



*Instituto de Ciencias
Centro de Investigaciones en Dispositivos Semiconductores
Posgrado en Dispositivos Semiconductores*

**“Estudio de la arcilla y cerámica de Talavera por técnicas de rayos X,
incluyendo sus potenciales propiedades piezo-capacitivas”**

*Tesis para obtener el grado de
Maestra en Dispositivos Semiconductores*

Presentada por:

***Gabriela Esquina Arenas
Matrícula 219470675***

Dirigida por:

***Dr. Javier Martínez Juárez
Director de tesis***

***Dra. Primavera López Salazar
Co-Director***

***Dr. Jorge Raúl Cerna Cortez
Co-Director externo***

*©BUAP, Octubre 2021.
Todos los derechos reservados.*

Beca CONACyT: No. de Becario 993068

Dedicatoria

A mi mamá Paz por el amor, la confianza y el apoyo incondicional que me ha permitido cumplir las metas que me he propuesto.

A Lucero y Sidney por soportarme, apoyarme en todo momento y por motivarme siempre.

A Mauro y Viri por su apoyo y cariño.

A mis sobrinos Amaury y Abisaí, por alegrar mi vida y permitirme verlos crecer.

Al Dr. Jorge Cerna por el apoyo y amistad incondicional y por creer en mí para poder seguir creciendo personal y profesionalmente.

A Rosario B. por su amistad, cariño y apoyo incondicional en este camino.

A Abraham R. por su apoyo, amistad y cariño a lo largo de esta etapa.

Al Dr. Javier Martínez y la Dra. Primavera por aceptar ser mentores en mi formación profesional, les agradezco la enseñanza, la paciencia, el tiempo y dedicación otorgada en este proyecto.

Al Dr. German Gutiérrez por su amistad y por compartir su gran pasión por hacer lo que a uno le apasiona, le agradezco por su conocimiento y por permitirme sentirme siempre en casa.

A German Gutiérrez por poner su confianza y apoyo en este proyecto.

A Talavera Celia y todos los que colaboran, por abrirme las puertas para realizar este proyecto.



***En la ciudad los Alados
fabricaron con esmero,
talavera azul del cielo,
dejando el don en mis manos.***

Lucino Gutiérrez Herrera

Agradecimientos

Agradezco a la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla y al Posgrado en Dispositivos Semiconductores por permitirme realizar la maestría.

Al Taller de Talavera Celia y a la Familia Gutiérrez por permitirme realizar las muestras utilizadas en este trabajo, por el espacio y por el conocimiento brindado.

Al Dr. Gabriel Juárez por la ayuda brindada para el análisis de muestras y a la revisión del trabajo de tesis.

Al Dr. Jorge Cerna por el apoyo brindado para realizar los estudios de tomografía computarizada.

Al Dr. Salvador Alcántara y al Dr. José Álvaro David por aceptar ser parte de mi jurado y por el tiempo concedido en la revisión de esta tesis.

A CONACYT por la beca otorgada.

Resumen

En este trabajo se realizó un estudio sistemático de la elaboración de piezas y caracterización de tres arcillas con las que se elabora la talavera poblana (Arcilla Blanca (AB), Arcilla Marrón (AM) y Arcilla Negra (AN)), de la pasta de barros con la proporción de arcillas utilizada típicamente (Pasta de Barros 1 (PB_1)), y de dos pastas de barros con variación en la proporción de arcillas (Pasta de Barros 2 (PB_2) y Pasta de Barros 3 (PB_3)), antes y después del tratamiento térmico (horneado) a 1030-1050°C que corresponden a piezas de Jahuete (cuerpo cerámico utilizado para la elaboración de Talavera), la variación de la proporción de arcillas fue de 10% del contenido de dos arcillas una respecto a la otra, con el propósito de determinar el efecto de la mezcla de la pasta de barros sobre las propiedades del cuerpo cerámico de Talavera, mediante la caracterización por Difracción de rayos X, Fluorescencia de rayos X y Tomografía de rayos X.

Por otra parte, se realizaron pruebas eléctricas como capacitancia, resistencia, resistividad y conductividad de piezas formadas (azulejos) de las pastas de barros preparadas (Pasta de Barros 1, Pastas de Barros 2 y Pastas de Barros 3), a los cuales se le realizó tratamientos térmicos a diferente temperatura: ambiente, 105°C y 450°C, con el objetivo de caracterizar sus propiedades dieléctricas y de conducción.

La caracterización por las técnicas de rayos X determinó que las fases cristalinas presentes en las arcillas son calcita, bentonita, cuarzo, andesina, pargasita cordierita y fengita, las mismas están presentes en las pastas de barros de acuerdo con su proporción, se encontró que el horneado tiende a descomponer la calcita y la bentonita, transformar la andesina a anortita, formar perovskita o siliciuro de calcio dependiendo la proporción de arcillas y prevaleciendo el cuarzo. También se determinaron los elementos principales y minoritarios que componen las arcillas y las pastas, encontrando que el horneado de las pastas cambia la concentración de los elementos debido a la volatilización de elementos ligeros como carbono y oxígeno, por tomografía se realizó la cuantificación de poros e inclusiones en las arcillas y la pasta de barros típica, encontrando que la porosidad y la cantidad de inclusiones se reduce cerca de una tercera parte al formar la pasta de barros.

En piezas formadas con las tres pastas de barros (azulejos) se encontró que su volumen y densidad se reduce conforme aumenta la temperatura de tratamiento, lo que se atribuye a la

pérdida de agua y el cambio de las fases cristalinas, estas mismas piezas se les midió capacitancia encontrando que disminuye conforme aumenta la temperatura de tratamiento, estas piezas presentan propiedades piezo-capacitivas ya que aumenta su capacitancia con la aplicación de presión, siendo cercanamente lineal para una baja presión aplicada y se aproxima a un valor máximo para una presión más alta. A estas piezas se les realizó pruebas de conducción eléctrica, encontrando que su nivel de conductividad disminuye conforme aumenta la temperatura de tratamiento atribuido a la pérdida de humedad y presentan dependencia con la temperatura de medición aumentando su valor con la temperatura de medición atribuido a la creación de portadores de carga de manera similar a los materiales semiconductores.

CONTENIDO

<i>Introducción</i>	<i>i</i>
<i>Justificación</i>	<i>iii</i>
<i>Hipótesis</i>	<i>v</i>
<i>Objetivo General</i>	<i>v</i>
<i>Objetivos Particulares</i>	<i>v</i>
<i>Estructura de la tesis</i>	<i>vi</i>
Capítulo 1 Antecedentes	1
1.1 Antecedentes de la Talavera Poblana	2
1.2 Materias primas	5
1.2.1 Arcillas	6
1.2.2 Cerámica	17
Capítulo 2 Técnicas empleadas para caracterización de arcillas	20
2.1 Introducción	21
2.2 Fundamentos de Rayos X	21
2.3 Difracción de rayos X	24
2.4 Fluorescencia de Rayos X	27
2.5 Tomografía Computarizada de Rayos X	30
2.6 Propiedades eléctricas	33
2.6.1 Capacitancia	33
2.6.2 Resistencia y Resistividad	34
2.6.3 Conductividad	35
Capítulo 3 Parte Experimental	36
3.1 Introducción	37
3.2 Proceso cerámico de la Talavera Poblana	37
3.3 Preparación de muestras para su análisis	44
3.3.1 Pérdida de peso por calcinación	49
Capítulo 4 Resultados y Discusión	54
4.1 Introducción	55
4.2 Difracción de Rayos X	55

4.3 Fluorescencia de Rayos X	60
4.4 Tomografía Computarizada de Rayos X	66
4.5 Densidad	72
4.6 Propiedades eléctricas	74
4.6.1 Capacitancia	74
4.6.2 Resistencia, Resistividad y Conductividad	80
Capítulo 5 Conclusiones	92
Referencias	96
Introducción	i
Justificación	iii
Hipótesis	v
Objetivo General	v
Objetivos Particulares	v
Capítulo 1 Antecedentes	1
1.1 Antecedentes de la Talavera Poblana	2
1.2 Materias primas	5
1.2.1 Arcillas	6
1.2.2 Cerámica	17
Capítulo 2 Técnicas empleadas para caracterización de arcillas	20
2.1 Introducción	21
2.2 Fundamentos de Rayos X	21
2.3 Difracción de rayos X	24
2.4 Fluorescencia de Rayos X	27
2.5 Tomografía Computarizada de Rayos X	30
2.6 Propiedades eléctricas	33
2.6.1 Capacitancia	33
2.6.2 Resistencia y Resistividad	34
2.6.3 Conductividad	35
Capítulo 3 Parte Experimental	36
3.1 Introducción	37
3.2 Proceso cerámico de la Talavera Poblana	37

<i>3.3 Preparación de muestras para su análisis</i>	44
<i>3.3.1 Pérdida de peso por calcinación</i>	49
Capítulo 4 Resultados y Discusión	54
<i>4.1 Introducción</i>	55
<i>4.2 Difracción de Rayos X</i>	55
<i>4.3 Fluorescencia de Rayos X</i>	60
<i>4.4 Tomografía Computarizada de Rayos X</i>	66
<i>4.5 Densidad</i>	72
<i>4.6 Propiedades eléctricas</i>	74
<i>4.6.1 Capacitancia</i>	74
<i>4.6.2 Resistencia, Resistividad y Conductividad</i>	80
Capítulo 5 Conclusiones	91
Referencias	94

Índice de Figuras

<i>Figura 1.1 Abundancia de elementos comunes en la corteza terrestre y fuerza de los enlaces de oxígeno</i>	<i>7</i>
<i>Figura 1.2 El tetraedro elemental o la pirámide triangular.</i>	<i>11</i>
<i>Figura 1.3 Estructura bidimensional –Si-O-Si-.</i>	<i>11</i>
<i>Figura 1.4 Mecano</i>	<i>12</i>
<i>Figura 1.5 La estructura de los silicatos, o el mecano</i>	<i>13</i>
<i>Figura 1.6 El anillo de seis tetraedros.</i>	<i>14</i>
<i>Figura 1.7 Una lámina de tetraedros (T)</i>	<i>14</i>
<i>Figura 1.8 Hoja de octaedros (O)</i>	<i>15</i>
<i>Figura 1.9 Una lámina T-O</i>	<i>15</i>
<i>Figura 1.10 Una lámina T-O-T</i>	<i>16</i>
<i>Figura 1.11 Representación esquemática de las capas tetraédricas (superior) y octaédrica (inferior)</i>	<i>17</i>
<i>Figura 2.1 Ilustración de un tubo de rayos X.....</i>	<i>22</i>
<i>Figura 2.2 Transiciones de electrones entre bandas que provocan la emisión de diferentes radiaciones X.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 2.3 Esquema grafico para deducir la ley de Bragg</i>	<i>25</i>
<i>Fotografía 2.4 Imagen de un montaje clásico de una medición por difracción</i>	<i>26</i>
<i>Figura 2.5 Diferencia en la resolución de EDXRF y WDXRF.....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 2.6 Configuración experimental de Fluorescencia de rayos X y trayectoria del haz de rayos X</i>	<i>29</i>
<i>Figura 2.7 Configuración de CT clínico</i>	<i>31</i>
<i>Figura 2.8 Configuración de CT industrial</i>	<i>31</i>
<i>Figura 2.9 Sistema de Tomografía Computarizada</i>	<i>32</i>
<i>Figura 2.10 (a) capacitor de placas planas; (b) campo eléctrico en el interior de un capacitor plano</i>	<i>34</i>
<i>Figura 2.11 Símbolo y notación de resistencia</i>	<i>34</i>
<i>Figura 3.1 Etapas del proceso cerámico</i>	<i>37</i>
<i>Figura 3.2 Muestras de arcilla utilizadas para elaborar la talavera poblana.....</i>	<i>38</i>

<i>Figura 3.3 Imagen de pastas de barro obtenidas</i>	39
<i>Figura 3.4 Procedimiento de elaboración de pastas de barro</i>	40
<i>Figura 3.5 Secado y formado de tallas de barro</i>	41
<i>Figura 3.6 Torneado de piezas a analizar</i>	42
<i>Figura 3.7 Elaboración de azulejos</i>	43
<i>Figura 3.8 Tarimas de secado para piezas terminadas</i>	43
<i>Figura 3.9 Etapas de preparación de muestras para análisis</i>	44
<i>Figura 3.10 Colocación de las muestras en la mufla</i>	45
<i>Figura 3.11 Muestras preservadas en vacío (izquierda) y pastilla prensada (derecha)</i>	47
<i>Figura 3.12 Apariencia de la muestra antes (izquierda) y después (derecha) de la calcinación.</i>	48
<i>Figura 3.13 Variación de la pérdida de peso por ignición en arcillas (LOI)</i>	50
<i>Figura 3.14 Variación de la pérdida de peso por ignición (LOI) en pastas de barro</i>	51
<i>Figura 3.15 Variación de la pérdida de peso por ignición (LOI) en pastas de barro a temperatura ambiente</i>	52
<i>Figura 3.16 Variación de la pérdida de peso por ignición (LOI) en pastas de barro “Jahuete”</i>	53
<i>Figura 4.1 Difractogramas de rayos X de las arcillas, identificadas y cuantificación de las fases cristalinas a) arcilla blanca b) arcilla marrón, c) arcilla negra</i>	56, 57
<i>Figura 4.2 Difractograma de rayos X de la pasta de barro 1 (PB-1) con las fases cristalinas identificadas y cuantificadas</i>	58
<i>Figura 4.3 Difractograma de rayos X de la pasta de barro 2 (PB-2) con las fases cristalinas identificadas y cuantificadas.</i>	59
<i>Figura 4.4 Difractograma de rayos X de la pasta de barro 3 (PB-3) con las fases cristalinas identificadas y cuantificadas.</i>	59
<i>Figura 4.5 Gráfica de la concentración de los elementos en las arcillas</i>	61
<i>Figura 4.6 Espectro de FRX de la Arcilla Marrón (AM)</i>	62
<i>Figura 4.7 Gráfica de la concentración de los elementos en los barro</i>	64

<i>Figura 4.8 Espectro de FRX de la Pasta de Barros 1 Jahuete (PB_1-JAHUETE).....</i>	65
<i>Figura 4.9 Vistas 2D y 3D de reconstrucción de la muestra AM</i>	66
<i>Figura 4.10 Vistas 3D de región de interés de la muestra AM</i>	67
<i>Figura 4.11 Vista 3D del análisis de porosidad de la muestra AM (superior izquierda). AN (superior derecha), AB (inferior izquierda) y PB_1 (inferior derecha)</i>	68
<i>Figura 4.12 Variación del análisis de porosidad</i>	69
<i>Figura 4.13 Vista 3D del análisis de inclusión de la muestra AM (superior izquierda). AN (superior derecha), AB (inferior izquierda) y PB_1 (inferior derecha)</i>	70
<i>Figura 4.14 Variación del análisis de inclusión</i>	71
<i>Figura 4.15 Densidad de pastas de barro</i>	73
<i>Figura 4.16 Esquema de capacitor</i>	74
<i>Figura 4.17 Esquema de capacitor con peso</i>	75
<i>Figura 4.18 Capacitancia de las pastas de barro (PB_1, PB_2 y PB_3)</i>	76
<i>Figura 4.19 Permitividad eléctrica de las pastas de barro (PB_1, PB_2 y PB_3)..</i>	77
<i>Figura 4.20 Capacitancia en azulejos con peso</i>	78
<i>Figura 4.21 Permitividad eléctrica en azulejos con peso</i>	79
<i>Figura 4.22 Capacitancia en azulejos con variación de peso</i>	80
<i>Figura 4.23 Permitividad eléctrica en azulejos con variación de peso</i>	81
<i>Figura 4.24 Esquema de medición de corriente transversal</i>	84
<i>Figura 4.25 Esquema de medición de corriente longitudinal</i>	84
<i>Figura 4.26 Resistividad de Pastas de Barro (Transversal)</i>	86
<i>Figura 4.27 Conductividad de Pastas de Barro (Transversal)</i>	87
<i>Figura 4.28 Resistividad de Pastas de Barro (Longitudinal)</i>	89
<i>Figura 4.29 Conductividad de Pastas de Barro (Longitudinal)</i>	90
<i>Figura 4.30 Resistividad de pastas de barro con secado a temperatura ambiente .</i>	92
<i>Figura 4.31 Conductividad de pastas de barro con secado a temperatura ambiente</i>	93

Índice de Tablas

<i>Tabla 1.1 Fuerza de enlace con Oxígeno</i>	7
<i>Tabla 1.2 Tipos de arcilla y sus características</i>	8
<i>Tabla 2.1 Listado de elementos para ánodos y los valores de sus radiaciones respectivas</i>	24
<i>Tabla 3.1 Pastas de barros con su correspondiente proporción de arcilla.</i>	39
<i>Tabla 3.2 Características de arcillas y pastas de barro</i>	46
<i>Tabla 3.3 Calcinación</i>	49
<i>Tabla 4.1 Concentración de los elementos en las arcillas</i>	60
<i>Tabla 4.2 Concentración de los elementos en los barros (Jahuete)</i>	63
<i>Tabla 4.3 Parámetros de escaneo en TC</i>	66
<i>Tabla 4.4 Características del análisis de porosidad</i>	67
<i>Tabla 4.5 Variación de tamaño de poros</i>	69
<i>Tabla 4.6 Características del análisis de inclusión</i>	70
<i>Tabla 4.7 Variación de tamaño de inclusiones</i>	71
<i>Tabla 4.8 Valores obtenidos para determinación de densidad</i>	72
<i>Tabla 4.9 Mediciones de capacitancia y permitividad eléctrica</i>	75
<i>Tabla 4.10 Capacitancia y permitividad eléctrica con variación de peso (pF).....</i>	80
<i>Tabla 4.11 Valores obtenidos y calculados de PB_1, PB_2, PB_3 y PB_A (Transversal)</i>	85
<i>Tabla 4.12 Valores obtenidos y calculados de PB_1, PB_2, PB_3 y PB_A (Longitudinal)</i>	88
<i>Tabla 4.13 PB_1 (T.A)</i>	91
<i>Tabla 4.14 PB_2 (T.A)</i>	91
<i>Tabla 4.15 PB_3 (T.A)</i>	91

Introducción

La cerámica, desde sus orígenes en el periodo neolítico, ha formado parte esencial de la vida cotidiana del ser humano, primordialmente en las actividades relacionadas con la alimentación, la cocina y el almacenamiento de granos y como parte fundamental en el ritual del culto a los dioses y a los muertos. El hecho de que la cerámica haya cumplido desde sus inicios una función utilitaria no ha sido obstáculo para que se le considere un arte, que ha tenido en la pintura y la escultura una de sus primeras y más bellas manifestaciones, porque todo objeto de alfarería es, antes que nada, una forma bella de líneas curvas.¹

Los productos cerámicos son artículos hechos por el hombre, que han sido primero moldeados usando pastas de barros preparadas a partir de un amplio número de minerales arcillosos y rocas y que después son permanentemente endurecidos mediante el proceso de calentamiento. Los minerales arcillosos que forman estos materiales son reconocidos como los materiales del siglo XXI porque son abundantes, económicos y amigables con el medio ambiente. Además, estos minerales pueden ser estudiados a múltiples escalas (nano, micro y macro) y para diversas aplicaciones.

En México, la Talavera Poblana es una cerámica que ha cobrado gran atención debido a su diseño, a su proceso manual de elaboración y a su alta calidad, siendo distribuida y comercializada en el mercado internacional. Tal ha sido su impacto, que, en 1995, el Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial otorgó su protección de Denominación de Origen, reconociendo que en la región de Puebla existe una tradición de cerámica, única en el contexto mundial. Además, en 1998, se creó la norma NOM-132-SCFI-1998 “Especificaciones Talavera”,⁴ que establece los requisitos que debe cumplir la cerámica, sus materias primas y el proceso de elaboración para obtener la Denominación de Origen.

Las materias primas principales con las que se elabora la Talavera Poblana son las arcillas y tanto su composición elemental y mineralógica como los cambios que sufren con las condiciones de procesamiento, determinan las características únicas de la cerámica. Los métodos usados comúnmente para identificación y análisis de arcillas y cerámicas incluyen análisis de espectroscopia Raman, espectrometría de fluorescencia de rayos X, difracción de rayos X, microscopia electrónica de barrido, entre otras.⁶ Sin embargo, en el caso de la Talavera Poblana no existen reportes de estudios recientes con estas técnicas. En este trabajo enfrentamos el reto científico que implica el estudio de la cerámica de talavera, investigando la composición

química, mineralógica y la porosidad de sus arcillas (identificadas como blanca, negra y marrón), mediante Fluorescencia de rayos X, Difracción de rayos X y Tomografía computarizada de rayos X. Además, debido a que los fabricantes tienen permitido por la norma, elegir las proporciones de estas arcillas para preparar sus pastas de barro, se caracterizaron tres pastas de barro con diferente proporción de arcillas, estudiando su evolución con el tratamiento térmico al que son sometidas para convertirse en cerámica.

Por otra parte, se realizaron pruebas eléctricas como capacitancia, resistividad y conductividad en piezas de talavera (azulejos) elaboradas con las pastas de barro, a las cuales se les realizó tratamientos térmicos a temperaturas de 105°C y 450°C, con el fin de conocer sus potenciales propiedades piezo-capacitivas, estableciendo particularidades importantes de la Talavera Poblana.

Justificación

La Norma Oficial Mexicana NOM-132-SCFI-1998 “Especificaciones Talavera”⁴, establece las especificaciones, características y pruebas a las que deberá someterse la cerámica mexicana conocida como Talavera poblana para garantizar la Denominación de Origen (DO) y su calidad. Actualmente, la Facultad de Ciencias Químicas y nuestro grupo de investigación colaboran con el consejo regulador de la Talavera Poblana para realizar las pruebas establecidas por la norma. Sin embargo, el Consejo Regulador de la Denominación de Origen Talavera (CRTAL), consideró que era necesario hacer una revisión de la norma, su operatividad y las dificultades que encontrarán para su cumplimiento. Uno de los principales temas fue analizar los beneficios y aportaciones que cada prueba técnica ofrece para garantizar la Denominación de Origen (DO) a la cerámica talavera, es decir, analizar si estas pruebas permitían establecer una diferenciación de la Talavera de otras cerámicas similares. Como resultado de su análisis, se encontró que muchas de las pruebas que exige la norma vigente, no contribuían a establecer la Denominación de Origen, o que no estaban debidamente establecidas como para garantizar que la Talavera y los materiales empleados en su elaboración tuvieran origen en la zona establecida por DO.

Por ejemplo, el hecho de establecer un cierto contenido de calcio, hierro y titanio (determinados por la técnica de Fluorescencia de rayos X) en las pastas de barros empleados en la elaboración de la cerámica, no es garantía de que las arcillas provienen de las zonas que la propia DO establece, simplemente porque no existen estudios de caracterización de estos suelos que permitan establecer este hecho. Además de que, los diferentes productores de la Talavera cambian de manera frecuente de proveedor de las arcillas durante el tiempo de vigencia de la NOM-132 entre otros factores como la profundidad del yacimiento y, como era de esperarse, las concentraciones de estos elementos (Ca, Fe y Ti) son diferentes a las que marca la norma, generando con ello un incumplimiento de la misma. Las primeras fuentes de barro empleadas por los productores tenían una concentración dentro de los límites que marca la norma, pero con el cambio de proveedor y de fuente, estas concentraciones se han modificado, quedando fuera de la especificación indicada en la NOM-132, pero no necesariamente la denominación de origen.

Debido a lo anterior, es necesario una caracterización composicional de las arcillas actualmente empleadas por los artesanos, que permita la actualización de la norma y su

cumplimiento para garantizar la denominación de origen de la Talavera. Además de la composición elemental de las arcillas empleadas, las etapas del proceso de elaboración de la Talavera, principalmente la de cocción, determina las características de la cerámica. Esto principalmente a través de transformaciones mineralógicas y/o eliminación de fases cristalinas que sufren las arcillas con el tratamiento térmico. Sin embargo, actualmente la norma no incluye la prueba de difracción de rayos X para la determinación de fases cristalinas antes y después de la cocción de la pasta de barros.

Por otro lado, la porosidad es una de las características más importantes de las cerámicas, pero la norma solo establece una inspección visual, por lo que resulta necesario incluir una prueba preferentemente con equipo de última generación para determinar la porosidad de forma mucho más precisa, como lo es la técnica de tomografía de rayos X computarizada.

Objetivo General

Investigar con técnicas de rayos X, los cambios en las propiedades mineralógicas, de porosidad y composición elemental que se producen durante el procesamiento cerámico de arcillas para su conversión a Talavera Poblana. También determinar que propiedades eléctricas presentan estos materiales y su posible evolución durante el proceso.

Objetivos particulares

- Encontrar información científica relacionada con el estudio de arcillas y su procesamiento cerámico por medio de una revisión sistemática de la literatura.
- Establecer la proporción de arcillas (blanca-negra-marrón) para la elaboración de tres pastas cerámicas, a partir de la relación utilizada por los artesanos de un taller certificado.
- Obtener las muestras de materias primas, de pastas cerámicas y de Talavera Poblana en sus diferentes etapas del proceso cerámico de un taller certificado.
- Determinar la composición química, la mineralogía y la porosidad de muestras de arcillas blanca, negra y marrón utilizando fluorescencia de rayos X (FRX), difracción de rayos X (DRX) y tomografía computarizada de rayos X (TC).
- Evaluar la composición química, estructural y la porosidad de las pastas después de cada una de las etapas del procesamiento cerámico, en función de la proporción de las arcillas en la pasta, mediante FRX, DRX y TC.
- Evaluar las pastas de barro por medio de medición de sus propiedades eléctricas (capacitancia, resistencia, resistividad y conductividad), en función de la pérdida de humedad por tratamiento térmico (temperatura ambiente, 105 °C y 450 °C).
- Correlacionar las propiedades estudiadas de las muestras mediante la comparación de los resultados obtenidos en la etapa de secado a temperatura ambiente y en la etapa del primer tratamiento térmico (1030-1050 °C).

Estructura de la tesis

En el capítulo 1 se presenta la importancia del tema, justificación de este trabajo y los objetivos general y particulares. En el capítulo 2 se presentan las técnicas de caracterización de rayos X y las pruebas eléctricas empleadas en este trabajo. En el capítulo 3 se presenta la parte experimental del proceso cerámico de obtención de pastas de barros y piezas cerámicas, además de la preparación de muestras para su análisis. El capítulo 4 se exponen los resultados obtenidos de las pruebas de rayos X y de las pruebas eléctricas realizadas con su respectiva discusión. Finalmente, el capítulo 5 presenta las conclusiones obtenidas de este trabajo.

Capítulo 1

Antecedentes



1.1 Antecedentes de la Talavera Poblana

La Talavera Poblana por ser un producto cerámico de alfarería compuesto por diferentes tipos de barro y arcillas sometido a un proceso de cocción pertenece al grupo de lozas, y es un producto de origen islámico introducido a España durante la Edad Media con la invasión árabe y desde allí se extendió al resto de Europa. Las primeras piezas con cubierta estannífera (que contienen estaño) producidas en España datan del siglo XI.⁵ Una vez consolidada la Conquista, la industria de la loza estannífera se inició en la ciudad de Puebla de los Ángeles, entre 1550 y 1570. La Talavera producida en Puebla de los Ángeles es una variante de la cerámica universal que, desde su introducción en el siglo XVI, ha mantenido alto valor estético, así como pureza técnica y formal en su elaboración. La Talavera para la ciudad de Puebla es un elemento cotidiano, ya que forma parte significativa de los espacios barrocos de la capital del estado por el acabado brillante y policromático de sus azulejos.⁶ No ha perdido vigencia, ni belleza la cual le brindan sus colores, texturas y brillos, resultado de una técnica milenaria a través de la cual el barro adquiere vida, moldeada por los sueños y las manos de los artesanos.

Fue así, que a partir de 1537 se establecieron en Puebla algunos maestros loceros que encontraron en la zona los materiales necesarios para producir cerámica de buena calidad, siendo la ciudad de Puebla un centro de producción y comercialización de sus productos que se enviaban a México y Veracruz, pero como la producción era abundante y se fabricaba con visibles diferencias el virrey de la Nueva España manifestó una serie de ordenanzas para establecer un control de calidad para el cerámico, siendo las ordenanzas de 1653 que fijaron las condiciones requeridas para ser maestro del oficio; dando la siguiente clasificación de la loza: fina, común y amarilla; se reglamentaron las proporciones de la mezcla de barros, la decoración donde especifica que la pintura en la loza fina debía ir guarnecida de negro para realzar su hermosura, siendo estas las principales cualidades y al paso del tiempo siendo los motivos, formas y decorado los que se han enriquecido.⁶

La cerámica requiere de la combinación de los cuatro elementos básicos: la tierra en forma de arcilla, el agua que junto con la arcilla nos proporciona el barro, el aire y el fuego cuya combinación elimina el agua, para darle forma al barro. Por su parte, la rueda o torno, el único

componente de invención humana que permite mejorar el sentido de la forma como se integran los elementos básicos.⁴

La Talavera es un tipo de cerámica original y exclusiva de la denominada “zona de talavera”. En México, los principales bancos de arcilla se localizan en Durango, Zacatecas, Guanajuato, Oaxaca, Veracruz, Puebla, los límites de Tlaxcala y Puebla, y en antiguas zonas lacustres, como el Valle de México. La loza estannífera hecha en Puebla requiere la combinación de dos tipos de barro: uno, el que *Cervantes*¹⁰ llama “negro”, el cual tiene mayor cantidad de sílice y alúmina y permite la plasticidad de la pieza; el otro, que el mismo autor denomina “rojo”, posee mayor cantidad de calcio, hierro, anhídrido carbónico y arenilla, lo que permite a la pieza resistir mayores temperaturas, necesarias para fundir el esmalte y los colores metálicos. La mezcla de ambos barros da a la pieza una textura áspera que favorece la adhesión del esmalte estannífero.⁷ Actualmente, la Talavera está formada por un cuerpo cerámico que se produce por cocción de una mezcla de arcillas (barros negro y blanco) provenientes de la zona geográfica que comprende los distritos de Atlixco, Cholula, Puebla y Tecali, todos ellos dentro de los límites geográficos del Estado de Puebla. Esta cerámica está recubierta de una capa de esmalte formada a temperatura entre 1000°C y 1100°C, en cuya composición intervienen los metales plomo y estaño de acuerdo a las fórmulas propias de la época colonial, decorada a mano con sólo seis pigmentos y sus posibles combinaciones, siendo estos; el azul oscuro, azul claro, negro, amarillo, verde y naranja, cuyas formulaciones son tradicionales.^{4,8}

La decoración sobre esmalte es el tiempo más consumido en la fabricación y es el paso más delicado del proceso entero, los colores y diseños tienen muchas fuentes, iniciando con los árabes, quienes favorecen los patrones geométricos y florales, ellos fueron los primeros en desarrollar loza vidriada con estaño. Pero los holandeses también se involucraron, al igual que los italianos, que llamaron mayólica a su cerámica de fuego bajo, esto por la isla Mallorca. En ese momento, numerosos centros de cerámica en Europa intentaban imitar las porcelanas chinas y en México, también los diseños a menudo incorporaron patrones orientales, y también elementos indígenas anteriores a la conquista. Los historiadores creen que al menos cinco fuentes diferentes influyeron en los diseños de decoración de la Talavera Poblana^{6,9}, la islámico-castellana, italo-española o mayólica, china, desde luego la de la región castellana y a los artistas de hoy, que tienen sus propias ideas.

Cervantes en 2010 señala las características del procedimiento para la elaboración de cerámica de Talavera en su texto sobre la Loza Blanca de Puebla, el proceso cuenta con las siguientes fases: preparación del barro, elaboración del diseño de la forma de pieza, primera cocción, vidriado, diseño del pintado y segunda cocción.¹⁰

Preparación del barro, se compone de la mezcla de arcilla negra y blanca, las cuales al prepararse correctamente proporcionan la plasticidad requerida para su manipulación. *La elaboración del diseño de la forma de la pieza y la primera cocción*, el formado de piezas se realiza por tres técnicas; con el torno de pie tradicional o mecánico, el método de la forja con moldes de yeso y el formado manual como es el pastillaje. *En la primera cocción* las piezas son sometidas a una temperatura baja de 1030 a 1050 °C durante un periodo de 10 horas en hornos especiales obteniendo así el denominado *jahuete* o pieza cocida color ladrillo debido al alto contenido de hierro en el barro. Posterior a esto, se realiza *el vidriado, diseño del pintado y la segunda cocción*, el vidriado o esmalte vítreo se prepara con una mezcla llamada *alarca*, conformada de sílice, cenizas sólidas calcinadas, plomo y estaño; las piezas son cubiertas por aspersion o escurrimiento. Una vez seca la pieza se procede a trazar el diseño del pintado mediante la técnica del estarcido (es una técnica que consiste en estampar con carbón estencil de decorado que está hecho a mano en papel albanene), después se decora a mano con pigmentos naturales compuestos a base de óxidos metálicos policromáticos que, tras la segunda cocción, realizada a 1150 °C, se funden junto con el esmalte dando como resultado un recubrimiento color marfil grisáceo de gran brillo y colores brillantes. Este proceso de elaboración del color garantiza una durabilidad aproximada de 450 años.

Los productos de talavera incluyen; artesanías, azulejos, contenedores de alimentos y bebidas y piezas de ornato. Su calidad, diversidad y estética son los principales motivos de su alta demanda. Sin embargo, existen comercios que venden piezas que no cuentan con la calidad necesaria de un producto original. El control de calidad y la autenticidad han sido un problema durante mucho tiempo en Puebla, y las ordenanzas coloniales sobrevivientes atestiguan esto. Esta batalla continua hasta el día de hoy. Es así como a finales de los 90's, La trinidad, uno de los talleres de fabricación de Talavera junto con otros talleres locales respetados, crearon un Consejo Regulador de Talavera para establecer estándares de calidad y reservar la designación de talavera solo para la cerámica de Puebla que se ajuste a esta norma.⁹ Fue debido a eso que el 11 de septiembre de 1997 se publicó en el Diario Oficial de la Federación,

la Declaratoria General de Protección de la Denominación de Origen Talavera y como derivación de esta declaratoria, en 1998 fue emitida la Norma Oficial Mexicana NOM-132-SCFI-1998 “Especificaciones Talavera”,⁴ para garantizar que los productos que posean una denominación de origen se apeguen a los referentes establecidos en esta norma oficial mexicana que garantice la calidad del producto.

