Clasificación de Partículas.)

Propósito.- Medir la habilidad o inhabilidad de una partícula de un tamaño determinado a pasar por un abertura de malla especifica, mediante lo cual se logra distribuir en diferentes números de mallas diferentes tamaños de grano de una muestra.

Síntesis.- Hay que tomar en cuenta que este método no presenta como resultado el tamaño de partícula de un material, simplemente la distribución de tamaño de grano en estado natural, es decir, la muestra en estado natural mediante vibración se obliga a pasar a través de las aberturas que presentan las mallas a partículas de menor tamaño

Equipos y materiales.

1. Sistema ROTAP (Tamizadora).
2. Seis Tamices certificados ASTM (No 60, 100, 140, 200, 270, 325) con sus respectivas aberturas de malla (250 µm, 150µm, 106 µm, 75 µm, 53 µm, 45µm)
3. Tapa superior metálica y Bandeja de fondo ciego.
4. Balanza Electrónica.

Procedimiento.

1. Seleccionar muestra significativa del material a analizarse de peso mayor a un kilogramo en estado natural.
2. Se coloca en el secador de resistencias por 24 horas con la finalidad de eliminar cualquier residuo de humedad que existiese.
3. Se pesa en la balanza electrónica 1 Kg. del material completamente seco, tomando en cuenta no desperdiciar nada.
4. Se colocan los tamices en orden ascendente comenzando por el fondo ciego seguido por el de menor abertura de malla (325 µm) terminando finalmente con el de mayor abertura (60 µm), las mismas que se colocan en la tamizadora.
5. Se vierte contenido (1 Kg.) tomado para analizarse sobre la malla superior controlando que no quede ningún residuo en el recipiente que lo contenía para evitar errores de peso.
6. Se coloca la tapa y se prende el equipo ROTAP por 10 minutos, la cual mediante movimientos elipsoidales horizontales y un balanceo superpuesto ayudado por golpes longitudinales de arriba hacia abajo facilitaran el paso del material a través de los tamices distribuyéndose de mejor manera en sus tamaños correspondientes.

7. Una vez terminada la agitación se procede a apagar el equipo y pesar en la balanza electrónica los residuos de material que se ha distribuido en cada tamiz.
8. Comenzando por el tamiz superior hasta llegar al fondo ciego, se aconseja usar un cepillo de cerdas suaves para retirar el material que se queda en las aberturas del tamiz y en los bordes del marco y la malla.
9. Se anotan la cantidad de material pesado en cada tamiz y si, su suma total es inferior a 980 gramos toca repetir la practica ya que se ha perdido demasiado material en a manipulación del proceso.
10. Los tamices limpios con sus respectivo fondo y tapa son colocados nuevamente donde se los encontró al comienzo de la practica.

Presentación de resultados.

1. Presentar al encargado las gavetas plásticas con las fracciones granulométricas etiquetadas con sus pesos y el número del tamiz del que se recogió.
2. Confeccionar una curva de distribución granulométrica que represente el rechazo acumulado vs. el Logaritmo de la abertura de la malla.

3. Confeccionar una curva de distribución granulométrica que represente el paso acumulado vs. el Logaritmo de la abertura de la malla.
4. Rechazo simple de cada tamiz vs Logaritmo de la abertura de la malla.
5. Paso simple de cada tamiz vs Logaritmo de la abertura de la malla.

Para el desarrollo de estas curvas se ayudara del siguiente cuadro para el tratamiento de datos del apéndice J.

3.3. PRÁCTICA 3: Determinación De pH.

Propósito.- Este método describe un procedimiento para determinar los valores de pH de arcillas o polvos no metálicos en suspensiones acuosas.

Síntesis.- Se ha demostrado experimentalmente que el valor de pH de suspensiones de arcilla y polvos no metálicos en agua dependen en largamente de los elevados porcentajes de sólidos. Algunos procedimientos esperan la sedimentación de los sólidos antes de hacer la determinación, mientras que otros hacen la inmersión del electrodo del medidor de pH dentro de la suspensión. Los valores de pH de una materia prima son muy importantes ya que un material muy básico o muy ácido tiene incidencia en la reología.

Equipos y materiales.

1. Horno eléctrico con control de temperatura para mantener la muestra a 105 ° ± 2 ° C.
2. Mezclador de alta velocidad.
3. Agitador de velocidad variable.
4. Mortero con su respectivo mazo de molienda.

5. Platillos de Aluminio.
6. Balanza electrónica.
7. Probeta de 500 ml.
8. Medidor de pH portátil o de mesa.
9. Vaso de precipitación, Beaker 400 ml.
10. Agua desionizada y destilada. (Tipo II según ASTM D-1193)
11. Solución de calibración de pH 7.0 y pH 4.0 para la calibración del medidor.

Procedimiento.

1. Calibrar el medidor de pH.
2. Se toma una muestra representativa del lote de materia prima.
3. Todos los materiales no metálicos a excepción de los slurry deben haber sido secados a 105° C por 24 horas.
4. Colocar en el recipiente del mezclador de alta velocidad 225 ml de agua tipo II y adicionar 25 g. de muestra seca.
5. La suspensión resultante se agita a alta velocidad por exactamente 10 minutos y transfiere al Beaker de 400ml.
6. Se introduce el electrodo del medidor de pH en la suspensión y se anota su valor estable de pH.

3.4. PRÁCTICA 4: Elaboración de un Slurry.

Propósito.- Generar suspensiones a partir del material no metálico seco que permitan conocer algunas propiedades en estado liquido.

Síntesis.- Como se sabe muchas de las materias primas que se utilizan en la industria cerámica tradicional del país son arcillas y para la realización de algunas pruebas que permitan comprobar sus propiedades necesitan formar slurrys o suspensiones arcilla – agua.

Equipos Y Materiales

1. Balanza Electrónica
2. Recipientes plásticos o metálicos de 1litro de volumen.
3. Agitador mecánico.
4. Agua destilada y desionizada TIPO IV según norma ASTM D1193 (Ver Apéndice J).
5. Solución de Silicato de Sodio al 10% (Aditivo defloculante)

Procedimiento.

1. Se selecciona el material que se desea analizar este puede estar seco o húmedo, tener en cuenta si el material se disuelve

con facilidad en el agua es decir es plástico o necesita un pre-proceso de molienda y se pesa 1 kilogramo en la balanza.

2. En el recipiente se colocan 200 ml de agua destilada y se coloca en el agitador mecánico a velocidad moderada, poco a poco se añade el material seco de manera que la suspensión no se torne muy espesa.
3. Se añade agua de ser necesario hasta formar la suspensión, si no deflocula la suspensión se añaden gotas de Silicato de sodio para que ayude a deflocular la muestra.

3.5. PRÁCTICA 5: Determinación de Densidad y Porcentaje De Sólidos usando el Picnómetro.

Propósito.- Determinar la densidad de las suspensiones agua – arcilla y poder calibrar el picnómetro usado para hacer esta determinación.

Síntesis.- Los sólidos contenidos en los sistemas Agua – arcilla pueden ser determinados por dos maneras; evaporando toda el agua y calculando el porcentaje de sólidos o determinando la densidad del sistema y calculando el porcentaje de sólidos.

Todo instrumento usado para medir la densidad de un slurry debería ser calibrado para contener un volumen exacto de agua.

Equipos y Materiales.

