

BENEFICIO DE UNA ARCILLA CAOLINÍTICA DE LA REGIÓN DE BARICHARA (SANTANDER) PARA LA FABRICACIÓN DE REFRACTARIOS

BENEFICIATION OF A KAOLINITIC CLAY FROM THE BARICHARA REGION (SANTANDER) FOR THE MANUFACTURE OF REFRACTORIES

GREYSI ZULAY PÉREZ AYALA

Ingeniera Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander

YULY CAROLINA VARGAS RODRÍGUEZ

Ingeniera Metalúrgica, Universidad Industrial de Santander

ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, Universidad Industrial de Santander, ecordoba@uis.edu.co

Recibido para revisar Marzo 27 de 2009, aceptado Noviembre 12 de 2009, versión final Noviembre 24 de 2009

RESUMEN: Se benefició una arcilla caolinitica santandereana, con el fin de obtener una materia prima apta para la fabricación de refractarios sílico-aluminosos. Aplicando las operaciones metalúrgicas de tamizaje en húmedo, sedimentación y lixiviación se pretendió eliminar la mayor cantidad posible de cuarzo y hierro. El proceso de separación del cuarzo mediante tamizaje y sedimentación no fue eficiente, dado que éste presenta un tamaño de partícula muy fino, similar a la de las especies arcillosas; tan sólo se logró reducir la relación Si/Al en un 12% (de 1,52 a 1,35). Mediante lixiviación a 90°C, con solución de ácido oxálico 0,4 M, se eliminó casi la totalidad del hierro de la arcilla (cerca del 98%), lográndose el “blanqueo” de la misma. Finalmente, se determinó que es posible obtener refractarios con punto de ablandamiento de 1600°C a partir de la arcilla beneficiada.

PALABRAS CLAVE: Arcilla, caolinita, beneficio, lixiviación, refractarios.

ABSTRACT: A kaolinitic clay of Santander was beneficiated in order to obtain a suitable raw material for the manufacture of silico-aluminous refractories. With the application of the metallurgical operations of wet screening, sedimentation and leaching it was pretended to eliminate the major quantity of quartz and iron. The separation process of the quartz through screening and sedimentation was not efficient, since this one presents a particle size very small, similar to that of the clayey species; the relation Si/Al was reduced only in 12% (from 1,52 to 1,35). Almost the totality of the iron of the clay (near 98 %) was eliminated through the leaching to 90°C, with solution of oxalic acid 0,4 M, with which the "whitening" of the clay was achieved. Finally, it was determined that it is possible to obtain refractories with softening point of 1600°C from the beneficiated clay.

KEYWORDS: Clay, kaolinite, beneficiation, leaching, refractories.

1. INTRODUCCIÓN

Los refractarios sílico-aluminosos de baja refractariedad, con punto de ablandamiento no inferior a 1430°C, son fabricados a partir de arcillas caoliniticas [1], las cuales contienen

entre 25 y 30% de Al_2O_3 . No obstante, la disminución de las reservas de arcillas con tales características ha hecho necesario el beneficio de materias primas de menor calidad, de tal manera que puedan ser aplicadas para el mismo fin de las primeras.

El objetivo principal del beneficio de las arcillas es eliminar el cuarzo libre, “desarenamiento”, así como la remoción de la mayor parte del hierro, “blanqueo”. El hierro, además de ser el principal causante de la coloración rojiza de las arcillas, baja la refractariedad de los productos cerámicos, por lo cual su contenido en los cerámicos de alta calidad debe ser menor a 0,8% [2]. Dependiendo del contenido de impurezas, los procesos de beneficio más utilizados [3] son tamizaje, sedimentación y separación en hidrociclón para eliminar cuarzo libre, separación magnética y lixiviación ácida para remover hierro.

El municipio de Barichara, ubicado en el departamento de Santander, cuenta con gran diversidad de yacimientos arcillosos, los cuales son explotados principalmente para la fabricación de materiales de construcción (tejas, ladrillos, etc.). Recientes estudios de caracterización química de tales arcillas [4] señalan que algunas de ellas podrían estar subvaloradas, teniendo en cuenta que presentan altos contenidos de caolinita; por tanto, es posible, a partir de ellas, fabricar un producto de mayor valor, tal como refractarios silico-aluminosos.

