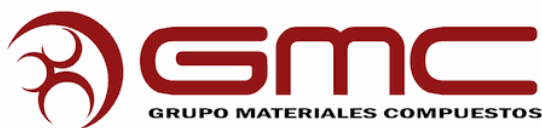


**USO DE SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA DE CAFÉ Y CAÑA DE
AZÚCAR COMO FUNDENTE Y FORMADOR DE POROS EN LA
MANUFACTURA DE LADRILLOS DE ARCILLA ROJA**



HECTOR FABIAN DORADO GUERRA.

**UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA DE MATERIALES
GRUPO DE MATERIALES COMPUESTOS
SANTIAGO DE CALI
2015**

**USO DE SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA DE CAFÉ Y CAÑA DE AZÚCAR
COMO FUNDENTE Y FORMADOR DE POROS EN LA MANUFACTURA DE
LADRILLOS DE ARCILLA ROJA**

HECTOR FABIAN DORADO GUERRA.

**PROYECTO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO DE
MATERIALES**



DIRECTOR:
Ing. SILVIO DELVASTO ARJONA, MSc., PhD.

**UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA DE MATERIALES
GRUPO DE MATERIALES COMPUESTOS
SANTIAGO DE CALI
2015**

Nota de aceptación

Director

Evaluador

Evaluador

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar dar gracias a Dios por haber hecho posible este sueño y llenar mi vida de bendiciones e iluminar mi camino; a mis padres, hermana, y familiares por su empeño, consejos, y aliento durante la culminación de esta meta.

Mi profundo agradecimiento a la vocación, dedicación, y esfuerzo del plantel educativo de la escuela de ingeniería de materiales, quienes hicieron posible mi formación como profesional y como persona íntegra; al profesor Silvio Delvasto Arjona por sus consejos y tiempo en la culminación de mi trabajo de grado.

A las personas conocidas durante el camino, a mi novia, y a todos aquellos quienes aportaron en mi formación personal y profesional durante mi vida universitaria.

Muchas gracias a los Ingenieros, Miguel Quiñones, Freddy Arana, y Leonardo Caicedo quienes me han dado su apoyo y la oportunidad de crecer y tener un primer progreso en el ámbito profesional.

A la ladrillera Meléndez S.A., a Café Águila Roja S.A., y a Carvajal Pulpa y Papel por el aporte de los materiales necesarios para realizar este proyecto.

La educación es el arma más potente
Para cambiar el mundo.
Nelson Mandela.

RESUMEN

El presente trabajo es una investigación sobre el uso de residuos agroindustriales en la fabricación de ladrillos de arcilla roja como sustitutos de la materia prima (arcilla) para su fabricación, se le da a los residuos un nuevo uso tecnológico y valor agregado en aplicaciones dentro de la industria. En esta investigación se reporta el uso de ceniza de Cisco de café (CCDC) como agente fundente y del polvillo de Bagazo de caña de azúcar (PBCA) como agente formador de poros; ambos como reemplazo en peso de la arcilla. Se realizó una caracterización de las materias primas y luego se procedió con la ejecución del diseño experimental. Inicialmente se evaluó el poder fundente de la CCDC haciendo reemplazos en peso del 2%, 4%, 5%, 8%, 10%, 12%, 15%, y 20% variando la temperatura de cocción en 850°C, 900°C, 950°C y realizando una repetición de cada experimento como control de la prueba; durante esta etapa se realizaron evaluaciones de resistencia a la compresión, absorción, densidad, y porosidad, teniendo como fuentes de error la composición, temperatura y la repetición, todos los datos fueron analizados bajo el programa estadístico SAS por medio de análisis de varianza y comparación de medias con Duncan 5%, el programa arrojó coeficientes de variación menores a 5% para los datos en todos los ensayos, lo cual permitió determinar como porcentaje óptimo de reemplazo el 5% de CCDC a una temperatura de 950°C. Posteriormente se evaluó el reemplazo del PBCA en reemplazos de 1%, 2%, 3%, y 4% sobre el material óptimo fabricado a partir de CCDC y arcilla, se evaluó la resistencia a la compresión, absorción, densidad, porosidad, succión capilar, y transferencia térmica a todos los porcentajes de reemplazo, se llegó a que el porcentaje óptimo de reemplazo sobre el óptimo (5% CCDC), es del 1% de reemplazo de PBCA; al consultar las normas NTC 4205-1, y NTC 4205-2 se encontró que los diferentes reemplazos cumplieron requisitos de la norma NTC 4205-2 de mampostería no estructural. Durante la investigación se evidenció que la reutilización de estos residuos agroindustriales CCDC, y PBCA como materia prima de la industria cerámica en la fabricación de ladrillos de arcilla roja, es una muy buena solución para dar un uso y disposición a estos residuos, disminuyendo el uso de materia prima, contribuyendo así, a la minimización de impactos negativos al ambiente.

CONTENIDO

	Pág.
ABREVIATURAS.....	11
PALABRAS CLAVE.....	11
INTRODUCCIÓN.....	1
1. JUSTIFICACIÓN.....	3
2. OBJETIVOS.....	4
2.1. Objetivo General	4
2.2. Objetivos Específicos	4
3. ESTADO DEL ARTE.....	5
3.1. Materias primas para la producción de ladrillos de cerámica roja.....	5
3.1.1. Arcillas.....	5
3.1.1.1. Propiedades físicas de las arcillas	6
3.1.1.2. Características principales de las arcillas para producción	7
3.1.1.3. Acción del calor sobre las arcillas	7
3.1.1.4. Composición de una arcilla para la producción de ladrillo	8
3.1.1.5. Cambios de la composición mineralógica de las arcillas durante la cocción	10
3.1.2. Desgrasantes	10
3.1.2.1. Polvillo de Bagazo de Caña de Azúcar (PBCA)	10
3.1.2.2. Acción del PBCA como desgrasante y formador de poros	11
3.1.3. Fundentes.....	13
3.1.3.1. Cisco de café (CDC)	14
3.1.3.2. Principio básico de acción de la CCDC como fundente	14
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	16
4.1. Materiales y métodos	16
4.1.1. Arcilla.....	16
4.1.1.1. Contenido de humedad inicial de la arcilla	16
4.1.1.2. ASTM D4464–10 Granulometría laser	17
4.1.1.3. ASTM D 422-63 Ensayo de hidrometría	18
4.1.1.4. ASTM D 4318 Límites de Atterberg.....	20
4.1.2. Cisco de café	25
4.1.2.1. Granulometría laser.....	25
4.1.2.2. XRF (Fluorescencia de rayos X)	27
4.1.3. DSC del CCDC	28
4.1.4. Polvillo de bagazo de caña de azúcar (PBCA).....	28
5. PRIMERA ETAPA EXPERIMENTAL.....	30
5.1. Mezclado	30

5.2.	Cocción	32
5.3.	Ensayo de densidad, absorción y porosidad (NTC 4017, ASTM C642) 32	
5.4.	Ensayo de Resistencia a la compresión (NTC 4017)	33
5.5.	Conclusiones de la primera etapa experimental	34
6.	<i>SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL</i>	38
6.1.	Procedimiento experimental	38
6.2.	Ensayo de Resistencia a la compresión (NTC 4017)	39
6.3.	Ensayo de densidad, absorción y porosidad (NTC 4017, ASTM C642) 40	
6.4.	ASTM C1585-13 Ensayo de Succión capilar	40
6.5.	Ensayo de transferencia de calor.....	41
7.	<i>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</i>	43
8.	<i>RECOMENDACIONES</i>	50
9.	<i>CONCLUSIONES</i>	51
	<i>BIBLIOGRAFÍA</i>	52
	<i>ANEXOS</i>	54

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Estructura del Caolín (Marcelino Fernández Abajo, 2000).....	5
Figura 2. Curva granulométrica.	17
Figura 3. Materiales y procedimiento.	18
Figura 4. Curva granulometría de la arcilla.	19
Figura 5. Materiales y procedimiento.	20
Figura 6. % de humedad de la muestra en función del Log (N).	21
Figura 7. Amasado y formación de los cilindros.....	21
Figura 8. Límites de Atterberg.....	23
Figura 9. Carta de Plasticidad.	23
Figura 10. Arreglo utilizado para hacer la quema del cisco de café y obtener la ceniza.	25
Figura 11. Curva de distribución granulométrica.	26
Figura 12. Ensayo DSC/TGA del CCDC	28
Figura 13. DSC/TGA del PBCA	29
Figura 14. Resistencia de compresión [MPa] del lote A.....	35
Figura 15. Resistencia de compresión [MPa] del lote B	35
Figura 16. Densidad aparente valores promedio de las probetas.	36
Figura 17. Ensayo de absorción	37
Figura 18. % De poros abiertos, Arcilla más CCDC.....	43
Figura 19. Ensayos de resistencia a compresión 2 etapas.....	44
Figura 20. Densidad aparente.....	44
Figura 21. Ensayo de absorción.	45
Figura 22. Ensayo de porosidad abierta.....	46
Figura 23. Succión capilar	47
Figura 24. Ensayo de transferencia térmica.	48

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Porcentaje de humedad de la arcilla.	16
Tabla 2. Distribución de probabilidad de longitudes.	17
Tabla 3. Lectura del hidrómetro para los distintos intervalos de tiempo con su correspondiente % Pasa y diámetro de las partículas obtenido.	19
Tabla 4. Datos obtenidos y % de humedad hallado para cada No. de golpes.	20
Tabla 5. Datos obtenidos y % de humedad hallado para cada muestra.	22
Tabla 6. Composición química de la arcilla (Jaramillo y Valencia, 2014)	24
Tabla 7. Distribución de probabilidad de longitudes.	26
Tabla 8. Composición química del cisco.	27
Tabla 9. Composición química de PBCA, (Fuente, estudio propiedad de Carvajal Pulpa y Papel 2015).	29
Tabla 10. Diseño de experimentos por cada composición.	30
Tabla 11. Porcentaje de humedad de la arcilla antes de mezclarla con el cisco. ..	31
Tabla 12. Cantidad de arcilla y CCDC en las probetas.	31
Tabla 14. Curvas de cocción para las diferentes temperaturas de cocción.	32
Tabla 15. Promedio de datos obtenidos por el ensayo de absorción bajo la norma NTC 4017 – ASTM C642.	33
Tabla 16. Resultados del ensayo de absorción NTC 4017 – ASTM C642.	33
Tabla 17. Promedio de resultados de resistencia a la compresión.	34
Tabla 18. Porcentajes experimentales.	38
Tabla 19. Porcentaje de humedad de la arcilla	38
Tabla 20. Ensayos para la caracterización de las probetas.	39
Tabla 21. Curva de cocción.	39
Tabla 22. Ensayos de resistencia a compresión.	40
Tabla 23. Registro de datos promedio, ensayo de densidad y absorción.	40
Tabla 24. Datos Succión Capilar.	41
Tabla 25, 2da Etapa Succión capilar	41
Tabla 26. Resultados de succión capilar.	47
Tabla 27. Trasferencia térmica comparativa.	48
Tabla 28, requisitos NTC 4205-2 de unidades de mampostería de arcilla cocida. Ladrillos y bloques cerámicos. Parte 2: mampostería no estructural	49
Tabla 29, Resumen de reemplazos que cumplen requisitos norma NTC 4205-2..	49

ABREVIATURAS

CDC	Cisco de café
CCDC	Ceniza de Cisco de café
PBCA	Polvillo de bagazo de caña de azúcar

PALABRAS CLAVE

Arcilla, Cisco de Café, Ceniza de Cisco de café, Polvillo de bagazo de caña de azúcar, resistencia a la compresión.

INTRODUCCIÓN

Durante el año 2014, la industria colombiana tuvo un aumento de su producción en un 2.6%, esto se traduce en un aumento de la demanda de bienes y servicios, pero también implica mayor uso de materias primas y generación en grandes cantidades de subproductos a causa de los procesos industriales, en donde estos subproductos son considerados como desechos, sin embargo dentro de las industrias, por motivos ambientales, les dan usos alternativos en sus mismos procesos (Palacio Betancur, 2005). Como ejemplo de reutilización de los subproductos se encuentran el uso de cisco de café (CDC), como combustible sólido para acelerar el secado del café y el uso del polvillo de bagazo de caña de azúcar (PBCA), para generar vapor y energía en las calderas de potencia.

Por otro lado, la industria de materiales cerámicos en Colombia es una industria en constante búsqueda de nuevos materiales para reemplazar sus materias primas, debido a que estas generan significativos impactos en el ambiente como cambios morfológicos del entorno, alto consumo de combustibles no renovables y energía eléctrica. Actualmente los centros de investigación del sector cerámico están en busca del desarrollo de nuevas tecnologías y procesos para la fabricación de materiales cerámicos, que permitan obtener un menor índice de consumo de energía y generar menos emisiones de dióxido de carbono (CO₂) usando materiales alternativos que mejoren la eficiencia del proceso manteniendo las propiedades mecánicas Piñeiro (2005).

Como materiales alternativos, la industria cerámica en la fabricación de ladrillos, ha apuntado hacia los subproductos agroindustriales como el CDC y PBCA, los cuales tienen propiedades de alto interés para esta industria; en anteriores investigaciones se ha encontrado que los materiales cerámicos son capaces de aceptar y neutralizar este tipo de subproductos usándolos a su beneficio (Eliche Quesada, et al., 2011).

Los ladrillos de cerámica roja adquieren resistencia mecánica a través del tratamiento térmico de la arcilla durante un proceso conocido como sinterización, el cual se produce cuando los puntos de contacto de los granos adyacentes se funden en una fase vítrea y se unen. Este proceso conocido como sinterización vítrea, comienza a los 800°C y continúa hasta temperaturas cercanas a los 1200°C, cuando tiene lugar la fusión y recristalización de los materiales (Averardo B. M., 2009). Las transformaciones mineralógicas causadas por la sinterización se producen solo a altas temperaturas y con grandes consumos de energía, lo que significa el gasto de considerables volúmenes de combustible (hidrocarburos, leña, biomasa, entre otros). Sin embargo, existen materiales que adicionados en las pastas cerámicas son capaces de disminuir las temperaturas de cocción, estos materiales se conocen como fundentes, la CCDC se conoce como un material fundente ya que con sus contenidos de óxidos de potasio y calcio actúa en las mezclas cerámicas al combinarse con los aluminosilicatos presentes en las arcillas formando un fluido viscoso a menor temperatura lo cual ayuda a la sinterización

durante el tratamiento térmico de las arcillas, haciendo que el proceso de cocción se dé a una temperatura más baja disminuyendo a su vez, el tiempo de cocción.

Actualmente, se ha percibido un significativo aumento en la temperatura del ambiente debido al cambio climático, por lo tanto, la demanda de ladrillos con mejores propiedades térmicas se ha incrementado. Una de las formas de realizar mezclas para darle a los ladrillos estas nuevas propiedades y aplicaciones es adicionarle a las pastas cerámicas materiales orgánicos como el PBCA, el cual tiene la capacidad de formar porosidades dentro del cuerpo cerámico. La formación de poros que genera la adición del PBCA permite al ladrillo ser más fresco y darle una característica ideal al uso en ambientes cálidos, sin embargo esto genera un impacto negativo en las propiedades mecánicas del ladrillo debido la porosidad formada en el cuerpo cerámico, pero esto se puede controlar optimizando la cantidad de adición del PBCA *A.E. Souza et al., 2014).

1. JUSTIFICACIÓN

El CDC y el PBCA, son subproductos agroindustriales a los cuales no se les da un buen manejo, estos cuentan con propiedades de interés para la industria de los materiales cerámicos en la fabricación de ladrillos de cerámica roja como alternativa de reemplazo de la materia prima arcilla, esto con el fin de mejorar la eficiencias del proceso y así mismo obtener nuevas propiedades que aumenten las aplicaciones del ladrillo y uso de los subproductos agroindustriales respetando los estándares de calidad del producto.

Se ha encontrado que la CCDC tiene altos contenidos de óxido de potasio y de óxido de calcio, estos elementos funcionan como materiales fundentes en las composiciones cerámicas, son elementos de bajo punto de fusión que al mezclarse con los aluminosilicatos de la pasta cerámicas reducen las temperaturas de fusión, ayudan a la sinterización y a la formación de fases vítreas que aportan resistencia mecánica en la cerámica, lo cual reduce el consumo de energía y aumenta la eficiencia del proceso manteniendo las propiedades físicas de los ladrillos. Esta alternativa se ha empezado a considerar dentro de las industrias como una solución ingenieril que disminuye el consumo de combustible, por lo tanto se percibe la reducción en las emisiones de dióxido de carbono y en el costo de producción de los ladrillos, generando un proceso más amigable con el ambiente y disminuyendo los costos globales de producción.

Debido a los cambios de temperatura por fenómenos ambientales, se ha aumentado la demanda de ladrillos con un mejor aislamiento o baja transferencia térmica. Un método convencional para reducir la transferencia térmica de los materiales cerámicos es modificar su microestructura incorporando materiales orgánicos capaces de formar poros en el interior del cuerpo cerámico aumentando su resistencia térmica. Entre estos materiales orgánicos se encuentra el PBCA, el cual es un material rico en sílice, capaz de formar poros en los cuerpos cerámicos durante su cocción por la descomposición y deshidratación de su parte orgánica dando como resultado un ladrillo más fresco, teniendo un decremento en propiedades mecánicas dependientes del porcentaje de reemplazo (Eliche Quesada, et al., 2011).

Como justificación final de este proyecto está el evaluar la efectividad de la incorporación de la CCDC como material fundente y del PBCA como un material formador de poros, esto con el fin de darles un mejor manejo a estos subproductos de la industria aprovechando sus beneficios como materia prima en la producción de ladrillos de cerámica roja, mejorando la eficiencia de los procesos y ayudando al ambiente con una disminución en la explotación de terrenos, menor uso de energía, y emisiones de CO₂ entregando de un ladrillo más fresco y ecológico a los consumidores.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo General

Estudiar el efecto sobre las propiedades físicas, mecánicas y sobre la transferencia de temperatura de la adición de ceniza de cisco de café y del polvillo de bagazo de caña de azúcar como reemplazo parcial de la composición de la pasta para la fabricación de ladrillos de arcilla roja.

2.2. Objetivos Específicos

Elaborar cuerpos de arcilla como muestra patrón y cuerpos de arcilla con reemplazo parcial de la CCDC como agente fundente en diferentes porcentajes para encontrar un óptimo; evaluar las propiedades mecánicas de la arcilla como muestra de control y comparar su comportamiento con las mezclas reemplazadas, esto como primera etapa experimental del proyecto.

Evaluar la efectividad de la CCDC como un material fundente midiendo esto con respecto a la resistencia a la compresión y densidad de los cuerpos.

Elaborar cuerpos con el óptimo de reemplazo de CCDC y adicionar PBCA como formador de poros.

Evaluar y comparar las Propiedades mecánicas y térmicas de los cuerpos adicionados con CCDC y PBCA, mediante el uso de la normativa técnica colombiana.

