

**UNIVERSIDAD REY JUAN CARLOS**  
**Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología**  
**DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA QUÍMICA Y ENERGÉTICA**



**Influencia del método de ensayo, la composición y la microestructura sobre la evaluación de la resistencia a la helada de las tejas cerámicas**



**MEMORIA**  
**Que para optar al grado de Doctor presenta:**  
**ERIKA VALENZUELA LEPE**  
**2011**



D. Félix Pedro Marín Andrés, profesor asociado de Ingeniería Química del Departamento de Tecnología Química y Energética de la Universidad Rey Juan Carlos,

CERTIFICA:

Que el presente trabajo de investigación titulado: “Influencia del método de ensayo, la composición y la microestructura sobre la evaluación de la resistencia a la helada de las tejas cerámicas” constituye la memoria que presenta Dña. Érika Valenzuela Lepe para aspirar al grado de Doctor por la Universidad Rey Juan Carlos, y ha sido realizado en los laboratorios del Grupo Uralita, en colaboración con otros centros de investigación, bajo mi dirección.

Y para conste, firmo el presente certificado en Móstoles a once de febrero de dos mil once.

Fdo. Félix Pedro Marín Andrés



## AGRADECIMIENTOS

La presente investigación se llevó a cabo en los laboratorios del Grupo de Uralita, División de Tejas, en colaboración con el Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja y el Instituto de Tecnología Cerámica bajo la dirección del Dr. Félix P. Marín Andrés, profesor asociado de la Universidad Rey Juan Carlos y la tutoría del profesor titular de la misma Universidad Dr. Javier Dufour Andía. A ellos les deseo expresar mi más sincero agradecimiento, no sólo por su siempre valiosa ayuda y por sus conocimientos, sino también por su interés personal y por esas dosis de “optimismo”, apoyo constante e incondicional hasta ver terminada la presente investigación. En forma especial quiero agradecer al Profesor Dr. D. Félix P. Marín Andrés, quien, como jefe de la delegación española en el Comité de Normalización Europeo CEN TC-128 SC-3, participó en la elaboración de la norma de evaluación de resistencia a la helada, me animó a concluir esta etapa de mi vida y ha estado en forma constante codo a codo conmigo hasta llegar a la meta propuesta.

Mis más sinceros agradecimientos, además, al personal de los Departamentos de Tecnología Química y Ambiental y de Tecnología Química y Energética de la Universidad Rey Juan Carlos, como también en especial al personal de la Dirección Técnica del Grupo Uralita y del departamento de Control de Calidad de la planta de Toledo, que colaboró en gran parte de la obtención de los resultados experimentales de la presente investigación.

Una mención especial al personal investigador del Instituto de Tecnología Cerámica y del Instituto Torroja, que sin su valiosa colaboración en la evaluación con las diversas técnicas de ensayo y estudio de las muestras, no hubiera podido llevarse a buen fin la presente investigación.

Por último, agradecer a la razón de mi vida que son mis hijos Mariela y Daniel, mis padres quienes me mostraron el sendero de la vida y que por ellos estoy donde estoy, a mis hermanas Luz Magaly y Ruth Eliana, a todos mil gracias por su infinita paciencia, comprensión, apoyo y cariño infinito, y que por fin han podido ver que he alcanzado aquello que la vida por razones diversas no me había permitido alcanzar. ¡¡¡Nunca es tarde si la dicha es buena!!!

A mis amigos que siempre me han estado apoyando a lo largo de mi vida, y que tengo la suerte y bendición de que son muchos, entre ellos una especial mención a Francisco J. Gallar, que nunca ha dejado de apoyarme en forma incondicional.

*A mis hijos, Mariela y Daniel, y mis padres*



# ÍNDICE

1. Resumen .....	7
2. Introducción .....	13
2.1 Teja cerámica: concepto e historia .....	13
2.1.1 Introducción histórica .....	13
2.1.2 Tipos de tejas .....	14
2.1.3 Normativa .....	15
2.2 Arcillas .....	18
2.2.1 Concepto de arcilla .....	18
2.2.2 Geología de las arcillas .....	19
2.2.3 Composición de la arcilla.....	21
2.2.4 Estructura de los silicatos .....	22
2.2.4.1 Filosilicatos bilaminares 1:1 .....	27
2.2.4.2 Filosilicatos trilaminares 2:1 y carga $Z=0$ .....	29
2.2.4.3 Filosilicatos trilaminares 2:1 y carga $Z=1$ .....	30
2.2.4.4 Filosilicatos trilaminares 2:1 y carga $Z<1$ .....	31
2.2.4.5 Filosilicatos laminares 2:1:1 .....	34
2.2.4.6 Arcillas fibrosas .....	36
2.2.4.7 Grupo de los interestratificados .....	36
2.2.5 Constituyentes no silicatos .....	37
2.2.5.1 Sílice .....	38
2.2.5.2 Feldespatos.....	39
2.2.5.3 Feldespatoides.....	41
2.2.5.4 Carbonatos .....	41
2.2.5.5 Materia orgánica .....	43
2.2.6 Los minerales en el proceso de fabricación.....	44
2.2.6.1 Efecto de la sílice .....	46
2.2.6.2 Influencia de la materia orgánica .....	47
2.2.6.3 Efecto de los carbonatos .....	47
2.2.7 Propiedades de las arcillas.....	48
2.2.7.1 Superficie específica .....	48
2.2.7.2 Hidratación e hinchamiento .....	49
2.2.7.3 Capacidad de adsorción .....	49
2.2.7.4 Plasticidad y trabajabilidad .....	50
2.2.7.5 Tixotropía .....	53
2.2.7.6 Capacidad de intercambio catiónico .....	54
2.2.8 Aplicaciones de las arcillas .....	55
2.3 Proceso de fabricación de tejas cerámicas .....	57
2.3.1 Extracción de arcilla y homogeneización exterior .....	59
2.3.2 Preparación de la pasta: molienda y amasado .....	62
2.3.2.1 Dosificación y molienda primaria .....	62
2.3.2.2 Molienda secundaria .....	63

2.3.2.3	Envejecimiento o maduración y reserva en pudridero .....	64
2.3.2.4	Amasado y homogeneización .....	65
2.3.2.5	Control del proceso de preparación de la pasta .....	67
2.3.3	Conformación .....	68
2.3.3.1	Extrusión.....	68
2.3.3.2	Corte .....	76
2.3.3.3	Prensado .....	76
2.3.4	Secado y acabados en monococción .....	78
2.3.4.1	La humedad de las arcillas .....	78
2.3.4.2	Secado de las arcillas .....	80
2.3.4.3	Revenido.....	84
2.3.4.4	Sensibilidad y defectos de secado.....	84
2.3.4.5	Secaderos industriales de arcillas .....	86
2.3.4.6	Adición de acabados superficiales .....	87
2.3.5	Cocción .....	88
2.3.5.1	Reacciones y cambios producidos durante la cocción .....	88
2.3.5.2	Hornos de cocción .....	92
2.3.5.3	Propiedades relacionadas con la cocción .....	96
2.3.5.4	Defectos relacionados con la cocción .....	104
2.3.6	Empaquetado, otros tratamientos y almacenaje.....	106
2.3.6.1	Mojado .....	107
2.3.6.2	Hidrofugado .....	108
2.3.7	Acabados en bicocción y variantes especiales.....	108
2.3.7.1	Acabados en bicocción .....	109
2.3.7.2	Fabricación de piezas especiales .....	109
2.4	Resistencia a la helada .....	110
2.4.1	Durabilidad y uso de tejas en ambientes fríos .....	110
2.4.2	Daños por la helada .....	111
2.4.3	Factores y evaluación de la resistencia a la helada .....	112
3	OBJETO Y ALCANCE DE LA INVESTIGACIÓN .....	115
4	MATERIALES Y METODOLOGÍA EXPERIMENTAL .....	117
4.1	Materiales y muestras .....	117
4.1.1	Controles de los materiales .....	117
4.1.2	Caracterización de tejas según normativa .....	119
4.2	Ensayos de resistencia a la helada.....	122
4.2.1	Generalidades .....	122
4.2.1.1	Normativa europea para tejas cerámicas .....	122
4.2.1.2	Normativa norteamericana para tejas cerámicas .....	123
4.2.1.3	Otras normas de resistencia a la helada .....	126
4.2.2	Método C: operativa .....	127
4.2.2.1	Aparatos utilizados para los ensayos .....	127
4.2.2.2	Muestras y tratamiento previo .....	127
4.2.2.3	Procedimiento de ensayo .....	128

4.2.2.4 Evaluación de los resultados .....	130
4.2.3 Método E: operativa .....	131
4.2.3.1 Aparatos utilizados para los ensayos .....	131
4.2.3.2 Muestra de ensayo .....	133
4.2.3.3 Calibración del aparato .....	133
4.2.3.4 Acondicionamiento de las probetas .....	134
4.2.3.5 Procedimiento operatorio.....	135
4.2.3.6 Evaluación de los resultados .....	136
4.2.4 Defectos .....	137
4.2.5 Realización práctica de los ensayos .....	139
4.2.5.1 Programación de temperaturas para los métodos C y E .....	140
4.2.5.2 Características de la cámara .....	141
4.3 Ensayos tecnológicos de las arcillas .....	142
4.3.1 Granulometría por tamizado en húmedo .....	143
4.3.2 Granulometría por difracción de rayos láser .....	144
4.3.3 Calcimetría .....	145
4.3.4 Consistencia de la pasta .....	146
4.3.5 Humedad de amasado .....	147
4.3.6 Curva de secado .....	148
4.3.7 Curva de Bigot .....	149
4.3.8 Contracción de secado .....	150
4.3.9 Resistencia a flexión en seco .....	150
4.3.10 Agua de revenido y resistencia tras el revenido .....	151
4.3.11 Pérdida por calcinación .....	151
4.3.12 Adsorción de agua .....	154
4.3.13 Contracción de cocción y contracción total .....	154
4.3.14 Coeficiente de saturación .....	155
4.3.15 Resistencia a flexión en cocido .....	155
4.4 Técnicas analíticas .....	155
4.4.1 Difracción de rayos X .....	156
4.4.2 Fluorescencia de rayos X .....	159
4.4.3 Dilatometría .....	161
4.4.3.1 Variaciones dimensionales efecto de la temperatura .....	161
4.4.3.2 Estudio dilatométrico de arcillas .....	162
4.4.3.3 Dilatómetros .....	164
4.4.3.4 Procedimiento experimental .....	165
4.4.4 Porosimetría .....	166
4.4.4.1 Fundamentos de la técnica .....	166
4.4.4.2 Tipos de poros .....	167
4.4.4.3 Cálculo de la densidad de la muestra .....	168
4.4.4.4 Cálculo del área superficial .....	168
4.4.4.5 Análisis de muestras de polvo .....	169
4.4.4.6 Operativa de ensayo .....	169
4.5 Técnicas estadísticas .....	170

5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	171
5.1 Caracterización de materias primas .....	171
5.1.1 Caracterización tecnológica de las arcillas .....	171
5.1.1.1 Granulometría por tamizado en húmedo .....	171
5.1.1.2 Granulometría por difracción de rayos láser .....	172
5.1.1.3 Calcimetría .....	173
5.1.1.4 Consistencia de la pasta y humedad de amasado .....	174
5.1.1.5 Curvas de secado y curvas de Bigot .....	175
5.1.1.6 Contracción de secado .....	175
5.1.1.7 Resistencia a flexión en seco .....	176
5.1.1.8 Agua de revenido y resistencia a flexión tras el revenido ....	176
5.1.1.9 Pérdida por calcinación .....	177
5.1.1.10 Adsorción de agua de las probetas cocidas.....	177
5.1.1.11 Contracción de cocción y contracción total .....	178
5.1.1.12 Coeficiente de saturación .....	178
5.1.1.13 Resistencia a flexión en cocido .....	179
5.1.2 Composición química de las materias primas .....	179
5.1.3 Composición mineralógica .....	180
5.1.4 Dilatometría .....	180
5.2 Caracterización de las tejas .....	183
5.2.1 Composición mineralógica de los productos .....	183
5.2.2 Caracterización según normativa .....	183
5.2.3 Porosimetría de las tejas .....	183
5.3 Ensayos de resistencia a la helada.....	184
5.3.1 Calibración de la cámara .....	184
5.3.2 Ciclos de congelación y descongelación.....	185
5.3.3 Resultados obtenidos con las tejas .....	186
5.4 Envejecimiento natural.....	188
5.5 Materias primas: naturaleza y transformaciones .....	189
5.5.1 Estimación de la composición racional.....	189
5.5.2 Comportamiento de las arcillas.....	191
5.5.2.1 Efectos en la extrusión .....	193
5.5.2.2 Efectos en la cocción: composición de las tejas .....	194
5.5.2.3 Efectos en la cocción: dilatación .....	198
5.6 Comparación entre los métodos C y E .....	199
5.6.1 Tipología de los daños sufridos por las tejas .....	199
5.6.2 Evaluación de la resistencia a la helada.....	209
5.6.3 Representatividad del envejecimiento acelerado .....	215
5.6.3.1 Saturación de agua .....	216
5.6.3.2 Cinética de los procesos de congelación y descongelación..	222
5.6.3.3 Diferencias interfaciales .....	223
5.7 Efecto de las características de las tejas y de su fabricación sobre la resistencia a la helada .....	229
5.7.1 Efecto de la resistencia mecánica .....	229
5.7.1.1 Resistencia en seco.....	230

5.7.1.2 Resistencia en cocido.....	230
5.7.2 Efecto de la contracción .....	235
5.7.2.1 Contracción total.....	235
5.7.2.2 Contracción de secado .....	238
5.7.2.3 Contracción de cocción .....	238
5.7.3 Efecto de la microestructura.....	243
5.7.3.1 Porosidad total.....	246
5.7.3.2 Poros de seguridad: coeficiente de saturación.....	250
5.7.3.3 Poros considerados peligrosos.....	253
5.7.4 Efecto de la molienda de las materias primas.....	261
5.8 Optimización del proceso de fabricación .....	267
6 CONCLUSIONES .....	269
7 RECOMENDACIONES .....	273
8 BIBLIOGRAFIA .....	275
8.1 Referencias bibliográficas .....	275
8.2 Normas .....	280
8.3 Legislación .....	281
8.4 Páginas web .....	282
9 PRODUCCIÓN CIENTÍFICA Y TÉCNICA .....	283
APÉNDICE I. GRANULOMETRIAS POR DIFRACCION DE RAYOS LASER .....	285
APÉNDICE II. COMPORTAMIENTO AL SECADO .....	293
II.1 Curvas de secado .....	293
II.2 Curvas de Bigot .....	297
APÉNDICE III. COMPORTAMIENTO EN COCCIÓN .....	301
III.1 Pérdida por calcinación .....	301
III.2 Adsorción .....	305
III.3 Contracción de cocción y contracción total .....	309
III.4 Coeficiente de saturación .....	317
III.5 Resistencia a flexión en cocido .....	321
APÉNDICE IV. DIFRACTOGRAMAS DRX .....	325
IV.1 Difractogramas de materias primas .....	326
IV.2 Difractogramas de tejas cocidas .....	333
IV.3 Comparación DRX materias primas y tejas .....	340
APÉNDICE V. DILATOMETRÍA .....	347

APÉNDICE VI. POROSIMETRÍA .....	355
APÉNDICE VII. CALIBRACIÓN DE LA CÁMARA .....	363
APÉNDICE VIII. RESISTENCIA A LA HELADA .....	369
APÉNDICE IX. ENVEJECIMIENTO NATURAL .....	389
IX.1 Envejecimiento del modelo M1 .....	389
IX.2 Envejecimiento del modelo M2 .....	392
IX.3 Envejecimiento de modelos M3 y M9 .....	394
IX.4 Envejecimiento del modelo M4 .....	396
IX.5 Envejecimiento del modelo M5 .....	398
IX.5 Envejecimiento del modelo M6 .....	400

## **1.- RESUMEN**

Las tejas son piezas para cubierta de características geométricas fijas, capaces de solaparse y, en ciertos casos, de ensamblarse. Su cuerpo está constituido por zonas curvas y, en muchas ocasiones, planas que conforman ondas y valles para facilitar la evacuación del agua y asegurar la estanquidad de la cubierta. Las tejas adsorben las dilataciones de la cubierta, ya que su diseño y montaje permite un juego amplio entre dos tejas contiguas. Las principales cualidades de las tejas son la estanquidad, garantizada por su composición y el sistema de ensamble o solape; la resistencia mecánica; la durabilidad, relacionada con la resistencia a la acción del hielo y la estabilidad dimensional, esto es, la ausencia de deformaciones.

Las tejas de arcilla cocida para tejados han sido utilizadas en el cubrimiento de toda clase de edificaciones desde la antigüedad. Las tejas se fabrican a partir de arcilla, material natural de origen sedimentario de grano muy fino ( $<2 \mu\text{m}$ ), constituido fundamentalmente por mezcla de filosilicatos y otros minerales, que es capaz de ser moldeado al mezclarse con una cantidad apropiada de agua, de mantener la forma y que adquiere consistencia al ser secado o cocido.

El proceso industrial de fabricación de las tejas comienza con la extracción de la arcilla en canteras y su homogeneización en el exterior, seguido de la preparación de la pasta mediante molienda y amasado con agua. A continuación, las tejas se conforman mediante extrusión, que puede ir seguida de prensado. El proceso continúa con el secado, que confiere a las tejas la resistencia necesaria para su manipulación, la eventual aplicación de acabados superficiales (engobes o esmaltes) y la cocción, etapa en la que se producen todos los cambios físicos y químicos que proporcionan la resistencia, la impermeabilidad y el resto de características a las tejas. Por último, pueden realizarse, en su caso, eventuales tratamientos posteriores, para finalizar con el empaquetado y almacenamiento.

Las tejas de arcilla cocida son productos duraderos debido a su buena resistencia frente a los agentes atmosféricos, lo que se pone de manifiesto cuando se comparan con otros materiales para cubiertas tales como chapa metálica, láminas asfálticas, placas de fibrocemento o elementos constituidos por polímeros (poliéster, PVC, polimetacrilato de metilo, etc.), pudiendo únicamente presentar problemas ante la helada. Las tejas de arcilla cocida, al igual que todos los materiales porosos, son sensibles a la acción del frío en húmedo. Cuando se utilizan en áreas frías, el daño por la helada, causado por la congelación del agua que se ha introducido en los numerosos poros existentes en el material, se ha convertido en un serio problema que reduce la integridad mecánica y que necesita reparaciones o sustituciones. Los daños llegan a ser, a veces, irreparables.

Cuando, tras haber llovido, el agua contenida en los poros se convierte en hielo por el descenso de las temperaturas, el aumento de volumen, del orden del 9 %, que experimenta el agua que se congela en el interior de los poros causa tensiones locales

alrededor de los poros, dando lugar a la aparición de micro-grietas, que crecerán y se unirán entre sí hasta provocar la rotura. Las tensiones internas hacen que la pieza cerámica no resista y termine por romperse o se ocasionen daños a la estructura interna o externamente.

Existen diversos ensayos de envejecimiento acelerado para estimar la resistencia a la helada de los materiales de construcción. Todos se basan en realizar ensayos de ciclos de hielo y deshielo en húmedo acelerados y en condiciones más duras que las habituales. Mediante la reproducción de las condiciones de temperatura y humedad cercanas a aquellas generalmente encontradas in situ, es posible reproducir el daño que puede aparecer cuando la resistencia a la helada es insuficiente. Una buena resistencia a la helada, en el laboratorio, debe ser una garantía del comportamiento en los tejados aunque el clima natural en sí mismo es un fenómeno muy variable dependiendo de la localización, la umbría, los vientos predominantes, etc.

Las normativas y reglamentaciones exigen probar las tejas mediante estos ensayos de envejecimiento acelerado con ciclos repetidos de congelamiento y deshielo en húmedo. Las normas europeas establecen los requisitos de los productos y las pruebas para medir dichos requisitos.

La primera norma europea para tejas de arcilla cocida establecía cuatro métodos de ensayo de resistencia a la helada, basados en la experiencia de las normativas previas existentes en los diferentes países europeos, los cuales eran: método A para el Benelux, método B para Alemania, método C para Europa Meridional (Francia, Grecia, Italia, Portugal y España) y método D para el Reino Unido.

La nueva norma europea mantiene estos cuatro métodos (A, B, C, D) y establece un nuevo método E, que pretende sea el método unificado europeo. El nuevo método E establece unas condiciones de saturación progresivas, así como de tiempo y temperaturas específicas de los ciclos de hielo y deshielo que se aplican a las tejas cubiertas con una tela por la cara inferior, a lo largo de un número de ciclos determinado, lo que lleva a una mayor saturación y unas condiciones teóricamente más similares a las sufridas por las tejas instaladas en los tejados a causa de las condiciones atmosféricas de precipitación y helada.

El propósito de esta investigación es comparar empíricamente el método C, usado en Europa meridional, y el nuevo método unificado europeo E, contrastando sus resultados con el envejecimiento natural producido en las tejas colocadas en tejados a fin de dilucidar cuál de estos métodos de ensayo es más adecuado para evaluar la durabilidad de las tejas cerámicas de arcilla cocida y predecir el comportamiento que tendrán una vez instaladas en una cubierta, a la vez que tener una base sobre la que comparar los resultados obtenidos con el método C y los que se obtendrán en el futuro con el nuevo método E.

El estudio experimental de los métodos de ensayo de envejecimiento acelerado se

centró en los siguientes apartados:

- Puesta a punto del ensayo por el nuevo método E, comprobando la capacidad y adecuación de los equipos para su realización y procediendo a la calibración de las cámaras de ensayo de hielo y deshielo utilizadas. También se establece un método de inspección que permita un seguimiento de los daños producidos en las tejas durante la realización de los ensayos, a fin de poder realizar una comparación más precisa y aplicar las técnicas estadísticas necesarias.
- Estudio minucioso sobre los métodos C y E, comparando su operativa y, en particular, seguimiento del agua adsorbida por empapamiento progresivo (método E) y empapamiento a vacío (método C), considerando cuando a las tejas se les aplica tratamientos de hidrofugación mediante compuestos hidrofugantes, seguimiento de las temperaturas en los ciclos de hielo y deshielo y de las cinéticas en el proceso de enfriamiento, así como, el efecto de colocar una tela en una de las caras de las tejas, exigido en el método E, analizando si su efecto es similar a cuando hay poros bloqueados debido al tratamiento de las tejas con elementos hidrofugantes.
- Aplicación de ambos métodos a un conjunto de tejas representativas de diversas tierras arcillosas españolas y variantes del proceso de fabricación (molienda en seco y semihúmeda, conformación por extrusión o extrusión y prensado) y que cubren un amplio intervalo de resistencia a la helada.

La presente investigación también pretende obtener una mejor comprensión de los efectos de las materias primas, la microestructura de las tejas y los parámetros de fabricación en la resistencia a la helada, así como, determinar si hubiera alguna posibilidad de evaluar esta resistencia por un métodos más sencillo, rápido y económico que realizar numerosos ciclos de hielo y deshielo en húmedo.

Considerando la naturaleza de las tejas de arcilla cocida utilizadas, se hizo un estudio experimental de:

- El efecto de la microestructura, y más concretamente del tamaño de los poros de las tejas, y de su distribución, sobre la resistencia a la helada, así como, el efecto de la composición mineral de las arcillas y de la presencia de carbonatos, sobre la resistencia a la helada.
- El efecto del control de los parámetros del proceso de fabricación y cuales pueden afectar a la resistencia a la helada y cómo puede mejorarse la durabilidad.
- Determinar si la tipología de los daños encontrados en los ensayos acelerados se corresponde con la observada en el envejecimiento natural de las tejas ensayadas.

Los resultados de este trabajo de investigación muestran que el método E es mejor método de ensayo de envejecimiento acelerado para determinar la resistencia a la helada que el método C por ser más severo y más selectivo, lo que se traduce en producir daños sobre las muestras ensayadas más temprano (con menor número de ciclos) y producir una menor dispersión de resultados.

Los daños sufridos por las piezas se incrementan con el número de ciclos de hielo-deshielo realizados, siendo consecuentes con la termodinámica y la cinética de los mecanismos conducentes al fallo.

Las diferencias entre los métodos se puede explicar por los distintos procedimientos de empapado, la cinética de los procesos de congelación y la presencia o ausencia de la tela.

El método E origina unos tipos de daños a las tejas (roturas, fisuras, deslaminaciones,...) que son bastante consistentes con los encontrados en el envejecimiento natural de las tejas colocadas en los tejados en puntos simplemente fríos de la geografía española al cabo de una serie de años. Se ha comprobado que la tipología de los defectos está ligada a la resistencia a la helada de las tejas.

- deslaminaciones, desconchados y daños superficiales cuando la resistencia es pequeña.
- fisuras superficiales cuando crece la resistencia.
- pérdida de los resaltes, nervios o tacones cuando la resistencia del material es muy grande.

Tras el análisis del efecto de diversas variables sobre la resistencia a la helada de las tejas, alguna de carácter empírico, como el coeficiente de saturación y otras que tienen que ver con la microestructura del material y con su composición química y mineralógica se pudo concluir lo siguiente:

- Se descarta la estimación de la resistencia a la helada por métodos que no supongan la realización de ciclos de hielo y deshielo en húmedo, tales como la medida de la adsorción o del coeficiente de saturación.
- La durabilidad de las tejas se ve principalmente afectada por la porosidad y la distribución del tamaño de los poros de las tejas cocidas. La durabilidad decrece cuando aumentan la porosidad total y el agua contenida en las tejas después de la fase de empapado. Aquellas tejas con mayor proporción de poros con diámetros comprendidos en el intervalo entre 0,25  $\mu\text{m}$  y 1,4  $\mu\text{m}$  son las que mayor daño sufren.

- La resistencia a la helada también se ve afectada por la composición de minerales de las tejas. Aquellas tejas pobres en  $\text{CaCO}_3$ , y que tienen una composición mineralógica simple, mejoran la durabilidad a la helada. La peor resistencia a la helada se encuentra cuando las tejas se fabrican en condiciones tales que los filosilicatos, que tienen estructura laminar, sufren una exfoliación tras los procesos de molienda, amasado y extrusión, tan fuerte que pueda detectarse a simple vista a la salida de la boquilla de la extrusora.
- El control de los parámetros de proceso que son causa común de fallos en la resistencia a la helada (vacío en la extrusión, correcto flujo del material durante la extrusión y, en su caso, en el prensado y el control de la temperatura de cocción) pueden duplicar la resistencia a la helada. Cuando se efectúa el proceso de moldeo de las tejas pueden producirse pliegues que disminuyen la resistencia a la helada, debido a un flujo incorrecto de arcilla en el proceso de prensado.

Por último, se establecen medidas aplicables al proceso de fabricación para mejorar la resistencia a la helada de las tejas producidas, basadas en el control de las tierras utilizadas como materia prima, los parámetros del proceso y, particularmente, las condiciones de conformación y de cocción.



## **2.- INTRODUCCIÓN**

### **2.1 TEJA CERÁMICA: CONCEPTO E HISTORIA**

---

#### **2.1.1 INTRODUCCION HISTORICA**

Desde el albor de la humanidad, hombres y mujeres han tratado de adaptar a sus necesidades el entorno donde vivían, desbrozando montes, cultivando la tierra y fabricando utensilios. Una de estas primeras necesidades era un techo para guardarse de la lluvia, del viento o del sol. Palos de madera soportando unas pieles ofrecían a este hombre todavía nómada las ventajas de ser una cubierta ligera y manejable, aun cuando no era totalmente fiable. Las cuevas naturales servían para concentraciones sociales y celebraciones rituales.

El desarrollo de un tejido social complejo pronto requirió asentamientos más duraderos y sofisticados. El nacimiento de una agricultura sedentaria obliga al hombre a diseñar nuevas formas, con otras características para ser más duraderas y seguras. Desarrollando las estructuras de madera puede emplear elementos de cubrición de más peso y usar piezas de tamaño reducido, llamadas tejas, que, una vez ensambladas, dan a la cubierta, en este caso denominada tejado, elasticidad y movilidad conservando su impermeabilidad.

La cubierta, elemento vital de cualquier edificio, en muchos casos fomentará nuevas formas y técnicas arquitectónicas, adaptándose a distintos climas, necesidades, costumbres y culturas. Surge entre los constructores la conciencia de que la cubierta no protege solamente lo que está en el interior del edificio, sino su estructura misma.

Las tejas, con independencia de su material, deben demostrar cualidades de resistencia mecánica, durabilidad, resistencia a la acción del hielo, escasa capacidad adsorbente, estanquidad, mejorada por el solape, planeidad y estabilidad dimensional, sin posibilidad de deformación y colorido permanente. El diseño y concepción de la teja ha de permitir una fácil circulación del agua, en ningún momento interrumpida por elementos salientes. Las características de resistencia, solidez y sujeción, tanto de la teja en sí como del conjunto que conforman en un tejado, permiten el acceso a la cubierta

La teja en Occidente nos acompaña por lo menos desde hace 4.300 años. Las primeras tejas provienen de las culturas Mesopotámica y el Egeo. Al principio las piezas de arcilla eran moldeadas y secadas, pero no cocidas. No se sabe con certeza cuándo se comenzó a emplear la arcilla cocida en la construcción, pero sí se sabe que el primer ladrillo cocido apareció en el Palacio de Nippur, datado alrededor del 3.000 a.C. Los micénicos, en el Egeo, desarrollaron la cubierta a dos aguas resuelta con tejas.

La recuperación cultural y el inicio de la cultura griega tras la caída de los imperios hitita y micénico, a partir del siglo VIII A.C., dan el empujón definitivo al nacimiento de la teja [Uralita Tejados, 2006]. Tanto en la cultura griega como en la romana se diferenciaron tejas según el material de fabricación y su función. Por ejemplo, la combinación de estos elementos generó en Grecia tres sistemas de recubrimiento: laconiano, siciliano y corintiano, véase figura 2-1.



**Figura 2-1: Sistemas de recubrimiento de la cultura griega**

Durante gran parte del resto de la historia hasta el siglo XIX no hubo importantes innovaciones, pero sí se progresó en la simplificación del tejado y el aparato decorativo. Con la mejora de la organización industrial en Europa se disparó la mejora, evolución y el crecimiento de la construcción como sector de la economía. Estos avances se reflejaron en poco tiempo en los procesos de fabricación de la teja y en la aparición de nuevos materiales y modelos, dando el empujón final a la mecanización total del proceso de producción de la teja.

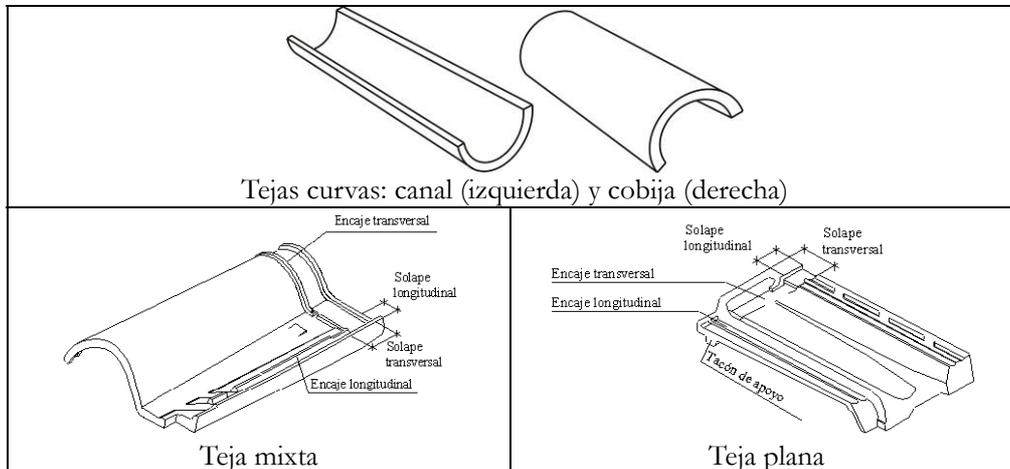
En 1840, se desarrollaron las tejas con encaje gracias al trabajo de los hermanos Gilardoni. El avance reside en que se puede reemplazar parte del material necesario para la estanquidad de la cubierta gracias a su estructura de encaje y a la facilidad de montaje. Esta teja sólo se fabrica mecánicamente. Ocho años después, Lartue y Dumas adaptaron el sistema de encaje a la teja curva tradicional. Desde entonces los modelos de teja han evolucionado, tanto en el empleo de materiales como en las técnicas de fabricación.

### 2.1.2 TIPOS DE TEJAS

Existe gran variedad de tejas en el mercado, pero solo tres son las básicas. El resto de las piezas están destinadas a solucionar puntos singulares del tejado. Los tres modelos básicos, véase figura 2-2, son [Guzmán y col. 2007]:

- **Curvas o árabes:** las clásicas tejas con forma de canal que se colocan alternando una con función de canal y otra con función de cobija, que monta sobre dos canales.

- **Mixtas:** cada pieza tiene una parte plana y otra curva, o bien una parte cóncava y otra convexa, encajando unas tejas con otras merced a los encajes y solapes de su propio diseño.
- **Planas:** el sistema de encaje es muy similar a la mixta, pero carecen de parte curva.



**Figura 2-2: Tipos básicos de tejas**

### 2.1.3 NORMATIVA

Las normas se centran, principalmente, en establecer los requisitos de diseño y de calidad, así como las pruebas idóneas para asegurar el cumplimiento con los requisitos. Existen diversas normativas aplicables a las tejas cerámicas de arcilla cocida, las principales son las normas europea EN-1304 y la americana ASTM-C-1167.

La norma EN 1304 establece los requisitos para las tejas y piezas de arcilla cocida utilizadas en tejados inclinados y para el revestimiento interior y exterior de muros, de modo que en el momento de la entrega del producto pueda realizar la función para la cual fue fabricado. Las tejas y piezas auxiliares de arcilla cocida que respondan a los requisitos impuestos por esta norma se consideran adecuadas para el uso al cual se destinan en la reglamentación europea, Directiva Comunitaria 89/106/CEE Productos de Construcción (DPC), así como en la reglamentación española, Código Técnico de la Edificación (CTE). La norma EN 1304 exige que las especificaciones que establece sean medidas siguiendo los procedimientos de las normas:

- EN 538 Tejas de arcilla cocida: Ensayo de resistencia a la flexión.

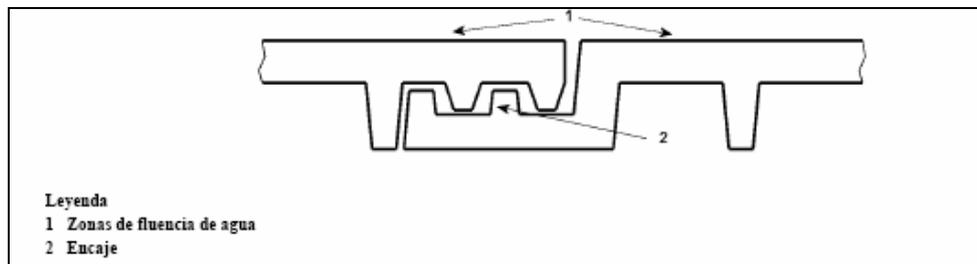
- EN 539-1 Tejas de arcilla cocida, determinación de las características físicas, ensayo de permeabilidad.
- EN 539-2 Tejas de arcilla cocida, determinación de las características físicas, ensayo de resistencia a la helada.
- EN 1024 Tejas de cerámica de arcilla cocida para colocación discontinua, determinación de las características geométricas.
- EN 13501-1 Clasificación en función del comportamiento frente al fuego de los productos de construcción y elementos para la edificación; clasificación a partir de datos obtenidos en ensayos de reacción al fuego.
- EN 13501-5 Clasificación a partir de datos obtenidos de los ensayos de exposición externa al fuego.

Las principales definiciones que introduce este conjunto de normas se citan a continuación:

- **Tejas de arcilla cocida:** elementos de colocación discontinua sobre tejados inclinados y para revestimiento interior de muros. Se obtienen por conformación (extrusión y/o prensado), secado, cocción de una pasta arcillosa que contiene o no aditivos. Las tejas pueden estar cubiertas total o parcialmente de engobe o esmalte. La norma contempla variedades de tejas, se pueden citar:
  - o Tejas curvas. Se establecen definiciones específicas de las tejas curvas, como son las tejas de conformación, tejas con función de cobija y las tejas curvas con solape de cabeza fijo.
  - o Tejas con encaje lateral y encaje de cabeza
  - o Tejas con solo encaje lateral
  - o Tejas con solo encaje de cabeza
  - o Tejas con solape de cabeza variable y solape lateral variable
  - o Tejas planas sin encaje
  - o Tejas de solape
  - o Tejas especiales
- **Piezas auxiliares de arcilla cocida:** productos que complementan a las tejas y tienen una función técnica. Las piezas auxiliares se clasifican en coordinadas y no coordinadas, según puedan sustituir a una teja o no.
- **Encajes,** son las partes de la teja que permite el ensamblaje de 2 tejas o piezas auxiliares contiguas y que suele tener una o varias partes en relieve llamadas “nervios” y una o varias partes llamadas “acanaladuras”, véase figura 2-3. Los tipos de encaje posible son:
  - o Encaje longitudinal

○ Encaje transversal

Las tejas o las piezas auxiliares pueden ensamblarse con juntas alineadas y en ocasiones con juntas cruzadas (al tresbolillo).



**Figura 2-3: Encaje transversal, diagrama descriptivo**

La norma también define los principales defectos de las tejas que se tratarán mas adelante, así como una serie de términos relacionados con la composición y el acabado de las tejas:

- **Aditivo:** materia añadida en pequeña cantidad a la mezcla de arcilla para facilitar la fabricación.
- **Eflorescencia:** depósito cristalino de sales solubles sobre la superficie de las tejas y que se produce por la migración del agua interior de las tejas y de la evaporación en superficie.
- **Esmalte:** superficie acabada vitrificada o material para obtenerla.
- **Engobe:** superficie acabada mate a base de arcilla, permeable o impermeable, o material para obtenerla.
- **Tratamientos:** aplicación en fábrica de agentes hidrofóbicos o hidrofílicos, que cambian el comportamiento de la superficie de las tejas cocidas cuando se mojan con agua.

Las normas definen las dimensiones efectivas de las tejas o dimensiones de cobertura: longitud efectiva y anchura efectiva. Por otra parte, se establecen los tipos de agujeros que deben efectuarse para el clavado de las tejas.

## 2.2 ARCILLAS

---

### 2.2.1 CONCEPTO DE ARCILLA

El término “arcilla” se refiere a un material natural, de tamaño de grano fino ( $<2 \mu\text{m}$ ) que presenta las propiedades de plasticidad, es decir la capacidad de ser moldeado al mezclarse con una cantidad apropiada de agua, y de mantener la forma que adquiere y consistencia al ser secado o cocido. Por su fácil extracción, trabajabilidad y relativa abundancia, se ha explotado y utilizado desde hace miles de años. Actualmente su principal campo de aplicación está centrado en la industria cerámica.

Habitualmente, el término arcilla tiene diferentes significados, según sea el campo de aplicación:

- Desde el punto de vista petrológico, la arcilla es una roca sedimentaria, en la mayor parte de los casos de origen detrítico, con características bien definidas.
- Para un sedimentólogo, arcilla es un término granulométrico que abarca los sedimentos con un tamaño de grano inferior a  $2 \mu\text{m}$ .
- Desde el punto de vista mineralógico, engloba a un grupo de minerales (minerales de la arcilla), filosilicatos en su mayor parte, cuyas propiedades físico-químicas dependen de su estructura y de su tamaño de grano, muy fino. Los minerales no pertenecientes al grupo de los filosilicatos como cuarzo, feldespatos, etc. pueden ser considerados partículas arcillosas cuando están incluidos en un sedimento arcilloso y sus tamaños no superan los  $2 \mu\text{m}$ .
- Para un ceramista, una arcilla es un material natural que, cuando se mezcla con agua en la cantidad adecuada, se convierte en una pasta plástica.
- Desde el punto de vista económico-industrial las arcillas son un grupo de minerales industriales con diferentes características mineralógicas y genéticas y con distintas propiedades tecnológicas y aplicaciones.

Las arcillas son constituyentes esenciales de gran parte de los suelos y sedimentos debido a que son, en su mayor parte, productos finales de la meteorización de los silicatos que, formados a mayores presiones y temperaturas, en el medio exógeno se hidrolizan.

Hoy en día, las arcillas que sirven como materia prima industrial figuran entre los recursos minerales más importantes, tanto por el volumen explotado como por el valor de la producción.

Un 90 % de la producción se dedica, preferentemente a la fabricación de materiales de construcción y agregados. Sólo un 10 % se dedica a otras industrias: fabricación de

papel, caucho, pinturas, adsorbentes, decolorantes, arenas de moldeo, productos químicos y farmacéuticos, agricultura, etc.

### 2.2.2 GEOLOGÍA DE LAS ARCILLAS

Cuando se habla de geología de las arcillas se refiere a aquellos procesos que llevan a la formación de las propias arcillas, a su transformación y a su destrucción en los diferentes ambientes geológicos.

Las arcillas, como sucede con todos los elementos, tienen un periodo de vida que está regido por su historia geológica, existen en un intervalo limitado de condiciones en el espacio geológico, referentes al tiempo, a la temperatura y, esencialmente, a la profundidad.

El origen de las arcillas está en la interacción de las rocas (silicatos) y el agua. Por eso las arcillas están más hidratadas que los minerales de la mayoría de las rocas. El mecanismo por el que el agua “hidrata” a los silicatos es el de intercambio de hidrógeno por los cationes alcalinos y alcalino-térreos en las soluciones acuosas. La reacción produce arcillas y otros minerales. La sílice es un subproducto común de las reacciones de hidratación, y puede ir en la solución acuosa o puede formar una fase sólida tal como el cuarzo o sílice amorfa.

La tasa, el tipo de reacción química y el tipo de mineral de la arcilla que se forma están determinados por las proporciones de agua y de sólidos (roca) que interaccionan.

En presencia de grandes cantidades de agua, los sólidos tienden a ser muy inestables y se disuelven en su mayor parte. La disolución es el primer paso de la mayoría de las interacciones agua-roca. Cuánto mayor sea la renovación del aporte de agua (lluvia o circulación de fluidos) más disolución se producirá. Cuando la razón de agua a roca se aproxima a uno, las reacciones están cada vez más dominadas por la “disolución incongruente”, por la que ciertos elementos van en solución y otros permanecen en estado sólido en el esqueleto de la roca alterada y originan minerales de la arcilla.

El intercambio de  $H^+$  por iones mono y divalentes opera en diferentes proporciones en condiciones climáticas diferentes, y muy a menudo no se consigue totalmente antes de que la erosión despoje el material parcialmente reaccionado. Los sedimentos son muy a menudo una mezcla de fases distintas en diferentes estados de equilibrio químico unas con otras.

El cambio químico en las arcillas está regido por dos factores determinantes, el tiempo y la temperatura [Cailliere, 1982]:

- A mayor temperatura la reacción es más rápida y a baja temperatura la

reacción es muy lenta. Por ello, la transformación de las arcillas y otros materiales metaestables tales como la sílice amorfa en el suelo oceánico (4 °C) es muy lenta.

- Con el tiempo, la tasa de reacción es crítica y la estabilidad o inestabilidad relativa (distancia al equilibrio termodinámico) son los factores que determinan los límites de las condiciones ambientales de las arcillas.

Si cambia la química del ambiente de los suelos o los materiales superficiales, por ejemplo por la introducción de una solución alcalina o básica en el medio, existe alta probabilidad de cambio en la composición mineral de ese suelo.

Los diferentes ambientes de formación de las arcillas se sitúan en la superficie de la tierra o cerca de ésta. El “ambiente” de las arcillas está limitado a un cierto intervalo de temperaturas y de tiempo.

Cuando las temperaturas están en el intervalo entre los 50 a 80 °C, las arcillas se hacen inestables y empiezan a cambiar, ya sea a otras estructuras de minerales de tipo arcilloso u otro tipo mineral, tales como micas, feldspatos, etc.

El origen de la mayor parte del material arcilloso se produce por el proceso denominado meteorización, ya sea subaérea o subacuática. Otros procesos geológicos, tales como la sedimentación y el enterramiento cambian las especies de arcillas, transformando unas en otras.

Algunas arcillas se forman en el contacto sedimento-agua y un número menor como resultado de la interacción entre las soluciones acuosas y los sedimentos a alguna profundidad en la pila sedimentaria. También, algunos materiales arcillosos se originan por procesos hidrotermales, es decir, por interacciones agua-roca a temperaturas entre 100-250 °C, que a veces producen arcillas de gran calidad utilizadas en la industria.

El metamorfismo se origina cuando se produce un enterramiento posterior en condiciones de alta temperatura, haciendo que en las arcillas se produzca un estado de recristalización que se denomina comúnmente metamórfico.

Tal como se muestra en la figura 2-4, las condiciones termodinámicas, que dependen casi totalmente de la temperatura alcanzada y el periodo de tiempo durante el cual estas temperaturas se mantienen, afectan a las arcillas. El límite arcillas-metamórfico es dinámico y está regido por la cinética de las reacciones.

Esencialmente las condiciones metamórficas recristalizan y aumentan el tamaño de grano de los minerales por crecimiento cristalino, y también crean nuevos silicatos no laminares. Los tamaños de grano de los minerales metamórficos son demasiado grandes para ser llamados arcillas, aunque puedan tener propiedades químicas y estructurales similares. Además sus composiciones no son las del material de grano

fino, de baja temperatura, llamado arcilla [Barba et al. 2002].

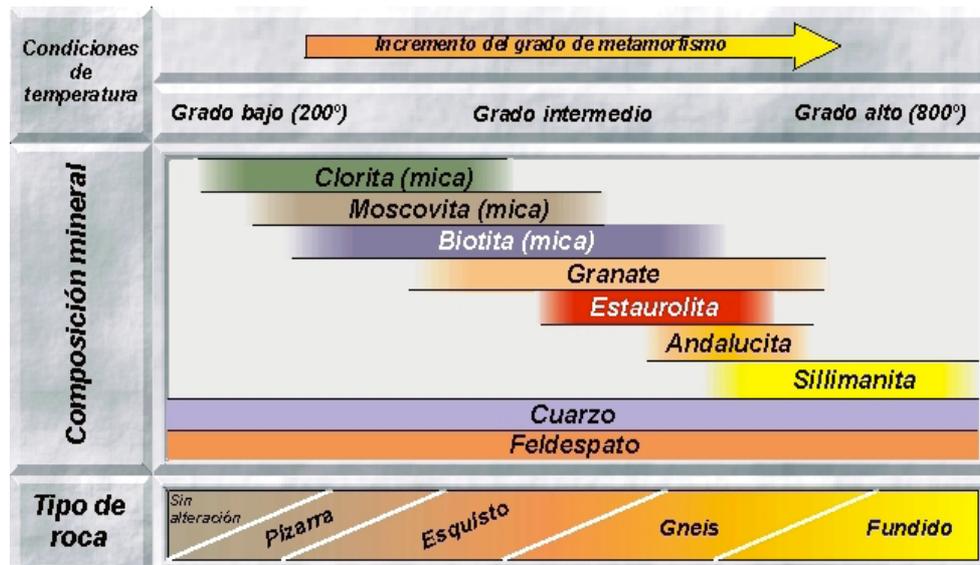


Figura 2-4: Grado de metamorfismo

En general, las arcillas tienen un intervalo grande de composiciones a temperaturas bajas que se reduce en gran medida cuando aumenta la temperatura ambiente.

### 2.2.3 COMPOSICIÓN DE LA ARCILLA

Las arcillas tienen una composición de diferentes minerales. Raramente es un único material arcilloso el que constituye la propia arcilla, sino que se presentan varios de ellos mezclados con otros minerales no arcillosos, tales como feldespatos, cuarzo, carbonatos y minerales pesados. [Barba et al. 2002]

**Mineral de la arcilla** es el término usado para hacer referencia a los filosilicatos y otros minerales que le proporcionan plasticidad a la arcilla. Son sustancias cristalinas, en esencia son silicatos aluminicos hidratados, entre ellos pueden distinguirse:

- **Filosilicatos:** Silicatos cuya estructura está formada por láminas, constituidas por capas de tetraedros y octaedros.
- El resto de minerales presentes en una arcilla serán **“minerales asociados”**, y si es un componente no mineral será una **“fase asociada”** aunque presente dichas propiedades.

Los minerales de arcilla presentan diferentes estructuras, según la composición

química, de lo cual dependerá, en parte, las propiedades que presenten. La clasificación de las arcillas se hace atendiendo a varios criterios:

- **Composición mineralógica**
  - o Monomineral: Ej., arcilla caolinítica, illítica, montmorillonítica...
  - o Polimineral: Ej., arcilla illitico-caolinítica, caolinitico-halloysítica...
  
- **Contenido en alúmina que presente la arcilla**
  - o Alto > 30%
  - o Medio 20-30%
  - o Bajo < 20% Ej.: arcillas silíceas
  
- **Contenido en hematites o color de cocción**
  - o Cocción roja:  $\text{Fe}_2\text{O}_3 > 4\%$
  - o Cocción clara:  $2\% < \text{Fe}_2\text{O}_3 < 4\%$
  - o Cocción blanca:  $\text{Fe}_2\text{O}_3 < 2\%$
  
- **Contenido en carbonatos**
  - o Alto > 15%
  - o Medio 5-15%
  - o Bajo < 5%

En las arcillas hay componentes que, cuantitativamente, son mayoritarios y otros que son minoritarios. En la tabla 2-1 se detalla los mayoritarios y los minoritarios.

La mayoría de los minerales de la arcilla no tienen una composición química fija, constante, sino que presentan variaciones de composición que responden a, o reflejan, los cambios en la química de su ambiente, así como las condiciones de presión y, sobre todo, de temperatura.

## 2.2.4 ESTRUCTURA DE LOS SILICATOS

Los criterios principales para la clasificación de los minerales de la arcilla, resumida en la tabla 2-2, son [Doval y col. 1991]:

- El número de capas tetraédricas y octaédricas por unidad laminar.
- La naturaleza dioctaédrica o trioctaédrica de las capas octaédricas.
- La magnitud del déficit de carga por lámina, expresado en términos de fórmula unidad, referida a una base aniónica de  $\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ . Este déficit está producido por sustituciones iónicas en las capas tetraédricas y/o octaédricas, y está compensado por iones alcalinos o alcalino-térreos en posiciones interlaminares.

**Tabla 2-1: Constituyentes de las arcillas**

COMPONENTES MAYORITARIOS	Minerales Arcillosos	{ Caolinita Illita	
	Cuarzo		
	Calcita		
	Dolomita		
	Montmorillonita		
	Materia orgánica	{ Lignitos Materia orgánica coloidal	
	Turmalina		
	Feldespato		
	COMPONENTES MINORITARIOS	Mica	
		Clorita	
Compuestos de Titanio		{ Anatasa Limenita Rutilo	
Sales solubles			
Minerales de Hierro		{ Siderita Pirita Marcasita Limonita Hematita	

Las sustituciones de iones diferentes, de cargas iguales o distintas, dan lugar a lo que se denomina *variación química* del tipo solución sólida en los minerales de la arcilla.

Los minerales de la arcilla son silicatos hidratados de Al, Mg o Fe, con cantidades menores o nulas de cationes alcalinos o alcalino-térreos. Las estructuras básicas de los silicatos se recogen en la figura 2-5 [Newman y Brown, 1987].

Los filosilicatos presentan como rasgo estructural básico tetraedros  $(\text{SiO}_4)^{4-}$ , que se unen compartiendo tres de sus cuatro vértices, generando capas formadas por hojas pseudo-hexagonales de extensión infinita y fórmula  $(\text{Si}_2\text{O}_5)^{2-}$ , que constituyen la unidad fundamental de los filosilicatos. En las capas, los tetraedros se distribuyen formando hexágonos. El silicio tetraédrico puede estar, en parte, sustituido por  $\text{Al}^{3+}$  o  $\text{Fe}^{3+}$  a estas capas se las denomina **capas tetraédricas**. La relación Si:O es de 2:5.

En todos los filosilicatos, cada capa tetraédrica, se asocia con otra agrupación, también laminar, de cationes ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ), y más raramente por Li, Cr, Mn, Ni, Cu o Zn en coordinación octaédrica con aniones oxígeno  $\text{O}^{2-}$  e hidroxilo  $(\text{OH})^-$  [Avgustinik, 1983, capítulo I].

Los grupos (OH) se localizan en el centro de los anillos hexagonales de los tetraedros, a la misma altura que los vértices no compartidos de los tetraedros  $(\text{SiO}_4)^{4-}$ . Esta coordinación octaédrica se produce de forma que los aniones se disponen en torno a

cationes ocupando los vértices de un octaedro en cuyo centro se sitúa el catión.

En la naturaleza hay dos minerales que presentan este tipo de estructura laminar con coordinación octaédrica, véase figura 2-6 [Bennett, 1986; Gaines, 1997]:

- **Gibbsita,  $Al_2(OH)_6$** , en la que el Al se encuentra en el centro de un octaedro regular rodeado por grupos (OH). De esta forma, hay dos cationes trivalentes por cada seis aniones. A los filosilicatos en los que la capa octaédrica tiene esta distribución de cationes y aniones se les denomina dioctaédricos.
- **Brucita,  $Mg_3(OH)_6$** , similar a la anterior excepto en que hay tres cationes por cada seis aniones. A los filosilicatos en los que la capa octaédrica tiene esta distribución de cationes y aniones se les denomina trioctaédricos.

Las estructuras de los filosilicatos pueden poseer láminas formadas por una capa tetraédrica (T) y una octaédrica (O), denominándose bilaminares, T:O, 1:1, de espesor 7 Å, o bien láminas formadas por dos capas T y una capa O, de 10 Å de espesor con notación T:O:T, 2:1 o trilaminares.

A la unidad formada por la unión de una capa octaédrica más una o dos tetraédricas se la denomina **lámina**. Las fuerzas que unen las diferentes unidades estructurales son más débiles que las existentes entre los iones de una misma lámina. Por ese motivo los filosilicatos tienen una clara dirección de exfoliación, paralela a las láminas.

**Tabla 2-2: Clasificación de los minerales de la arcilla**

Silicatos constituidos por $SiO_4$							
Silicatos constituidos por tetraedros dobles o cíclicos							
Silicatos constituidos por cadenas							
Filosilicatos	CAPAS	DIOCTRAEDRICAS		TRIOCTAEDRICAS		CARGA	
	Bilaminares T:O 1:1	Canditas	Caolinita		Serpentinas	Antigorita	Z = 0
			Nacrita			Crisotilo	
			Dicktita			Lizardita	
			Halloysita			Bertierita	
	Trilaminares T:O:T 2:1	Pirofilita		Talco		Z = 0	
		Esmectitas	Montmorillonita	Esmectitas	Saponita	0,2 – 0,6	
			Beidellita		Hectorita		
			Nontronita		Stevensita		
		Vermiculitas				0,6 – 0,9	
Illita				Z = 0,9			
Micas	Moscovita	Micas	Biotita	Z = 1			
	Paragonita		Flogopita				
T:OT:O 2:1:1	Cloritas						
<b>Fibrosos</b>	Paligorskita		Sepiolita				

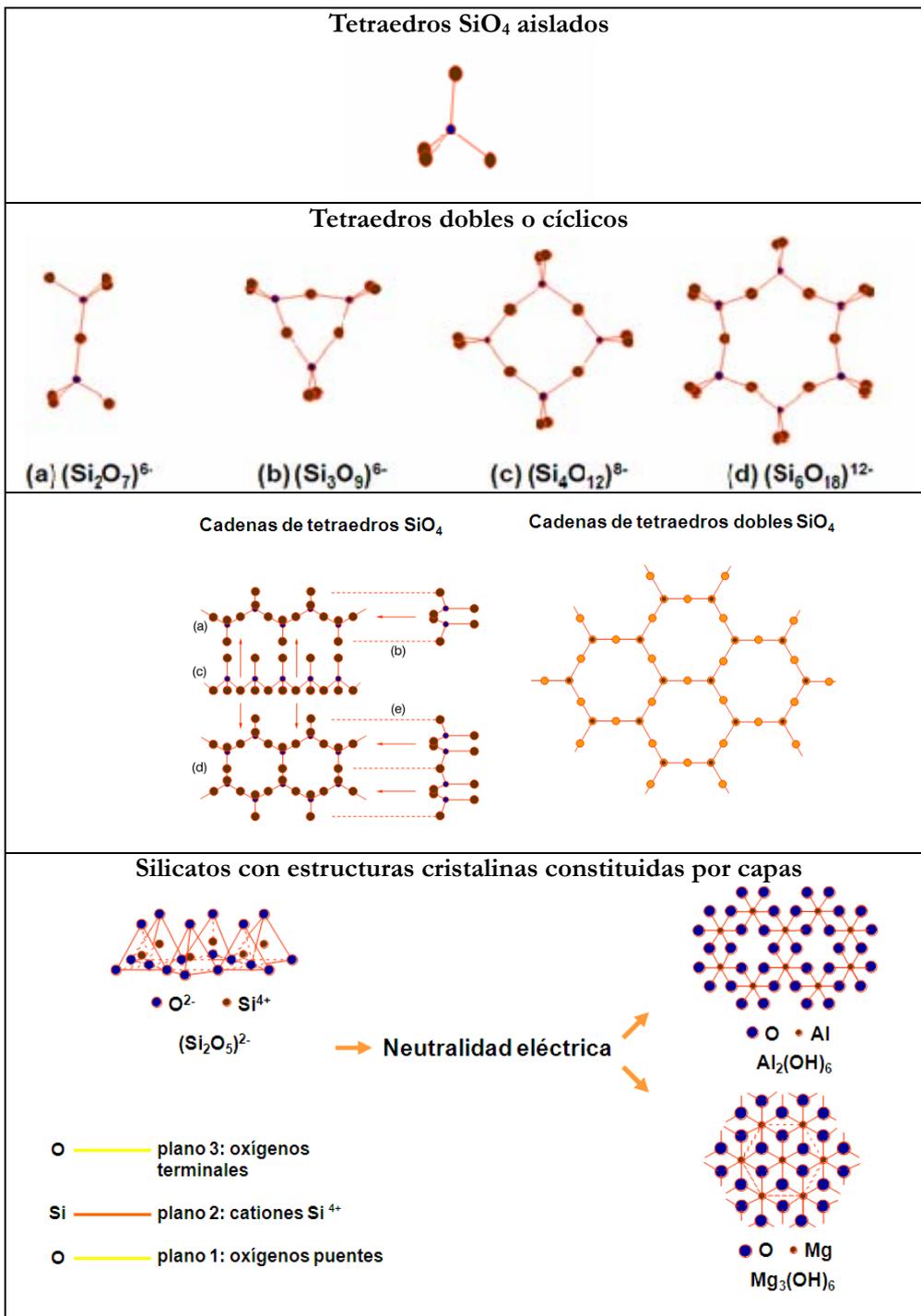


Figura 2-5: Estructuras básicas de los silicatos

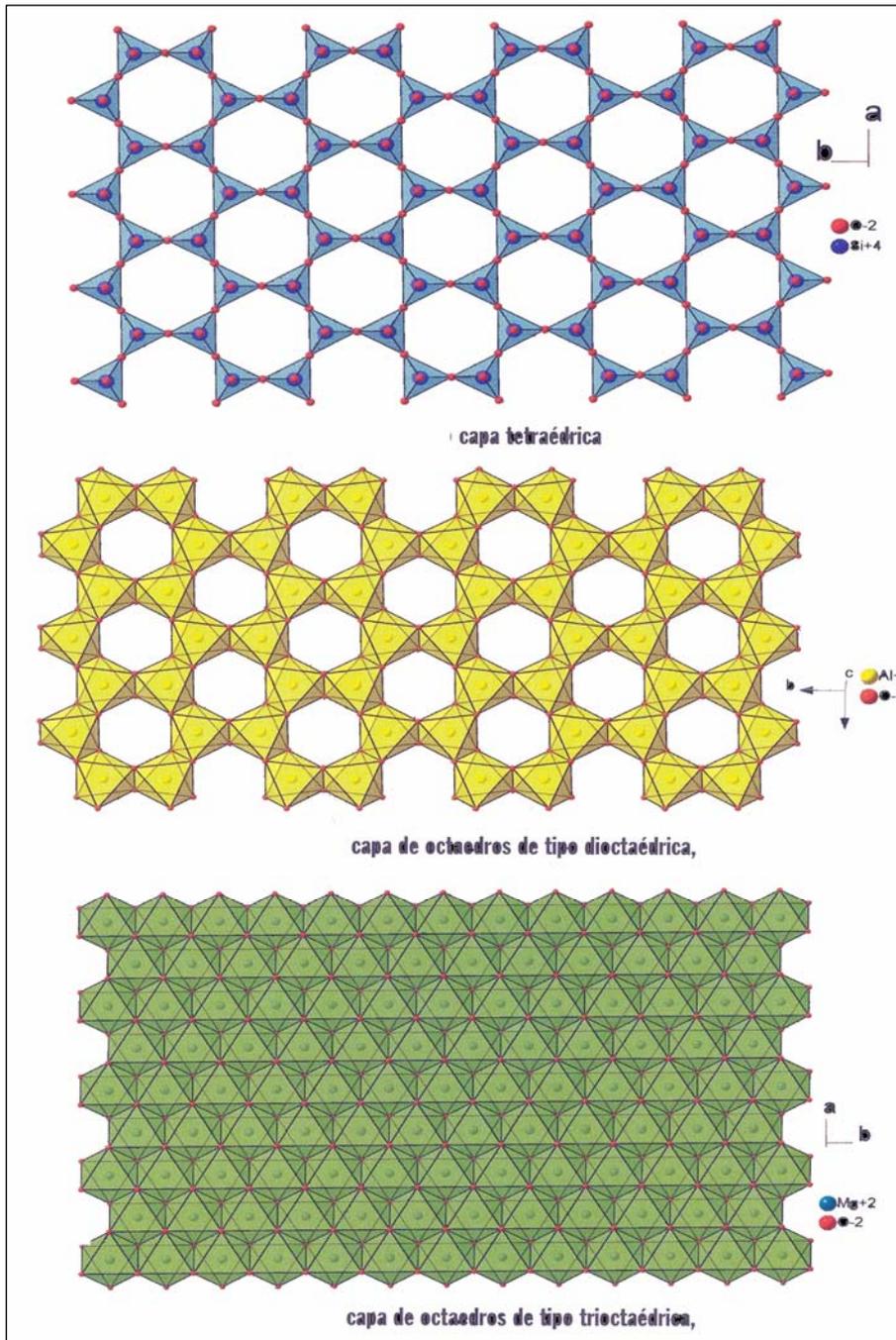


Figura 2-6: Combinaciones de capas en filosilicatos

### 2.2.4.1 Filosilicatos bilaminares 1:1

En los filosilicatos bilaminares, los oxígenos libres de los tetraedros se disponen en los nudos de una red hexagonal regular, paralela y de igual espaciado que la determinada por los átomos de Si. Los (OH) se sitúan en el centro de los hexágonos formados por los oxígenos libres, y a la altura de éstos. A una altura ligeramente superior se van a situar los cationes di- y trivalentes, entre el plano de los Si y el de los grupos (OH).

En función de que los cationes sean divalentes y ocupen total de las posiciones octaédricas o trivalentes y ocupen 2/3 partes, existen dos grupos estructurales básicos de filosilicatos bilaminares:

- **Bilaminares dioctaédricos**,  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ , forman el grupo de la caolinita, sólo están ocupados 2/3 de las posiciones octaédricas, el resto están vacantes.
- **Bilaminares trioctaédricos**,  $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ , forman el grupo de la serpentina, todos los huecos octaédricos están ocupados.

Los filosilicatos bilaminares dioctaédricos se denominan caolinitas, caolines, o grupo de la caolinita, que es la especie química pura. El conjunto de la lámina tiene un espesor de 7.2 Å. Estas láminas son continuas y se apilan en un orden determinado, tal como se muestra en la figura 2-7.

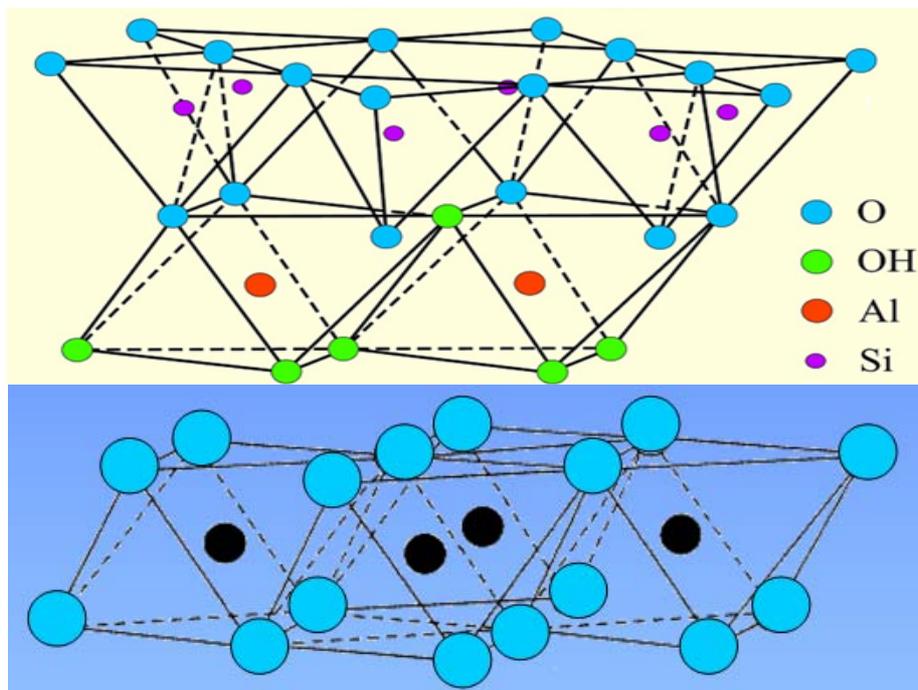


Figura 2-7: Estructura de los filosilicatos del grupo de la caolinita (láminas 1:1)

Pueden ser monoclinicos o triclinicos. En la capa octaédrica sólo las 2/3 partes de los huecos están ocupados por Al. La estructura es eléctricamente neutra, ya que las cargas positivas de los cationes son compensadas por las negativas de los oxígenos y de los grupos (OH)<sup>-</sup>.

Las variaciones en la forma de apilamiento y número de capas apiladas por celdilla y las diversas posibilidades de colocación del Al en la capa octaédrica determinan las diferencias que existen entre los distintos miembros del grupo de la caolinita.

Los minerales que forman el grupo de la caolinita son:

- Caolinita: triclinica.
- Dickita: monoclinica, dos unidades tipo caolinita por celdilla.
- Nacrita: monoclinica pseudorrómbica, seis unidades tipo caolinita por celdilla.
- Halloysita: caolinita hidratada con 1 capa de moléculas de agua. Espaciado de, aproximadamente, 10 Å.
- Metahalloysita: halloysita parcialmente deshidratada.
- Livesita: monoclinica.

La caolinita es triclinica, aunque se ha visto por técnicas de análisis de difracción por rayos X (DRX) que existen pequeños desordenamientos por desplazamiento de las láminas. Esto implica la existencia de politipos. Al microscopio electrónico, la morfología observada es la de láminas hexagonales pudiendo presentar texturas planares o vermiculares.

Todas ellas son alumínicas, diferenciándose las tres primeras en detalles de las secuencias de apilamiento de las láminas estructurales, mientras que la halloysita tiene una capa adicional de agua entre las láminas 1:1, lo que distorsiona la estructura hojosa a una forma tubular. Esta agua se elimina fácilmente a 110 °C y se obtiene la metahalloysita (halloysita deshidratada).

Los filosilicatos bilaminares trioctaédricos son minerales que contienen entre 3 y 2.5 cationes por cada tres posiciones octaédricas, siendo la mayoría cationes R<sup>2+</sup>. La sustitución del Si por Al, o posiblemente por Fe<sup>3+</sup>, en la capa tetraédrica está compensada por una proporción equivalente de iones R<sup>3+</sup> en la capa octaédrica, lo que origina que existan posiciones vacantes octaédricas.

Ejemplos típicos de estos filosilicatos son los minerales del grupo de la serpentina, como lizardita, amesita, antigorita, crisotilo y otras especies ricas en Mg, que son

minerales más propios de rocas metamórficas y no se consideran normalmente como arcillas. En cambio sí lo son otras especies tales como la bertierina, variedad con Al y  $Fe^{2+}$ .

#### 2.2.4.2 Filosilicatos trilaminares 2:1 y carga Z=0

Para los trilaminares, si se conectan las capas tetraédricas por ambos lados de la capa octaédrica se producen “emparedados” T:O:T, que pueden dar lugar a estructuras dioctaédricas como pirofilita,  $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$  o trilaminares trioctaédricas como talco,  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ , véase figura 2-8.

Las estructuras resultantes son eléctricamente neutras y forman unidades estructurales estables que se conectan entre sí por enlaces de Van der Waals. Como estos enlaces son muy débiles, los filosilicatos son minerales que presentan exfoliación basal perfecta, paralela a la disposición de las láminas y fácil deslizamiento de unas respecto a otras.

Aunque las estructuras de los filosilicatos trilaminares son eléctricamente neutras, pueden existir sustituciones de  $Si^{4+}$  por  $Al^{3+}$  en la capa tetraédrica, lo que provocará la aparición de láminas cargadas negativamente. Este déficit de carga es compensado por la entrada de cationes monovalentes o divalentes, si es sustituido más de un átomo de Si, entre las láminas T:O:T. Estos cationes interlaminares hacen que las láminas se unan más firmemente, con lo que se produce un aumento de la dureza y disminuye la facilidad de deslizamiento.

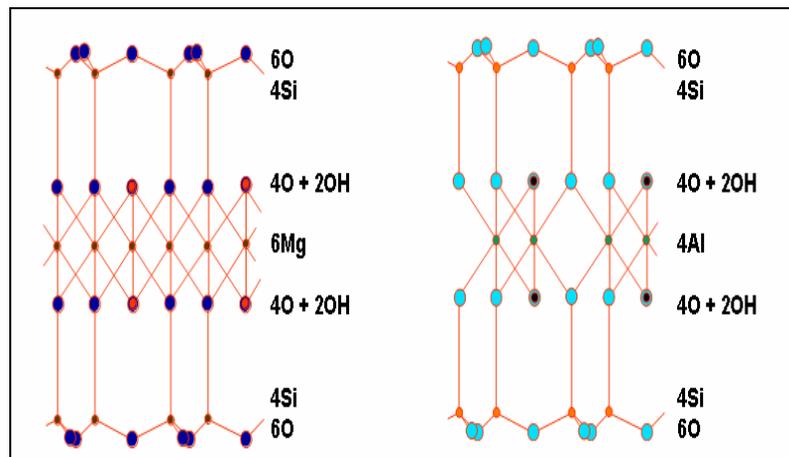


Figura 2-8: Estructura del talco y de la pirofilita

La condición ideal es que en sus estructuras no haya sustitución tetraédrica u octaédrica y, por tanto, no tengan carga laminar ni cationes interlaminares para

compensar. Ejemplo típico es la pirofilita, con Al en las posiciones octaédricas y el Si en las tetraédricas, siendo estos casi exclusivamente los cationes presentes.

La especie trioctaédrica es el talco, rico en Mg y que puede contener un número pequeño de cationes  $R^{3+}$  en las posiciones tetraédricas y octaédricas, y una sustitución significativa de Fe por Mg. La ocupación octaédrica es muy próxima a tres cationes por fórmula unidad.

### 2.2.4.3 Filosilicatos trilaminares 2:1 y carga Z=1

Las estructuras que resultan de la intercalación de cationes monovalentes entre las láminas, que neutralizan la carga, corresponden a las micas reales, véase figura 2-9, que comprenden:

- Grupo dioctaédrico, en el que el catión interlaminar puede ser K o Na. Las especies más familiares son las alumínicas:
  - o moscovita (K)
  - o paragonita (Na)
- Grupo trioctaédrico, en el que el catión interlaminar sólo puede ser K. Las tres especies principales de este grupo son
  - o flogopita (Mg)
  - o biotita (Mg, Fe)
  - o annita (Fe)

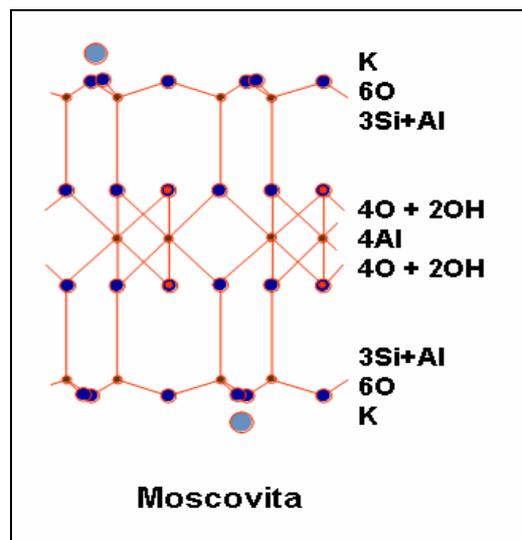


Figura 2-9: Estructura de una mica

Hay poca intergradación entre las micas dioctaédricas y trioctaédricas. Cada una tiende a tener composiciones próximas a uno de los extremos. Los miembros de este grupo, especialmente moscovita y biotita, a veces están presentes en la fracción tamaño arcilla de las rocas sedimentarias y los suelos.

Las variedades ricas en Si se denominan fengita si en las posiciones tetraédricas tienen una razón Si:Al de alrededor de 3.5:0.5, y celadonita si casi todas estas posiciones están ocupadas por el Si.

#### 2.2.4.4 Filosilicatos trilaminares 2:1 y carga Z<1

A veces, en el espacio interlaminar se introducen otros cationes divalentes y, con menos frecuencia, se introducen cationes monovalentes, junto con moléculas de agua, lo que origina distintos minerales cuyas láminas no son eléctricamente neutras. El balance de carga se mantiene por la presencia en el espacio interlaminar, o espacio existente entre dos láminas consecutivas, de cationes hidratados o grupos hidroxilo.

Este grupo de minerales se conoce como “arcillas de alta actividad” y presentan un amplio intervalo de composiciones, con las posiciones interlaminares ocupadas por diversos cationes e hidratadas en diversas extensiones, lo que les origina diversos comportamientos. En este grupo se encuentran illitas, esmectitas y vermiculitas, aunque estos minerales son diferentes unos de otros, hay muchas de fases transición. Además, a menudo están interestratificados unos minerales con otros y con minerales de arcilla 1:1.

La illita y la glauconita son casi siempre dioctaédricas. La composición de la illita está entre la moscovita y la esmectita. El Fe octaédrico puede ser divalente o trivalente y los cationes octaédricos divalentes junto al Al tetraédrico dan lugar al déficit de carga que se presenta. La glauconita es una mica dioctaédrica rica en Fe, con Al (o Fe<sup>3+</sup>) tetraédrico.

**Grupo de la illita:** la mayoría de las illitas ( $\text{K}_{1.5-1} \text{Al}_4 (\text{Si}_{6.5-7} \text{Al}_{1.5-1}) \text{O}_{20} (\text{OH})_4$ ) son dioctaédricas, como la moscovita, están formadas por dos capas tetraédricas que coordinan a cationes octaédricamente; entre estas láminas se dispone el K y, generalmente, agua interlaminar, pero se diferencian en que tienen un déficit de K y un exceso de Si con respecto a la moscovita, véase figura 2-10. El déficit de carga tetraédrica es menor que en la moscovita, por lo que tiene un menor contenido en cationes interlaminares. Además, siempre presentan un tamaño de partícula inferior a 2  $\mu\text{m}$ . Es un mineral muy frecuente como componente de sedimentos arcillosos y suele proceder de la degradación de micas o por transformación de caolinita y feldespato potásico. Se encuentra en sedimentos que han sufrido diagénesis o metamorfismo de grado muy bajo. Por encima de estas condiciones, se forma moscovita o paragonita.

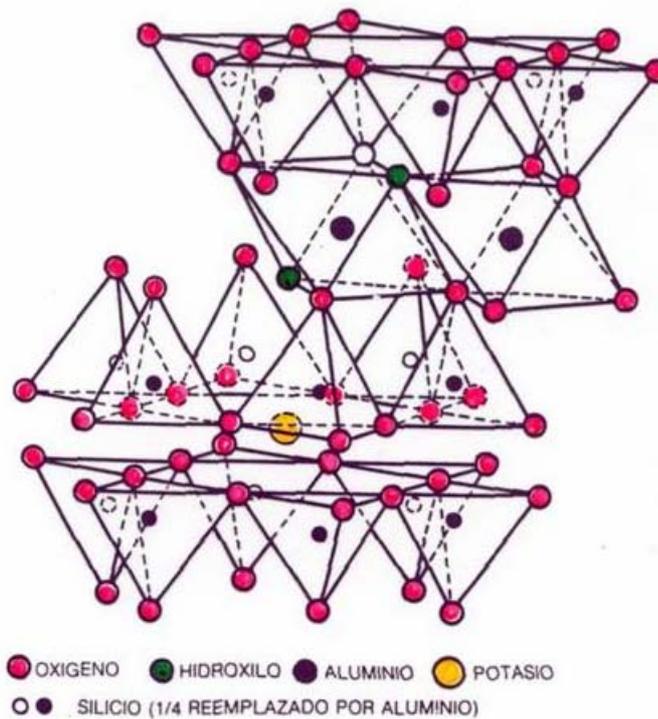


Figura 2-10: Illita (estructura 2:1)

**Esmectita** es el nombre de un grupo de minerales, tanto dioctaédricos como trioctaédricos, que presentan la propiedad de ser capaces de expandir y contraer sus estructuras mientras mantienen la integridad cristalográfica bidimensional [Odom, 1984]. Una carga de 0,7 a 0,2 permite a las láminas adsorber cationes hidratados y moléculas polares entre las láminas 2:1. Las esmectitas y las vermiculitas tienen capacidades de cambio catiónico más altas que los minerales de la arcilla que no expanden [Grim, 1978]. Las arcillas compuestas mayoritariamente por minerales del grupo de las esmectitas se denominan **bentonitas**.

Los minerales del grupo de la esmectita se forman y mantienen en el ambiente exógeno. Durante la diagénesis, a profundidades superiores a los 2000 m, se transforman en illita a través de interstratificados illita-esmectita. Son constituyentes esenciales de suelos, especialmente en regiones de clima árido y semiárido. Las esmectitas formadas en lagos alcalinos son variedades magnésicas casi puras. Las esmectitas formadas a partir de la alteración hidrotermal o meteórica de rocas volcánicas (basaltos, andesitas y riolitas) suelen tener sustituciones octaédricas ( $Fe^{2+}$ ) y corresponden a saponitas. Debido al gran desarrollo del vulcanismo en el mundo, sobre todo a partir del Cretácico, existen yacimientos de bentonitas en todos los continentes, a excepción de la Antártida.

La estructura de las esmectitas dioctaédricas deriva de la estructura de la pirofilita, mediante la sustituciones en las capas tetraédrica y/u octaédrica. Esto produce una descompensación de cargas, que se neutraliza con la entrada de cationes (fundamentalmente Na y Ca) y moléculas de agua en la interlámina. El número de capas de moléculas de agua depende del tipo de catión y además estas capas controlan el espaciado basal de las esmectitas [Kendall, 1996]:

- a) Cationes monovalentes (Na) -> 1 capa (12 Å)
- b) Cationes divalentes (Ca o Mg) -> 2 capas (14-15 Å)

Las especies dioctaédricas son:

- Montmorillonita, mineral alumínico en el que las dos capas tetraédricas de la unidad laminar están casi exclusivamente ocupadas por el Si. El déficit de carga se genera por las sustituciones octaédricas del Al por los iones divalentes, Fe y Mg, véase figura 2-11. Composición media:  $(Al_{1,50-2,00} Mg_{0-0,66}) (Al_{0-0,33} Si_{3,67-4,00}) O_{10} (OH)_2 (Na, Ca)_{0,33}$
- Beidellita, otro mineral alumínico en el que la carga la crea principalmente la sustitución tetraédrica de Si por Al. Muchas esmectitas dioctaédricas presentan composiciones intermedias, con soluciones sólidas y sustituciones en ambas capas. Composición media:  $(Al_{1,46} Fe_{0,50} Mg_{0,08}) (Al_{0,36} Si_{3,64}) O_{10} (OH)_2 Na_{0,33}$
- Nontronita, mineral férrico en el que hay una sustitución minoritaria por Al y ocasionalmente Mg en la capa octaédrica, aunque la carga se genera principalmente en las capas tetraédricas, cuya composición oscila entre:  $(Fe_{1,67} Mg_{0,33}) (Si_4 O_{10}) (OH)_2 Na_{0,33}$  y  $Fe_{2,22} (AlSi_3 O_{10}) (OH)_2 Na_{0,33}$

Las montmorillonitas son más frecuentes en la naturaleza que los términos beidellíticos.

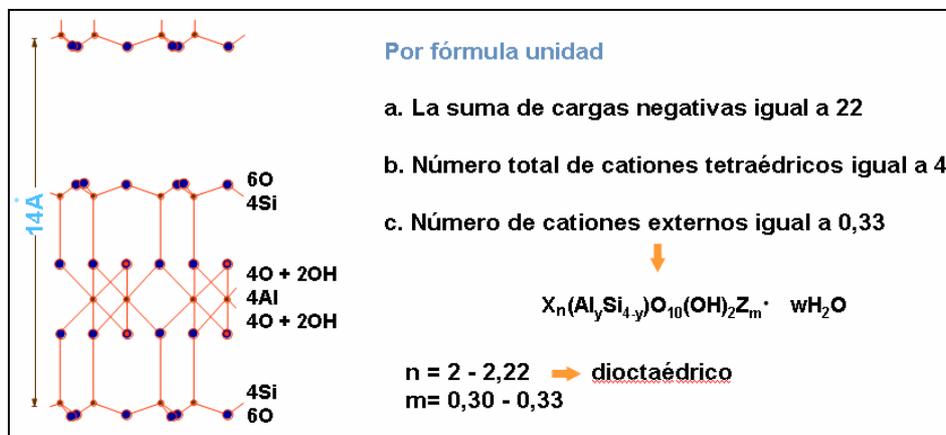


Figura 2-11: Estructura de la montmorillonita

Las estructuras de las esmectitas trioctaédricas derivan de la del talco. Entre estas esmectitas trioctaédricas destacan:

- Estevensita, mineral magnésico en el que el déficit de carga se deriva de las posiciones vacantes octaédricas, de manera similar a lo que sucede en la montmorillonita.
- Hectorita, otro tipo de esmectita, con la carga originada principalmente en la capa octaédrica, en la que pueden existir posiciones vacantes (Mg + Li).
- Saponita, mineral magnésico que suele tener una gran carga negativa tetraédrica compensada parcialmente por una ligera carga positiva octaédrica.

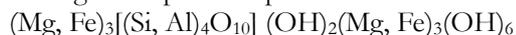
**Vermiculitas**, se pueden describir como esmectitas de carga alta que no expanden ni contraen totalmente en condiciones de hidratación y calentamiento, manteniendo al parecer gran parte de los iones polares adsorbidos entre las láminas de las estructuras sin interactuar con el ambiente químico. El intervalo de carga laminar para la vermiculita es desde 0.6 hasta 0.9. Apenas se conocen vermiculitas dioctaédricas. Algunas propiedades de las vermiculitas son:

- Composición media:  $(\text{Mg,Fe})_{2,88-3}(\text{Al}_y \text{Si}_{4-y})\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \text{Mg}_{0,33} \cdot w \text{H}_2\text{O}$
- Estructura cristalina análoga al talco, con sustituciones isomorfas.
- Propiedades de intercambio iónico

#### 2.2.4.5 Filosilicatos laminares 2:1:1

En ocasiones, puede introducirse en el espacio interlaminar una capa brucítica adicional, conservando la neutralidad eléctrica. En este caso se habla de estructuras 2:1:1 (o T:O:T:O), que corresponden a las **cloritas**, cuya unidad laminar tiene un espesor de 14 Å. La unidad estructural está formada por una lámina más la interlámina, véase figura 2-12. Tanto en la lámina tipo "talco" como en la capa "brucítica" de las cloritas existe una gran variedad de sustituciones. Los cationes interlaminares más frecuentes son alcalinos (Na y K) o alcalinotérreos (Mg y Ca).

Las cloritas son filosilicatos fundamentalmente trioctaédricos, con Mg y Fe<sup>2+</sup> octaédrico, aunque algunas variedades son dioctaédricas, con Al y/o Fe<sup>3+</sup> octaédricos. Ocasionalmente presentan otros cationes como Cr, Ni, Mn, V, Cu, Zn y Li en la capa octaédrica. La fórmula general puede expresarse como:



El déficit de carga producido por la sustitución de Al por Si en la capa tetraédrica de la lámina T:O:T es compensado por el reemplazo de cationes divalentes por trivalentes en la capa octaédrica interlaminar y/o en la capa octaédrica de la lámina tipo "talco".

En los ambientes de baja temperatura estos minerales son estrictamente trioctaédricos, con sustituciones de los iones divalentes octaédricos por iones trivalentes (Al y  $\text{Fe}^{3+}$ ) hasta la mitad de las posiciones octaédricas. También hay sustituciones del Si por Al en las posiciones tetraédricas que compensan una parte de las sustituciones octaédricas.

Las unidades interlaminares son similares a las estructuras de la brucita,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , para los complejos hidroxilo- $\text{R}^{2+}$ , y a la de gibbsita,  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , para los complejos hidroxilo- $\text{R}^{3+}$ .

En general, las cloritas de los ambientes de arcillas de temperaturas más altas son más magnésicas que las de los ambientes superficiales. Sin embargo, la química del ambiente de formación de la clorita es determinante para su composición. Así, las cloritas de las condiciones diagenéticas de cristalización (50-180 °C) pueden tener diferentes composiciones, que dependen de su temperatura de formación o de la composición global del sistema químico activo en su formación.

La nomenclatura simplificada está basada en el catión octaédrico dominante, con sólo cuatro nombres de especies: clinocloro (Mg), chamosita (Fe), nimita (Ni) y pennantita (Mn).

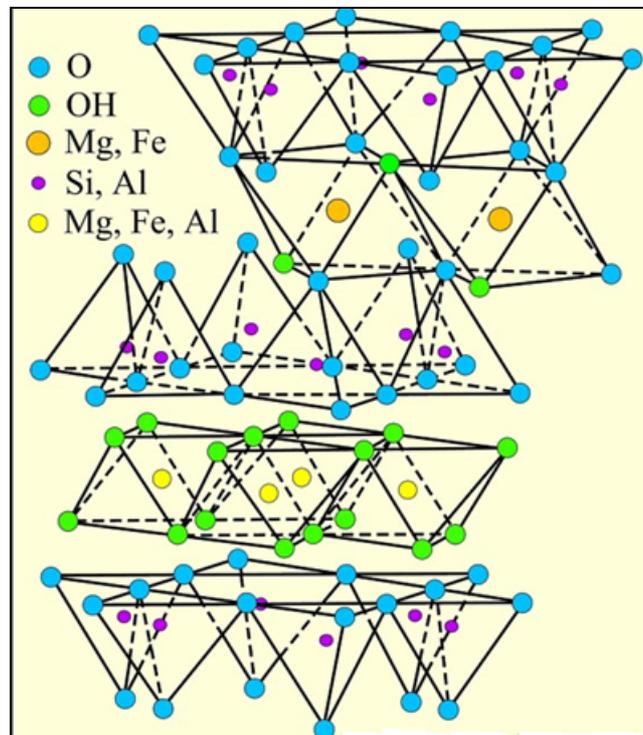


Figura 2-12: Estructura de la clorita

La clorita es muy común en metamorfismo regional de bajo grado. Al aumentar la presión y la temperatura se producen una serie de cambios que afectan tanto al tipo de apilamiento de las láminas T:O:T como la composición, entra más Al en la capa tetraédrica.

#### **2.2.4.6 Arcillas fibrosas**

Estos minerales tamaño arcilla no son filosilicatos en un sentido estricto, pues tienen hábito fibroso, se denominan minerales fibrosos de la arcilla. Serían filosilicatos 2:1 porque sus capas tetraédricas son continuas en dos dimensiones, pero difieren en su estructura de los otros minerales de la arcilla, en dos formas:

1. Las capas tetraédricas tienen la capa basal de oxígenos continua, pero los tetraedros están invertidos cada dos filas de tetraedros (ó 5 posiciones de oxígenos apicales) en la paligorskita, o bien cada tres filas (u 8 posiciones de oxígenos apicales) en la sepiolita, véase figura 2-13. Estas inversiones dan lugar a la interrupción de la capa octaédrica, que es discontinua.
2. Las capas octaédricas ligadas a las anteriores son continuas, en consecuencia, solo en una dirección, y forman listones, que dejan canales entre las unidades 2:1. Son estructuras denominadas “moduladas”.

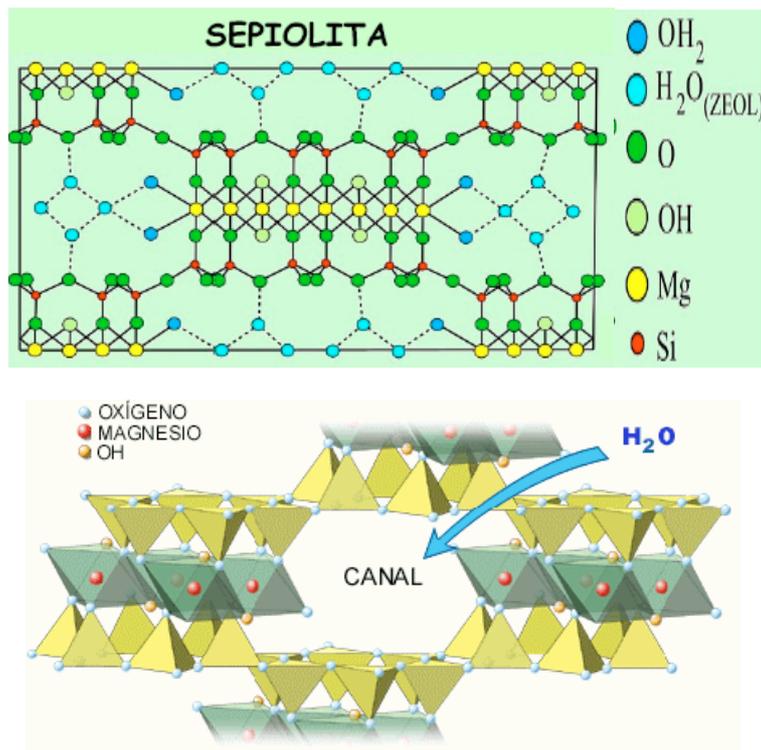
Contienen dos tipos de agua, uno firmemente enlazado porque está coordinado con los cationes octaédricos de las partes laterales de los listones, y otro de agua menos firmemente enlazada dentro de los canales que se denomina zeolítica. También, como las zeolitas, los canales pueden contener cationes intercambiables. La naturaleza de estos canales hace que estos minerales sean importantes materias primas industriales para catálisis y tamices moleculares.

La capacidad de cambio iónico de estos minerales es menor que la de las esmectitas, alrededor de un tercio de estas últimas. No obstante, tienen mucho en común con las esmectitas porque pueden adsorber moléculas orgánicas y ser hidratados reversiblemente.

#### **2.2.4.7 Grupo de los interestratificados**

Son minerales con una estructura compuesta, que consiste en una serie de láminas diferentes con composiciones correspondientes a las especies minerales citadas. Se consideran generalmente como una asociación más o menos estable (al menos persistente) de diferentes láminas en continuidad cristalográfica.

Las láminas componentes pueden estar apiladas “al azar”, en secuencias parcialmente regulares o en secuencias “regulares”.



**Figura 2-13: Estructura de sepiolita**

Una gran variedad de los elementos interstratificados son más susceptibles al ordenamiento que al apilamiento al azar, especialmente cuando un componente es hinchable y constituye la mitad o menos de la mezcla.

En su origen los cambios colectivos forman una tendencia desde las organizaciones desordenadas, muy imperfectas y metaestables, hasta fases bien ordenadas, homogéneas y libres de defectos, dirigidos por el tiempo, el aumento de los niveles de temperatura y presión, los movimientos de los fluidos y la cizalla asociada con la tectónica.

### 2.2.5 CONSTITUYENTES NO SILICATOS

De entre todos los constituyentes no silicatos, sólo se tratarán por la importancia en las propiedades de las arcillas los siguientes:

1° Sílice

2° Feldespatos

3° Feldespatoides

4° Carbonatos

5° Materia orgánica

### 2.2.5.1 Sílice

Se entiende por sílice todos los minerales que corresponden al  $\text{SiO}_2$  y que pueden tener distinta cristalografía. Este compuesto ordenado espacialmente en una red tridimensional (cristalizado) forma el cuarzo y todas sus variedades. Si se encuentra en estado amorfo constituye el ópalo y suele incluir un porcentaje elevado de agua.

Cuando la sílice se encuentra a 1 atm de presión presenta tres variedades cristalinas diferentes que se forman a distintas temperaturas, véase figura 2-14, y son:

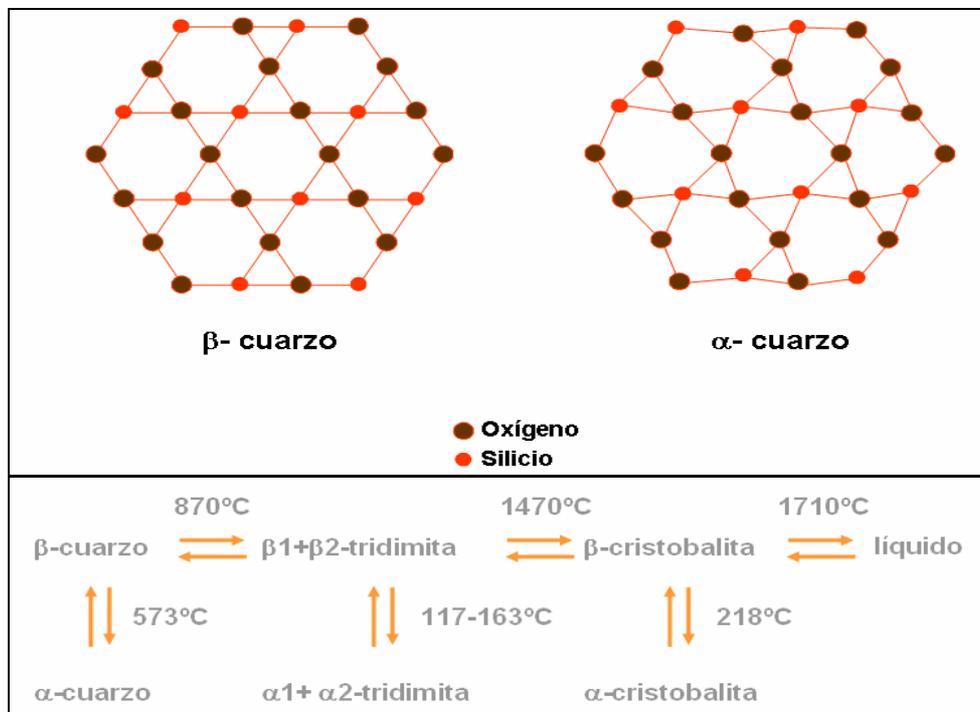


Figura 2-14: Cambio de fases de la sílice según la temperatura

- Cuarzo, a baja temperatura su estructura es  $\alpha$ -cuarzo, que a 573 °C se transforma en  $\beta$ -cuarzo por ligeras variaciones estructurales (cambios en

longitud y ángulos de enlace) de modo prácticamente instantáneo. En la naturaleza sólo es termodinámicamente estable el  $\alpha$ -cuarzo, de densidad 2.655 kg/m<sup>3</sup>.

- Tridimita, es estable a partir de los 870 °C y, a su vez, tiene 4 variedades cristalinas. Tiene menor densidad que el cuarzo, la  $\alpha$ -tridimita, 2.300 kg/m<sup>3</sup>.
- Cristobalita, aparece a partir de los 1470 °C y hasta la fusión. Tiene la menor densidad, siendo para la  $\alpha$ -cristobalita 2.270 kg/m<sup>3</sup>.

La velocidad de cambio entre cuarzo, tridimita y cristobalita es muy lenta.

### 2.2.5.2 Feldespatos

Los feldespatos son silicatos anhidros de aluminio con K, Na y Ca y a veces Ba. La composición de la mayoría de los feldespatos puede expresarse en función del sistema  $KAlSi_3O_8$  (ortoclasa),  $NaAlSi_3O_8$  (albita),  $CaAl_2Si_2O_8$  (anortita) y  $BaAl_2Si_2O_8$  (celsiana) [Deer, Howie y Zussman, 1963]:

- **Feldespatos alcalinos**, son los miembros de la serie entre  $KAlSi_3O_8$  y  $NaAlSi_3O_8$ . Dentro de éstos hay:
  - o **Feldespatos Potásicos**: Este tipo de feldespatos presentan pequeñas concentraciones de sodio, su fórmula general es  $(K,Na)(AlSi_3O_8)$  y se diferencian entre sí por la distinta posición de los tetraedros de Si y Al. Se consideran pertenecientes a este grupo ortoclasa, microclina, ortosa y sanidina.
  - o **Feldespatos Sódico-Potásicos**: El contenido en sodio es alto en este tipo de feldespatos puesto que tienen una composición intermedia entre la ortosa y la albita. Este tipo de feldespatos se encuentran normalmente en forma de soluciones sólidas estables con asociaciones de feldespatos potásicos y sódicos, debido a una cristalización simultánea.
- **Feldespatos Sódico-Cálcicos**, también denominados **plagioclasas**, son los miembros entre la serie  $NaAlSi_3O_8$  y  $CaAl_2Si_2O_8$ , se clasifican considerando el porcentaje de Anortita presente en la mezcla, véase tabla 2-3.
- **Feldespatos pesados**: incluye a la celsiana  $BaAl_2Si_2O_8$  y halófanos, que son aquellos que se forman con celsiana y entre un 60-90% de ortosa. Suelen ser de poco interés cerámico y de alta proporción en impurezas

**Tabla 2-3: Feldespatos sódico-cálcicos**

Mineral	% Anortita
Albita	0-10
Oligoclasa	10-30
Andesina	30-50
Labradorita	50-70
Bytownita	70-90
Anortita	90-100

La caracterización específica de un feldespato requiere también conocer el estado estructural, que se refiere a la distribución de Al y Si en las posiciones tetraédricas y es función de la temperatura de cristalización y subsiguiente historia térmica. En general, los feldespatos que se han enfriado rápidamente después de la cristalización a alta temperatura muestran una distribución desordenada de Al-Si. Aquellos que se enfrían lentamente desde temperaturas elevadas o aquellos que cristalizan a baja temperatura muestran una estructura ordenada. La estructura de los feldespatos puede considerarse como derivada de las estructuras SiO<sub>2</sub>, por la incorporación del Al en la red tetraédrica y por la incorporación concomitante de Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> o Ca<sup>2+</sup> en huecos disponibles. Cuando sólo un Si<sup>4+</sup> (por unidad de fórmula de feldespato) es sustituido por Al<sup>3+</sup>, la estructura puede neutralizarse por incorporación de un K<sup>+</sup> o un Na<sup>+</sup>. De igual forma cuando dos Si<sup>4+</sup> (por unidad de fórmula de feldespato) son sustituidos por Al<sup>3+</sup>, la carga electrostática de la red puede equilibrarse por un catión divalente como el Ca<sup>2+</sup>.

Clasificación según la simetría espacial de su estructura:

- **Grupo 1 o de la Ortoclasa:** Es un sistema monoclinico en que cualquiera que sea la concentración de los elementos dentro de la composición molecular siempre será soluble. Los feldespatos de este grupo son:
  - o La Ortoclasa:  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$
  - o La Celsiana:  $\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$
  
- **Grupo 2 o de la Plagioclasa:** Es un sistema triclinico en que según sea la razón de los iones Ca/Na presente en la composición molecular será o no soluble. Los feldespatos de este grupo son:
  - o La Albita:  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$
  - o La Anortita:  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$

### 2.2.5.3 Feldespatoides

Los feldespatoides, similares a los feldespatos, son aluminosilicatos de K, Na y Ca con pequeñas cantidades de otros iones que contienen aproximadamente una tercera parte menos de silicio que el feldespato. Los feldespatoides son minerales típicamente característicos de las series alcalinas y nunca están asociados con cuarzo. El feldespatoides común rico en potasio es la leucita; la nefelina es el feldespatoides rico en sodio más común.

Poseen la estructura de alguna de las formas cristalográficas de alta temperatura de la sílice, constituida por grupos tetraédricos de  $\text{SiO}_4$  y  $\text{AlO}_4$  que comparten vértices, véase tabla 2-4.

**Tabla 2-4: Feldespatoides característicos, composición y estructura**

Mineral	Composición Química	Estructura
Eucrypta	$\text{LiAlSiO}_4$	$\beta$ -Cuarzo
Nefelina	$\text{KAlSiO}_4$ $\text{KNa}_3\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{16}$ $\text{K}_2\text{MgSi}_3\text{O}_8$ $\text{K}_2\text{FeSi}_3\text{O}_8$	$\beta$ -Tridimita
Carnegieita	$\text{NaAlSiO}_4$ $\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$	$\beta$ -Cristobalita

### 2.2.5.4 Carbonatos

La característica principal de los carbonatos es la presencia del ión carbonato  $\text{CO}_3^{2-}$ , cuyos tres átomos de oxígeno, dispuestos en los extremos de un triángulo equilátero, están ligados a un átomo de carbono situado en el centro.

En la clasificación elaborada por Struz, los carbonatos se dividen en anhidros e hidratados y con o sin aniones extraños, véase tabla 2-5. Los carbonatos anhidros se dividen en dos grandes grupos isomorfos, el grupo de la calcita y de la dolomita y, por otra parte, el grupo de la aragonita. Las especies incluidas en el primer grupo tienen un sistema de cristalización romboédrico (octaédrico), aunque llegan a encontrarse en cristales hexagonales o escalenoédricos, en general en puntas. Algunos carbonatos anhidros e hidratados, son denominados bicarbonatos, como la nacolita, que es un bicarbonato de sodio, wegscheiderita (muy rara) que es también de sodio, la kalicinita de potasio, y la teschmanita con amonio.

Por su origen pueden ser rocas ígneas, sedimentarias y metamórficas. Los carbonatos se forman en mayor proporción como rocas sedimentarias, pero existen también yacimientos formados en rocas ígneas. Dentro de la clasificación de las rocas sedimentarias, los carbonatos entran en el apartado de rocas químico-orgánicas.

**Tabla 2-5: Clasificación de los carbonatos**

Anhidros	Grupo de la calcita	Calcita $\text{CaCO}_3$
		Magnesita $\text{MgCO}_3$
		Siderita $\text{FeCO}_3$
		Rodocrosita $\text{MnCO}_3$
		Smithsonita $\text{ZnCO}_3$
	Grupo de la dolomita	Dolomita $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
		Ankerita $\text{CaFe}(\text{CO}_3)_2$
	Grupo de la aragonita	Aragonita $\text{CaCO}_3$
		Witherita $\text{BaCO}_3$
		Estroncianita $\text{SrCO}_3$
Cerusita $\text{PbCO}_3$		
Básicos e hidratados	Malaquita $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$	
	Azurita $\text{Cu}_3(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_2$	

Estas rocas son rocas extraordinariamente abundantes y constituyen un porcentaje muy considerable de todos los sedimentos actuales. Son rocas sedimentarias, en las que sus componentes principales son el carbonato cálcico, en forma de calcita o aragonita, y el carbonato calcicomagnésico, en forma de dolomita.

Existen muchas teorías acerca de la precipitación de los carbonatos, pero lo que está demostrado es que los organismos juegan un papel importante, ya que casi todo  $\text{CaCO}_3$  es producto de precipitación bioquímica. Cuando intervienen los organismos la precipitación de los carbonatos es inestable en forma de aragonita y rápidamente se transforman en calcita por la vía de la reestructuración. La dolomita se encuentra en las rocas sedimentarias carbonáticas en gran proporción y cuando es muy abundante, forma las dolomías. En condiciones ambientales, la precipitación directa de dolomita es escasa y difícil de encontrar porque precipita el  $\text{CaCO}_3$  y, dependiendo del medio, se convertirá a aragonita o a dolomita; si el medio tiene mucho magnesio, pudiendo incluso precipitar dolomitas.

Principales minerales de rocas carbonatadas:

**Calcita.** La calcita es un mineral muy común, su composición química es  $\text{CaCO}_3$ , cristaliza en el sistema trigonal, con una densidad de 2.71 y dureza 3 de fractura concoide, exfoliación perfecta, raya blanca y brillo de vítreo nacarado. Con frecuencia

se presenta en forma de masas microcristalinas compactas dando lugar a las calizas, que al metamorfosear forman los mármoles. Cuando está como masa fibrosa constituye las alabastritas. Es un mineral característico de ambientes sedimentarios, se forma ya sea por precipitación química, o bien es fijado por organismos marinos, para construir sus caparazones y esqueletos. Puede tener origen metamórfico o magmático.

**Aragonita.** Es una de las formas cristalinas naturales de carbonato de calcio, junto con la calcita y la vaterita; su sistema de cristalización es rómbico, su dureza es de 3.5 a 4 de fractura concoide, es incoloro (alocromático) de raya blanca y brillo vítreo, con una fluorescencia de azul a rosa.

**Dolomita.** Es un carbonato de calcio y magnesio de fórmula química  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ , con una dureza de 3.5 a 4 de excelente exfoliación y fractura concoide, presenta un color de raya blanco y es incoloro con un brillo vítreo o nacarado, forma la roca denominada dolomía, también es uno de los minerales más difundidos en las rocas sedimentarias carbonatadas, se forma por la acción del agua rica en magnesio, sobre depósitos calcáreos, se presenta en cristales y en masas espáticas a sacaroideas o bien en masas cavernosas. Se produce por una progresiva sustitución del calcio por el magnesio, proceso que es denominado dolomitización, algunas veces está presente también en filones hidrotermales, de baja temperatura y en rocas metamórficas.

**Dolomías.** La dolomía está compuesta por dolomita y calcita. Pueden originarse por precipitación directa del carbonato de calcio y magnesio en condiciones especiales, o por sustitución del calcio por magnesio, durante la litificación. Este proceso se denomina dolomitización, y es un caso concreto de los procesos de sustitución en general o metasomatismo. Las dolomías son más resistentes (por ser menos solubles), en general que las calizas, por lo que suelen formar relieves fuertes.

**Magnesita.** Es un carbonato de magnesio, que cristaliza en el sistema trigonal, con una dureza de 4 a 4.5, teniendo una densidad de 3, exfoliación perfecta, fractura concoide, incolora, raya blanca, brillo vítreo, y fluorescencia azul y verde. Es un mineral bastante común que se forma en diversos ambientes, generalmente deriva de la alteración de rocas magnesianas, como las peridotitas y serpentinas, o en depósitos sedimentarios, por acción de aguas magnésicas, sobre dolomitas o calizas, se localiza también en filones hidrotermales y pegmatitas.

#### 2.2.5.5 Materia orgánica

La materia orgánica del suelo se compone de vegetales, animales, microorganismos, sus restos, y la materia resultante de su degradación. Normalmente representa del 1 al 6% en peso. Es de gran importancia por su influencia en la estructura, en la capacidad de retención de agua y nutrientes, y en los efectos bioquímicos de sus moléculas sobre los vegetales.

Una parte considerable de la materia orgánica está formada por microorganismos, que a su vez crecen a partir de restos orgánicos. Durante el proceso de degradación, la relación carbono a nitrógeno disminuye, resultando finalmente en el humus un contenido medio del 5% de nitrógeno. Este proceso de degradación continua hasta que parte de la materia se mineraliza.

A medida que avanza el ciclo de degradación de la materia orgánica, quedan una serie de restos no asimilables por los microorganismos (polisacáridos, quitina, algunas proteínas, etc.), que forman la fracción permanente del humus.

La proporción de nitrógeno en el humus es mayor que en la materia orgánica original. Esto es debido a que las bacterias metabolizan el carbono, convirtiendo parte de él en CO<sub>2</sub>, que escapa a la atmósfera. Por ello, aunque la cantidad de nitrógeno casi no varía (puede haber volatilización de las formas gaseosas), el suelo se enriquece.

El humus, con propiedades físicas y químicas diferentes a la de la materia orgánica poco alterada, puede catalogarse como el espectro de materia orgánica comprendido entre la que ha sufrido una primera acción de los microorganismos y la que se mineraliza. Está formado por dos fracciones, la primera continúa el ciclo de incorporaciones a las estructuras microbianas hasta su mineralización, y una segunda formada por moléculas de difícil degradación (algunos polisacáridos, proteínas insolubilizadas, quitina, etc.). El humus consiste en una mezcla de sustancias macromoleculares con grupos ionizables, principalmente ácidos, pero también alcohólicos y amínicos. Por ello tiene propiedades “secuestradoras” y formador de complejos que determinan la formación del complejo arcilloso-húmico.

## **2.2.6 LOS MINERALES EN EL PROCESO DE FABRICACIÓN**

Cada una de las materias primas que se utilizan en el proceso de fabricación cumple un papel, tal como se indica a continuación:

- Minerales arcillosos, materiales plásticos que:
  - o facilitan el moldeo
  - o proporcionan resistencia mecánica
  
- Minerales desgrasantes (cuarzo, feldespato, etc.), materiales no plásticos que:
  - o aumentan la permeabilidad
  - o aumentan la compacidad
  - o reducen la contracción
  
- Aportadores de óxidos:
  - o formación de fases vítreas
  - o formación de fases cristalinas

- Inertes

La relación de los materiales plásticos y desgrasantes debe ser tal que dé a la pasta cerámica la plasticidad necesaria para realizar un adecuado moldeo y a la pieza conformada, la suficiente resistencia mecánica en verde y en seco.

El Diagrama de Winkler (figura 2-15) permite estimar los porcentajes de mezcla óptima de arcillas, arenas y limo, según sea el campo de utilización.

El comportamiento de los materiales cerámicos durante el proceso de fabricación (moldeo, secado y cocción) y las propiedades de los productos acabados (resistencia, permeabilidad, eflorescencias, etc.) esta condicionado por:

- Granulometría: distribución de los distintos tamaños de partícula.
- Composición mineralógica: tipo de filosilicato, tipo de catión de cambio, granulometría, grado de cristalinidad, etc. En la tabla 2-6 se indica como influye la presencia de distintos minerales en el comportamiento del proceso industrial, y particularmente, la plasticidad, laminaciones, dificultad de secado y tipo de cocción para composiciones de plasticidad media.

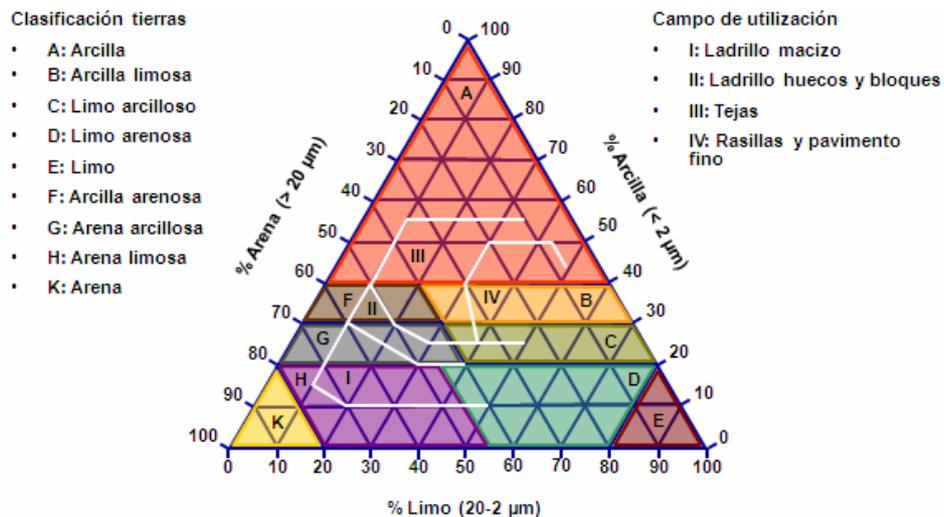


Figura 2-15: Diagrama de Winkler

**Tabla 2-6: Influencia de los minerales arcillosos sobre el proceso industrial**

Mineral	Plasticidad	Laminaciones	Dificultad de secado	Cocción
Caolinita	↑	—	↑	Refractario
Illita	↑↑	↑	↑↑	Fundente
Montmorillonita	↑↑↑↑	↑↑↑↑	↑↑↑↑	Fundente energético
Mica	↓	↑	—	Intermedio
Cuarzo	↓	↓	—	Refractario
Feldespatos	↓	↓	—	Fundente T > 1.000 °C
Carbonatos	↓	—	—	Fundente T > 1.100 °C Aumento de porosidad
Oxido de Hierro	—	—	—	Fundente T > 1.100 °C

### 2.2.6.1 Efecto de la sílice

Cuando se añade arena a una arcilla, las propiedades de la arcilla se ven alteradas, influyendo directamente sobre las variables de proceso y en las propiedades de los productos finales a obtener, según sea el porcentaje de arena que se encuentre presente en la mezcla, véase tabla 2-7. Las propiedades que presenta el cuarzo, introducido en forma de arenas silíceas o feldespáticas, al formar pastas cerámica se puede resumir de la siguiente forma:

- Reduce la plasticidad.
- Disminuye el agua de amasado, la contracción de secado y la de cocción.
- Reduce el tiempo de secado.
- Disminuye, normalmente, la resistencia mecánica en seco y en cocido.
- Aumenta la refractariedad.

**Tabla 2-7: Efecto de la proporción arena-arcilla en el proceso industrial**

Propiedad (%)	Arcilla plástica 100%	80% Arcilla 20% Arena	70% Arcilla 30% Arena
Agua de amasado	35	26	24
Contracción de secado	8	7,2	6,7
Contracción de cocción a 900 °C	0,8	0,3	0,3
Contracción de cocción a 1.000°C	4,4	3	2,2
Porosidad a 900 °C	8	8	8,2
Porosidad a 1000 °C	2,6	4	5,9

### **2.2.6.2 Influencia de la materia orgánica**

La arcilla debe estar libre de materia orgánica, pues afecta a su plasticidad. Otro aspecto indeseable de la presencia de materia carbonosa en arcillas de grano fino y red capilar estrecha, es que es difícil que el oxígeno llegue al interior de las piezas durante la cocción dando lugar al “corazón negro” [Xavier Elías, 2001].

Si la fabricación de las tejas cerámicas es correcta, el resultado final esperado es que toda la materia orgánica que pudiera haber en las materias primas haya liberado su energía durante la cocción y en las tejas no queden restos de ella.

### **2.2.6.3 Efecto de los carbonatos**

La presencia de carbonatos entre las materias produce fases cristalinas a altas temperaturas, que inciden directamente sobre la calidad del producto y sus propiedades.

La presencia de carbonato cálcico hace que la pieza adsorba humedad, evita la expansión y retrasa la sinterización por la formación de fase líquida, pero a su vez cuando se inicia la sinterización el proceso se acelera, porque entre 800 y 900 °C se produce la descomposición de la calcita en óxido cálcico y dióxido de carbono. El óxido de calcio, a su vez, reacciona con la sílice y la alúmina, que provienen del proceso de deshidroxilación de los minerales arcillosos, y con el cuarzo y feldespato para formar fases cristalinas cálcicas (silicatos y silicoaluminatos de calcio).

La presencia de fases cristalinas (compuestas de cuarzo residual y fases cálcicas) formadas durante la cocción y la escasez de fases vítreas, que ocurre por debajo de los 1.100 °C hacen que las piezas obtenidas de pastas calcáreas tengan una porosidad y un coeficiente de dilatación elevados y un intervalo de cocción amplio. Sobre esta temperatura se produce una fuerte tendencia de formación vítrea, de baja viscosidad, lo que no es recomendable porque se provoca deformación de la pieza.

La utilización del carbonato o arcilla calcárea regula la porosidad para intervalos de cocción amplios y reduce la expansión por humedad por lo que es beneficioso en productos de revestimientos porosos, no así en caso de productos gresificados porque disminuye el intervalo de vitrificación y favorece la deformación.

La disminución del tamaño de partícula hace que la temperatura de descomposición de los carbonatos se reduzca y aumenta la reactividad del carbonato, favoreciendo la formación de fases cálcicas cristalinas y disminuyendo el riesgo de aparición de defectos.

## 2.2.7 PROPIEDADES DE LAS ARCILLAS

### 2.2.7.1 Superficie específica

Las arcillas poseen una elevada superficie específica, muy importante para ciertos usos industriales en los que la interacción sólido-fluido depende directamente de esta propiedad. La superficie específica o área superficial de una arcilla se define como el área de la superficie externa más el área de la superficie interna, en el caso de que esta exista, de las partículas constituyentes, por unidad de masa, expresada en m<sup>2</sup>/g. Esta superficie se debe a:

- Pequeño tamaño de partícula.
- Microestructura porosa.
- Morfología laminar.

La superficie específica se sitúa entre 20 y 80 m<sup>2</sup>/g para caolinita, illita y esmectita, y entre 150 y 300 m<sup>2</sup>/g para paligorskita y sepiolita. No obstante, en materiales constituidos por esmectitas trioctaédricas de tipo estevensita o saponita se pueden medir superficies específicas de hasta 300 m<sup>2</sup>/g. La superficie específica se mide generalmente por adsorción física de N<sub>2</sub> gas [Day y col., 1991 y 1994].

El pequeño tamaño de grano de los cristales de arcilla les confiere una gran área superficial comparada con el volumen de la partícula. En general, el área superficial relativa de un grano aumenta cuando el diámetro disminuye. El origen del pequeño tamaño de partícula de los filosilicatos se encuentra en la distorsión que se produce en el acoplamiento entre las capas tetraédrica y octaédrica, lo que no permite un desarrollo normal del crecimiento cristalino. Esta distorsión se minimiza cuando existe un alto grado de sustitución de Al por Si en la capa tetraédrica, tanto para estructuras dioctaédricas o trioctaédricas, lo que explica el desarrollo cristalino de las micas.

Por otra parte, los filosilicatos presentan un elevado grado de heterogeneidad en cuanto a su composición química a escala de la estructura laminar. La mayor parte de ellos se originan en la alteración superficial de las rocas y reflejan la propia heterogeneidad del entorno mineralógico donde se formaron. Esto limita el crecimiento cristalino que puede alcanzar una fase homogénea.

Las partículas elementales se presentan asociadas formando agregados. Los agregados se caracterizan por la forma y ordenamiento de las partículas constituyentes, y su disposición espacial determina la microestructura de las arcillas.

Dentro de la microestructura se distinguen tres tipos de poros [Sing y Yates, 1991]:

- Microporos, entre 0 y 20 Å, son poros intracristalinos o poros dentro de las láminas estructurales.
- Mesoporos, entre 20 y 500 Å, son poros interpartícula, definidos por los

límites de las partículas primarias.

- Macroporos, mayor de 500 Å, son poros interagregados, correspondientes a los espacios vacíos que dejan los agregados.

Los minerales de la arcilla tienen la particularidad de tener morfologías hojosas, de ahí el nombre de filosilicatos. Esto significa que, en su estado de grano fino, poseen más área superficial que otros minerales del mismo tamaño de grano pero con formas más equidimensionales (cubos, esferas). De hecho, la razón del espesor a la longitud, normalmente es muy grande ya que es próxima a 20. Esto hace que el área superficial de una partícula de arcilla sea casi tres veces la de un cubo del mismo volumen.

### 2.2.7.2 Hidratación e hinchamiento

La interacción de solutos y agua con la región interlaminar afecta, en el caso de los filosilicatos 2:1, a su capacidad de hinchamiento. Hay dos etapas en la hidratación que se suceden a medida que se incrementa el contenido en agua.

1. En primer lugar, se produce la hidratación interlaminar o intracristalina, que consiste en la hidratación de los cationes interlaminares.
2. A continuación y si la cantidad de agua aumenta, se produce la adsorción ilimitada de agua en la superficie interna y externa de las partículas fundamentales; este proceso se denomina hidratación continua u osmótica. En este proceso, la estructura 2:1 puede expandir hasta un 200 % (10-20 Å) desde su estado deshidratado en dirección perpendicular a los apilamientos.

El hinchamiento en los minerales esmectíticos es principalmente la hidratación de los cationes intercambiables en la región interlaminar.

Otros filosilicatos, como la illita no presentan capacidad de hinchamiento ya que los cationes interlaminares se encuentran deshidratados. Esto es debido al fuerte enlace iónico entre el catión interlaminar y la superficie interna de la lámina, que presenta numerosas posiciones cargadas negativamente (>1,62 equivalentes de carga por celda unidad).

### 2.2.7.3 Capacidad de adsorción

Algunas arcillas encuentran su principal campo de aplicación en el sector de los “absorbentes” ya que pueden captar agua u otras moléculas en el espacio interlaminar (esmectitas) o en los canales estructurales (sepiolita y paligorskita). La capacidad de adsorción está directamente relacionada con las características texturales: superficie específica y porosidad [Sing y col. 1985]. Se puede hablar de dos tipos de procesos que difícilmente se dan de forma aislada:

1. procesos de tipo fundamentalmente físico, como la retención por capilaridad.
2. interacciones de tipo químico entre la arcilla y el líquido o gas adsorbido, denominado adsorbato.

La capacidad de adsorción se expresa en porcentaje de adsorbato con respecto a la masa y depende, para una misma arcilla, de la sustancia de que se trate. La proporción de agua contenida en arcillas “absorbentes” es mayor del 100 % con respecto al peso.

**Nota:** las normas así como la bibliografía técnica suelen mencionar el término absorción (con “b”), mientras que, la literatura científica se refiere a adsorción (con “d”). En este texto se usa de modo preferente el término adsorción, aunque la normativa o la fuente utilicen otros términos diferentes.

#### 2.2.7.4 Plasticidad y trabajabilidad

Las arcillas son eminentemente plásticas. La plasticidad es la capacidad de un material para ser deformado sin ruptura mediante la aplicación de una fuerza externa, y retener posteriormente la deformación alcanzada cuando la fuerza es eliminada, esta propiedad se debe a que el agua forma una película sobre las partículas laminares produciendo un efecto lubricante que facilita el deslizamiento de unas partículas sobre otras cuando se ejerce un esfuerzo sobre ellas. El contenido en humedad afecta a la plasticidad, véase figura 2-16.

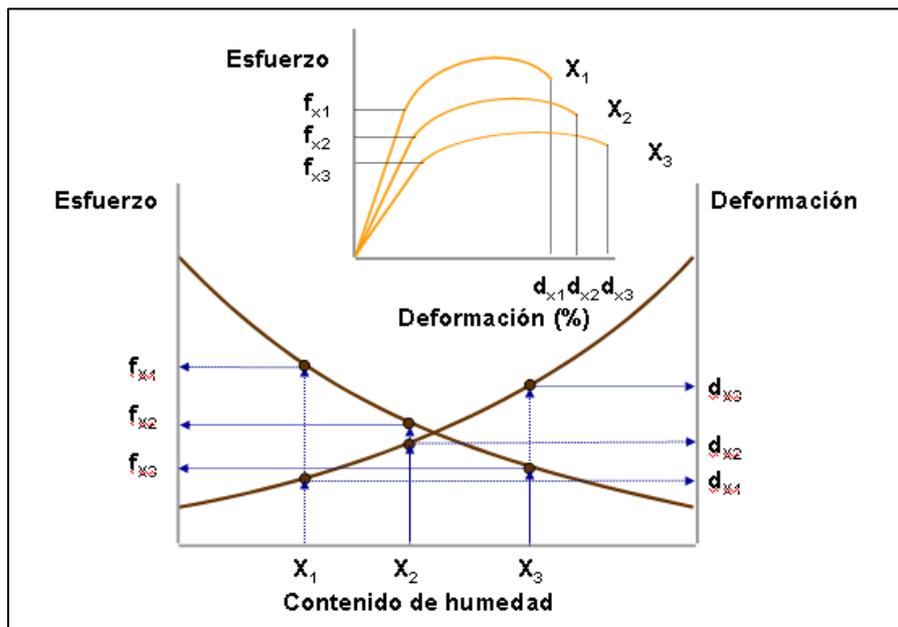
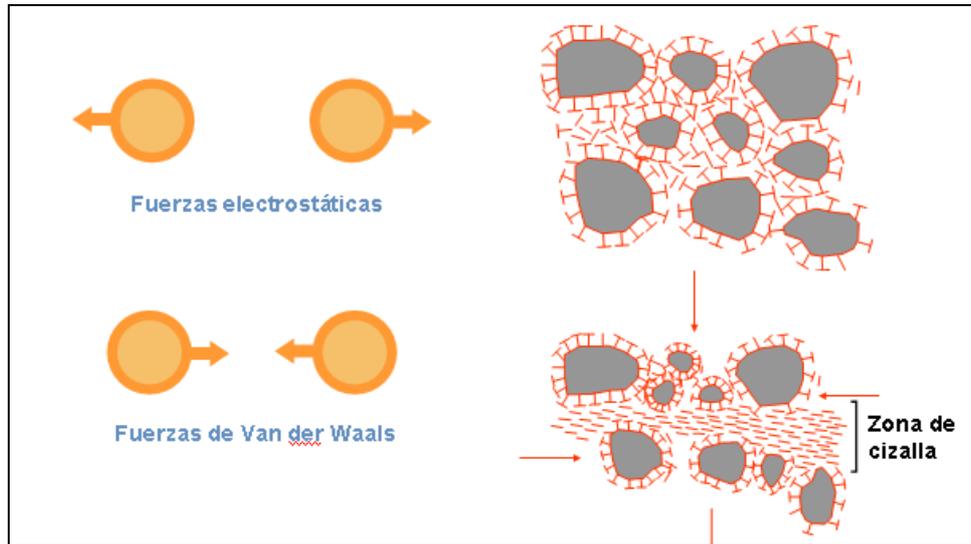


Figura 2-16: Relación entre esfuerzo, deformación y contenido de humedad

El fenómeno de la plasticidad supone la existencia a nivel interlaminar, de unas fuerzas electrostáticas y fuerzas de Van der Waals, que producen lo que se denomina la zona de cizalla, véase figura 2-17.



**Figura 2-17: Mecanismo de la plasticidad**

La elevada plasticidad de las arcillas es consecuencia de su morfología laminar, tamaño de partícula extremadamente pequeño (elevada superficie específica) y alta capacidad de hinchamiento.

En los procesos industriales donde se utilizan las arcillas como materias primas, se debe hacer referencia al concepto de trabajabilidad de la arcilla, que está relacionado con la plasticidad y determina el comportamiento durante el proceso de moldeado así como, las características del material. La importancia industrial de la plasticidad es debida a la trabajabilidad, que afecta a:

- las propiedades de la pasta y de las piezas moldeadas,
- el comportamiento durante el proceso de conformación,
- la resistencia mecánica en verde y en seco,
- la permeabilidad y
- el comportamiento durante el proceso de secado.

La plasticidad se estima a través de unos índices, que deben ser medidos en los controles de las materias primas y pastas, y ser tenidos en cuenta en la formulación y ajustes de las pastas.

La medida de la plasticidad, se hace por métodos tradicionales, directos o indirectos.

- Los métodos directos son la obtención de la relación Esfuerzo - Deformación, que se evalúa por la medida de compresión de Moore, la medición de la extrusión, o bien de la torsión a la que se somete el material.
- Los métodos indirectos son aquellos que determinan alguna propiedad relacionada con la plasticidad, como el contenido de agua (métodos de Atterbeg, Barna, Pfefferkorn) o la resistencia mecánica.