No obstante, la presencia de impurezas tales como cuarzo y óxidos de hierro limitan su aplicación. Por tanto, para mejorar la calidad de esta materia prima se hace imprescindible su beneficio por métodos como los ya mencionados.

Teniendo en cuenta lo anterior, el objetivo de este trabajo fue evaluar la potencialidad de beneficiar la arcilla santandereana denominada “Cascajo”, por tres operaciones metalúrgicas: tamizaje en húmedo, sedimentación y lixiviación ácida inversa con ácido oxálico; con el fin de obtener una materia prima apta para la fabricación de refractarios.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materia prima mineral

La arcilla estudiada en el presente trabajo (denominada “Cascajo”) proviene de un

yacimiento ubicado en la vereda Guayabal, en jurisdicción del municipio de Barichara del departamento de Santander (Colombia); la cual es explotada por artesanos de la región para la fabricación de tejas, ladrillos y baldosas, principalmente.

Las composiciones mineralógica y química de la arcilla, determinadas por difracción y fluorescencia de rayos X, respectivamente, son presentadas en la figura 1 y tablas 1 y 2. Tales análisis, y todos los de DRX y FRX presentados en el presente trabajo, fueron obtenidos con ayuda de los equipos: Difractómetro de polvo de rayos X, marca RIGAKU, modelo D/MAX IIIB, usando radiación $\text{CuK}\alpha$ y Espectrómetro de fluorescencia de rayos X por energía dispersiva, marca Shimadzu, modelo EDX 800 HS.

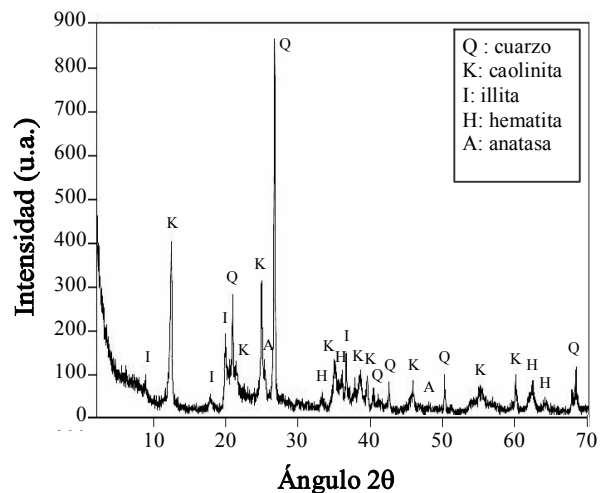


Figura 1. Difractograma de la arcilla
Figure 1. Clay diffractogram

El análisis mineralógico semi-cuantitativo de la arcilla (tabla 1), obtenido mediante el método de Rietveld, indica que la especie silico-aluminosa más importante es la caolinita (49,4%), mientras que el contenido de illita es tan sólo de 29,4%; también hay que destacar la presencia de un contenido importante de cuarzo libre (15,8%), así como pequeños contenidos de óxidos metálicos (hematita y anatasa).

Tabla 1. Análisis semi-cuantitativo de la arcilla por DRX**Table 1.** Semi-quantitative analysis of the clay by XRD

Compuesto	Composición química	Cantidad (%)
Cuarzo	SiO ₂	15,8
Illita	(K,H ₃ O)Al ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH) ₂	29,4
Caolinita	Al ₂ (Si ₂ O ₅)(OH) ₄	49,4
Hematita	Fe ₂ O ₃	2,8
Anatasa	TiO ₂	2,6

De acuerdo al análisis químico elemental (tabla 2), la arcilla contiene aproximadamente 46% de SiO₂ y 30% de Al₂O₃. Lo cual, la convierte en una materia prima con potencialidad para la fabricación de refractarios sílico-aluminosos [1].