Evaluar la viabilidad de uso de los residuos agroindustriales CDC y PBCA como materiales útiles en la incorporación a las pastas cerámicas para la fabricación de ladrillos de arcilla roja.

3. ESTADO DEL ARTE

3.1. Materias primas para la producción de ladrillos de cerámica roja

En el proceso de elaboración y fabricación de ladrillos, la arcilla roja es la materia prima del proceso, la cual no se puede usar en su estado natural, por lo que es necesario agregar a la pasta materiales que ayudan a dar propiedades en la formación y cocción de los ladrillos; estos materiales son:

- **Arcilla**
- **Desgrasantes**
- **Fundentes**

3.1.1. Arcillas

La arcilla no es una roca primitiva sino el producto de la descomposición de ciertas rocas ígneas antiguas, se presenta en terrenos llamados estratificados generalmente en capas muy regulares. La arcilla pura es el silicato de aluminio llamado caolín, es un compuesto de los elementos Silicio (Si) y Aluminio (Al) con agua químicamente combinada. Puesto que el silicio y el aluminio se encuentran generalmente en combinación con el oxígeno, como óxidos, se les llama Sílice (SiO_2) y Alúmina (Al_2O_3). La arcilla es conocida en química como silicato de aluminio el cual presenta la siguiente composición $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Todos los minerales de caolín tienen las mismas características estructurales, como se puede observar en la Figura 1 esta consiste en de una “capa” de átomos de Si-O, referida como la capa o la lámina de sílice o capa de tetrahedrones, unidas como los átomos comunes de oxígenos, con una capa similar de Al-O de átomos llamado gibbsite (gibbsite) o la capa octahedral (Marcelino Fernández Abajo 2000, Paredes 2002).

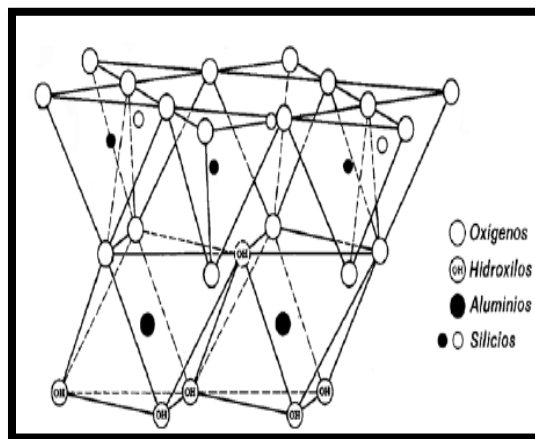


Figura 1. Estructura del Caolín (Marcelino Fernández Abajo, 2000).

3.1.1.1. Propiedades físicas de las arcillas

Las siguientes son las propiedades físicas encontradas en las arcillas (Marcelino Fernández Abajo 2000, Francis Blanco Alvares 2007).

➤ **Tamaño del grano:** La característica física más importante de las arcillas es la finura de su grano. El orden de tamaño de las partículas arcillosas varía desde 0.5 micrómetros hasta dimensiones coloidales, teniendo muchas partículas arcillosas un diámetro inferior a 0.2 micrómetros. La determinación exacta del tamaño de grano en las arcillas, no es fácil debido a la tendencia de éstas a agruparse o flocular.

➤ **Consolidación:** Debido a que las aperturas entre las partículas de arcilla y el contenido de agua, relativamente alto, están propensas a la compactación o consolidación al soportar cargas. La consolidación de los suelos involucra pérdidas de espacio poroso, con la correspondiente pérdida del gas o del agua contenidos en los poros. Hasta cierto punto, la consolidación incluye también un reacomodo de las partículas que componen el suelo.

➤ **Contracción:** La mayor parte de los suelos de arcilla natural tienden a encogerse cuando se secan, debido a la reducción de espacio poroso. La contracción puede originarse por pérdida de agua alrededor de los granos, o por pérdida de agua de la estructura de los minerales arcillosos.

➤ **Intumescencia:** Si los suelos arcillosos absorben agua, aumentan de volumen, fenómeno contrario al de contracción, independientemente de que la estructura del suelo es tan alterada por éste, que no se alcanza a recuperar su volumen inicial.

➤ **Permeabilidad:** Las arcillas tienen baja permeabilidad. Las aperturas inter granulares son demasiado pequeñas para permitir una circulación rápida. Posiblemente la mayor cantidad de agua que penetra en la masa arcillosa llegue a través de grietas de contracción y desecación.

➤ **Sensibilidad:** Las partículas arcillosas poseen cargas eléctricas parecidas, por lo que originan mutua repulsión, siendo arrastradas a lo largo de las corrientes o dispersadas en un cuerpo de agua.

➤ **Plasticidad:** comprende cohesión, maleabilidad, poder ligante y viscosidad; se debe a que el agua forma una envoltura sobre las partículas laminares produciendo un efecto lubricante que facilita el deslizamiento de unas partículas sobre otras cuando se ejerce un esfuerzo sobre ellas.

➤ **Endurecimiento:** lo sufren a ser sometidas a la acción de calor.

➤ **Color:** este se debe a la presencia de óxidos metálicos.

➤ **Absorción:** absorben materiales tales como aceites, colorantes, gases, etc.

3.1.1.2. Características principales de las arcillas para producción

Unas de las características esenciales que se buscan en una arcilla para la producción de ladrillos son:

➤ **Plasticidad:** Esta es una cualidad natural propia de cada arcilla, pero algunas no tienen suficiente plasticidad para poderlas trabajar y otras en cambio son demasiado plásticas. Se sabe que las partículas individuales de la arcilla son aplanadas y por ello pueden deslizarse unas sobre otras, especialmente cuando están mojadas. Esta característica hace que la arcilla se estire y sea más fácil de moldear. Cuando una arcilla es demasiado plástica, se le llama larga y cuando no es plástica se la llama corta (Santos Amado et al 2009).

➤ **Porosidad y distribución granulométrica:** La arcilla debe ser suficientemente porosa para poder secarse uniformemente sin agrietarse o torcerse. Las arcillas que son demasiado porosas son tan burdas que generalmente son inútiles para ciertos productos. La distribución granulométrica permite aproximar el grado de empaquetamiento y comportamiento de una arcilla, si esta tiene un tamaño de grano grande la porosidad será mayor que la de una arcilla con grano pequeño, esto debido a que en el proceso de moldado y compactado de la pasta cerámica la arcilla con granos pequeños queda más compacta impidiendo que se acumule agua entre las partículas y evitando que existan cavidades en el momento de cocción, Las arcillas que cuecen a baja temperatura tienen un índice más elevado de absorción puesto que son más porosas (Marcelino Fernández Abajo 2000).

➤ **Composición química, mineralógica y grado de Vitricación:** Estas variables influyen directamente en las propiedades de los cerámicos, definen su comportamiento inicial en el proceso de moldeo y propiedades finales después de cocción como refractariedad, coloración, y resistencia mecánica. La vitricación es la cualidad de la arcilla de hacerse dura y resistente con el calor. Cuando una arcilla es vidriosa, es como de vidrio y se fractura en forma limpia, lisa, en que se rompe el vidrio. En este estado es totalmente densa y no absorbente. Cada arcilla tiene una temperatura de madurez a la cual puede realizarse la mejor combinación de las cualidades de fuerza, contracción y resistencia al choque. Este punto es un poco menor que el de la vitricación y se le encuentra haciendo pruebas en sitio (Marcelino Fernández Abajo 2000).

3.1.1.3. Acción del calor sobre las arcillas

La acción del calor sobre las arcillas se puede describir en los siguientes pasos (Marta Abreu, 2011), (Marcelino Fernández Abajo 2000).

- Eliminación del agua higroscópica se da a una temperatura de aproximadamente 100 °C, aún no pierde su agua de composición y conserva la propiedad de dar masas plásticas.
- En un rango de temperatura entre 300 y 400 °C el agua llamada de combinación es liberada, perdiendo la propiedad de dar masas plásticas aunque se le reduzca a polvo y se le añada suficiente agua.
- A 575 °C se produce una transformación alotrópica del cuarzo α a cuarzo β , esto produce una expansión volumétrica que también ocurre durante el secado, se debe tener cuidado para evitar agrietamientos.
- Entre 600 y 700 °C el agua en la arcilla es totalmente eliminada.
- Por la acción del calor entre 700 y 800 °C adquiere propiedades tales como dureza, contracción y sonoridad, la sílice y la alúmina comienzan a formar un silicato anhidro (Mullita: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$).
- Esta combinación se completa entre 1000 y 1100 °C.
- Hacia los 1200 °C aparecen los primeros síntomas de vitrificación, dependiendo del tipo de arcilla y el contenido de fundentes.

3.1.1.4. Composición de una arcilla para la producción de ladrillo

La composición química óptima para un ladrillo es la siguiente (Francisco Blanco Álvarez, 2007, Marcelino Fernández Abajo, 2000):

- **Contenido de Alkalís y Ácidos:** menor del 0.2%. Puede causar eflorescencia con un porcentaje mayor.
- **Sustancias solubles** (sales: sulfato sódico, sulfato de magnesio): menor al 0.04%. Igual al anterior produce eflorescencias con un porcentaje mayor.
- **Piritas (Sulfuros de Hierro):** Su exceso puede producir una deposición sulfúrica, en el momento de la cocción, ocasionando coloraciones indeseables y cuarteadoras sobre el material.
- **Contenido de Alúmina:** 20 - 30 % Imparte plasticidad a la arcilla, y un exceso provoca contracciones altas en el secado, sin embargo su incremento aumenta la resistencia mecánica y aumenta la temperatura de fusión, durante la cocción ayuda a la formación de la mullita aumentando las resistencias mecánicas.
- **Contenido de Sílice:** 45 - 55 % Da baja contracción, aporta resistencia a ataques químicos, presenta dilatación al calentamiento y contracción al

enfriamiento por cambios alotrópicos a los que se debe de tener cuidado porque se puede producir tensiones o roturas, imparte formas uniformes al ladrillo, reduce la contracción de cocción e incrementa la refractariedad, disminuye el porcentaje de pérdida de peso en cocción, aumenta la porosidad de la pieza cocida disminuyendo su densidad y resistencia mecánica, mejora la resistencia al impacto. Asociada con la durabilidad. Su exceso disminuye la cohesión entre partículas.

➤ **Óxido de Hierro:** Imparte coloración rojiza a la cerámica cuando no es absorbido por la mullita; la mullita absorbe el Fe_2O_3 hasta un 7.6% a 1300 °C disminuyendo el color característico del ladrillo, las arcillas illíticas o montmorilloníticas cuecen a menores temperaturas formando menores cantidades por lo que se absorbe menor cantidad de Fe_2O_3 dando como resultado una coloración roja, se puede presentar de dos formas; como ferroso FeO y como férrico Fe_2O_3 la suma de estos no debe superar un máximo de 10%; previene que la cal produzca la función de la arena. Su exceso produce una coloración azul oscura generalmente no ocasiona otra molestia, por encima de los 1050 °C el Fe_2O_3 transforma a hematita dando una coloración marrón, a 1150 °C la forma más estable de óxido es FeO cambiando de coloración a verde o gris negruzco.

➤ **Cal:** Normalmente se encuentra en las arcillas como carbonato de calcio (CaCO_3), debe estar disperso (diámetro 0.2 mm). La cal o CaO reacciona con la sílice y forma Pseudowollastonita o silicato de calcio (CaSiO_3) que da una estructura interna que aumenta la resistencia a la deformación en la pieza cocida y resistencia mecánica y generan un color blanco que relega al Fe_2O_3 . El CaO es un fundente alcalino que permite bajar la temperatura de fusión de la sílice a causa de la formación de un vidrio; este no debe de quedar libre en las piezas debido a que puede reaccionar y hidratarse y forma un hidróxido acompañado de un aumento de volumen que cuando sobrepasa la resistencia y elasticidad del material aparece cascarillas.

➤ **K_2O :** El óxido de potasio es un fundente muy activo, suele estar en una arcilla en rangos de entre 1.5 a 4%, este óxido empieza el proceso de vitrificación a bajas temperaturas, forma vidrios viscosos que va desarrollando propiedades mecánicas con el aumento de temperatura, su forma de contracción acompaña la vitrificación, puede disminuir la temperatura de cocción en un rango de entre 825°C a 850°C, y ayuda a determinar la resistencia mecánica y propiedades de la pieza.

➤ **TiO_2 :** Todas las arcillas tienen un contenido de TiO_2 , aumenta la intensidad de color amarillento no deseable producido por Fe_2O_3 , puede proporcionar una coloración azulada en fuego reductor.

➤ **MgO :** Imparte coloración amarilla a la cerámica, y ayuda a decrecer la deformación. Su exceso produce deterioro por expansión de la superficie.

3.1.1.5. Cambios de la composición mineralógica de las arcillas durante la cocción

Las propiedades y características del producto final dependen de factores tales como: la técnica de cocción que se emplee, la preparación de las pastas y las materias primas. Las transformaciones que ocurren son las siguientes (Francisco Blanco Álvarez, 2007):

1. De 0-400 °C: Eliminación de residuos de agua, combustión de la materia orgánica. El material se dilata hasta los 100°C, y luego, a 250°C sufre una retracción, para volver a dilatarse después. No se producen cambios químicos ni estructurales.

2. De 400-600 °C: Se desprende el agua ligada químicamente, se descomponen las arcillas en óxidos, cesa la dilatación y se inicia la contracción de volumen.

3. De 600-900 °C: Se produce un metacaolín muy inestable, que tiende a formar alúmina; es muy higroscópico.

4. De 900-1000 °C: En este período reacciona la alúmina con la sílice, y se forma el silicato aluminico, $\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$, del que existen tres estados alotrópicos en la naturaleza: Sillimanita y Andalucita.

5. A más de 1000 °C: El silicato $\text{SiO}_2\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$ tiende a transformarse en $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ (mullita, de gran dureza, pequeño coeficiente de dilatación, que cristaliza en agujas muy finas).

6. Fusión: La fusión ocurre a temperaturas por encima de 1200°C, dependiendo del tipo de arcilla y el contenido de fundentes.

3.1.2. Desgrasantes

Los desgrasantes son los materiales encargados de disminuir la plasticidad de las arcillas y su contracción al secado, evitando contracciones muy bruscas de la masa que conducen al agrietamiento de las piezas. Entre los materiales más utilizados como desgrasantes en las mezclas cerámicas se encuentran las arenas, la piedra pulverizada, conchas molidas (arcilla cocida y pulverizada), huesos, cuarzo, pedernal, las arcillas silíceas, la cáscara de arroz, hierbas, residuos molidos de ladrillos cocidos (chamota), entre otros compuestos con altos contenidos de sílice, el desgrasante aparte de disminuir la contracción al secado también controla la formación de porosidad durante la cocción (Marcelino Fernández Abajo, 2000).

3.1.2.1. Polvillo de Bagazo de Caña de Azúcar (PBCA)

El bagazo de caña es un subproducto de la producción de azúcar rico en celulosa que es aprovechado por la industria papelera para hacer papel de bagazo de

caña de azúcar, el proceso de fabricación del azúcar toma el tallo de la caña y exprime su jugo dejando como subproducto el tallo que luego pasa a un proceso de molienda para dejarlo en pequeñas fracciones llamadas fibras, estas fibras son acopiadas en patios donde se disponen para un proceso de transporte y posteriormente un proceso de desmedulado donde lavan la fibra sacándole el mayor porcentaje de suciedad y clasificándola como fibra larga apta como materia prima para la producción de papel, y polvillo de bagazo que debido a su menor tamaño no es apto para el uso como materia prima en la fabricación del papel, este subproducto es un material particulado muy volátil rico en sílice con contenidos de materia orgánica y un medio poder calorífico por lo que es utilizado en las calderas de potencia, pero debido a que su generación supera por mucho su consumo este subproducto queda almacenado en grandes bodegas o patios.

3.1.2.2. Acción del PBCA como desgrasante y formador de poros

Faria, et al. (2012) estudiaron la reutilización del polvillo de bagazo de caña de azúcar en la producción de ladrillos de arcilla, elaboraron probetas cilíndricas de 25mm de diámetro prensadas a 21MPa, su cocción se llevó a una temperatura de 1000°C con reemplazos de PBCA por arcilla en porcentajes de 0, 5, 10, y 20%. En este estudio se reportó una composición química del PBCA 62% de SiO₂, 6% Al₂O₃, 8% de Fe₂O₃, 5% CaO, 7% K₂O, mas materia orgánica y otros materiales en menores porcentajes. En el análisis de resultados de este estudio se reportaron los siguientes hallazgos; en el ensayo de contracción lineal se observó que al aumentar el contenido de PBCA decrece la contracción “este efecto está relacionado con la composición del residuo rico en sílice cristalina la cual es un componente no plástico, se comporta como un material de relleno y disminuye la plasticidad de las mezclas del residuo arcilla/polvillo” haciendo una función de desgrasante, la menor contracción lineal reportada en este estudio la mostró el reemplazo del 20% con un 2% de contracción. En el ensayo de resistencia mecánica a tracción de este estudio se observó que al aumentar el contenido de PBCA la resistencia a tracción decreció drásticamente “tal comportamiento se debe principalmente a los siguientes factores: i) la descomposición de la materia orgánica del residuo generando poros en la estructura cocida; y ii) la presencia de un alto contenido de partículas de sílice cristalina del residuo, que tiende a inducir defectos en la matriz cerámica cocida”. En el ensayo de absorción de agua de este estudio se reportó un incremento de absorción con el aumento del contenido de PBCA, esto se relacionó con la microestructura del cuerpo cocido y poros abiertos, se reportó un rango de absorción de entre 22.8 – 25.66%. En el ensayo de densidad aparente de este estudio se reportó un decremento al aumento de PBCA. Se recomendó evitar reemplazos mayores al 10% debido a que decrecen ampliamente las propiedades mecánicas.