La plasticidad es cuantificada habitualmente mediante la determinación de los índices de **Atterberg** (Límite Líquido, Límite Plástico y Límite de Retracción), que se utilizan para caracterizar el comportamiento de los suelos finos. El nombre es debido al científico sueco Albert Mauritz Atterberg. (1846-1916). Los límites se basan en el concepto de que en un suelo de grano fino solo pueden existir 4 estados de consistencia según su humedad. Así, un suelo se encuentra en estado sólido cuando está seco. Al agregarle agua poco a poco va pasando sucesivamente a los estados de semisólido, plástico, y finalmente líquido. Los contenidos de humedad, expresados como porcentaje de peso de agua respecto al sólido seco, en los puntos de transición de un estado al otro son los denominados límites de Atterberg, véase tabla 2-8. Estos límites marcan una separación arbitraria entre los cuatro estados o modos de comportamiento de un suelo sólido, semisólido, plástico y semilíquido o viscoso [Jiménez Salas et al., 1975].

1. **Límite líquido, LL:** Cuando el suelo pasa de un estado semilíquido a un estado plástico y puede moldearse, es la humedad por encima de la cual la masa no es suficientemente consistente para ser moldeable. Para la determinación del límite líquido se utiliza la cuchara de Casagrande, la masa se coloca en una cazoleta y se determina el número de golpes que son necesarios para que los dos lados de un surco, que ha sido realizado con la ayuda de un acanalador estandarizado, se junten al menos 1 cm. Los ensayos se repiten varias veces con masas de distintos porcentajes de humedad hasta que el surco se cierra en 25 golpes.

**Tabla 2-8: Límites de Atterberg**

	<b>Estado del suelo</b>	<b>Límite</b>
Mezcla fluida de agua y suelo  Humedad creciente  Suelo seco	Estado líquido	
	-----	Límite líquido (LL)
	Estado plástico	
	-----	Límite plástico (LP)
	Estado semisólido	
	-----	Límite de retracción (LR)
	Estado sólido	

2. **Límite plástico, LP:** Cuando el suelo pasa de un estado plástico a un estado semisólido y se rompe, es el porcentaje mínimo de agua para poder hacer moldeable una masa. El límite plástico se mide a partir del moldeo manual de pequeños cilindros. Cuando ya no se pueden moldear cilindros con un diámetro inferior a 3 mm, se considera que el contenido en humedad de la masa corresponde al límite plástico [Barba et al., 2002].
3. **Límite de retracción o contracción, LR:** Cuando el suelo pasa de un estado semisólido a un estado sólido y deja de contraerse al perder humedad.

**El índice de Plasticidad, IP,** es la diferencia de humedades entre el límite líquido LL y el límite plástico LP, expresa el intervalo de humedades en el cual una arcilla se puede moldear. La relación existente entre el límite líquido y el índice de plasticidad ofrece una gran información sobre la composición granulométrica, comportamiento, naturaleza y calidad de la arcilla.

Existe una gran variación de los límites de Atterberg en los diferentes minerales de la arcilla, e incluso para un mismo mineral arcilloso, en función del catión de cambio. En gran parte, esta variación se debe a la diferencia en el tamaño de partícula y al grado de perfección del cristal. En general, cuanto más pequeñas son las partículas y más imperfecta su estructura, más plástico es el material.

Tal como muestra la figura 2-18, se pueden estimar los límites de plasticidad óptimos para obtener productos derivados de las arcillas, en función del límite líquido y del índice de plasticidad.

#### 2.2.7.5 Tixotropía

La tixotropía consiste en la pérdida de resistencia de un coloide al amasarlo y su posterior recuperación con el tiempo.

Las arcillas tixotrópicas cuando son amasadas se convierten en un verdadero líquido. Si, a continuación, se las deja en reposo, recuperan la cohesión, así como el comportamiento sólido. Para que una arcilla tixotrópica muestre este especial comportamiento deberá poseer un contenido en agua próximo a su límite líquido. Por el contrario, en torno a su límite plástico no existe posibilidad de comportamiento tixotrópico.

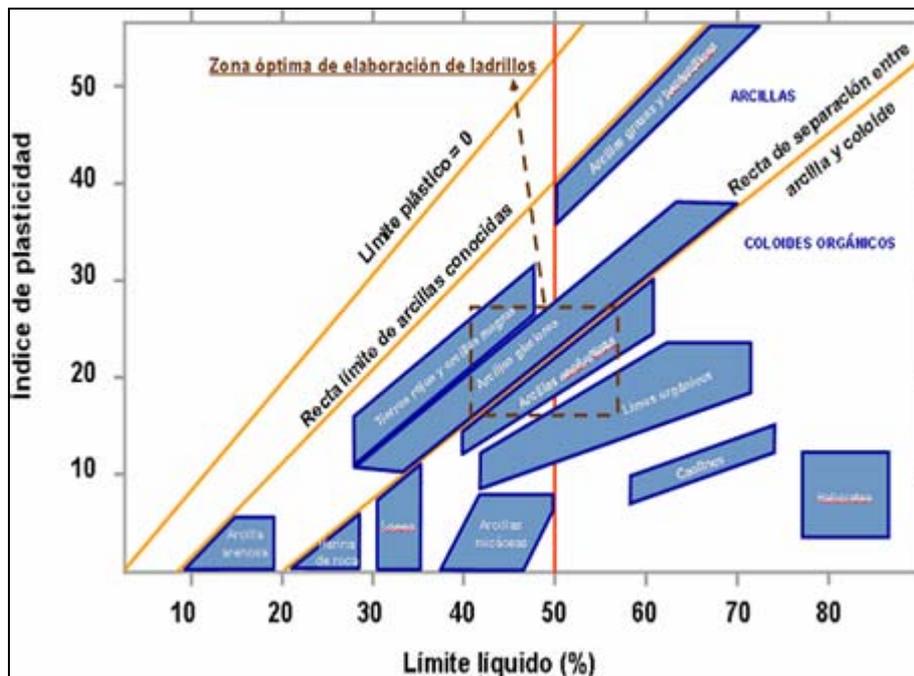


Figura 2-18: Índices de plasticidad en función de la aplicación

### 2.2.7.6 Capacidad de intercambio catiónico

La capacidad de intercambio catiónico se puede definir como la suma de todos los cationes de cambio que un mineral puede adsorber a un determinado pH. Es equivalente a la medida del total de cargas negativas del mineral. Estas cargas negativas pueden ser generadas de tres formas diferentes:

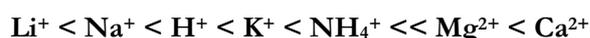
- Sustituciones isomórficas dentro de la estructura, es conocido como carga permanente y supone un 80 % de la carga neta de la partícula; además es independiente de las condiciones de pH y actividad iónica del medio.
- Enlaces insaturados en los bordes y superficies externas.
- Disociación de los grupos hidroxilos accesibles.

Los dos últimos tipos de origen varían en función del pH y de la actividad iónica. Corresponden a bordes cristalinos, químicamente activos y representan el 20 % de la carga total de la lámina.

La capacidad de intercambio catiónico se debe fundamentalmente a la propiedad de reemplazar los cationes interlaminares, débilmente ligados a su estructura (potencial

difuso), por otros cationes diferentes cuando estos últimos se encuentran en solución acuosa. La capacidad de intercambio catiónico oscila entre 80 y 150 cmol/kg para las esmectitas y entre 5 y 20 cmol/kg para caolinita, illita y sepiolita. El intercambio de cationes en estos minerales se debe a la adsorción en los bordes de la estructura, a la existencia de heterogeneidad en la distribución de carga laminar (illita), o incluso a la existencia de una pequeña proporción de sustituciones isomórficas (caolinita, sepiolita) [Mokaya y Jones, 1995].

En general, la mayor carga y el menor radio atómico aumentan la preferencia por un catión. La relativa facilidad con que los cationes pueden ser reemplazados en la región interlaminar viene dada a grandes rasgos por la serie:



La tabla 2-9 resume las características más relevantes de algunas arcillas.

**Tabla 2-9: Características fisicoquímicas de algunas arcillas**

	<b>CIC meq/100g</b>	<b>Sup.específica BET m<sup>2</sup>/g</b>		<b>LP</b>	<b>LL</b>	<b>IP</b>
Caolinita	3--10	15--50		30	80	50
Halloysita	10--40	10--60				
Illita	10--50	10--50	Ca <sup>2+</sup>	30	90	60
			Na <sup>+</sup>	30	80	50
Clorita	10--50					
Montmorillonita	80--200	50--300	Ca <sup>2+</sup>	50	200	150
			Na <sup>+</sup>	50	400	350
Vermiculita	100--200					
Sepiolita	20--35	100-250				
Palygorskita	20-35	100-250				
<b>Notas:</b> CIC - Capacidad de intercambio iónico LP, LL, IP - límite plástico, límite líquido e índice de plasticidad						

## 2.2.8 APLICACIONES DE LAS ARCILLAS

Las aplicaciones industriales de las arcillas radican en sus propiedades físico-químicas, tratadas en los apartados anteriores, que derivan, principalmente, de:

- Su pequeño tamaño de partícula (inferior a 2 μm).
- Su morfología laminar (filosilicatos).
- Las sustituciones isomórficas, que dan lugar a la aparición de carga en las

láminas y a la presencia de cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar.

Como consecuencia de estos factores, las arcillas presentan un valor elevado de la superficie específica y, a la vez, una gran cantidad de superficie activa, con enlaces no saturados. Por ello:

- Pueden interactuar con muy diversas sustancias, en especial compuestos polares.
- Actúan como coloides, que consisten en dispersiones líquidas de partículas que permanecen en suspensión sin sedimentar. El papel que juegan las arcillas como coloides se debe a su gran superficie de contacto (interfase) entre las partículas y la fase, gaseosa o líquida.
- Son materiales utilizados como adsorbentes.
- Tienen comportamiento plástico en mezclas arcilla-agua con elevada proporción sólido/líquido. La interacción con el agua permite la adsorción-retención de especies acuosas siendo el mecanismo esencial para captar contaminantes en el suelo [Lagreda y col. 1996].
- Son capaces, en algunos casos de hinchar, con el desarrollo de propiedades reológicas en suspensiones acuosas.
- La capacidad de intercambio catiónico es la base de multitud de aplicaciones industriales. La existencia de carga en las láminas se compensa con la entrada en el espacio interlaminar de cationes débilmente ligados y con estado variable de hidratación, que pueden ser intercambiados fácilmente mediante la puesta en contacto de la arcilla con una solución saturada en otros cationes.

Los minerales que se utilizan en la industria cerámica tienen unas características comunes:

- Son duros pero quebradizos. Los filosilicatos contienen no sólo agua sino también grupos OH. En el calentamiento se produce deshidratación y la deshidroxilación, que provocan el endurecimiento de las arcillas.
- Baja resistencia mecánica y ductilidad.
- Son buenos aislantes térmicos y eléctricos por la ausencia de electrones conductores.
- Presentan elevado punto de fusión y gran estabilidad química.

Se pueden establecer dos grandes grupos de materiales cerámicos:

- Cerámica tradicional, a partir de materias primas minerales, tal como se extraen de la cantera, pudiendo dar distintos tipos de productos:
  - o Productos de cocción blanca: porcelana, gres, etc.
  - o Productos de cocción roja: tejas, cerámica estructural.
- Cerámica avanzada: a partir de compuestos simples ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), obtenidos por purificación de tierras de composición rica en un determinado mineral, que permiten obtener materiales con características bien determinadas, por ejemplo, cerámicas tenaces para grifería monomando.

Las principales aplicaciones de las arcillas se pueden agrupar por campos de actividad [Albella, 1993, López y col., 2000]:

- Materiales: cerámicas, cementos, fibras y composites.
- Química industrial: catálisis, adsorbentes, detergentes, pinturas, adhesivos, aditivos para papel, espesantes y lubricantes [Jones, 1998].
- Medio ambiente: purificación de aguas, tratamiento de lodos, barreras químicas y de impermeabilización.
- Petroquímica, geología y edafología: extracción de petróleo. craqueo, emulsiones, flotación y porosidad.
- Química Analítica: intercambio catiónico, cromatografía, filtración y decoloración.
- Físico-química: soportes de nucleación.
- Farmacia, alimentos, piensos y productos de consumo: vehículo de principios activos, clarificación de bebidas y cosméticos [Bolger, 1995, Saeed, 1996].

### **2.3 PROCESO DE FABRICACIÓN DE TEJAS CERÁMICAS**

El proceso de fabricación de tejas de arcilla cocida, que se describe a continuación y cuyo diagrama de flujo se representa en la figura 2-19, se puede dividir en 7 grandes etapas:

1. Extracción de arcilla en cantera y homogeneización exterior.
2. Preparación de la pasta: molienda y amasado.
3. Conformación: extrusión o extrusión y prensado.
4. Secado y acabados en monococción.
5. Cocción.
6. Empaquetado, tratamientos posteriores a la cocción y almacenamiento.
7. Acabado en bicocción y variantes especiales.

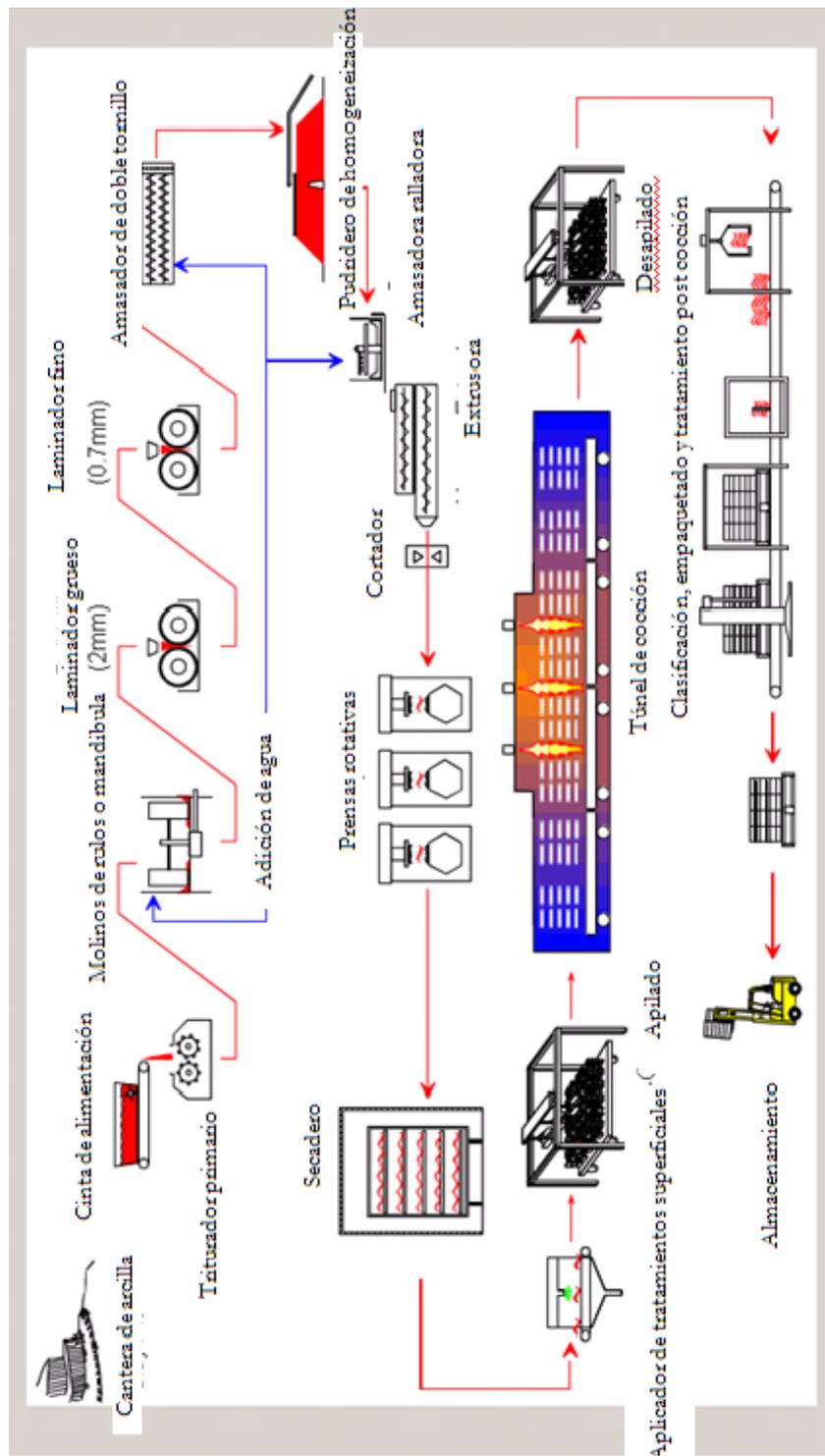


Figura 2-19: Proceso industrial de obtención de tejas de arcilla

### 2.3.1 EXTRACCIÓN DE ARCILLA Y HOMOGENEIZACIÓN EXTERIOR

La primera fase del proceso industrial consiste en extraer la mezcla de arcilla. Empieza en el estudio geológico del suelo, imprescindible debido a las características tan dispares que presentan los yacimientos de donde se obtiene la materia prima [Fernández Abajo, 2000], véase figura 2-20.

El proceso sigue con la formación de la cantera de arcilla de donde se recoge la mezcla. La explotación, normalmente, se efectúa a cielo abierto, utilizando medios mecánicos convencionales. La potencia del recubrimiento a remover varía de unos yacimientos a otros, pero, generalmente, en la mayor parte de las explotaciones suele ser inferior a los 15 m.

La preparación de la cantera comienza retirando la capa superior de tierra vegetal, que una vez agotado el yacimiento, vuelve a extenderse para su restauración. A continuación se va explotando el yacimiento de arcillas por bancales mediante retroexcavadoras, cuidando de apartar las capas de estériles o yesos que pudieran aparecer, los desechos del proceso pueden ser retornados para su posterior tratamiento para la agricultura. La figura 2-21 muestra como se va preparando la cantera (retroexcavadora superior) y explotando (retroexcavadora inferior), tal como se observa, aparecen dos tipos de arcillas, capa gris y capa ocre-amarillo, debido a las diferencias en las composiciones de las tierras que se extraen, las mismas deben ser homogeneizadas.

Dada la heterogeneidad que tienen algunos yacimientos y que la falta de regularidad en las composiciones de las materias primas es una de las causas de defectos, se hace necesaria la formación de lechos de homogeneización y envejecimiento.

Para la formación de un lecho de homogeneización y envejecimiento se deposita el material en capas horizontales. Estas capas no deben ser demasiado gruesas (50 a 75 cm. como máximo) y deben evitarse variaciones importantes en el material que forma parte de la misma capa. En canteras que presentan una gran variabilidad, las capas deben ser muy finas, pudiendo estar formado el lecho de homogeneización por centenares de capas de pocos centímetros. Si la molturación de la arcilla es por vía húmeda, una vez depositada cada capa, se riega si es necesario, pero sin llegar a inundarse.

La altura de los lechos de homogeneización suele oscilar entre los 5 y los 8 m., con una anchura variable entre 5 y 25 m. Para facilitar la evacuación de las aguas de lluvia, el terreno que sirve de asiento al lecho de homogeneización debe presentar de un 2 a 3 % de pendiente, véase figura 2-22.

La formación de los lechos de homogeneización y envejecimiento permite:

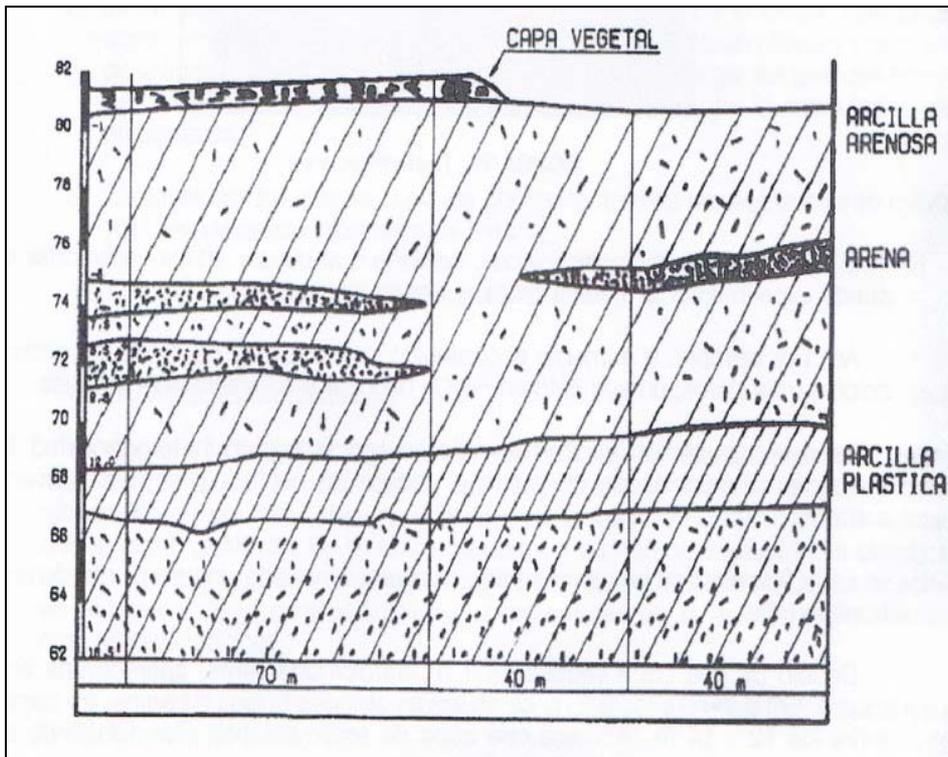
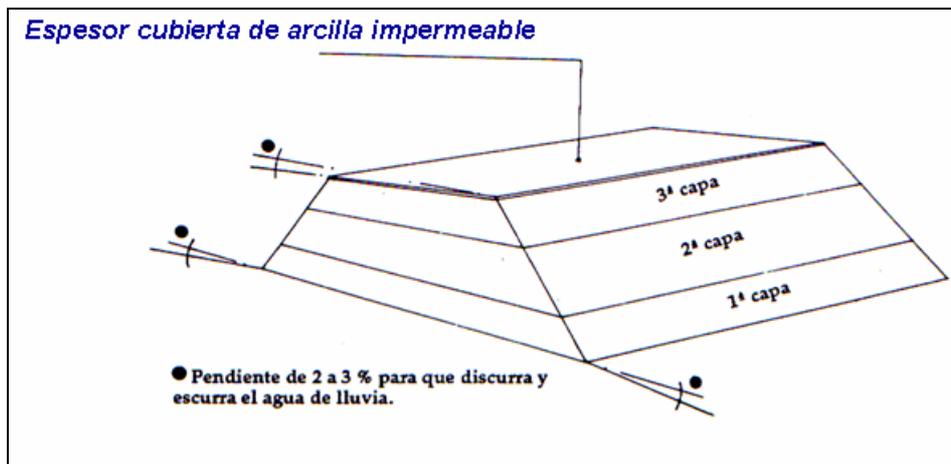


Figura 2-20: Esquema de un yacimiento de arcilla



Figura 2-21: Preparación y explotación de la cantera



**Figura 2-22: Formación de un lecho de homogeneización**

- Homogeneizar la arcilla y compensar las variaciones que pueden presentar las materias primas en la cantera.
- Iniciar el proceso de envejecimiento y maduración, que aumenta la plasticidad de las arcillas y reduce la materia orgánica. Durante el invierno, el agua contenida en los poros se congela y expansiona disgregando los terrones de arcilla y esponjándolos; en verano, la arcilla se seca, se contrae y se agrieta, disgregándose gradualmente.
- Disponer de una reserva a pie de planta, tanto más necesaria cuanto mayor es el volumen de producción.

La extracción de la arcilla del lecho de homogeneización se realiza mediante pala cargadora que ataca transversalmente, de abajo hacia arriba, de modo que mezcla las diferentes capas, abriendo un frente vertical a las mismas, de tal forma que en cada palada se recoja parte de cada capa.

En ocasiones, la arcilla se somete a una trituración primaria y a un segundo apilado de corta duración, de unos días a un mes, aproximadamente. La función de la trituración primaria es desmenuzar el material grueso y hacer un premachacado de la mezcla de arcillas. El diámetro de diseño del triturador (tamaño del hueco por donde cae el flujo de alimentación de arcilla) evita que las grandes piedras sean lanzadas fuera en vez de ser trituradas.

### 2.3.2 PREPARACIÓN DE LA PASTA: MOLIENDA Y AMASADO

La molienda se hace con el fin de mejorar la reactividad a nivel químico y físico durante el proceso de fabricación, así como, diluir aquellos materiales dañinos de la mezcla y poder separarlos posteriormente. Una reducción en el tamaño de partícula permite lograr mayor plasticidad y trabajabilidad de la mezcla durante el proceso de fabricación.

Los distintos tipos de procesos tecnológicos de molienda que se aplican a las arcillas se pueden clasificar en 3 tipos, en función de la cantidad de agua presente:

- **Semihúmedo:** (humedad 12 a 25 %) es el proceso tecnológico más habitual en fábricas de tejas por su economía, siempre que la composición de la tierra sea rica en minerales arcillosos y no presenten materiales indeseados. Se obtienen tamaños mínimos de partícula de 500  $\mu\text{m}$ .
- **Seco:** (humedad < 12 %) es un proceso que favorece la obtención de arcilla más fina y destruyen los granos de materiales indeseados, cuando éstos están presentes en las tierras. Se obtienen tamaños mínimos de partícula de 100  $\mu\text{m}$ .
- **Húmedo:** (humedad > 25 %) es un proceso que tiene alto rendimiento, pero es el más caro y no suele utilizarse en la industria de las tejas, se utiliza en la fabricación de gres, permite obtener tamaños mínimos de partícula de 63  $\mu\text{m}$ .

Las etapas por las que debe pasar la arcilla hasta llegar a la etapa de extrusión son:

1. Dosificación y molienda primaria
2. Molienda secundaria
3. Envejecimiento o maduración
4. Amasado y homogeneización

#### 2.3.2.1 Dosificación y molienda primaria

En la primera fase de preparación se realiza la dosificación y mezcla de las arcillas y arenas, cuando esta mezcla es precisa, por no poder utilizarse una sola arcilla. La dosificación permite establecer una alimentación constante y regular de materias primas. Para ello se utilizan dosificadores en los que se mezclan arcillas, desgrasantes y posibles aditivos. La trituradora mezcla y homogeneiza el material, incluyendo una realimentación, y permite añadir agua, controlando su caudal.

Algunos materiales no deseados, como elementos metálicos, se eliminan antes de la

reducción de tamaño. Los materiales que son dañinos se reducen de tamaño y se distribuyen para evitar sus efectos nocivos, obteniendo una mezcla homogénea. La maquinaria y equipos más utilizados para evitar contaminantes suelen ser: removedor de piedras, apisonadora o machacadora, desintegrador, molino de amasado y molino de mezcla.

En la etapa de molienda primaria, se consigue un tamaño de partícula mucho menor ( $< 100 \text{ mm}$ ) que permite un posterior óptimo tratamiento -en los dosificadores y molinos- de los componentes que están en la mezcla de las arcillas. Dependiendo de la dureza y humedad se utilizan machacadores de mandíbulas, desmenuzadores (véase figura 2-23), molinos lanzadores, etc.

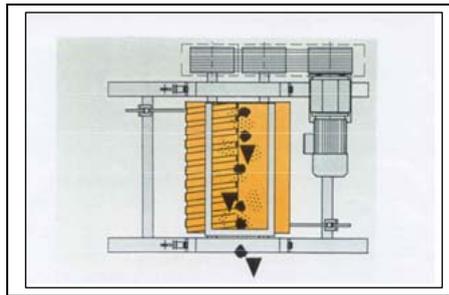


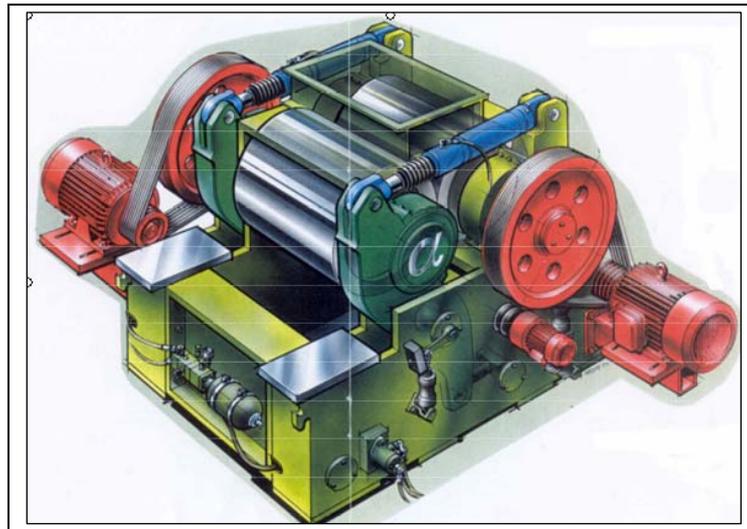
Figura 2-23: Tritrador o desmenuzador primario

### 2.3.2.2 Molienda secundaria

La molienda secundaria de las materias primas consiste en la adecuación de la granulometría de las mismas, tanto en distribución como en tamaño máximo (más fino).

**Vía semihúmeda:** la granulometría que se obtiene es más gruesa por la vía semihúmeda (molino húmedo  $< 20 \text{ mm}$ ; laminador  $< 1 \text{ mm}$ ) que por la vía seca. Por esta vía el mantenimiento es menor con respecto a la vía seca. El envejecimiento puede realizarse en los pudrideros o lechos de homogeneización. Los equipos empleados son molinos de rulos o desintegradores para la molturación primaria y laminadores para la secundaria. El laminador de molienda fina puede estar construido con dos o más ejes-cilindros (véase figura 2-24), el primer cilindro tiene un espaciado de 2 a 4 mm, mientras que, el segundo cilindro tiene un espaciado de 0.5 a 1.5 mm.

**Vía seca:** cuando los requisitos que deben cumplir las piezas son exigentes o las arcillas contienen impurezas como caliza, yeso, pirita o carbón, se debe trabajar con una mayor finura que no se alcanza con la vía semihúmeda. Los molinos empleados por la vía seca son:



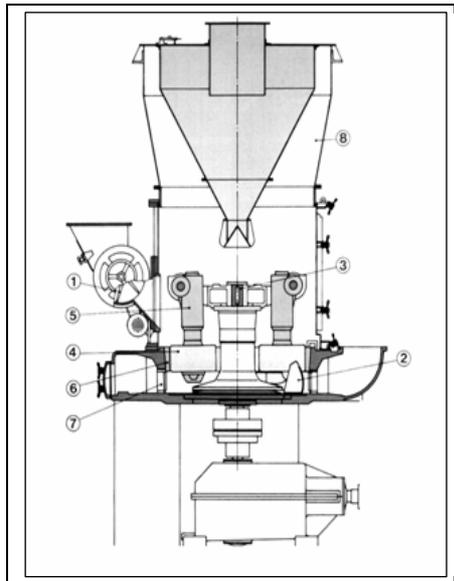
**Figura 2-24: Laminador de molienda fina**

- Molinos de Martillos: Proporcionan una granulometría mayor que los molinos pendulares y se necesita un tamizado posterior. Los tamices tienen un límite inferior de 500  $\mu\text{m}$ . Al ser molinos de impacto solamente se aplican en vía seca, el agua admitida es menor que 8%, se utilizan tamices con el fin de recircular aquella parte de la mezcla arcillosa que tiene mayor tamaño. Se utilizan en España y en otros climas secos.
- Molinos Pendulares, véase figura 2-25, su rendimiento se ve muy afectado por la humedad de las arcillas, que debe ser prácticamente nula. Entre las ventajas se encuentra el obtener una granulometría más fina, sin necesidad de tamizado posterior. Constituyen la solución a los problemas producidos por los caliches, pues muelen muy finamente cualquier trozo de material calizo.

### **2.3.2.3 Envejecimiento o maduración y reserva en pudridero**

Una vez obtenida la mezcla en condiciones adecuadas de tratamiento, esta se pasa a silos de maduración para permitir que tengan lugar las reacciones arcilla-agua, así como las reacciones químicas y bacteriológicas. La eficacia de la maduración está ligada a las etapas anteriores: dosificación y moliendas primaria y secundaria.

El tiempo de maduración y los efectos logrados con la misma varían según el tipo de arcilla. Así por ejemplo, en arcillas magras de pH ácido, el reposo no produce prácticamente ningún resultado; en cambio, para arcillas básicas, plásticas y compactas, la maduración constituye una necesidad.



**Figura 2-25: Molino pendular**

Las características de esta etapa son:

- Los pudrideros se emplean en el proceso por vía seca o semihúmeda.
- La humedad de las arcillas en el pudridero debe ser similar a la necesaria en el moldeo.
- El aumento de la temperatura y presión en el pudridero reduce el tiempo de maduración.
- La fermentación aerobia da mejores resultados y mayor rapidez.
- En el caso de vía húmeda el envejecimiento se hace en los lechos de homogeneización.

Cuando se utiliza un pudridero, hay que establecer un sistema de alimentación y extracción tal que la arcilla que entra primero sea la primera en salir del pudridero. Los pudrideros deben ser oscuros pues la luz y, sobre todo, el sol, frenan el desarrollo de las bacterias. Los pudrideros, de mucho menor coste que los silos, permiten un mayor tiempo de maduración, pues se trata de simples hangares en los que se almacena la arcilla. Sin embargo, se pierden algunas ventajas del silo: humedad más uniforme, presión y la posibilidad de aplicar temperatura.

#### **2.3.2.4 Amasado y homogeneización**

La etapa de amasado y homogeneización finaliza la preparación de las pastas cerámicas, termina de ajustar la humedad y asegura la homogeneidad de la mezcla. Los objetivos son los siguientes:

- Homogeneización del contenido de agua de la mezcla.
- Homogeneizar y dar consistencia a la mezcla.
- Obtener una mezcla efectiva de pasta preparada y materiales recirculados, incluidos, en su caso, los recortes de prensado.

Se utilizan en esta parte del proceso:

- **Amasadora extrusora**, que está indicada con arcillas muy plásticas y cuando hay que adicionar colorantes o desgrasantes. Se utiliza habitualmente una amasadora de dos ejes y cubeta abierta, pues la calidad del barro obtenido es superior a la del conseguido con amasadoras tradicionales.
- **Amasadora filtro**. Indicada para retener raíces y piedras difíciles de eliminar. Cuando la mezcla pasa por la extrusión y el prensado la arcilla adsorbe más agua.
- **Rallador alimentador rotativo**, véase figura 2-26. Se emplea para mezclar la arcilla con los recortes en las fábricas de teja prensada. Adecuado cuando se añade chamota, aserrín o poliestireno expandido. Permite obtener una mezcla excelente entre los aditivos y la arcilla. [Kornmann, M. 2007]

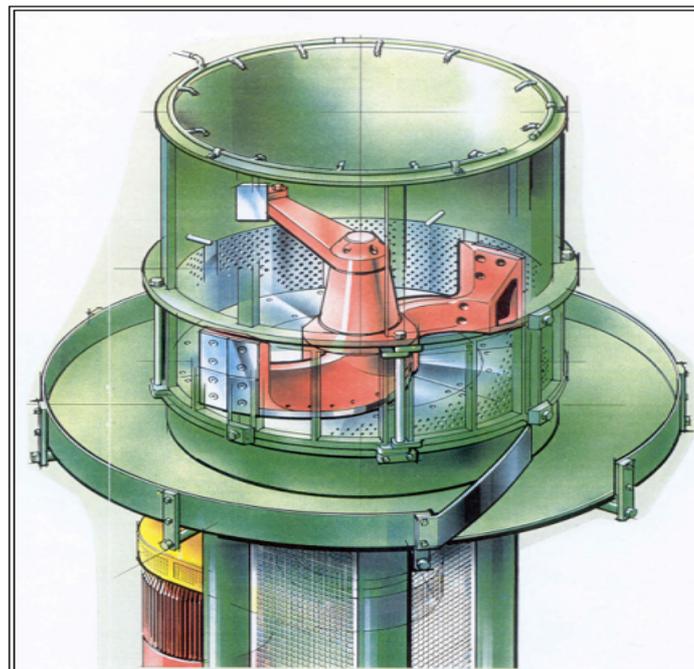


Figura 2-26: Amasadora ralladora rotativa vertical

### 2.3.2.5 Control del proceso de preparación de la pasta

En la preparación de la pasta se debe conseguir un tamaño de grano, un contenido de humedad y una mezcla estables. Al añadir un 1 % de agua extra se consigue un 0.6 % de disminución en el tamaño de grano ( $\sim 2$  mm). La pérdida de materia prima y un período de inactividad pueden producir arcilla seca o húmeda, lo que puede causar los siguientes defectos en las tejas acabadas o semielaboradas:

- Tejas húmedas, que pueden deformarse o quebrarse en el secado. Una arcilla muy húmeda es, normalmente, menos resistente a la helada.
- Los productos muy secos frecuentemente se astillan o reabsorben agua del aire durante la manipulación.

Los requerimientos claves para evitar problemas son los siguientes:

- Controlar el proceso de fabricación. Utilizar sensores fiables del contenido de agua de la arcilla.
- Adición de agua de un modo preciso, en la figura 2-27 se simulan los contenidos de agua en la arcilla entrante, durante la mezcla y después de añadir el agua.
- Una interfase con el operador de planta y un adecuado mantenimiento.

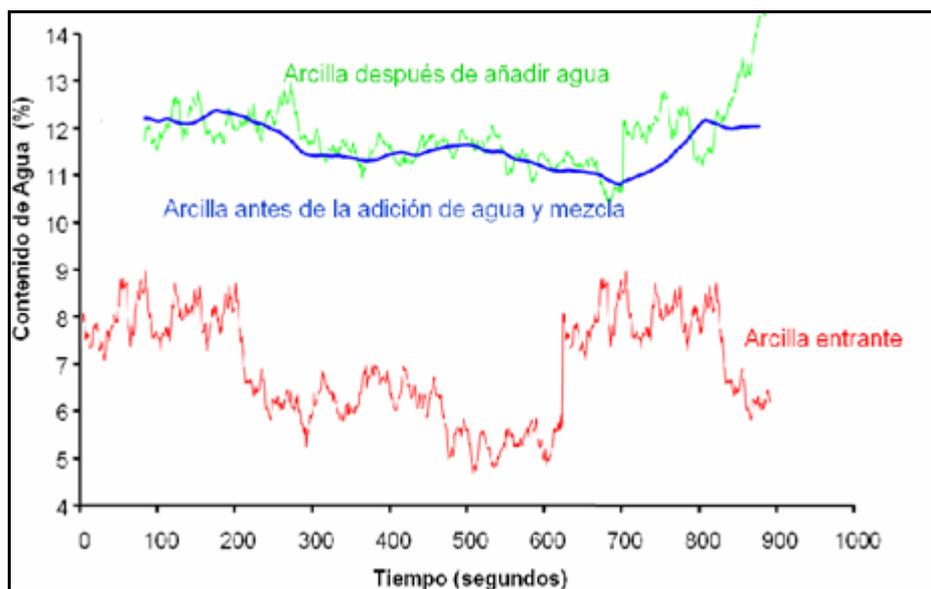


Figura 2-27: Contenido de agua en la arcilla durante la preparación

### 2.3.3 CONFORMACIÓN

Las tejas de arcilla pueden ser conformadas de dos modos, aunque siempre pasan por la extrusión:

- Extrusión y corte, permite obtener tejas curvas, sin tacones, solapes, encajes, nervios ni resaltes transversales.
- Extrusión, corte y prensado, permite obtener tejas mixtas o planas con tacones, solapes, encajes, nervios y cualquier variedad de resalte, véase figura 2-2 tipos básicos de tejas.

#### 2.3.3.1 Extrusión

La maquina que produce la extrusión se llama amasadora-extrusora y se compone de cámara de amasado de arcilla, cámara de vacío, cámara de compactación, hélice empujadora —que va girando en el interior del cilindro—, cabezal y boquilla. El proceso de extrusión depende de varios factores:

- La maquinaria empleada en la extrusión.
- Las materias primas, que deben presentar mínimas variaciones en:
  - o La composición, que influye en la plasticidad.
  - o El contenido en humedad de la masa.
  - o El grado de molturación (granulometría).

Las etapas del proceso de amasado y extrusión son las siguientes:

- Amasado
- Vacío
- Compactación
- Moldeado, en cabezal y boquilla

**Amasado.** La cámara de amasado de arcilla actúa de modo separado del resto y se construye en forma de un solo árbol, lo que simplifica el traslado de la arcilla a la cámara de vacío. En la cámara de amasado se puede precalentar la masa, con vapor, a temperaturas entre 50 y 80 °C. Las palas de mezcla son intercambiables para mezclar mejor la arcilla y los productos de adición. En la salida hay una rejilla de desgarrado y un cortador que alimenta arcilla troceada a la cámara de vacío, véase figura 2-28.

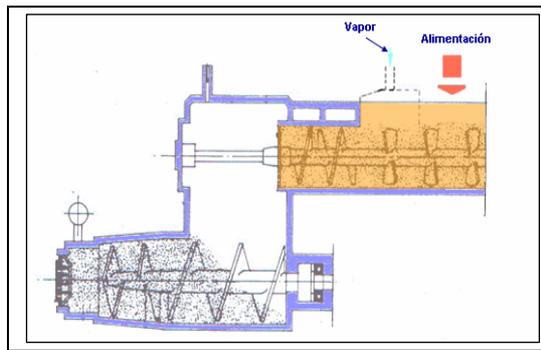


Figura 2-28: Cámara de amasado (en la parte superior) de una amasadora-extrusora

**Vacío.** En la cámara de vacío se produce el desaireo (el volumen de aire en la arcilla es de 3 a 5 %), con ello se elimina parte del vapor de agua. El vacío permite aumentar la resistencia durante el secado y la cocción, la retracción total disminuye entre el 25 y 30 %, pudiendo disminuir el contenido de humedad entre el 1 y 2 % sin pérdida de trabajabilidad. La arcilla troceada entra y es forzada a salir a través de la zona de alimentación de la cámara de compactación, véase figura 2-29.

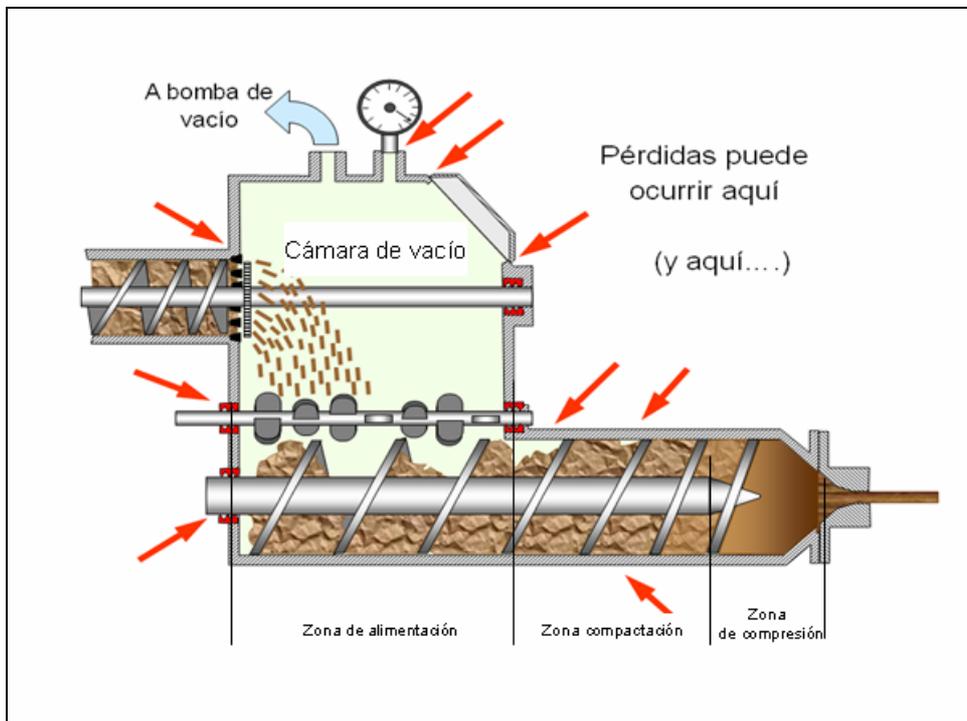


Figura 2-29: Cámara de vacío y zonas de alimentación, compactación y compresión

A efectos prácticos, se recomienda en esta parte del proceso:

- Mantener en la cámara un vacío superior al 95%, para la mayoría de las arcillas.
- Medir el vacío por comparación con la presión atmosférica
- Revisar que el medidor de la tubería no esté bloqueado. Cuando la tubería se llene de arcilla es preciso limpiarla.
- Colocar sensores eléctricos.

El vacío en la extrusión tiene una influencia crítica sobre el producto final porque:

- Remueve el aire de la arcilla.
- Facilita el moldeo.
- Mejora del proceso y de la calidad de producto:
  - o aumenta la resistencia en la manipulación en verde (teja húmeda).
  - o reduce el tiempo de secado y el límite de craqueo.
  - o reduce el tiempo de precalentamiento.
  - o tiene un efecto crítico en la resistencia a la helada.

**Compactación.** La cámara de vacío va llenando con la mezcla la zona de alimentación de la cámara de compactación. El material avanza hacia la zona de compactación y la de compresión, sufriendo un aumento de presión dentro de la cámara de compactación en función del caudal de alimentación y la velocidad del husillo, llegando a un máximo de presión en el extremo de la hélice, al final de la zona de compresión. Pueden aparecer problemas cuando la velocidad de entrada de pasta es inferior a la velocidad de salida de la cámara; entonces ocurrirá que, en dicha salida, el eje operará en forma ineficiente generando calor; lo que incidirá en la textura de la mezcla, produciendo trozos secos y roturas en la masa.

En el avance hacia el interior del cilindro intervienen cuatro tipos de fuerzas:

- Fuerza de rozamiento entre la arcilla y el canal de la hélice.
- Fuerza de rozamiento entre la arcilla y las paredes interiores del cilindro.
- Par de giro aplicado a la hélice.
- Fuerzas de cohesión entre las partículas.

Con el fin de mejorar el proceso de extrusión se ha de conseguir lo siguiente:

- Que las fuerzas de rozamiento sobre las paredes del canal de la hélice sean de la menor intensidad posible.
- Que aumente la intensidad del rozamiento con las paredes interiores del cilindro.
- Que la fuerza de propulsión hacia delante sea máxima.

Teniendo en cuenta los diferentes tipos de arcillas y piezas a fabricar, sería necesario un modelo de hélice diferente para cada uno, lo que hace que, básicamente se establezcan dos modelos básicos:

- Hélices de sección variable y longitud de paso constante, empleadas con masas de baja consistencia.
- Hélices de sección variable y longitud de paso variable, usadas con composiciones de consistencia elevada.

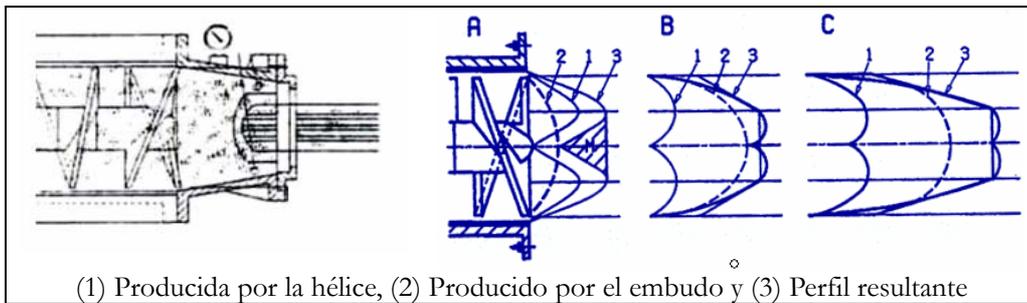
Una mala extrusión produce texturas o laminaciones, que pueden causar fallos en la cocción y pérdida de la resistencia a la helada. Las recomendaciones para que no ocurra esta problemática son:

- Hueco de eje: intervalo recomendable 3-6 mm. Por encima de 6 mm baja la eficiencia, los efectos sobre la cocción se notan en la textura del producto.
- Parte metálica: si la parte metálica de la hélice es muy dura, no se logrará obtener una manipulación de la mezcla sin roce, lo que repercute en una baja eficiencia y efectos de sobrecalentamiento.
- La presión aplicada en la cabeza del eje: Una pequeña inclinación ayuda a tener una presión balanceada sobre la mezcla que pasa por la boquilla, mejora la vida útil de esta última y minimiza las laminaciones.
- Boquilla: es importante mantener el flujo uniforme.
- Efectos de la simetría en el eje de la hélice. Una buena simetría afecta al transporte del flujo; si no es así puede causar curvaturas en la arcilla durante la cocción y secado, debido al efecto memoria de la arcilla.

**Moldeado: cabezal.** El material, al salir de la cámara de compactación, entra en el cabezal o embudo expansor, el cual tiene las siguientes funciones:

- Transformación del flujo helicoidal en flujo rectilíneo.
- Compensación de la diferencia de transporte entre el perímetro de la hélice y las paredes.
- Igualación de velocidades en toda la sección del cabezal, eliminando las diferencias de flujo.
- Eliminación de las laminaciones.

La masa que fluye por el cabezal de la prensa tiene distintas velocidades, que pueden describirse mediante una función parabólica, lo cual hace que, al desplazarse, tienda a curvarse, véase figura 2-30. En el cabezal aparece la ondulación de la masa de arcilla, siendo esta ondulación función de la velocidad, mientras menor sea ésta, mayor es la tendencia a ondularse, con mayor posibilidad de romperse. Debido a esto, cuando se trata con masas y arcillas plásticas, el cabezal debe ser corto (50-100 mm) y se aumenta la longitud del mismo si disminuye la plasticidad.



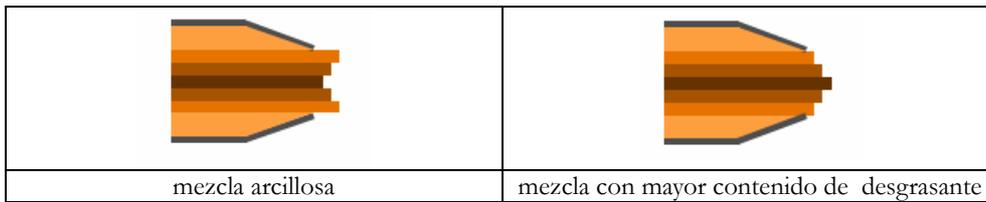
**Figura 2-30: Perfil de velocidades en embudo**

**Boquilla**, también denominada molde de extrusión o expansor, tiene por objetivo conformar las tejas curvas o elaborar una preforma o galleta de las tejas prensadas. Cuando la masa penetra en la boquilla, su rotación se detiene, haciendo variar la velocidad del flujo, que debe ser la misma en toda la sección transversal de la barra. La velocidad del flujo se aumenta o disminuye variando la conicidad de las boquillas o cambiando su longitud y sección.

La resistencia encontrada por el barro al salir a través de la boquilla debe ser suficiente para lograr una buena compactación, de ello dependen la resistencia mecánica y la calidad final del producto. Para disminuir el coeficiente de rozamiento de la masa con las paredes de la boquilla puede utilizarse un lubricante, que influye sobre el tiempo de secado de la masa pero disminuye el agrietamiento de los productos obtenidos.

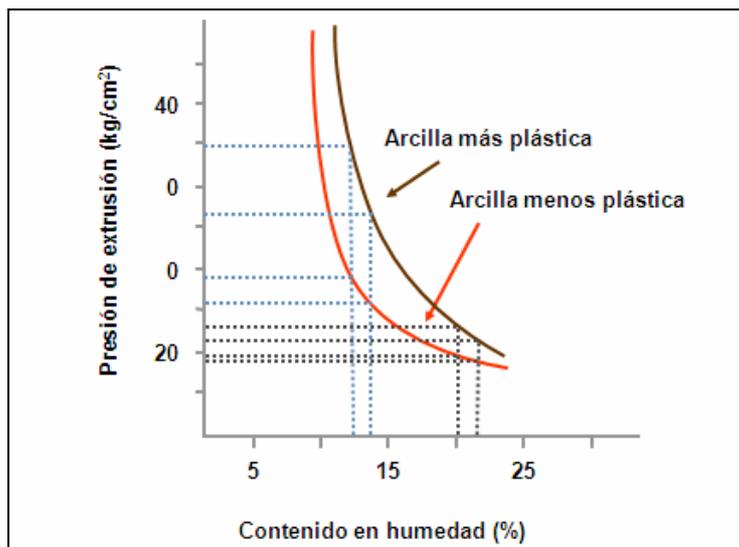
**Influencia de las materias primas sobre la extrusión.** Las materias primas tienen un papel fundamental en el comportamiento del proceso de extrusión. Cabe citar los siguientes aspectos:

- **Consistencia.** La consistencia de la pieza extruída depende de la composición de la arcilla y del contenido de humedad. La máxima consistencia la aportan las arcillas plásticas, en un intervalo de humedad entre 20 y 32 % (mayor humedad requieren las arcillas cuanto más plásticas sean) mientras que los desgrasantes, como el cuarzo, aportan una consistencia que se sitúa entre el 10 y el 25 % de la aportada por la arcilla y siempre con humedades inferiores al 25 %.
- **Condiciones de flujo de salida,** dependen de la consistencia de la pasta, véanse perfiles de flujo a través de la boquilla en figura 2-31. Las diferencias de velocidad de salida pueden originar diferencias de orientaciones de las partículas en distintos puntos de la prensa.
  - o Si aumenta la componente arcillosa, aumentan la cohesión y la resistencia interna al deslizamiento.
  - o Si aumenta el porcentaje de desgrasantes, disminuye la cohesividad interna de la masa y predomina la resistencia con las paredes metálicas.



**Figura 2-31: Perfiles de flujo a través de boquilla**

- **Presión de extrusión.** La presión de extrusión óptima a aplicar disminuye con el contenido de humedad y, a igualdad de humedad, aumenta con el carácter plástico de la arcilla, véase figura 2-32.
- **Cantidad de arcilla en la mezcla,** cuando ésta es mayor, se precisa más agua de amasado, lo que produce tensiones que pueden dar lugar a grietas de secado por diferencias de contracción de las piezas, véase figura 2-33
- **El grado de molturación,** al aumentar la superficie específica y las uniones entre partículas, da lugar a un aumento de la cohesividad de la masa.



**Figura 2-32: Presión de extrusión según tipo de arcilla y contenido de humedad**

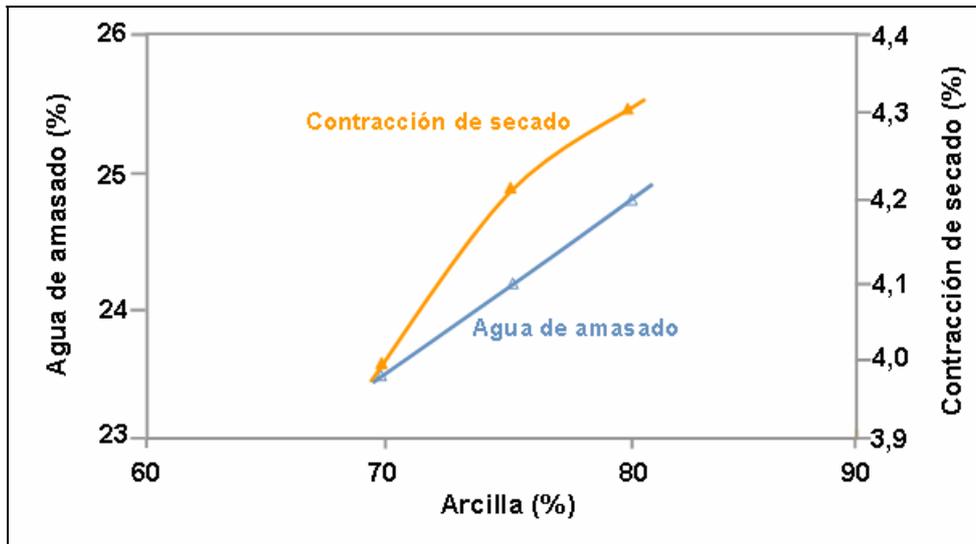


Figura 2-33: Cantidad de arcilla, agua de amasado y contracción de secado

Los principales defectos que se producen durante el proceso de extrusión son:

- **Formación de pegotes** que, al desprenderse de las paredes, cuando se secan dentro de la cámara de vacío, provocan obstrucciones a la salida de la boquilla.
- **Deformaciones**, consisten en la pérdida de la forma y dimensiones de las piezas que pueden dar lugar a fisuras de secado o cocción. Su origen son las tensiones sufridas por la arcilla a la salida de la boquilla, relacionadas con una velocidad de salida de la arcilla no uniforme en toda su sección. Para prevenir y evitar las deformaciones se puede actuar sobre los parámetros de proceso, corrigiendo la plasticidad y contenido en humedad de la arcilla o sobre la boquilla, regulando la velocidad, ya sea en el centro o en los contornos, véase figura 2-34:
  - o Cuando la velocidad es mayor en el centro, se da más área de salida en los extremos.
  - o Cuando la velocidad es mayor en los laterales se debe dar más área de salida en el centro.
- **Laminaciones**, son estructuras hojosas, es decir, capas de material compactado alternadas con capas de aire ocluido, que se originan durante la extrusión, al realizar un vacío o una compresión insuficiente, de tal forma que queda aire ocluido en la masa arcillosa, véase figura 2-35. Las laminaciones provocan la aparición de exfoliaciones en las piezas cerámicas y una baja resistencia a la helada.

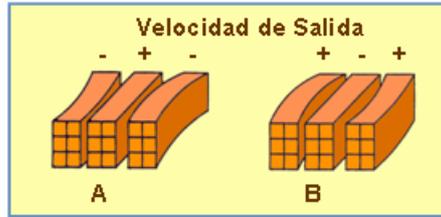
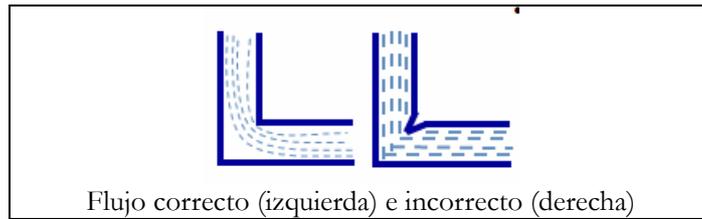


Figura 2-34: Flujo de la salida en la boquilla



Figura 2-35: Laminaciones sobre teja curva

- **Cortes del barro**, se deben a que la boquilla presenta cantos vivos, causado por un diseño incorrecto, que “cortan” el barro y favorecen la formación de microfisuras internas, véase figura 2-36. Cuando las piezas presentan varias hileras de perforaciones se debe procurar que no estén alineadas en dos hileras contiguas.



**Figura 2-36: Cantos en boquillas y flujo**

Con el fin de evitar los problemas anteriores se debe actuar de la siguiente forma:

- Utilizar una composición con porcentaje adecuado de partículas finas.
- Mantener un porcentaje de humedad adecuado y un tiempo suficiente de envejecimiento para tener una composición homogénea.
- Aplicar un vacío suficiente en la cámara de extrusión.
- Aplicar una velocidad de extrusión moderada.

### 2.3.3.2 Corte

La barra de arcilla que sale por la boquilla de la extrusora es cortada a longitudes determinadas, bien para dejar conformadas definitivamente las tejas curvas o bien para elaborar las preformas o galletas que se alimentan a las prensas cuando se fabrican tejas planas, mixtas o cualquier teja que tengan nervios, tacones o resaltes. El corte se realiza habitualmente mediante carros con cuchillas, cables o alambres que acompañan a la barra de arcilla a su misma velocidad de salida. El material sobrante de los recortes es recirculado a la fase de amasado y homogeneización para mezclarlo con las materias primas vírgenes.

### 2.3.3.3 Prensado

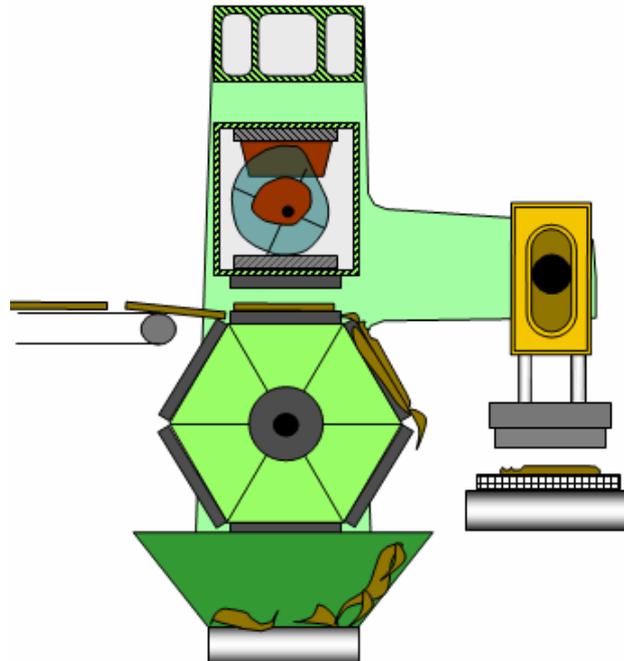
Las tejas con solapes y ensambles se conforman prensando las preformas o galletas extruídas y cortadas entre dos moldes en una prensa. Para efectuar el prensado, la arcilla debe ser suave para que fluya y rellene el molde, pero suficientemente firme para poder manipularlo, por eso ha debido ser previamente extruída.

Las prensas más comunes son rotatorias, disponen de un tambor giratorio con un eje horizontal, pudiendo ser pentagonales, hexagonales, u octogonales; cada cara tiene un molde inferior, mientras el molde superior va unido a un plato que baja, por la acción de una leva excéntrica, cada vez que una cara del tambor se sitúa en posición horizontal. La superficie de prensado puede tener uno o más moldes individuales. En la figura 2-37 se muestra un croquis de prensa hexagonal. En las diferentes posiciones se producen distintas actuaciones sucesivas:

- 1) Alimentación de la galleta, que se coloca en el molde inferior.
- 2) Compactación de la galleta mediante una presión controlada, la velocidad de bajada del molde superior se reduce al final de esta fase para limitar la deformación de la arcilla y las tensiones residuales.
- 3) Desbarbado del molde inferior mediante cuchillas situadas en un marco perimetral. El material de recorte es recirculado a la fase de amasado y homogeneización para mezclarlo con las materias primas vírgenes.
- 4) Retirada de la teja conformada del molde inferior mediante ventosas de succión y colocación de la misma sobre bandejas de secado.

Se precisa un diseño correcto de la teja, compatible con los moldes, los cuales siempre disponen de vacío, véase figura 2-38. Existe limitación en la presión de prensado para dar forma a la arcilla, así como en la velocidad de prensado. Los moldes pueden ser:

- Moldes de escayola.
- Moldes de acero.
- Moldes metálicos recubiertos por láminas de elastómero.



**Figura 2-37: Prensa automática hexagonal para la conformación de tejas**

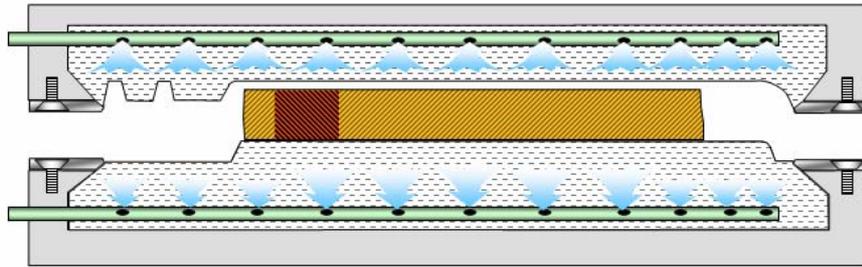


Figura 2-38: Molde para prensado de tejas

## 2.3.4 SECADO Y ACABADOS EN MONOCOCCIÓN

### 2.3.4.1 La humedad de las arcillas

Las arcillas son materiales higroscópicos. En consecuencia, el agua adsorbida sobre la superficie de las partículas, y parte del agua retenida entre las mismas depende de la temperatura y humedad del aire que está en contacto con ellas. En las arcillas se consideran cuatro tipos de agua:

- **Agua adsorbida**, es el primer tipo de agua que se pierde, por ser la menos atraída sobre las partículas, se encuentra en la superficie, en lugares con defectos cristalinos o en lugares donde están rotos los enlaces de la estructura. Suele estar presente en proporciones muy variables, generalmente proporcionales al área superficial de la arcilla.
- **Agua zeolítica**, es el siguiente tipo de agua que se pierde, entre 100 y 150 °C, se encuentra adsorbida dentro de la estructura, en cantidades bastante fijas. Este tipo de agua solo se encuentra en arcillas con canales en su estructura: paligorskita, sepiolita,...
- **Agua de enlace** o adsorbida entre láminas, se sitúa alrededor de los cationes interlaminares, es muy frecuente en el grupo de las esmectitas. Este tipo de agua se pierde entre 100 y 200 °C.
- **Agua estructural** o cristalina, se encuentra dentro de las láminas como unidades OH, está más firmemente enlazada a la estructura y son necesarias temperaturas superiores a 500 °C para liberarla.

Al contenido en agua de un sólido que está en equilibrio, con aire a una humedad y temperaturas dadas, se le denomina humedad de equilibrio. Por otro lado, la relación cuantitativa que existe entre la humedad de equilibrio,  $X_e$ , y la humedad relativa del aire que rodea al sólido húmedo a una temperatura dada,  $\Psi$ , recibe el nombre de

isoterma de equilibrio.

En la figura 2-39, el punto P representa un estado de humedad determinado de una arcilla o pieza cerámica en crudo, en contacto con aire a una humedad relativa y temperaturas dadas. La humedad libre es la humedad en exceso sobre la de equilibrio y es el agua que puede perder un sólido, cuando se mantiene en contacto un tiempo suficientemente prolongado con aire en condiciones constantes. Por tanto la humedad libre para el punto P vendrá por la diferencia de humedades entre los puntos P y el punto con coordenadas  $(\Psi, \tau_0)$ , siendo la humedad de equilibrio  $\tau_0$ .

Las isotermas que se obtienen para los minerales arcillosos suelen ser convexas hasta  $\Psi < 35\%$  y cóncavas para valores mayores. Según han sugerido algunos autores esto se debe a que el sólido retiene agua por adsorción en el primer intervalo, mientras que en el segundo intervalo retiene agua por capilaridad, véase figura 2-40.

El conocimiento de las isotermas de equilibrio de las piezas cerámicas (en crudo), es de gran interés para el proceso de fabricación, ya que permite prever la humedad mínima que pueden alcanzar éstas durante el secado (en el supuesto que se alcance el equilibrio), así como la cantidad máxima de agua que pueden reabsorber dichas piezas desde que salen del secadero hasta que entran al horno, siempre que se conozcan la humedad y la temperatura ambiental medias. Esta última información es importante pues, si las piezas se introducen excesivamente húmedas en el horno puede producirse graves defectos de fabricación. [Barba et al., 2002]

Las arcillas, cuanto más plásticas sean, más difíciles son de secar. Los silicatos trilaminares, como la montmorillonita o la illita, son más difíciles de secar que la caolinita, bilaminar., debido a que el agua queda adsorbida en los espacios interlaminares, y mientras más espacios de este tipo hayan, más difícil será extraer el agua.

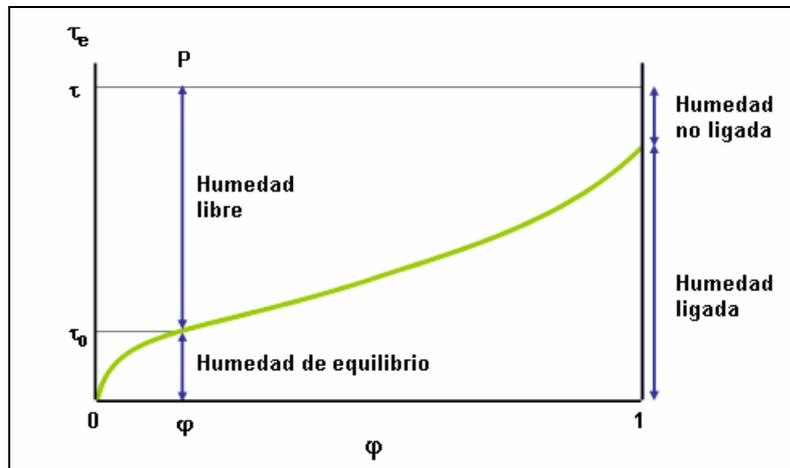


Figura 2-39: Isoterma de equilibrio, donde  $\Psi$  es la humedad del aire y  $\tau$  es la humedad de la arcilla

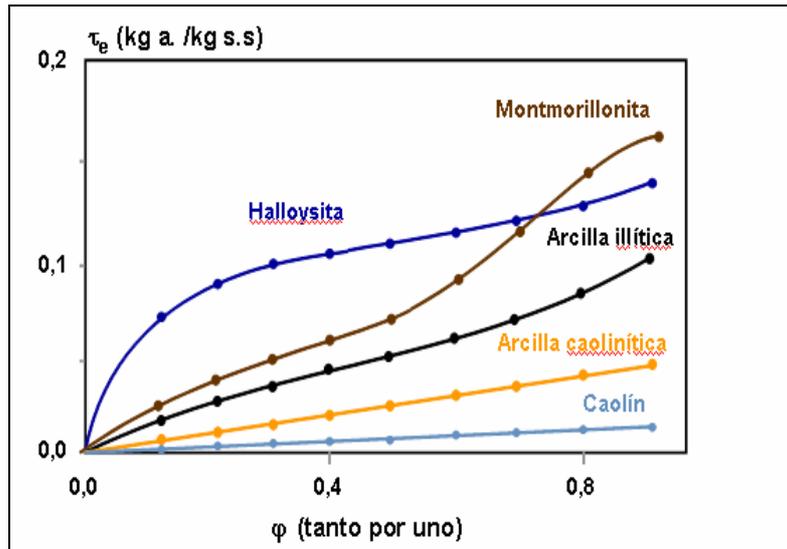


Figura 2-40: Isotermas de equilibrio para distintos tipos de arcilla

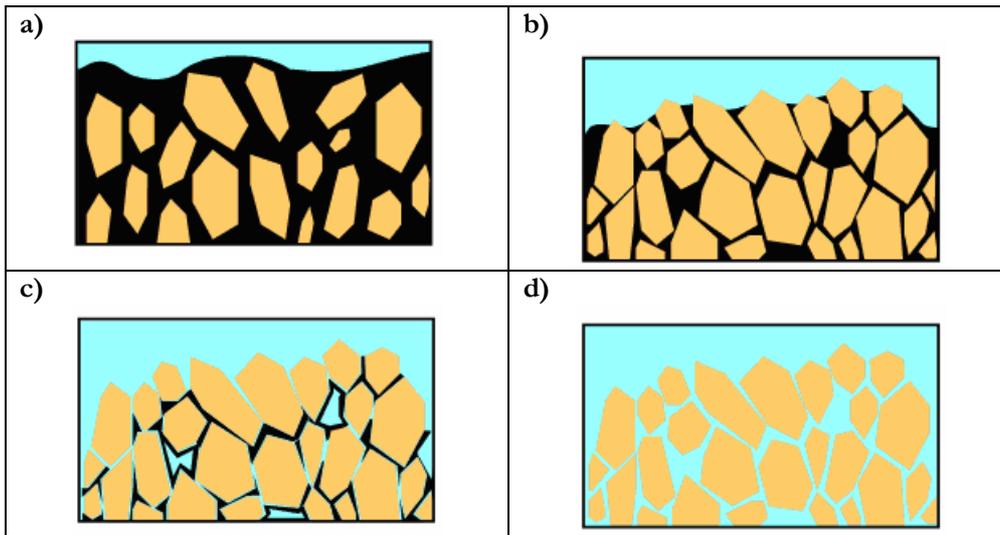
### 2.3.4.2 Secado de arcillas

El secado reduce el agua de las arcillas antes del proceso de cocción. No hay reacciones químicas reseñables ni procesos especiales en esta etapa, al contrario que en la cocción. Las razones que hacen importante la etapa de secado de las tejas en el proceso global de fabricación, son las siguientes:

- Es una etapa limitante en muchas plantas.
- Parte de los productos se desechan, tras haber sufrido todo el tratamiento de preparación de las materias primas y conformación.
- Las tejas se contraen durante el proceso de secado; esto puede causar distorsión y quiebre o rotura de las mismas.

A medida que se desarrolla el secado, el agua superficial eliminada es reemplazada por el agua proveniente del interior de la pieza. Debido a ello, las partículas se van acercando de modo que se produce una contracción que inicialmente —y cuando la humedad es aún suficientemente alta— es igual al volumen de agua eliminado, véase figura 2-41 a). Paulatinamente, las partículas van entrando en contacto unas con otras, siendo la velocidad de contracción menor que la velocidad con que se expulsa el agua. Cuando todas las partículas se hayan puesto en contacto, figura 2-41 b), se alcanza la contracción máxima. El punto correspondiente a dicha humedad se denomina humedad crítica (señalado en la figura 2-42 Curva de Bigot) y depende totalmente del material, debiéndose determinar para cada caso en concreto. Si el secado prosigue, el espacio situado entre las partículas deja de estar completamente ocupado por agua (figura 2-41 c). En este momento el secado es por flujo capilar y evaporación dentro

de los poros. Finalmente se llega a una situación en la que ya no es posible extraer más agua, pues se ha alcanzado el estado de equilibrio (figura 2-41 d).



**Figura 2-41: Contracción durante el secado en el interior de la arcilla**

La curva de Bigot, figura 2-42 representa la evolución de la contracción de secado en función de la pérdida de humedad. El punto de inflexión, se llama punto crítico. Si se prolongan los tramos de la curva de Bigot, que corresponden a la primera y segunda etapa de secado, se obtiene la humedad crítica, única para cada tipo de pasta. La importancia de esta humedad crítica es que debe ajustarse la primera etapa de secado para acercarse lo más posible al valor teórico a fin de evitar riesgos de grietas, por lo que es importante hacer la conformación con la mínima cantidad de agua. A medida que aumenta la contracción, más plástica es la arcilla y mayor es el riesgo de que se produzcan tensiones que originen fisuras en el secado.

Los factores que influyen en las condiciones de operación y sobre la velocidad de secado son los siguientes:

- Características del aire de secado:
  - o Temperatura
  - o Humedad relativa
  - o Dirección
  - o Velocidad
- Características de la pieza:
  - o Contenido en humedad
  - o Relación superficie a volumen. La evaporación es directamente proporcional a la superficie de secado.
  - o Microestructura: naturaleza del sólido, conformación,...

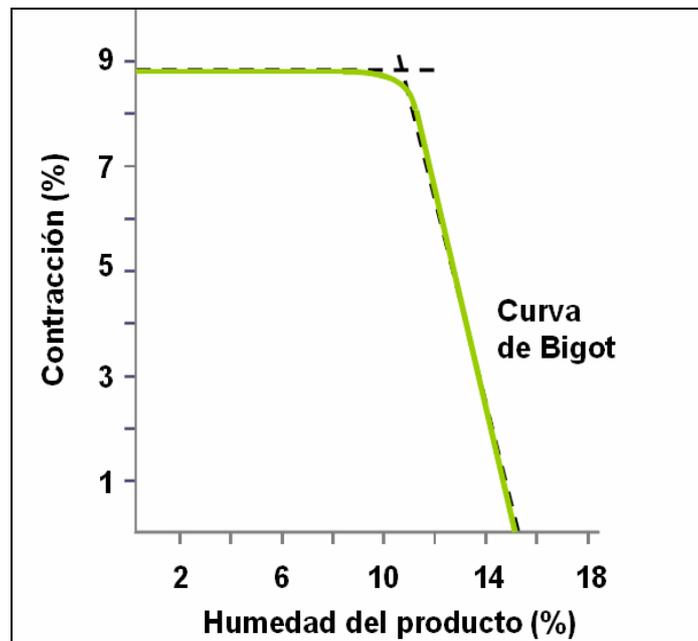


Figura 2-42: Curva de Bigot

El calor preciso para la evaporación del agua es proporcionado por el aire, cuyo aumento de temperatura hace aumentar el ritmo de secado, aunque el efecto de su temperatura no es tan importante como el de su velocidad. En la figura 2-43 se muestra la velocidad de evaporación del agua para un tipo de arcilla de uso cerámico, en condiciones normales de secado, a distintas temperaturas, en función de la humedad relativa del aire.

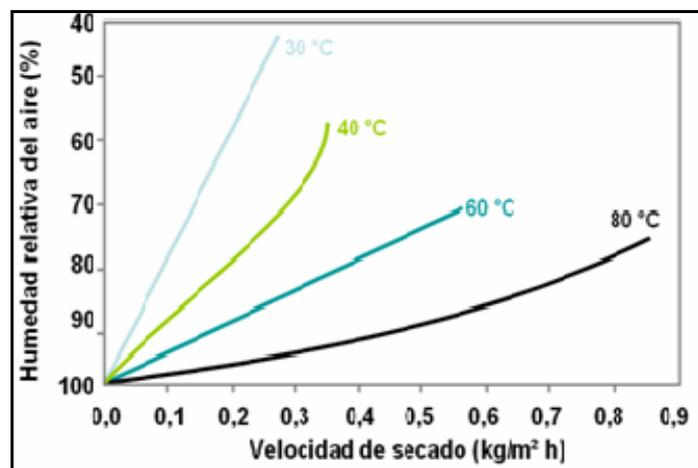


Figura 2-43: Influencia de la temperatura y humedad del aire sobre la velocidad de secado

La velocidad de secado se expresa como masa de agua evaporada por unidad de superficie en la unidad de tiempo,  $\text{kg}/\text{m}^2\text{h}$ . Según se observa en la figura 2-43, el secado se inicia en el origen, donde la humedad relativa es del 100 %, y se eleva hasta un punto máximo; dependiendo de la temperatura de secado, la velocidad será diferente. Cada tipo de arcilla presenta un comportamiento distinto en la etapa de secado, de ahí la importancia de conocer la mineralogía de la materia prima.

A medida que aumenta la velocidad del aire, disminuye el espesor de la capa límite, la resistencia se reduce y la velocidad de secado aumenta. En los secaderos industriales, la velocidad del aire es el factor más determinante del rendimiento del secado. Para condiciones de trabajo típicas, la velocidad de secado en la primera etapa es máxima porque toda el agua se halla en la superficie, sólo hay evaporación y la velocidad depende de la capa límite, que a su vez es función de la velocidad del aire.

Si se analiza la velocidad de secado de la arcilla en función de la velocidad de aire, se puede observar que si se trabaja en condiciones de operación, en que la velocidad de secado supera el valor de  $0,1 \text{ kg}/\text{m}^2\text{h}$  y esto independiente del valor de la humedad relativa ( $\bar{T}$ ), se obtendrá una influencia apreciable de la velocidad del aire sobre el secado, véase figura 2-44.

En las instalaciones industriales debe tenerse en consideración la dirección del aire en cada lugar y el efecto aerodinámico del aire a través de las distintas zonas de la teja, véase figura 2-45.

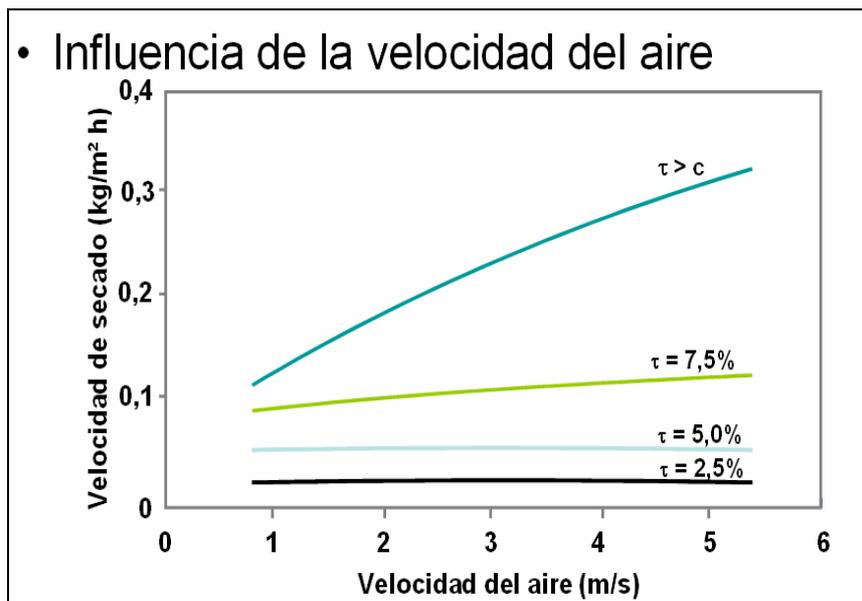


Figura 2-44: Influencia de la velocidad del aire sobre el secado

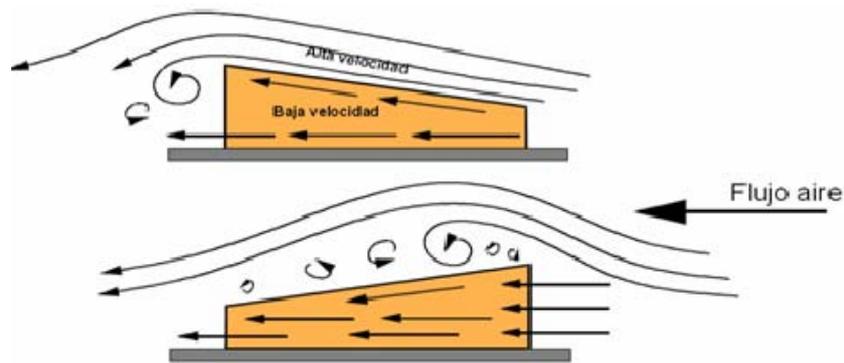


Figura 2-45: Efecto aerodinámico del flujo de aire a través de las tejas

### 2.3.4.3 Revenido

Puede ocurrir que se produzca una reabsorción de la humedad (revenido) y esto depende de los siguientes factores:

- La naturaleza del mineral de arcilla
- Temperatura y grado de humedad de la pieza seca
- Tiempo de permanencia fuera del secadero
- Estado higrométrico del aire en contacto con el material

Los valores típicos de reabsorción varían entre 0,5 y 3 % y las consecuencias más relevantes son:

- Problemas en la etapa de precalentamiento en cocción, sobre todo si se trata de cocción rápida, que producen defectos como desconchados, exfoliaciones y corazón negro.
- Disminución de la resistencia mecánica del material seco, lo que conlleva roturas, caída del material durante la manipulación de carga, etc.
- Gasto inútil de energía, ya que la última etapa de secado es la que precisa mayor aportación de energía.

### 2.3.4.4 Sensibilidad y defectos de secado

La sensibilidad al secado ( $T_b$ ) sirve para evaluar el riesgo de aparición de fisuras durante el secado y se mide como el cociente entre la contracción de secado (%) y el tiempo hasta que se obtiene la primera grieta. En la tabla 2-10 se muestra el grado de sensibilidad según el valor del coeficiente anterior. Valores típicos de esta sensibilidad para algunas arcillas son los siguientes:

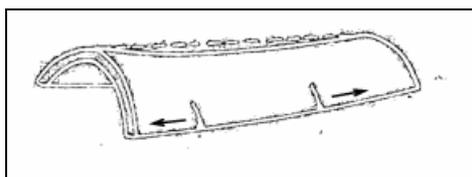
- Caolín  $T_b = 0,25$
- Arcilla illítica  $T_b = 0,88$
- Bentonita  $T_b = 5,07$

**Tabla 2-10: Sensibilidad al secado Tb**

<b>Tb = Contracción secado / Tiempo</b>	<b>Grado de sensibilidad</b>
> 2,0	Extremadamente sensible
2,0 – 1,4	Muy sensible
1,4 – 0,9	Bastante sensible
0,9 – 0,5	Algo sensible
0,5 - 0,2	Apenas sensible
< 0,2	Insensible

Las **fisuras de secado** son aquellas que se producen por las desigualdades del secado en las piezas, se deben a materias primas de baja plasticidad y se producen en la primera etapa de secado. Existe un gradiente de humedad entre el centro de la pieza y la superficie, cuanto mayor sea éste mayores resultan las diferencias de contracción entre dos puntos, ello conlleva tensiones que si superan las fuerzas de cohesión provocará las fisuras, su aparición puede estar favorecida por la existencia de tensiones surgidas durante la etapa de conformación, véase figura 2-46. [Xavier Elías, 2001] Las fisuras de secado son de dos tipos:

- Fisuras exteriores
- Fisuras interiores



**Figura 2-46: Fisuras exteriores de secado**

Muchos de los defectos que se ponen de manifiesto a la salida del secadero tienen su origen en anteriores etapas del proceso y no tienen que ver con la etapa de secado propiamente. Es el caso de las microfisuras producidas por una mala homogeneización de la pasta y que origina defectos locales distintos: más contracción donde había más humedad.

Se puede producir la quiebra de la teja, también denominada craqueo o, simplemente, rotura si el contenido de agua es grande y la velocidad de secado elevada. En la figura 2-47 se aprecia cuál es la zona más delicada del proceso de secado, en función del tiempo de secado y el porcentaje de agua retenido.

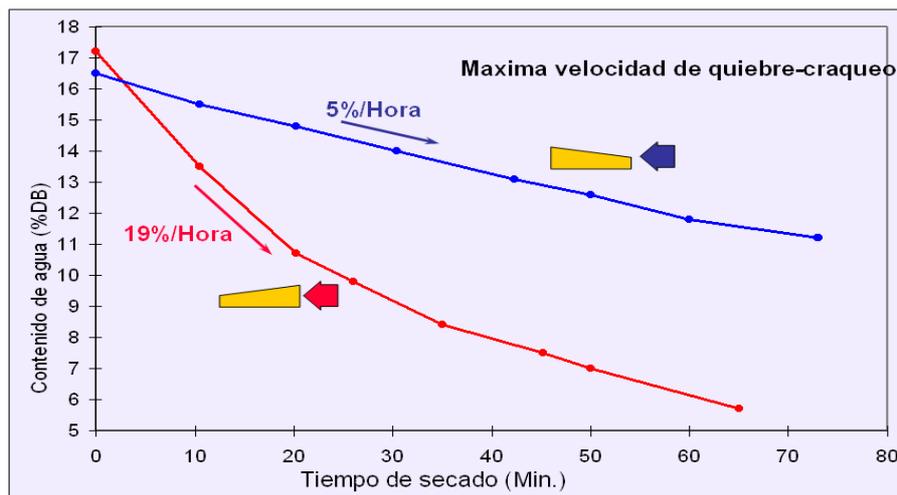


Figura 2-47: Riesgo de quiebre durante el secado

### 2.3.4.5 Secaderos industriales de arcillas

Existen dos tipos principales de secaderos industriales de arcilla: tipo cámara, que es intermitente y tipo túnel continuo. La inversión mayor está en el secadero tipo túnel porque necesita en cada zona ventiladores, quemadores, control de flujo del aire y puertas. En el secadero tipo cámara, el consumo de energía es mayor que en el tipo túnel y más difícil de controlar la salida del calor.

Características de los secaderos tipo cámara:

- Funcionamiento: los productos se cargan en los secaderos, las puertas se cierran y comienza el ciclo de secado.
- Los secaderos tipo cámara son muy flexibles, porque permiten tener diferentes condiciones de secado y por tanto utilizan diferentes modelos de secado y tratan diversos tipos de productos.

Características de los secaderos tipo túnel:

- Funcionamiento: los productos se cargan en carros o cintas transportadores y pasan a través del túnel, con zonas controladas. El tiempo de permanencia en el túnel puede ser de 3 a 48 horas.
- El consumo de energía es óptimo porque hay bajas pérdidas y se puede hacer un uso eficiente de los flujos de energía recuperada del horno.
- Menos flexibilidad de utilización, pues debe estar constantemente alimentado.

Con independencia del tipo de secadero, las tejas se colocan en soportes, diseñados con los puntos de apoyo adecuados para evitar deformaciones. Las bandejas se llevan al interior del secadero y se controla el flujo de aire a través de los distintos carros que sostienen las bandejas con tejas. Interesa que la velocidad del aire sea igual en toda la

zona donde se encuentran las tejas, para lo que se pueden instalar deflectores adicionales, colocados de manera uniforme dentro de la cámara de secado, en la zona de alimentación del aire.

#### **2.3.4.6 Adición de acabados superficiales**

Para mejorar o modificar la apariencia del producto, minimizar la variabilidad, mejorar la presentación, diferenciar productos de otros competidores o simular características naturales se puede aplicar, opcionalmente, un acabado de superficie, que puede ser engobado o esmaltado, según sea el producto utilizado.

Los acabados superficiales pueden aplicarse en diferentes fases del proceso:

- En verde, tras la conformación de la teja, antes del secado.
- En seco, sobre las tejas salidas del secadero.
- En cocido, lo que exige una nueva cocción (proceso bicocción).

Los dos primeros casos, en verde y en seco, se tratan a continuación debido a que el tercer caso es distinto porque exige un proceso de bicocción.

Los engobes o esmaltes, que cambian la apariencia de una teja, véase figura 2-48, exigen sólo una cocción del conjunto (monococción), la cual hace que se refunda el vidrio sobre la superficie de la teja, se eliminan gases que se producen en esta etapa y se evita la formación de materiales tóxicos como el plomo. La densidad se puede corregir durante el proceso, no así la viscosidad, por lo que se añaden algunos aditivos orgánicos a la mezcla para controlarla.

Las ventajas de aplicar aditivos a los engobes o esmaltes, son las siguientes:

- Regular la viscosidad de la suspensión líquida.
- Permite obtener la reología requerida.
- Optimiza la concentración de sólidos.
- Previene la sedimentación y la consecuente modificación de las cantidades y propiedades de la mezcla.
- Mejora la calidad de la superficie de engobado o esmaltado.
- Incrementa la resistencia del engobado o esmaltado frente a la abrasión en las etapas previas a la cocción.
- Mejora las fuerzas de adherencia entre el cuerpo de la teja y el engobe o esmalte.

La desventaja es que el tiempo del proceso puede incrementarse.

La aplicación de los esmaltes o engobes se realiza de modo superficial, utilizando elementos como campanas, aplicadores giratorios, tales como rodillos o pulverizadores con o sin aire de impulsión, véase figura 2-49.

Las tejas con capas de engobe en polvo y engobe en líquido pueden aumentar su sensibilidad a las heladas y sufrir problemas de heladicidad a la intemperie, apareciendo en una capa de profundidad de 200 a 400  $\mu\text{m}$  bajo la superficie de la teja. Las tejas que tienen solamente engobado no presentan estos problemas tan acusados y lo mismo ocurre las que se recubren con una capa de engobe en polvo. Lo mismo ocurre cuando a la teja se le aplica tratamientos adicionales después de la primera cocción. Se puede reducir el problema disminuyendo la cantidad de engobe en polvo que se agrega, intentando sea una capa muy delgada. Cuando la capa de engobado se funde a baja temperatura el problema de la heladicidad es mayor.

## **2.3.5 COCCIÓN**

### **2.3.5.1 Reacciones y cambios producidos durante la cocción**

La cocción es un proceso termoquímico irreversible en el cual la arcilla se transforma en una cerámica dura, siendo responsable de la resistencia y durabilidad, color del producto y otras propiedades del mismo. Las arcillas desprenden gases durante el proceso de cocción y algunos cambios físicos pueden causar deformación, roturas y decoloración de la teja en proceso de formación. La mayor parte de las reacciones producen la pérdida de agua o de gases, por lo que se produce pérdida de masa del sólido.

Durante el proceso de cocción de las arcillas se producen un conjunto de cambios físicos y químicos que alteran la naturaleza y propiedades del material. A su vez, las transformaciones que no alteran la composición química pueden ser, fundamentalmente, de tres tipos [Barba et al, 2002]:

- Cambios alotrópicos o de inversión. Estas reacciones implican pequeñas variaciones estructurales, pero sin ruptura ni formación de nuevos enlaces químicos. El cuarzo es el mineral en el que mejor puede apreciarse este tipo de transformaciones, presentando una reacción de inversión muy brusca a los 573 °C.
- Sinterización. Es el proceso mediante el cual un sistema de partículas individuales o un cuerpo poroso modifica algunas propiedades evolucionando hacia un estado de máxima compacidad.
- Cambios de estado sólido-líquido y líquido-gas.



Figura 2-48: Tejas con aplicación de engobes y de esmaltes

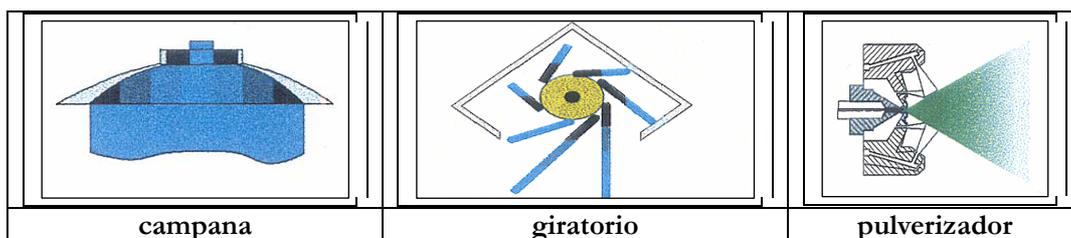


Figura 2-49: Aplicadores de esmaltes y engobes

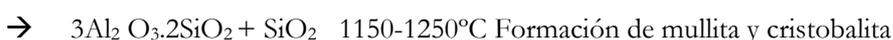
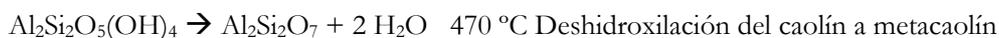
Los principales cambios químicos son los siguientes:

- Pérdida de agua, tanto de la adsorbida en la estructura (zeolítica) como de la interlaminar o de enlace.
- Oxidación de los componentes orgánicos.
- Deshidratación de los minerales arcillosos, perdiendo el agua estructural o cristalina, como la transformación de caolín a metacaolín.
- Descomposición de sales, como sulfatos, cloratos, nitratos, etc.
- Descomposición de carbonatos tales como la caliza y la dolomita.
- Oxidación de componentes de hierro y otros metales.
- Reacciones en las fases sólidas, con cambios de las estructuras minerales de la arcilla.
- Reacciones en las fases líquidas y formación de la solución vítrea, incluyendo las reacciones de sustitución que cambian la coloración.
- Formación de nuevas fases cristalinas.

Las reacciones que se producen son muy complejas, a causa de:

- La diversidad de componentes de la arcilla.
- Los productos de unas reacciones afectan a las otras, especialmente, cuando se generan fases líquidas.
- La influencia de la atmósfera, la composición de los gases de combustión y su carácter más o menos oxidante.

Incluso en el caso de la cocción del caolín, del que existen yacimientos de este mineral prácticamente puro, los diversos investigadores no se ponen de acuerdo sobre las reacciones producidas, aunque existe un consenso en la formación de mullita, con los siguientes pasos [Barba et al.2002]:



A medida que aumenta la temperatura, las principales reacciones que se producen se recogen en la tabla 2-11.

Las principales propiedades cerámicas se obtienen durante la cocción hasta que la arcilla llegue a la máxima temperatura en el horno, que como regla general supera los 900 °C. A esta temperatura, algunos componentes que funden a baja temperatura existen en la forma de una fase vítrea fundida, que hace el material más refractario. Este proceso basado en el calor se llama **vitrificación**. Distintos minerales arcillosos y mezclas de arcilla, arena, caliza, etc. vitrifican a distintas velocidades. El objetivo es que

la vitrificación sea suficientemente larga en el tiempo para que se obtengan las propiedades que son necesarias para el producto deseado.

**Tabla 2-11: Principales cambios producidos durante la cocción**

T (°C)	Componente	Evento
> 100	Agua	Pérdida del agua zeolítica
150-200	Agua	Pérdida del agua de enlace interlaminar
> 100	Carbono	Pérdida de material orgánico
≈ 400	Carbono	Pérdida de volátiles
400-680	Arcilla	Deshidroxilación (perdida del agua cristalina): da lugar a “fases amorfas”, estructuras más desordenadas, que no llegan a fundir ni recristalizar Illita 400-500 °C Caolinita 450-600 °C
573	Cuarzo	Transformación β-α
≈ 400	Carbono	Combustión de materiales orgánicos: $C + O_2 \rightarrow CO_2$
400-900	Azufre	Descomposición de minerales de azufre: $S + O_2 \rightarrow SO_2$ $FeS_2 + O_2 \rightarrow FeS + SO_2$ 350-450 °C $4FeS + 7O_2 \rightarrow 2Fe_2O_3 + 4SO_2$ 500-800 °C
800-900	Carbonatos	Descomposición: $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$ 600-1.050 °C $MgCO_3 \rightarrow MgO + CO_2$ 400-900 °C $4FeCO_3 + O_2 \rightarrow 2Fe_2O_3 + 4CO_2$ >800 °C
> 900	Minerales	Cambios estructurales. Formación de fases líquidas, formación de eutécticos que producen fases vítreas por debajo de 900 °C y disuelven otros materiales. Combinación de hierro con aluminosilicatos, que cambian el color. Recombinación y cristalización de nuevas fases cristalinas: mullita $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ , wollastonita $CaSiO_3$ , anortita $CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ , gehlenita $2CaO \cdot Al_2O_3 \cdot SiO_2$ , etc. Nota: las fases líquidas, al enfriarse, originan fases vítreas sino tienen las condiciones para reorganizarse en estructuras cristalinas
≈ 1.150	Feldespatos	Fusión de los feldespatos
≈ 1.200	Yeso	Descomposición: $CaSO_4 \rightarrow CaO + SO_3$

Como resumen, en la figura 2-50 se recoge la intensidad de las reacciones en función de la temperatura.

Los cambios físicos y químicos (fusiones, cambios alotrópicos, cambios de estructura del silicio) producen cambios dimensionales, que se miden mediante la técnica de la dilatometría.

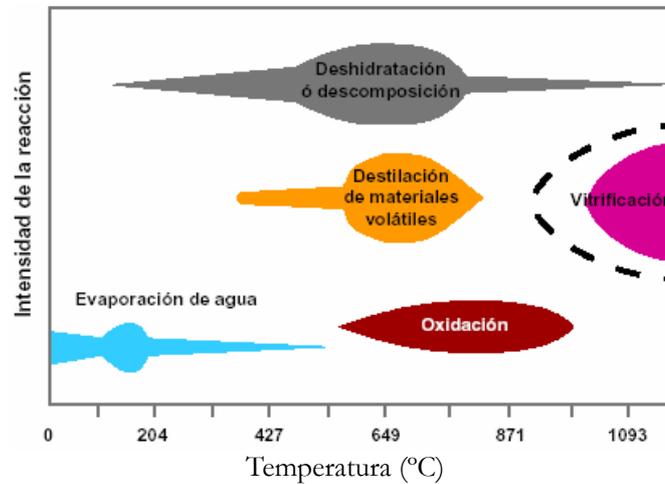


Figura 2-50: Reacciones de las arcillas durante la cocción

### 2.3.5.2 Hornos de cocción

Existen varios tipos de horno, atendiendo a si el proceso es continuo o no y a la forma de soportar las tejas en su interior:

- **Cámara** de cocción en discontinuo, en la que se controla el ciclo de cocción, mediante la regulación de la temperatura en función del tiempo. Según el modo de soportar las tejas, las cámaras más habituales son:
  - o N, tejas colocadas en paquetes compactos con poca separación entre ellas y con número limitado de tejas.
  - o U-cassettes, tejas colocadas en cajas de material refractario.
- **Túnel**, de funcionamiento en continuo, se controla el ciclo de cocción mediante la regulación de la temperatura en las distintas zonas por las que pasa el material. Existen varios subtipos, según el modo de soporte y avance de las tejas:
  - o N, paquetes compactos de tejas.
  - o U-cassettes con cajas para un número limitado de tejas, que se van apilando verticalmente.
  - o H-cassettes que sirven de soporte individual a cada una de las tejas, véase figura 2-51, son los más avanzados tecnológicamente pues permiten

- mayores temperaturas evitando las deformaciones.
- Monoestrato, donde las tejas van sobre rodillos, todas a la misma altura, utilizados sobre todo en la segunda cocción de los procesos de bicocción.



**Figura 2-51: Vagón de horno tipo túnel con H-cassettes como soporte de tejas**

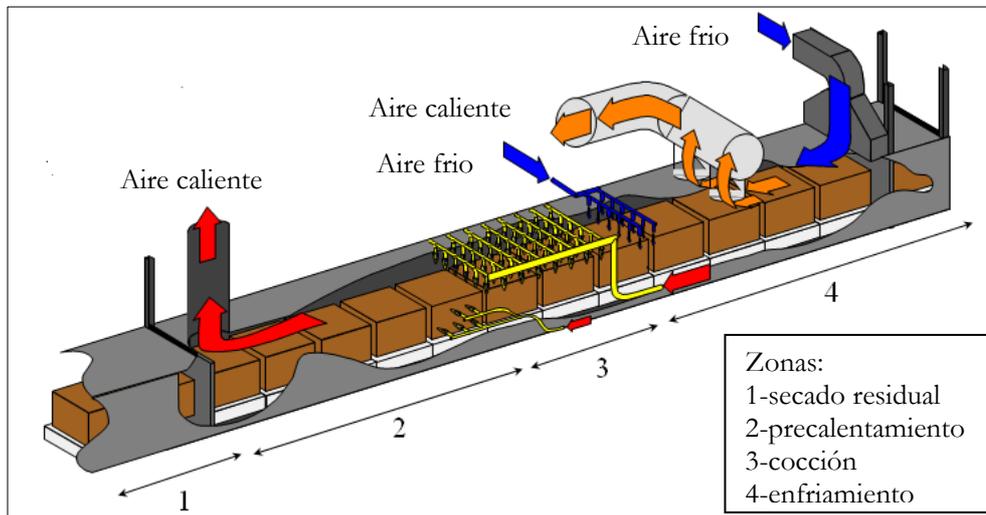
Con el fin de obtener un calentamiento y enfriamiento uniformes y graduados, los productos deben ser sometidos a un perfil específico de temperaturas, asegurando que la atmósfera que rodea a los productos es adecuada para conseguir las propiedades físicas y estéticas que se han definidos.

Los hornos túnel son los más utilizados. La figura 2-52 muestra un esquema de un horno tipo túnel con sus 4 zonas y se describe su funcionamiento, con los flujos en contracorriente de aire y de tejas:

- Secado residual
- Pre calentamiento
- Cocción
- Enfriamiento

El perfil de temperaturas dentro del horno va en función de su longitud, tal como se puede observar en la figura 2-53. Los principales intercambios de calor son producidos por convección forzada y radiación y evolucionan en función de la longitud del horno. La variación de temperatura dentro del horno tiene importancia por el hecho de que, si la misma no está ajustada a las condiciones de operación

prefijadas, desde la etapa de precalentamiento hasta el enfriamiento, puede verse afectada la calidad de los productos finales. Por su parte la presión, variable de operación fundamental del horno junto a la temperatura, presenta un gradiente a lo largo de éste que depende de los flujos de entrada y salida de aire y gases de combustión. El flujo de aire se debe a tres causas: el aire caliente sube, el aire se mueve desde las zonas con alta presión a las zonas de baja presión, y además el aire se moverá hacia aquellos sitios donde haya menos resistencia a su paso.



**Figura 2-52: Horno túnel**

A fin de controlar la presión en las distintas zonas y la circulación del aire se pueden establecer las siguientes medidas:

- Asegurar correctamente los sellados de las puertas del horno, que estén suficientemente apretados y colocar sellos de goma, para que se mantengan en buenas condiciones.
- Asegurar que los sellos (de arena, agua, etc.) entre vagones y paredes se mantengan llenos y mantener todos los sellos del horno de la mejor forma posible.
- Aplicar succión bajo los carros con el fin de reducir la diferencia de presión.

El control del perfil de temperaturas en la zona de enfriamiento tiene un efecto directo sobre la energía consumida y la calidad de los productos que se obtienen (fisuras debidas a las transformaciones del cuarzo y corazón negro). Es primordial en esta etapa:

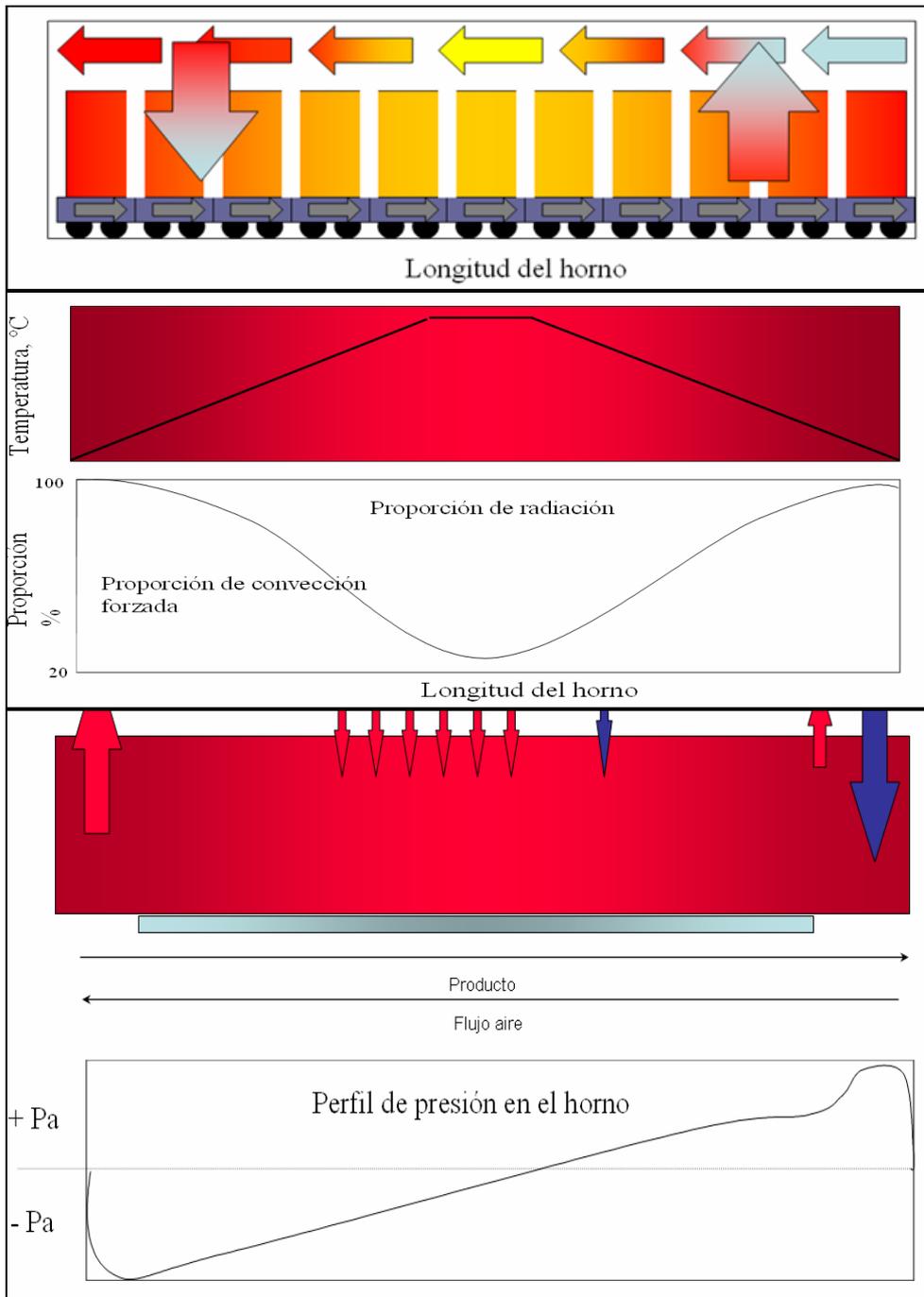


Figura 2-53: Perfiles de temperatura y presión a lo largo del horno

- Evitar fluctuaciones en los gradientes de temperatura al enfriar el aire.
- Mantener un flujo de aire constante a través de la zona de enfriamiento para maximizar el flujo en contracorriente de aire en la zona final del horno. La velocidad de enfriamiento está directamente influenciada por la masa de aire que fluye a través del horno:
  - o Un flujo suave de aire implica velocidad lenta de enfriamiento.
  - o Un flujo fuerte de aire implica velocidad de enfriamiento rápida.
- Reducir el caudal de aire dirigido a la zona de cocción.
- Evitar los pequeños volúmenes de aire que aún se encuentran a alta temperatura y en consecuencia contienen gran cantidad de energía.

Un buen funcionamiento del horno asegura la calidad del producto, es decir, los perfiles de temperatura, el consumo de energía específica y los balances de energía y materia, evitando:

- Estratificación térmica en el precalentamiento.
- Inadecuado calor de entrada.
- Grandes variaciones de temperatura, en todas las zonas y, especialmente, en la de enfriamiento.
- Falsos escapes del aire.

### 2.3.5.3 Propiedades relacionadas con la cocción

El proceso de cocción es responsable de las propiedades de la arcilla cocida, entre las que se incluyen:

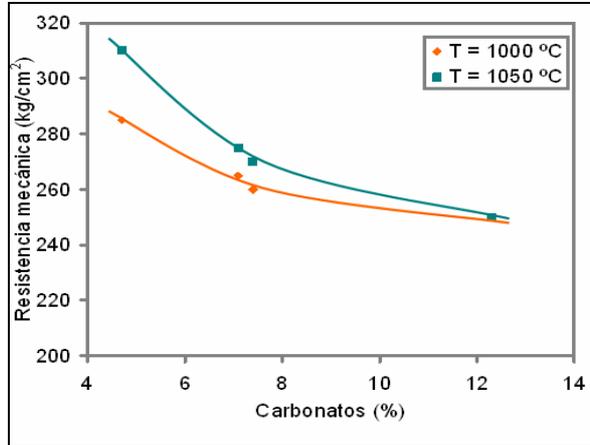
1. Resistencia mecánica
2. Porosidad
3. Adsorción de agua
4. Contracción
5. Color, producto de los efectos de la presencia de carbonatos
6. Expansión por humedad
7. Resistencia a la helada (se tratará en el capítulo correspondiente)

**1. Resistencia mecánica.** Las propiedades mecánicas, traducidas en la resistencia de los productos cocidos, dependen de factores como:

- Las fuerzas de cohesión atómicas, que son función de las fases presentes.
- La porosidad y la distribución de poros del material obtenido.
- La grietas originadas en el proceso de fabricación.

Estos factores se derivan de las características de la pasta, del proceso de conformación y del tratamiento térmico al cual se ha sometido.

La resistencia mecánica de los productos depende fundamentalmente de la temperatura de cocción y del contenido en carbonatos en la mezcla. Cuando aumenta el porcentaje de carbonatos, la resistencia mecánica disminuye y la temperatura de proceso deja de tener influencia sobre la resistencia mecánica, véase figura 2-54. Cuando existe una presencia de alrededor de un 12 % de carbonatos en la mezcla, se forman fases cristalinas cálcicas, que producen un aumento de la resistencia mecánica, con independencia de la temperatura de cocción.



**Figura 2-54: Influencia de la temperatura de cocción y de los carbonatos en la resistencia**

**2. Porosidad.** La porosidad del producto viene determinada por la naturaleza de la arcilla, su conformación y evolución de la temperatura de cocción, siendo los principales factores que afectan a la porosidad los siguientes:

- Conformación de la pieza: porosidad en crudo.
- Factores que afectan durante la cocción antes de la formación de la fase líquida, los cuales tienden a aumentar la porosidad:
  - o Deshidroxilación de las arcillas.
  - o Descomposición de los carbonatos.
  - o Descomposición de la materia orgánica.
  - o Otras pérdidas por calcinación y fenómenos de contracción y expansión.
- Factores que afectan una vez formada la fase líquida, los cuales tienden a disminuir la porosidad:
  - o Fusión y sinterización.
  - o Formación de fases cristalinas estables a altas temperaturas.

Generalmente, al aumentar la temperatura, disminuye la porosidad, así como el tamaño medio de los poros, tal como puede comprobarse en la figura 2-55 que muestra la medida de la distribución de poros mediante porosimetría de mercurio para diferentes temperaturas de cocción. En algunos casos este hecho se aprecia mucho más por tener las arcillas una composición que facilita la formación de fases líquidas y

cocerse a temperaturas más altas, mientras que, cuando tienen un alto contenido en carbonato, el efecto de la temperatura sobre la porosidad puede ser el contrario.

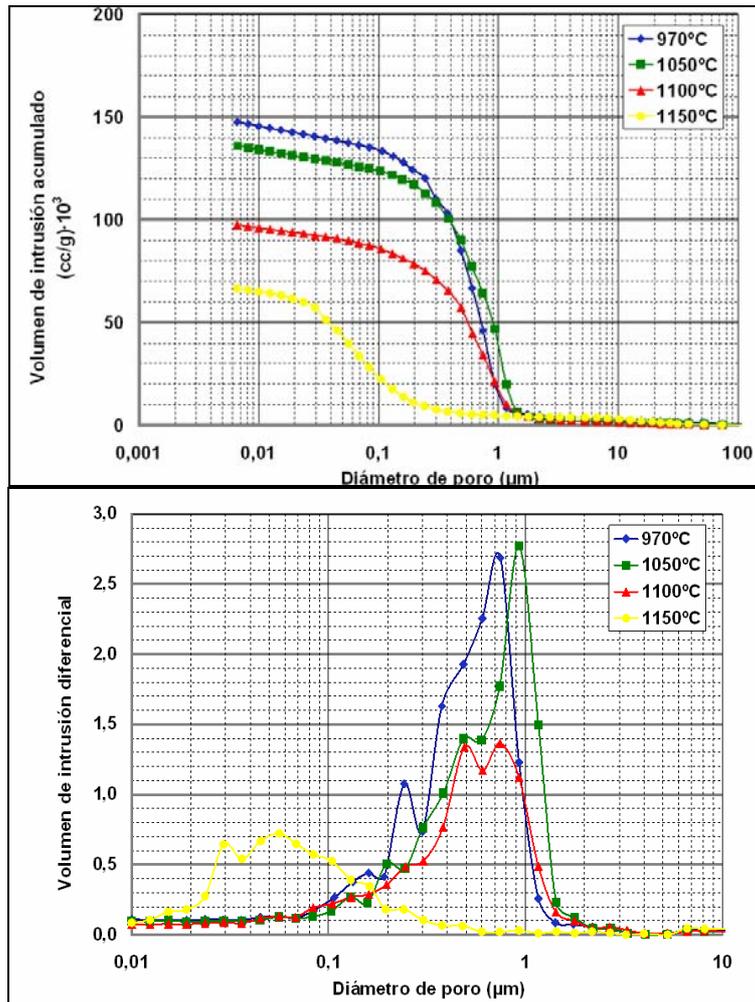


Figura 2-55: Distribución del tamaño de poro en función de la temperatura

**3. Adsorción de agua.** Si se mide la adsorción de agua en función de la temperatura, se puede observar que, en general, disminuye cuando la temperatura aumenta, lo que se debe a la sinterización, véase figura 2-56 que muestra la evolución con la temperatura de la adsorción de agua y de la contracción. Sin embargo, la adsorción de agua, generalmente, permanece invariable cuando se superan determinadas temperaturas de cocción, lo que implica que, a temperaturas suficientemente altas, no se forman más fases líquidas.

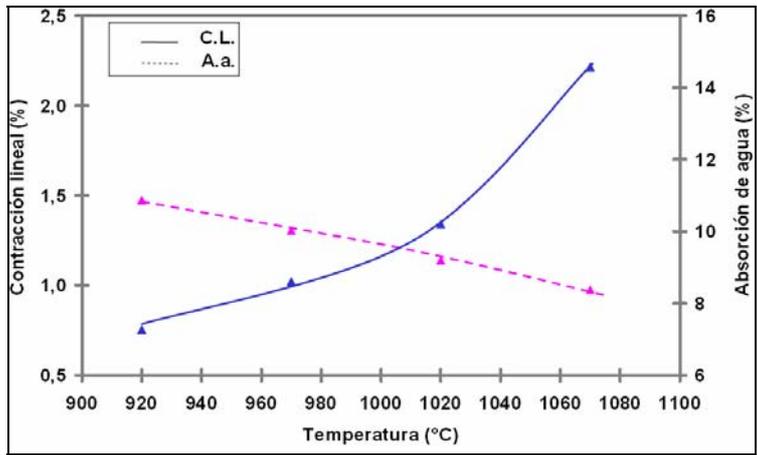


Figura 2-56: Evolución de la adsorción de agua con la temperatura

La caolinita cocida, y ésta en presencia de materia orgánica, tienen una adsorción mayor que la illita y la montmorillonita, ya que estos dos filosilicatos presentan agua interlamilar dentro de su estructura, estando la illita parcialmente hidratada y la montmorillonita hidratada por naturaleza. La mezcla de illita con carbonatos presenta mayor adsorción que la illita sola o con cuarzo, debido a la descomposición de éstos, véase figura 2-57. En la figura 2-58 se muestra la evolución de la adsorción en función de la proporción de carbonatos.

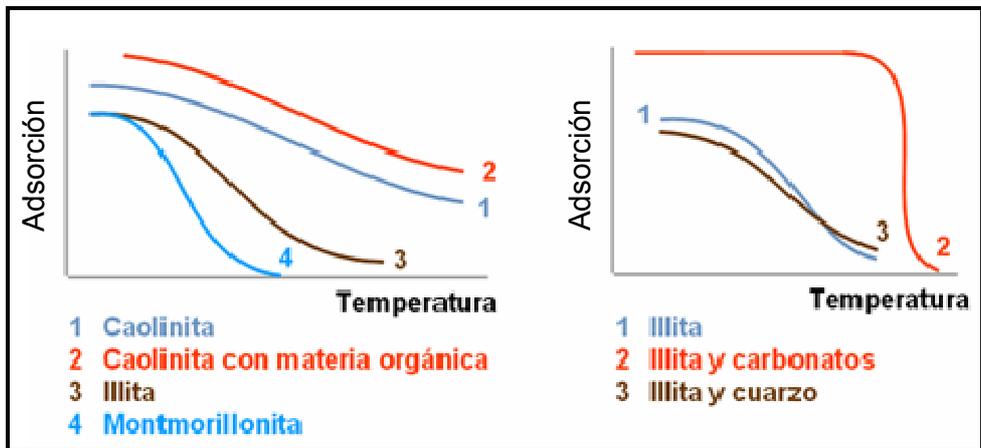


Figura 2-57: Influencia de la temperatura y la naturaleza del material sobre la adsorción de agua

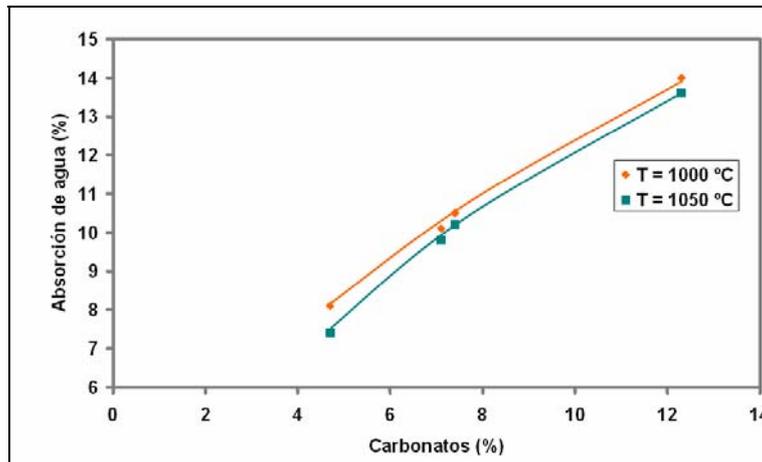


Figura 2-58: Evolución de la adsorción con el contenido en carbonatos

**4. Contracción.** En general, la contracción lineal aumenta según se eleva la temperatura de cocción por la compacidad que se adquiere con la temperatura, provocada por todos los cambios físicos y químicos que se han citado anteriormente. La contracción lineal también aumenta cuando:

- La porosidad abierta ( $\epsilon_a$ ) en crudo es elevada.
- La pérdida por calcinación (PPC) es elevada.

Cuando a una arcilla se le añade cuarzo, la contracción lineal de la mezcla disminuye. En la figura 2-59 se muestra la evolución de la contracción lineal en función de la temperatura en el caso de la illita y de la illita con cuarzo.

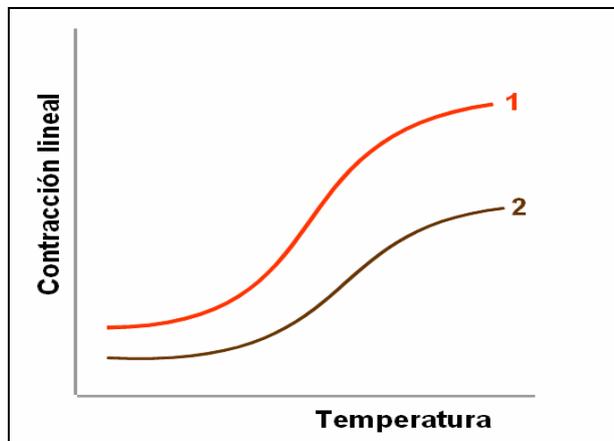


Figura 2-59: Evolución de la contracción con la temperatura (1 Illita, 2 Illita y cuarzo)

La presencia de carbonatos influye sobre el comportamiento de la mezcla durante el proceso de cocción, teniendo mayor de influencia cuanto mayor sea la temperatura. En la figura 2-60 se aprecia cómo disminuyen la contracción y la densidad aparente según aumenta el contenido en carbonatos.

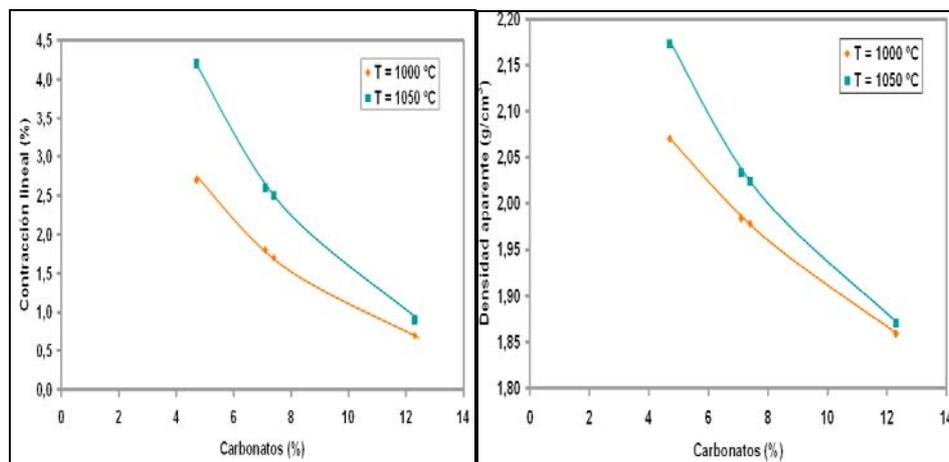


Figura 2-60: Influencia del contenido en carbonatos sobre la contracción y la densidad aparente

**5. Color.** El color rojo de la arcilla cocida se debe a la presencia de óxido de hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) obtenido en los procesos de oxidación del hierro contenido en las materias primas, que ocurren durante la cocción. A bajas temperaturas aparece el color naranja, oscureciendo a marrón a altas temperaturas, debido a la existencia de distintos compuestos de hierro que confieren variados colores a las tejas. Se caracterizan por el tipo de estructura cristalográfica y por las temperaturas a las que son estables, véase tabla 2-12.

Tabla 2-12: Influencia de la concentración de óxidos sobre el color

Compuesto	Fórmula	Color	Características
Goetita (limonita)	$\alpha\text{-FeOOH}$	amarillento	agujas
Lepidocrita	$\beta\text{-FeOOH}$	naranja	escamas
Hematites	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	900 °C rojo	láminas hexagonales
		1.000 °C violeta	
		1.100 °C gris	
Magnetita	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	negro	cristales cúbicos
Pirita	$\text{Fe}_2\text{S}$	gris oscuro	cristales cúbicos

La coloración que tenga la teja resultante del proceso de fabricación dependerá de la concentración de óxidos colorantes presentes en la mezcla. En la figura 2-61 se puede observar cómo influye el color que se obtiene dependiendo de los óxidos metálicos presentes, considerando  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{TiO}_2$ .

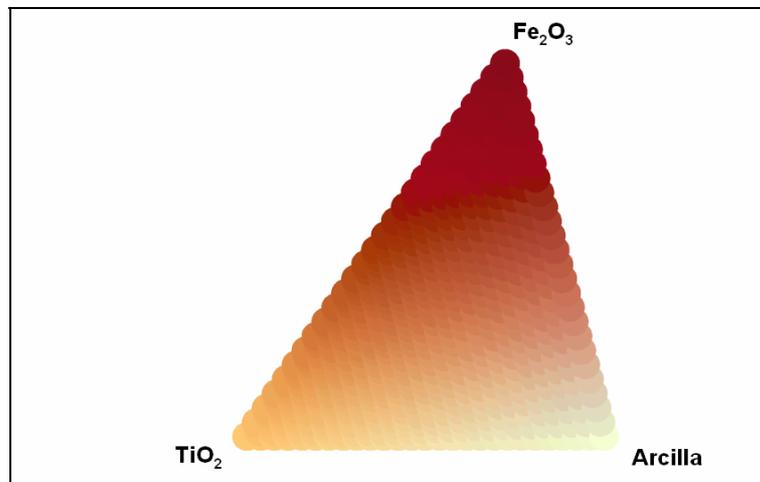


Figura 2-61: Influencia de la concentración de óxidos metálicos sobre el color

Otros factores que influyen en el color de cocción de las arcillas son:

- Estado de oxidación de los elementos cromóforos.
- Especies mineralógicas presentes.
- Fase vítrea, si existe.
- Composición química de las tejas.
- Tamaño de las partículas.

La evolución de la temperatura de cocción, la atmósfera a la que se desarrolla el proceso y la temperatura de enfriamiento afectan al color del material obtenido, debido a los diversos procesos físico-químicos que ocurren en la cocción.

- 1) Cuando la temperatura es inferior a los  $1.000\text{ }^\circ\text{C}$ , existen reacciones de:
  - o Deshidroxilación de las arcillas.
  - o Oxidación de la materia orgánica.
  - o Reducción del óxido de hierro (hematites) presente en la mezcla.El efecto de estos procesos puede ser la formación de “corazón negro” en el producto final.
- 2) En el intervalo de temperaturas entre  $1.000$  y  $1.100\text{ }^\circ\text{C}$  ocurren otros fenómenos que son:

- Formación de los primeros eutécticos.
- Formación de mullita secundaria.
- Descomposición térmica del óxido de hierro.
- Formación de silicoaluminatos cálcicos.
- Difusión de los elementos cromóforos.

Los efectos sobre el producto se traducen en:

- Aumento de la relación Fe(II) / Fe(III), por reducción.
- Inclusión del hierro en las fases cálcicas, por eso, de existir fases cálcicas:
  - Al aumentar el contenido de carbonatos se obtienen colores más claros para igual contenido de hierro.
  - Al aumentar la temperatura se obtienen colores más claros para el mismo contenido de hierro y de carbonatos.
  - Obtención de tejas “paja” con contenido en carbonatos > 20%.

3) A temperaturas superiores a 1.100 °C los procesos que ocurren son:

- Formación de una fase fundida.
- Formación de mullita.

Como consecuencia de ello, los efectos son:

- Aumento del hierro disuelto en la fase vítrea.
- Inclusión de Fe(III) en la mullita.

4) En la etapa de enfriamiento los principales procesos que ocurren son:

- Transformación del cuarzo.
- Formación de un vidrio.
- Cristalización y crecimiento de cristales.
- Oxidación.