Tabla 2. Análisis químico de la arcilla por FRX**Table 2.** Chemical analysis of the clay by XRF

Analito	(%)	Analito	(%)	Analito	(%)
SiO ₂	46,017	MgO	0,030	Rb ₂ O	0,008
Al ₂ O ₃	29,576	V ₂ O ₅	0,067	ZnO	0,006
Fe ₂ O ₃	7,472	CaO	0,053	CO ₂	9,4
K ₂ O	2,027	ZrO ₂	0,019	H ₂ O	2,5
SO ₃	1,337	SrO	0,015	Na ₂ O	0,099
TiO ₂	1,158	MnO	0,01		

2.2 Estabilización de las pulpas arcillosas

Por el carácter coloidal de las arcillas, es necesario estabilizar las pulpas arcillosas antes de proceder con las diferentes operaciones de beneficio en húmedo. Para tal fin, las pulpas fueron sometidas a un proceso de atrición empleando una celda de flotación Denver, e incorporándole aspas de doble hélice invertida, con la finalidad de disgregar el mineral, a la vez que se acondicionaba con el dispersante (pirofosfato de sodio al 0,5% p/p). El porcentaje de sólidos empleado fue de 10% p/v y la velocidad y el tiempo de atrición de 1250 rpm y 15 minutos. La estabilidad de las pulpas se determinó mediante la medida del potencial zeta a diferentes valores de pH, para lo cual se utilizó el equipo Zetameter System 3.0+.

2.3 Desarenamiento por tamizaje en húmedo

La separación por tamizaje en húmedo, se llevó a cabo utilizando la serie de mallas Tyler 35, 50, 100, 140 y 200. La composición elemental de cada fracción granulométrica fue determinada por FRX.

2.4 Desarenamiento por sedimentación

Se evaluó el efecto del tiempo de sedimentación sobre la separación de las especies arcillosas de las arenosas. Los ensayos se realizaron en probetas de 500 mL, previa estabilización de la pulpa; pasado el tiempo de sedimentación (20, 40, 60, 80 ó 100 minutos) se procedió a separar la fracción sólida suspendida empleando un sistema sifón. Las muestras así obtenidas se secaron en estufa a 80°C y se analizaron por FRX.

2.5 Lixiviación ácida

Todos los ensayos de lixiviación se llevaron a cabo en agitador orbital a 200 rpm, usando matraces de 250 mL como reactor. En todos los casos se usó una solución 0,4 M de ácido oxálico ((COOH)₂.2H₂O) como medio lixivante. El porcentaje de sólidos empleado fue de 10% (10 g de arcilla y 100 mL de solución). En esta parte de la investigación se evaluaron tres variables: temperatura (25, 60 y 90°C), pH (1, 3 y 4) y tiempo de lixiviación (5, 10, 30, 60, 120, 180 y 240 minutos). La disolución de hierro fue determinada mediante el análisis de las soluciones por espectroscopía de absorción atómica.

2.6 Caracterización de la arcilla beneficiada

La arcilla beneficiada se caracterizó química y mineralógicamente por FRX y DRX, así como físicamente mediante la determinación de la variación de su color y de su plasticidad. Esta última se determinó por el método de Atterberg [5] con ayuda de la cazuela de Casagrande, logrando así identificar los límites líquido (LL) y plástico (LP) de la arcilla. Estos límites corresponden a porcentajes de agua máximo y mínimo, respectivamente, necesarios para que la arcilla tome un carácter plástico. Una vez identificados los límites, el índice de plasticidad (IP) se calculó por la diferencia entre aquellos dos valores.

Finalmente, se determinó la refractariedad de la arcilla por el método del cono pirométrico [6].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Estabilización de las pulpas arcillosas

En la figura 2 se presentan las curvas de potencial zeta vs. pH para la arcilla de estudio, con y sin dispersante (pirofosfato de sodio).

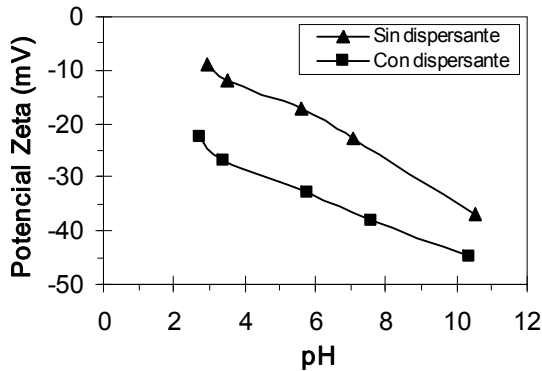


Figura 2. Curva de potencial zeta vs. pH de la arcilla
Figure 2. Zeta potential vs. pH curve of the clay