Sin embargo, también existe una declaratoria de 1995 de Denominación de Origen la cual ampara la cerámica que se fabrica en Atlixco, Cholula, Puebla, Tecali de Herrera y San Pablo del Monte, esto gracias a su proceso de producción.

En 2019, la UNESCO (Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura), nombró a la Talavera Patrimonio Cultural Inmaterial de la Humanidad, siendo este nombramiento una oportunidad para proteger prácticas vivas, expresiones y procesos de producción y, principalmente, los saberes y conocimientos tradicionales relacionados con la Talavera y avanzar en la protección de los Derechos Colectivos.¹¹

1.2 Materias primas

Los materiales precursores que dan origen a todas las cerámicas son las arcillas. Como se mencionó en los antecedentes, comúnmente se parte de dos tipos de arcillas; negra y blanca, y que dependiendo del taller varían los porcentajes de ellas en la formación de los barro, por lo que existen talleres que utilizan arcillas que permiten obtener mejores consistencias para trabajar el barro. De acuerdo con las investigaciones realizadas durante este trabajo y debido a que el *Taller Celia* permitió compartir la información de su proceso para la fabricación de la Talavera es que basamos toda la investigación en sus datos. Para empezar, debemos aclarar que los materiales primarios son las arcillas, las cuales forman los barro, por lo que la mención que hace *Cervantes* respecto a dos barro; negro y rojo, realmente se refiere a las arcillas; negra y blanca clasificada en la NOM-132-SCFI-1998 “Especificaciones Talavera”, a las cuales el taller *Celia* utiliza identificándolas como arcilla blanca y marrón como arcillas base y adicionando una tercera la cual denomina como arcilla negra esto solo por el color que se tiene de estas arcillas.

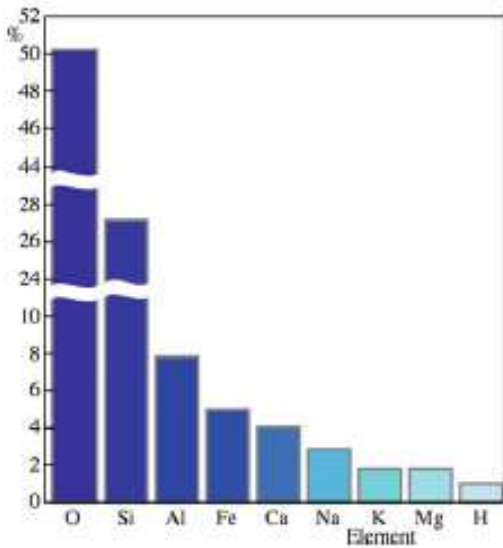
1.2.1 Arcillas

Etimológicamente la palabra “*arcilla*” deriva del latín “argilla” y a la vez del griego “argos” o “argilos” (=blanco), debido al color del material usado en cerámica.¹² Siendo las arcillas materiales naturales muy repartidos en la superficie de la corteza terrestre y pueden formar, al ser mezclados con agua, masas plásticas a partir de las cuales es factible fabricar productos cerámicos. La mayor parte de los materiales arcillosos se encuentran en sedimentos, si bien, normalmente, no se han formado ahí, su origen hay que buscarlo en los procesos de meteorización que ocurren en los suelos, donde los minerales constitutivos de la roca original son destruidos por un conjunto de agentes climáticos y biológicos que favorecen el fenómeno de hidrólisis de los minerales primarios y la neoformación de otros filosilicatos en equilibrio con las condiciones ambientales.¹³

El hombre observó desde muy temprano que los objetos de barro húmedo se contraen y endurecen al secarse por la acción del calor y que su resistencia mecánica en esas condiciones varía. Por lo que ahora, al estudiarlas con instrumentos analíticos poderosos y métodos de cálculo avanzados, la sorpresa ha sido mayúscula al comprobarse que donde se esperaba encontrar una estructura simple y rígida, se tiene un arreglo complejo y flexible. Un tema de investigación que parecía pertenecer al pasado se descubre ahora como fuente inagotable de nuevos conocimientos y aplicaciones, despertando el interés científico debido principalmente a sus propiedades fisicoquímicas, las cuales son únicas entre los minerales naturales.

Un factor diferenciador que establece grupos distintos dentro de los minerales de la arcilla es la estructura cristalina de los mismos. Pero afirmar que los materiales cerámicos están constituidos en su totalidad por minerales de la arcilla no es correcto ya que no hemos de olvidar que contienen una proporción de limos y arenas, en cantidades variables, que serán factores determinantes respecto al tipo de textura.¹³

Debido a que los minerales de silicato y silicato de aluminio están ampliamente disponibles, son económicos y forman la columna vertebral de los productos tradicionales de alto volumen de la industria cerámica. Estos minerales forman el árbol genealógico de las arcillas y constituyen la gran mayoría de la corteza terrestre, lo que no es sorprendente si consideramos: la abundancia de Si y O, cuya gráfica se muestra en la Figura 1.1 y la alta energía del enlace Si – O, presentadas en la Tabla 1.1.



Enlace	Fuerza (kJ/mol)
Ti-O	674
Al-O	582
Si-O	464
Ca-O	423
Mn ⁺² -O	389
Fe ⁺² -O	389
Mg-O	377

Figura 1.1 Abundancia de elementos comunes en la corteza terrestre y fuerza de los enlaces de oxígeno

Los filosilicatos y su formación obedecen a tres mecanismos principales: 1) por herencia, 2) por neoformación y 3) por transformación. El primer mecanismo indica que el material arcilloso fue derivado directamente de una roca madre y es este tipo de arcillas el que predomina en los sedimentos de lagos y mares. Los otros dos mecanismos implican una reacción química entre varios componentes (o bien a partir de la arcilla original), por lo que este tipo de formación requirió de mayor energía y de ciertas condiciones hidrotérmicas. Debido a que estos mecanismos están relacionados con la latitud en el planeta, es que el primer mecanismo fue más común en regiones árticas, mientras los otros dos resultaron dominantes en los trópicos húmedos.

Es importante que a los depósitos de arcilla se les nombre *arcillosos*, a fin de distinguirlos de los depósitos arenosos y además *plásticos*, a fin de diferenciarlos de las rocas ígneas.¹⁴ Una clasificación sencilla de las arcillas se presenta en la Tabla 1.2.

Tabla 1.2. Tipos de arcillas y sus características

Tipo de arcilla	Descripción	Elementos distintivos/Características
Primaria	También conocida como arcilla residual. Es aquella que durante su creación se quedó quieta y no recogió impurezas, será principalmente blanca (arcilla de caolín). Se encuentra donde se forma y no es muy plástica, con una fórmula en estado puro: $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$. Simplemente alúmina, sílice y agua química. Tiene pocas o ninguna impureza como sodio, potasio, cualquier otro óxido o cualquier material orgánico.	$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ / No contiene hierro Madura a 2700-3300 ° F Ejemplo: <i>caolines como Edgar Plastic Kaolin o Grolleg</i>
Secundaria	También conocida como arcilla sedimentaria formada por feldspatos en descomposición que viajan o se mueven desde su origen. Son movidos por el agua en arroyos, ríos y glaciares, y recogen impurezas como otros minerales y sustancias orgánicas. Los encontramos depositados lejos de donde se formaron originalmente. A menudo son plásticas. La mayoría de las arcillas secundarias recogen hierro. Tendrán colores bronceados, marrones, crema o rojizos antes y después de ser despedidos. Cuanto más hierro haya en la arcilla, más oscuro será. Información requerida para reconocer una arcilla secundaria:	La arcilla con alto contenido de hierro se volverá audible o vítrea a una temperatura más baja que la arcilla con poco o nada de hierro. Arcilla de bolas: algo de hierro, se martillea a 2400 °F Arcilla de gres: algo de hierro, madura a 2300 °F Arcilla refractaria: algo de hierro, madura a 2000-2400 °F Arcilla superficial: tiene la mayor cantidad de hierro, madura a 2000-2200 °F

Las propiedades que determinan la composición de un mineral se derivan de su composición química, arreglo geométrico de átomos e iones, y las fuerzas eléctricas que los unen.¹⁵ La clasificación de los minerales arcillosos fue propuesta por primera vez por Grim en 1962, y esta clasificación se convierte en la base para delinear la nomenclatura y las diferencias entre los diversos minerales arcillosos. La clasificación de Grim de los minerales arcillosos es la siguiente:¹⁶

I. Amorfo

Grupo alófano

II. Cristalino

a) *Tipo de dos capas (estructuras laminares compuestas por unidades de una capa de tetraedros de sílice y una capa de octaedros de alúmina)*

- b) *Tipos de tres capas (estructuras laminares compuestas por dos capas de tetraedros de sílice y una capa central dioctaédrica o trioctaédrica)*
- c) *Tipos regulares de capas mixtas (apilamiento ordenado de capas alternas de diferentes tipos)*
- d) *Tipos de estructura de cadena (cadenas similares a hornblenda de tetraedros de sílice unidos por grupos octaédricos de oxígenos e hidroxilos que contienen átomos de Al y Mg)*

La estructura laminar de las arcillas permite el almacenamiento de agua en el espacio interlaminar, formando así agregados lodosos difíciles de romper. La combinación de la arcilla con la materia orgánica del suelo y algunos óxidos minerales contribuye a la estabilidad estructural necesaria para resistir los efectos mecánicos destructivos. La *porosidad* interna de las hojuelas de arcillas y su carga electrostática asociada son adecuadas para la absorción de especies tales como los cationes de potasio (K^+), magnesio (Mg^{++}) y amonio (NH_4^+), los cuales son liberados bajo condiciones ácidas apropiadas, pudieron ser absorbidos por las raíces de las plantas.

La acidez es provocada por una acumulación de iones de hidrogeno (H^+) provenientes de compuestos químicos disueltos en el agua y acarreados por las lluvias; en ellos la concentración ácida llega a ser tal que algunos de los otros cationes atrapados por las arcillas, como los iones Al^{3+} se disuelven rápidamente en las soluciones, pasando a las raíces vegetales y provocando efectos tóxicos en las plantas.

La mineralogía del suelo es resultado de diversos factores, el clima y el intemperismo, así tenemos que en las regiones tropicales predominan los caolines mezclados con óxidos minerales (oxisoles) y los suelos negros formados por esmectitas expandibles (vertisoles) combinadas. Si la acidez es baja ($pH > 6$) el suelo arcilloso tiene a ser rico en calcio, en cambio si la acidez es alta ($pH < 6$) el aluminio tiende a ser más abundante.

La arcilla mineral ha sido la protagonista y, gracias a su abundancia natural y accesibilidad, el barro tradicional ha tenido un papel importante en el desarrollo de las civilizaciones.¹⁷

Dado que las propiedades de moldeo de una arcilla, requiere de un carácter plástico, factor que las convierte en el material idóneo para la fabricación de piezas cerámicas, se debe a su tamaño de partícula, forma laminar y propiedades cristal-químicas de su superficie, aspectos que permiten que se produzca una interacción con cualquier líquido polar, como por ejemplo

agua. Las arcillas secas o mezcladas con líquidos apolares pierden su plasticidad. La hidratación de una arcilla se produce al unirse entre sí las moléculas de agua con átomos de oxígeno e hidroxilos de la red silicatada mediante la existencia de puentes de hidrógeno. Esta capacidad de hidratarse la encontramos tanto en la superficie como en los espacios interlaminares provocando un hinchamiento intracrystalino. El agua absorbida se dispone de una manera ordenada, siendo más perfecta esta ordenación a medida que nos acercamos a la superficie. Pese a estas características generales, cada mineral de la arcilla presenta un grado de plasticidad diferente según sus características cristal-químicas. Por tanto, cada grupo de estos minerales a los que hemos hecho referencia con anterioridad se verá modificado por: *el tamaño de las partículas, la densidad de la carga superficial, los cationes de cambio, la cristalinidad, la existencia de compuestos no coloidales, sales solubles y compuestos orgánicos presentes en la masa.*¹⁸

El proceso de cocción de una arcilla se ve en los minerales que la componen que al ser sometidos a un proceso de calentamiento sufren una serie de transformaciones que van desde la deshidratación, paso inicial del cambio, hasta la aparición de una fase vítrea que constituye el fin del proceso. Desde que se produce la pérdida de agua existente en la estructura hasta la aparición de la mencionada fase vítrea, se desarrollan unos cambios intermedios tales como: *deshidroxilación, destrucción de la estructura cristalina y formación de nuevas fases cristalinas.* Todas estas alteraciones presentan un carácter estrictamente evolutivo. Ambos procesos, de descomposición el primero y de formación el segundo, traen consigo la aparición de un nuevo material cuya estructura ha sido definida por Wachtman como la de "un sólido policristalino con una matriz amorfa y vítrea".¹⁸

Entre las características principales podemos citar las siguientes: **a)** *las arcillas están formadas por cristales muy pequeños,* **b)** *tienen la capacidad de intercambiar iones,* **c)** *son capaces de variar su composición química interna,* **d)** *pueden alojar moléculas en el interior de su espacio interlaminares,* **e)** *la superficie de las láminas presenta una actividad química considerable y* **f)** *los cambios físicos de la estructura laminar son reversibles.*

Sin embargo, con propósitos más prácticos hoy en día millones de toneladas de arcilla, de la familia de las esmectitas, se utilizan durante la perforación de los pozos petroleros con el fin de impartir la viscosidad apropiada a los lodos de perforación. En estas aplicaciones tan

simbólicas existe un factor común que es la modificación de la estructura laminar de la arcilla al ponerse en contacto con especies químicas, por ejemplo, el agua y las moléculas orgánicas. La fracción de arcilla está constituida fundamentalmente por minerales denominados filosilicatos de arcilla, en capas o en láminas con un tamaño de grano $<2 \mu\text{m}$. Se trata de filosilicatos hidratados que poseen una estructura cristalina formada por una red de oxígenos organizada en capas tetra y octaédricas se ilustra en la Figura 1.2. el tetraedro está compuesto por un átomo central de silicio (Si) y cuatro átomos de oxígeno en las esquinas (O).

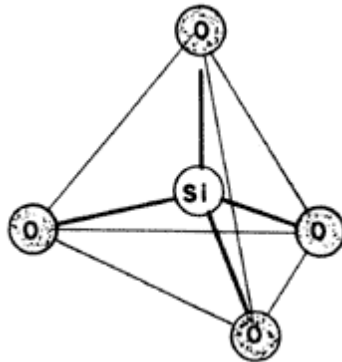


Figura 1.2. El tetraedro elemental o la pirámide triangular.

Si cada átomo de silicio tiene cuatro cargas eléctricas positivas, mientras que cada átomo de oxígeno tiene dos cargas negativas, es necesario que cada uno de los átomos de oxígeno use una de sus cargas para atraer a una de las cargas del silicio, quedando así saturado el átomo central (Si), mientras que las esquinas todavía tienen una carga negativa para enlazarse a otro átomo central (Si), con carga positiva. Cuando esto último ocurre, entonces tenemos que se puede formar una cadena de tetraedros, mediante los enlaces del tipo $\dots\text{-O-Si-O-Si-O-Si-O}$ Figura 1.3.

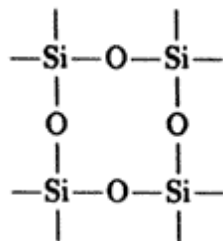


Figura 1.3. Estructura bidimensional -Si-O-Si- .

Similarmente, mediante este mecanismo se pueden formar cadenas verticales que se unen a las cadenas horizontales para formar redes, de la manera siguiente: armando este “*Mecano*”, podemos superponer una red encima de otra, a manera de formar arreglos tridimensionales. También podemos sustituir uno de los átomos de silicio por otro, por ejemplo, de aluminio (Al), con lo cual el arreglo quedaría desbalanceado, ya que el aluminio solo tiene tres cargas eléctricas positivas en vez de cuatro, dejando una carga negativa “extra” en uno de los átomos de oxígeno, por ejemplo:

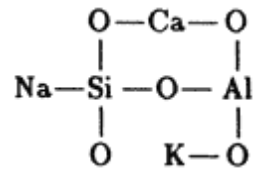


Figura 1.4. Mecano

la carga negativa desbalanceada puede ser satisfecha por un catión positivo, por ejemplo, el sodio (Na) o el potasio (K), con lo cual se logra nuevamente una estructura neutra. Este mecanismo permite a los filosilicatos tener propiedades superficiales únicas de intercambio iónico, tan importantes que a ellas se deben las propiedades catalíticas de las arcillas.

Existen dos reglas básicas, Reglas de Pauling, que nos dicen como unir dos o más tetraedros:

- 1) La suma de las cargas negativas debe ser igual a la suma de las cargas positivas, de manera que la estructura sea eléctricamente neutra.
- 2) Todos los elementos con carga positiva (cationes) pueden enlazarse o rodearse de elementos cargados negativamente, coordinándose con ellos de modo que los arreglos coordinados dependen únicamente de los tamaños entre el catión (+) y el anión (-) respectivo.

Existe una tercera regla conocida como Regla de Lowenstein:

- 3) No es válido enlazar dos tetraedros que tengan un átomo central de aluminio cada uno. Esto nos indica que dos tetraedros de aluminio sólo pueden enlazarse mediante otro tetraedro intermedio a base de silicio.

Siguiendo estas sencillas reglas podemos armar el mecano de manera que un tetraedro (1T) pueda unirse a otro para formar un arreglo tipo 2T (dos tetraedros) o bien 3T, 4T ..., etc. Así,

en la Figura 1.5 se reúnen todas las posibles combinaciones de tetraedros que dan origen a una serie de vistosas geometrías, en forma de cadena simple, doble, redes de motivos hexagonales, etc. Lo más sorprendente es que cada uno de estos arreglos es típico de alguno de los filosilicatos minerales más conocidos. Así vemos que el mineral circón está compuesto de tetraedros aislados (1T), mientras que los piroxenos por cadenas simples de un número infinito de miembros (nT).

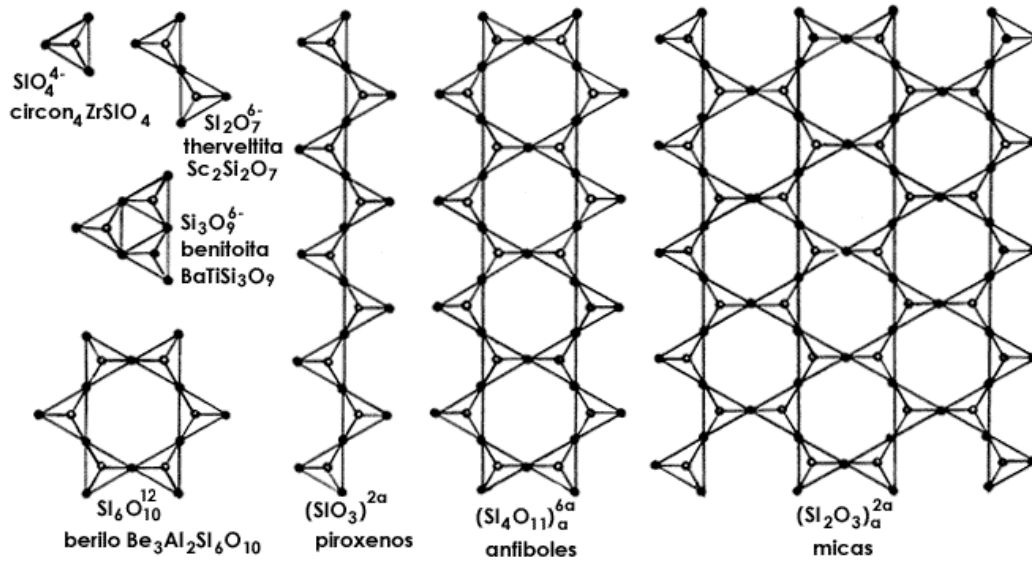


Figura 1.5. La estructura de los silicatos, o el mecano

Entonces, la unión de varios tetraedros genera hojas que se extienden a lo largo y a lo ancho, dando origen a las estructuras laminares. Al unir los vértices para formar anillos tipo 6T (seis tetraedros), como se muestra en la Figura 1.6. Las puntas de los tetraedros se encuentran a la misma altura, formando un plano, de igual manera ocurre con los átomos de silicio situados en el centro de los tetraedros y con los de oxígeno situados en las bases. La articulación de esos tres planos nos conduce pues a la formación de una hoja tetraédrica (tipo T).

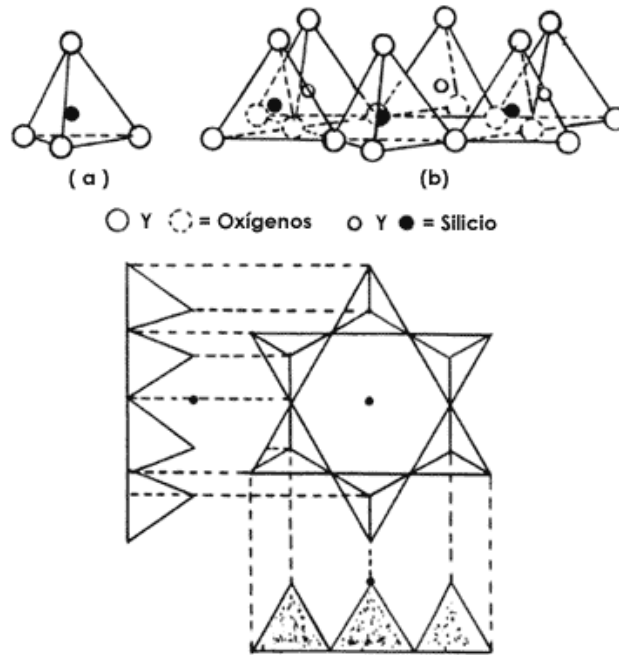


Figura 1.6. El anillo de seis tetraedros.

Siguiendo esta secuencia, podemos ahora unir dos hojas para formar una lámina tetraédrica, tal y como se ilustra en la Figura 1.7.

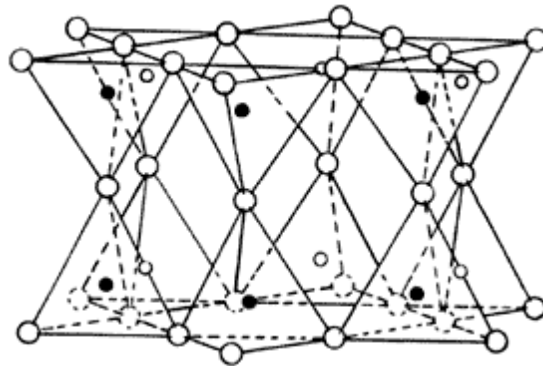


Figura 1.7. Una lámina de tetraedros (T)

Similarmente, existen otros cuerpos poligonales que podemos unir entre sí para formar cadenas, tal y como ocurre con el octaedro (octa, ocho; edros, cara), representado en la Figura 1.8, formación típica de los compuestos de aluminio, por ejemplo, $\text{Al}(\text{OH})_6$, o del magnesio. Este arreglo es una *hoja octaédrica* (tipo O).

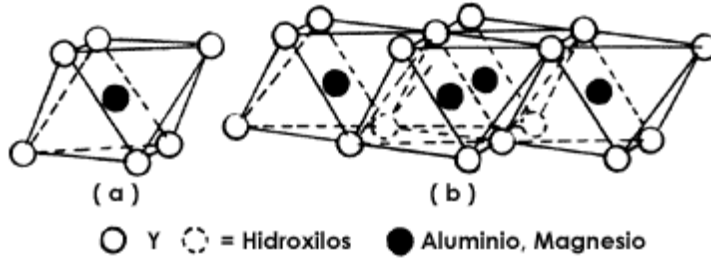


Figura 1.8. Hoja de octaedros (O)

Ahora bien, la unión de una hoja del tipo **T**, con otra del tipo **O**, genera una *lámina T-O*, o *lámina 1:1*, tal y como se ilustra en la Figura 1.9. La coincidencia, sin embargo, no es perfecta cuando se trata de hojas T formadas por silicio-oxígeno y de hojas tipo **O** formadas por aluminio-oxígeno-oxhidrilo, lo cual crea un efecto de esfuerzo entre las hojas que es de gran importancia para algunas de las aplicaciones de las arcillas que presentan este tipo de láminas (**T-O**), por ejemplo, el caolín.

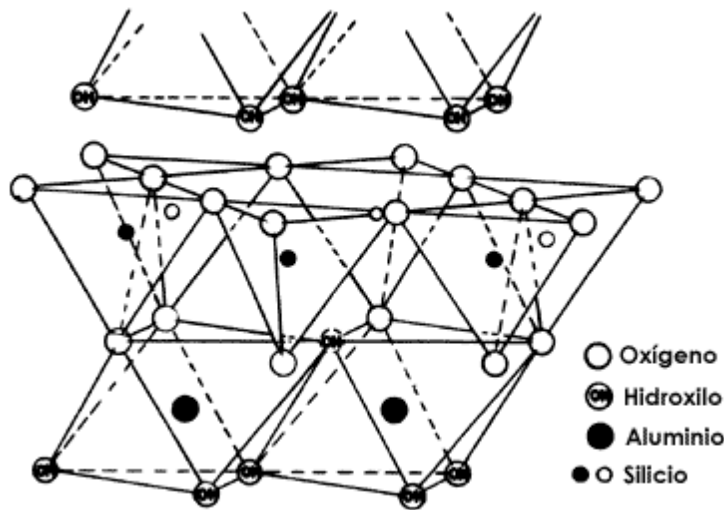


Figura 1.9. Una lámina T-O

Ahora, terminamos la secuencia agregando una tercera hoja tipo **T** a la lámina **T-O** mencionada arriba y el resultado se ilustra en la Figura 1.10, que muestra la lámina **T-O-T**, o, como algunos lectores perspicaces la llaman: *la estructura de sandwich*, debido a que dos hojas tipo **T** emparedan a una hoja tipo **O**, o sea la lámina es del tipo 2:1.

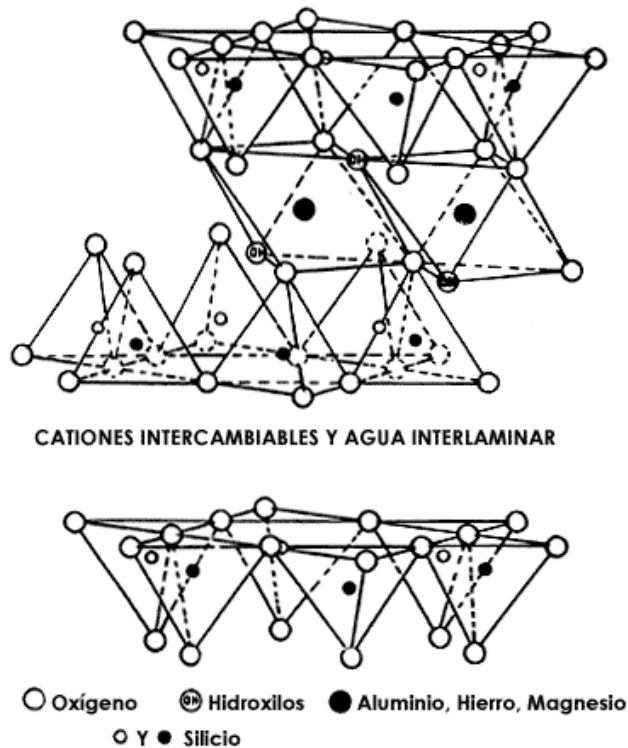


Figura 1.10. Una lámina T-O-T

Hasta aquí termina el juego del mecano, ya que la lámina **T-O-T** es la más completa y no acepta una nueva adición, debido a la saturación de los enlaces. Una cosa es clara en este punto: las estructuras de sandwich son nada menos que “la parte esencial de las arcillas”.¹⁷ Así que, si se unen una capa tetraédrica y una octaédrica se forma un mineral 1:1, tipo caolinita, y si se unen dos capas tetraédricas alternando con una octaédrica se da lugar a la formación de un mineral 2:1, tipo montmorillonita. En estas capas los iones de silicio y aluminio presentan una coordinación tetraédrica en relación con el oxígeno, mientras que los iones de aluminio, hierro, magnesio, cromo, litio, manganeso y otros poseen una coordinación octaédrica frente al oxígeno o a hidroxilos. Estas estructuras laminares se completan con la presencia de unos cationes de cambio cuya aparición está en función del déficit de carga existentes dentro de las capas octaédrica y tetraédrica por sustituciones isomórficas, como se muestra en la Figura 1.11.

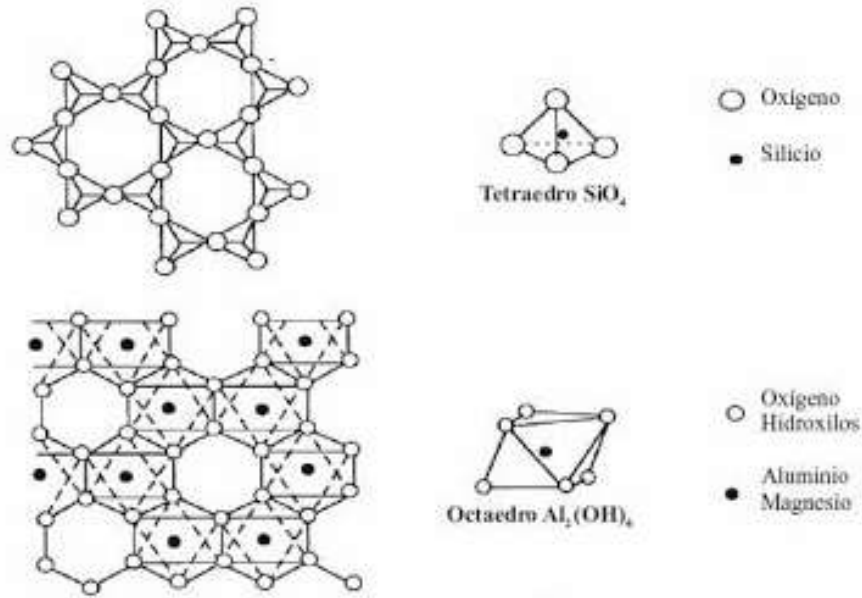


Figura 1.11 Representación esquemática de las capas tetraédricas (superior) y octaédrica (inferior)

1.2.2 Cerámica

El término “**cerámica**” proviene de la palabra griega “*Kerameicos*”, que significa “de barro”. Los productos cerámicos son artículos hechos por “el hombre”, que han sido primero moldeados o modelados usando un amplio número de minerales y rocas, y luego permanentemente endurecidos por calor.¹⁴ La definición anterior se puede simplificar como: “objeto moldeado con materias primas naturales plásticas y endurecido permanentemente por calor” o “el producto final de un proceso industrial (proceso cerámico) en el que se transforman y endurecen los materiales de partida”. Sin embargo, La definición de cerámica más aceptada es de Kingery: “*una cerámica es un sólido inorgánico no metálico*”. Por tanto, todos los semiconductores inorgánicos son cerámicos. Por definición, un material deja de ser cerámica cuando se funde. En el extremo opuesto, si enfriamos algunas cerámicas lo suficiente, se convierten en superconductores.¹⁹

Las cerámicas generalmente se asocian con enlaces "mixtos", una combinación de enlaces covalentes, iónicos y, a veces, metálicos. Consisten en matrices de átomos interconectados; no hay moléculas discretas. Esta característica distingue a las cerámicas de los sólidos moleculares como los cristales de yodo (compuestos de moléculas I_2 discretas) y la cera de

parafina (compuesta de moléculas de alcanos de cadena larga). También excluye al hielo, que está compuesto por moléculas discretas de H_2O y, a menudo, se comporta como muchas cerámicas.²⁰ La mayoría de cerámicos son compuestos de metales, metaloides o no metales incluyendo sus óxidos, nitruros y carburos. Sin embargo, también se clasifican como cerámicos al diamante y al grafito, alótropos del carbono, son inorgánicos y no fueron preparados de un organismo vivo. Richerson dice “la mayoría de los materiales sólidos que no son de metal, plástico o derivados de plantas o animales son cerámicos.”²¹

Los cerámicos generalmente tienen propiedades específicas, como alta resistencia térmica, dureza, fragilidad, etc, pero en particular nos interesan las relacionadas con características de semiconductores y/o eléctricas. En ese contexto, los materiales cerámicos se mantienen unidos por medio de enlaces primarios sólidos, predominantemente iónicos o covalentes con algunos enlaces mixtos que pueden incluir enlaces metálicos, lo cual provoca que las piezas sean duras y quebradizas como un material monocristalino, característica adquirida durante los procesos a altas temperaturas. Sin embargo, durante el moldeo de las piezas, los barro adquieren una determinada deformación elástica y que con el secado a temperatura ambiente se convierte en deformación plástica (*entendiendo que la deformación elástica se recupera al eliminar el esfuerzo, mientras que la deformación plástica es permanente*). Debido a que sus enlaces son rígidos se requiere una gran cantidad de energía térmica para hacer que los átomos o los iones se separen a distancias interatómicas o interiónicas mayores para inducir la fusión, así mismo, la configuración completa de sus enlaces s^2p^6 provoca que el material carezca de electrones libres para conducir la electricidad y por lo tanto se comporten como aislantes térmicos y eléctricos. La excepción es el diamante, que contando con enlaces extraordinariamente rígidos presenta la más alta conductividad térmica de todos los materiales conocidos, característica debida a los fonones y no a los electrones.