Las consecuencias de estos procesos se traducen en:

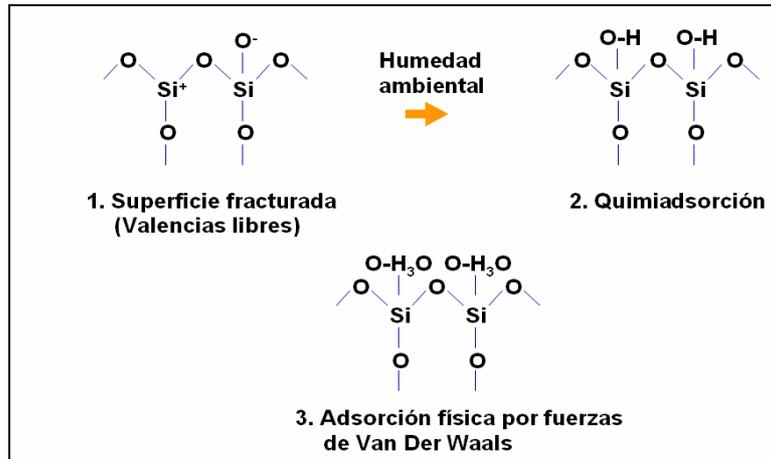
- Desarrollo del color, el enfriamiento es la etapa fundamental del mismo.
- Cristalización de hematites y de compuestos de Fe y Ti.

**6. Expansión por humedad.** La expansión por humedad, en aquellas superficies que presentan valencias libres, se produce debido a una quimiadsorción en esa superficie y se suma a ello el fenómeno de una adsorción física producida por las fuerzas de Van der Waals, véase figura 2-62.

Los factores que influyen para que se produzca la expansión por humedad son:

- 1) La reducción de la energía superficial, que determina la cantidad de agua adsorbida, que, a su vez, depende de:
  - período de exposición.
  - condiciones medioambientales.
  - valencias libres.
  - superficie específica de los componentes.
- 2) Módulo de elasticidad, depende de:

- tipo de fases presentes.
- porosidad y distribución de tamaños de poros.



**Figura 2-62: Mecanismo de la expansión por humedad**

Las características superficiales (valencias libres, superficie específica, tipo de fases presentes, porosidad y distribución de poros) dependen de las características de las materias primas, de la conformación y del tratamiento térmico aplicado en el proceso.

Las fases que pueden estar presentes —amorfa, cristalina o vítrea—, presentan una hidratación diferente:

- La fase amorfa, presenta una alta hidratación tanto en si el período de tratamiento es corto como si es largo, e influye claramente sobre la expansión por humedad.
- La fase cristalina, independientemente del tiempo de proceso, tiene una influencia mínima.
- La fase vítrea, en los períodos cortos tiene una influencia mínima, no así cuando el tiempo de exposición es largo.

#### 2.3.5.4 Defectos relacionados con la cocción

Los principales defectos, propiedades o consecuencias indeseadas del proceso de cocción pueden ser [Amorós, 1991]:

1. Formar “corazón” o arquearse.
2. Perder la forma o distorsionarse.
3. Eflorescencia.
4. Escoria.

**1. Formar corazón o arquearse.** Cuando se forma “corazón” (color en el seno de la masa cerámica diferente del color de la superficie) o se llega a arquear la teja cocida, véase figura 2-63, se debe a la presencia de material orgánico u óxidos de hierro, que no ha tenido el suficiente tiempo para oxidarse antes de que la teja se cueza.



**Figura 2-63: Tejas con formación de “corazón” y arqueos**

**2. Distorsión.** La distorsión de la teja cocida es causada por la conducta “piroplástica” durante el proceso de vitrificación, esto es, la teja a alta temperatura pierde resistencia mecánica, presentando un comportamiento parcialmente plástico, por lo que se deforma por efecto de su propio peso o por el de las tejas que tiene por encima, en el caso de los hornos tipo N, véase figura 2-64. Este hecho se debe a que la matriz que mantiene juntas todas las partículas se funde y no puede soportar presiones, lo que depende de la mineralogía de la arcilla y de las temperaturas alcanzadas.



**Figura 2-64: Teja distorsionada**

**3. Eflorescencias,** son manchas, generalmente de color blanco, en la superficie de las tejas. Su origen es la presencia de carbonato cálcico, sulfato cálcico u otras sales que no han reaccionado durante la cocción. Cuando las tejas se humedecen, algunas de estas sales se disuelven y aparecen en la superficie. Cuando el agua se evapora, las sales aparecen en la superficie como una sustancia de color blanquecino espolvoreada [García Verduch, 1999], véase figura 2-65.



**Figura 2-65: Tejas con eflorescencia por presencia de carbonato cálcico**

**4. Escoria.** La presencia de escoria seca se pone de manifiesto por la aparición de colores oscuros o manchas en la superficie de las tejas. Su origen está en combustibles del horno que no han sido completamente quemados o en la presencia de materia orgánica en la superficie del material. En la figura 2-66 se aprecia el aspecto sucio que tienen las tejas.



**Figura 2-66: Escorias en las tejas y muestras de laboratorio**

### **2.3.6 EMPAQUETADO, OTROS TRATAMIENTOS Y ALMACENAJE**

Una vez finalizada la cocción, las tejas se descargan de los carros del horno de forma automática, aunque también puede hacerse a mano, dirigiéndose a la sección de empaquetado.

Mediante el uso de transportadores, cintas, dispositivos de elevación, giro y apilado o mediante robots, las tejas se agrupan en paquetes de 4, 5 ó 6 unidades que facilitan su acopio al tejado, utilizando, habitualmente, flejes. Los paquetes se apilan, normalmente sobre palés, en horizontal y sobre cada capa en altura, utilizando flejes. Entre las capas de paquetes se pueden colocar tiras de madera, poliestireno u otros materiales que evitan roces. Una vez conformado el palé, suele protegerse utilizando un saco de plástico retráctil, que al calentarse se ciñe sobre las tejas, o bien, un enfardado con lámina de plástico estirable; tanto uno como otro, protegen las tejas durante el almacenamiento y distribución.

El almacenamiento suele realizarse en patios exteriores sobre superficies llanas, utilizando carretillas elevadoras, que también se utilizan para su posterior carga en camiones, vagones o contenedores, en los que, los palés de tejas se transportan hasta un punto de distribución o directamente a la obra para su colocación en el tejado.

Entre las diferentes etapas mecánicas de conformación del paquete se pueden aplicar dos tipos de tratamientos a las tejas:

- Mojado
- Hidrofugado

### 2.3.6.1 Mojado

El mojado de las tejas se realiza cuando hay riesgo de aparición de caliches (granos de cal de diámetro  $\geq 5$  mm en la masa de la teja, que solamente reaccionan con la sílice en su superficie) debido a:

- la presencia de trozos de roca caliza junto con la arcilla.
- una molienda no demasiado fina, por ejemplo, cuando se utiliza la vía semihúmeda.
- una cocción con temperaturas por debajo de  $1.100\text{ }^{\circ}\text{C}$  o que no se mantiene hasta consumir por completo los granos de cal, según la reacción:



En el interior del grano de caliche queda cal que puede hidratarse a  $\text{Ca(OH)}_2$  o recarbonatarse a  $\text{CaCO}_3$ , ambos fenómenos producen una expansión (la densidad es menor que la del  $\text{CaO}$ ), lo que puede causar la rotura o el desconchado superficial de las tejas.

Al mojar las tejas, se hidratan los caliches y el hidróxido cálcico se disuelve parcialmente en agua, evitando que, posteriormente, puedan provocar una expansión.

Las tejas se mojan, habitualmente, cuando el palé está conformado, antes de colocar el plástico exterior, mediante la inmersión de todo el palé en agua durante un periodo de,

al menos, 2 minutos. Debe asegurarse que el agua no queda saturada de hidróxido cálcico.

### **2.3.6.2 Hidrofugado**

Con el fin de evitar el fenómeno de la eflorescencia en las piezas cerámicas, se las puede someter a un proceso de hidrofugado. Esta técnica, que está siendo aplicada en los últimos tiempos, puede tener efectos negativos.

El tratamiento de hidrofugado es opcional, consiste en sumergir las piezas en una solución acuosa de derivados de silicona. De esta forma el agente hidrofugante penetra varios milímetros dentro de la pieza cerámica en todas sus caras. Con esto se consigue reducir la succión dentro de la pieza aproximadamente en un 90%, lo cual no afecta al coeficiente de adsorción de agua, y se logra un efecto repelente del agua de lluvia debido a que las gotas resbalan sobre la superficie de la pieza sin penetrar en su interior [Díaz Rubio et al, 2009]

La hidrofugación de las piezas cerámicas puede efectuarse por 3 métodos:

- Por inmersión.
- Por aspiración de las piezas.
- In situ de la fachada o tejado.

Cuando se hace la inmersión de las piezas, todas las caras quedan hidrofugadas; al efectuar la aspiración o el tratamiento in-situ se consigue una hidrofugación de las caras vistas de las piezas, por lo cual, el resto de caras no cubiertas pueden recibir aportes de agua.

El hidrofugado no consiste en una impermeabilización de las piezas, sin embargo, evita el problema de la filtración y las humedades y permite el paso de vapor al interior de las piezas como también ocurre en el caso de someter la pieza a una determinada presión de columna de agua. La penetración del agua es lenta en ambos casos.

La salida de agua de la cara hidrofugada siempre se hará en forma de evaporación por lo que la velocidad de pérdida de la humedad es menor que en una pieza no hidrofugada. La lentitud en la evaporación de la humedad interior en las piezas cerámicas se convierte en un inconveniente a temperaturas bajas; se produce acumulación de agua bajo la capa hidrofugada, por lo que se forma hielo y se producen daños en las piezas.

### **2.3.7 ACABADOS EN BICOCCIÓN Y VARIANTES ESPECIALES**

En ocasiones, los productos acabados se utilizan como semielaborados para la fabricación de otros productos diferentes. Este es el caso de:

- Acabados esmaltados o engobados en bicocción.
- Fabricación de piezas especiales mediante el corte, taladro y pegado de tejas o piezas.

### 2.3.7.1 Acabados en bicocción

La producción de tejas esmaltadas o engobadas en bicocción consiste en la aplicación del esmalte o engobe sobre una teja cocida utilizando las técnicas descritas en el apartado 2.3.4 y su posterior cocción en un horno, habitualmente de rodillos, de modo que se produzca la sinterización de la capa superficial de esmalte o engobe, fijándose íntimamente a la masa de arcilla de la teja. Las tejas con este tipo de acabado, una vez cocidas, son empaquetadas y utilizadas de modo análogo al resto de las tejas.

En la etapa de enfriamiento pueden surgir problemas de acoplamiento entre el soporte de la teja y el vidriado o engobado, que se pueden prevenir conociendo su dilatometría y que se reflejan en la tracción o compresión del producto, lo cual queda puesto de manifiesto en la evolución de la curvatura de la pieza durante su enfriamiento [Matthes, 1990], tal como se señala en la figura 2-67.

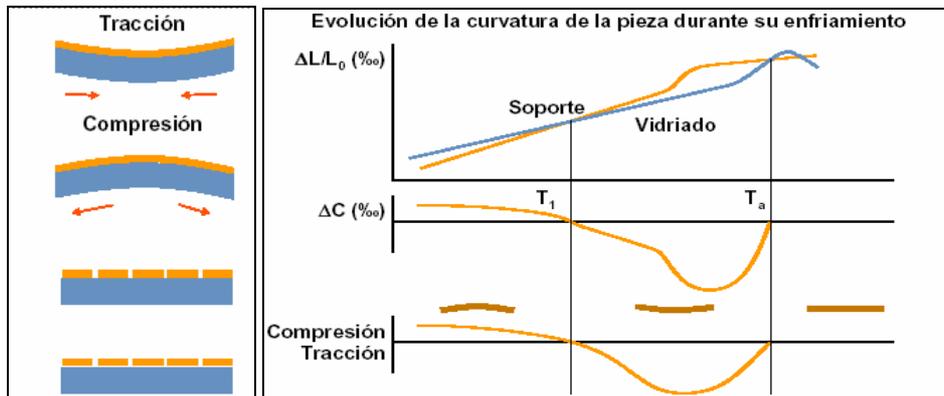


Figura 2-67: Curvatura de las piezas debido a defectos de acoplamiento vidriado-soporte

### 2.3.7.2 Fabricación de piezas especiales

La fabricación de piezas mediante el corte, taladro y pegado de tejas u otro tipo de piezas tiene múltiples variantes, dado que existen numerosos tipos de piezas especiales cuya función puede ser la resolución de un punto singular del tejado o ser meramente ornamental. Por ejemplo, pueden elaborarse tejas de ventilación tomando una teja cocida, a la que se le realiza un taladro en el centro de su cara vista y se le pega por

encima una teja curva cocida o pieza similar específicamente diseñada utilizando un pegamento epoxi bicomponente que asegura la resistencia e impermeabilidad de la unión.

## **2.4 RESISTENCIA A LA HELADA**

---

### **2.4.1 DURABILIDAD Y USO DE TEJAS EN AMBIENTES FRIOS**

Una de las características más relevantes de los productos cerámicos de arcilla cocida es su durabilidad, esto es, la capacidad para mantener sus características estéticas y funcionales en largos períodos de tiempo y sin necesidad de cuidados ni mantenimiento.

Las tejas de arcilla cocida para tejados han sido utilizadas en el cubrimiento de toda clase de edificaciones. Las tejas son productos duraderos debido a su buena resistencia frente a los agentes atmosféricos, pudiendo únicamente presentar problemas ante la helada. Cuando se utilizan en áreas frías, el daño por la helada (causado por la congelación del agua que se ha introducido en los numerosos poros existentes en el material) se ha convertido en un serio problema que reduce la integridad mecánica y que necesita reparaciones o sustituciones [Sadunas y Bure, 2000; Ikeda y col. 2004; Sveda, 2001, 2003].

Los daños llegan a ser, a veces, irreparables, por tanto es necesario conocer cómo actúan las heladas sobre las piezas cerámicas, los daños que provocan y sus causas, para aplicar medidas de prevención con el fin de evitar estos daños.

Cuando, tras haber llovido, el agua contenida en varios de los poros se convierte en hielo por el descenso de las temperaturas, surgen tensiones alrededor de los poros (por las altas tensiones locales), dando lugar a la aparición de micro-grietas. Estas micro-grietas crecerán y se unirán entre sí hasta provocar la rotura.

Se entiende por “heladicidad” la falta de resistencia a los ciclos de helada que presentan algunas piezas cerámicas y que tienen como consecuencia el deterioro de las mismas, ocasionado por la presión originada en el interior de las piezas por el aumento de volumen (del orden del 9 %) que experimenta el agua que se congela en el interior de los poros durante las heladas. En zonas costeras existe una influencia directa sobre las piezas cerámicas del ambiente salino que le es propio, pudiendo depositarse cloruros, que tienen un efecto muy destructivo, parecido al del hielo. Las tensiones internas hacen que la pieza cerámica no resista y termine por romperse o se ocasionen daños a la estructura interna o externamente. [Díaz Rubio y col., 2009]

En aquellos sitios donde el índice de pluviosidad es elevado y se registran temperaturas extremas, la forma de prevenir el fenómeno de la heladicidad es:

1. Utilizar tejas cerámicas de baja adsorción, con un coeficiente aconsejable de adsorción menor al 6 %.
2. Colocar las tejas de tal forma que el agua no se acumule en sus superficies.
3. Favorecer la evaporación del agua que se adsorbe. El viento y la insolación sobre las tejas resultan beneficiosos con el fin de prevenir problemas de heladicidad.

Factores que se deben considerar con el fin de hacer una buena elección, y no motivos estéticos como principal factor de decisión a la hora de usar una teja cerámica conveniente y de acuerdo al clima, son:

- Conocer la cantidad de agua que puede llegar a la pieza cerámica.
- Coeficiente de adsorción de la pieza.
- Condiciones climatológicas.

#### **2.4.2 DAÑOS POR LA HELADA**

Los daños externos, que normalmente son visibles, se presentan en la masa cerámica que constituye el cuerpo de las piezas en forma de fisuras, exfoliaciones, pérdidas de material y tienen origen en microgrietas, microexfoliaciones, etc.

También se producen daños internos que a veces no se pueden apreciar en las piezas, correspondiéndose con microfisuras internas, que provocan una disminución de la resistencia mecánica o la pérdida de la impermeabilidad. La evolución de los daños internos se puede manifestar en la aparición final de lesiones externas.

Cuando las tejas de arcilla cocidas se exponen a la helada, el comportamiento que presentan depende de los siguientes factores o causas:

- Naturaleza del material cerámico. Los principales parámetros que influyen en la duración de los materiales de arcilla cocida y sujetos a ciclos de congelamiento y deshielo son: la naturaleza del material en sí [Hansen y Jung, 1988; Sveda, 2001], condicionada por su porosidad, módulo de elasticidad y permeabilidad.
- Diseño de la edificación y colocación de las piezas, principalmente, en lo que afecta a la saturación de agua, zonas de sombra o insolación y exposición al viento.

- Variables de tipo climático. El factor meteorológico, según sean las variaciones experimentadas, hace que existan años más peligrosos que otros para las piezas cerámicas. Por lo tanto, el nivel de exigencia de la resistencia a la helada, aparte de los condicionantes en el proceso de fabricación, será diferente en zonas de alta pluviosidad y bajas temperaturas que en zonas cálidas y secas. Aplicado esto a España., las exigencias en el norte serán más restrictivas que en el sur, y en la montaña más que en el litoral.

Para que exista “heladicidad” deben darse 3 condiciones que actúen conjuntamente: piezas de deficiente fabricación, colocadas en zonas o en una posición que facilite la saturación de la pieza, y condiciones climatológicas más o menos extremas con períodos húmedos seguidos de heladas.

### 2.4.3 FACTORES Y EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA HELADA

Existen varios factores que afectan directamente a la resistencia a la helada y los mecanismos de degradación por el hielo que se producen en las tejas:

1. La adsorción agua está relacionada con la porosidad de la teja. Como regla general, una baja adsorción de agua hace que la teja tenga mejor resistencia a la helada, pero se compromete con el color que presenta la teja, es decir, cuando está cocida la teja adsorbe poca agua y el color es más pobre. Los cambios que tiene la densidad del agua por su transformación en hielo producen un aumento de su volumen del 9%, en función de la temperatura:
  - Agua líquida a 4 °C Densidad 1.000 kg/m<sup>3</sup>
  - Agua líquida a 0 °C Densidad 999,87 kg/m<sup>3</sup>
  - Hielo Densidad 917 kg/m<sup>3</sup>
2. Presencia de laminaciones: el hecho de la existencia de filosilicatos en la mezcla o de laminaciones en la masa extruída, hace que disminuya la resistencia mecánica y a la helada.
3. Presencia de poros en la teja, con tamaños muy diversificados, algunos de los cuales se consideran peligrosos desde el momento en que provocan que el producto elaborado no cumpla con la calidad deseada.
4. Contenido de carbonatos en la mezcla. Mientras más carbonatos haya presentes en la materia prima, menos ciclos resistirán las tejas.
5. Coeficiente de saturación, relación entre la adsorción de agua en frío y a ebullición ( $CS = A_{a_{fría}} / A_{a_{ebullición}}$ ), interesa tener un coeficiente de saturación  $CS < 0,75$ .

Aparte de la naturaleza del material, influye en la heladicidad el proceso de fabricación, en lo concerniente al moldeo, secado y cocción. Cuanto mayor es la temperatura de cocción la resistencia de las tejas a la helada es mayor. El proceso de cocción hace que la arcilla y otros elementos fundan a baja temperatura convirtiéndose en una fase vítrea que enlaza a otros componentes que no se funden a esas temperaturas y forman una matriz de granos de cuarzo, vidrio solidificado y poros a nivel de microestructura.

La microestructura influye en la forma en que el agua se mueve a través de la teja. Si el agua se congela —dado que como hielo aumenta el volumen ocupado—, se crea una situación de tensión dentro de la teja que, de ser mayor que la fuerza de las paredes del poro, puede causar que la estructura se quiebre y rompa.

Existen diversos ensayos de envejecimiento acelerado para estimar la resistencia a la helada de los materiales de construcción. Todos se basan en realizar ensayos de ciclos de hielo-deshielo en húmedo acelerados y en condiciones más duras que las habituales. Mediante la reproducción de las condiciones de temperatura y humedad cercanas a aquellas generalmente encontradas in situ, es posible reproducir el daño que puede aparecer cuando la resistencia a la helada es insuficiente. Una buena resistencia a la helada, en el laboratorio, debe ser una garantía del comportamiento en los tejados aunque el clima natural en sí mismo es un fenómeno muy variable dependiendo de la localización, la umbría, los vientos predominantes, etc.

La primera norma europea para tejas de arcilla cocida establecía cuatro métodos de ensayo de resistencia a la helada, basados en la experiencia de las normativas previas existentes en los diferentes países europeos, los cuales eran: método A para el Benelux, método B para Alemania, método C para Europa Meridional (Francia, Grecia, Italia, Portugal y España) y método D para el Reino Unido.

La nueva norma europea mantiene estos cuatro métodos (A, B, C, D) y establece un nuevo método E, que pretende sea el método unificado europeo. El nuevo método E establece unas condiciones de saturación progresivas, así como de tiempo y temperaturas específicas de los ciclos de hielo y deshielo que se aplican a las tejas cubiertas con una tela por la cara inferior, a lo largo de un número de ciclos establecido, lo que lleva a una mayor saturación y unas condiciones teóricamente más similares a las sufridas por las tejas instaladas en los tejados a causa de las condiciones atmosféricas de precipitación y helada.



### **3.- OBJETO Y ALCANCE DE LA INVESTIGACIÓN**

El objeto de la presente investigación es realizar una comparación de los métodos de envejecimiento acelerado propuestos en la norma europea UNE EN 539-2 para determinar la resistencia a la helada de las tejas cerámicas, concretamente el método C, utilizado en los países mediterráneos (Francia, Grecia, Italia, Portugal y España) y el nuevo método E, que será de aplicación en toda Europa, contrastando sus resultados con los datos obtenidos en el envejecimiento natural.

El estudio experimental de los métodos C y E se centrará en los siguientes apartados:

- Puesta a punto del ensayo por el nuevo método E, comprobando la capacidad y adecuación de los equipos para su realización y procediendo a la calibración de las cámaras de ensayo de hielo y deshielo utilizadas.
- Establecer un método de inspección que permita un seguimiento de los daños producidos en las tejas durante la realización de los ensayos, dadas las dificultades de inspección del método E, que exige colocar una tela por la cara posterior de las tejas, a fin de poder realizar una comparativa más precisa y aplicar las técnicas estadísticas precisas.
- Estudio minucioso sobre el Método E, comparando su realización con la operativa equivalente del método C y, en particular:
  - o Seguimiento del agua adsorbida por empapamiento progresivo (método E) y empapamiento a vacío (método C), considerando el caso de las tejas a las que se les aplica tratamientos de hidrofugación mediante compuestos hidrofugantes.
  - o Comparativa de las cinéticas durante cada ciclo de congelación y descongelación, midiendo la tasa de enfriamiento y el tiempo de congelación.
  - o Análisis del efecto de colocar una tela en una de las caras de las tejas, comprobando si actúa de modo similar a cuando hay poros bloqueados debido al tratamiento de las tejas con elementos hidrofugantes y si contribuye a simular el efecto de colocar las tejas en las cubiertas.
  - o Determinar cuál es el mejor método de ensayo de envejecimiento acelerado, considerando tanto sus resultados como los del envejecimiento natural de las tejas instaladas en los tejados.

- Análisis de la tipología de los daños encontrados en los ensayos de envejecimiento acelerado y cómo afectan a los distintos tipos de tejas, así como, si se corresponde con la observada en el envejecimiento natural de los modelos de tejas ensayados.

Considerando las características y naturaleza de las tejas de arcilla cocida, junto con su proceso de fabricación, es posible extraer conclusiones del estudio experimental sobre:

- La posibilidad de estimar la resistencia a la helada mediante la medida de otras propiedades de las tejas que no exijan la realización de ciclos de hielo y deshielo en húmedo.
- El efecto de la microestructura, y más concretamente del tamaño de los poros de las tejas y de su distribución, sobre la resistencia a la helada.
- El efecto de la composición mineral de las tierras utilizadas como materias primas, los minerales de arcilla y la presencia de  $\text{CaCO}_3$  sobre la resistencia a la helada.
- El efecto del control de los parámetros del proceso de fabricación y cuales de éstos pueden provocar fallos en las pruebas de resistencia a la helada, así como, el modo de mejorar la durabilidad.
- Seguimiento de los posibles defectos, tales como laminaciones, pliegues, etc. que puedan producirse durante el proceso de fabricación y su efecto sobre la resistencia a la helada.

Por último, se establecerán pautas de actuación durante el proceso de fabricación para optimizar la resistencia a la helada de las tejas producidas.

## **4. MATERIALES Y METODOLOGIA EXPERIMENTAL**

### **4.1 MATERIALES Y MUESTRAS**

---

Las tejas de arcilla cocida objeto de la presente investigación se han fabricado en distintas plantas de España, con diferentes materias primas y procesos de producción, y se denominan M1, M2, M3, M4, M5, M6, M7, M8 y M9. Las propiedades y el proceso de producción de las muestras elegidas para el presente trabajo de investigación se muestran en la tabla 4-1.

Todas las muestras cumplen con las especificaciones en la norma europea EN 1304 para tejas cerámicas de arcilla cocida. Entre los modelos utilizados en el presente estudio se incluyen distintos tamaños de tejas curvas, fabricadas por extrusión y también de tejas mixtas que fueron fabricadas por extrusión y prensado, sin aplicación de engobado ni de esmalte.

El modelo denominado M8 se fabricó con un tratamiento de hidrofugado. La obtención de una teja con estas características se logra mediante la aplicación de una solución acuosa de siliconato etílico de potasio (Wacker SILRES BS 16) por inmersión durante un tiempo de, al menos, 1 minuto para que la disolución penetre 3 ó 4 mm en los poros de las tejas en condiciones ambientales, el principio activo reacciona con el dióxido de carbono atmosférico (CO<sub>2</sub>) formando poli-metil silicato que taponan los poros, evitando eflorescencias, aumentando la impermeabilidad y dificultando el crecimiento de líquenes y otros organismos.

Los modelos M5 y M6 son tejas curvas que varían entre sí tan sólo sus dimensiones, permaneciendo el resto de sus características idénticas. Estas muestras se han fabricado en la misma planta utilizando las mismas materias primas y condiciones de producción, con el fin de investigar el posible efecto del flujo de arcilla en el proceso de extrusión.

Los modelos M3 y M9 están hechas con las mismas materias primas pero se han producido en diferentes instalaciones, teniendo especial cuidado, en el caso de la muestra M9, de controlar las causas más comunes que producen debilidad frente a la helada: vacío de extrusión, correcto flujo de material en el prensado y control de las temperaturas de cocción.

#### **4.1.1 CONTROLES DE LOS MATERIALES**

Durante el proceso de fabricación, existe la necesidad de efectuar los controles de la materia prima, de los semielaborados, del producto acabado y del proceso. En la figura 4-1 se señala en qué partes del proceso se efectúan los controles a las materias primas (MP), productos y las propios del proceso.

Tabla 4-1. Tejas de arcilla cocida: proceso de producción y propiedades

Modelo	M1	M2	M3-M9	M4	M5	M6	M7	M8
Molienda	Seco	Seco	Seco	Semihúmeda	Seco	Seco	Semihúmeda	Seco
Conformado	Extrusión	Extrusión	Extr +prens.	Extr +prens.	Extrusión	Extrusión	Extr +prens.	Extr +prens.
Temperatura de cocción (°C)	930	1010	925	945	935	935	945	1050
Acabado superficial	No	Polisilicato						
Tipo de teja	Curva	Curva	Mixta	Mixta	Curva	Curva	Mixta	Mixta
Longitud individual (mm)	400	490	428	458	400	450	460	435
Ancho máximo (mm)	154	210	258	284	195	195	286	258
Número de tejas en m <sup>2</sup>	36,0	19,0	12,5	10,5	28,0	22,0	10,5	12,5
Masa (kg)	1,25	2,40	3,00	3,70	1,75	1,90	3,70	3,00
Categoría de impermeabilidad	1	1	1	1	1	1	1	1
Conductividad térmica $\lambda$ (W/m.K)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Reacción al fuego (categoría)*	A1							
Clasificación frente fuego exterior*	B <sub>ROOF</sub>							

\* Valores aceptados, según norma UNE-EN 1304, para productos que satisfacen las exigencias frente al fuego exterior sin necesidad de ensayo.

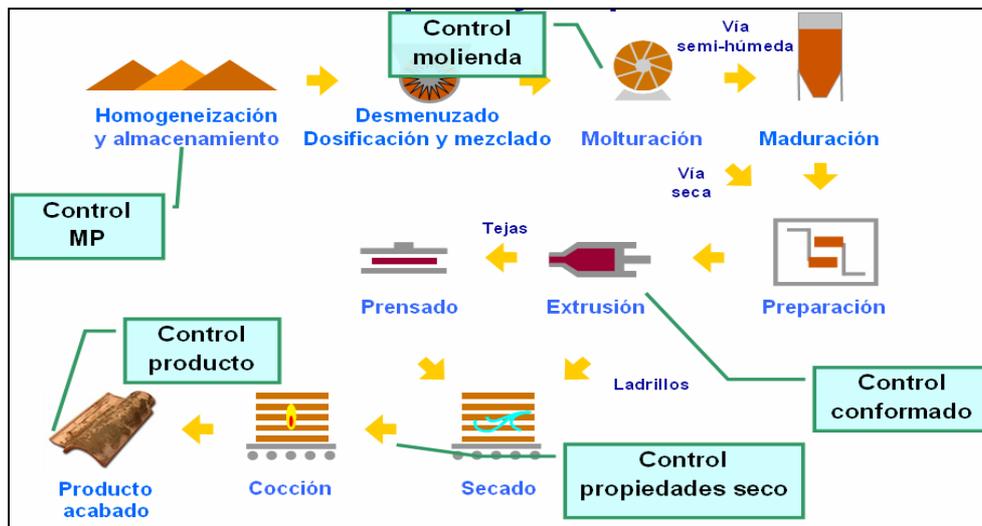


Figura 4-1: Controles de los materiales y del proceso

Los controles realizados en cada fase del proceso y sobre el producto semielaborado y acabado para asegurar la conformidad de éste a la normativa y a las especificaciones de los fabricantes se recogen en la tabla 4-2.

#### 4.1.2 CARACTERIZACIÓN DE TEJAS SEGÚN NORMATIVA

La norma EN 1304 establece las especificaciones de las tejas cerámicas de arcilla cocida, así como las normas que recogen los procedimientos de ensayo. Los controles normativos de las tejas acabadas son:

- Aspecto y estructura, consiste en observar las tejas a simple vista, comprobando los orificios de fijación, en su caso y buscando posibles defectos tales como fisuras, desconchados, cráteres, caliches, etc. y golpearlas con un martillo metálico para comprobar, mediante su sonido, si tienen fisuras internas. También se comprueba si están correctamente marcadas con su identificación y código de lote.
- Características dimensionales, medidas según la norma EN 1024, que deben respetar unas tolerancias sobre los valores establecidos por el fabricante:
  - o Alabeo, para asegurar que todos sus puntos se mantienen en un mismo plano y que pueden encajarse o solaparse con las tejas adyacentes.
  - o Rectitud o flecha, consiste en verificar que las aristas longitudinales y transversales no están curvadas.
  - o Longitud y anchura, que pueden corresponder a cada teja individual o a los valores efectivos de cubrición.

**Tabla 4-2 Controles de proceso y de producto acabado**

Controles de proceso		
Materias primas	Granulometría	
	Calcimetría	
	Humedad	
Molienda	Espesor de láminas (laminador grueso)	
	Granulometría	
	Humedad	
	Calcimetría	
	Espesor de láminas (laminador fino)	
Conformado	Control de condiciones de extrusión	Peso teja o preforma
		Longitud
		Anchura
		Espesor en plano
		Espesor en onda
		Contracción
		Consistencia
		Humedad
	Control de condiciones de prensado	Presión
		Vacío
		Peso
		Contracción
		Consistencia
		Humedad teja
Secado	Control de productos secos	Peso
		Longitud
		Anchura
		Inspección de tejas secas
		Resistencia a la flexión
		Humedad residual
	Engobe	Densidad
Controles de calidad de tejas cocidas (producto acabado)		
Controles de calidad	Peso de teja	
	Adsorción	
	Holgura de solape	
	Eflorescencias	
Controles normativos	Defectos estructurales: roturas, fisuras, desconchados, cráteres, caliches (granos de carbonato cálcico)	
	Control de marcado	
	Alabeo	
	Rectitud (flecha)	
	Longitud (individual o de cubrición)	
	Anchura (individual o de cubrición)	
	Resistencia a flexión	
	Impermeabilidad	
Resistencia a la helada		

- Resistencia a la flexión transversal, sólo se aplica a las tejas, pero no a las piezas auxiliares. Las tejas, cuando se ensayan de acuerdo con la norma EN 538, deben cumplir los valores mínimos establecidos en la tabla 4-3.

**Tabla 4-3: Resistencia mínima a la flexión**

Tipo de teja	Resistencia a la flexión
Teja plana sin encaje	600 N
Teja plana con encaje	900 N
Tejas curvas	1.000 N
Otros tipos de tejas	1.200 N

- Impermeabilidad, la norma EN 539-1 establece dos métodos para realizar los ensayos, así como dos categorías de impermeabilidad, categoría 1 y categoría 2. Cuando solamente se cumple la categoría 2, las tejas deben ser colocadas sobre una cubierta estanca. El fabricante debe declarar el tipo de método que utiliza para sus ensayos y evaluar los resultados conforme al mismo.
- Comportamiento de las tejas frente a la helada, deben someterse a los ensayos de la norma EN 539-2, que son objeto de la presente investigación.
- Comportamiento al fuego de las tejas, para evaluarlo, se debe considerar su comportamiento frente al fuego exterior y su reacción al fuego:
  - o En comportamiento al fuego exterior, se consideran clase B<sub>roof</sub>, sin necesidad de ensayo, siempre que cualquier recubrimiento superficial sea inorgánico o bien tenga un poder calorífico superior (PCS) menor o igual a 4,0 MJ/m<sup>2</sup> o una masa menor o igual a 200 g/m<sup>2</sup>.
  - o En cuanto a la reacción al fuego, las tejas cerámicas son clase A1, sin necesidad de ser sometidas a ensayo, siempre que para tejas y piezas auxiliares hechas pegando uno o más elementos de arcilla, el contenido orgánico en el adhesivo endurecido de la pieza sea menor o igual a 0,1% en masa o volumen y las tejas contengan menos del 1% en masa o volumen de materia orgánica distribuida homogéneamente, aparte del adhesivo.

Al menos el 50% de todos los tipos de teja y el 10% de piezas auxiliares deben marcarse de forma indeleble y legible, en código o completo, de modo que permita la identificación de:

- El fabricante y la fábrica
- El tipo de producto (opcional)
- El país de origen
- El año y mes de producción

La conformidad de las tejas y piezas auxiliares debe demostrarse mediante ensayos de tipo inicial y control de producción en fábrica. La norma permite agrupar por familias los productos, siempre que el grupo elegido sea representativo de esa familia.

Por este motivo, las tejas objeto de la presente investigación han sido verificadas en las instalaciones del fabricante y se tiene garantía del cumplimiento de las especificaciones normativas.

## **4.2 ENSAYOS DE RESISTENCIA A LA HELADA**

---

### **4.2.1 GENERALIDADES**

Mediante la reproducción de las condiciones de temperatura y humedad cercanas a aquellas generalmente encontradas in situ, es posible reproducir el daño que puede aparecer cuando la resistencia a la helada es insuficiente. Una buena resistencia a la helada, en el laboratorio, debe ser una garantía del comportamiento en los tejados. Este método de ensayo representa un medio de estimación muy aproximado. Sin embargo, pone los requerimientos en una base lógica manteniendo en mente que el clima natural en sí mismo es un fenómeno muy variable dependiendo de la localización, la umbría, etc.

Existen diversas normas que requieren estimar la resistencia a la helada de los materiales de construcción. Todas se basan en realizar ensayos de ciclos de hielo y deshielo en húmedo acelerados y en condiciones más duras que las habituales, las más significativas se detallan a continuación.

#### **4.2.1.1 Normativa europea para tejas cerámicas**

Las normas europeas se centran en establecer los requisitos de diseño para los productos y en desarrollar las pruebas para medir dichos requisitos. La primera norma para tejas de arcilla cocida constaba de cuatro métodos: método A para el Benelux, método B para Alemania, método C para Europa Meridional (Francia, Grecia, Italia, Portugal y España) y método D para el Reino Unido. Las normas actuales son:

- **EN 1304-2006:** Tejas y piezas auxiliares de arcilla cocida, definiciones y especificaciones del producto. Esta norma establece requisitos para las tejas y piezas auxiliares para tejados inclinados y para el revestimiento exterior e interior de muros. La resistencia a la helada se ensaya de acuerdo con la norma EN-539-2.
- **EN 539-2:** Tejas de arcilla cocida para colocación discontinua, determinación de las características físicas, parte 2 ensayo de resistencia a la helada. Esta norma especifica 5 métodos de ensayo (métodos A, B, C, D y E) para

determinar la resistencia a la helada de las tejas y piezas auxiliares de arcilla cocida. En cada método se definen el procedimiento de saturación, la cinética de los ciclos hielo-deshielo y el número de ciclos. El método E se aplicará a todos los países miembros de CEN sustituyendo a los anteriores métodos A, B, C y D.

No está claro que el modo de fallo en los ensayos realizados por el método C sea similar a los tipos de fallo por helada experimentados en tejados reales [Hamilton, 1991], de modo que serán progresivamente reemplazados por el método E. El método E conduce a resultados de laboratorio acordes con el comportamiento de los productos de arcilla cocida en diferentes lugares de Europa [Wardeh y Perrin, 2008]. Sin embargo, a pesar de estos resultados, el método E presenta la desventaja, desde el punto de vista industrial, de consumir mucho tiempo teniendo en cuenta el elevado número de ciclos necesarios.

#### 4.2.1.2 Normativa norteamericana para tejas cerámicas

Los requisitos y los métodos de ensayo de la normativa norteamericana son similares a los de la normativa europea, aunque se diferencian en procedimientos y valores requeridos. Las normas son:

- **ASTM C 1167-03** Norma norteamericana que establece las especificaciones de las tejas de arcilla cocida. Sus características se ensayan según la norma ASTM C67-07a.
- **ASTM C 67.07a** Métodos de ensayo para ladrillos y tejas de arcilla.

Respecto al perfil de las tejas, establece 3 tipos según la altura relativa de las ondas:

- Tipo 1: Tejas con alto perfil, en que la razón de altura de onda y anchura es mayor que 1:5.
- Tipo 2: Tejas con bajo perfil, en que la razón de altura de onda y anchura es igual o menor que 1:5.
- Tipo 3: Todo el resto de tejas, incluyendo las planas.

En cuanto a la durabilidad, establece 3 grados de resistencia a la acción del hielo. En la tabla 4-4 se recogen los requisitos para clasificar las tejas según el grado de resistencia:

- Grado 1: Resistente en climas fríos, siendo las condiciones de helada severa.
- Grado 2: Resistentes en condiciones de helada moderadas.
- Grado 3: Sin resistencia garantizada a la acción de la helada.

**Tabla 4-4: Requerimientos físicos de las tejas**

		ADSORCIÓN EN FRÍO PORCENTAJE MÁXIMO		COEFICIENTE DE SATURACIÓN MÁXIMO	
GRADO	Índice de resistencia	VALOR MEDIO	VALOR INDIVIDUAL	VALOR MEDIO de 5 tejas	VALOR INDIVIDUAL
1	> 500	6	8	0,74	0,76
2	50 a 500	11	13	0,80	0,82
3	< 50	13	15	0,84	0,86

El coeficiente de saturación es la razón entre la adsorción tras 24 horas de inmersión en agua a temperatura de  $75 \pm 10$  °F ( $24 \pm 6$  °C) y tras 5 horas de inmersión en agua hirviendo.

No es preciso evaluar el coeficiente de saturación cuando la media de la adsorción en agua fría de una muestra de 5 tejas al azar no supera el 6%, y ninguna teja individual supere 8%.

Los requisitos de grados de la tabla 4-4 también pueden demostrarse sometiendo las tejas a 50 ciclos de hielo y deshielo según el método de ensayo ASTM-C67 si resisten sin mostrar roturas, desarrollo de fisuras que excedan la dimensión mínima de la muestra, ni pérdida de más del 0,5 % de su masa en seco.

Los ensayos se realizan sobre 5 tejas. Las tejas se secan durante 24 horas en horno a  $110-115$  °C y se pesan hasta la constancia en el peso. Después se enfrían a  $24 \pm 8$  °C con humedad relativa 30-70 % durante, al menos, 4 horas. Se examinan y marca cualquier tipo de defecto.

Las tejas se sumergen en agua a  $24 \pm 5,5$  °C durante  $4 \pm \frac{1}{2}$  hr y se llevan a la cámara de heladicidad donde se realiza 1 ciclo al día enfriando a  $-9$  °C en 1 hora y manteniendo esta temperatura  $20 \pm 1$  hr, para después sumergirlas en agua. Tras los 50 ciclos se secan, pesan y examinan.

Para el cálculo de las adsorciones y el coeficiente de saturación se utiliza el método de ensayo que se cita en la norma ASTM 67-07a, utilizando un grupo de 5 tejas o 3 pedazos representativos de cada una de estas 5 tejas. Si las piezas son pequeñas, se toman trozos del interior y del exterior, el peso de cada una de las muestras no debe ser menor que 227 gramos y las muestras no deben presentar pérdidas de trozos o laminaciones.

**Ensayo de inmersión en agua fría.** La saturación consiste en sumergir la muestra seca y fría sin hacer inmersiones parciales, en agua limpia, sea destilada, de lluvia, etc. entre  $60$  y  $86$  °F ( $15,5$  a  $30,0$  °C) el tiempo especificado, 5 ó 24 horas. Se quita el agua

de la muestra con un paño húmedo y se pesa dentro de los 5 minutos siguientes a haberlas retirado del baño de inmersión.

El cálculo de la adsorción en agua fría de cada uno de las muestras debe expresarse con precisión de 0,1 % y se calcula según la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Adsorción} = 100 (W_s - W_d) / W_d$$

Donde:

W<sub>d</sub> - peso de la muestra en seco

W<sub>s</sub> - peso de la muestra saturada después de la inmersión en agua fría

**Ensayo de inmersión en agua hirviendo.** Las muestras que se utilizan para hacer este ensayo son las mismas utilizadas en el ensayo de inmersión en agua fría, siendo necesario que se encuentren en el mismo estado de saturación de cuando se finalizó el ensayo.

Las muestras deben sumergirse en agua limpia (agua destilada, de lluvia, etc.) entre 60 y 86 °F (15,5 a 30,0 °C) de tal modo que el agua circule libremente por toda la superficie de la muestra. Se calienta el agua a ebullición, durante el tiempo establecido (1,2 ó 5 horas) en forma constante y se enfría de modo natural a 60 y 86 °F (15,5 a 30,0 °C). Se quita el agua con un paño húmedo y se pesa la muestra dentro de los 5 minutos siguientes de haberlas retirado del baño.

El cálculo del agua adsorbida en ebullición de cada una de las muestras debe expresarse con una precisión de 0,1 % y se calcula según la fórmula:

$$\% \text{ Adsorción} = 100 (W_b - W_d) / W_d$$

Donde:

W<sub>d</sub> - peso de la muestra seca

W<sub>b</sub> - peso de la muestra saturada después de la inmersión en agua hirviendo

El cálculo del coeficiente de saturación (CS) de cada muestra debe expresarse con una precisión de 0,01 utilizando la fórmula:

$$CS = (W_s - W_d) / (W_b - W_d)$$

Donde:

CS – Coeficiente de saturación

W<sub>d</sub> - peso de la muestra seca

W<sub>s</sub> - peso de la muestra saturada después de 24 horas de inmersión en agua fría

W<sub>b</sub> - peso de la muestra saturada después de 5 horas en agua hirviendo

#### 4.2.1.3 Otras normas de resistencia a la helada

Aparte de las normas indicadas para resistencia a la helada de tejas cerámicas en Europa y Norteamérica, existe un conjunto de normas para la evaluación del comportamiento frente a la helada en materiales de construcción, algunas de las cuales están en fase de proyecto, entre ellas pueden destacarse:

**EN 12326-2:2000** Productos de pizarra y piedra natural para tejados inclinados y revestimientos, parte 2, Métodos de ensayo. (Incluye un ensayo de resistencia a la helada en placas de pizarra según se define este producto en la norma EN 12326-1)

**EN-ISO 10545-12** Baldosas cerámicas parte 12. Determinación de la resistencia a la helada.

**EN 491** Tejas y accesorios de hormigón para tejados y revestimiento de muros. Métodos de ensayo. (Incluye un ensayo de resistencia a la helada).

**EN 1344:2002** Adoquines de arcilla cocida. Especificaciones y métodos de ensayo. (Incluye un ensayo de resistencia a la helada).

**EN 1367-1:2008** Ensayos para determinar las propiedades térmicas y de alteración de los áridos. Parte 1: determinación de la resistencia a ciclos de hielo y deshielo.

**EN 12371:2002** Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación de la resistencia a la heladicidad.

**EN 13748-2** Baldosas de terrazo. Parte 2: Baldosas de terrazo para uso exterior. (Incluye un ensayo de resistencia a la helada).

**PNE 83983** Durabilidad del hormigón. Determinación de la resistencia a ciclos de hielo- deshielo. (Proyecto de norma).

**PNE-CEN/TR 15177** Ensayos de resistencia al hielo-deshielo del hormigón. Daños internos estructurales. (Proyecto de norma).

**PNE-EN 15304** Determinación de la resistencia a los ciclos hielo-deshielo del hormigón celular curado en autoclave. (Proyecto de norma).

**SI 212** Norma israelí que establece las especificaciones de la teja de arcilla cocida. (Incluye un ensayo de resistencia a la helada).

**UNE 67028 EX** Ladrillos cerámicos de arcilla cocida. Ensayo de heladicidad. Esta norma tiene por objeto describir el método de ensayo que permite determinar el comportamiento frente a la acción del hielo de los ladrillos cerámico empleados en construcción especificados por la norma UNE 67019.

**UNE 67048:1988** Bloques cerámicos de arcilla cocida. Ensayo de heladicidad. Se describe un método de ensayo para determinar el comportamiento frente a la acción del hielo de los bloques cerámicos de arcilla cocida especificados en la norma UNE 67045.

**UNE 400902:2009** Productos cerámicos decorativos. Elementos para jardinería elaborados en arcilla cocida no esmaltada. Ensayo de heladicidad.

#### **4.2.2 MÉTODO C: OPERATIVA**

A continuación se hará una descripción de cada uno de los métodos de ensayo C y E de la norma EN 539-2, que son objeto de estudio en este trabajo de investigación.

El método de ensayo C es aplicable a los países del sur del continente europeo (Francia, España; Italia, Portugal y Grecia). Su fundamento es sumergir las tejas en agua, hacer vacío, y ponerlas en una cámara donde se someten a 50 ciclos de congelación y descongelación donde se congelan en todas sus caras al mismo tiempo.

##### **4.2.2.1 Aparatos utilizados para los ensayos**

- Estufa de secado con circulación de aire y capacidad de alcanzar una temperatura de, al menos, 120 °C.
- Balanza, con exactitud de 1 gramo.
- Contenedor hermético, que debe ser un tanque con bomba de vacío y suministro de agua.
- Cámara frigorífica programable, que consiste en un sistema de circulación de aire, una unidad de refrigeración, un sistema para calentar el agua y una unidad de control para programar la sucesión de ciclos de congelación y descongelación.
- Varios, como paños para adsorber agua, tinta indeleble y agua para consumo humano.

##### **4.2.2.2 Muestras y tratamiento previo**

La muestra de ensayo, está formada por 10 tejas o probetas, con tres piezas más en reserva para la posible determinación de cualquier reducción debida a la pérdida de sales solubles durante el ensayo.

Tratamiento previo

- Se revisan las tejas, anotando cualquier defecto superficial que ya exista.

- Se seca cada probeta en la estufa a  $110 \pm 5$  °C hasta masa constante, es decir que la diferencia de masa entre dos pesadas sucesivas a intervalos de 24 h sea menor del 0,1 %. Luego se pesa tras enfriarla al aire ambiente del laboratorio y se anota su masa seca inicial (M).
- Se colocan las probetas en un contenedor hermético, de forma que permita la inmersión en agua y se crea un vacío con presión absoluta de  $6,13 \times 10^4$  Pa  $\pm$   $0,13 \times 10^4$  Pa ( $460 \pm 10$  mm de Hg).
- Después de haber pasado una hora manteniendo el vacío, se introduce agua en el contenedor, de tal manera que se obtenga la inmersión completa de las probetas en aproximadamente 30 minutos.
- Cuando se llena el contenedor, se mantiene la presión absoluta durante aproximadamente unos 30 minutos más. Las probetas deben permanecer dentro del contenedor durante un período de 2 horas a 2 horas 15 minutos después de que la despresurización haya comenzado.

#### 4.2.2.3 Procedimiento de ensayo

Una vez que se sacan las probetas del contenedor, donde se aplicó el tratamiento previo, éstas se colocan en tanque congelador lleno de agua, donde se realizan varias operaciones de congelación y descongelación.

Se enfría el agua en el tanque a una temperatura de  $4 \pm 2$  °C en unos 50 minutos, con el fin de limitar la evaporación del agua adsorbida por las probetas antes de la fase de congelación.

Se drena el agua y se continúa el proceso de congelación de forma que la temperatura en el centro de la teja de referencia, que está dotada de un sensor de temperatura, alcance  $-15 \pm 5$  °C. Se utiliza un sistema de ventiladores durante esta fase de ensayo con el fin de hacer circular el aire en el congelador.

Después se introduce agua en el tanque a una temperatura de  $12 \pm 3$  °C hasta que las probetas se hayan sumergido completamente. Se dejan en el agua durante unos 10 minutos y se mantiene la temperatura calentando y mezclando, de forma que la temperatura en el centro de la teja de referencia, dotada de un sensor de temperatura, alcance  $12 \pm 3$  °C al final de este período. Teniendo en cuenta tanto el tiempo que se tarda en vaciar y llenar con agua, la duración total de cada ciclo de congelación y descongelación debe ser del orden de 3 horas. Todo lo anterior se resume en la tabla 4-5, donde se compara con el ciclo de temperaturas correspondiente al método E.

**Tabla 4-5: Ciclos de congelación y descongelación, métodos C y E**

Método	C		E	
	Temperatura (°C)	Tiempo (min.)	Temperatura (°C)	Tiempo (min.)
Enfriamiento	12±3 a 4±2	50±10	11±6 a 1±0,5	10-20
	4±2 a -5±2	55±15	1±0,5 a -3±0,5	34-48
	-5±2 a -15±5	45±15	-3±0,5 a -16±3	30-40
Congelación	-15±5	15±10	-16±3	≥30
Descongelación	-15±5 a 12±3	15±5	-16±3 a 11±6	30

El procedimiento anterior se repite 50 veces consecutivas. Tras realizar los 50 ciclos, se secan las tejas al aire durante 24 horas y después en una estufa a  $110 \pm 5$  °C durante 24 horas, se dejan enfriar al aire ambiente del laboratorio y, posteriormente, se cepilla ligeramente cada una para eliminar cualquier parte dañada y exfoliada. Se pesan las probetas tras cepillarlas y secarlas en la estufa hasta alcanzar una masa constante  $M'$  (la diferencia entre dos pesadas a intervalos de 24 horas es menor de 0,1 %).

Se calcula la pérdida de masa  $\Delta M$ , expresada en %, debida a posibles daños para cada teja:

$$\Delta M = (M - M') \times 100/M$$

Donde:

$M$  – masa inicial de cada teja

$M'$  – masa de cada teja tras los 50 ciclos método C

Si la pérdida de masa  $\Delta M$  está entre el 1 y el 3 % de masa inicial para una o varias tejas y si la teja no muestra ningún tipo de daño que constituya fallo del ensayo se continúa de la siguiente forma:

- Se secan las 3 tejas catalogadas como de “reserva”, en una estufa a  $110 \pm 5$  °C hasta una masa constante. Se pesan y registra la masa inicial ( $M$ ). A continuación, se las somete a tres inmersiones en agua consecutivas, cada una de 24 horas. Cada inmersión va seguida de un período de secado de 24 horas a  $110 \pm 5$  °C.
- Se pesan las 3 tejas al final del tercer período de secado, se anota la masa ( $M_1$ ) y se calcula la media aritmética  $\Delta_1 M$  de las pérdidas de masa, expresada en %:

$$\Delta_1 M = (M - M_1) \times 100 / M$$

- Para cada una de las 10 probetas utilizadas en el ensayo de congelación y descongelación se calcula la pérdida de masa corregida  $\Delta Mc$ , expresada en %, utilizando la siguiente fórmula:

$$\Delta Mc = [(M - M') \times 100 / M] - \Delta_1 M$$

- Si el valor así obtenido  $\Delta Mc$  es menor o igual al 1% para todas las probetas, éste es el valor que se utiliza para el informe del ensayo.
- Si el valor obtenido  $\Delta Mc$  es mayor que el 1% para una de las probetas, se someten las 3 tejas de reserva a otros 3 ciclos de inmersión en agua y secado y se calcula la nueva media aritmética  $\Delta_2 M$  de las pérdidas de masa comparadas con la masa inicial (M) como antes. Se calcula una nueva pérdida de masa corregida para cada una de las 10 tejas utilizada en los ciclos de congelación y descongelación, con la siguiente fórmula:

$$\Delta Mc_2 = [(M - M') \times 100 / M] - \Delta_2 M$$

- El valor obtenido  $\Delta Mc_2$  es el valor utilizado en el informe de ensayo.

#### 4.2.2.4 Evaluación de los resultados

Las tejas se examinan, apuntando las alteraciones sufridas y se establecen los eventuales defectos, considerando las definiciones citadas en el apartado 4.2.4. Si hubiera alteraciones o defectos previos a la aplicación del ensayo, no se consideran de cara a los resultados. La graduación de las alteraciones es la siguiente: mínima, considerable, localizada y general.

Se considera que las tejas superan el ensayo método C siempre que se cumplan las siguientes condiciones:

- Ninguna probeta debe mostrar los siguientes defectos: deslaminación, rotura, pérdida de nervios, fisura estructural, exfoliación, fisura superficial, además, ninguna probeta debe presentar una pérdida mayor del 1% de la masa original debido a daño por helada y, particularmente, desconchamiento.
- En el caso que las tejas lleven uno o varios tacones, las diez probetas analizadas deben mantener al menos un tacón cada una.

Independientemente del tamaño, si se encuentran cráteres, fisuras nacientes, microfisuras, descascarillamiento y descamaciones, estos no se consideran si la pérdida de masa es inferior al 1 %.

### 4.2.3 MÉTODO E: OPERATIVA

**Fundamento:** Se sumergen las probetas en forma progresiva en agua durante 7 días, Luego, se cubre la cara inferior de cada probeta con una tela húmeda y se colocan en una cámara frigorífica donde se someten a ciclos de congelación con aire y descongelación con agua por todas sus caras al mismo tiempo. Se registran los daños que ocurran durante el ensayo. El número de ciclos de cada nivel especificado en la norma, puede ser de 30, 90 ó 150 ciclos.

El método E exige colocar una tela húmeda de lino en la parte inferior de las tejas a fin de crear diferencias de temperaturas entre las dos caras de la muestra, simulando de este modo cómo el tejado modifica las condiciones climáticas reinantes y regula el flujo de aire y agua de lluvia [Marín y Sánchez de Rojas, 2008].

#### 4.2.3.1 Aparatos utilizados para los ensayos

La unidad que se utiliza para hacer las pruebas de congelación y descongelación consiste en una cámara de congelación, ventilador, unidades de enfriamiento, regulador de nivel de agua, drenaje de agua y unidad de control programable. La cámara siempre debe estar cerrada por todos los lados, debe contar con un soporte para sostener las probetas y debe cumplir con los principios de la figura 4-2.

Es preciso instalar un sensor o varios de temperatura dentro de la cámara de congelación que permitan controlar la distribución de la temperatura en su interior, ya sean termopares o termómetros de resistencia e instrumentos de registro adecuados, con un límite de error de  $\pm 0,5$  °C. Si fuera necesario, se colocarían deflectores con el fin de mantener una distribución uniforme de la temperatura.

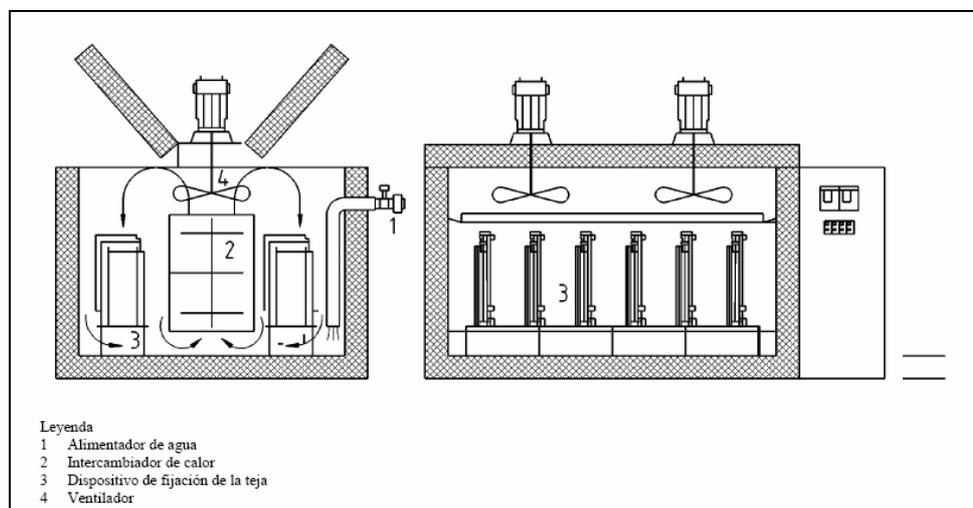


Figura 4-2: Unidad de congelación y descongelación

Se debe acondicionar el equipo para regular la capacidad de enfriamiento con el fin de tener una velocidad de enfriamiento y de formación de hielo medidas en una teja de referencia conformes a la curva de congelación y descongelación, véase figura 4-3.

La unidad debe estar provista de un tubo de alimentación de agua que asegure que las dos caras de la teja estén uniformemente cubiertas de agua. La temperatura del agua debe ser de  $11 \pm 6$  °C.

Con el fin de alcanzar una secuencia uniforme y reproducible de los ciclos de congelación y descongelación, se debe equipar la unidad con un control programable. Hay dos métodos de control para regulación de la capacidad de enfriamiento de la según que la unidad tenga una capacidad enfriamiento constante o variable.

**Unidad con capacidad de enfriamiento constante.** La capacidad de enfriamiento de la unidad se mantiene constante y mediante ensayo se determina la masa y contenido de agua de las probetas que son requeridos para cumplir la curva de congelación y recongelación. Posteriormente, se debe cargar la unidad con una masa de tejas y contenido de agua constantes, con el fin de asegurarse que se cumple la curva de congelación y descongelación. En el caso que las probetas presenten un defecto en la masa de las tejas o en el contenido de agua, se debe corregir reduciendo el número de probetas o utilizando tejas adicionales o esponjas húmedas en bolsas de plástico.

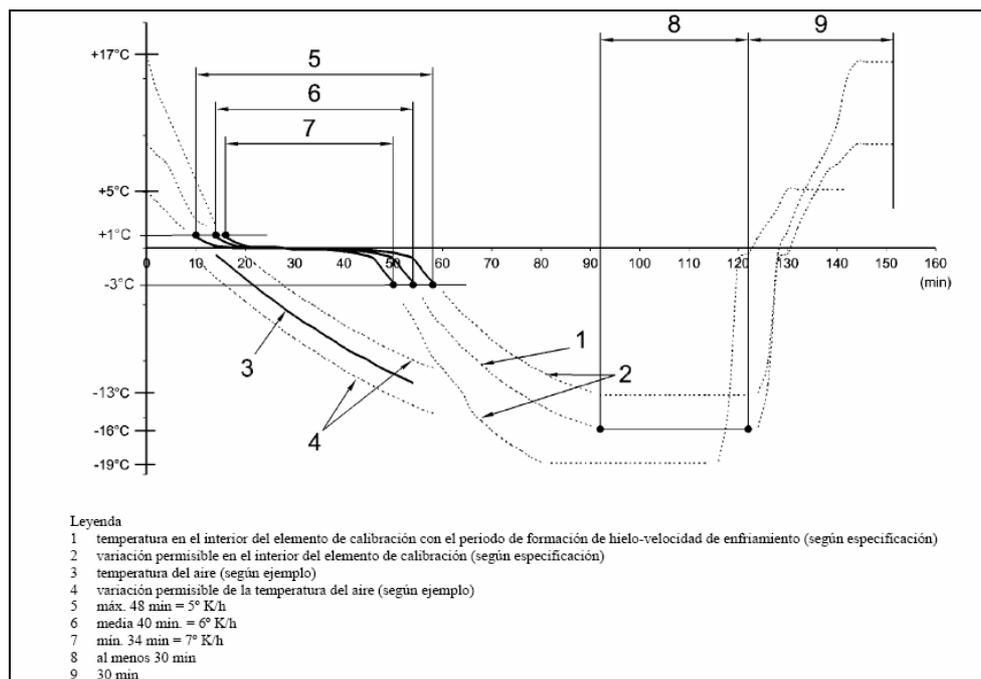


Figura 4-3: Curva de enfriamiento método E norma EN 539-2

**Unidad con capacidad de enfriamiento variable**, permite la regulación de la temperatura del aire. La curva del aire se determina cuando un lote de tejas de referencia se enfría conforme a la curva de congelación y descongelación que se muestra en la figura 4-3. El seguimiento de la curva de temperatura de aire depende de la resistencia a la transmisión del calor entre el aire y las probetas y esto se relaciona con la velocidad del flujo de aire, lo que es una variable de diseño de la cámara, lo cual hace que cada curva sea característica de cada equipo.

#### 4.2.3.2 Muestra de ensayo

La muestra de ensayo está constituida por 6 tejas libres de defectos inadmisibles y se deben registrar todos los defectos admisibles antes del ensayo.

#### 4.2.3.3 Calibración del aparato

Para efectuar la calibración del aparato se elige una teja, que sirve de elemento de calibración, de espesor entre 12 y 14 mm, densidad de  $2,0 \pm 0,3 \text{ kg/dm}^3$  y adsorción  $10,5 \pm 0,5 \%$ . A la teja se le taladra un agujero de 50 mm de largo, paralelo a su longitud. Se aconseja mantener un espesor mínimo de 3 mm a cada lado del agujero. Se inserta un sensor de temperatura que alcance la parte inferior del agujero, sellando el agujero con un compuesto flexible como la silicona. La teja debe ir cubierta con una tela en su cara inferior y se colocará sobre un soporte en forma vertical sobre su lado corto, o sobre el lado largo, tal como se muestra en la figura 4-2 “unidad de congelación y descongelación”.

Se procede a saturar la teja que se utiliza como elemento de calibración, en forma progresiva y se calcula la adsorción del agua, tal como se explica en el apartado 4.2.3.4.

Todos los soportes de la cámara deben estar ocupados con el fin de que la masa de los elementos se distribuya uniformemente sobre el volumen de la unidad de enfriamiento con el fin de que en cada punto de la cámara se cumplan las condiciones impuestas en la curva de enfriamiento. La teja que sirve como elemento de calibración se coloca con su cara inferior cubierta en el centro de la cámara.

La calibración comienza por el ciclo de descongelación y se registra la temperatura inicial del agua de descongelación. Durante la calibración, se debe ajustar la capacidad de enfriamiento de la unidad para que se ajuste a la curva de enfriamiento, véase figura 4-3. Junto con la curva de enfriamiento del elemento de calibración, se registra la curva de temperatura del aire, con el fin de utilizar este dato cuando se lleven a cabo ensayos en probetas. La temperatura del aire debe reducirse en forma continua y suave. El período de formación del hielo en los elementos de calibración debe ser de  $40 \pm 6$  min.

#### 4.2.3.4 Acondicionamiento de las probetas

Las tejas se secan durante un período de 24 h a  $110 \pm 5$  °C. Posteriormente se enfrían hasta la temperatura ambiente del laboratorio y se pesa cada probeta con una precisión de 1 gr (masa seca  $m_{dr}$ ).

Todas las probetas se colocan en un contenedor abierto con agua, de modo que 1/5 del peso de cada probeta se encuentre bajo el agua. A las 24 horas, se añade agua para que 2/5 del peso de las probetas quede cubierto. Y así durante 3 días hasta que las probetas queden cubiertas del todo y, además, se agregan otros 50 mm extra de agua al contenedor, dejando las probetas imbibirse durante 72 horas. Se secan las probetas con una esponja húmeda y se pesan, siendo este peso el de la masa húmeda  $m_w$ .

La adsorción de agua,  $W_u$  para cada una de las probetas como función del porcentaje de la masa seca se calcula mediante la fórmula:

$$W_u = (m_w - m_{dr}) \times 100 / m_{dr}$$

Donde:

- $W_u$  - adsorción de agua
- $m_w$  - masa húmeda de la teja
- $m_{dr}$  - masa seca de la teja

Antes de efectuar el ensayo propiamente, se cubre la cara trasera de cada probeta con un trozo de tela de lino, cuya densidad es de  $(350 \pm 50)$  gm<sup>-2</sup>. Previamente se deben cortar los trozos de lino igualando el tamaño y la forma de la probeta, pudiendo utilizarse varias veces la tela. La tela se coloca directamente en contacto con la parte inferior de las tejas, véase figura 4-4, manteniéndose esta posición durante el tiempo del ensayo, sea con la ayuda de cables de cobre, tiras de goma, etc.



**Figura 4-4: Teja cubierta por un trozo de tela en su cara inferior**

#### 4.2.3.5 Procedimiento operatorio

Se colocan las probetas en la cámara de congelación y descongelación de la forma que se indica en la figura 4-5. Las tejas pueden ser colocadas por el lado corto cuando su longitud es de menos de 300 mm, y en el caso que sean más largas se colocan por su lado largo. La distancia mínima entre las probetas y entre estas y las paredes de la unidad debe ser de 60 mm.

Si se trabaja con una unidad de enfriamiento constante, la masa total de las probetas, incluyendo su contenido de agua, debería verificarse y compararse con los valores obtenidos en el proceso de calibración. En el caso que haya diferencias de masa deberían compensarse estas diferencias bien reduciendo el número de probetas o bien añadiendo tejas adicionales enteras o trozos de estas. La temperatura de la cámara se controla en continuo para asegurar que se alcanza la curva de temperatura determinada durante la calibración.

Tras la congelación, se procede a descongelar las probetas cubriéndolas uniformemente con agua. La temperatura del agua debe estar entre 5 y 17 °C y situarse dentro de  $\pm 3$  °C de la temperatura inicial del agua de descongelación registrada en el ensayo de calibración. Debe asegurarse que las probetas estén cubiertas por al menos 50 mm de agua en un tiempo menor o igual a 15 min., siendo el ciclo completo de tiempo para esta operación de  $30 \pm 5$  min.



Figura 4-5: Cámara de ensayo cargada con tejas

Se llevan a cabo los ciclos congelación y descongelación sin hacer interrupciones, dentro de lo posible, pero si ocurren, se dejan con las probetas en el agua. En el caso de que la interrupción exceda de 2 horas, se debe comenzar de nuevo el proceso con una fase de descongelación, antes de empezar un nuevo ciclo de congelación. La interrupción nunca debe durar más de una semana.

#### 4.2.3.6 Evaluación de resultados

Una vez realizado el ensayo, se procede a realizar la evaluación, examinando las tejas por todos lados a simple vista a una distancia de 30 a 40 cm, con luz normal. Cualquier daño que se observe, se anota, así como la posición en la que se encuentra y su extensión, haciendo siempre referencia a las definiciones del apartado 4.2.4.

Si hay exámenes intermedios, se debe volver a colocar la tela con cuidado y siempre empezar el ciclo con una fase de descongelación con el fin de asegurar que las probetas no se secan.

Existen 3 niveles de resistencia a la helada, según los resultados del ensayo, que son:

- **Nivel 1:** consta de 30 ciclos. Se considera superado si ninguna teja muestra un daño considerado inadmisibles, superados los 30 ciclos.
- **Nivel 2:** son 90 ciclos, que se consideran superados si no se presentan daños considerados inadmisibles.
- **Nivel 3:** son 150 ciclos, que son superados si ninguna teja muestra daños inadmisibles.

Se entiende por daño producido por helada a cualquier daño identificado como inadmisibles en la tabla 4-6 “Interpretación de resultados del método E”, que sea claramente visible a “simple vista”, una vez evaluados los diferentes tipos de daño de acuerdo con las definiciones citadas por la normativa, véase apartado 4.2.4. El desconchamiento cuyo origen sea el aire ocluido o por los pliegues que se encuentran dentro de los encajes no es considerado daño por helada, tampoco se consideran daños producidos por helada y considerados inadmisibles a los cráteres, independiente de su tamaño, que se originan por las inclusiones granulares (por ejemplo, de cal) y que son resultado de procesos químicos.

**Tabla 4-6: Interpretación de resultados del método E**

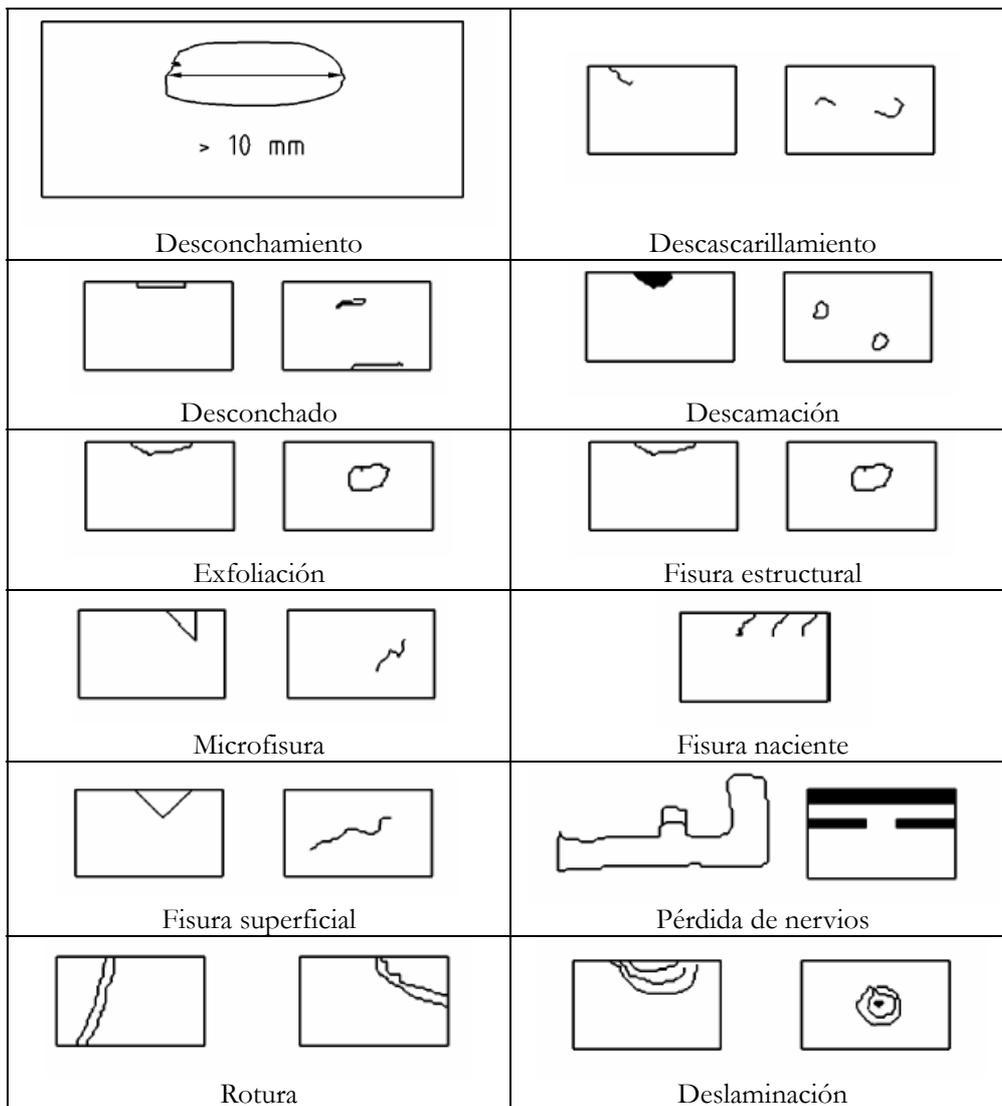
		<b>Cara superior</b>	<b>Cara inferior</b>
1	Cráter	–	–
2	Microfisura	–	–
3	Fisura naciente	–	–
4	Fisura superficial	X	X <sup>a</sup>
5	Desconchamiento (descascarillamiento, desconchado, descamación, exfoliación)	X	X <sup>a</sup>
6	Fisura estructural	X	X
7	Pérdida de nervios de encaje	X	X
8	Rotura	X	X
9	Deslaminación	X	X
10	Pérdida de todos los tacones		X

<sup>a</sup> Donde el grado de daño indica que no se aseguraría la correcta función del producto.  
X= inadmisible      – = admisible.  
NOTA El grado de daño se puede demostrar mediante un cambio en la impermeabilidad y/o la resistencia a flexión del producto.

#### 4.2.4 DEFECTOS

Daños en las tejas que aparecen como consecuencia de los ensayos de envejecimiento acelerado, definiciones según Norma EN 539-2:2007, salvo que se indique otra cosa (véanse croquis en figura 4-6):

- **Desconchamiento:** pérdida de una parte del cuerpo cerámico de la superficie de la probeta, una de cuyas dimensiones sea superior a 10 mm. La superficie proyectada de la probeta permanece sin cambios.
- **Descascarillamiento:** elevación superficial, desconchado naciente o fisura que inicia una alteración.
- **Desconchado:** pérdida de una fracción de la materia del producto, también denominado cráter.
- **Descamación:** pérdida de una capa superficial del producto.
- **Exfoliación:** pérdida progresiva de materia del cuerpo del producto que afecta a partes o la totalidad del espesor.



**Figura 4-6: Croquis de daños en las tejas**

- **Fisura estructural:** defecto estructural consistente en una fisura más o menos regular, que afecta a todo el espesor del producto y es visible a simple vista, definición según norma EN 1304.
- **Microfisura:** fisura superficial cuyo ancho sea igual o inferior a 0,20 mm.
- **Fisura naciente:** fisura en formación no peligrosa en los bordes de la probeta y que penetra ligeramente en el interior del cuerpo cerámico.

- **Fisura superficial:** fisura de ancho superior a 0,20 mm y con una longitud superior a 0,30 mm, que no atraviesa el espesor del producto.
- **Pérdida de nervios:** pérdida de la materia del cuerpo de los nervios de encaje suficiente para influir en su función.
- **Rotura:** defecto estructural que consiste en una separación de la teja en 2 o más fragmentos. Definición según EN 1304.
- **Deslaminación:** exfoliación laminar que puede llevar a la separación laminar del cuerpo en una sucesión de capas paralelas.
- **Pérdida de tacones:** pérdida de la materia del cuerpo de los tacones de apoyo inferior de la teja que le impide desempeñar su función de fijación sobre los rástreles, teniendo presente que al menos un tacón debe estar libre de daño después de haber sido sometido al ensayo.

#### 4.2.5 REALIZACIÓN PRÁCTICA DE LOS ENSAYOS

Las muestras de laboratorio consistieron en 40 tejas de cada modelo las cuales fueron divididas en dos juegos de 20 unidades y seleccionados de tal forma que cada teja tenía igual oportunidad de ser elegida, con el fin de probar un juego según el método C y el otro según el método E de la norma UNE-EN 539-2. El número de probetas fue establecido con el fin de conseguir información suficiente para aplicar técnicas estadísticas.

La norma dice que se necesitan sólo 10 muestras para el método C y 6 para el método E. Las piezas de estudio inicialmente fueron sometidas a inspección visual de posibles imperfecciones y fueron marcadas con tinta impermeable.

Los métodos de ensayo normativos deben determinar si se cumplen los requisitos establecidos en la normativa, ofreciendo una información clara del tipo pasa/no pasa (caso del método C) o como mucho, pasa/no pasa unos determinados números de ciclos (30, 90 ó 150 ciclos en el caso del método E) para todo el conjunto de unidades que constituyen las muestras de ensayos.

Sin embargo esta información científicamente es poco relevante. Conviene tener un número de unidades, mayor para evitar juzgar por el comportamiento de una en particular y también conocer la evolución de posibles defectos, antes de finalizar los ciclos establecidos.

Lo mismo ocurre una vez completado los ciclos establecidos, la resistencia a la helada puede ser muy buena y las tejas son capaces de resistir otra serie completa de ciclos o incluso varias series, o puede ser que superan el ensayo con un margen mínimo de

resistencia y con unos pocos ciclos más sufren daños. Por ese motivo se aumentó el número de unidades utilizadas en cada ensayo y los ciclos de hielo deshielo se prolongaron hasta que todas las tejas rompieron o, en caso de no romper, hasta un máximo de 520 ciclos.

#### **4.2.5.1 Programación de temperaturas para los métodos C y E**

Los programas de temperaturas que se aplican en la cámara de congelación y descongelación para cumplir lo establecido en cada uno de los métodos C y E se recogen en la tabla 4-5.

La descongelación se realiza con agua recirculada, cuya temperatura se controla hasta que se estabiliza. Las tejas fueron cubiertas con una tela por una cara, para el método E. Los ciclos de ensayo fueron realizados de modo repetitivo hasta un máximo de 520 ciclos o bien hasta que aparecían fracturas o daños en las muestras considerados como inadmisibles en las muestras de estudio, véanse apartados 4.2.2.4 y 4.2.3.6, según sea el método que se está aplicando C o E.

Durante la realización del ensayo diariamente se abría la cámara y se controlaba una a una cada teja para realizar una inspección de su aspecto y determinar si se apreciaban daños, y cuando estos apareciesen, realizar su seguimiento para evaluar si cumplían las especificaciones o su extensión era tal que las tejas debían considerarse rotas según se detalla en los apartados 4.2.2.4 y 4.2.3.4 para los métodos C y E, respectivamente.

En la práctica, esta operativa de control diario significa tener información sobre el estado de las tejas cada 5, 6 ó 7 ciclos, dependiendo de las horas en que la cámara llega a la etapa de congelación, momento en que es posible abrir la cámara para efectuar la inspección, aunque durante los fines de semana pasaban alrededor de 20 ciclos sin inspección. La misma situación se produce cuando había fiestas o “puentes” en los que el número de ciclos sin inspección, podía ser mayor o menor.

Una vez finalizado el ensayo por sufrir daños claramente apreciables, no se realizaba la operación de pesaje de las tejas, pues era clara la evidencia de la rotura y, por otra parte, en determinados casos, los daños eran de tal extensión que en el fondo de la cámara se depositaban numerosos trozos que no era posible atribuir a cada una de las tejas que iniciaron el ensayo.

Esta operativa hace que a los informes de resultados no expresen los daños en el mismo número de ciclos y que sea preciso utilizar técnicas estadísticas para evaluar cada uno de los lotes ensayados y comparar los distintos lotes entre sí.

#### 4.2.5.2 Características de la cámara

El equipo de ensayo “Dycometal CHD 525” se ha utilizado tanto para el método C como para el E, tiene un intervalo de temperatura de -25 a 30 °C. Está compuesto de tres módulos independientes: cámara tipo arcón de congelación y descongelación, depósito termostático y pupitre de control, véase figura 4-7.



**Figura 4-7: Cámara de ensayos, pupitre de control y depósito termostático**

El conjunto está construido sobre una estructura de tubo de acero y chapa de acero inoxidable AISI 304 (18/8), pulido, satinado, completamente estanco y sin soldaduras, pintada con pintura acrílica secada al horno. La puerta ajusta mediante junta de silicona flexible de alta y baja temperatura en burlete interior, su sistema de apertura está provisto de amortiguadores a gas y bisagras compensadas. La rejilla de protección de los ventiladores es de acero inoxidable. El aislamiento térmico es a base de paneles semirrígidos de poliuretano expandido de alta densidad y muy bajo coeficiente de conductibilidad térmica. La cámara y el depósito incorporan, en su base, soportes antivibratorios fabricados en caucho y regulables en altura.

El pupitre independiente alberga el cuadro eléctrico y de control, además del aparellaje eléctrico y todos los elementos electrónicos de potencia, seguridad y control.

Características técnicas:

- Utilización de freones ecológicos, exentos de cloro libre y de CFC, con unas características de no-toxicidad e inflamabilidad, según normativas actuales.

- Pasamuros fabricados en PVC.
- Ordenador para la adquisición de datos y control del equipo. Software de control y programación en entorno Windows®.
- Sistema de seguridad de la cámara arcón:
  - o Termostato independiente por sobretemperatura con desconexión del sistema de calefacción para las resistencias de ambiente.
  - o Termostato independiente por sobretemperatura y falta de agua con desconexión del sistema de calefacción para las resistencias de inmersión en agua.
  - o Presostato de seguridad por alta y baja presión en la unidad motocondensadora, así como protección térmica del compresor por sobrecalentamiento.
  - o Desconexión automática y manual en caso de emergencia.
- Sistema de seguridad del depósito:
  - o Termostato independiente por sobretemperatura con desconexión del sistema de calefacción y sonda PTC.
  - o Presostato de seguridad por alta y baja presión, así como protección térmica del compresor por sobrecalentamiento.

### **4.3 ENSAYOS TECNOLÓGICOS DE LAS ARCILLAS**

---

Al ser el tamaño de las partículas arcillosas del orden de la micra, la herramienta que más facilita el estudio en mineralogía, el microscopio petrográfico, no puede usarse para su estudio, salvo en ciertos casos, en los cuales haya presentes tamaños de partícula relativamente grandes, como es el caso de ciertas micas o de las cloritas. Este hecho retrasó mucho el avance en el conocimiento de los minerales de la arcilla.

En casos de estudio muy favorables, cuando en una arcilla sólo está presente una especie mineralógica, es posible realizar análisis químicos convencionales. Sin embargo, lo más frecuente es que las arcillas contengan varios minerales de distinta naturaleza, tanto minerales de la arcilla como minerales accesorios, lo que impide su caracterización mediante análisis químico convencional.

Los ensayos tecnológicos de las arcillas constituyen un conjunto de pruebas basadas en simular el proceso industrial de fabricación a escala de laboratorio, a fin de obtener la medida de los parámetros directamente relacionados con el comportamiento de las arcillas en las distintas fases del proceso de fabricación [Amorós, 2004].

Los ensayos tecnológicos que se han realizado son los siguientes:

- A) Sobre arcillas puras o en mezcla industrial:
- Granulometría por tamizado en húmedo
  - Granulometría por difracción de rayos láser
  - Calcimetría

- B) Sobre probetas elaboradas mediante molienda, amasado y extrusión, en verde:
- Consistencia de la pasta
  - Humedad de amasado
- C) Sobre probetas elaboradas mediante molienda, amasado y extrusión, una vez secas:
- Curva de secado
  - Curva de Bigot
  - Contracción de secado
  - Resistencia a flexión en seco
  - Agua de revenido y resistencia a flexión tras el revenido
- D) Sobre probetas elaboradas mediante molienda, amasado y extrusión, cocidas en horno de laboratorio:
- Pérdida por calcinación
  - Adsorción de agua
  - Contracción de cocción y contracción total
  - Coeficiente de saturación
  - Resistencia a flexión en cocido

Aparte, se realiza la dilatometría, que se puede aplicar bien a las probetas secas, para determinar las propiedades de la masa de arcilla, bien a la arcilla en polvo, cuando interesa determinar el comportamiento de engobes o esmaltes.

#### **4.3.1 GRANULOMETRÍA POR TAMIZADO EN HÚMEDO**

El tamizado en seco tiene por objeto conocer la distribución granulométrica de las partículas superiores a 38 micras de muestras de arcillas, limos, arenas, o mezclas de fábrica para el control de producción.

Se pesan 100 gr. de muestra seca y se introducen en un vaso de precipitados de capacidad 1 litro, con aproximadamente 500 ml. de agua. Se somete a agitación magnética durante un mínimo de 1 hora, en función de la naturaleza de la muestra.

Una vez lograda una suspensión homogénea, se introduce el contenido del vaso en la tamizadora, equipada con tamices de diámetros: 2000, 1000, 500, 425, 355, 250, 125, 63 y 38 micras y se somete a un tamizado en húmedo durante 15 minutos, o hasta que el agua evacuada por el fondo de la tamizadora salga limpia.

Se retiran los tamices, se escurren bien, y se secan en la estufa durante un mínimo de 2 horas a  $110 \pm 5$  °C. Transcurrido este tiempo se pesa el rechazo seco de cada tamiz y se anota.

Los resultados se expresan como % de peso retenido en cada tamiz respecto del total de la muestra.

### 4.3.2 GRANULOMETRÍA POR DIFRACCIÓN DE RAYOS LÁSER

El objetivo es determinar la distribución granulométrica sobre muestras de arcillas, limos, arenas, o mezclas de fábrica, para su estudio o para el control de producción, de las partículas comprendidas entre 0.38 micras y 2 mm., utilizando un analizador Láser Coulter LS200 que permite la determinación de la distribución granulométrica en volumen.

El Láser Coulter LS200, véase figura 4-8, analiza la distribución de tamaño de partículas de muestras por vía húmeda, en medio acuoso y no acuoso, en micro, pequeño y grandes volúmenes, y por vía seca en forma de granulados o polvos. Con su sistema binocular no precisa de cambiar lentes para los diferentes intervalos de medición total. Dispone de alineación automática del rayo láser. El tiempo de análisis típico es de 15 a 90 segundos. Satisface los métodos de prueba normativos ASTM como B (22, C1070, D4464) y la norma ISO/DIS 13320 Cubre un intervalo de 0.38  $\mu\text{m}$  hasta 2.000  $\mu\text{m}$ , con 92 canales para analizar y 126 detectores.

El procedimiento de ensayo depende del estado físico de la muestra:

- Muestra molida: La muestra molida, por su mayor homogeneidad de tamaños de partícula, se introduce directamente y en seco, en el analizador, sin realizar un tamizado previo. El analizador se programa para que someta la muestra a ultrasonidos 60 sg. antes de la medida, para disgregar los agregados que pueda haber en la misma. La cantidad de muestra que se introduce en el analizador es distinta en cada caso, dependiendo del tamaño de partícula. Cuando el programa solicita la introducción de la muestra, se toma una pequeña cantidad de muestra con una cucharilla y se echa en el agua hasta que el programa detecte que es suficiente. Después, el programa solicita los datos del ensayo y comienza a medir.



Figura 4-8: Analizador de tamaño de partícula por Láser

- Muestra sin moler: se puede hacer un primer ensayo con la misma metodología que si estuviera molida (en seco), pero será necesario repetirla al menos 3 veces, ya que normalmente el dato es menos fiable por su mayor heterogeneidad. Si los 3 resultados obtenidos son similares, se tomará la media de los 3 como resultado final. Si, por el contrario, se obtienen resultados muy distintos, será necesario tamizar la muestra para eliminar la fracción gruesa. Es recomendable utilizar el tamiz de 63 micras, aunque puede tamizarse con cualquier otro que se considera conveniente, siempre que se anote como observación junto al resultado obtenido.
- Muestra como suspensión estable: en primer lugar, se agita el bote que contiene la muestra para conseguir homogeneizarla y que el material sólido que haya podido decantar en el fondo vuelva a ponerse en suspensión. Se vierte en un vaso una pequeña cantidad de suspensión y se agita continuamente con una cucharilla para evitar que los sólidos vuelvan a decantar. Con esa misma cucharilla, se va introduciendo la muestra en el analizador hasta que este la señale como suficiente. Si la dispersión no se homogeneiza bien a pesar de la agitación, se obtendrán resultados con cierta dispersión, con lo que se realizan 3 medidas y se obtiene la media. Después se opera de la misma forma que en los casos anteriores.

En todos los casos, los resultados se expresan como % en volumen de partículas superior o inferior a una determinada medida de diámetro. Se calculan los valores de tamaño de partícula que están por debajo, en relación al volumen de la muestra, del 10 % ( $d_{10}$ ) y del 90 % ( $d_{90}$ ). El programa expresa los resultados de múltiples formas y además, realiza automáticamente un gráfico de distribución granulométrica acumulativo o diferencial.

### **4.3.3 CALCIMETRÍA**

El objeto de la calcimetría es conocer el porcentaje de carbonatos presentes en una muestra para su estudio o para el control de fabricación.

Se pesa aproximadamente un gramo de muestra seca en la balanza y se introduce en el fondo del matraz de un calcímetro de Bernard, junto con el imán agitador. Se llena el depósito accesorio del matraz con ácido clorhídrico diluido 1:3, con cuidado de que no caiga nada al fondo del matraz (en caso de que ocurriese, se repetirá el ensayo). Se cierra el matraz con el tapón bien apretado para evitar fugas de gas.

Una vez bien tapado, se anota la medida de la columna de agua en la bureta graduada del calcímetro, tras lo que se procede a volcar el ácido del depósito sobre la muestra, agitando enérgicamente durante algunos segundos, para que el ácido entre en contacto con toda la muestra.

Se sitúa el matraz sobre el agitador magnético a potencia media durante 15 minutos, anotando al final de este tiempo la posición de la columna de agua en la bureta y la temperatura ambiente a la que se ha desarrollado el ensayo.

El contenido en carbonatos se expresa en porcentaje y se calcula con la fórmula:

$$\text{CO}_3 = (V / P) * 0.43 * (273/(273+T))$$

Donde:

V - volumen de agua desalojada en la bureta (V final – V inicial), ml.

P - peso de la muestra (gr).

T - temperatura ambiente al final del ensayo (°C).

#### **4.3.4 CONSISTENCIA DE LA PASTA**

Previamente a la medida de la consistencia de la pasta y a todos los ensayos que se realizan a continuación, es preciso conformar probetas de arcilla extrusionadas, para lo que se realiza la molienda, amasado y extrusión en máquinas de laboratorio.

Molienda: Si es preciso, las muestras se trituran en una machacadora de mandíbulas ETI A0670, hasta un tamaño de 2 mm. A continuación se realiza la molienda propiamente dicha:

A) Muestras por vía seca: se procede a un secado parcial o total en estufa de laboratorio o en el secadero de la fábrica, hasta que su humedad permita que sean molturadas sin dificultad en el molino de martillos ETI con tamiz de 500 micras.

B) Muestras por vía húmeda: se laminan directamente en el laminador de laboratorio Verdés 080 con separación entre rodillos de 1 mm.

Una vez molturadas o laminadas, el procedimiento de preparación de probetas es el mismo: se colocan de 8 a 10 kg de muestra preparada en la amasadora giratoria, se va añadiendo agua hasta que sensorialmente se intuya que el contenido de humedad de la misma es el adecuado para su extrusión.

Con la ayuda de una palita, se introduce la pasta amasada y humectada en la extrusora de laboratorio y se desairea con ayuda del vacío.

Con el penetrómetro se irán tomando medidas de la compactación de la pasta. Se procederá al cortado de probetas, que son válidas para el ensayo cuando la presión ejercida con el penetrómetro perpendicularmente a la probeta, sea de, aproximadamente, 2 kg/cm<sup>2</sup>, en al menos tres mediciones consecutivas realizadas en intervalos de, como mínimo, 10 segundos a flujo de barro continuo. Se cortan probetas de unos 17 cm. de longitud, y se marcan con marcadores metálicos,

indicando siempre claramente la referencia que identifique tanto la probeta como su número de orden.

El objeto de la determinación de la consistencia es conocer, de modo indirecto, el estado aproximado de humedad de un producto extrusionado o prensado. Se utiliza un penetrómetro modelo ST 308. Se pone a cero el lector analógico del penetrómetro; se sitúa la punta perpendicularmente a la superficie de la probeta a ensayar, y se introduce hasta la primera ranura de dicha punta. Se saca, se procede a la lectura de la indicación de la aguja en la circunferencia interior del penetrómetro. Los resultados se expresan directamente en kg/cm<sup>2</sup>, que es la unidad de medida de la circunferencia interior del penetrómetro.

Equipos utilizados para la molienda en el laboratorio:

- Machacadora de mandíbulas ETI A0670, hasta 2mm
- Molino de martillos ETI con tamiz de 500 micras
- Laminador Verdés 080, véase figura 4-9. Los cilindros se apoyan en la propia estructura de la máquina a través de unos porta-rodamientos montados en dos placas verticales de fijación. Las camisas quedan totalmente cubiertas por una tolva de alimentación que actúa a la vez como elemento de seguridad. La separación puede regularse desde 0 a 5 mm, se utiliza con separación entre los rodillos de 1 mm. Un mecanismo elástico asegura la presión de trabajo y permite que el cilindro móvil se retire en caso de que entren partículas no triturables. El accionamiento se consigue mediante un motor eléctrico y una transmisión por correas. Las poleas de cada cilindro son de diferente diámetro para proporcionar la velocidad diferencial necesaria para la laminación.  
Características técnicas del laminador:
  - o Cilindros: diámetro 140 mm longitud 120 mm.
  - o Velocidades: cilindro rápido 700 rpm; cilindro lento 485 rpm (relación de velocidades de fricción 1,44:1).
  - o Potencia instalada: 1,5 kW a 1.500 rpm.

#### **4.3.5 HUMEDAD DE AMASADO**

El objeto de este ensayo es la determinación precisa del agua de amasado de una arcilla o mezcla extrusionada y/o prensada, para su estudio o para el control de producción.

Se pesa el producto verde inmediatamente después de su fabricación y se anota. Si se va a tardar un tiempo en efectuar la pesada (> 5 minutos), se introduce en una bolsa de plástico de forma que no se produzca evaporación. Se introduce en la estufa de laboratorio y se seca a  $110 \pm 5$  °C durante un mínimo de 24 horas, tras lo cual se saca y

se pesa de nuevo, sin demoras de tiempo para evitar reabsorciones de agua ambiente.

Los resultados se expresan en % mediante la fórmula:

$$H = ((Ph-Ps)/Ps) * 100$$

Donde:

Ph - peso de la pieza verde (gr.)

Ps - peso de la pieza seca (gr.)

#### 4.3.6 CURVA DE SECADO

La curva de secado permite la determinación de la velocidad de secado de una probeta o teja extrusionada y/o prensada.

Se utiliza una termobalanza con una precisión 0.001 gr. con impresora, capaz de realizar medidas a intervalos mínimos de 1 minuto.



Figura 4-9: Laminador de laboratorio

Se toma una probeta de material verde, del tamaño suficiente para poder ser introducida en el platillo de la termobalanza, y se pesa inmediatamente después de su producción (si no es posible, se envolverá en plástico herméticamente). Se somete a secado por calentamiento en la termobalanza a una temperatura constante de 110 °C durante el tiempo necesario, anotando el peso final.

Se confecciona una gráfica indicando el tiempo en abscisas y el peso de cada medición en % respecto al peso seco en ordenadas, tomando para ese % la fórmula:

$$P_x = ((P_1 - P_i) / P_i) * 100$$

Donde:

- P<sub>f</sub> - peso de la probeta seca
- P<sub>x</sub> - peso de la probeta en el intervalo de medida x
- P<sub>1</sub> - peso en gramos, durante la medida 1

#### 4.3.7 CURVA DE BIGOT

La curva de Bigot permite determinar la contracción de un producto verde en función de la pérdida de humedad en el secado.

Se marcan las probetas verdes con las pestañas del calibre abiertas a 50,00 mm (L<sub>0</sub>) y se pesan cada una de ellas (P<sub>i</sub>).

A intervalos de 60 minutos, se miden la longitud (L<sub>x</sub>) y el peso (P<sub>x</sub>), anotándolos en una tabla hasta que la variación de longitud sea nula (L<sub>f</sub>). Se seca la probeta a 110 °C durante 24 horas y se anota su peso totalmente seca (P<sub>f</sub>) y su longitud (L<sub>f</sub>), la cual debe coincidir con la última medida de longitud antes de meterla a secar en la estufa.

Como resultado se obtienen las siguientes expresiones:

$$\% \text{ de humedad perdida} = (P_i - (P_x, \dots, P_f)) * 100 / (P_x, \dots, P_f)$$

$$\% \text{ de contracción} = (L_0 - (L_x, \dots, L_f)) * 100 / (L_x, \dots, L_f)$$

$$\text{tiempo} = t_0 + t_1 + t_2 + \dots + t_f$$

Con las que se construyen las siguientes gráficas:

Gráfica 1, curva de Bigot, que puede representarse del modo indicado en la figura 2-42 o en las figuras del apéndice II.2, sin más que alterar el orden de los ejes de abscisas y ordenadas:

- eje de ordenadas: % humedad sobre seco
- eje de abscisas: % de contracción sobre seco

Gráfica 2, curva de secado, tal como las recogidas en el apéndice II.1, la obtenida por este procedimiento aporta pocos puntos, por lo es preferible el método de ensayo que consiste en utilizar una termobalanza, tal como se indica en el apartado 4.3.1.6.

- eje de ordenadas: % humedad sobre seco
- eje de abscisas: tiempo en minutos

Este ensayo también permite estimar:

- el agua adsorbida o agua coloidal, que es la pérdida en las primeras fases del proceso de secado al aire, mientras la longitud de la probeta va disminuyendo.
- el agua zeolítica o de interposición, que se encuentra dentro de los poros internos de la arcilla y que se pierde durante el secado en la estufa.

#### **4.3.8 CONTRACCIÓN DE SECADO**

El método para la determinación de la contracción de secado (verde–seco) se aplica a probetas de laboratorio, galletas, tejas y cualquier otro producto cerámico en verde.

Se marcan los productos verdes con las pestañas de un calibre de pie de rey abiertas 100,00 mm. Se introducen en la estufa, y se secan durante al menos 12 horas a una temperatura de  $50 \pm 5$  °C. Tras ese periodo, se terminan de secar sin sacar de la estufa, durante un mínimo de 24 horas a temperatura  $110 \pm 5$  °C.

Se sacan y se dejan enfriar a temperatura ambiente, tras lo que se mide la distancia entre las dos marcas con ayuda del calibre.

El valor de la contracción lineal verde-seco viene expresada en %, según la fórmula:

$$C_{v/s} = ((100-L_s) / L_s) * 100$$

Donde:  $L_s$  - longitud entre las marcas del calibre tras secado (longitud final).

#### **4.3.9 RESISTENCIA A FLEXIÓN EN SECO**

El método de ensayo para la determinación de la resistencia a la flexión se aplica a probetas extrusionadas en laboratorio, en seco, tras el revenido y en cocido.

Se utiliza una máquina de ensayo de rotura a la flexión, con un accesorio capaz de albergar la probeta, sobre dos apoyos, uno fijo y otro móvil, situados a 100 mm, y otro superior, móvil, en forma de media caña, situado en el punto medio de los otros dos. La máquina debe ser capaz de aplicar una fuerza constante de 5 N/s.

Se introduce la probeta en el accesorio, centrada sobre los dos apoyos inferiores, de modo que la longitud de la probeta que sobresalga de los mismos sea de al menos 1/3

de la longitud total de la probeta. Se aplica una fuerza constante de 5 N/s. hasta la rotura de la probeta, anotando el resultado en N.

Los resultados se expresan en kg/cm<sup>2</sup>, según la expresión:

$$R_{flex} = ((3*100*F)/(2*E^2 *A))*10.2$$

Donde:

- F - fuerza aplicada hasta la rotura, en Newton
- E - espesor de la probeta
- A - anchura de la probeta

#### **4.3.10 AGUA DE REVENIDO Y RESISTENCIA TRAS EL REVENIDO**

El objeto del ensayo de “agua de revenido” es determinar la adsorción de un producto seco en condiciones ambientales saturadas, justo antes de la precipitación atmosférica.

Se anota el peso de la probeta seca (Pi) y sin agua en su interior.

Se coloca la probeta en un recipiente hermético con agua dotado de soportes que permitan la situación de las probetas en una zona donde se vean afectadas por el ambiente saturado, y que eviten el contacto directo con el agua y se cierra herméticamente con cinta adhesiva. Tras 24 horas se vuelve a pesar la probeta (Pf).

Sobre estas probetas se determina la resistencia a la flexión de revenido utilizando el procedimiento indicado en el apartado 4.3.9.

Se calcula la adsorción de la probeta, según;

$$\% \text{ Ads} = (Pf - Pi) * 100 / (Pi)$$

Donde:

- % Ads - % de agua que adsorbe la probeta
- Pf - peso de la probeta después de 24 horas en el recipiente
- Pi - peso inicial de la probeta

#### **4.3.11 PÉRDIDA POR CALCINACIÓN**

Previamente a la determinación de la pérdida por calcinación y a todos los ensayos sobre productos cocidos, es preciso realizar la cocción de probetas en un horno eléctrico de laboratorio Nannetti GR986 con 6 cámaras, véase figura 4-10, capaz de realizar curvas de cocción (temperatura/tiempo) de forma automática y de alcanzar y mantener una temperatura máxima de 1.320 °C.

La principal característica de un horno de gradiente es la presencia de varias zonas de cocción con diferentes temperaturas (gradiente térmico). El horno eléctrico permite realizar la cocción en condiciones atmosféricas sin interferencia de gases de combustión ni de atmósfera oxidante o reductora. Las características clave de este modelo son:

- Una temperatura dentro de cada una de las 6 celdas, precisión aprox.  $\pm 3$  °C;
- La posibilidad de crear incluso un gradiente de 10 °C entre una célula y otra;
- El ciclo de cocción es controlado por ordenador;
- La posibilidad de llevar a cabo ciclos de cocción rápida en los cuales se puede llegar a la temperatura más alta en, aproximadamente, 30 minutos.

Se introducen las probetas secas en el horno, apoyadas sobre un soporte refractario, evitando poner unas sobre otras y, cuando sea posible, evitando el contacto entre las mismas, para posibilitar que la calefacción sea homogénea por todas sus caras.

Se programa la curva de cocción en el horno, con una subida de temperatura entre 1 y 5 °C/min., en función de la temperatura máxima de cocción y de las rampas de subida intermedias programadas, y manteniendo durante 4 horas la temperatura máxima constante.

En la tabla 4-7 se representa, para cada una de las muestras, las temperaturas a las cuales se sometieron las probetas en el proceso de cocción, que son diferentes porque se adaptan al intervalo de temperaturas máximas de cocción en cada fábrica, las cuales vienen condicionadas por la naturaleza de las materias primas, las características del proceso y las propiedades y color de las tejas fabricadas.

El enfriamiento se realiza mediante la incorporación de aire forzado, con una velocidad máxima de 7 °C/min., hasta temperatura ambiente. Sólo se abrirá el horno cuando el ciclo de cocción haya finalizado, procediéndose entonces a sacar del horno las probetas cocidas.

**Tabla 4-7: Temperaturas de cocción en horno de laboratorio**

<b>Muestra</b>	<b>T1 (°C)</b>	<b>T2 (°C)</b>	<b>T3 (°C)</b>	<b>T4 (°C)</b>	<b>T5 (°C)</b>	<b>T6 (°C)</b>
<b>M1</b>	900	920	940	960	980	1000
<b>M2</b>	900	920	940	960	980	1000
<b>M3</b>	825	850	875	900	925	950
<b>M4</b>	915	925	935	945	955	965
<b>M5</b>	900	920	940	960	980	1000
<b>M6</b>	900	920	940	960	980	1000
<b>M7</b>	915	925	935	945	955	965
<b>M8</b>	990	1010	1030	1050	1070	1090
<b>M9</b>	825	850	875	900	925	950



**Figura 4-10: Horno eléctrico de laboratorio**

El ensayo de pérdida por calcinación de una probeta cocida, permite determinar el peso perdido a una determinada temperatura.

Se pesa la probeta tras su secado en estufa a  $110 \pm 5$  °C durante un mínimo de 24 horas, y se anota.

Se introduce en el horno, que se programa a una temperatura y tiempo determinados.

Terminada la cocción, se saca la probeta y se introduce en la estufa a  $110 \pm 5$  °C durante 24 horas, o hasta obtener 3 pesadas iguales consecutivas a intervalos de 1 hora. Se saca y se pesa en la balanza, anotando dicho peso.

Los resultados se expresan en %, y vienen dados, para cada temperatura de cocción, por la fórmula:

$$Pcc = ((Ps-Pc)/Ps) * 100$$

Donde:

- Ps - Peso de la probeta seca, en gramos
- Pc - Peso de la probeta cocida, en gramos.
- Pcc - Pérdida por calcinación, en %.

#### 4.3.12 ADSORCIÓN DE AGUA

El ensayo sirve para conocer la adsorción en agua de una probeta cocida a una determinada temperatura.

Terminada la cocción de las probetas, se sacan y se pesan. Después, se colocan en un recipiente y se llena de agua, hasta que las probetas queden cubiertas completamente. Tras 24 horas, se sacan las probetas, se seca la superficie de las mismas y se pesan.

Los resultados se expresan en %, y viene dado, para cada temperatura de cocción, por la expresión:

$$\text{Ads 24 h} = ((P_a - P_c) / P_c) * 100$$

Donde:

$P_a$  - Peso de la probeta tras ser sumergida en agua, en gramos.

$P_c$  - Peso de la probeta cocida tras la cocción, en gramos.

Ads 24 h - Adsorción de la probeta a 24 horas, en %.

#### 4.3.13 CONTRACCIÓN DE COCCIÓN Y CONTRACCIÓN TOTAL

El objeto del método es la determinación de la contracción de cocción (seco-cocido) en probetas de laboratorio.

Se marcan los productos verdes con las pestañas del calibre abiertas 100.00 mm.

Se introducen en la estufa, y se secan durante al menos 12 horas a  $50 \pm 5$  °C. Tras ese periodo, se terminan de secar sin sacar de la estufa, durante un mínimo de 24 horas a temperatura  $110 \pm 5$  °C. Se sacan y se dejan enfriar a temperatura ambiente, tras lo que se mide la distancia entre las dos marcas con ayuda del calibre.

Se introducen las probetas en el horno. Terminada la cocción, se sacan las probetas y se vuelve a medir la distancia entre las marcas.

El valor de la contracción lineal de cocción viene expresado en %, según la fórmula:

$$C_c = ((L_s - L_c) / L_s) * 100$$

Donde:

$L_s$  - longitud entre las marcas del calibre tras secado.

$L_c$  - longitud entre las marcas del calibre tras cocción.

Análogamente, se calcula la contracción total (verde-cocido).

#### 4.3.14 COEFICIENTE DE SATURACIÓN

Para conocer el coeficiente de saturación de un producto cocido se toma una teja o probeta ya cocidas, se sacan 2 partes de la probeta de iguales dimensiones procurando que la relación superficie de corte a zona exenta de corte sea la misma en las dos probetas resultantes. Se secan las probetas a 110 ° durante 24 horas y se pesan (P1).

Una de las piezas se introduce en agua cubriéndola totalmente a condiciones ambientales. La segunda pieza se introduce en agua a ebullición durante 5 horas.

Después de un tiempo de inmersión de 24 horas, se sacan las dos probetas y se dejan escurrir durante 2–3 minutos, o el tiempo necesario para eliminar la lámina de agua superficial. Se anota el peso de cada probeta (P2).

Se calculan:

- Adsorción de la probeta sometida a inmersión durante 24 horas a condiciones ambientales:

$$\% \text{ Ads1} = (P2 - P1) * 100 / P1$$

- Adsorción de la probeta sometida a inmersión durante 5 horas en ebullición y dejando enfriar el agua:

$$\% \text{ Ads2} = (P2 - P1) * 100 / P1$$

$$\text{CS} = \% \text{ Ads1} / \% \text{ Ads2}$$

#### 4.3.15 RESISTENCIA A FLEXIÓN EN COCIDO

Las probetas cocidas se sumergen en agua durante 24 horas, se escurren y secan superficialmente con la ayuda de papel absorbente. A continuación, se sigue el procedimiento de ensayo de la resistencia a flexión indicado en el apartado 4.3.9.

### 4.4 TÉCNICAS ANALÍTICAS

---

Como técnicas convencionales para el estudio de las arcillas se pueden considerar las siguientes [Callière et al., 1989; Velde, 1992]:

- Difracción de rayos X, DRX: análisis mineralógico.
- Espectrometría de fluorescencia de rayos X, FRX: análisis químico elemental.
- Dilatometría: comportamiento en secado y cocción.
- Microscopía electrónica.
- Análisis térmico: TG, ATD y DSC.

#### 4.4.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de los rayos X, DRX, cuando atraviesan un medio natural, se produce en direcciones determinadas y con intensidad diferente, según la dirección, a diferencia de la luz, que se refleja en todas direcciones.

Bragg comprobó que los rayos difractados se comportan como si se reflejaran sobre los planos cristalográficos. La determinación de las direcciones de difracción puede realizarse utilizando la ecuación de Bragg:

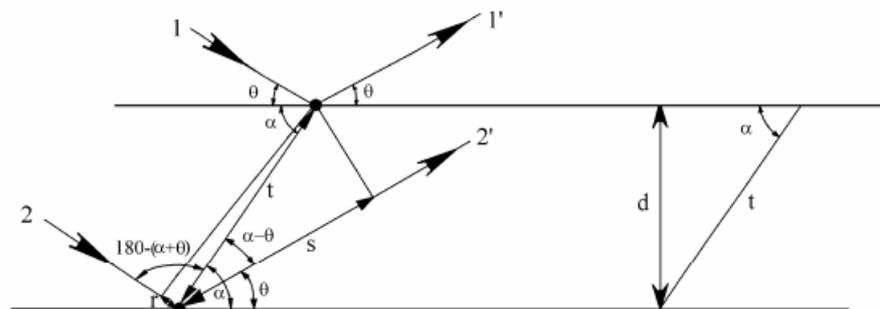
$$n\lambda = 2d \sin \theta,$$

Donde:

- $n$  – orden de difracción (número entero de planos reales o imaginarios del cristal).
- $\lambda$  - longitud de onda de los rayos X (y de los electrones en movimiento, protones y neutrones).
- $d$  – espaciado cristalino: distancia entre los planos de la red atómica.
- $\theta$  - ángulo entre el rayo incidente y los planos de dispersión.

En esta fórmula el ángulo se conoce, así como la longitud de onda, por lo que permite calcular el valor de espaciado cristalino ( $d$ ). Los espaciados son característicos de cada familia de planos cristalinos, en cada mineral. La determinación de estos espaciados es la base de la identificación de los minerales mediante difracción de rayos X, véase figura 4-11 [Brindley & Brown, 1980].

La fórmula de Bragg es válida para cristales cuyo desarrollo es infinito o que pueden considerarse como tales. Con esta reserva, el método se utiliza ampliamente en mineralogía. Sin embargo, los minerales de la arcilla son muy pequeños y no permiten, en la mayoría de los casos, la realización de diagramas de monocristal.



1 y 2 Rayos Incidentes. 1' y 2' Rayos difractados  
**Figura 4-11: Determinación de las direcciones de difracción**

La mineralogía de la arcilla utiliza, en cambio, los métodos de polvo cristalino, especialmente el difractómetro de polvo, en el cual la imagen de difracción, analizada por un contador electrónico, permite obtener un diagrama característico. Estos diagramas muestran una serie de picos que indican, simultáneamente, el ángulo de difracción, en abscisas (posición de los picos) y la intensidad de la difracción (área de los picos).

En el caso de las arcillas la situación es más problemática porque una de las dimensiones de los cristalitos es muy pequeña y no se respetan por completo las condiciones de difracción de Bragg, determinadas para cristales infinitos. Esta limitación conduce en general a un ensanchamiento y asimetría en los picos de difracción [Moore y Reynolds, 1989].

La presencia en un polvo de gran número de partículas conduce a la formación de “bandas de difracción”, donde la intensidad se localiza en dominios angulares.

Solo las reflexiones basales, de índice 001, pueden ser consideradas como tales y permiten, en una primera lectura, conocer la distancia entre láminas (espaciado basal) del mineral. Todas las demás informaciones se ven muy afectadas por la forma y tamaño de los cristales y por los defectos cristalinos.

Según el objetivo que se persiga, puede ser conveniente emplear muestras completamente desorientadas o, por el contrario, tratar de orientar al máximo posible las partículas para favorecer las reflexiones basales, 001.

Un método clásico para la obtención de muestras orientadas consiste en depositar una suspensión de la muestra sobre un soporte plano. Durante el depósito las partículas se orientan. Muestras preparadas de este modo permiten determinar rápidamente los espaciados basales característicos del mineral, pues las reflexiones 001 serán las más netas. La orientación produce un pseudomacrocristal que difracta como un cristal simple.

Por otra parte, puede lograrse una identificación más precisa mediante la intercalación de diferentes sustancias en la estructura de las arcillas, lo que origina un cambio en el espaciado basal de las mismas.

Las muestras preparadas sin orientación preferente son necesarias para determinar otros máximos de difracción diferentes de los 001. Los métodos utilizados son varios. El más eficaz consiste en liofilizar una suspensión bastante concentrada. La desorientación así obtenida es casi total. Un alto grado de desorientación puede obtenerse también utilizando pequeñas esferas de material transparente a los rayos X, las cuales, mezcladas con el polvo de arcilla, impiden la orientación. La utilización de portamuestras de fondo rugoso constituye otro método, menos eficaz pero más rápido.

En los difractogramas de las arcillas hay varias zonas diagnóstico, donde aparecen los máximos de difracción característicos.

En ciertos casos, es necesario emplear una serie de tratamientos complementarios para la identificación de los elementos. Por ejemplo, en la figura 4-12 se analiza el difractograma característico que se obtiene a base de tratamientos adicionales sobre una muestra de esmectita, con un espaciado de 14.4 Å. El tratamiento con etilenglicol produce la expansión de los planos basales y origina un espaciado de 17 Å. Por el contrario, el tratamiento térmico origina la contracción del espaciado basal a 9.6 Å. Estos cambios no se observan en el caso de una clorita. Si fuera una vermiculita, también contraería los planos basales tras el tratamiento térmico, pero no expandiría con etilenglicol (EG)

Existen, además, una serie de métodos o de condiciones específicas para determinar los parámetros cristalquímicos de los minerales de la arcilla: posición exacta de determinadas reflexiones, relación de intensidades, anchura de las reflexiones, etc.

La composición mineralógica de las materias primas ha sido estudiada con técnicas de difracción de rayos X utilizando un difractómetro Philips PW 1730 (Eindhoven, Holanda). También, se efectuaron análisis por medio de la difracción de rayos X sobre las muestras de las tejas de arcilla cocida y que han sido utilizadas como probetas.

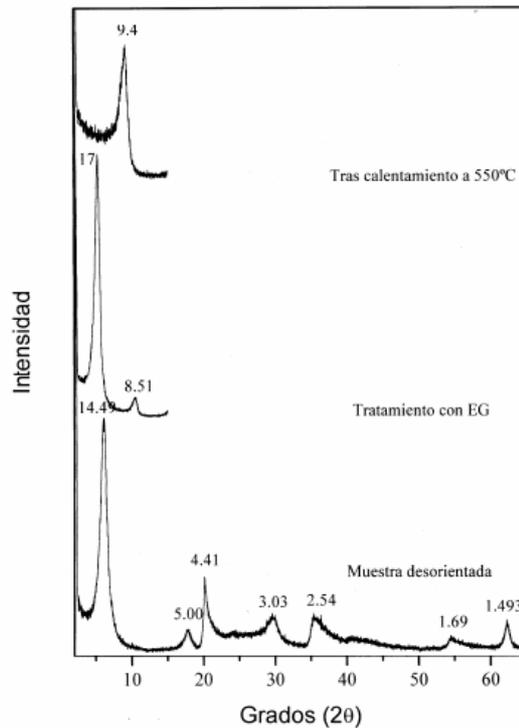


Figura 4-12: Difractogramas de esmectita natural y sometida a tratamientos

#### 4.4.2 FLUORESCENCIA DE RAYOS X

La fluorescencia de rayos X, FRX, es una técnica analítica comparativa elemental que utiliza los principios físicos de la interacción de los rayos-X o los rayos gamma con la materia. Al producirse dicha interacción es posible arrancar alguno de los electrones internos del átomo con lo que se producirá un 'hueco' en el orbital interno correspondiente como consecuencia de una ionización interna. Dicho 'hueco' tiende a ocuparse espontáneamente por algún electrón de los orbitales más externos y se produce una emisión de energía cuya frecuencia se encuentra en la banda de los rayos X y es característica de los elementos que forman parte de la muestra y su intensidad proporcional a su concentración, lo cual permite el análisis cualitativo y cuantitativo de las muestras.

Los espectrómetros de FRX permiten llevar a cabo determinaciones analíticas tanto de elementos metálicos como no-metálicos y de muestras tanto sólidas como líquidas. Además no es necesario poner en disolución las muestras, con lo que la preparación de las mismas requiere una mínima manipulación.

El espectrómetro de rayos X consta de las siguientes partes, véase figura 4-13:

- Fuente de excitación: generalmente un tubo Coolidge.
- Colimadores.
- Cristales analizadores.
- Detector, generalmente los espectrómetros llevan dos.

Las muestras se preparan en forma de pastillas, moliendo el material en un molino de discos de carbono de wolframio Herzog HSM-50, hasta que pase por el tamiz de 250 micras. Posteriormente se prensa para evitar que se desmorone el material y presente una superficie lisa (espejo).

El molino de discos de carburo de wolframio Herzog HSM-50, véase figura 4-14, es un molino de vibración con doble rodamiento de disco excéntrico que está completamente encapsulado, con aislamiento contra el ruido y capacidad de molienda de 50 ml. Características:

- Dimensiones: 550 x 750 x 1000 mm
- Tamaño de grano: 10 mm
- Dureza máxima: 9 Mohs
- Temperatura máxima: 100 °C

La composición química de las mezclas de arcilla utilizadas como materias primas se determinó mediante la técnica de fluorescencia de rayos X, utilizando un espectrómetro de longitud de onda dispersiva Panalytical PW1404 XRF con los siguientes elementos:

- Tubo de 3 kW y 100 kV
- Anticátodo de Sc/Mo y ventana de berilio
- Cristal analizador LiF

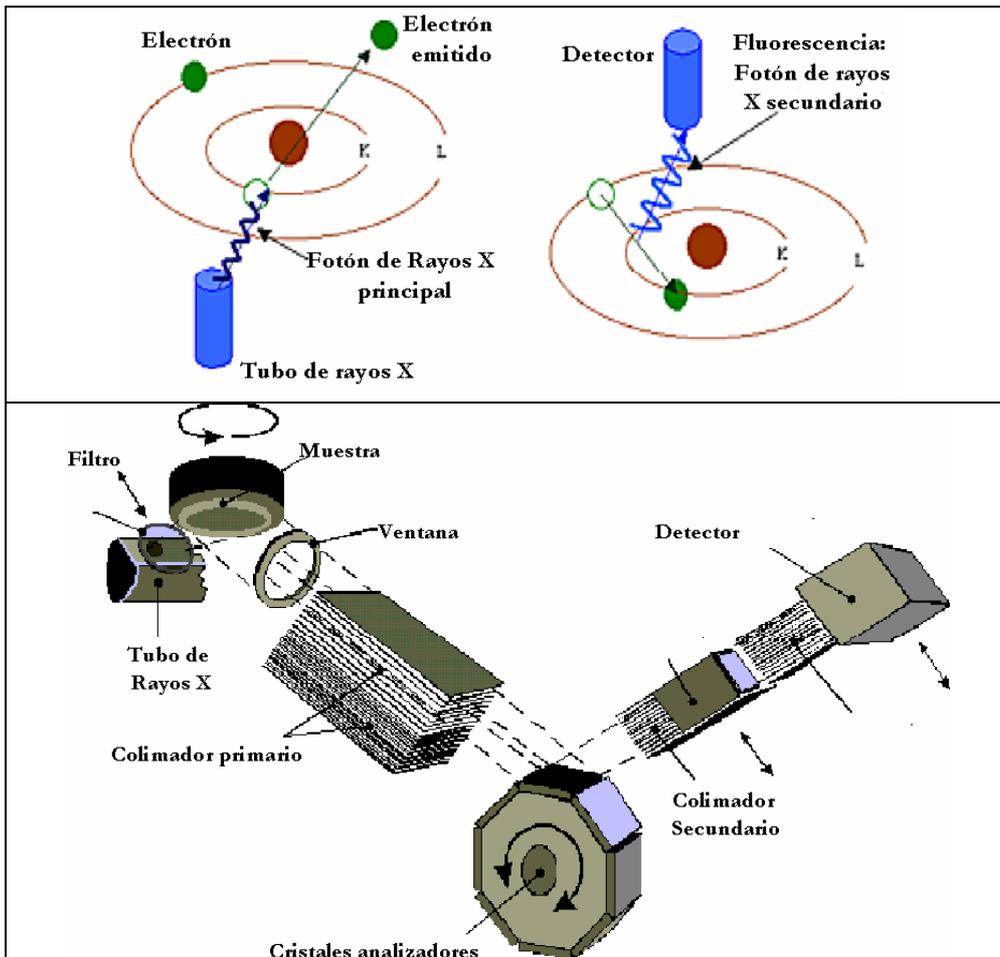


Figura 4-13: Fundamento y espectrómetro de rayos-X



Figura 4-14: Molino de discos

- Colimador de 550  $\mu\text{m}$
- Detector de yoduro de sodio dopado con talio.

#### 4.4.3 DILATOMETRÍA

##### 4.4.3.1 Variaciones dimensionales efecto de la temperatura

Los ensayos de dilatometría miden la variación dimensional de una muestra de material cuando sufre cambios de temperatura o humedad. Estas variaciones dimensionales van acompañadas de cambios de fases, donde aparecen fases vítreas, o eliminación de elementos volátiles como agua, elementos orgánicos, anhídrido carbónico, etc.

El fenómeno de la expansión térmica en un material tiene lugar por el aumento de la amplitud de la vibración de cada una de las partículas (aumento de su energía interna) como resultado del incremento de la energía térmica. Este aumento dimensional viene dado para cada material por un factor característico dependiente de la temperatura denominado coeficiente de dilatación, que puede referirse al volumen (coeficiente de dilatación cúbica  $\alpha^3$ ) o a una sola dimensión (coeficiente de dilatación lineal  $\alpha$ ).

Cuando la temperatura de un cuerpo sólido se eleva desde un valor  $T$  hasta otro  $T+\Delta T$ , su longitud sufrirá un alargamiento  $\Delta L$ , véase figura 4-15. El coeficiente de dilatación medio entre ambas temperaturas viene dado por la relación:

$$\alpha = 1/L_0 \cdot \Delta L / \Delta T$$

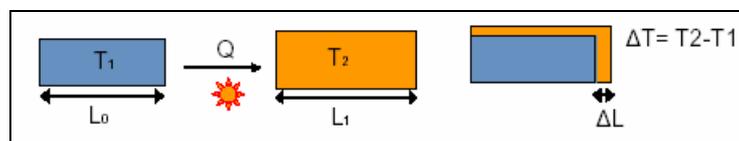


Figura 4-15: Alargamiento de un sólido al cambiar de temperatura

La variación dimensional de un material en función de la temperatura discurre de un modo continuo en tanto no se produzcan cambios estructurales, tal como se representa en la figura 4-16 a). Si durante su calentamiento tiene lugar alguna transformación, ya sea transformación polimórfica, cristalización o desvitrificación, puntos de transición, etc., ésta se verá reflejada en la curva dilatométrica por una discontinuidad (figura 4-16 b) y cuanto mayor sea la transformación más pronunciada será la curva.

#### 4.4.3.2 Estudio dilatométrico de arcillas

El estudio dilatométrico de las materias primas arcillosas depende de su naturaleza:

- Arcillas y composiciones cerámicas:
  - o Arcillas y minerales arcillosos: caolinita, illita/mica moscovita, clorita, esmectitas, sepiolita, etc.
  - o Cuarzo
  - o Feldespatos: feldespato potásico (microclina y ortoclasa), feldespato sódico (albita) y feldespatoideos (nefelina).
  - o Carbonatos: calcita, dolomita.
- Fritas y esmaltes
- Engobes

Los ensayos en crudo permiten obtener curvas de expansión y contracción, de arcillas y composiciones cerámicas y obtener información sobre cambios dimensionales debido a las sinterizaciones, cambios alotrópicos, cristalizaciones y descomposiciones. En el proceso de cocción ocurren varios procesos fisicoquímicos, detallados en el apartado 2.3.5.1, que suponen transformaciones y contracciones o dilataciones del material:

- Cambios químicos, las deshidrataciones de las arcillas, descomposiciones de los carbonatos, combustiones y cristalizaciones.
- Cambios físicos, que son de tipos dimensionales, fusiones, alotrópicos:  
 $\alpha\text{-SiO}_2 \rightarrow \beta\text{-SiO}_2$

Para los vidriados se utiliza varios métodos, tanto absolutos como diferenciales [Matthes, 1990], entre los que se encuentran:

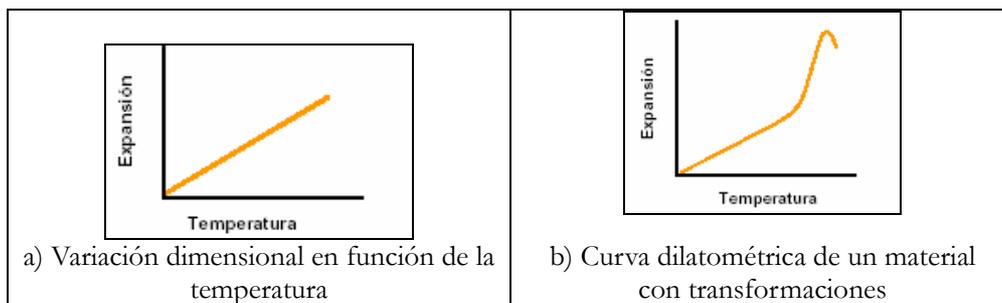


Figura 4-16: Tipos de líneas dilatométricas

- Método de Winkelmann y Schott
- Método de Appen

Para la estimación por cálculo de las fases vidriadas, se utiliza la siguiente fórmula:

$$\alpha = 1/100 ( \alpha_1 m_1 + \alpha_2 m_2 + \dots + \alpha_n m_n ) \cdot 10^{-7}$$

Donde:

- $\alpha$  - coeficiente de dilatación lineal del esmalte ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )
- $\alpha_1 \dots \alpha_n$  - factores de los óxidos según la tabla de Winkelman y Schott.
- $m_1 \dots m_n$  - % de los óxidos en el esmalte, en moles según Appen o en % en peso según Winkelman y Schott.

El coeficiente de dilatación en el vidriado aumenta o disminuye dependiendo de la proporción del mismo y del resto de componentes presentes del vidriado, como la cantidad y la aparición de segregaciones cristalinas, véase tabla 4-8.

Tabla 4-8: Variación del coeficiente de dilatación en los vidriados

(Li <sub>2</sub> O) <sup>*1</sup>	↑
Ni <sub>2</sub> O	
K <sub>2</sub> O	
SrO	
(Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	
(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	
CaO	
(BaO)	
CoO	
TiO <sub>2</sub>	
NiO	↓
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
PbO	
(BaO)	
CuO	
MnO	
ZrO <sub>2</sub>	
SnO <sub>2</sub>	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	
ZnO	
(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	
(MgO)	
SiO <sub>2</sub>	
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	

#### 4.4.3.3 Dilatómetros

Los dilatómetros constan de un elemento de medida (longitud) o varios (volumen) y de un generador de calor o de humedad, véase figura 4-17.