Souza et al. (2011) estudiaron la reutilización de PBCA para producir ladrillos de arcilla con el fin de reducir la transferencia térmica de los cuerpos cerámicos al inducir la formación de poros por la acción del PBCA. En este estudio se elaboraron probetas prismáticas de 60mm x 20mm x 5mm prensadas a 19 MPa, su realización cocción a temperaturas de 500, 800, 900, 1000, 1100 y 1200°C con

reemplazos de PBCA por arcilla en porcentajes de 0, 20, 40, y 60%. En este estudio se reportó la caracterización del PBCA por medio de la técnica de DRX donde se observó que la fase cristalina predominante es cuarzo lo que se corrobora con un análisis químico donde se reportó la siguiente composición química: 85.5% óxido de silicio SiO_2 , 6% óxido de aluminio Al_2O_3 , 3.5% óxido de potasio K_2O y otros en pequeñas cantidades. En el análisis de resultados de este estudio se reportaron los siguientes hallazgos; en el ensayo de contracción lineal se observó que al aumentar el contenido de PBCA decrece la contracción lineal comportamiento que se esperaba debido a la cantidad de óxido de silicio que posee el PBCA lo que le da un comportamiento de desgrasante; por otro lado con respecto a la temperatura por efecto del proceso de sinterización se reportó un incremento de la contracción que se hace más notorio a temperaturas sobre los 1000°C . En el ensayo de porosidad aparente en este estudio se reportó un incremento de porosidad aparente con el aumento de los porcentajes de reemplazo al igual que con la temperatura, sin embargo para las piezas cocidas a temperaturas mayores de 1000°C la porosidad abierta disminuye debido a que la “reducción de la porosidad es atribuida a la formación de una fase líquida, la cual facilita el proceso de difusión durante la sinterización principalmente por encima de 1000°C donde la fase líquida aumenta y llena los poros abiertos. Con mayores cantidades de polvillo la concentración del fundido también aumenta y favorece la formación de la fase líquida en el material arcilloso, especialmente a los 1200°C . En este rango de temperaturas la formación de mullita es más intensa, y la formación de cristobalita también toma lugar disminuyendo la concentración de cuarzo y formación de defectos durante el proceso de enfriamiento”. En el ensayo de absorción de agua en este estudio se reportó un decremento de la absorción con el aumento de temperatura correspondiente al comportamiento de cierre de la porosidad abierta, también se reportó un incremento de la absorción con el aumento de reemplazo del PBCA, a la temperatura de 1200°C se reportó un cambio de comportamiento disminuyendo la absorción por debajo de la muestra patrón. En el ensayo de densidad aparente en este estudio se reportó un incremento en la densificación del cuerpo con la temperatura, este comportamiento es mucho más marcado sobre 1000°C , también se reporta una disminución de la densidad aparente con el aumento del contenido de PBCA, la densidad aparente se observó en un rango de 1.4 a 2.4 g/cm^3 . En el ensayo de resistencia a flexión en este estudio se reportó un incremento de la resistencia con la temperatura debido a un mayor grado de sinterización y vitrificación de las fases; para el contenido de PBCA se reportó un decremento de la resistencia al aumento del contenido, “La disminución de la resistencia a la flexión con el aumento de contenido de PBCA se puede atribuir a la presencia de partículas de cuarzo componente principal del polvillo; el cuarzo no participa en la formación de nuevas fases a temperaturas de sinterización menores a 1000°C ; sin embargo, a 1100°C y 1200°C una difracción de rayos X, mostró picos correspondiente a la formación de cristobalita. La sílice (cuarzo, tridimita y cristobalita) tiene transiciones estructurales de orden-desorden reversible a varias temperaturas entre 110°C y 1470°C , estas transiciones están asociadas con variaciones dimensionales que causan cambios en la densidad y el volumen ocupado por estas fases, estas transiciones pueden causar la formación de poros entre

partículas o pueden introducir tensiones durante el enfriamiento, los poros y las tensiones pueden a su vez producir micro fisuras, que contribuyen a la disminución de la resistencia mecánica”.

Cecile Bories et al. (2014) estudiaron el efecto de la adición de PBCA y otros subproductos industriales en el proceso de fabricación de ladrillos de arcilla con el fin de desarrollar un ladrillo más fresco a partir de materias primas renovables. Este estudio reportó el siguiente resultado obtenido como resultado óptimo; a un porcentaje de reemplazo del 10% de PBCA y una temperatura de cocción de 1000°C se reportó una contracción lineal de aproximadamente un 2.2%, un porcentaje 2.2% de absorción de agua, densidad de 1.5 g/cm³. Muñoz Velasco et al. (2014) Estudiaron la reutilización de PBCA y otros materiales orgánicos e inorgánicos como reemplazo de arcilla en la fabricación de ladrillos de arcilla roja, como conclusión de su trabajo recomiendan trabajar con un máximo de adición del 10% de materias orgánicas, esto para mantener las propiedades mecánicas dentro de un rango razonable.

De la bibliografía consultada (Muñoz Velasco et al 2014, Cecile Bories et al. 2014, Souza et al. 2011, Faria, et al. 2012), se observó que el PBCA tiene un alto contenido de óxido de sílice dando un comportamiento no plástico a la arcilla, disminuyendo la contracción lineal con el aumento de porcentaje de reemplazo cumpliendo la función de desgrasante, también se observó disminución de la densidad aparente con el aumento de reemplazo, pérdida de propiedades mecánicas por la formación de poros con el aumento de reemplazo, efectiva formación de poros abiertos y cerrados en temperaturas por debajo de 1000°C. Se recomiendan reemplazos PBCA hasta del 10% con el fin de hacer la función de formador de poros haciendo del ladrillo un elemento más fresco sin perder considerablemente sus propiedades mecánicas. El uso del PBCA es viable y muestra un resultado positivo en el ahorro de materia prima, dando un impacto económico positivo a la protección ambiental y desarrollo de mejores prácticas en el cuidado del ambiente.

3.1.3. Fundentes

Los fundentes en las pastas cerámicas son componentes de bajo punto de fusión que se combinan con los aluminosilicatos presentes en la arcilla y ayudan a formar fases mineralógicas a menores temperaturas, esto se refleja en el proceso de cocción como una disminución de la temperatura de sinterización y densificación de la pasta. En otras palabras los fundentes son los encargados de bajar la temperatura de vitrificación de una pasta ayudando a que esta densifique rápidamente. La temperatura a la que comienza la sinterización o densificación de un material cerámico depende del tipo de fundente, porcentaje de fundente en la pasta y tipo de arcilla; generalmente se conoce que la sinterización comienza cuando se emplean fundentes a partir de los 850°C y en casos muy específicos alrededor de los 500°C. Los fundentes comunes que se encuentran en las pastas cerámicas son los óxidos alcalinos, carbonatos, y fluoritas.

3.1.3.1. Cisco de café (CDC)

El CDC es un subproducto agroindustrial del proceso de trilla de café, este es utilizado dentro del mismo proceso como elemento combustible en hornos para acelerar el secado del café, sin embargo debido a su volumen de producción no todo se alcanza a quemar en estos hornos y como opción para su disposición es acumulado como material de relleno o depositado como desperdicio en campos. Este subproducto agroindustrial es una celulosa que acompaña al café durante todo el proceso de secado y luego de ser separado no sirve como producto alimenticio por lo que se le da trato de desecho; es muy estable en presencia de álcalis y ácidos débiles, es de fácil manejo, no presenta riesgos biológicos ni es perecedero, se ha encontrado que puede contener un promedio de 0.6% en cenizas luego de su quema las cuales son ricas en óxido de potasio con un contenido típico del 27% y óxido de calcio con un contenido típico del 12%, dos materiales que son altamente fundentes y ayudan a las pastas cerámicas a disminuir su temperatura de cocción (Palacio Betancur, 2005).

3.1.3.2. Principio básico de acción de la CCDC como fundente

El uso de este subproducto agroindustrial como material fundente se basa en los altos contenidos de óxido de potasio y óxido de calcio, principalmente en su alto contenido de óxido de potasio. El óxido de potasio es un fundente muy activo que puede determinar el grado de cocción de una pieza, resistencia mecánica y absorción, este empieza el proceso de vitrificación a bajas temperaturas aproximadamente a 700°C formando vidrios viscosos que ayudan a la fusión de otros materiales, estos vidrios viscosos desarrollan propiedades mecánicas con el aumento de temperatura de una forma gradual, su forma de contracción va acompañada de la vitrificación lo que asegura la calidad de la pieza (el óxido de potasio en las pastas desarrolla propiedades mecánicas de forma gradual evitando la caída de paquetes en la producción por rápidas expansiones); por otro lado el óxido de calcio es un fundente activo que permite bajar la temperatura de fusión de la sílice a causa del mismo fenómeno de formación de vidrios viscosos, este se activa como fundente aproximadamente a 900°C, formando cristales de Pseudowollastonita o silicato de calcio (CaSiO_3), que dan a la estructura interna un aumento de la resistencia a la deformación en la pieza cocida y resistencia mecánica; se debe de tener una buena distribución granulométrica para evitar que el óxido de calcio quede libre en las piezas, esto debido a que puede reaccionar e hidratarse luego de salir de cocción formando un hidróxido que va acompañado de un aumento de volumen que puede sobrepasar la resistencia y elasticidad del material y lo fractura formando cascarillas en el exterior.

Eliche-Quesada et al., (2011), estudiaron el efecto de la incorporación de varios subproductos industriales para preparar ladrillos de arcilla con el fin de aumentar la capacidad de aislamiento térmico manteniendo las propiedades mecánicas. En

este estudio se elaboraron probetas prismáticas de 60mm x 30mm x 10mm prensadas a 54.5 MPa, se realizó el proceso de cocción a una temperatura de 950°C con un reemplazo de CCDC por arcilla en un porcentaje de 3%; el estudio reportó la caracterización química de la CCDC donde se halló la siguiente composición: 23% de óxido de potasio, 22% de óxido de magnesio, 13% de óxido de calcio, 8% de óxido de sodio, y porcentajes menores de otros componentes; estos altos contenidos de óxidos alcalinos hacen que este material tenga unas muy buenas propiedades como material fundente. En el análisis de resultados de este estudio se reportaron los siguientes hallazgos; en el ensayo de contracción lineal se observó una contracción del 1.06% para la probeta con reemplazo contra una contracción del 0.46% para la muestra patrón. En el ensayo de densidad aparente el reemplazo mostro una densidad aparente de 1.27 g/cm³ contra una densidad del 1.34 g/cm³ para el patrón. En el ensayo de absorción de agua se reportó una absorción del 16.3% con reemplazo contra 15.9% de absorción de agua de la probeta patrón. En el ensayo de resistencia a la compresión se reportó una resistencia de 66.5 MPa para la probeta con reemplazo contra 61.2 MPa para la probeta patrón lo que indico un mejor comportamiento para la probeta con reemplazo esto debido a la acción de los óxidos fundentes que ayudan en el proceso de sinterización y vitrificación. En este estudio se observó que los óxidos contenidos en la CCDC ayudaron a ganar resistencia mecánica superando el patrón, en cuanto a los valores de densidad se observaron valores muy aproximados entre la probeta con patrón y la probeta con reemplazo.

Como conclusión los óxidos alcalinos ayudan a bajar las temperaturas de cocción, y desarrollar mejores propiedades mecánicas, su acción está asociada a la reducción de la temperatura de sinterización, básicamente porque estos influyen en las transformaciones mineralógicas que tienen lugar en los minerales de arcilla durante su tratamiento térmico y permite la formación de mayor cantidad de fases vítreas a menor temperatura. El cisco de café que provee Café Águila Roja S.A. para la realización de esta tesis es rico en óxido de potasio y calcio por lo que se espera actué como un material fundente mejorando los procesos de cocción, deshidrolización de la Caolinita entre 500 a 600°C, y descarbonatación de los carbonatos 700 a 800°C, este proceso favorece la formación de nuevas fases y crea gran cantidad de material amorfo.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4.1. Materiales y métodos

4.1.1. Arcilla

Se recibió arcilla de la línea de producción de la Ladrillera Meléndez, a esta arcilla se le realizó una homogenización de forma manual mezclándola varias veces debido a la cantidad suministrada (6 sacos, aproximadamente 300 Kilogramos), esto para garantizar la uniformidad de propiedades, se almacenó en un lugar fresco y seco protegido del sol y la humedad. Luego se procedió a realizar la preparación de dos lotes de la muestra para el procedimiento experimental (lote A, lote B), se realizó disminución del tamaño de grano en un molino de quijada seguido de molienda en molino de discos y tamizado; para la caracterización física de la arcilla se realizaron los siguientes ensayos según su norma:

1. Contenido de humedad inicial de la arcilla
2. Granulometría laser (ASTM D4464–10)
3. Hidrometría (ASTM D 422-63)
4. Límites de Atterberg (ASTM D 4318)

4.1.1.1. Contenido de humedad inicial de la arcilla

Se tomaron 3 muestras de 50 gr de arcilla, y se procedió a secarlas en un horno a 110 °C durante 24 horas, posteriormente cada muestra se pesó y se registró el valor en la Tabla 1.

El porcentaje de humedad (%W) de la muestra se calculó utilizando la ecuación 1.

$$\%W = \frac{W_{SW} - W_{SD}}{W_{SD} - W_T} \times 100 \quad (1)$$

Tabla 1. Porcentaje de humedad de la arcilla.

Muestra	Peso Muestra Húmeda (g)	Peso Muestra Seca (g)	Humedad (%)
1	50	46	0.092
2	50	46	0.092
3	50	46	0.092
PROMEDIO			9.2

Teniendo en cuenta la información dada en la Tabla 1, la arcilla tiene un porcentaje promedio de humedad del 9.2%.

4.1.1.2. ASTM D4464–10 Granulometría laser

El control granulométrico es fundamental para los procesos cerámicos, ya que se relaciona la distribución de partículas con el comportamiento de la pasta en las diferentes etapas de proceso y en las propiedades del material ya conformado; se realizó una granulometría laser en un equipo Mastersizer 2000 con un accesorio Hydro 2000MU (A), en un rango 0.02 a 2000 micrómetros, la prueba se realizó con una muestra de arcilla y se registró la distribución granulométrica que se observa en la Figura 2.

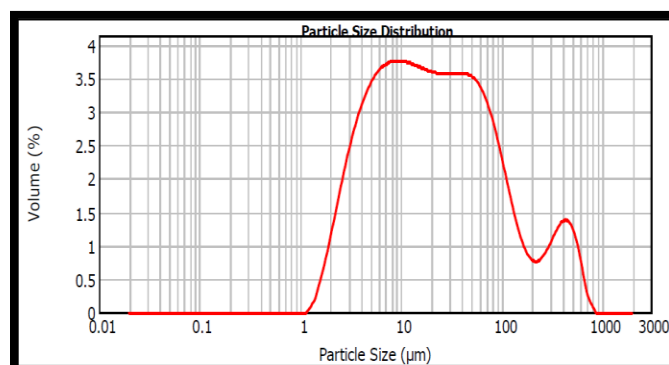


Figura 2. Curva granulométrica.

En la Tabla 2, se enseña la distribución de probabilidad de longitudes determinada por el sensor del equipo.

Tabla 2. Distribución de probabilidad de longitudes.

Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %
1.096	0.03	11.482	3.36	120.226	1.40
1.259	0.15	13.183	3.33	138.038	1.08
1.445	0.43	15.136	3.30	158.489	0.85
1.660	0.75	17.378	3.27	181.970	0.72
1.905	1.12	19.953	3.24	208.930	0.69
2.188	1.52	22.909	3.22	239.883	0.76
2.512	1.91	26.303	3.22	275.423	0.91
2.884	2.27	30.200	3.22	316.228	1.08
3.311	2.57	34.674	3.23	363.078	1.22
3.802	1.01	39.811	3.23	416.869	1.25
4.000	4.84	45.709	3.20	478.630	1.11
5.012	3.18	52.481	3.12	549.541	0.80
5.754	3.29	60.256	2.98	630.957	0.35
6.607	3.36	69.183	2.77	724.436	0.11
7.586	3.39	79.433	2.48	831.764	0.00
8.710	3.40	91.201	2.14	954.993	0.00
10.000	3.39	104.713	1.76	1096.478	0.00
11.482		120.226		1258.925	0.00

Se puede notar tres picos, dos de ellos están traslapados en una distribución amplia en un rango de 3-100 micrómetros y luego un pico de 316-549 micrómetros, el parámetro de uniformidad fue de 2.76 lo que indica que las partículas tienen tendencia a ser esféricas, la envergadura de la partícula fue de 7.6, el área de superficie específica: 0.6 m²/g y el diámetro promedio de la esfera: 63.7 μm.

- El 10% d (0.1) en volumen de las partículas analizadas presentan un diámetro por debajo de 3.7 μm .
- El 50% d (0.5) en volumen de las partículas analizadas presentan un diámetro por debajo de 20.1 μm .
- El 90% d (0.9) en volumen de las partículas analizadas presentan un diámetro por debajo de 155.1 μm .

4.1.1.3. ASTM D 422-63 Ensayo de hidrometría

Para realizar este ensayo se procedió a secar arcilla en un horno a 110 °C durante 24 horas, posteriormente se molto en un molino de discos para disgregar los terrones formados después del secado y finalmente se pasó por el tamiz número 200 (75 micrómetros). De la muestra anterior, se utilizaron 50 gr, a los cuales se le adiciono 125 ml de hexametáfosfato de sodio diluido al 4%, la cual se agitó hasta que el suelo quedara totalmente húmedo y se dejó remojando durante 16 horas. La solución (arcilla+ hexametáfosfato), se pasó a la batidora y se agito durante 1 minuto, posteriormente se agregó a la probeta de sedimentación y se añadió agua hasta completar un volumen de 1000 ml, luego se introdujo el hidrómetro y se procedió a realizar las lecturas a distintos intervalos de tiempo 1, 2, 3, 4, 8, 16, 30, 60, 120, 1080, 1440, 2880 minutos, hasta que todas las partículas se sedimentaron como se puede observar en la Figura 3.



Figura 3. Materiales y procedimiento.

En la Tabla 3 se muestran los datos obtenidos durante el ensayo, como también los resultados hallados utilizando las ecuaciones descritas en la norma ASTM D 422-63.

Tabla 3. Lectura del hidrómetro para los distintos intervalos de tiempo con su correspondiente % Pasa y diámetro de las partículas obtenido.

Tiempo (minutos)	Lectura hidrómetro	Temperatura (°C)	% Pasa	Diámetro (micrómetros)
0				75
1	42	25	40.3	36.8
2	40	25	38.3	26.5
3	37	25	35.3	22.2
4	36	25	34.3	19.4
8	34	25	32.3	13.9
16	31	25	29.3	10.1
30	28	25	26.3	7.5
60	26	25	24.3	5.4
120	24	25	22.3	3.9
1080	19	24	17	1.4
1440	17	25	15.3	1.2
2880	15	24	13	0.9

Se observó que el 56.7 % de la arcilla tiene partículas de diámetro entre 74 y 3.9 micrómetros, lo cual se denomina como limo y el 43.3% restante está compuesta por partículas de diámetro menores a 3.9 micrómetros, que se denomina como arcilla; por el alto porcentaje de arcilla, se puede inferir que va presentar un buen comportamiento plástico permitiendo un fácil moldeo; La conducta cohesiva de un suelo depende principalmente del tipo y porcentaje de arcilla (porcentaje más fino que 2 micrómetros) que presente, de su historia geológica y del contenido de humedad más que de la distribución misma de los tamaños de la partícula. De aquí la importancia de realizar el ensayo de hidrometría, ya que es el único ensayo que nos permite conocer el porcentaje exacto de arcilla que contiene un suelo.

Los resultados obtenidos en el análisis granulométrico, son representados en la Figura 4.