La cerámica también puede tener una alta conductividad eléctrica, algunos ejemplos de esto son; la cerámica de óxido de Renio (ReO_3), que tiene una conductividad eléctrica a temperatura ambiente similar a la del Cu, y, el óxido mixto $YBa_2Cu_3O_7$ que es un HTSC (superconductores de alta temperatura) con una resistividad cero por debajo de 92 K.

Existen otras cerámicas que son transparentes a radiaciones electromagnéticas ópticas (UV-Vis-IR) porque tienen una banda prohibida, E_g muy amplia. Los ejemplos incluyen cubiertas

de relojes de zafiro, piedras preciosas y fibras ópticas. Las fibras ópticas de vidrio tienen un porcentaje de transmisión $>96\%/km$.²⁰

El *proceso cerámico* generalmente consta de cinco etapas: **1)** selección y preparación de materias primas, **2)** la preparación del cuerpo cerámico (consiste en la preparación de la mezcla, homogenización y amasado), **3)** el moldeado (el cual se puede llevar por diversos procedimientos), **4)** el secado (que puede durar días o semanas), y **5)** la cocción (se realiza a diferentes temperaturas). Todas las etapas son de gran relevancia, pero la cocción es sin duda la más crítica e interesante del proceso, ya que durante esta etapa se suponen un conjunto de reacciones de interés científico para obtener el producto cerámico final.^{14, 35}

Debido a que las propiedades mecánicas de los productos cerámicos son dependientes de su composición de arcillas y condiciones de procesamiento,²² ellos se dividen ampliamente en; *cerámica vitrificada* y *no vitrificada*, la primera posee características similares a las del vidrio, como; transparencia, dureza, fragilidad, brillo y escasa o nula porosidad. La segunda, se caracteriza por poseer un grado de absorción de agua superior al 3% y menor al 18%.

Otra clasificación considera si la arcilla se fundió durante el proceso de cocción en una sustancia vítrea o no, lo cual a su vez depende de la temperatura de cocción. De esta forma se tiene que las cerámicas vitrificadas son; porcelana y gres. Mientras que las no vitrificadas; loza de barro, ladrillos, tejas y vasijas de terracota.

Capítulo 2

Técnicas empleadas para caracterización de arcillas



2.1 Introducción

Las Propiedades eléctricas de los materiales son las que determinan el comportamiento de un determinado material al pasar por él una *corriente eléctrica*. En general, la *conductividad eléctrica* es la propiedad que tienen los materiales para transmitir la corriente eléctrica, y la *resistividad* es la resistencia que ofrecen al paso de dicha corriente. En función de sus propiedades eléctricas, los materiales se clasifican en: Aislantes, conductores y Semiconductores.²³ Asociadas a estas características se encuentran otras como la cristalinidad, ancho de banda prohibida y el efecto con la temperatura. Conceptualmente se asocia un comportamiento aislante con el ordenamiento atómico de corto alcance o amorfismo, mientras que la conducción se asocia más con la cristalinidad. Es en este contexto que es útil la técnica de difracción de Rayos X (DRX) para determinar la cristalinidad de los materiales, así mismo su complemento la fluorescencia de Rayos X (FRX), porque si bien la DRX nos “informa” como están acomodados los átomos dentro del material esta no es específica sobre a qué elementos químicos corresponden esos átomos, información que si ofrece la FRX mediante el análisis elemental. Junto con estas técnicas se usan frecuentemente la Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), la luminiscencia y las espectroscopías; Raman, de UV-Vis y de Infrarrojo para determinar la mayor parte de las características de los materiales en general. Este trabajo y debido por un lado a la particularidad del material de estudio y por el otro a la escasez de información científica existente sobre él, se convierte en uno que es pionero, en él se utilizarán tres técnicas de rayos X y dos eléctricas para caracterizar el material, a saber; la Difracción de Rayos X (DRX), Fluorescencia de Rayos X (FRX), Tomografía Computarizada de rayos X (TC), capacitancia, conductividad y resistividad.

2.2 Fundamentos de Rayos X

Los rayos X fueron descubiertos en 1895 por el físico alemán Wilhem Conrad Röntgen y en 1912 Max von Laue confirmó su hipótesis de que el espacio existente entre los átomos debería de ser del orden de angstroms (10^{-10} m, símbolo Å) para que se pudiera producir la difracción de los rayos X. Las aportaciones de ellos se vieron reconocidas con los Premios Nobel de física en 1901 y 1914, respectivamente.

Debido a que los rayos X son una radiación de ondas electromagnéticas, la energía de cada fotón de rayos X es proporcional a su frecuencia, que se expresa mediante la ecuación de Planck:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (2.1)$$

donde h es la constante de Planck (6.63×10^{-34} J s), c es la velocidad de la luz (3×10^8 m s⁻¹), y λ es la longitud de onda de los rayos X. Los rayos X son clasificados como suaves y duros basados en su longitud de onda; suaves para $\lambda > 1 \text{ \AA}$ y duros para $\lambda < 1 \text{ \AA}$.²⁴ Los rayos X son generados comúnmente en tubos que contienen un alto vacío, un cátodo compuesto por un filamento, (generalmente de tungsteno, W) y un ánodo, como se ilustra en la Figura 2.1. Los electrones emitidos por el filamento son acelerados por la diferencia de potencial existente entre el cátodo y el ánodo, impactando sobre el ánodo a velocidades mayores a un tercio de la velocidad de la luz (dependiendo de la diferencia de potencial entre cátodo y ánodo). Alrededor del 99 % de los electrones que inciden sobre el ánodo convierten su energía en calor y sólo el 1 % de ellos genera rayos X.

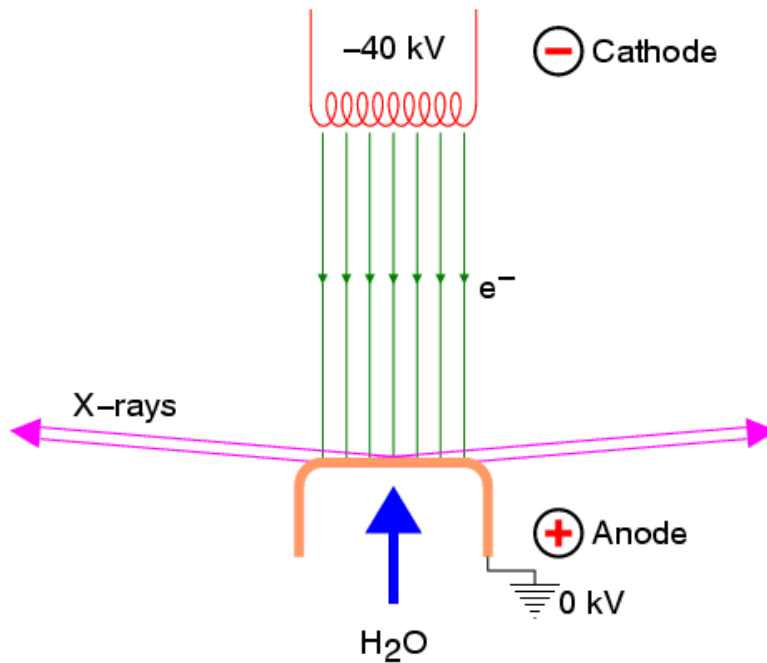


Figura 2.1. Ilustración de un tubo de rayos X

Al incidir sobre el ánodo, el 99% de los electrones se desaceleran como resultado de las interacciones que se producen con los átomos, irradiando energías de diferentes longitudes de onda, lo que da como resultado por un lado un espectro continuo y por otro la ionización de

los átomos ánodo. El 1% restante de los electrones en su interacción provocan espacios por la expulsión de electrones de las bandas más internas del átomo, espacios que son cubiertos por electrones de bandas superiores, y es la diferencia de energía entre las bandas las que emergen como radiación X, que pueden ser α o β , las cuales se dividen en α_1, α_2 , y β_1, β_2 ^{25,26}. La Figura 2.2 ilustra las transiciones de los electrones de las capas superiores y la generación de las radiaciones $K\alpha_1, K\alpha_2$ y $K\beta$. La Tabla 2.1 muestra los diferentes elementos químicos de los que pueden ser los ánodos y los valores de sus respectivas radiaciones.

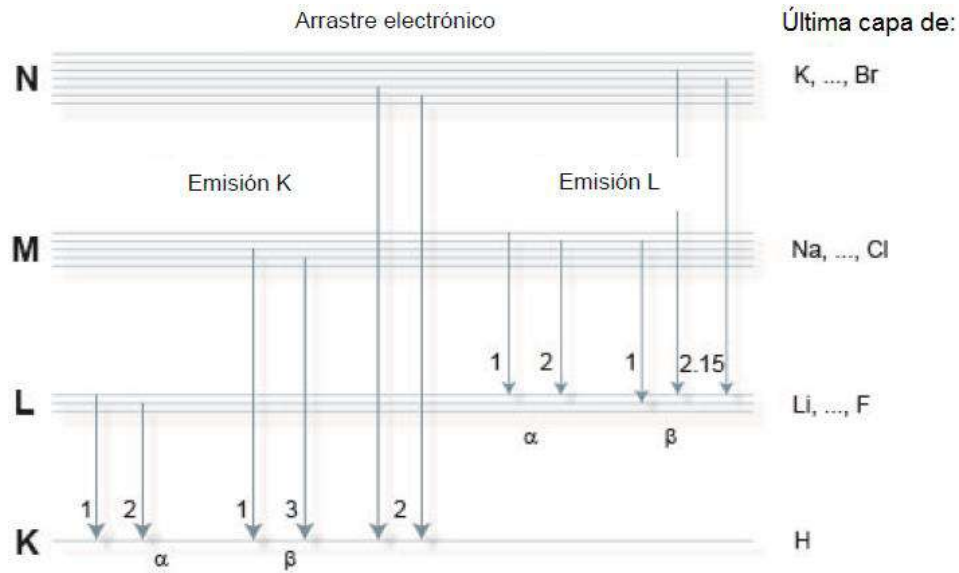


Figura 2.2. Transiciones de electrones entre bandas que provocan la emisión de diferentes radiaciones X.

Tabla 2.1. Listado de elementos para ánodos y los valores de sus radiaciones respectivas.

Ánodo	Energía característica $K\alpha$, keV	Longitudes de Onda, λ (Å)
Ag	22.21	$K\alpha_1$: 0.5608
		$K\alpha_2$: 0.5625
		$K\beta_1$: 0.5200
Mo	17.5	$K\alpha_1$: 0.70926
		$K\alpha_2$: 0.71354
		$K\beta_1$: 0.63225
		$K\alpha_1$: 1.54059

<i>Cu</i>	8.05	K α 2:1.54434 K β 1:1.39217
<i>Co</i>	6.9	K α 1: 1.78890 K α 2: 1.79279 K β 1: 1.62073
<i>Fe</i>	6.4	K α 1: 1.93597 K α 2:1.93991 K β 1:1.75654
<i>Cr</i>	5.4	K α 1: 2.291 K α 2:2.312 K β 1:2.2543

2.3 Difracción de rayos X

El método de difracción de rayos X (DRX), como ya lo mencionamos tuvo su origen en 1912 como aportación de Max von Laue, las ecuaciones por él planteadas describen el comportamiento de las ondas que son difractadas al incidir sobre una red cristalina, sin embargo, fueron los Bragg, padre e hijo; William Henry Bragg y William Laurence Bragg, premios Nobel de física en 1915, por sus contribuciones a la cristalografía de rayos X, quienes hicieron otra propuesta, la cual consiste en imaginar la difracción como una reflexión de los rayos X originada por material especular, imaginarios, formados por planos de átomos de la red cristalina, los cuales debido a la naturaleza repetitiva del cristal se encuentran separados entre sí por distancias constantes *d*. La Figura 2.3 muestra el esquema que de modo gráfico y en forma intuitiva puede deducirse la ley de Bragg.

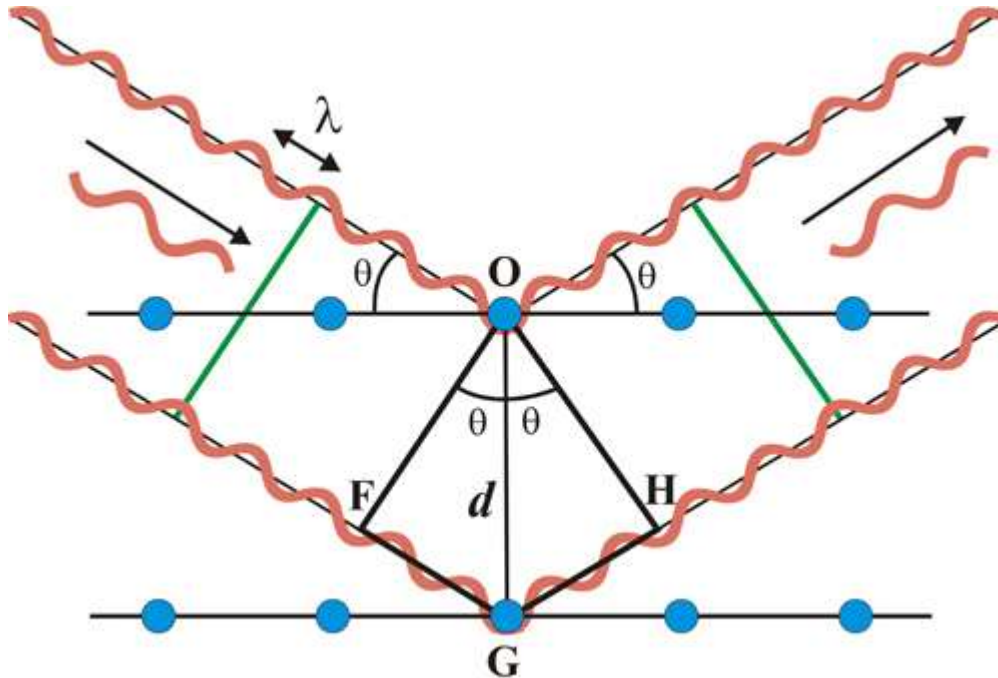


Figura 2.3. Esquema grafico para deducir la ley de Bragg

En la Figura 2.3, los dos haces de rayos X, de longitud de onda λ , inciden en fase, con un ángulo θ , sobre dos planos cristalográficos (líneas negras horizontales y paralelas) y formando un frente de ondas, representado por la línea verde de la izquierda. Entonces para que exista reflexión constructiva es necesario que después de la reflexión ambos haces sigan estando en fase, representada por la línea verde de la derecha, condición que sólo se cumple si la diferencia de caminos recorridos por los frentes de onda OF y OH (frentes de onda, antes y después de la reflexión) corresponde a un número entero de veces la de longitud de onda de la radiación incidente, λ . Lo cual es equivalente a decir, que la suma de los segmentos FG y GH a un número entero, n , veces la longitud de onda λ .

De tal modo que:

$$FG + GH = n\lambda \quad (2.2)$$

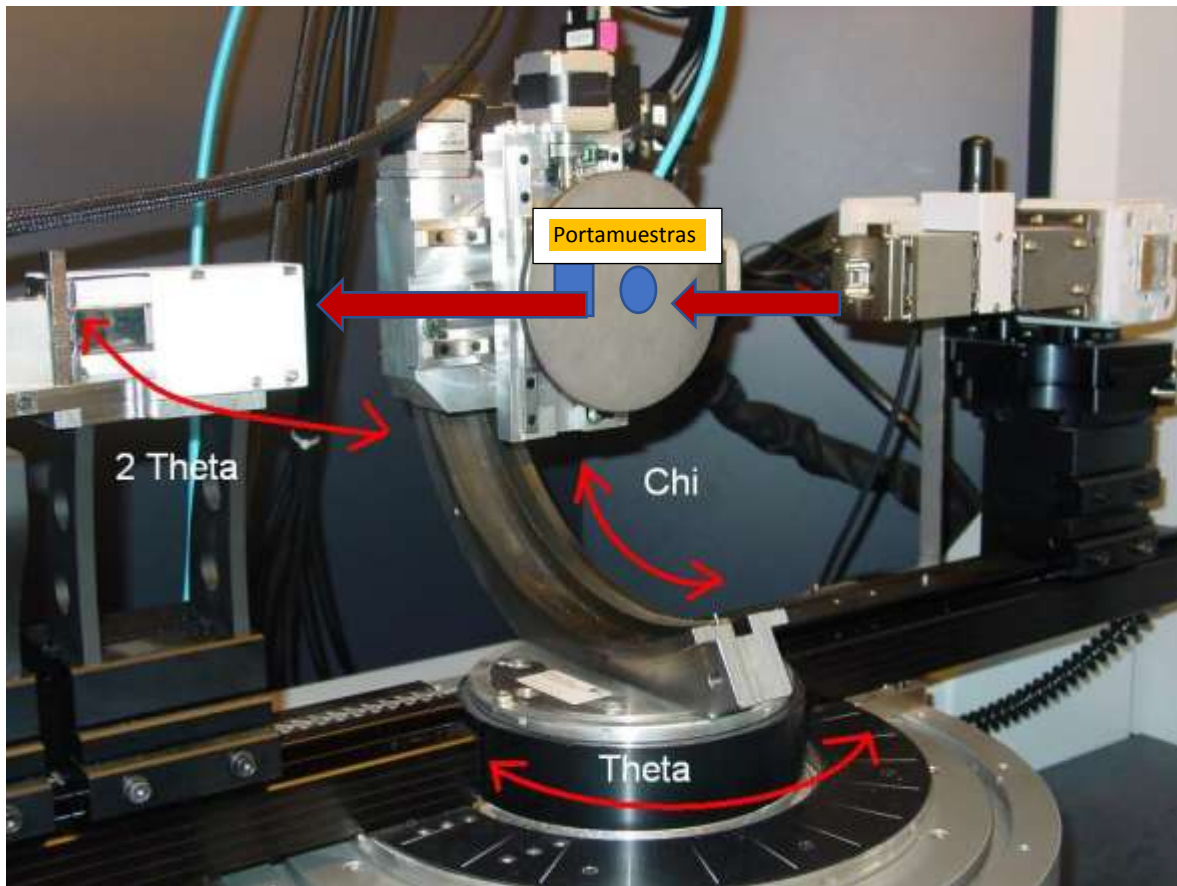
pero $FG = GH$, y $FG = d \text{ sen}\theta$ (2.3)

con lo cual la ec. 2 se convierte en $2 d \text{ sen } \theta = n \lambda$ (2.4)

La ecuación 2.4 es conocida como la ley de Bragg. En ella se nota que cuando el ángulo de incidencia de los haces no cumple la ley, los haces emergentes dejan de estar en fase y se

anulan entre sí por lo que no se observará ninguna reflexión en los difractogramas o patrón de difracción.²⁵

Siendo la DRX una de las técnicas que goza de mayor prestigio entre la comunidad científica para dilucidar estructuras cristalinas, debido a su precisión y fiabilidad. Sus mayores limitaciones se deben a la necesidad de trabajar con sistemas cristalinos, por lo que no es aplicable a disoluciones, a sistemas biológicos *in vivo* y a sistemas amorfos o a gases. La fotografía 2.4 presenta un montaje clásico de una muestra caracterizada por XRD.



Fotografía 2.4. Imagen de un montaje clásico de una medición por difracción.

En la fotografía 2.4 el haz de rayos X, flecha corta de color rojo, incide sobre las muestras montadas en el porta-muestras, de donde emerge el haz reflejado o difractado, flecha larga de color rojo hacia el detector. Tanto el porta-muestras como el detector se indica que tienen un movimiento giratorio, que en la configuración $\theta/2\theta$ indica que por cada grado de θ el detector debe moverse 2 veces. Los principales componentes de un difractómetro de rayos X son; ***Tubo de rayos X, Detector y Muestra o portamuestras.***

2.4 Fluorescencia de rayos X

El análisis de fluorescencia de rayos X (**FRX**), es un método que usa una fuente de rayos X para excitar átomos en la sustancia a ser analizada, y como resultado de la excitación los átomos de la muestra producen rayos X, conocidos como rayos X secundarios. Es por eso que a esta técnica de caracterización también se le conozca “Análisis elemental” debido a que los rayos X secundarios indican el elemento químico del átomo que los produce. Convencionalmente la FRX es usada para análisis químico de muestras a granel. Sin embargo, la micro-FRX es un buen análisis para minerales, que permite obtener información con menor cantidad de muestra y/o más pequeñas (tal como composición química in-situ). La FRX y la micro-FRX es principalmente usado en análisis de muestras en geología, bioquímica, industria de semiconductores, protección del medio ambiente, ciencias de la vida, arte, arqueología y otros campos. ²⁶

La FRX, puede determinar la composición elemental de diferentes tipos de muestras, ya sean sólidos, líquidos o polvos, por medio de la detección de la emisión fluorescente o secundaria de rayos X, proporcionando así su información cualitativa y cuantitativa, donde se identifican los elementos y la concentración de dichos elementos.

La base de la espectrometría de fluorescencia de rayos X es la interacción de fotones de rayos X (de una fuente de excitación primaria) con los átomos de los elementos encontrados en la muestra. Cuando estos fotones de excitación interactúan con los átomos de la muestra producen los rayos X secundarios provenientes de esos átomos, con una longitud de onda característica del elemento químico al que pertenece el átomo y una intensidad directamente relacionada con la concentración del elemento en la muestra. Debido a que las energías de los orbitales electrónicos son una función del número atómico, la energía de los rayos X es característica de cada elemento.

Existen dos tipos diferentes de sistemas de espectroscopía de FRX, que se diferencian principalmente por el sistema de detección, éstos son, los sistemas de dispersión de energía (por sus siglas en inglés EDXRF) y los sistemas de dispersión por longitud de onda (por sus siglas en inglés WDXRF).

Nos enfocaremos principalmente en el sistema de dispersión por longitud de onda, ya que es con el que se realizarán las mediciones, además de que este tipo de sistema trae consigo muchas ventajas a comparación de los sistemas de dispersión de energía, la principal es que

proporciona una mejor resolución de los picos característicos, mientras que con energía dispersiva las señales se traspalan y dificulta la identificación de los elementos, como se observa en la Figura 2.5.

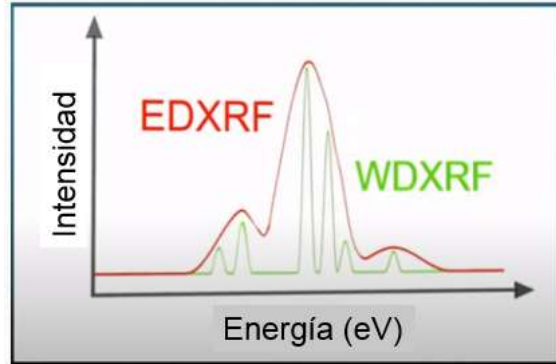


Figura 2.5 Diferencia en la resolución de EDXRF y WDXRF

En la Figura 2.6 se muestra la trayectoria del haz en un espectrómetro de fluorescencia de rayos X de longitud de onda dispersiva. El haz de rayos X de excitación pasa a través de un filtro de haz primario cuando se requiere excitar a los elementos más pesados fácilmente y reducir el fondo. Para reducir señales parásitas y el ruido de fondo, cuando se analizan muestras pequeñas, la fluorescencia de rayos X emitida por la muestra se limita a través de una máscara y se paraleliza por un colimador, el cual está caracterizado por un ángulo de apertura que limita la divergencia del haz excitado. Cuando el haz sale del colimador, incide en un cristal analizador de origen orgánico y basado en multicapas.

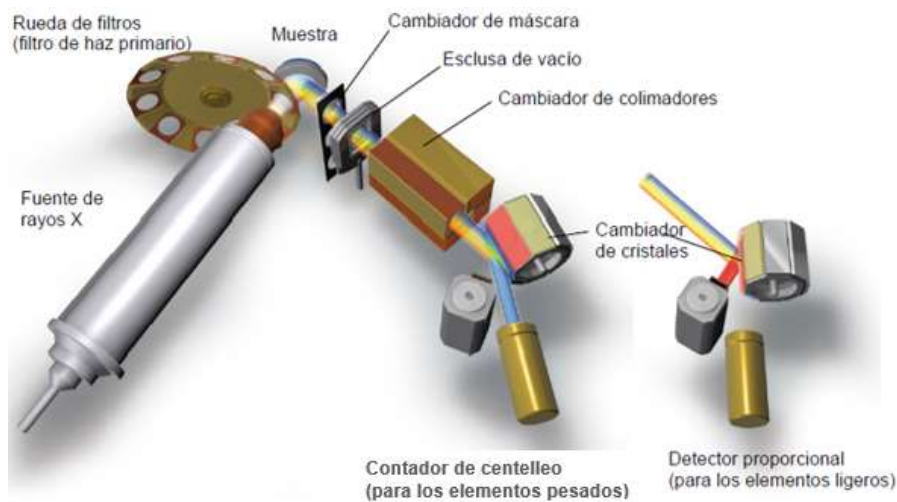


Figura 2.6 Configuración clásica de Fluorescencia de rayos X y trayectoria del haz de rayos X

En el espectrómetro del laboratorio, se utilizan cuatro posiciones para los cristales analizadores, los cuales son PET, XS-55, XS-C y LiF 200, la radiación del cristal analizador es captada por uno de los dos detectores, de los cuales se encuentran montados en un goniómetro 2-Theta y la muestra en un goniómetro Theta, uno de los detectores está optimizado para la radiación de elementos ligeros (detector de flujo) y el otro para la radiación de elementos pesados (detector de centelleo). Estos detectores se caracterizan por:

- Detector de Flujo, utilizado para bajas energías de alto rango lineal de medida (mínimo 3 millones de cps)
- Detector de centelleo, se basan en la propiedad que tienen algunos materiales de emitir luz tras interactuar con ellos la radiación ionizante, se utilizan para la medida de radiaciones de alta energía (superior a 8 keV) y alto rango lineal (mínimo 3 millones de cps)

La intensidad de los rayos X producidos a una energía dada proporcionan una medida de la cantidad del elemento presente. La radiación al pasar al detector produce un pulso de corriente eléctrica; cuanto más intensa es la radiación, mayor es el pulso de corriente eléctrica. Estos analizadores electrónicos procesan aún más las señales y muestran el espectro de energía de rayos X (cuentas de rayos X vs. energía) en una computadora.

El software de la computadora determina la energía e intensidad de los picos de rayos X característicos y luego calcula las concentraciones elementales en comparación con parámetros de calibración. El espectrómetro de rayos X enteramente automático, es decir el manejo del sistema y la realización del análisis requieren un mínimo de interacción de parte del usuario.

Las intensidades medidas se utilizan para determinar las concentraciones elementales. El espectrómetro está programado para determinar el contenido de los elementos desde el sodio (Na) hasta el uranio (U). Con este equipo los límites inferiores de detección son: elementos mayores: 0.01-0.03% y para elementos menores: 10-20 ppm.

En la presente metodología se ocupa la aplicación “QUANT EXPRESS” que es un método predefinido con calibración universal de análisis cuantitativo. Gracias al potente método de los parámetros fundamentales a base de variables alfas y la corrección predefinida de solapamiento de líneas, QUANT-EXPRESS permite efectuar el análisis cuantitativo completo de muestras muy distintas.

El objetivo del análisis FRX es determinar cualitativa y cuantitativamente elementos químicos, a partir de la medición de su radiación característica. El método es rápido, preciso y no destructivo, y por lo general solo requiere un mínimo de preparación de la muestra. Las aplicaciones son muy amplias e incluyen las industrias del metal, cemento, petróleo, polímeros, plástico y alimentos, junto con la minería, la mineralogía y la geología, y el análisis ambiental de agua y materiales de desecho.

2.5 Tomografía computarizada de rayos X

La tomografía computarizada de rayos X (TC), es un método de imagen no destructivo el cual un objeto es irradiado con rayos X o rayos gama y algoritmos matemáticos son usados para crear una imagen transversal o una secuencia de imágenes. En el proceso de tomografía, la radiografía de rayos X se usa para tomar una gran cantidad de proyecciones radiográficas, que luego se reconstruyen usando un algoritmo matemático para formar una imagen de corte del objeto que se escanea. Estos cortes reconstruidos se pueden apilar para formar una representación tridimensional (3D) del objeto que se puede utilizar en una amplia gama de aplicaciones. La técnica tomográfica se desarrolló originalmente como un método novedoso de visualización clínica, debido a la ventaja que presenta la tecnología en comparación con la radiografía bidimensional (2D) tradicional, que comprime un volumen 3D en una proyección 2D.^{28,29}

La tomografía computarizada de rayos X es una técnica de imagen que originalmente encontró su aplicación en el campo médico y durante muchos años de avances tecnológicos se ha extendido a varias aplicaciones industriales. La tecnología TC de rayos X se ha utilizado ampliamente para la investigación no invasiva del cuerpo humano y análisis no destructivos de piezas y materiales industriales. La diferencia más notable entre los sistemas de TC clínicos e industriales actuales es su configuración fuente-objeto-detector. En el caso de la TC clínica, el detector y la fuente giran alrededor del objeto (paciente) Figura 2.7, mientras que, en el caso de una TC industrial, el detector y la fuente son en la mayoría de los casos estables y el objeto bajo investigación realiza un movimiento rotatorio (Figura 2.8).^{24,34}

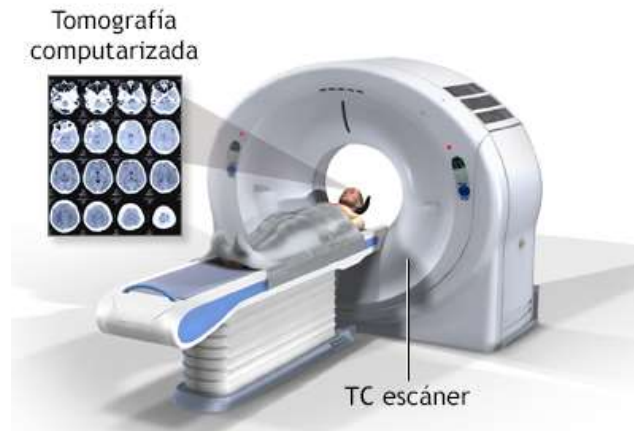


Figura 2.7 Configuración de CT clínico

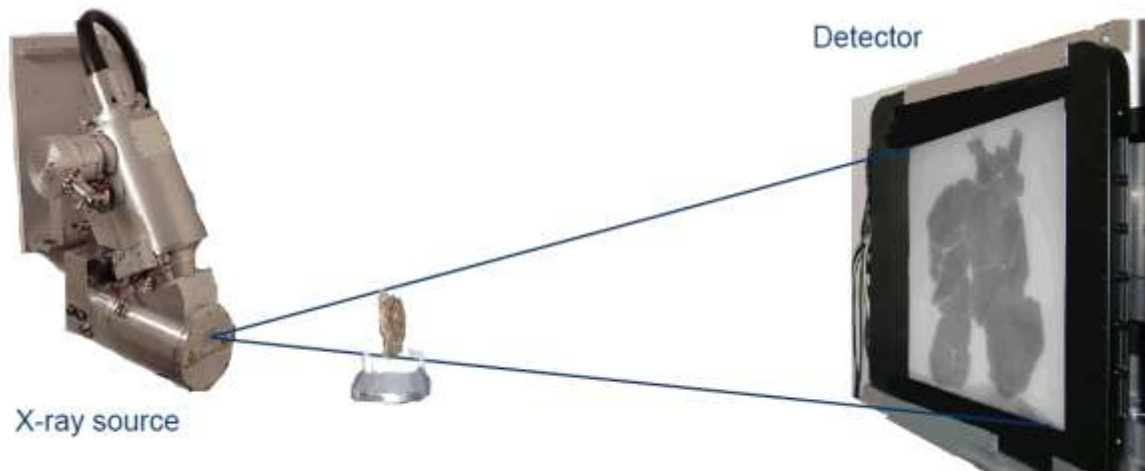


Figura 2.8 Configuración de CT industrial

La mayoría de los sistemas de tomografía computarizada (TC) de rayos X industriales convencionales emplean una geometría de adquisición de haz cónico y se componen de cuatro componentes principales (Figura 2:9: **(1)** *un tubo de rayos X*, para generar los haces de rayos X, **(2)** *un detector de rayos X*, para medir el grado en que la pieza de trabajo ha atenuado la señal de rayos X, **(3)** *un conjunto de ejes mecánicos*, para posicionar el objeto entre la fuente y el detector y proporcionar la rotación requerida para la TC, y **(4)** *una estación de trabajo (CPU)*, para la adquisición de datos, reconstrucción y análisis posterior. Esencialmente, las características y el rendimiento de los primeros tres componentes influyen directamente en la calidad de los datos adquiridos. El volumen de medición está limitado por el tamaño del detector y por las dimensiones del gabinete. Los detectores de panel plano típicos se caracterizan por 1000 x 1000 o 2000 x 2000 píxeles, con una cobertura de área de hasta 400

mm x 400 mm. La mayoría de los sistemas de TC industriales utilizan un barrido de ángulo completo (360°); por lo general, se adquieren hasta 3600 imágenes para cada escaneo.^{30,33} La velocidad de rotación depende tanto del tiempo de exposición como de la estabilidad mecánica de la platina giratoria. La fuente de rayos X debe tener suficiente potencia para penetrar materiales de alta absorción. Los tubos estándar comerciales normalmente están limitados a 450 kV, pero también hay disponibles tubos especiales de hasta 800 kV.