El desarrollo del ensayo requiere de un tiempo para que la muestra modifique sus dimensiones.

De los cálculos derivados de las curvas de calentamiento se obtiene el coeficiente de dilatación térmica ( $\alpha$ ) o el coeficiente de enfriamiento ( $\beta$ ).

Las medidas dilatométricas son normalmente complicadas por el hecho de que el sistema de medición utilizado para obtener la dilatación sufre variaciones dimensionales debido al calentamiento. Este hecho exige una curva de corrección obtenida midiendo una muestra a una dilatación conocida. Así, cada vez que se cambia el ciclo de calentamiento se debe hacer una nueva curva de calibración. El dilatómetro se calibra mediante una pieza de zafiro.

La dilatación aparente,  $L_{ct}$ , producida en un intervalo de temperatura  $T$  vendrá dada por la suma de la dilatación real de la probeta, más la dilatación de la varilla del dilatómetro, menos la del tubo, cuyo alargamiento hace descender al conjunto.

$$L_{ct} = [L_x \alpha_x + (L_{zafiro} - L_x) \alpha_{zafiro} - L_{zafiro} \alpha_{zafiro}] \Delta T$$
$$L_{ct} + L_{zafiro} \alpha_{zafiro} \Delta T = L_x \alpha_x \Delta T$$

El término de corrección  $L_x \alpha_{Al_2O_3} \Delta T$ , que hay que sumar a cada lectura, depende de la temperatura, de la longitud de la probeta de ensayo y del coeficiente de dilatación del tubo del soporte, pero es independiente de la longitud de éste y de la varilla palpadora.

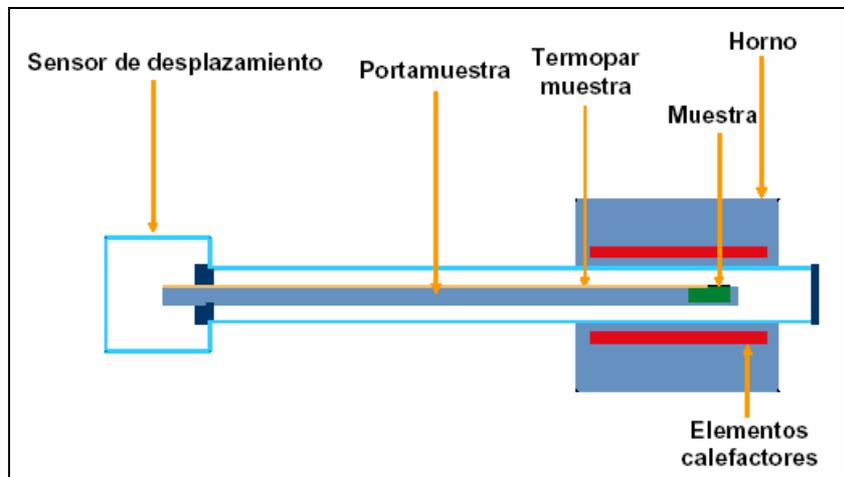


Figura 4-17: Esquema de un dilatómetro

Especificaciones técnicas del dilatómetro BAHR DIL 801L:

- Longitud de la muestra: 0-25-50 mm
- Diámetro de la muestra máximo: 14 mm
- Material soporte de la muestra: sílice fundida,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , zafiro
- Cambio de longitud: máx. 4 mm
- Resolución  $\Delta l, T$ : 20 nm, 0,1 °C
- Exactitud en  $\alpha$ :  $0,03 \times 10^{-6}$  ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )
- Fuerza de contacto: 0,02 hasta 1N ajustable
- Temperatura: -160 °C a 1.720 °C
- Atmósfera: normal (aire)
- Transferencia del cambio de longitud usando varilla de transmisión en horizontal.
- Sensor de desplazamiento inductivo
- Tecnología digital del amplificador y sistema del procesador interno integrado controlado por ordenador.

#### 4.4.3.4 Procedimiento experimental

Material utilizado:

- Dilatómetro BAHR DIL 801L
- Papel de lija
- Prensa
- Calibre

Preparación de las muestras:

- Probeta seca de arcilla o mezcla: Se pule con un papel de lija hasta que adquiera unas dimensiones aproximadas de 50 x 7 x 7 mm.
- Polvo seco: Se prensa el polvo seco (arcilla, engobe, esmalte,...) hasta obtener una probeta de dimensiones aproximadas de 50 x 7 x 7 mm.

Se introduce la probeta en el lugar dispuesto al efecto. Se anotan los datos informativos del ensayo y las medidas de la probeta tomadas con un calibre. Se programa la curva de cocción que se desea que siga el dilatómetro y se ajusta la ruleta a cero para que el aparato tenga constancia de la medida exacta de la probeta.

Después de que se haya realizado la cocción, se obtendrá una curva a la que se resta la contracción de la caña. Esto se hace aplicando unas correcciones que ya están parametrizadas en el período de calibración, distintas según la curva de cocción.

#### 4.4.4 POROSIMETRÍA

##### 4.4.4.1 Fundamentos de la técnica

La técnica de porosimetría de intrusión de mercurio, también denominada “porosimetría de macroporos”, ha sido desarrollada para determinar el volumen y distribución de tamaño de poro de sólidos en el intervalo de los macroporos y se aplica a los macroporos en el intervalo de 300  $\mu\text{m}$  a 7,5 nm utilizando presiones hasta 2000 atm, llegando a 3,75 nm dependiendo del modelo de aparato con 4000 atm de presión y se utiliza cuando la técnica de adsorción de gases no puede ser aplicada. Esta técnica se basa en el concepto de que el mercurio es un líquido que no moja las superficies, esto es cuyo ángulo de contacto con la superficie sólida es mayor de 90°, por lo que se requiere elevar la presión para forzar su penetración dentro de los poros. La ecuación que relaciona la presión ejercida sobre el sistema con el radio de poro penetrado para poros cilíndricos fue primeramente sugerida por Washburn E.W. (1921):

$$r^p = - 2\gamma \cos \theta / \Delta p$$

Donde:

$\theta$  - ángulo de contacto, 141°

$\gamma$  - tensión superficial de mercurio, 484 mNm<sup>-1</sup>

$r^p$  - radio de poro

$p$  - presión aplicada

Los valores de ángulo de contacto de mercurio con un sólido se encuentran normalmente entre 130° y 150°, pero como es difícil medir para todas las muestras ha sido adoptado por la IUPAC el valor de 141° para comparar los resultados obtenidos entre distintos laboratorios y muestras. De esta forma, empezando con la muestra sometida a vacío para su limpieza, al ir elevando la presión hasta 200 o 400 MPa el intervalo de poros que puede analizarse es desde cerca de 300  $\mu\text{m}$  hasta 7,5 nm o 3,75 nm de diámetro de poro. [Sing y col. 1985].

Esta técnica depende esencialmente de la medida de la extensión de la penetración del mercurio en una muestra evacuada, en función de la presión aplicada. Ritter y Drake usaron por primera vez este método y desarrollaron la técnica en 1945. Desde entonces han aparecido varios instrumentos comerciales que han transformado la técnica en una medida rápida y fácil, de alta precisión y reproducibilidad. [Ritter y col. 1945].

La técnica se lleva a cabo empezando desde vacío y aumentando lentamente la presión para provocar la penetración del mercurio en los poros del sólido. A cada presión se toma el volumen de mercurio introducido en el sólido y mediante la ecuación de Washburn se calcula el radio de poro correspondiente al volumen de mercurio introducido.

Esta técnica se puede aplicar al estudio de cualquier sólido que no forme una amalgama con el mercurio. Estos incluyen materiales de construcción (cementos, arena, ladrillos, tejas, morteros, etc.) cerámicos, óxidos, arcillas, zeolitas, etc.

La porosimetría de intrusión de mercurio es una técnica por la que se puede evaluar la porosidad de cualquier material sólido, que incluye el tamaño y el volumen de los poros del material. También permite conocer la forma de los poros y su conectividad, que determinan la tortuosidad. Se pueden medir también la densidad aparente y esquelética de los sólidos y con polvos divididos finamente se puede medir la distribución de tamaño de partícula a partir de los datos de la curva de intrusión [Conner y col. 1983, 1986 y 1987].

#### 4.4.4.2 Tipos de poros

Cualquier material sólido o polvo finamente dividido posee una porosidad característica que depende del tamaño de partícula primaria y del grado de compactación u orden del material. Así, partículas esféricas compactas y densamente empaquetadas darán lugar a la porosidad interparticular que existe entre las esferas. En forma similar los minerales arcillosos, que contienen partículas tipo placa, presentan también una porosidad característica debida a defectos y discontinuidades en el material cristalino.

Los diferentes tipos de porosidad que pueden existir en un material sólido han sido clasificados por la I.U.P.A.C. en las siguientes categorías: [Sing y col. 1985].

1. Poro cerrado, se denomina así a un poro que no es accesible. Este tipo de porosidad reduce la densidad y la resistencia mecánica de un sólido.
2. Poro de cuello de botella, o troath, se llaman así los poros cuya entrada es mas estrecha que su interior. El método de intrusión de mercurio asignará el volumen de poros erróneamente a poros con diámetro igual al de su abertura. Esto da lugar a una sobre-estimación de la cantidad de poros pequeños y una sub-estimación de los grandes, así como a una sobre-estimación del área superficial, ya que el cálculo esta basado en la suposición de poros cilíndricos no conectados. No obstante ya que los procesos de transporte de gases o líquidos a través del sólido están determinados por las constricciones más estrechas a través de las cuales estos deben pasar, la distribución de tamaño de poros o más bien de tamaño de cuellos de poro puede tener mas importancia que la de los tamaños reales de los poros presentes en el material.
3. Poros cilíndricos abiertos, son poros que tienen forma cilíndrica y están conectados al resto de la estructura porosa.
4. Poros de embudo abiertos. Poros de forma de embudo que se estrechan hacia

el interior, sin llegar a cerrarse.

5. Poro continuo, es el tipo de poro que controla los procesos de transporte de gas o líquido a través del sólido poroso.
6. Poro ciego, se llama así al poro que no está conectado con el resto de la estructura porosa y como tal será medido en el volumen de poros total, pero no participa en los procesos de transporte.
7. Rugosidad superficial, el criterio adoptado para diferenciar entre un poro ciego y la rugosidad superficial es que el poro sea por lo menos dos veces más profundo que ancho. La rugosidad superficial aumenta el área de un sólido pero no su volumen de poro.

#### **4.4.4.3 Cálculo de la densidad de la muestra**

La densidad de una muestra sólida se puede calcular usando esta técnica ya que el peso de la muestra es conocido y la técnica mide necesariamente el volumen de muestra y el volumen de poros. Para calcular la densidad de la muestra se hace una medida en blanco primero, con un portamuestras vacío. De esta se sacan los datos del peso del portamuestras vacío y del portamuestras lleno de mercurio. Al medir una muestra se conoce el peso del portamuestras con la muestra y el mercurio. La diferencia entre el peso del portamuestras con mercurio y del portamuestras con mercurio y muestra es la diferencia entre la densidad del mercurio y la de la muestra. Así se puede calcular el volumen del peso equivalente de mercurio. Este volumen es el ocupado por la muestra más poros, dando lugar a la densidad aparente. Después de realizar la intrusión se conoce el volumen de poro de la muestra. Restando este volumen del usado para el cálculo del volumen aparente se obtiene la densidad esquelética. La densidad esquelética puede ser menor del real, la muestra tiene poros con diámetro por debajo del límite inferior del porosímetro.

#### **4.4.4.4 Cálculo del área superficial**

El cálculo del área superficial se hace por el análisis de la curva de intrusión, ya que para cada incremento de presión empezando en vacío debe haber un volumen de penetración asociado. Suponiendo poros cilíndricos y usando la ecuación de Washburn, los volúmenes de penetración se relacionan con un radio de poro determinado. El área superficial de la muestra se calcula de la suma del área de los cilindros equivalentes llenados para cada incremento de presión. Las áreas obtenidas con este cálculo pueden diferir de las obtenidas con las técnicas más usuales de medida de áreas, como son las de adsorción de gases, dependiendo de la naturaleza de la muestra, ya que ambas técnicas usan diferentes estimaciones para el cálculo.

Si la curva de intrusión no alcanza una meseta a las presiones más elevadas (radios de poro más pequeños) esto indica la existencia de poros todavía más finos en la muestra. En este caso debemos esperar una sub-estimación del área superficial medida.

En el caso de que la muestra tenga poros de cuello de botella, el área medida puede ser superior a la medida por adsorción de nitrógeno, ya que el cálculo del área supone poros cilíndricos no conectados. También se pueden encontrar áreas superiores debido a que las altas presiones alcanzadas durante la intrusión, normalmente 200-400 MPa, dañen la muestra y se creen poros extra durante la medida. En general, el área medida por mercurio suele ser inferior a la medida por nitrógeno [Day y col., 1991 y 1994].

#### **4.4.4.5 Análisis de muestras de polvo**

La medida de la curva de intrusión de mercurio cuando la muestra es un polvo finamente dividido se puede usar para determinar la distribución de tamaño de partícula. En este caso la intrusión es la que se produce entre las partículas. Pero ya que el peso de la muestra y el volumen de mercurio introducido se conocen, suponiendo partículas esféricas se puede usar el porcentaje de porosidad para calcular el número de vecinos más cercanos y el tamaño correspondiente de las partículas primarias.

Cuando los datos de presión/volumen de la curva de intrusión se transforman en volumen/diámetro, la curva de intrusión acumulativa corresponde a la debida al llenado del espacio vacío entre las partículas y la porosidad total es entonces una medida del grado de empaquetamiento alcanzado entre las partículas.

Suponiendo partículas esféricas estos diámetros de poro se pueden convertir a diámetros equivalentes de partículas esféricas con el mismo grado de empaquetamiento.

#### **4.4.4.6 Operativa de ensayo**

La técnica de porosimetría por mercurio se usa para medir la porosidad total, la densidad aparente y la distribución de diámetros de poro en tejas de arcilla cocida. Estas pruebas fueron realizadas en un medidor de poros Micromeritics Pore Sizer 9500 (Norcross, GA).

La preparación de las muestras para obtener resultados reproducibles y consistentes comienza por secarlas, por lo menos, a una temperatura de 110 °C, para que su superficie no este cubierta por agua adsorbida. La muestra así seca se pesa rápidamente y se introduce en un portamuestras y se desgasifica a un vacío superior a 0.01 KPa.

Cuando la muestra es un polvo finamente dividido la parte de baja presión del porosímetro se lleva a cabo normalmente desde vacío hasta 400 KPa, para así obtener más datos con el transductor de presión de alta sensibilidad. Una vez alcanzada esta presión, se baja lentamente a presión atmosférica. Si la muestra consiste en un trozo de sólido esto no es necesario y esta medida solo se hace desde vacío hasta presión atmosférica. Al terminar esta operación el portamuestras con la muestra y el mercurio se vuelve a pesar de forma que se puedan calcular las medidas de densidad y luego se pone en la parte de presión elevada del porosímetro, donde se aumenta la presión hidrostática sobre el mercurio hasta 200 o 400 MPa, dependiendo del modelo usado.

#### **4.5 TÉCNICAS ESTADÍSTICAS**

---

Se utilizaron técnicas estadísticas basadas en el software Minitab versión 15.1 para efectuar el análisis e interpretación de los resultados.

Minitab es un software utilizado en Seis Sigma, metodología de mejora de procesos, centrada en la reducción de la variabilidad de los mismos, consiguiendo reducir o eliminar los defectos o fallas en la entrega de un producto o servicio al cliente. La meta de 6 Sigma es llegar a un máximo de 3,4 defectos por millón, entendiéndose como defecto cualquier evento en que un producto o servicio no logra cumplir los requisitos del cliente. Esto representa una eficiencia de 99,999966 %.

## **5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

### **5.1 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS**

---

#### **5.1.1 CARACTERIZACIÓN TECNOLÓGICA DE LAS ARCILLAS**

La caracterización tecnológica se aplica a todas las muestras de arcillas con las que se fabrican las tejas. Para las tejas M5 y M6 que se fabrican en la misma fábrica con igual arcilla y condiciones de proceso, con diferencia de unas horas, se toma una sola muestra.

Aunque la muestra M3 y M9 se fabrican con iguales arcillas en las mismas instalaciones, se toman muestras independientes por haberse fabricado con meses de diferencia.

##### **5.1.1.1 Granulometría por tamizado en húmedo**

Los resultados obtenidos en los ensayos de granulometría por tamizado en húmedo de las arcillas se muestran en la tabla 5-1.

**Tabla 5-1: Resultados de tamizado en húmedo de las arcillas**

<b>Tamiz (<math>\mu</math>)</b>	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b>M4</b>	<b>M5=M6</b>	<b>M7</b>	<b>M8</b>	<b>M9</b>
4.000								
2.000								
1.000				0,2		0,1		
500	0,01	0,7		0,1		0,6	0,04	0,05
425	0,02	0,2	0,2	0,1	0,02	0,3	0,10	0,20
355	0,02	0,2	0,2	0,2	0,04	0,6	0,20	0,30
250	0,03	0,9	0,6	0,2	0,10	1,6	0,70	1,0
125	0,1	3,1	4,5	2,1	0,30	6,0	3,4	3,8
63	1,2	5,8	13,5	13,1	2,4	9,5	7,2	8,8
38	3,3	5,7	8,2	9,0	4,5	5,6	6,2	6,5
Resto (arcilla)	95,3	83,4	72,9	75,0	92,6	75,7	82,2	79,4
Retenido (arena)	4,68	16,6	27,1	25,0	7,36	24,3	17,8	20,6

Los resultados obtenidos reflejan la mayor efectividad por vía seca, dado que los mayores contenidos en partículas gruesas se dan en los modelos M4 y M7, únicos

molidos industrialmente por vía semihúmeda. Este hecho se pone de manifiesto por dos circunstancias:

- Aparece algo de material retenido en el tamiz de 1 mm y
- El contenido total en retenido (denominado “arena” en la terminología utilizada en el sector cerámico) es de los más grandes.

El hecho de que la mayor parte del material pase por el tamiz más pequeño (38  $\mu\text{m}$ ), con independencia de que la molienda se realice por vía seca o semihúmeda, hace imprescindible complementar la granulometría por tamizado con un método analítico basado en técnicas instrumentales, como es el caso de la difracción de rayo láser.

#### **5.1.1.2 Granulometría por difracción de rayos láser**

Los resultados obtenidos en las diferentes granulometrías por difracción de rayos láser realizadas a las arcillas en el Coulter se recogen en el Apéndice I, con expresión de las curvas diferenciales y acumulativas y de los parámetros estadísticos básicos.

Las curvas de distribución, que se presentan tanto en forma acumulativa (línea roja) como diferencial (línea azul) permiten determinar, con mayor precisión que el ensayo de tamizado en húmedo, la distribución de tamaños de partícula en todo su intervalo y, especialmente, por debajo de los 38  $\mu\text{m}$ , límite del tamizado en húmedo.

Se observa que, al utilizar una escala logarítmica de diámetro de partícula, se obtienen curvas de distribución diferenciales de tipo monomodal, aunque en el caso de los modelos M1 y M4 aparece un pequeño segundo pico a tamaños de partícula mayor de 500  $\mu\text{m}$ , esto puede deberse a la adición de arenas como desgrasante, las cuales presentan mayor dureza y tamaño de partícula que las arcillas. Todas las curvas son muy amplias, lo que se pone de manifiesto al calcular el coeficiente de variación (relación entre la desviación típica y la media de la distribución), que supera en todos los casos el 100 %, llegando, en el caso de las materias primas del modelo M1, al 239 %. Del mismo modo, se observa que las distribuciones no son centrales, siendo la relación entre media y mediana muy superiores a la unidad, llegando incluso a 3,26 en el modelo M1, que es el de mayor dispersión.

En ningún caso se encuentran partículas de tamaño inferior al tamaño de partícula mínimo que detecta el aparato (0,375  $\mu\text{m}$ ), los valores centrales de la distribución (media, mediana y moda) se sitúan con frecuencia en las inmediaciones de los 38  $\mu\text{m}$  o por debajo, lo que aporta relevancia a este estudio granulométrico frente al anterior para conocer la distribución de tamaños de partícula de las materias primas en toda la extensión de ésta.

Cada una de las curvas sirve para caracterizar el tipo de molienda realizado, no solamente en lo que se refiere a la vía utilizada (seca o semihúmeda), sino también al tipo de molino empleado, así como, la presencia de materiales de mayor o menor

dureza contenidos en las tierras utilizadas como materias primas. Al comparar los resultados obtenidos, véase tabla 5-2, no se observa ninguna mejora apreciable de granulometría cuando se usa la vía seca siendo el molino principal un molino pendular (modelos M3, M8 y M9) con respecto a la vía seca usando otros tipos de molino (modelos M1, M2, M5 y M6), ni de ésta respecto a la vía semihúmeda (modelos M4 y M7) pues la propia regulación de los molinos o laminadores, en su caso, así como el tamaño de malla utilizado en los tamices condicionan el proceso industrial de molienda. Dado que el control de las condiciones de molienda no era objetivo de la presente investigación, la información sobre la granulometría de las materias primas únicamente sirve a efectos de investigar su posible influencia sobre la resistencia a la helada de las tejas fabricadas con dichas materias primas.

**Tabla 5-2: Resumen de granulometrías Coulter**

Modelo	M1	M2	M3	M4	M5-M6	M7	M8	M9
Molienda	Seco	Seco	Seco Pendular	Semi Hum	Seco	Semi Hum	Seco Pendular	Seco Pendular
Media ( $\mu\text{m}$ )	81,17	4,59	71,37	62,78	23,58	46,59	46,70	44,69
Mediana ( $\mu\text{m}$ )	24,88	9,44	31,08	36,23	16,42	22,19	20,81	20,76
Moda ( $\mu\text{m}$ )	28,70	41,68	37,97	45,75	18,00	34,58	18,00	18,00
Desviación típica ( $\mu\text{m}$ )	193,8	102,9	101,2	103,1	25,52	79,56	71,76	66,98
Coefficiente de variación (%)	239	138	142	164	108	171	154	150
Media/mediana	3,262	1,891	2,296	1,733	1,436	2,099	2,244	2,153
$d_{10}$ ( $\mu\text{m}$ )	4,017	7,620	3,383	4,640	2,989	3,028	2,981	2,479
$d_{90}$ ( $\mu\text{m}$ )	137,50	178,7	200,9	121,0	50,16	102,9	122,5	116,6

### 5.1.1.3 Calcimetría

Los resultados obtenidos en la determinación del contenido de carbonatos de las arcillas mediante calcimetría se muestran en la tabla 5-3.

**Tabla 5-3: Resultados de calcimetría de las arcillas**

Muestra	% Carbonatos
M1	19,89
M2	5,69
M3	16,0
M4	0,70
M5 =M6	16,27
M7	3,17
M8	19,93
M9	11,07

Estos resultados ponen de manifiesto una variación muy grande en el contenido de carbonatos de las diferentes mezclas arcillosas, mientras que en dos casos se aproximan al 20 %, hay un caso en que no llega al 1 % y el resto de valores se distribuye dentro de este intervalo sin una tendencia definida.

Estas circunstancias muestran que existe una fuente de variabilidad en los procesos de fabricación y en las características de las tejas, debido a la diferencia de composición de las materias primas en lo que a carbonatos se refiere. A lo largo de la discusión de los resultados se consideran estos datos, junto con los obtenidos por las técnicas de difracción y fluorescencia de rayos X.

#### 5.1.1.4 Consistencia de la pasta y humedad de amasado

En todos los casos, en el proceso de extrusión en el laboratorio, se ajusta la humedad de amasado, de modo que la consistencia de la pasta sea de 2 kg/cm<sup>2</sup>. De este modo, todas las barritas que se utilizan en los ensayos tecnológicos se fabrican en las mismas condiciones de plasticidad y trabajabilidad, lo que permite la comparación de los resultados obtenidos en los diferentes ensayos. Por otra parte, esta consistencia se sitúa en el intervalo medio de las consistencias de la pasta utilizadas en los procesos de extrusión industrial para la fabricación de tejas, que constituye una de las variables de proceso controladas industrialmente, si bien, no se suele controlar de modo directo, sino a través del consumo del motor de la extrusora.

Los resultados obtenidos en la determinación de la humedad de amasado de las arcillas se muestran en la tabla 5-4.

**Tabla 5-4: Humedad de amasado de las arcillas**

Muestra	Humedad de amasado (%)
M1	20,2
M2	17,9
M3	19,3
M4	17,7
M5=M6	19,9
M7	21,1
M8	19,9
M9	21,0

Puede comprobarse que la humedad de amasado varía dentro de un intervalo pequeño, entre el 17,7 % y el 21,1 %, lo que se debe a varias razones:

- Necesidad de trabajar en amasadoras-extrusoras industriales que precisan un intervalo determinado de humedad y plasticidad de las pastas cerámicas a tratar.
- Similitud de la naturaleza de las arcillas que constituyen las materias primas, así como de su granulometría.
- Adición de una cantidad variable de desgrasante para mantener la plasticidad de las mezclas.

#### **5.1.1.5 Curvas de secado y curvas de Bigot**

Las curvas de secado de las arcillas objeto de estudio, expresadas como contenido porcentual de humedad en función del tiempo transcurrido, se recogen en el Apéndice II, apartado II. 1 Curvas de secado.

Las curvas de Bigot, complementarias del estudio de secado, expresadas como contenido porcentual de humedad en función de la contracción sufrida en el secado, se recogen en el Apéndice II, apartado II.2 Curvas de Bigot.

A la vista de las curvas indicadas, puede asegurarse que las probetas de arcilla, tal como han sido preparadas y conformadas, con un control preciso de la consistencia de la pasta, presentan un comportamiento similar al secado, por lo que pueden secarse utilizando la tecnología de secaderos industriales habitual en las fábricas de tejas cerámicas, consistente en secaderos tipo túnel continuo con las tejas colocadas sobre bandejas, sin esperar problemas de fisuración u otro tipo. Las pequeñas diferencias que pueden encontrarse sirven para regular las condiciones de secado industrial, en función de la producción prevista.

#### **5.1.1.6 Contracción de secado**

Los resultados obtenidos en la determinación de la contracción de secado, de arcilla conformada (verde) a seco, de las arcillas se muestran en la tabla 5-5.

Todas las contracciones de secado se encuentran en un limitado intervalo (entre 3,64 y 5,59 %) lo que confirma la similitud de las condiciones de los procesos de preparación de la pasta y conformado de las probetas.

**Tabla 5-5: Resultados de contracción de secado**

Muestra	Contracción de secado (%)
M1	4,89
M2	3,64
M3	5,01
M4	5,02
M5=M6	4,36
M7	5,33
M8	5,59
M9	5,27

#### 5.1.1.7 Resistencia a la flexión en seco

Los resultados obtenidos en la determinación de la resistencia a la flexión en seco de las probetas extruidas y cortadas a partir de las diferentes arcillas se muestran en la tabla 5-6. Estos resultados ponen de manifiesto una gran dispersión de los resultados en cuanto a la resistencia en seco de las diferentes arcillas, lo que puede justificarse tanto por las diferencias en su composición como por las dificultades experimentales para la realización del ensayo de resistencia en seco de un material que es higroscópico y tiende a hidratarse con facilidad, lo que altera su resistencia mecánica, siendo ésta función del tiempo transcurrido, así como, de la temperatura y humedad ambientales del laboratorio.

**Tabla 5-6: Resultados de resistencia a flexión en seco**

Muestra	Resistencia a flexión en seco (kg/cm <sup>2</sup> )
M1	86,3
M2	79,1
M3	39,4
M4	163,0
M5=M6	72,7
M7	115,0
M8	95,6
M9	76,6

#### 5.1.1.8 Agua de revenido y resistencia a la flexión tras el revenido

Los resultados obtenidos en la determinación del contenido de agua tras el revenido de las probetas secas, de la resistencia a la flexión tras el revenido y de la pérdida porcentual de resistencia mecánica debida al agua de revenido se muestran en la tabla 5-7.

**Tabla 5-7: Comportamiento tras el revenido**

Muestra	Agua de revenido (%)	Resistencia a la flexión revenido (kg/cm <sup>2</sup> )	Pérdida de resistencia tras revenido (%)
M1	2,95	19,2	77,7
M2	2,99	18,5	76,6
M3	3,54	21,1	46,5
M4	3,42	107,0	34,4
M5=M6	3,07	21,4	70,6
M7	3,92	45,5	60,5
M8	3,91	45,8	52,1
M9	3,97	35,4	53,8

A la vista de la importante pérdida de resistencia tras el revenido, a pesar de la pequeña cantidad de agua que incorpora la arcilla tras el revenido (entre 3 y 4 %), se justifica la operativa industrial consistente en evitar tiempos de demora innecesarios entre el secado y la cocción, así como el disponer de zonas de calentamiento previas a la entrada a los túneles de cocción donde se elimina el agua que pueda haber adsorbido el material seco.

#### 5.1.1.9 Pérdida por calcinación

Las pérdidas por calcinación (al fuego) de las arcillas objeto de estudio, determinadas a 6 temperaturas diferentes, dentro del intervalo habitual de cocción de cada una de las arcillas, expresadas como tanto por ciento, se recogen en el Apéndice III, apartado III.1 Pérdidas por calcinación.

Estas pérdidas por calcinación se deben fundamentalmente a dos circunstancias:

- La presencia de carbonatos, que se descomponen en el proceso de cocción, lo que se tratará en apartados posteriores.
- La presencia de materia orgánica en la pasta. Esta materia orgánica debería de haberse eliminado de modo casi completo, puesto que al extraer el material en la cantera, se elimina la capa superior de “suelo”, rica en materia orgánica, y que el proceso de preparación de la arcilla favorece que se vaya pudriendo la materia orgánica que pudiera haber presente, tanto en la homogeneización exterior, como en el envejecimiento y maduración.

#### 5.1.1.10 Adsorción de agua de las probetas cocidas

La adsorción de agua de las probetas, una vez extruidas y cocidas a las 6 temperaturas diferentes, dentro del intervalo habitual de cocción de cada una de las arcillas,

expresadas como tanto por ciento, se recogen en el Apéndice III, apartado III.2 Adsorción de agua.

En todos los casos puede comprobarse que, al aumentar la temperatura de cocción, disminuye la adsorción de agua como efecto de la sinterización que sufre el material. Esta disminución es ligera, debido a que se comparan temperaturas cercanas a las de cocción de las tejas. Si se ampliara el intervalo de temperaturas, se observarían grandes diferencias en la adsorción de agua por parte de las probetas cocidas.

Los valores obtenidos permiten la comparación de las adsorciones medidas en los ensayos tecnológicos con las obtenidas en la saturación de las tejas utilizando los diferentes procedimientos establecidos en los métodos de ensayo de resistencia a la helada (métodos C y E) de la normativa europea vigente.

#### **5.1.1.11 Contracción de cocción y contracción total**

La contracción durante la cocción, de seco a cocido, de las probetas cocidas a las 6 temperaturas diferentes, así como la contracción total, de verde a cocido, suma de la contracción verde-seco y seco-cocido, expresadas como tanto por ciento, se recogen en el Apéndice III, apartado III.3 Contracción de cocción y contracción total.

En todos los casos puede comprobarse que, al aumentar la temperatura de cocción, aumenta ligeramente la contracción lineal de cocción que sufren las probetas como efecto de la sinterización del material. Este efecto se puede analizar más detalladamente al estudiar las curvas dilatómetricas.

Al analizar las gráficas de contracción total se observa que, del mismo modo que en el caso de la contracción de cocción, al aumentar la temperatura, aumenta la contracción total. Este hecho pone de manifiesto el efecto de la sinterización del material sobre la contracción, que es determinante del mismo, aunque la mayor contracción en términos absolutos corresponda a la contracción de secado.

#### **5.1.1.12 Coeficiente de saturación**

La determinación del coeficiente de saturación, de acuerdo con lo establecido en la norma ASTM C-1167, de las probetas cocidas a las 6 temperaturas diferentes, se recoge en el Apéndice III, apartado III.4 Coeficiente de saturación, expresados en función de las temperaturas de cocción.

En todos los casos, los coeficientes de saturación medidos en las probetas objeto de ensayo superan los valores de los coeficientes de saturación máximos establecidos por la normativa norteamericana como criterio de seguridad de las tejas (de 0,74 a 0,84, según grados de resistencia a la helada), debido a que éste criterio normativo es muy

exigente, pues permite garantizar la durabilidad sin realizar los ensayos acelerados de hielo y deshielo.

Las gráficas de los coeficientes de saturación presentan una ligera tendencia a disminuir a medida que aumenta la temperatura, aunque la mayoría de ellas presente un leve máximo que puede deberse a que el proceso de disminución del tamaño de los poros al aumentar la temperatura afecta de modo diferente a éstos en función de su diámetro, unido a los errores experimentales, pues las diferencias medidas son, en ocasiones inferiores a la magnitud de dichos errores.

#### **5.1.1.13 Resistencia a flexión en cocido**

La resistencia mecánica a flexión de las probetas cocidas a las 6 temperaturas diferentes, expresadas en kg/cm<sup>2</sup>, se recogen en el Apéndice III, apartado III.5 Resistencia a flexión en cocido.

En las gráficas puede apreciarse que la resistencia a flexión de las probetas cocidas presenta una ligera tendencia a aumentar a medida que se incrementa la temperatura máxima de cocción, si bien las diferencias no son claramente concluyentes, pues, en ocasiones, son menores que la magnitud del error experimental de la medida, que para cumplir con la normativa no debe superar el 3 %.

Existen unas diferencias apreciables en las resistencias a la flexión que se pueden justificar en función de:

- La naturaleza de las arcillas y la composición, tras la adición de desgrasantes.
- Los diferentes procesos de molienda.
- Los errores experimentales acumulados por efecto de la preparación de la pasta, extrusionado, secado, cocción y ensayo de resistencia a flexión de las probetas en el laboratorio.

#### **5.1.2 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS MATERIAS PRIMAS**

La composición química de las mezclas de arcilla usadas como materia prima, estudiada por fluorescencia de rayos X se muestra en la tabla 5-8. Se tomaron muestras por campaña de arcillas, por lo que M3 y M9 es una sola muestra y lo mismo ocurre con M5 y M6.

Los resultados obtenidos en estos ensayos, junto con los de composición mineralógica y dilatometría se emplean para evaluar la composición racional, como se detalla más adelante.

### 5.1.3. COMPOSICIÓN MINERALÓGICA

La composición mineralógica de las mezclas de arcillas que constituyen las materias primas, estudiada por difracción de rayos X (DRX), se recoge en el Apéndice IV, apartado IV.1 Difractogramas de materias primas, donde se muestran dichos difractogramas y se indican los minerales cristalinos a los que se corresponden los principales picos encontrados.

**Tabla 5-8: Composición química de las materias primas (FRX)**

Constituyentes principales (%)	M1	M2	M3-M9	M4	M5-M6	M7	M8
SiO <sub>2</sub>	45.2	56.0	54.2	58.0	47.4	58.6	45.9
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17.4	17.9	15.4	18.0	16.4	16.9	12.6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.39	6.67	6.37	6.01	5.24	5.26	4.67
CaO	11.0	4.30	3.50	0.67	10.8	0.85	14.4
MgO	2.31	2.34	5.15	4.71	2.32	4.39	2.40
Na <sub>2</sub> O	0.78	0.71	0.57	1.26	0.86	1.06	0.47
K <sub>2</sub> O	3.55	3.43	4.79	4.03	3.38	3.71	3.32
TiO <sub>2</sub>	0.65	0.87	0.74	0.90	0.63	0.85	0.60
MnO	0.06	0.09	0.08	0.08	0.06	0.11	0.04
SO <sub>3</sub>	0.03	0.03	0.22	0.09	0	0.06	0.56
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.13	0.14	0.13	0.22	0.13	0.20	0.10
Pérdida por calcinación	13.5	7.52	8.85	6.03	12.8	8.00	15.0

### 5.1.4 DILATOMETRÍA

Las curvas dilatométricas, junto con los incrementos de longitud y los coeficientes de dilatación lineal y cúbica, obtenidas de la aplicación de la dilatometría a las probetas elaboradas en los ensayos tecnológicos de las diferentes materias primas se recogen en el Apéndice V.

En la figura 5-1 se muestra una curva dilatométrica típica de una arcilla illítica caolinítica con carbonatos y cuarzo, similar a las recogidas en el apéndice V y se detallan las principales transformaciones que afectan a la dilatación en función de la temperatura:

- 1) De temperatura ambiente hasta 573 °C, dilatación más o menos lineal.
- 2) A 573 °C se quiebra la línea por la transición de cuarzo  $\alpha$  a cuarzo  $\beta$ .

- 3) De 573 °C hasta unos 700 °C continua la dilatación con mayor coeficiente (pendiente de la línea).
- 4) De 700 a unos 830 °C se alcanza una fase de meseta, sin dilatación apreciable, mientras no se produce la descomposición de las arcillas tipo illita y caolinita.
- 5) De 830 °C en adelante fuerte contracción a causa de la sinterización e inicio de formación de fases líquidas.

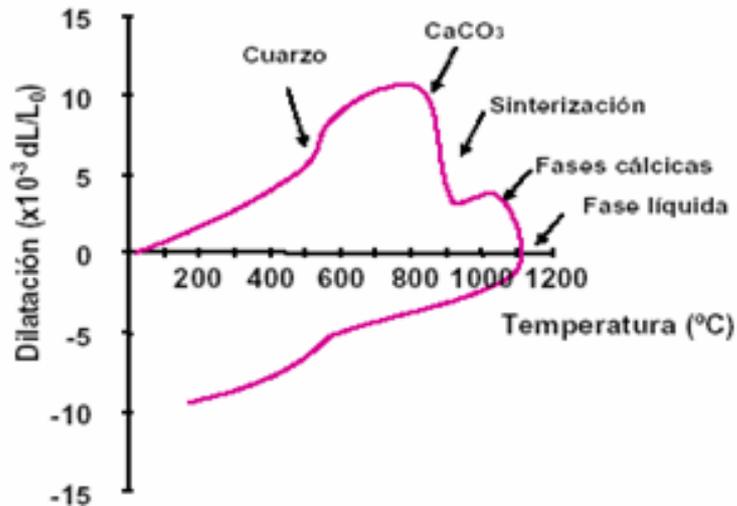


Figura 5-1: Curva dilatométrica de materias primas arcillosas

- 6) Si hay carbonatos en la composición, la curva forma un mínimo entre 900 y 1.000 °C y vuelve a dilatar por la formación de fases cálcicas.
- 7) Si se continúa calentando, vuelve a contraerse a causa de la formación de fases líquidas.
- 8) Al enfriarse, se produce una contracción más o menos lineal hasta 573 °C.
- 9) A 573 °C se quiebra la línea por la transición de cuarzo  $\beta$  a cuarzo  $\alpha$ .
- 10) De 573 °C a temperatura ambiente la contracción es más o menos lineal.

La expansión térmica se puede medir mediante el coeficiente de dilatación  $\alpha$ , que depende de los compuestos que se hallen presentes en la mezcla y de la fase en la que se encuentren, por lo que no es constante, sino función del intervalo de temperaturas. Por esta circunstancia se seleccionan 3 intervalos de temperatura: 35-300 °C, 300-500 °C y 500-650 °C.

Para la determinación de la expansión térmica, el cálculo estimativo es proporcional a los coeficientes dilatométricos individuales de las distintas fases cristalinas y/o óxidos. En la bibliografía [Barba et al. 2002] se recogen los valores de los coeficientes de dilatación, véase tabla 5-9. Puede observarse que los de las fases cristalinas superan habitualmente a los de las amorfas, por lo que deben prestarse mayor atención a las fases cristalinas durante el proceso de cocción, controlando con precisión las temperaturas del horno en dos momentos:

- Durante la subida de temperaturas y el mantenimiento a la máxima temperatura, pues existen materiales con altos coeficiente de dilatación tales como cuarzo o feldespato, que posteriormente no son tan problemáticos por transformarse, al menos parcialmente, en fases amorfas y líquidas que producen fases vítreas de bajos coeficiente de dilatación.
- Durante el enfriamiento, para evitar brusquedades en las transiciones vítreas, tales como las del cuarzo  $\beta$  a cuarzo  $\alpha$ .

**Tabla 5-9: Coeficientes de expansión térmica**

Fases cristalinas			$\alpha(K^{-1})$
Coeficiente alto	Cuarzo	SiO <sub>2</sub>	120.10 <sup>-7</sup>
	Forsterita	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	98.10 <sup>-7</sup>
	Pseudowollastonita	CaSiO <sub>3</sub>	96.10 <sup>-7</sup>
	Feldespato	NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	90.10 <sup>-7</sup>
	Hematites	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	94.10 <sup>-7</sup>
	Corindón	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	88.10 <sup>-7</sup>
	Magnetita	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	87.10 <sup>-7</sup>
	Clinoestanita	MgSiO <sub>3</sub>	82.10 <sup>-7</sup>
Coeficiente medio	Diópsido	CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	68.10 <sup>-7</sup>
	Mullita	2SiO <sub>2</sub> 3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	53.10 <sup>-7</sup>
	Anortita	Ca(Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	43.10 <sup>-7</sup>
Coeficiente bajo	Cordierita	Mg <sub>2</sub> Al <sub>3</sub> (AlSi <sub>5</sub> O <sub>18</sub> )	11.10 <sup>-7</sup>
Fases vítreas			$\alpha(K^{-1})$
Coeficiente alto	Vidrios alcalinos	Na <sub>2</sub> O.K <sub>2</sub> O.4SiO <sub>2</sub>	11.10 <sup>-7</sup>
Coeficiente medio	Vidrios alcalinos-térreos	Na <sub>2</sub> .0,25CaO.3SiO <sub>3</sub>	60-80.10 <sup>-7</sup>
Coeficiente bajo	SiO <sub>2</sub>		5.10 <sup>-7</sup>
Fases amorfas			$\alpha(K^{-1})$
Coeficientes de dilatación bajos			-

## **5.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS TEJAS**

---

### **5.2.1 COMPOSICIÓN MINERALÓGICA DE LOS PRODUCTOS**

Tras la cocción, la composición química de los productos coincide con la de las materias primas, con la única diferencia de lo que se ha volatilizado (pérdida por calcinación), que corresponde al agua de las arcillas y el CO<sub>2</sub> de la descomposición de los carbonatos. Por este motivo no se ha realizado análisis elemental por FRX de las tejas cocidas.

Considerando que las tejas modelo M5 y M6 se hacen con las mismas arcillas en las mismas fábricas y con las mismas condiciones de cocción, solamente se hace un análisis por DRX de los productos. Lo mismo ocurre para el caso de los modelos M3 y M9.

Los análisis de composición mineralógica de las tejas cocidas, se efectuaron mediante la técnica de difracción por rayos X, tal como se comentó en el apartado 4.4.1. En el Apéndice IV, apartado IV.2 Difractogramas de tejas cocidas, se muestra cada uno de los difractogramas resultado de cada muestra, indicándose los minerales cristalinos a los que se corresponden los principales picos encontrados.

### **5.2.2 CARACTERIZACIÓN SEGÚN NORMATIVA**

Todas las tejas utilizadas en este trabajo de investigación cumplían con las especificaciones de producto, véase tabla 4-1, y con la norma EN-1304, estando controlados todos los parámetros y dimensiones en continuo por el sistema de aseguramiento de calidad establecido en las diferentes plantas de producción.

Los ensayos y controles realizados sobre los productos acabados, así como los métodos de ensayo y los controles efectuados sobre el proceso de producción y los productos semielaborados se detallan en los apartados 4.1.1 y 4.1.2.

### **5.2.3 POROSIMETRÍA DE LAS TEJAS**

La tabla 5-10 muestra la porosidad total, la densidad aparente y los diámetros del poro medio en las tejas de arcilla cocida objeto de la presente investigación obtenidos mediante la técnica de porosimetría de mercurio. En el Apéndice VI se recogen las figuras que representan la curva de intrusión frente al diámetro de poros que expresa la distribución de tamaños de los poros, de forma tanto incremental como acumulativa.

Al igual que en el caso de la composición mineralógica determinada mediante DRX, considerando que las tejas modelo M5 y M6 se hacen con las mismas arcillas en las

mismas fábricas y con las mismas condiciones de cocción, solamente se hace un análisis de su porosimetría. Lo mismo ocurre para el caso de los modelos M3 y M9.

**Tabla 5-10: Porosimetría de las tejas**

Muestra	Porosidad Total %	Diámetro medio de poro ( $\mu\text{m}$ )	Densidad aparente (g/ml)
M1	35.32%	0.6313	2.75
M2	27.72%	0.6313	2.69
M3=M9	27.40%	0.2358	2.62
M4	24.71%	0.5439	2.63
M5=M6	35.12%	0.4207	2.73
M7	24.63%	0.4972	2.64
M8	34.33%	0.5704	2.76

### 5.3 ENSAYOS DE RESISTENCIA A LA HELADA

---

#### 5.3.1 CALIBRACIÓN DE LA CÁMARA

Para efectuar los ciclos de congelación y descongelación sobre las probetas, es necesario previamente calibrar la cámara de congelación y descongelación, que se realiza según indica la norma NF-X 15-140.

Se colocan 9 sensores de temperatura, con el fin de registrar la del aire y la de las muestras a analizar, dispuestas en los 8 vértices del interior de la cámara y en su centro. Se designan 4 puntos de referencia o consigna de temperatura: 12, 4, -5 y -15 °C, comprendidos dentro del intervalo de estudio de 30 a -25 °C y que son los puntos más significativos donde se producen los cambios en los procesos de congelación y descongelación a los que se someten las tejas de estudio, dentro del intervalo de temperaturas citados en la normativa.

En el Apéndice VII se presenta un informe de calibración de la cámara de congelación y descongelación. En dicho informe puede comprobarse que:

- La cámara cumple con el programa de temperaturas establecido en su consigna, tanto trabajando con agua como con aire.
- La curva de calibrado correspondiente a la teja de referencia dotada de termopar para el seguimiento de la temperatura, cumple con la establecida en la normativa, tanto en temperaturas como en tiempos de mantenimiento o transición entre temperaturas establecidas.

- Las temperaturas son homogéneas dentro de los 9 puntos de control de la cámara situados en los 8 vértices y en su centro, de modo que todas las tejas son sometidas a condiciones térmicas similares en las 4 temperaturas establecidas para la calibración.
- Las curvas de evolución de las temperaturas en los 9 puntos de control son similares, si bien, lógicamente, los puntos situados en la zona inferior de la cámara, presentan un desfase debido a la velocidad de llenado y vaciado de agua en el interior de la cámara.
- Las incertidumbres medidas cumplen con las establecidas en las normas de ensayo.
- La cámara es capaz de realizar tanto los ciclos de ensayo del método C como los ciclos de ensayo del método E.

### 5.3.2 CICLOS DE CONGELACIÓN Y DESCONGELACIÓN

Los valores obtenidos de la temperatura durante los ensayos en la cámara de congelación y descongelación, tanto del aire como en el interior de la teja en la aplicación de los ciclos por el método C y E, en función del tiempo (curvas del ciclo) que satisfacen las especificaciones de los métodos de ensayo C y E, se comparan en la figura 5-2.

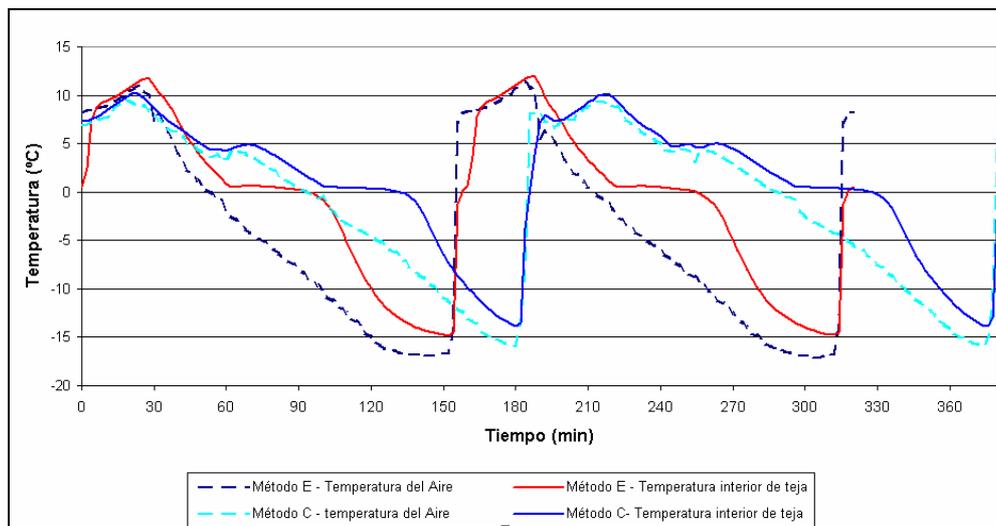


Figura 5-2: Curvas de temperatura de congelación y descongelación

En estas curvas se aprecia claramente que los ciclos del método E tienen una cinética diferente que los del método C, que les hace más agresivos para las muestras sometidas e ensayo:

- Son más rápidos, lo que obliga a realizar el ensayo de modo más acelerado.
- Exigen una menor temperatura mínima de congelación (de -15 a -16 °C).
- Exigen un mayor tiempo de permanencia a la temperatura de congelación (de 15 a 30 minutos).

Los tiempos de ciclo y el elevado número de los mismos obligan a emplear tiempos de ensayo que oscilan entre dos semanas y cuatro meses.

### **5.3.3 RESULTADOS OBTENIDOS CON LAS TEJAS**

Las tablas recogidas en el Apéndice VIII detallan, para cada una de las tejas que se han ensayado su masa, adsorción tras el empapado propio de cada tipo de ensayo y ciclos de resistencia a la helada que soportan, junto con observaciones de defectos encontrados y número de ciclos a los que se observan por vez primera, agrupado por modelos de tejas y métodos de ensayo.

En la figura 5-3 se representan los histogramas de distribución de frecuencias correspondientes a los 9 modelos ensayados, separados por método de ensayo. Se observa que:

- Todas las tejas probadas cumplen con los requisitos normativos en cuanto a resistencia a la helada, por el método C, superando los 50 ciclos requeridos.
- Las distribuciones de frecuencias no se ajustan a una distribución normal, puesto que las tejas comienzan a romper a un determinado número de ciclos y, generalmente, la mayor parte de las tejas rompen a partir de ese número de ciclos mínimo, pero siempre hay tejas que rompen a un número muy superior de ciclos, por lo que la distribución resulta asimétrica, con la rama derecha alargada, como consecuencia, se ha representado la distribución lognormal, que es la que mejor ajusta la distribución de frecuencias que se obtiene. Este es el motivo que justifica el que las normas exijan un número mínimo de ciclos de resistencia a la helada, en lugar de exigir valores medios o característicos.

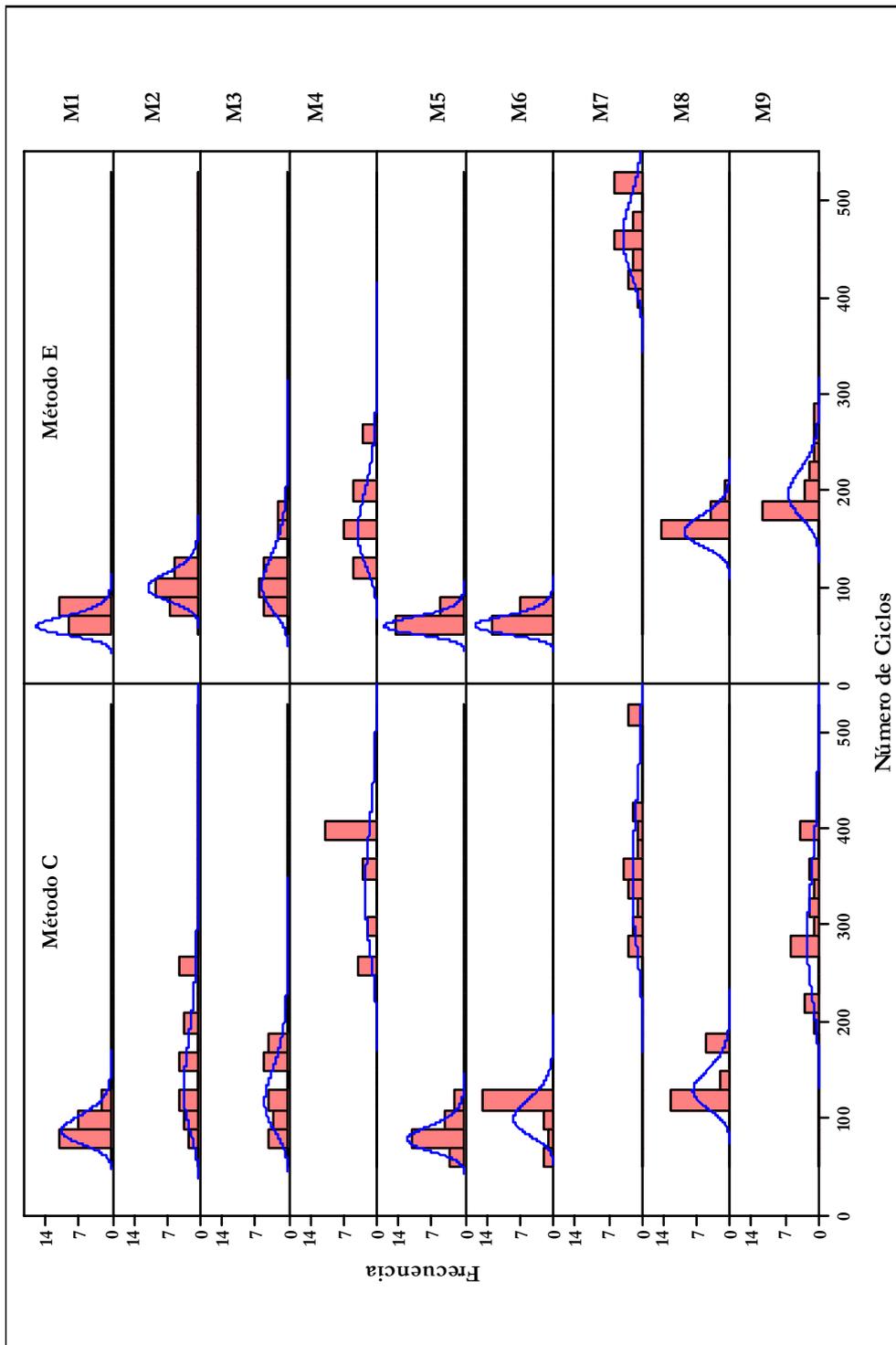


Figura 5-3: Histogramas de distribución de frecuencias

## 5.4 ENVEJECIMIENTO NATURAL

---

Se han recabado datos del envejecimiento natural de las tejas objeto de estudio, a través del análisis de las reclamaciones recibidas por los fabricantes.

Los datos disponibles se refieren a los modelos de tejas analizados, aunque su fecha de fabricación puede ser muy diferente de la fecha de fabricación de las tejas objeto de estudio. No obstante, se puede considerar que estas reclamaciones son representativas de la degradación natural sufrida por las tejas estudiadas, dado que:

- Las arcillas proceden de las canteras de la fábrica y su composición varía muy poco a lo largo del tiempo, a causa de la geología del terreno.
- Tanto el proceso como las condiciones de fabricación son bastante estables, para asegurar el mantenimiento de las características de los diferentes modelos comerciales de tejas.

La información disponible se describe en el Apéndice IX, organizada por fichas con el tiempo de envejecimiento, los datos del tejado de la vivienda o edificación, los defectos observados y las fotografías disponibles.

En este Apéndice IX se encuentra información de la degradación sufrida por los modelos de tejas siguientes:

- M1 – Dos tejados en Cabovilaño y Setcases con 5 y 8 años, respectivamente.
- M2 – Tejado en Camprodón con 6 años.
- M3 y M9 – Dos tejados en Eto-La Cañiza y Casar de Pariego con 4 y 7 años, respectivamente.
- M4 – Dos tejados en Ávila y Somio con 9 y 15 años, respectivamente.
- M5 – Tejado en Pereirina con 6,5 años.
- M6 – Dos tejados en Sigüenza y Sopeña con 4,5 y 8 años, respectivamente.
- M7 – El fabricante no ha recibido ninguna reclamación a causa de falta de resistencia a la helada durante los 11 años que lleva fabricando este modelo.
- M8 – El fabricante no dispone de datos referente al envejecimiento natural de este modelo. Justifica este hecho en que su mercado natural está situado en el litoral mediterráneo, donde las heladas son poco frecuentes y, por consiguiente, no ha recibido reclamaciones a causa de la falta de resistencia a la helada.

## 5.5 MATERIAS PRIMAS: NATURALEZA Y TRANSFORMACIONES

### 5.5.1 ESTIMACIÓN DE LA COMPOSICIÓN RACIONAL

El análisis mineralógico por difracción de rayos X, DRX, no es cuantitativo, únicamente indica especies cristalinas y la intensidad relativa de los picos no puede asociarse directamente a cantidades de dichas especies cristalinas en una mezcla o material. Por otra parte, no provee información de fases que no tengan una estructura cristalina.

La realización del análisis racional a partir del químico y del mineralógico consiste en una estimación de la composición de fases de la arcilla, que se hace mediante cálculo. Se basa en asignar compuestos químicos a fases mineralógicas, lo cual, en ocasiones puede resultar complicado cuando una muestra presenta gran cantidad de fases y un compuesto es necesario repartirlo entre varias fases, como es el caso de las tierras naturales con las que se fabrican los productos cerámicos para construcción, en este caso las tejas, que se extraen directamente de una cantera sin tratamiento de purificación y cuya preparación únicamente pasa por las etapas descritas en el apartado 2.3. En estos casos, la forma de proceder es por tanteo, es decir haciendo suposiciones y luego recalculando, hasta obtener una composición adecuada. Por otra parte, los resultados de la dilatometría también contribuyen a la estimación de la composición, dado que cada especie mineral presente en las materias primas tiene un comportamiento diferente en la cocción y un efecto característico en las dilataciones y contracciones que sufre la pieza de arcilla.

Se toma en consideración la composición química ponderal de cada mineral, véase tabla 5-11.

**Tabla 5-11: Composición química ponderal de cada mineral**

Mineral	Fórmula	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O
Albita	NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	68,7	19,5	11,8						
Calcita	CaCO <sub>3</sub>					56,0			44,0	
Caolinita	Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>	46,5	39,5							14,0
Clorita	Mg <sub>5</sub> Al <sub>2</sub> Si <sub>3</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>8</sub>	32,4	18,3				36,3			13,0
Cuarzo	SiO <sub>2</sub>	100								
Dolomita	CaMg(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>					30,4	21,9		47,7	
Hematites	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>							100		
Illita	KAl <sub>3</sub> Si <sub>3</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub>	45,2	38,4		11,8					4,5
Microclina	KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	64,8	18,3		16,9					

Los compuestos que están en proporciones inferiores al 0,1% se consideran impurezas y se desprecian.

Se comienza asignando los elementos químicos que solamente pueden ser aportados

por un mineral a ése mineral, éste es el caso de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a hematites o de  $\text{Na}_2\text{O}$  al feldespato sódico albita, cuando no hay otros minerales que puedan aportar estos elementos.

De la cantidad de cada óxido medida por FRX, se descuenta la que aportarían los minerales ya asignados.

A continuación se comprueba si con las cantidades ya descontadas algún óxido queda en valor cero o cercano a éste valor.

Si alguno de los óxidos, una vez descontadas las cantidades, es aportado por un solo mineral, se le asigna y se vuelven a descontar las cantidades del resto de óxidos que aportan estas especies minerales. De otro modo, aquellos elementos que pueden ser aportados por dos minerales se reparten por tanteo considerando tanto los difractogramas de rayos X como las curvas dilatómetricas de la muestra en cuestión, hasta ajustar la composición.

Se continúa del mismo modo, aplicando esta metodología a aquellos elementos que pueden ser aportados por 3 ó más minerales, dejando para el final aquellos óxidos que pueden ser aportados por mayor número de minerales, caso del  $\text{SiO}_2$ . Estos se asignan por tanteo y recálculo hasta obtener una composición que puede ser adecuada, verificando si satisface los resultados obtenidos de las 3 fuentes de información:

- Difracción de Rayos X.
- Fluorescencia de Rayos X.
- Dilatometría.

Considerando las simplificaciones que se realizan, los resultados se expresan redondeados al 1 %, dejando hasta proporciones del 6% de minerales desconocidos (otros), tal como se muestra en la tabla 5-12.

**Tabla 5-12: Estimación de la composición racional**

Análisis mineral semicualitativo	M1	M2	M3-M9	M4	M5-M6	M7	M8
Illita (+ Moscovita)	30	29	37	29	22	30	28
Cuarzo	24	31	31	20	26	21	28
Caolinita	10	12	-	12	17	12	-
Clorita	10	6	15	14	5	12	7
Calcita	18	8	2	-	15	-	25
Dolomita	3	-	6	-	5	-	-
Feldespato sódico	-	6	-	11	-	9	4
Feldespato potásico	-	-	-	9	5	9	-
Oxihidróxidos de Fe	3	4	4	3	3	3	2
Otros	2	4	6	2	2	4	6

## 5.5.2 COMPORTAMIENTO DE LAS ARCILLAS

Los difractogramas DRX de las diferentes materias primas analizadas muestran una gran similitud en especies minerales, en todas las muestras aparecen presentes los minerales de arcillas illita, caolinita y clorita (aún cuando no aparezcan cuantificadas en la tabla 5-12 se detectan trazas de los minerales en los análisis), así como cuarzo y oxihidróxidos de hierro (hematites), que en unos casos vienen acompañados de calcita (muestras M1, M2, M5, M6, M8 y, en menor medida, M3 y M9) y en otros de especies minerales tales como feldespato sódico albita, dolomita y feldespatos potásicos. En la figura 5-4 se representan los difractogramas correspondientes a las diferentes arcillas que se utilizaron como materia prima superponiéndolos, para comparar unas muestras con otras. La lectura de los símbolos utilizados en los difractogramas se indica en el Apéndice IV y es la siguiente:

- A: Albita
- Ca: Calcita
- Cl: Clorita
- Do: Dolomita
- F: Feldespato potásico
- He: Hematites
- I: Illita o mica moscovita
- K: Caolinita
- Q: Cuarzo

Cuando se evalúan los resultados de los análisis químicos realizados mediante FRX se confirman las similitudes detectadas en las composiciones minerales determinadas mediante DRX.

El análisis semicuantitativo reveló una similitud en la composición mineralógica de las materias primas. Las arcillas tenían un carácter illítico o caolinítico (37-43%) con un alto contenido de arena (contenido de cuarzo de 20-31%), y un contenido de clorita de alrededor de 6-15%. El contenido medio de oxihidróxidos de hierro (hematites) nunca excede el 4%. Las cantidades totales de filosilicatos varían dentro de un intervalo pequeño.

Estas similitudes se pueden justificar por los siguientes hechos:

- Todas las fábricas que produjeron las tejas objeto de investigación son españolas y están situadas en la meseta central o en la vertiente mediterránea de la península, se abastecen de tierras de canteras próximas a la propia fábrica, situadas, como máximo a una distancia de 30 km. de las mismas, por lo que los yacimientos de las arcillas tienen la misma formación geológica, habiendo sufrido metamorfismos similares y en las mismas épocas geológicas.

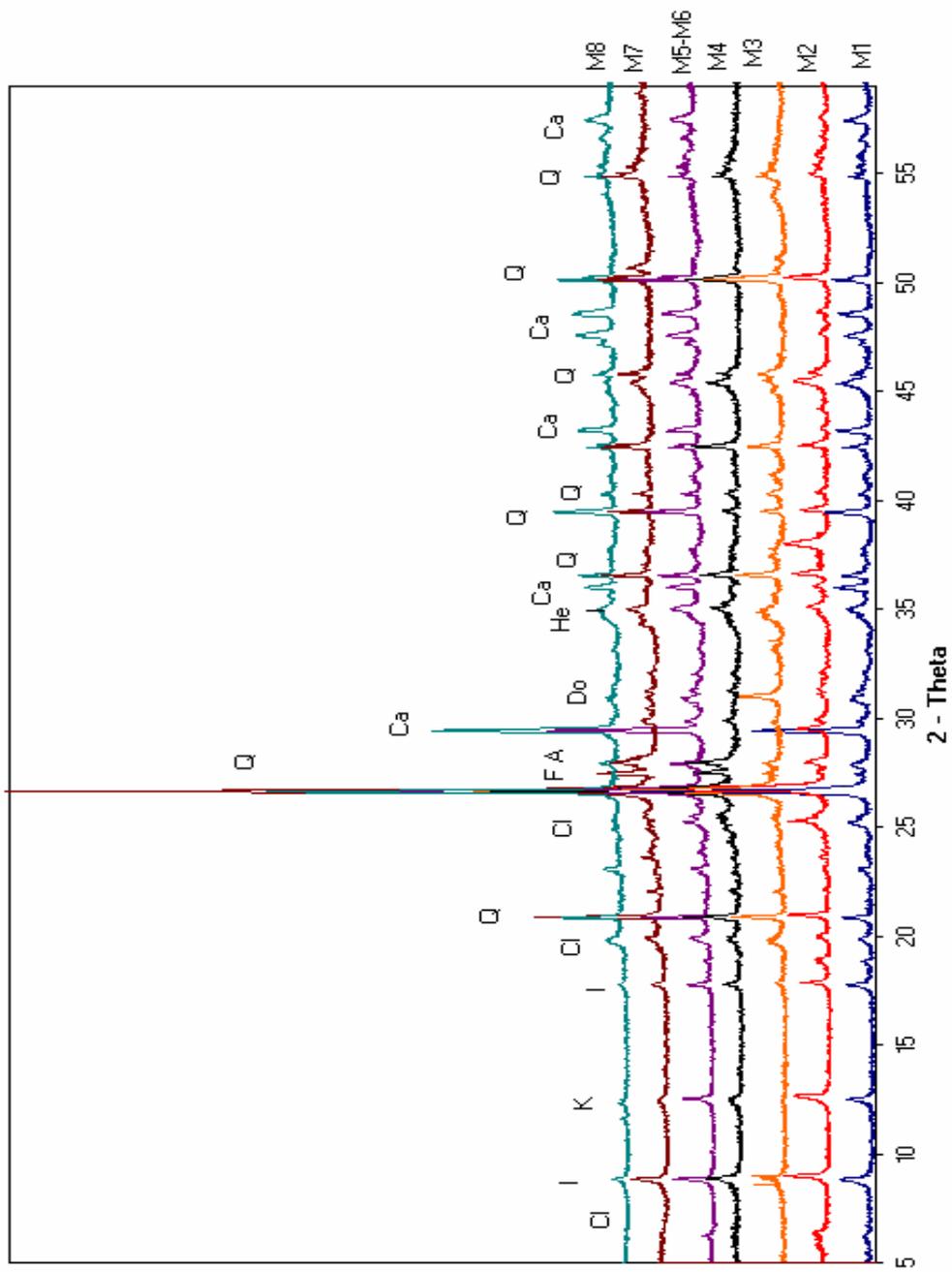


Figura 5-4: Comparación mineralógica de las materias primas

- Al utilizar todas las fábricas procesos de extrusión, precisan que las arcillas tengan una plasticidad similar, por lo que, cuando éstas son excesivamente plásticas, se añaden arenas de naturaleza silícea o feldespática como desgrasantes para ajustar la plasticidad, lo que hace que el cuarzo siempre se encuentre en proporciones similares.

A pesar de estas similitudes, las diferencias entre las distintas materias primas y, particularmente, en el contenido en carbonatos, hacen que se manifiesten comportamientos diferentes durante la cocción, los cuales se detectan en las dilatométrías y en el hecho de que muestren propiedades diferentes en los ensayos tecnológicos.

#### 5.5.2.1 Efectos en la extrusión

La estructura laminar de los filosilicatos (illita, caolinita y clorita) de los modelos M1, M5 y M6 que causa una marcada laminación de las tejas verdes, conformadas tras la extrusión, permite la separación de las láminas a mano, como puede apreciarse en la figura 5-5.



**Figura 5-5: Exfoliación en las tejas tras la extrusión**

Las laminaciones son estructuras hojosas, es decir, capas de material compactado alternadas con capas de aire ocluido. Podría pensarse que se originan durante la extrusión, al realizar un vacío o una compresión insuficiente, de tal forma que queda aire ocluido en la masa arcillosa y provocan la aparición de exfoliaciones en las piezas cerámicas y una baja resistencia a la helada. Por ese motivo, se hicieron pruebas con las arcillas de los modelos M5 y M6 en otras fábricas, apreciándose que aparecían el mismo tipo de laminaciones, lo que permite descartar que sea el proceso de fabricación el causante de las mismas y pudiendo concluir, en consecuencia, que su origen es la estructura laminar de los filosilicatos que constituyen las arcillas. Este hecho justifica la pequeña resistencia a la helada de estos modelos, que junto con el M1, son los de menor durabilidad de todos los modelos ensayados en el presente trabajo de investigación.

#### **5.5.2.2 Efectos en la cocción: composición de las tejas**

Las tejas de arcilla cocida para tejados están constituidas por un complejo y heterogéneo material consistente en cuarzo, feldespatos, silicatos de calcio, fases amorfas, fases cristalinas y numerosos poros. Se considera que el cambio de los minerales constituyentes y de la micro-estructura de los cuerpos que sufren un proceso de densificación influye en el comportamiento ante la heladicidad [Jordan y col. 1999; Vojnic y col. 2002; Sidjanin, 2007].

La similitud en la composición mineralógica de las materias primas tiene como consecuencia lógica la similitud en la composición mineralógica de las tejas cocidas, como puede comprobarse gráficamente en la figura 5-6, donde se superponen los difractogramas DRX de las diferentes tejas. La lectura de los símbolos empleados se recoge en el Apéndice IV y es la siguiente:

- Ak: Akermanita
- An: Anortita
- Cr: Cristobalita
- Di: Dióxido
- F: Feldespato potásico
- Ge: Gelenita
- He: Hematites
- I: Illita o mica moscovita
- Mu: Mullita
- Q: Cuarzo

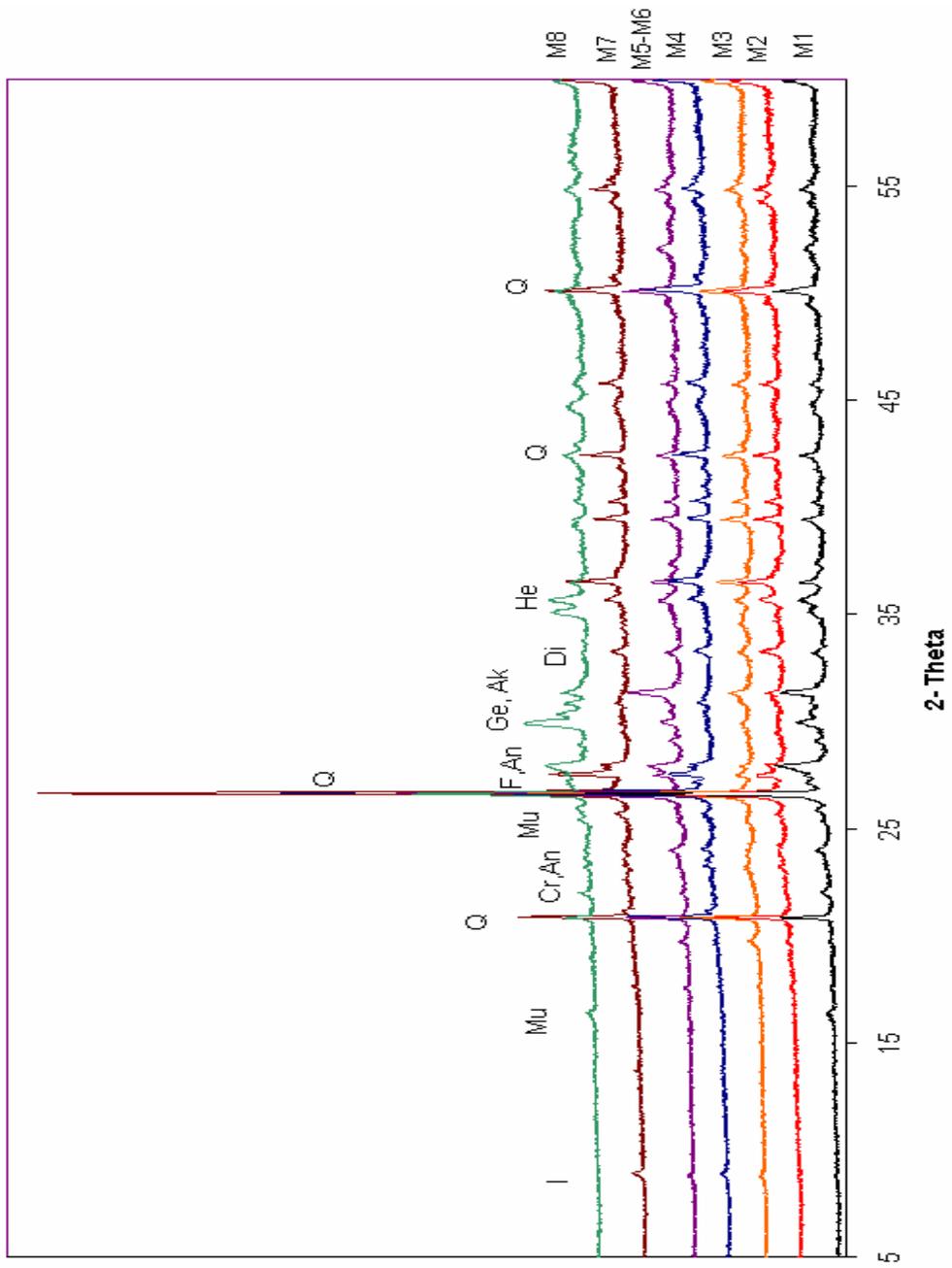


Figura 5-6: Composición mineralógica de las tejas

Si se comparan los difractogramas de las arcillas y de las tejas cocidas (véase Apéndice IV, apartado IV.3 Comparación DRX materias primas y tejas) se puede comprobar que:

- Los picos correspondientes a los minerales de arcilla (illita, caolinita y clorita) prácticamente desaparecen en las tejas cocidas debido a la transformación que sufren, descrita en el apartado 2.3.5.1.
- Los picos correspondientes a los carbonatos (calcita y dolomita) también desaparecen en las tejas cocidas, debido a su descomposición en dióxido de carbono y el óxido metálico correspondiente.
- Los picos correspondientes a los feldespatos tanto sódicos (albita) como potásicos desaparecen, excepto el feldespato potásico, que es posible detectarlo, en el caso de las tejas que se cuecen a menores temperaturas, lo que demuestra que no reacciona por completo durante la cocción por no disponer del tiempo o la temperatura suficientes para completar su transformación.
- Los picos correspondientes al cuarzo aparecen en las tejas cocidas, aunque su intensidad es algo menor. También aparece la cristobalita, variedad cristalina formada a altas temperaturas durante la cocción.
- Los picos correspondientes a los óxidos de hierro (hematites) se mantienen, lo que pone de manifiesto que no se ven afectados por los procesos de preparación, secado ni cocción.

Se observa que, tras la cocción se forman nuevas fases cristalinas (mullita, gelenita, anortitas, akermanita, diopsido,...) [Jordan y col. (1999)] informó de la persistencia de illita hasta, como mínimo, 900 °C durante la cocción. La resistencia a la helada también se ve afectada por la composición mineral de la arcilla. Las mezclas de arcilla illítica conteniendo  $\text{CaCO}_3$ , tales como las arcillas con las que se fabrican las tejas de los modelos M1, M5, M6 y M8, originan gelenita (sílicoaluminato de calcio y magnesio), plagioclasas anordíticas, akermanita, mullita y, en pequeñas proporciones, diopsido y wollastonita, que se forman en el proceso de cocción a temperaturas de 950 °C y superiores, mientras desaparecen las fases de calcio y disminuye la cantidad de illita, proporcionando una escasa durabilidad a la helada.

Las arcillas pobres en  $\text{CaCO}_3$ , tales como las arcillas M4 y M7, con una composición mineralógica más simple en la que predominan minerales de arcilla, cuarzo y oxihidróxidos de hierro, dan como resultado de la cocción una composición mineralógica más sencilla, donde predominan cuarzo, algunos feldespatos, mullita, diopsido y oxihidróxidos de hierro y aumenta la resistencia a la helada.

La cantidad total de filosilicatos varía en un estrecho margen y la comparación de los

difractogramas de rayos X de materias primas y arcilla cocida no presenta diferencias que puedan explicar el comportamiento encontrado en la resistencia a la helada de las tejas. Este hecho lleva a la conclusión de que los principales factores que afectan a la resistencia a la helada están más ligados a la microestructura del material y que lo más relevante de la composición es el efecto del carbonato, fundamentalmente, cálcico.

La figura 5-7 muestra el número de ciclos de hielo y deshielo que resisten las tejas objeto de la investigación frente al contenido en CaO, su análisis permite deducir que la resistencia a la helada aumenta cuando el contenido de CaO disminuye. El modelo M8 tiene un mejor comportamiento, que puede ser debido a la alta temperatura de cocción.

Los resultados obtenidos mediante la técnica de análisis de DRX muestran una consistencia entre la composición mineralógica de las mezclas de arcilla usadas como materias primas y la de las tejas cocidas y permite dilucidar cómo el aumento de la temperatura para arcillas cerámicas de cocción simple produce una serie de reacciones y transformaciones que conducen a la formación de nuevas fases y a la desaparición de otras.

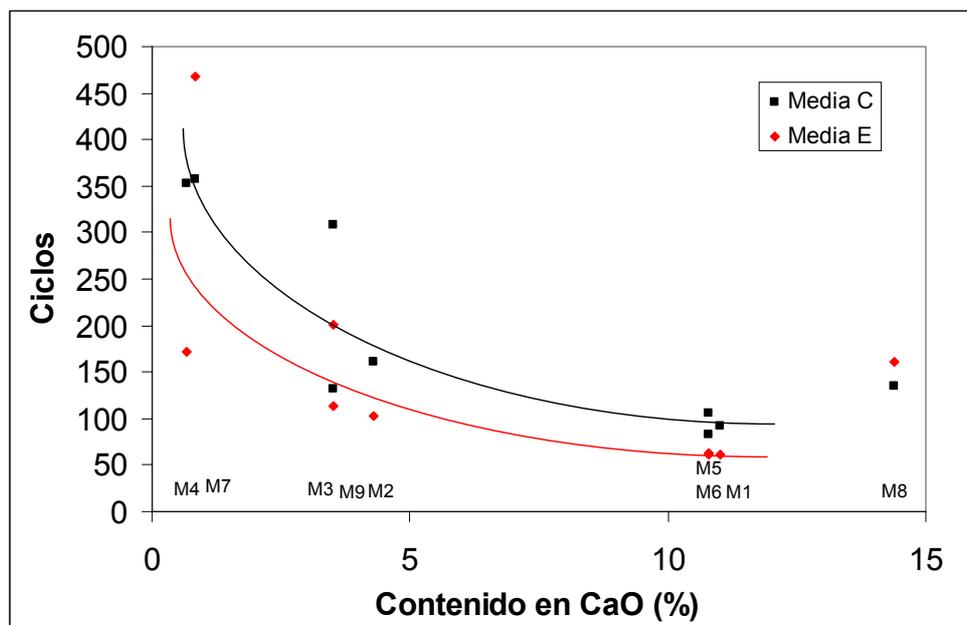


Figura 5-7: Influencia del contenido en calcio sobre la resistencia a la helada

### 5.5.2.3 Efectos en la cocción: dilatación

Las curvas de dilatometría ponen de manifiesto el efecto de los carbonatos encontrados en las materias primas, tanto cálcico (calcita) como magnésico (dolomita) durante la cocción, pues a temperaturas suficientemente elevadas, sobrepasados los 900 °C, la línea descendente que muestra la contracción debida a la sinterización se quiebra, hace un mínimo y vuelve a ascender, como puede observarse en el Apéndice V. Dilatometrías, sobre las curvas dilatómetricas siguientes:

- M8, contenido en carbonatos (calcita) 25%, presenta un mínimo en la curva a 937 °C.
- M1, contenido en carbonatos (calcita y dolomita) 21%, presenta un mínimo en la curva a 946 °C, menos marcado que en el caso de M8.
- M5 y M6, contenido en carbonatos (calcita y dolomita) 20%, presenta un mínimo en la curva a 935 °C.
- M3 y M9, contenido en carbonatos (calcita y dolomita) 8%, con un mínimo poco marcado en la curva a 961 °C.

Las curvas de M4 y M7, sin un contenido apreciable en carbonatos, no muestran el mínimo. Tampoco lo muestra la curva de M2 en la que podría esperarse al contener un 8% de carbonatos.

El contenido en cuarzo también se pone de manifiesto en las curvas dilatómetricas, que presentan un punto de inflexión más marcado cuanto mayor cantidad hay de este material. Este punto de inflexión casi resulta inapreciable en el caso de las muestras M4 y M7 que presentan un 20 y 21 % de cuarzo, respectivamente, cantidad inferior a la del resto de las muestras.

Los procesos de transformación de arcillas, que sufre primero la caolinita y después la illita, afectan al coeficiente de dilatación térmico, aumentando la compacidad y favoreciendo la formación de fases vítreas alcalinas, mientras que la porosidad y la formación de mullita disminuyen. En general, el coeficiente de dilatación  $\alpha$  se incrementa cuando:

- Disminuye el carácter caolínico y hay más presencia de illita o montmorillonita.
- En presencia de cuarzo, feldspatos y hematites.
- En presencia de carbonatos cálcicos, que favorecen la formación de pseudowollastonita, lo que conduce a tener valores del coeficiente de dilatación altos y retrasa la formación de la fase vítrea.

Este último efecto puede apreciarse claramente al representar gráficamente el coeficiente de dilatación  $\alpha$  entre 500 y 650 °C y la dilatación ( $\Delta L/L_0$ ) a 700 °C obtenidos en las dilatometrías frente al contenido en carbonatos obtenido de las calcimetrías, véase figura 5-8 a) y b), respectivamente. Aunque no pueda obtenerse una correlación, el contenido de carbonatos explica en más de un 50 % los valores obtenidos de estas variables.

Los carbonatos son responsables de la pérdida por calcinación experimentada por las arcillas durante la cocción, pudiendo obtenerse una correlación estadística entre la pérdida por calcinación medida en los ensayos tecnológicos y el contenido en carbonatos determinado mediante la calcimetría con un índice de correlación del 96,6 %, lo que deja menos de un 4 % de la pérdida por calcinación que pueda ser explicado por otros factores, véase figura 5-9.

## **5.6 COMPARACIÓN ENTRE LOS MÉTODOS C y E**

---

### **5.6.1 TIPOLOGÍA DE LOS DAÑOS SUFRIDOS POR LAS TEJAS**

Cada tipo de teja presenta una diferente resistencia a la helada debido tanto al diseño como a las diferentes materias primas o procesos de producción. En general, cada modelo de teja muestra una tipología de daños similares cuando es probada siguiendo los métodos C y E pero, dependiendo de las propiedades del modelo, puede aparecer o no en el mismo intervalo de ciclos. En otras palabras, según el método de ensayo se miden diferentes resistencias a la helada para un mismo tipo de teja.

Los fallos, se presentaron mayoritariamente en forma de deslaminaciones o exfoliaciones, roturas y desconchados, véase la figura 5-10, lo que resulta coherente con lo que se informa en la literatura [Wardeh y Perrin, 2008]. También pudieron encontrarse, en menor extensión, otros daños, tales como descamaciones, pérdidas de nervios o de tacones y desconchados.

Analizando los daños que sufre cada modelo de teja en particular, se observan los siguientes hechos:

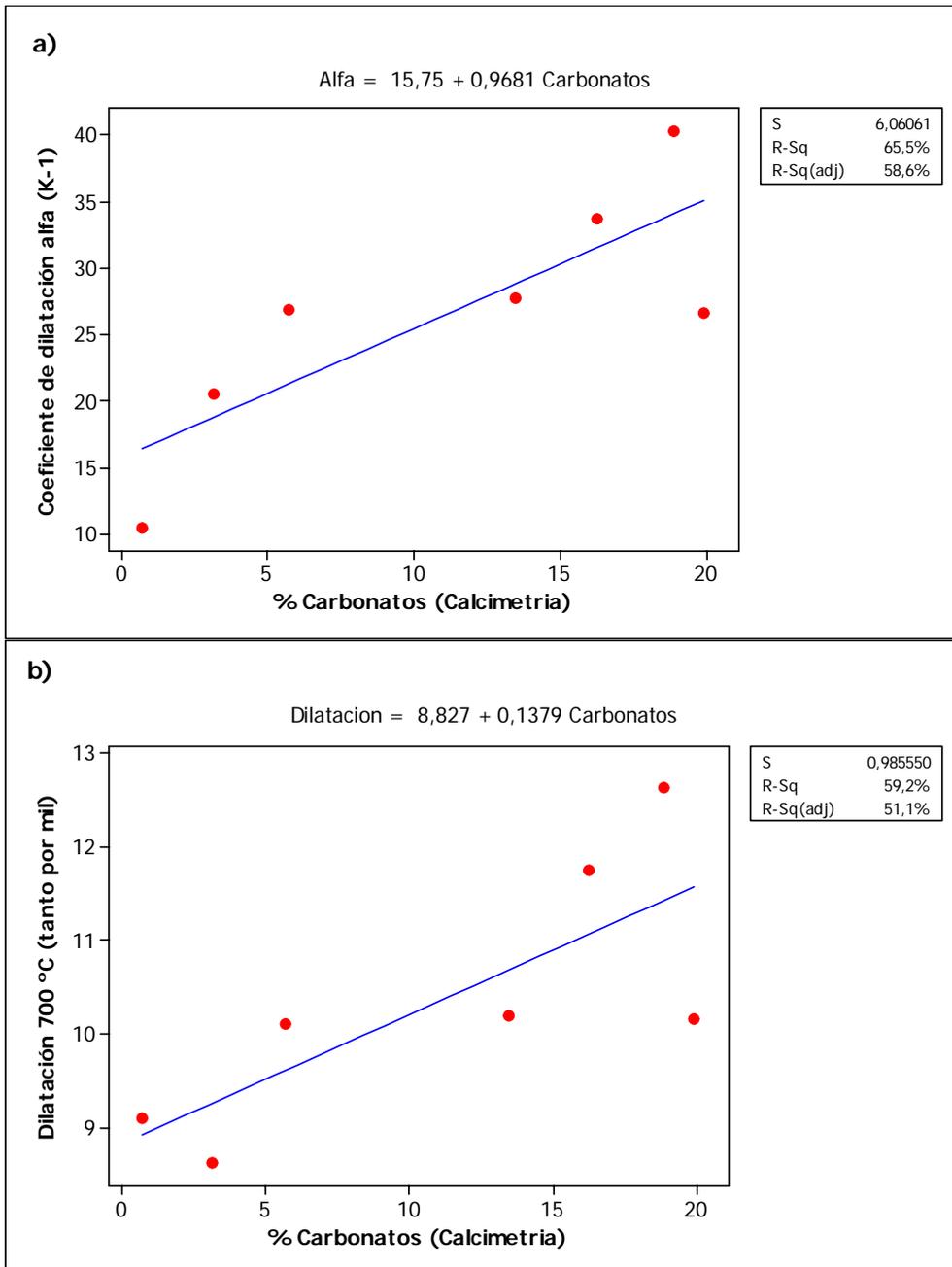
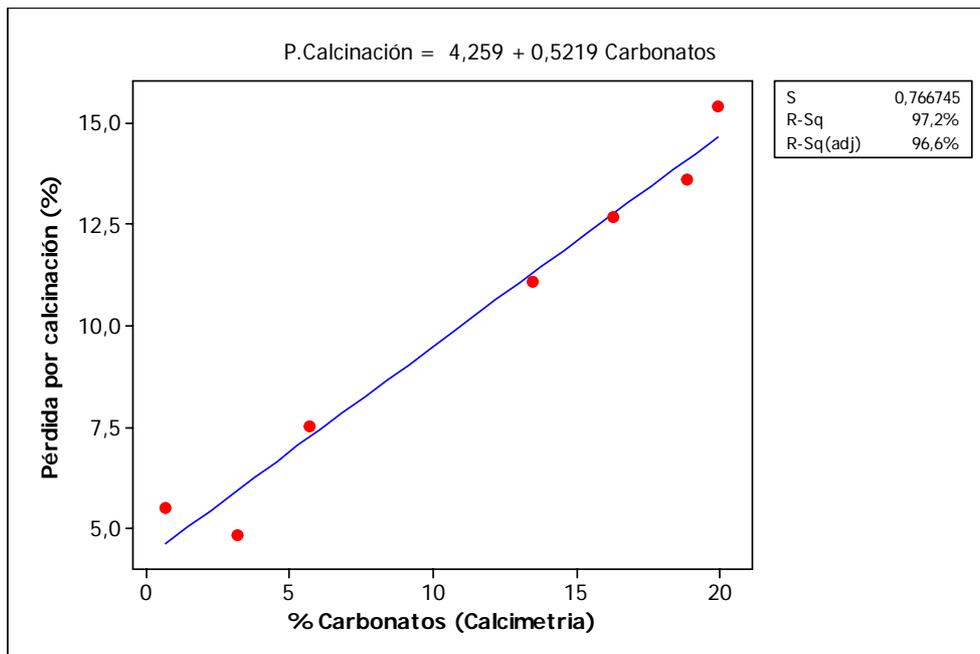


Figura 5-8: Efecto de los carbonatos sobre el coeficiente de dilatación lineal  $\alpha$  (500-650 °C) y la dilatación total ( $\Delta L/L_0$  a 700 °C)



**Figura 5-9: Efecto de los carbonatos sobre la pérdida por calcinación**

- El modelo M1 sufre, fundamentalmente, deslaminaciones en su cuerpo y desconchados superficiales, que son consecuencia de la deslaminación interior. Los daños son similares en el ensayo por el método C y por el método E, aunque se manifiestan antes por el método E. Una diferencia a mencionar es que en el método E no aparecen los desconchados en la cara inferior de las tejas, mientras que en el método C aparecen por ambas caras. Esto pone de manifiesto una clara influencia del paño de lino en la tipología de los defectos, pues hace comportarse de un modo diferente la cara sobre la que se aplica, dificultando, con toda probabilidad la transmisión del defecto a la superficie, para actuar como una continuidad del material. En algún caso se observan fisuras nacientes o superficiales y daños superficiales como descamaciones o descascarillamientos. Solamente en una de las tejas ensayadas por el método C las fisuras nacientes llegan a transformarse en fisura estructural, lo que demuestra que la deslaminación del cuerpo se produce antes y evita la propagación de la fisura. La tipología de daños encontrada en los ensayos es coherente con la encontrada en el envejecimiento natural, donde se aprecian fundamentalmente desconchados, pues son la manifestación en la cara vista de las deslaminaciones del cuerpo aunque en los tejados también se detectan las propias deslaminaciones y alguna rotura.

	<p><b>Deslaminación</b></p>
	<p><b>Rotura</b></p>
	<p><b>Desconchado</b></p>

Figura 5-10: Daños más frecuentes sufridos por las tejas

- El modelo M2 presenta una tipología de defectos similar al modelo M1, donde predominan las deslaminaciones, que también se manifiestan antes cuando se aplica el método E, y los desconchados, que se producen a consecuencia de éstas. Sin embargo, las 3 tejas que más ciclos resisten se ensayaron por el método C y cuando fallan presentan fisuras estructurales. Esto da una idea de que, cuando las deslaminaciones tardan en aparecer, se propagan las fisuras que llegan a estructurales y ambos tipos de daño contribuyen a la rotura de las tejas. También en este modelo, por el método E, el único defecto observado en la cara inferior, tapada por el paño de lino son las deslaminaciones y la tipología es similar a la encontrada durante el envejecimiento natural, donde se aprecian desconchados, roturas y fisuras. Las deslaminaciones, por afectar al cuerpo de la teja, no se aprecian en el tejado, pero si los desconchados, que son su manifestación en la cara vista de las mismas.
  
- En el modelo M3 la tipología de daños es mucho más variada, la causa más frecuente de rotura es la pérdida de nervios o de tacones, después las fisuras estructurales y, en menor medida, deslaminaciones y desconchados, apreciándose también daños tales como descamaciones, descascarillamientos, fisuras nacientes y fisuras superficiales. También en este caso, las tejas rompen antes por el método E que por el método C. Cuando se comparan los resultados de los ensayos de laboratorio con el envejecimiento natural, se comprueba que los daños que se manifiestan en los tejados son los desconchados, roturas, deslaminaciones y descascarillamiento. Este hecho se puede justificar debido a que en el tejado los tacones y los nervios de la cara inferior no son visibles y parte de los nervios de la cara superior están tapados por las tejas adyacentes, no siendo tampoco visibles. Realizando una inspección minuciosa de las tejas objeto de ensayo se aprecian pliegues visibles a simple vista, por lo que, la especial sensibilidad de los nervios y tacones puede deberse a un incorrecto flujo del material durante el prensado, que origina los pliegues visibles a simple vista, los cuales son el origen de la rotura al realizar los ciclos de hielo y deshielo. Este problema también se encontró en el modelo M7 e hizo que se realizara una producción nueva en la misma fábrica con igual materia prima y mismos utillajes para obtener el mismo tipo de tejas controlando muy cuidadosamente el proceso y, particularmente, las condiciones de prensado, lo que dio origen al modelo M9.

Cuando se pierden los nervios de la teja M7, se observa que la rotura comienza en el pliegue de la base del nervio y avanza en paralelo a la superficie de la teja, siguiendo el pliegue, representativo del flujo de la arcilla, véase figura 5-11. En este caso, con ambos métodos se obtuvieron resultados similares, porque la teja no se deslaminaba, fisura o rompe en su cuerpo. Es, por tanto, posible concluir que, cuando la masa cerámica que constituye el cuerpo de la teja presenta una buena resistencia a la helada, esta durabilidad frente a la congelación puede incrementarse considerablemente si el flujo de la arcilla se

controla mejor en los procesos de moldeado.

Uno de los problemas más críticos de la etapa de prensado es la aplicación de la presión de prensado sobre la materia arcillosa preformada por extrusión. En la figura 5-12 se muestra un modelo simulado de la presión aplicada y del flujo de arcilla según se empieza a moldear la teja, y cuales son los planos donde se originan los pliegues que producen los fallos que ocasionan problemas en los productos moldeados mediante prensado, los cuales redundan en que las tejas puedan presentar problemas de heladicidad.

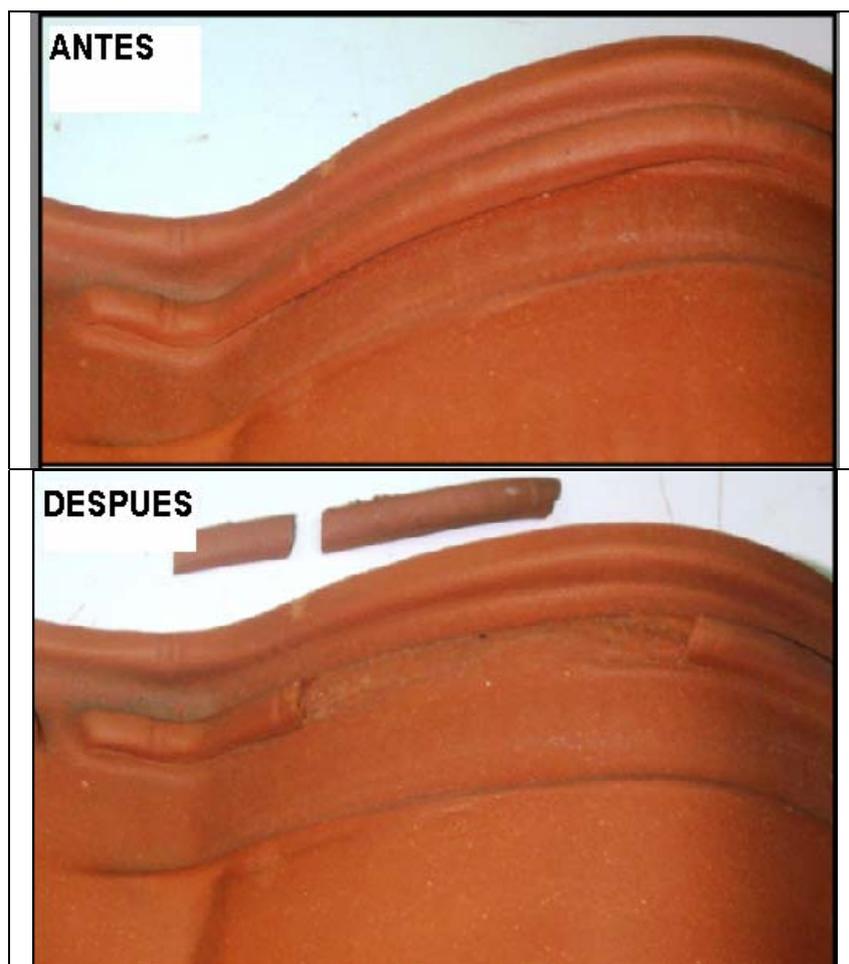
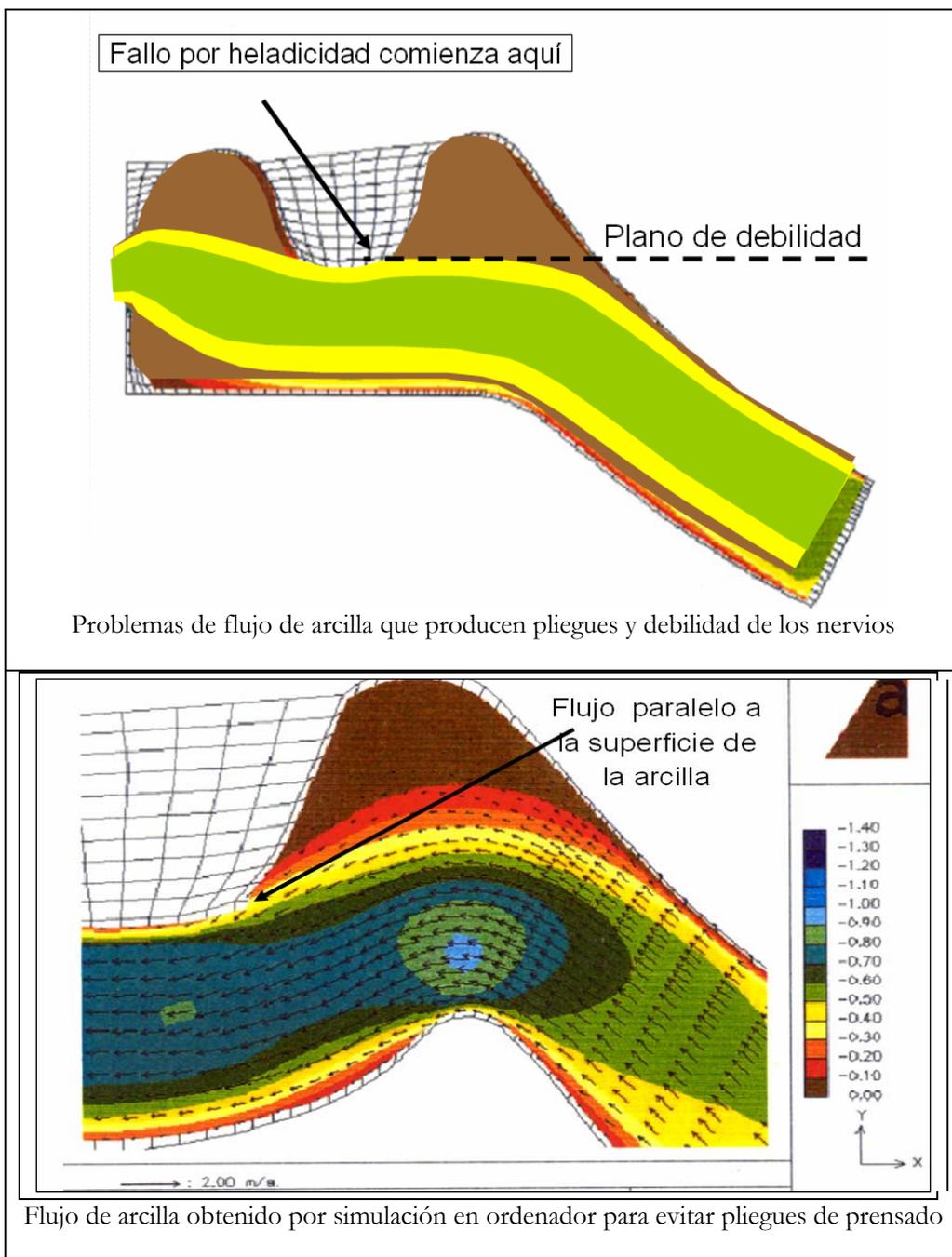


Figura 5-11: Teja modelo M7 antes y después de la pérdida de nervios



**Figura 5-12: Flujo de arcilla en el prensado**

- El modelo M4 manifiesta un comportamiento muy diferente según el tipo de ensayo. La resistencia viene a ser el doble cuando se aplica el método C que cuando se aplica el método E, además en el primero las causas de fallo son, fundamentalmente, las roturas de las tejas y las fisuras estructurales y, en menor medida, las pérdidas de nervios, mientras que en el método E las causas del fallo son, fundamentalmente, las deslaminaciones y, secundariamente, las fisuras. Este hecho pone de manifiesto que el método E tiende a provocar deslaminaciones probablemente porque facilita la entrada de agua entre las capas laminares que se mantienen de los filosilicatos y su posterior separación lo que se produce con menos ciclos de los necesarios para la aparición de fisuras. En el envejecimiento natural de este modelo se han encontrado desconchados, manifestación en la superficie de las deslaminaciones, por lo que la tipología de defectos que aparece en el método E es bastante más consistente con lo observado en el envejecimiento natural que la mostrada por el método C.
- Respecto a los modelos M5 y M6, de diferentes dimensiones fabricados en la misma planta en días sucesivos con idénticas materias primas y proceso, a excepción de la boquilla de la salida de la extrusora, se comprueba que los resultados obtenidos en los ensayos son muy similares. La media de ciclos que resisten aplicando el método C es de 82 y 106 ciclos, respectivamente, y aplicando el método E es de 62 ciclos en ambos modelos. Los defectos encontrados son desconchados y deslaminaciones en ambos modelos y métodos de ensayo. Esto pone de manifiesto que el flujo a través de la boquilla de la extrusora no es determinante de la resistencia a la helada, su causa está en la propia estructura de los filosilicatos que constituyen la materia prima, puesto que se encuentran laminaciones a la salida de la boquilla, véase apartado 5.5.2.1 y figura 5-5. Por otra parte, los resultados de los ensayos son coherentes con la tipología de los defectos encontrados tras el envejecimiento natural, que son desconchados, deslaminaciones y roturas. En el caso de estos modelos, y en contraposición con lo que ocurría en el caso de los modelos M1 y M2, si que se aprecian desconchados en la cara inferior de las tejas.
- En el caso del modelo M7, que es el que mayor resistencia a la helada presenta de todos los utilizados en esta investigación, se observa una mayor resistencia por el método E así como que la mayoría de las tejas fallan a causa de la pérdida de los nervios o de tacones, que en 3 casos viene acompañada de una fisura estructural. El hecho de la excelente resistencia a la helada medida en los ensayos de envejecimiento acelerado es corroborado por no haber tenido reclamaciones a causa de envejecimiento natural durante los 11 años en que está en el mercado, aunque, este hecho impide la comparación de la tipología de defectos encontrados en los ensayos con los que pueda encontrarse en el tejado. El problema de los pliegues en nervios se ha citado al tratar el resultado del modelo M3. Este modelo no muestra los daños típicos de falta de resistencia a la helada de la masa de arcilla cocida que constituye el cuerpo

de las tejas, esto es, deslaminaciones, desconchados, roturas, sino que únicamente sufren daños los nervios o los tacones. Por otra parte, parece extraño que en este modelo, tal como se realiza el ensayo, la resistencia medida por el método C sea superior a la medida por el método E, siendo este un comportamiento no habitual, contrapuesto a lo observado con la mayoría de los modelos ensayados. Estos hechos han llevado a analizar lo que se hubiera observado si ambos métodos de ensayo se hubieran realizado con un paño de lino que tapara la cara inferior de las tejas. A tal fin, aunque las tejas presentaran fallos en la cara inferior, se continuaron los ciclos del método C hasta observar defectos en la cara superior. Si se toman en consideración los fallos que se encuentran al inspeccionar la cara superior, como ocurre en el método E la resistencia aparente del conjunto de tejas es muy superior, pasando de 369 a 464 ciclos cifra que casi iguala la obtenida en el método E de 468 ciclos. De este modo se puede afirmar que:

- El método E acelera el daño por helada cuando este afecta y tiene su origen en la masa de arcilla cocida que constituye el cuerpo de las tejas.
- Ambos métodos afectan de modo similar a la rotura de los nervios, tacones y otros pequeños resaltes funcionales de las tejas.
- El método E dificulta la inspección de las tejas objeto de ensayo debido a la presencia del paño de lino en su cara inferior, por lo que, si la resistencia de la masa de arcilla cocida que constituye el cuerpo de las tejas es buena y sólo se ven afectados los nervios y tacones, puede dar falsos resultados positivos.

Estos hechos deben tomarse en cuenta previamente a interpretar el resultado de los ensayos o a realizar análisis estadísticos de los datos de resistencia de las muestras ensayadas.

- En el caso del modelo M8 se aprecia una mayor resistencia al aplicar el método C que en el método E. La tipología de daños cambia, pues en el caso del método E se aprecian siempre deslaminaciones, acompañadas en 2 casos de pérdida de nervios, mientras que en el caso del método C lo que se aprecian son desconchados, que si bien suelen provenir de las deslaminaciones, estas no se aprecian en primera instancia, viniendo, además, acompañados de la pérdida de nervios en mayor proporción. Considerando el análisis de la detección de fallos indicado al tratar el modelo M7, en este caso también se apreció el fallo antes al realizar la inspección por el método C sin paño de lino, en 4 de las 20 muestras ensayadas (tejas número 2, 6, 10, 13), las cuales no presentaban daños en su cara superior cuando, realmente, perdieron nervios en su cara inferior. De haber continuado el ensayo, hasta observar defectos en la cara superior, se hubiera medido una resistencia superior en estas 4 tejas que hubiera aumentado la resistencia media a la helada

determinada por el método de ensayo C. Las muestras del modelo M8, permiten establecer una comparación entre ambos métodos de ensayo cuando los poros de la superficie se encuentran bloqueados por la aplicación de un tratamiento adicional de una sustancia hidrofugante, polimetilsilicato aplicado por inmersión de las tejas. El comportamiento frente a la helada se encuentra que es similar al aplicar ambos métodos. La explicación se puede deber a que los poros se encuentran bloqueados en la superficie y el efecto que causa la presencia de tela en la teja al aplicar el método E, es despreciable porque no contribuye con tensiones adicionales al propio bloqueo de los poros realizado por el polímero. El fabricante de este modelo no dispone de información sobre envejecimiento natural, por lo que no puede compararse con la tipología de defectos encontrada en los tejados.

- En el caso del modelo M9 los defectos encontrados en todas las tejas ensayadas son la pérdida de nervios, utilizando ambos métodos de ensayo, aunque estos aparecen antes con el método E que con el método C. Este modelo dobla la resistencia obtenida en el modelo M3, este hecho pone de manifiesto que un buen control en las condiciones de proceso y, particularmente, de vacío de extrusión, prensado, secado y cocción, puede mejorar mucho la resistencia a la helada, aunque los pliegues de prensado se manifiestan como la causa de fallo, a pesar de todos los controles de operación. Por consiguiente existe un límite a las mejoras de control de proceso industrial, pues para aumentar la resistencia a la helada, no quedaría más remedio que cambiar el diseño de los nervios y tacones de este modelo de teja, para optimizar el flujo de la arcilla en los moldes de prensado y eliminar los pliegues de arcilla.

Como resumen, puede decirse que la tipología de los daños que se encontró tras realizar los ensayos de envejecimiento acelerado, con independencia del método utilizado, viene determinado por la propia resistencia a la helada de la masa cerámica que constituye el cuerpo de las tejas:

- En las tejas con menor resistencia a la helada se aprecian, fundamentalmente, deslaminaciones y desconchados, que iban acompañados de descamaciones y otros daños superficiales, así como de fisuras y roturas.
- Cuando aumenta la resistencia a la helada, aparecen con mayor frecuencia las fisuras estructurales, que pueden transmitirse por todo el espesor del cuerpo de las tejas debido a que no se han producido previamente las deslaminaciones.
- Las tejas con mayor resistencia a la helada no muestran daños en sus cuerpos tales como deslaminaciones, desconchados o fisuras, sufriendo la pérdida de sus resaltes, ya sean nervios o tacones.

### 5.6.2 EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA HELADA

En todos los modelos de tejas ensayados, los daños se incrementaron con el número de ciclos, y la severidad de estos fue superior al aplicar el método de ensayo E, con la presencia de la tela, dando como resultado que las tejas fallaban más pronto que aplicando el método C.

Las figuras 5-13 a 5-21 muestran el porcentaje de tejas dañadas de cada modelo de teja en diferentes intervalos de ciclos, haciendo una comparación entre los métodos C (color amarillo) y E (color púrpura).

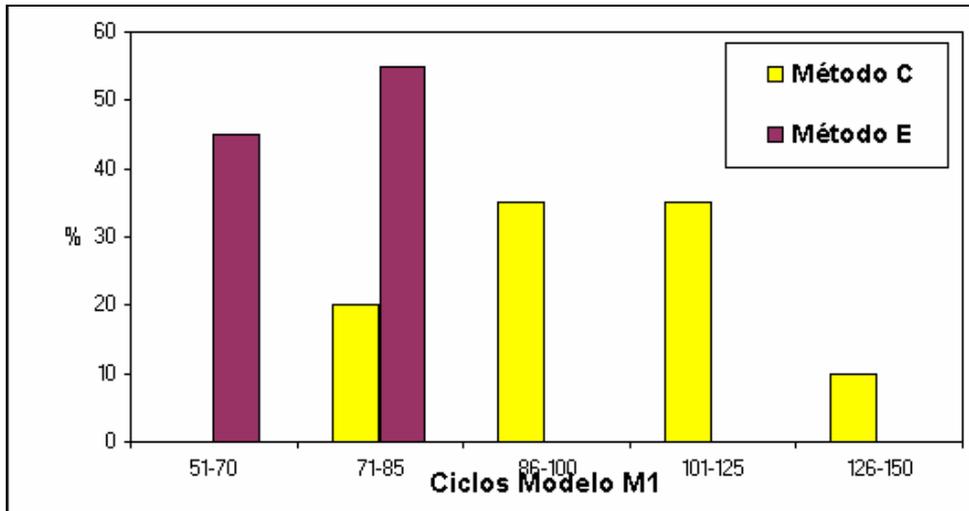


Figura 5-13: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M1

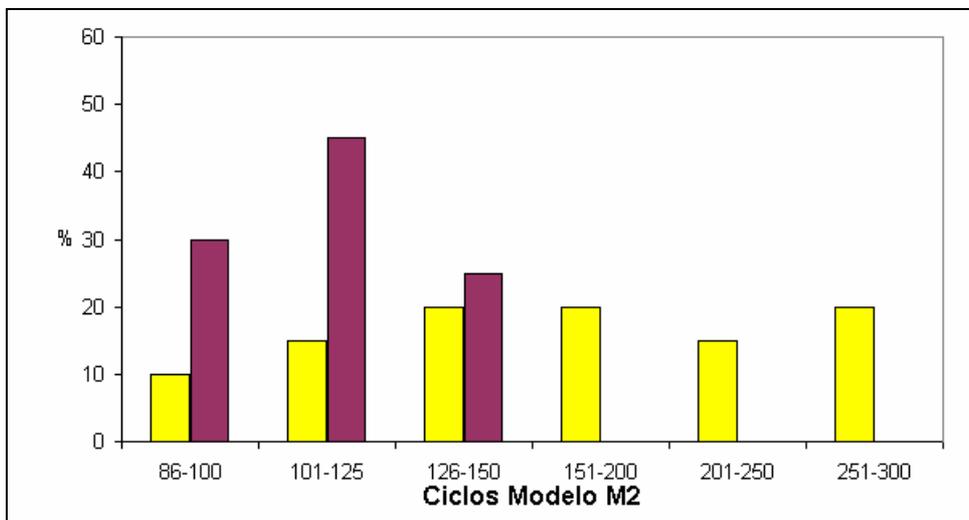
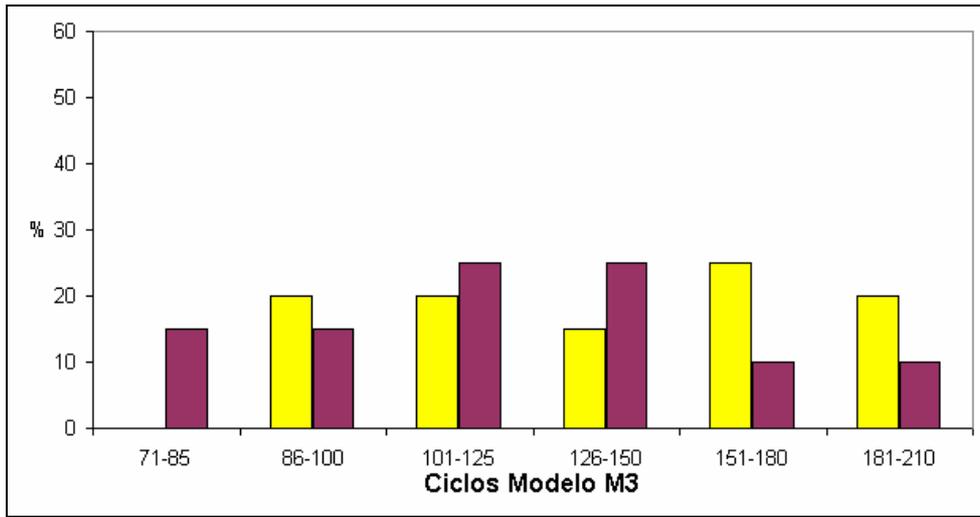
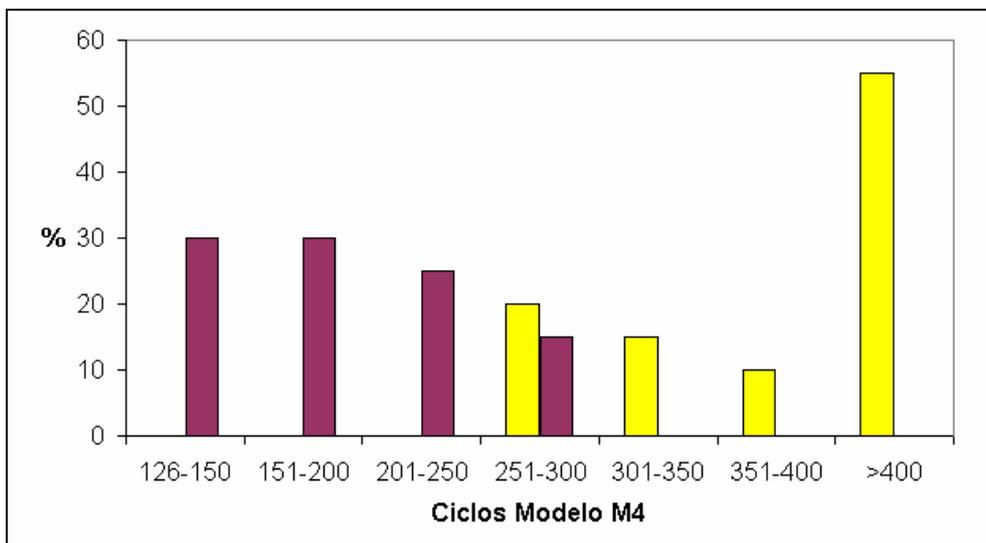


Figura 5-14: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M2



**Figura 5-15: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M3**



**Figura 5-16: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M4**

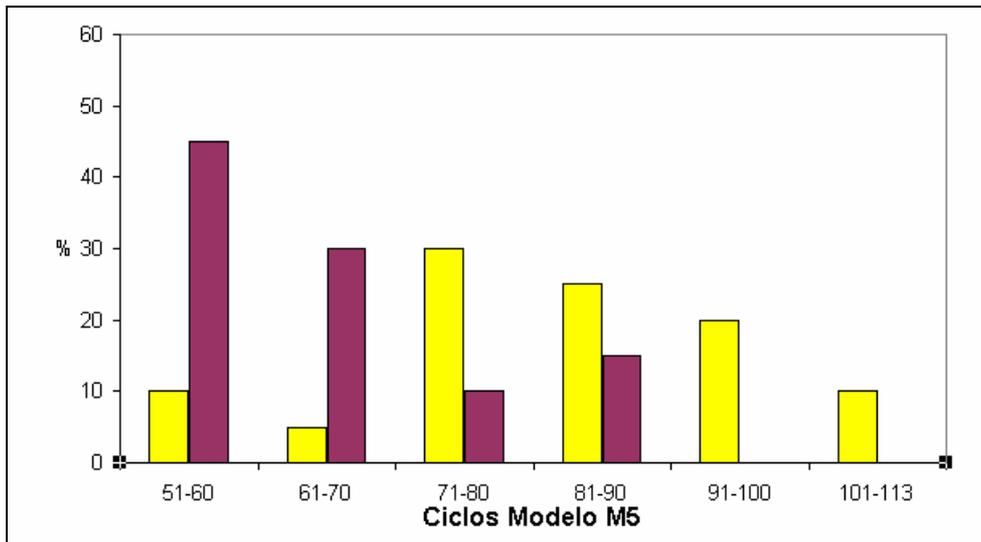


Figura 5-17: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M5

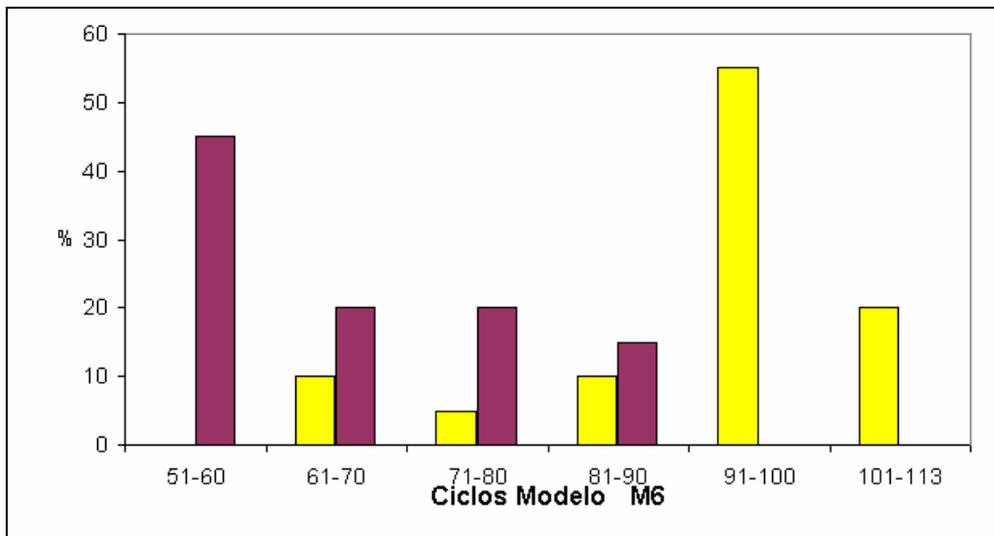


Figura 5-18: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M6

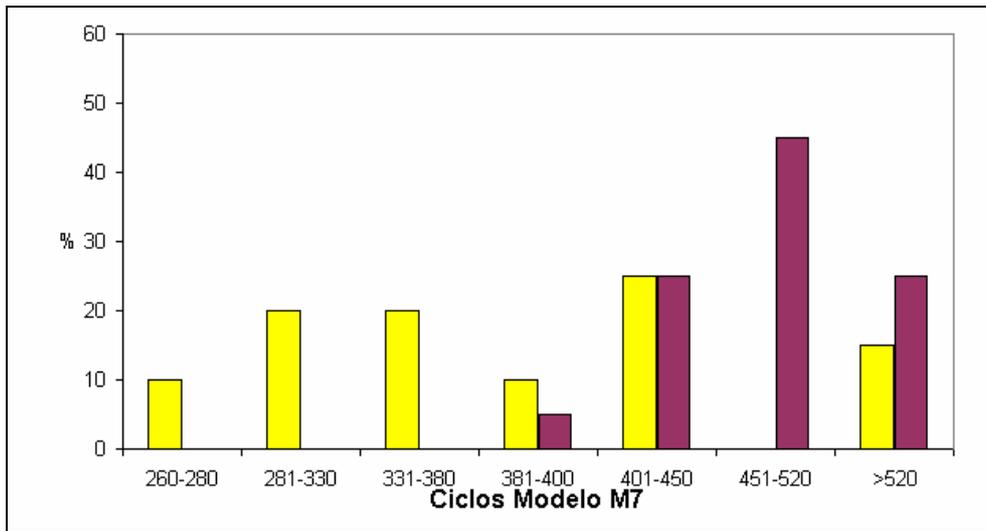


Figura 5-19: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M7

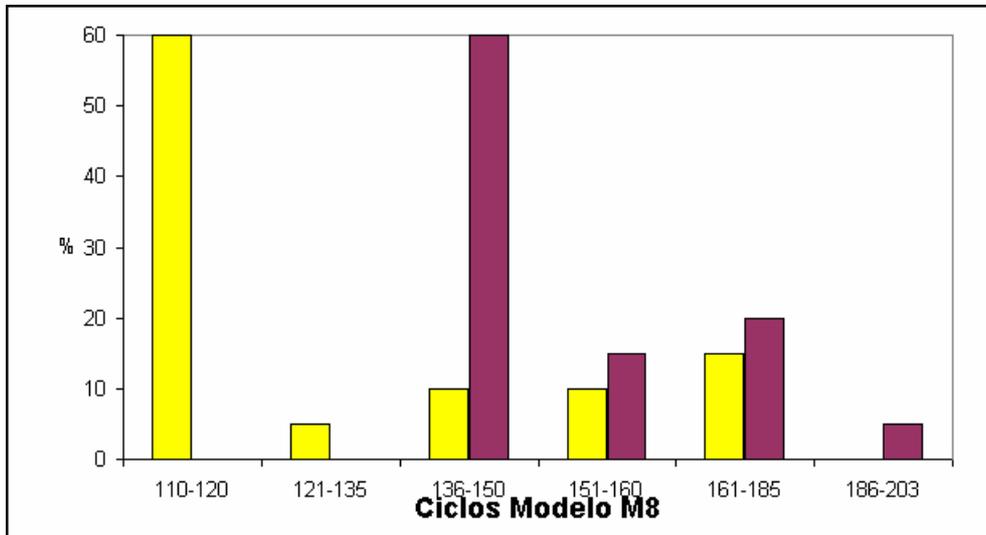
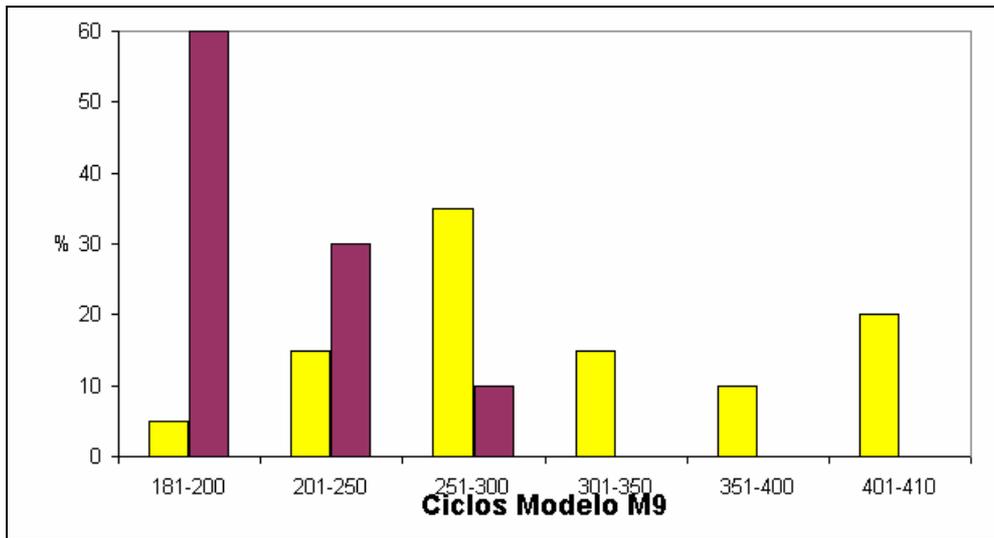


Figura 5-20: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M8



**Figura 5-21: Porcentaje de tejas dañadas en el modelo M9**

El método E parece ser más severo que el método C, utilizado en los países del sur de Europa. Incluso en el caso de los modelos M7 y M8, en que los gráficos muestran lo contrario, al analizar la tipología de daños (apartado 5.5.3) ha podido comprobarse que realmente, el comportamiento es similar, lo que ocurre es que la inspección es más difícil con el paño de lino del método E, lo que origina falsos positivos cuando los daños afectan únicamente a la cara inferior de las tejas.

Por otra parte, al evaluar la resistencia a la helada, mediante el mínimo, si se siguen los requerimientos que impone la norma, esto es dar como resultado del ensayo la resistencia de la peor teja del conjunto ensayado, los resultados son similares a los obtenidos aplicando métodos estadísticos. Estos hechos puede explicarse debido a la mayor adsorción de agua, rápida velocidad de enfriamiento y menor temperatura de congelación del método E, unido al efecto del paño de lino.

En el análisis estadístico, de los ciclos de resistencia obtenidos del estudio de los 9 modelos y de la evaluación del modelo M7 por la cara frontal, se han calculado mínimos, medias desviaciones típicas, intervalos y coeficiente de variación (véase tabla 5-13), encontrándose:

- 1) Tanto la resistencia media como la mínima es inferior por el método E, a excepción de los modelos M7 y M8. En el caso del modelo M7, cuando se inspeccionan del mismo modo por la cara frontal, los valores se aproximan y lo mismo ocurriría con el modelo M8, aunque de este no se midió el efecto.
- 2) La dispersión, medida tanto por desviación típica como por el intervalo o el

coeficiente de variación es inferior por el método E, con la excepción de valorar el intervalo en los modelos M3 y M8 o del coeficiente de variación en el modelo M8. Las distribuciones de frecuencias son cercanas a la normal, con lo que se concluye que el método E es más selectivo.

3) Ambos métodos de ensayo parecen ser fiables.

**Tabla 5-13: Resumen estadístico**

Modelo	Mínimo		Media		Desviación típica		Intervalo		Coeficiente de variación	
	E	C	E	C	E	C	E	C	E	C
M1	50	70	62.0	92.3	10.21	16.05	20	55	0.1647	0.1740
M2	85	85	102.8	160.8	15.24	57.20	40	165	0.1483	0.3559
M3	70	85	114.3	131.5	32.90	34.71	110	95	0.2880	0.2640
M4	125	250	172.3	353.0	43.89	61.27	125	149	0.2548	0.1736
M5	53	60	61.8	82.3	9.82	13.69	27	53	0.1591	0.1665
M6	53	68	62.5	105.8	10.15	17.20	27	52	0.1625	0.1627
M7	404	270	468.1	368.7	38.37	56.20	116	250	0.0820	0.1576
M7 Fr.	404	416	468.1	464.5	38.37	52.85	116	185	0.0820	0.1138
M8	150	120	160.4	134.6	17.25	21.91	53	50	0.1075	0.1628
M9	181	197	201.1	308.1	27.49	67.16	95	211	0.1367	0.2180

Se efectuó un análisis de regresión entre los métodos E y C, aplicado a las muestras de tejas que no tienen tratamiento adicional de sustancias hidrofugantes, donde se han excluido los modelos M7 y M8, en los que la tipología de los defectos impide una inspección coherente, cuyos resultados pueden ser comparativos.