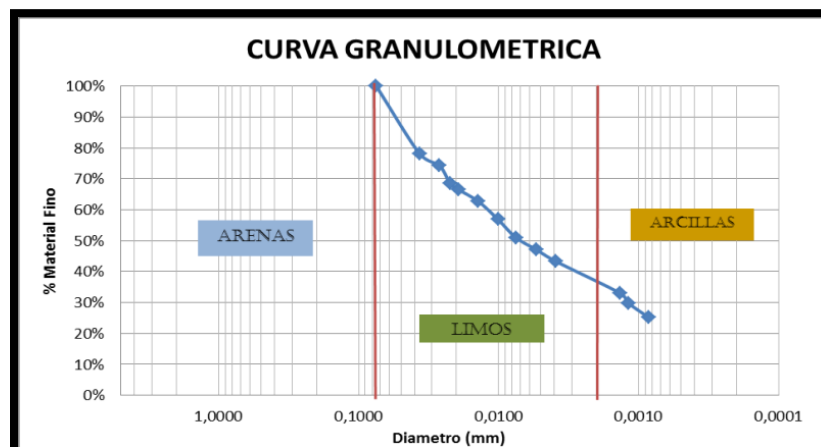


Figura 4. Curva granulométrica de la arcilla.

Se puede observar que el 56.7% de la arcilla tiene partículas de diámetro entre 74 y 3.9 micrómetros, lo cual se denomina como limo y el 43.3% restante está compuesta por partículas de diámetro menores a 3.9 micrómetros, que se denomina como arcilla

4.1.1.4. ASTM D 4318 Límites de Atterberg

4.1.1.4.1. Limite líquido

Para realizar este ensayo se utilizaron 50 g de arcilla previamente seca y triturada, a la cual se le adicionó una pequeña cantidad de agua y se mezcló con la espátula hasta lograr una pasta homogénea, la cual se dejó curando durante 24 horas para lograr una adecuada distribución de la humedad, posteriormente una porción de esta mezcla se depositó en la cazoleta de Casagrande y se enrasó la superficie con la espátula, después se pasó el acanalador para dividir la pasta en dos partes y se procedió a girar la manivela a una velocidad constante (2 golpes/s), hasta lograr que la ranura se cerrara en la parte inferior de la copa, inéditamente se tomó aproximadamente 5 g de material de la zona donde se cerró la ranura y se pesó, este procedimiento se repitió hasta que se tomaron 3 muestras que requirieron de 15 a 30 golpes para cerrar la ranura, luego se procedió a secarlas en un horno a 110 °C durante 24 horas y finalmente pesar cada muestra en una balanza y determinar el porcentaje de humedad, los datos del ensayo y el procedimiento se ilustran en la Figura 5 y en la Tabla 4.



Figura 5. Materiales y procedimiento.

Tabla 4. Datos obtenidos y % de humedad hallado para cada No. de golpes.

No. Golpes (N)	Log (N)	Peso muestra Húmeda (gr)	Peso muestra Seca (gr)	% de humedad
28	1.45	5.6	3.7	48.81
22	1.34	5.8	3.8	49.36
18	1.26	5.1	3.4	49.71

Para determinar el límite líquido se procedió a realizar un gráfico semi-logaritmico, como se ilustra en la Figura 6.

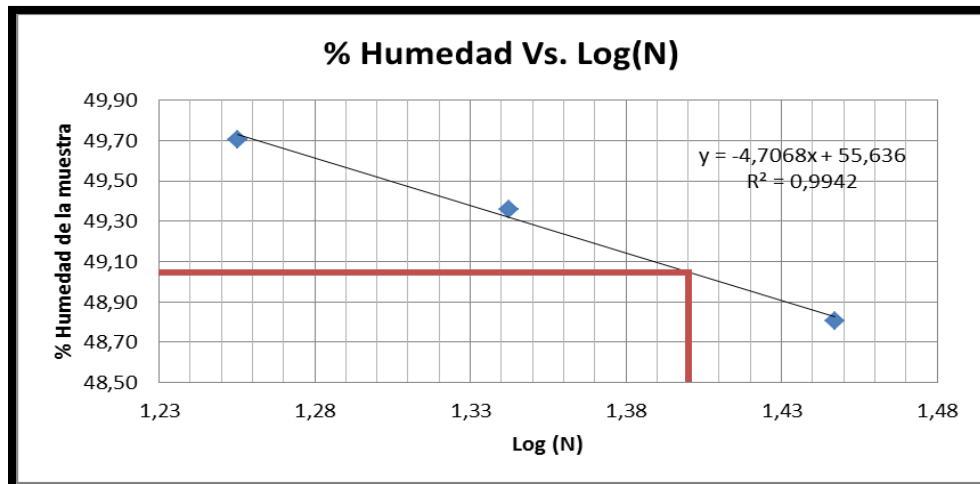


Figura 6. % de humedad de la muestra en función del Log (N).

Debido a que el límite líquido corresponde al % de humedad obtenido en 25 golpes, se hace necesario interpolar para obtener un valor más exacto.

$$y = -4,7068x + 55,636 \quad (1)$$

Por lo tanto el límite líquido (LL) de la arcilla es de: 49.05 %. Por debajo de este contenido de humedad la arcilla se comporta como un material plástico.

4.1.1.4.2. Limite plástico

Para esta prueba se utilizó el material que quedó del ensayo anterior, pero debido al alto porcentaje de humedad que tenía, primero se procedió a secarlo al sol, hasta que se obtuvo una pasta fácil de moldear, luego se tomó una pequeña cantidad de este material y se amaso sobre la mesa con la palma de la mano hasta formar cilindros, que se disgregaran al llegar al diámetro de 3 mm, en trozos de 0.5 a 1 cm de largo como se observa en la Figura 7. Rápidamente se pesaron 3 trozos y se procedió a secarlos en un horno a 110°C durante 24 horas, posteriormente cada muestra se pesó en una balanza y se determinó el porcentaje de humedad (% W), como se muestra en la Tabla 5.



Figura 7. Amasado y formación de los cilindros

Tabla 5. Datos obtenidos y % de humedad hallado para cada muestra.

No. Recipiente	Peso muestra Húmeda (g)	Peso muestra Seca (g)	W- humedad (%)
1	1.25	1.02	22.55
2	1.22	1.01	20.79
3	0.95	0.77	23.38

El límite plástico es el promedio de los porcentajes de humedad obtenidos:

$$\text{Limite plastico (LP)} = \frac{W_1 + W_2 + W_3}{3} \quad (2)$$

Por lo tanto el límite plástico (LP) de la arcilla es de: 22.24 %. Por debajo de este contenido de humedad la arcilla tendrá un comportamiento no plástico.

4.1.1.4.3. Límite de retracción

Para determinar el límite de retracción se hace uso de la siguiente ecuación:

$$SL = \frac{2,5 LL + 45 LP}{LL - LP + 45} \quad (3)$$

Remplazando los datos obtenidos anteriormente (LL y LP) en la ecuación se obtiene el valor del límite de retracción de la arcilla, el cual es de: 15.64 %. Por debajo de este contenido de humedad la arcilla presentara un comportamiento sólido.

4.1.1.4.4. Índice de plasticidad

Para determinar el índice de plasticidad se hace uso de la ecuación 4:

$$IP = LL - LP \quad (4)$$

Remplazando los datos se obtiene que el índice de plasticidad de la arcilla es de: 26.8%

4.1.1.4.5. Análisis de los límites de Atterberg encontrados para la arcilla

En la Figura 8 están representados los límites de Atterberg encontrados para la arcilla, en la cual se puede observar que efectivamente el limite liquido tiene el mayor porcentaje de humedad 49.05%, seguido por el limite plástico 22.24% y por último el límite de retracción que tiene el menor porcentaje de humedad 15.64.

Estos límites son muy importantes, ya que nos indican cual va ser el comportamiento de la arcilla cuando esté sometida a una cierta cantidad de agua. Gracias a estos límites es posible hallar un dato muy importante que se debe tener en cuenta a la hora de elaborar los ladrillos, el cual es el índice de plasticidad, este

nos indica el porcentaje de humedad en el cual la arcilla conserva su consistencia plástica, permitiendo que se pueda amasar y moldear sin problemas.

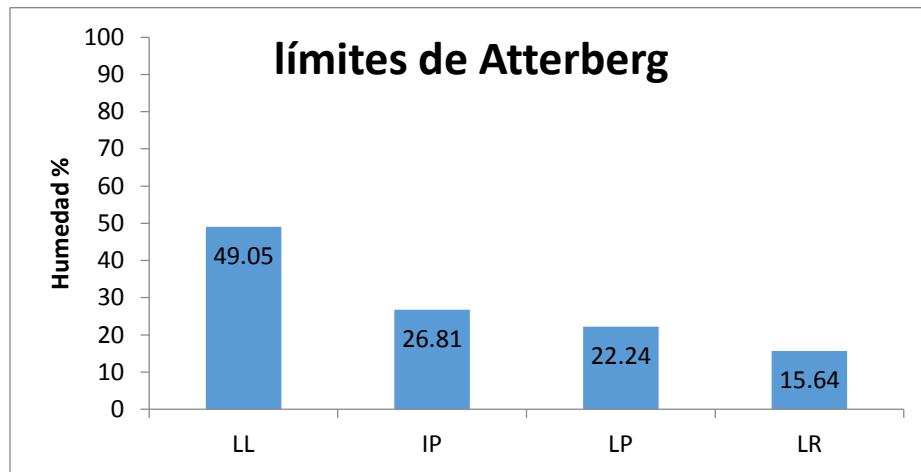


Figura 8. Límites de Atterberg.

Cuando se hallan los límites de Atterberg estos ofrecen un dato adicional, nos dicen con qué tipo de suelo se está trabajando, dependiendo de la zona que se sitúe la intercepción entre: el índice de plasticidad y el límite líquido; para el caso de la arcilla empleada en este trabajo, esta intercepción se sitúa en la zona denominada CL o OL (arcilla limosa inorgánica u orgánica de baja a mediana plasticidad) como se muestra en la Figura 9.

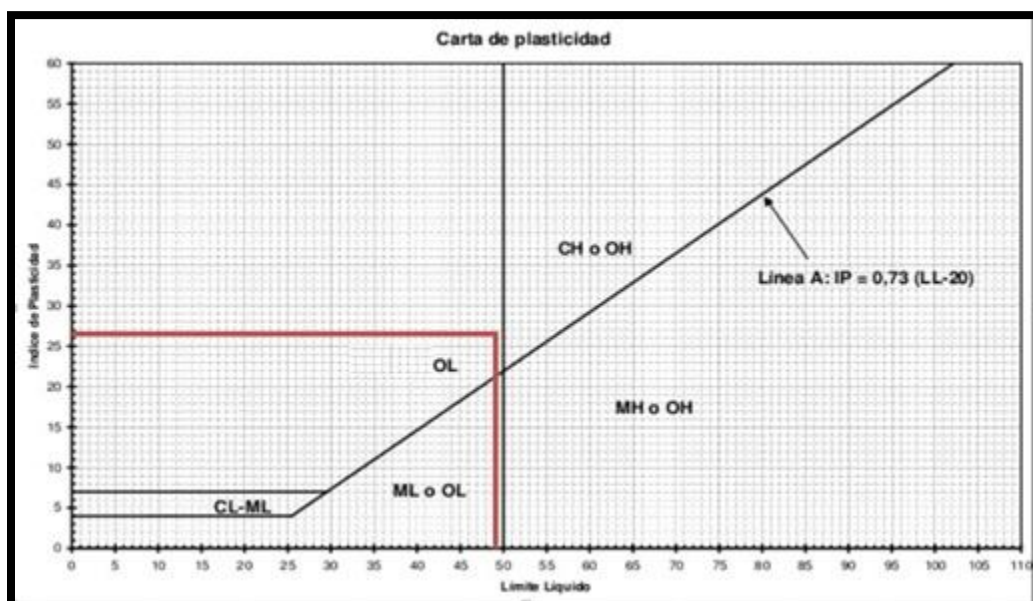


Figura 9. Carta de Plasticidad.

Debido a que el límite líquido de la arcilla, está muy cercano al límite que delimita la zona de alta plasticidad, se clasifica finalmente como una arcilla limosa inorgánica u orgánica de mediana plasticidad. Esta clasificación se puede ratificar con los resultados obtenidos en la hidrometría y granulometría laser, donde se pudo confirmar que efectivamente está compuesta en su mayor proporción de limo y arcilla.

4.1.1.4.6. XRF (Fluorescencia de rayos X)

Se tomó la caracterización de la arcilla de un estudio previo Jaramillo y Valencia, (2014), de la misma arcilla utilizada, la caracterización se realizó por medio de la técnica de XRF (fluorescencia de rayos X), en el laboratorio de Centrek centro tecnológico; esta técnica consiste en bombardear con rayos X la materia para ionizar los átomos hasta exceder su potencial de ionización, desprendiendo electrones fuertemente ligados a los orbitales internos de los átomos, esta remoción electrónica deja espacios en los orbitales bajos los cuales se llenan por medio de electrones que vienen de orbitales más altos, estos al bajar y completar la estructura pierden energía en forma de fotones únicos de cada material lo que permite la caracterización, el ensayo arrojó el resultado que se muestra en la Tabla 6.

Tabla 6, Composición química de la arcilla (Jaramillo y Valencia, 2014)

Nombre	Compuesto/elemento	Muestra Arcilla (%)
Silicio	SiO ₂	62.49
Aluminio	Al ₂ O ₃	18.87
Hierro	Fe ₂ O ₃	8.66
Calcio	CaO	0.35
Magnesio	MgO	0.33
Sodio	Na ₂ O	0.54
Potasio	K ₂ O	0.89
Bario	BaO	0.06
Titanio	TiO ₂	1.03
Manganeso	Mn ₃ O ₄	0.09
Vanadio	V ₂ O ₅	0.04
Azufre	SO ₃	N.D.
Fósforo	P ₂ O ₅	0.04
Cromo	Cr ₂ O ₃	N.D.
Estroncio	SrO	N.D.
Zirconio	ZrO ₂	N.D.
Níquel	NiO	N.D.
Cobre	CuO	N.D.
Zinc	ZnO	N.D.
Plomo	PbO	N.D.
Hafnio	HfO ₂	N.D.
PPC	LOI	6.61
TOTAL		100.00

La composición química resultado del ensayo de fluorescencia de rayos x muestra un alto contenido de óxido de silicio y oxido como se esperaba encontrar.

4.1.2. Cisco de café

Se muestreó cisco de café en la fábrica de Café Águila Roja S.A, el cual se preparó mediante quema a cielo abierto por el siguiente procedimiento: se utilizó un recipiente metálico limpio, un mechero, y un ventilador casero para avivar el fuego, el cisco se quemó hasta que todo el material depositado en el recipiente metálico quedo en ceniza de color gris, se realizaron 6 quemas del material divididas en 2 lotes, lote A y lote B, para mirar la variabilidad de los resultados; en un experimento anterior se dejó la ceniza un corto periodo de tiempo quedando de un color negro, las resistencias a la compresión de las probetas preparadas con esta ceniza fueron bajas, una hipótesis es que no se dejó la ceniza el suficiente tiempo en quema para que evacuara toda el agua y material orgánico, afectando la estructura del cuerpo cerámico creando porosidades, también se puede deber a que los reemplazos fueron en grandes cantidades. Luego de este proceso el material se pasó al molino de bolas por un periodo de 30 minutos y se tamizó en los tamices de 200 (75 μm) y 325 (40 μm), hasta que todo el material pasara el tamiz 325; se caracterizó por medio de granulometría laser, ensayo de XRF (fluorescencia de rayos X), DCS (calorimetría diferencial de barrido); la Figura 10 muestra el arreglo utilizado para hacer la quema del cisco de café.



Figura 10. Arreglo utilizado para hacer la quema del cisco de café y obtener la ceniza.

4.1.2.1. Granulometría laser

Se realizó una granulometría laser en un equipo Mastersizer 2000 con un accesorio Hydro 2000MU (A), en un rango 0.02 a 2000 micrómetros, la prueba se realizó con una muestra de cisco y se registró la siguiente distribución granulométrica, Figura 11.

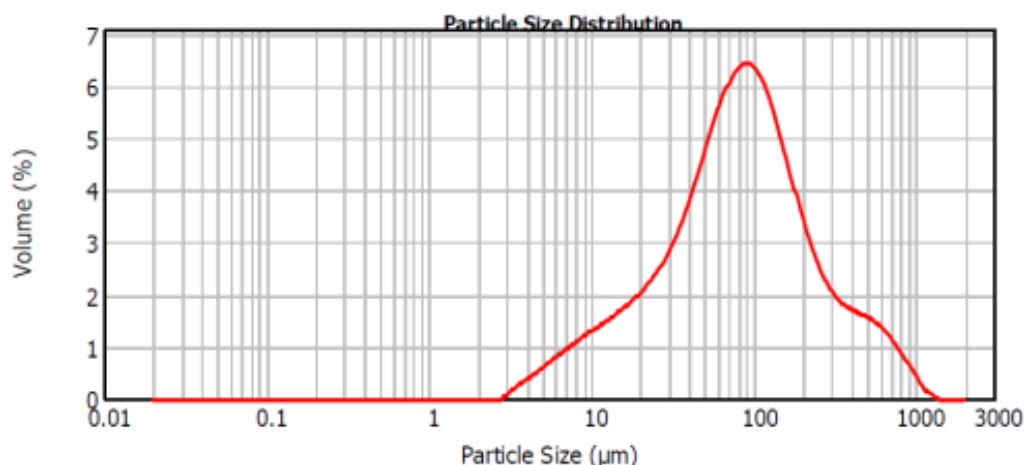


Figura 11. Curva de distribución granulométrica.

El sensor del equipo determino la siguiente distribución de probabilidad de longitudes registradas en la Tabla 7.

Tabla 7. Distribución de probabilidad de longitudes.

Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %	Size (μm)	Volume In %
1.096	0.00	11.482	1.36	120.226	5.08
1.259	0.00	13.183	1.48	138.038	4.49
1.445	0.00	15.136	1.61	158.489	3.85
1.660	0.00	17.378	1.75	181.970	3.21
1.905	0.00	19.963	1.92	208.930	2.67
2.188	0.00	22.909	2.14	239.883	2.22
2.512	0.00	26.303	2.42	275.423	1.91
2.884	0.11	30.200	2.77	316.228	1.70
3.311	0.23	34.674	3.19	363.078	1.58
3.802	0.12	39.811	3.68	416.869	1.49
4.000	0.74	45.709	4.22	478.630	1.40
5.012	0.62	52.481	4.76	549.541	1.27
5.754	0.75	60.256	5.25	630.957	1.09
6.607	0.87	69.183	5.62	724.436	0.87
7.586	1.00	79.433	5.81	831.764	0.62
8.710	1.12	91.201	5.78	954.993	0.36
10.000	1.24	104.713	5.53	1096.478	0.14
11.482		120.226		1258.925	

Se puede observar un pico en la gráfica, esto corresponde a una distribución mono modal, en un rango de 20-200 micrómetros, el parámetro de uniformidad fue de 1.2 lo que indica que las partículas tienen tendencia a ser angulares, la envergadura de la partícula fue de 3.9, el área de superficie específica: 0.156 m²/g y el diámetro promedio de la esfera: 173.3μm.

- El 10% d (0.1) en volumen de las partículas analizadas presentan un diámetro por debajo de 15.6 μm.
- El 50% d (0.5) en volumen de las partículas analizadas presentan un diámetro por debajo de 81.4 μm.