1. Picnómetro, recipiente cilíndrico con tapa de acero inoxidable, calibrado para contener 100,00 ± 0.005 ml
2. Termómetro, con rango de 0° C a 100° C para medir la temperatura del agua y del slurry.
3. Balanza, para capacidad de 500.0 gramos ± 0.01 gramos.
4. Agitador Mecánico de Velocidad Variable.
5. Horno de temperatura controlable.
6. Agua destilada y desionizada.

Procedimiento.

A.- CALIBRACION DEL PICNOMETRO.

1. Revisar que el picnómetro este limpio y seco.
2. Tare el picnómetro en la balanza.
3. Llene con agua desionizada a temperatura ambiente.
4. Cuidadosamente tape el picnómetro evitando perder agua. Algo de agua se vera obligada a salir por el orificio de ventilación de la tapa lo que asegura un llenado exacto.
5. Con toallas de papel seque externamente todo el recipiente.
6. Vuelva a pesar el picnómetro con el agua contenida usando la escala tarada en la balanza. Anote dicho peso.
7. Remueva la tapa y mida la temperatura del agua.
8. Usando un grafico adicional de Densidad de Agua vs. Temperatura (Ver apéndice J) y mediante la siguiente relación determine el volumen ocupado por el agua.

$$Volumen\ cc = \frac{Peso\ del\ agua\ (g)}{Densidad\ del\ Agua\ (g/cc)\ a\ X°C}$$ **ecuación 3.1.**

9. Si el volumen no esta dentro del rango 99.95 y 100.05 ml (cc) entonces, la copa del picnómetro debe ser calibrada.

10. Para incrementar la capacidad de la copa, se lija suavemente las paredes interiores usando un papel lija fino (# 600).
11. Para disminuir la capacidad de la copa suavemente lije el borde de superior de la copa con papel de SiC, quedando completamente plano para que no exista fuga al colocar la tapa.

B.- MEDICION DE LA DENSIDAD Y CONVERSIÓN A PORCENTAJE DE SÓLIDOS.

1. La muestra de slurry debe ser representativa y tiene que estar bien agitada, no debe estar en reposo por más de 10 minutos.
2. Llevar al agitador mecánico para homogenizar la muestra evitando así la sedimentación, a baja velocidad para evitar que ingrese aire al slurry y disminuya el volumen en el picnómetro.
3. Tare el picnómetro calibrado usando la balanza.
4. Llene el picnómetro con el slurry recién agitado.
5. Coloque la tapa verificando si escapa slurry por el orificio superior lo cual nos certifica que esta completamente lleno.
6. Limpie el exceso de slurry de la tapa y las paredes picnómetro.
7. Pese el picnómetro lleno en la balanza con la tara anterior y anote el resultado para calcular la densidad.

Para obtener la Densidad a partir del Peso.

$$P = \frac{W}{V} = \frac{W}{100.00}\ (g/cc) \qquad \textbf{ecuación 3.2.}$$

W = Peso de la Muestra.

V = Volumen del Picnómetro 100.00 cc.

P = Densidad del Slurry.

Para obtener el % de Sólidos a partir de la Densidad.

$$\%Solidos = \frac{P - Pw}{P} \times 1.625 \times 100 \qquad \textbf{ecuación 3.3.}$$

P = Densidad del Slurry.

P_W = Densidad del Agua a la temperatura de trabajo.

F = 1.625 (Factor de densidad para Arcillas u otro material No metálico.)

Para trabajos de alta precisión, o si la variación de temperatura es alta se compensa la formula de % Sólidos usando el siguiente artificio.

$$\%Solidos = \frac{P - Pw}{P} \times \frac{Pc}{Pc - Pw} \times 1.625 \times 100 \qquad \textbf{ecuación 3.4.}$$

Donde;

P_C = Densidad del Material No-Metálico Seco.

3.6. PRÁCTICA 6: Determinación del Valor Máximo de Pandeo En Quema.

Propósito.- Conocer la deformación de un material, la misma que se mide según la cantidad de milímetros que se pandee la probeta de practica durante el quemado, lo cual es necesario para prevenir deformaciones en el producto industrial al momento de la quema.

Síntesis.- Cuando un material cerámico se encuentra en proceso de sinterización, todos los elementos que lo componen comienzan a fundirse hasta lograr obtener las propiedades mecánicas características, este proceso en productos cerámicos terminados puede generar problemas ya que las piezas se pueden escurrir y cambiar su presentación final, esto se debe a las propiedades exclusivas de cada uno de los óxidos presentes, por esa razón es que determinamos ese factor mediante el pandeo presente en las barras de prueba, por acción de la gravedad la barra se pandea en el momento de la sinterización.

Equipos y Materiales.

1. Moldes de Yeso (Barras 260 x 20 x 15 mm)
2. Calibrador vernier.
3. Soportes de cerámica.

4. Papel milimetrado.
5. Mufla con controlador electrónico de temperatura.
6. Equipo de Seguridad.

Procedimiento.

1. Con la materia prima a analizarse y realizando los pasos anteriormente mencionados se crea un slurry tamizado por malla ASTM No. 100 y con un peso especifico de 1600 Kg/m^3.
2. Se coloca el molde para la barra (espécimen de análisis.) de manera que no se desperdicie material por los bordes, tomando en cuenta que debe estar completamente lleno el reservorio.
3. Se comprueba la formación de la barra por vaciado mediante el tacto, introduciendo el un dedo en el reservorio y comprobando la formación del espécimen, no se especifican tiempos ya que cada slurry dependiendo del material tiene una velocidad de formado diferente.
4. Una vez listo se desconcha la barra y se mide 160mm con el calibrador, que es la medida que tendrá la barra de trabajo que usada en este ensayo.
5. Secar por 24 horas al ambiente y 12 horas en el secador a 100° C para eliminar completamente la humedad de la pieza.

6. Se coloca la barra de 160mm sobre los soportes cerámicos como se muestra en la Fig. 3.1. uno en cada extremo.
7. Se procede a introducir todo el conjunto a un proceso de quema previamente descrito que vaya desde la temperatura ambiente hasta los 1200° C (Curva de Quemado)
8. Después del proceso de quema se coloca la barra sobre el papel milimetrado ajustando sus extremos a los indicadores de la hoja milimetrada y se mide en milímetros desde el punto 0,0 hasta el punto mas bajo de la barra pandeada que será el punto centro, es decir, a 80 mm de cada extremo.
9. Se anota dicho valor en milímetros.

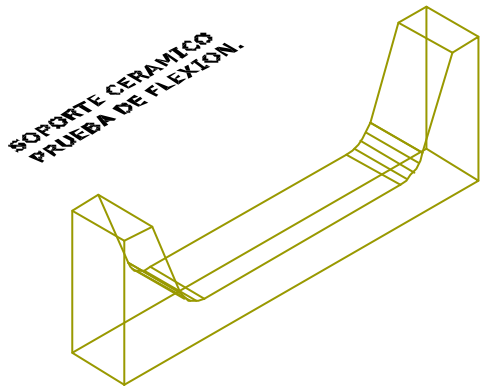

FIGURA 3.1. Soporte Cerámico.

3.7. PRACTICA 7: Determinación del Modulo de Ruptura en Seco para Arcillas y Cuerpos Cerámicos. (REF. ASTM C 689 – 03a)

Propósito. - Presentar un método para preparación de especimenes de prueba ya sea por vaciado, extrusión o prensado en seco hechos de arcillas o materiales semejantes y dar un detalle descriptivo de la Maquina de ensayos.