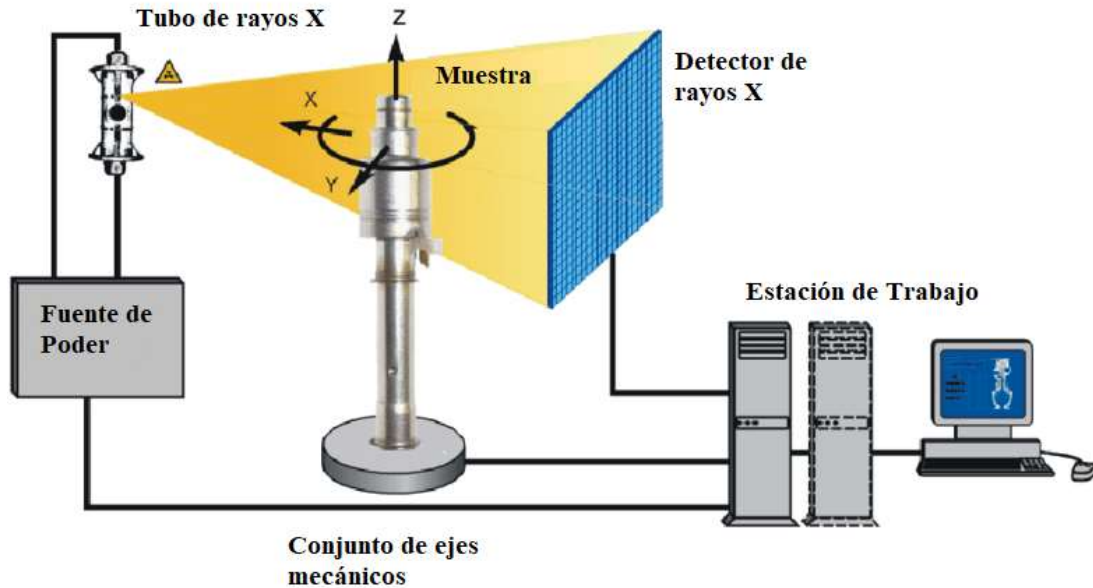


Figura 2.9 Sistema de Tomografía Computarizada

2.6 Propiedades eléctricas

2.6.1 Capacitancia

La capacitancia eléctrica (C) es la propiedad que tienen los cuerpos para mantener una carga eléctrica. Matemáticamente se expresa como el cociente entre la carga y el potencial. Esto es:

$$C = \frac{q}{V} \quad \text{Ecuación (2.5)}$$

En cualquier caso, si conocemos la capacitancia C de un conductor dado, la carga q puede encontrarse a partir de su potencial, es decir:

$$q = CV \quad \text{Ecuación (2.6)}$$

Alternativamente podemos calcular el potencial a partir de la carga mediante la ecuación

$$V = Pq \text{ Ecuación (2.7),}$$

donde:

$$P = 1/C \text{ Ecuación (2.8)}$$

es el llamado coeficiente de potencial.

El dispositivo que mide esta propiedad se conoce como *capacitor* o *condensador* el cual, es un dispositivo eléctrico formado esencialmente por dos conductores llamadas placas del condensador aisladas y separadas por el medio vacío o por un dieléctrico. Sobre las placas se distribuyen cargas iguales y opuestas $+q$ y $-q$. Es así que, un capacitor de placa paralelas es aquel dispositivo que está formado por dos placas paralelas conductoras de área A separadas por una distancia muy pequeña d comparada con las demás dimensiones y que llevan cargas $+q$ y $-q$ en la superficie como se muestra en la Figura 2.10a. Debemos observar además que la distribución del campo eléctrico es de la forma mostrada en la Figura 2.10b³¹

$$C = \epsilon \frac{A}{d} \text{ Ecuación (2.9)}$$

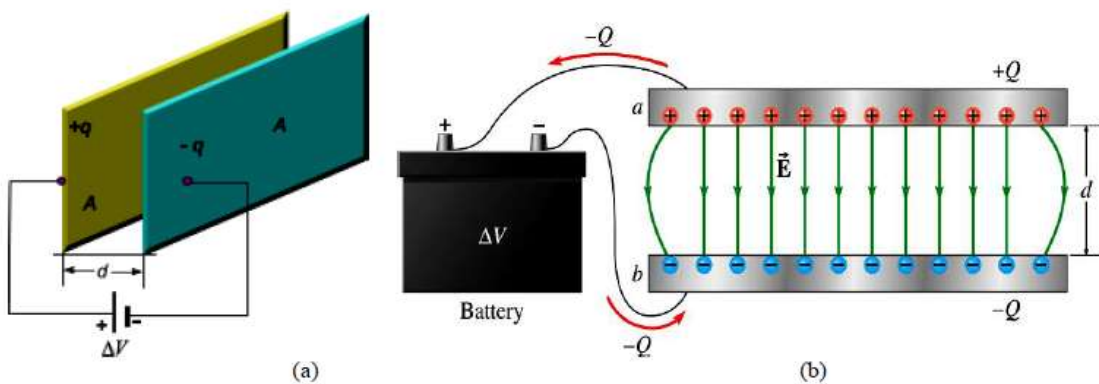


Figura 2.10 (a) capacitor de placas planas; (b) campo eléctrico en el interior de un capacitor plano

2.3.2 Resistencia y Resistividad

El flujo de carga a través de cualquier material encuentra una fuerza opuesta que es similar en muchos aspectos a la fricción mecánica. A esta oposición, debida a las colisiones entre electrones y otros átomos en el material, que convierte la energía eléctrica en otra forma de energía como el calor, se le llama *resistencia* del material. La unidad de medición para la resistencia es el ohm, para el cual se emplea el símbolo Ω . El símbolo para la resistencia en circuitos se muestra en la Figura 2.11 con la abreviatura gráfica para resistencia (R).

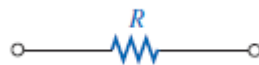


Figura 2.11 Símbolo y notación de resistencia

La resistencia de cualquier material con un área transversal uniforme se determina mediante los siguientes factores: *Material, Longitud, Área transversal y Temperatura.*

El material escogido, con su estructura molecular única, reaccionará diferencialmente a presiones para establecer una corriente a través de su núcleo. Los conductores que permiten un flujo de carga abundante con poca presión externa tendrán bajos niveles de resistencia, mientras que los aislantes tendrán altas características de resistencia. La resistencia es entonces directamente proporcional a la longitud e inversamente proporcional al área, así tenemos que:

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad \text{Ecuación (2.10)}$$

donde ρ es una característica del material llamada resistividad, l es la longitud de la muestra, y A es el área transversal de la muestra.

La resistividad (ρ), se mide en *ohms-metros* ($\Omega \cdot m$) de acuerdo al Sistema Internacional de unidades (SI), como la resistividad es un factor importante al determinar la resistencia de un conductor, a menor resistividad, menor será la resistencia para un conductor del mismo tamaño.³²

2.3.3 Conductividad

La *conductividad eléctrica* es la capacidad de un cuerpo de permitir el paso de la corriente eléctrica a través de sí. También es definida como la propiedad natural característica de cada cuerpo que representa la facilidad con la que los electrones pueden pasar por él. La conductividad varía con la temperatura (es una de sus características más importantes), en los semiconductores y algunas sustancias no metálicas la conductividad aumenta con la temperatura.

El valor de la conductividad se puede obtener por el inverso de la resistividad, por tanto:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad \text{Ecuación (2.11),}$$

y su unidad es el S/m (siemens por metro).

Capítulo 3

Parte

Experimental



3.1 Introducción

En este capítulo se presenta el proceso de la elaboración de la cerámica de la Talavera poblana, la preparación de muestras para su caracterización y la pérdida de peso por ignición de las muestras. El proceso de elaboración consta de 7 etapas, cuya explicación de cada una de ellas es breve buscando darle continuidad a la presentación del trabajo. En el diseño que se hizo se consideraron **12** piezas de cada pasta de barro, con igual forma y diseño para que durante el estudio se tenga siempre una muestra testigo de cada proceso de elaboración.

Los experimentos realizados pertenecen a dos rubros: **1) el proceso de elaboración de la cerámica de Talavera Poblana** y **2) la preparación de muestras para su caracterización por las técnicas de rayos X**.

3.2 Proceso cerámico de la Talavera Poblana

El *proceso cerámico* consta de las siguientes etapas (Figura 3.1):

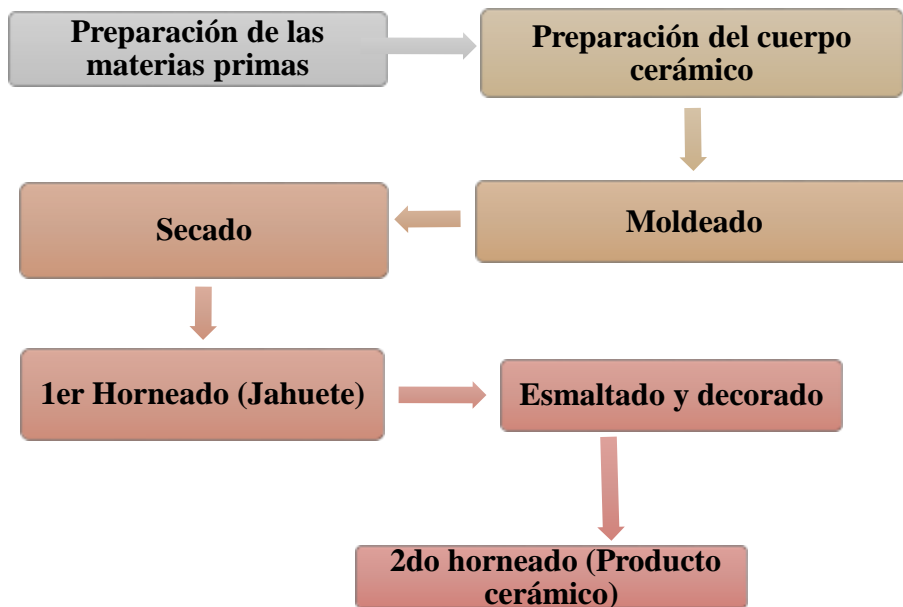


Figura 3.1 Etapas del proceso cerámico

El proceso cerámico de las piezas de Talavera Poblana fue realizado en las instalaciones del Taller de Talavera Celia (actualmente certificado bajo la NOM-132-SCFI-1998, Talavera-Especificaciones) con apoyo de los artesanos y siguiendo su proceso de elaboración.

a. Preparación de las materias primas

Consistió en la preparación y selección representativa (toma de muestra por cuarteo) de las arcillas con las que se elabora la Talavera Poblana, las cuales son: *arcilla marrón (AM)*, *arcilla negra (AN)* y *arcilla blanca (AB)*. Todas ellas provenientes de la denominada “Zona de Talavera”, en la Figura 3.2 se presenta las arcillas utilizadas para la elaboración de talavera poblana.



Figura 3.2 Muestras de arcilla utilizadas para elaborar la Talavera Poblana.

b. Preparación del cuerpo cerámico (pasta de barros)

Esta etapa consistió en la preparación de las mezclas de arcillas, su homogenización y amasado. Se prepararon pastas con 3 diferentes mezclas de las arcillas. Teniendo en cuenta que en el taller de Talavera Celia los artesanos utilizan proporciones de porcentaje en peso de 45%**AB**-45%**AM**-10%**AN** (Pasta de barros 1), se decidió hacer un barrido cercano a esta proporción tomando valores superiores, tal como 55%**AB**-35%**AM**-10%**AN** (Pasta de barros 2) e inferiores, tal como 35%**AB**-55%**AM**-10%**AN** (Pasta de barros 3). En la Tabla 3.1 se resumen las proporciones de arcillas para cada pasta de barros.

Tabla 3.1. Pastas de barros con su correspondiente proporción de arcilla.

Materia prima	Pasta de Barros 1 (PB_1)*	Pasta de Barros 2 (PB_2)**	Pasta de Barros 3 (PB_3)**
Arcilla blanca (AB)	45 %	55 %	35 %
Arcilla marrón (AM)	45 %	35 %	55 %
Arcilla negra (AN)	10 %	10 %	10 %

* La Pasta de barros 1 corresponde a la elaborada en el Taller de Talavera Celia

**Considerando el 100% la cantidad total a diluir para obtener la pasta de barros correspondiente (esto incluye material orgánico y arenilla).



Figura 3.3 Imagen de pastas de barros obtenidas

Cada pasta de barro se preparó humedeciendo su mezcla de arcillas en agua por varias horas hasta humectarse casi por completo, después se agitó y posteriormente se realizó un proceso de filtrado con una malla de 110 perforaciones por pulgada (esta puede variar), el filtrado se repitió varias veces durante dos o tres semanas recirculando el agua con el objetivo de obtener una consistencia cremosa del barro e ir retirando el material orgánico y arenilla en cada filtrado. En la Figura 3.4 se muestra el proceso de filtrado para la obtención de la crema de barro.



Figura 3.4 Procedimiento de elaboración de pastas de barro.

En la Figura 3.5, se muestra el proceso de obtención de la pasta de barro, una vez obtenida la crema del barro, se colocó en mantas sobre una cama de ladrillos durante dos a 3 semana esto depende de la cantidad de crema de barro obtenida, hasta que se obtuvo una consistencia más firme, después se procedió al pisado de la pasta para obtener la talla (bloque de barro que puede ser utilizado).



Figura 3.5 Secado y formado de tallas de barro

Cabe señalar que, el tiempo requerido para obtener una pasta de barro fue de aproximadamente 7-8 semanas.

c. Moldeado

Como se ha mencionado, de acuerdo con el diseño para el estudio se solicitaron **12** piezas de cada pasta de barro, las cuales se solicitan de una misma forma y diseño para tener una muestra testigo en cada proceso de elaboración. Las piezas solicitadas deberían de tener las dimensiones que permitieran realizarles recocidos en la mufla así como para introducirlas a los equipos de medición.

Pieza solicitada:

- **Plato cafetero (14cm con reducción a 12 cm)** cada pieza se realizó con el método de torneado con un proceso de secado lento.
- **Azulejo (8 cm con reducción a 7 cm)** cada pieza se realiza con la formación de una tortilla de barro y posteriormente se corta con ayuda de un molde.

Después de elaboradas las **12** piezas de cada pasta de barro. Este número de piezas fue necesario para contar con muestras piloto de cada etapa subsecuente del proceso y porque algunas se destruirán por su preparación para su análisis por las técnicas de rayos X.

En la Figura 6 se observa el método de moldeo por torneado (izquierda) y los platos formados (derecha).



Figura 3.6 Torneado de piezas a analizar



Figura 3.7 Elaboración de azulejos

d. Secado

Una vez torneadas las piezas se dejan secar sobre tarimas de madera cubiertas de tela o plástico para obtener un secado lento (esto dura aproximadamente de 2 a 3 semanas dependiendo de la pieza y el tamaño de esta), una vez seca se procede a su tratamiento para el análisis correspondiente.



Figura 3.8 Tarimas de secado para piezas terminadas

3.3 Preparación de muestras para su análisis

El proceso de preparación de muestras para su análisis por fluorescencia y difracción de rayos X consta de las siguientes etapas (**Figura 3.9**):

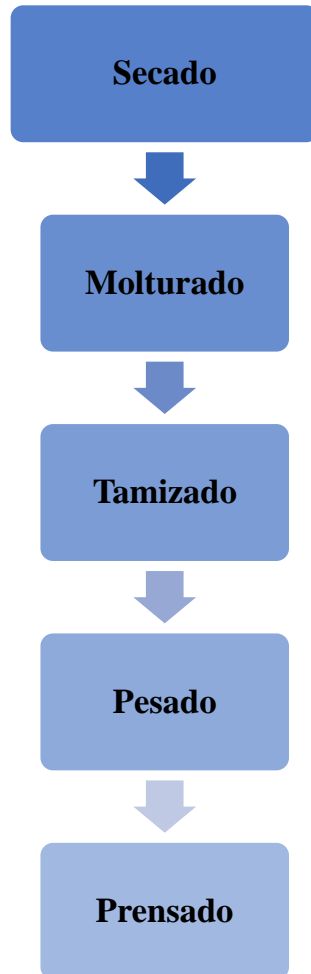


Figura 3.9 Etapas de preparación de muestras para análisis

a) Preparación de muestras en polvo fino (secado, molturado y tamizado)

Para la caracterización de las muestras por las técnicas de fluorescencia y difracción de rayos X, se parte de una muestra en polvo fino y seco, con un tamaño de partícula menor a 75 μm . Para lograr lo anterior, tanto las materias primas (*Arcilla Marrón (AM)*, *Arcilla Negra (AN)*, *Arcilla Blanca (AB)*), como las *Pastas de Barros* y las *piezas formadas* se secaron en mufla a 105°C durante 24 h, su apariencia al introducirlas a la mufla se muestra en la Figura 3.10 y en la tabla 3.2 se resumen las características observadas de cada muestra. Una vez transcurrido el tiempo de secado, la muestra quedó endurecida, por lo que se procedió al molturado de cada una de las muestras en un molino eléctrico con bolas de tungsteno, el polvo obtenido se tamizó en malla 200.



Figura 3.10 Colocación de las muestras en la mufla

Tabla 3.2 Características de arcillas y pastas de barro

<i>Características</i>	AM	AN	AB	PB_1	PB_2	PB_3
<i>Color antes del secado</i>	Café	Café oscuro	Beige	Café oscuro	Café oscuro	Café oscuro
<i>Aspecto antes del secado</i>	Roca (poco difícil de resquebrajar)	Roca (fácil de resquebrajar)	Roca/polvo (muy fácil de resquebrajar)	Masa maleable un poco arenosa (aspecto plastilina)	Masa maleable (aspecto plastilina)	Masa maleable (aspecto plastilina)
<i>Color después del secado</i>	Sin cambio	Sin cambio	Sin cambio	Café claro	Café oscuro	Café oscuro
<i>Aspecto después del secado</i>	Sin cambio	Sin cambio	Sin cambio	Roca (difícil de resquebrajar)	Roca (difícil de resquebrajar)	Roca (difícil de resquebrajar)

b) Pastilla prensada

Para la caracterización elemental por Fluorescencia de rayos X fue necesario elaborar pastillas prensadas, para ello una vez obtenida la muestra en polvo fino y seco, se pesó la cantidad necesaria para compactar bajo 3 toneladas de presión con una prensa hidráulica marca SpectroPress, obteniendo una pastilla de 34 mm de diámetro y un espesor de 5 mm.

El polvo restante tamizado se reservó en un desecador al vacío para su posterior análisis por DRX junto con las pastillas elaboradas para FRX, como se muestra en la Figura 3.11.

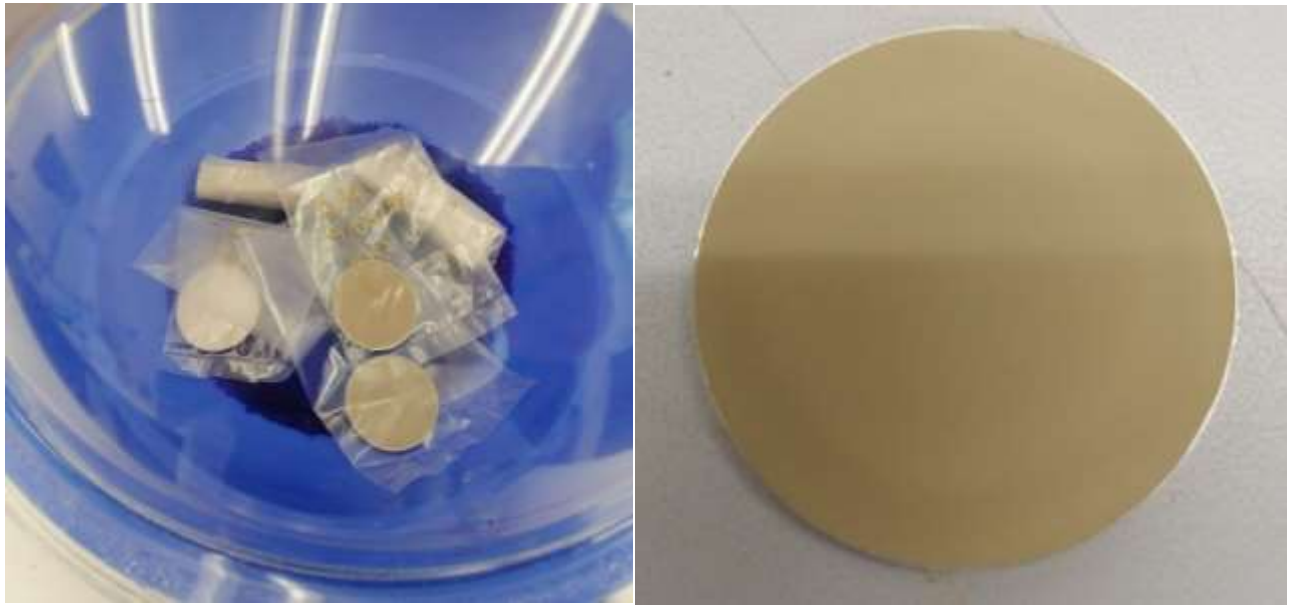


Figura 3.11. Muestras preservadas en vacío (izquierda) y pastilla prensada (derecha).

c. Calcinación

La calcinación de las muestras es requerida para determinar el porcentaje en peso de la materia orgánica que no puede ser cuantificada por la técnica de fluorescencia de rayos X. El proceso de calcinación se realiza posterior a la obtención del polvo fino y seco, el cual se coloca en un crisol previamente secado en la mufla a 105°C hasta obtener su peso constante, después de adicionar la muestra se registra el peso del crisol más la muestra. Posteriormente se realiza el proceso de calcinación en la mufla a 1000°C durante 2 horas, pasado este tiempo se baja la temperatura hasta alcanzar los 100°C. Finalmente, se realiza el pesado del crisol más la muestra y se calcula la pérdida por calcinación, utilizando la diferencia de pesos al inicio y al final del proceso. La apariencia de la muestra antes y después de la calcinación se presenta en la Figura 3.12



Figura 3.12 Apariencia de la muestra (AB) antes (izquierda) y después (derecha) de la calcinación.

3.3.1 PÉRDIDA DE PESO POR CALCINACIÓN (LOI, por sus siglas en inglés Loss On Ignition)

Se realiza el proceso de calcinación debido a que, por la técnica de FRX no se pueden detectar ni cuantificar elementos ligeros (H-Ne), por lo que se requiere de la determinación de pérdida por calcinación o ignición para corregir el cálculo de la concentración elemental obtenido por FRX, ya que el LOI refleja el contenido de agua (de cristalización, químicamente enlazada), el contenido orgánico y el contenido de carbonatos en la muestra. La fórmula usada para calcular la pérdida por ignición fue la siguiente:

$$\%LOI = \frac{(Peso\ muestra +\ crisol\ a\ 105^{\circ}C) - (Peso\ muestra +\ crisol\ a\ 1000^{\circ}C)}{Peso\ de\ la\ muestra\ a\ 105^{\circ}C} \times 100$$

Los pesos y resultados obtenidos del proceso de calcinación a 1000°C durante 2h, son los siguientes:

<i>Tabla 3.3 Calcinación</i>						
Muestra	Peso crisol (gr)	Peso de la muestra (gr)	Peso del crisol con la muestra (gr)	Peso del crisol después de la calcinación (gr)	Diferencia de peso inicial vs final (gr)	Perdida por calcinación o ignición (LOI) (%)
<i>AM</i>	25.6804	6.7971	32.4775	31.9802	0.4973	7.3163
<i>AN</i>	25.6779	4.7950	30.4729	30.0410	0.4319	9.0072
<i>AB</i>	41.6262	4.7979	46.4241	45.2363	1.1878	24.7566
<i>PB_1</i>	37.3573	4.6061	41.9634	41.2467	0.7167	15.5598
<i>PB_2</i>	41.6226	6.3905	48.0131	46.9106	1.1025	17.2521
<i>PB_3</i>	41.6247	5.6227	47.2474	46.4690	0.7784	13.8438
<i>PB_1/ T. A</i>	41.6231	5.7176	47.3407	46.3709	0.9698	16.9616
<i>PB_2/ T. A</i>	37.3545	5.8490	43.2035	42.2781	0.9254	15.8215
<i>PB_3/T.A</i>	37.3548	5.3867	42.7415	41.9946	0.7469	13.8656
<i>PB_1/ J.*</i>	25.6828	4.4473	30.1301	30.0397	0.0904	2.0326
<i>PB_2/ J.*</i>	37.3565	5.1905	42.5470	42.5009	0.0461	0.8881
<i>PB_3/J.*</i>	25.6828	6.5515	32.2343	32.0413	0.1930	2.9458

* Pieza con primer proceso termico (Jahuete)

En la Figura 3.13 se presentan las pérdidas por ignición (LOI) de las arcillas (arcilla marrón = AM, arcilla negra = AN, arcilla blanca = AB) que componen las pastas de barros. Se puede observar que la arcilla que presenta mayor pérdida es la arcilla blanca, lo cual indica que esta contiene la mayor cantidad de materia orgánica y/o carbonatos, mientras que la arcilla marrón es la que tiene menor pérdida por ignición y en consecuencia menor contenido de materia orgánica y/o carbonatos.

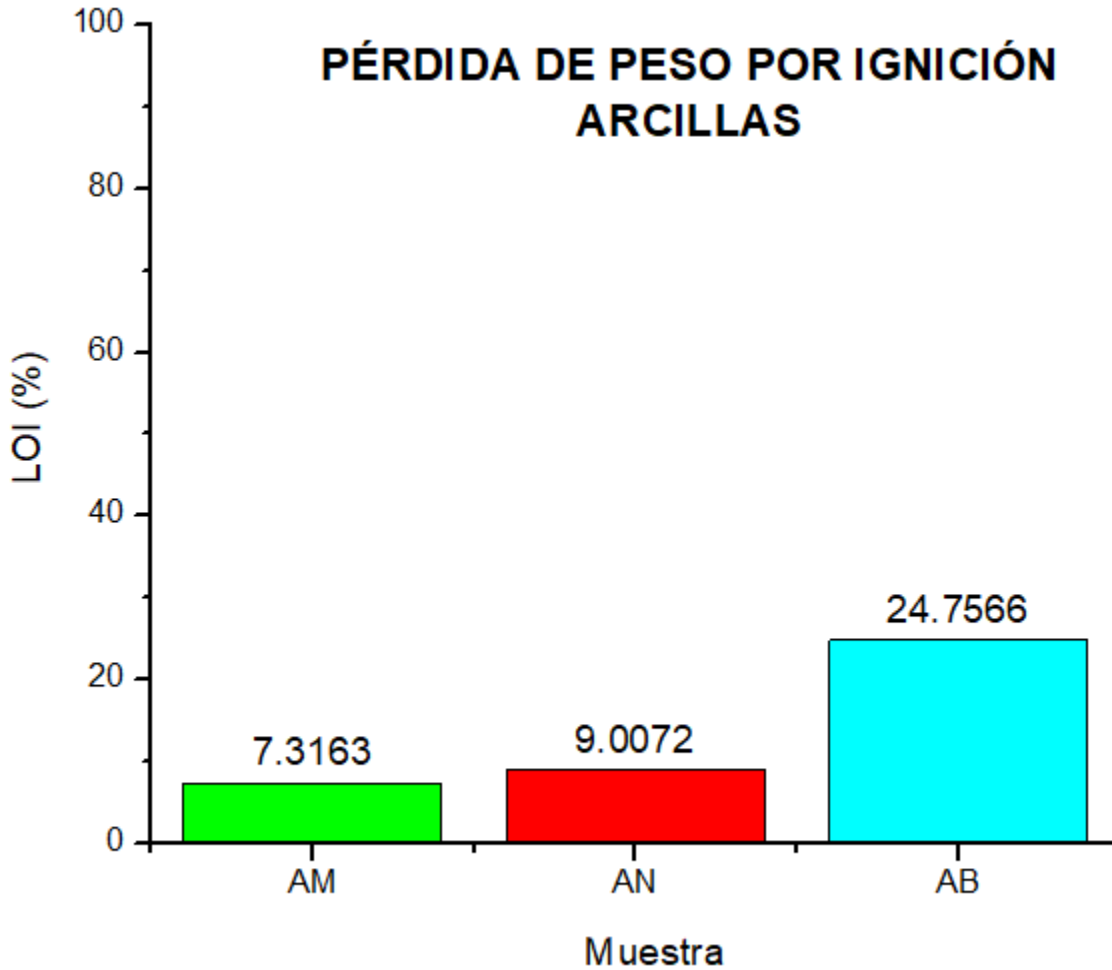


Figura 3.13 Variación de la pérdida por ignición en arcillas (LOI)

En la Figura 3.14 se presentan las pérdidas por ignición (LOI) de las pastas de barro con diferentes contenidos de arcillas (PB_1, PB_2 y PB_3).

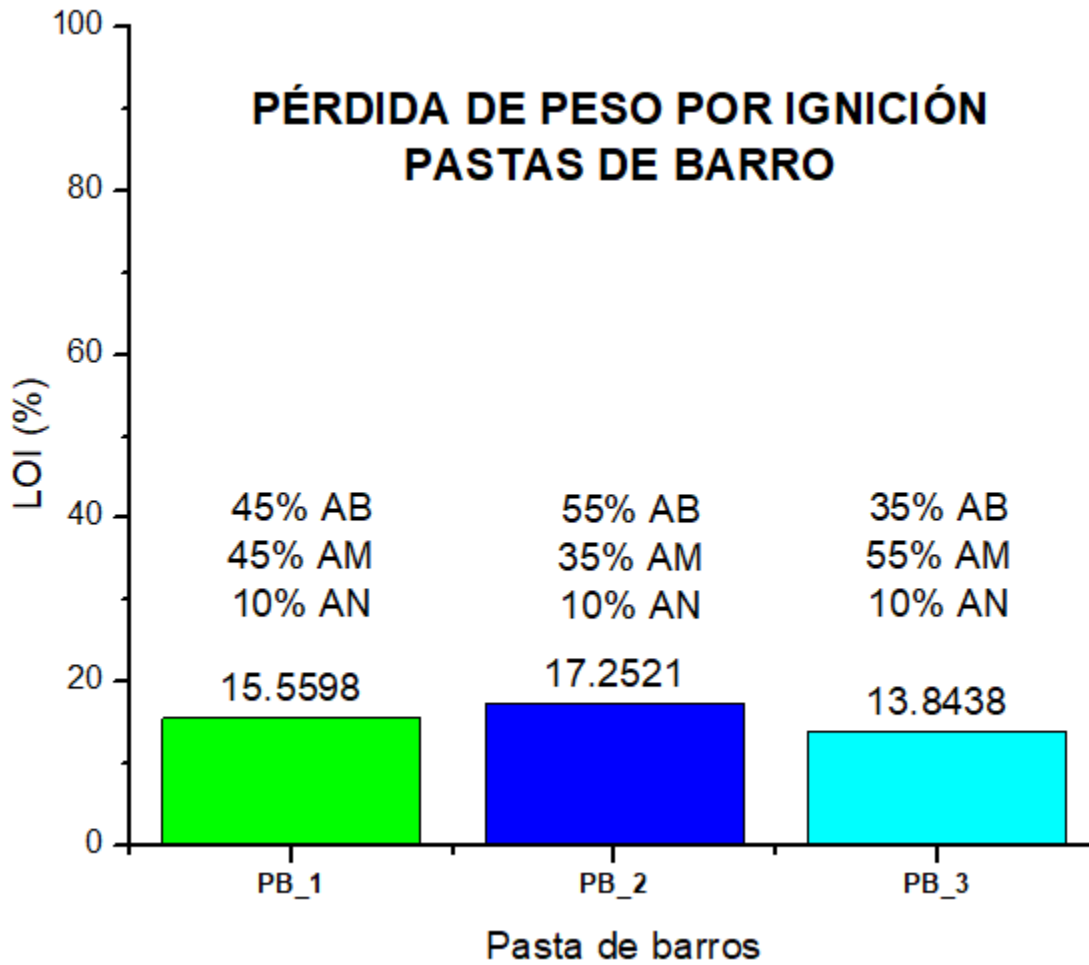


Figura 3.14 Variación de la pérdida de peso por ignición (LOI) en pastas de barro

En la Figura 3.15 se presentan las pérdidas por ignición (LOI) de las pastas de barro de piezas formadas y secadas a temperatura ambiente.

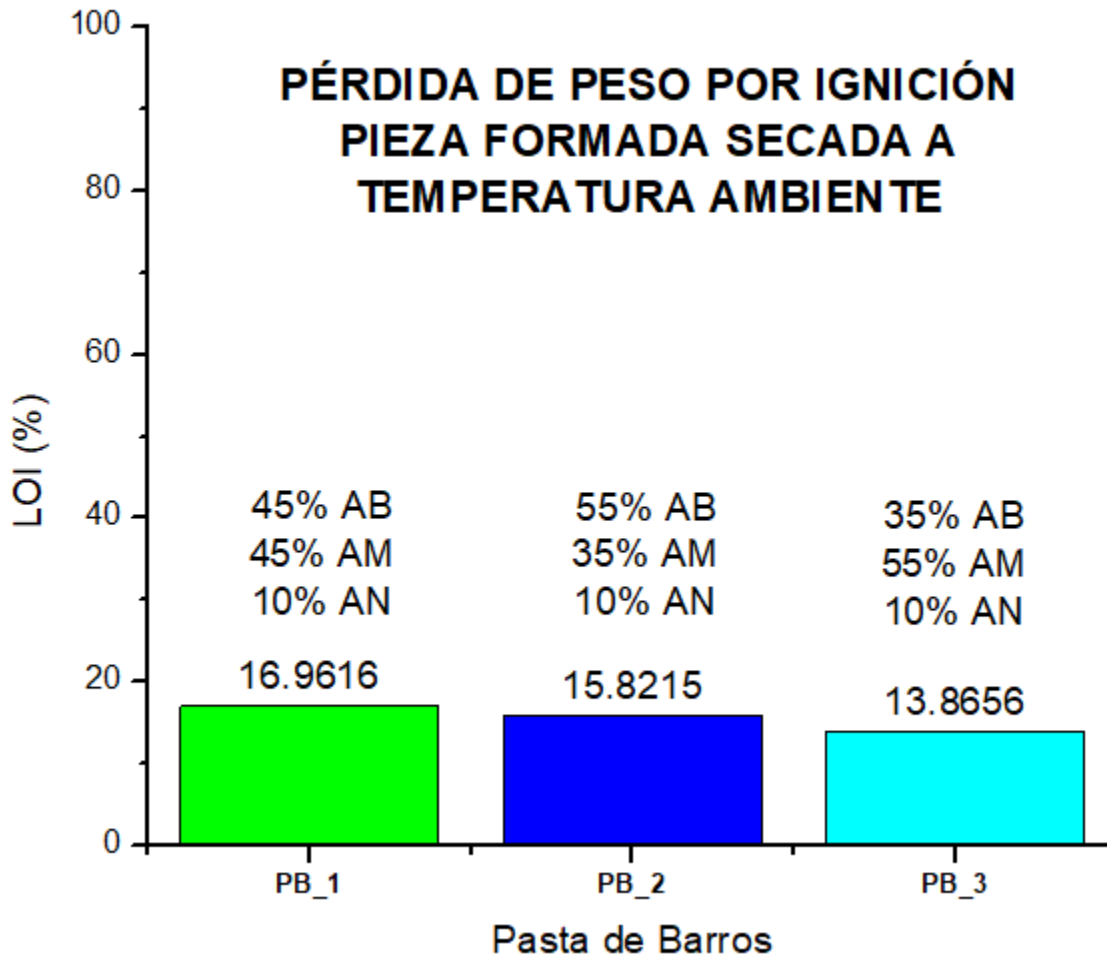


Figura 3.15 Variación de la pérdida de peso por ignición (LOI) en pastas de barro a temperatura ambiente

En la Figura 3.16 se presentan las pérdidas por ignición de las piezas formadas, secadas y sometidas a un proceso térmico de 1030-1050 °C conocidas como pieza de Jahuete.