La figura 5-22 muestra el análisis de regresión efectuado a los modelos M1, M2, M3, M4, M5, M6 y M9, con sus valores de media y de mínimo de resistencia a la helada, obtenidos por medio de regresiones tanto cuadrática como lineal.

$$\text{Lineal: } E = 15,68 + 0,5502 C \quad R^2 = 86,8\% \quad (1)$$

$$\text{Cuadrática: } E = -2,58 + 0,9393 C - 0,001165 C^2 \quad R^2 = 89,9\% \quad (2)$$

Donde:

C - número de ciclos que las tejas resisten sin fallos aplicando el método C.

E - número de ciclos que las tejas resisten sin fallos en su estructura aplicando el método E.

Si se comparan ambos métodos, se concluye, a rasgos generales, que la aplicación del método E proporciona una medida de la resistencia a la helada de las piezas en estudio que resulta un 40 % inferior a la que se mediría si se ensayan con el método C, teniendo las tejas la misma la resistencia intrínseca a la helada.

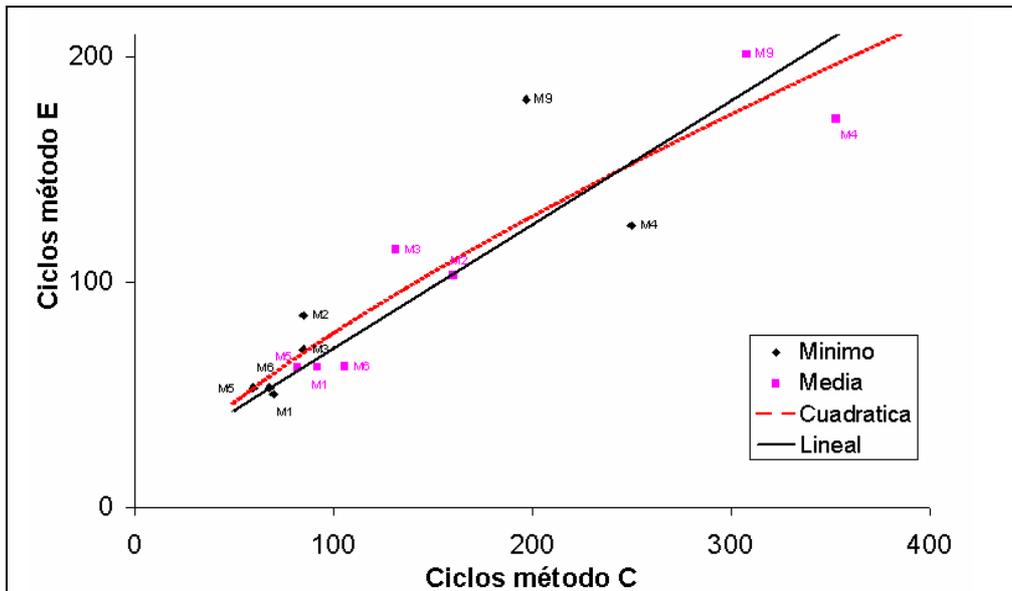


Figura 5-22: Relación entre resultados de los métodos C y E

### 5.6.3 REPRESENTATIVIDAD DEL ENVEJECIMIENTO ACELERADO

La simulación de las condiciones de temperatura y humedad encontradas in situ permite reproducir el daño que puede aparecer cuando la resistencia a la helada es insuficiente. Una buena resistencia a la helada en el laboratorio debería ser una garantía del comportamiento de las tejas en los tejados [Maage, 1984; Hansen y Kung, 1988]. Los ensayos de envejecimiento acelerado como medio de evaluación aportan una estimación muy aproximada. Sin embargo, se basan en las condiciones que lógicamente se producen cuando están en los tejados expuestas a las inclemencias del tiempo, aunque no puede olvidarse que el clima natural en sí mismo es un fenómeno muy variable dependiendo de la localización concreta, situación expuesta o protegida al sol, la sombra, vientos dominantes, etc.

Las normas europeas establecen los requisitos para los productos y los ensayos para medir dichos requisitos. La primera norma europea para tejas de arcilla cocida establecía cuatro métodos para evaluar la resistencia a la helada: método A para el Benelux, método B para Alemania, método C para Europa Meridional (Francia, Grecia, Italia, Portugal y España) y método D para el Reino Unido. En la nueva norma serán progresivamente reemplazados por el método E. No está claro que la tipología de defectos en todos los ensayos sea similar a los tipos de fallo por helada experimentados en tejados reales [Hamilton, 1991]. En el método E el procedimiento de saturación, la cinética de los ciclos hielo-deshielo y su número están bien definidos y una tela húmeda se coloca en el reverso de las tejas a fin de crear diferencias de temperaturas entre las dos caras de la muestra tal y como el tejado modifica las

condiciones climáticas incidentales en la zona bajo tejas debido al flujo de aire y las condiciones de humedad y temperatura [Marín y Sánchez de Rojas, 2008].

El método E conduce a resultados de laboratorio que están en muy buena sintonía con el comportamiento de los productos en diferentes lugares de Europa [Wardeh y Perrin, 2008]. Este hecho se ha corroborado con el análisis y la discusión de los resultados obtenidos en la presente investigación. Sin embargo, a pesar de tan buenos resultados, el método E presenta desventajas, desde el punto de vista de la industria:

- Consume mucho tiempo, teniendo en cuenta la lentitud del proceso de saturación y el elevado número de ciclos necesarios.
- No se pueden inspeccionar todas las superficies de las tejas, a causa de la presencia del paño de lino, pudiendo quedar defectos ocultos hasta la finalización de los ciclos.

La diferencia entre los métodos de ensayo acelerado C y E y el envejecimiento natural pueden deberse a las siguientes causas:

- La diferencia en la saturación de agua.
- La cinética de los procesos de congelación y descongelación.
- Las diferencias entre las dos caras de las tejas, debida a la presencia del paño de lino en el método E y al sistema constructivo del tejados en el envejecimiento natural.

### 5.6.3.1 Saturación de agua

La tabla 5-14 muestra el contenido medio de agua tras haber empapado las tejas, siguiendo los procedimientos de los métodos C y E, comparándolo con el obtenido al empapar las probetas en los ensayos tecnológicos de las arcillas.

**Tabla 5-14: Contenido de agua después del empapado**

Muestra	Tejas método C (vacío) (% agua)	Tejas método E (progresivamente 1 semana) (% agua)	Probetas ensayos tecnológicos (% agua)
M1	14.9	15.1	14.3
M2	11.4	11.8	11.0
M3	11.5	12.9	9.5
M4	9.5	9.5	9.7
M5	16.7	17.5	14.7
M6	16.8	17.7	14.7
M7	10.1	10.5	9.3
M8	0.82	4.6	10.8
M9	11.1	12.6	9.9

Comparando las columnas segunda y tercera de la tabla 5-14 se comprueba que la adsorción cuando se aplica el método E es ligeramente mayor que al aplicar el método C. El hecho de que la adsorción sea mayor siguiendo el procedimiento de empapado progresivo del método E que haciendo el vacío mecanizado por el método C puede contribuir al hecho de que el método E sea más severo que el C, pues realiza los ciclos a tejas que contienen mayor cantidad de agua en sus poros.

Las tejas que tienen una capa de hidrofugado, caso del modelo M8, adsorben claramente más agua por medio del método E que mediante el C, en cualquier caso, el contenido de agua es muy inferior al de las probetas de los ensayos tecnológicos, que no se hidrofugan.

Cuando se compara el contenido en agua de las tejas con el de las probetas obtenidas en los ensayos tecnológicos, se observa que el contenido en agua es mayor en el caso de las tejas, con la excepción del caso del modelo M4 que es ligeramente inferior.

Si se elimina el modelo hidrofugado (M8), dado que este tratamiento dificulta el empapado, se puede comprobar que existe una correlación entre el contenido en agua en los ensayos tecnológicos de las probetas extruidas en el laboratorio a partir de las materias primas y en las tejas, empapadas siguiendo los procedimientos de uno u otro método de ensayo, véase figura 5-23.

La saturación de agua en el empapado de las tejas previo a los ciclos de hielo y deshielo es clave, si se produce la congelación de las tejas secas, no se ocasionarán daños. La diferencia de saturación entre los métodos C y E puede explicar, en parte, la mayor severidad del método E. A fin de comprobar este hecho, se ha realizado un análisis gráfico entre la resistencia a la helada medida por los métodos C y E, tanto considerando el valor mínimo como el medio y el contenido de agua tras la saturación. En la figura 5-24 se recogen todos los valores obtenidos con las tejas ensayadas en la presente investigación, donde puede comprobarse que la resistencia a la helada decrece cuando el agua contenida se incrementa, excepto cuando los poros se encuentran bloqueados debidos a los tratamientos por sustancias hidrofugantes como es el caso del modelo M8.

Por consiguiente, los estudios estadísticos de regresión posteriores se realizaron excluyendo al modelo con tratamiento de hidrofugado M8 de los mismos, los cuales se recogen en las siguientes figuras:

- Figura 5-25 estudio de regresión entre los resultados de resistencia a la helada obtenidos por el método C, tanto en su valor mínimo como en su valor medio y el contenido en agua obtenido tras la saturación aplicando el procedimiento establecido en el método C. Se muestra el ajuste lineal con trazo continuo de color azul y el exponencial en trazo discontinuo de color negro. Este último reproduce mejor la tendencia observada, si bien, para comparar con otras regresiones se muestran los resultados del ajuste lineal.

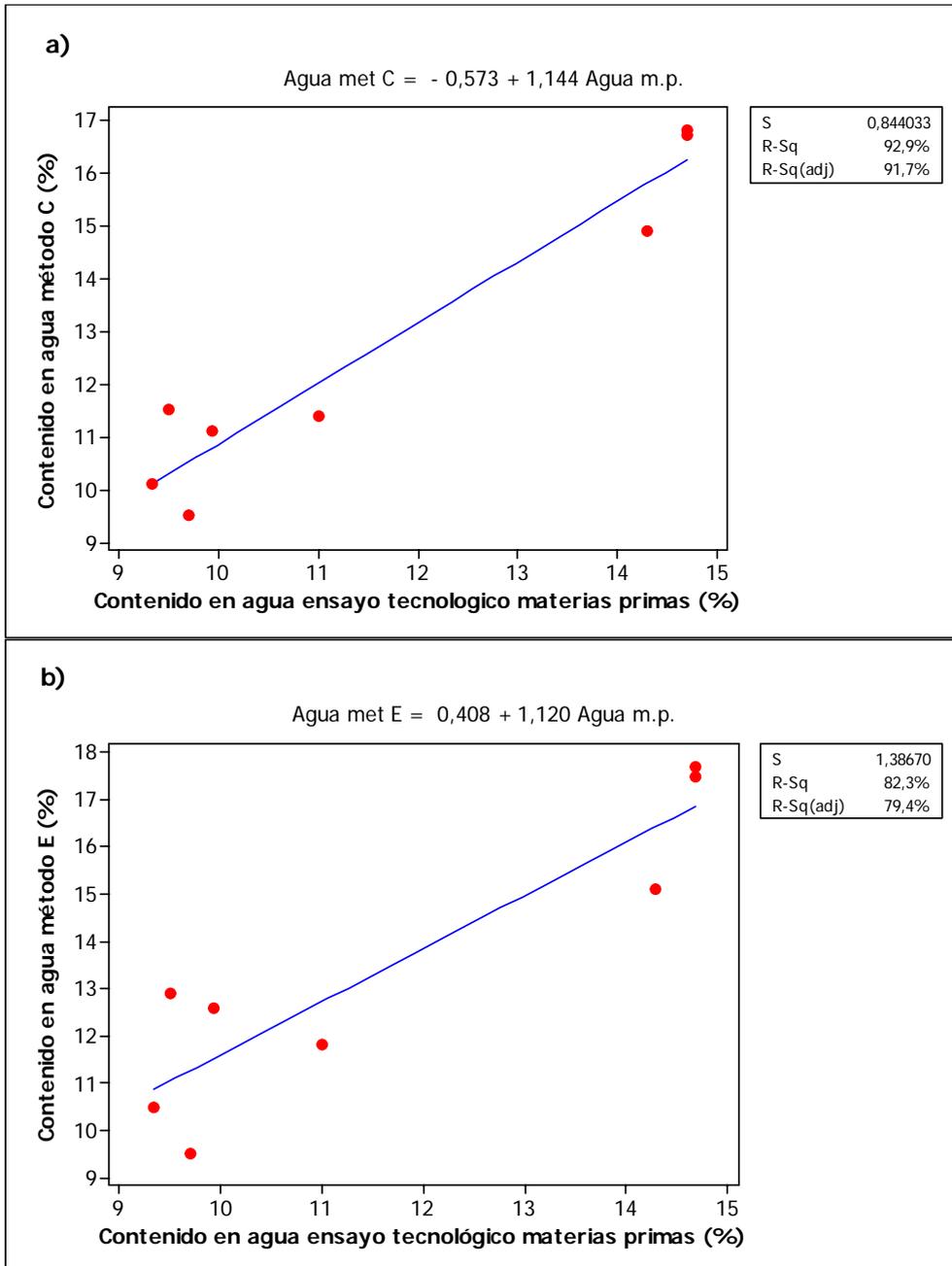
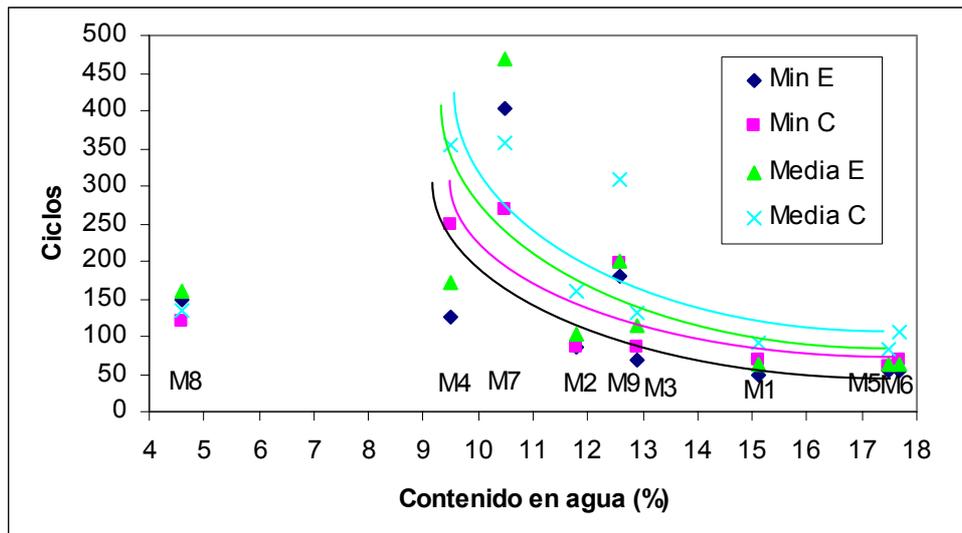


Figura 5-23: Contenido en agua en tejas empapadas según métodos C y E



**Figura 5-24: Resistencia a la helada frente al contenido de agua después del empapado**

- Figura 5-26 estudio de regresión entre los resultados de resistencia a la helada obtenidos por el método E, tanto en su valor mínimo como en su valor medio y el contenido en agua obtenido tras la saturación aplicando el procedimiento establecido en el método E. Al igual que en la figura anterior, se muestra el ajuste lineal con trazo continuo de color azul y el exponencial en trazo discontinuo de color negro. En este caso no está claro cuál de los ajustes reproduce mejor la tendencia observada, si bien, para comparar con otras regresiones se muestran los resultados del ajuste lineal.

Analizando las figuras anteriores puede comprobarse que existe un efecto negativo de la saturación de agua sobre la resistencia a la helada (a mayor saturación, las tejas resisten un menor número de ciclos, tanto medidos por el método C como por el método E), si bien, este efecto por sí solo no justifica completamente los resultados obtenidos. Por lo tanto, el mecanismo que produce los fallos en resistencia a la helada no solamente se ve afectado por el hecho de que el material contenga agua en mayor o menor cantidad, también existen otros efectos. El hecho de la mayor saturación obtenida por el procedimiento de saturación del método E frente al del método C justifica, en parte, su mayor severidad.

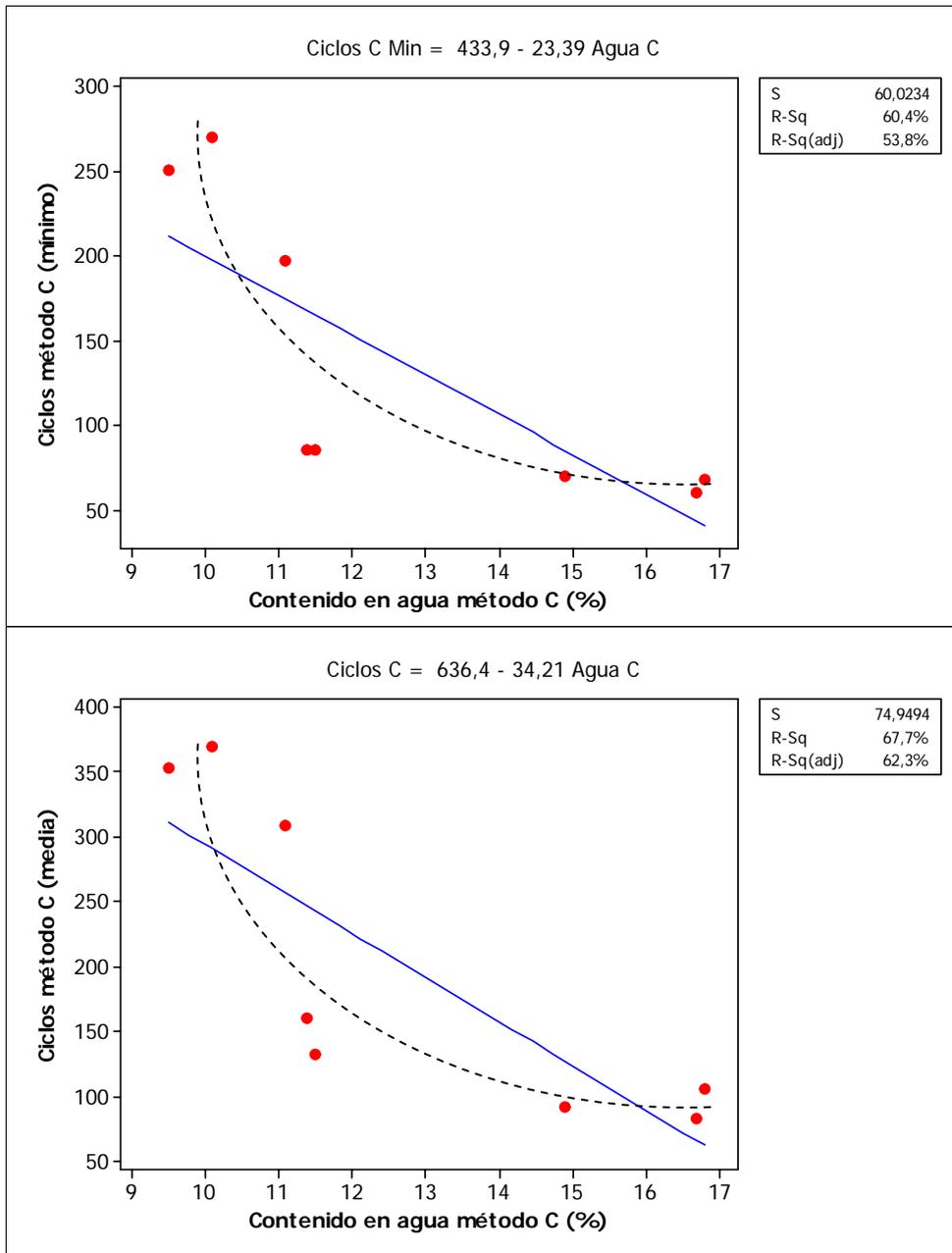


Figura 5-25: Resistencia a la helada, valores mínimo y medio método C, frente al contenido de agua después del empapado

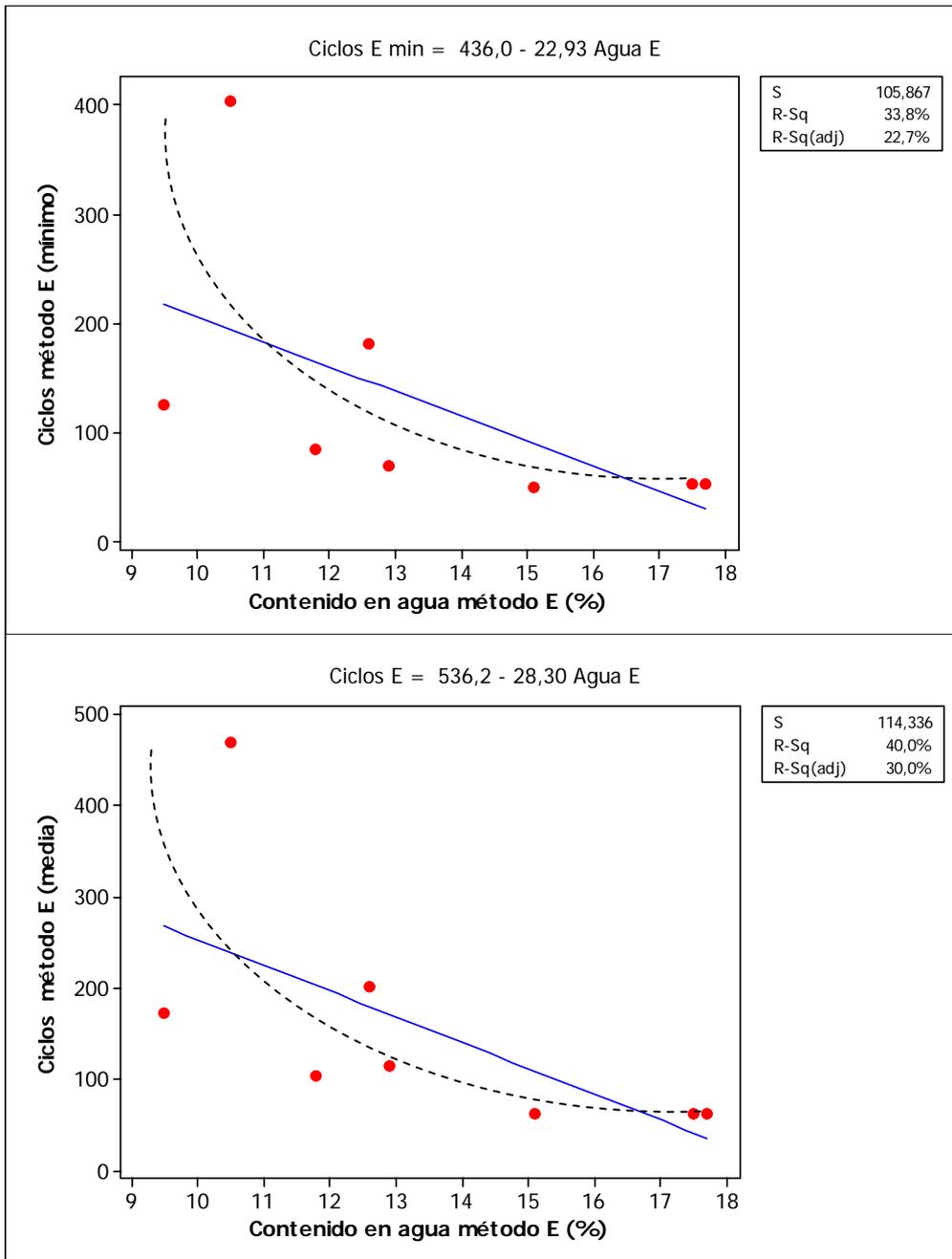


Figura 5-26: Resistencia a la helada, valores mínimo y medio método E, frente al contenido de agua después del empapado

### 5.6.3.2 Cinética de los procesos de congelación y descongelación

Tradicionalmente se ha sugerido que la necesidad de aplicar numerosos ciclos de hielo y deshielo es debida al mecanismo de la fractura por fatiga. Las tensiones que se producen dentro de la teja y que originan daños a la misma por helada pueden deberse a diversos mecanismos como:

- La presión hidráulica debida al incremento de volumen por la formación de hielo.
- Presiones en las interfases entre las distintas fases.
- Tensiones debidas al sobre-enfriamiento.
- Tensiones entre los cristales de hielo de diferente tamaño [(Setter 2001a, 2001b)].

El daño inducido por la acción de la helada se inicia por nucleación, crecimiento de cristales y la interacción con las grietas microscópicas. Estos procesos, que tienen lugar habitualmente en el interior de los poros, se expresan mediante la expansión volumétrica durante el enfriamiento [Litvan, 2001; Wardeh y Perrin, 2008].

Las primeras conclusiones sobre la tensión observada en las tejas, se basaron en el desarrollo de una presión hidráulica creada por la formación de hielo. El efecto dañino se atribuía exclusivamente a la presión creada por el aumento de un 9% en el volumen del agua congelada.

Posteriormente, a la presión hidráulica se le añadió la presión osmótica porque, en la vecindad del hielo formado, se incrementa el grado de saturación de la solución acuosa contenida en los poros. Consecuentemente, el agua en los poros colindantes se desplaza hacia los puntos de formación de hielo para estabilizar el equilibrio termodinámico.

Litvan (2001) cita que, por debajo de cero grados centígrados, el agua se desplaza por efecto del gradiente de presión de vapor hacia aquellos lugares donde puede congelarse, ya sea en poros más grandes o bien en el exterior. Esto induce el vaciado de los poros más pequeños. El daño entonces ocurrirá cuando dicho vaciado no pueda compensar el desequilibrio creado por el descenso de la temperatura. Este comportamiento es parecido en todos los materiales porosos estudiados, de modo que la arcilla puede reemplazar otros materiales sin una pérdida significativa de sus propiedades frente a la helada [Sánchez de Rojas y col., 2001 y 2007].

La formación de cristales es un proceso exotérmico, de tal forma que el flujo de calor aumenta proporcionalmente a la cantidad de hielo formada. Los cristales de hielo dentro de los poros no se forman a aquellas temperaturas en que serían estables, sino

lo harán cuando las temperaturas sean más bajas. Esta variación de temperatura hace que el hielo se forme con agua sobre-enfriada.

En consecuencia, y en contraste con el caso de la fusión, que ocurre siempre cuando la temperatura sea la del equilibrio de fases para una presión dada, la cristalización ocurre como un fenómeno gobernado por la cinética de nucleación por lo que únicamente se puede estimar la “temperatura más probable de cristalización”.

Brun y col. (1973a 1973b) probaron que la variación  $\Delta T$  entre la temperatura de cristalización  $T$  y el punto triple de temperatura  $T_0$  se relaciona con el radio de la interfase hielo agua (asumiendo el agua como pura) pudiendo ser expresada como:

$$T - T_0 = \Delta T \geq \frac{2v_1\gamma_{1s}}{\Delta S_f R_{s1}}$$

Donde:

$v_1$  - volumen molar del agua

$\Delta S_f$  - entropía molar de fusión

$\gamma_{1s}$  - energía libre superficial en la interfase hielo-agua

$R_{s1}$  - radio de esta interfase.

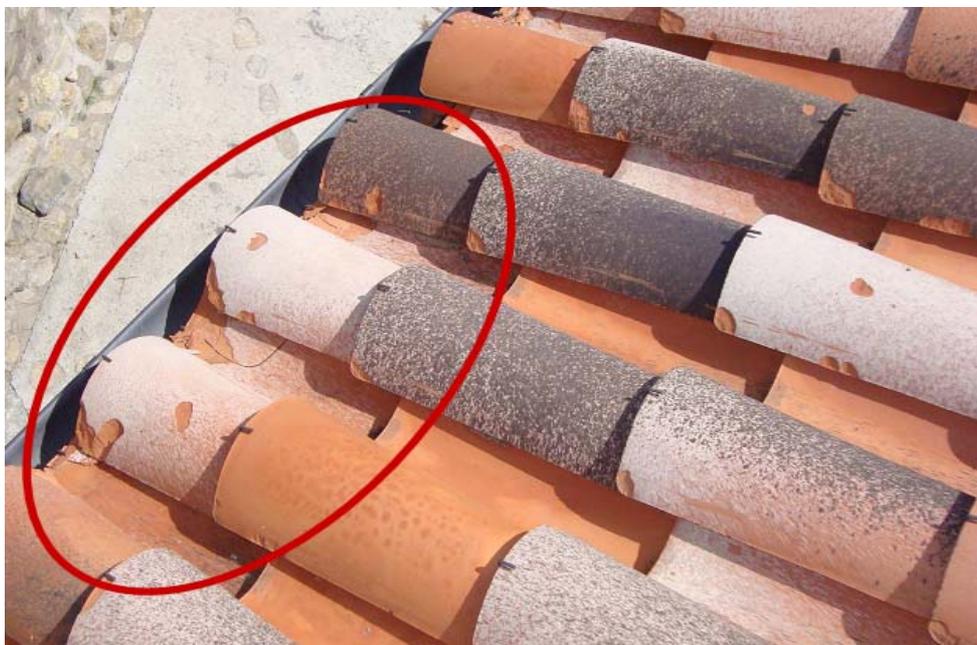
Por este motivo, el tamaño de los poros es un factor determinante del comportamiento frente a la helada y de la temperatura a la que se forma el hielo y se producen los daños consecuencia de su formación. Para aquellos materiales que contienen esencialmente microporos y mesoporos de pequeño tamaño (radio del poro de  $<50$  nm), los términos de la relación anterior son iguales y no se observa sobre-enfriamiento. Sin embargo, el hielo comienza a formar cerca de los  $0$  °C, y la formación del hielo se ve influenciada por las dimensiones de las probetas y también por la cinética del proceso de enfriamiento.

### 5.6.3.3 Diferencias interfaciales

Las diferencias interfaciales se ponen de manifiesto en el envejecimiento natural, que es mucho más rápido cuando las tejas están fijadas por mortero. Esto puede comprobarse en los tejados sometidos a un envejecimiento natural y se da la circunstancia de que algunas tejas tienen fijación mecánica o simplemente se apoyan sobre rastreles, mientras que otras tejas, normalmente las más expuestas a la acción del viento, son fijadas con mortero en su parte inferior. Habitualmente, las tejas que llevan mortero en la parte inferior sufren un envejecimiento más rápido por acción de los hielos, como puede observarse en los siguientes casos:

- **Modelo M1 colocado en Setcases.** Los defectos que predominan en este modelo debido al envejecimiento natural, son los que se señalan en la zona del

alero, marcada en la figura 5-27, son del tipo desconchados, roturas y deslaminaciones. Las tejas llevan fijaciones mecánicas, que en el alero se complementan con un asiento sobre mortero de agarre para mejorar tanto la fijación como la estética, que tiene como efecto la aceleración de los daños debidos a la acción de la helada.



**Figura 5-27: Tejas modelo M1 dañadas en el alero colocado en Setcases**

- **Modelo M3 colocado en Eto La Cañiza.** Los efectos que predominan en este modelo debido al envejecimiento natural, son los que se señalan en la zona de la limahoya marcada en la figura 5-28 y son del tipo descascarillamiento, desconchados, roturas. Análogamente al caso anterior, para evitar la entrada de agua por la parte inferior, las tejas que vierten a la limahoya se fijan con mortero, teniendo como consecuencia la aceleración del proceso de envejecimiento a causa de la helada.
- **Modelo M4 colocado en Ávila.** Los efectos que predominan en este modelo debido al envejecimiento natural son los desconchados que se señalan en las zonas marcadas del hastial y de la limahoya, véanse las figuras 5-29 y 5-30, respectivamente. En este caso, puede observarse perfectamente cómo las tejas fijadas con mortero en su parte inferior presentan desconchados a causa del efecto de las heladas, mientras que la mayor parte de las situadas en la zona central del faldón mantienen su integridad.



Figura 5-28: Tejas modelo M3 colocadas en Eto La Cañiza, daño en limahoya



Figura 5-29: Tejas modelo M4 colocadas en Ávila, daño en hastial

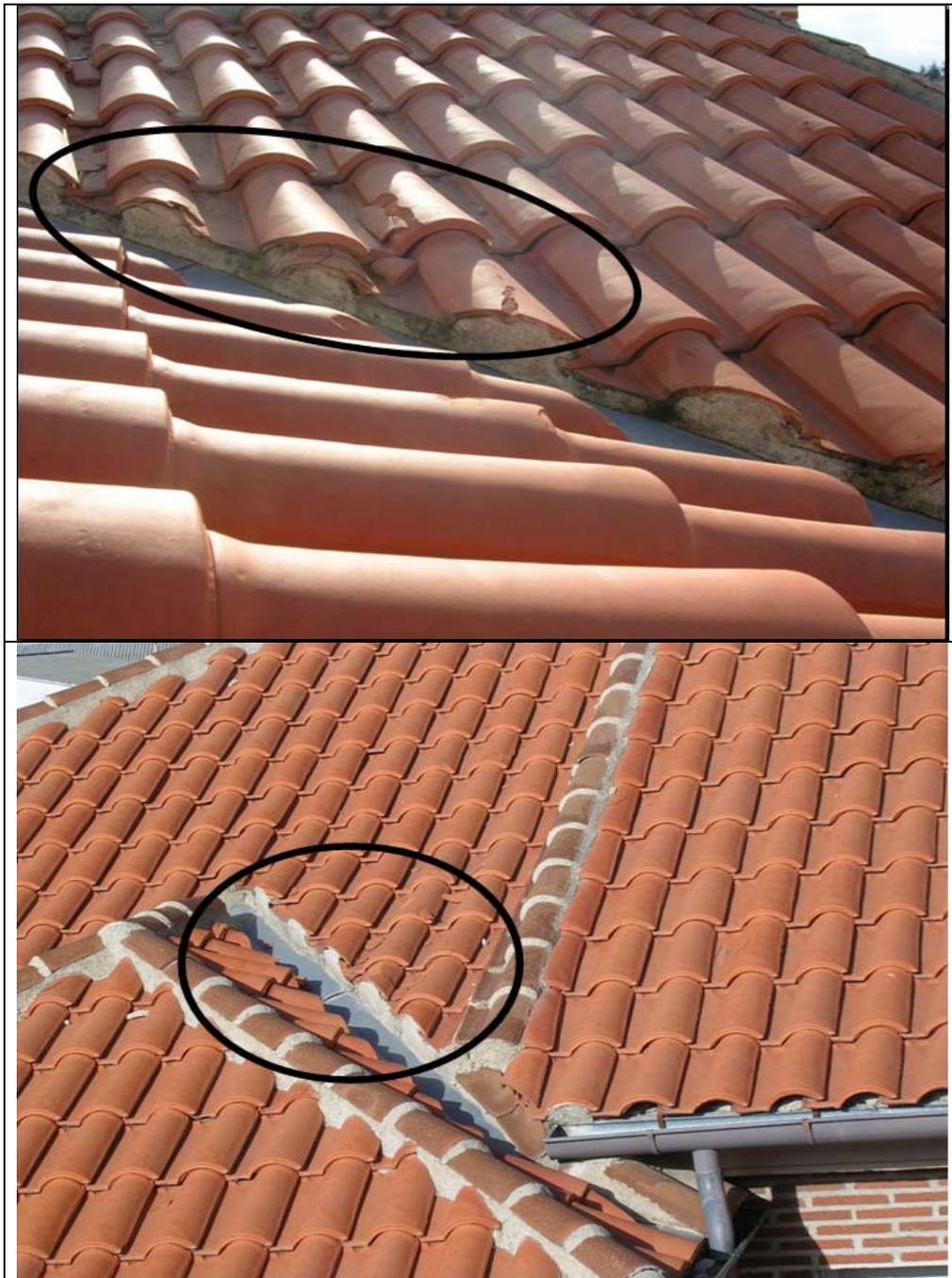


Figura 5-30: Tejas modelo M4 colocadas en Avila, daño en limahoya

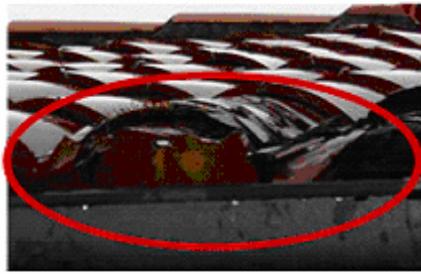
- **Modelo M5 colocado en Potes.** Los fallos que predominan en este modelo debido al envejecimiento natural son del tipo deslaminaciones, desconchados y rotura, tal como se señala en la figura 5-31 en la zona marcada del alero, que es la zona más afectada por los daños debidos a la helada y se da la circunstancia de que sus tejas están fijadas con mortero.



**Figura 5-31: Tejas modelo M5 colocadas en Potes, daños en alero**

- **Modelo M6 colocado en Sigüenza.** Los defectos que predominan en este modelo debido al envejecimiento natural, son los que se señalan en la zona marcada del alero, figura 5-32 y son del tipo deslaminaciones, desconchados y roturas. En este caso, las deslaminaciones y desconchados son daños claramente debidos a la helada, mientras que las roturas pueden ser debidas a éste fenómeno o a la retracción del mortero.

Debido a estos efectos observados de degradación preferencial de las tejas cuya superficie inferior está cubierta por mortero, espuma u otro elemento de fijación, el ensayo del método E, diseñado con un paño de lino situado por la parte inferior, tiene un efecto similar sobre el mantenimiento de la humedad en la cara inferior de las tejas y el bloqueo de los poros al producirse la congelación.



**Figura 5-32: Tejas modelo M6 colocadas en Sigüenza, daños en alero**

La tela, que es colocada en la parte inferior de la teja en el método E, causa tensiones significativas provocando la rotura y otros fallos en las probetas que se someten a los ciclos de congelación y descongelación. Cuando se hace el análisis de las tensiones encontradas se encuentran 3 períodos corresponden a 3 intervalos de temperaturas [Wardeh y Perrin, 2008]:

- En el agua líquida ( $T \geq -0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ ) la contracción del material saturado es puramente térmica.
- Cuando todos los poros están llenos con hielo ( $T \leq -9 \text{ }^\circ\text{C}$ ) se observaron tensiones prácticamente lineales en las tejas cocidas.
- En el período ( $-0,5 \text{ }^\circ\text{C} \geq T \geq -9 \text{ }^\circ\text{C}$ ) el agua que está contenida en los poros, se congela progresivamente. A medida que la temperatura baja, el proceso de nucleación ocurre y los núcleos que se han formado crecen por la transformación que sufre el agua al entrar en contacto con ellos. Varios son los mecanismos que conducen a la crio-deformación de materiales, entre los que se puede citar:
  - o Diferencia de densidad entre el agua líquida y los cristales de hielo.
  - o Efectos interfaciales entre las distintas partes o fases constituyentes del sistema de interfases.
  - o Drenaje del agua líquida expulsada de los sitios en que se produce la congelación.
  - o Transporte de agua, debido a la crio-succión, hacia el interior de los poros congelados.

- Acoplamiento termomecánico entre las diferentes fases [Scherer, 2000; Coussy, 2005; Wardeh y Perrin, 2007].

La tela empapada, que contiene gran cantidad de agua y se ha colocado en una de las caras de la muestra de estudio, hace que el hielo empieza a formarse por esta cara primero. El hielo formado en la superficie de la teja cubierta por el paño de lino puede bloquear una parte de el agua en movimiento hacia el exterior y que de otro modo debería compensar la variación volumétrica entre el agua líquida y el hielo [Litvan, 2001]. De lo cual se deduce que el incremento de la presión de la fase líquida será más significativo en presencia de una tela que en su ausencia.

Para materiales saturados de agua se ha establecido que el agua es sometida a una sobrepresión durante el ensayo de congelación y una tela húmeda colocada en contacto con la superficie de las tejas incrementa dicha sobrepresión. Esta presión puede descomponerse en 2 términos:

- Uno de ellos puede deducirse de la distribución del tamaño del poro y de la variación de la fracción volumétrica de hielo formado en la congelación.
- El segundo expresa la presión adicional debida a la fase líquida.

La distribución del tamaño del poro juega un papel secundario en comparación con la presión desarrollada por la fase líquida, la cual está condicionada por la capacidad del agua de moverse dentro del volumen del poro. La distribución de los cristales de hielo formados y la permeabilidad a los líquidos de los materiales porosos parecen ser los parámetros dominantes.

## **5.7 EFECTO DE LAS CARACTERÍSTICAS DE LAS TEJAS Y DE SU FABRICACION SOBRE LA RESISTENCIA A LA HELADA**

---

Los principales parámetros que influyen sobre la durabilidad de los materiales basados en la arcilla cocida cuando se someten a ciclos de congelamiento y deshielo son la naturaleza del material en sí [Hansen y Kung, 1988; Sveda, 2001], condicionada por su porosidad, módulo de elasticidad, permeabilidad, así como por las condiciones límite impuestas. La resistencia a la helada está relacionada con el tamaño del poro, su tipo y distribución, los cuales dependen, a su vez, de la temperatura de cocción [Jordan y col, 1999; Ikeda y col. 2004].

### **5.7.1 EFECTO DE LA RESISTENCIA MECÁNICA**

Sería razonable pensar que la resistencia a la helada pudiera estar ligada a la resistencia mecánica del material, puesto que, en la bibliografía se citan relaciones entre estas

variables y la porosidad [Yates, 1994] e, intuitivamente, parece que un material con mayor resistencia mecánica es más resistente a cualquier tipo de agresión, incluida la del hielo en su interior. A fin de verificar o descartar el efecto de la resistencia mecánica, se hizo un estudio estadístico entre la resistencia a la helada, medida por los métodos C y E, tanto en su valor mínimo como en su media, con la resistencia mecánica de las tejas secas y de las tejas cocidas.

#### **5.7.1.1 Resistencia en seco**

En la figura 5-33 se recoge la representación gráfica entre el número de ciclos mínimo y medio que resisten las tejas a la helada, medidos por el método C y la resistencia en seco de las tejas. Puede observarse que se obtiene una dispersión de puntos, aunque a mayor resistencia en seco parece que existe una mayor resistencia a la helada. Sin embargo, los coeficientes de correlación son del 46,6 y 37,3 %, respectivamente, lo que pone de manifiesto que, a pesar de la tendencia manifestada, la resistencia en seco no explica el comportamiento a la helada.

En la figura 5-34 se recoge una representación gráfica, análoga a la anterior, entre el mínimo y la media de ciclos que resisten las tejas a la helada, medidos por el método E y la resistencia en seco de las tejas. Puede observarse que únicamente puede encontrarse una nube de puntos. Podría parecer que, a mayor resistencia en seco existiera una mayor resistencia a la helada, aunque los coeficientes de correlación son del 4,0 y 5,7 %, respectivamente, corroborando que la resistencia en seco no explica de modo alguno el comportamiento a la helada.

#### **5.7.1.2 Resistencia en cocido**

En la figura 5-35 se recoge una representación gráfica entre el número de ciclos mínimo y medio que resisten las tejas a la helada, medidos por el métodos C y su resistencia en cocido. Puede observarse que aparece una nube de puntos, si se considera que a mayor resistencia en cocido pareciera existir una menor resistencia a la helada, los coeficientes de correlación, que son del 17,2 y 18,5 %, respectivamente, permiten concluir que la resistencia en cocido no tiene correlación con el comportamiento a la helada.

En la figura 5-36 se recoge un estudio gráfico, análogo al anterior, entre el mínimo y la media de ciclos que resisten a la helada, medidos por el método E y la resistencia en cocido de las tejas. Puede observarse que, a mayor resistencia en cocido parece que existe una menor resistencia a la helada, aunque los coeficientes de correlación son del 59,9 y 52,1 %, respectivamente, no permitiendo asegurar que la resistencia en cocido tenga una correlación con el comportamiento a la helada.

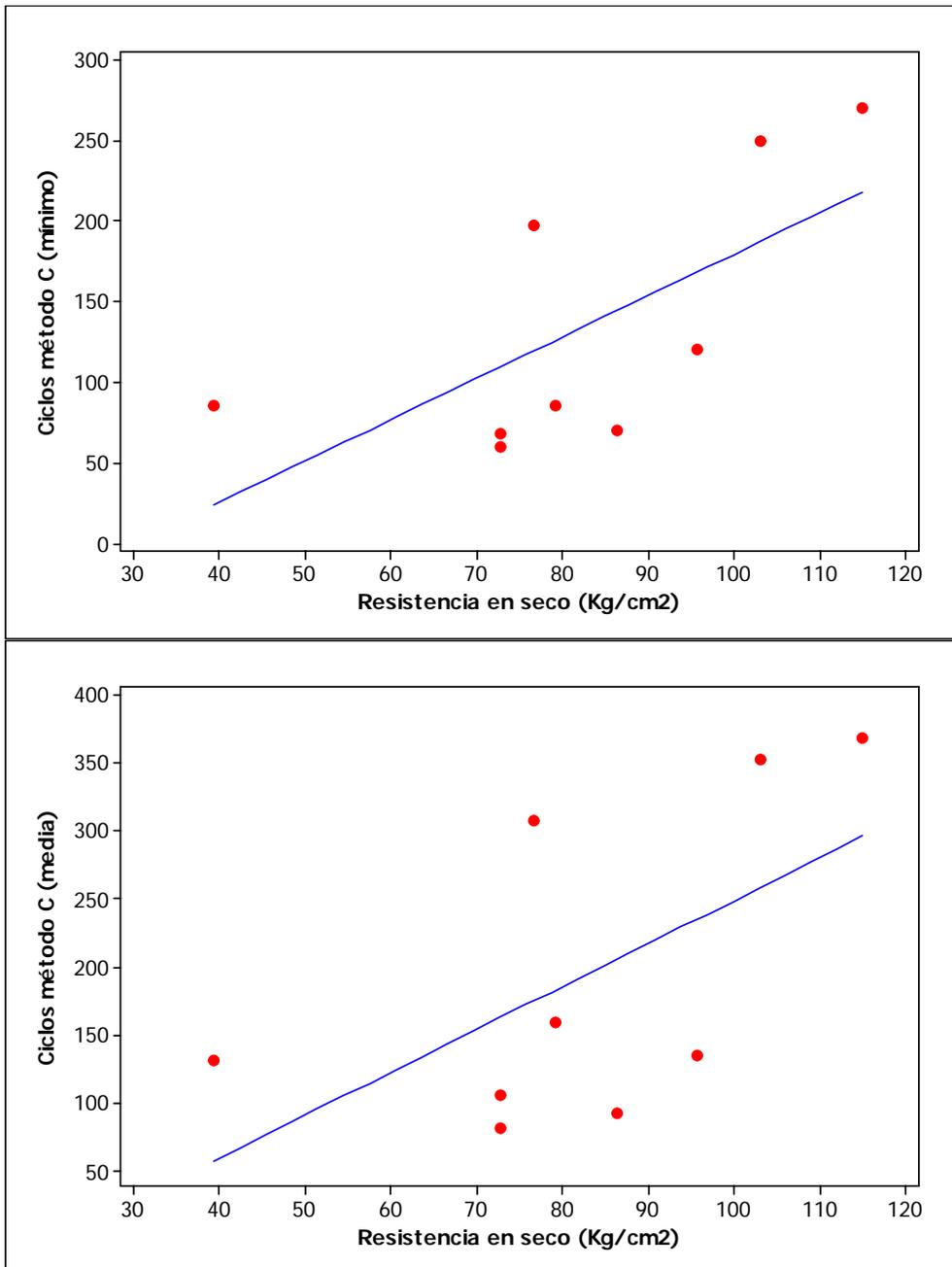


Figura 5-33: Resistencia a la helada por el método C frente a la resistencia mecánica en seco

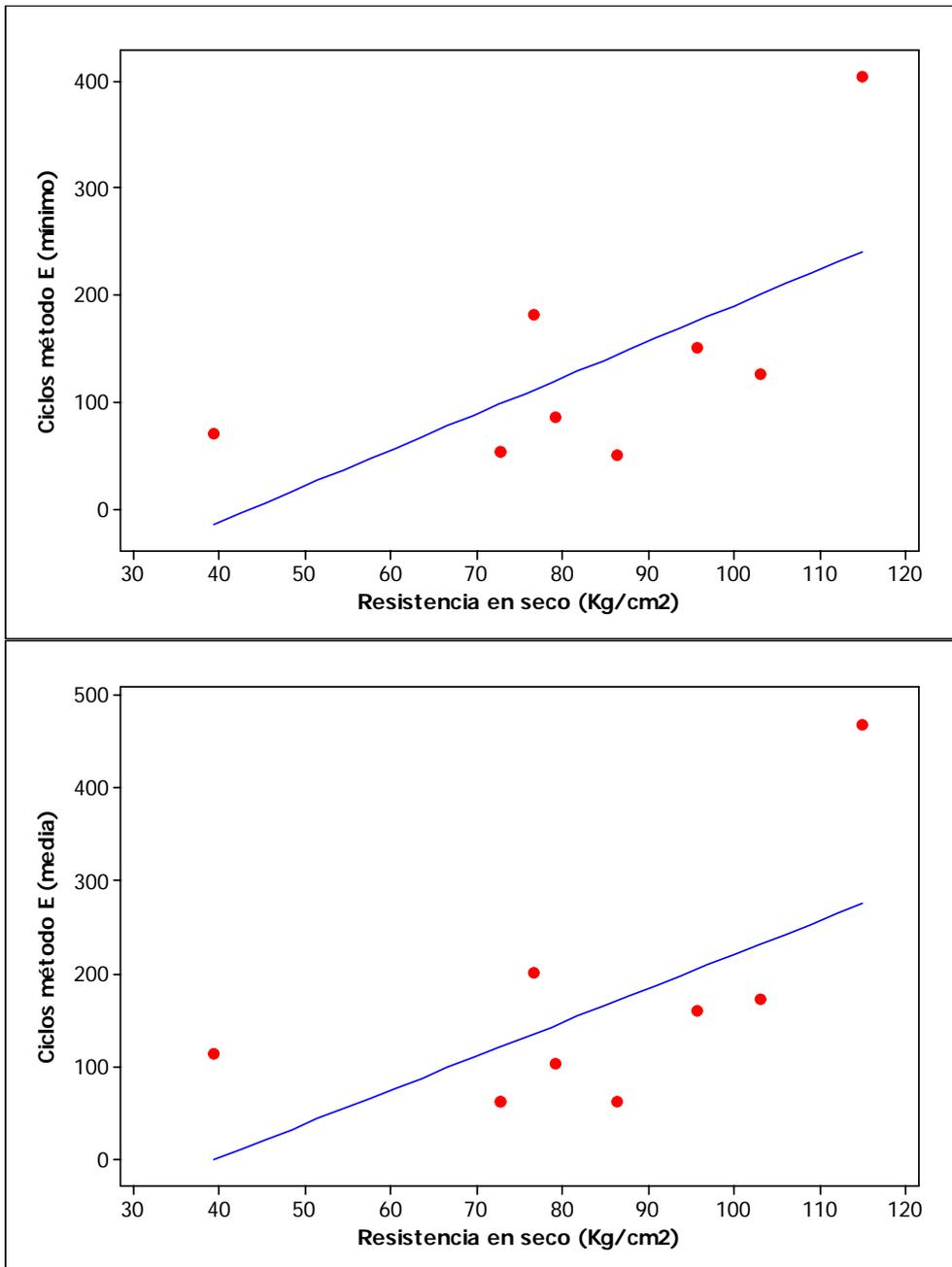


Figura 5-34: Resistencia a la helada por el método E frente a la resistencia mecánica en seco

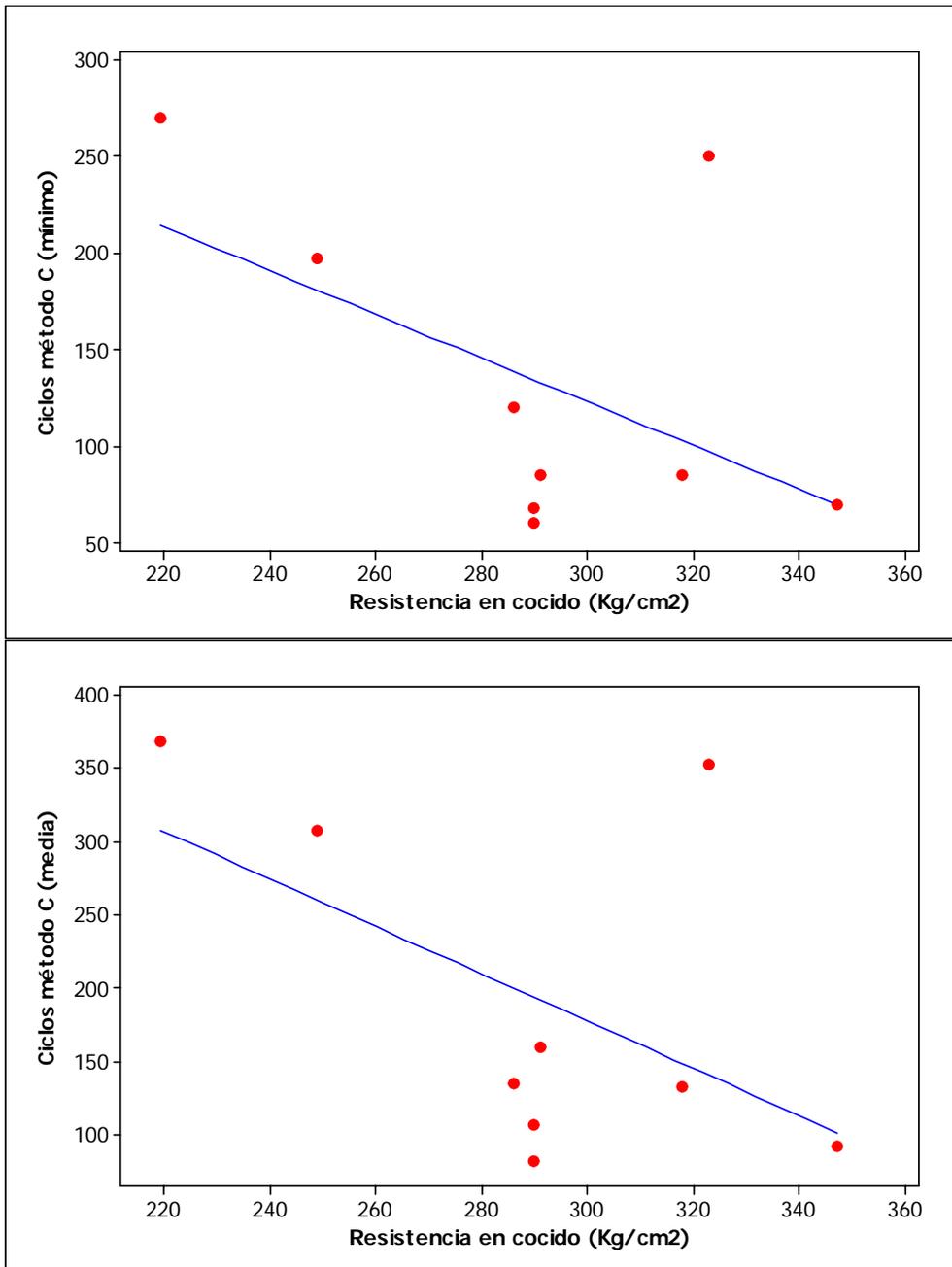


Figura 5-35: Resistencia a la helada por el métodos C frente a la resistencia mecánica en cocido

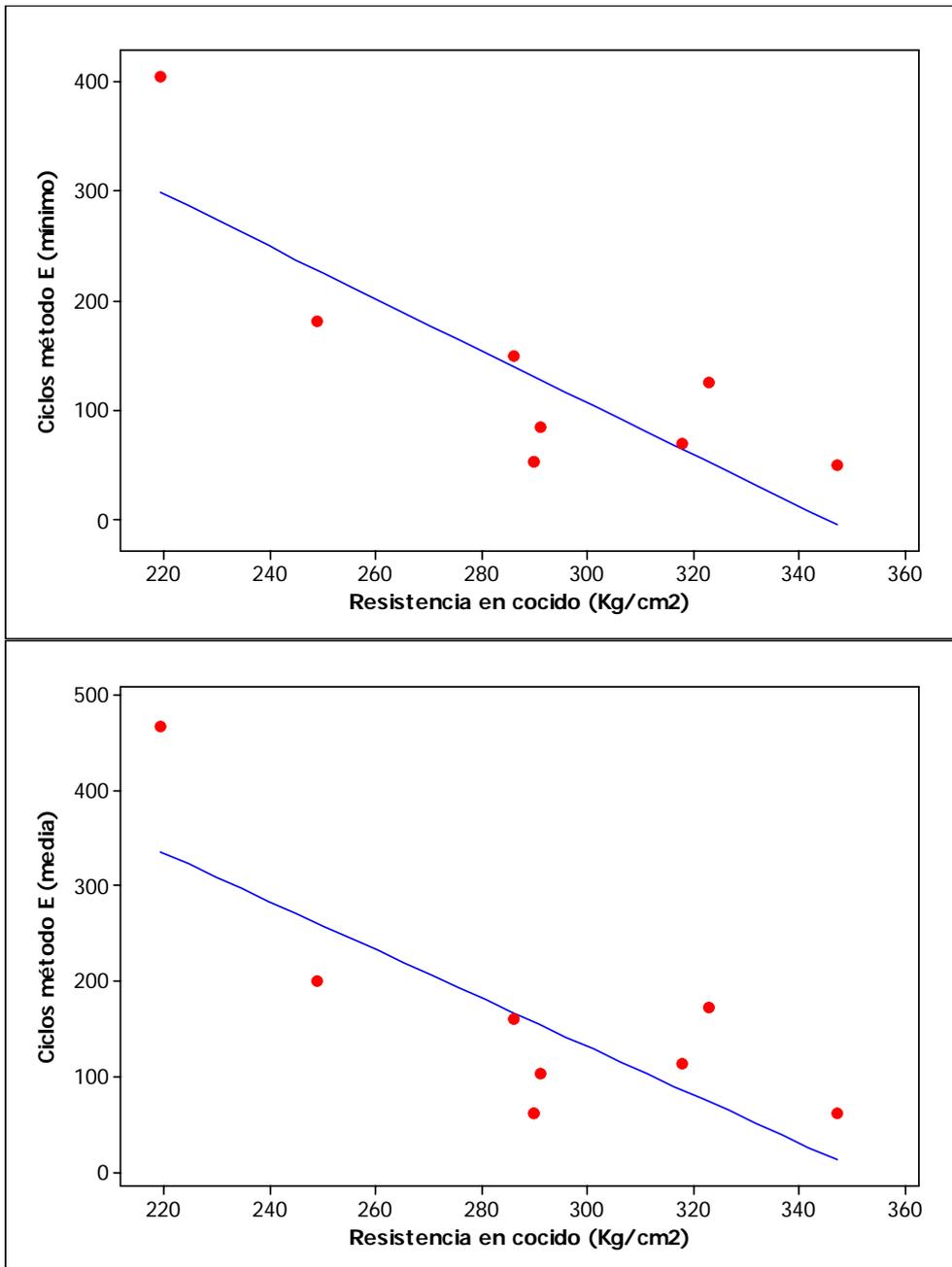


Figura 5-36: Resistencia a la helada por el método E frente a la resistencia mecánica en cocido

## 5.7.2 EFECTO DE LA CONTRACCIÓN

La contracción de las arcillas durante el secado provoca cambios importantes en la estructura de las partículas de la arcilla, lo que puede afectar a algunas de sus propiedades. La contracción que se produce en la cocción es menor y responde a complejos cambios químicos, físicos y estructurales, que podrían tener alguna relación con la resistencia a la helada. Se realizó un estudio estadístico para analizar el posible efecto de contracción total y de las contribuciones a la misma de las contracciones de secado y de cocción, sobre la resistencia a la helada medida por los métodos C y E, tanto en su valor mínimo como en su media.

### 5.7.2.1 Contracción total

En la figura 5-37 se recoge una representación gráfica entre los ciclos mínimo y medio que resisten las tejas a la helada, medidos por el método C y la contracción total sufrida por la arcilla. Puede observarse que, a mayor contracción total parece que existe una mayor resistencia a la helada, aunque, cuando se efectúa una regresión lineal, los coeficientes de correlación, del 55,4 y 44,0 %, respectivamente, no son relevantes. Del mismo modo, si se realiza un análisis cuadrático, los coeficientes de correlación aumentan al 58,8 y 47,4 %, respectivamente, lo que no permite asegurar que exista una pequeña contribución de la contracción total sufrida por la masa de arcilla sobre el comportamiento a la helada. Otros ajustes serían posibles, en particular a una curva exponencial creciente, aunque, dado el origen industrial de las tejas y las fluctuaciones de las condiciones del proceso propias de las instalaciones industriales, no procede hacer un análisis excesivamente fino de los modelos matemáticos posibles.

En la figura 5-38 se recogen una representación gráfica análoga entre la media de ciclos que resisten las tejas a la helada, medidos por el método E y la contracción total. Puede observarse que, a mayor contracción parece que existe una mayor resistencia a la helada, aunque, efectuados análisis de regresión con criterios lineal y cuadrático, respectivamente, los coeficientes de correlación son del 45,5 y 52,0 % en el caso lineal y del 81,7 y 89,8 % en el caso cuadrático, corroborando que la contracción total, en todo caso, podría tener una pequeña influencia en el comportamiento a la helada y que ésta, se ajusta más a un modelo cuadrático. Del mismo modo que en el caso anterior, se podrían buscar otros modelos matemáticos del comportamiento de la contracción, si bien, no procede a causa de las fluctuaciones producidas por el proceso industrial de fabricación y los errores inherentes.

El hecho de que la mayor contracción pueda beneficiar a la resistencia a la helada se puede deber a que esta contracción contribuye a dejar menos huecos libres en la microestructura de las tejas cocidas.

A continuación se analizan las contribuciones debidas a las contracciones sufridas durante el secado y durante la cocción.

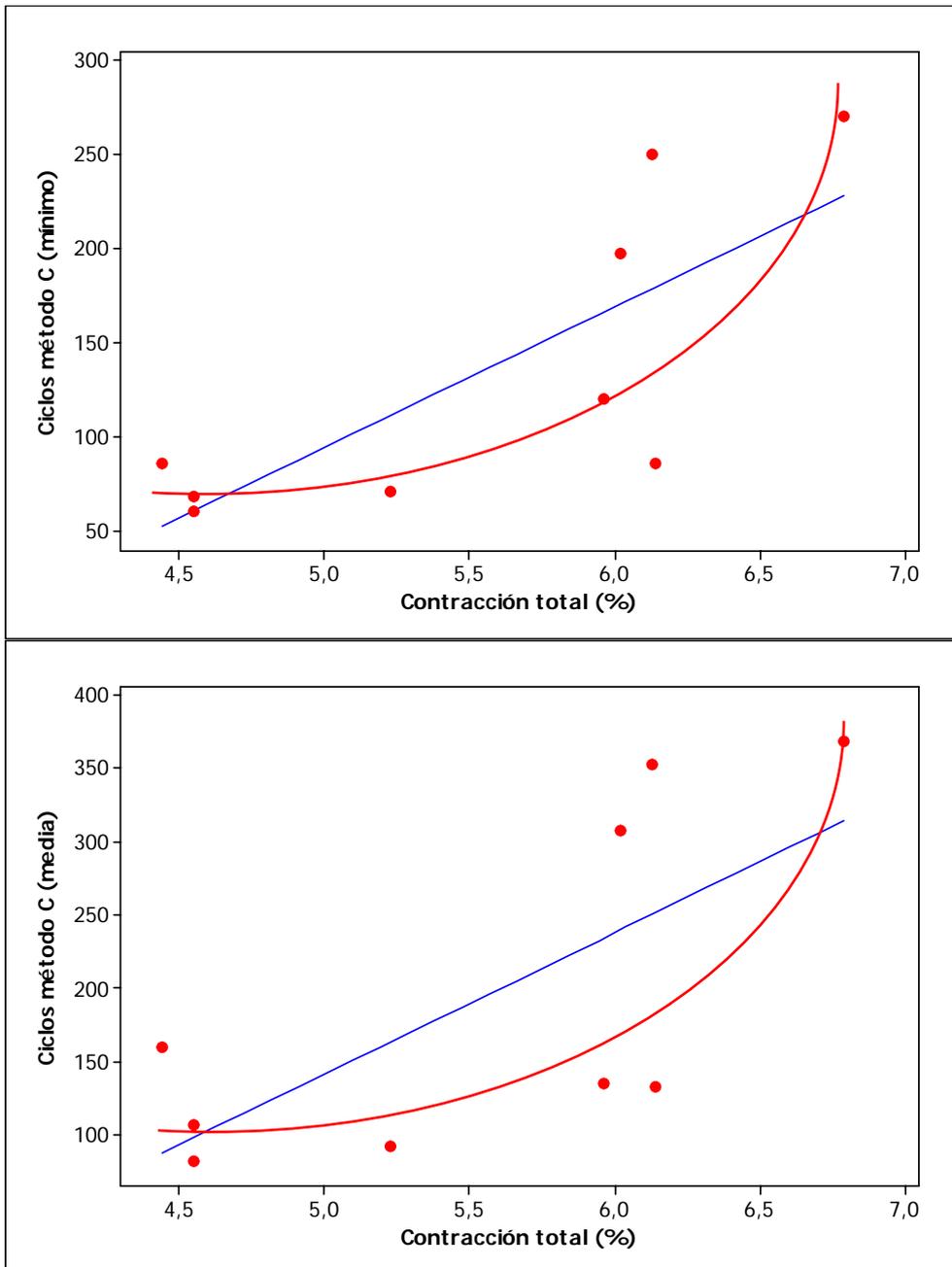


Figura 5-37: Resistencia a la helada por el método C frente a la contracción total, ajustes lineal y cuadrático

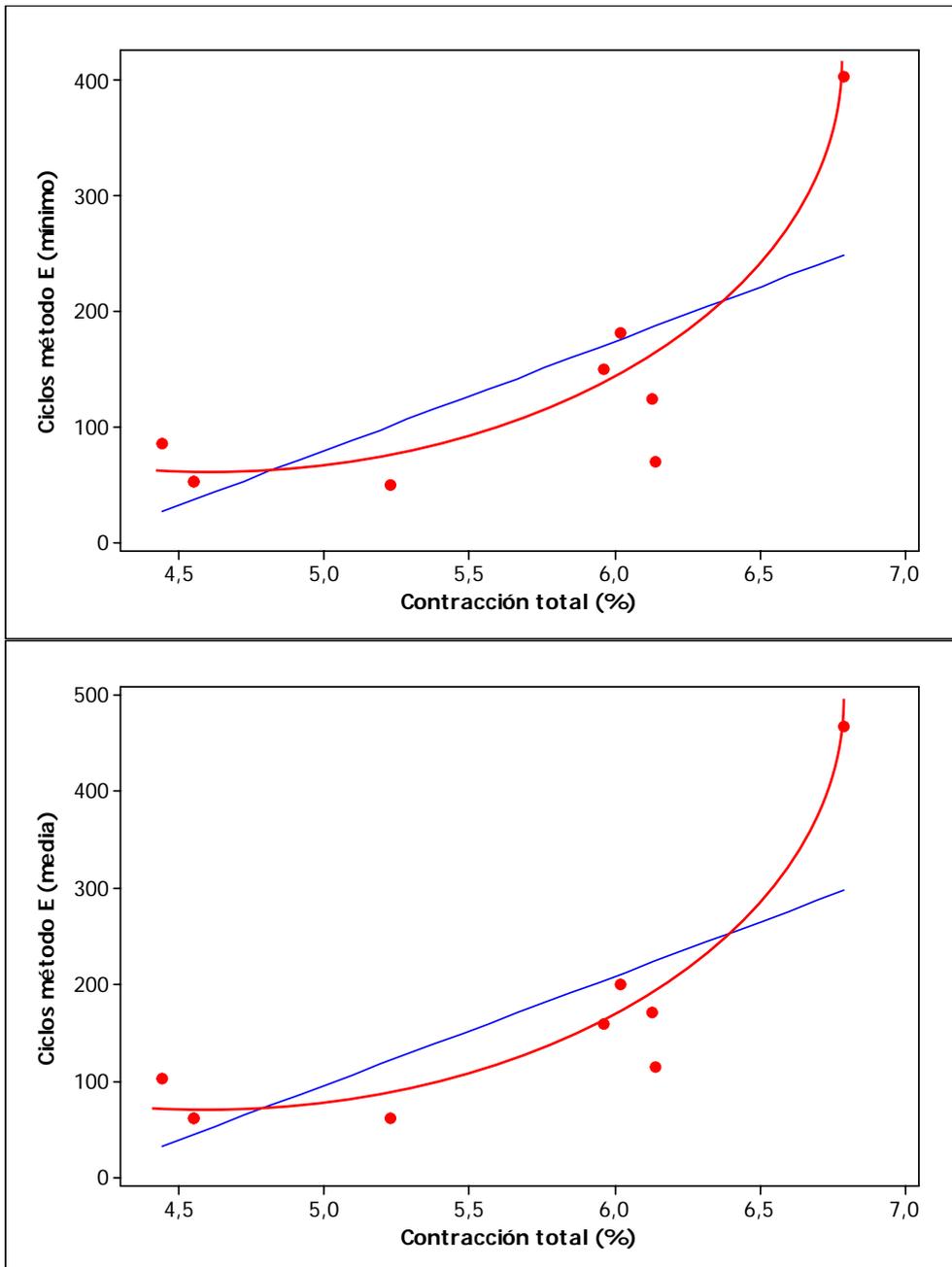


Figura 5-38: Resistencia a la helada por el método E frente a la contracción total, ajustes lineal y cuadrático

### 5.7.2.2 Contracción de secado

La contracción que se produce durante la etapa de secado (de teja verde a teja seca) se debe a un efecto físico de reagrupamiento de las partículas arcillosas al desaparecer el agua del interior de la masa.

En la figura 5-39 se recoge la representación gráfica entre los ciclos mínimo y medio que resisten las tejas a la helada, medidos por el método C y la contracción de secado sufrida por la arcilla. Puede observarse que aparece una nube de puntos, a mayor contracción de secado parece que existe una mayor resistencia a la helada, aunque los coeficientes de correlación lineal son del 19,4 y 6,4 %, respectivamente, que descartan un efecto de esta contracción de secado sobre el comportamiento a la helada. La propia dispersión de los puntos hace innecesario el buscar otro tipo de ajuste, si bien, la figura muestra una curva de tipo cuadrático.

En la figura 5-40 se recoge una representación gráfica, análoga a la anterior, entre el mínimo y la media de ciclos que resisten las tejas a la helada, medidos por el método E, y la contracción de secado. Puede observarse que aparece una nube de puntos, a mayor contracción de secado parece que existe una mayor resistencia a la helada, tanto con una correlación lineal como cuadrática, aunque los coeficientes de correlación lineal son del 16,3 y 16,1 %, respectivamente, corroborando que la contracción de secado no tiene ningún efecto sobre la resistencia a la helada.

### 5.7.2.3 Contracción de cocción

La contracción que se produce durante la etapa de cocción (de teja seca a teja cocida) se debe a complejos cambios físicos y químicos, algunos de ellos directamente relacionados con las propiedades de las tejas.

En la figura 5-41 se recoge la representación gráfica entre los ciclos mínimo y medio que resisten las tejas a la helada, medidos por el método C y la contracción de cocción sufrida por la arcilla. Puede observarse que aparece una nube de puntos, aunque a mayor contracción de cocción, parece que existe una mayor resistencia a la helada. Sin embargo, los coeficientes de correlación lineal son del 48,9 y 54,2 %, respectivamente, que no permiten asegurar que exista un efecto de esta contracción de cocción sobre el comportamiento a la helada.

En la figura 5-42 se recoge una representación gráfica, análoga a la anterior, entre el mínimo y la media de ciclos que resisten las tejas a la helada, medidos por el método E, y la contracción de cocción. Puede observarse que, a mayor contracción de cocción parece que existe una mayor resistencia a la helada, aunque los coeficientes de correlación son del 37,0 y 49,0 %, respectivamente, corroborando que la contracción de cocción no explica por sí misma la resistencia a la helada, sin embargo, probablemente el efecto de la mayor sinterización, que produce un aumento de la

contracción de cocción permite justificar el aumento de la resistencia a la helada. Lo que puede concluirse es que, si algún efecto tiene la contracción sobre la durabilidad de las tejas, la que contribuye al mismo es la contracción de cocción.

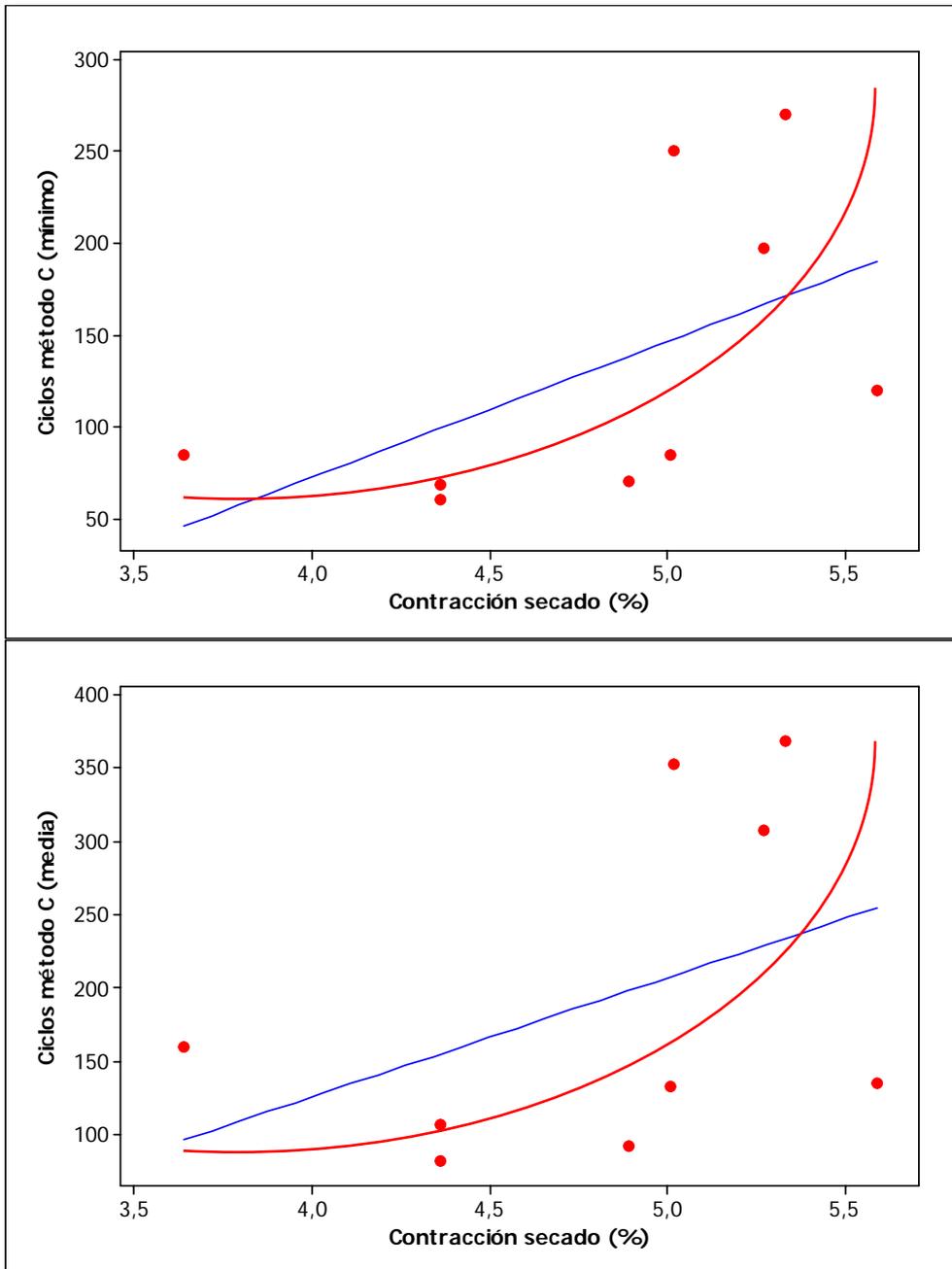


Figura 5-39: Resistencia a la helada por el método C frente a la contracción de secado

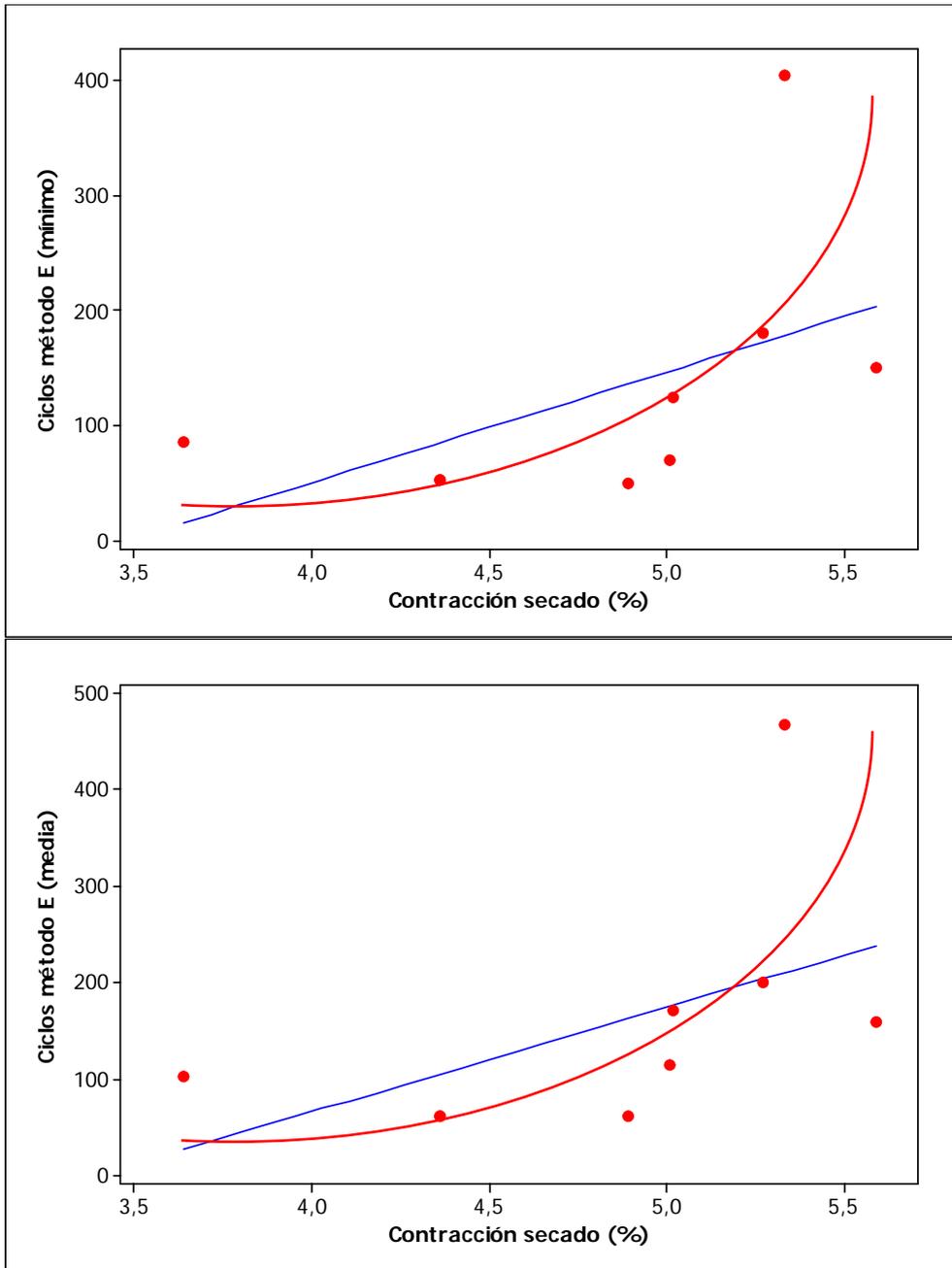


Figura 5-40: Resistencia a la helada por el método E frente a la contracción de secado

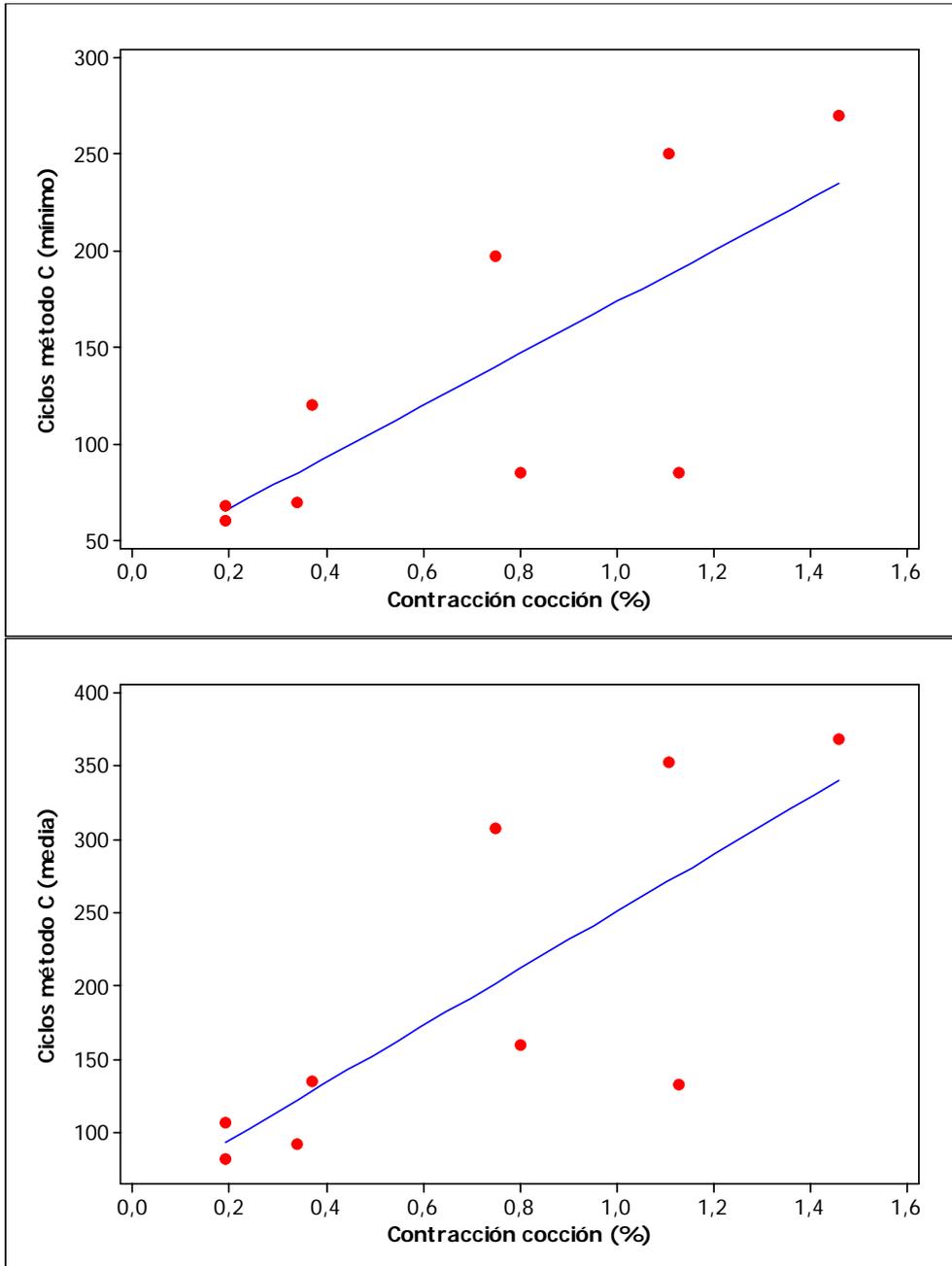


Figura 5-41: Resistencia a la helada por el métodos C frente a la contracción de cocción

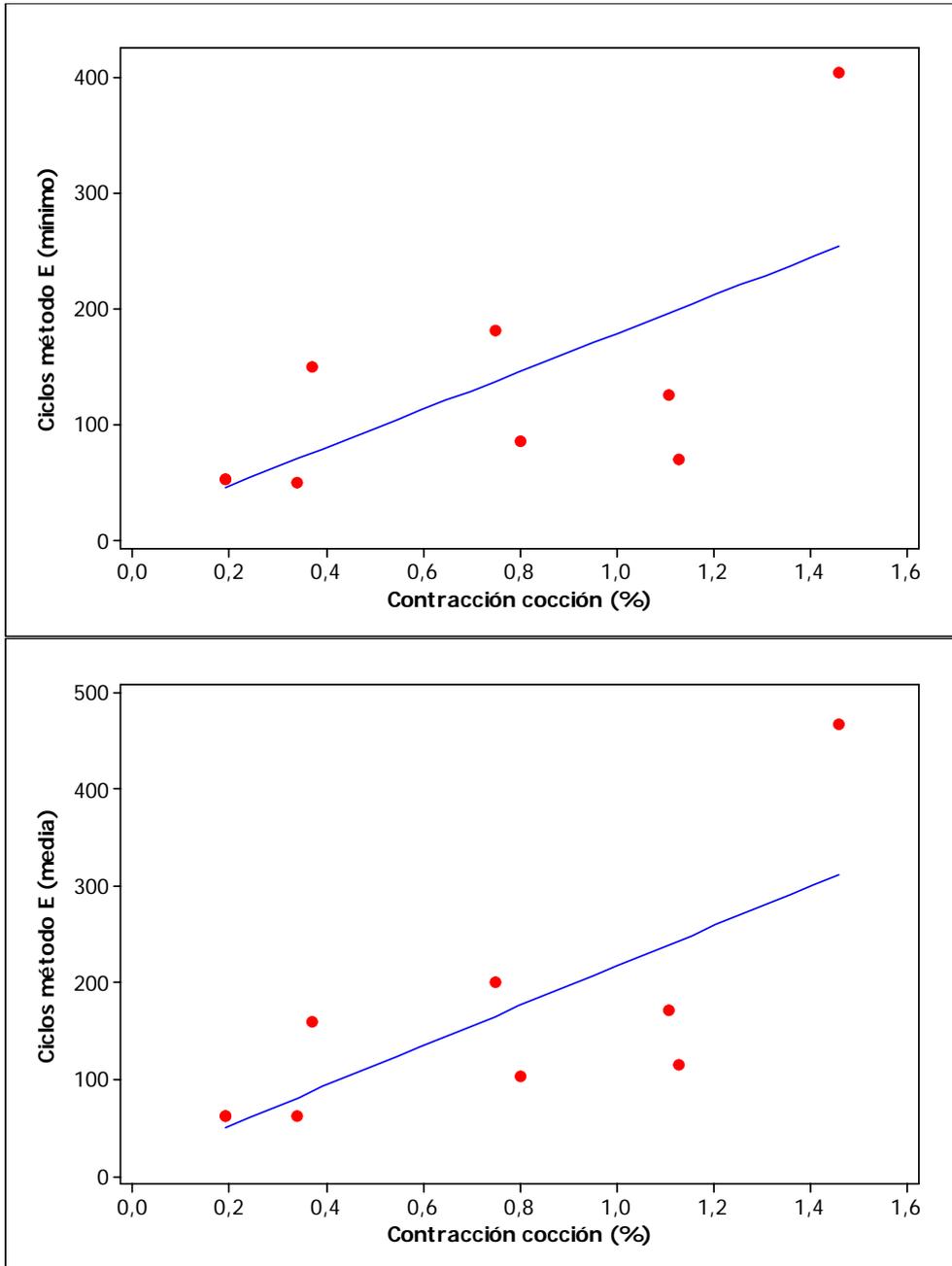


Figura 5-42: Resistencia a la helada por el método E frente a la contracción de cocción

### 5.7.3 EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA

Los ensayos de porosimetría de mercurio efectuados sobre trozos tomados de las tejas objeto de estudio recogidos en el Apéndice VI “Porosimetría” y en las tablas 5-2 y 5-10 muestran diferencias apreciables tanto en la porosidad abierta total ( $\epsilon_a$ ) como en la distribución de tamaños de poros de las tejas analizadas. A fin de comparar gráficamente estas diferencias, en la figura 5-43 se superponen las curvas de intrusión de mercurio frente al diámetro de poros, que expresan la distribución de tamaños de éstos, tanto en forma incremental como acumulativa.

Puede comprobarse que:

- Los modelos M1, M5 y M6 presentan la mayor porosidad, unida a una distribución de tamaños de poros muy estrecha, correspondiéndose con las menores resistencias a la helada. Es probable que la distribución de tamaños de poros estrecha y el diámetro de poros pequeño permitan la entrada de agua en los mismos, pero dificulten su salida durante la congelación, pues la transferencia de materia está limitada por la distribución de tamaños de poros.
- Los modelos M4 y M7 presentan la menor porosidad, unida a una distribución de tamaños de poros muy amplia (ancha y muy extendida, con mucha “cola”), con un máximo correspondiente a poros grandes, de más de 1  $\mu\text{m}$  de diámetro, correspondiéndose con las mayores resistencias a la helada.

Estos hechos ponen de manifiesto una acusada relación entre la microestructura y la resistencia a la helada en las muestras de tejas objeto de estudio.

Las piezas cerámicas tienen una distribución característica de tamaños de poros, que depende de la naturaleza del material. Si el material presenta poros de tamaño pequeño, estos son considerados peligrosos siempre que las moléculas de agua entren en su interior. De éste modo, clásicamente se consideran 3 tipos de poros, según su tamaño, que presentan un diferente comportamiento frente a la helada [Cerdeño y col, 2000]:

- **Poros de reserva:** comprende el grupo de poros con diámetro mayor que 200  $\mu\text{m}$ , aunque estos poros se llenen de agua al sumergir la pieza, se vacían de agua en las primeras fases de secado, por tanto, el material que contiene este tipo de poros normalmente se encontrará libre de agua.
- **Poros peligrosos:** son aquellos con diámetro comprendido entre 200 y 1  $\mu\text{m}$ . En estos poros el agua entra y los llena. Si el agua se congela en su interior, origina tensiones, provocando daños como los que se han descrito previamente.

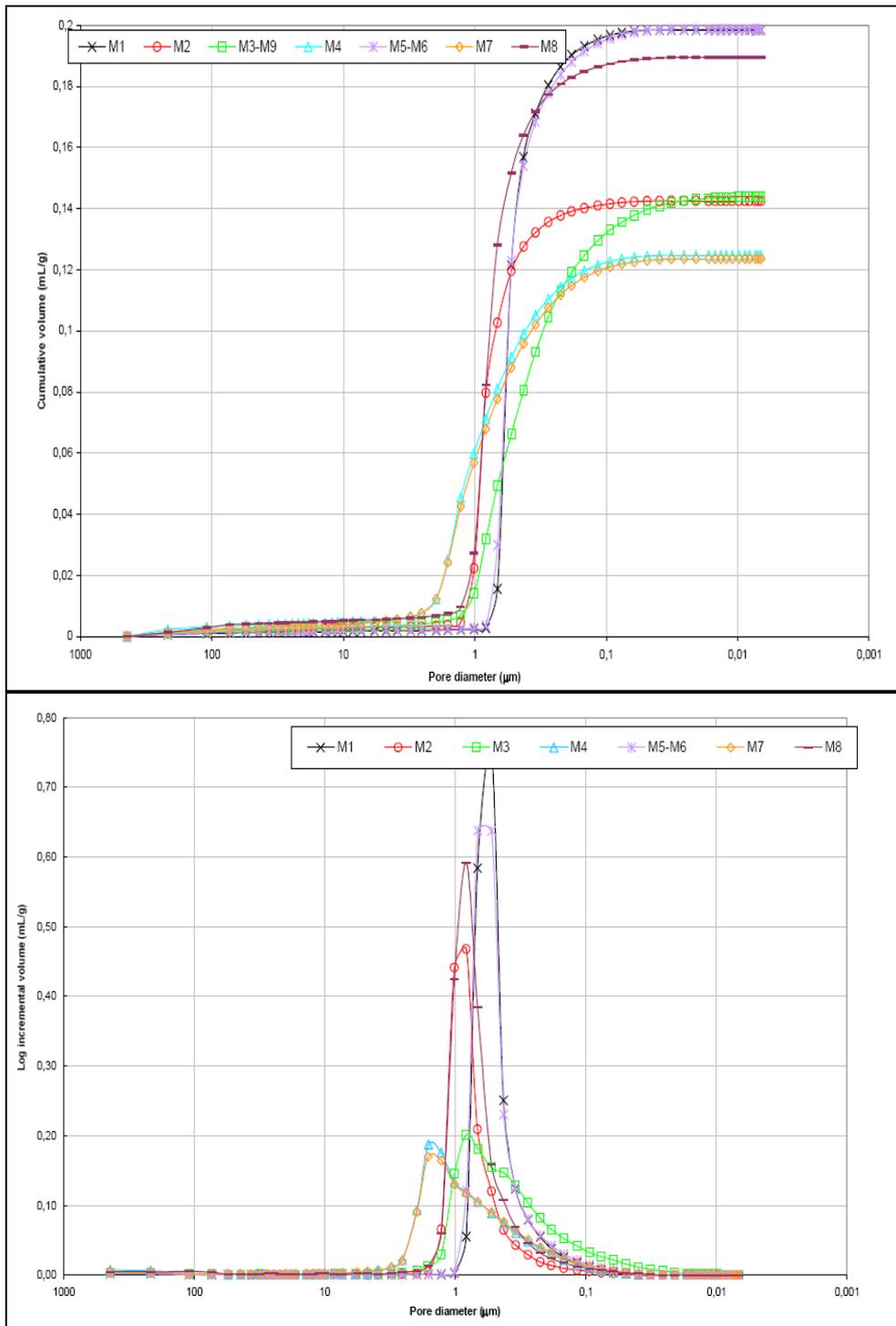


Figura 5-43: Curvas de distribución de tamaños de poro

- **Poros de seguridad:** su diámetro es menor que  $0,1 \mu\text{m}$  y debido a su pequeño tamaño no es posible que se llenen de agua por efecto de la inmersión o de la lluvia y que ésta se congele en su interior, por tanto no afectan negativamente a la resistencia a la helada.

En la clasificación anterior, que es ilustrativa del comportamiento de los poros y del agua que pueden contener cuando se produce el fenómeno de la helada, los autores no indican lo que ocurre en los intervalos de tamaños de poros entre  $100$  y  $200 \mu\text{m}$ , ni entre  $0,1$  y  $1 \mu\text{m}$ .

Mayor precisión en cuanto a los tamaños de poros que pueden ser peligrosos aportan otros autores, si bien no coinciden entre sí:

- De acuerdo con Maage, una alta proporción de poros con diámetro mayor que  $3 \mu\text{m}$  proporcionan una buena resistencia a la helada [Maage, 1984].
- Franke y Bentrup indican que el diámetro medio de poro debe ser mayor de  $1 \mu\text{m}$  para que tenga una buena resistencia a la helada [Franke y Bentrup, 1993].
- Albenque indica que el diámetro medio de poro debe ser mayor de  $2 \mu\text{m}$  para conseguir una buena resistencia a la helada [Kornmann, 2007].
- De acuerdo con Sveda (2001), la resistencia a la helada se ve afectada no solamente por el volumen de los poros, sino también por el tamaño medio del poro. La resistencia a la helada aumenta cuando el volumen del poro decrece a la vez que su diámetro medio aumenta. Sveda propone que, para superar 70 ciclos de resistencia a la helada, el diámetro medio de poro debe superar los  $2,4 \mu\text{m}$  [Sveda, 2003].
- Ravaglioli cita, para el caso concreto de las tejas que se utilizan en tejados, que con tamaño de poros comprendido en el intervalo entre  $0,25$  y  $1,4 \mu\text{m}$  de diámetro, éstas sufren daños por helada más severos [Ravaglioli, 1976].

Las relaciones entre el diámetro del poro y el proceso de congelación o punto de fusión se puede deducir por medio de los modelos termodinámicos, los cuales están basados en el equilibrio entre las fases [Setzer, 2001], véase apartado 5.6.3.2.

A continuación, se analizan las posibles contribuciones al comportamiento frente a la helada de la porosidad abierta total, los poros de reserva y los poros peligrosos, según el criterio de los diferentes autores.

### 5.7.3.1 Porosidad total

La naturaleza de las arcillas, su contenido en cuarzo, carbonatos y materia orgánica afectan a la porosidad abierta ( $\epsilon_a$ ), antes y después de alcanzar la temperatura de formación de la fase líquida, del modo en que se muestra en la tabla 5-15.

**Tabla 5-15: Influencia del tipo y cantidad de material sobre la porosidad y su evolución con la temperatura**

Acción	Efecto durante la cocción					
	Temperatura ↓		Temperatura ↑			
	Pérdida por calcinación	Porosidad abierta	Cantidad de fundente	Formación de fase líquida	Tª fusión	Porosidad abierta *
Arcilla	↑	↑	↑	↑	↓	↓
Carácter caolínico del mineral	↑	↑	↓	↓	↑	↑
Contenido en cuarzo	↓	↓	↓	↓	↑	↑
Contenido en carbonatos	↑	↑	↑	↑	↑	↓
Contenido en materia orgánica	↑	↑	=	=	=	=

\* Esta porosidad está referida a una temperatura fijada, para que los efectos sean comparables

Puede comprobarse que, en las muestras analizadas, la porosidad aumenta con el contenido en carbonatos (calcita y dolomita), véase tabla 5-16:

- Cuando el contenido en carbonatos está entre 20 y 25 %, la porosidad se sitúa entre 34,3 y 35,3 %.
- Cuando el contenido en carbonatos es 8 %, la porosidad se sitúa entre 27,4 y 27,7 %.
- Cuando no se detectan carbonatos, la porosidad se sitúa entre 24,6 y 24,7 %.

Aparentemente, a igualdad en contenido en carbonatos, la porosidad es inversamente proporcional al contenido en cuarzo, lo que tiene un efecto sobre la microestructura, tal como se relata en bibliografía reciente [Amorós y col., 2010]:

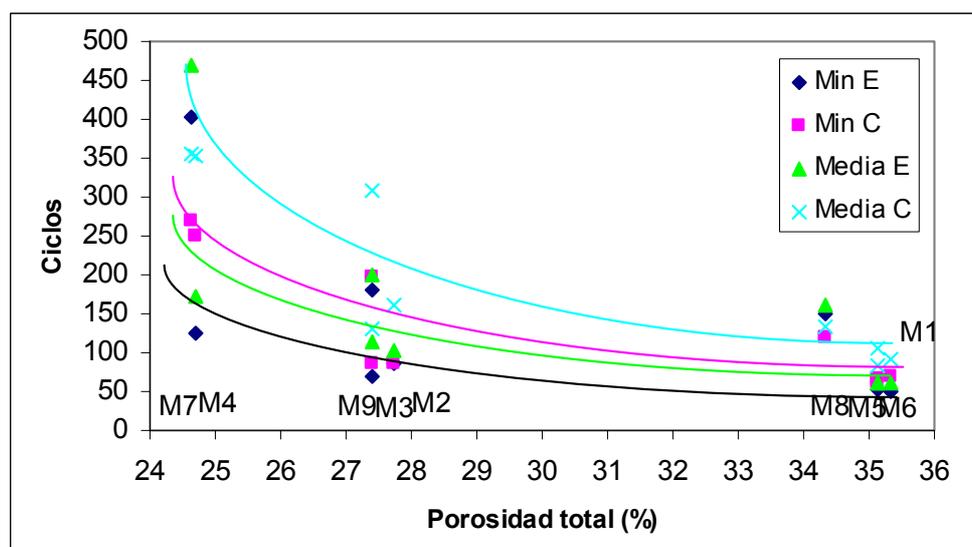
- Cuando no se detectan carbonatos la mayor porosidad corresponde al menor contenido en cuarzo.
- Cuando el contenido en carbonatos está entre 20 y 25 %, la porosidad se escala en función inversa al contenido en cuarzo:
  - o Para 28% de cuarzo, porosidad 34,3 %.
  - o Para 26% de cuarzo, porosidad 35,1 %.

- Para 24% de cuarzo, porosidad 35,3 %.

**Tabla 5-16: Efecto de carbonatos y cuarzo sobre la porosidad de las tejas**

Muestra	Calcita + Dolomita (%)	Cuarzo (%)	Porosidad Total (%)
M8	25	28	34.33%
M1	21	24	35.32%
M5=M6	20	26	35.12%
M2	8	31	27.72%
M3=M9	8	31	27.40%
M4	0	20	24.71%
M7	0	21	24.63%

En la figura 5-44 se muestran los valores medios y mínimos de resistencia a la helada, evaluada por los métodos C y E, frente a la porosidad total. En las figuras 5-45 y 5-46 se muestran los análisis estadísticos de regresión lineal de los resultados obtenidos por los métodos de ensayo C y E, respectivamente, con valores mínimos y medios, frente a la porosidad total. Los datos también podrían ajustarse a una curva de tipo exponencial. Analizando las figuras 5-44 a 5-46 se observa que la porosidad total afecta de modo negativo a la resistencia a la helada y, comparando con los resultados equivalentes obtenidos al analizar al influencia del contenido de agua tras el empapado, la porosidad del material es un mejor indicador del comportamiento de la helada que el contenido de agua tras el empapado.



**Figura 5-44: Resistencia a la helada frente a la porosidad total**

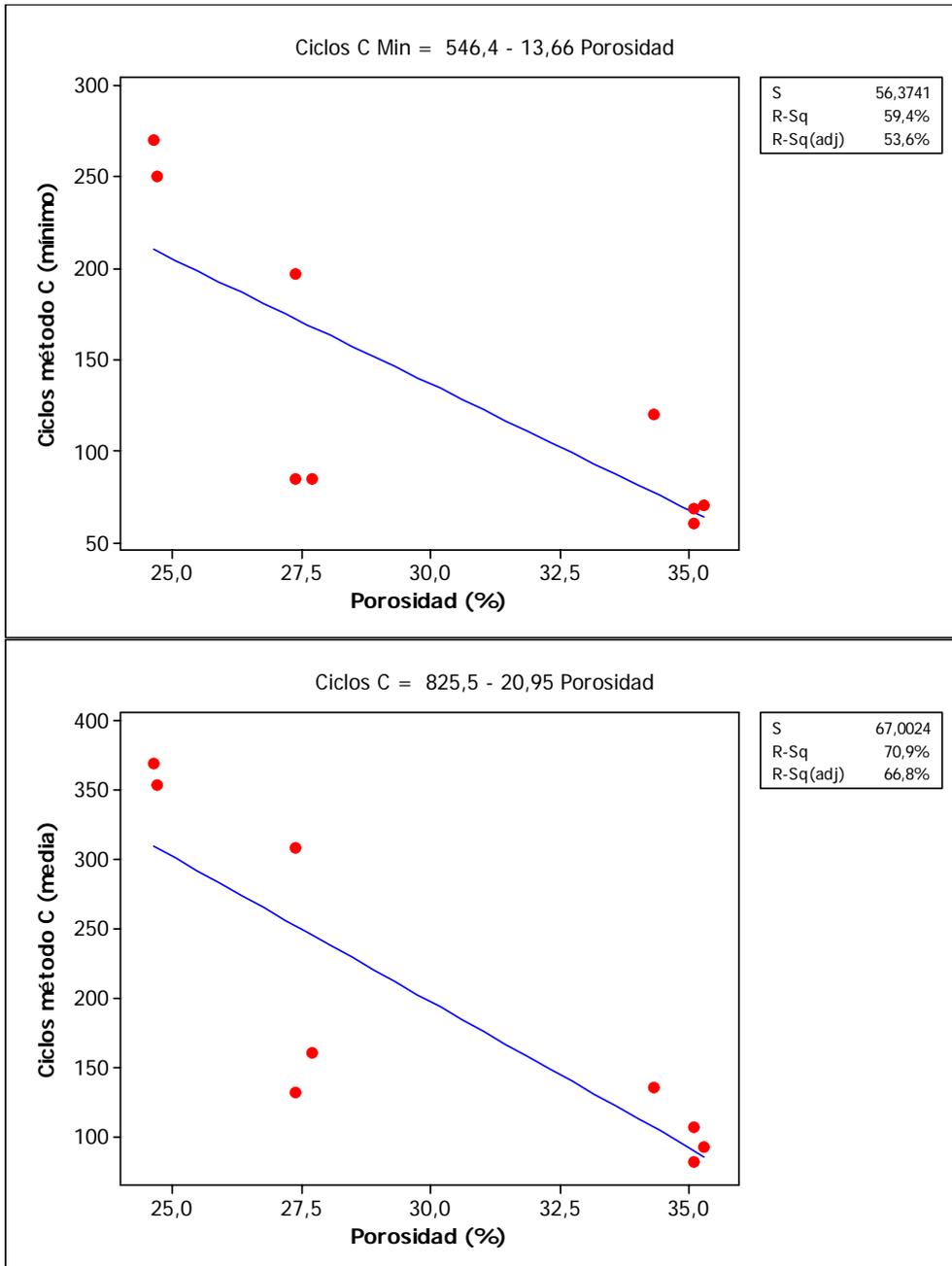


Figura 5-45: Resistencia a la helada método C frente a la porosidad total

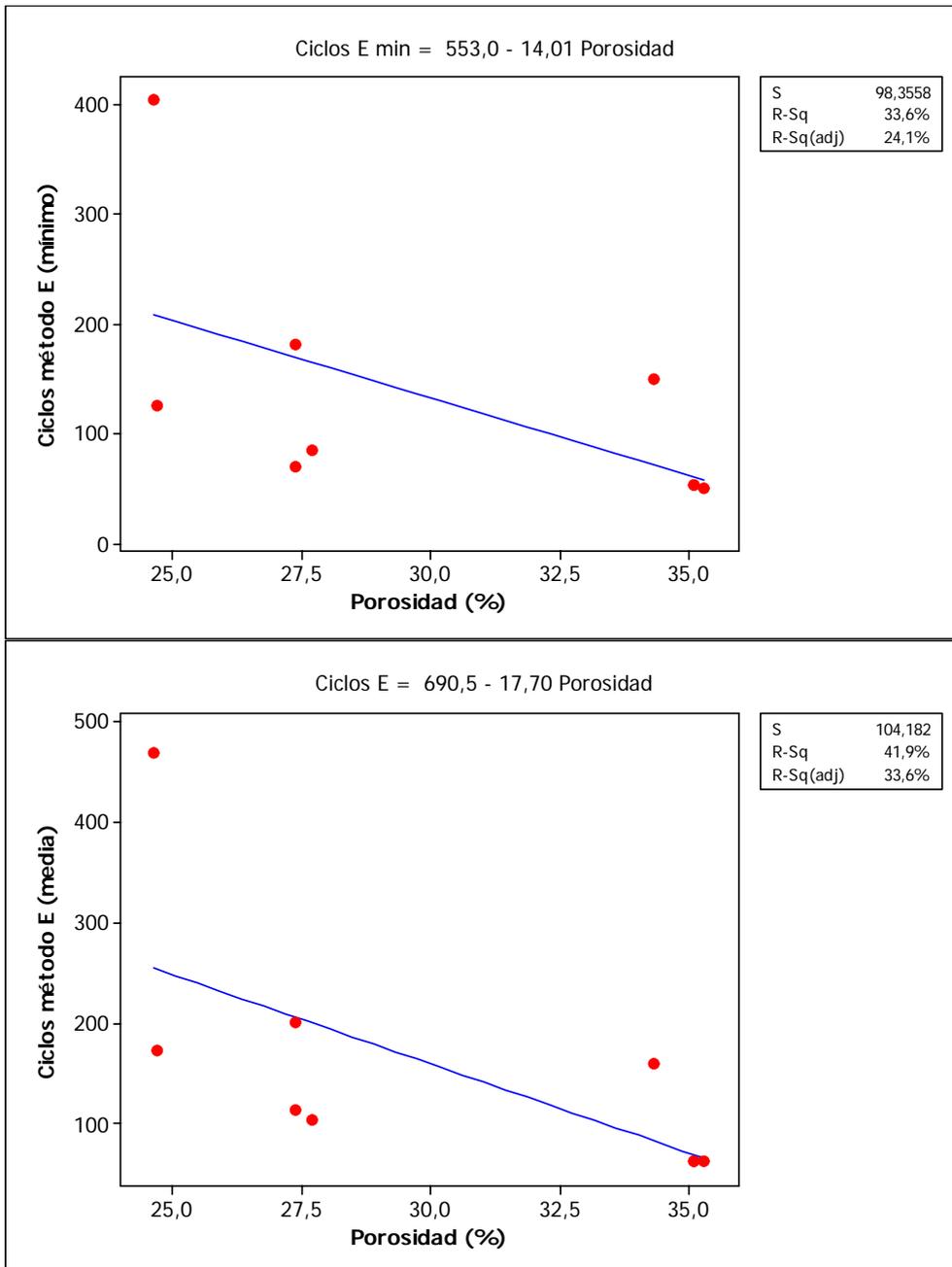


Figura 5-46: Resistencia a la helada método E frente a la porosidad total

### 5.7.3.2 Poros de seguridad: coeficiente de saturación

La resistencia a la helada de un ladrillo o de una teja puede estimarse mediante el coeficiente de saturación, el cual es expresado como una relación entre adsorción en agua fría o en ebullición. Las normas norteamericanas, basadas en estudios considerados “clásicos”, asumen que cuando el valor de éste coeficiente es menor que 0,78 el producto debería tener la resistencia requerida a la helada.

Lo anteriormente expuesto implica que la presencia de pequeños poros, donde el agua sólo se puede introducir mediante la ebullición, puede mejorar la resistencia a la helada, a pesar que ésta afirmación es polémica y ha sido puesta en duda por recientes estudios [Korothe y col. 1998].

A efectos de valorar si el coeficiente de saturación establecido en las normas ASTM es un buen predictor de la resistencia a la helada, en la tabla 5-17 se representa este valor medido en los ensayos tecnológicos de la arcilla y la resistencia a la helada de las tejas.

En las representaciones gráficas de las figuras 5-47 y 5-48 se muestran los valores mínimo y medio de ciclos de resistencia a la helada medidos utilizando los métodos C y E, respectivamente frente al coeficiente de saturación. En todos los casos puede observarse que aparece una nube de puntos, aunque exista una cierta tendencia a mejorar la resistencia a la helada al disminuir el coeficiente de saturación, sin embargo, los coeficientes de correlación son de 16,0 y 27,6 para el método C y de 14,0 y 17,5 para el método E, lo que descarta una influencia del coeficiente de saturación sobre la resistencia a la helada, así como una clara contribución de los poros de seguridad a mejorar la durabilidad. Por otra parte, el coeficiente de saturación no permite determinar el comportamiento a la helada, tal como pretende la normativa norteamericana, aunque valores bajos de este coeficiente se corresponden con resistencias elevadas a la helada.

**Tabla 5-17: Relación del coeficiente de saturación con la resistencia a la helada**

Muestra	Tª cocción (°C)	Coeficiente de saturación	Resistencia ciclos C	Resistencia ciclos E
M1	930	1,35	92	62
M2	1010	0,90	160	103
M3	925	0,84	132	114
M4	945	0,86	353	172
M5 = M6	935	1,02	82	62
M7	945	0,81	369	468
M8	1050	0,85	135	160
M9	925	0,93	308	201

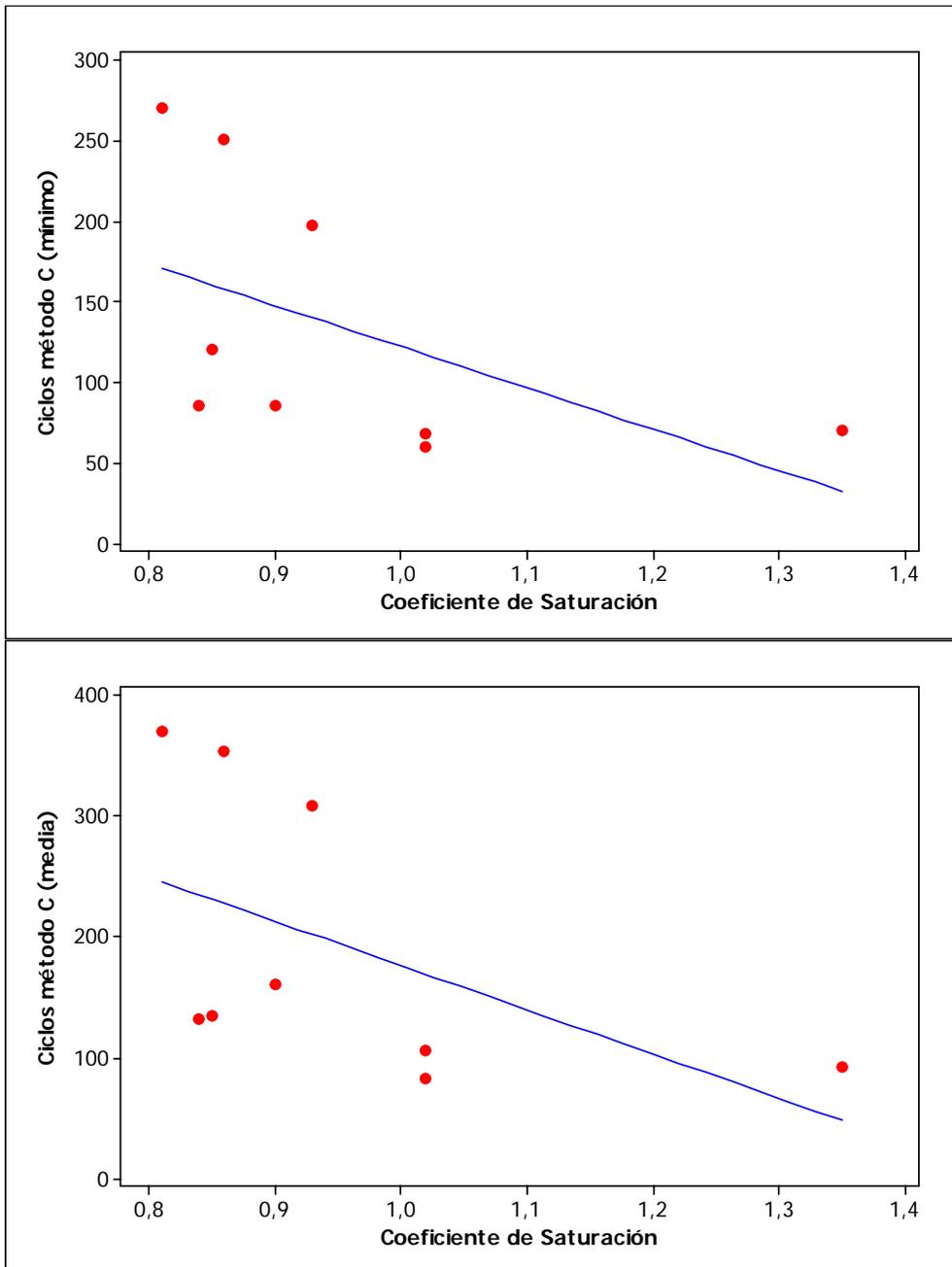


Figura 5-47: Resistencia a la helada según método C en función del coeficiente de saturación

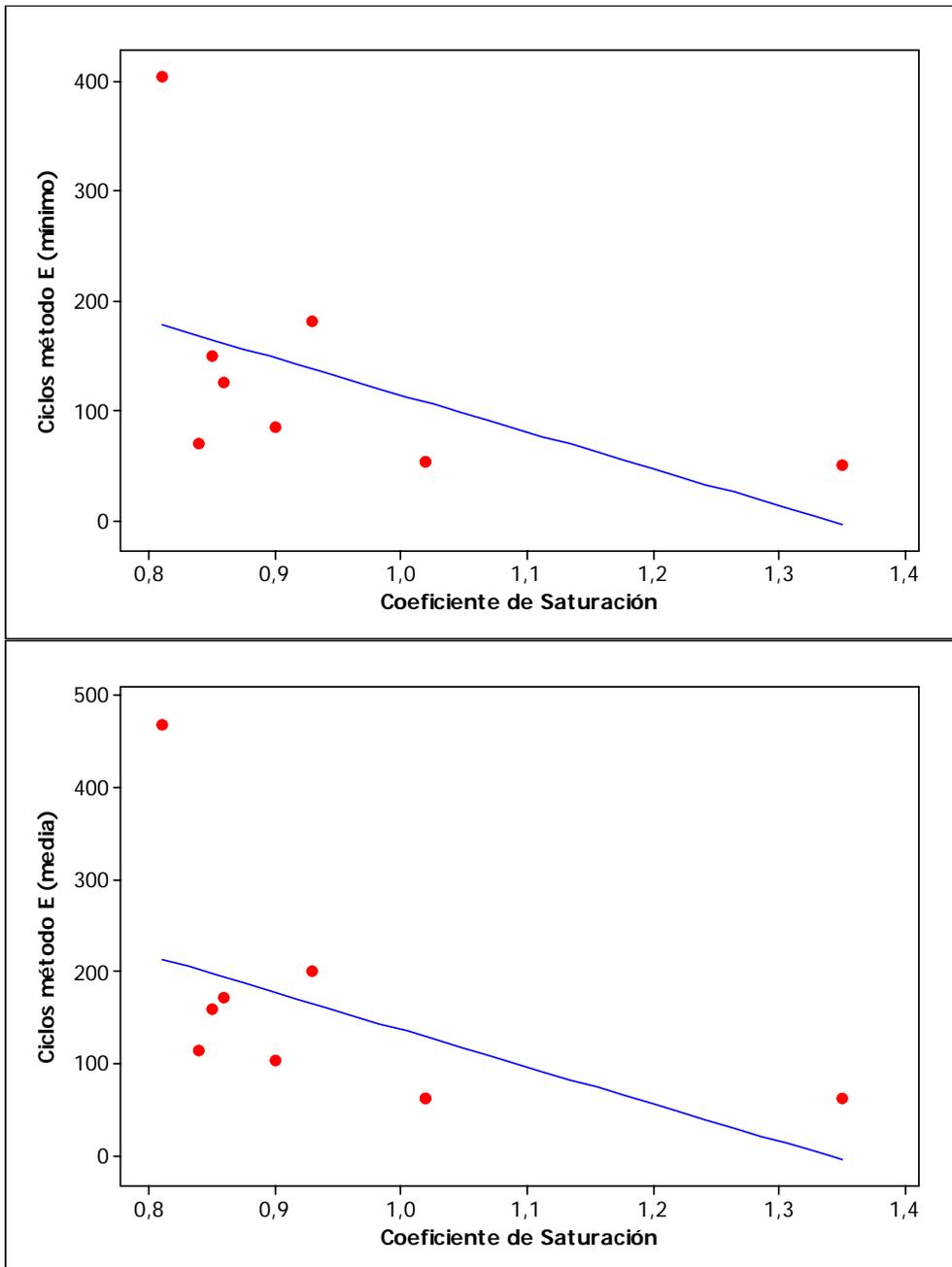


Figura 5-48: Resistencia a la helada según método E en función del coeficiente de saturación

### 5.7.3.3 Poros considerados peligrosos

Tal como se ha indicado, en la bibliografía no hay acuerdo sobre qué tamaño de diámetro de poros son peligrosos, resultando como resumen:

- Cerdeño, intervalo peligroso diámetros entre 1 y 200  $\mu\text{m}$ .
- Maage, peligrosos, diámetro  $\leq 3 \mu\text{m}$ .
- Franke y Bentrup, peligroso si diámetro medio de poro  $< 1 \mu\text{m}$ .
- Albenque, peligroso si diámetro medio de poro  $< 2 \mu\text{m}$ .
- Sveda, peligroso si diámetro medio de poro  $< 2,4 \mu\text{m}$ .
- Ravaglioli, intervalo peligroso diámetros entre 0,25 y 1,4  $\mu\text{m}$

A fin de analizar la influencia de la distribución de poros, se toman en consideración los criterios de los autores indicados para analizar los efectos que tienen los poros considerados peligrosos en el caso de las tejas objeto de la presente investigación, recogiendo en la tabla 5-18 los datos de porosidad peligrosa.

A la vista de la tabla 5-18, se deduce que todas las tejas estudiadas serían consideradas peligrosas a efectos de su durabilidad, de acuerdo con los criterios de diámetro medio de poro de Franke y Bentrup, Albenque y Sveda, por presentar valores inferiores a los propuestos. Este hecho puede justificarse por el carácter poco práctico de estos estudios, que se circunscriben más al área de investigación de laboratorio que a la realidad industrial de los materiales de construcción elaborados con arcilla cocida.

**Tabla 5-18: Criterios de porosimetría de las tejas**

Muestra	$\varnothing$ medio de poro ( $\mu\text{m}$ )	% Poros $\varnothing$ 1-200 $\mu\text{m}$ (Cerdeño)	% Poros $\varnothing \leq 3 \mu\text{m}$ (Maage)	% Poros $\varnothing$ 0.25-1.4 $\mu\text{m}$ (Ravaglioli)
M1	0.6313	0,87	1,0	89,8
M2	0.6313	14,91	2,2	92,5
M3=M9	0.2358	9,04	2,6	68,9
M4	0.5439	46,11	5,2	68,3
M5=M6	0.4207	1,04	1,2	88,2
M7	0.4972	1,04	1,2	88,2
M8	0.5704	44,86	5,2	67,4

A fin de analizar si los criterios de Cerdeño, Maage y Ravaglioli tienen una correspondencia con los resultados obtenidos en la presente investigación, a continuación se realizan análisis estadísticos de regresión entre los criterios de estos autores y las resistencias mínimas y medias medidas por los métodos C y E al ensayar las tejas objeto de la presente investigación, exceptuando los modelos M3 y M4 en los que la rotura se debe, principalmente, a la pérdida de nervios, tacones o resaltes por

efecto de los pliegues producidos en el prensado y, en mucha menor medida, al fallo de la masa cerámica que constituye el cuerpo de la teja. Los estudios de regresión se muestran en las figuras siguientes:

- Figura 5-49 análisis aplicando el criterio de Maage a los resultados obtenidos utilizando el método de ensayo C.
- Figura 5-50 análisis aplicando el criterio de Maage a los resultados obtenidos utilizando el método de ensayo E.
- Figura 5-51 análisis aplicando el criterio de Cerdeño a los resultados obtenidos utilizando el método de ensayo C.
- Figura 5-52 análisis aplicando el criterio de Cerdeño a los resultados obtenidos utilizando el método de ensayo E.
- Figura 5-53 análisis aplicando el criterio de Ravaglioli a los resultados obtenidos utilizando el método de ensayo C.
- Figura 5-54 análisis aplicando el criterio de Ravaglioli a los resultados obtenidos utilizando el método de ensayo E.

En las figuras 5-49 a 5-54 puede comprobarse que los criterios de Maage, Cerdeño y Ravaglioli permiten estimar la resistencia a la helada de las tejas objeto de estudio.

A fin de analizar cuál de los diferentes criterios analizados predice mejor el comportamiento de las tejas, en la tabla 5-19 se recogen los índices estadísticos de ajuste de la regresión lineal ( $r^2$ ), expresado como porcentaje.

**Tabla 5-19: Porosidad y poros peligrosos de las tejas ( $r^2$ )**

Método	Empapado contenido agua (%)	Porosidad abierta total (%)	Coefficiente de Saturación	% Poros $\varnothing \leq 3 \mu\text{m}$ (Maage)	% Poros $\varnothing 1-200 \mu\text{m}$ (Cerdeño)	% Poros $\varnothing 0.25-1.4 \mu\text{m}$ (Ravaglioli)
C mínimo	53,8	53,6	16,0	79,3	67,0	91,5
C media	62,3	66,8	27,6	66,0	57,8	87,4
E mínimo	22,7	24,1	14,0	92,2	87,5	83,1
E media	30,0	33,6	17,5	90,9	89,0	83,3

A la vista de la tabla 5-19 se comprueba que el criterio de Ravaglioli es, con carácter general, el que mejor predice los resultados de resistencia a la helada, seguido por el criterio de Maage, el criterio de Cerdeño, la porosidad abierta total, el agua contenida tras el empapado y finalizando por el coeficiente de saturación. Estos hechos solamente pueden aplicarse a las tejas objeto de la presente investigación,

considerando la naturaleza de sus materias primas y sus procesos de fabricación, tal como se indica en la bibliografía [Raimondo, 2009].