- El 90% d (0.9) en volumen de las partículas analizadas presentan un diámetro por debajo de 329.2µm.

4.1.2.2. XRF (Fluorescencia de rayos X)

Se realizó una caracterización del cisco de café por medio de la técnica de XRF (fluorescencia de rayos X), en el laboratorio de fluorescencia de rayos X de la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá; esta técnica consiste en bombardear con rayos X la materia para ionizar los átomos hasta exceder su potencial de ionización, desprendiendo electrones fuertemente ligados a los orbitales internos de los átomos, esta remoción electrónica deja espacios en los orbitales bajos los cuales se llenan por medio de electrones que vienen de orbitales más altos, estos al bajar y completar la estructura pierden energía en forma de fotones únicos de cada material lo que permite la caracterización, el ensayo arrojó el resultado que se muestra en la Tabla 8.

Tabla 8. Composición química del cisco.

Elemento y/o compuesto	XRF-4123 M-Cascarilla Café -Univalle- (% en peso)
K ₂ O	26,594
CaO	11,751
Fe ₂ O ₃	3,875
MgO	3,157
SiO ₂	2,312
P ₂ O ₅	1,796
S	1,320
Al ₂ O ₃	1,239
Cl	0,460
TiO ₂	0,276
Na ₂ O	0,115
MnO	0,078
Cu	0,060
Sr	0,060
Rb	0,056
Zn	0,025
Br	0,019
Y	0,010
Zr	0,008
LOI	46,79*

La composición química resultado del ensayo de fluorescencia de rayos x muestra un alto contenido de óxido de potasio (K₂O) 26.594%, y oxido de calcio (CaO) 11.751%, ambos óxidos son fundentes muy activos que a diferentes temperaturas ayudan en el proceso de cocción y sinterización de las piezas de arcilla por lo que se puede esperar que la CCDC se comporte como un material fundente en la mezcla con arcilla.

4.1.3. DSC del CDC

El DCS de esta técnica termo analítica que busca observar las transformaciones físicas de la muestra como transiciones de fase y determinar el tipo de reacción si es exotérmica o endotérmica, también se puede observar las pérdidas de peso con la temperatura; En la Figura12 se muestra el resultado del ensayo.

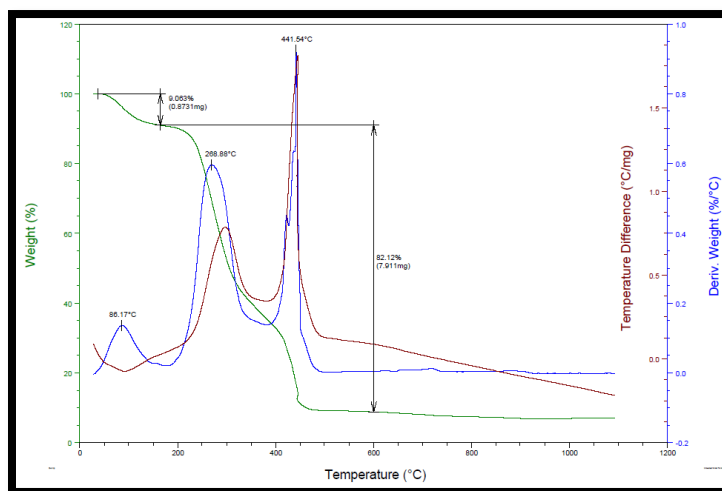


Figura 12. Ensayo DSC/TGA del CDC

Se puede observar pérdida inicial de peso a 86.17°C, perdida característica por humedad, luego se observa una considerable pérdida de peso en un rango entre 200 - 400°C, perdida característica de material orgánico, después de esta pérdida se observa que el material no pierde peso considerablemente, lo que nos puede referir a una temperatura de quema ideal de 500°C, evitando otros cambios del material como paso de material amorfo a material cristalino.

4.1.4. Polvillo de bagazo de caña de azúcar (PBCA)

Se recibió el PBCA, subproducto proveniente de la línea de polvillo a la caldera de potencia de la compañía Carvajal Pulpa y Papel S.A Planta 2, este venía con un alto contenido de humedad por lo que se procedió a secar en horno a 110°C por un periodo de 24 horas, luego se pasó por tamiz 60 para homogeneizarlo y tener un tamaño de grano fino; en los estudios realizados por Teixeira et al(2014), Faria et al (2012), y A.E. Souza et al (2014), se reportaron cambios significativos de las composiciones químicas registradas, en la Tabla 9 se registra la composición del PBCA utilizado.

Tabla 9. Composición química de PBCA, (Fuente, estudio propiedad de Carvajal Pulpa y Papel 2015).

Elemento y/o Compuesto	% En peso
CuO	0.1%
K ₂ O	0.2%
MnO	0.6%
Fe ₂ O ₃	2.1%
Na ₂ O	3.8%
MgO	5.3%
Cl	12.2%
CaO	24.6%
SiO ₂	51.0%
LOI	-
*Este material tiene una densidad real de 0,1233 gr/cm ³ , Junto a una densidad aparente de 0,052 gr/cm ³ .	

La muestra suministrada por Carvajal Pulpa y Papel se dividió en 2 lotes para medir la variabilidad del procedimiento experimental como se muestra más adelante.

4.1.3.1 DSC del PBCA

En la Figura 13 se muestra el resultado del ensayo DCS para una muestra de PBCA.

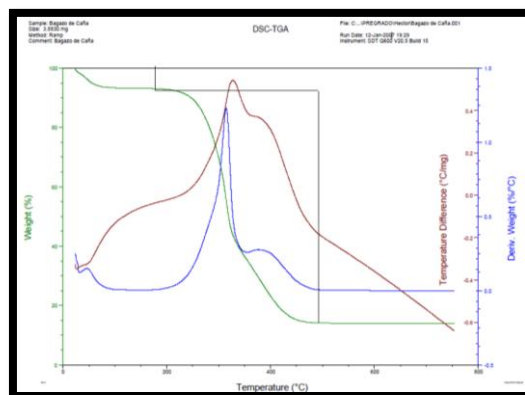


Figura 13. DSC/TGA del PBCA

En el DSC se puede observar una pérdida de peso inicial a 91.17°C, pérdida característica por humedad, luego se observa una considerable pérdida de peso en un rango entre 230 - 450°C, pérdida característica de material orgánico, después de esta pérdida se observa que el material no pierde peso considerablemente, lo que indica que a esta temperatura para la formación de gases por descomposición de materia orgánica.

5. PRIMERA ETAPA EXPERIMENTAL

Para realizar la primera etapa del procedimiento experimental se tuvieron en cuenta las características de la CCDC (ceniza de cisco de café), como material fundente por lo que se buscó obtener un óptimo a partir del siguiente experimento; Se realizaron porcentajes de reemplazo de 0%, 2%, 4%, 5%, 8%, 10%, 12%, 15%, y 20% de reemplazo, se variaron 3 temperaturas de cocción 850°C, 900°C, y 950°C, realizando una repetición de cada probeta para obtener datos estadísticos que soporten los resultados (lote A, y lote B), a este se le conoce como un modelo estadístico de parcelas divididas.

Resultados de un procedimiento experimental previo con reemplazos de 5%, 10%, 15%, y 20%, arrojaron un rango de propiedades mecánicas muy amplias donde para reemplazos después del 5% disminuía drásticamente la resistencia a la compresión, el procedimiento experimental que se va a presentar a continuación no varía para ninguno de los lotes o repeticiones (lote A, y lote B), los resultados se muestran al final en las tablas de medición de propiedades mecánicas, donde se evaluó el comportamiento a la compresión, densidad aparente, absorción y porosidad.

5.1. Mezclado

Se prepararon dos mezclas según el siguiente diseño de experimento, lote A y lote B, de cada mezcla para observar variación bajo los ensayos de la Tabla 10, el procedimiento experimental realizado previamente a los reemplazos de 0, 5, 10, 15, y 20% de CCDC siguió los mismos parámetros, sin embargo se reportaron bajas propiedades mecánicas después del 5% de reemplazo por lo que no se registró sus demás propiedades.

Tabla 10. Diseño de experimentos por cada composición.

Diseño experimental de parcelas divididas						
Reemplazo%	Temperatura					
	850 (°C)		900 (°C)		950 (°C)	
	Lote A	Lote B	Lote A	Lote B	Lote A	Lote B
Patron	5 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	5 C/ 4 AB	5 C/ 4 AB	5 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB
Rem-2%	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB
Rem-4%	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB
Rem-5%	5 C/ 5 AB	---	5 C/ 5 AB	---	5 C/ 5 AB	4 C/ 4 AB
Rem-8%	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB
Rem-10%	4 C/ 4 AB	---	4 C/ 4 AB	---	4 C/ 4 AB	---
Rem-12%	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB	4 C/ 4 AB
Rem-15%	5 C/ 5 AB	---	4 C/ 4 AB	---	4 C/ 4 AB	---
Rem-20%	5 C/ 5 AB	---	4 C/ 4 AB	---	4 C/ 4 AB	---

Luego de la preparación de materiales antes descrito se realizó de nuevo una prueba del porcentaje de humedad de la arcilla antes de mezclarla con el cisco de café; el primer ensayo experimental se hizo con un porcentaje de humedad del 15%, que resultó muy plástico para el tipo la formación de las probetas (prensado uniaxial), se dejó secar al sol el material y se hizo de nuevo el ensayo de formación dando un comportamiento adecuado por lo que se caracterizó su porcentaje de humedad de la siguiente forma: se tomaron tres muestras de 50 gr y se secaron a 110 °C por 24 horas y se obtuvieron los siguientes resultados, ver Tabla 11.

Tabla 11. Porcentaje de humedad de la arcilla antes de mezclarla con el cisco.

Muestra	Peso Muestra Húmeda (g)	Peso Muestra Seca (g)	Humedad (%)
1	50	46	0.092
2	50	46	0.092
3	50	46	0.092
PROMEDIO			0.92

Luego de obtener el porcentaje óptimo de humedad en la arcilla, el cual fue de 9.2%, se realizaron ensayos de formación en la prensa uniaxial en los cuales el material mostró un comportamiento adecuado a la deformación; en este experimento también se evidenció que la cantidad de material adecuada para el molde en uso era de 35g por probeta, por lo que no se varió este peso y se mantuvo constante en todos los reemplazos como se observa en la Tabla 12, la composición se expresa como C_n donde n es el porcentaje de reemplazo. La formación de las probetas se ejecutó, mezclando el material de forma manual seguido de prensado uniaxial a una presión de 21 MPa $\pm$ 1 y con un diámetro de 25 mm siguiendo el procedimiento experimental de Faria et al (2012), altura de la probeta 34 mm.

Tabla 12. Cantidad de arcilla y CCDC en las probetas.

Mezcla	Composición			
	Porcentaje		Peso	
	Arcilla (%)	CCDC (%)	Arcilla (g)	CCDC (g)
C0	1.00	0.00	35.00	0.00
C2	0.98	0.02	34.30	0.70
C4	0.96	0.04	32.93	1.37
C5	0.95	0.05	31.28	1.65
C8	0.92	0.08	28.78	2.50
C10	0.90	0.10	25.90	2.88
C12	0.88	0.12	22.79	3.11
C15	0.85	0.15	19.37	3.42
C20	0.80	0.20	15.50	3.87

Luego de obtener un comportamiento adecuado de la arcilla para la elaboración de las probetas en la prensa se procedió a mezclar de forma manual en un recipiente seco la arcilla con la CCDC correspondiente a cada reemplazo ya

mencionado antes 0, 2, 4, 8, 12, y 20%, procedimiento igual para ambos lotes (lote A, lote B).

5.2. Cocción

La cocción se realizó en hornos de laboratorio según las curvas de cocción mostradas en la Tabla 14 obtenidas de Jaramillo y Valencia, (2014), controlando las velocidades de calentamiento.

Tabla 13. Curvas de cocción para las diferentes temperaturas de cocción.

Curva de cocción a 850°C			Curva de cocción a 900°C			Curva de cocción a 950°C		
T (°C)	Tem min	Rata (°C/min)	T (°C)	Tem min	Rata (°C/min)	T (°C)	Tem min	Rata (°C/min)
117	184	0.5	117	184	0.5	117	184	0.5
275	81	2	275	81	2	275	81	2
429	265	0.6	429	265	0.6	429	265	0.6
599	177	1	599	177	1	599	177	1
747	106	1.4	747	106	1.4	747	106	1.4
850	52	1.8	838	52	1.8	838	52	1.8
850	150	0	900	57	1.1	893	50	1.1
			900	150	0	955	50	1.2
						955	150	0

*t: tiempo, T: temperatura

5.3. Ensayo de densidad, absorción y porosidad (NTC 4017, ASTM C642)

El ensayo de densidad y absorción de las probetas se hizo con base en la norma técnica colombiana NTC 4017, y en la norma Americana ASTM C642 para la determinación de la densidad, absorción y porosidad; el procedimiento se realizó como se ilustra a continuación. Se ubicaron las probetas destinadas al ensayo en un horno a $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por un periodo de 24 horas, pasado este tiempo se retiraron del horno y se procedió a hacer registró del peso (peso de la probeta seca gramos WD); en seguida se dejaron las probetas inmersas en agua durante un periodo de 48 horas y se procedió a registrar el peso (peso de la probeta húmeda saturada después de inmersión WS), seguido a esto se sometieron las probetas a ebullición por 5 horas en agua destilada, pasadas las 5 horas de ebullición se dejaron las probetas en reposo por un periodo de 14 horas, y se registró el peso (peso de la probeta gramos después de ebullición WSAB), seguido a esto se registró el peso aparente de la probeta en agua (peso de la probeta en gramos WH), como se muestra en la Tabla 145. La Tabla 16 muestra los resultados que arrojó el ensayo (Los resultados se hicieron con base a las ecuaciones que están en la norma ASTM C642, este proceso se realizó de la misma forma para ambos lotes de probetas Lote A y Lote B).

Tabla 14. Promedio de datos obtenidos por el ensayo de absorción bajo la norma NTC 4017 – ASTM C642.

Comp.	Lote	Temperatura de cocción											
		850°C				900°C				950°C			
		WD	WS	WSAB	WH	WD	WS	WSAB	WH	WD	WS	WSAB	WH
Arcilla	Lote A	28.4	32.4	33.1	18.15	28.3	32.65	32.75	18.12	28.4	32.1	32.2	18.22
	Lote B	28.5	33.45	33.2	18.16	28.4	32.6	32.7	18.2	28.22	32.02	32.14	18.1
2%	Lote A	28.1	32.45	32.67	17.8	28.25	32.55	32.6	17.97	28.15	31.97	32.15	18
	Lote B	28.4	32.6	32.87	18	28.15	32.55	32.3	17.95	28.2	32.05	32.22	17.98
4%	Lote A	28.5	32.9	33.15	18.15	28.05	32.45	32.55	17.93	28.3	32.27	32.46	18.16
	Lote B	28.35	32.7	32.91	18.05	28	32.2	32.46	17.9	28.1	32	32.2	18.05
5%	Lote A									28.12	32.22	32.2	18
	Lote B									28.1	32.11	32.21	17.95
8%	Lote A	28.35	32.7	33.95	17.77	27.89	32.45	32.85	17.65	27.8	32.11	32.53	17.65
	Lote B	28.45	32.9	33.82	17.8	28.01	32.65	32.75	17.67	27.85	32.05	32.5	17.6
12%	Lote A	27.95	33.5	33.93	17.44	28.03	32.3	32.75	17.65	27.83	31.86	32.66	17.68
	Lote B	28	33.7	34.12	17.45	27.95	32.2	32.85	17.69	27.79	31.51	32.33	17.66

Tabla 15. Resultados del ensayo de absorción NTC 4017 – ASTM C642.

Temp.	Comp.	lote	Absorción después de inmersión	Absorción después de inmersión y ebullición	Densidad aparente, seco	Densidad aparente después de inmersión	Densidad aparente después de inmersión y ebullición	Densidad aparente	Volumen de poros permeables en el espacio
850°C	Arcilla	Lote A	14.08	16.55	1.90	2.17	2.21	2.77	31.44
		Lote B	17.37	16.49	1.89	2.22	2.21	2.76	31.25
	2%	Lote A	15.48	16.26	1.89	2.18	2.20	2.73	30.73
		Lote B	14.79	15.74	1.91	2.19	2.21	2.73	30.06
	4%	Lote A	15.44	16.32	1.90	2.19	2.21	2.75	31.00
		Lote B	15.34	16.08	1.91	2.20	2.21	2.75	30.69
	8%	Lote A	15.34	19.75	1.75	2.02	2.10	2.68	34.61
		Lote B	15.64	18.88	1.78	2.05	2.11	2.67	33.52
	12%	Lote A	19.86	21.40	1.69	2.03	2.06	2.66	36.26
		Lote B	20.36	21.86	1.68	2.02	2.05	2.65	36.71
900°C	Arcilla	Lote A	15.37	15.72	1.93	2.23	2.24	2.78	30.42
		Lote B	14.79	15.14	1.96	2.25	2.26	2.78	29.66
	2%	Lote A	15.22	15.40	1.93	2.22	2.23	2.75	29.73
		Lote B	15.63	14.74	1.96	2.27	2.25	2.76	28.92
	4%	Lote A	15.69	16.04	1.92	2.22	2.23	2.77	30.78
		Lote B	15.00	15.93	1.92	2.21	2.23	2.77	30.63
	8%	Lote A	16.35	17.78	1.83	2.13	2.16	2.72	32.63
		Lote B	16.57	16.92	1.86	2.17	2.17	2.71	31.43
	12%	Lote A	15.23	16.84	1.86	2.14	2.17	2.70	31.26
		Lote B	15.21	17.53	1.84	2.12	2.17	2.72	32.32
950°C	Arcilla	Lote A	13.03	13.38	2.03	2.30	2.30	2.79	27.18
		Lote B	13.47	13.89	2.01	2.28	2.29	2.79	27.92
	2%	Lote A	13.57	14.21	1.99	2.26	2.27	2.77	28.27
		Lote B	13.65	14.26	1.98	2.25	2.26	2.76	28.23
	4%	Lote A	14.03	14.70	1.98	2.26	2.27	2.79	29.09
		Lote B	13.88	14.59	1.99	2.26	2.28	2.80	28.98
	5%	Lote A	14.58	14.51	1.98	2.27	2.27	2.78	28.73
		Lote B	14.27	14.63	1.97	2.25	2.26	2.77	28.82
	8%	Lote A	15.50	17.01	1.87	2.16	2.19	2.74	31.79
		Lote B	15.08	16.70	1.87	2.15	2.18	2.72	31.21
	12%	Lote A	14.48	17.36	1.86	2.13	2.18	2.74	32.24
		Lote B	13.39	16.34	1.89	2.15	2.20	2.74	30.95

*En las tablas 15 y 16 se registraron los datos de la composición del 5% de reemplazo de CCDC, debido a que desarrollo un comportamiento optimo y fue necesario obtenerlos para el experimento.