Síntesis.- La prueba de Modulo de Ruptura en Seco es ampliamente usada como una medida del poder de compactación en seco de las arcillas empleadas en la formación de cerámicos. Ya que dependen del grado de Defloculación de la suspensión para el caso del especimenes hechos por vaciado, secado de las barras de prueba en atmósferas saturas de humedad, imperfecciones en la superficie del espécimen o vacíos (poros) en el interior, todos estos son factores que alteran los valores obtenidos de Módulos de Ruptura.

Equipos y Materiales.

Los siguientes equipos de Laboratorio son necesarios para la preparación de los especimenes por vaciado y prensado en seco.

1. Horno de Secado, es un secador eléctrico con control de temperatura para mantener la cámara a 105° ± 2° C.

2. Balanza, con capacidad de 2000 gramos.
3. Beaker de acero inoxidable capacidad 1200 ml.
4. Agitador Mecánico de velocidad variable.
5. Desecador
6. Moldes de Yeso, para formar barras de 260 x 20 x 15mm
7. Fundas de polietileno.
8. Espátula metálica.
9. Desecador.
10. Maquina de Prueba 405A UNIVERSAL SAND STRENGTH MACHINE, Dietret Detroit.
11. Calibrador vernier

Procedimiento para la preparación del espécimen.

Observación: Según la norma ASTM se recomienda usar barras cilíndricas de 12.8 mm. de diámetro y 114mm. de longitud, pero modificamos el espécimen por facilidad de trabajo basándonos en métodos usados en los laboratorios de CISA (Edesa).

A.- ESPECIMEN POR VACIADO.

1. Se sigue el mismo procedimiento de la práctica anterior para la formación del slurry de vaciado y la formación de la barra con el molde de yeso.

2. Pero esta vez se utilizara la porción de 100 mm sobrante de la Practica 6.

B.- ESPECIMEN FORMADO POR PRESNSADO EN SECO

1. Se seleccionan 1100 g. de muestra.
2. La muestra de arcilla es secada y pulverizada.
3. Exactamente 1000 gramos de material seco y pulverizado se mezclan en un mortero con 100ml de agua desionizada.
4. Después de 5 minutos de mezcla se examina la consistencia de la mezcla debe estar húmedo pero no mojado, se retira con una espátula el material del mortero y se envuelve en fundas de polietileno por 2 horas.
5. Se saca el material de las bolsas de polietileno y se agregan 50 gramos de material seco y pulverizado y se homogenizan bien por 2 minutos hasta obtener una masa plástica.
6. Esta masa se coloca en un molde rectangular de dimensiones 100 x 20 x 15 mm. diseñada exclusivamente para nuestra prensa hidráulica.

C.- SECADO DE TODAS LAS MUESTRAS.

1. Las barras hechas por vaciado o prensado so colocadas en el horno eléctrico a una temperatura de 105 ° ± 2° C. por 24 horas.

2. Al salir del horno secador se colocan las barras en un desecador par evitar que absorban humedad del ambiente.
3. Las condiciones del lugar donde se realice el ensayo debe tener una humedad relativa del 50%.

PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA.

Las barras preparadas como previamente se describió son utilizadas para medir el modulo de Ruptura en seco de la siguiente manera.

1. Las barras enfriadas se retiran del horno y son colocadas de una en una en la maquina de ensayos de Ruptura (cualquiera de las 2 mencionadas), la carga de Ruptura en Libras es anotada, tomando en cuenta siempre los tres puntos, dos de apoyo y uno de carga
2. Las velocidades de avance dependen del tipo de maquina que se este usando.
3. La carga aplica al espécimen debe ser uniforme y en ninguno de los casos exceder 1 lbf / min (4.4 N / min)
4. Las dimensiones de las secciones rotas son medidas con el vernier y anotadas.

5. Los valores de los Módulos de Ruptura deben ser calculados con los datos disponible y expresados en **psi (libras / pulgada cuadrada)**, y se calculas de la siguiente manera.

$$MOR = \frac{3PL}{2BD^2} \qquad \textbf{ecuación 3.5.}$$

Donde;

MOR = Modulo de Ruptura (lb / pulg^2)

P = Carga de Ruptura en libras.

L = Avance (pulg.)

B = Ancho de la barra (pulg.)

D = Espesor del espécimen (pulg.)

Presentación de Resultados.

Al momento de la presentación de informe de la práctica adjuntar:

- Tipo de material (nombre)
- Dimensiones de la barra de prueba.
- Tipo de maquina que se utilizo.
- Carga máxima de ruptura.
- Incrementos de la carga.
- Dimensiones del espécimen roto.
- Condiciones de humedad del lugar del ensayo.

3.8. PRÁCTICA 8: Determinación de Humedad Libre. (Ref. ASTM C324-01)

Propósito.- Determinar el grado de humedad con el que se encuentra la materia prima en su estado natural o antes de entrar a su respectivo almacenaje.

Síntesis.- En los materiales no-metálicos podremos encontrar hasta tres tipos de agua retenida. La primera es el agua de cristalización, aquella que se encuentra intrínseca en la formula y se elimina con temperaturas entre los 400° y 500° C. la siguiente, el agua superficial presente en un fina capa en las superficies de las arcillas la cual depende del tipo de aniones y cationes presentes. Finalmente hay una pobre porción de agua, la cual es probablemente la continuación de la capa superficial de humedad, se visualiza como una capa que orienta las moléculas de agua hacia la superficie más lejana posible de la arcilla.

Equipos y Materiales.

1. Balanza electrónica con precisión de ±0.01 g.
2. Secador de lámparas infrarrojas.
3. Platos de aluminio con capacidad para 100 g.

Procedimiento.

1. Obtener una muestra no menor a 1000 g. del lugar de almacenamiento o de su estado natural.
2. Triturar o esparcir la muestra.
3. Tare el plato de aluminio en la balanza.
4. Coloque 100 g. exactos de la muestra en el plato de aluminio.
5. Coloque el plato con la muestra en el secador de lámparas infrarrojas (90° - 105° C), para practicas breves, como solo desea evaporar el agua superficial es suficiente con 30 min.
6. Saque la muestra del secador (no pasar de 1 minuto) y pese solamente el material seco sin el plato de aluminio.
7. Para saber el porcentaje de humedad contenido en la muestra se procede a realizar el siguiente cálculo:

$$\%Humedad = \frac{Ww - Wd}{Ww} \times 100$$ **ecuación 3.6.**

Donde:

Ww: Peso del material húmedo.

Wd: Peso del material seco.

3.9. PRÁCTICA 9: Análisis de Residuos en Malla Húmeda. (Ref. ASTM C325-81)

Propósito.- El método de análisis mediante malla húmeda nos permite tener una idea del porcentaje de residuos orgánicos como plantas, raíces y rocas presentes en el material en su estado natural, este método no es aplicable a materiales seco ya molidos ya que el residuo obtenido en la malla es insignificante.

Síntesis.- El análisis en malla es un modo directo y valido de determinar el contenido de material burdo o grueso contenido en las arcillas.

Equipos y Materiales.

1. Horno eléctrico o secador con control de temperatura.
2. Platos de aluminio para secar la muestra, capacidad de 500 g.
3. Mallas de prueba de números ASTM # 100 – 140 – 200 – 325, las cuales deben tener su tamiz en perfectas condiciones.
4. Mezclador mecánico de alta velocidad.
5. Balanza Analítica (0.001g.)
6. Botella de Agua o Chorro de Agua (puede ser agua potable del grifo siempre y cuando tenga presión de salida)
7. Brocha suave y pequeña.