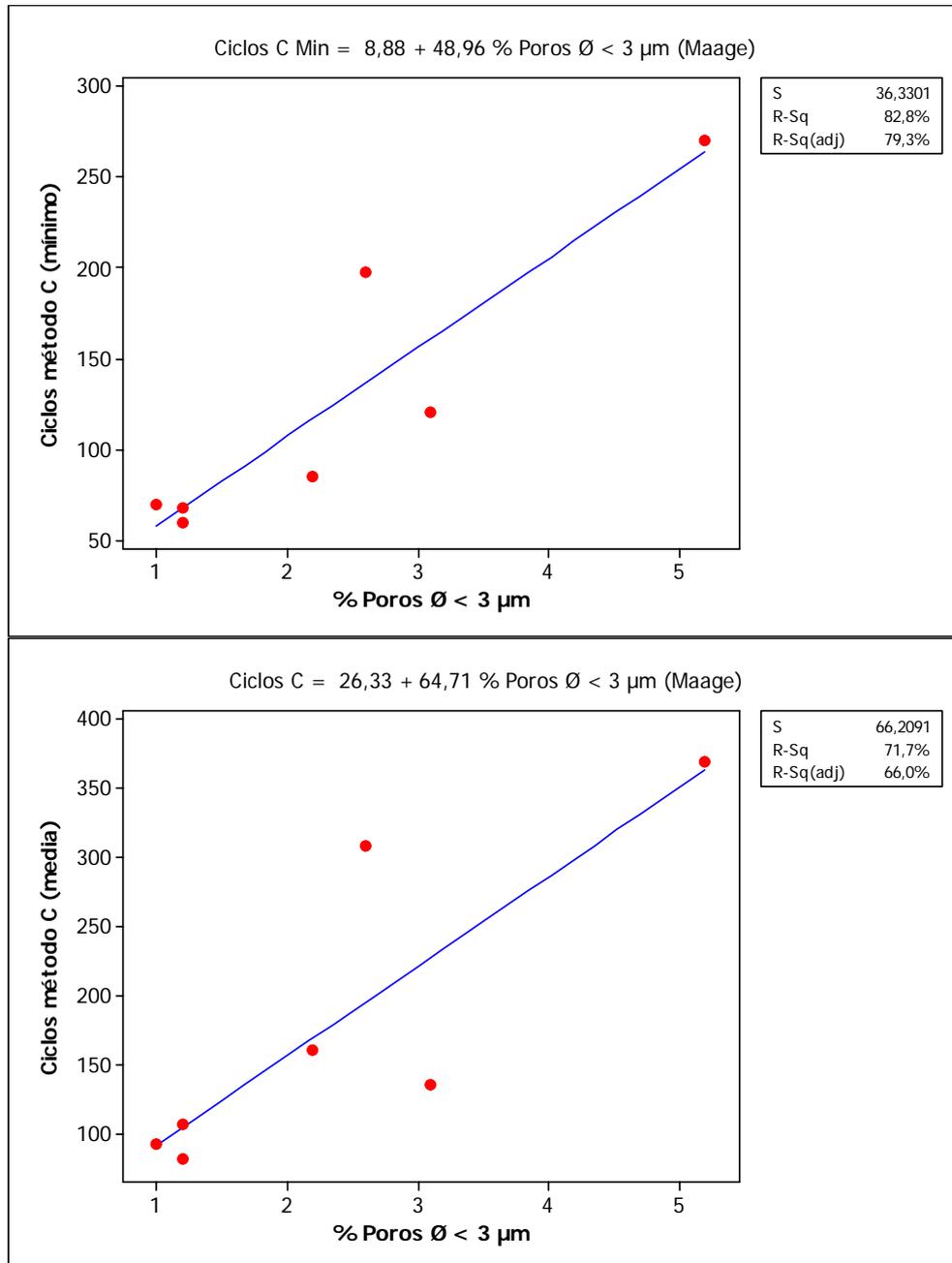


Figura 5-49: Resistencia a la helada método C frente a proporción de poros menores de 3 micras (criterio de Maage)

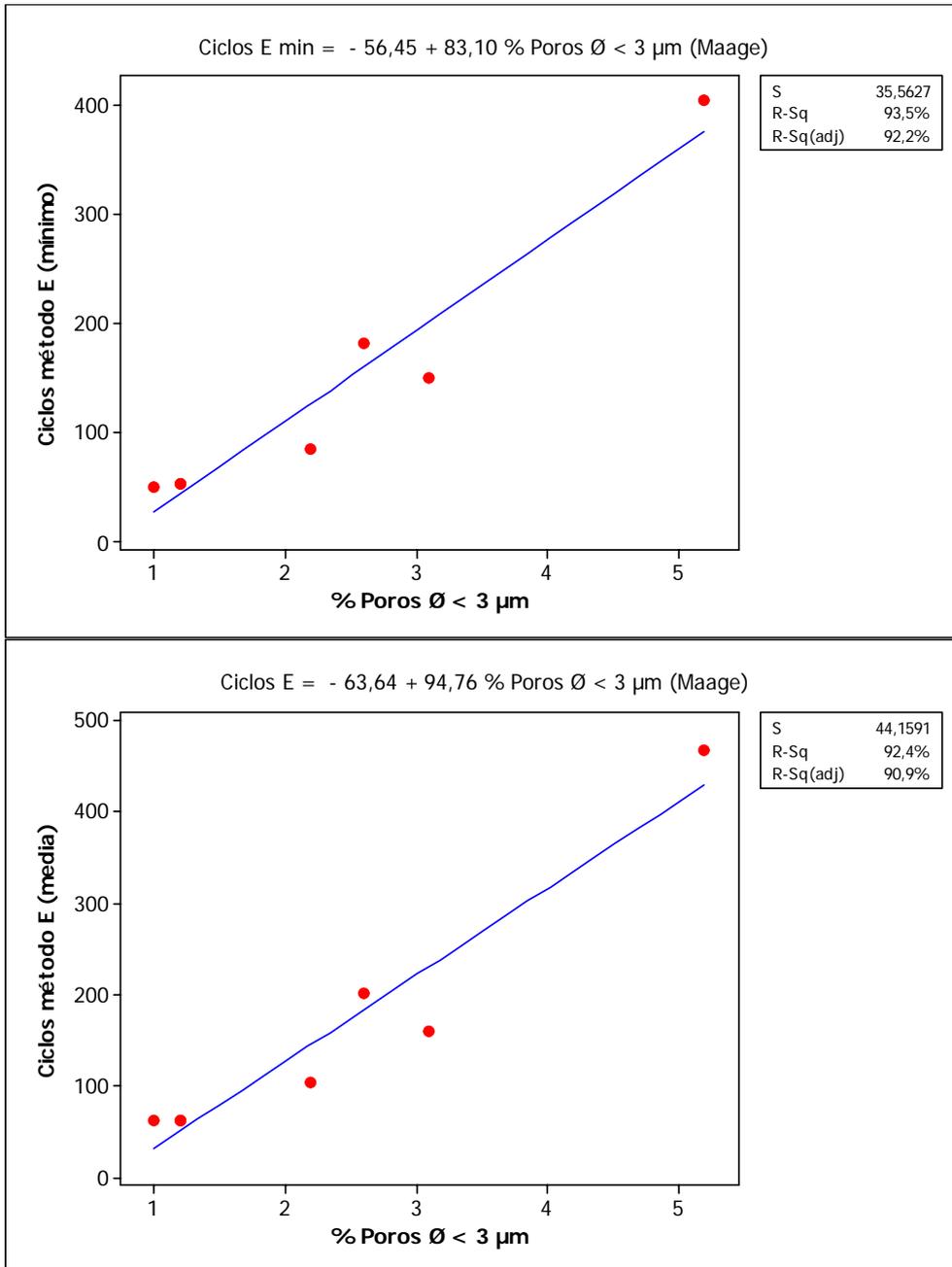


Figura 5-50: Resistencia a la helada método E frente a proporción de poros menores de 3 micras (criterio de Maage)

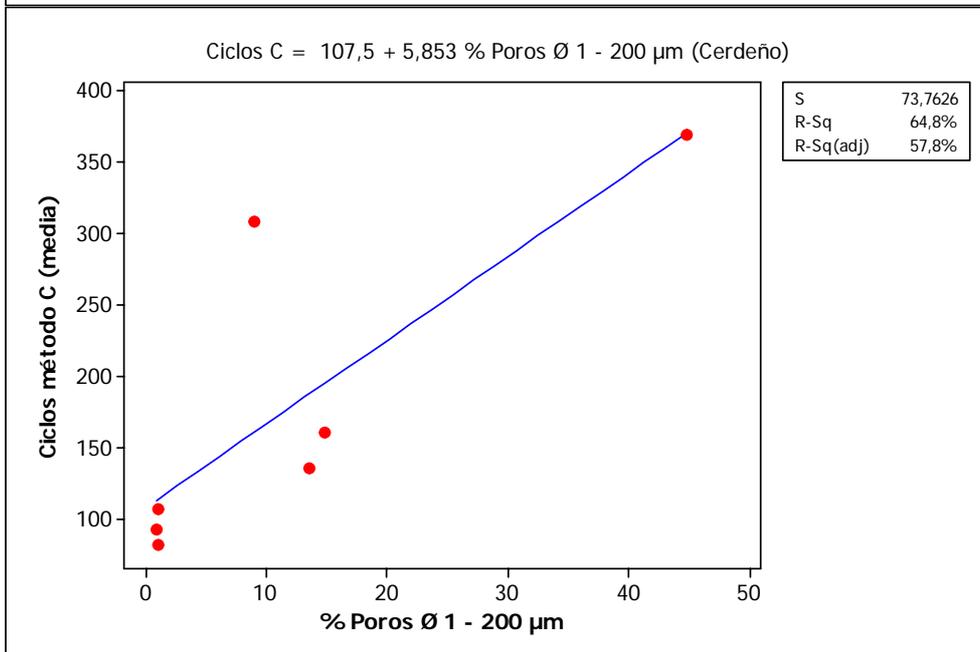
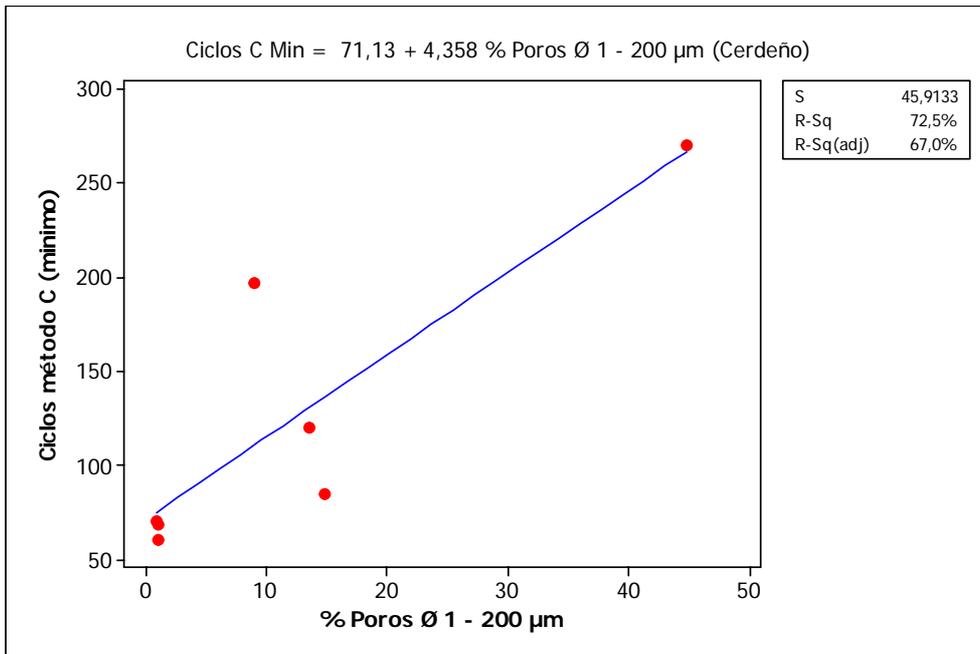


Figura 5-51: Resistencia a la helada método C frente a proporción de poros menores entre 1 y 200 micras (criterio de Cerdeño)

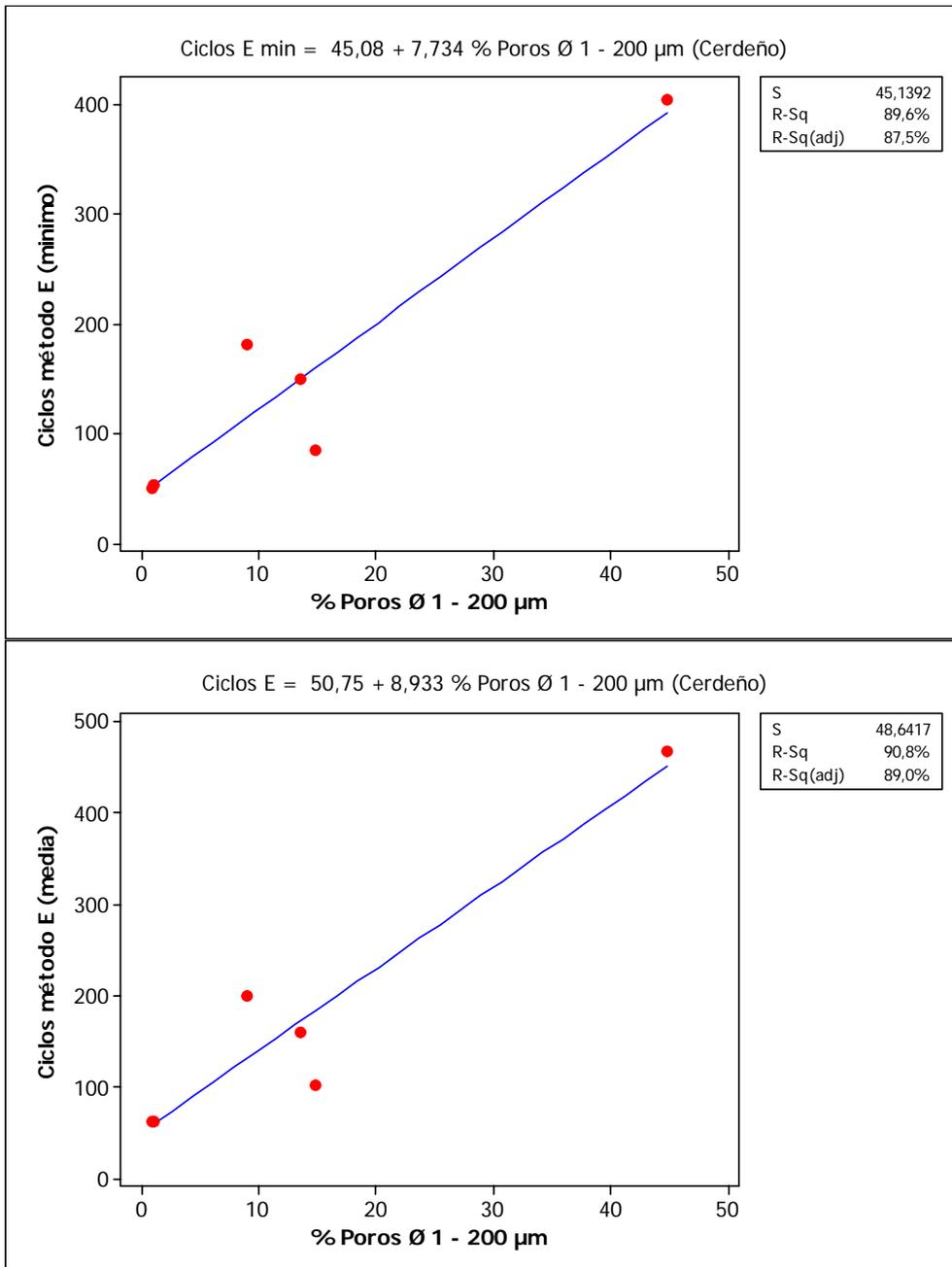


Figura 5-52: Resistencia a la helada método E frente a proporción de poros menores entre 1 y 200 micras (criterio de Cerdeño)

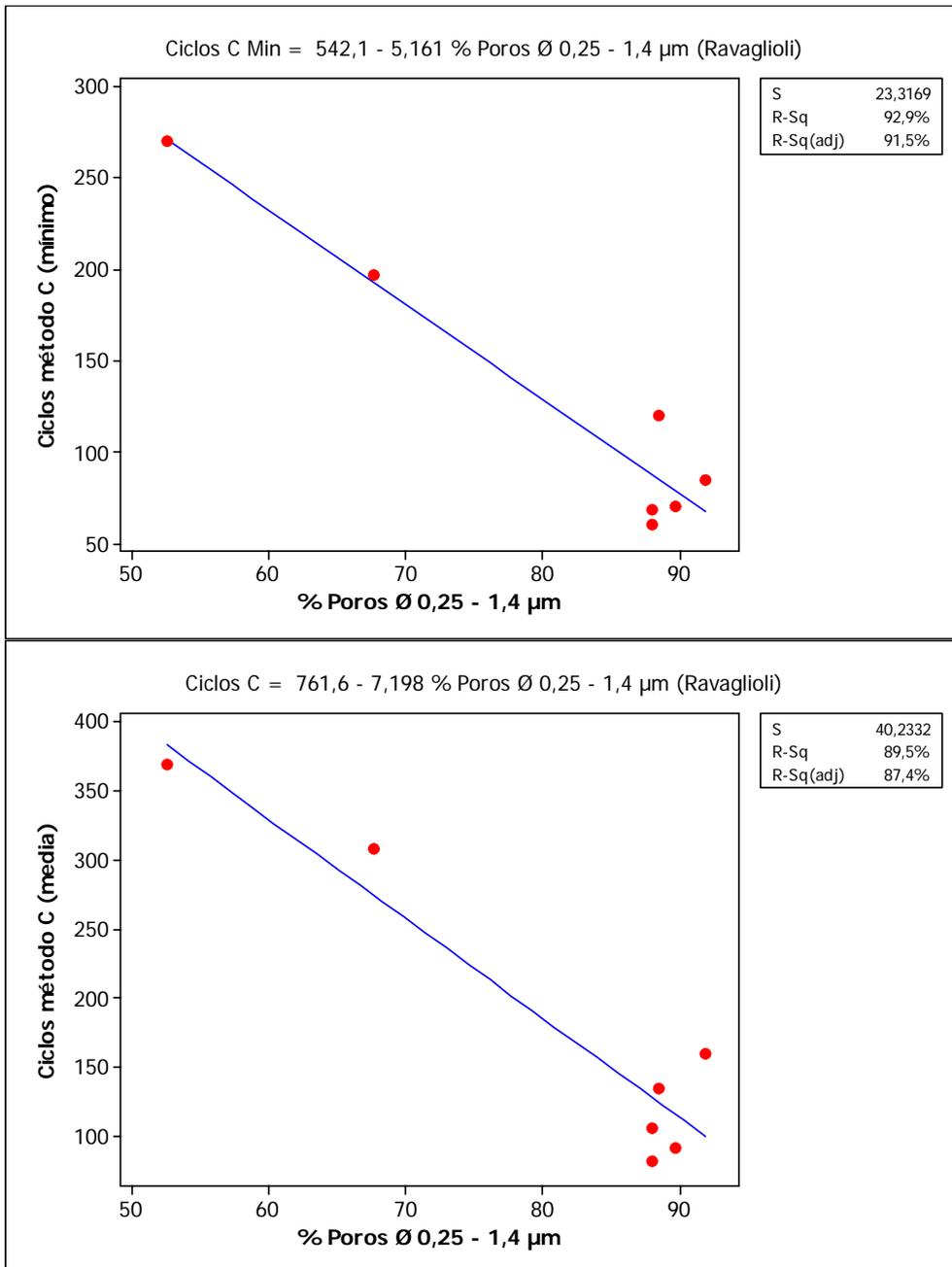
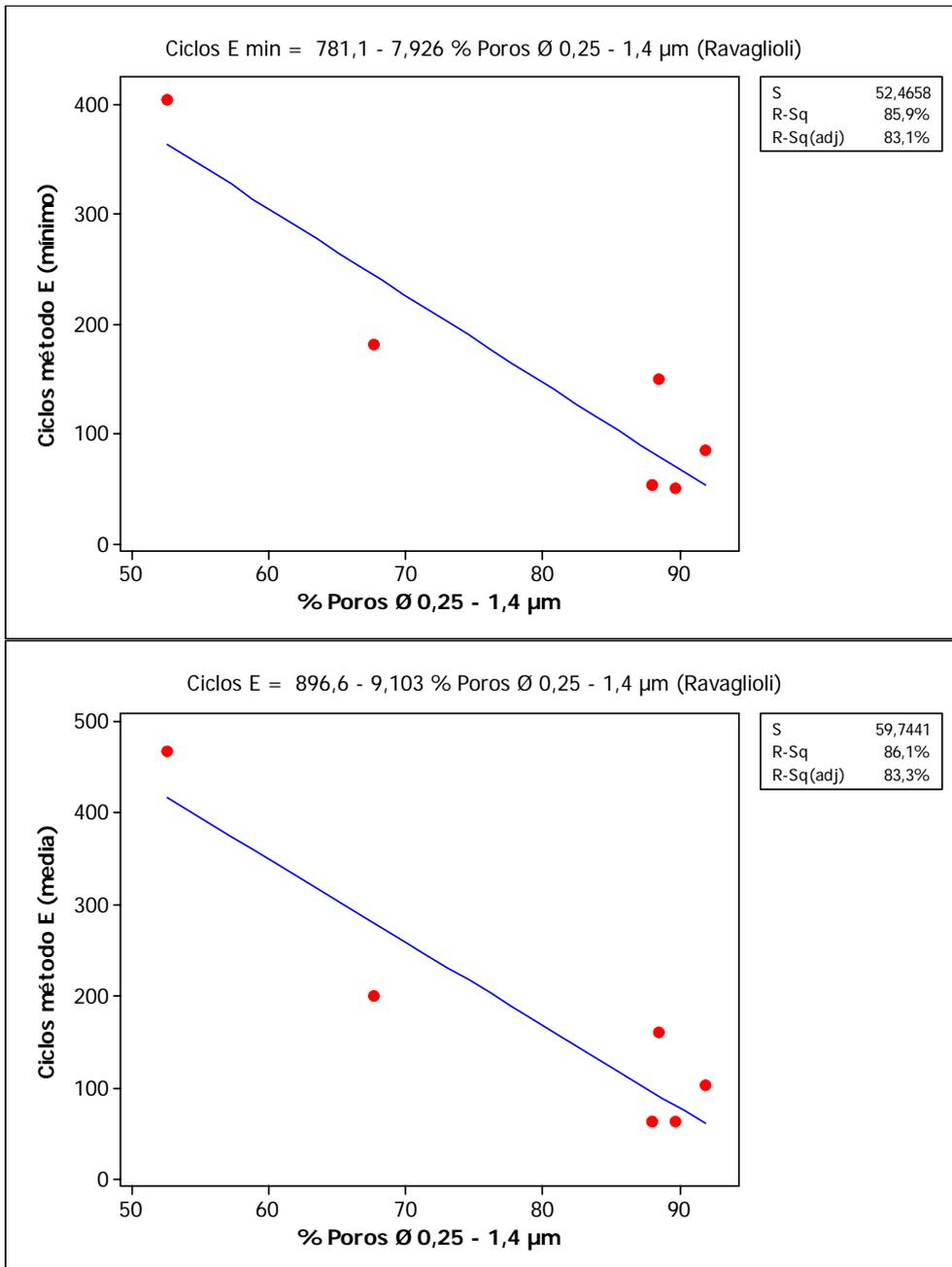


Figura 5-53: Resistencia a la helada método C frente a proporción de poros menores entre 0,25 y 1,4 micras (criterio de Ravaglioli)



**Figura 5-54: Resistencia a la helada método E frente a proporción de poros menores entre 0,25 y 1,4 micras (criterio de Ravaglioli)**

A fin de comparar los resultados obtenidos en su conjunto, considerando el criterio de Ravaglioli que se ha demostrado que es el que mejor predice los resultados obtenidos, la figura 5-55 muestra los valores mínimos y medios de resistencia a la helada determinados por los métodos E y C, sin excluir ninguno de los modelos ensayados, frente al porcentaje de poros dentro del intervalo de diámetros comprendido entre 0,25 y 1,4  $\mu\text{m}$ , lo que confirma, en nuestras circunstancias las afirmaciones de Ravaglioli.

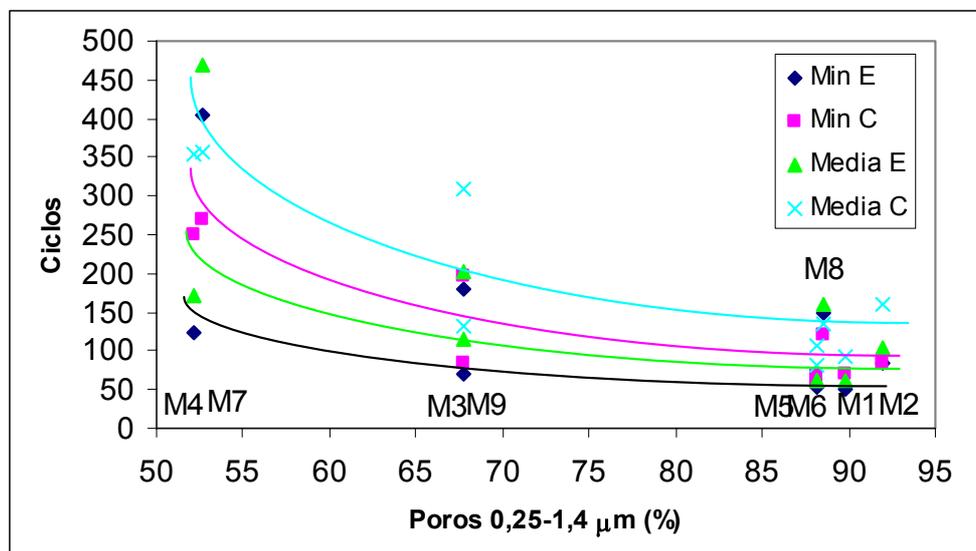


Figura 5-55: Resistencia a la helada frente a la porosidad peligrosa según Ravaglioli

#### 5.7.4 EFECTO DE LA MOLIENDA DE LAS MATERIAS PRIMAS

El grado de molienda, así como la vía de realización de la misma (semihúmeda o en seco), determinan la granulometría de las mezclas de arcillas con las que se fabrican las tejas y, ésta, puede ejercer una influencia sobre la resistencia a la helada de las tejas.

A fin de analizar esta posible influencia, en la figura 5-56 se recoge la representación gráfica entre los ciclos mínimo y medio que resisten las tejas a la helada, medidos por el métodos C, y el tamaño medio de las partículas de la mezcla de arcilla molida. Se puede comprobar que aparece una nube de puntos y no existe ningún tipo de correlación, lo que permite descartar que exista un efecto del tamaño medio de partícula sobre el comportamiento a la helada.

En la figura 5-57 se recoge una representación gráfica análoga a la anterior de regresión lineal entre el mínimo y la media de ciclos que resisten las tejas a la helada,

medidos por el método E, y el tamaño medio de las partículas de la mezcla de arcilla molida. Puede observarse que aparece una nube de puntos y tampoco existe ningún tipo de correlación, corroborando que el tamaño medio de partícula de la mezcla de arcillas que constituye la materia prima no afecta a la resistencia a la helada.

Estudios estadísticos similares a los descritos se realizaron con el tamaño de partícula que representan en cada mezcla los deciles 10 ( $d_{10}$ ) y 90 ( $d_{90}$ ), obteniendo exactamente los mismos resultados, esto es, que no había ningún tipo de relación entre la resistencia a la helada y estos deciles extremos.

También se analizó si el contenido en partículas de mayor tamaño de la mezcla arcillosa, que superan las 38  $\mu\text{m}$  y se denominan “arena” tienen efecto sobre la resistencia a la helada, a tal efecto, en la figura 5-58 se recoge la representación gráfica entre los ciclos mínimo y medio que resisten las tejas a la helada, medidos por el método C, y el porcentaje de la mezcla de arcilla molida retenido en el tamiz de 38  $\mu\text{m}$ . Puede observarse que aparece una nube de puntos, aunque, a medida que aumenta la cantidad retenida de “arena” parece aumentar la resistencia a la helada, si bien los coeficientes de correlación lineal son del 38,5 y 41,5 %, respectivamente, lo que no permite asegurar que exista un efecto del retenido sobre el comportamiento a la helada.

En la figura 5-59 se recoge una representación gráfica análoga a la anterior entre el mínimo y la media de ciclos que resisten las tejas a la helada, medidos por el método E, y el porcentaje de la mezcla de arcilla molida retenido en el tamiz de 38  $\mu\text{m}$ . Puede observarse que aparece una nube de puntos, la mayor cantidad de retenido parece beneficiar la resistencia a la helada, siendo los coeficientes de correlación lineal del 17,8 y 26,2 %, respectivamente. En consecuencia, la cantidad retenida de “arena” en el tamiz de 38  $\mu\text{m}$  no afecta significativamente a la resistencia a la helada.

Probablemente, el hecho de que el aumento del porcentaje de retenido beneficie a la resistencia a la helada se pueda deber a que, tras efectuar la molienda en las instalaciones industriales, las partículas de mayor tamaño corresponden a los materiales de mayor dureza de estructura no laminar, por lo que su naturaleza es, mayoritariamente, silíceo o feldespática, aportando, por consiguiente una buena resistencia a los ciclos de hielo y deshielo.

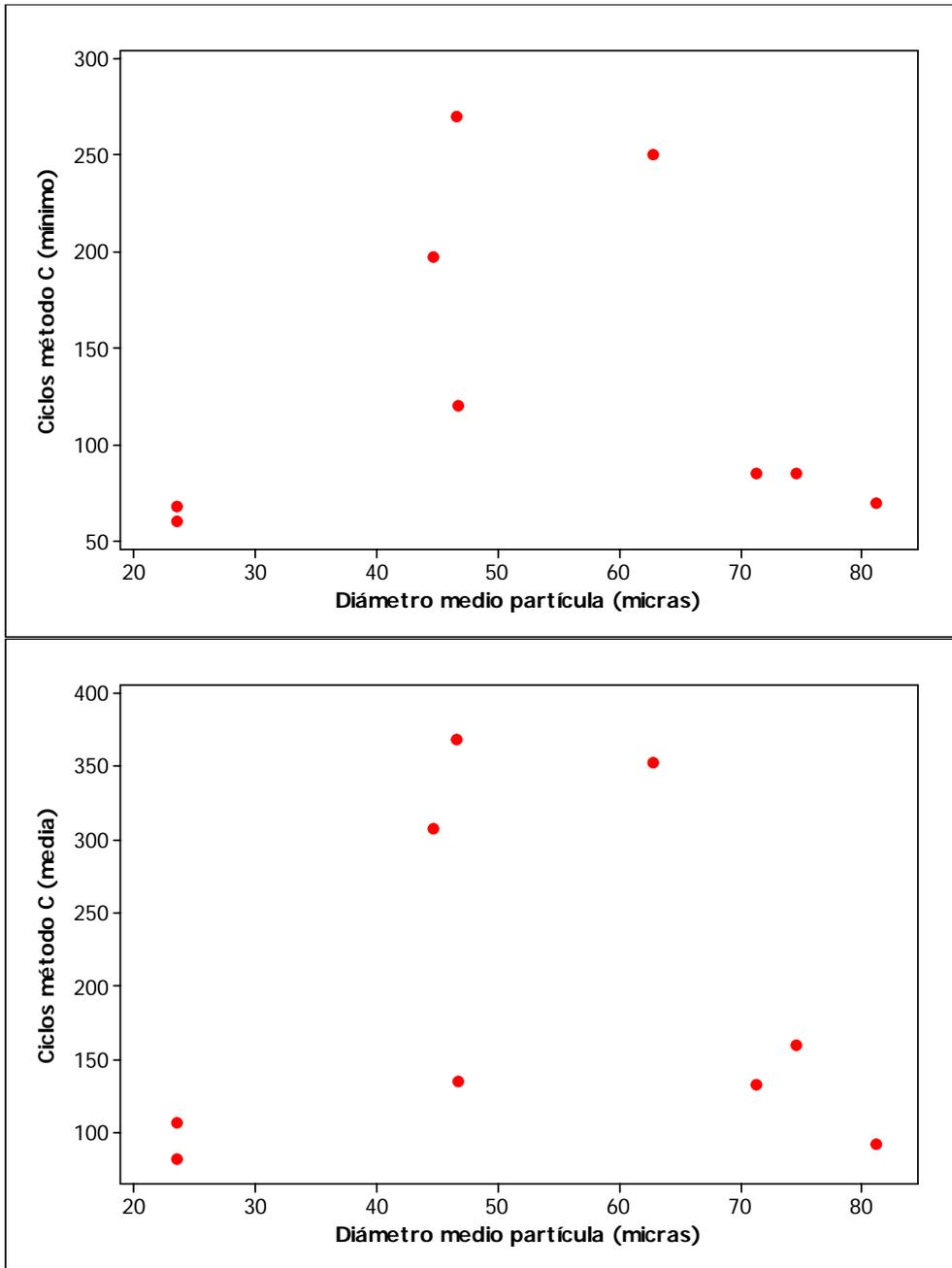


Figura 5-56 Resistencia a la helada por el método C frente al tamaño medio de partícula de la mezcla de arcillas

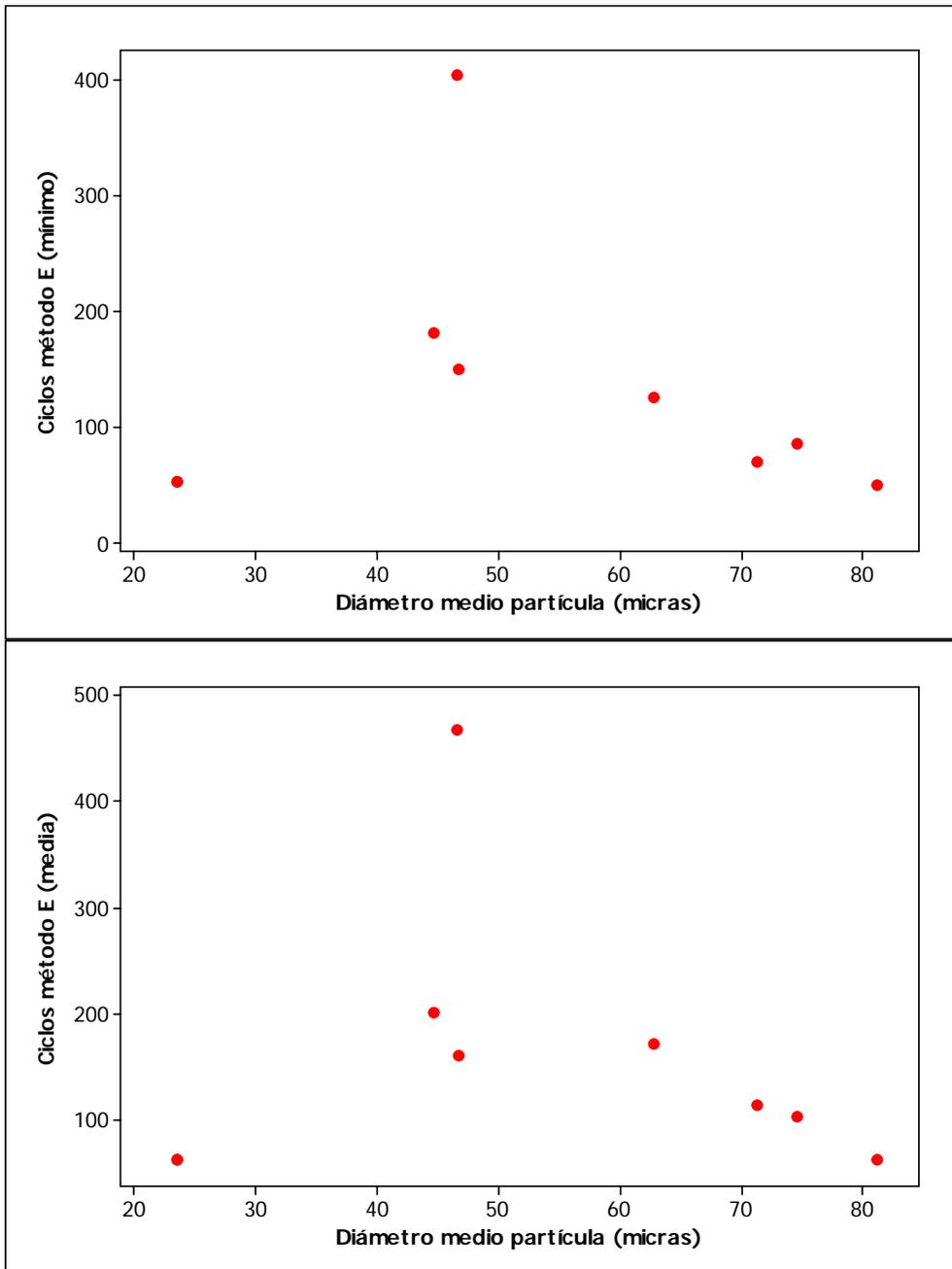


Figura 5-57 Resistencia a la helada por el método E frente al tamaño medio de partícula de la mezcla de arcillas

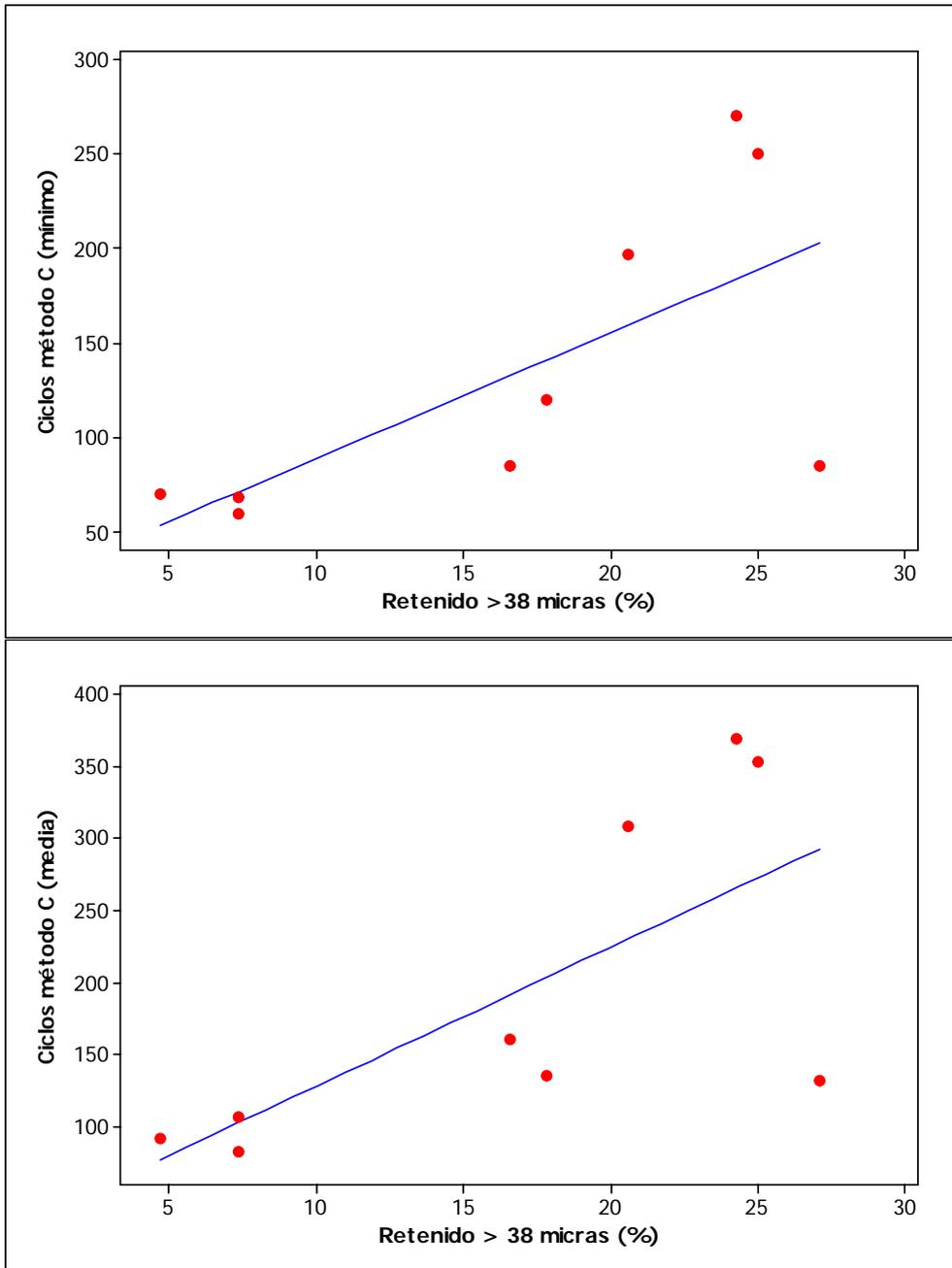


Figura 5-58: Resistencia a la helada por el método C frente al porcentaje retenido > 38  $\mu\text{m}$  de la mezcla de arcillas

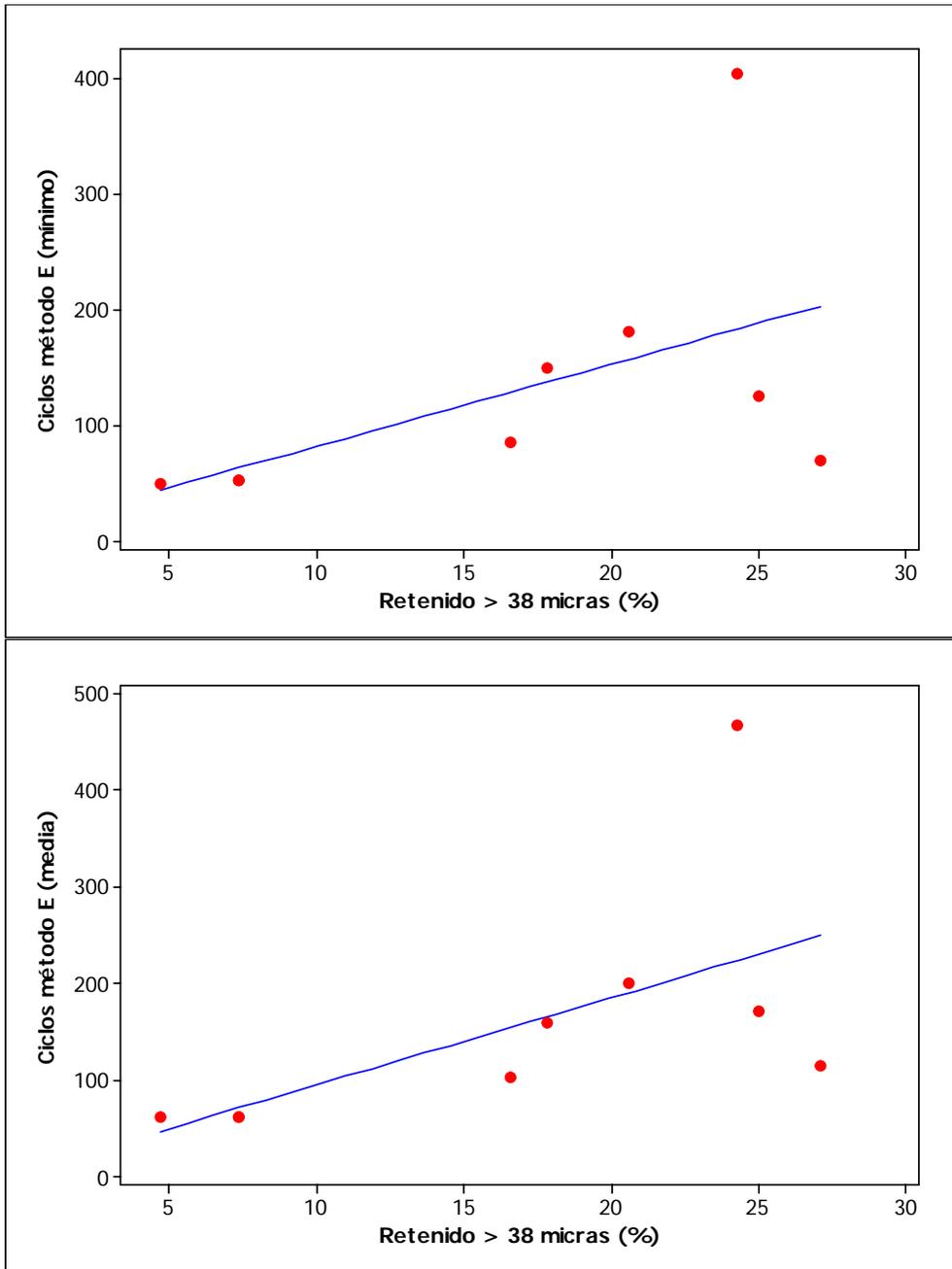


Figura 5-59: Resistencia a la helada por el método E frente al porcentaje retenido > 38  $\mu\text{m}$  de la mezcla de arcillas

## 5.8 OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACION

---

A la vista de la discusión de los resultados obtenidos, es posible establecer una serie de criterios que permiten mejorar la resistencia a la helada de las tejas, en el proceso de fabricación, con independencia de las instalaciones productivas. A tal fin se puede recomendar, con carácter general, tomar las siguientes medidas:

- Seleccionar adecuadamente las materias primas, a tal fin es fundamental el control de las tierras que contienen los minerales de arcillas, pues conviene utilizar arcillas, las cuales constituyen la base de la pasta, que:
  - No presenten filosilicatos que por su naturaleza, contenido o geología, puedan provocar laminaciones cuando la pasta se amasa y extruye, tal como se ha verificado que se produce a la salida de la boquilla con los modelos M1, M5 y M6.
  - No contengan carbonatos en su composición o, como esta circunstancia es muy difícil de conseguir en unas tierras sedimentarias naturales, contengan una cantidad mínima de éstos.
- Controlar los parámetros del proceso de producción que se ha comprobado resultan ser críticos por afectar directamente a la resistencia a la helada de las tejas fabricadas, pudiendo duplicar la resistencia a la helada, con independencia del ensayo utilizado para medirla, tal como ha demostrado la comparación entre los modelos M3 y M9. Estos parámetros críticos son:
  - Vacío de extrusión, pues si no se produce un perfecto desaireado de la pasta, el aire ocluido contribuye a la separación de las partículas de arcilla, aumenta la porosidad y reduce la resistencia mecánica y a la helada.
  - Flujo de arcilla en la boquilla de extrusión, pues una adecuada compresión contribuye a expulsar el aire ocluido en la masa arcillosa, lo que dificulta la aparición de laminaciones.
  - Flujo de arcilla en los moldes de prensado. Si bien el proceso de prensado parece mejorar la resistencia a la helada de la masa de arcilla cocida que constituye el cuerpo de la teja, si durante la operación de prensado se forman pliegues en los nervios, resaltes o tacones, estos pueden romper por efecto de la helada.
  - Control de la temperatura y condiciones de cocción, puesto que las propiedades de la arcilla cocida se alcanzan en la cocción. Es preciso alcanzar un mínimo de temperatura para que se produzcan los cambios estructurales en los minerales de la arcilla y las nuevas fases, siendo el

tiempo de residencia a la máxima temperatura la otra variable clave para asegurar que se producen en toda su extensión las reorganizaciones, reacciones y cambios que proporcionan a la arcilla cocida sus propiedades. Por otra parte, en el enfriamiento se originan las fases vítreas y se produce la transición del cuarzo  $\beta$  a cuarzo  $\alpha$ , que de ser demasiado rápida, puede producir microfisuras que crecerán al verse afectada la teja por el hielo, disminuyendo su durabilidad.

- Aumentar la temperatura de cocción para disminuir la porosidad total [Ducman y col., aceptado para publicación]. Una alternativa al aumento de la temperatura de cocción es el aumento del tiempo de residencia en el horno, que tiene un efecto parecido al permitir la formación de fases líquidas y eutécticas, que permiten disolver las materias primas a temperaturas algo más bajas. El límite lo marcarán las condiciones que permitan mantener las dimensiones, color y resto de características, evitando alabeos, puesto que el aumento de las temperaturas tenderá a:
  - o Aumentar las contracciones, reduciendo las dimensiones de las tejas.
  - o Favorecer los alabeos y deformaciones, de modo especialmente acusado en hornos tipo N y algo menos en hornos de U-cassettes, siendo los hornos de H-cassettes los que mejor se comportan porque soportan las tejas individualmente.
  - o Cambiar el color de las tejas, que “palidecerán” al aumentar la temperatura, por disolución de los óxidos de hierro colorante en las fases líquidas que se forman, siendo este fenómeno más acusado en presencia de carbonatos cálcicos por la contribución de las fases cálcicas.

## **6.- CONCLUSIONES**

Los resultados obtenidos en la presente investigación muestran que el método E es mejor método de ensayo de envejecimiento acelerado para determinar la resistencia a la helada que el método C, que se aplica en los países del Sur de Europa, por los siguientes motivos:

1. Es más severo, lo que se traduce en producir daños sobre las muestras ensayadas más temprano (con menor número de ciclos) y en mayor extensión.
2. Es más selectivo, produce una menor dispersión de resultados y presenta una distribución de frecuencias que se encuentra más cercana a la normal.
3. Reproduce de modo más fidedigno la tipología de daños que se encuentra al estudiar el envejecimiento natural de las tejas colocadas en los tejados.

Los inconvenientes del método E son los siguientes:

1. Consume mucho tiempo, teniendo en cuenta la lentitud del proceso de saturación y el elevado número de ciclos necesarios.
2. Dificulta la inspección de las tejas objeto de ensayo debido a la presencia del paño de lino en su cara inferior, por lo que, si la resistencia de la masa de arcilla cocida que constituye el cuerpo de las tejas es buena y sólo se ven afectados nervios, resaltes o tacones, puede dar falsos resultados positivos.

Los daños sufridos por las tejas en estudio aumentaron proporcionalmente al número de ciclos, y estos daños fueron mayores cuando se aplicó el método E. La tipología de los daños que se encontró fue:

- En las tejas con menor resistencia a la helada, fundamentalmente deslaminaciones y desconchados, que iban acompañados de descamaciones y otros daños superficiales, así como de fisuras y roturas.
- Cuando aumenta la resistencia a la helada, aparecen con mayor frecuencia las fisuras estructurales, que pueden transmitirse por todo el espesor del cuerpo de las tejas debido a que no se han producido previamente las deslaminaciones.
- Las tejas con mayor resistencia a la helada no muestran daños en sus cuerpos tales como deslaminaciones, desconchados o fisuras, sufriendo la pérdida de sus resaltes, ya sean nervios o tacones.

La diferencia de comportamiento entre los métodos C y E recogidos en la nueva

norma europea EN 539-2 se explica en base a las siguientes causas:

- El método E consigue que la cantidad de agua adsorbida sea mayor al aplicar su procedimiento de empapado progresivo como fase previa a realizar los ciclos de congelación y descongelación. Este efecto aumenta cuando las tejas han sido tratadas con sustancias hidrofugantes.
- Las distintas cinéticas en el proceso de enfriamiento, que en el caso del método E supone un más rápido enfriamiento, una menor temperatura de congelación y un más prolongado tiempo de congelación de las tejas ensayadas que en el caso del método C. El conjunto del ciclo del método E es más corto y, por consiguiente, el tratamiento más rápido que el del método C.
- La presencia de una tela en una de las caras de las tejas ensayadas por el método E, que impide el movimiento de los fluidos en un sentido u otro y produce un aumento en la presión interna de la fase líquida. Este efecto solamente puede ser despreciado cuando las tejas son tratadas con sustancias hidrofugantes, pues al encontrarse los poros bloqueados a nivel superficial, la tela no produce bloqueos ni tensiones adicionales dentro de las tejas.

Se descarta la estimación de la resistencia a la helada por métodos que no supongan la realización de ciclos de hielo y deshielo en húmedo, tales como la medida de:

- La adsorción de agua.
- La porosidad.
- El coeficiente de saturación.
- La resistencia mecánica en seco o en cocido.

En relación a la durabilidad de las muestras analizadas, se puede concluir que:

- La durabilidad se ve afectada, principalmente, por la porosidad y la distribución del tamaño de los poros de las tejas cocidas. La resistencia a la helada decrece cuando aumentan la porosidad total y el agua contenida en las tejas después de la fase de empapado. Aquellas tejas con mayor proporción de poros considerados peligrosos según el criterio de Ravaglioli, con diámetros de poro en el intervalo entre 0,25 y 1,4  $\mu\text{m}$ , son las que mayor daño sufren.
- La resistencia a la helada, también se ve afectada por la composición de minerales de las tejas. Las tejas pobres en  $\text{CaCO}_3$ , y que tienen una composición mineralógica simple, presentan mayor durabilidad a la helada. La presencia de carbonatos también afecta significativamente a las dilataciones y contracciones sufridas por la masa de arcilla durante la cocción y provoca un

aumento de la pérdida por calcinación y de la porosidad abierta.

- La peor resistencia a la helada se encuentra cuando las tejas se fabrican en condiciones tales que los filosilicatos, que tienen estructura laminar, tras los procesos de molienda, amasado y extrusión producen laminaciones tan pronunciadas que puedan detectarse a simple vista.
- El aumento del porcentaje de retenido en los tamices de malla mayor o igual que 38  $\mu\text{m}$ , parece beneficiar a la resistencia a la helada, lo que se pueda deber a que, tras la molienda industrial, las partículas de mayor tamaño corresponden a los materiales de mayor dureza de estructura no laminar, cuya naturaleza es, mayoritariamente, sílicea o feldespática, aportando, por consiguiente una buena resistencia a los ciclos de hielo y deshielo.
- El control de los parámetros de proceso que son causa común de fallos en la resistencia a la helada (vacío en la extrusión, correcto flujo del material durante la extrusión y, en su caso, el prensado y el control de la temperatura de cocción) pueden duplicar la resistencia a la helada.
- Cuando se efectúa el proceso de moldeo por prensado de las tejas pueden producirse pliegues que disminuyen la resistencia a la helada, debido a un flujo incorrecto de arcilla en los moldes de prensado, con independencia de la resistencia a la helada de la masa de arcilla cocida que constituye el cuerpo de las tejas.

Para mejorar la resistencia a la helada de las tejas, en el proceso de fabricación conviene tomar las siguientes medidas:

- Utilizar materias primas basadas en arcillas que:
  - o No presenten filosilicatos que favorezcan las laminaciones durante la extrusión
  - o No contengan carbonatos en su composición o contengan una cantidad mínima de éstos.
- Controlar los parámetros del proceso de producción que son críticos:
  - o Vacío de extrusión.
  - o Flujo de arcilla en la boquilla de extrusión.
  - o Flujo de arcilla en los moldes de prensado, evitando pliegues.
  - o Control de la temperatura y condiciones de cocción.
- Aumentar la temperatura de cocción para disminuir la porosidad total, dentro del intervalo que permita mantener sus dimensiones, color y resto de características, evitando alabeos.



## **7.- RECOMENDACIONES**

Considerando los resultados y las conclusiones obtenidos, resulta oportuno realizar las siguientes recomendaciones como posible continuación de la investigación realizada:

1. Realizar un trabajo de comparación entre el método unificado europeo de resistencia a la helada (E) y el norteamericano de la norma ASTM C-1167 que permitiera proponer una sola norma ISO aplicable a la mayor parte del mundo.
2. Explorar características de los materiales que permitan estimar la resistencia a la helada sin necesidad de realizar unos ensayos de envejecimiento acelerado que se prolongan durante tanto tiempo como los que son objeto de este trabajo de investigación.
3. Avanzar en la asociación de características microestructurales de la masa de arcilla cocida con la resistencia a la helada.
4. Realizar un estudio comparativo entre la durabilidad de tejas instaladas en tejados situados en diferentes zonas climáticas y con diferentes técnicas constructivas y los resultados aportados por el método de envejecimiento acelerado E.
5. Ampliar el estudio del envejecimiento acelerado a tejas con acabados engobados y esmaltado, así como a tejas clinker.
6. Realizar un estudio de resistencia a la helada en función de las condiciones de cocción con el objetivo de minimizar el consumo energético del proceso de fabricación de las tejas, para conseguir la máxima eficiencia energética y el menor impacto ambiental compatible con una buena calidad del producto.



## **8.- BIBLIOGRAFÍA**

### **8.1 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

---

FERNÁNDEZ ABAJO, M. "Manual sobre fabricación de baldosas, tejas y ladrillos". Ed. Beralmar, Barcelona (2000), pag 78-120.

ALBELLA, J.M.; CINTAS, A.M.; MIRANDA, T. y SERRATOSA, J.M.: "Introducción a la ciencia de materiales". C.S.I.C., (1993)

AMORÓS ALBERO, J.L.; BELTRÁN PORCAR, V.; BLASCO FUENTES, A.; ENRIQUE NAVARRO, J.E. y otros. "Defectos de fabricación de pavimentos y revestimientos cerámicos". Ed. AICE-ITC, (1991)

AMORÓS, J.L.; SÁNCHEZ, E.; GARCÍA-TEN, J.; SANZ, V. y MONZÓ, M. "Manual para el control de la calidad de materias primas arcillosas" Ed. ITC., 2ª ed. (2004)

AMORÓS, J.L.; ORTS, M.J.; MESTRE, S.; GARCIA-TEN, J. y FELIU, C. Porous single-fired wall tile bodies: Influence of quartz particle size on tile properties. *Journal of the European Ceramic Society* **30**, 17–28 (2010)

AVGUSTINIK, A.I. "Cerámica". Ed. Reverté, (1983)

BARBA, A.; BELTRAN, V.; FELIU, C; GARCIA, J. GINES, F, SÁNCHEZ, E. y SANZ, V. "Materias Primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas" Instituto de Tecnología Cerámica (2002)

BENNETT, R.H. y HULBERT, M.H.. "Clay Microstructure". Ed. D. Reidel Publishing Company. (1986)

BOLGER, R. "Industrial Minerals in Pharmaceuticals". *Industrial Minerals*. August. (1995) pp. 52-63.

BRUN M, Lallemand A, Lorette G, Quinson JF, Richard M, Eyraud L, Eyraud C. Changement d'état liquide solide dans les milieux poreux 1 Etude théorique de la solidification de l'eau et du benzéne. *J. Chim. Phys.* (1973) 70 (6): 973-978

BRUN M, Lallemand A, Quinson JF, Eyraud C. Changement d'état liquide solide dans les milieux poreux 2 Etude expérimentale de la solidification d'un condensat capillaire. *J. Chim. Phys.* (1973) 70 (6): 979-989.

CAILLIERE, S.; HÉNIN, S.; RAUTUREAU, M. "Minéralogie des argiles". Tomos I y

II. Ed. Mason. (1982)

CERDEÑO DEL CASTILLO, J.; DIAZ RUBIO, R.; OBIS SANCHEZ, J.; PEREZ LORENZO, A.; VELASCO VELEZ, J. Manual de patologías de las piezas cerámicas para la construcción. Aitemín, (2000).

CONNER, W.C., LANE A.M., K.M. NG y GOLDBLATT M. Measurement of the morphology of high surface area solids: Porosimetry of agglomerated particles. J. Catal. **83** (2), 336-345 (1983)

CONNER, W.C., J.F. CEVALLOS-CANAU, WEIST, E.L., PAJARES, J., MENDIOROZ, S. y CORTES, A.; Characterization of pore structure: porosimetry and sorption. Langmuir, **2**, 151 (1986)

CONNER, W.C.; BLANCO C.; COYNE K.; NEIL J. y PAJARES J. Analysis of the morphology of high surface area solids: Studies of agglomeration and the determination of shape. J. Catal. **106** (1), 202-209 (1987)

COUSSY, O. Poromechanics of freezing materials. J. Mech. Phys. Solids, 53(8): 1689-1718 (2005)

DAY, M.; PARKER I.B.; BELL J.; THOMAS M., y col. Modelling of Mercury Intrusion and Extrusion. Studies in Surface Science and Catalysis, **62**, 75 (1991)

DAY, M., PARKER I.B., BEL J., FLETCHER R., y col. Modelling of Mercury Intrusion and Extrusion. Studies in Surface Science and Catalysis, **87**, 225 (1994)

DEER, HOWIE y ZUSSMAN. Rock forming Minerals, vol 4. John Wiley and sons, Nueva Cork, (1963)

DIAZ RUBIO, R.; FOMBELLA GUILLÉM, R.; OBIS SÁNCHEZ, J. y otros, "Patología de las piezas cerámicas y nuevas tendencias en la edificación". Aitemin (2009)

DOVAL MONTOYA, M. GARCÍA ROMERO, E., LUQUE DEL VILLAR, J., MARTIN VIVALDI CABALLERO, J. L. y RODAS GONZALEZ, M. "Arcillas Industriales: Yacimientos y aplicaciones". Ed. Centro de Estudios Ramón Areces (1991) Publicado en internet: [www.uclm.es/users/higueras/yymm/arcillas.htm](http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/arcillas.htm)

DUCMAN, V.; SEVER SKAPIN, A.; RADEKA, M. y RANOGAJEC, J. Frost resistance of clay roofing tiles: case study. Ceramics International, aceptado para publicación en 2010

FRANKE, L. y BENTRUP, H. Beurteilung der Frostwiderstandsfähigkeit von Ziegeln. ZI 7-9 (1993)

GAINES, R.V.; SKINNER, H.C.W.; FOORD, E.E.; MASON, B.; ROSENZWEIG, A. "Dana's New Mineralogy: The System of Mineralogy of James Dwight Dana and Edward Salisbury Dana". Wiley, 8th Edition (1997)

GARCÍA VERDUCH, A. y SANZ SOLANA, V. "Velos, eflorescencias y manchas en obras de ladrillo". Ed. Faenza Editrice Ibérica, S.L., (1999)

GRIM, R.E. y GUVEN, N. "Bentonites: Geology, Mineralogy and Uses". Elsevier (1978)

GUZMÁN VELERT, F.; MARÍN ANDRÉS, F.P. y PÉREZ GARCÍA, M. "Diseño, aplicación y montaje de tejas cerámicas". Capítulo de "CEMCO XVII Edición. La innovación en las técnicas, los sistemas y los materiales de construcción". Ed. Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, CSIC, Madrid (2007) vol. II 565-579

HAMILTON, K.A. Proposed European Standards for clay and concrete roofing tiles. Br. Ceram. Trans. and J. (1991) 90 (1) 34-36.

HANSEN W. y KUNG J.H. Pore structure and frost durability of clay bricks. Matér. Construc./Mater. Struct. (1988) 21 (126): 443-447.

IKEDA, K, KIM H, KAIZU K, HIGASHI A. Influence of firing temperature on frost resistance of roofing tiles. J. Eur. Ceram. Soc. ( 2004) 24: 3671-3677

JORDAN, MM, BOIX A, SANFELIU T, DE LA FUENTE C. Firing transformations of cretaceous clays used in the manufacturing of ceramic tiles. Applied Clay Science 14 225-234 (1999)

KENDALL, T. "Bentonite. Major Market Review". Industrial Minerals. May. (1996), pp25-37.

KORNMAN, M. y col. "Clay bricks and roof tiles, Manufacturing and properties". Société de l'industrie minière (2007)

KOROTH, SR, FAZIO P, FELDMAN D. Evaluation of clay brick durability using ultrasonic pulse velocity. J. Arch. Eng. Dec. (1998) 142-147.

LAGREDA, M.D.; BUCKINGHAM, P.L.; EVANS, J.C. "Gestión de Residuos tóxicos. Tratamiento, Eliminación y Recuperación de suelos". Mc. Graw. Hill. (1996)

LITVAN, GG. Phase transition of adsorbates: VI. Effect of deicing 1 Agents on the freezing of cement paste. J. Am. Ceram. Soc. (2001) 58 (1-2): 26-30.

LÓPEZ GALINDO, A. y VISERAS IBORRA, C. "Pharmaceutical applications of

fibrous clays (sepiolit and palygorskite) from some circum-mediterranean deposits" Proceedings of the 1 Latin American Clay Conference, Funchal, Vol. 1 (2000)

MAAGE, M. Frost resistance and pore distribution in bricks. *Matér. Construc./Mater. Struct.* **17** (1016) 345-350 (1984)

MARIN, FP y SÁNCHEZ DE ROJAS, MI. Standard ensayo method to determine the performance of tiled roofs to wind driven rain. *Materiales de Construcción* **58** (291) 111-117 (2008)

MATTHES, W.E. "Vidriados cerámicos. Fundamentos, propiedades, recetas, métodos". Ediciones Omega, S.A., (1990)

MOKAYA, R. y JONES, W. Pillared Clays and Pillared acid-activated Clays: A Comparative Study of Physical, Acid and Catalytic Properties. *Journal of Catalysis*, **153**, 76-85 (1995)

MOORE, D.M. y REYNOLDS, R.C. JR. X-Ray diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals. Oxford University Press. (1989)

NEWMAN, A. C. D. y BROWN, G. "Chemistry of Clay Minerals". Mineralogical Society Monograph n1 -6. Ed by Newman. A. C. D. Longman Scientific & Technical Mineralogical society. London (1987)

ODOM, I. E. "Smectite Clay Minerals: Properties and Uses". *Phil Trans. R. Soc. London.* A311, (1984)

RAIMONDO, M.; CERONI, C.; DONDI, M.; GUARINI, G.; MARSIGLI, M.; VENTURI, I. Y ZANELLI, C. Durability of clay roofing tiles: the influence of microstructural and compositional variables. *Journal of the European Ceramic Society* **29**, 3121–3128 (2009)

RAVAGLIOLI, A. Evaluation of the frost resistance of pressed ceramic products based on the dimensional distribution of pores. *Trans. Br. Ceram. Soc.* **75** 92-95. (1976)

SADUNAS, A, y BURE D. Water migration processes in heavy clay ceramics under cycling freezing-thawing. *Ind. Ceram. (Italy)* 20: 153-159 (2000)

SAEED, A. "Bentonite in Animal Feed". *Industrial Minerals.* July (1996)

SÁNCHEZ DE ROJAS MI, MARÍN FP, FRÍAS M, RIVERA J. Viability of utilization of waste materials from ceramic products in precast concretes. *Mater. Constr.* **51** (263-264) 149-161 (2001)

- SÁNCHEZ DE ROJAS MI, MARÍN FP, FRÍAS M, RIVERA J. Properties and performances of concrete tiles containing waste fired clay materials. *J. Am. Ceram. Soc.* **90** (11) 3559-3565 (2007)
- SCHERER, GW. Thermal expansion kinetics: Method to measure permeability of cementitious materials: I Theory. *J. Am. Ceram. Soc.* **83** (11): 2753-2761(2000)
- SETZER, MJ. Mechanical stability criterion, triple-phase condition and pressure differences on matter condensed in a porous solid. *J. Colloid Interface Sci.* **235** 170-182 (2001)
- SETZER, MJ, Micro-Ice-Lens Formation in Porous Solid. *J. Colloid Interface Sci.* **243** 193-201 (2001)
- SIDJANIN L, RANOGAJEC J, RAJNOVIC D, MOLNAR E. Influence of firing temperature on mechanical properties on roofing tiles. *Materials & Design* **28** 941-947 (2007)
- SING, K.S.W., EVERETT D.H., HAUL R.A.W., MOSCOU L., PIEROTTI R.A., ROUQUEROL J. y SIEMIENIEWSKA T. Reporting physisorption data for gas/solid system. *Pure and Appl. Chem.*, 57, 4, 603 (1985)
- SING, K.S.W. y YATES M. The porosity and permeability of macrodefectfree cements. *Studies in Surface Science and Catalysis*, 62, 669 (1991)
- SVEDA, M. Frost resistance of brick knowledge about the relationship between pore structure and frost resistance is the first step to the production of high frost-resistance brick products. *Am. Ceram. Soc. Bull.* **80** 46-48. (2001)
- SVEDA, M. Effect of water absorption on frost resistance of clay roofing tiles. *Br. Ceram. Trans.* **102** 43-45. (2003)
- URALITA TEJADOS, S.A. “Esa historia que empieza por teja”. Departamento de Marketing de Uralita Tejados (2006)
- VOJNIC S, RANOGAJEC J, KASAS K, MESARUS AB, DJURIC M. Mathematical description of the influence of raw material characteristic and firing process parameters on the properties of ceramic roofing. *Tile Brick Int.* **18** 160-163 (2002)
- WARDEH G y PERRIN B. Numerical modelling of the behaviour of consolidated porous media exposed to frost action. *Constr. Build. Mater.* **22** 600-608 (2007)
- WARDEH G y PERRIN B. Freezing-thawing phenomena in fired clay materials and consequences on their durability. *Constr. Build. Mater.* **22** (5) 820-828 (2008)

WASHBURN, E.W.; Phys. Rev., **17**, 273 (1921)

YATES, M., MARTIN-LUENGO M.A., CORNEJO J., BARRIOS J. y GONZALEZ V. The importance of the porosity of mortars, tiles and bricks in relation to their bonding strengths. Studies in Surface Science and Catalysis, **87**, 781 (1994).

## **8.2 NORMAS**

---

ASTM C 1167-03 Especificaciones de las tejas de arcilla cocida.

ASTM C 67.07a Métodos de ensayo para ladrillos y tejas de arcilla.

EN 491:2005 Tejas y piezas de hormigón para tejados y revestimiento de muros. Métodos de ensayo.

EN 538:1995 Tejas de arcilla cocida. Ensayo de resistencia a la flexión.

EN 539-1:2007 Tejas de arcilla cocida. Determinación de las características físicas. Parte 1: ensayo de permeabilidad.

EN 539-2:2007 Tejas de arcilla cocida. Determinación de las características físicas. Parte 2: ensayo de resistencia a la helada.

EN 1024:1997 Tejas de cerámica de arcilla cocida para colocación discontinua. Determinación de las características geométricas.

EN 1304:2006 Tejas y piezas auxiliares de arcilla cocida. Definiciones y especificaciones del producto.

EN 1344:2002 Adoquines de arcilla cocida. Especificaciones y metodos de ensayo. (Incluye un ensayo de resistencia a la helada)

EN 1367-1:2008 Ensayos para determinar las propiedades termicas y de alteracion de los aridos. Parte 1: determinacion de la resistencia a ciclos de hielo y deshielo.

EN 12326-2:2000 Productos de pizarra y piedra natural para tejados inclinados y revestimientos. Parte 2: Métodos de ensayo (en placas de pizarra según se define este producto en la norma EN 12326-1).

EN 12371:2002 Métodos de ensayo para piedra natural. Determinacion de la resistencia a la heladicidad.

EN 13501-1:2007 Clasificación en función del comportamiento frente al fuego de los

productos de construcción y elementos para la edificación. Parte 1: Clasificación a partir de datos obtenidos en ensayos de reacción al fuego.

EN 13501-5:2007 Clasificación en función del comportamiento frente al fuego de los productos de construcción y de los elementos para la edificación. Parte 5: Clasificación a partir de datos obtenidos en ensayos de cubiertas ante la acción de un fuego exterior.

EN 13748-2:2005 Baldosas de terrazo. Parte 2: Baldosas de terrazo para uso exterior.

EN-ISO 10545-12 Baldosas cerámicas. Parte 12: Determinación de la resistencia a la helada.

NF X 15-140:2002 Mesure de l'humidité de l'air. Enceintes climatiques et thermostatiques. Caractérisation et vérification.

PNE 83983 Durabilidad del hormigón. Determinación de la resistencia a ciclos de hielo-deshielo. (Proyecto de norma)

PNE-CEN/TR 15177 Ensayos de resistencia al hielo-deshielo del hormigón. Daños internos estructurales. (Proyecto de norma)

PNE-EN 15304 Determinación de la resistencia a los ciclos hielo-deshielo del hormigón celular curado en autoclave. (Proyecto de norma)

SI 212 Norma israelí que establece las especificaciones de la teja de arcilla cocida.

UNE 67028:1997 EX Ladrillos cerámicos de arcilla cocida. Ensayo de heladicidad.

UNE 67048:1988 Bloques cerámicos de arcilla cocida. Ensayo de heladicidad.

UNE 400902:2009 Productos ceramicos decorativos. Elementos para jardineria elaborados en arcilla cocida no esmaltada. Ensayo de heladicidad.

### **8.3 LEGISLACIÓN**

---

Código Técnico de la Edificación, CTE. Documento Básico DB HS 1 Protección frente a la humedad.

Directiva Comunitaria 89/106/CEE Productos de Construcción (DPC).

#### 8.4 PÁGINAS WEB

---

1- [www.cnpml.org/html/archivos/Ponencias/Ponencias-ID57.pdf](http://www.cnpml.org/html/archivos/Ponencias/Ponencias-ID57.pdf) , “optimización de procesos cerámicos industriales 2001, Xavier Elías

2.- [www.europa.eu.int](http://www.europa.eu.int), portal de la Unión Europea “Europa”.

3.- [www.epa.gov](http://www.epa.gov), portal de la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (“Environmental Protection Agency”).

4.- [www.cnpml.org/html/archivos/Ponencias/Ponencias-ID59.pdf](http://www.cnpml.org/html/archivos/Ponencias/Ponencias-ID59.pdf), Xavier Elías, Medellín 2001

5.-  
[www.lluisvives.com/servlet/SirveObras/02482953222461617444424/012011\\_4.pdf](http://www.lluisvives.com/servlet/SirveObras/02482953222461617444424/012011_4.pdf)

## **9.- PRODUCCIÓN CIENTÍFICA Y TÉCNICA**

Producción científica, proyectos y optimización industrial derivados del presente trabajo de tesis

### **Producción científica**

SÁNCHEZ DE ROJAS, M.I.; MARÍN, F.P.; FRÍAS, M.; VALENZUELA, E.; RODRÍGUEZ, O. Influence of freezing test methods, composition and microstructure on frost durability assessment of clay roofing tiles. *Construction and Building Materials*, **25**, 2888-2897 (2011).

DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2010.12.041

### **Proyectos de investigación subvencionados**

Título: Aumento de la resistencia a la helada de las tejas cerámicas y mejora de su evaluación

Periodo: 2008-2009

Organismos subvencionadores:

1) Ministerio de Industria, Turismo y Comercio. Programa Nacional de Proyectos de Desarrollo Experimental. Año 2008. Subprograma: Desarrollo Experimental - Industrial. Número de Identificación del expediente: DEX-600200-2008-91

2) CDTI

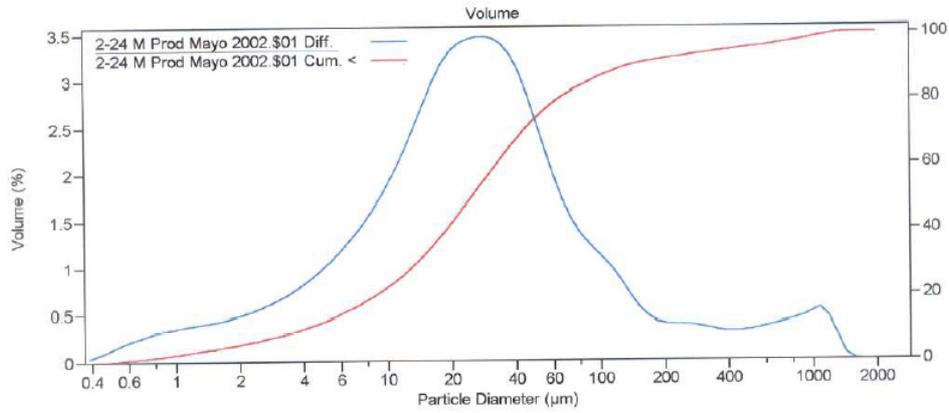
### **Optimización industrial**

Los resultados de este trabajo de investigación se han utilizado para optimizar la producción de diversas plantas industriales de fabricación de tejas cerámicas en España y Portugal.



# APÉNDICE I. GRANULOMETRIAS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS LASER

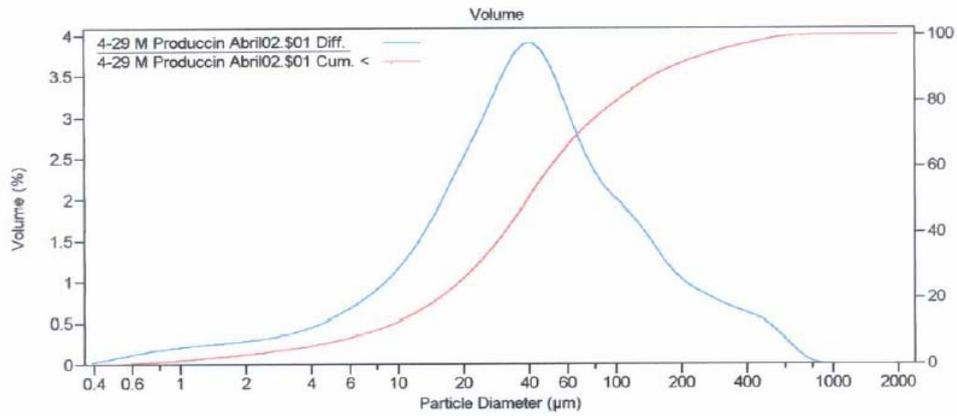
M1



<b>Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm</b>	
Media	81,17 µm
Mediana	24,88 µm
Moda	28,70 µm
Desviación típica	193,8 µm
Coefficiente de variación	239 %
Media/mediana	3,262
d <sub>10</sub>	4,017 µm
d <sub>90</sub>	137,50 µm

<b>Diámetro de partícula (µm)</b>	<b>Volumen (&lt; %)</b>	<b>Volumen acumulado (%)</b>
< 4	9,96	9,96
4-63	70,1	80,1
> 63	19,9	100

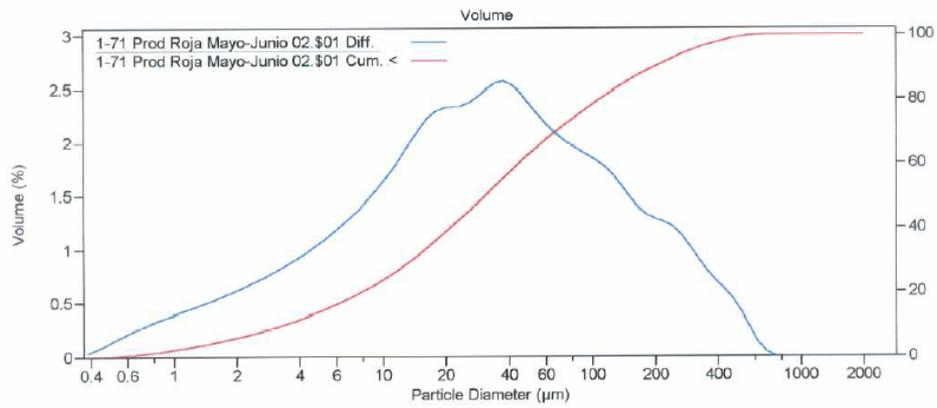
M2



Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm	
Media	74,59 µm
Mediana	39,44 µm
Moda	41,68 µm
Desviación típica	102,9 µm
Coefficiente de variación	138 %
Media/mediana	1,891
d <sub>10</sub>	7,620 µm
d <sub>90</sub>	178,7 µm

Diámetro de partícula (µm)	Volumen (< %)	Volumen acumulado (%)
< 4	5,66	5,66
4-63	62,8	68,4
> 63	31,6	100

M3



Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm	
Media	71,37 µm
Mediana	31,08 µm
Moda	37,97 µm
Desviación típica	101,2 µm
Coefficiente de variación	142 %
Media/mediana	2,296
d <sub>10</sub>	3,383µm
d <sub>90</sub>	200,9 µm

Diámetro de partícula (µm)	Volumen (< %)	Volumen acumulado (%)
< 4	11,6	11,6
4-63	57,2	68,8
> 63	31,2	100

M4

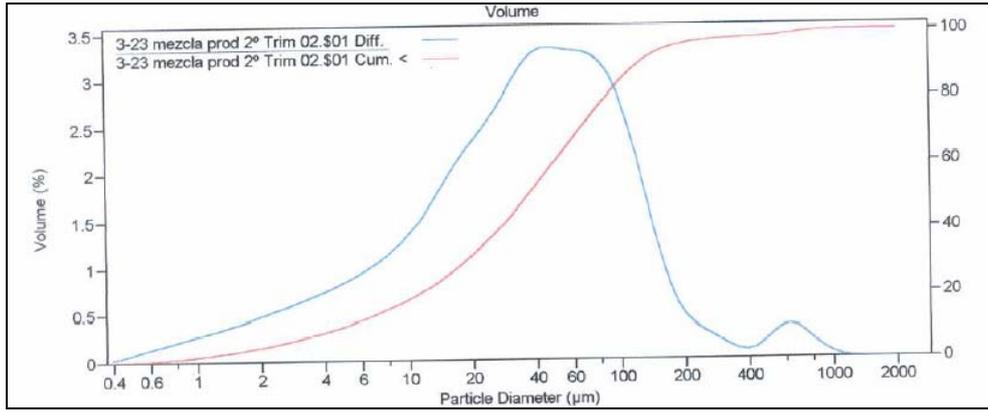
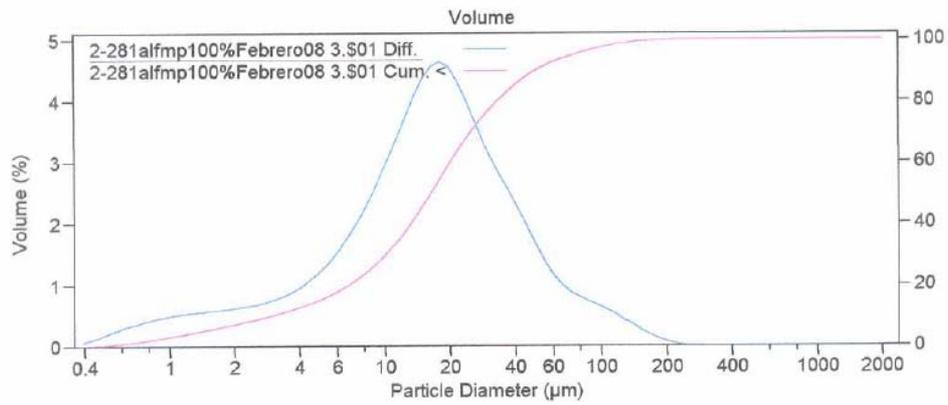


Figura: Volumen (%) en función del tamaño de partícula

Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm	
Media	62,78 µm
Mediana	36,23 µm
Moda	45,75 µm
Desviación típica	103,1 µm
Coefficiente de variación	164 %
Media/mediana	1,733
d <sub>10</sub>	4,640 µm
d <sub>90</sub>	121,0 µm

Diámetro de partícula (µm)	Volumen (< %)	Volumen acumulado (%)
< 4	8,77	8,77
4-63	61,4	70,2
> 63	29,8	100

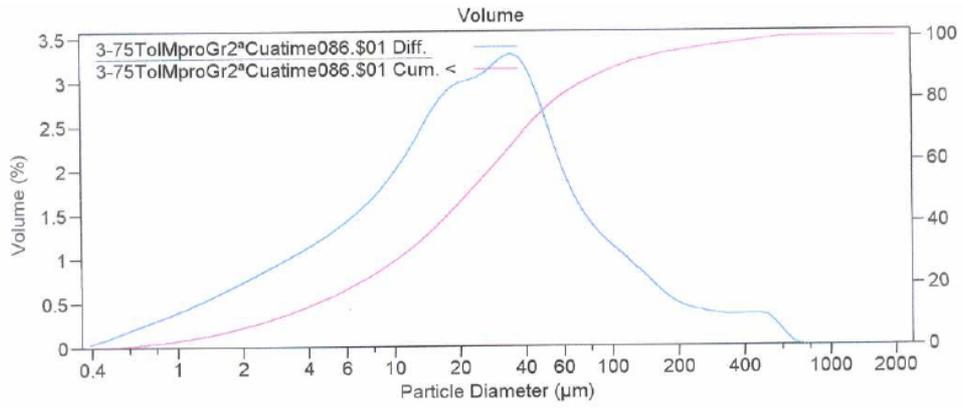
M5 = M6



Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm	
Media	23,58 µm
Mediana	16,42 µm
Moda	18,00 µm
Desviación típica	25,52 µm
Coefficiente de variación	108 %
Media/mediana	1,436
d <sub>10</sub>	2,989 µm
d <sub>90</sub>	50,16 µm

Diámetro de partícula (µm)	Volumen (< %)	Volumen acumulado (%)
< 4	12,6	12,6
4-63	80,9	93,5
> 63	6,49	100

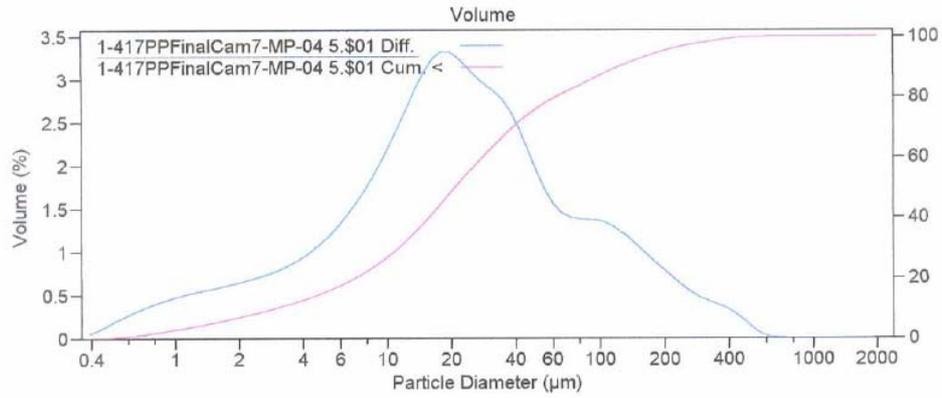
M7



Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm	
Media	46,59 µm
Mediana	22,19 µm
Moda	34,58 µm
Desviación típica	79,56 µm
Coefficiente de variación	171 %
Media/mediana	2,099
d <sub>10</sub>	3,028 µm
d <sub>90</sub>	102,9 µm

Diámetro de partícula (µm)	Volumen (< %)	Volumen acumulado (%)
< 4	13,1	13,1
4-63	69,8	82,9
> 63	17,1	100

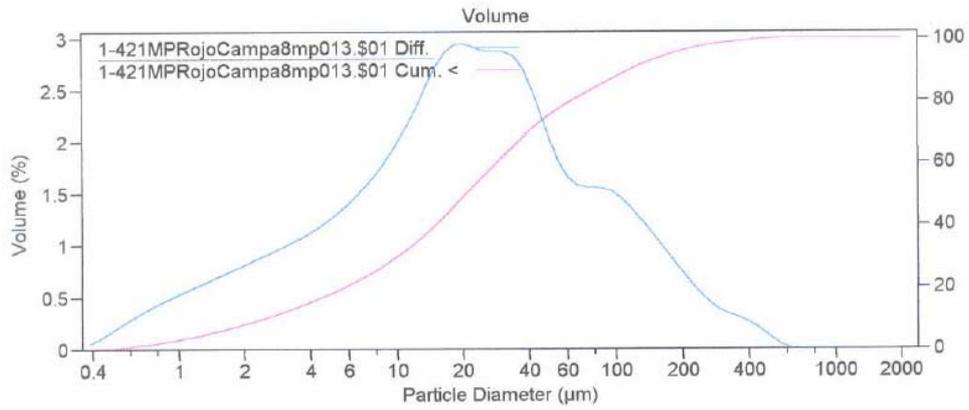
M8



<b>Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm</b>	
Media	46,70 µm
Mediana	20,81 µm
Moda	18,00 µm
Desviación típica	71,76 µm
Coefficiente de variación	154 %
Media/mediana	2,244
d <sub>10</sub>	2,981 µm
d <sub>90</sub>	122,5 µm

<b>Diámetro de partícula (µm)</b>	<b>Volumen (&lt; %)</b>	<b>Volumen acumulado (%)</b>
< 4	12,7	12,5
4-63	67,8	80,5
> 63	19,5	100

M9



<b>Estadísticas. Cálculos entre 0,375 a 2000 µm</b>	
Media	44,69 µm
Mediana	20,76 µm
Moda	18,00 µm
Desviación típica	66,98 µm
Coefficiente de variación	150 %
Media/mediana	2,153
d <sub>10</sub>	2,479 µm
d <sub>90</sub>	116,6 µm

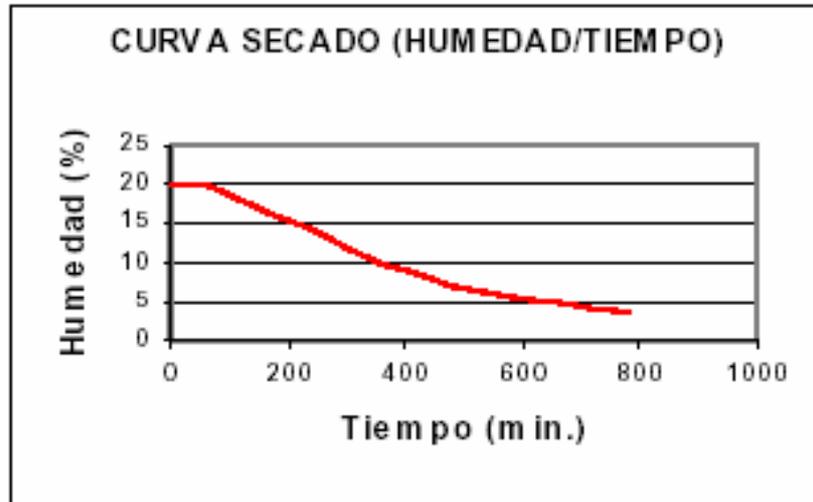
<b>Díámetro de partícula (µm)</b>	<b>Volumen (&lt; %)</b>	<b>Volumen acumulado (%)</b>
< 4	15,2	15,2
4-63	65,1	80,2
> 63	19,8	100

## APÉNDICE II. COMPORTAMIENTO AL SECADO

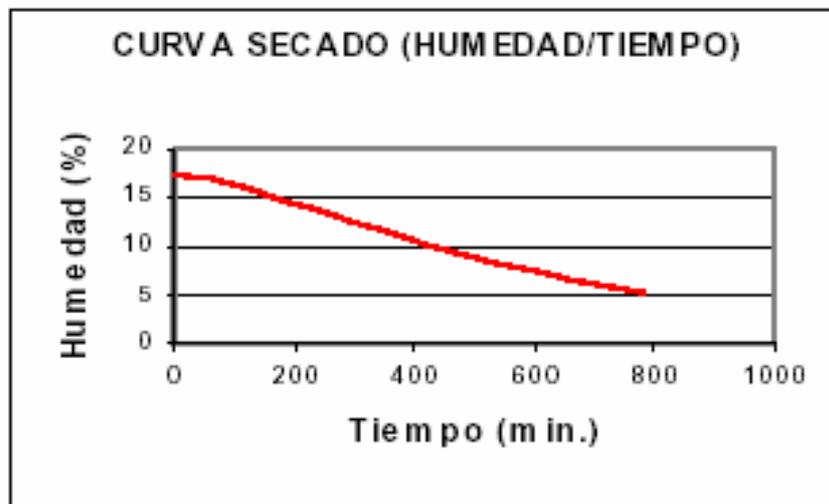
### II.1 CURVAS DE SECADO

---

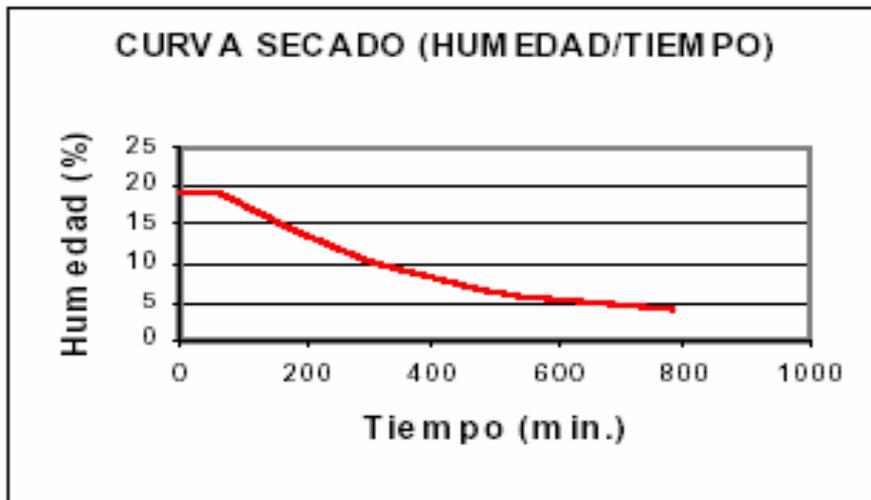
M1



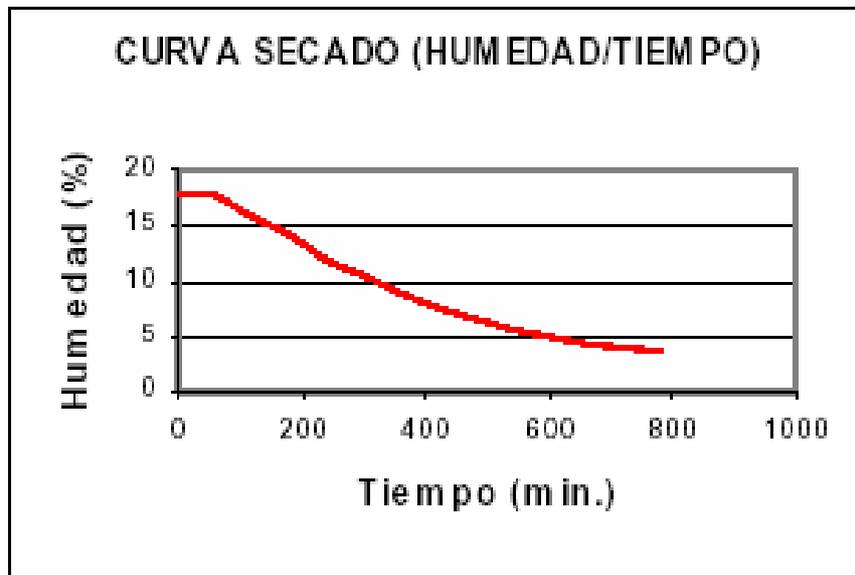
M2



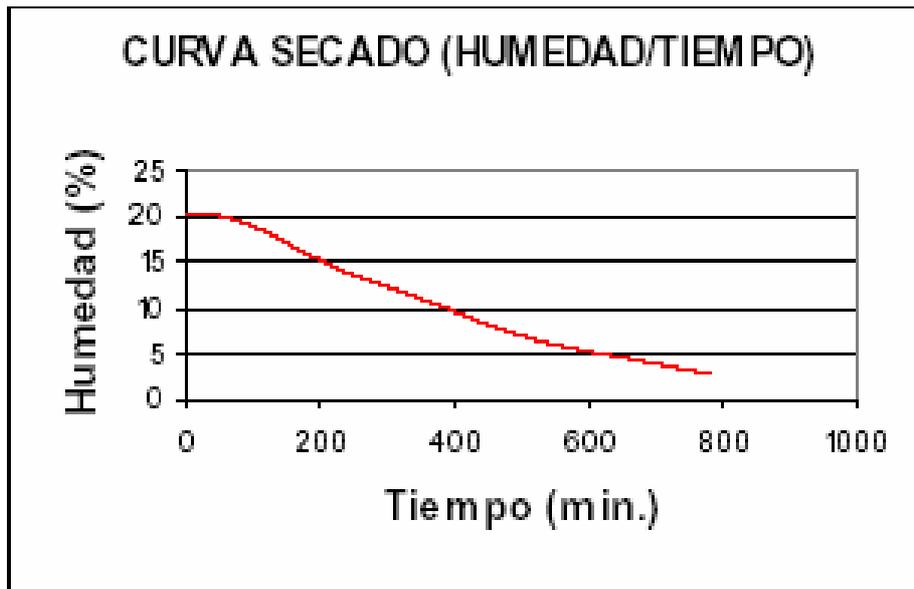
M3



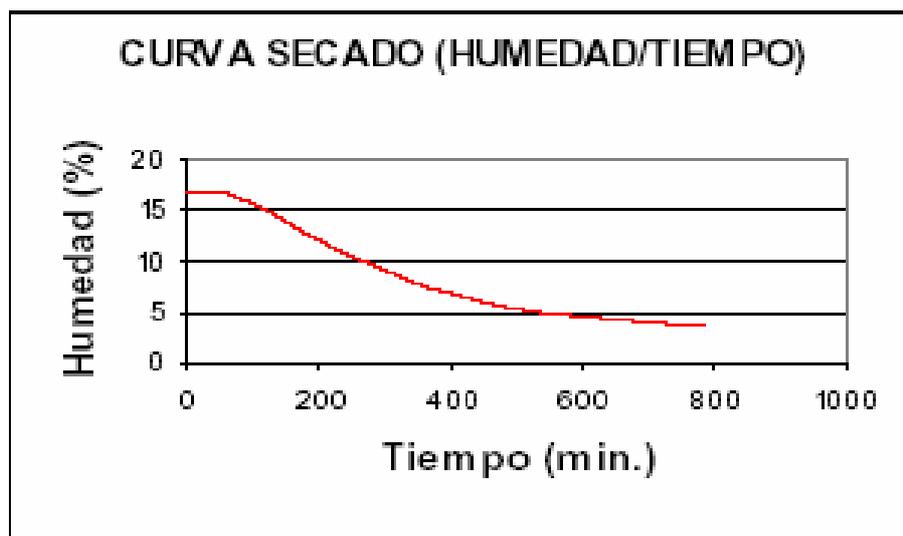
M4



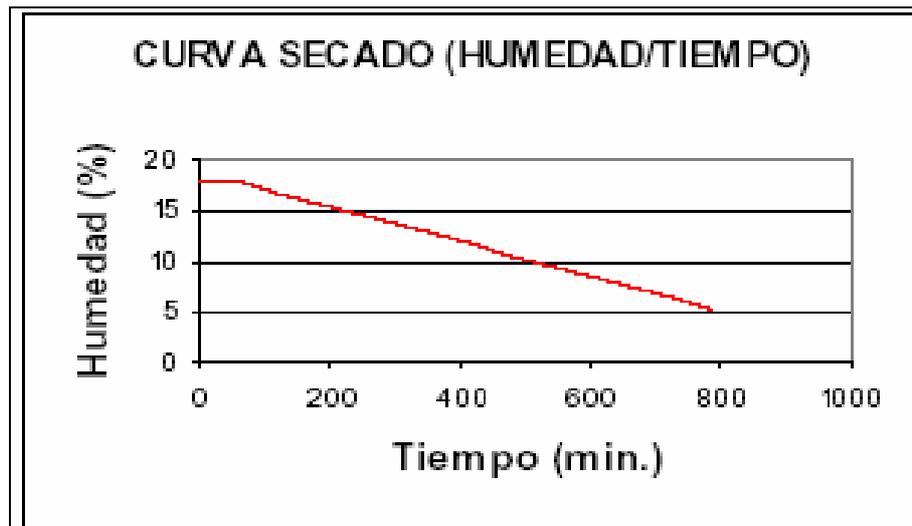
M5= M6



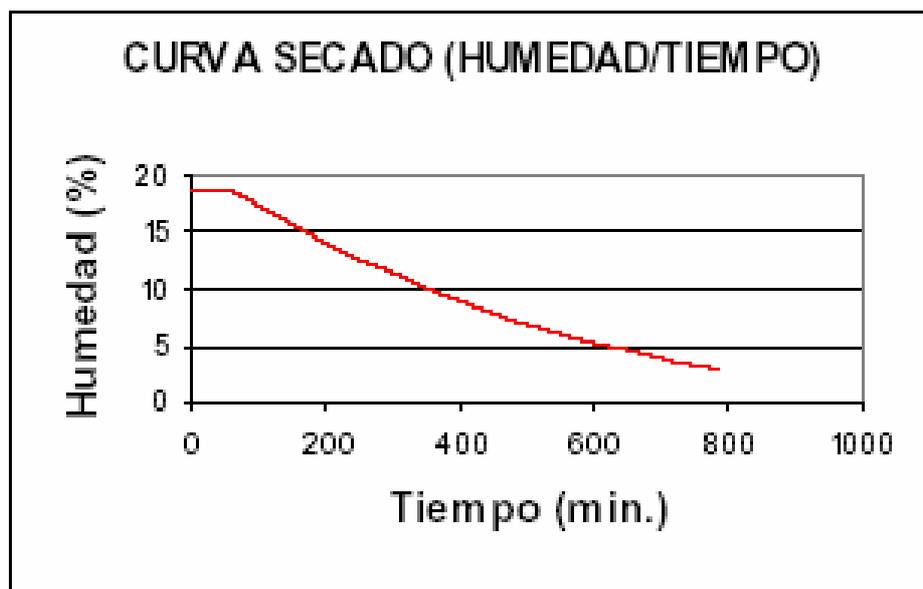
M7



M8



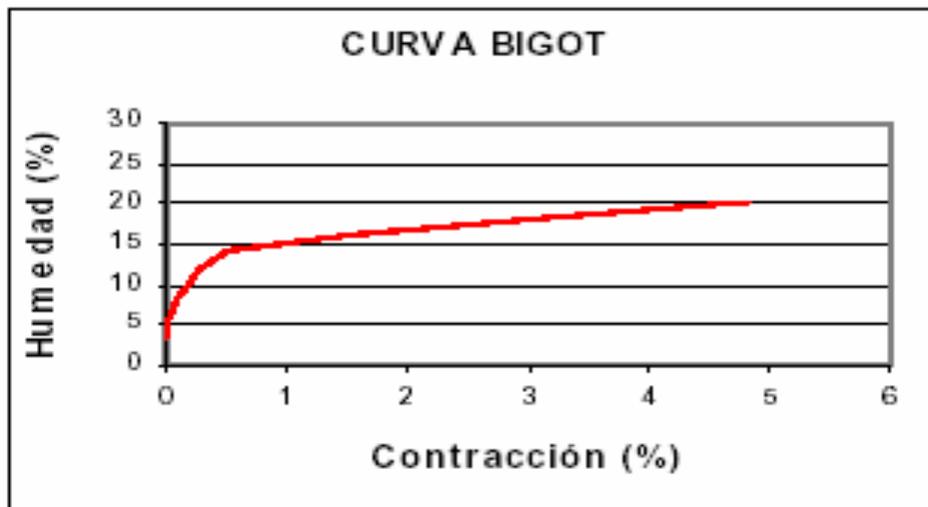
M9



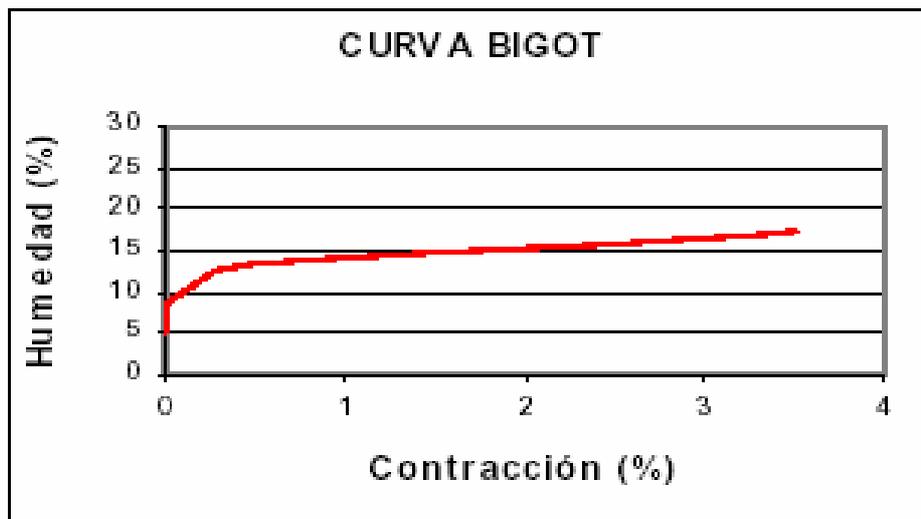
## II.2 CURVAS DE BIGOT

---

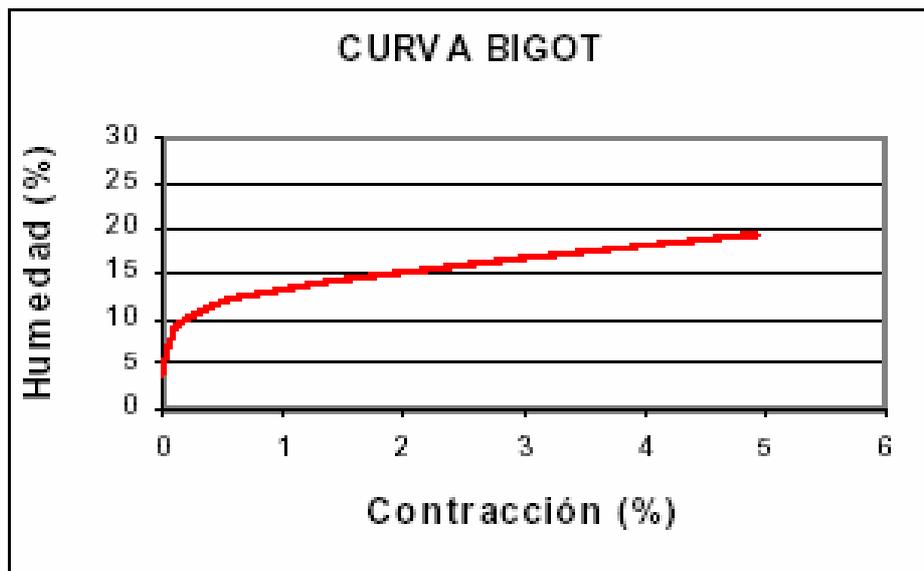
M1



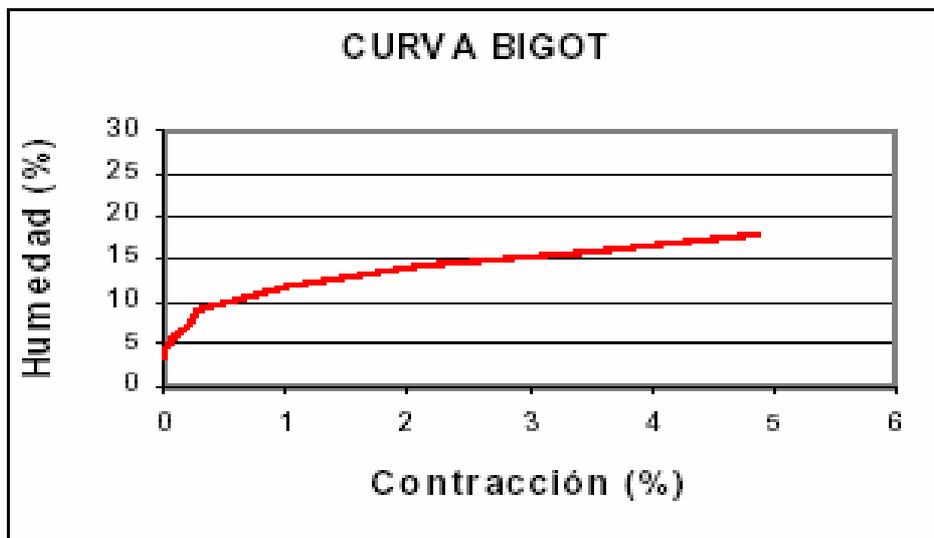
M2



M3

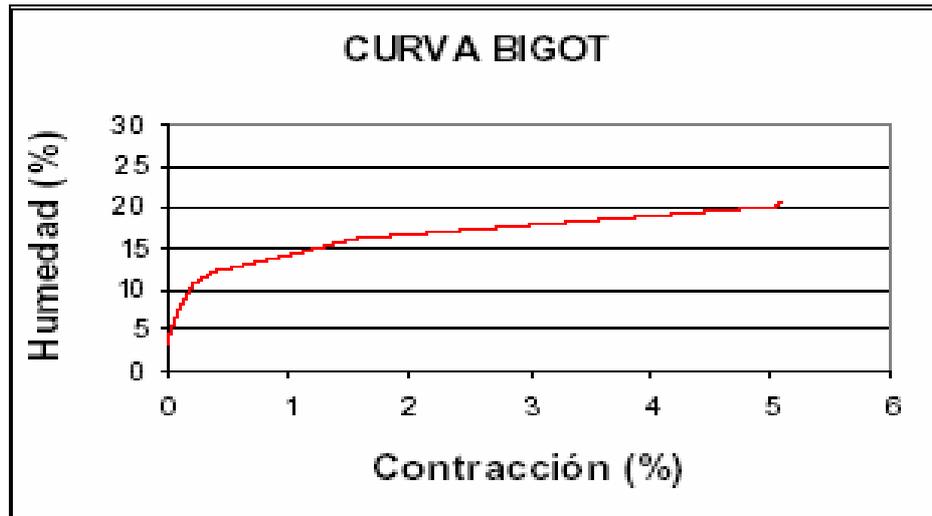


M4

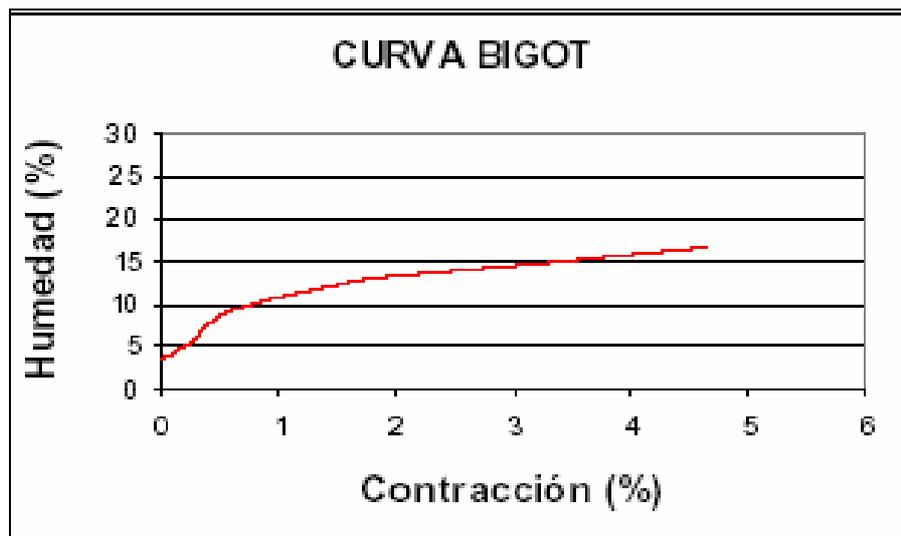


298

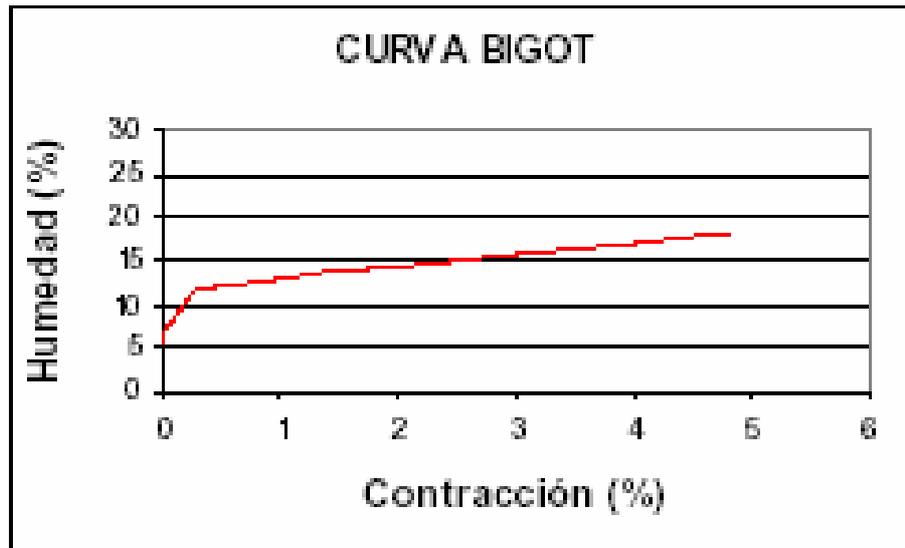
M5=M6



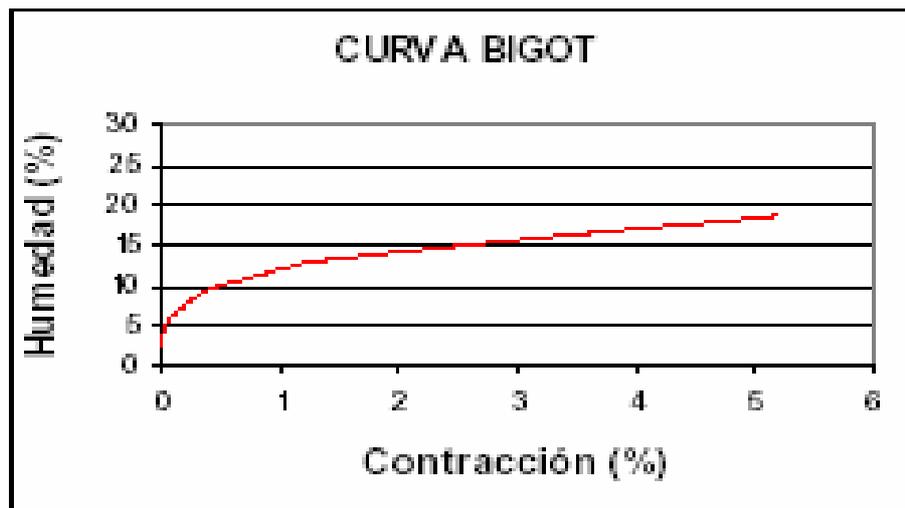
M7



M8



M9



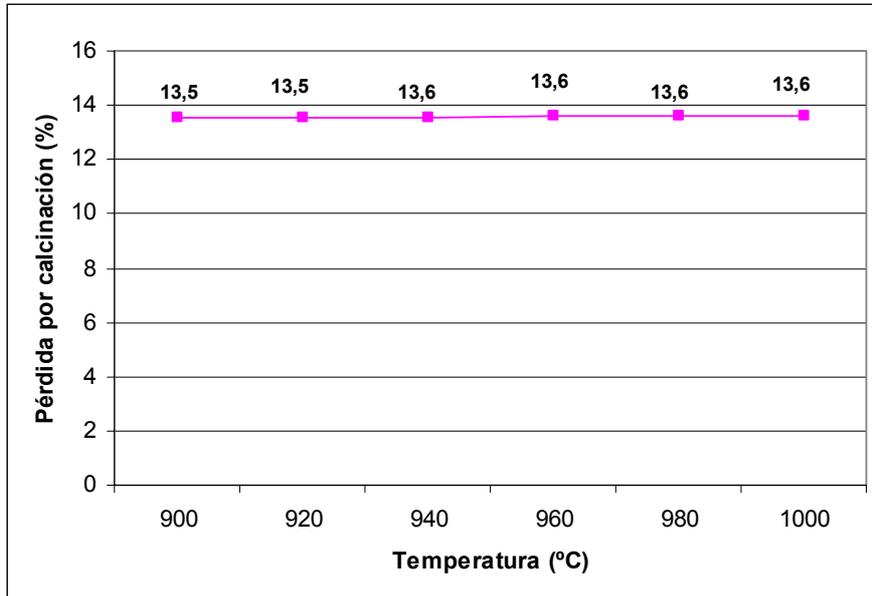
300

## APÉNDICE III. COMPORTAMIENTO EN COCCIÓN

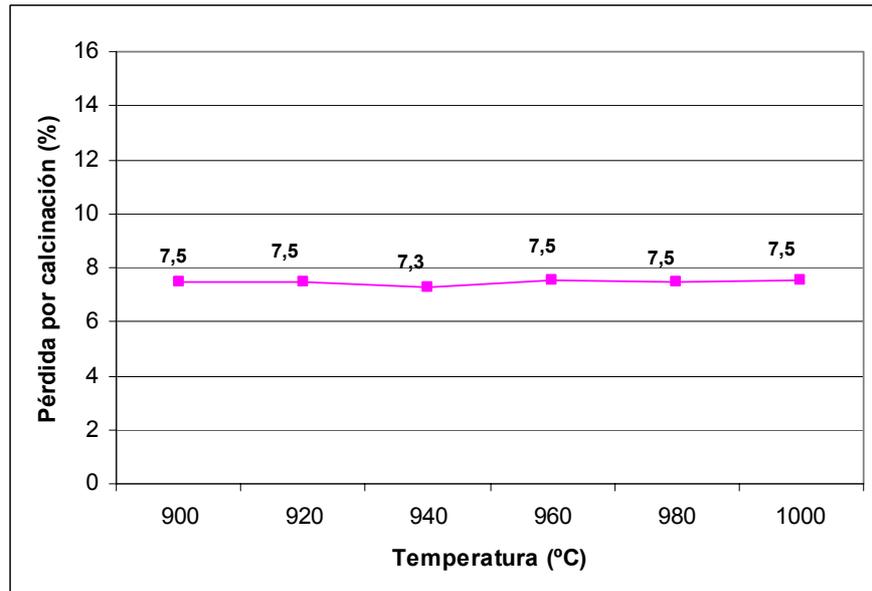
### III.1 PÉRDIDA POR CALCINACIÓN

---

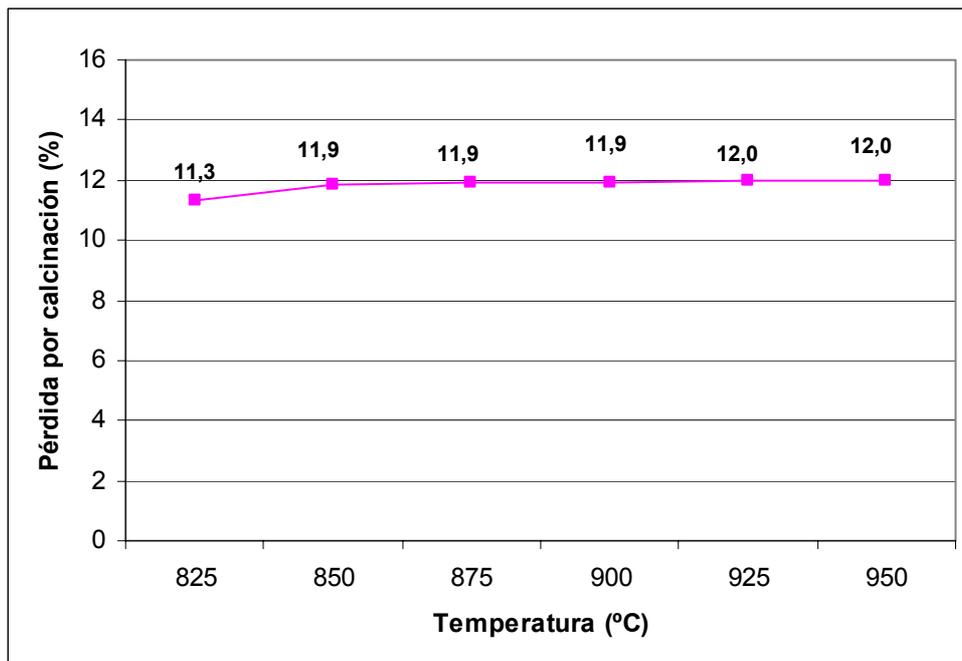
M1



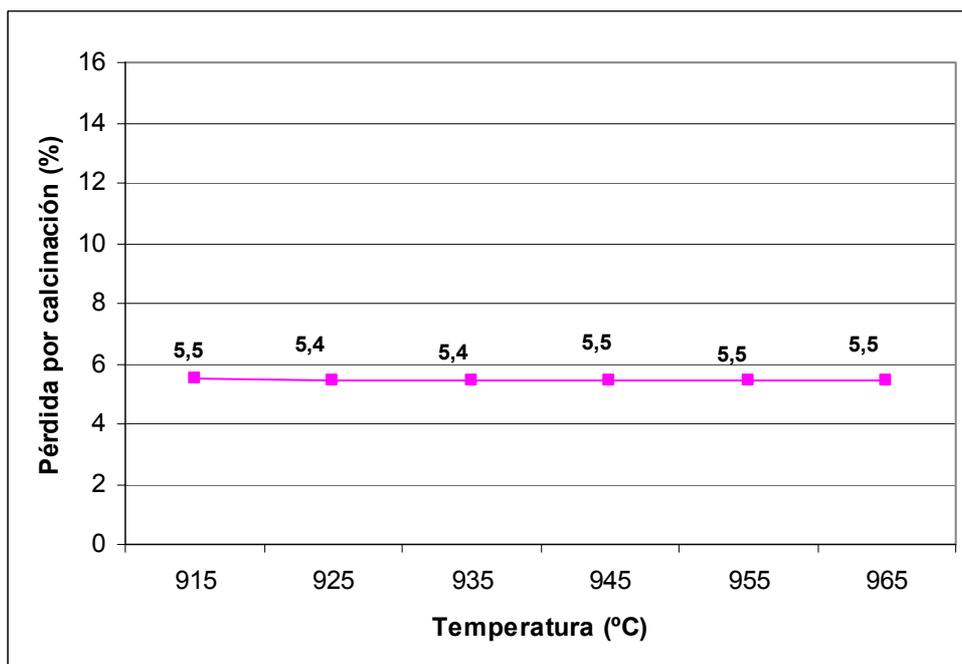
M2



M3

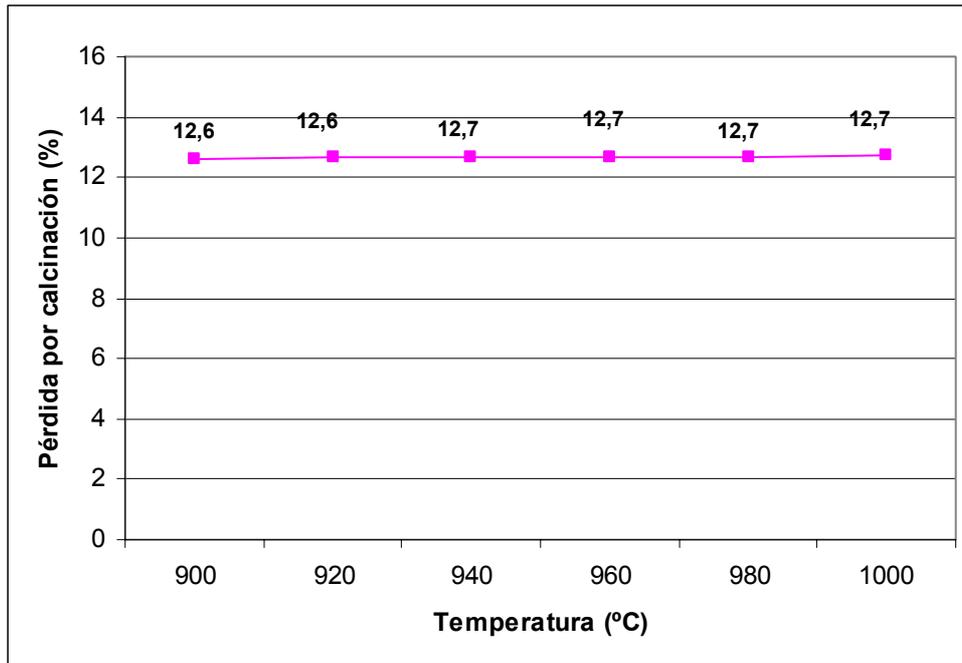


M4

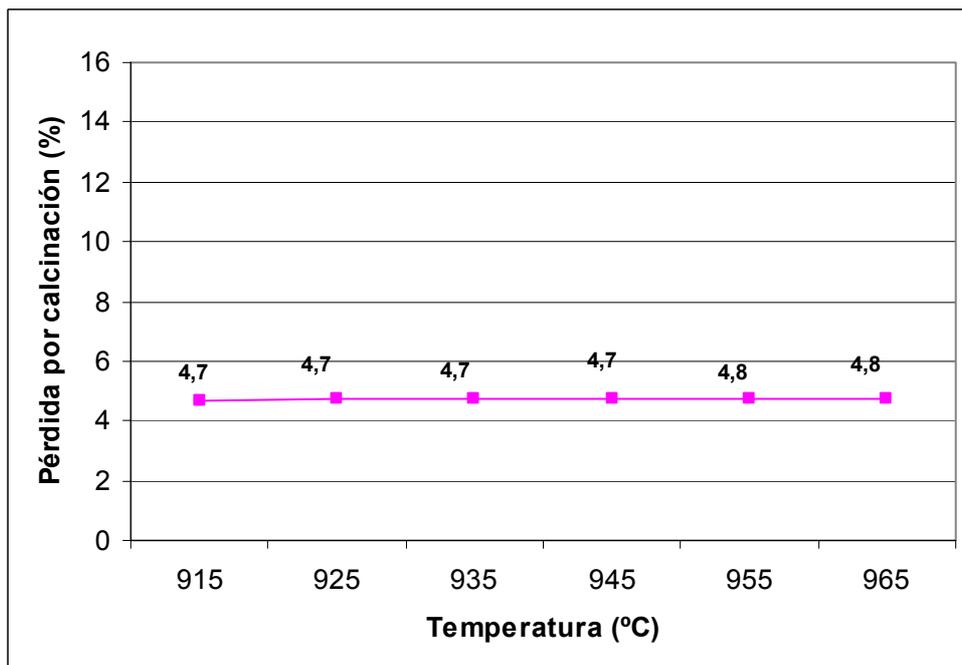


302

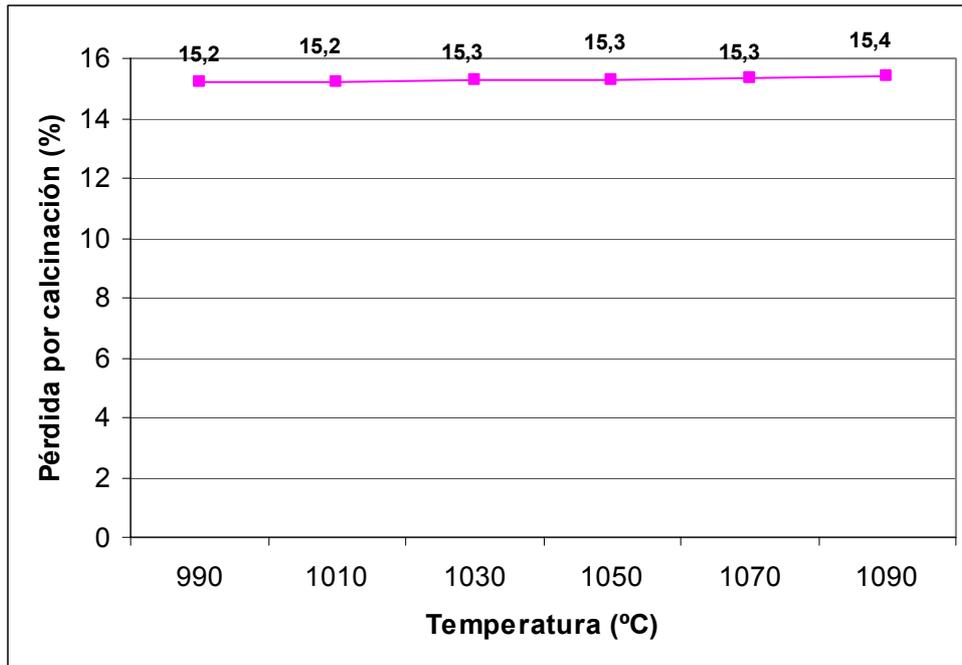
M5=M6



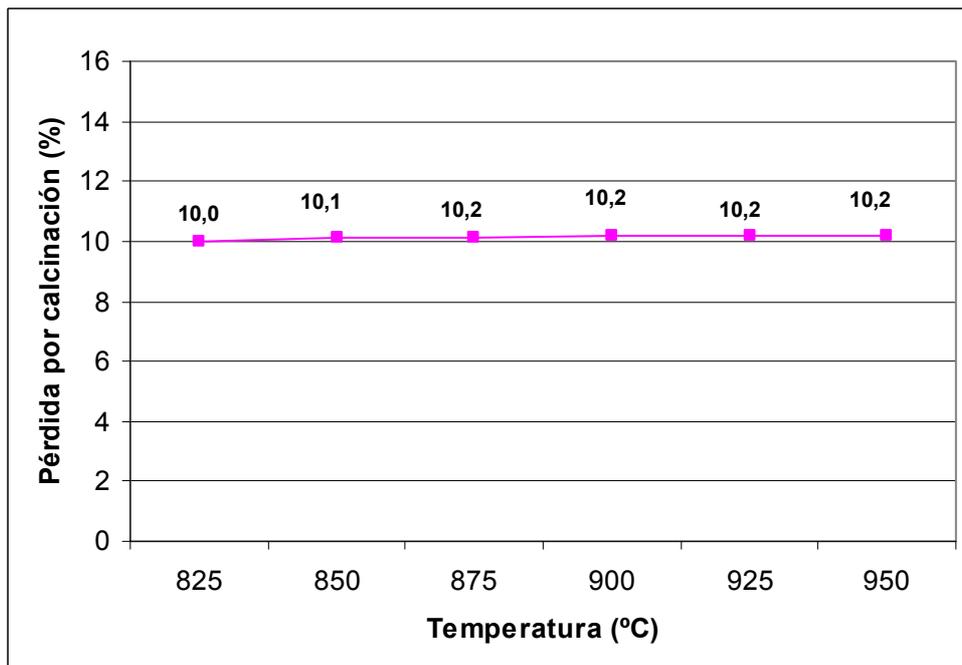
M7



M8



M9

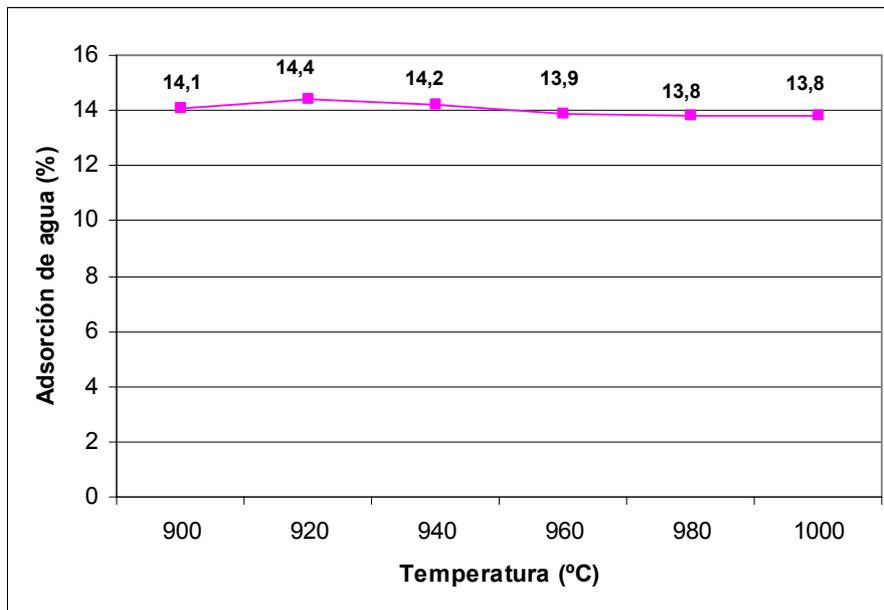


304

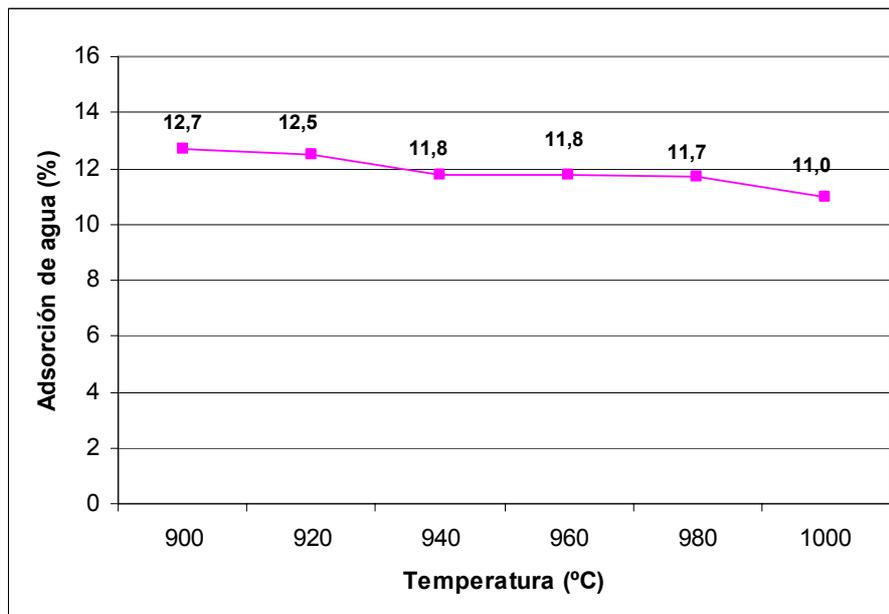
### III.2 ADSORCIÓN

---

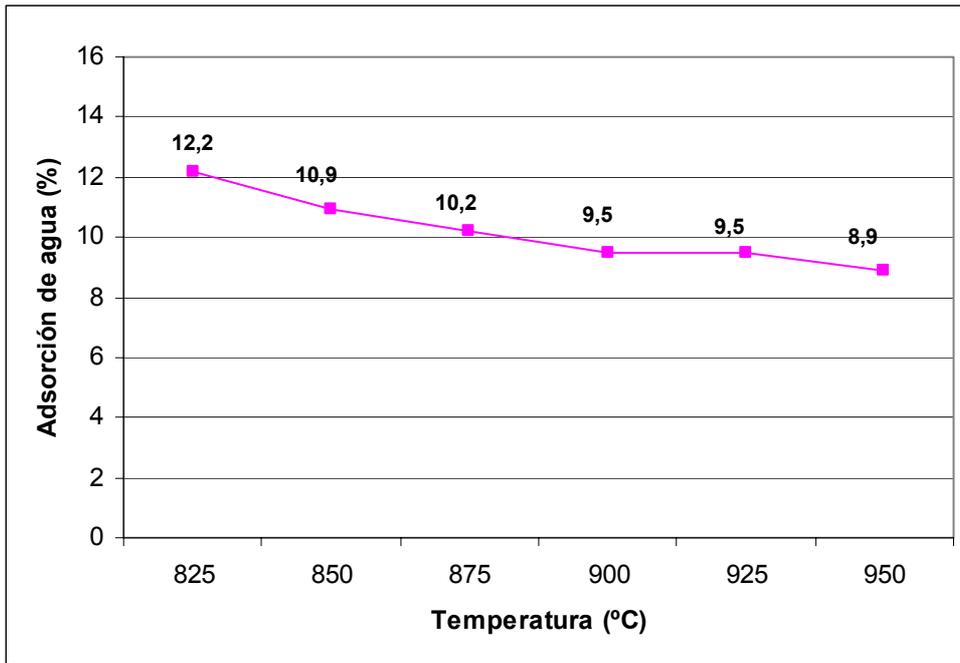
M1



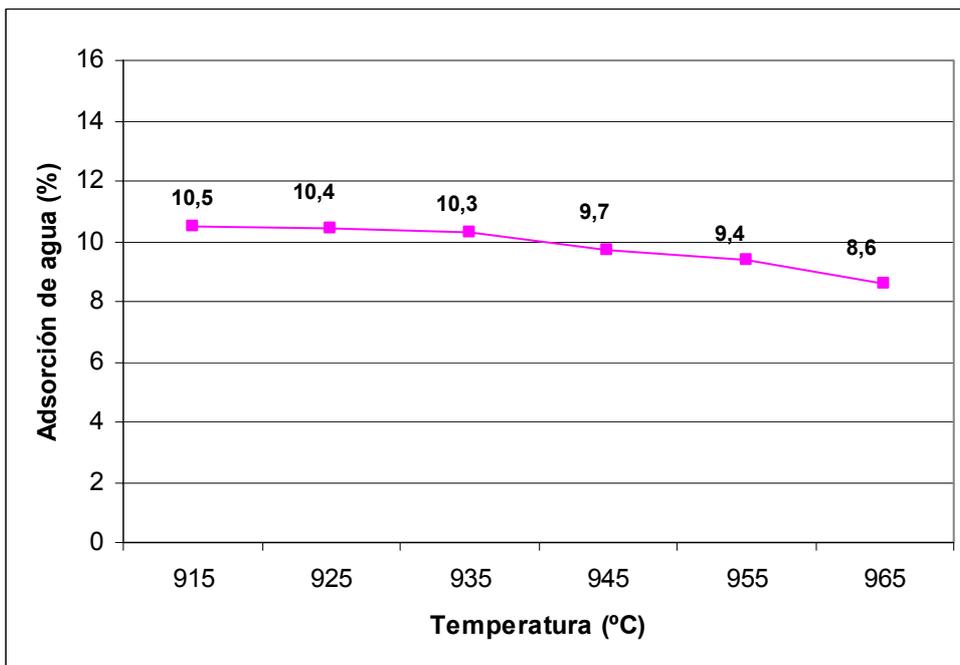
M2



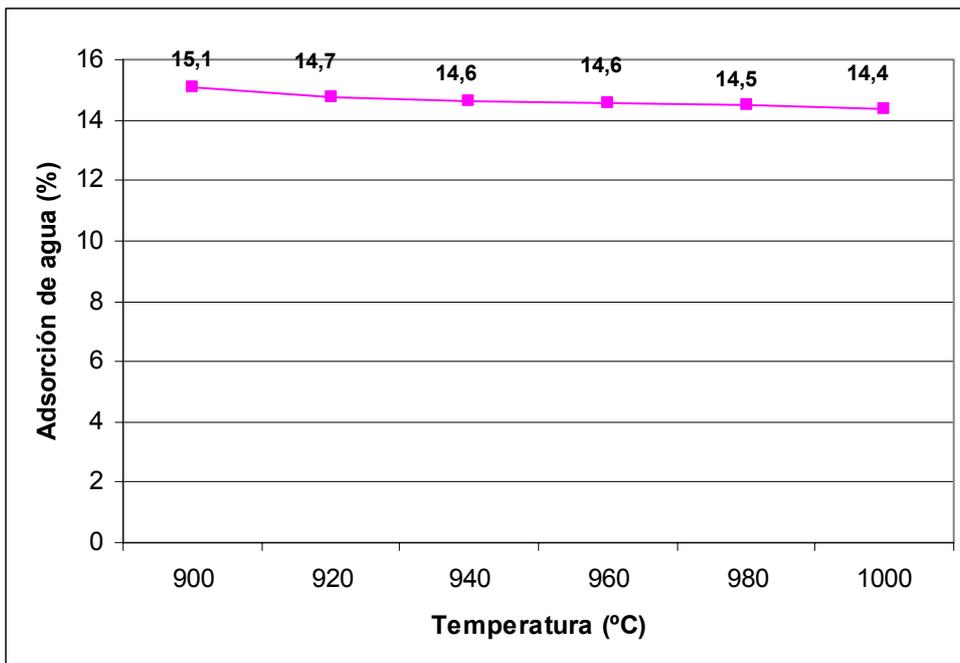
M3



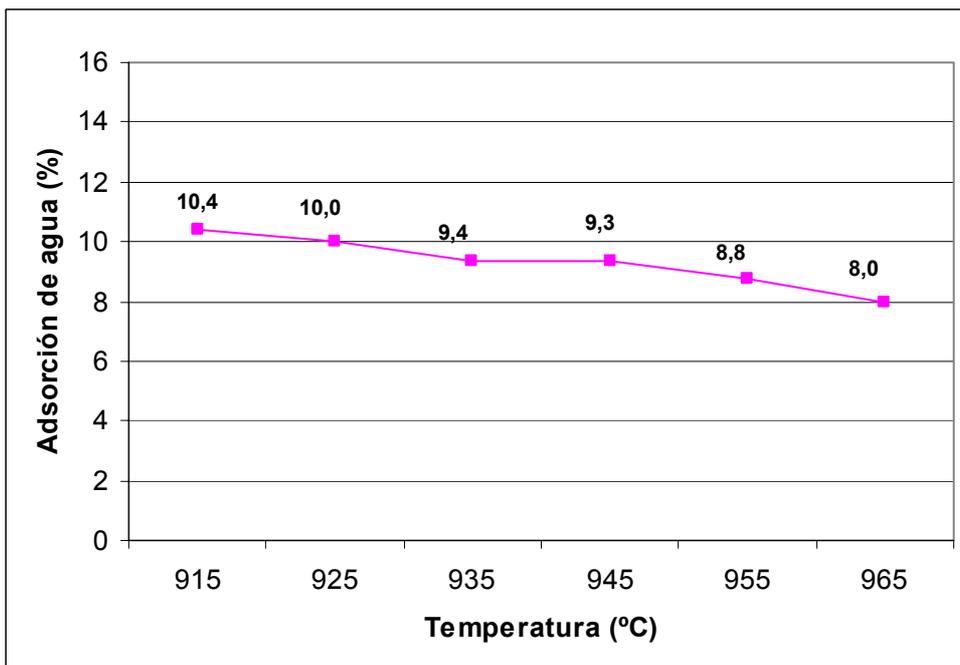
M4



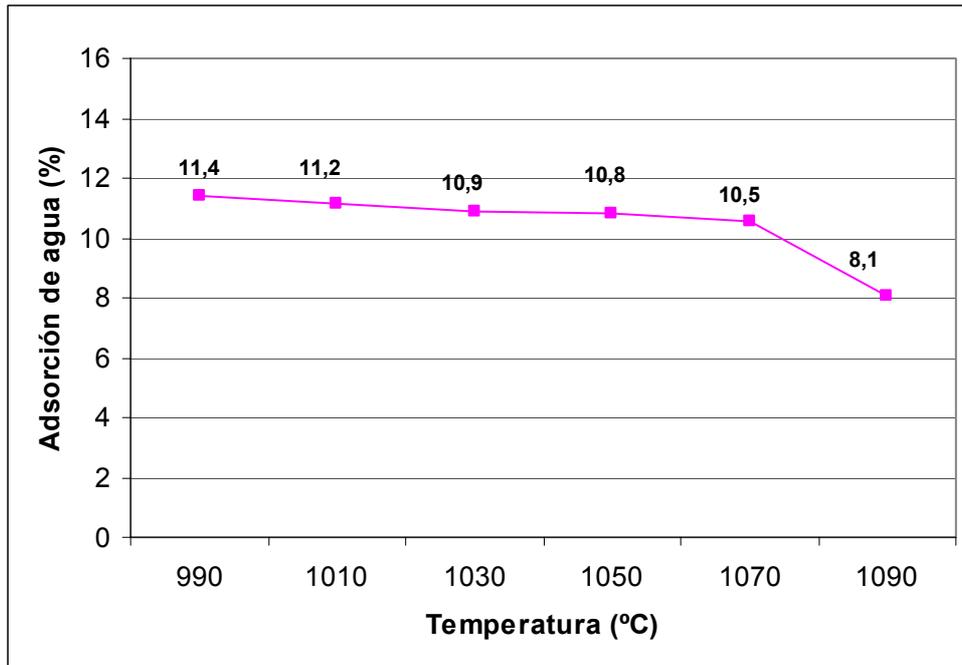
M5=M6



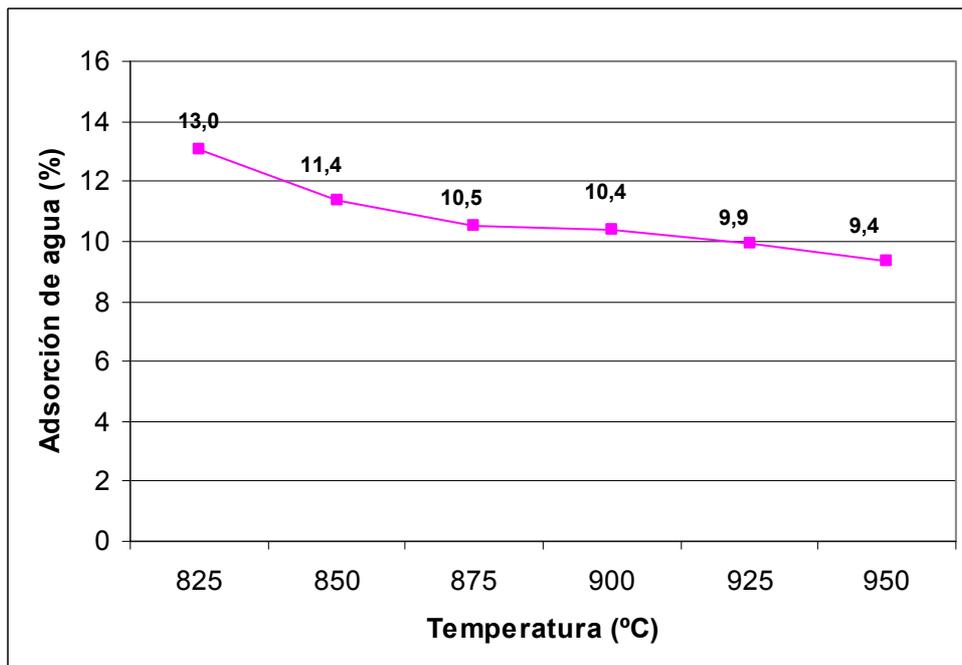
M7



M8



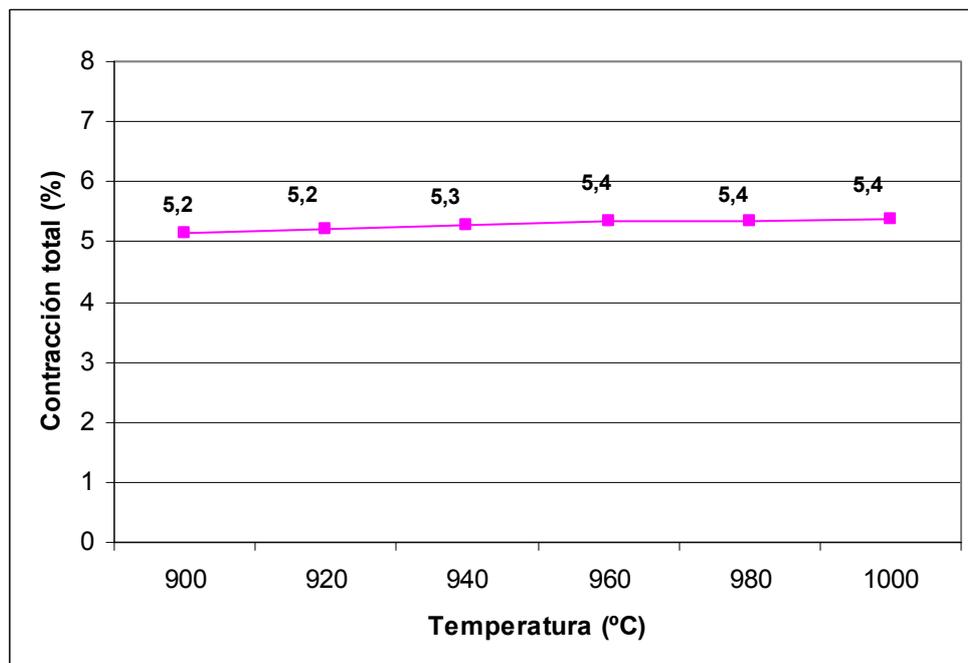
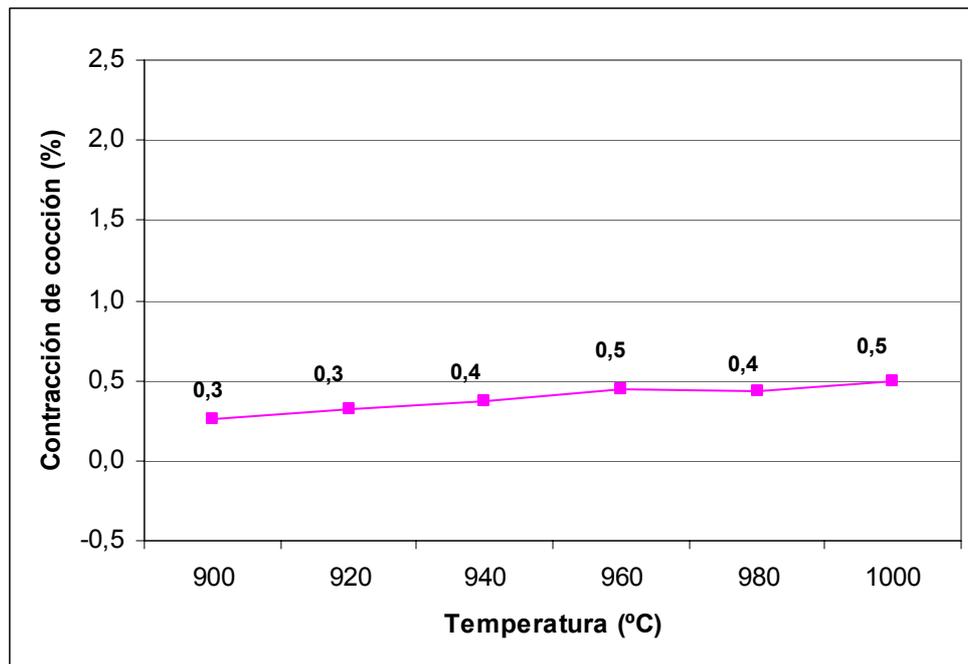
M9