Se observa un aumento significativo en el valor absoluto del potencial al adicionar el dispersante, alcanzándose un valor máximo de potencial de 44,92 mV a un pH superior a 10. Sin embargo, para evitar un excesivo consumo de NaOH para el ajuste del pH, se seleccionó un valor de pH que fuese más cercano al natural de la pulpa (5,7), pero que a la vez confiriera suficiente estabilidad a la misma (no aglomeración), lo cual ocurre en el rango de potencial zeta de 31 a 40 mV [7]. Teniendo en cuenta ésto, se escogió pH=7 como el valor más adecuado para acondicionar la arcilla con pirofosfato de sodio. A este pH, el potencial zeta tiene un valor de 37 mV, aproximadamente.

3.2 Tamizaje en húmedo

En la figura 3 se presentan las curvas de distribución granulométrica de la arcilla, obtenidas por tamizaje y fotosedimentación. De acuerdo con dichas curvas, el tamaño medio de partícula de la arcilla es de 9,81 μm . Además, cerca del 95% del mineral tiene un tamaño de partícula menor a 40 μm , lo cual hace prever dificultad para la separación del material arenoso por tamizaje.

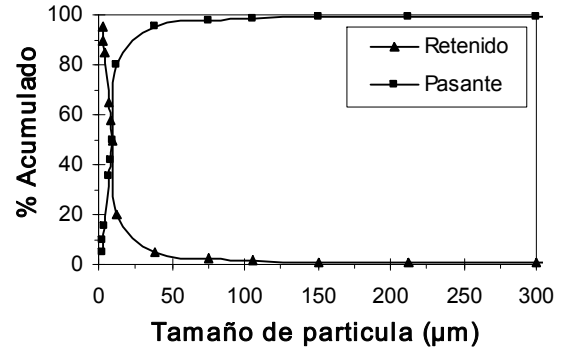


Figura 3. Distribución granulométrica de la arcilla
Figure 3. Clay granulometric distribution

En la tabla 3 se presenta la composición química (por FRX) de las diferentes fracciones granulométricas del mineral. Es evidente que la separación de cuarzo por tamizaje no es eficiente, dado que éste presenta un tamaño de partícula muy fino, similar al de la arcilla.

Tabla 3. Análisis químico por FRX de cada una de las fracciones granulométricas de la arcilla
Table 3. Chemical analysis for XRF of each one of the clay granulometric fractions

Malla #	material retenido (%)	% SiO ₂	% Fe ₂ O ₃	% Al ₂ O ₃
35	0,21	27,13	51,37	17,92
50	0,51	33,62	41,39	21,13
70	0,11	28,36	50,80	17,39
100	0,35	40,69	27,24	27,68
140	0,57	35,90	34,84	24,77
200	0,55	42,31	34,56	19,61
-200	97,7	54,07	5,51	34,67
Total	100	53,66	6,24	34,39

De acuerdo con dichos resultados, tamizando por la malla 200, y eliminando el retenido, el porcentaje de SiO₂ eliminado sería tan sólo de 1,60%, junto con un 1,47% de Al₂O₃; no obstante la remoción de Fe₂O₃ sería del 13,8%. Dado que este último valor no es despreciable, se decidió continuar el proceso de beneficio con el pasante de la malla 200.

3.3 Sedimentación

Teniendo en cuenta que el tamizaje no fue eficiente para la eliminación del cuarzo, se decidió evaluar la sedimentación para tal fin.

Los sedimentos para cada uno de los tiempos, fueron analizados químicamente por FRX (tabla 4). La selección del mejor tiempo de sedimentación se hizo teniendo en cuenta el aumento de la relación másica Si/Al en el material sedimentado (colas).