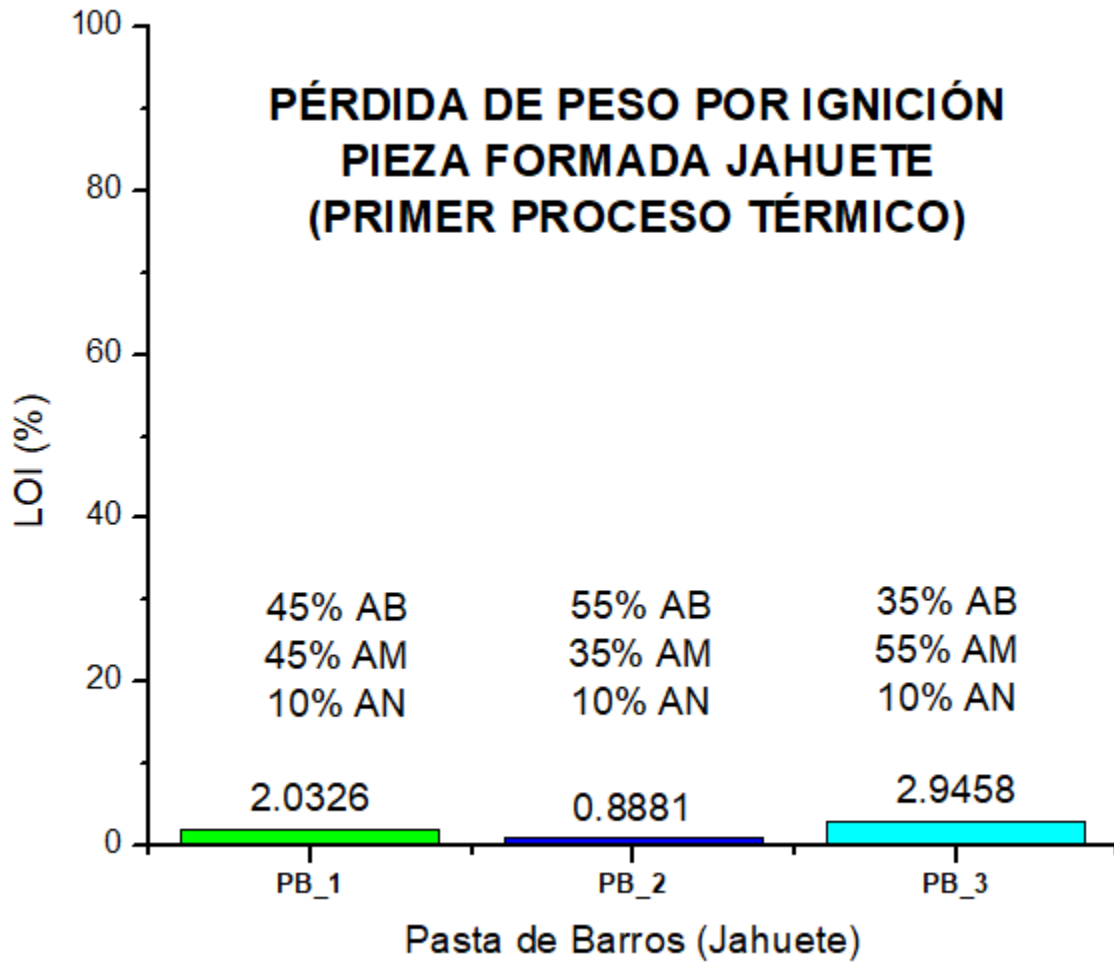


Figura 3.16 Variación de la pérdida de peso por ignición (LOI) en pastas de barro “Jahuete”

Capítulo 4

Resultados y Discusión



4.1 Introducción

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de la caracterización realizada a las materias primas: arcilla marrón (AM), arcilla negra (AN) y arcilla blanca (AB), así como también, las pastas de barros 1, 2 y 3 con el primer tratamiento térmico (Jahuete), por medio de Difracción de rayos X (DRX), Fluorescencia de rayos X (FRX) y Tomografía Computarizada (TC). También se presentan los resultados obtenidos de las pruebas de capacitancia, conductividad y resistencia realizadas a azulejos de Pasta de Barros 1, Pasta de Barros 2 y Pasta de Barros 3 tratados térmicamente bajo diferentes condiciones: temperatura ambiente, 105°C y 450°C.

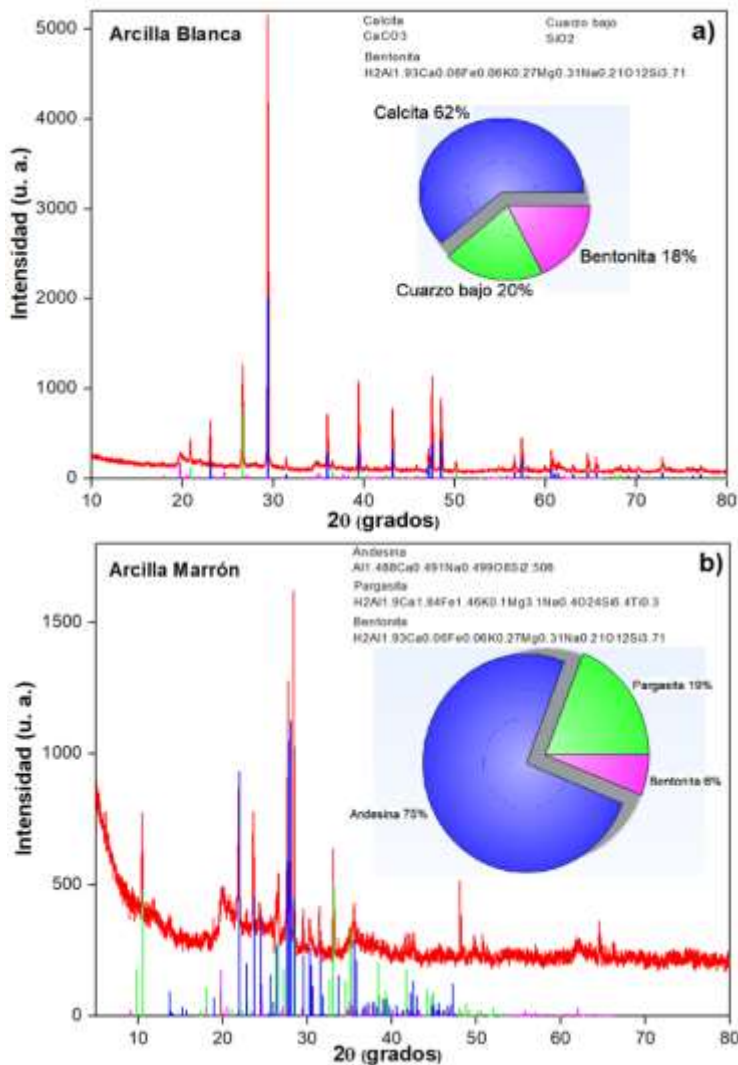
4.2 Difracción de Rayos X

La caracterización estructural se realizó en un difractor de rayos X marca Bruker modelo D8 Discover usando un tubo de ánodo de cobre $\text{CuK}\alpha$, una potencia de 40kV, 40mA y un detector rápido “linx eye”, el barrido fue tipo acoplado $\theta - 2\theta$ en un rango 2θ de 5° a 80°, un paso de 0.02° y un tiempo de 0.3 s. La identificación y la cuantificación de las fases cristalinas se realizó mediante el software High Score plus V3.0.

Los resultados de la caracterización estructural por difracción de rayos X para las arcillas usadas para la formación de las pastas de barros, AB, AM y AN, se muestran en la Figura 4.1a, 4.1b y 4.1c, respectivamente, donde se muestran las fases presentes y la cuantificación realizadas por el método RIR que brinda una estimación aproximada del contenido cristalino de las muestras. En las Figuras se muestran líneas de los patrones de difracción de las fases identificadas de la base de datos ICSD, reconocidas por color con la gráfica de cuantificación. La identificación de las fases corresponde con minerales de lo que están compuestas las arcillas, en la arcilla blanca se identificaron la caliza (CaCO_3), la bentonita ($\text{H}_2\text{Al}_{1.93}\text{Ca}_{0.06}\text{Fe}_{0.06}\text{K}_{0.27}\text{Mg}_{0.31}\text{Na}_{0.21}\text{O}_{12}\text{Si}_{3.71}$) y el cuarzo bajo (SiO_2), en la arcilla marrón se identificaron compuestos de aluminosilicatos con calcio y sodio como son la andesina ($\text{Al}_{1.488}\text{Ca}_{0.491}\text{Na}_{0.499}\text{O}_8\text{Si}_{2.506}$), la pargasita ($\text{H}_2\text{Al}_{1.9}\text{Ca}_{1.84}\text{Fe}_{1.46}\text{K}_{0.1}\text{Mg}_{3.1}\text{Na}_{0.4}\text{O}_{24}\text{Si}_{6.4}\text{Ti}_{0.3}$) y la bentonita ($\text{H}_2\text{Al}_{1.93}\text{Ca}_{0.06}\text{Fe}_{0.06}\text{K}_{0.27}\text{Mg}_{0.31}\text{Na}_{0.21}\text{O}_{12}\text{Si}_{3.71}$), en la arcilla negra también se encontraron aluminosilicatos como las Andesina ($\text{Al}_{1.488}\text{Ca}_{0.491}\text{Na}_{0.499}\text{O}_8\text{Si}_{2.506}$),

Fengita ($H_2Al_2.17Fe_0.21K_1Mg_0.24O_{12}Si_3.38$), Cordierita ($Al_3.96Mg_2O_{18}Si_5.04$) y cuarzo alto (SiO_2) pero con menor grado de cristalinidad y mayor contenido de material amorfo.

La arcilla blanca es la más cristalina de acuerdo con las intensidades de los picos obtenidos en los difractogramas de rayos X, la arcilla marrón es menos cristalina debido a la menor intensidad de sus picos y se aprecia un mayor contenido de parte amorfa debido al mayor fondo y dispersión de rayos X alrededor de 25° y 35° . En la arcilla negra se tiene menor contenido de material cristalino debido a que la intensidad medida de los picos de difracción es la menor de las tres arcillas. Respecto a la parte amorfa observada en la dispersión y fondo de los difractogramas de las arcillas es probablemente material orgánico que no se detecta por fluorescencia de rayos X.



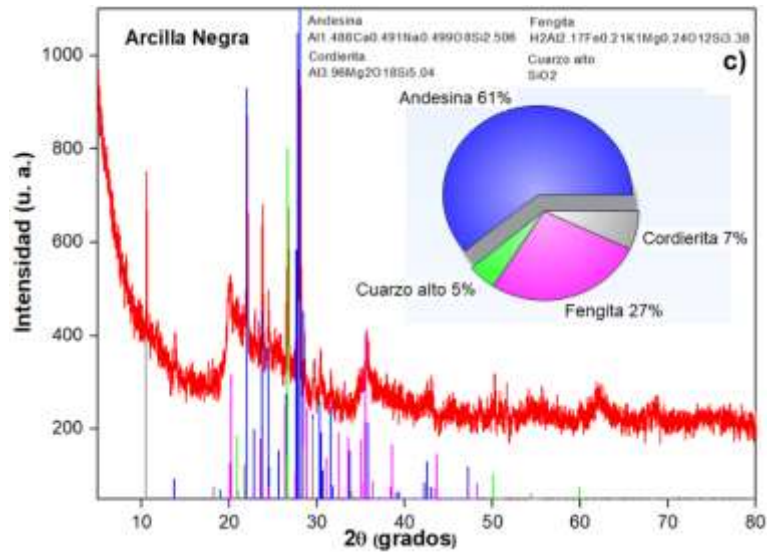


Figura 4.1. Difractogramas de rayos X de las arcillas, identificadas y cuantificación de las fases cristalinas a) arcilla blanca b) arcilla marrón, c) arcilla negra.

La difracción de rayos X de las pastas de barros 1, 2 y 3 se muestran en las Figuras 4.2, 4.3 y 4.4, respectivamente, presentando las fases cristalinas presentes, su composición cristalina semicuantitativa y la comparación con el difractograma de la pasta de barros ya horneado ($\sim 1050\text{ }^\circ\text{C}$), y convertido en el material denominado “Jahuete”. En los difractogramas de la primera pasta de barros PB-1 (Figura 4.2) debido al horneado de la pasta se observa una conversión de la fase andesina a la fase anortita, la aparición una fase de perovskita y la desaparición de la fase calcita y bentonita, permaneciendo la fase de cuarzo bajo, en la fórmula de la fase anortita creada se observa que el contenido de calcio es mayor que la de la fase inicial de andesina debido probablemente a la incorporación del calcio de la fase calcita y bentonita desaparecidas debido al horneado, respecto a la fase de cuarzo esta permanece sin cambio en intensidad y cuantificación.

En la comparación de los difractogramas antes y después del horneado de la pasta de barros 2, Figura 4.3, se observa un cambio de fases similar al de la pasta de barros 1, es decir de andesina a anortita y la desaparición de las fases de calcita, cordierita y bentonita, pero además se observa la formación de una fase identificada como silícido de CaAl ($\text{Al}_2\text{Ca}_3\text{Si}_2$), esta se forma probablemente debido a que para la formación de esta pasta se utilizó una mayor cantidad de arcilla blanca que contiene principalmente calcita (CaCO_3), de igual manera la fase de cuarzo bajo no se modifica ni en intensidad de sus picos ni en su cuantificación.

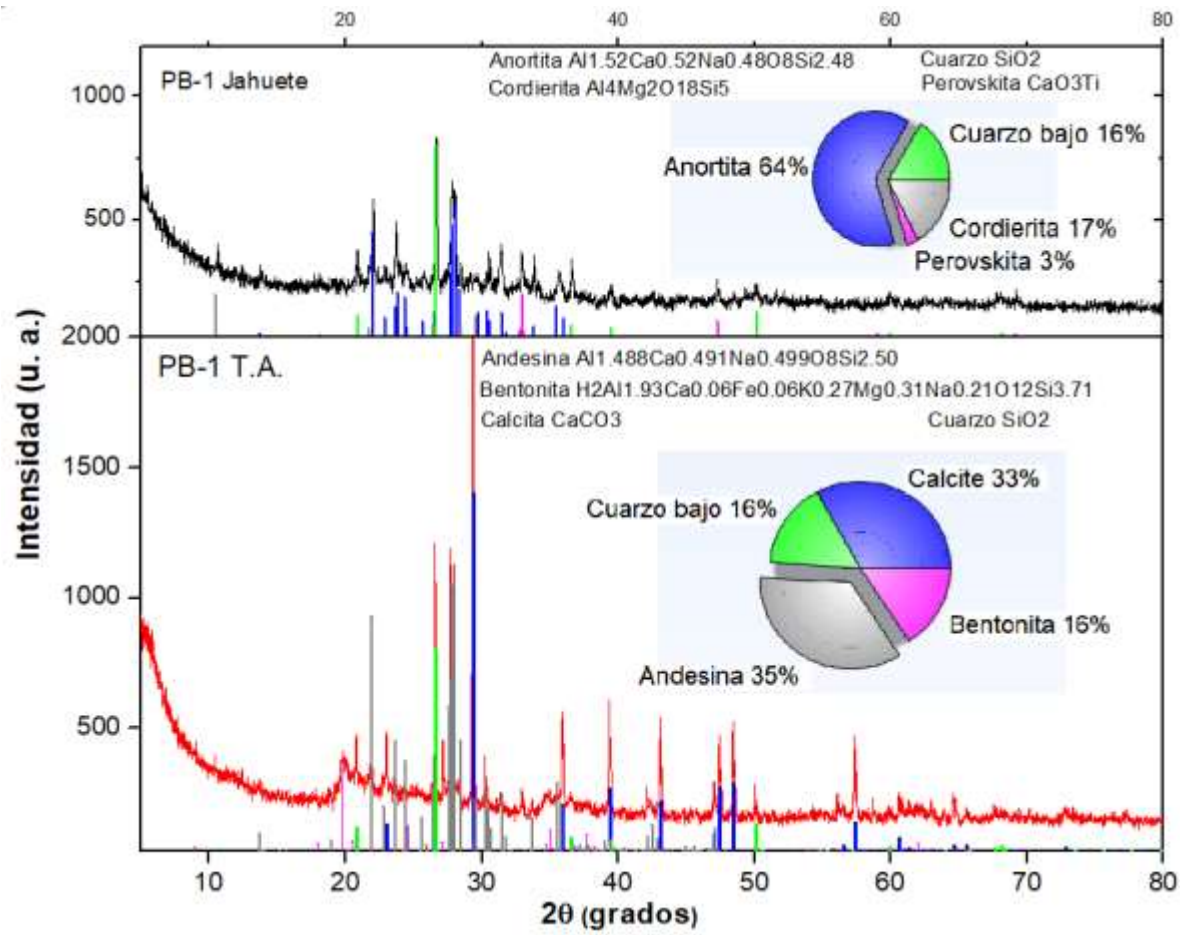


Figura 4.2. Difractograma de rayos X de la pasta de barro 1 (PB-1) con las fases cristalinas identificadas y cuantificadas.

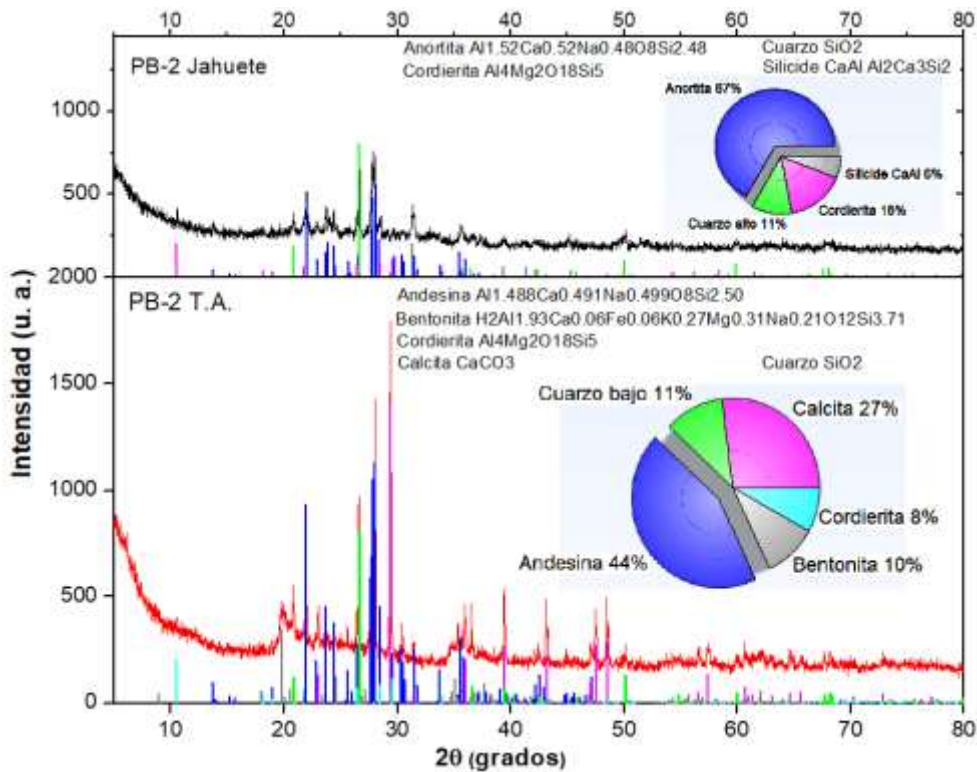


Figura 4.3. Difractograma de rayos X de la pasta de barro 2 (PB-2) con las fases cristalinas identificadas y cuantificadas.

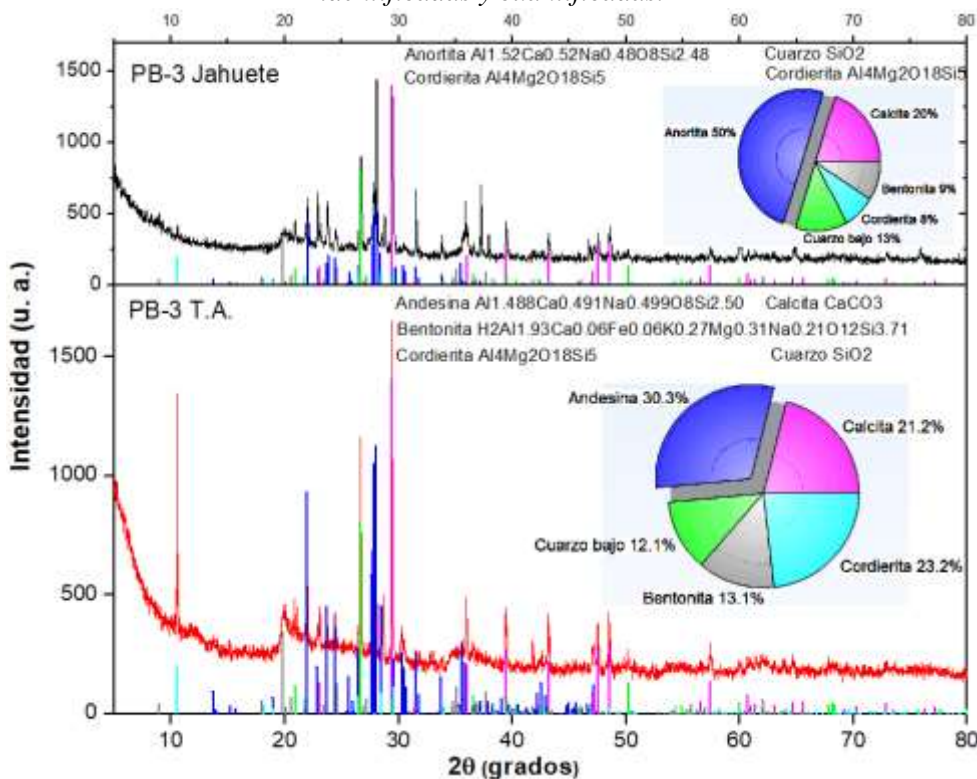


Figura 4.4. Difractograma de rayos X de la pasta de barro 3 (PB-3) con las fases cristalinas identificadas y cuantificadas.

4.3 Fluorescencia de rayos X

La medición de Fluorescencia de Rayos X se realizó con un analizador portátil *Thermo Scientific Niton XL2Plus*, realizando un barrido de búsqueda en un intervalo de búsqueda desde el Mg hasta U, con detector de deriva de Silicio (SDD) y tubo de rayos X de plata con 2 W de potencia sobre las pastillas formadas de las muestras de arcillas (AM, AN y AB) y de las pastas de barro (PB_1, PB_2 y PB_3) con el tratamiento térmico de 1030-1050°C (pieza Jahuete). La Tabla 4.1 exhibe los resultados de esta técnica respecto a la concentración de los elementos en cada una de las arcillas resaltando en rojo la cuantificación del elemento de mayor presencia y la gráfica de la Figura 4.5 muestra las concentraciones de los elementos, mientras que la Figura 4.6 presenta un espectro de fluorescencia de la arcilla marrón.

Tabla 4.1. Concentración de los elementos en las arcillas

Elemento	Arcilla Blanca Concentración	Arcilla Marrón Concentración	Arcilla Negra Concentración
	Concentración en peso (%)		
Ca	15.696	2.248	2.155
Si	2.099	3.91	6.143
Fe	1.381	4.081	3.74
Al	0.255	0.305	0.471
K	0.493	0.264	0.314
Ti	0	0.289	0.353
S	0	0.033	0.037
Cl	0.034	0.033	0.031
Mn	0	0.053	0.046
Sr	0.008	0.029	0.023
Zr	0.012	0.022	0.019
Nb	0.006	0.016	0.013
Zn	0.005	0.006	0.008
Rb	0.003	0.004	0.004
Cu	0	0	0.008
P	0	0	0.039

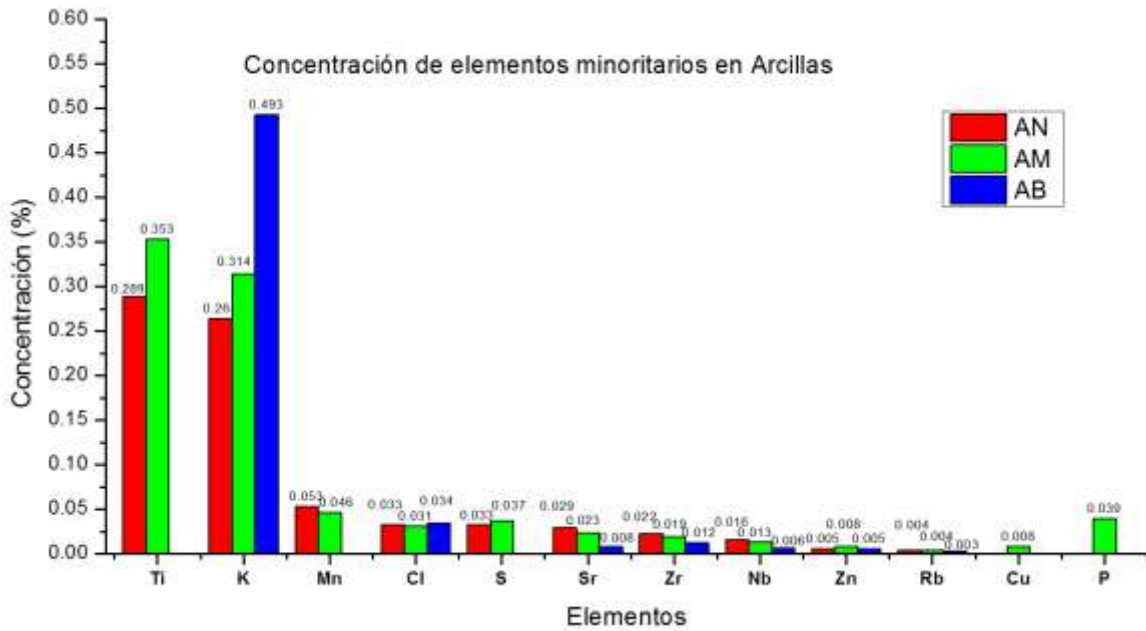
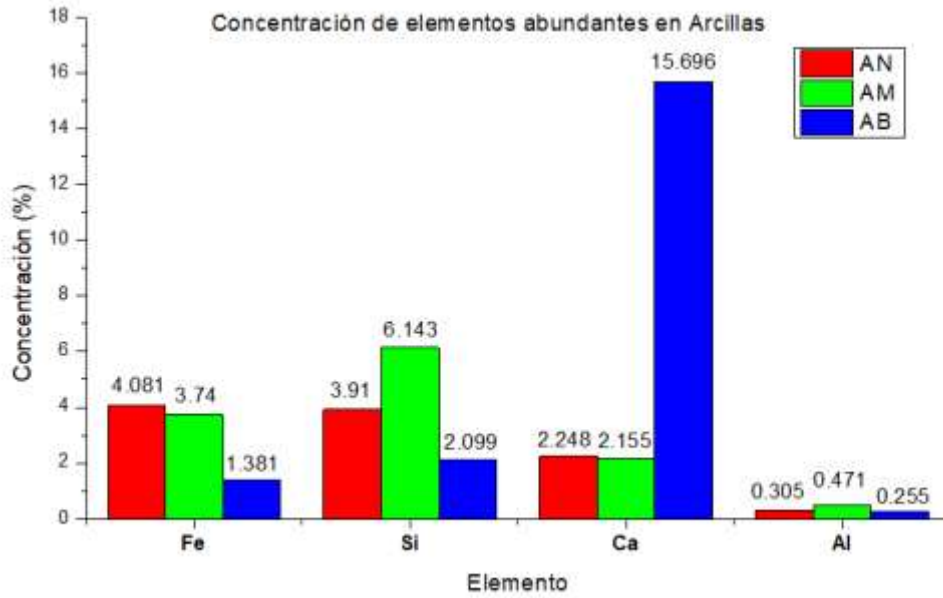


Figura 4.5. Gráfica de la concentración de los elementos en las arcillas

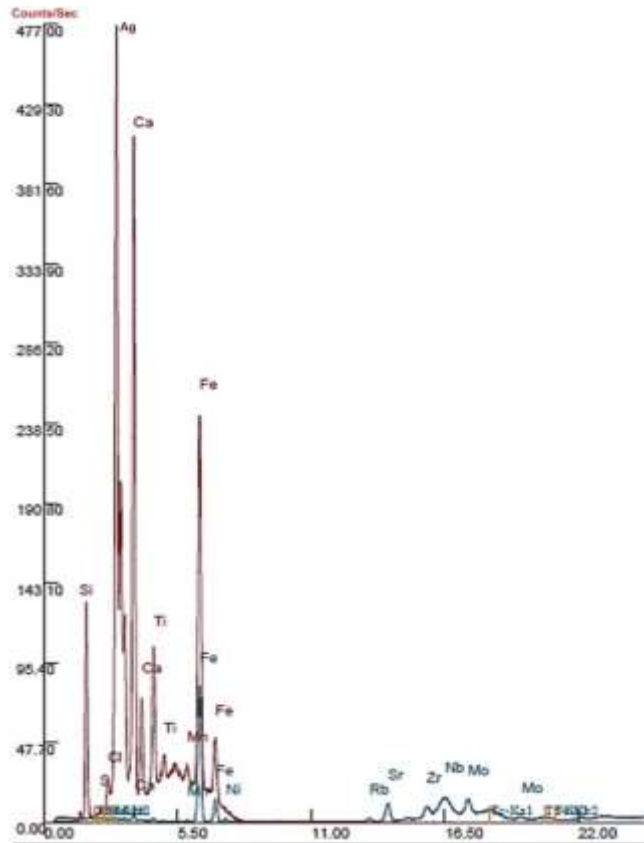


Figura 4.6 Espectro de FRX de la Arcilla Marrón (AM)

En el análisis de FRX podemos observar que las arcillas utilizadas para la preparación de las pastas de barro, que a su vez, sirven para la elaboración de las muestras analizadas en este trabajo cuentan con una variación de composición elemental como se describe a continuación, siendo la arcilla marrón (AM) una arcilla con una composición principal de mayor a menor de Fe, Si, Ca, Al y Ti con una pérdida de peso por ignición de 7.3163%, por otra parte la arcilla negra (AN) contiene como elementos principales a Si, Fe, Ca, Al y Ti además de una pérdida de peso por ignición de 9.0072 % y por último la arcilla blanca (AB) que contiene en su mayoría Ca, Si, Fe, K y Al con una pérdida de peso por ignición de 24.7566%. Siendo los elementos Ca, Fe, Si y Al, los principales componentes de las tres arcillas, también podemos observar que la arcilla marrón (AM) y arcilla negra (AN), además de tener esa composición elemental principal, tienen en común la presencia de Ti, K, Mn y S en menor proporción en cambio la AB tiene ausencia de Ti, Mn y S. La pérdida por ignición y la ausencia de Ti en la arcilla blanca está en concordancia con la identificación de fases por DRX ya que ésta

contiene la fase Calcita (CaCO_3) que se descompone al someterse a una temperatura mayor a su punto de fusión ($\sim 825^\circ\text{C}$) y que en las otras arcillas se encontraron fases que contienen Ti como la pargasita.

Los resultados de cuantificación por FRX de las pastas de barro se presentan; en la Tabla 4.2, mientras que la Figura 4.7 presenta las gráficas de las concentraciones de los elementos contenidos y la Figura 4.7 el espectro de la pasta de barro 1, que es el barro con las proporciones de arcilla que el taller utiliza normalmente.