8. Platos ligeros de aluminio de 2” de diámetro.
9. Microscopio de hasta 40 X (Magnificación)
10. Agua destilada y desionizada.
11. Silicato de Sodio o Hexametafosfato de Sodio.

Procedimiento.

1. Seleccionar 250g. de muestra completamente seca del secador.
2. Coloque en una jarra plástica o de acero inoxidable la muestra y añada 1000ml de agua tratada (destilada y desionizada)
3. Lleve la suspensión obtenida al Agitador mecánico de alta velocidad y añada 500ml de agua y silicato de sodio en proporciones de 1ml hasta obtener un slurry liviano.
4. Agitar por 15 minutos a la máxima.
5. Colocar las malas una encima de otra en orden ascendente de número de malla, es decir, primero ira la malla ASTM # 100 y en el fondo se encontrara la malla ASTM # 325.
6. Vaciar la suspensión recién agitada en las mallas, tomando en cuenta que se debe enjuagar el recipiente que contenía la suspensión y con un chorro de agua a presión media, suavemente ir lavando la suspensión vaciada en las mallas hasta que se elimine completamente el material arcilloso el cual

se ira con el flujo de agua a través de las mallas, quedando únicamente los residuos orgánicos pesados.

7. Desarmar la torre de mallas y eliminar el exceso de agua con una esponja por la parte inferior de la malla.
8. Los residuos obtenidos en las mallas serán colocados en los platos de aluminio previamente marcados.
9. Los platos se llevan a un secador de lámparas infrarrojas donde se eliminara la humedad residual por no más de 30 minutos.
10. Los residuos de cada malla son pesados en la Balanza Analítica y anotados.
11. El porcentaje de residuos orgánicos se lo obtiene del siguiente cálculo.

$$\%\,\mathrm{Re}siduos = \frac{Wr.}{Wt} \times 100 \qquad \textbf{ecuación 3.7.}$$

Donde:

Wr: Peso de los residuos de cada malla.

Wt: Peso total de la muestra en seco.

Es decir, obtendremos cuatro resultados de % Residuos ya que estamos usando 4 mallas diferentes.

3.10. PRÁCTICA 10: Contracción Lineal En Seco Y Por Quema. (REF. ASTM C326-03)

Propósito.- Tener los valores de contracción después de secar y quemar, piezas de arcilla, bajo varias condiciones de procesos.

Síntesis.- Como se hizo referencia en la prueba para determinar humedad libre las arcillas contienen tres tipos de agua, las misma que ocupan un espacio en el cuerpo arcilloso (pieza determinada), sea cual fuese la forma de la pieza que estamos fabricando esta experimentara cambio de tamaño en sus dimensiones y volumen. La contracción lineal en seco se atribuye este efecto al Agua superficial que al evaporarse quedan poros y al estar fresco el material estos se llenan inmediatamente, para la contracción en quema, se da al eliminarse la materia orgánica (presente en todo material arcilloso como; carbonatos, fosfatos, etc.) y el agua molecular de las arcillas a 500° C, de igual manera al evaporarse por las altas temperaturas del proceso de quema quedan poros internos los cuales se llenan al fundirse el material a unos 800 ° a 1200° C donde se obtiene una pieza con mejores propiedades de resistencia mecánica.

Equipos y Materiales.

1. Prensa Hidráulica.
2. Secador de Lámparas infrarrojas.
3. Moldes circulares (ϕ = 50 ± 1 mm) para la prensa.
4. Moldes de Yeso para preparación de placas.
5. Horno de Resistencias con control de Temperatura.
6. Platillos de aluminio y/o bandejas.
7. Sistema Motriz de Rodillos.
8. Molinos de Bolas.
9. Jarras Metálicas o plásticas de 1000 ml.
10. Calibrador Vernier.

Procedimiento.

Observación: Según la norma ASTM se recomienda usar barras cilíndricas de 19 mm. de diámetro y 127 mm. de longitud, pero tomando en cuenta métodos usados en los laboratorios de grandes compañías como CISA (Edesa), modificamos la forma del espécimen recomendando el siguiente procedimiento.

ESPECIMEN PRENSADO.

1. Se pesan 50 gramos de la muestra molida y tamizada por malla ASTM No. 100. (150 µm.) y se le adicionan 10 gramos de agua

obteniendo una relación de mezcla que mantenga una humedad necesaria requerida para el prensado.

2. Se coloca el material en el molde cilíndrico de la prensa hidráulica y se mantiene presionado a 50 psi por 8 minutos.
3. Sacamos el espécimen del molde y procedemos con el calibrador a medir su diámetro y lo anotamos.

ESPECIMEN POR VACIADO.

1. Preparamos un slurry con un peso especifico de 1600 ± 5 Kg./m^3 y viscosidad de trabajo mínima.
2. Colocamos los moldes de yeso de tal manera que no se derrame por los lados y vaciamos el slurry, teniendo siempre en cuenta que el nivel del reservorio del molde este lleno para evitar que se introduzca aire y la pieza quede hueca.
3. Esperamos que la pieza se forme en el molde, para esto utilizamos la técnica del tacto, introduciendo el dedo en el reservorio del molde y palpando la formación de la pieza.
4. Una vez que se determine que la pieza se ha formado y secado lo suficiente en el molde se desconcha (extrae la pieza del molde) y se marcan las diagonales de la placa con una distancia de 100 ± 1 mm. previamente medidas en el calibrador.

5. En el secador de resistencias se los mantiene entre 80 y 100° C, por un periodo de 12 a 24 horas.
6. El disco y la placa son retirados del secadero y se procede a medir el diámetro y las diagonales respectivamente.
7. Los valores de dimensiones obtenidos se los anota y se procede a poner los especimenes en el horno y simular un proceso de quema de 12 horas.
8. Terminado el proceso de cocción de las piezas se las deja enfriar en el horno para evitar que los cambios bruscos de temperatura generen fisuras o distorsionen las piezas.
9. Se procede nuevamente a medir las diagonales y el diámetro según corresponda y se anotan dichos valores.

Cálculos.

Calculo de la Contracción Lineal en Seco como porcentaje de la longitud plástica.

$$S_d = \frac{L_p - L_d}{L_p} \times 100$$ **ecuación 3.8.**

Donde:

S_d = % de contracción lineal en seco.

L_p = Longitud plástica del espécimen.

L_d = Longitud seca del espécimen.

Calculo de la contracción Lineal Total después del secado y quemado del espécimen cerámico, como porcentaje de su longitud plástica.

$$S_t = \frac{L_p - L_f}{L_p} \times 100 \qquad \textbf{ecuación 3.9.}$$

Donde:

S_t = % de contracción lineal total

L_p = Longitud plástica del espécimen.

L_f = Longitud después de la quema del espécimen.

Si se desea saber el valor de contracción volumétrica este se calcula de la contracción lineal de la siguiente manera.

$$Contraccion\ Volumetrica\ \% = \left[1 - \left(1 - S/100\right)^3\right] \times 100 \qquad \textbf{ecuación 3.10.}$$

Donde:

S = % de contracción lineal.