Tabla 4. Análisis químico elemental por FRX del material sedimentado a diferentes tiempos

Table 4. Sediments chemical analysis at different times for FRX

Tiempo (min)	% material sedimentado	% Si	% Fe	% Al	Si/Al
20	29,56	24,07	4,00	18,63	1,29
40	34,64	24,52	4,34	18,31	1,34
60	50,18	24,41	4,61	18,03	1,35
80	53,12	24,87	5,20	17,65	1,41
100	29,88	25,12	5,24	17,45	1,44
Arcilla -200 #		25,26	3,85	18,34	1,38

El valor más alto de la relación Si/Al en los sedimentos (1,44) se obtuvo después de 100 minutos. Al comparar tal valor con el que poseía la arcilla antes de la sedimentación, 1,38, se obtiene un aumento de tan sólo el 4,4%. Por tanto, se concluye que por la finura del cuarzo asociado al material arcilloso, no es posible su separación por los métodos usados tradicionalmente para tal fin.

No obstante, los resultados (tabla 4) también señalan que en dicho tiempo de sedimentación se remueve cerca del 41% del hierro que entra a esta etapa de beneficio. En consecuencia, para la siguiente etapa de beneficio se empleó la arcilla tamizada por malla Tyler 200 (pasante), seguida de su sedimentación durante 100 minutos; donde el material suspendido constituye la arcilla beneficiada (concentrado) y el sedimento el rechazo (colas).

La composición química de la arcilla beneficiada hasta este punto es: 54,16% de SiO₂ (25,31% Si), 35,38% de Al₂O₃ (18,72% Al), 4,65% de Fe₂O₃ (3,25% Fe) y relación Si/Al de 1,35.

3.4 Lixiviación ácida

Se seleccionó el ácido oxálico como agente lixivante, dado que diversos autores ([3], [8] y [9]) han demostrado que este ácido es el más

eficiente para la disolución de hierro desde las arcillas. Además, al ser un compuesto orgánico, cualquier resto del mismo es eliminado durante la cocción de los cerámicos.

De acuerdo con el diagrama de Pourbaix para el sistema Fe-oxalato (figura 4), el hierro es soluble en ácido oxálico en el rango de pH de 0 a 9, aproximadamente, formando tres complejos: dioxalato férrico, Fe(C₂O₄)₂⁻, dioxalato ferroso, Fe(C₂O₄)₂²⁻, y trioxalato férrico, Fe(C₂O₄)₃³⁻.

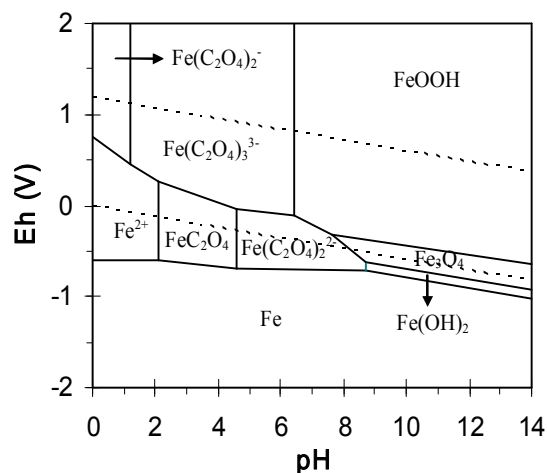
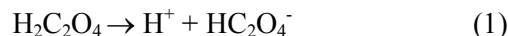


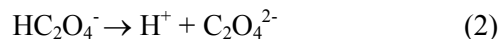
Figura 4. Diagrama de Pourbaix para el sistema hierro-oxalato

Figure 4. Pourbaix diagram for the system iron-oxalate

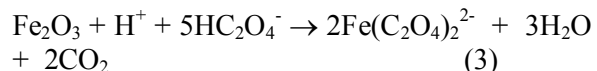
En solución, el ácido oxálico (H₂C₂O₄) se disocia liberando el ion bioxalato (HC₂O₄⁻):



Por su parte, el bioxalato formado se disocia liberando el ion oxalato (C₂O₄²⁻):



De estas especies, se considera que el bioxalato es el responsable de la disolución del hierro [10]:



Por tanto, las condiciones en el medio lixivante deben ser tales que favorezcan la prevalencia del ion HC₂O₄⁻.

Como se mencionó anteriormente, el estudio de lixiviación se realizó en tres etapas: en primer lugar se evaluó el efecto de la temperatura, luego el del pH y finalmente el del tiempo.