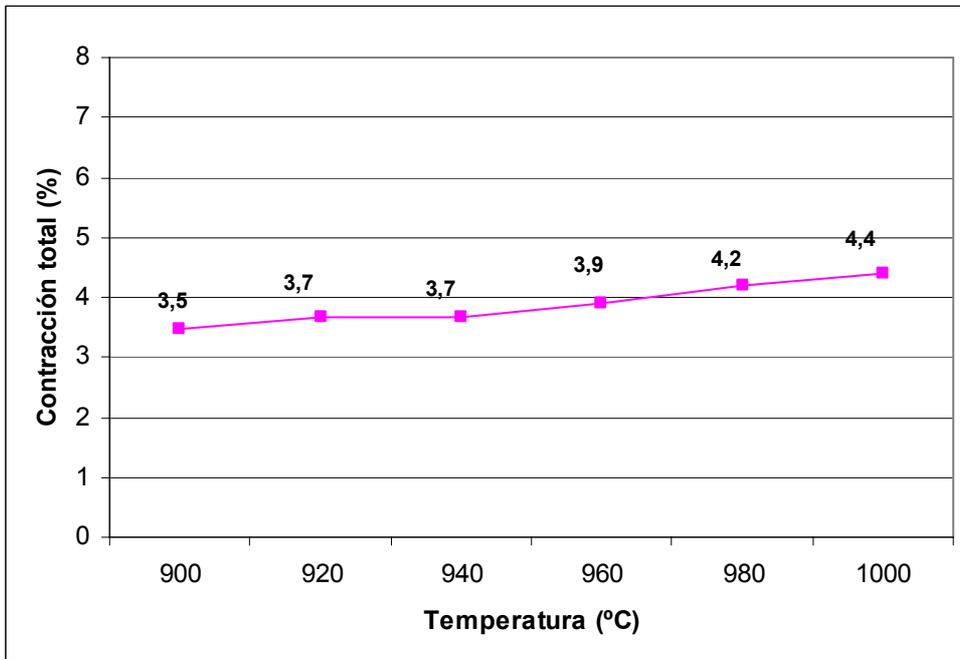
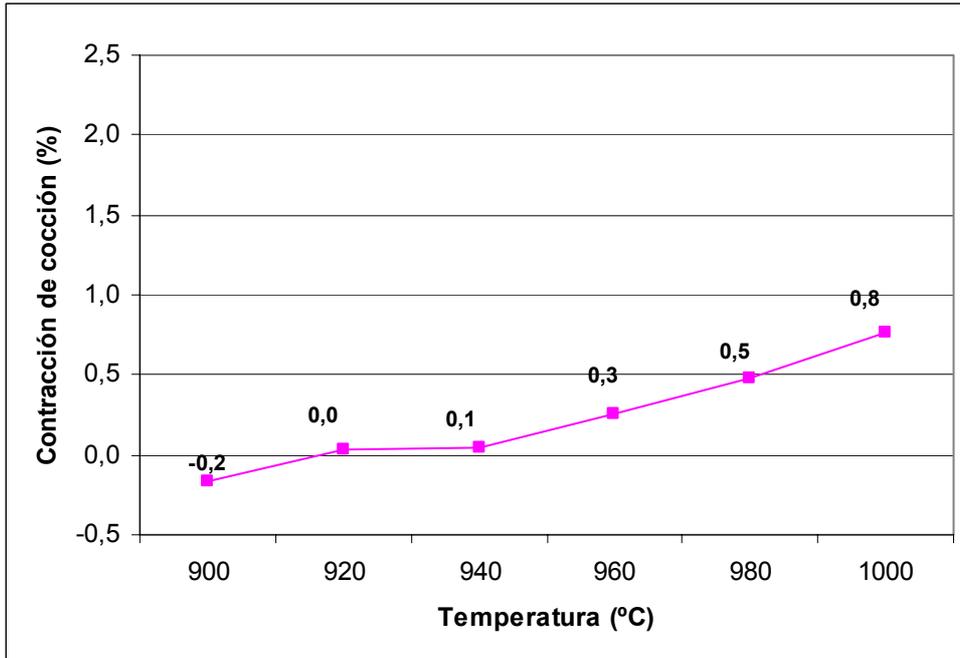
308

### III.3 CONTRACCIÓN DE COCCIÓN Y CONTRACCIÓN TOTAL

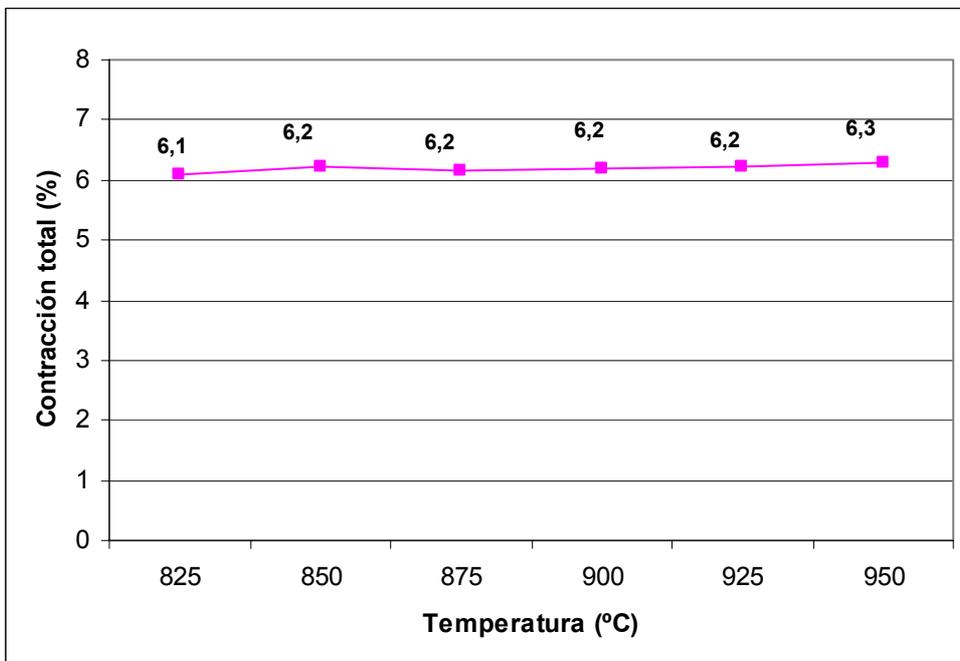
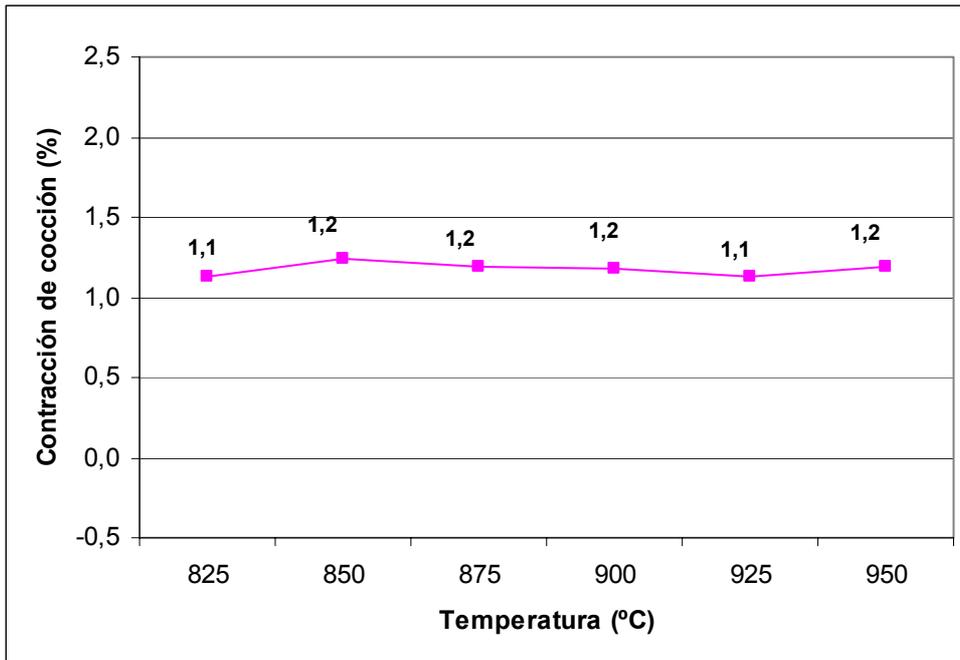
M1



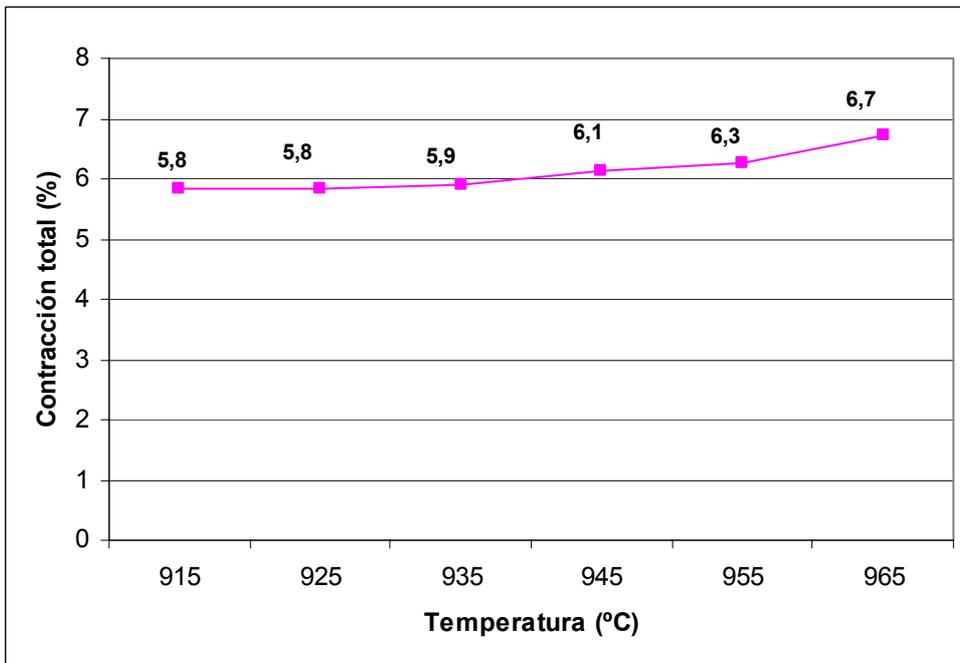
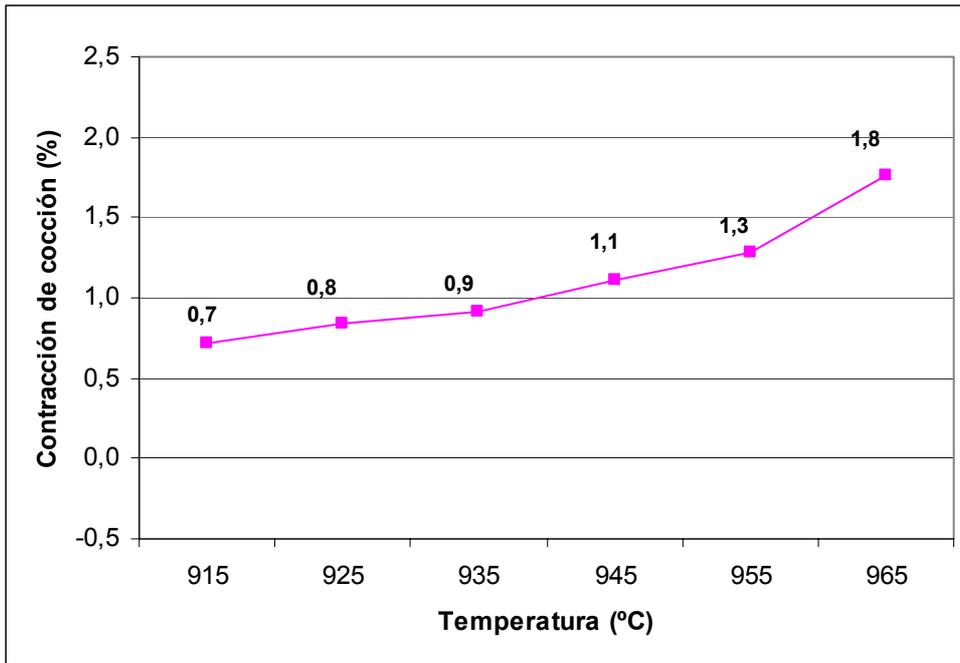
M2



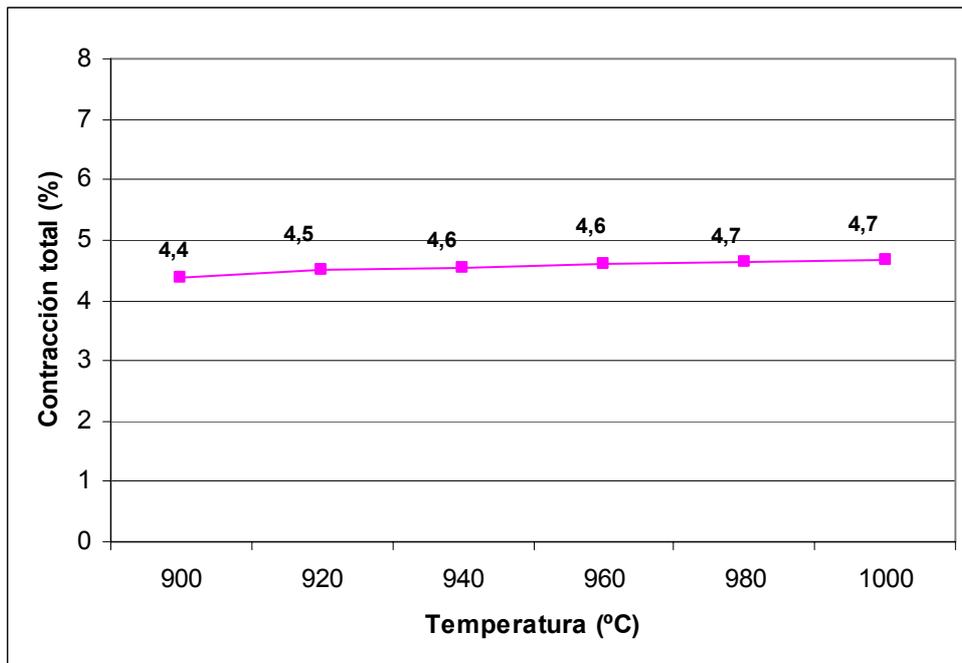
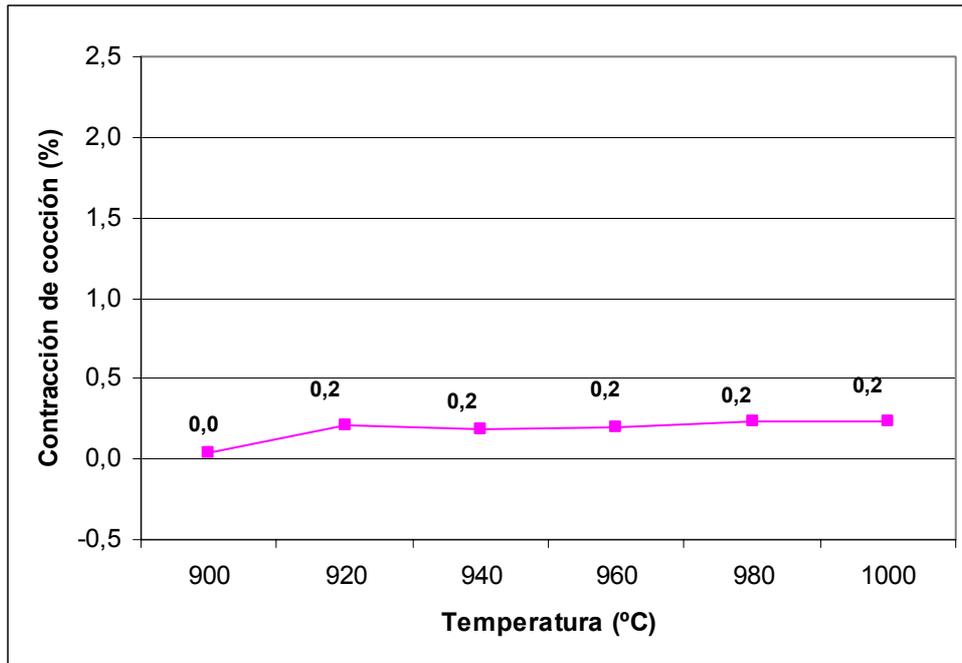
M3



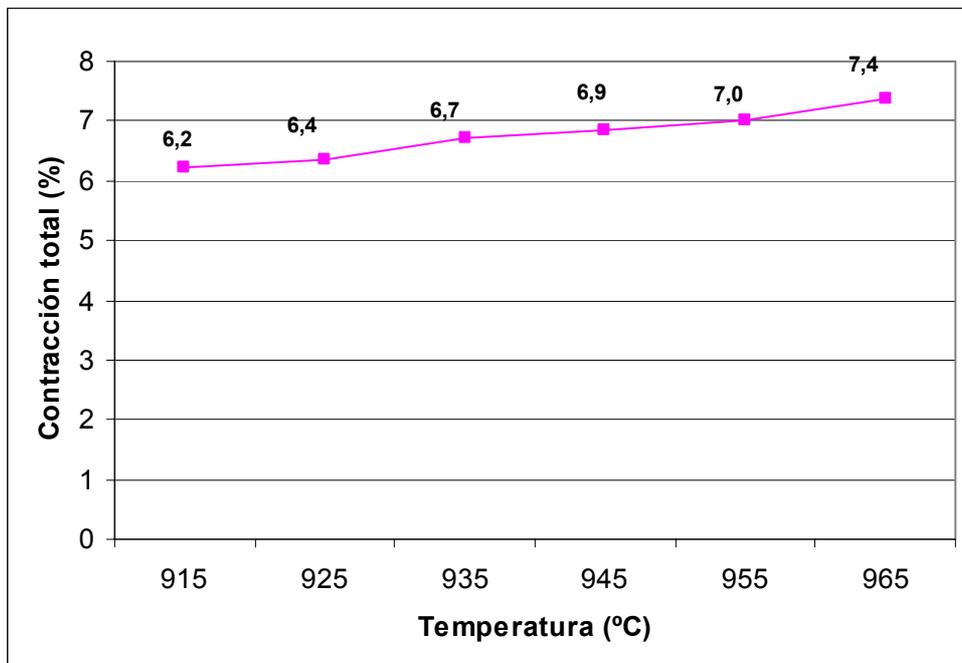
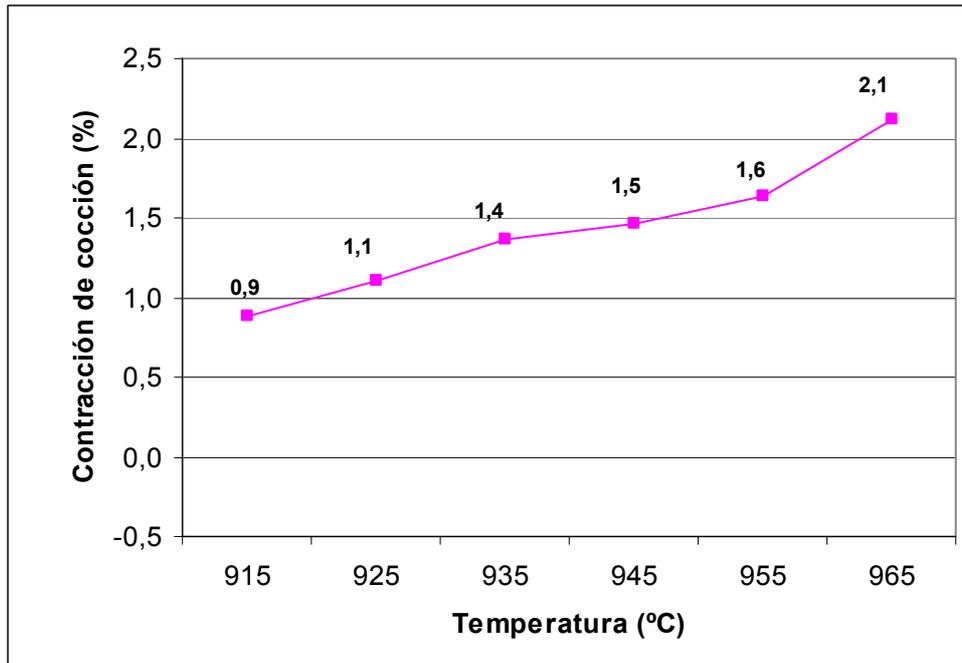
M4

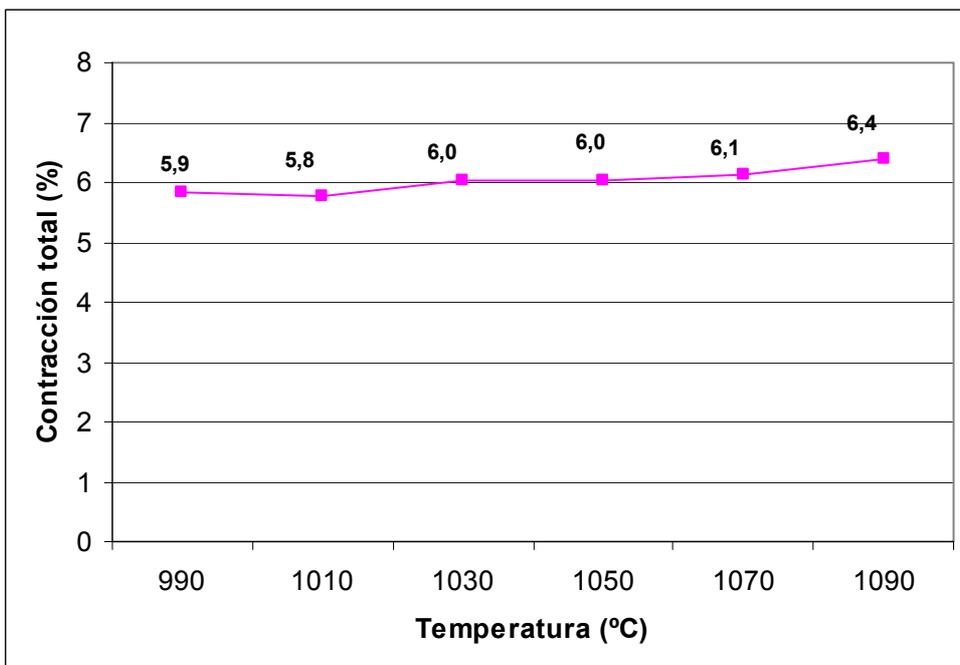
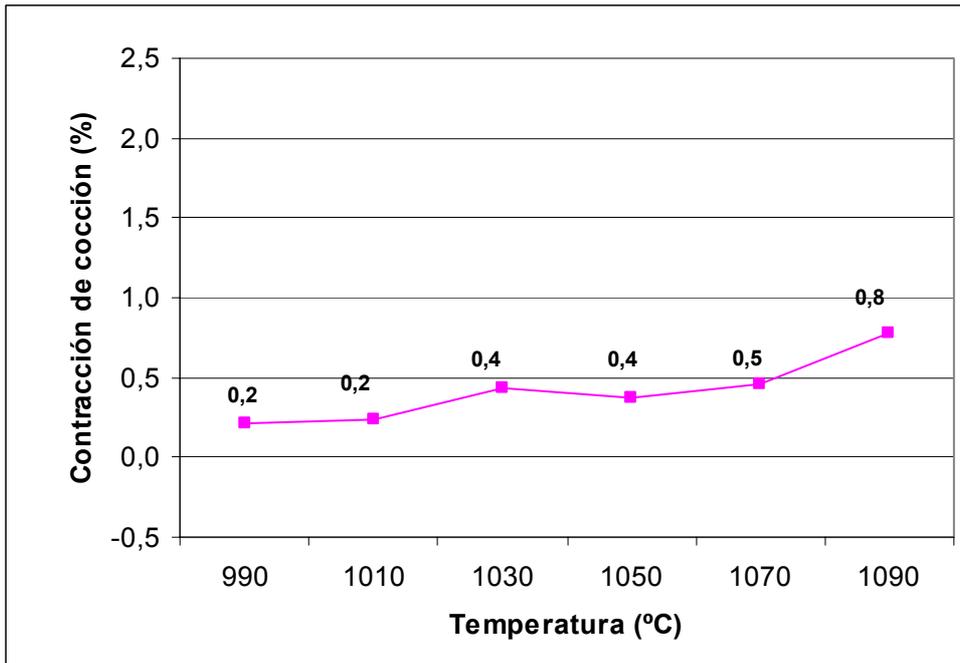


M5=M6

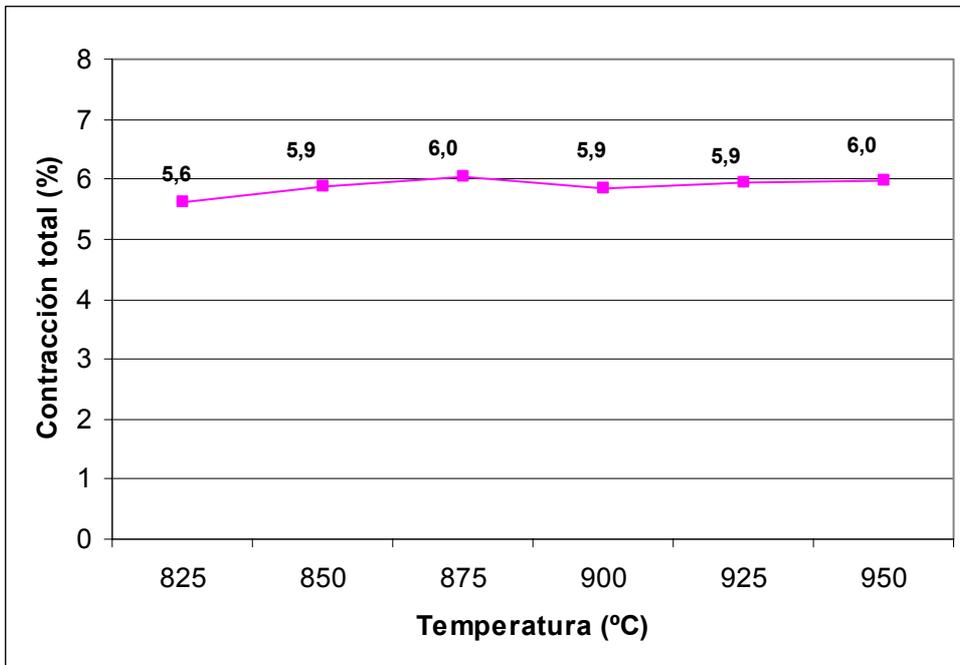
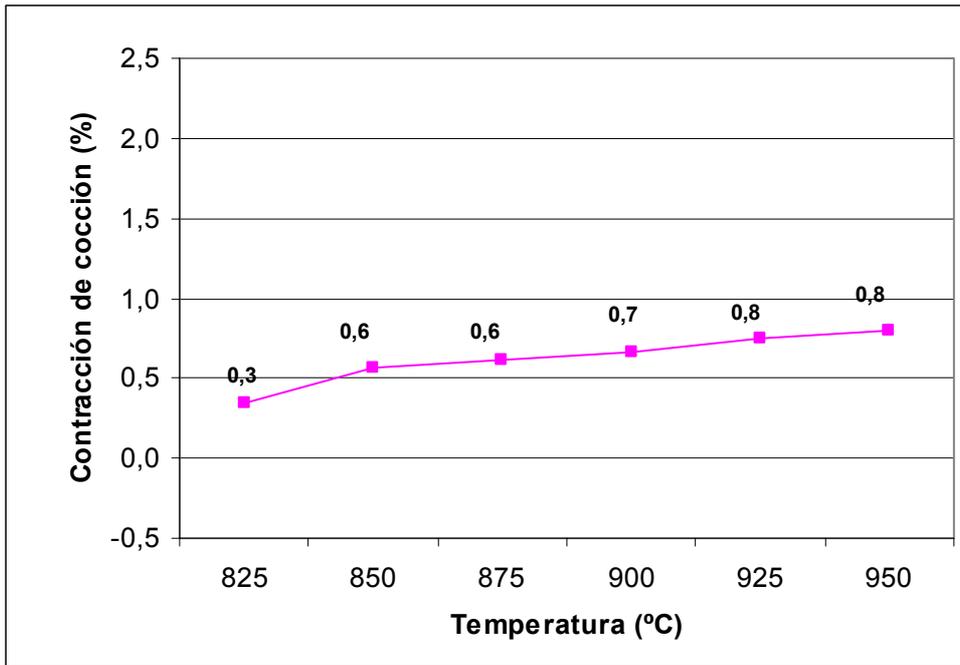


M7





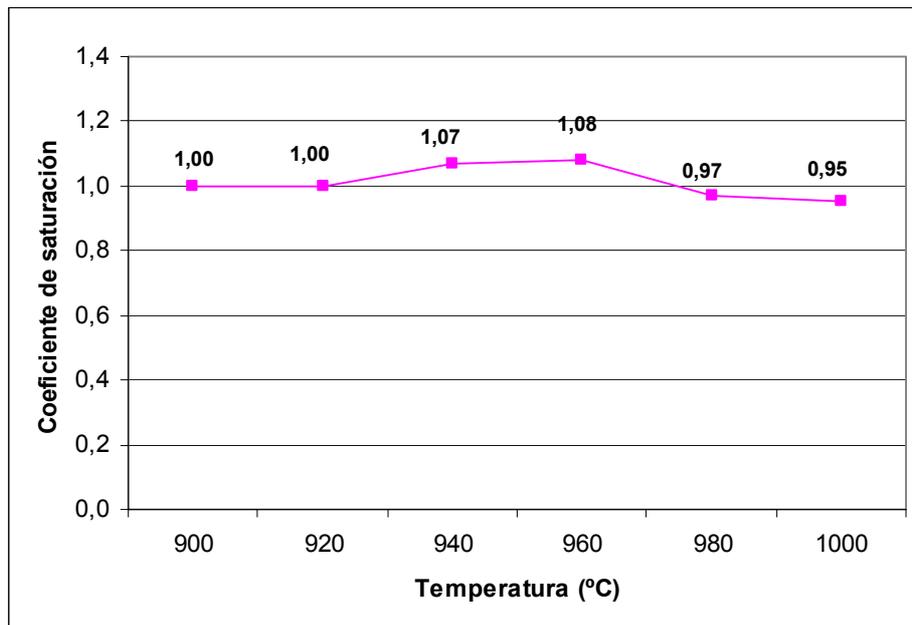
M9



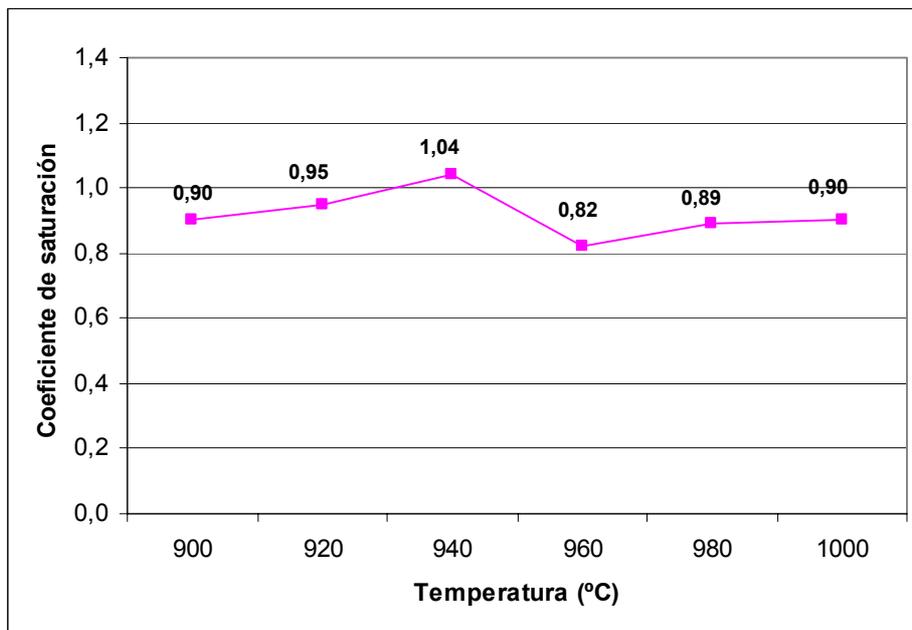
### III.4 COEFICIENTE DE SATURACIÓN

---

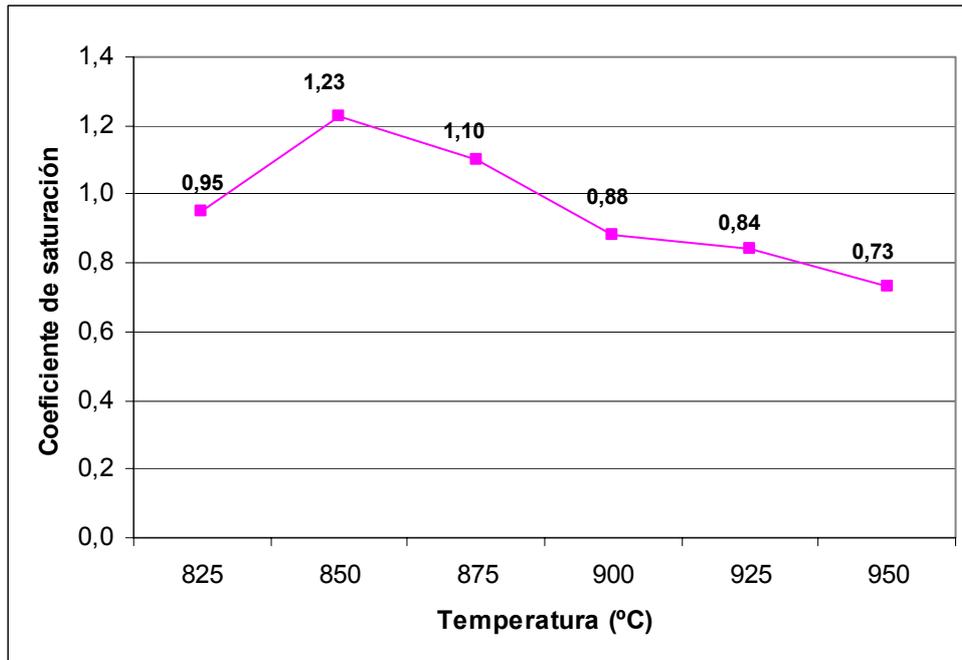
M1



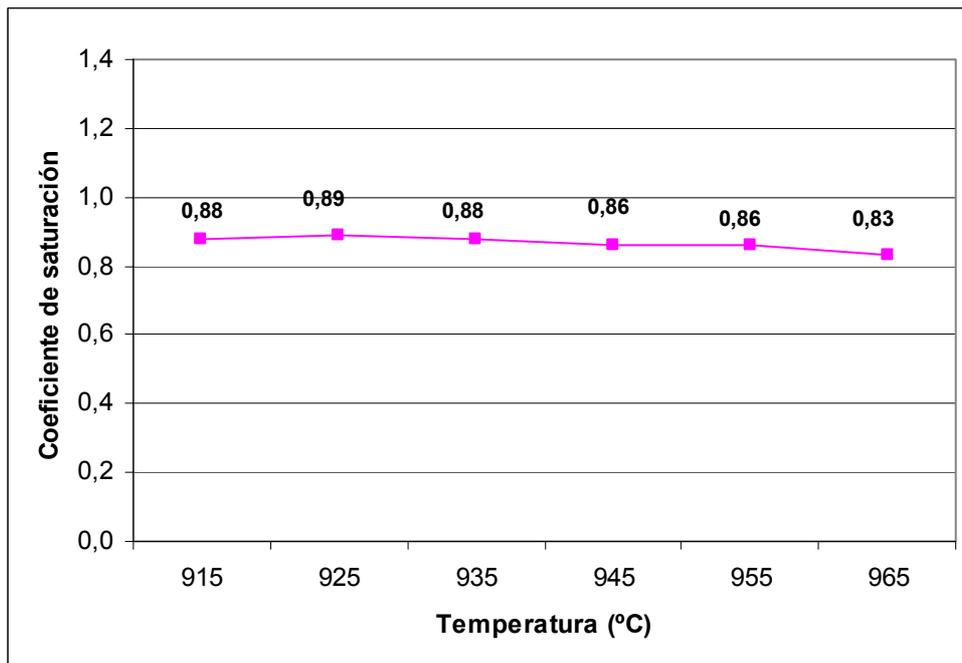
M2



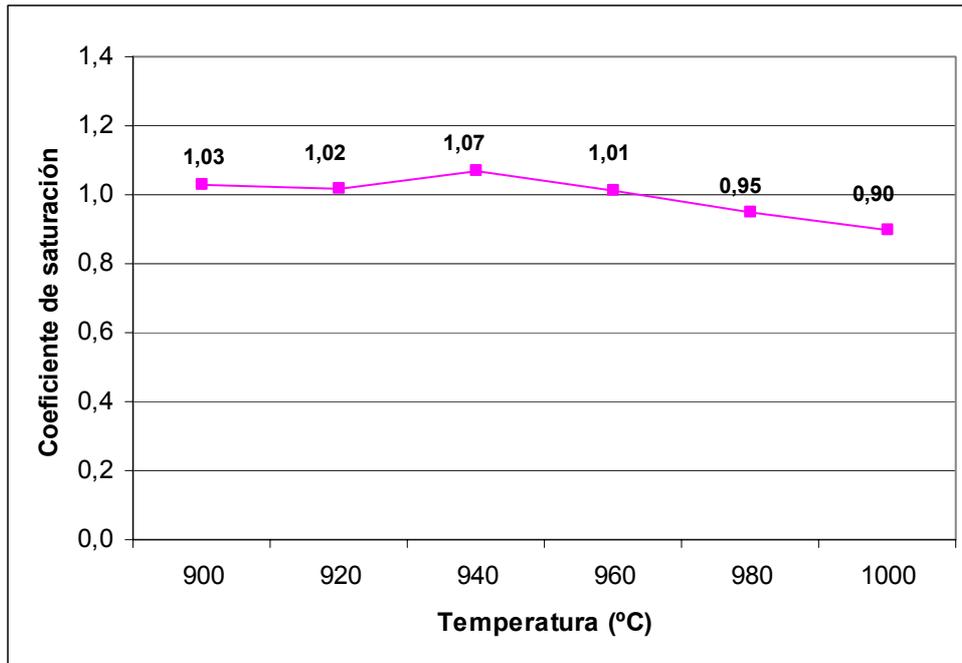
M3



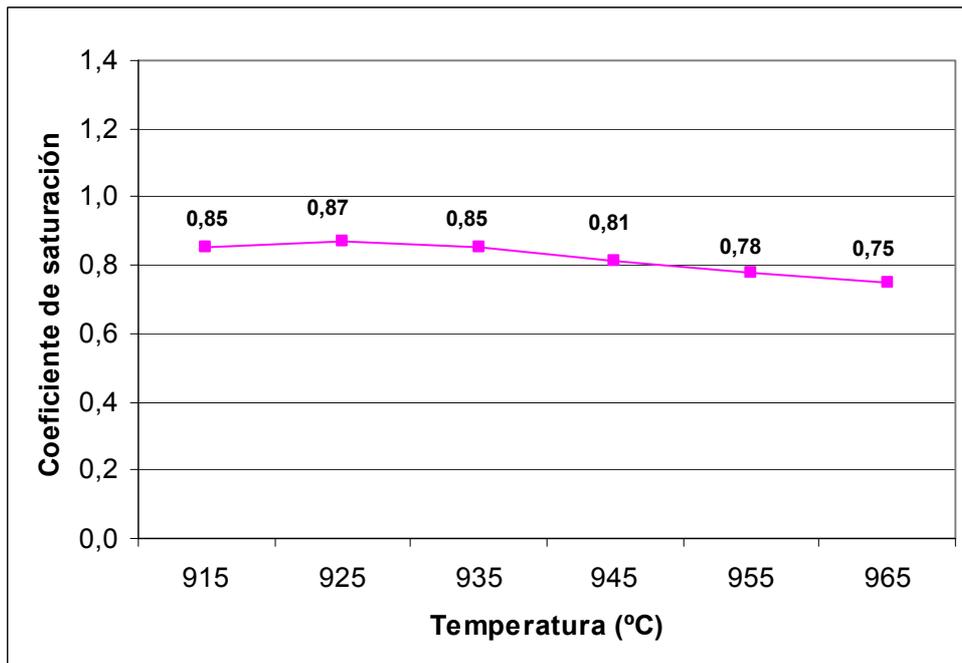
M4



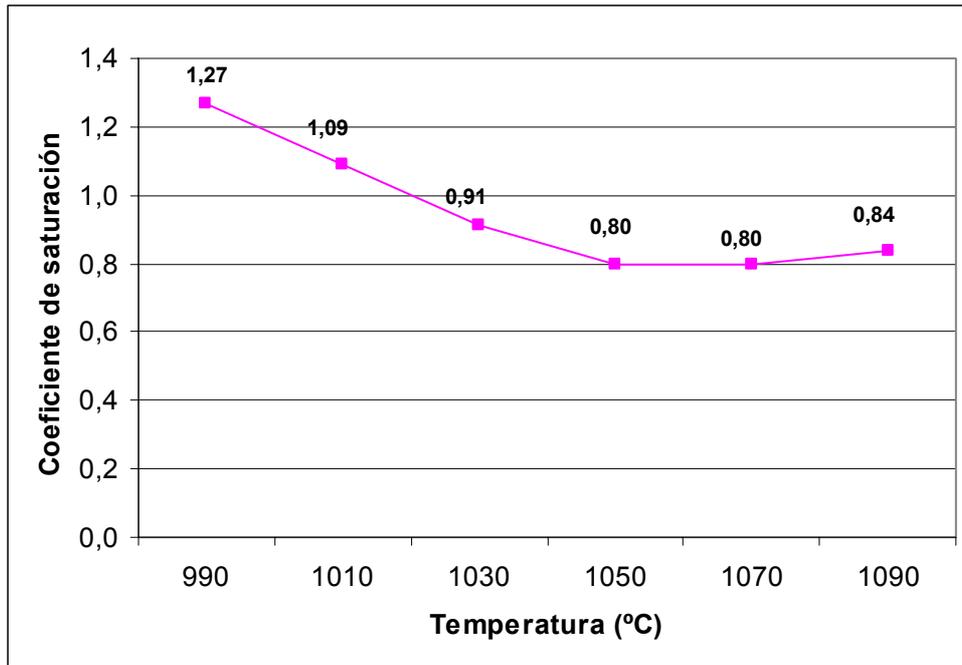
M5 =M6



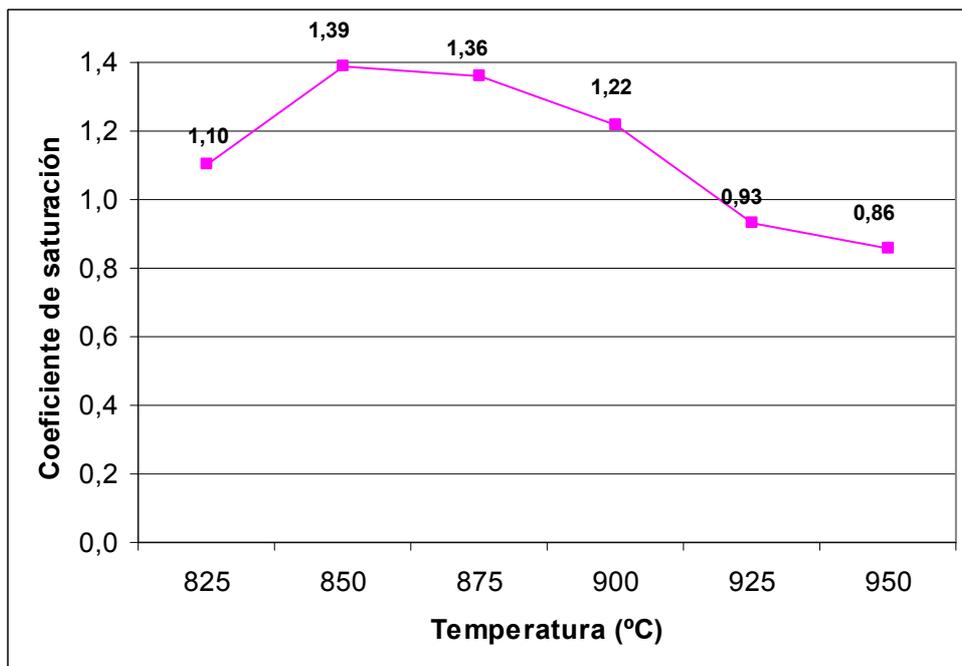
M7



M8



M9

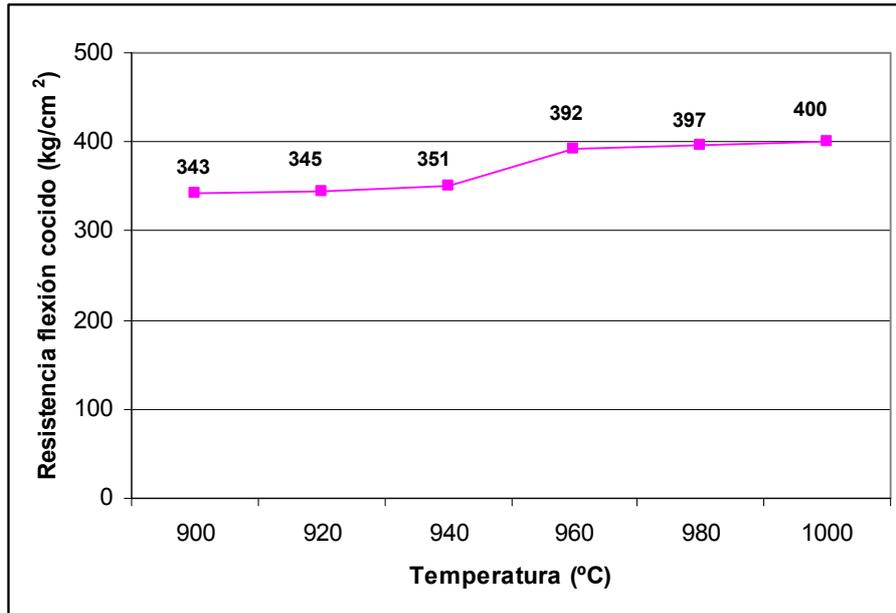


320

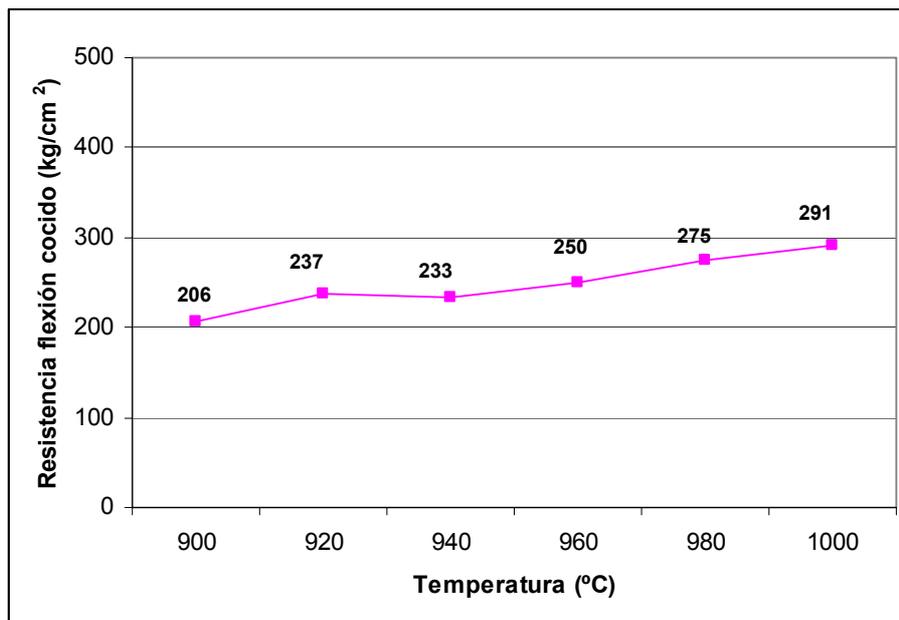
### III.5 RESISTENCIA A FLEXIÓN EN COCIDO

---

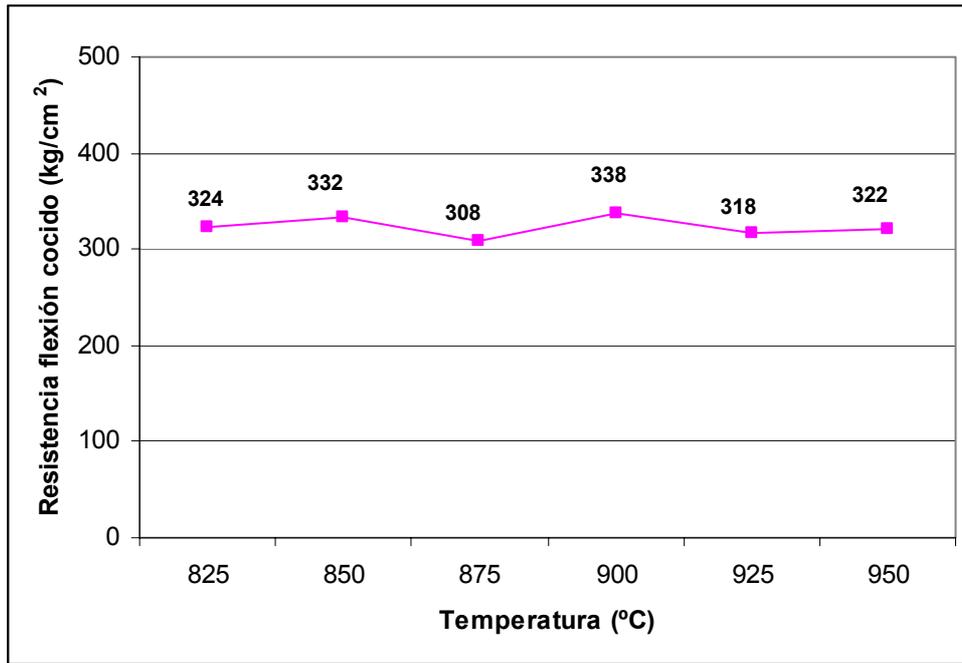
M1



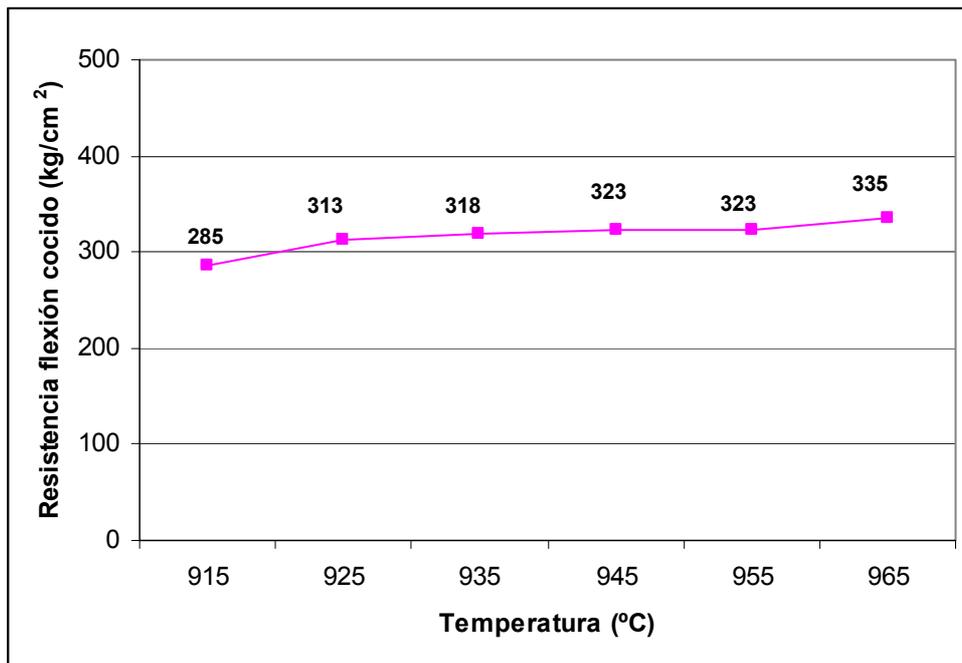
M2



M3

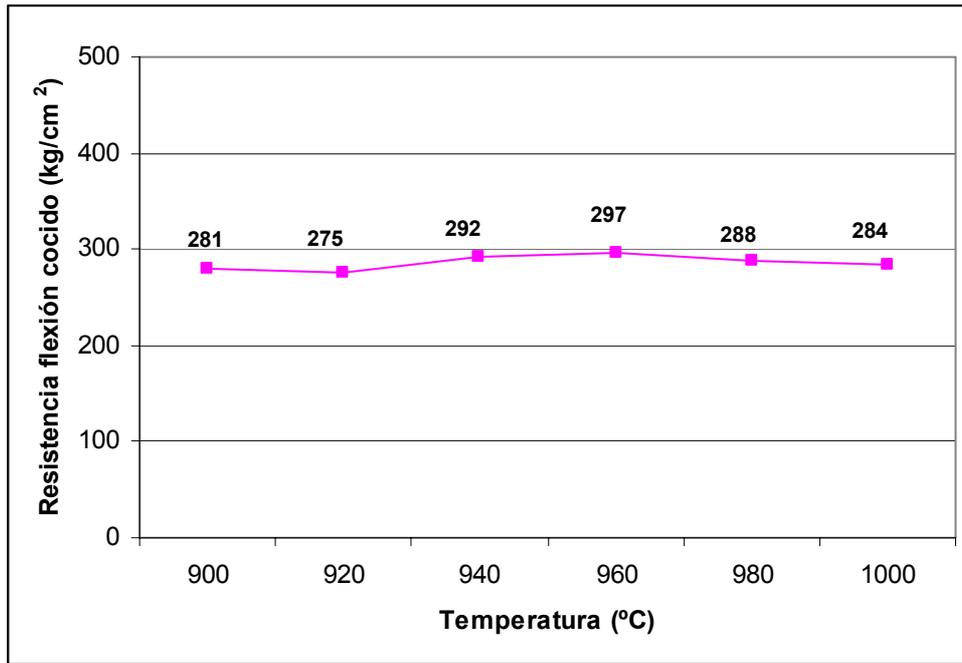


M4

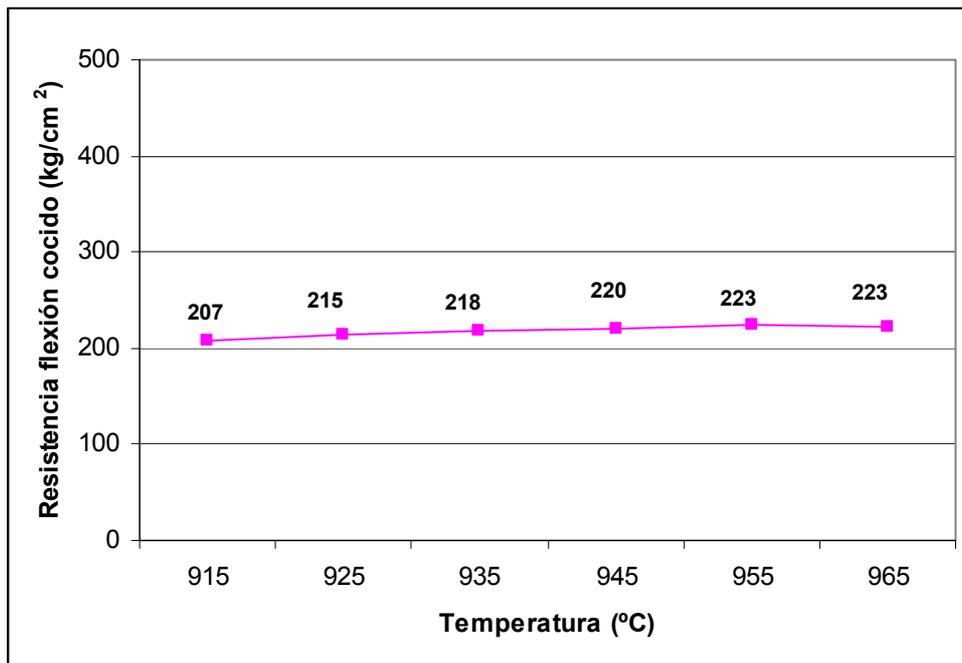


322

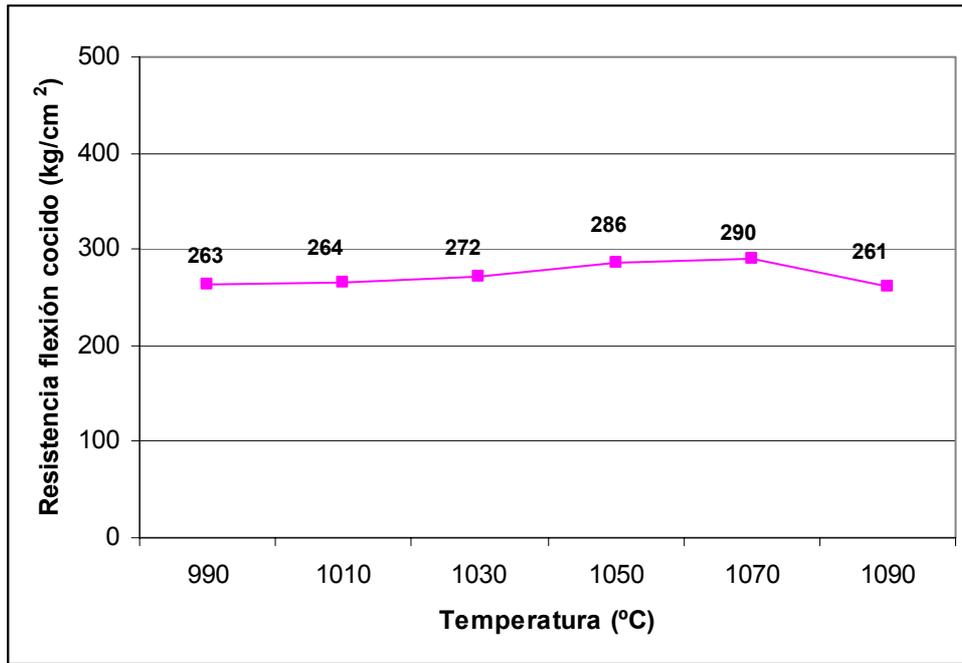
M5=M6



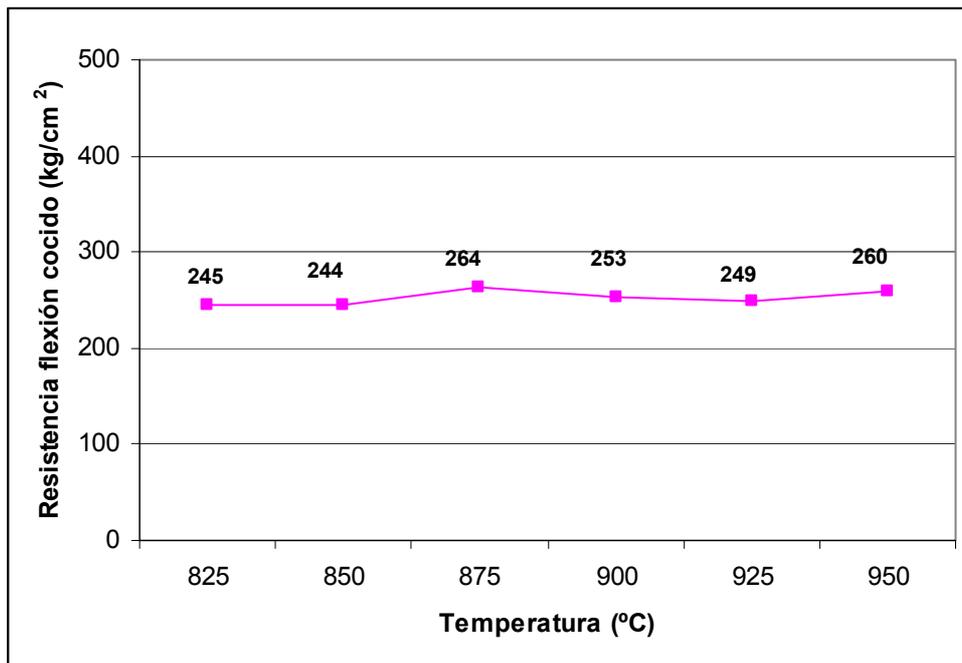
M7



M8



M9



324

## **APÉNDICE IV. DIFRACTOGRAMAS DRX**

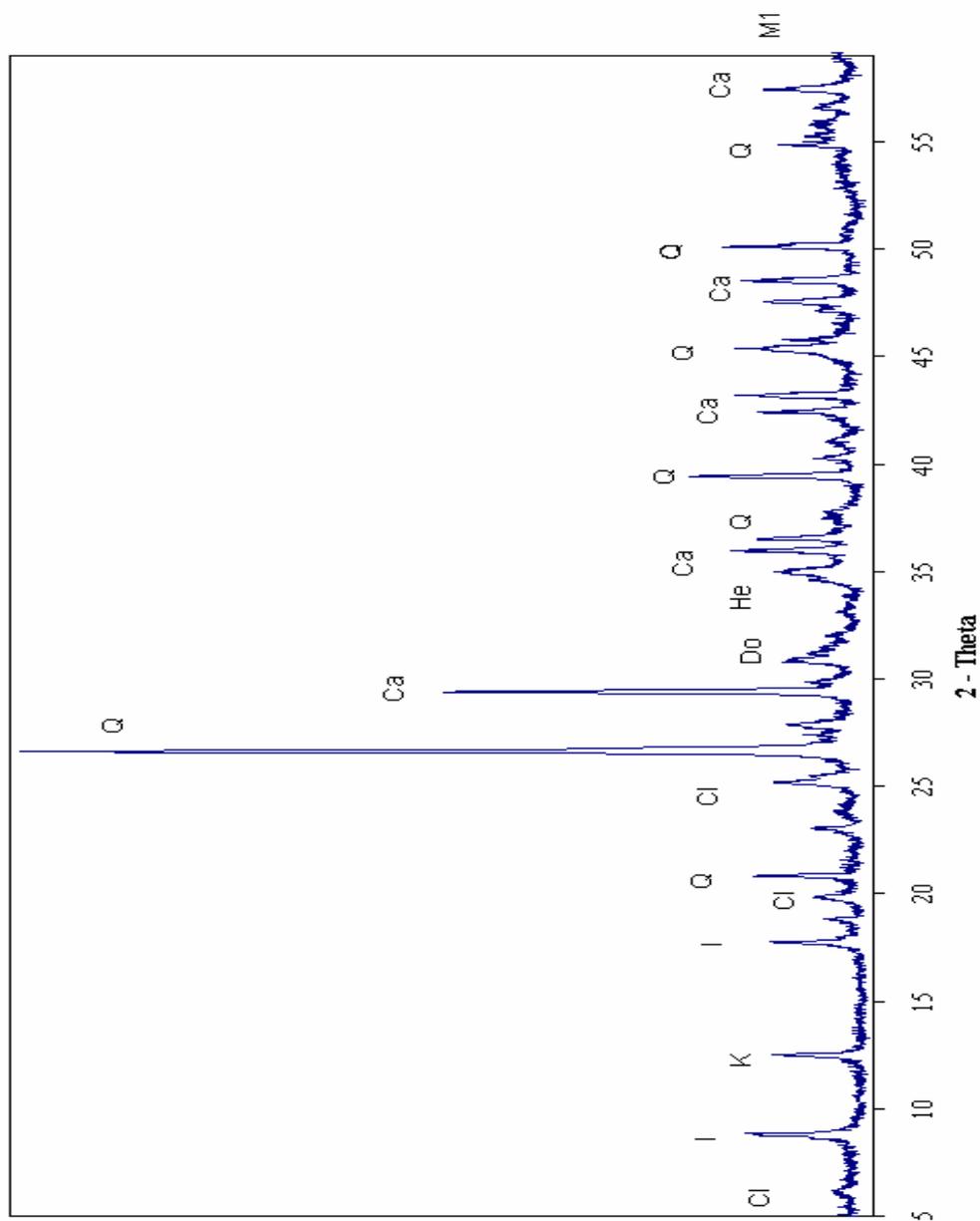
A continuación se presentan los difractogramas DRX de las materias primas (línea azul) y de las tejas cocidas (línea roja) con las siguientes notaciones:

A) Materias primas:

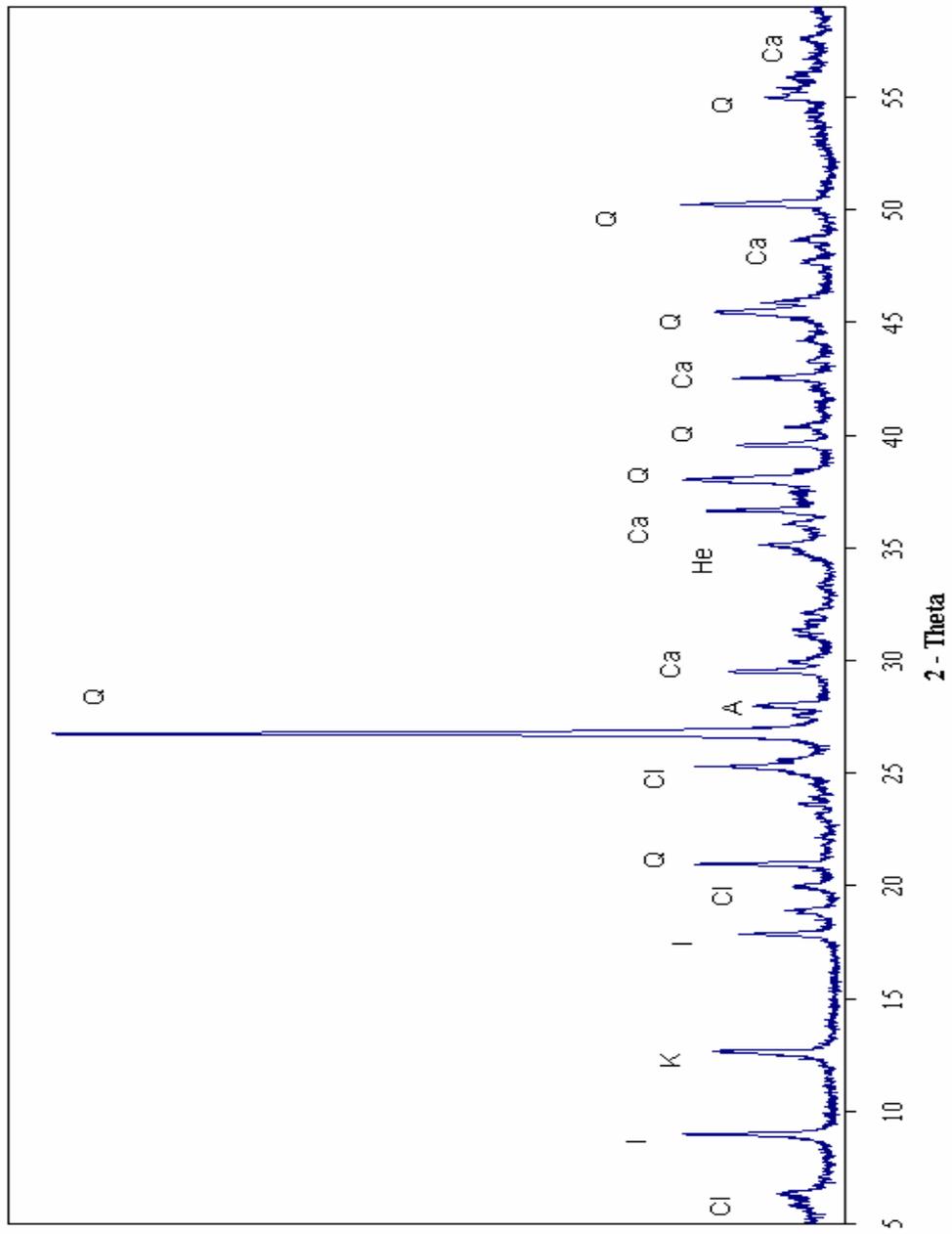
- A: Albita
- Ca: Calcita
- Cl: Clorita
- Do: Dolomita
- F: Feldespato potásico
- He: Hematites
- I: Illita o mica moscovita
- K: Caolinita
- Q: Cuarzo

B) Tejas cocidas:

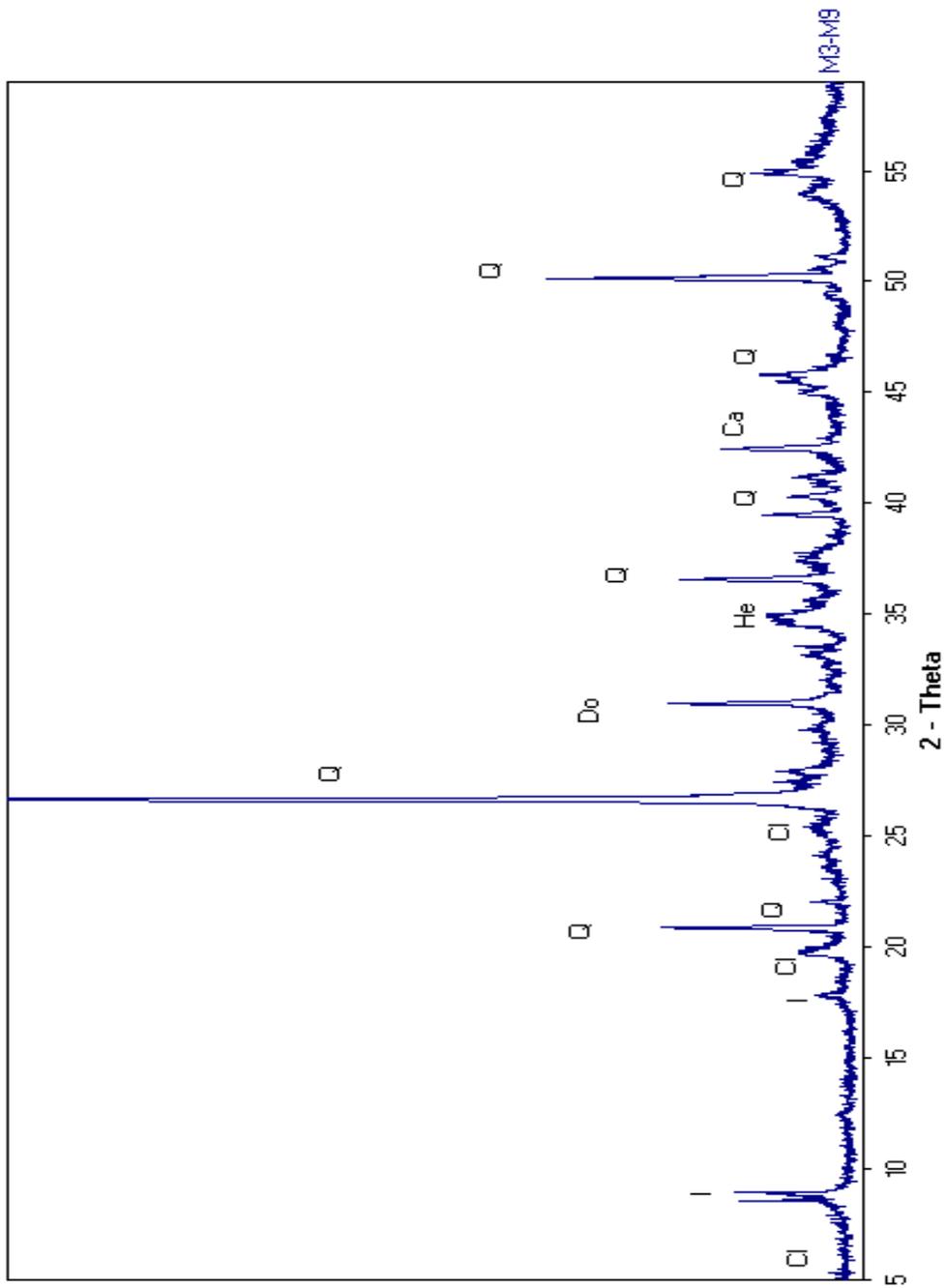
- Ak: Akermanita
- An: Anortita
- Cr: Cristobalita
- Di: Diapsido
- F: Feldespato potásico
- Ge: Gelenita
- He: Hematites
- I: Illita o mica moscovita
- Mu: Mullita
- Q: Cuarzo



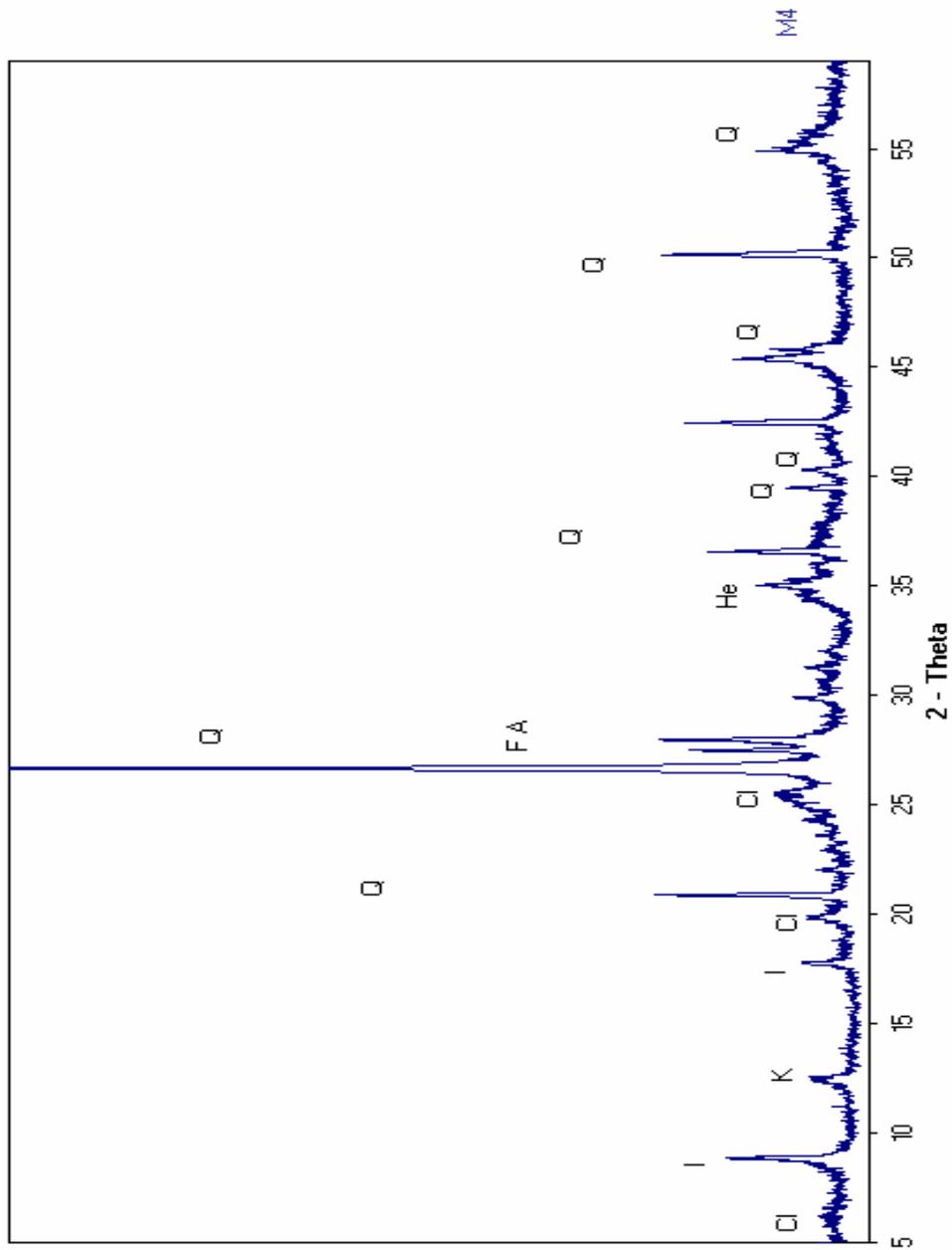
Materias primas muestra M1 (Análisis DRX)



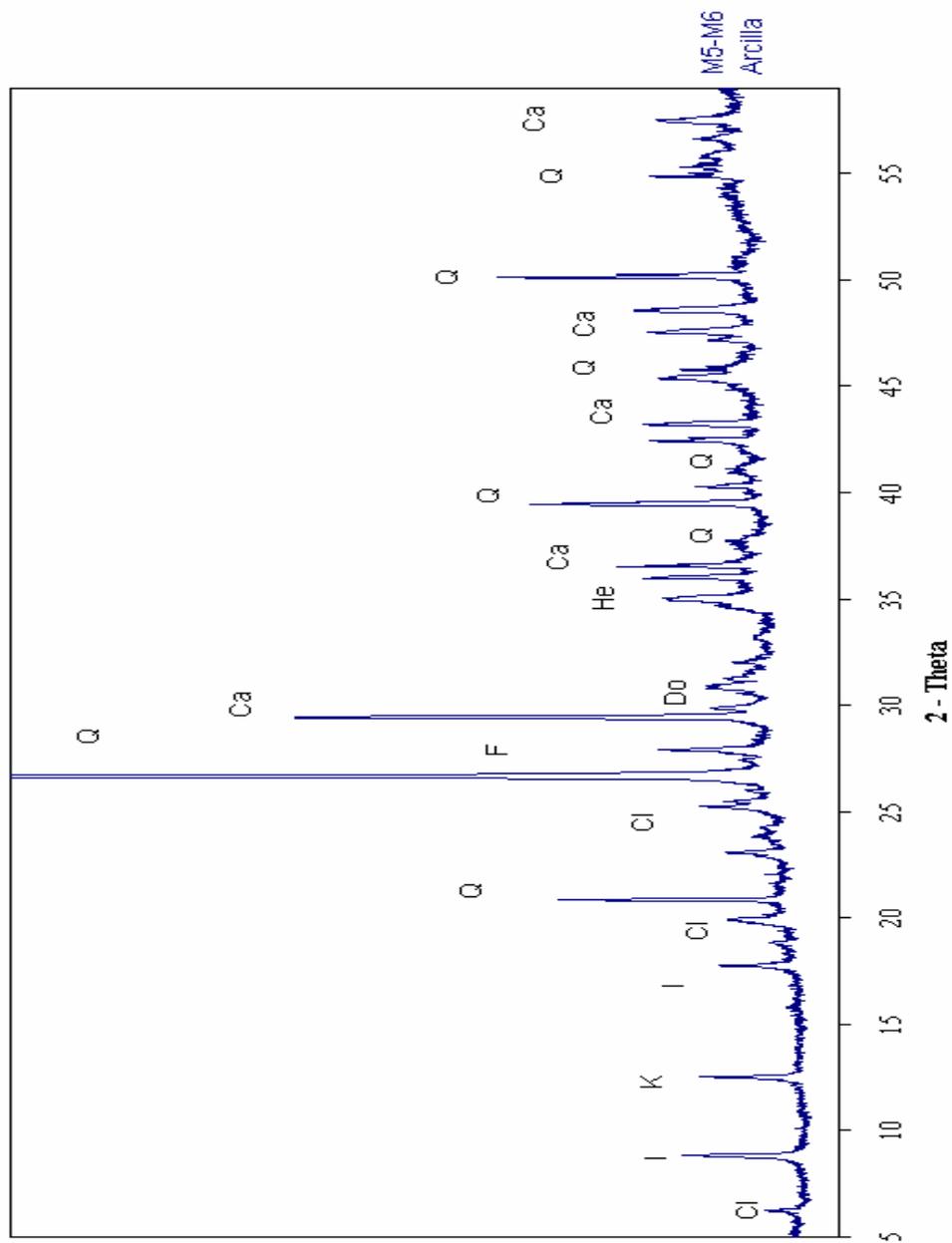
Materias primas muestra M2 (Análisis DRX)



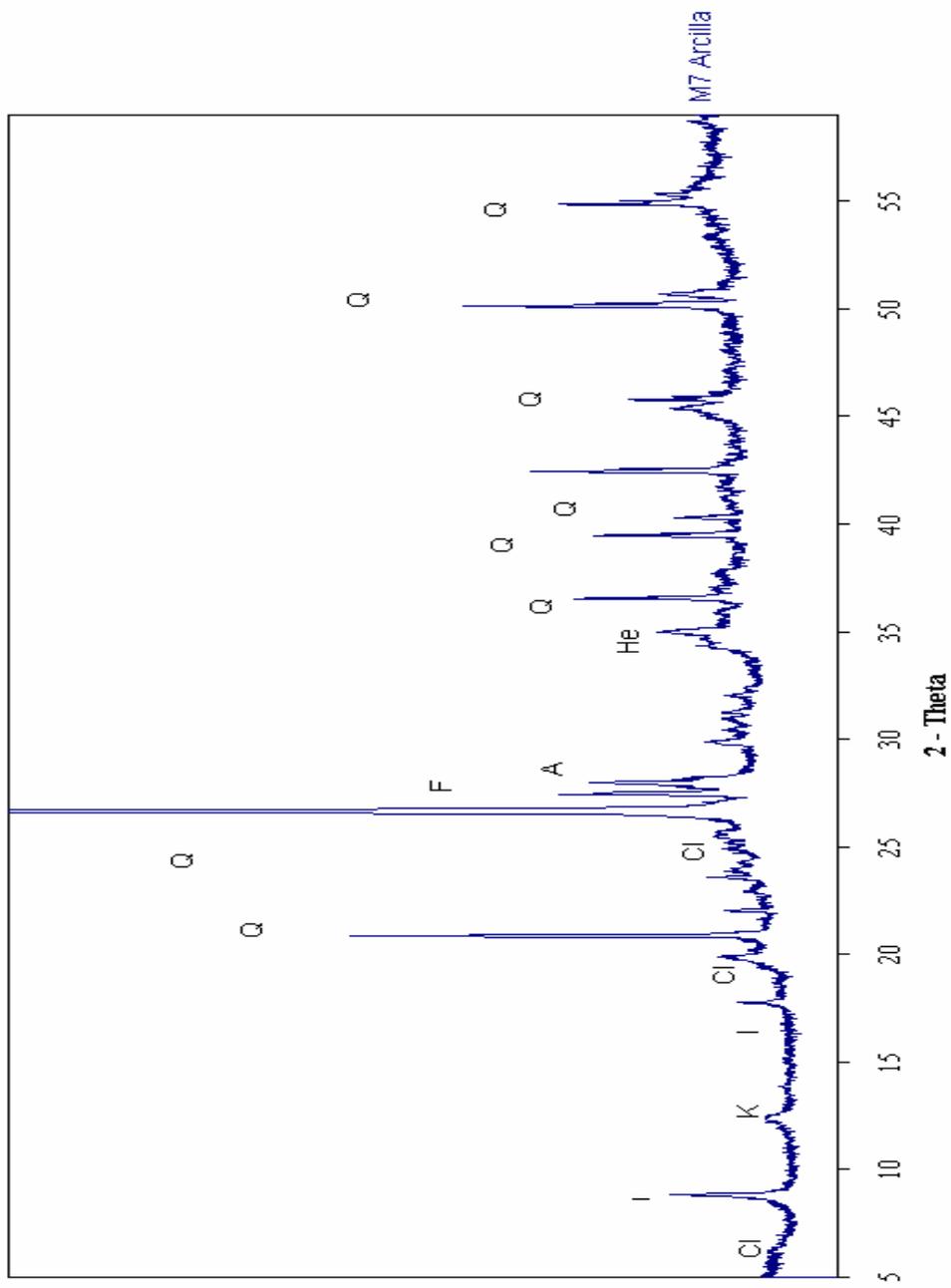
Materias primas muestra M3 y M9 (Análisis DRX)



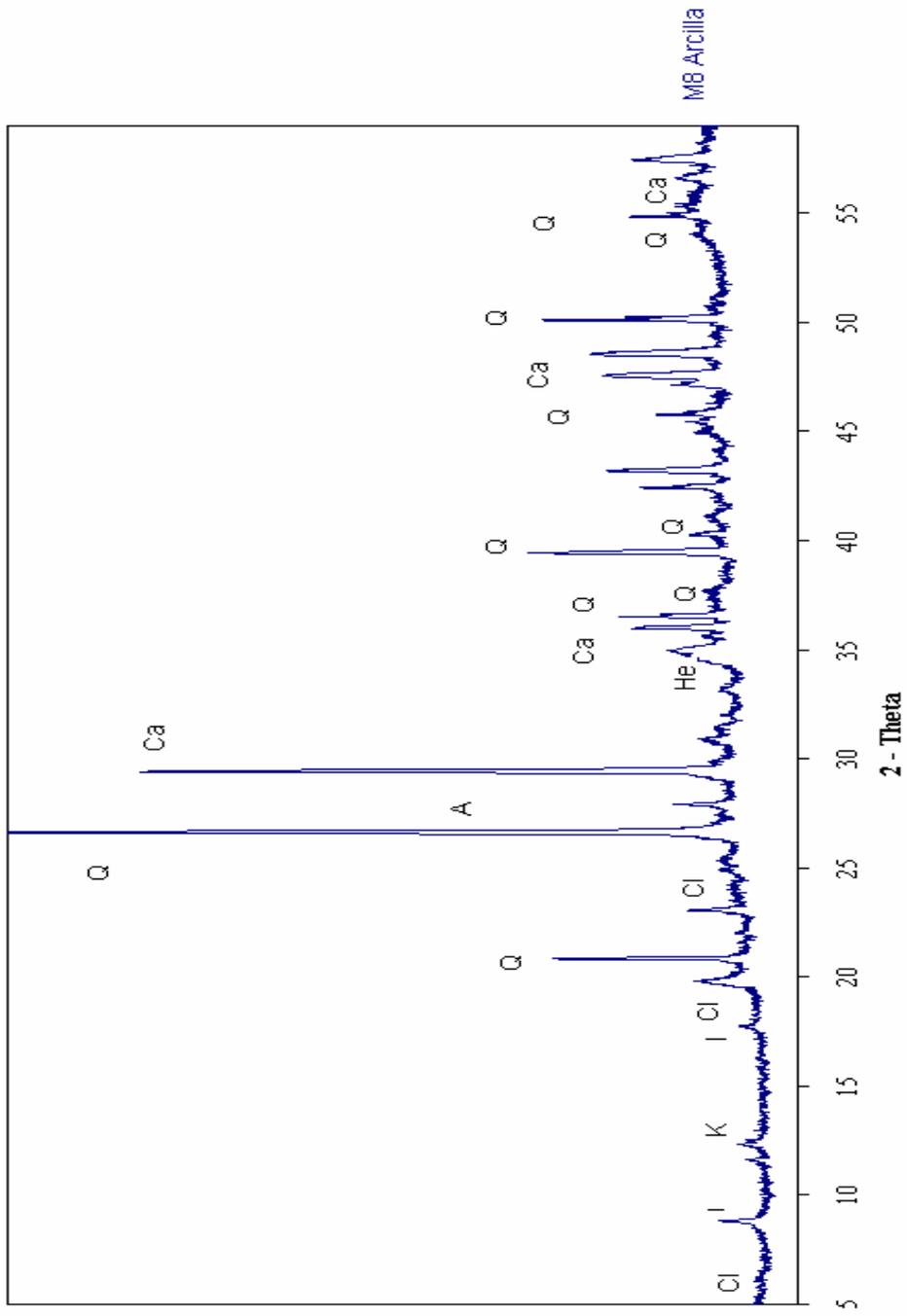
Materias primas muestra M4 (Análisis DRX)



Materias primas muestra M5=M6 (Análisis DRX)

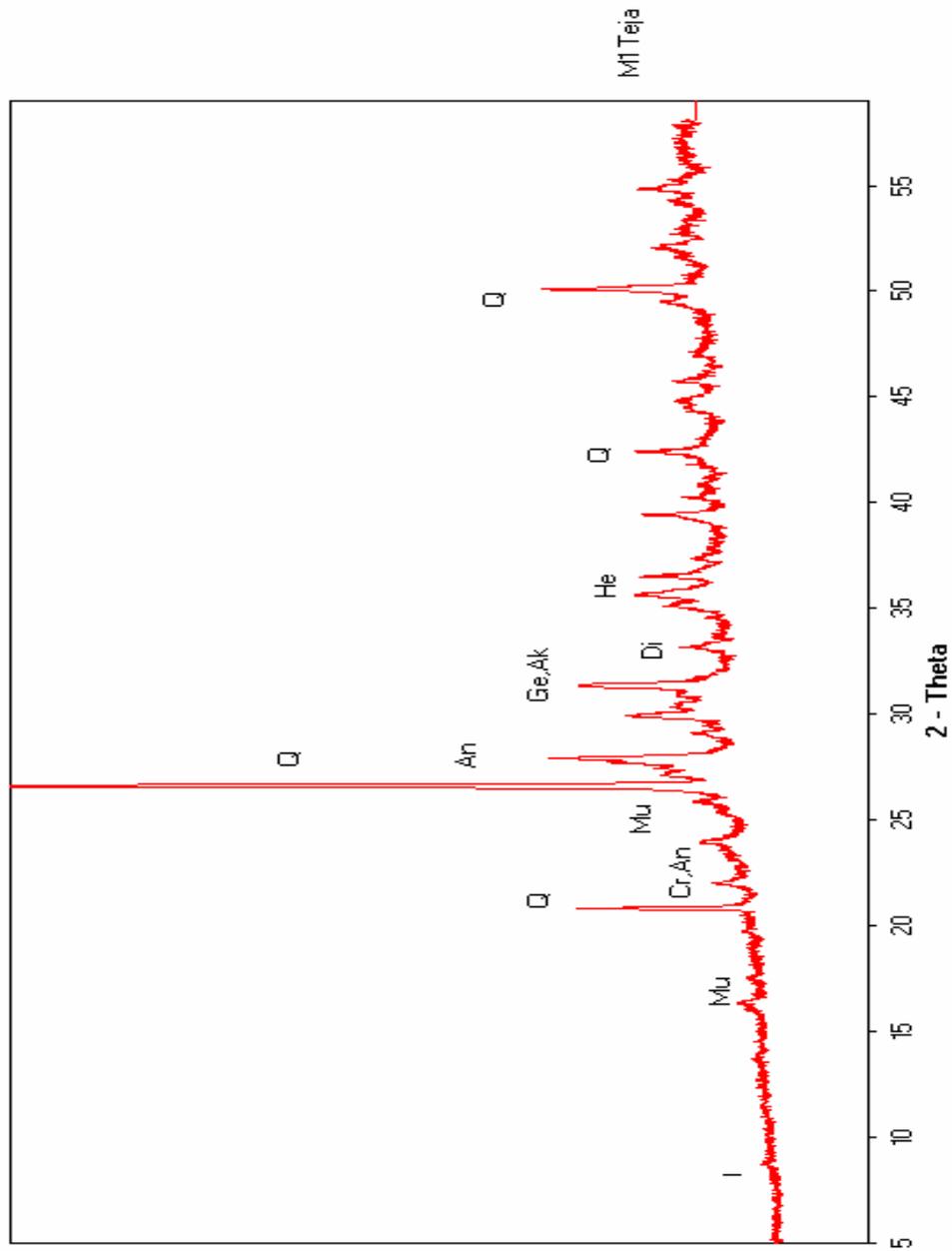


Materias primas muestra M7 (Análisis DRX)

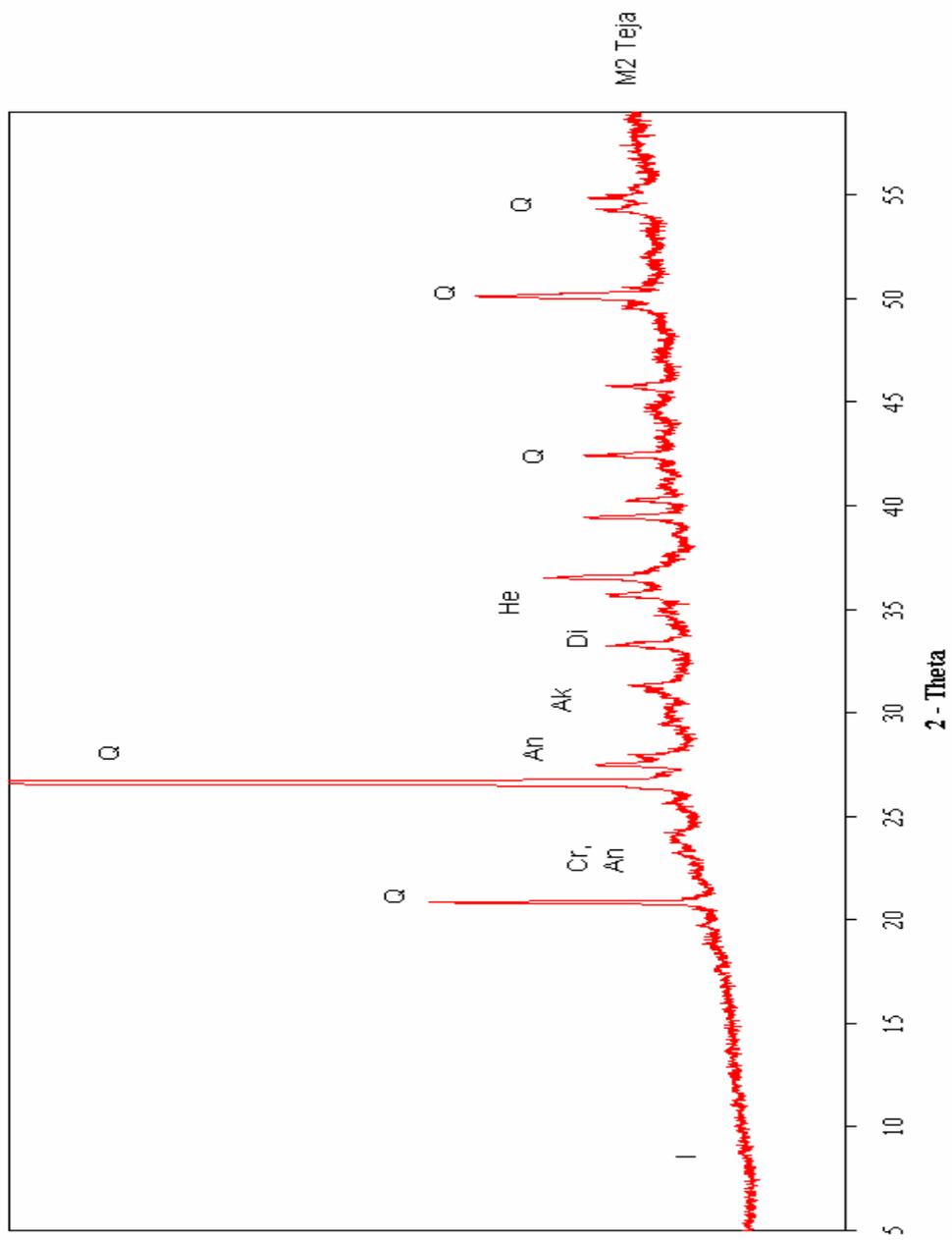


Materias primas muestra M8 (Análisis DRX)

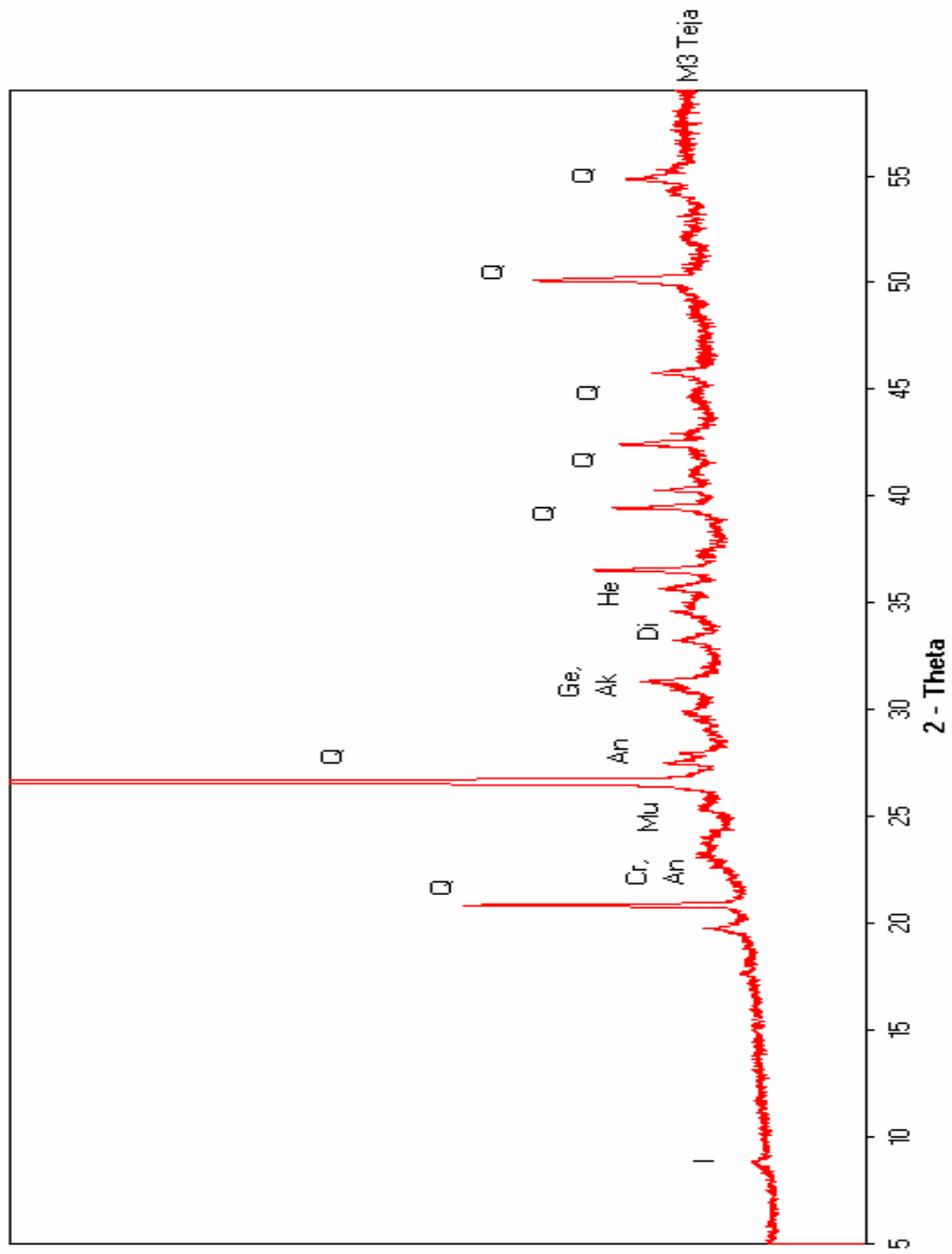
## IV.2 DIFRACTOGRAMAS DE TEJAS COCIDAS



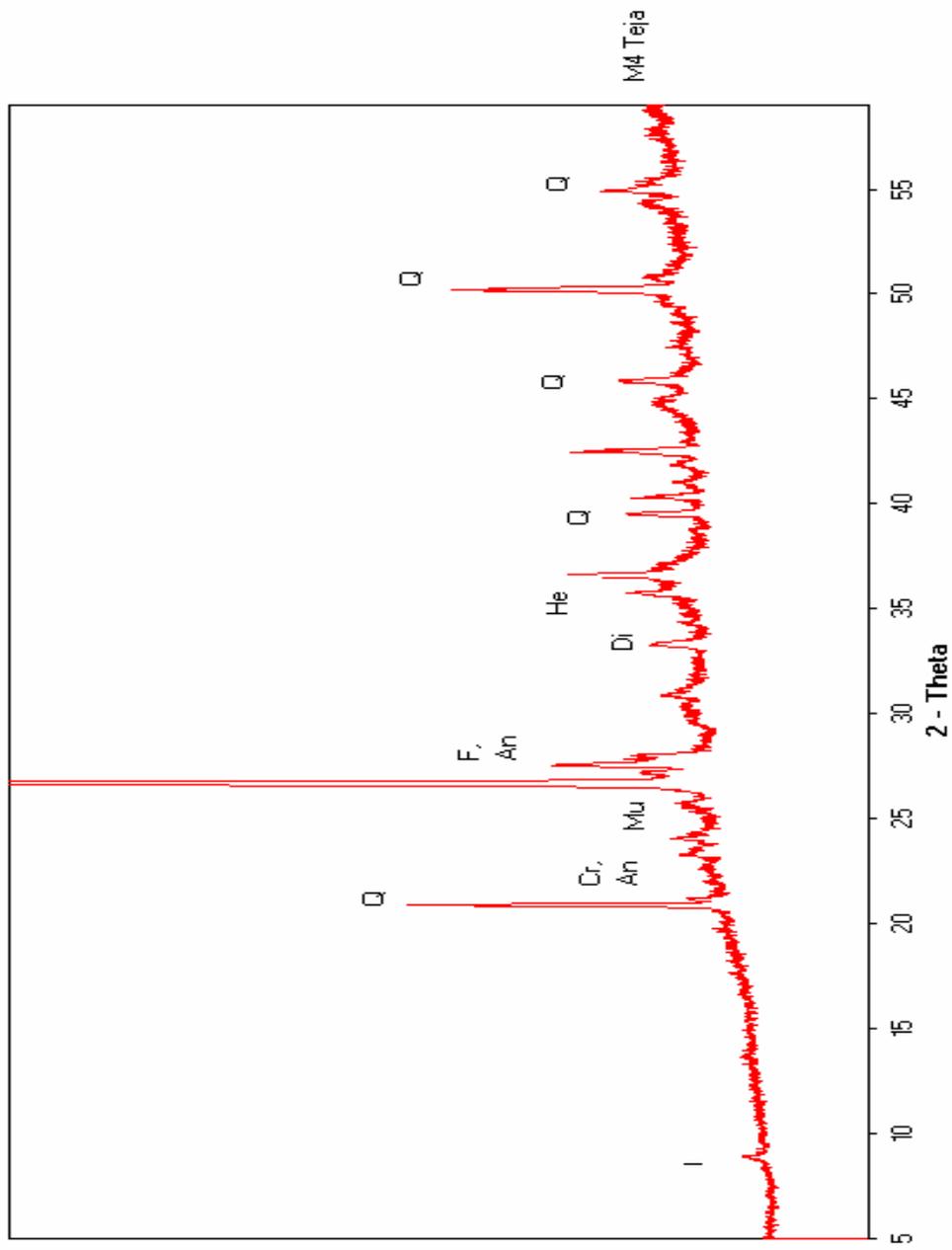
Composición mineralógica de la teja M1 (Análisis DRX)



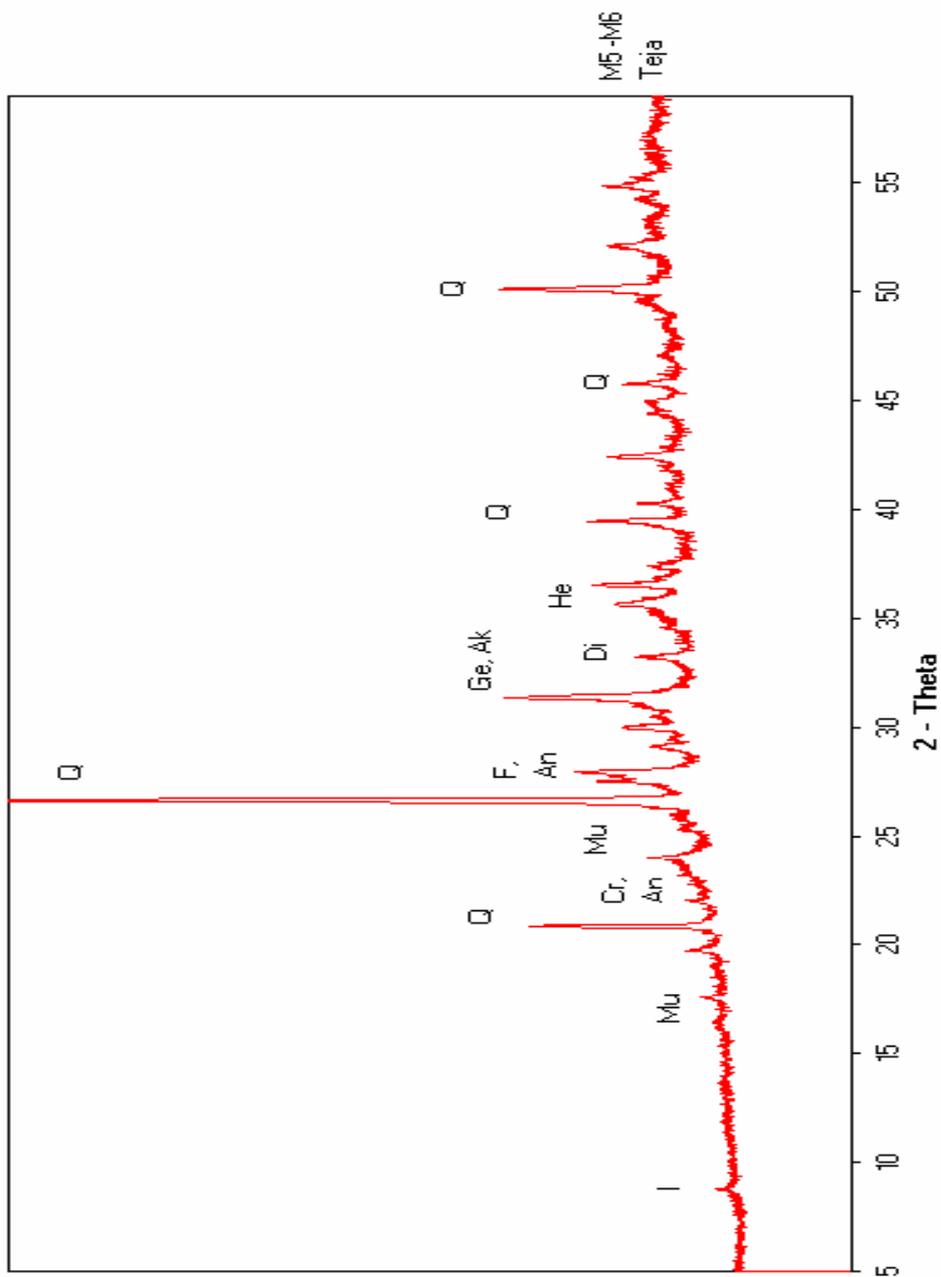
Composición mineralógica de la teja M2 (Análisis DRX)



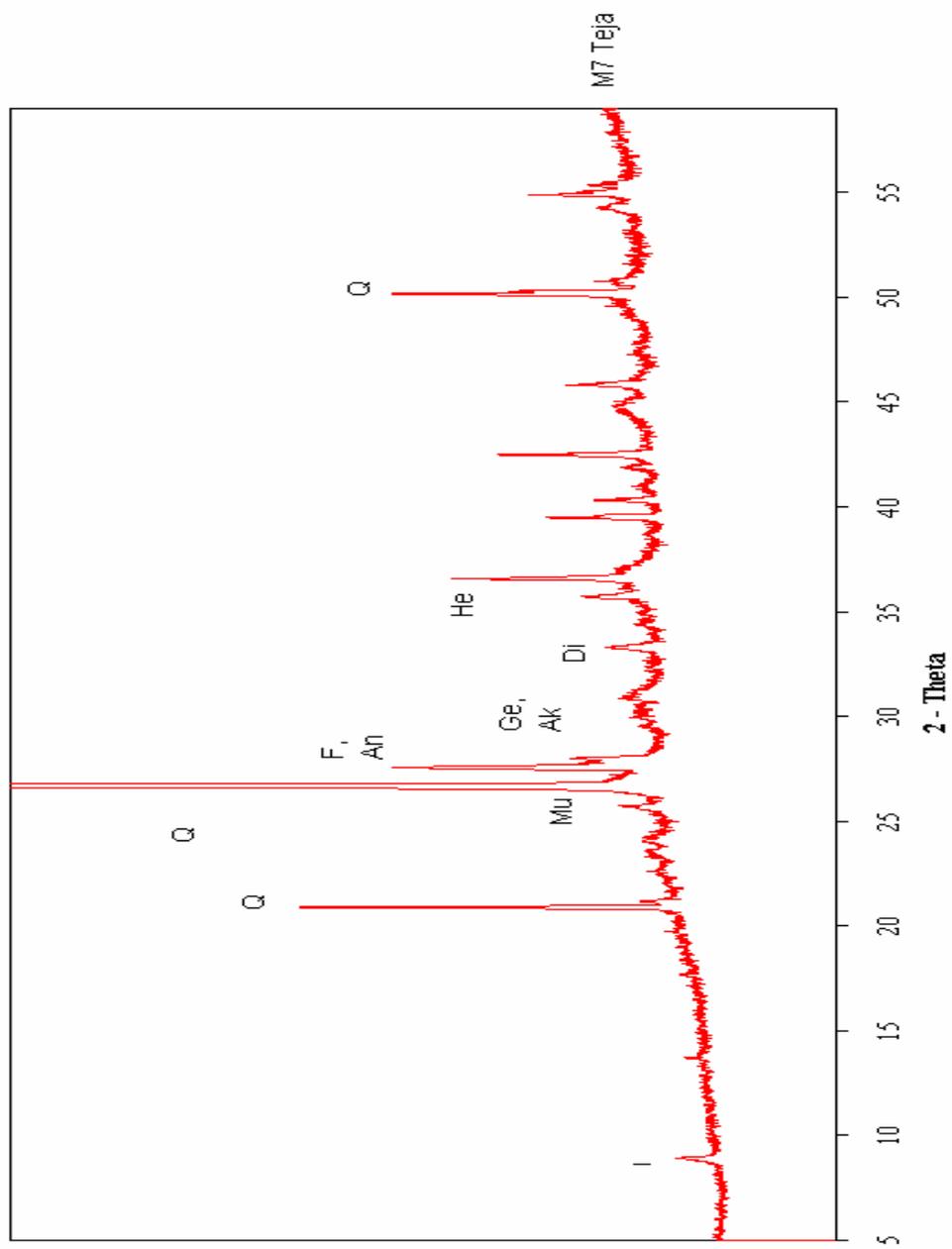
Composición mineralógica de las tejas M3 y M9 (Análisis DRX)