Además, se puede calcular el Factor de Contracción, necesario para predecir el tamaño en seco o en quema de la pieza.

$$Factor\ de\ Contraccion = \frac{L_p}{L_f} \qquad \textbf{ecuación 3.11.}$$

Donde:

L_p = Longitud plástica del espécimen.

L_f = Longitud del espécimen de prueba quemado.

3.11. PRACTICA 11. Porcentaje de Humedad Retenida y Perdidas Por Ignición (L.O.I.)

Propósito.- Saber la cantidad de agua superficial y el porcentaje de materia orgánica como carbonatos, fosfatos, residuos de raíces y otros, que se encuentran formando parte de la materia prima.

Síntesis.- Con sus siglas en Ingles L.O.I. (Loss On Ignition), hace referencia a la perdida de peso que se presentará en un material al momento de su quema, es decir, la materia orgánica parte de la composición natural al someterse a las altas temperaturas que genera una curva de cocción se incineradas oxidándose a temperaturas entre los 250° C y los 750° C y se descomponen en forma de gas carbónico, al descomponerse esta materia orgánica se reduce el peso y el volumen de la pieza.

Observación: se usa el mismo espécimen de análisis de la Práctica 10 (Ref. C326-03).

Equipos y Materiales.

1. Balanza electrónica con presión de 0.01 g.
2. Tamiz ASTM # 100.
3. Moldes de Yeso para placa cuadrada
4. Horno con controlador de temperatura.

Procedimiento.

1. El espécimen recién desconchado de la Práctica 10 es pesado y se anota su valor.
2. Una vez seco el espécimen se lo vuelve a pesar, para calcular el porcentaje de agua retenida del material.
3. La placa quemada, una vez enfriada al salir del horno se pesa nuevamente y con este peso calcularemos el L.O.I.

Cálculos.

1. % de Humedad Retenida

$$\%\ de\ Humedad\ \ \mathrm{Re}tenida. = \frac{Ww - Ws}{Ww} \times 100$$ **ecuación 3.12.**

Donde:

Ww = Peso húmedo. (g.)

Ws = Peso en seco (g.)

2. L.O.I.

$$L.O.I = \frac{Ws - Wf}{Ws} \times 100$$ **ecuación 3.13.**

Donde:

W_f = Peso después de Quema.

L.O.I = % Perdidas por Ignición.

3.12. PRÁCTICA 12: Determinación del Índice Azul de Metileno en arcillas. (REF. ASTM C837-99)

Propósito.- Este procedimiento permite determinar el índice de azul de metileno que las arcillas absorben mediante coloración.

Síntesis.- El Índice de Azul de metileno determina la capacidad de intercambio catiónico de una arcilla y se usa como método de evaluación para determinar el tamaño de partícula. Además el MBI (Methylene Blue Index) ha sido relacionado a, superficie de área, fuerzas de enlace, plasticidad, características de Defloculación y distribución de tamaño de partículas. Dado la buena correlación existente entre estas propiedades y el MBI, pero se limita a ciertos materiales no Metálicos específicamente a ciertas arcillas. Las ventajas de este método son; rapidez, bajos costos y repetibilidad del proceso si esta estandarizado.

Equipos y Materiales.

1. Mortero y mazo de porcelana. Para moler la muestra.
2. Malla de 8" ASTM No. 100 (150 μm)
3. Balanza Analítica de precisión 0.001g.
4. Agitador magnético con plato caliente.
5. Vasos de precipitación.

6. Mezclador de alta velocidad.
7. Medidor de pH (portátil, de banco o de papel)
8. Buretas volumétricas tituladas de 50ml. Para dispensar la solución de azul de metileno.
9. Papel Filtro (Ref. Baroid No. 987 o equivalentes.)

REACTIVOS Y SOLUCIONES.

1. Agua destilada y desionizada. Calidad superior a los 2 M?_cm.
2. Solución de Azul de Metileno al 0.01N (1ml = 0.01meq)
3. Ácido Sulfúrico al 0.1 N.

Procedimiento.

PREPARACION DE LA MUESTRA.

1. La muestra que se vaya a triturar en el mortero debe estar completamente seca, se puede usar las muestras de la Práctica 8 Ref. C324-01), de no ser así la muestra debe secarse en un horno a 100 ° C por 24 horas.
2. La muestra seca y triturada en el mortero se pasa por malla ASTM No. 100 las porciones en peso que se usan para la prueba varían de acuerdo al tipo de arcilla.
3. Una porción de 250 ml de agua desionizada de un total de 300ml se adicionan en conjunto con la muestra de arcilla seleccionada al recipiente del mezclador de alta velocidad y se

agita por 10 min. El slurry resultante se transfiere a un Beaker de 600ml de vidrio y la porción restante de 50 ml de agua se usa para limpiar los lados del recipiente del mezclador.

4. A una temperatura de 40° C y una velocidad de rotación baja se selecciona el agitador magnético y se añada la solución de ácido sulfúrico 0.1N, si es necesario, en pequeñas cantidades hasta obtener un acidez del 2.8 a 3.2 pH y dejar agitar por 3 minutos.

B. TITULACION CON AZUL DE METILENO.

1. Se coloca la bureta titulada y cargada con 50 ml de solución de azul de metileno 0.01N sobre el Beaker que se esta agitando.
2. Se adicionan 5ml de solución sobre el slurry y se deja homogenizar por 2 minutos.
3. Se introduce una barrilla agitadora de vidrio en el Slurry y se deja caer una gota sobre el papel filtro.
4. Los iones del arcilla atrapan el colorante de azul de metileno y las gotas son de color azul intenso, se adiciona en incrementos de 1ml solución de azul de metileno al slurry dejando agitar de 1 a 2 min. y se va comprobando el color de la gota.
5. Se hace esto hasta que se satura catiónicamente el slurry de azul de metileno y comienza a presentar la gota un halo de color celeste o un azul menos alrededor de la gota.

6. Una vez encontrado el punto final se comprueba nuevamente con una gota nueva sobre el papel.

Cálculos.

1. El (MBI) Índice de Azul de Metileno se lo calcula de la siguiente forma.

$$MBI = \frac{E \times V}{W} \times 100$$ **ecuación 3.14.**

Donde:

MBI: Índice de Azul de Metileno [meq/100] g. de arcilla..

E: Mili equivalentes de Azul de Metileno por Mililitro.

V: ml de azul de metileno requeridos para la titilación.

W: Gramos de material seco.

Como la Solución de Azul de Metileno tiene una concentración de 0.01N la formula de cálculo se reduce a:

$$MBI = \frac{0.01 \times V}{W} \times 100$$ **ecuación 3.15.**

Finalmente se anota el valor de MBI obtenido para su correspondiente clasificación.

3.13. PRACTICA 13: Determinación de la Rata de Filtrado (Permeabilidad de un Slurry) (REF. ASTM C 866 – 77)

Propósito.- Determina la proporción a la que se forma una capa de pasta de arcilla-agua de un slurry determinado bajo la filtración presurizada.

Síntesis.- La proporción de la filtración es directamente relacionada a los procedimientos de conformado como la filtro prensa, el vaciado y secado de pieza en las cuales la permeabilidad del agua a través de la capas de pasta formadas es un mecanismo controlado. Existe una línea recta que representa la relación que existe entre el tiempo de filtro prensado y el cuadrado del espesor de la capa de pasta. La proporción de la filtración se relaciona directamente a la presión del filtro prensa y está inversamente relacionado al cuadrado del área de la superficie de las arcillas y la viscosidad de agua a la temperatura de comprobación.