3.4.1 Efecto de la temperatura sobre la disolución de hierro

Todos los ensayos se realizaron bajo las siguientes condiciones: 10% p/v de sólidos, solución de ácido oxálico 0,4M, pH=1 (sin ajuste de pH), 2 horas de lixiviación.

De acuerdo con la figura 5, hay un efecto favorable del aumento de la temperatura, pasándose de 3,5% de disolución de hierro a temperatura ambiente a 59% a 90°C.

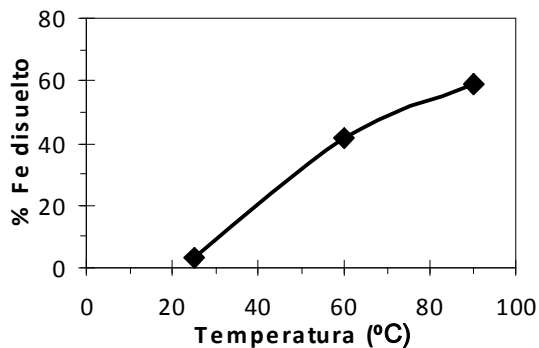


Figura 5. Efecto de la temperatura sobre la disolución de hierro

Figure 5. Effect of temperature on the dissolution of iron

Es decir, el proceso de disolución de hierro con ácido oxálico tiene que ser activado térmicamente para que sea eficiente. Lo cual, por otro lado, es un indicador de que el sistema presenta un control químico. Resultados parecidos han encontrado autores como Mandal y Banerjee, 2004 [2] y Lee y col, 2006 [11].

Teniendo en cuenta estos resultados, la evaluación de las otras dos variables, se llevó a cabo a 90°C.

3.4.2 Efecto del pH sobre la disolución de hierro

Esta serie de ensayos se realizó en las siguientes condiciones experimentales: 10% p/v de sólidos,

solución de ácido oxálico 0,4M, 2 horas de lixiviación a 90°C.

La disolución de hierro aumenta al aumentar el pH de 1 a 3, y disminuye al seguir aumentando el pH hasta 4 (figura 6); es decir, se tiene una disolución máxima a pH=3.

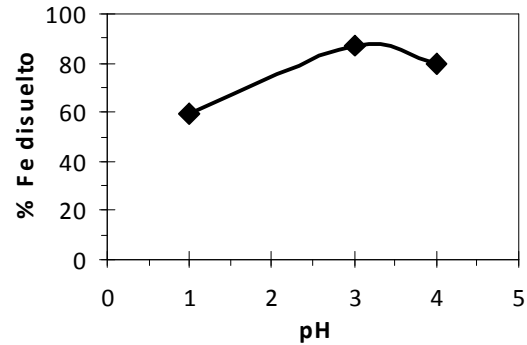


Figura 6. Efecto del pH sobre la disolución de hierro

Figure 6. Effect of pH on the dissolution of iron

Estos resultados están en concordancia con lo concluido por Lee y col., 2006 [11] y 2007 [10], en cuanto a la dependencia de la especiación de los iones en la solución de ácido oxálico con el pH. A un pH entre 1,0 y 2,0 la disociación del $H_2C_2O_4$ es baja, siendo este compuesto la especie predominante. Mientras que a pH entre 2,5 y 3,0 el ion predominante es el bioxalato ($HC_2O_4^-$). Por su parte a un pH superior a 3,5 predomina el ion oxalato ($C_2O_4^{2-}$). Es decir, a un pH cercano a 3,0 se tiene mayor preponderancia del ion bioxalato, el cual es el responsable de la disolución de hierro (ver reacción 3), lo cual se refleja en mayor porcentaje de disolución de hierro.

3.4.3 Efecto del tiempo sobre la disolución de hierro

Las condiciones de realización de estos ensayos fueron: 10% p/v de sólidos, solución de ácido oxálico 0,4M, 90°C de temperatura y pH=3.

La curva cinética, presentada en la figura 7, indica que la máxima disolución de hierro se obtiene después de 3 horas de lixiviación (98%). Por otro lado, dicha curva presenta dos zonas con cinéticas diferentes: una rápida en los primeros 30 minutos de lixiviación y otra más

lenta a tiempos mayores, lo cual sugiere la pasivación de la superficie de las partículas.