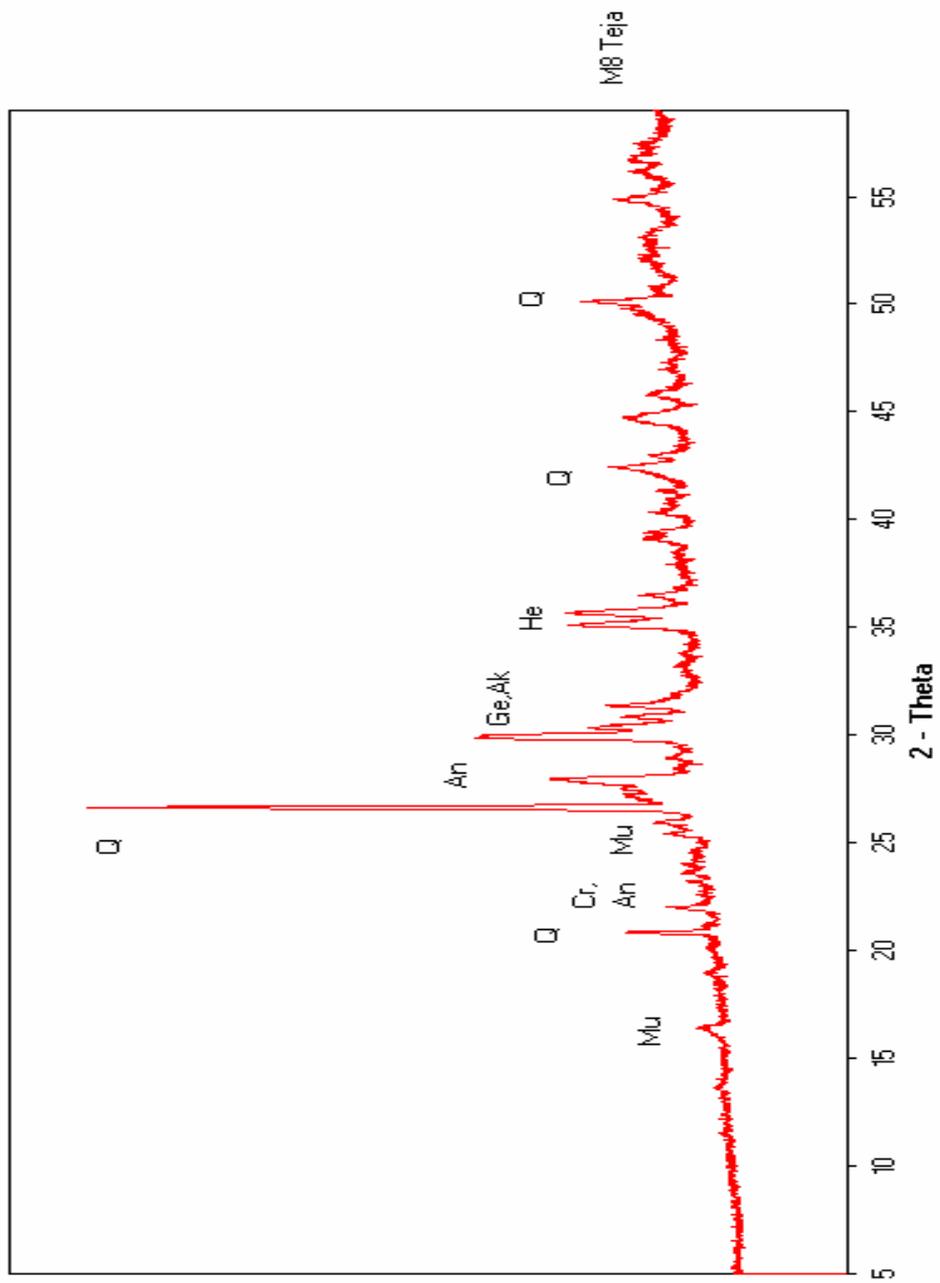
Composición mineralógica de la teja M4 (Análisis DRX)



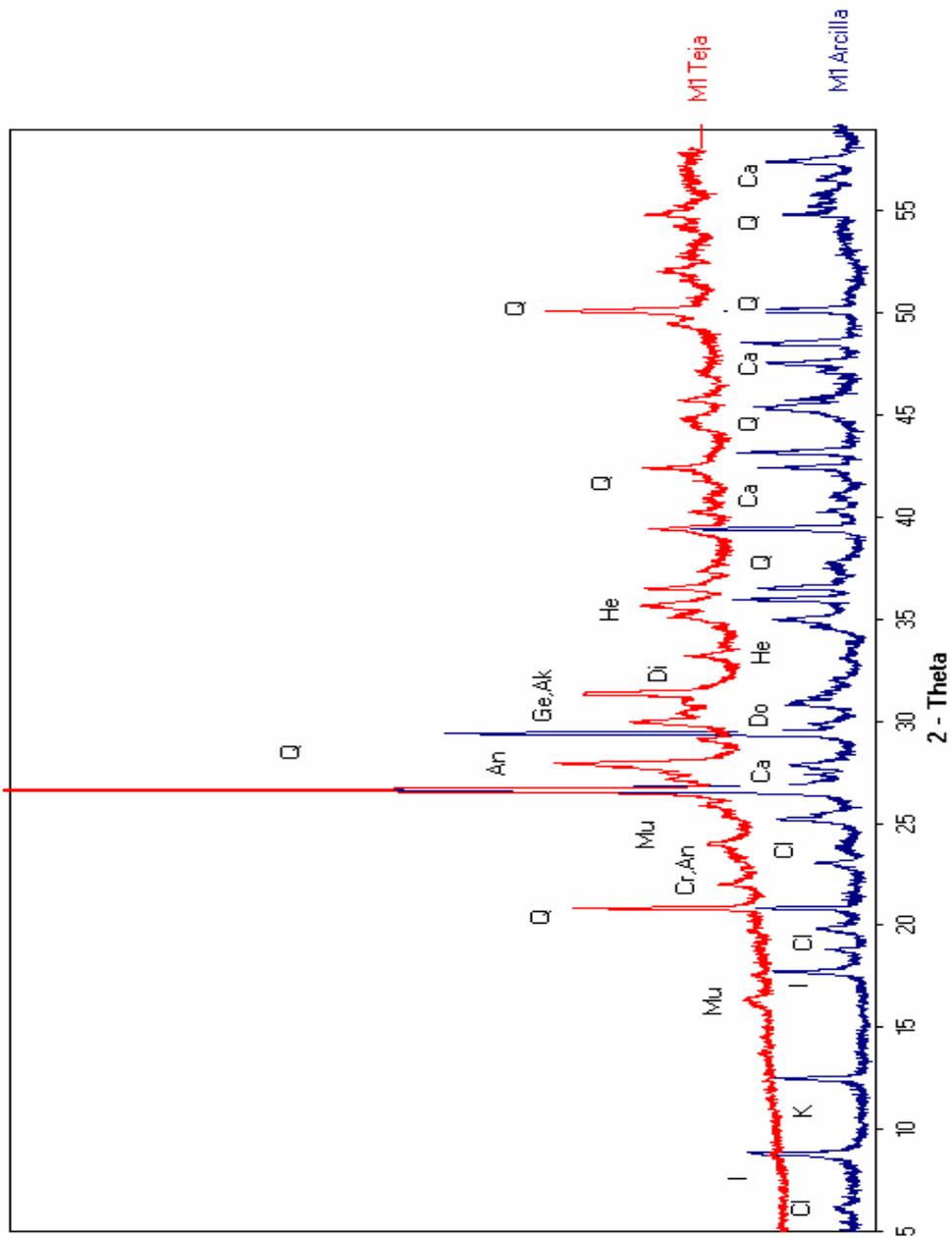
Composición mineralógica de las tejas M5-M6 (Análisis DRX)



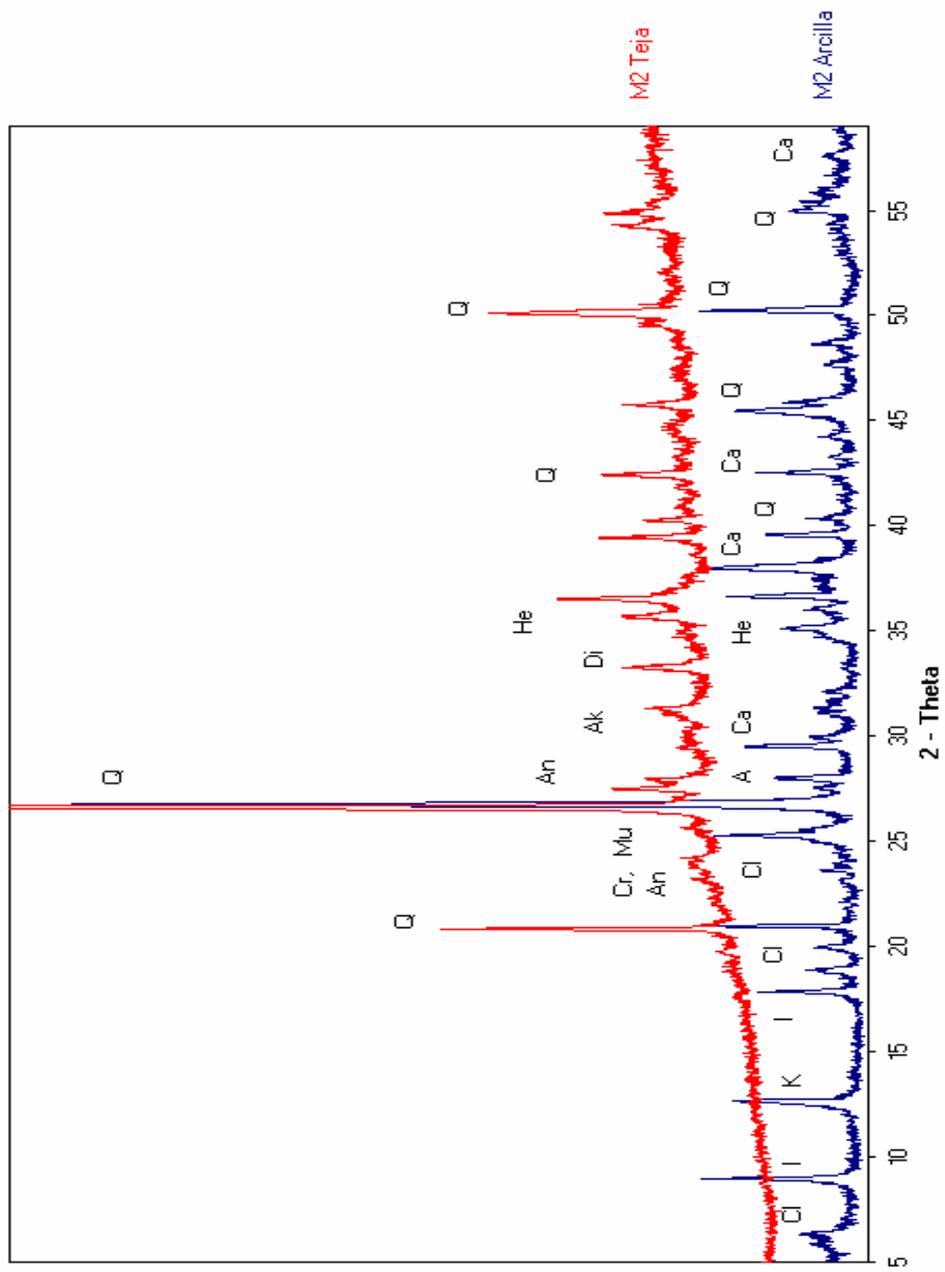
Composición mineralógica de la teja M7 (Análisis DRX)



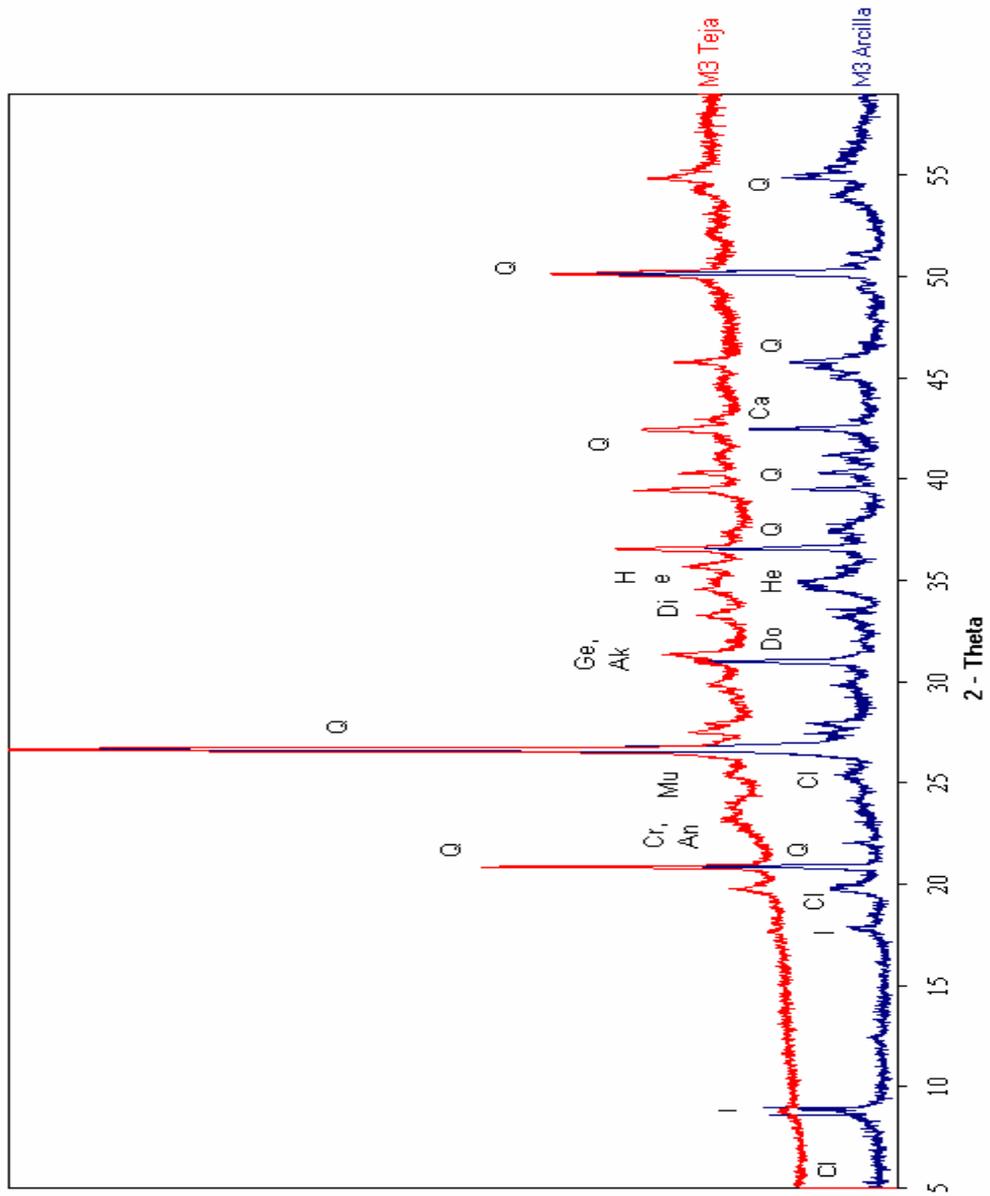
Composición mineralógica de la teja M8 (Análisis DRX)



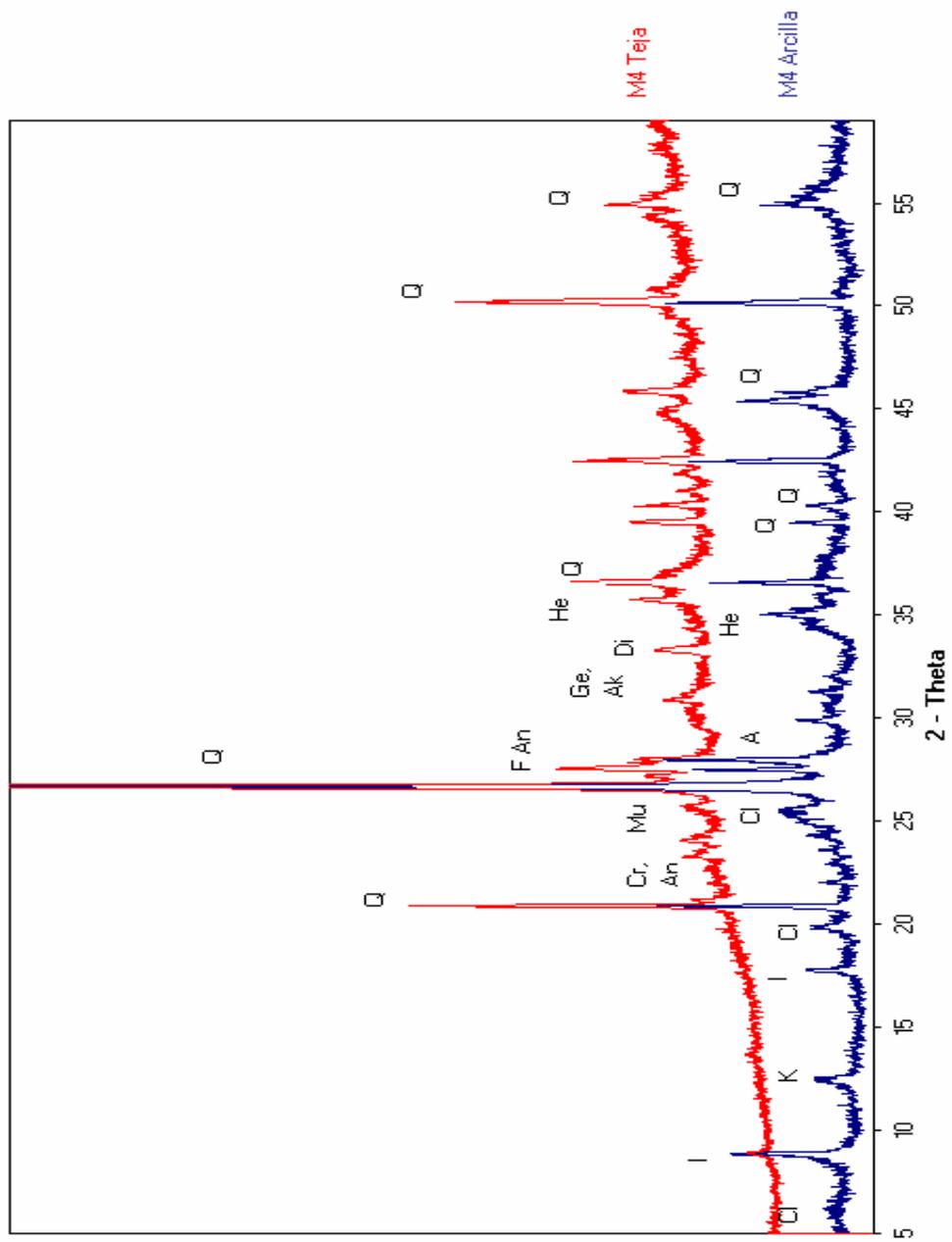
Comparación mineralógica de la arcilla y teja M1 (Análisis DRX)



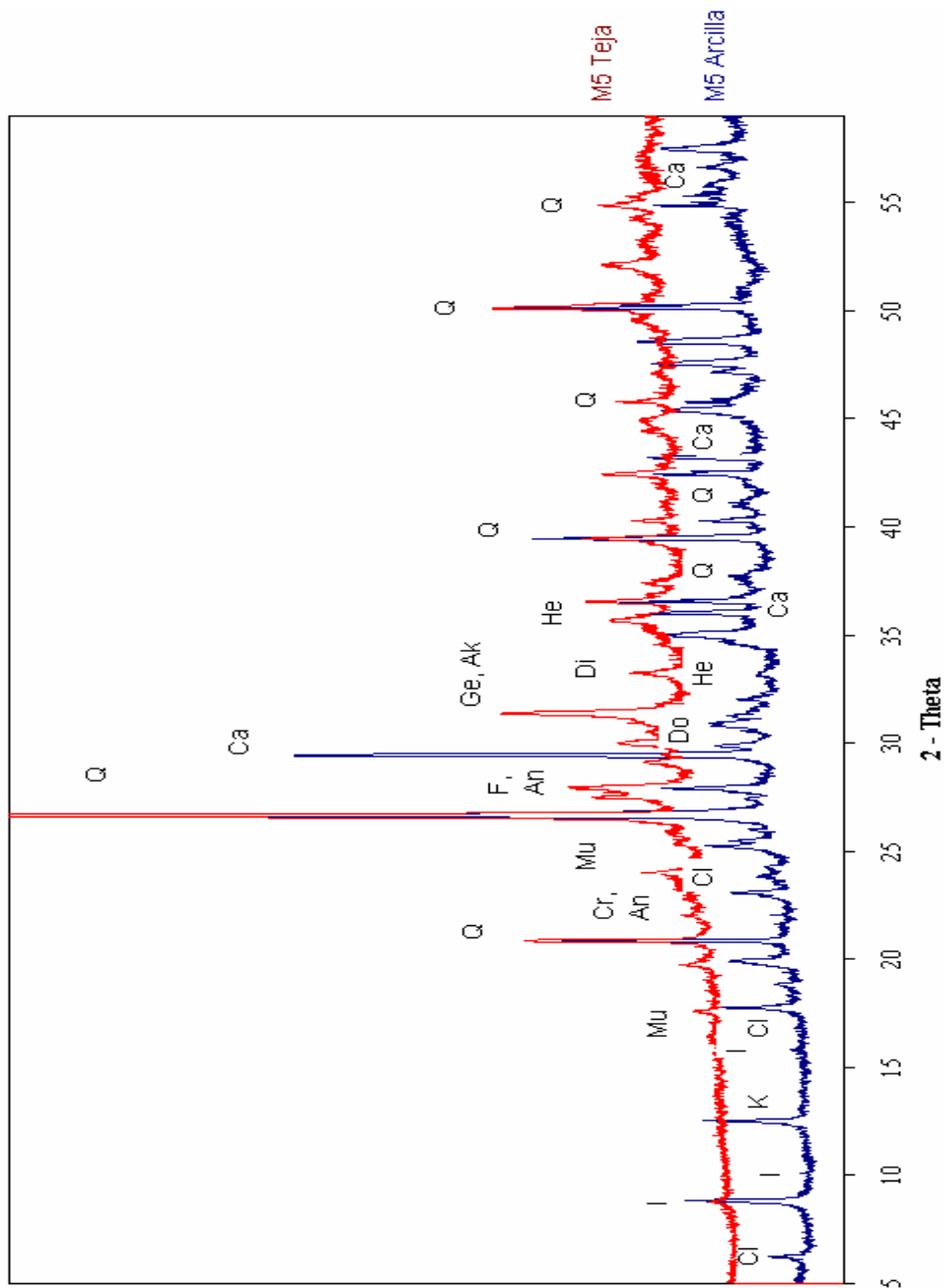
Comparación mineralógica de la arcilla y teja M2 (Análisis DRX)



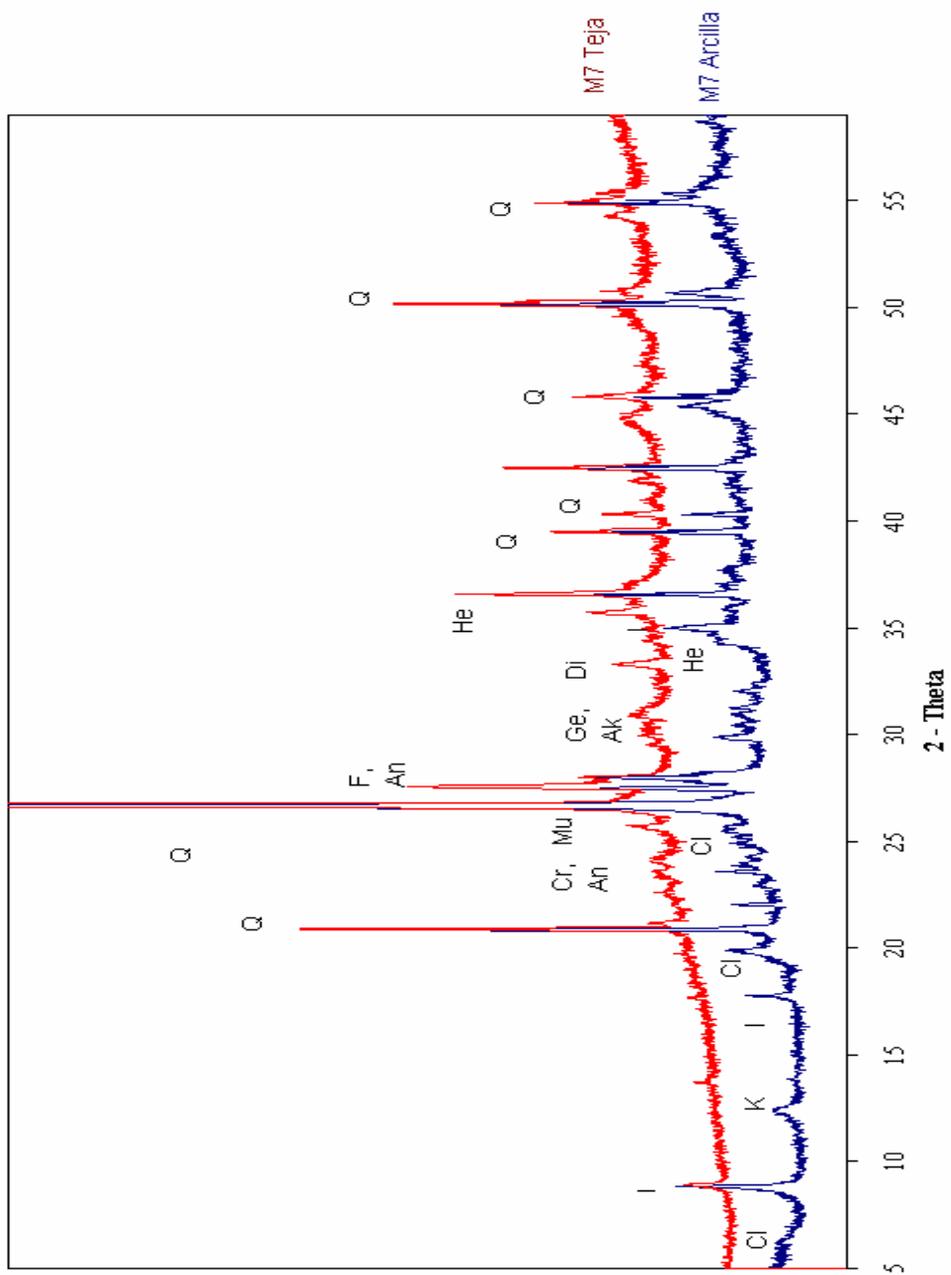
Comparación mineralógica de la arcilla y teja M3 y M9 (Análisis DRX)



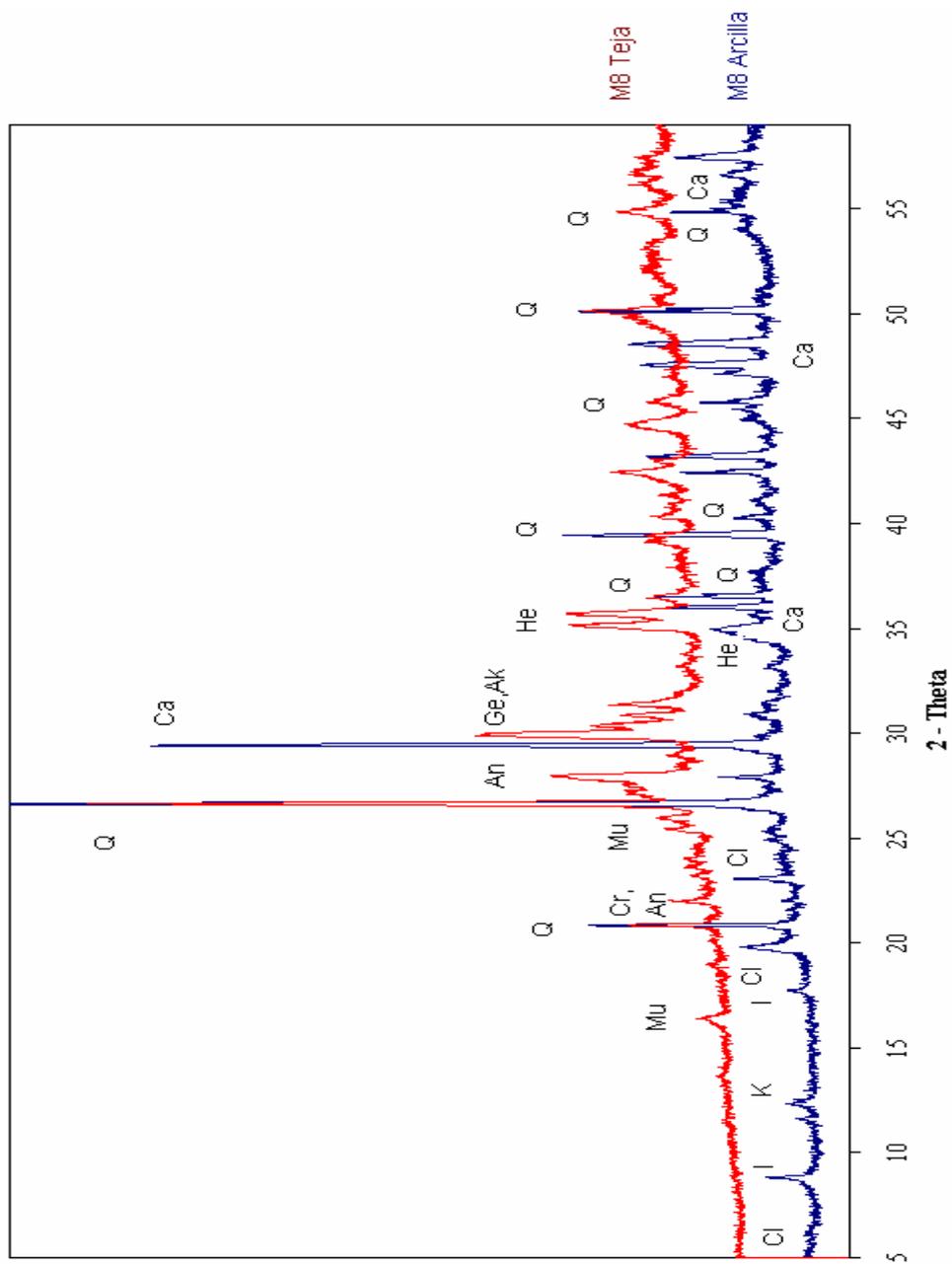
Comparación mineralógica de la arcilla y teja M4 (Análisis DRX)



Comparación mineralógica de la arcilla y teja M5-M6 (Análisis DRX)



Comparación mineralógica de la arcilla y teja M7 (Análisis DRX)

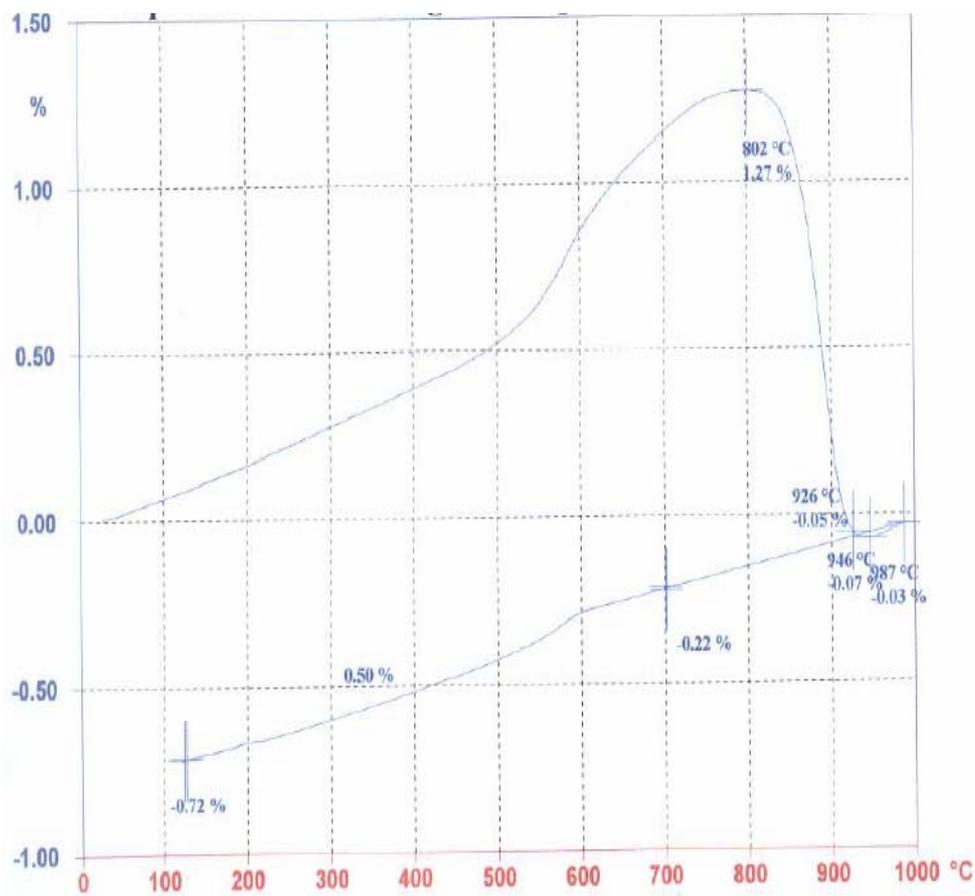


Comparación mineralógica de la arcilla y teja M8 (Análisis DRX)

## APÉNDICE V. DILATOMETRÍA

M1

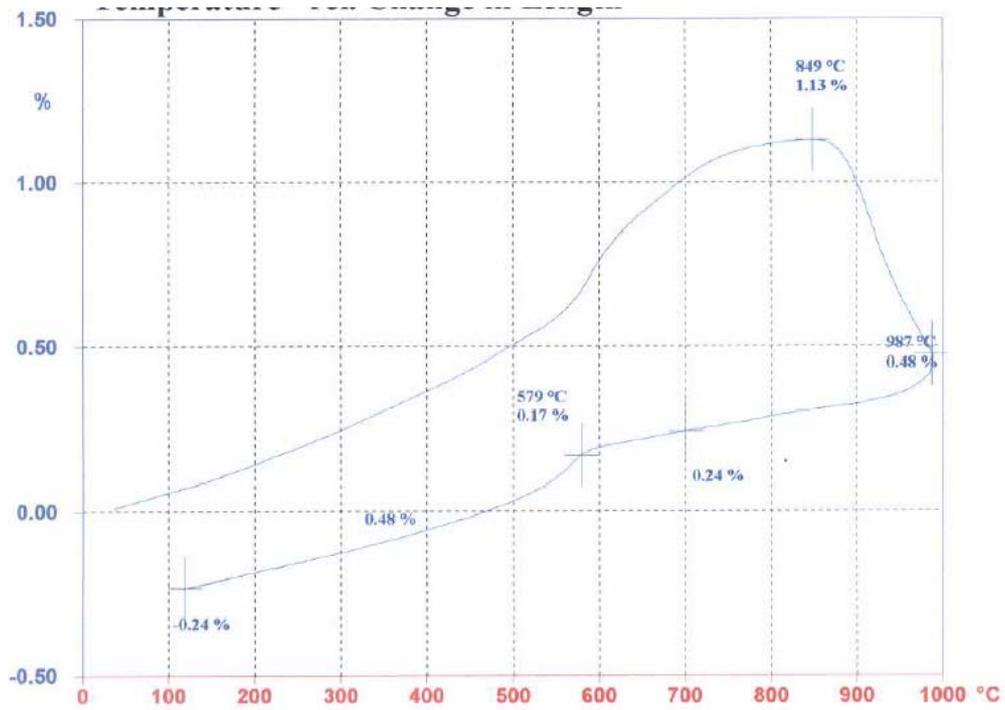
Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha^3$ (K <sup>-1</sup> )
35	0,09	35 - 300	$10,59 \cdot 10^{-6}$	$31,76 \cdot 10^{-6}$
200	1,84	300 - 500	$13,96 \cdot 10^{-6}$	$41,88 \cdot 10^{-6}$
300	2,89	500 - 650	$40,24 \cdot 10^{-6}$	$120,73 \cdot 10^{-6}$
400	3,98			
500	5,68			
600	10,46			
700	12,63			



Curva de dilatometría para modelo M1

M2

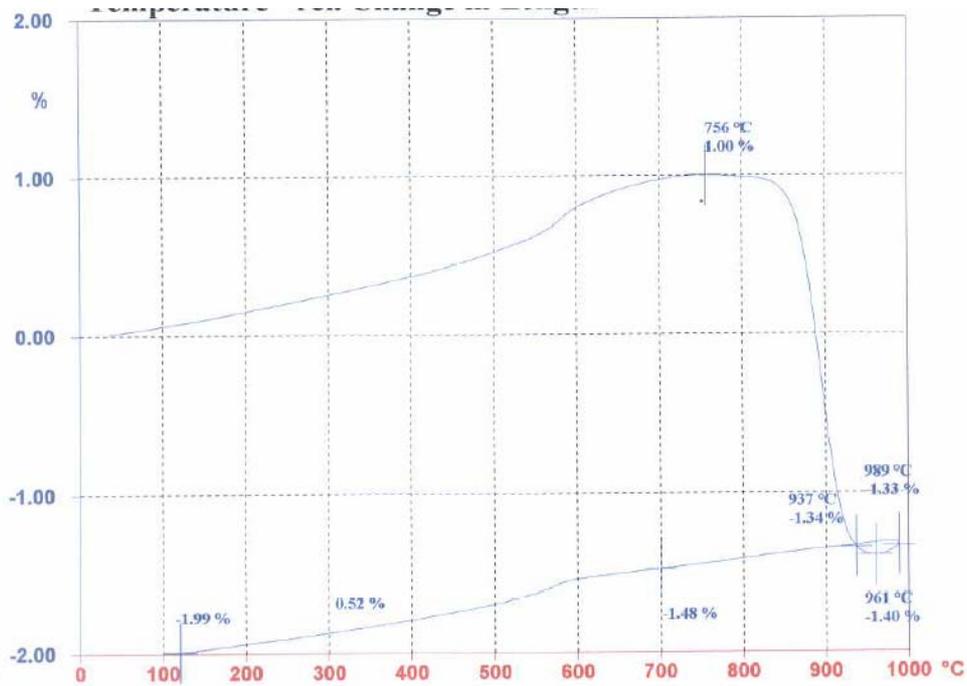
Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha^3$ (K <sup>-1</sup> )
35	-	35 - 300	-	-
200	1,41	300 - 500	$12,78 \cdot 10^{-6}$	$38,34 \cdot 10^{-6}$
300	2,47	500 - 650	$26,80 \cdot 10^{-6}$	$80,40 \cdot 10^{-6}$
400	3,65			
500	5,03			
600	7,58			
700	10,11			



Curva de dilatometría para modelo M2

M3

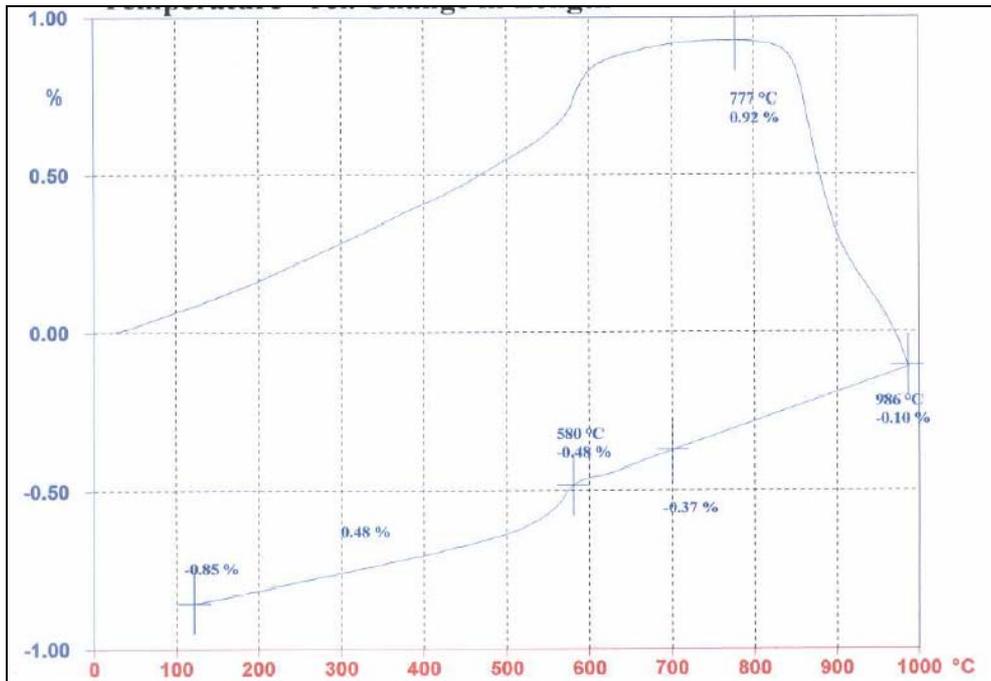
Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha^3$ (K <sup>-1</sup> )
35	0,07	35 - 300	$9,70 \cdot 10^{-6}$	$29,09 \cdot 10^{-6}$
200	1,68	300 - 500	$13,79 \cdot 10^{-6}$	$41,37 \cdot 10^{-6}$
300	2,64	500 - 650	$27,58 \cdot 10^{-6}$	$82,73 \cdot 10^{-6}$
400	3,73			
500	5,40			
600	8,82			
700	9,91			



Curva de dilatometría para modelo M3

M4

Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha^3$ (K <sup>-1</sup> )
35	0,05	35 - 300	10,52.10-6	31,55.10-6
200	1,64	300 - 500	13,06.10-6	31,55.10-6
300	2,84	500 - 650	10,52.10-6	31,55.10-6
400	4,05			
500	5,45			
600	6,23			
700	9,09			

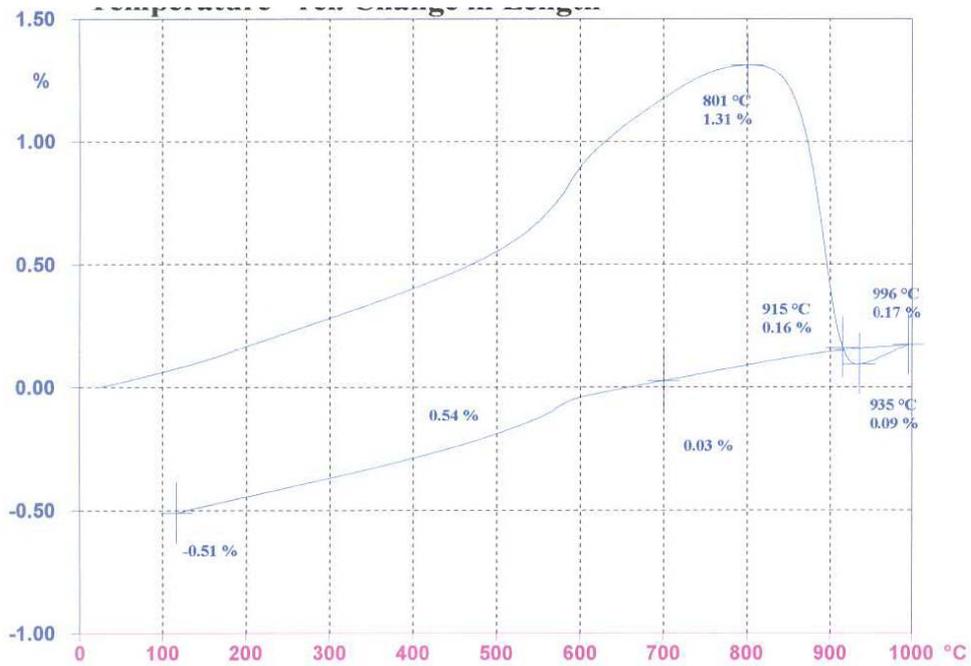


Curva de dilatometría para modelo M4

350

M5 =M6

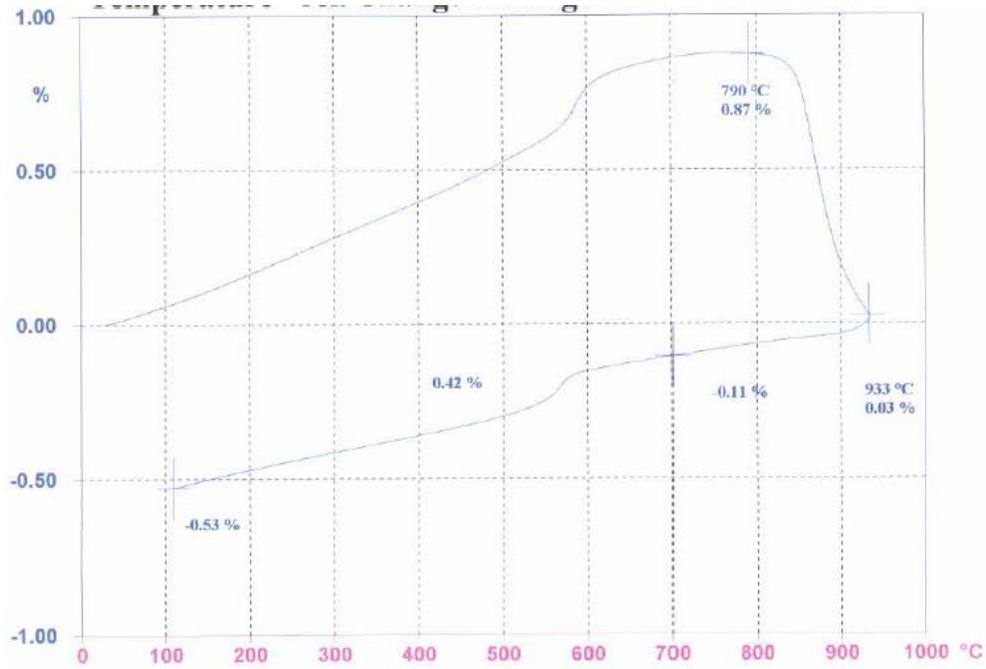
Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha 3$ (K-1)
35	0,08	35 - 300	$10,35 \cdot 10^{-6}$	$31,04 \cdot 10^{-6}$
200	1,66	300 - 500	$13,55 \cdot 10^{-6}$	$40,64 \cdot 10^{-6}$
300	2,82	500 - 650	$33,61 \cdot 10^{-6}$	$100,82 \cdot 10^{-6}$
400	4,03			
500	5,53			
600	8,93			
700	11,76			



Curva de dilatometría para modelos M5 y M6

M7

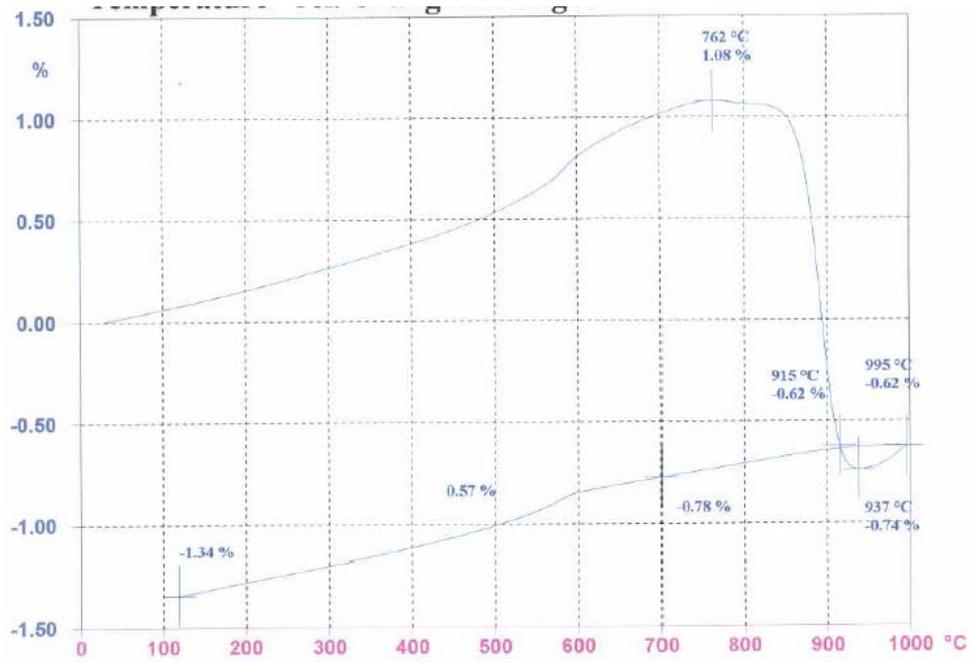
Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha^3$ (K <sup>-1</sup> )
35	0,06	35 - 300	$10,31 \cdot 10^{-6}$	$30,92 \cdot 10^{-6}$
200	1,64	300 - 500	$12,23 \cdot 10^{-6}$	$36,68 \cdot 10^{-6}$
300	2,80	500 - 650	$20,53 \cdot 10^{-6}$	$61,60 \cdot 10^{-6}$
400	3,94			
500	5,24			
600	7,62			
700	8,61			



Curva de dilatometría para modelo M7

M8

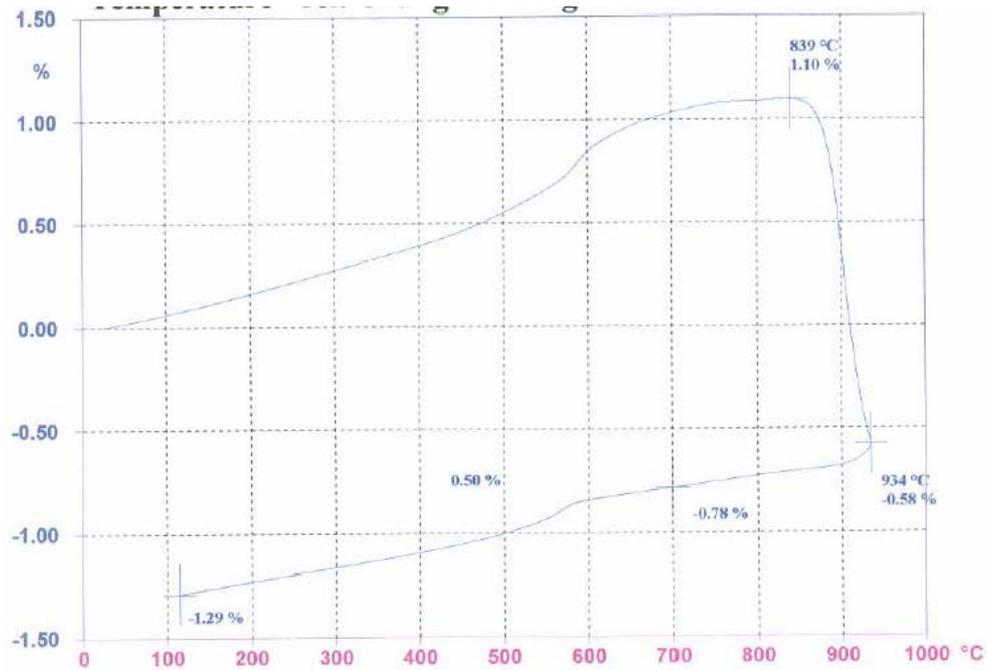
Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha^3$ (K <sup>-1</sup> )
35	0,08	35 - 300	$9,66 \cdot 10^{-6}$	$28,99 \cdot 10^{-6}$
200	1,55	300 - 500	$13,38 \cdot 10^{-6}$	$40,15 \cdot 10^{-6}$
300	2,65	500 - 650	$26,64 \cdot 10^{-6}$	$76,92 \cdot 10^{-6}$
400	3,80			
500	5,32			
600	8,08			
700	10,16			



Curva de dilatométrica para modelo M8

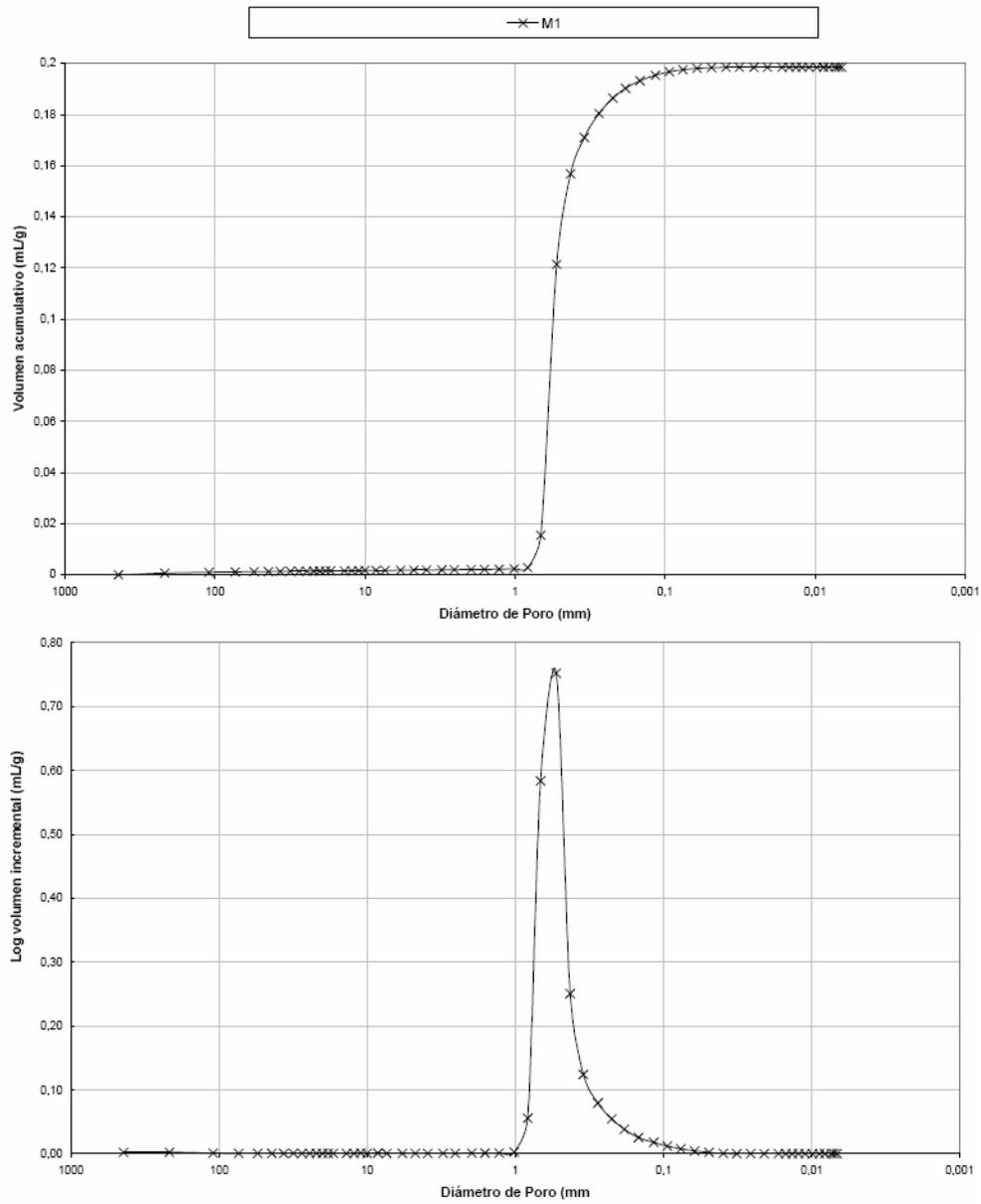
M9

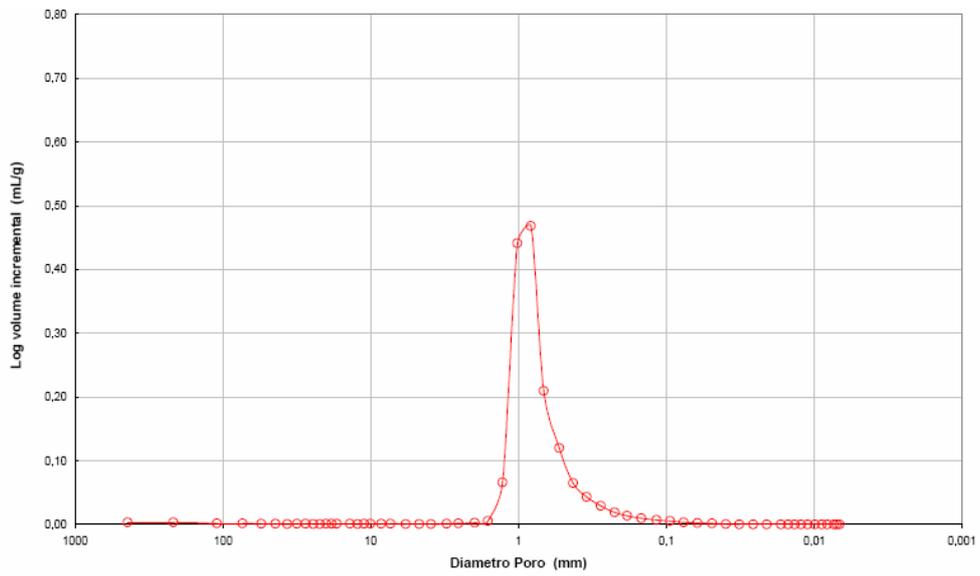
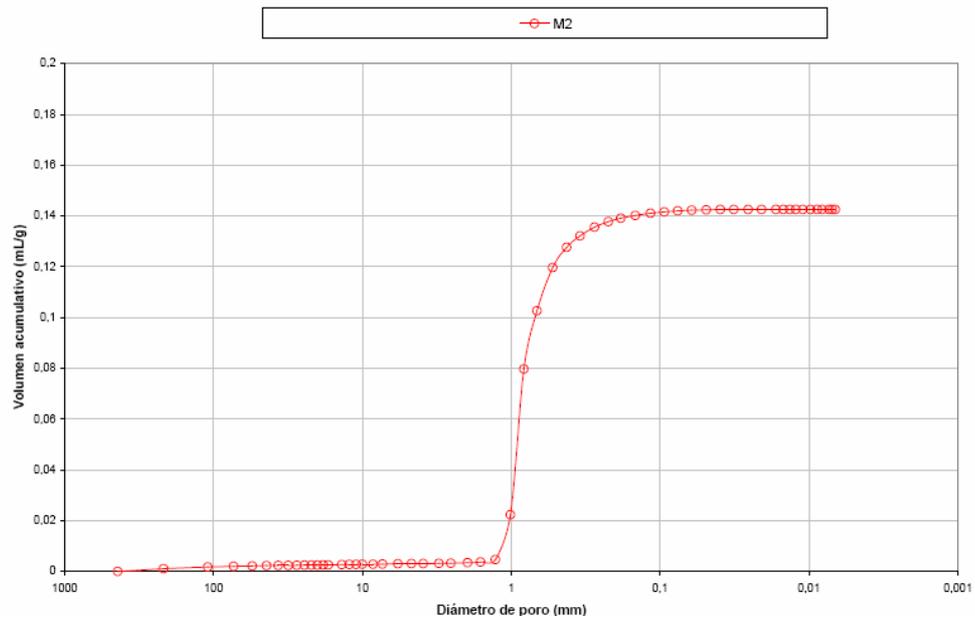
Temperatura (°C)	$\Delta L/L_0$ (‰)	Intervalo T (°C)	$\alpha$ (K <sup>-1</sup> )	$\alpha^3$ (K <sup>-1</sup> )
35	0,08	35 - 300	$10,01 \cdot 10^{-6}$	$30,04 \cdot 10^{-6}$
200	1,61	300 - 500	$13,79 \cdot 10^{-6}$	$41,36 \cdot 10^{-6}$
300	2,74	500 - 650	$27,91 \cdot 10^{-6}$	$83,74 \cdot 10^{-6}$
400	3,91			
500	5,49			
600	8,45			
700	10,35			

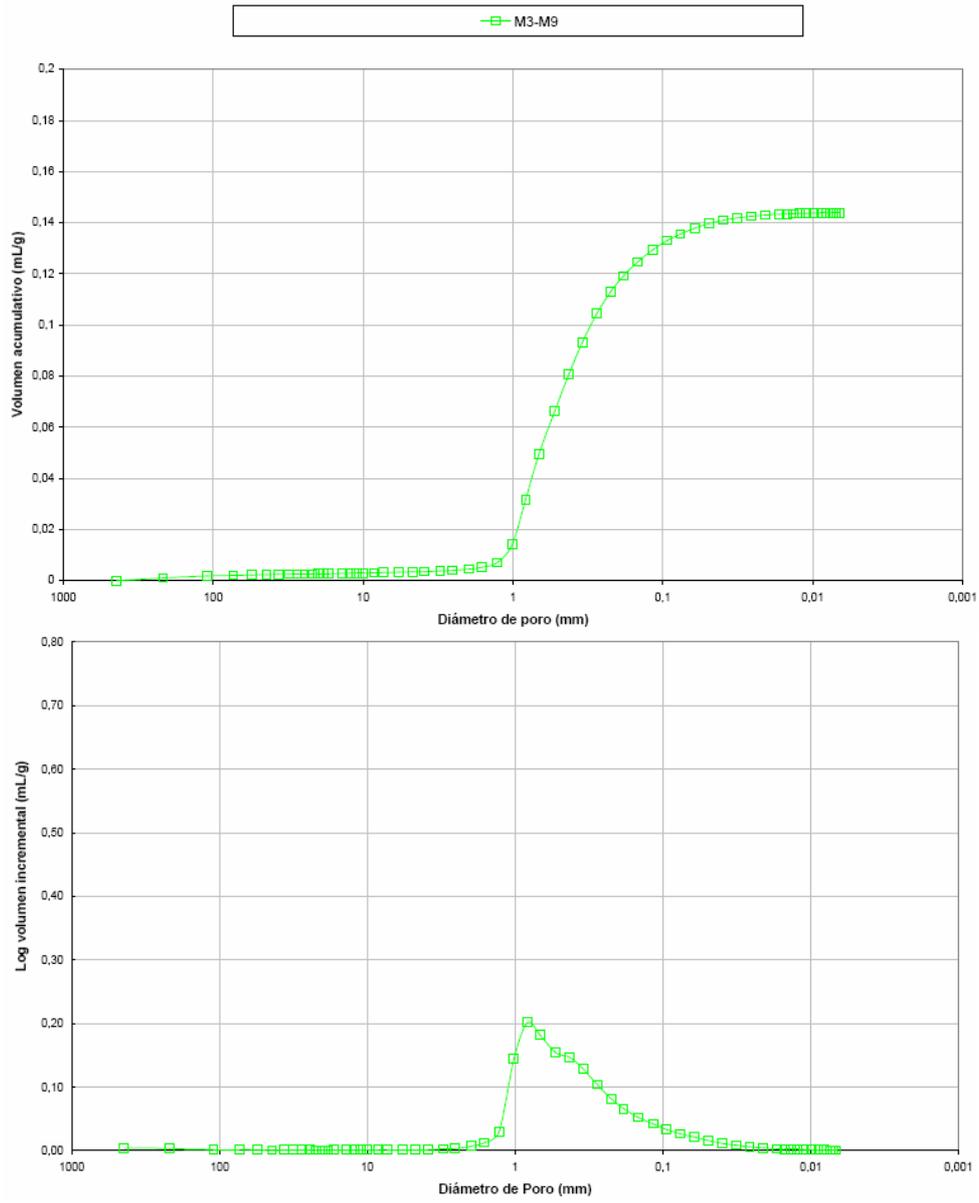


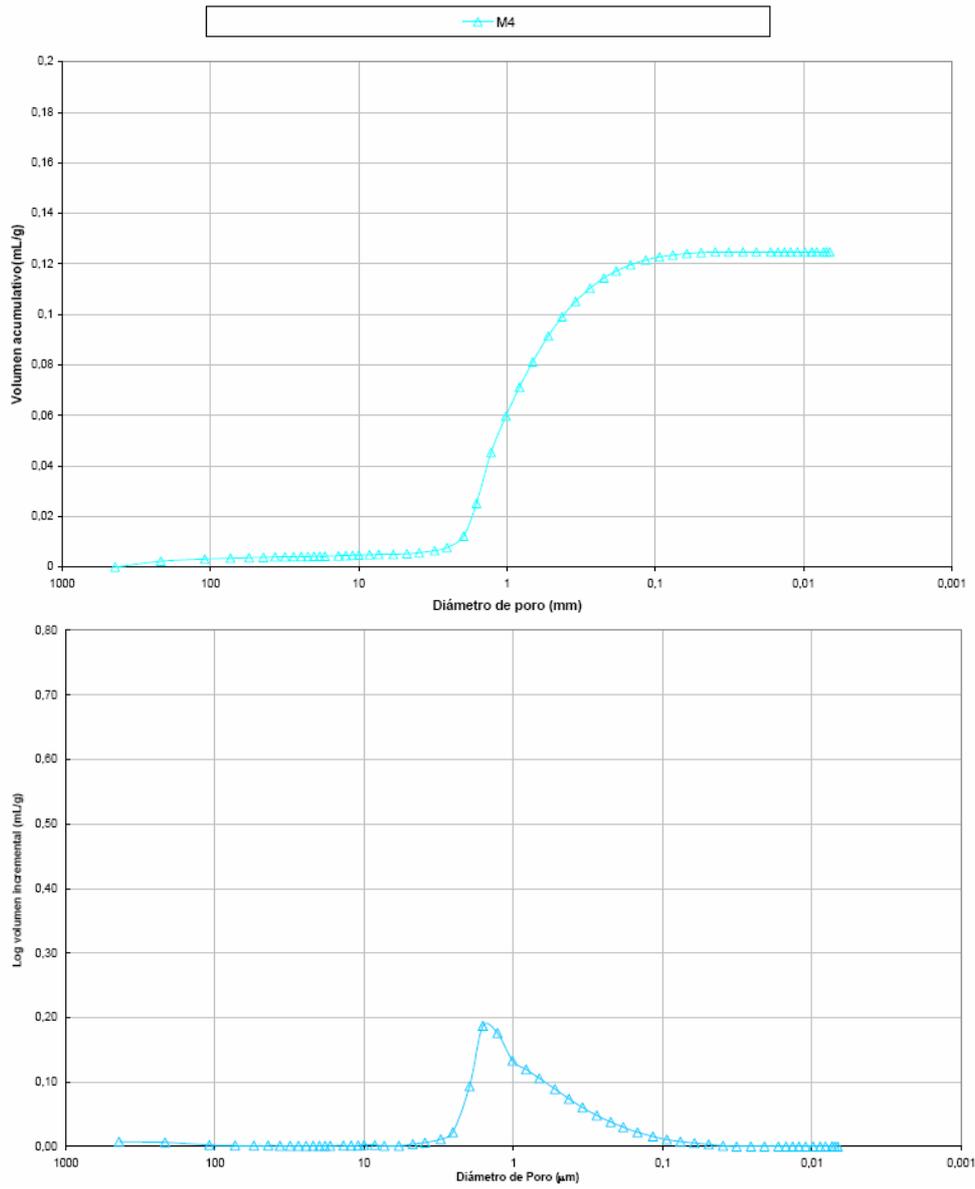
Curva de dilatométrica para modelo M9

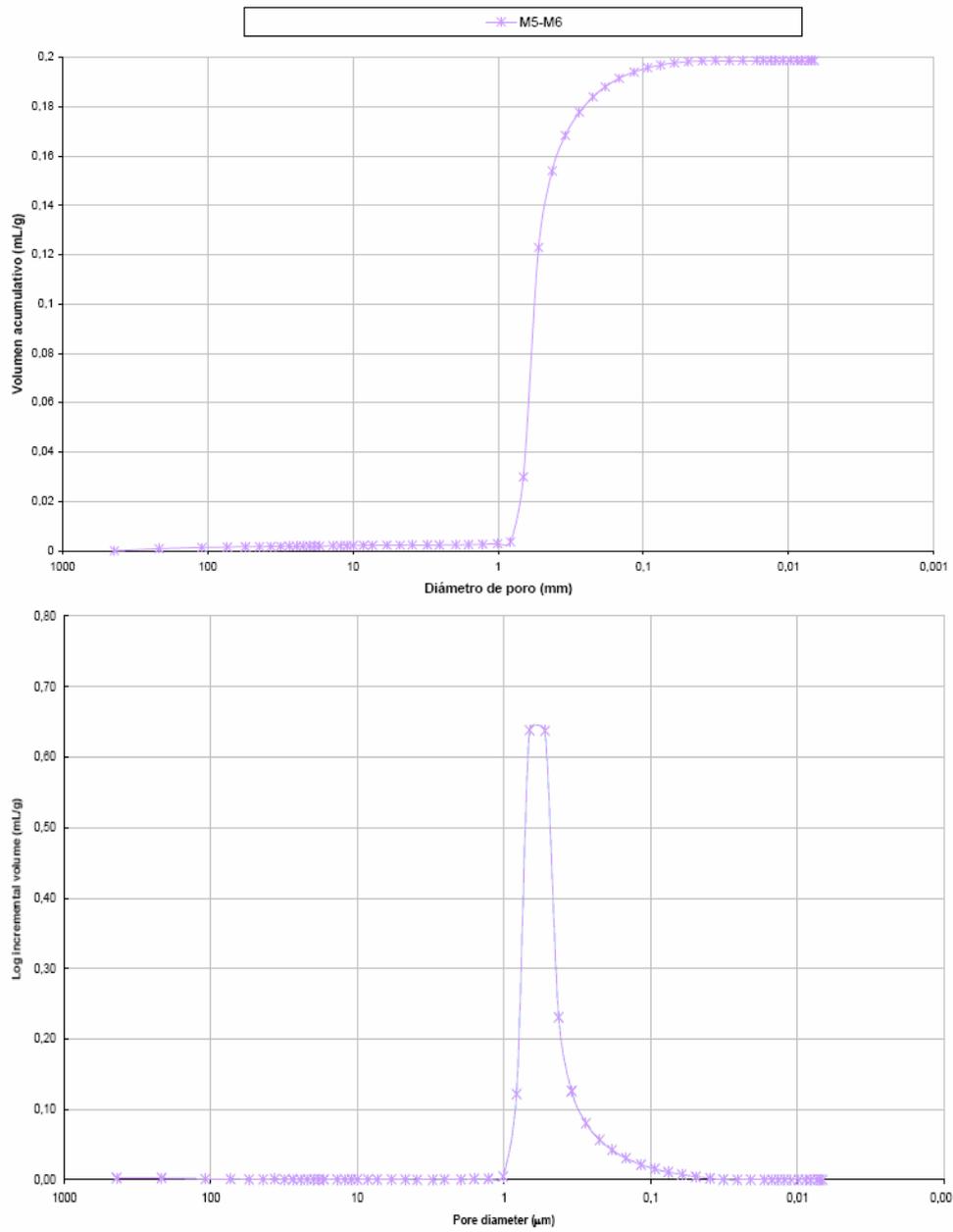
## APÉNDICE VI. POROSIMETRIA

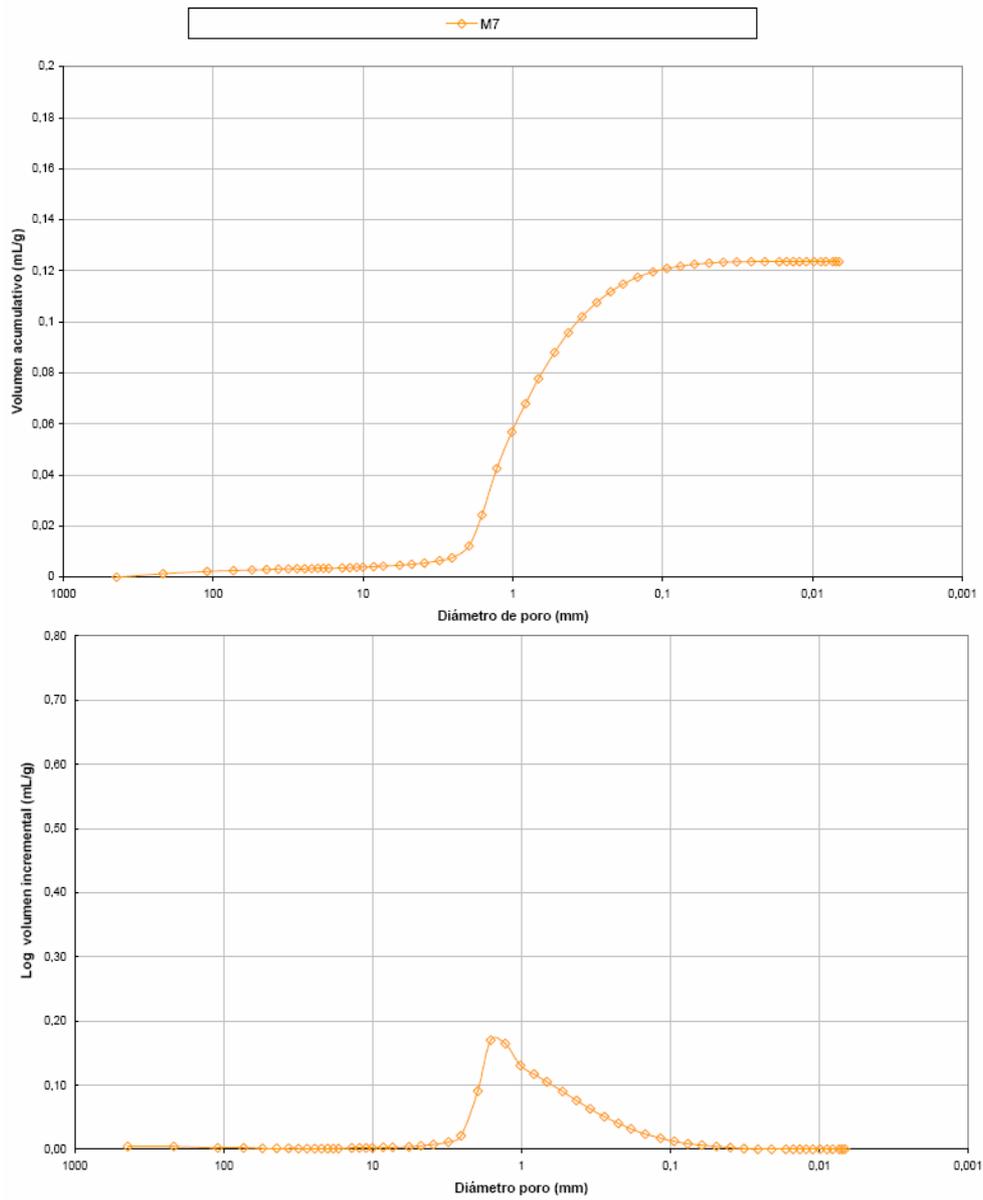


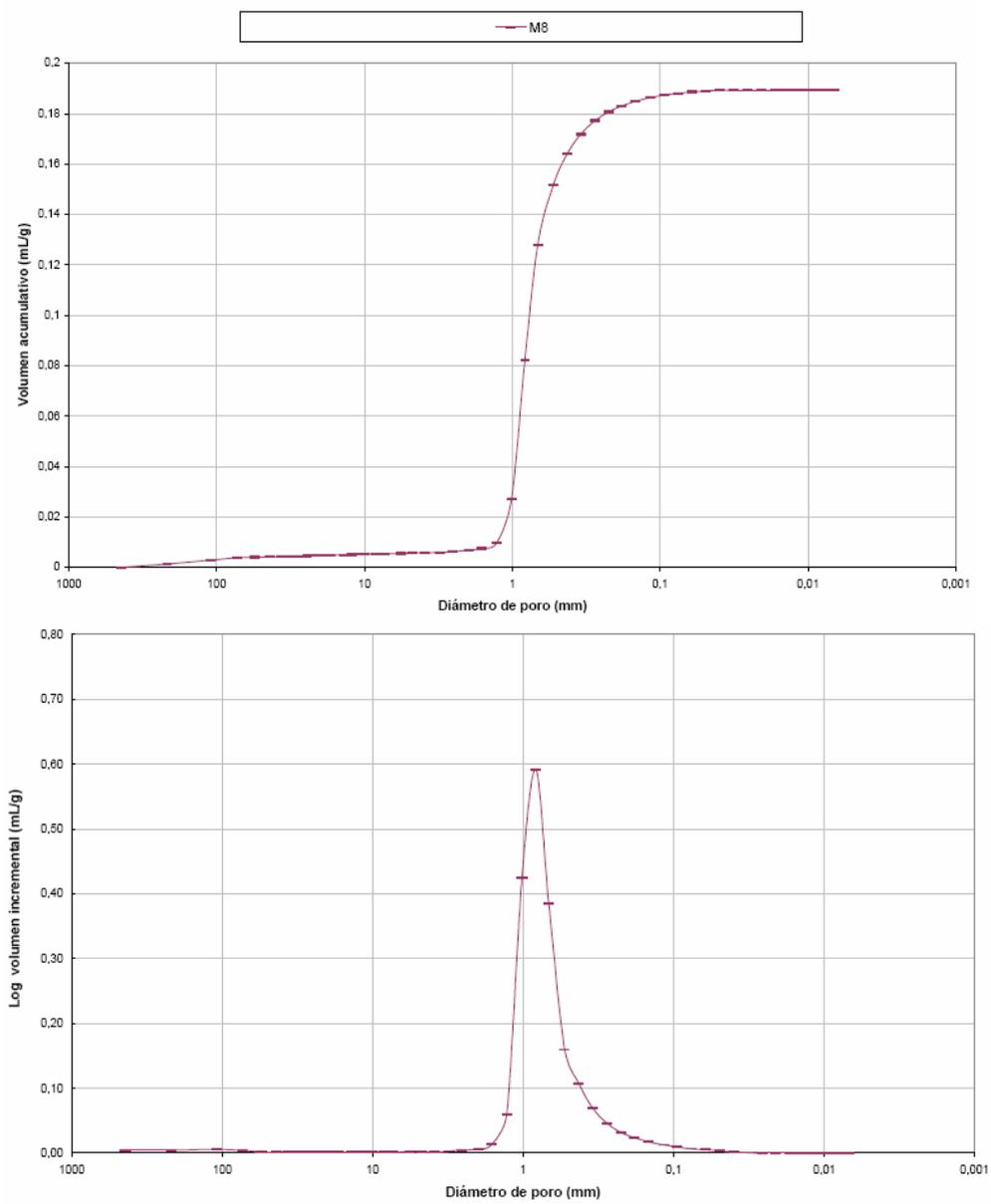














# APÉNDICE VII. CALIBRACIÓN DE LA CÁMARA

<b>CALIBRACIÓN</b>	<b>CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN</b>
	CÁMARAS DE HELADICIDAD
	NÚMERO: 02/2010TO      FECHA: 24/03/2010 <span style="float: right;">Página 1 de 6</span>
	FÁBRICA: TOLEDO

## IDENTIFICACIÓN

Instrumento      CÁMARA HELADICIDAD      Marca y modelo      DYCOMETAL CHD 525      N° Serie 2096/05

<b>Campo de medida</b>	-25 a +30°C	<b>División escala</b>	0,1°C	Dimensiones útiles Largo = 1000 mm Ancho = 700 mm Alto inundable = 570 mm
------------------------	-------------	------------------------	-------	--

## MÉTODO DE CALIBRACIÓN

La calibración se ha realizado según norma francesa NF X 15-140, siguiendo ciclo de norma europea EN 539-2 método C, idéntico a ciclo de montaña.

## TRAZABILIDAD DE LOS PATRONES EMPLEADOS

Los equipos patrones empleados garantizan su trazabilidad a través de los informes señalados:

Refer. patron	Equipo	N° serie	Certificado
1	HOBO U12-015	2252137	121/09
2	HOBO U12-015	2252142	122/09
3	HOBO U12-015	2252138	123/09
4	HOBO U12-015	2252139	124/09
5	HOBO U12-015	2252136	125/09
6	HOBO U12-015	2252141	126/09
7	HOBO U12-015	2252143	127/09
8	HOBO U12-015	2252145	128/09
9	HOBO U12-015	2252140	129/09

## CONDICIONES AMBIENTALES

Las condiciones ambientales durante la calibración fueron las siguientes:      21 °C      60 %HR

## RESULTADOS OBTENIDOS EN LA CALIBRACIÓN

TEMPERATURA INDICADOR (°C)	ESTABILIDAD (°C)	INCERTIDUMBRE (k=2) (°C)	HOMOGENEIDAD (°C)	INCERTIDUMBRE (k=2) (°C)	CORRECCION INDICADOR (°C)	INCERTIDUMBRE (k=2) (°C)
12,0	1,1	0,6	0,4	0,3	0,3	0,7
4,0	0,3	0,2	0,6	0,4	0,2	0,5
-5,0	0,3	0,2	0,6	0,4	-0,3	0,5
-15,0	0,7	0,4	0,3	0,2	0,0	0,5

## CRITERIO DE ACEPTACIÓN =

TOLERANCIAS (EN 539-2)	TIEMPO (min)	INCERTIDUMBRE (°C)	RESULTADO
de 12 °C ± 3°C a 4°C ± 2°C	50 ± 10	2	APTO
de 4°C ± 2°C a -5°C ± 2°C	55 ± 15		
de -5°C ± 2°C a -15°C ± 5°C	45 ± 15		
de -15°C ± 5°C a 12°C ± 3°C	15 ± 5		

## OBSERVACIONES

Hojas de trabajo para cada temperatura controlada en páginas 2, 3, 4 y 5  
Calibración del ciclo completo en gráfico página 6  
Carga de la cámara: 9 tejas mixtas

Realizado por:  
Juan Vellisca  
Técnico de calibración

U patron 0.22

Res patron 0.1

Punto Consigna 12

	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9	INDICADOR
Reiteración 1	11.52	11.66	11.95	12.44	12.17	11.27	11.39	12.63	12.51	12.00
Reiteración 2	11.88	11.86	12.15	12.44	12.27	11.37	11.57	12.63	12.53	12.00
Reiteración 3	12.03	12.00	12.22	12.39	12.34	11.54	11.78	12.63	12.53	12.00
Reiteración 4	12.10	12.12	12.27	12.36	12.36	11.71	11.93	12.63	12.49	12.00
Reiteración 5	12.17	12.20	12.27	12.36	12.39	11.88	12.05	12.61	12.46	12.00
Reiteración 6	12.27	12.27	12.32	12.39	12.39	11.98	12.12	12.58	12.44	12.00
Reiteración 7	12.36	12.32	12.39	12.49	12.39	12.10	12.22	12.56	12.39	12.00
Reiteración 8	12.49	12.34	12.49	12.63	12.44	12.17	12.27	12.53	12.44	12.00
Reiteración 9	12.53	12.39	12.56	12.70	12.49	12.24	12.36	12.56	12.51	12.00
Reiteración 10	12.56	12.44	12.58	12.75	12.53	12.36	12.39	12.63	12.58	12.00

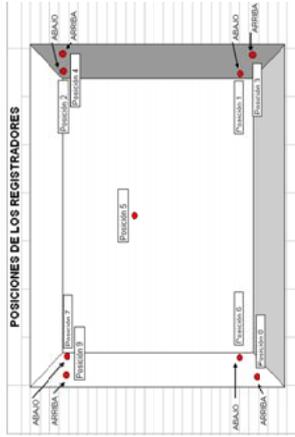
	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9
Máximo	12.56	12.44	12.58	12.75	12.53	12.36	12.39	12.63	12.58
Mínimo	11.52	11.66	11.95	12.36	12.17	11.27	11.39	12.53	12.39
Valor medio	12.19	12.16	12.32	12.49	12.38	11.86	12.01	12.60	12.49
Valor medio eq	12.28								
Indicador	12.00								

ESTABILIDAD	1.042	0.775	0.629	0.387	0.363	1.091	0.995	0.096	0.193
u <sub>o</sub>	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058
u(FT)	0.301	0.224	0.182	0.112	0.105	0.315	0.287	0.028	0.056
u(y)	0.306	0.231	0.191	0.126	0.120	0.320	0.293	0.064	0.080

Homoge	0.44
u <sub>o</sub>	0.06
u(H)	0.13
u(Y)	0.14

Estabilidad	y	1.1
	U(y)	0.6
Homogeneidad	y	0.4
	U(y)	0.3
Corrección	Ci	0.3

Ucombinada 0.7



U patron 0.22

Res patron 0.1

Punto Consigne 4

	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9	INDICADOR
Reiteración 1	4.30	3.91	4.38	3.88	4.32	4.43	3.96	4.53	3.78	4.00
Reiteración 2	4.30	3.96	4.35	3.88	4.32	4.43	3.99	4.51	3.80	4.00
Reiteración 3	4.30	3.99	4.35	3.91	4.32	4.45	4.01	4.53	3.83	4.00
Reiteración 4	4.35	4.06	4.38	3.93	4.35	4.48	4.06	4.53	3.88	4.00
Reiteración 5	4.38	4.09	4.38	3.96	4.38	4.51	4.12	4.56	3.91	4.00
Reiteración 6	4.38	4.09	4.38	3.99	4.38	4.51	4.12	4.56	3.91	4.00
Reiteración 7	4.38	4.09	4.38	3.99	4.38	4.51	4.12	4.56	3.91	4.00
Reiteración 8	4.38	4.12	4.40	4.01	4.38	4.53	4.17	4.56	3.96	4.00
Reiteración 9	4.40	4.17	4.43	4.04	4.43	4.56	4.19	4.58	3.99	4.00
Reiteración 10	4.45	4.19	4.43	4.06	4.43	4.58	4.22	4.61	4.04	4.00

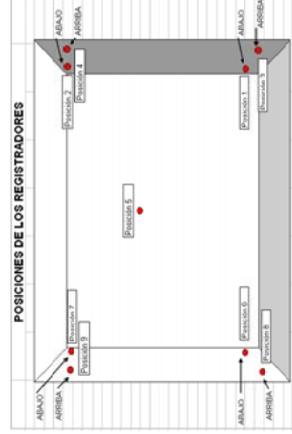
	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9
Máximo	4.45	4.19	4.43	4.06	4.45	4.58	4.22	4.61	4.04
Mínimo	4.30	3.91	4.35	3.88	4.32	4.43	3.96	4.51	3.78
Valor medio	4.36	4.07	4.38	3.96	4.37	4.50	4.09	4.55	3.90
Valor medio eq	4.24								
Indicador	4.00								

ESTABILIDAD	0.156	0.288	0.078	0.183	0.130	0.156	0.262	0.104	0.262
u <sub>o</sub>	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058
u(FT)	0.045	0.083	0.023	0.053	0.038	0.045	0.076	0.030	0.076
u(y)	0.073	0.101	0.062	0.078	0.069	0.073	0.095	0.065	0.095

Homoge	0.59
u <sub>o</sub>	0.06
u(H)	0.17
u(Y)	0.18

Estabilidad	y	0.3
	U(y)	0.2
Homogeneidad	y	0.6
	U(y)	0.4
Corrección	Ci	0.2

Ucombinada 0.5



U patron 0.22

Res patron 0.1

Punto Consigna -5

	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9	INDICADOR
Reiteración 1	-5.05	-4.53	-5.14	-5.02	-4.56	-5.67	-7.06	-5.89	-4.74	-5.00
Reiteración 2	-5.05	-4.50	-5.11	-4.99	-4.56	-5.67	-7.06	-5.89	-4.68	-5.00
Reiteración 3	-5.05	-4.50	-5.11	-5.05	-4.59	-5.70	-7.06	-5.92	-4.71	-5.00
Reiteración 4	-5.11	-4.53	-5.17	-5.11	-4.68	-5.79	-7.06	-5.98	-4.74	-5.00
Reiteración 5	-5.17	-4.56	-5.20	-5.17	-4.71	-5.89	-7.06	-6.01	-4.77	-5.00
Reiteración 6	-5.14	-4.53	-5.14	-5.14	-4.65	-5.89	-6.93	-5.92	-4.74	-5.00
Reiteración 7	-5.05	-4.47	-5.02	-5.08	-4.62	-5.82	-6.80	-5.82	-4.68	-5.00
Reiteración 8	-5.05	-4.47	-5.02	-5.11	-4.65	-5.85	-6.74	-5.82	-4.68	-5.00
Reiteración 9	-5.08	-4.50	-5.05	-5.11	-4.74	-5.89	-6.77	-5.85	-4.68	-5.00
Reiteración 10	-5.17	-4.50	-5.05	-5.14	-4.80	-5.95	-6.77	-5.85	-4.74	-5.00

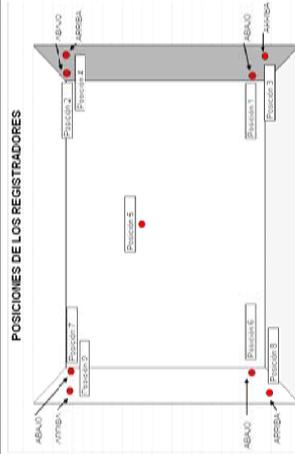
	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9
Máximo	-5.05	-4.47	-5.02	-4.99	-4.56	-5.67	-6.74	-5.82	-4.68
Mínimo	-5.17	-4.56	-5.20	-5.17	-4.80	-5.95	-7.06	-6.01	-4.77
Valor medio eq	-5.09	-4.51	-5.10	-5.09	-4.66	-5.81	-6.93	-5.89	-4.72
Indicador	-5.31								
	-5.00								

ESTABILIDAD	0.123	0.091	0.185	0.184	0.244	0.281	0.321	0.188	0.092
u <sub>o</sub>	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058
u(FT)	0.036	0.026	0.053	0.053	0.070	0.081	0.093	0.054	0.027
u(y)	0.068	0.063	0.079	0.078	0.091	0.100	0.109	0.079	0.064

Homoge	0.59
u <sub>o</sub>	0.06
u(H)	0.17
u(Y)	0.18

Estabilidad	y	0.3
	U(y)	0.2
Homogeneidad	y	0.6
	U(y)	0.4
Corrección	Ci	-0.3

Ucombinada 0.5



U patron 0,22

Res patron 0,1

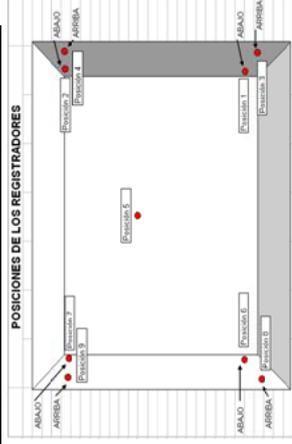
Punto Consigna -15

	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9	INDICADOR
Reiteración 1	-14,94	-14,75	-14,71	-14,83	-14,94	-16,16	-15,71	-15,83	-14,67	-15,00
Reiteración 2	-14,83	-14,71	-14,59	-14,75	-14,87	-15,95	-15,63	-15,67	-14,59	-15,00
Reiteración 3	-14,75	-14,67	-14,55	-14,71	-14,83	-15,83	-15,55	-15,59	-14,55	-15,00
Reiteración 4	-14,75	-14,71	-14,55	-14,71	-14,83	-15,75	-15,47	-15,59	-14,55	-15,00
Reiteración 5	-14,75	-14,71	-14,55	-14,67	-14,83	-15,67	-15,47	-15,51	-14,55	-15,00
Reiteración 6	-14,71	-14,67	-14,51	-14,63	-14,79	-15,63	-15,43	-15,47	-14,51	-15,00
Reiteración 7	-14,67	-14,67	-14,51	-14,63	-14,75	-15,55	-15,39	-15,43	-14,47	-15,00
Reiteración 8	-14,63	-14,67	-14,51	-14,63	-14,75	-15,51	-15,34	-15,39	-14,51	-15,00
Reiteración 9	-14,67	-14,71	-14,55	-14,63	-14,79	-15,51	-15,34	-15,39	-14,51	-15,00
Reiteración 10	-14,71	-14,71	-14,55	-14,67	-14,83	-15,51	-15,34	-15,43	-14,55	-15,00

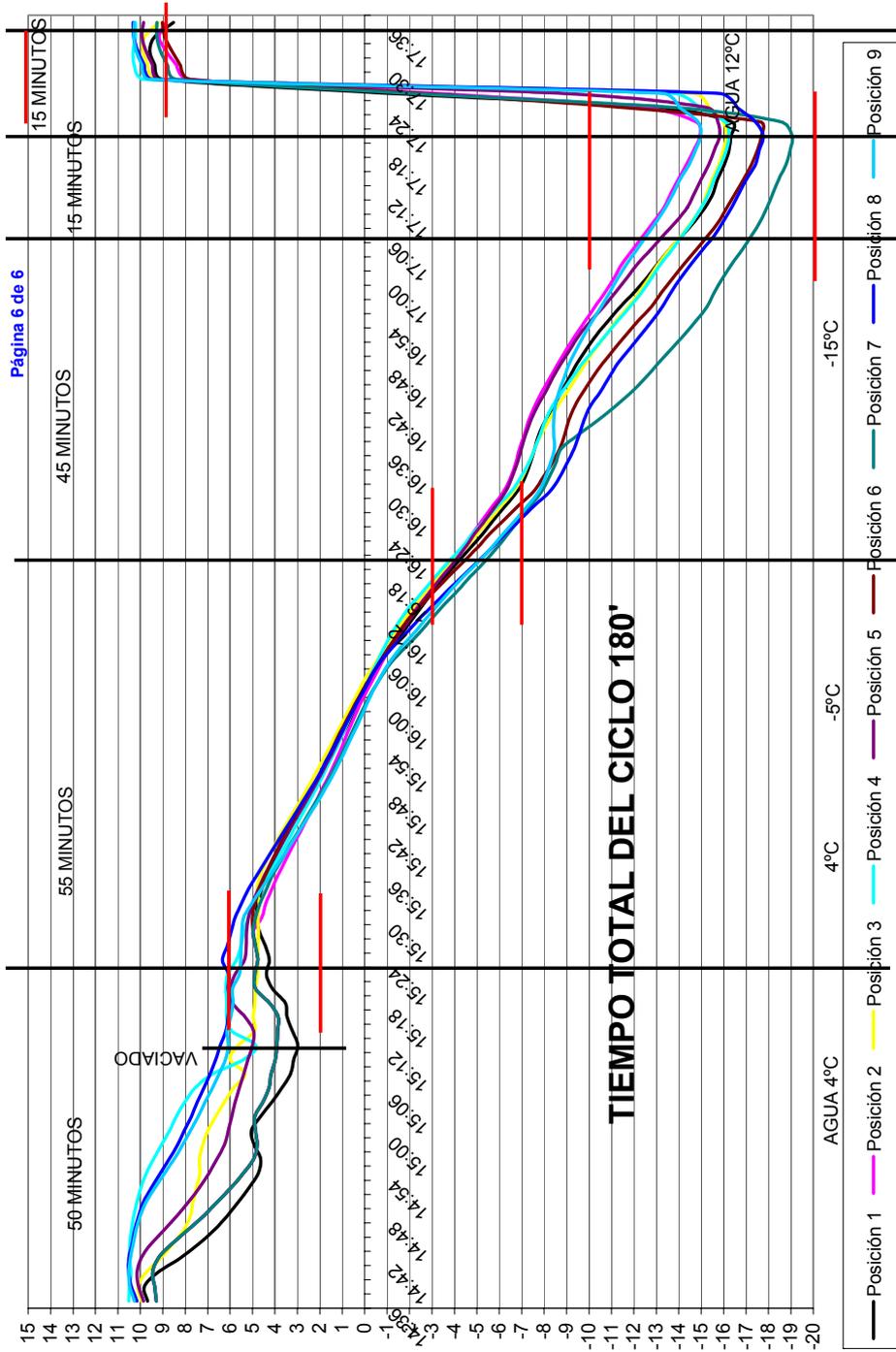
	SONDA 1	SONDA 2	SONDA 3	SONDA 4	SONDA 5	SONDA 6	SONDA 7	SONDA 8	SONDA 9
Máximo	-14,63	-14,67	-14,51	-14,63	-14,75	-15,51	-15,34	-15,39	-14,47
Mínimo	-14,94	-14,75	-14,71	-14,83	-14,94	-16,16	-15,71	-15,83	-14,67
Valor medio	-14,74	-14,69	-14,56	-14,68	-14,82	-15,71	-15,47	-15,53	-14,55
Valor medio eq	-14,97								
Indicador	-15,00								

ESTABILIDAD	0,316	0,079	0,196	0,197	0,198	0,654	0,365	0,446	0,197
u <sub>o</sub>	0,058	0,058	0,058	0,058	0,058	0,058	0,058	0,058	0,058
u(FT)	0,091	0,023	0,057	0,057	0,057	0,189	0,105	0,129	0,057
u(y)	0,108	0,062	0,081	0,081	0,081	0,197	0,120	0,141	0,081

Homoge	0,27
u <sub>o</sub>	0,06
u(H)	0,08
u(y)	0,10



Estabilidad	y	0,7
	U(y)	0,4
Homogeneidad	y	0,3
	U(y)	0,2
Corrección	Ci	0,0



## **APÉNDICE VIII. RESISTENCIA A LA HELADA**

La nomenclatura utilizada en las tablas que siguen para designar los defectos encontrados a las tejas tras los ensayos de resistencia a la helada es la siguiente:

- DC desconchado
- DCA descamación
- DL deslaminación
- DSC descascarillamiento
- EX exfoliación
- FE fisura estructural
- FN fisura naciente
- FS fisura superficial
- PN pérdida de nervios
- PT pérdida de tacones
- SD sin daños

Muestra	M1	Método: C		Observaciones	
		Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
Teja	Masa (g)				
1	1.283	15,12	71	60 ciclos pequeño DC en boquilla; 101 ciclos DL y DC	60 ciclos DSC; 101 ciclos DL y DC
2	1.285	15,02	101	86 ciclos FN; 120 ciclos DL y DC	120 ciclos DL y DC
3	1.273	15,08	86	120 ciclos DL y DC	120 ciclos DL y DC
4	1.287	14,92	126	101 ciclos DCA y EX; 130 ciclos DL y DC	101 ciclos DSC; 130 ciclos DL y DC
5	1.232	14,83	71	51 FN; 60 ciclos pequeño DC; 101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL y DC
6	1.280	14,83	101	120 ciclos DL y DC	120 ciclos DL y DC
7	1.288	14,84	86	60 ciclos pequeño DC en boquilla; 101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL y DC
8	1.288	14,83	71	60 ciclos pequeño DC en boquilla; 86 ciclos DL y DC	86 ciclos DL y DC
9	1.280	14,84	86	101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL y DC
10	1.282	14,98	71	60 ciclos pequeño DC en boquilla; 101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL y DC
11	1.283	14,83	101	86 ciclos DCA; 120 ciclos DL y DC	120 ciclos DL y DC
12	1.285	14,84	86	101 ciclos DL y DC	71 FS; 120 ciclos DC
13	1.280	14,98	101	71 ciclos DSC de arista; 120 ciclos DL y DC	120 ciclos DL y DC
14	1.282	14,83	126	101 ciclos FN; 130 ciclos FE y DL	130 ciclos DC
15	1.273	14,83	86	101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL y DC
16	1.287	14,84	101	120 ciclos DL y DC	86 ciclos DSC; 120 ciclos DC
17	1.232	15,05	86	71 ciclos FN; 101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL y DC
18	1.280	15,02	101	120 ciclos DL y DC	120 ciclos DL y DC
19	1.288	15,00	101	120 ciclos DL y DC	120 ciclos DL y DC
20	1.288	14,92	86	101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL y DC
<b>Media</b>	<b>1.278</b>	<b>14,92</b>	<b>92</b>		

Muestra M1		Método: E		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	1.240	14,90	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
2	1.281	15,20	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
3	1.275	15,30	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
4	1.280	15,10	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
5	1.259	15,10	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
6	1.275	15,10	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
7	1.287	15,14	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
8	1.282	15,02	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
9	1.285	15,12	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
10	1.277	14,95	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
11	1.282	15,1	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
12	1.280	14,96	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
13	1.291	14,94	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
14	1.288	15,15	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
15	1.278	14,97	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
16	1.245	15,25	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
17	1.287	15,12	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
18	1.273	15,17	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
19	1.282	15,18	51	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL
20	1.283	15,15	71	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL
<b>Media</b>	<b>1.277</b>	<b>15,10</b>	<b>62</b>		

Muestra M2		Método: C		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)		
1	2.412	11,53	86	60 ciclos pequeño DC en boquilla; 101 ciclos DL y DC	SD
2	2.336	11,56	251	180 ciclos DL en arista; 260 ciclos FE	260 ciclos DL
3	2.347	11,50	101	120 ciclos DL y DC	SD
4	2.363	11,26	201	86 ciclos FS; 210 ciclos DL	210 ciclos DL
5	2.358	10,28	86	60 ciclos pequeño DC; 101 ciclos DL y DC	SD
6	2.396	11,48	151	160 ciclos DL	160 ciclos DL
7	2.409	11,54	151	160 ciclos DL	160 ciclos DL
8	2.412	11,48	126	60 ciclos pequeño DC; 151 ciclos DL y DC	SD
9	2.333	11,54	201	120 ciclos FS; 210 ciclos DL	210 ciclos DL
10	2.346	11,48	126	120 ciclos pequeño DC; 151 ciclos DC	SD
11	2.422	11,60	251	260 ciclos FE	260 ciclos DL
12	2.326	11,56	151	160 ciclos DL	160 ciclos DL
13	2.347	11,52	201	SD	210 ciclos DL
14	2.373	11,30	251	260 ciclos FE y DL	260 ciclos DL
15	2.348	10,45	126	151 ciclos DC	SD
16	2.390	11,48	251	260 ciclos FE	260 ciclos DSC
17	2.410	11,54	126	151 ciclos DC	SD
18	2.420	11,60	151	160 ciclos DL	160 ciclos DL
19	2.330	11,54	101	120 ciclos DL	SD
20	2.346	11,56	101	120 ciclos DC	SD
<b>Media</b>	<b>2.371</b>	<b>11,39</b>	<b>160</b>		

Muestra	M2	Método: E		Observaciones			
		Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)		
						Cara superior	Cara inferior
1	2.383	12,00	101	126 ciclos FE y DL	126 ciclos DL		
2	2.412	12,10	86	71 ciclos FN; 101 ciclos FE y DL	101 ciclos DL		
3	2.348	12,10	101	126 ciclos FE y DL	126 ciclos DL		
4	2.357	11,40	86	101 ciclos DL	101 ciclos DL		
5	2.409	12,10	101	126 ciclos FE y DL	126 ciclos DL		
6	2.333	11,20	86	101 ciclos DL	101 ciclos DL		
7	2.346	12,05	126	71 ciclos pequeño DC; 135 ciclos DL	135 ciclos DL		
8	2.412	12,02	101	126 ciclos FE y DL	126 ciclos DL		
9	2.396	12,10	126	135 ciclos DL y DC	135 ciclos DL		
10	2.363	11,54	101	126 ciclos FE y DL	126 ciclos DL		
11	2.336	12,10	126	135 ciclos DL y DC	135 ciclos DL		
12	2.383	11,14	86	101 ciclos DL y DC	101 ciclos DL		
13	2.408	12,00	101	126 ciclos FE y DL	126 ciclos DL		
14	2.356	12,10	126	85 ciclos pequeño DC; 135 ciclos DC	135 ciclos DL		
15	2.352	12,03	101	71 ciclos DL y DC	71 ciclos DL		
16	2.402	11,40	86	71 ciclos DSC; 101 ciclos DL	101 ciclos DL		
17	2.337	12,07	126	135 ciclos DL y DC	135 ciclos DL		
18	2.341	11,07	86	85 ciclos DL y DC	85 ciclos DL		
19	2.401	11,82	101	126 ciclos FE y DL	126 ciclos DL		
20	2.380	12,07	101	126 ciclos DL	126 ciclos DL		
<b>Media</b>	<b>2.373</b>	<b>11,82</b>	<b>103</b>				

Muestra M3		Método: C		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)		
1	2.980	11,50	126	101 ciclos DCA	130 ciclos FS y PT
2	3.021	11,65	101	71 ciclos FN; 120 ciclos FE	SD
3	3.005	11,35	86	101 ciclos FE	SD
4	2.994	11,53	151	160 ciclos PN	160 ciclos DSC
5	2.965	11,47	181	200 ciclos PN	200 ciclos PT
6	3.033	11,60	101	120 ciclos FS	120 ciclos PT
7	2.984	11,40	86	60 ciclos FN; 101 ciclos FE	SD
8	3.017	11,55	151	160 ciclos PN	160 ciclos PT
9	3.007	11,45	86	101 ciclos FE	101 ciclos DC
10	2.990	11,42	181	200 ciclos PN	200 ciclos PT (uno)
11	3.018	11,67	101	86 ciclos FN; 120 ciclos PN	SD
12	2.981	11,50	86	101 ciclos DC	SD
13	3.012	11,57	181	200 ciclos PN	200 ciclos PT (uno)
14	3.020	11,43	126	130 ciclos DCA	130 ciclos DC
15	2.988	11,37	151	160 ciclos PN	160 ciclos PT
16	2.980	11,63	126	130 ciclos DCA	130 ciclos FS y PT
17	3.015	11,50	151	160 ciclos PN	160 ciclos PT (uno)
18	3.007	11,52	181	120 ciclos pequeños DC; 200 ciclos PN	160 ciclos PT (uno)
19	2.992	11,47	151	160 ciclos PN	SD
20	2.980	11,51	126	101 ciclos pequeños DC	130 ciclos PT
<b>Media</b>	<b>2.999</b>	<b>11,50</b>	<b>132</b>		

Muestra M3		Método: E		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
3	3.012	12,80	126	151 ciclos PN	SD
4	2.998	12,80	101	126 ciclos PN	SD
5	2.960	12,93	151	181 ciclos FE, DL	181 ciclos FE
6	3.038	12,94	101	SD	120 ciclos PT
7	2.994	12,92	151	126 ciclos FN; 181 ciclos DL	181 ciclos PT
8	3.007	12,95	101	SD	120 ciclos PT
9	3.007	12,82	126	151 ciclos PN	SD
10	2.990	12,84	86	SD	101 ciclos PT
11	3.018	12,90	126	151 ciclos PN	SD
12	2.970	12,92	101	SD	120 ciclos PT
13	3.020	12,92	71	86 ciclos PN	SD
14	3.027	12,97	86	SD	101 ciclos PT
15	2.980	12,80	101	SD	120 ciclos PT
16	2.975	12,77	71	86 ciclos PN	SD
17	3.025	12,91	126	151 ciclos PN	SD
18	3.000	12,87	71	86 ciclos PN	SD
19	2.995	13,04	101	120 ciclos PN	SD
20	3.010	12,77	181	200 ciclos FE, DL	200 ciclos FE
<b>Media</b>	<b>3.001</b>	<b>12,88</b>	<b>114</b>		

Muestra M4		Método: C		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	3.670	9,43	351	360 ciclos FE	SD
2	3.715	9,57	251	200 ciclos FN; 260 ciclos FE	SD
3	3.707	9,03	400	420 ciclos rotura	SD
4	3.692	10,20	400	420 ciclos rotura	SD
5	3.680	9,47	400	420 ciclos rotura	SD
6	3.718	9,68	251	200 ciclos FN; 260 ciclos FE	SD
7	3.681	9,56	351	360 ciclos FE	SD
8	3.712	9,43	400	420 ciclos rotura	SD
9	3.720	9,46	251	200 ciclos FN; 260 ciclos FE	SD
10	3.688	9,02	400	420 ciclos rotura	SD
11	3.733	9,68	400	420 ciclos rotura	SD
12	3.684	9,56	301	320 ciclos PN	SD
13	3.717	9,48	251	SD	260 ciclos FE
14	3.707	9,48	400	420 ciclos rotura	SD
15	3.690	9,02	400	420 ciclos rotura	SD
16	3.700	9,43	351	360 ciclos FE	SD
17	3.721	9,57	400	420 ciclos rotura	SD
18	3.705	9,07	400	420 ciclos rotura	SD
19	3.694	10,20	301	320 ciclos PN	SD
20	3.665	9,52	400	420 ciclos rotura	SD
<b>Media</b>	<b>3.700</b>	<b>9,49</b>	<b>353</b>		

Muestra M4		Método: E		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	3.721	9,70	126	126 ciclos FS 151 ciclos rotura	SD
2	3.715	9,70	201	230 ciclos FE	230 ciclos DL
3	3.694	9,40	126	126 ciclos FS	SD
4	3.665	9,70	126	126 ciclos FS 151 ciclos PN	SD
5	3.717	9,20	201	230 ciclos DL	SD
6	3.700	9,70	151	170 ciclos DL	SD
7	3.690	9,74	151	170 ciclos DL	SD
8	3.700	9,72	251	260 ciclos DL	260 ciclos DL
9	3.720	9,36	201	230 ciclos FE	230 ciclos DL
10	3.618	9,62	126	126 ciclos FS	SD
11	3.733	9,20	201	230 ciclos DL	SD
12	3.684	9,45	151	170 ciclos DL	SD
13	3.680	9,62	201	230 ciclos DL	SD
14	3.690	9,50	126	126 ciclos FS	SD
15	3.681	9,40	151	170 ciclos DL	SD
16	3.712	9,55	151	170 ciclos DL	SD
17	3.670	9,20	251	260 ciclos DL	260 ciclos DL
18	3.735	9,52	251	260 ciclos DL	260 ciclos DL
19	3.707	9,67	151	170 ciclos DL	SD
20	3.692	9,50	151	170 ciclos DL	SD
<b>Media</b>	<b>3.696</b>	<b>9,52</b>	<b>172</b>		

Muestra M5		Método: C		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	1.662	16,61	83	90 ciclos DC	90 ciclos DC
2	1.673	16,38	90	113 ciclos DC	SD
3	1.677	16,52	83	90 ciclos DC en boca	SD
4	1.685	16,56	83	90 ciclos DC en boquilla	SD
5	1.686	16,61	83	90 ciclos DC en boca	90 ciclos DC
6	1.688	16,47	90	113 ciclos DC en boquilla	SD
7	1.687	16,48	76	83 ciclos DL	SD
8	1.690	16,45	76	83 ciclos DL en boquilla	SD
9	1.677	16,58	68	76 ciclos DL en boca	SD
10	1.689	16,70	60	76 ciclos DC	SD
11	1.649	16,98	60	76 ciclos DC	SD
12	1.675	16,66	76	83 ciclos DL	83 ciclos DL
13	1.682	16,83	90	113 ciclos DL	113 ciclos DL
14	1.654	16,87	76	83 ciclos DL	83 ciclos DL
15	1.681	17,01	113	120 ciclos DL	SD
16	1.684	17,04	113	120 ciclos DL	SD
17	1.683	16,82	90	101 ciclos DL en boquilla	SD
18	1.681	16,72	76	83 ciclos DL en boquilla	SD
19	1.683	17,11	76	83 ciclos DL	83 ciclos DL
20	1.662	16,67	83	90 ciclos DL en boquilla	90 ciclos DL
<b>Media</b>	<b>1.677</b>	<b>16,70</b>	<b>82</b>		

Muestra M5		Método: E		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	1.664	17,31	53	63 ciclos DC	SD
2	1.687	17,37	53	63 ciclos DL lateral	63 ciclos DL
3	1.686	17,50	53	63 ciclos DC	SD
4	1.687	17,37	63	80 ciclos DC en boquilla y lateral	SD
5	1.672	17,52	80	90 ciclos DL en boca y lateral	90 ciclos DL
6	1.663	17,56	80	90 ciclos DL en boquilla y lateral	90 ciclos DL
7	1.673	17,45	80	90 ciclos DL en boquilla y lateral	90 ciclos DL
8	1.681	17,61	53	63 ciclos DC	SD
9	1.666	17,53	63	70 ciclos DC en boquilla y lateral	SD
10	1.680	17,38	63	70 ciclos DC en boquilla y lateral	SD
11	1.672	17,58	53	63 ciclos DC	63 ciclos DC
12	1.676	17,54	63	70 ciclos DC	SD
13	1.671	17,41	63	70 ciclos DC en boquilla y lateral	SD
14	1.674	17,56	53	63 ciclos DC	SD
15	1.686	17,44	70	80 ciclos DC	80 ciclos DC
16	1.670	17,43	53	63 ciclos DC	63 ciclos DC
17	1.680	17,50	53	63 ciclos DC	63 ciclos DC
18	1.681	17,37	70	83 ciclos DC y DL lateral	83 ciclos DL
19	1.662	17,63	53	63 ciclos DC	63 ciclos DC
20	1.682	17,54	63	70 ciclos DC en boquilla y lateral	70 ciclos DC
<b>Media</b>	<b>1.676</b>	<b>17,48</b>	<b>62</b>		

Muestra	M6	Método: C		Observaciones	
		Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
Teja	Masa (g)				
1	1.885	16,98	113	120 ciclos DL	SD
2	1.886	16,97	68	76 ciclos DL en boquilla	SD
3	1.881	17,01	113	120 ciclos DC	SD
4	1.905	16,64	90	113 ciclos DL en boquilla	SD
5	1.909	16,66	120	130 ciclos DL	SD
6	1.909	16,66	113	120 ciclos DL en boquilla	SD
7	1.867	16,82	90	113 ciclos DC	SD
8	1.868	16,81	120	130 ciclos DC en boca	SD
9	1.868	16,81	113	120 ciclos DL	SD
10	1.884	16,93	113	120 ciclos DL en boquilla	SD
11	1.885	16,92	68	76 ciclos DC en boca	SD
12	1.891	16,76	113	120 ciclos DL en boquilla	120 ciclos DL
13	1.887	16,91	76	90 ciclos DL	SD
14	1.873	16,92	113	120 ciclos DL en boquilla	SD
15	1.869	16,75	113	120 ciclos DL	SD
16	1.886	16,91	120	130 ciclos DL en boquilla	SD
17	1.884	16,99	113	120 ciclos DL en lateral	120 ciclos DL
18	1.886	16,91	120	130 ciclos DC en boca	SD
19	1.883	16,83	113	120 ciclos DL	SD
20	1.898	16,70	113	120 ciclos DC	SD
<b>Media</b>	<b>1.885</b>	<b>16,84</b>	<b>106</b>		

Muestra M6		Método: E		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)		
1	1.896	17,51	70	80 ciclos DL en lateral y boca	80 ciclos DL
2	1.870	17,65	80	90 ciclos DL en boquilla y lateral	90 ciclos DL
3	1.884	17,73	63	70 ciclos DL	SD
4	1.869	17,66	70	80 ciclos DL	SD
5	1.873	17,62	53	63 ciclos DC	63 ciclos DC
6	1.887	17,75	53	63 ciclos DC	63 ciclos DC
7	1.887	17,70	63	70 ciclos DC	SD
8	1.878	17,63	53	63 ciclos DC en boca	SD
9	1.811	18,06	53	63 ciclos DC en boca y lateral	SD
10	1.883	17,74	80	90 ciclos DL en boca	SD
11	1.855	18,06	53	63 ciclos DC en boca	63 ciclos DC
12	1.859	17,64	80	90 ciclos DL en boca y lateral	SD
13	1.889	17,58	70	80 ciclos DC y DL	80 ciclos DL
14	1.893	17,64	63	70 ciclos DL en boca y lateral	SD
15	1.887	17,65	53	63 ciclos DC	SD
16	1.870	17,65	53	63 ciclos DC	63 ciclos DC
17	1.896	17,67	53	63 ciclos DC en boca y lateral	SD
18	1.872	17,68	53	63 ciclos DC en boca	63 ciclos DC
19	1.872	17,52	70	80 ciclos DL	SD
20	1.884	17,62	63	70 ciclos DC en boca, boquilla y lateral	SD
<b>Media</b>	<b>1.876</b>	<b>17,69</b>	<b>62</b>		

Muestra M7		Método: C		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	3.805	10,01	≥ 520	SD	SD
2	3.664	10,56	270	276 ciclos SD/ 335 ciclos PN	276 ciclos PN
3	3.679	10,30	276	308 ciclos SD/ 416 ciclos PN	308 ciclos PN
4	3.729	9,95	416	520 ciclos SD	520 ciclos PN
5	4.004	9,79	367	396 ciclos SD/ 520 ciclos SD	396 ciclos PN
6	3.752	9,81	416	520 ciclos SD	520 ciclos PN
7	3.789	9,64	360	367 ciclos SD/ 520 ciclos SD	367 ciclos PN
8	8 3683	10,37	330	335 ciclos SD/ 520 ciclos SD	335 ciclos PN
9	3.639	10,33	396	416 ciclos SD/ 520 ciclos SD	416 ciclos PN
10	3.801	10,63	270	276 ciclos SD/ 450 ciclos PN	276 ciclos PN
11	3.643	10,38	389	396 ciclos SD/ 440 ciclos PN	396 ciclos PN
12	3.728	10,54	335	352 ciclos SD/ 520 ciclos SD	352 ciclos PN
13	3 3816	10,59	308	323 ciclos SD/ 416 ciclos PN	323 ciclos PN
14	3.895	9,58	367	396 ciclos SD/ 416 ciclos PN	396 ciclos PN
15	3.678	9,62	≥ 520	SD	SD
16	3.669	9,67	352	360 ciclos SD/ 450 ciclos PN	360 ciclos PN
17	3.720	9,41	≥ 520	SD	SD
18	3.726	9,98	330	335 ciclos SD/ 450 ciclos PN	335 ciclos PN
19	3.695	10,07	308	323 ciclos SD/ 450 ciclos PN	323 ciclos PN
20	3.645	10,37	323	330 ciclos SD/ 450 ciclos PN	330 ciclos PN
<b>Media</b>	<b>3.737</b>	<b>10,08</b>	<b>369</b>		
<b>Media cara superior: 464 ciclos</b>					

Muestra M7		Método: E		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	3.698	10,79	456	465 ciclos PN	SD
2	3.889	11,03	447	456 ciclos PN	520 ciclos PN y FE
3	3.655	10,83	420	SD	447 ciclos PN
4	3.580	10,28	≥ 520	SD	SD
5	3.742	10,07	≥ 520	SD	SD
6	3.739	10,19	456	465 ciclos PN	SD
7	3.711	9,78	≥ 520	SD	SD
8	4.006	10,51	447	456 ciclos PN	SD
9	3.741	10,75	404	SD	420 ciclos PN
10	3.694	11,07	420	447 ciclos PN	520 ciclos PN y FE
11	3.679	10,71	474	510 ciclos PN	SD
12	3.567	11,07	420	447 ciclos PN	SD
13	3.710	10,86	456	465 ciclos PN	465 ciclos PN
14	3.705	10,20	≥ 520	SD	SD
15	3.908	9,95	≥ 520	SD	SD
16	4.000	10,10	474	510 ciclos PN	SD
17	3.698	9,65	510	SD	510 ciclos PT
18	3.654	10,44	465	SD	474 ciclos PN
19	3.660	10,68	456	465 ciclos PN	520 ciclos PN y FE
20	3.681	11,00	456	465 ciclos PN	520 ciclos PN y FE
<b>Media</b>	<b>3.736</b>	<b>10,50</b>	<b>468</b>		

Muestra: M8		Método: C		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	2.906	0,93	120	141 ciclos DC	170 ciclos DC
2	2.942	0,57	170	SD	180 ciclos PN
3	2.933	0,89	120	170 ciclos DC	141 ciclos PN
4	2.932	0,82	120	141 ciclos DC	141 ciclos DC
5	2.914	0,68	170	180 ciclos DC	180 ciclos DC
6	3.030	0,62	120	SD	141 ciclos PN
7	2.963	0,87	120	170 ciclos DC	141 ciclos PN
8	2.923	0,85	120	170 ciclos DC	141 ciclos PN
9	2.932	0,78	141	170 ciclos DC	SD
10	2.969	0,87	170	SD	180 ciclos PN
11	2.907	0,79	141	170 ciclos DC	170 ciclos DC
12	2.901	0,76	120	141 ciclos DC	170 ciclos DC
13	2.994	0,90	170	SD	180 ciclos PN
14	2.961	1,01	120	170 ciclos DC	141 ciclos PN
15	2.953	0,84	120	141 ciclos PN	170 ciclos DC
16	2.960	0,71	120	170 ciclos DC	141 ciclos PN
17	2.925	0,99	120	170 ciclos DC	141 ciclos PN
18	2.907	0,96	120	141 ciclos DC	170 ciclos DC
19	2.909	0,85	120	141 ciclos DC	170 ciclos DC
20	2.921	0,68	170	180 ciclos DC	180 ciclos DC
<b>Media</b>	<b>2.939</b>	<b>0,82</b>	<b>135</b>		

Muestra M8		Método: E		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	2.962	4,11	203	SD	210 ciclos DL
2	2.967	4,71	158	185 ciclos DL	185 ciclos PN
3	2.909	4,36	150	158 ciclos DL	SD
4	2.961	4,42	185	194 ciclos DL	194 ciclos DL
5	2.957	4,80	150	158 ciclos DL	185 ciclos DL
6	2.861	4,54	150	185 ciclos DL	158 ciclos DL
7	2.932	4,53	150	SD	158 ciclos DL
8	2.912	5,01	158	185 ciclos DL	194 ciclos PN
9	2.923	5,16	150	SD	158 ciclos DL
10	2.937	5,00	150	SD	158 ciclos DL
11	2.908	5,05	150	158 ciclos DL	158 ciclos DL
12	2.941	4,35	185	194 ciclos DL	194 ciclos DL
13	2.982	4,26	150	SD	158 ciclos DL
14	2.905	4,71	185	194 ciclos DL	194 ciclos DL
15	2.972	4,27	150	194 ciclos DL	158 ciclos DL
16	2.916	3,87	150	SD	158 ciclos DL
17	2.888	4,88	150	194 ciclos DC	158 ciclos DL
18	2.930	5,02	150	194 ciclos DL	158 ciclos DL
19	2.909	5,01	150	SD	158 ciclos DL
20	2.934	4,50	185	194 ciclos DL	194 ciclos DL
<b>Media</b>	<b>2.930</b>	<b>4,63</b>	<b>160</b>		

Muestra M9		Método: C		Observaciones	
Teja	Masa (g)	Adsorción (%)	Resistencia (ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	3.012	11,25	197	SD	226 ciclos PN
2	2.955	11,27	408	SD	420 ciclos PN
3	2.894	10,81	355	SD	365 ciclos PN
4	3.085	10,98	323	SD	338 ciclos PN
5	2.986	11,18	408	SD	420 ciclos PN
6	2.884	10,99	226	SD	272 ciclos PN
7	2.894	11,47	272	SD	280 ciclos PN
8	2.986	11,15	408	SD	420 ciclos PN
9	3.010	11,29	226	SD	272 ciclos PN
10	3.060	11,40	295	SD	323 ciclos PN
11	2.982	10,66	365	SD	380 ciclos PN
12	3.117	10,46	280	SD	295 ciclos PN
13	3.038	10,99	272	SD	280 ciclos PN
14	3.040	10,95	338	SD	355 ciclos PN
15	2.944	10,90	280	SD	295 ciclos PN
16	3.087	10,85	226	SD	272 ciclos PN
17	2.952	11,48	280	SD	295 ciclos PN
18	3.073	11,52	323	SD	338 ciclos PN
19	2.943	11,68	408	SD	420 ciclos PN
20	3.083	10,70	272	SD	280 ciclos PN
<b>Media</b>	<b>3.001</b>	<b>11,10</b>	<b>308</b>		

Muestra M9		Método: E			
Teja	Masa	Adsorción	Resistencia	Observaciones	
	(g)	(%)	(ciclos)	Cara superior	Cara inferior
1	3.105	12,56	181	SD	189 ciclos PN
2	3.117	12,60	189	SD	197 ciclos PN
3	2.923	12,45	197	SD	214 ciclos PN
4	2.964	12,44	258	SD	276 ciclos PN
5	2.994	12,59	181	SD	189 ciclos PN
6	3.006	12,44	214	SD	223 ciclos PN
7	2.986	12,52	240	SD	258 ciclos PN
8	2.950	12,40	181	SD	189 ciclos PN
9	3.014	12,70	223	SD	240 ciclos PN
10	3.035	12,52	197	SD	214 ciclos PN
11	3.016	12,60	189	SD	197 ciclos PN
12	3.014	12,57	276	SD	295 ciclos PN
13	2.939	12,69	189	SD	197 ciclos PN
14	2.978	12,76	181	SD	189 ciclos PN
15	2.978	12,59	189	SD	197 ciclos PN
16	2.951	12,74	197	SD	214 ciclos PN
17	2.985	12,36	181	SD	189 ciclos PN
18	3.087	12,50	189	SD	197 ciclos PN
19	2.964	12,48	181	SD	189 ciclos PN
20	2.895	12,74	189	SD	197 ciclos PN
<b>Media</b>	<b>2.995</b>	<b>12,56</b>	<b>201</b>		



## **APÉNDICE IX. ENVEJECIMIENTO NATURAL**

### **IX.1 ENVEJECIMIENTO DEL MODELO M1**

Tiempo de envejecimiento: 5 años

Lugar: Cavobilaño-Laracha (A Coruña)

Altura: 172 msnm

Defectos observados: Desconchados y deslaminaciones

Documentación fotográfica



Tiempo de envejecimiento: 8 años

Lugar: Setcases (Girona)

Altura: 1230 msnm

Defectos observados: Desconchados, roturas y deslaminaciones

Documentación fotográfica





## IX.2 ENVEJECIMIENTO DEL MODELO M2

Tiempo de envejecimiento: 6 años

Lugar: Camprodón (Gerona)

Altura: 954 msnm

Defectos observados: Desconchados, roturas, fisuras.

Documentación fotográfica





### IX.3 ENVEJECIMIENTO DE MODELOS M3 y M9

#### Envejecimiento del modelo M3

Tiempo de envejecimiento: 4 años

Lugar: Eto La Cañiza (Pontevedra)

Altura: 578 msnm

Defectos observados: Descascarillamientos, Desconchados, roturas.

Documentación fotográfica



Tiempo de envejecimiento: 7 años

Lugar: Casar de Pariego (Cantabria)

Altura: 550 msnm

Defectos observados: Desconchados, roturas y deslaminaciones

Documentación fotográfica



#### IX.4 ENVEJECIMIENTO DEL MODELO M4

Tiempo de envejecimiento: 9 años

Lugar: Ávila

Altura: 1130 msnm

Defectos observados: Desconchados

Documentación fotográfica:





Tiempo de envejecimiento: 15 años  
Lugar: Somio (Asturias)  
Altura: 80 msnm  
Defectos observados: Desconchados

Documentación fotográfica:



## IX.5 ENVEJECIMIENTO DEL MODELO M5

Tiempo de envejecimiento: 6,5 años

Lugar: Pereirina (A Coruña)

Altura: 200 msnm

Defectos observados: Desconchados y roturas

Documentación fotográfica



Tiempo de envejecimiento: 14 años

Lugar: Potes (Cantabria)

Altura: 393 msnm

Defectos observados: Deslaminaciones, Desconchados, roturas.

Documentación fotográfica:



## IX.6 ENVEJECIMIENTO DEL MODELO M6

Tiempo de envejecimiento: 4,5 años

Lugar: Sigüenza (Guadalajara)

Altura: 1050 msnm

Defectos observados: desconchados, roturas y deslaminaciones

Documentación fotográfica



Tiempo de envejecimiento: 8 años

Lugar: Sopeña de Cabuérniga (Cantabria)

Altura: 606 msnm

Defectos observados: Roturas, desconchados y deslaminaciones

Documentación fotográfica