Equipos y Materiales.

1. Balanza Analítica de precisión 0.001 g.
2. Batidora o agitador mecánico.
3. Filtro prensa (Ref. Baroid Nacional Lead Co.)

4. Calibrador vernier.
5. Cronometro.

Procedimiento.

1. Pesar 100 g. de muestra seca según la Práctica 8 (Ref. C324-01) y mezclar con 300 ml de agua desionizada en la batidora por 10 minutos, o se puede usar el slurry resultante de la practica 10 (Ref. C326-03.)
2. Lo correcto seria colocar el slurry resultante en un recipiente cerrado por 24 horas para que se homogenice el material con el agua, pero para condiciones de practica de laboratorio se puede obviar este tiempo y simplemente agitarlo por más tiempo para obtener la homogenización necesaria.
3. Colocar el contenido en el cilindro de la filtro-prensa colocando el respectivo papel filtro y malla de filtrado, llenar las ¾ partes del cilindro.
4. Colocar la tapa del filtro prensa y aplicar 345 KPa. (50 psi.) de presión de aire por 30 minutos.
5. Desconectar la presión de aire y vaciar el contenido aun liquido del filtro prensa por 5 minutos.
6. Queda una torta resultante a la que nuevamente se aplica la presión de aire y se deja secar por 10 minutos.

Observación: Algunos materiales tienen una rata de filtrado más rápida que otros y el aire pasa a través de la torta con mayor facilidad para estas el tiempo de secado es menor que 10 minutos se toma referencia cuando se escucha salir aire por el desfogue del filtro prensa.

7. Se saca la torta final y se mide con el calibrador el espesor de la misma este se anota conjuntamente con su peso.
8. Se deja secar la torta por 24 horas a 105° C y se vuelve a tomar su peso y medir su espesor para comprobación.

Cálculos.

1. La Proporción de Filtración se calcula de la siguiente manera:

$$FR = \frac{L^2}{T} \qquad \textbf{ecuación 3.16.}$$

Donde:

FR = Rata de Filtración. [cm^2 / s]

L = Espesor de la filtro torta húmeda. [cm.]

T = Tiempo de filtrado [s]

2. El fragmento vació o nulo de la filtro torta varía considerablemente dependiendo de los iones en el agua que modifica la compactación de la estructura de las partículas de arcilla en la filtro torta. Agua que es normalmente usado por mezclar con las arcillas debe usarse para las pruebas de interacciones entre los iones en el agua con la arcilla. Sin embargo, en algunos casos el agua destilada solo si esos iones introducidos con la arcilla son considerados en la prueba. El fragmento vacío es calculado de la siguiente forma basado sobre la densidad de las arcillas como 2.6 mg./cm^3

$$VF = 1 - \frac{W}{2.60 \times A \times L} \qquad \textbf{ecuación 3.17.}$$

Donde:

VF = Fragmento Vació en la filtro torta.

W = Peso en seco de la filtro torta [cm.]

A = Área Sección transversal de la filtro prensa [cm^2]

L = Espesor de la filtro torta húmeda.

3.14. PRÁCTICA 14: Determinación del Contenido de Sulfatos Solubles (Método de Fotometria). (REF. ASTM C867-94)

Propósito.- determinar los iones de sulfato soluble removidos de una arcilla por lixiviado* o filtración. Sin embargo es también usado para la determinación del contenido de sulfatos en el agua.

Síntesis.- La mayoría de los sulfatos solubles removidos por lixiviado con agua de las arcillas depende de factores tales como: disolución, intensidad de la agitación, duración del lixiviado, temperatura entre otras.

Un exceso en la concertación de iones de sulfatos en una materia prima evita una correcta defloculación ya que en la preparación de un slurry al adicionarle defloculantes los iones de este reaccionan con los iones presentes de sulfatos y coagulan la suspensión.

Equipos y Materiales.

1. Balanza Analítica ± 0.1 mg.
2. Balanza electrónica ± 0.01 g.
3. Mezclador de alta velocidad.
4. Filtro prensa (Ref. Baroid Nacional Lead Co.)
5. Beakers de vidrio o matraces Elmeyer 125 ml

6. Pipetas graduadas de 1ml de división.
7. Probetas de 10 a 25 ml.
8. Espectrofotómetro GENESYS 10 UV/VIS-SCAN.
9. Cuvette (Celda) de vidrio de borosilicato.

SOLUCIONES Y REACTIVOS

1. $BaCl_2.2H_2O$ validado y certificado por *Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society.*
2. Agua purificada (desionizada y destilada Tipo IV según norma ASTM D-1193)

Procedimiento.

PROCESO DE CALIBRACION DEL EQUIPO.

Nota: Para determinar Sulfatos SO_4 el filtro de la longitud de onda debe ser calibrado a 550 nm.

1. Llene la celda de transmisión que debe estar completamente limpia con la solución preparada.
2. Inserte la celda en el respectivo holder del equipo. Ponga el filtro a 550 nm y ajuste la transmisión para una lectura de 100%.
3. Vierta el contenido de la celda en un matraz y añada un sobre de cristales de Clorato de Bario ($BaCl_2$-$2H_2O$), agitar fuertemente para disolver todos los cristales en la suspensión y deje estabilizar por 5 minutos.

4. Llene nuevamente la celda de transmisión con la suspensión obtenida cuidando no empapar las paredes de la celda y corra otra vez la lectura del espectrofotómetro y esta ves debe dar cercano al 1%.
5. La solución estándar de 100 ppm esta entonces hecha dentro de una serie de soluciones de baja concentración de acuerdo con la siguiente carta de dilución (Ver apéndice J).
6. El resultado de esta tabla es usado para la determinación de sulfatos en muestras desconocida de agua y filtrado.

PREPARACION DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACION DE SULFATOS.

1. Del procedimiento realizado en la Práctica 13 se coloca una probeta de 10ml. en el tubo de desfogue del Filtro prensa, o de otra manera al slurry de la misma practica se lo coloca en la filtro prensa y se aplica una presión gradual hasta los 100 psi. Para poder obtener el filtrado.
2. Para eliminar errores los primeros 5 ml obtenidos del filtrado son descartados y se comienza a almacenar en la probeta el filtrado restante.
3. Con una pipeta traspase la muestra de la probeta al matraz de 50ml. Unos 5 ml del total de la muestra serán usados para la

prueba, esta puede comprender de entre 1 ml hasta los 10 ml de filtrado dependiendo de la concentración de iones de sulfatos de la muestra. Si las cantidades seleccionadas producen lecturas mas allá de la línea de calibración, adicionalmente se requiere una dilución mayor según la carta.

Ejemplo: Si uno inicialmente prepara una muestra de 5 ml de filtrado y 45 ml de Agua destilada (50 ml en total) y obtiene una lectura de porcentaje de transmisión bajo la curva de calibración, por lo cual se seria entonces utilizar 10 ml de filtrado y 40 ml de agua destilada en el siguiente ensayo.

4. Adicione 5 ml de glicerina en solución y 2.5 ml de Reactivo Ácido – Sal. a la solución del Matraz de 50 ml y agitar fuertemente.
5. Verter la solución en la celda de transmisión teniendo cuidado en no crea burbujas dentro de la celda y no derramar liquido en las paredes de la celda.