Tabla 4.2. Concentración de los elementos en los barro (Jahuete)

Elemento	Pasta de Barros 1 Jahuete Concentración	Pasta de Barros 2 Jahuete Concentración	Pasta de Barros 3 Jahuete Concentración
	Concentración en peso (%)		
Ca	10.157	6.968	6.46
Si	4.396	4.431	5.558
Fe	2.86	3.04	3.367
Al	0.3	0.428	0.644
K	0.457	0.426	0.404
Ti	0.192	0.338	0.248
S	0.036	0.029	0.032
Cl	0.052	0.042	0.03
Mn	0.03	0.029	0.029
Sr	0.019	0.017	0.021
Zr	0.017	0.012	0.02
Nb	0.012	0.005	0.19
Zn	0.008	0.007	0.008
Pb	0.015	0.019	0.005
Rb	0.003	0.003	0.004

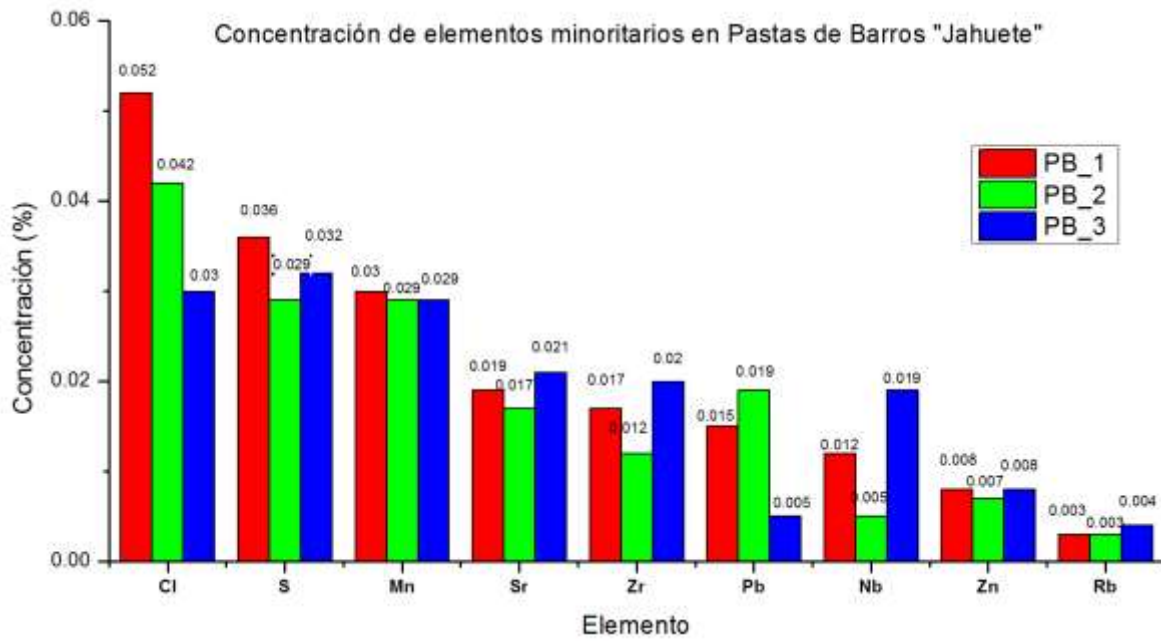
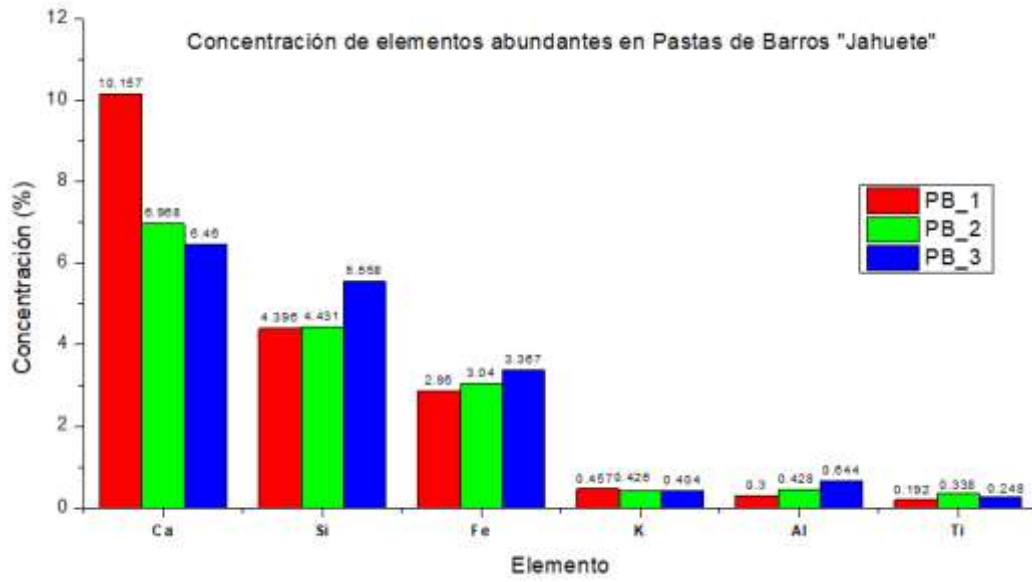


Figura 4.7. Gráfica de la concentración de los elementos en los barros

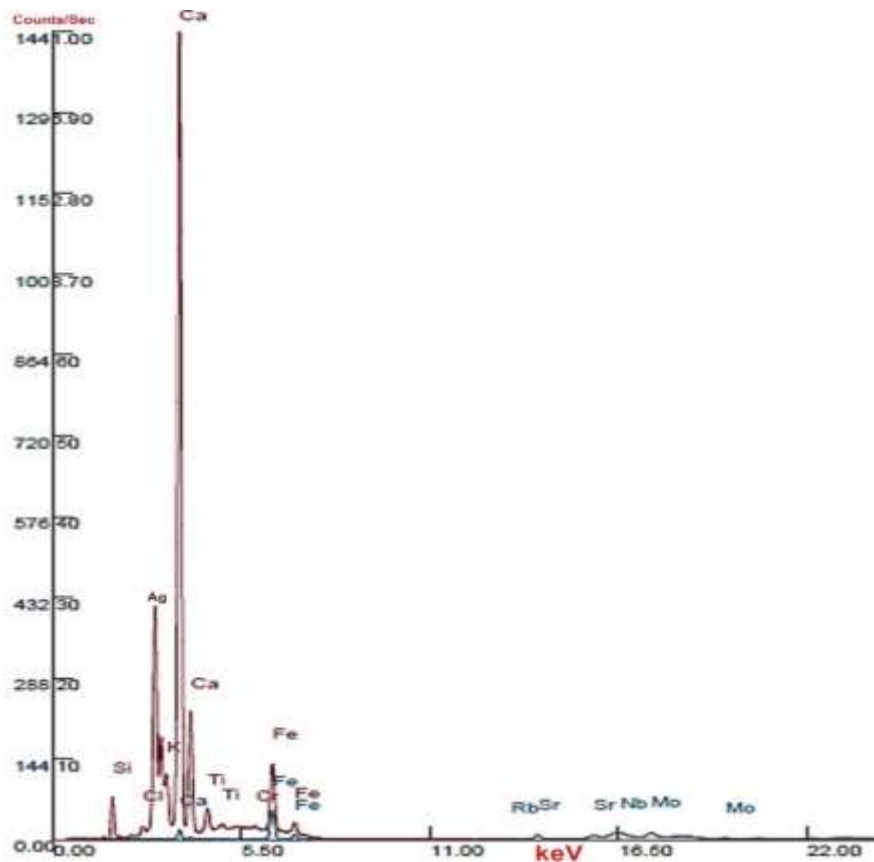


Figura 4.8 Espectro de FRX de la Pasta de Barros 1 Jahuete (PB_1-JAHUETE)

El análisis de FRX realizado a pastas de barro “Jahuete” presentaron los siguiente resultados: Pasta de Barros 1 (PB_1 Jahuete) presenta una composición principal de mayor a menor de Ca, Si, Fe, K, Al y Ti principalmente con una pérdida de peso por ignición de 2.0326%, la Pasta de Barros 2 (PB_2 Jahuete) tiene una composición elemental de Ca, Si, Fe, Al, K y Ti y una pérdida de peso por ignición de 0.8881% y la pasta de barro 3 (PB_3 Jahuete) contiene Ca, Si, Fe, Al, K y Ti con una pérdida de peso por ignición de 2.9458%, de los resultados obtenidos podemos verificar que la composición elemental principal de las pastas de barro después de un tratamiento térmico de 1030-1050 °C solo cambia en su valor de concentración con respecto a las arcillas, siendo el calcio el elemento mayoritario en su composición, además se puede observar que a pesar de que la pasta PB-2 la cual contiene la mayor cantidad de arcilla blanca (55%), la arcilla con más contenido de calcio después del horneado es la pasta PB-1 teniendo una concentración de calcio del 10.15%, lo que indica que esta proporción de arcillas favorece la conservación del calcio.

4.4 TOMOGRAFÍA COMPUTARIZADA

Las pastillas formadas con las arcillas (AM, AN y AB) y una pasta de barro (PB_1) fueron tratadas a 105°C durante 24h, después molturadas y prensadas, fueron sometidas a análisis tomográfico (CT) en un *Tomógrafo Computarizado Nikon de fuente dual (225kV/450kV) tipo Manchester 1*, con las características de escaneo de las muestras analizadas mostradas en la Tabla 4.3:

Energía: 140 kV	Exposición: 1.00 frames per second
Corriente: 140 μ A	Filtro: 0.1 mm Cu
Potencia: 16.9 W	Tiempo: 00:16:55
N° de proyecciones: 1000	Fragmentos por proyección: 1

Se realiza la reconstrucción tridimensional en AM, AN, AB y PB_1 con el software VGstudio Max 3.3, la reconstrucción de la muestra AM se muestra en la Figura 4.9.

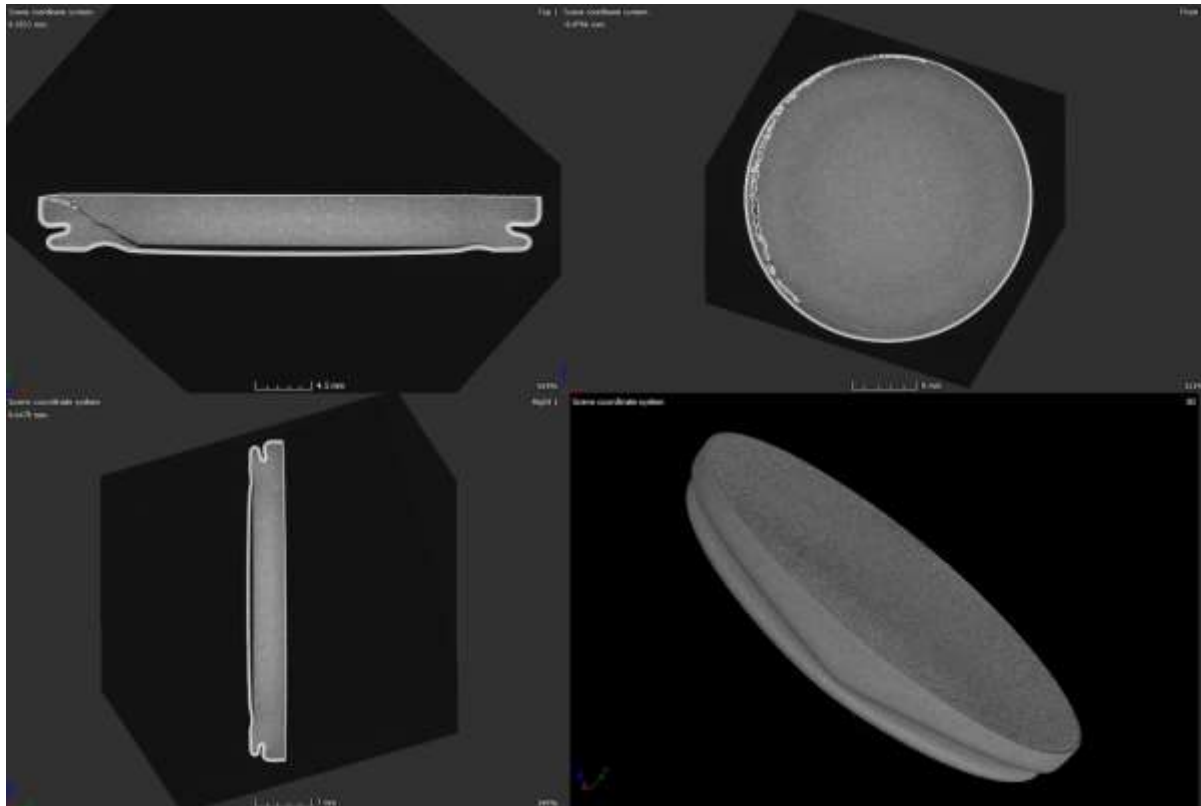


Figura 4.9 Vistas 2D y 3D de reconstrucción de la muestra AM

Se realiza una región de interés (ROI, por sus siglas en inglés Region On Interest) en cada una de las muestras (AM, AN, AB y PB_1) con dimensiones de 15 mm x 15 mm x 1.5 mm, y con un volumen aproximado de 337.48 mm³, ejemplificado en la Figura 4.10.



Figura 4.10 Vistas 3D de región de interés de la muestra AM

RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE POROSIDAD

El análisis de porosidad se realiza con la detección de huecos por la variación de escala de grises en la imagen de reconstrucción obtenida, a cada una de las regiones de interés (ROI) de cada muestra (AM, AN, AB, PB_1), con un parámetro de búsqueda de 8-416688 voxels (del inglés volumetric pixel, es la unidad cubica que contiene un objeto tridimensional), los resultados obtenidos se observan en la tabla 4.4:

Tabla 4.4 Características del análisis de porosidad				
<i>Muestra</i>	AM	AN	AB	PB_1
<i>N° de defectos</i>	59224	62675	44839	18690
<i>Vol. del material (mm³)</i>	324.852997	324.421112	327.381744	333.688080
<i>Vol. del defecto (mm³)</i>	12.646883	13.079406	10.118019	3.810372

La Figura 4.11 muestra las imágenes 3D de las muestras AM, AN, AB y PB_1 correspondientes al análisis de porosidad.

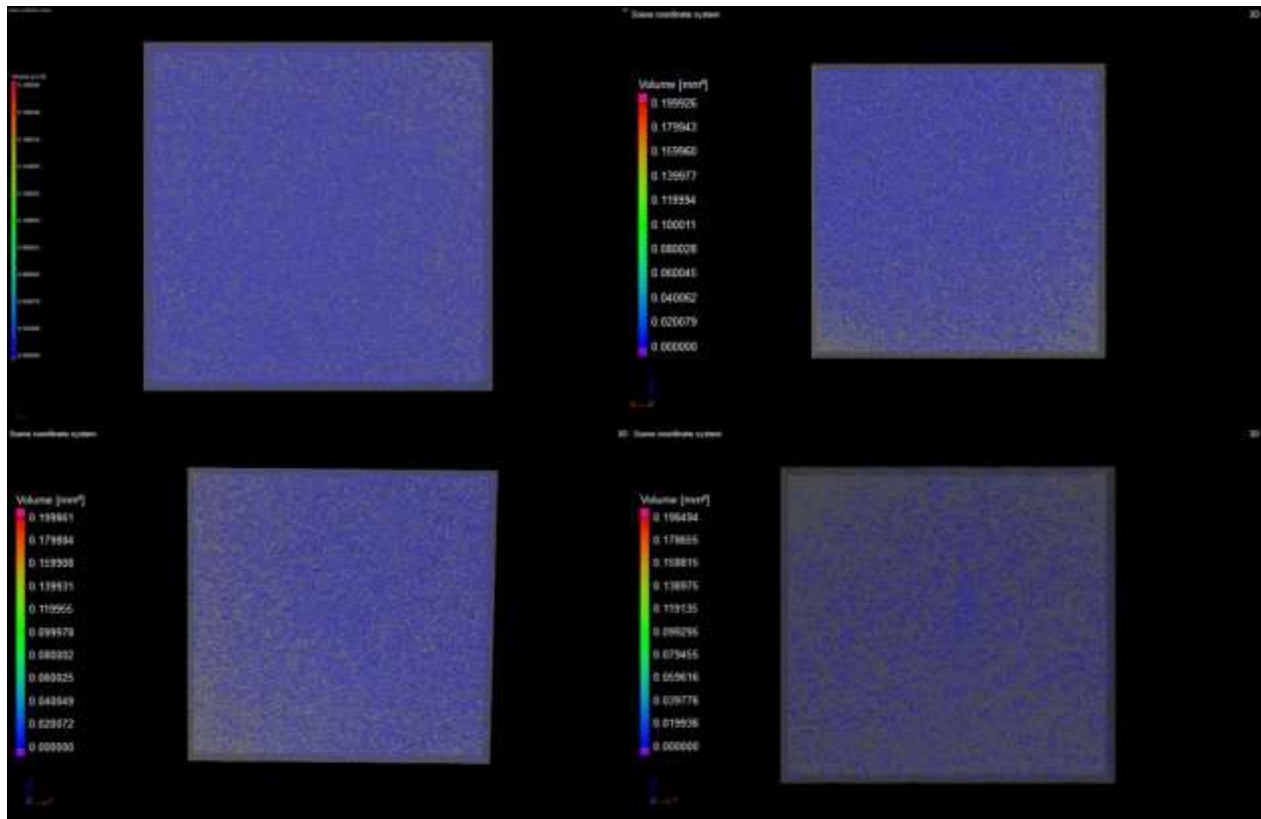


Figura 4.11 Vista 3D del análisis de porosidad de la muestra **AM** (superior izquierda), **AN** (superior derecha), **AB** (inferior izquierda) y **PB_1** (inferior derecha).

En la Figura 4.12, se presenta la variación de porosidad entre las arcillas utilizadas en el proceso de elaboración de Talavera poblana, siendo las arcillas negra (AN) y marrón (AM) las que presentan el mayor número de poros el cual podemos atribuir a la morfología que tienen las arcillas ya que estas dos arcillas tienen aspecto rocoso en su mayoría, por otra parte, la arcilla blanca (AB) es la que presenta menor cantidad de poros y esto se puede atribuir a su aspecto tipo arena ya que es fácil de resquebrajar. También podemos observar que al procesar las materias primas para la obtención de la pasta de barros (PB_1) el número de poros se ve reducido significativamente, esto se puede atribuir al proceso de hidratación de arcillas y la eliminación de materia orgánica y arenillas durante el proceso de filtrado.

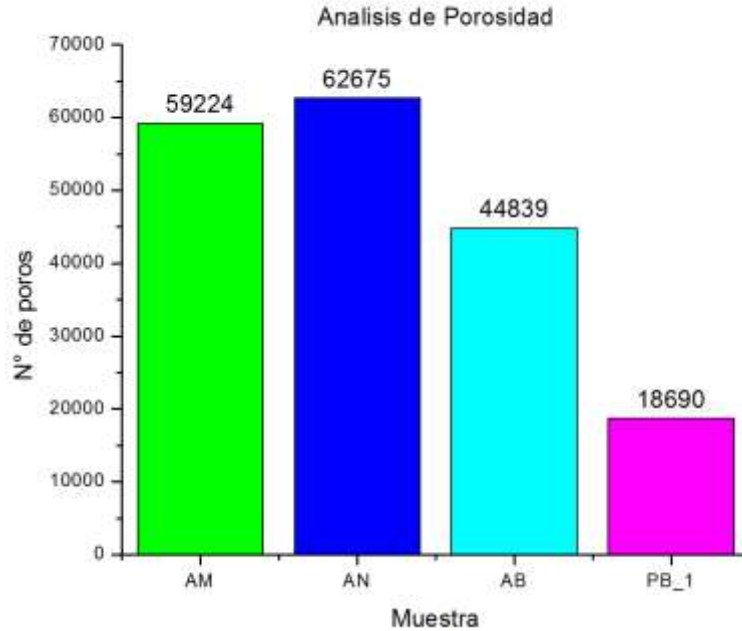


Figura 4.12 Variación del análisis de porosidad

En la Tabla 4.5 se muestra la variación del tamaño de poros detectados en las muestras analizadas.

Tabla 4.5 Variación de tamaño de poros		
Material	Volumen máximo detectado (mm³)	Volumen mínimo detectado (mm³)
AN	1.1×10^{-3}	9.6×10^{-5}
AM	1.8×10^{-3}	9.6×10^{-5}
AB	9.4×10^{-4}	9.6×10^{-4}
PB_1	8.7×10^{-4}	9.6×10^{-5}

RESULTADOS ANÁLISIS DE INCLUSIÓN

Se realiza el análisis de inclusión (cualquier material atrapado en el seno del material matriz, el análisis permite detectar imperfecciones internas como contaminaciones), a cada una de las ROI de cada muestra, con un parámetro de búsqueda de 8-416688 voxels, los resultados obtenidos se observan en la Tabla 4.6:

Tabla 4.6 Características del análisis de inclusión				
Muestra	AM	AN	AB	PB_1
N° de defectos	69	2379	88	28
Vol. del material (mm³)	337.081268	335.234833	336.875275	337.385010
Vol. del defecto (mm³)	0.418611	2.265695	0.624481	0.113430

En la figura 4.13 se muestran las imágenes 3D de las muestras AM, AN, AB y PB_1 correspondientes al análisis de inclusión:

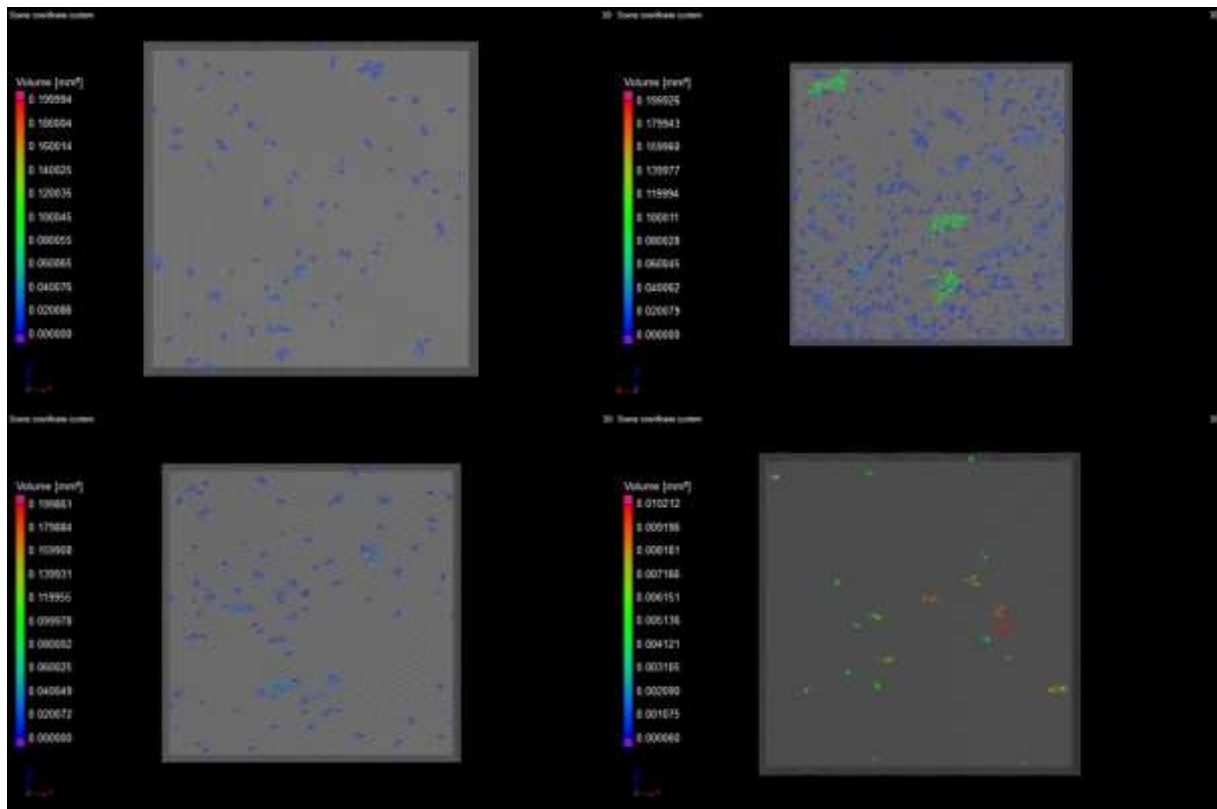


Figura 4.13 Vista 3D del análisis de inclusión de la muestra **AM** (superior izquierda), **AN** (superior derecha), **AB** (inferior izquierda) y **PB_1** (inferior derecha).

A continuación, se presenta la Figura 4.14 la cual muestra la variación de inclusiones entre las arcillas utilizadas en el proceso de elaboración de Talavera Poblana, siendo la arcilla negra (AN) la que presenta el mayor número de inclusiones el cual podemos atribuir a un alto contenido de impurezas o material pesado en la arcilla, por otra parte, la arcilla marrón (AM)

y la arcilla blanca (AB) presentan un bajo número de inclusiones probablemente a un bajo contenido de impurezas o materiales pesados. También podemos observar que al procesar las materias primas para la obtención de la pasta de barros (PB_1) el número de inclusiones se ve reducido significativamente, esto se atribuye al proceso de hidratación de arcillas y la eliminación de materia orgánica y arenillas durante el proceso de filtrado.

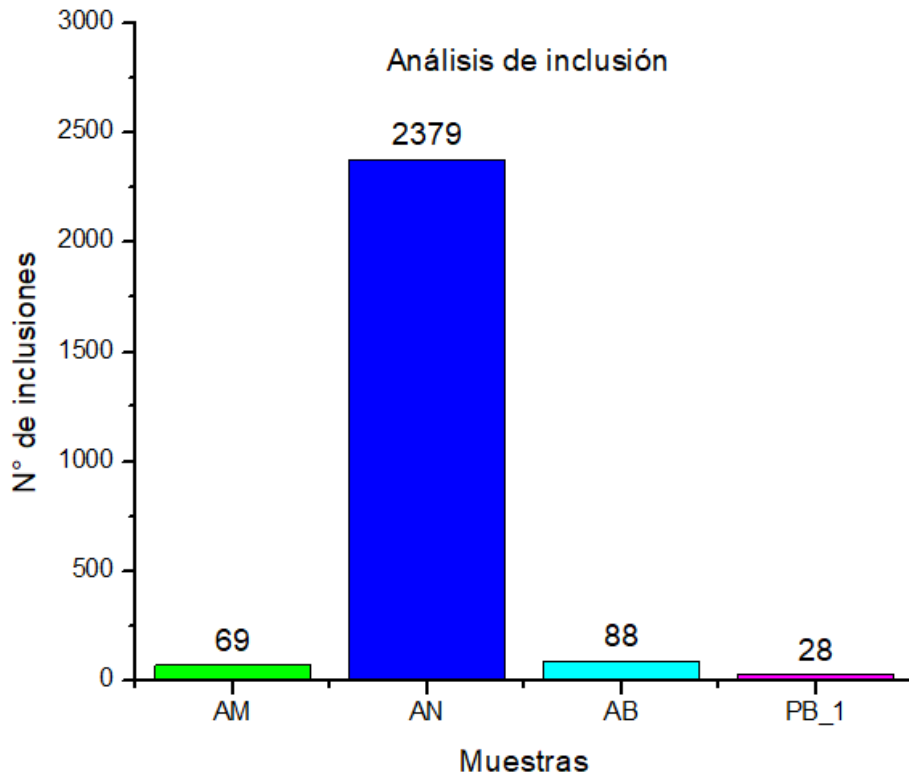


Figura 4.14 Variación del análisis de inclusión

En la Tabla 4.7 se muestra la variación del tamaño de poros detectados en las muestras analizadas.

Material	Volumen máximo detectado (mm ³)	Volumen mínimo detectado (mm ³)
AN	9.4×10^{-2}	8.9×10^{-2}
AM	1.6×10^{-2}	1.4×10^{-4}
AB	3.3×10^{-2}	5.7×10^{-4}
PB_1	1.0×10^{-2}	9.6×10^{-5}

4.5 Densidad Volumétrica

De cada pasta de barros (PB_1, PB_2 y PB_3) se realizaron 3 muestras de azulejos, las cuales se sometieron a diversas temperaturas de proceso (secado a T.A., 105°C y 450°C durante 22-23 h), posteriormente se realizó la medición de peso, volumen y densidad de cada una de las muestras, las mediciones se resumen en la Tabla 4.8.

Muestra	Temperatura (°C)	Volumen (cm³)	Peso (g)	Densidad (g/cm³)
PB_1	T.A	44.5762	78.6830	1.7651
PB_1	105	42.6192	76.1834	1.7875
PB_1	450	39.0944	66.2706	1.6951
PB_2	T.A	41.2952	75.7337	1.8339
PB_2	105	40.1681	72.0375	1.7933
PB_2	450	40.7214	68.7620	1.6885
PB_3	T.A	39.0076	74.5545	1.9112
PB_3	105	39.6491	71.9473	1.8146
PB_3	450	40.7778	70.3263	1.7246

Las densidades de las pastas de barros se muestran en la Figura 4.15, en la cual podemos visualizar una tendencia de disminución de densidad para Pasta de Barros 2 y 3 descendente, por otra parte, observamos que para la Pasta de Barros 1 se observa un ligero aumento cuando se trata a 105°C y disminuye significativamente al tratarse a 450°C. En cambio, cuando se realiza la comparación etapa por etapa del tratamiento térmico se observa que, a temperatura ambiente la PB_1 tiene menor densidad (1.7651 g/cm³) y la PB_3 mayor densidad (1.9112 g/cm³). Después cuando se someten a 105°C la densidad de la PB_1 y PB_2 son muy parecidas entre sí con 1.7875 g/cm³ y 1.7933 g/cm³ respectivamente y por otra parte la PB_3 sigue siendo la que presenta mayor densidad (1.8146 g/cm³). Por último, cuando se someten a 450°C la PB_2 presenta la densidad más baja (1.6885 g/cm³) en comparación a la PB_1 y la PB_3 con 1.6951 g/cm³ y 1.7246 g/cm³, siendo esta última la pasta de barros que continúa siendo la de mayor densidad. El comportamiento observado se puede atribuir a la cantidad de

humedad contenida en la pasta de barros, ya que, conformen la pasta de barros pierde humedad esta cambia su volumen y peso y por tanto su densidad.

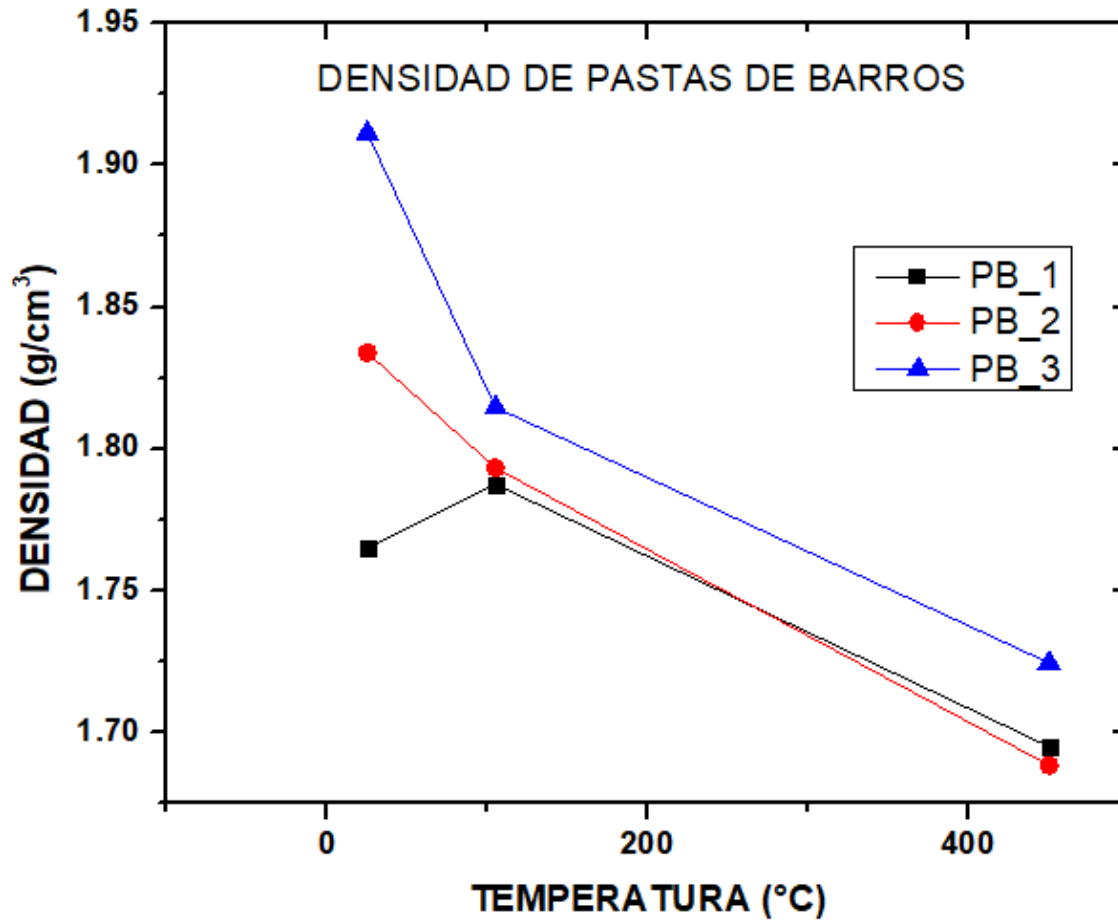


Figura 4.15 Densidad de pastas de barros

4.6 Propiedades Eléctricas

4.6.1 Capacitancia

A las piezas de azulejo que se sometieron a diferentes procesos térmicos (secado a temperatura ambiente, a 105°C y 450°C durante 22-23h), se les realizó medición de capacitancia al colocarlas entre dos placas de cobre de 0.11 mm de grosor para formar una estructura de capacitor de placas paralelas, el diseño utilizado es mostrado en las Figuras 4.16:

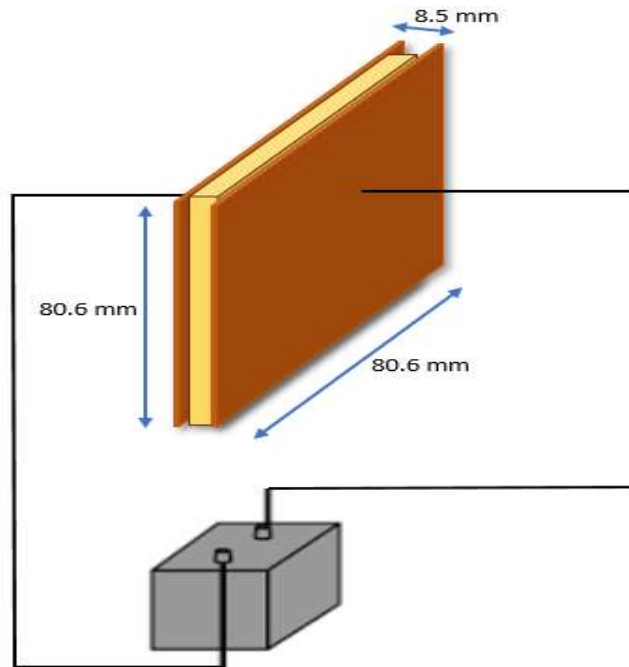


Figura 4.16 Esquema de capacitor

Al realizar las mediciones de capacitancia se observó que su valor aumentaba por la aplicación de peso sobre las placas por lo que, se procedió a medir el valor de capacitancia aplicando peso constantemente hasta alcanzar un peso que no provocara la ruptura de la pieza cerámica. El esquema de esta medición se muestra en la Figura 4.17

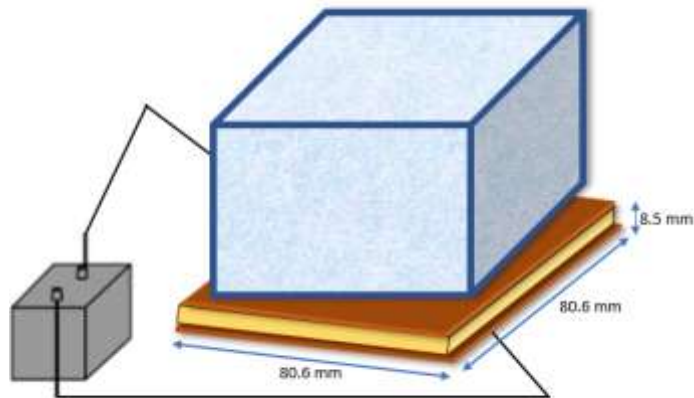


Figura 4.17 Esquema de capacitor con peso

Las medidas obtenidas de capacitancia sin aplicar peso y aplicando un peso de 2028.3 g se muestran se resumen en la Tabla 4.9:

Tabla 4.9 Mediciones de capacitancia y permitividad eléctrica

Muestra	Temperatura del proceso (°C)	Capacitancia Sin peso (pF)	Permitividad eléctrica (pF/mm)	Capacitancia con peso (pF)	Permitividad eléctrica (pF/mm)
PB_1	Ambiente	68	0.0889	157	0.2054
PB_1	105	52	0.0680	153	0.1995
PB_1	450	22	0.0287	58	0.0758
PB_2	Ambiente	47	0.0614	90	0.1177
PB_2	105	50	0.0654	128	0.1674
PB_2	450	23	0.0300	84	0.1099
PB_3	Ambiente	38	0.0497	195	0.2551
PB_3	105	24	0.0314	31	0.0405
PB_3	450	25	0.0327	41	0.0536

La Figura 4.18 muestra la capacitancia de las pastas de barros obtenidas tras su medición, la capacitancia del vacío del capacitor es de 13 pF.