5.4. Ensayo de Resistencia a la compresión (NTC 4017)

El ensayo de resistencia a compresión se llevó a cabo en el laboratorio de ensayos de la Escuela de Ingeniería de Materiales bajo la norma NTC 4017 Capítulo 7, con la máquina para ensayos universal TINIUS OLSEN H50KS a una velocidad de avance de 25 mm/s; a continuación se muestran los resultados de la resistencia a la compresión promedio de las probetas en cada lote Tabla 17.

Tabla 16. Promedio de resultados de resistencia a la compresión

Remplazo%	Lote A			Lote B		
	Resistencia a compresión (MPa)			Resistencia a compresión (MPa)		
	850 °C	900 °C	950 °C	850 °C	900 °C	950 °C
Patrón	22.43	25.85	27.69	25.37	25.57	28.67
Rem-2%	17.05	20.91	23.92	17.75	20.98	25.75
Rem-4%	17.24	18.33	23.86	16.59	18.51	25.03
5% cisco	17.27	19.11	26.61	17.27	19.11	26.61
Rem-8%	14.93	16.40	20.45	13.11	15.68	18.49
Rem-10%	12.20	13.50	13.90	12.20	13.50	13.90
Rem-12%	11.98	13.45	13.39	12.63	13.23	13.14
Rem-15%	5.12	5.41	5.96	5.12	5.41	5.96
Rem-20%	2.30	2.90	3.20	2.30	2.90	3.20

5.5. Conclusiones de la primera etapa experimental

Como conclusión de la primera etapa experimental se puede decir que el porcentaje de reemplazo óptimo es del 5% de CCDC a una temperatura de 950°C, a continuación se comparan las propiedades de absorción, densidad y resistencia a la compresión para validar esta conclusión.

En la Figura 14 y en la Figura 15 se puede ver el comportamiento de resistencia a la compresión de las probetas en ambos lotes (lote A, lote B), donde se observa un comportamiento de aumento a la compresión con el aumento de la temperatura; esto como causa de las variables de temperatura y tiempo registradas en la curva de cocción. El tratamiento térmico de la curva de cocción a 950°C le da una mayor oportunidad a los materiales cerámicos de sinterizar, densificar y desarrollar fases, lo que se ve reflejado en el aumentando de su resistencia mecánica.

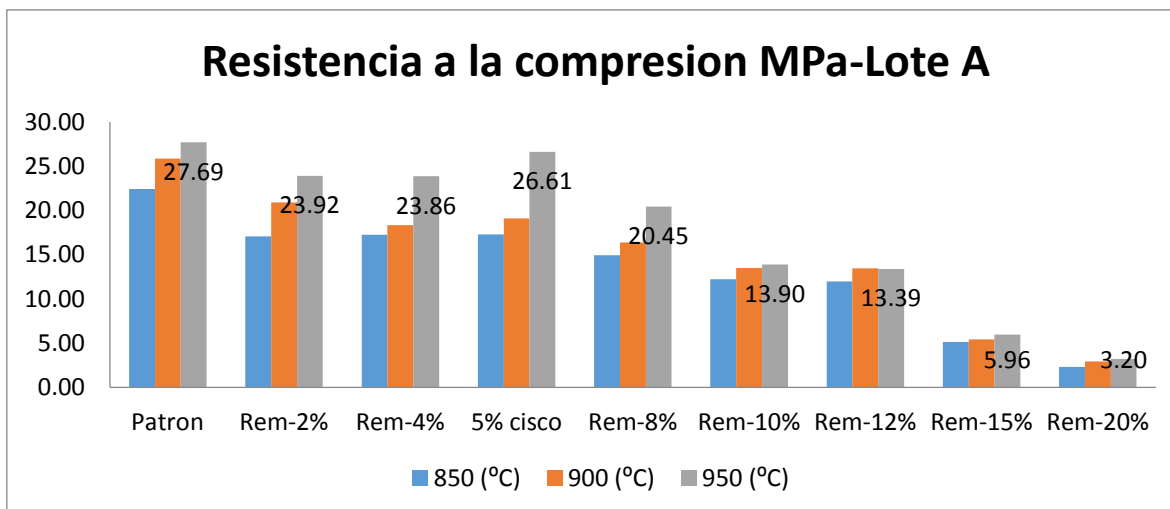


Figura 14. Resistencia de compresión [MPa] del lote A

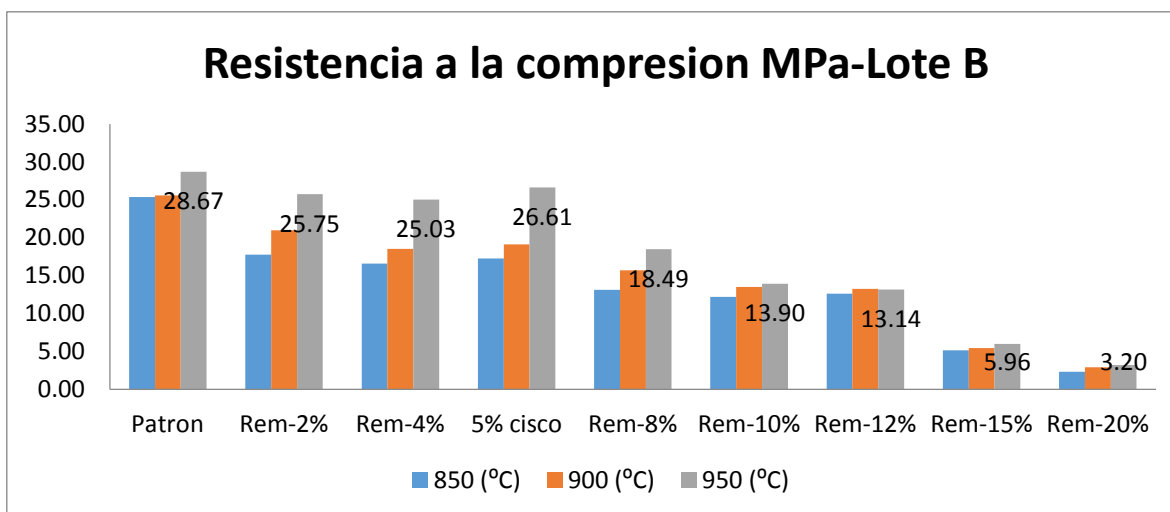


Figura 15. Resistencia de compresión [MPa] del lote B

La densificación de los cuerpos cerámicos está directamente relacionada con la temperatura de cocción, por la formación de fluidos viscosos que ayudan en el proceso de densificación y formación de fases, esto se puede observar y relacionar con el comportamiento a compresión registrado, a continuación se presenta la Figura 16, donde se puede evidenciar la densificación de los cuerpos, la cual corresponde y se ajusta a lo registrado con las figuras anteriores. También se puede observar la pérdida de propiedades mecánicas en gran medida después del 8% de reemplazo; se puede observar que después del 10% de reemplazo el resultado de la resistencia a la compresión es independiente de la temperatura.

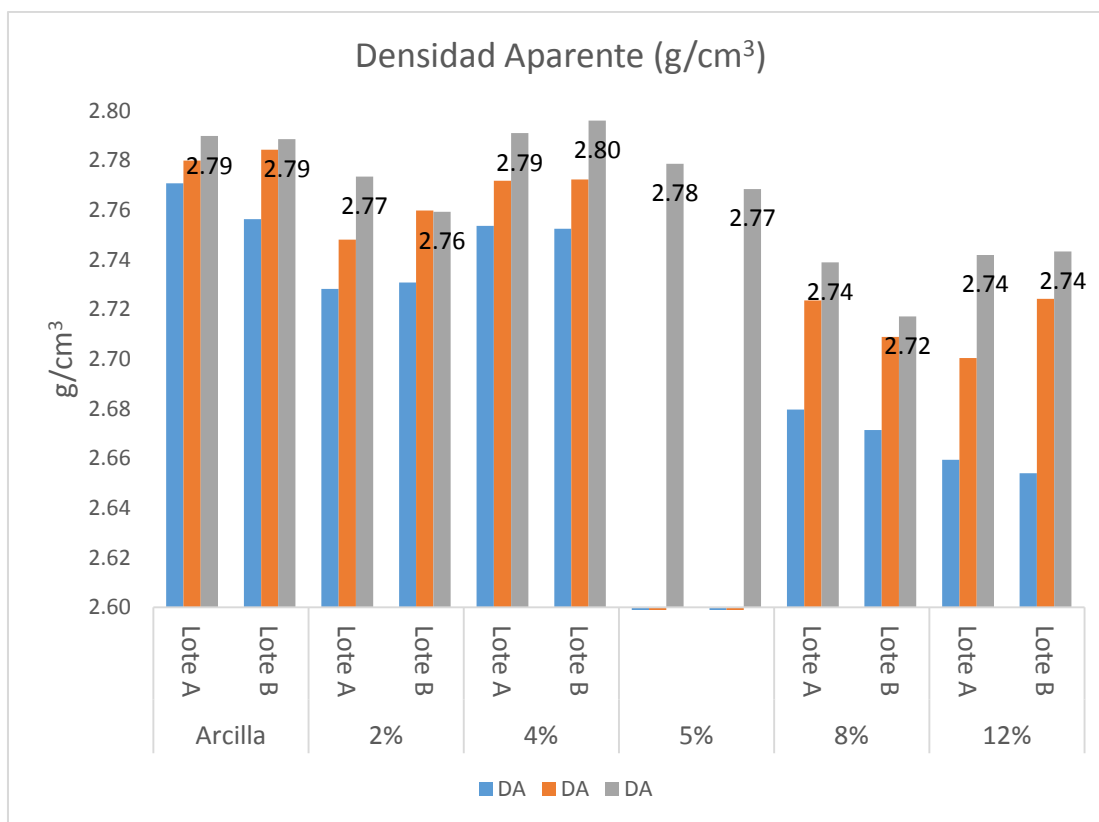


Figura 16. Densidad aparente valores promedio de las probetas.

Se pudo observar que a medida que aumento la temperatura en las diferentes composiciones la densidad aparente de las probetas creció, también se pudo observar que al aumento del porcentaje de reemplazo se disminuyó la densidad y resistencia a la compresión.

En un estudio consultado de Eliche-Quesada (2011), el óptimo obtenido de reemplazo de CCDC fue de un 3%; en comparación con los resultado arrojados por el procedimiento experimental anterior se encuentra que el óptimo para este caso es del 5%, en el estudio consultado se utilizó una humedad para la formación de probetas del 8%, contra una humedad del 9% para el presente caso, también se utilizó el mismo método de formación, sin embargo se encontró en la tabla de composición química del CCDC que ambos difieren en los contenidos de sus óxidos, la variación más relevante en la investigación realizada por Eliche-Quesada (2011) es el contenido de 23% de óxido de magnesio contra un 4% de óxido de magnesio en el CCDC suministrado por la empresa Café Águila Roja S.A, el cual es un fundente muy activo que modifica la temperatura de fusión y su porcentaje en composición como óptimo.

La absorción de agua en una pieza cerámica es un factor que afecta la durabilidad; un bajo porcentaje de absorción aumenta la durabilidad de las piezas cerámicas y su resistencia a las condiciones ambientes, se evidencia a través de la bibliografía consultada que la incorporación de CCDC aumenta la absorción de las piezas.

Eliche-Quesada (2011), reportaron con un reemplazo del 3% de CCDC y a una temperatura de cocción de 950°C un porcentaje de absorción de 15.9%, en comparación a los resultados del procedimiento experimental del actual estudio con la incorporación del 5% de CCDC se reportó un promedio entre los lotes A y B de 15.5% de absorción; si se comparan los resultados obtenidos se encuentra que el resultado encontrado está de acuerdo a lo publicado en el artículo consultado, como se registra en la Figura 17.

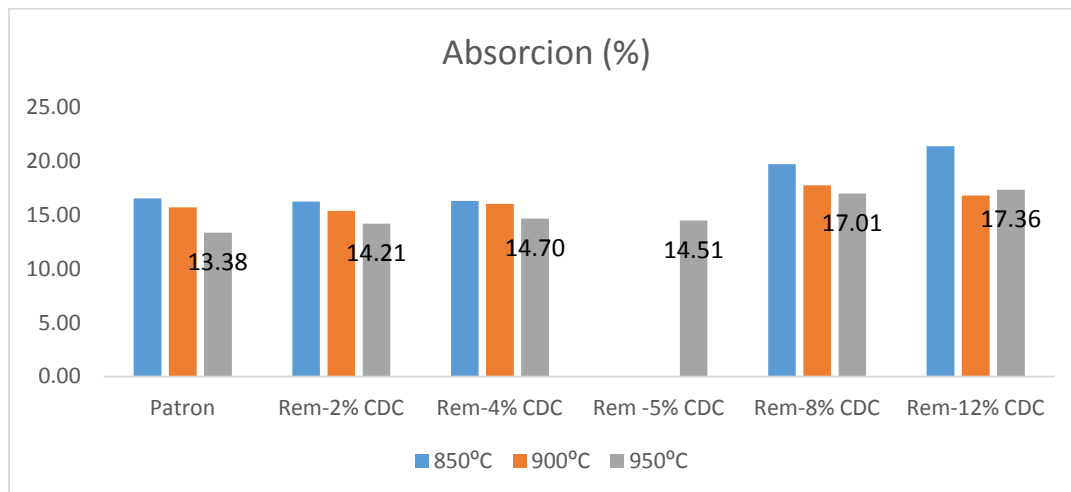


Figura 17. Ensayo de absorción

Una observación con los artículos consultados es que la cantidad de óxidos en este tipo de subproductos difiere según su lugar de cultivo, esta es la principal característica para definir el porcentaje óptimo el cual impacta la resistencia mecánica y las propiedades fisicoquímicas del material; en este estudio se registró el 5% de reemplazo de CCDC como el mejor desempeño.

6. SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL

6.1. Procedimiento experimental

Con la composición y temperatura óptima encontrada en la primera etapa experimental se programó y realizó el siguiente procedimiento experimental; teniendo en cuenta que los resultados reportados en las investigaciones consultadas (Muñoz Velasco et al 2014, Cecile Bories et al. 2014, Souza et al. 2011, Faria, et al. 2012); donde se recomendó el uso de bajos porcentaje de reemplazo, y también teniendo en cuenta la experiencia previa con altos porcentajes de CCDC. Se determinó hacer los porcentajes de remplazo mostrados en la siguiente Tabla 18.

Tabla 17. Porcentajes experimentales

Temp. De cocción 950°C/Comp. En %				Comp. En peso por probeta			
	ARCILLA	CISCO	BAGAZO	ARCILLA	CISCO	BAGAZO	# Probetas
Patrón	95%	5%	0%	33.25	1.75	0	26
PBCA 1	94%	5%	1%	32.9	1.75	0.35	26
PBCA 2	93%	5%	2%	32.55	1.75	0.7	26
PBCA 3	92%	5%	3%	32.2	1.75	1.05	26
PBCA 4	91%	5%	4%	31.85	1.75	1.4	26

*En esta etapa el porcentaje de reemplazo de CCDC y la temperatura de cocción son constantes, por lo que se nombran las probetas en función del reemplazo de PBCA.

Para la preparación de las probetas se siguió el procedimiento experimental de la etapa anterior, se aseguró que el porcentaje de humedad en la arcilla fuese igual al óptimo encontrado en la etapa anterior; por medio de un ensayo de porcentaje de humedad como se ve en la Tabla 19.

Tabla 18. Porcentaje de humedad de la arcilla

Muestra	Peso Muestra Húmeda (g)	Peso Muestra Seca (g)	Humedad (%)
1	50	46	0.092
2	50	46.5	0.093
3	50	46	0.092
PROMEDIO			0.092

Se obtuvo una humedad de 0.92% contra la encontrada en la primera etapa que fue del 0.92%, lo que indica que el porcentaje de humedad es el indicado para realizar el proceso de conformación de las probetas. Luego de verificar que el porcentaje de humedad quedara dentro de un rango cerca al óptimo encontrado en la primera etapa, se procedió a mezclar la arcilla con el CCDC y el PBCA de una forma manual, se realizaron los siguientes ensayos, registrados en la Tabla 19, las probetas fueron elaboradas por medio de prensado uniaxial a una presión de 21 MPa $\pm$ 1, y con un diámetro de 25 mm, siguiendo el procedimiento de Faria, R.F et al (2012). Para este segundo diseño experimental se tuvo como fuente de variación el reemplazo de PBCA sobre el material óptimo dejando la temperatura constante, se utilizó un método estadístico totalmente al azar.

Tabla 19. Ensayos para la caracterización de las probetas

Diseño experimental totalmente al azar		
Temp. De cocción 950°C		
Reemplazo%	Lote A	Lote B
Arcilla	5C/5AB/3SC/3TC	5C/5AB/3SC/3TC
Patron 5% CDC	5C/5AB/3SC/3TC	5C/5AB/3SC/3TC
PBCA 1	5C/5AB/3SC/3TC	5C/5AB/3SC/3TC
PBCA 2	5C/5AB/3SC/3TC	5C/5AB/3SC/3TC
PBCA 3	5C/5AB/3SC/3TC	5C/5AB/3SC/3TC
PBCA 4	5C/5AB/3SC/3TC	5C/5AB/3SC/3TC

**C: resistencia a la compresión, AB: absorción, densidad aparente, volumen de poros permeables, SC: succión capilar, TC: transferencia de calor.

La curva de cocción que se siguió fue la misma utilizada para 950°C en la etapa anterior, como se ve en la siguiente Tabla 21, La cocción fue realizada en hornos de laboratorio controlando el tiempo de cocción.

Tabla 20. Curva de cocción.

Curva de cocción a 950°C		
T (°C)	Tem min	Rata (°C/min)
117	184	0.5
275	81	2
429	265	0.6
599	177	1
747	106	1.4
838	52	1.8
893	50	1.1
955	50	1.2
955	150	0

*t: tiempo, T: temperatura

6.2. Ensayo de Resistencia a la compresión (NTC 4017)

El ensayo de resistencia a compresión se llevó a cabo en el laboratorio de ensayos de la Escuela de Ingeniería de Materiales bajo la norma NTC 4017 Capítulo 7, con la máquina para ensayos universal TINIUS OLSEN H50KS a una velocidad de avance de 25 mm/s, a continuación se muestran los resultados de la resistencia a la compresión promedio de las probetas en cada lote Tabla 22.

Tabla 21. Ensayos de resistencia a compresión

Temp. Constante 950°C		
Resistencia a compresión (MPa)		
Reemplazo%	Lote A	Lote B
Arcilla	27.69	28.67
Patrón	26.03	26.05
PBCA 1	20.44	21.23
PBCA 2	16.11	15.77
PBCA 3	11.53	11.45
PBCA 4	7.92	8.042

*El valor de la resistencia a la compresión de la arcilla fue tomado de la primera etapa experimental, en esta etapa el porcentaje de reemplazo de CCDC y la temperatura de cocción son constantes, por lo que se nombran las probetas en función del reemplazo de PBCA.