Observación: Manejar la celda de forma que no quede huellas digitales en la paredes que disminuyan su transparencia, usar guantes de algodón o algún tipo de tela para evitar el contacto directo con la celda.

6. Ajuste la medición para el 100% de la escala usando el botón de calibración, en otras palabras encerar el equipo para el análisis.
7. Vierta el contenido de la celda en un Beaker y limpie y seque la celda de transferencia.
8. Adhiera a la solución un sobre de cristales de Clorato de Bario ($BaCl_2 \cdot H_2O$) y agitar cuidadosamente para disolver todos los cristales.
9. Dejar reposar por 5 minutos.
10. Verter la solución dentro de la celda de transmisión sin rayarla ni ensuciarla y colocarla en el holder del equipo de espectrofotometría.
11. Anotar el resultado en ppm presentado en la pantalla del equipo de concentración de Sulfatos.

3.15. PRÁCTICA 15: Determinación Visual del Color de Quema de la Materia Prima. (Método Adaptado)

Propósito.- Mediante este proceso observamos que algunos materiales al ser quemados no presentan el mismo color de su estado natural como materia prima, lo cual permite predecir que tipos de arcillas son útiles para cada tipo de producto deseado.

Síntesis.- Nos es claro que las arcillas o materiales no metálicos son las recopilación de materia orgánica de todas las etapas geológicas las propiedades presentes en cada una depende intrínsecamente de los compuestos que a estas la conformen, razón por la cual pueden presentar en estado natural un color completamente diferente al de la quema.

Equipos y Materiales.

1. Moldes de Yeso para placas.
2. Horno con control electrónico de temperatura.
3. Sentido de la vista.

Procedimiento.

1. Siguiendo los pasos realizados en la práctica 10 ASTM-C326-03 se obtienen los especimenes que serán analizados.

2. De igual manera que en la práctica arriba mencionada se introducen las piezas al horno con una determinada curva de cocción que simule un proceso industrial.
3. Una vez que han salido las piezas del horno se define sus color de quema con colores precisos, es decir, Habano Claro, habano Oscuro, Marrón Claro, Marrón oscuro, Amarrillo, Rojo, Rosado, Crema, Blanco, Café, Morado entre otros que se obtengan, evitando hacer desplazamiento de colores en la descripción como por ejemplo; Amarillo, Rojizo, Casi Rosa, Café, Claro, Oscuro, entre otros.

3.16. PRÁCTICA 16: Curva de Defloculación.

Propósito.- Determinar el comportamiento de la viscosidad de un slurry cerámico, es decir, su reología, permitiendo de esta manera llegar a su máximo punto de fluidez presentando la viscosidad de trabajo mas baja para dicho slurry.

Síntesis.- Resaltando que la Reología, es la ciencia que estudia la deformación y fluidez de la materia, ha sido una herramienta muy útil tanto para los investigadores (científicos) quienes buscan respuestas en el desarrollo de nuevos materiales, como para los ingenieros quienes buscan métodos que faciliten el control de calidad.

Equipos y Materiales.

1. Viscosímetro Brookfield.
2. Spindles (RV-1, RV-2, RV-3, RV-4)
3. Agua Destilada
4. Balanza
5. Dispersante (Silicato de Sodio)
6. Agitador Mecánico.

Procedimiento.

1. Pesar 60% de material y 40% de agua destilada, para crear el slurry cerámico.
2. Homogenizar bien el material y el agua en el agitador mecánico, de ser necesario con el gotero colocar el dispersante en la mezcla hasta obtener una solución cerámica trabajable.
3. Calibrar el viscosímetro a la velocidad de rotación necesaria para la practica (se recomienda 20 rpm) y colocar el spindle respectivo.
4. Tomar el slurry cerámico y medir su viscosidad anotando el valor señalado en el viscosímetro, tomando en cuenta multiplicar por el factor del spindle para obtener el dato en centipoises (cP).
5. Se añade 2 gotas de Silicato de sodio haciendo la relación de que cada gota equivale a 0.2 ml. y se lo coloca en el agitador mecánico para homogenizar la suspensión y hacer que el defloculante interactué cationicamente con el material no metálico.
6. De manera inmediata se retira el recipiente del agitador y se lo coloca en el viscosímetro listo para tomar la medida.
7. Se introduce el Spindle en el Slurry hasta la ranura marcada en el mismo, y se enciende el viscosímetro dejando que el spindle

gire por 30 segundos, lo cual es un tiempo estándar para que se estabilice el valor que se presenta en la pantalla, dicho valor se anota y se multiplica por el factor del spindle que se esta usando y obtiene el valor de la viscosidad en centipoises (cP.s).

8. Se repite el paso 7 hasta que obtener valor repetitivos de viscosidad, es decir, que el slurry haya alcanzado su mínimo valor de viscosidad de trabajo.
9. Se recomienda comprobar los valores de viscosidad cambiando el numero del spindle para verificar que los datos que se están tomando son correctos y existe trazabilidad entre cada Spindle.

Nota: Existen algunos materiales no metálicos que son de difícil Defloculación por la cantidad de sulfatos o carbonatos presentes en su estructura, razón por la cual para disminuir el numero de pasos se recomienda añadir dispersante en cantidades de 1 a 2 ml en cada medición según sea el requerimiento.

Presentación de resultados.

1. Confeccionar una Curva de Defloculación en la que se mida el consumo de dispersante (cc/g.) o (ml/g.) vs. el valor de la viscosidad (cP.s).
2. Los datos tomados son anotados de manera ordenada en la siguiente tabla (Ver apéndice J).

3.17. PRÁCTICA 17: Curva De Gelado.

Propósito.- Determinar el comportamiento de la viscosidad de un sistema agua-arcilla, con respecto al tiempo.

Equipos y Materiales.

1. Viscosímetro Brookfield
2. Spindles (RV-3)
3. Arcilla o Material no metálico.
4. Agua Destilada
5. Balanza
6. Dispersante (Silicato de Sodio)
7. Agitador Mecánico.

Procedimiento.

1. Pesar 60% de material y 40% de agua destilada, para crear el slurry cerámico.
2. Homogenizar bien el material y el agua en el agitador mecánico, de ser necesario con el gotero colocar el dispersante en la mezcla hasta obtener una solución cerámica menos viscosa y me permita trabajar mejor.

3. Se añade 1 a 4 ml de dispersante hasta observado que la suspensión no quede muy ligera ni muy pesada y agitar bien para que se homogenice.
4. Calibrar el viscosímetro a 10 rpm y colocar el spindle # 3
5. Medir su viscosidad (cP.s), el valor que se presenta en la pantalla, se multiplica por el factor del spindle que se esta usando y se obtiene el valor de la viscosidad en centipoises (cP.s), cada minuto, hasta llegar a un máximo de 30 minutos.

Presentación De Resultados.

1. Realizar gráfico Viscosidad (cP.s) vs Tiempo (min.)
2. Los datos tomados son anotados de manera ordenada en la siguiente tabla presentada en el apéndice J.

3.18. PRÁCTICA 18: Punto de Fusión de Materia Prima No Plástica.

Propósito.- Conocer de manera empírica como se va ha comportar la parte no plástica del slurry cerámico, específicamente buscamos saber si el material logra llegar a su punto de vitrificación a la temperatura escogida como de trabajo.

Síntesis.- En un proceso cerámico están involucrados también materiales que no tienen las propiedades plásticas como muchas arcillas pero son indispensable para que un producto este completo, como es el caso de los Feldespatos, los Sílices, y los kaolines.