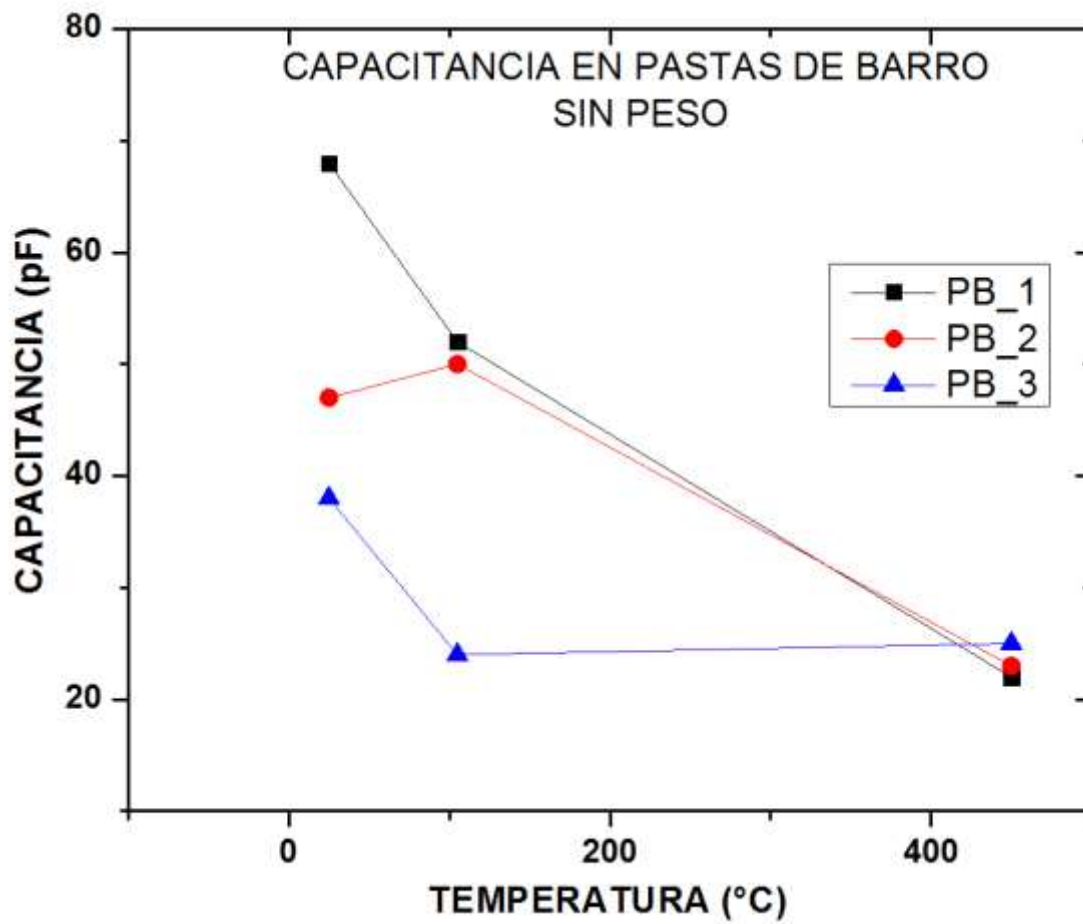


Figura 4.18 Capacitancia de las pastas de barro (PB_1, PB_2 y PB_3).

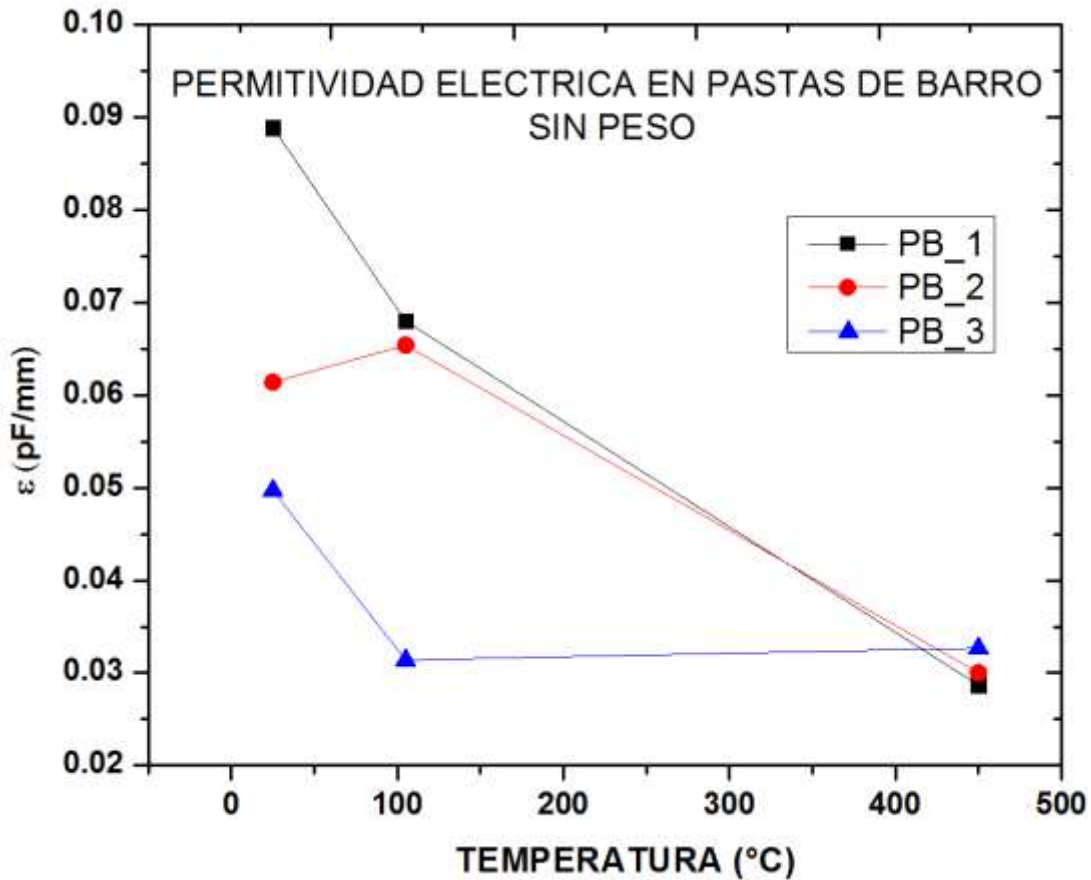


Figura 4.19 Permitividad eléctrica de las pastas de barro (PB_1, PB_2 y PB_3).

En la prueba de capacitancia se puede observar que a temperatura ambiente la PB_1 presenta una capacitancia alta de 68pF, la PB_2 de 47pF y la PB_3 de 38pF, por otra parte, los azulejos tratados a 105°C muestran que la PB_1 y PB_2 se asemejan con una capacitancia de 52pF y 50pF respectivamente valores más altos en comparación con PB_3 que tiene una capacitancia de 24pF descendiendo significativamente en comparación a las otras pastas de barro. Adicionalmente, los azulejos tratados a 450°C muestran que la PB_3 presenta la capacitancia más alta con un valor de 25pF mientras que la PB_2 y PB_1 presentan capacitancias de 23pF y 22pF respectivamente cabe señalar que entre más aumente la temperatura de tratamiento la capacitancia tiende a ser muy parecidas entre pastas de barro.

La Figura 4.19 muestra la capacitancia obtenida de las muestras aplicando un peso de 2028.3 g a cada azulejo de pasta de barro.

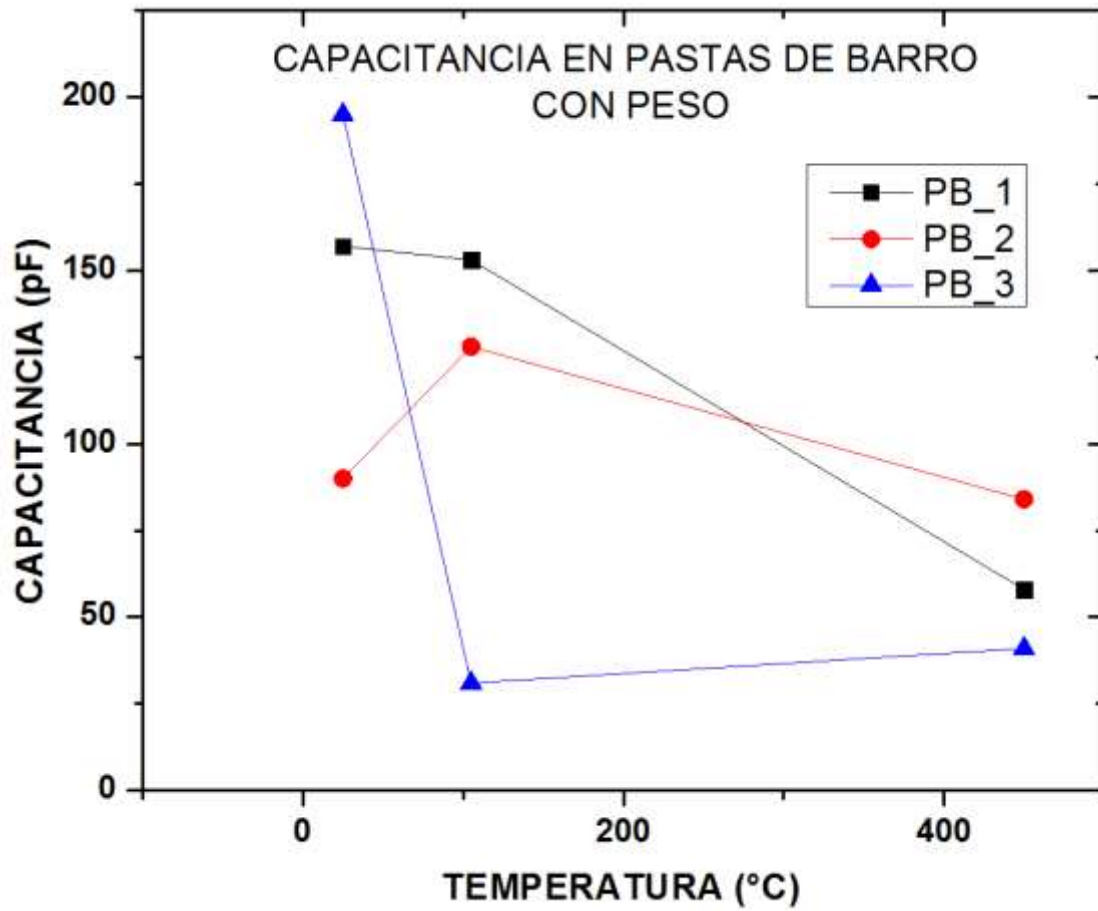


Figura 4.20 Capacitancia en azulejos con peso

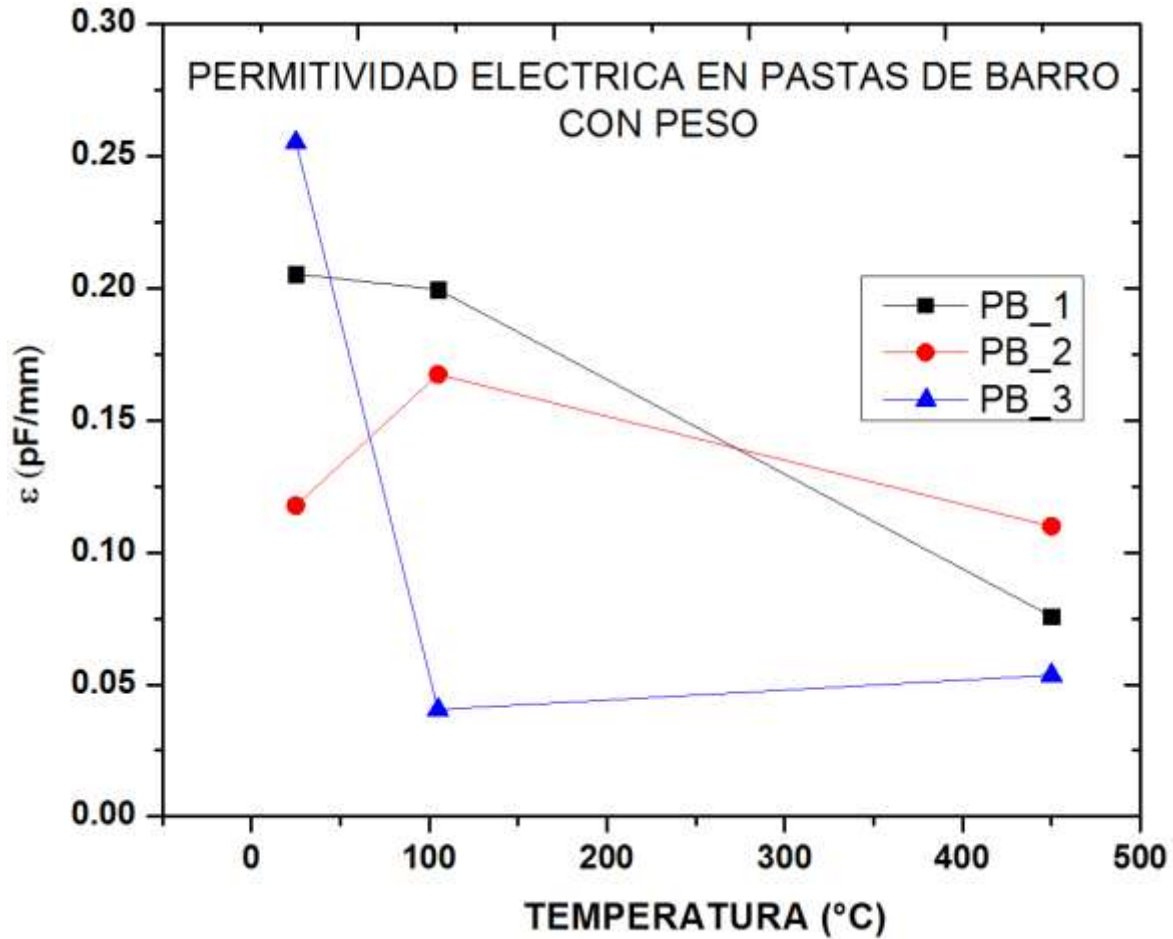


Figura 4.21 Permittividad eléctrica en azulejos con peso

En la prueba de capacitancia con peso podemos visualizar que a los azulejos tratados a temperatura ambiente la PB_1 muestra una capacitancia de 157pF, la PB_2 de 90pF y PB_3 de 195pF siendo que la PB_2 es la que presenta una capacitancia más baja en comparación a las demás, para los azulejos tratados a 105°C la PB_1 y PB_2 tienen una capacitancia de 153pF y 128pF mientras que la PB_3 tiene una capacitancia de 31pF un valor muy inferior en comparación a PB_1 y PB_2. En cambio, a los azulejos tratados a 450°C la PB_2 registró una capacitancia de 84pF, PB_1 de 58pF y PB_3 de 41pF. Las mediciones de capacitancia a diferente temperatura de proceso nos sugieren que la humedad contenida en las muestras determina el valor de capacitancia, esto es debido al grado de unión de las moléculas de agua alrededor de las partículas de la arcilla, ya que estas se polarizan conforme se genera un campo eléctrico ocasionando que el valor de capacitancia tenga un aumento.

Medición de capacitancia en función de peso aplicado

Se realizó la medición de capacitancia en las muestras de pastas de barros (PB_1, PB_2 y PB_3) secados a temperatura ambiente variando el peso aplicado, los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 4.10.

Tabla 4.10 Capacitancia y permitividad eléctrica con variación de peso (pF)

Peso (gr)	PB_1 (pF)	PB_1 (pF/mm)	PB_2 (pF)	PB_2 (pF/mm)	PB_3 (pF)	PB_3 (pF/mm)
0	49	0.0641	46	0.0601	54	0.0706
36.6	57	0.0745	56	0.0732	82	0.1072
103.1	60	0.0785	66	0.0863	91	0.1190
171.1	64	0.0837	68	0.0889	100	0.1308
240	64	0.0837	70	0.0915	104	0.1360
310.5	66	0.0863	72	0.0942	107	0.1400

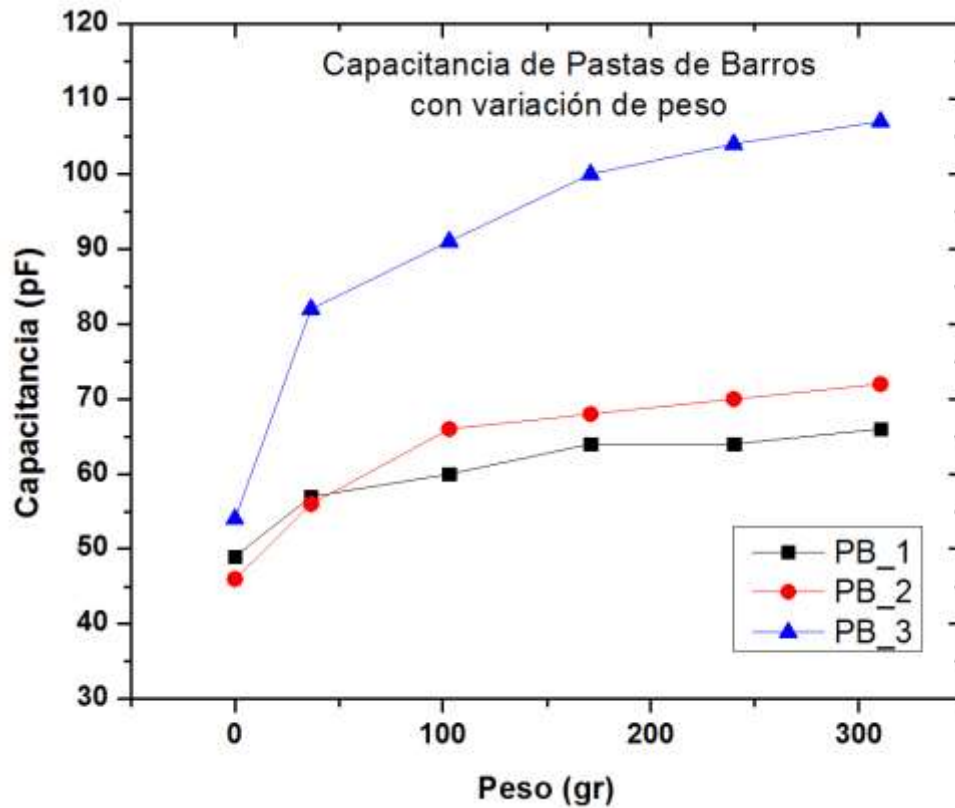


Figura 4.22 Capacitancia en azulejos con variación de peso

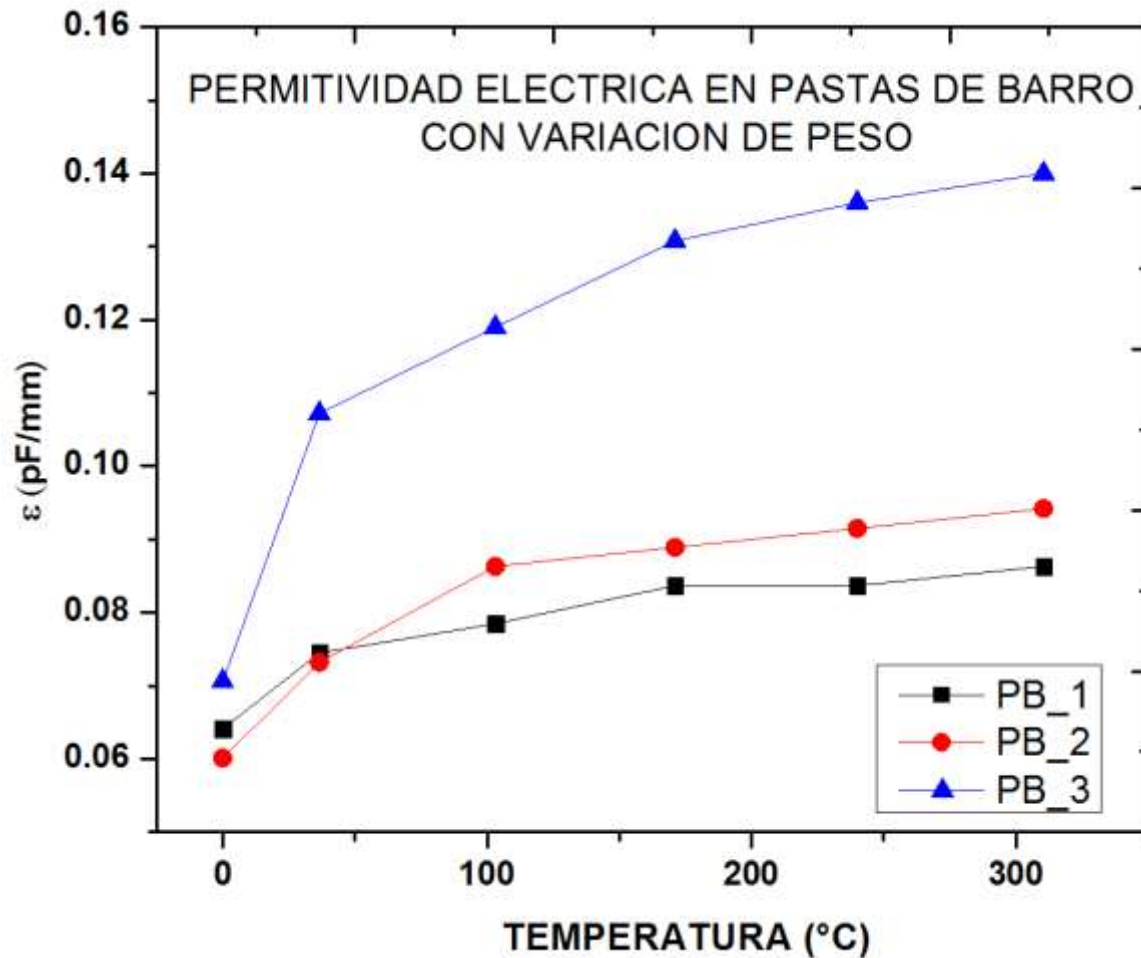


Figura 4.23 Permittividad eléctrica en azulejos con variación de peso

Se puede observar en la Figura 4.20 que los valores de PB_1 y PB_2 presentan un comportamiento muy similar de capacitancia en un aumento paulatino para PB_1 y PB_2 en comparación a la PB_3 donde se observa el aumento de la capacitancia significativamente cuando se aplica un peso de 36.6 g, posterior a este el aumento es consecutivo pero superior a las otras pastas de barros (PB_1 y PB_2).

Podemos atribuir estos comportamientos, a que el método de capacitancia utilizado para este trabajo se basó en el principio de medición del campo eléctrico, siendo este el campo formado entre las placas metálicas y las muestras de pastas de barros (PB_1, PB_2 y PB_3) ya que, el material arcilloso actúa como dieléctrico. Al mismo tiempo, la variación en las mediciones obtenidas sugiere cambios en la constante dieléctrica que es reflejada en los valores de capacitancia obtenidos como resultado de los tratamientos térmicos a temperatura ambiente,

a 105°C y a 450°C. Ya que, durante las mediciones, se establecieron los valores de área (A) y distancia de las placas (d) como constantes y la capacitancia del dispositivo conectado al circuito de medición tuvo una variación con la permitividad del material, y la permitividad del material a su vez se modificó debido a su contenido de humedad haciendo que el material presentara una capacitancia aun mayor con un alto contenido de humedad y un valor de capacitancia menor cuando se tiene un bajo contenido de humedad.

Este comportamiento se ve influenciado por la humedad y la capacidad de compresión de las arcillas, teniendo que el valor inicial es debido a la humedad y el valor máximo alcanzado de capacitancia se debe a la máxima compresión posible en el material

Este comportamiento observado en las mediciones con aplicación de peso en las muestras de pastas de barro tratadas a temperatura ambiente nos permite afirmar que presentan propiedades piezo-capacitivas, ya que el valor de capacitancia aumenta conforme se aumenta el peso aplicado para las tres pastas de barro (PB_1, PB_2 y PB_3), dado que, al contener el mismo porcentaje de humedad no se esperaría un cambio en el valor de capacitancia, en cambio se observa un aumento gradual en las pastas de barro PB_1 y PB_2 y un aumento significativo en la pasta de barro PB_3 que nos lleva a corroborar este comportamiento.

4.6.2 Resistencia, resistividad y conductividad

A los azulejos tratados térmicamente se les realizó medición de corriente de forma transversal Figura 4.21 y de forma longitudinal Figura 4.22 aplicando un voltaje de 20 V con una fuente de poder marca *KEITHLEY 236*, permitiendo calcular la resistencia, resistividad y la conductividad con las siguientes fórmulas:

Resistencia

Ley de Ohm

$$R = \frac{E}{I} \quad \text{Ecuación 3.1}$$

Donde

R = resistencia (ohms, Ω)

E = voltaje (volts, V)

I = corriente (amperios, A)

Resistividad

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad \text{Ecuación 3.2}$$

Donde

R = resistencia (ohms, Ω)

ρ = resistividad (ohms·metro, $\Omega \cdot \text{m}$)

l = longitud de la muestra (metros, m)

A = área transversal de la muestra (m^2)

Conductividad

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad \text{Ecuación 3.3}$$

Donde

σ = conductividad (siemens·metro, S/m o $\Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)

ρ = resistividad (ohms·metro, $\Omega \cdot \text{m}$)

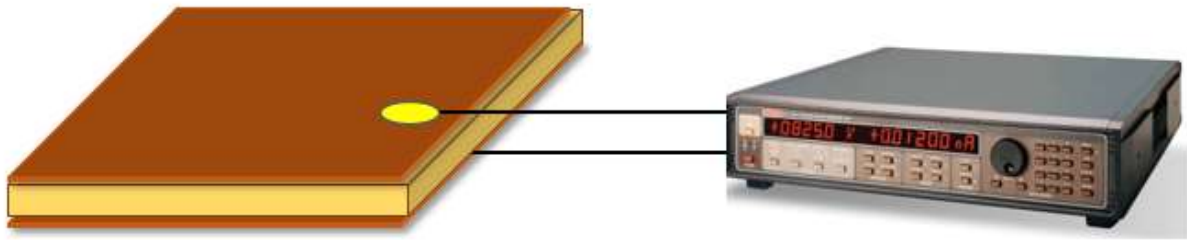


Figura 4.24 Esquema de medición de corriente transversal

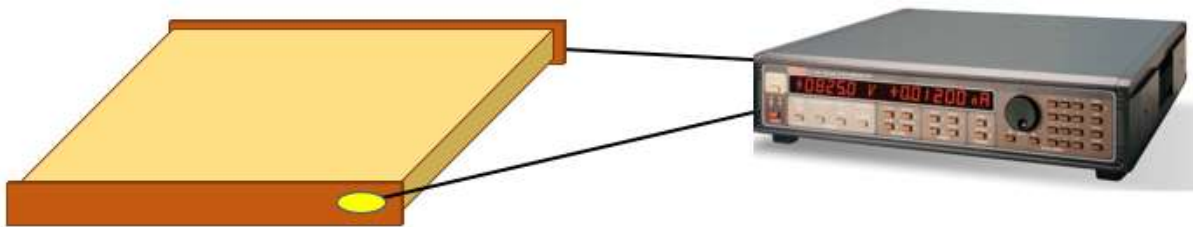


Figura 4.25 Esquema de medición de corriente longitudinal

La medición de corriente se realizó aplicando 20 V de voltaje en las piezas de azulejo de forma transversal con una longitud de $\approx 7.9 \times 10^{-3}$ m, los valores obtenidos y calculados se resumen en la tabla 4.11.

<i>Tabla 4.11 Valores obtenidos y calculados de PB_1, PB_2 y PB_3 (Transversal)</i>						
Muestra		Corriente (A)	Resistencia (Ω)	Área (m²)	Resistividad (Ω-m)	Conductividad (Ω^{-1}-m⁻¹)
PB_1	T.A	4.863×10^{-4}	4.1126×10^4	5.3067×10^{-3}	2.7625×10^4	3.6199×10^{-5}
PB_1	105	3.01×10^{-5}	6.6445×10^5	5.3948×10^{-3}	4.5374×10^5	2.2039×10^{-6}
PB_1	450	7.362×10^{-7}	2.7166×10^7	5.2125×10^{-3}	1.7924×10^7	5.5791×10^{-8}
PB_2	T.A	3.932×10^{-4}	5.0864×10^4	5.2272×10^{-3}	3.3655×10^4	2.9713×10^{-5}
PB_2	105	6.418×10^{-5}	3.1162×10^5	5.2852×10^{-3}	2.087×10^5	4.7915×10^{-6}
PB_2	450	7.274×10^{-8}	2.7495×10^8	5.358×10^{-3}	1.8647×10^8	5.3627×10^{-9}
PB_3	T.A	3.342×10^{-5}	5.9844×10^5	5.3435×10^{-3}	4.0478×10^5	2.4704×10^{-6}
PB_3	105	6.304×10^{-4}	3.1725×10^4	5.3579×10^{-3}	2.1516×10^4	4.6477×10^{-5}
PB_3	450	8.043×10^{-7}	2.4866×10^7	5.3655×10^{-3}	1.6888×10^7	5.9213×10^{-8}

La resistividad calculada de la medición de corriente de forma transversal se muestra en la Figura 4.23. Podemos observar que la variación de la resistividad aumenta conforme se realiza el tratamiento térmico, se puede observar que el comportamiento es similar cuando las tres pastas de barros son tratadas a temperatura ambiente y a 105°C, al mismo tiempo podemos notar que en el tratamiento a 450° la PB_2 presenta un aumento significativo en comparación a las otras pastas de barros.

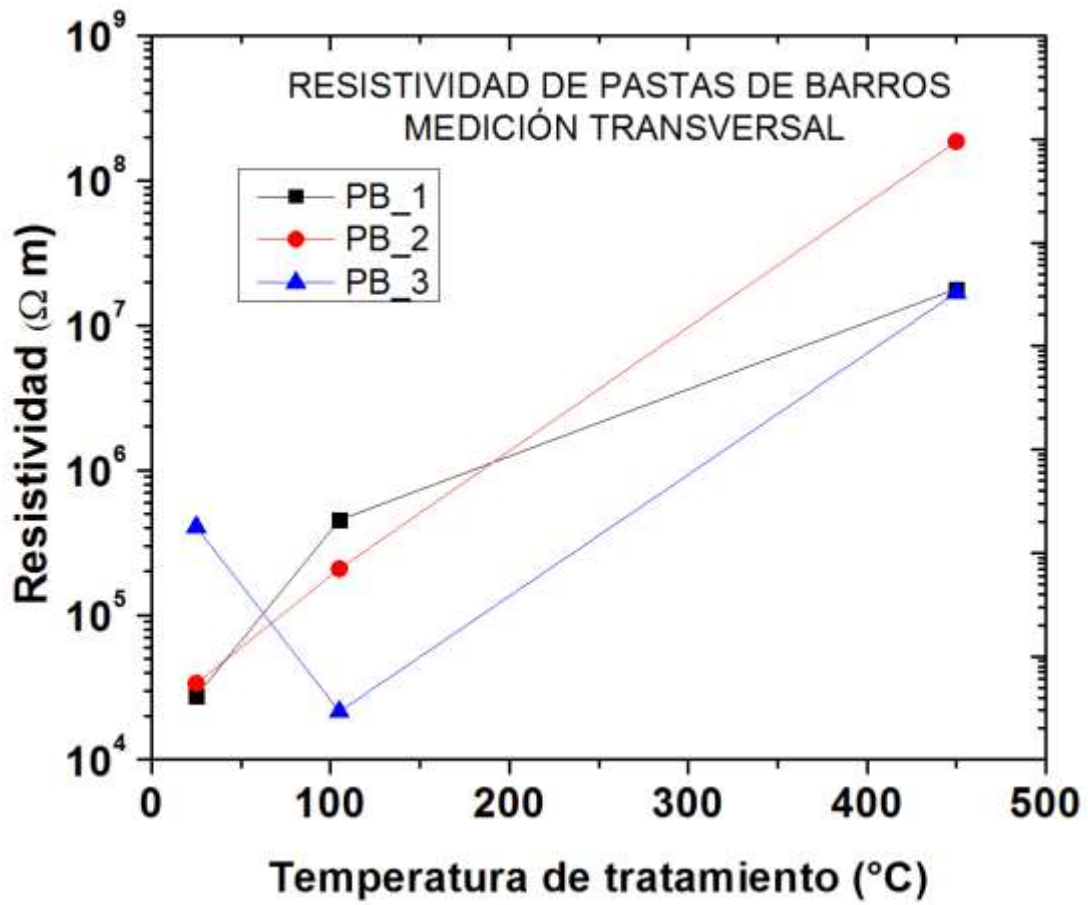


Figura 4.26 Resistividad de Pastas de Barros (Transversal)

La conductividad calculada a través de la medición de corriente de forma transversal se muestra en la Figura 4.24. El comportamiento observado en la conductividad en PB_1 y PB_2 desciende conforme se realiza el tratamiento térmico, por otra parte, la PB_3 presenta un aumento significativo cuando se trata a 105°C pero cuando se trata a 450°C el comportamiento se asemeja a la PB_1 y PB_2.