6.3. Ensayo de densidad, absorción y porosidad (NTC 4017, ASTM C642)

Para realizar este ensayo se siguieron los mismos pasos del procedimiento de la primera etapa, bajo el estándar de las normas NTC 4017 y ASTM C642, Todas los datos se obtuvieron con las ecuaciones que están en la norma ASTM C642, el registro de datos se muestra en la Tabla 23.

Tabla 22. Registro de datos promedio, ensayo de densidad y absorción.

Composición	LOTE	Absorción después de inmersión	Absorción después de inmersión y ebullición	Densidad aparente, seco g1	Densidad aparente después de inmersión	Densidad aparente después de inmersión y ebullición	Densidad aparente g2	Volumen de poros permeables en el espacio
Patrón	Lote A	14.47	15.08	1.98	2.26	2.27	2.82	29.80
	Lote B	13.97	16.03	1.96	2.24	2.28	2.87	31.47
A-CCDC-P1	Lote A	14.66	14.64	1.94	2.23	2.23	2.72	28.45
	Lote B	14.96	14.75	1.94	2.23	2.23	2.72	28.61
A-CCDC-P2	Lote A	15.52	15.53	1.90	2.20	2.20	2.70	29.55
	Lote B	15.56	15.57	1.91	2.20	2.20	2.71	29.67
A-CCDC-P3	Lote A	15.65	16.24	1.86	2.15	2.16	2.67	30.22
	Lote B	16.53	16.63	1.86	2.17	2.17	2.69	30.92
A-CCDC-P4	Lote A	18.02	18.78	1.77	2.09	2.10	2.65	33.19
	Lote B	18.50	19.05	1.77	2.10	2.11	2.67	33.70

6.4. ASTM C1585-13 Ensayo de Succión capilar

Este ensayo busca medir la absorción de humedad de las muestras a través del tiempo, para iniciar este ensayo se secaron las probetas en un horno a 60°C, y luego se cubrió su superficie con un impermeabilizante (Acronal), dejando solamente los extremos de las probetas descubiertos, después de haber aplicado el impermeabilizante se ubicaron de nuevo las probetas en el horno y se dejaron por un periodo de 24 horas, pasado este tiempo se sacaron las probetas y se tomó su peso, siendo este su peso inicial, luego se dispusieron en un recipiente sobre el que previamente se preparó un sistema de absorción de agua para las probetas por medio de una espuma saturada en agua; una vez las probetas hicieron

contacto con la espuma saturada en agua se inició a registrar el tiempo y peso como se observa en la Tabla 24.

Tabla 23. Datos Succión Capilar.

T (s)	Arcilla gr	Patrón gr	PBCA 1 (g)	PBCA 2 (g)	PBCA 3 (g)	PBCA 4 (g)
0	28.52	28.47	28.34	27.95	27.62	27.28
5	28.81	28.85	28.7	28.39	27.89	27.56
15	29.07	29.17	29.24	28.78	29.50	29.15
30	29.22	29.32	29.47	28.96	30.21	29.89
60	29.60	29.74	30	29.59	31.59	31.33
120	30.07	30.24	30.62	30.4	32.49	32.26
180	30.54	30.76	31.21	31.18	32.69	32.55
240	31.02	31.29	31.67	31.95	32.71	32.57
300	31.52	31.84	31.97	32.52	32.71	32.59
360	31.69	32.05	32.15	32.79	32.72	32.61
1440	31.78	32.15	32.23	32.81	32.73	32.62
2880	31.80	32.17	32.23	32.82	32.74	32.63
4320	31.81	32.19	32.29	32.88	32.8	32.70
5760	31.83	32.20	32.32	32.91	32.84	32.75
7200	31.84	32.21	32.36	32.93	32.89	32.81
8640	31.85	32.22	32.37	32.95	32.91	32.83
11520	31.85	32.23	32.41	32.99	32.98	32.86

Una vez terminada esta etapa se sumergieron las probetas en agua por un periodo de 48 horas y se procedió a registrar su peso, posterior se realizó el arreglo de balanza hidrostática y se registró el peso de las probetas, finalmente las probetas se secaron en un horno a 105°C por un periodo de 24 horas y se registró su peso como se observa en la Tabla 25.

Tabla 24, 2da Etapa Succión capilar

Composición	48 Horas en agua después de succión	Peso en balanza hidrostática	Peso después de 24 Horas a 105C, Peso constante
Arcilla (g)	31.85	17.95	28.61
Patrón (g)	32.22	17.85	28.64
PBCA 1 (g)	32.4	17.73	28.63
PBCA 2 (g)	33.01	17.38	28.29
PBCA 3 (g)	33	17.18	27.70
PBCA 4 (g)	32.97	16.73	27.29

6.5. Ensayo de transferencia de calor.

Este ensayo de tipo comparativo busca evidenciar el comportamiento de la transferencia térmica en función de los porcentajes de reemplazo en la composición de los ladrillos, para este ensayo se utilizaron probetas cuadradas de 10 cm de lado con un área de contacto de 100 cm², para este ensayo se utilizó un soplete de mano el cual se ubicó en una de las caras la cual estuvo en contacto directo con la llama, un pirómetro laser para medir la temperatura de la cara en contacto con el fuego directo y un termopar (termocople), el cual se ubicó en la cara opuesta a la cara en donde se ubicó el soplete, luego de hacer este montaje se inició llama y se registraron los datos de tiempo y temperatura en las dos caras,

(Cara frente a la llama, Cara opuesta a la llama), durante un periodo de 900 segundos, luego de registrar los datos se graficó la diferencia de temperatura en función del área contra el tiempo, y se obtuvo el área bajo la curva para observar la energía recibida por el material durante los 900 segundos. Se tomó como patrón o 100% la energía obtenida por la probeta de 100% arcilla, y tomando esta como patrón se comparó contra las otras composiciones.

7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

De la primera etapa experimental teniendo como variables la temperatura y la composición se pudo observar que el porcentaje de CCDC óptimo para reemplazo es de un 5%, con el cual se mantienen las propiedades mecánicas del ladrillo; se observa que la muestra patrón con 100% arcilla tuvo una resistencia a la compresión promedio entre los 2 lotes de 28.2 MPa, mientras que las muestras adicionadas con el 5% de CCDC tienen una resistencia promedio de 26.6 MPa. Se observó claramente una relación directa entre la resistencia a la compresión y la temperatura de cocción, al aumentar la temperatura de cocción se desarrolló mayor resistencia, esto debido a un mayor grado de sinterización y la formación de fases que ayudan a la densificar el cuerpo, las probetas cocidas a 950°C obtuvieron un mejor resultado, sin embargo después de hacer reemplazos mayores al 10% de CCDC se observó que la resistencia a la compresión cayó independientemente de la temperatura de sinterización, este comportamiento también se evidencio en los ensayos de absorción y porosidad donde se observó que la porosidad abierta y la absorción se incrementaron conforme se aumentó el porcentaje de reemplazo, en la Figura 18 se presenta el volumen de poros permeables en el espacio donde se evidencia la disminución de poros permeables con la temperatura.

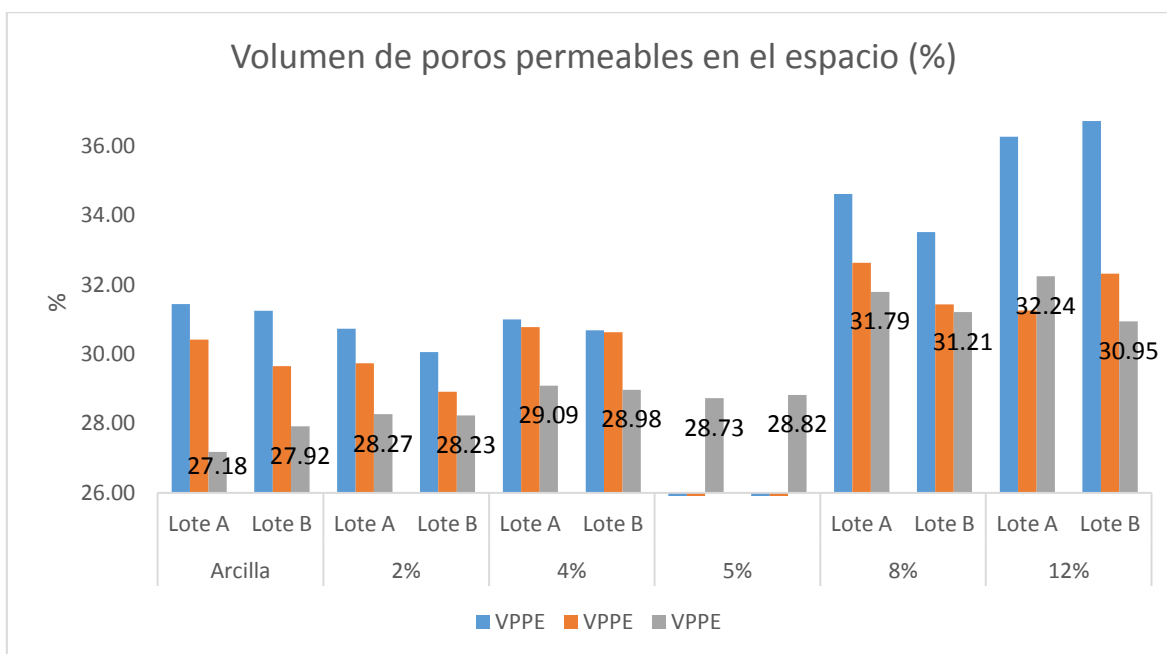


Figura 18. % De poros abiertos, Arcilla más CCDC.

En la segunda etapa experimental con la adición del PBCA en el óptimo obtenido se apreció un decremento lineal de la resistencia a la compresión, se evidencio una pendiente promedio negativa de $m=-4.5$ como consecuencia del aumento del reemplazo Figura 19; comparado con la bibliografía consultada Souza et al (2011), reportaron el reemplazo de PBCA por arcilla para la fabricación de ladrillos y se

apreció un comportamiento análogo al observado durante el procedimiento experimental donde se perciben desmejoras al aumentar el porcentaje de reemplazo, esto debido a la formación de poros en el cuerpo cerámico los cuales debilitan la estructura afectando las propiedades mecánicas.

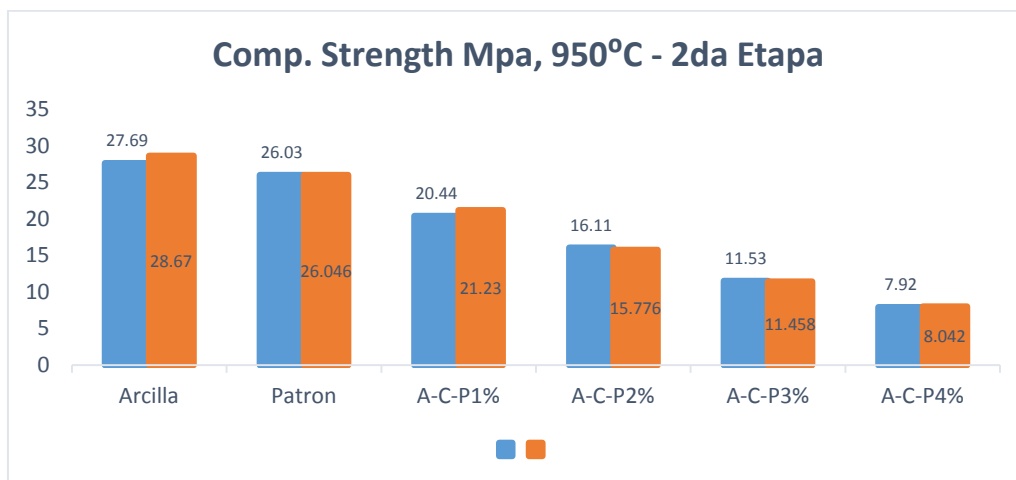


Figura 19. Ensayos de resistencia a compresión 2 etapas.

Como se esperaba el PBCA seleccionado para esta segunda etapa como agente formador de poros debido a su cantidad de materia orgánica hizo efecto durante el proceso de cocción en el cual permitió la formación de poros en el cuerpo cerámico causando la disminución de la densidad aparente, como se puede observar en la Figura 20.

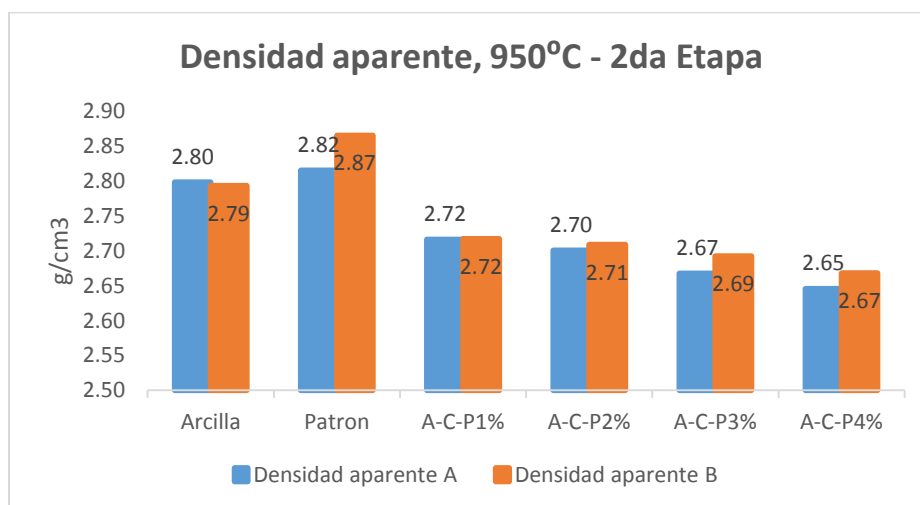


Figura 20. Densidad aparente.

Comparando los resultados obtenidos con el estudio realizado por Souza et al (2011), se observa que los contenidos de reemplazos realizados durante esta investigación son muy superiores a los usados en la investigación actual, sin embargo el comportamiento decreciente de la densidad con respecto al aumento del porcentaje de reemplazo es similar a temperaturas reportadas mayores de 900°C, este comportamiento también se observó durante la investigación de Faria et al (2012), quienes usaron porcentajes de reemplazo de 5, 10, 15 y 20% de PBCA, y registraron una densidad aparente de 1.68 g/cm³ con el 5% de reemplazo en peso, muy por debajo de la densidad obtenida durante esta investigación, Se utilizó el mismo tipo de probetas que en la investigación realizada por Faria et al (2012), el mismo tipo de formación (prensado uniaxial a 21MPa), sin embargo se tuvo una diferencia en la humedad utilizada para la conformación de las probetas, la humedad registrada en la investigación de Faria et al (2012), fue de 7% contra una humedad promedio de 9.2% usada en la presente investigación. Opuesto a la densidad aparente, la propiedad de absorción de agua incremento con el aumento del reemplazo, esta propiedad está relacionada con la estructura del cuerpo cóccido, y determina la fracción de poros abiertos, como se puede observar en la Figura 21, su comportamiento concuerda con el comportamiento demostrado por la densidad aparente. En la investigación realizada por Faria et al (2012), se reporta un rango de porcentajes de absorción entre 22.8 a 25.6%, mientras que en el procedimiento experimental realizado se reporta un valor máximo de 19.1% para el reemplazo del 4% de PBCA.

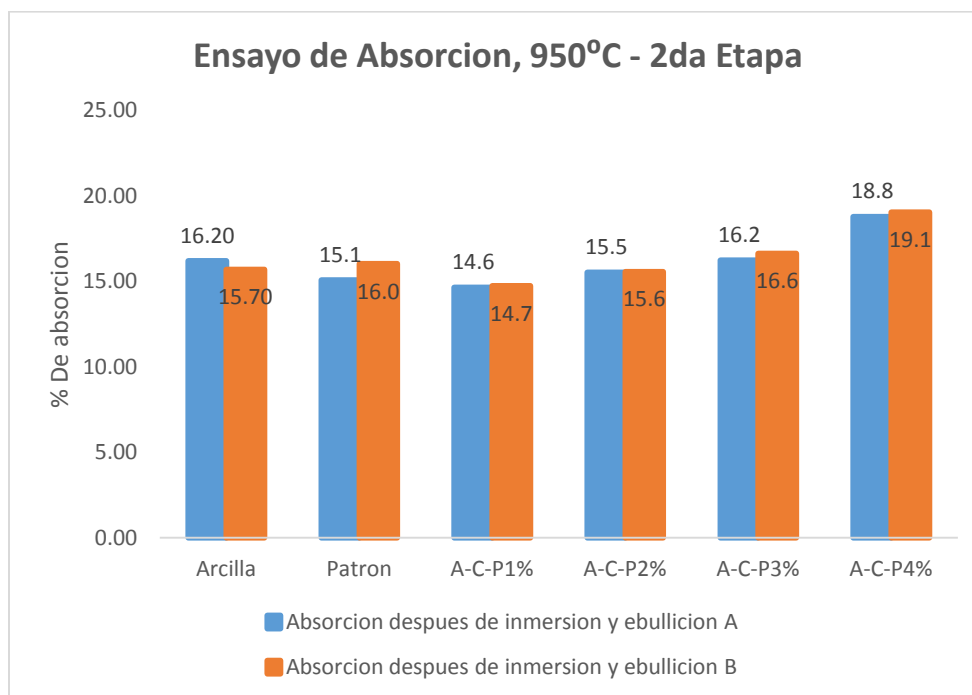


Figura 21. Ensayo de absorción.

En el ensayo de porosidad abierta se observa un comportamiento consecuente a lo observado en el ensayo de absorción; se observa un aumento del porcentaje de poros abiertos con la incorporación de PBCA como se puede apreciar en la Figura 22; el aumento de poros abiertos es un indicador consecuente a la disminución de resistencia mecánica a compresión aumentando de la resistencia térmica, lo que marca un control en el contenido del PBCA dentro de la composición para la fabricación de ladrillos.

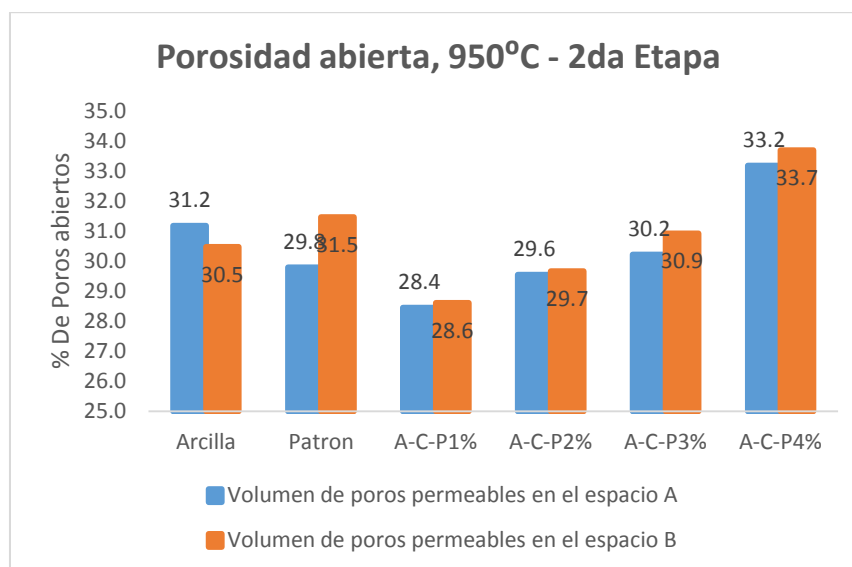


Figura 22. Ensayo de porosidad abierta.