Lo que se busca a través de esta práctica es saber si a la máxima temperatura del proceso estos materiales van a cumplir con su función especifica, de no ser así se emplean aditivos que logren bajan ese punto de fusión hasta obtener los resultados deseados a nuestra temperatura de trabajo.

Equipos y Materiales.

1. Molino pequeño de Bolas.
2. Tamiz ASTM No. 140.

3. Agua Destilada.
4. Molde cónico de Aluminio y Placa de yeso..
5. Horno electrónico.
6. Balanza.
7. Placas refractarias.
8. Mortero.
9. Secador de lámparas infrarrojas.

Procedimiento.

1. En la balanza electrónica se pesan 50 gramos del material.
2. El material pesado se coloca en el molino de bolas pequeño y se agregan 80ml de agua destilada.
3. Con el molino cargado y bien sellado se enciende el sistema de rodillos por 15 min., para reducir el tamaño de la partícula, la velocidad seleccionada debe estar en 100 RPM.
4. Se vierte el contenido del molino sobre el molde de yeso, para absorber el contenido de agua.
5. Se retira el material seco del molde y se lo coloca en el secador de lámparas infrarrojas para eliminar cualquier porcentaje de humedad.
6. El material seco se coloca en un mortero y es tamizado a través del tamiz No. 140.

7. Se llena el molde cónico a presión con el material procesado de tal forma se obtenga un cono prefecto que se pueda mantener estable sobre la placa refractaria.
8. Se coloca el cono en el horno con ciclo de quema de doce horas con una temperatura máxima de 1200° C y tiempo suficiente de sinterización.
9. Una vez terminado el ciclo de quema se retira el cono del horno y se comprueba visualmente si el material se fundió.
10. Se anota la apreciación visual conjuntamente con el código del material.

Presentación de resultados.

Los resultados obtenidos de esta práctica son de comparación visual por lo que se ha propuesto las siguientes denominaciones:

a) Fundido.
b) Vitrificado.
c) No fundido.

3.19. PRÁCTICA 19: Determinación del Porcentaje de Absorción de Agua, Densidad General, Porosidad Aparente y Gravedad Específica Aparente en Materiales Quemados (REF. ASTM-C373-88).

Propósito.- Comprender cual será la estructura final de cada uno de los materiales después del proceso de quema, calculando las propiedades específicas necesarias para evaluar el comportamiento de cada una de las materias primas o de sus respectivas mezclas después de la quema.

Síntesis.- Las propiedades que se buscan en la práctica son de suma importación ya que sirven para determinar las propiedades finales de un producto terminado en que se utilicen estas materias prima además me permite ver si existen errores en las curvas de quemado del proceso productivo. Tomando en cuenta que en el proceso de quema se lleva a cabo al sinterización de los materiales entre si este puede ser discontinuo ya sea por las propiedades originales del material o por las equivocas rampas de temperatura seleccionadas.

Equipos y Materiales

1. Balanza electrónica de precisión de 0.01 g.
2. Horno Secador (100° C)

3. Soporte y canastilla metálica para suspender el espécimen de análisis.
4. Contenedor, que puede ser un Vaso de precipitación en el que quepa el espécimen.
5. Platillos de aluminio.
6. Agua destilada.
7. Autoclave pequeño.
8. Espécimen de prueba**,** deberán ser por lo menos cinco (5) los cuales podrán presentar ligeras fisuras en su superficie y filos removidos, no deberán estar completamente rotos y lo importante es que deben pesar menos de 50 g.

Procedimiento.

1. El espécimen quemado se deberá secar en un horno secador a 105° C hasta obtener un peso constante y se determinara la masa seca D.
2. Colocar los especimenes en los platillos de aluminio e introducirlos en el pequeño autoclave de laboratorio (olla de presión eléctrica) con agua destilada y dejar hervir por 5 horas tomando en cuenta que el nivel de agua siempre cubra totalmente la muestra, culminado el tiempo apagar el autoclave y dejar enfriar dentro del mismo por 24 horas.

3. Sacar los especimenes y determinar las masa S que es el peso suspendido en el agua, para esto se deberá utilizar el soporte y la canastilla, tener en cuenta que los especimenes que se pesen deberán estar sumergidos en el contenedor al mismo nivel por lo que se recomienda usar de contenedor un Vaso de Precipitación de vidrio.
4. Después de obtener la masa suspendida con una toalla de algodón se retira el exceso de agua de la superficie de la muestra y se determina la masa saturada M, teniendo en cuenta que no se debe presionar con la toalla mucho al espécimen ya absorbería demasiada agua y eso introduciría un error, de igual manera los pasos deber ser lo mas rápidos posible para evitar que se evapore el agua que cubre la muestra.

Cálculos.

1. En los siguientes cálculos la asunción hecha es que 1 cm^3 de agua pesa 1 gramo a temperatura ambiente.
2. Calculo del Volumen exterior **V** en centímetros cúbicos.

$$V = M - S \qquad \textbf{ecuación 3.18.}$$

3. Volumen de poros abiertos V_{OP} en centímetros cúbicos.

$$V_{OP} = M - D \qquad \textbf{ecuación 3.19.}$$

4. **Porosidad Aparente P,** expresado como un porcentaje es la relación existente entre el Volumen de los poros abiertos con el volumen exterior de l espécimen.

$$P = \left(\frac{M - D}{V} \right) \times 100 \qquad \textbf{ecuación 3.20.}$$

5. **Absorción de agua A**, expresada en porcentaje, es la relación existente entre la masa absorbida de agua con la masa del espécimen seco.

$$A = \left(\frac{M - D}{D} \right) \times 100 \qquad \textbf{ecuación 3.21.}$$

6. Gravedad especifica aparente **T**

$$T = \left(\frac{D}{D - S} \right) \qquad \textbf{ecuación 3.22.}$$

7. Densidad total **B** (Bulk Density), expresada en gramos sobre centímetros cúbicos es la cantidad de masa seca dividida para el volumen exterior, incluyendo los poros.

$$B = \left(\frac{D}{V} \right) \qquad \textbf{ecuación 3.23.}$$

Presentación Del Informe

Para cada propiedad se deberá reportar el promedio de los valores obtenidos de los cinco especimenes.

3.20. PRÁCTICA 20: Prueba de Sedimentación.

Propósito.- Mediante esta práctica se pretende determinar la estabilidad de las materias primas no metálicas plásticas como las arcillas en suspensiones.

Síntesis.- El principio en el cual se basa este método es la Ley de Stockes, según la cual las partículas suspendidas mas pesadas se sedimentaran a mayor velocidad que las livianas, lo que nos permite tener una idea sencilla del tamaño de partícula del material y de la estabilidad de las partículas en la suspensión.

Materiales.

1. Fundas plásticas 2 litros.
2. Cronometro.
3. Jarra metálica o plástica 1000 cm^3
4. Agua destilada.
5. Agitador mecánico.
6. Balanza Electrónica 0.01g.

Procedimiento.

1. Pesar 600 gramos de materia prima y 500ml de agua destilada.

2. Colocar en la jarra y agitar por 15 minutos para que se homogenice la muestra.
3. Vaciar el contenido dentro e las fundas plásticas y sellar.
4. Dejar reposar a temperatura ambiente las fundas durante 48 horas.
5. Concluir si el material sólido se sedimento o si la suspensión se mantiene intacta con sus partículas suspendidas.