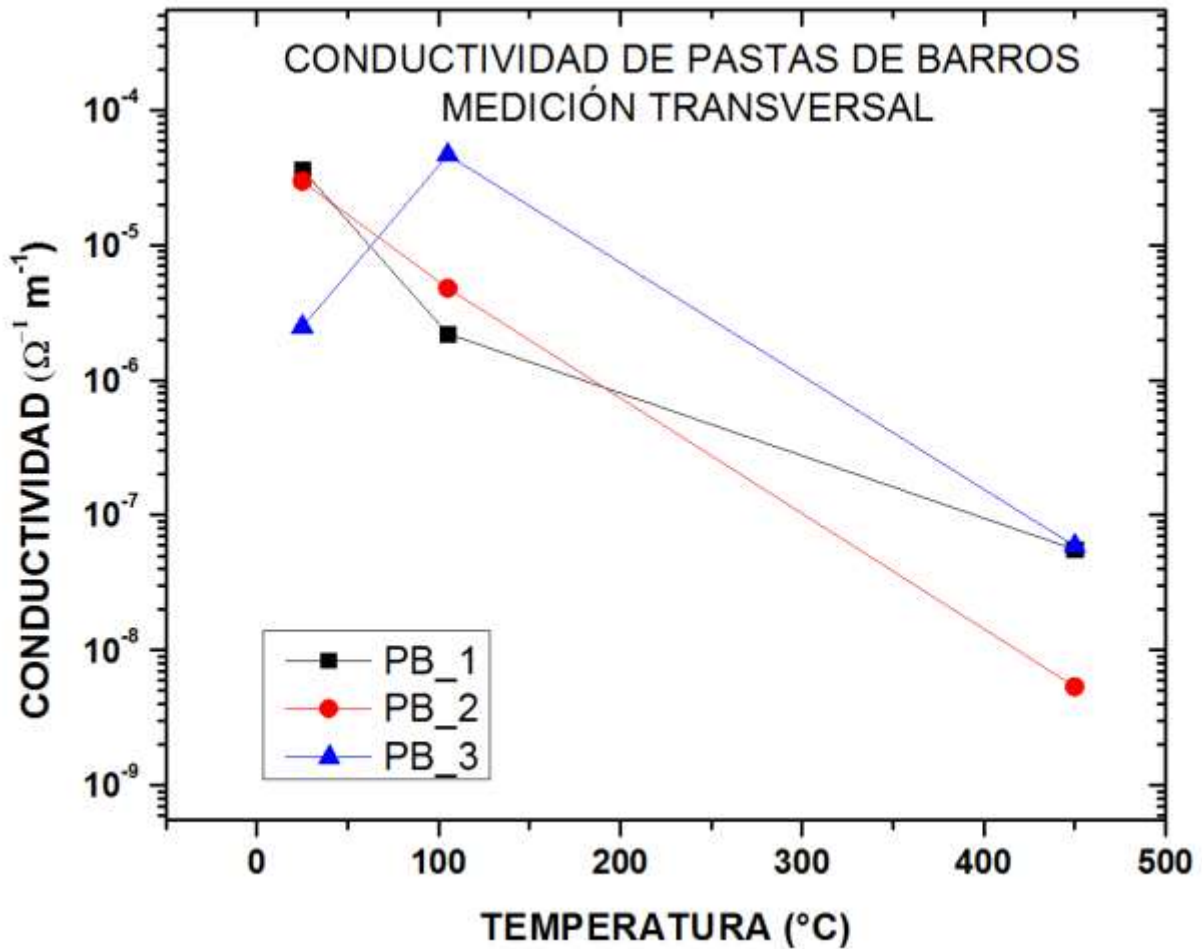


Figura 4.27 Conductividad de Pastas de Barros (Transversal)

Medición de la corriente a 20 V en azulejo de forma longitudinal con un área de $6.4883 \times 10^{-3} m^2$, los valores obtenidos y calculados se muestran en la tabla 4.12.

Tabla 4.12 Valores obtenidos y calculados de PB_1, PB_2 y PB_3 (Longitudinal)

Muestra		Corriente (A)	Resistencia (Ω)	Longitud (m)	Resistividad ($\Omega \cdot m$)	Conductividad ($\Omega^{-1} \cdot m^{-1}$)
PB_1	T.A	8.65×10^{-5}	2.3121×10^5	8.4×10^{-3}	1.7859×10^5	5.5994×10^{-6}
PB_1	105	2.032×10^{-5}	9.8425×10^5	7.9×10^{-3}	8.0836×10^5	1.2370×10^{-6}
PB_1	450	8.076×10^{-8}	2.4764×10^8	7.5×10^{-3}	2.1423×10^8	4.6678×10^{-9}
PB_2	T.A	27.06×10^{-5}	7.3909×10^4	7.9×10^{-3}	6.0701×10^4	1.6474×10^{-5}
PB_2	105	5.1×10^{-5}	3.9215×10^5	7.6×10^{-3}	3.3478×10^5	2.9870×10^{-6}
PB_2	450	5.0×10^{-8}	4.0×10^8	7.6×10^{-3}	3.4148×10^8	2.9284×10^{-9}
PB_3	T.A	1.58×10^{-4}	1.2658×10^5	7.3×10^{-3}	1.1250×10^5	8.8888×10^{-6}
PB_3	105	3.232×10^{-6}	6.1881×10^6	7.4×10^{-3}	5.4257×10^6	1.8430×10^{-7}
PB_3	450	5.348×10^{-7}	3.7397×10^7	7.6×10^{-3}	3.1926×10^7	3.1322×10^{-8}

La resistividad calculada de la medición de corriente de forma longitudinal se muestra en la Figura 4.25:

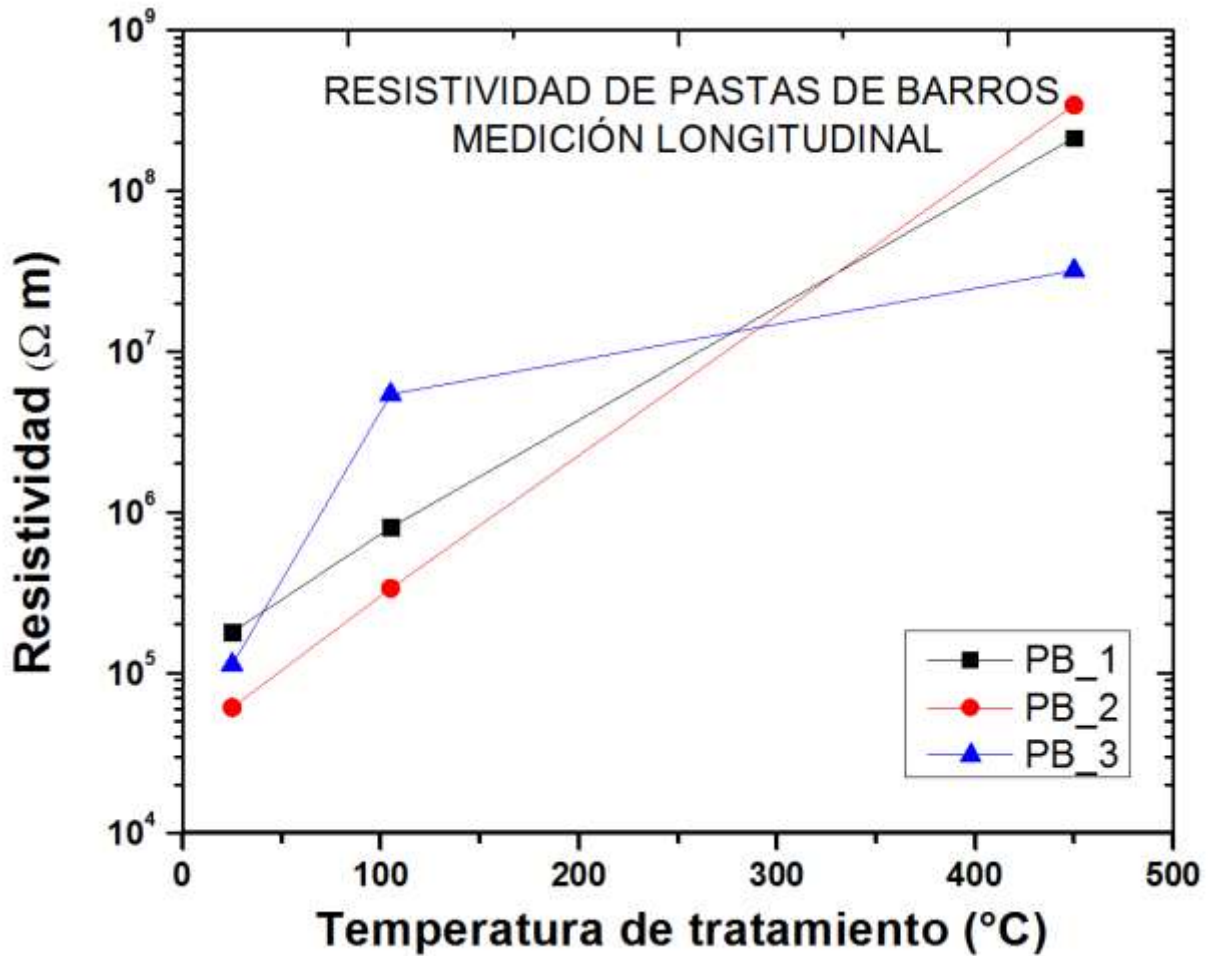


Figura 4.28 Resistividad de Pastas de Barros (Longitudinal)

El comportamiento de la resistividad medida longitudinalmente en las pastas de barros 1, 2 y 3 cuando son tratadas a temperatura ambiente es similar entre ellas y con valores bajos, en cambio cuando se trata a 105°C hay un ligero aumento en PB_3 manteniendo a PB_1 y PB_2 con valores de resistividad similares, adicionalmente, cuando las muestras son tratadas a 450°C los valores de resistividad aumentan significativamente siendo la PB_2 la que presenta una resistividad más alta y la PB_3 aumenta solo un poco en comparación al valor obtenido a temperatura ambiente y a 105°C.

La conductividad calculada de la medición de corriente de forma longitudinal se muestra en la figura 4.26:

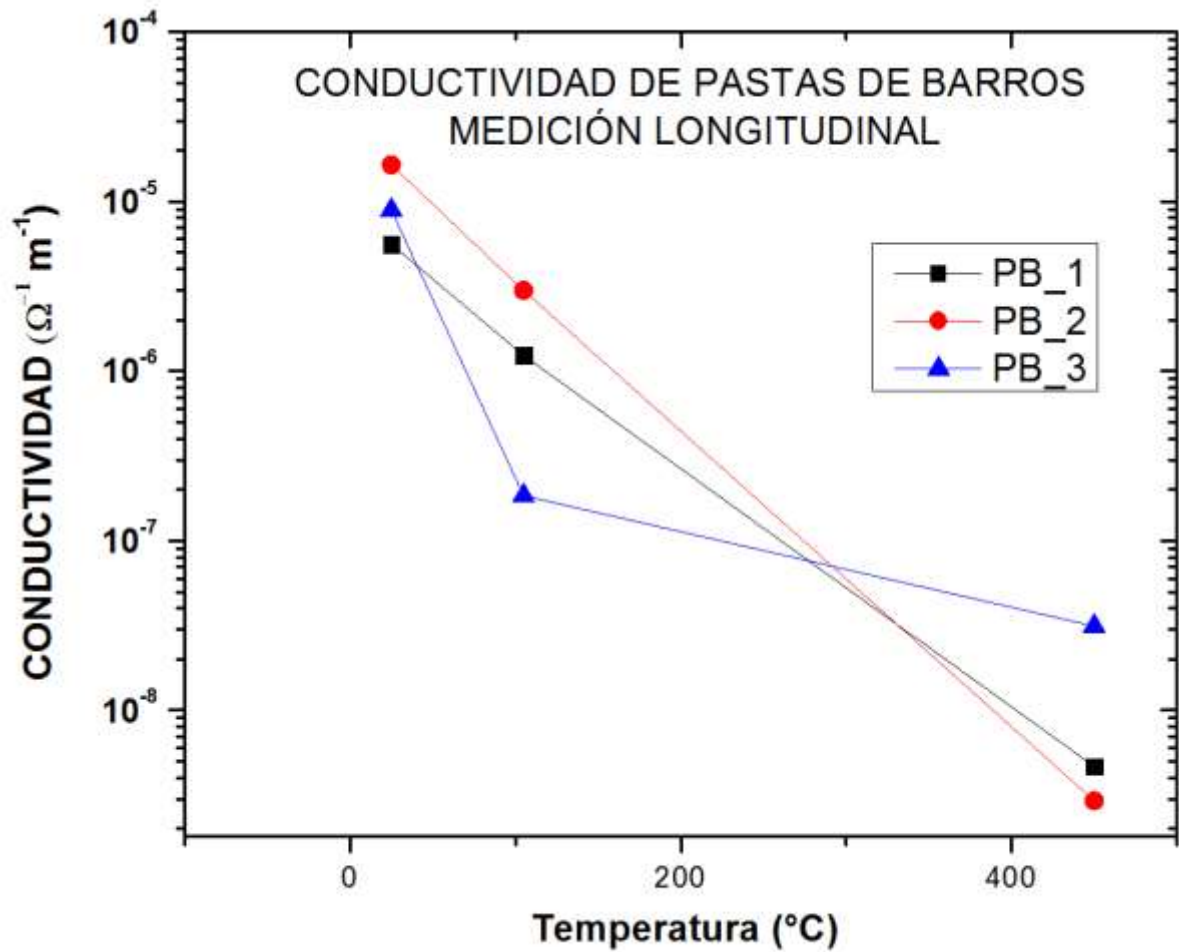


Figura 4.29 Conductividad de Pastas de Barros (Longitudinal)

De la tendencia de conductividad en los azulejos tratados a temperatura ambiente, se observa que la PB_3 presenta una conductividad alta con respecto a la PB_1 y PB_2, cuando se trata a 105°C la PB_3 presenta una conductividad baja y la PB_2 más alta, pero cuando se realiza el tratamiento a 450°C se observa que la conductividad se asemeja entre las pastas de barro 1, 2 y 3 teniendo un valor muy similar entre sí.

El cambio en el nivel de conductividad se reduce conforme aumenta la temperatura del tratamiento debido a la cantidad de humedad en las muestras, reduciéndose conforme aumenta la temperatura de tratamiento.

Medición de conductancia en función de la temperatura

Se realizó medición de la corriente de forma longitudinal en azulejo secado a temperatura ambiente con superficie de $6.4883 \times 10^{-3} m^2$, una longitud de $8.4 \times 10^{-3} m$ y se efectuó la medición de la resistividad en función de la temperatura en un rango de $22^\circ C$ a $40^\circ C$ calentando las muestras con una lámpara infrarroja *R40 250W 130V marca Saglite*, con un potencial de 20 V, en las Tablas 4.13, 4.14 y 4.15 se muestran los valores obtenidos y calculados:

Tabla 4.13 PB_1 (T.A)

Temperatura (°C)	Corriente (A)	Resistencia (Ω)	Resistividad (Ω·m)	Conductividad (Ω⁻¹·m⁻¹)
22	1.058×10^{-5}	1.8903×10^6	1.4600×10^6	6.8493×10^{-7}
26	1.3×10^{-5}	1.5384×10^6	1.1882×10^6	8.4160×10^{-7}
30	1.852×10^{-5}	1.0799×10^6	8.3413×10^5	1.1988×10^{-6}
34	2.0×10^{-5}	1.00×10^6	7.7241×10^5	1.2946×10^{-6}
38	2.1×10^{-5}	9.5238×10^5	7.3563×10^5	1.3593×10^{-6}

Tabla 4.14 PB_2 (T.A)

Temperatura (°C)	Corriente (A)	Resistencia (Ω)	Resistividad (Ω·m)	Conductividad (Ω⁻¹·m⁻¹)
25	2.0×10^{-6}	1.00×10^7	7.7241×10^6	1.2946×10^{-7}
28	3.1×10^{-6}	6.4516×10^6	4.9833×10^6	2.0067×10^{-7}
31	3.4×10^{-6}	5.8823×10^6	4.5435×10^6	2.2009×10^{-7}
35	4.7×10^{-6}	4.2553×10^6	3.2868×10^6	3.0424×10^{-7}
38	3.6×10^{-6}	5.5555×10^6	4.2911×10^6	2.3304×10^{-7}

Tabla 4.15 PB_3 (T.A)

Temperatura (°C)	Corriente (A)	Resistencia (Ω)	Resistividad (Ω·m)	Conductividad (Ω⁻¹·m⁻¹)
27	2.04×10^{-6}	9.8039×10^6	7.5726×10^6	1.3205×10^{-7}
29	2.6×10^{-6}	7.6923×10^6	5.9416×10^6	1.6830×10^{-7}
33	2.8×10^{-6}	7.1428×10^6	5.5172×10^6	1.8125×10^{-7}

36	3.5×10^{-6}	2.8571×10^6	2.2068×10^6	4.5314×10^{-7}
40	5×10^{-6}	4.00×10^6	3.0896×10^6	3.2366×10^{-7}

La resistividad calculada de la medición de corriente con variación de temperatura se muestra en la Figura 4.27:

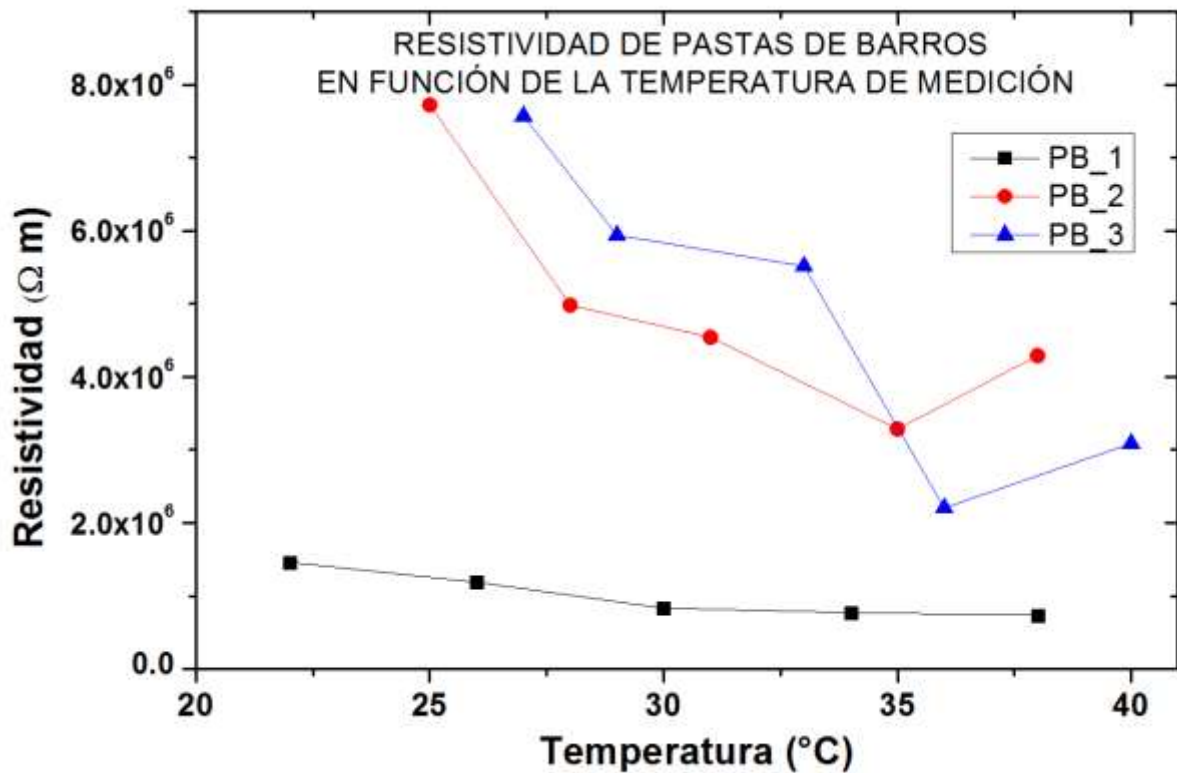


Figura 4.30 Resistividad de pastas de barros con secado a temperatura ambiente

La resistividad observada en la PB_1 muestra que conforme se aumenta la temperatura de medición disminuye gradualmente su resistividad, en cambio para PB_2 se observa una disminución de la resistividad al ir aumentando la temperatura, pero se observa que a 38°C la resistividad aumenta, una tendencia similar se observa para PB_3 observándose una disminución gradual de la resistividad, pero al alcanzar los 36°C esta disminuye significativamente y al llegar a 40°C esta aumenta.

La conductividad calculada de la medición de corriente con variación de temperatura se muestra en la Figura 4.28

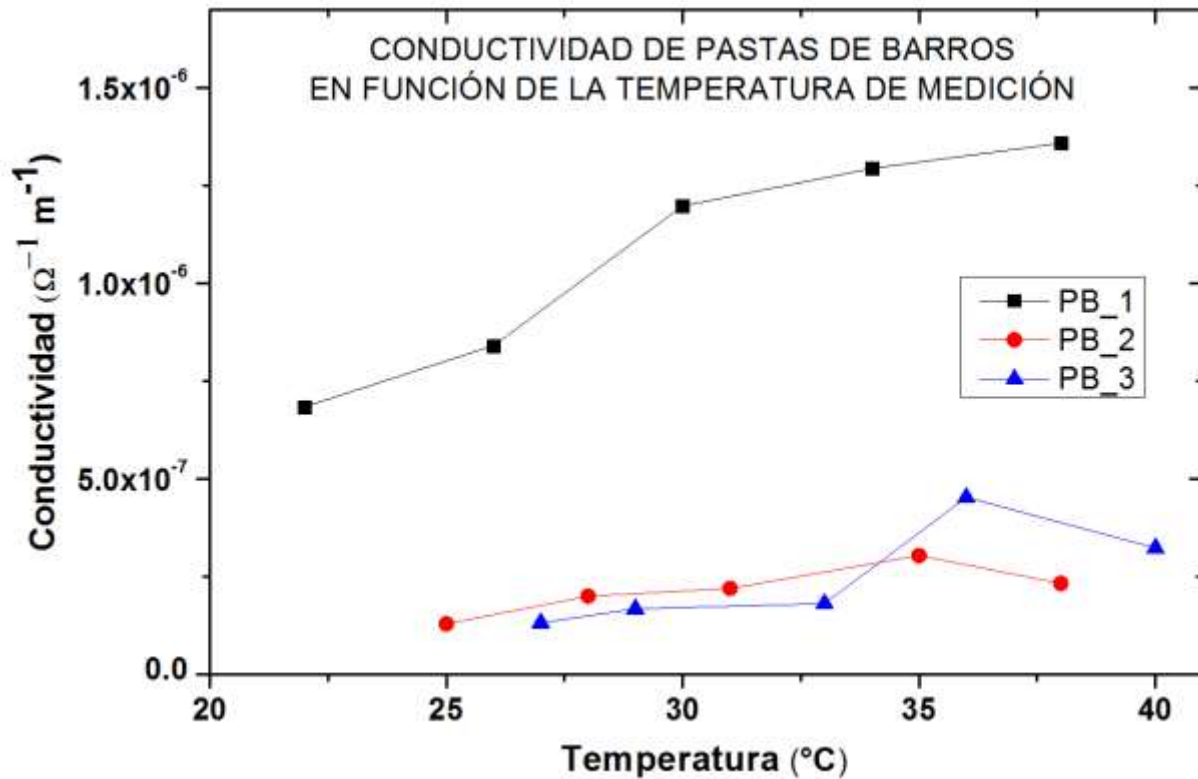


Figura 4.31 Conductividad de pastas de barros con secado a temperatura ambiente

La variación de conductividad observada para las pastas de barros tratadas a temperatura ambiente muestra que para PB_1 hay un aumento significativo entre 26°C y 30°C y sigue en aumento consecutivamente, por otra parte, para PB_2 se observa un aumento paulatino conforme se aumenta la temperatura y para PB_3 el aumento es paulatino para 27°C, 29°C y 33°C y se observa un aumento en 36°C y una caída cuando alcanzan los 40°C. Este comportamiento de disminución de la resistividad en función de la temperatura de medición demuestra que las pastas de barros tienden a disminuir su valor con respecto a la temperatura, comportamiento similar observado en materiales semiconductores. Ya que, los minerales semiconductores son muchos y de gran importancia práctica porque su resistividad depende de su contenido en impurezas, a veces en grado extremo, lo que hace que su conductividad aumente con la temperatura.³⁸

Capítulo 5

Conclusiones



En función del análisis de los resultados obtenidos podemos concluir lo siguiente:

- La identificación de fases cristalinas por DRX de las tres arcillas que componen las pastas de barros determinó que los minerales presentes son: calcita, bentonita, cuarzo, andesina, pargasita cordierita y fengita, siendo la calcita el mineral principal de la arcilla blanca y la andesina el de las arcillas marrón y negra.
- El horneado a 1030-1050°C de las pastas de barros provoca una transformación de fases de andesita a anortita, la disminución o desaparición de otras fases como la calcita y la bentonita, la permanencia del cuarzo y la aparición de nuevas fases como perovskita y siliciuro de calcio-aluminio.
- De las mediciones de pérdida por ignición se obtiene que la arcilla blanca (AB) presenta la mayor pérdida de peso, la cual se atribuye a su alto contenido de calcita (CaCO_3), que al calcinarse produce la descomposición de los iones carbonato que son liberados en forma de dióxido de carbono.
- La caracterización elemental por FRX de las arcillas determinó la concentración de los elementos involucrados para cumplir con la norma vigente de la Talavera.
- La composición elemental de la pasta de barros PB_1 nos muestra que el contenido de Ca y Fe cumple con el establecido por la NOM-132, mientras que el contenido de Ti está muy cercano.
- La composición elemental determinada por FRX está en buen acuerdo con los minerales determinados por DRX.
- De los estudios de TC se logró cuantificar los poros e inclusiones en las arcillas y en la pasta de barros 1, encontrando que la porosidad y la cantidad de inclusiones se reduce cerca de una tercera parte al formar la pasta de barros.
- Se encontraron propiedades piezo-capacitivas en las piezas formadas con las pastas de barros, ya que su capacitancia aumenta en función de la presión aplicada sobre el capacitor formado con las pastas de barros como dieléctrico, esto se atribuye a las propiedades de compresión de las arcillas y la humedad en el material.
- La piezo-capacitancia de las pastas de barros con tratamiento térmico a 450 °C nos muestra que es directamente proporcional con el contenido de arcilla blanca.

- Se encontró que la conductividad de las pastas con secado a temperatura ambiente aumenta en función de la temperatura, teniendo un comportamiento similar a los materiales semiconductores posiblemente debido a la creación de portadores de carga.
- El trabajo presenta características particulares de la Talavera Poblana, las cuales pueden ayudar a mejorar su definición de denominación de origen.

Referencias



Referencias

- [1] Cortina, P. L., La cerámica: usos e influencias, La cerámica en la Ciudad de México (1325-1917), 1997, Primera Edición.
- [2] Cerámica para escuelas y pequeñas industriales, Federico F. Costale y Delmar W. Olson, 13ª impresión, 1960, Ed. Continental
- [3] Merriman, R. J., Jeans, C. V., Clay Minerals in onshore and offshore strata of the British Isles: Origins and clay mineral stereography. 2006, Vol. 41 (1), London: The mineralogical Society of Great Britain and Ireland.
- [4] NOM-132-SCFI-1998 (Diario Oficial de la Federación [DOF], 25 de noviembre 1998:29)
- [5] La cerámica en la ciudad de México (1325-1917), Los Oficios de la Cerámica: Rescate de la Cerámica en la Ciudad de México, Beltrán, A. B., Chema, A. J., López, W. L. A., 1997 1ra. Edición.
- [6] Gutiérrez, H. G., Gutiérrez, J. M., Martínez, A., El barroco y la seducción de la Talavera, 2010, Ed. Botello
- [7] Que de dónde, amigo, vengo, “Los orígenes de la loza estannífera o Talavera Poblana, 1550-1653, Emma Yanes Rizo, 2018, 1ra. Edición, Secretaria de Cultura, Instituto Nacional de Antropología.
- [8] Talavera de la Luz, Puebla, México. *Proceso de elaboración*, <https://www.talaveradelaluz.com/?q=es/node/44>
- [9] White, Ronald., Revista Américas, Talavera: A family-fired craft
- [10] Cervantes, E. A., 2010, Loza blanca y azulejo de Puebla
- [11] Boletín No. 543, 2019, Secretaria de Cultura, INAH
- [12] García, M. R. O., Valera, G. Y., Revista Cubana de Ciencias Informáticas, 2016, Vol. 10, No. 4, pp. 125-138.
- [13] Linares, J., Huertas, F., Capel, J., La Arcilla como material cerámico. Características y comportamiento, Revistas de la Universidad de Granada, 1983, Vol. 8.
- [14] Galán, E., Aparicio, P., Materias primas para la industria cerámica

- [15] Klein, C; Hurlbut, C. Systematic Mineralogy Part IV: Silicates. Manual of Mineralogy 20th Ed.; John Wiley & Sons: New York, 1985; 366-467.
- [16] Ismadji, S., Edi, S. F., Ayucitra, A., Clay materials for environmental remediation, 2015, Ed. Springer.
- [17] Domínguez, J. M., Schifter, I., Las Arcillas: El barro Noble, 1ra. Edición, Fondo de Cultura Económica, S. A. de CV., 1992, 1ra. Edición, Fondo de Cultura Económica.
- [18] WACHTMAN Jr., J. B . . "Mechanical properties of ceramics. An introductory survey", Am. Ceram. Soc. Bull., 46, 1967, pp. 757-774.
- [19] Kingery WD, Bowen HK, Uhlmann DR (1976) Introduction to ceramics, 2nd edn. Wiley, New York, This book was used in classes for 40 years following publication of the first edition by David Kingery in 1960
- [20] Carter, C. B., Norton, M. G., Ceramic Materials Science and Engineering, Second Edition, 2013.
- [21] Richerson DW (2005) Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design, 3rd Ed. CRC Press, Boca Raton
- [22] Marques, R. F. J., Sousa, S. J. R., Araújo N. G., Ferreira, H. C., Navarro, L. S. L., *Mater. Res.*, **2019**, 22(3): e20180548.
- [23] La enciclopedia de los materiales, *Propiedades eléctricas de los materiales*, **2021**. Materialesde.com, <https://www.materialesde.com/propiedades-electricas-de-los-materiales/>
- [24] Carmignato, S., Dewulf, W., Leach, Richard, Industrial X ray tomography, **2018**, Ed. Springer.
- [25] Barton, C.D., Karathanasis, A. D., Clay Minerals, 2002, Encyclopedia of Soil Science, 187-192
- [26] Dispersión y difracción. *Ley de Bragg*. https://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_05_5.html
- [27] Bruker AXS GmbH, Introducción al FRX, Manual usuario, 2011.
- [28] Buzug TM (2008) Computed tomography: from photon statistics to modern cone-beam CT. Springer, Berlin

- [29] Curry TS, Dowdey JE, Murry RC (1990) Christensen's physics of diagnostic radiology. Lippincott Williams & Wilkins, Philadelphia (PA)
- [30] Carroll QB (2011) Radiography in the digital age. Charles C Thomas, Springfield (IL)
- [31] Boylestad, R. L., *Introducción a análisis de circuitos*, **2004**, Décima Edición, Ed. Pearson Education.
- [32] Vázquez, G. O., *Física General III*, **2014**, Pág. 196-204.
- [33] Nikon Metrology NV, X ray / CT, Vol. 1,2,3
- [34] Hsieh J (2009) Computed tomography: principles, design, artefacts, and recent advances. SPIE, Bellingham
- [35] Leyun, M., Estudio de los usos de la cerámica en las prácticas artísticas contemporáneas, 2017.
- [36] Ramírez, G. J.C., Arboleda, C. C., McCollught, *Rev. Ing. Biomed.*, **2008**, Vol. 20, 13-31.
- [37] Lou, W., Zhang, D., Bayless, C. R. *Applied Geochemistry*, **2020**, 122, 104727
- [38] Montalvan, F. J., *Caracterización Geolétrica De La Cuenca Del Río Olón para Propuesta de Plan de Exportación*, **2017**, Escuela Superior Politécnica del Litoral