El ensayo de succión capilar se realizó con el fin de medir la conectividad entre poros dentro del material cerámico, el fenómeno de succión capilar es producto de las fuerzas de adhesión entre moléculas de agua, haciendo de esto un medio de transporte de agentes externos, en un material con mayor succión capilar la mayor interconexión de poros hace de este más susceptible al ataques de agentes en el medio. Los resultados del ensayo de succión capilar se observan a continuación Figura 23, donde se pueden observar dos comportamientos marcados primero por una línea recta con una gran pendiente debido al fenómeno de succión hasta el punto de saturación donde la probeta absorbe poca o nula cantidad de agua haciendo que la pendiente disminuya significativamente.

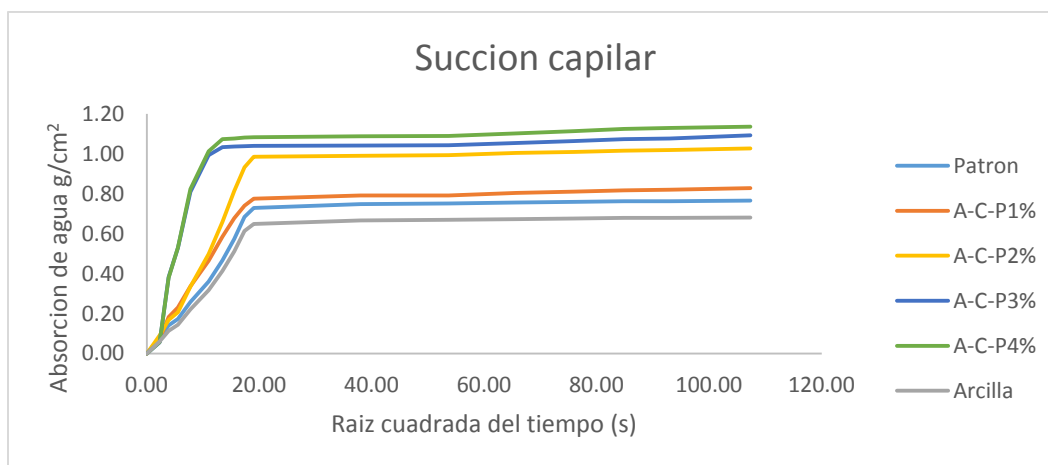


Figura 23. Succión capilar

El punto de convergencia de las dos zonas registradas (zona de succión – zona de saturación), nos suministra información sobre el comportamiento del material, la pendiente de la zona recta antes que converjan se le llama coeficiente de succión capilar (k), y en el punto de convergencia se observa el tiempo de saturación con el que se obtiene la resistencia a la penetración (m), el cual depende del tiempo de saturación y la altura de la probeta los datos del ensayo se registran en la Tabla 26.

Tabla 25. Resultados de succión capilar

Composición	Coeficiente de succión capilar (k)	Resistencia a la penetración (m)
Arcilla	0.03	1.64
Patrón	0.03	1.64
A-C-P1%	0.04	1.49
A-C-P2%	0.05	1.64
A-C-P3%	0.09	1.16
A-C-P4%	0.10	0.94

Como es de esperarse el coeficiente de succión capilar aumenta con el contenido de PBCA lo que indica mayor porosidad y interconexión entre porosidades, confirmando lo observado en las gráficas que registran las propiedades de absorción de agua, porosidad abierta, densidad y resistencia a la compresión. La resistencia a la penetración se considera en función de la estructura y tamaño de los poros, con poros finos se obtiene una penetración lenta y la resistencia a la penetración (m), es mayor, los resultados observados nos indican que la resistencia a la penetración disminuye al aumento del reemplazo de PBCA.

Una de las propiedades características de un material cerámico es su función como aislante térmico debido a los fuertes enlaces en su estructura, los cuales no

permiten la movilidad de electrones y energía en su interior, aparte de esto la formación de porosidades al interior del cuerpo cerámico disminuye aún más su capacidad de conducción; el ensayo de transferencia térmica se realizó con el fin de observar el comportamiento de la transferencia en función del aumento de PBCA en el óptimo obtenido de CCDC, el cual actúa como un agente formador de poros con el fin de hacer un ladrillo más fresco, los resultados del ensayo se pueden observar en la Figura 24.

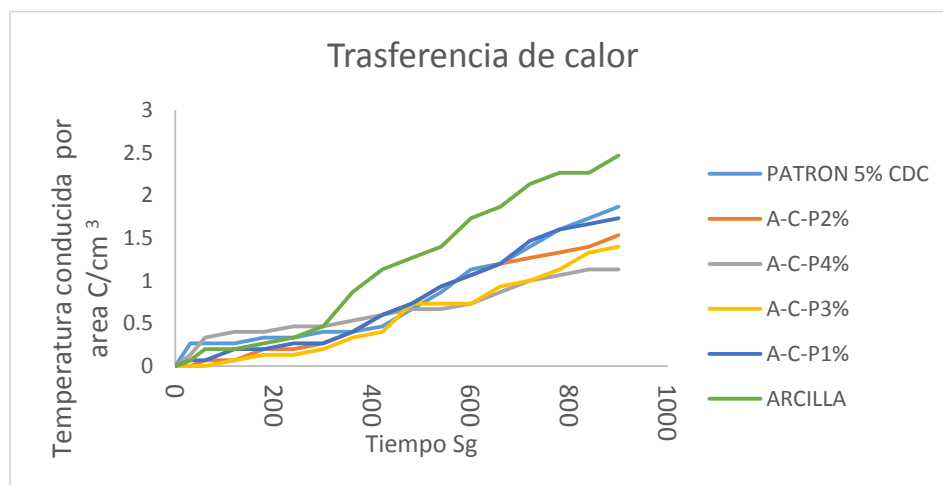


Figura 24. Ensayo de transferencia térmica.

De la anterior grafica se puede observar el aumento del gradiente térmico con el aumento de reemplazo en la arcilla por materiales orgánicos, con los datos obtenidos se puede sacar una ecuación aproximada a la gráfica e integrar la ecuación en un rango de tiempo de 0 segundos a 900 segundos para obtener el área bajo las curvas y comparar el porcentaje de pérdida de conducción en función del reemplazo; en la Tabla 27 se presenta el área bajo la curva y se toma la arcilla como el 100% o patrón de conducción para tener una referencia de disminución de la transferencia.

Tabla 26. Trasferencia térmica comparativa

Composición	Área bajo la curva aproximada	Perdida de transferencia (%)
ARCILLA	181.26	-
PATRON 5% CCDC	127.98	29%
A-C-P1%	140.49	22%
A-C-P2%	138.42	24%
A-C-P3%	100.71	44%
A-C-P4%	60.75	66%

Inicialmente se puede observar una pérdida del 29% de transferencia con la adición del 5% de CCDC el cual se halló como óptimo en la primera etapa experimental, seguido se observa el comportamiento decreciente de la transferencia térmica, la

cual cae hasta un 66% en el reemplazo de 4% de PBCA, lo que también se observa en propiedades como porosidad abierta y resistencia a la compresión, esto nos indica una alta formación de poros por la materia orgánica del PBCA.

Se realizó una consulta de las siguientes Normas Técnicas Colombianas con el fin de investigar posibles usos para los materiales; NTC 4205-1, y NTC 4205-2, donde las propiedades obtenidas para los ladrillos no cumplen con los requisitos por el contenido de absorción para la norma NTC 4205-1, sin embargo si cumplen para los requisitos de la norma NTC 4205-2 de unidades de mampostería de arcilla cocida. ladrillos y bloques cerámicos. Parte 2: mampostería no estructural, se registra su información en la Tabla 28.

Tabla 27, requisitos NTC 4205-2 de unidades de mampostería de arcilla cocida. Ladrillos y bloques cerámicos. Parte 2: mampostería no estructural

Tipo	Resistencia mínima a la compresión MPa (Kgf/cm ²)		Absorción de agua máxima en %	
			Interior	
	Prom 5 Unidades	Unidad	Prom 5 Unidades	Unidad
PH	3,0 (30)	2,0 (20)	17	20
PV	14,0 (140)	10,0 (100)	17	20
M	14,0 (140)	10,0 (100)	17	20
Unidades Livianas PH	2,0 (20)	1,5 (15)	17	20

En la siguiente Tabla 29 se registran los reemplazos de ambas etapas que cumplen con los requisitos

Tabla 28, Resumen de reemplazos que cumplen requisitos norma NTC 4205-2

Cumplen con AB<17%					PH	PV	M	PH-L
Etapas	T	Relación	R. Compresión (Mpa)	Absorción de agua máxima reportada %				
1 Etapas	850	Arcilla	25.37	16.49	C	C	C	C
		A-C2%	17.75	15.74	C	C	C	C
		A-C4%	17.24	16.32	C	C	C	C
	900	Arcilla	25.57	15.14	C	C	C	C
		A-C2%	20.98	14.74	C	C	C	C
		A-C4%	18.51	15.93	C	C	C	C
	950	Arcilla	28.67	13.89	C	C	C	C
		A-C2%	25.75	14.26	C	C	C	C
		A-C4%	25.03	14.59	C	C	C	C
		A-C5%	26.61	14.63	C	C	C	C
2 Etapas	950	Arcilla	27.69	16.20	C	C	C	C
		A-C-P1%	21.23	14.75	C	C	C	C
		A-C-P2%	15.77	15.57	C	C	C	C
		A-C-P3%	11.45	16.63	C	X	X	C

Se debe de tener en cuenta que el cumplimiento de las probetas fabricadas a pequeña escala durante este proyecto con los requisitos de la norma NTC 4205-02, es una prueba piloto para evaluar a escala real debido a que el comportamiento puede cambiar por el aumento del número de defectos.

8. RECOMENDACIONES

- Se recomienda no hacer uso de reemplazos mayores al 10% de ceniza de cisco de café con polvillo de bagazo de caña de azúcar debido a los resultados observados en las propiedades mecánicas del material.
- Se recomienda elaborar a escala real el diseño piloto del material fabricado en este trabajo para hacer su caracterización según las normas NTC consultadas evaluando su comportamiento a escala real.
- realizar microscopias para observar la formación de fases y poros con la adición de cada reemplazo.
- Revaluar el óptimo obtenido con arcilla y ceniza de cisco de café teniendo en cuenta la necesidad de disminuir la temperatura de cocción.

9. CONCLUSIONES

Se observó la acción del contenido de óxidos mostrados en la fluorescencia de rayos X de la ceniza de cisco de café mediante la respuesta a los ensayos de compresión, y densidad aparente, donde ayudo a densificar el cuerpo y mantener la resistencia a la compresión con hasta un 5% de reemplazo.

Se observó que el comportamiento del reemplazo de polvillo de bagazo de caña de azúcar sobre el material fabricado a partir de arcilla con cisco de café cumplió su función de formador de porosidades en el cuerpo cerámico, efecto que se hizo evidente en el ensayo de gradiente térmico.

Se pudo observar el decrecimiento de la transferencia térmica del material como efecto de la formación de porosidades en el cuerpo del material por la descomposición de la materia orgánica del PBCA, se observó que para el 4% de reemplazo la transferencia disminuye en un 66% con respecto a la muestra patrón de 100% arcilla. Los decrecimientos de la transferencia son resultado de la formación de poros en el cuerpo del cerámico, lo cual impacto la resistencia a la compresión de una forma negativa.

El registró del ensayo de porosidad abierta para los reemplazos con PBCA concordaron con lo encontrado en el ensayo de succión capilar, poros abiertos interconectados.

En cuanto a las propiedades mecánicas halladas, se evidenció la perdida de resistencia a la compresión con los aumentos de los porcentajes de reemplazo; también fue evidente la relación que existe entre la resistencia mecánica y la temperatura de cocción en la primera etapa.

Se evidenció comparando con los resultados obtenidos por Eliche Quesada, et al., 2011 que la composición de los residuos orgánicos dependen de su lugar de origen (se observó una diferencia significativa de óxidos alcalinos en su composición por lo que el porcentaje óptimo de la investigación fue de 3%, mientras el desarrollado en esta investigación fue de 5%).

Se demostró que la incorporación de residuos agroindustriales en la producción de ladrillos de cerámica roja como una opción para la disposición final de estos sub productos es una buena opción para generar nuevas propiedades que demanda el mercado.

BIBLIOGRAFÍA

- Abajo Fernández, M. (2000). Manual sobre fabricación de baldosas tejas y ladrillos: la cocción de los productos ceramicos de construcción. Barcelona: Laboratorio Técnico Cerámico S.L.
- Alavez, R., Montes, P., Martinez, J., Altamirano, D., & Gochi, Y. (2012). The use of sugarcane bagasse ash and lime to improve the durability and mechanical properties of compacted soil blocks. *Construction and Building Materials*, 50-62.
- Bahurudeen, A., & Santhanam, M. (2014). Influence of different processing methods on the pozzolanic performance of sugarcane bagasse ash. *Cement & Concrete Composites*, 32-45.
- Bianucci, M. A. (2009). El ladrillo: orígenes y desarrollo. Recuperado el Noviembre de 2014, de Cátedra de la Tecnología y la Producción:
<https://arquitectnologicofau.files.wordpress.com/2012/02/el-ladrillo-2009.pdf>
- Blanco Álvarez, F. (2007). Curso de materiales cerámicos. Recuperado el agosto de 2014, de Universidad de Oviedo España:
<http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/>
- Bories, C., Borredon, M. E., & Vedrenne, E. (2014). Development of eco-friendly porous fired clay bricks using pore-forming agents: A review. *Journal of Environmental Management*, 186-196.
- Casado Piñeiro, M. (marzo de 2005). Procesos de producción Más Limpia en Ladrilleras de Arequipa y Cusco. Recuperado el noviembre de 2014, de Programa Regional de Aire Limpio:
<http://www.bvcooperacion.pe/biblioteca/bitstream/123456789/6250/1/BVCI0006158.pdf>
- Cembrero, C. J. (2005). Ciencia y Tecnología de Materiales: problemas y cuestiones. Madrid: Pearson Educación S.A.
- Díaz, C. Y. (2011). Evaluación del uso del carbonato de calcio como aditivo fundente en la producción de ladrillos de cerámica roja. Cuba: Universidad Central, Marta Abreu de las Villas.
- Eliche Quesada, D., Marínez García, C., Martínez Cartas, M. L., Cotes Palomino, M. T., Pérez Villarejo, L., Cruz Pérez, N., & Corpas Iglesias, F. A. (2011). The use of different forms of waste in the manufacture of ceramic bricks. *Applied Clay Science*, 270-276.
- Faria, Gurgel, & Holanda. (2012). Recycling of sugarcane bagasse ash waste in the production of clay bricks. *Journal of Environmental Management*, 7-12.
- Muñoz, P., Morales, M., Mendívil, M., & Muñoz, L. (2014). Fired clay bricks manufactured by adding wastes as sustainable construction material – A review. *Construction and Building Materials*, 97-107.

- Neves, S., & Fontes, C. (2014). On the production of fired clay bricks from waste materials: a critical update. *Construction and Building Materials*, 599-610.
- Palacio Betancur, L. E. (2005). Caracterización de propiedades fluidodinámicas de lechos fluidizados en frío con mezclas de carbón-biomasas usadas en procesos de co-gasificación. Medellín, Colombia: Universidad Pontificia Bolivariana.
- Paredes, C. A. (2002). *Procesamiento de Cerámicos- Materias Primas*. Bolivia: Rodel ediciones.
- Santos, J. D., Malagón, P. Y., & Córdoba, E. M. (2009). Characterization of clays and preparation of ceramic pastes for the manufacture of roofing tiles and bricks in the region of Barichara, Santander. *DYNA*. Recuperado el Noviembre de 2014, de <http://www.revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/rt/printerFriendly/25762/39346>
- Secretaría de Ambiente y Desarrollo Sustentable de Argentina. (2003). *Manual de Buenas Prácticas de uso de energía*. Recuperado el 10 de agosto de 2014, de Eficiencia Energética: <http://www.ambiente.gov.ar/?idarticulo=348>
- Smith, W. F. (1996). *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales*. España: Reverte S.A.
- Souza, Teixeira, Santos, Costa, & Longo. (2011). Reuse of sugarcane bagasse ash (SCBA) to produce ceramic materials. *Journal of Environmental Management*, 2774-2780.
- Subramanian, S., Pande, G., De Weireld, G., Giraudon, J., Lamonier, J., & Batra, V. (2013). Sugarcane bagasse fly ash as an attractive agro-industry source for VOC removal on porous carbon. *Industrial Crops and Products*, 1-10.
- Teixeira, S. R., Magalhães, R. S., Arenales, A., Souza, A. E., Romero, M., & Rincón, J. M. (2014). Valorization of sugarcane bagasse ash: producing glass-ceramic materials. *Journal of Environmental Management*, 15-19.
- Universidad Tecnológica Nacional. (2013). *Cátedra Tecnología de los Materiales. Temática N° 9 "Cerámicos"*. Santa Fe, Argentina. Recuperado el Octubre de 2014, de <http://loi.frgp.utn.edu.ar/files/programas/2/Programa%20de%20Conocimiento%20de%20Materiales%20LOI.pdf>
- Uslu, T., & Arol, A. (2003). Use of boron waste as an additive in red bricks. *Waste Management*, 217-220.
- Zhang, L. (2013). Production of bricks from waste materials- A review. *Construction and Building Materials*, 643-655.

ANEXOS

Normas consultadas

NTC 3829 adoquín de arcilla para tránsito peatonal y vehicular liviano

NTC 4205-1 unidades de mampostería de arcilla cocida. Ladrillos y bloques cerámicos .parte 1: mampostería estructural

NTC 4205-2 unidades de mampostería de arcilla cocida. Ladrillos y bloques cerámicos. Parte 2: mampostería no estructural

NTC 4205-3 unidades de mampostería de arcilla cocida. Ladrillos y bloques cerámicos. Parte 3: mampostería de fachada

NTC 4017 - ASTM C 642. Métodos para muestreo y ensayos de unidades de mampostería y otros productos de arcilla Absorción y densidad

ASTM D4464 - 10 Standard Test Method for Particle Size Distribution of Catalytic Material by Laser Light Scattering

ASTM D422 - 63 Standard Test Method for Particle-Size Analysis of Soils

ASTM D4318-10 Standard Test Methods for Liquid Limit, Plastic Limit, and Plasticity Index of Soils

ASTM C1585-13 Standard Test Method for Measurement of Rate of Absorption of Water by Hydraulic-Cement Concretes

Programa Estadístico SAS.