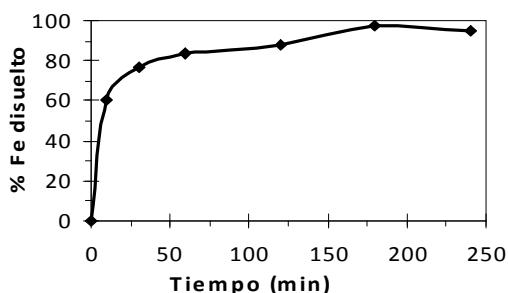


Figura 7. Cinética de la lixiviación de hierro
Figure 7. Kinetics of iron leaching

El producto pasivante seguramente es FeC_2O_4 , que es la especie sólida que se podría formar a los valores de pH estudiados, tal como lo indica el diagrama de Pourbaix (figura 4). A medida que la reacción procede, el pH de la solución cerca de la superficie de las partículas aumenta, debido al consumo de los iones hidrógeno (ver reacción 3); pudiéndose alcanzar, en esta zona, valores de pH superiores a 4,0. A estos mayores valores de pH, el oxalato existe principalmente como $C_2O_4^{2-}$. Esto es acompañado por la acumulación de Fe^{2+} cerca de la interfase de reacción; creándose, por lo tanto, condiciones favorables para la formación de oxalato ferroso sólido. Lee y col., 2006, [11] observaron un comportamiento parecido durante la lixiviación de hematita pura, concluyendo que la cinética está controlada por la difusión a través de una capa de productos.

3.5 Caracterización de la arcilla beneficiada

3.5.1 Composición química y mineralógica

El difractograma de la arcilla beneficiada (figura 8), no revela la formación de una fase cristalina diferente a las presentes inicialmente en la arcilla (figura 1). La ausencia de FeC_2O_4 en el difractograma no implica que no se formara, sino más bien que la cantidad formada es demasiado pequeña, en proporción a la cantidad inicial de hierro en la arcilla (3,25%) antes de su lixiviación.

De este difractograma, también hay que resaltar la ausencia de la fase hematita, lo cual corrobora el éxito de la etapa de lixiviación.

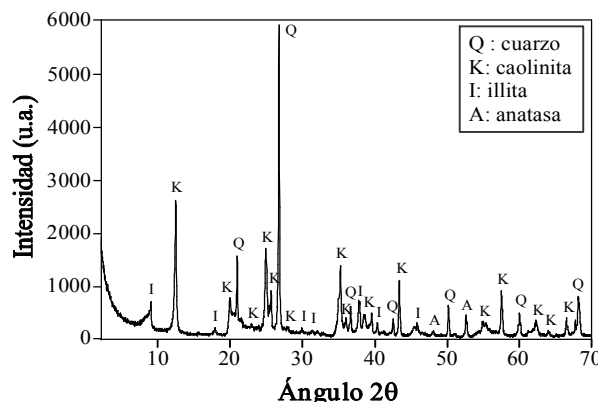


Figura 8. Difractograma de la arcilla beneficiada
Figure 8. Beneficiated clay diffractogram

Comparando la composición química de la arcilla beneficiada (tabla 5) con la de la arcilla antes de su beneficio (tabla 2), es evidente el aumento en el contenido de SiO_2 y Al_2O_3 , lo cual implica la concentración de la fracción arcillosa, pero no la separación de cuarzo. Además, estos análisis corroboran de nuevo la eficiente remoción de hierro, especialmente por el proceso de lixiviación.

Tabla 5. Análisis químico por Fluorescencia de Rayos X de la arcilla luego de su beneficio
Table 5. Chemical analysis of the clay after its beneficiation by XRF

Analito	%	Analito	%	Analito	%
SiO_2	61,953	SO_3	0,182	P_2O_5	0,048
Al_2O_3	33,949	TiO_2	1,385	SrO	0,026
Fe_2O_3	0,382	MgO	0,789	Rb_2O	0,011
K_2O	1,249	ZrO_2	0,022	Y_2O_3	0,004

Por otro lado, la relación Si/Al en la arcilla luego de su lixiviación es de 1,6, mientras que antes de dicho proceso era de 1,35; lo cual es un indicador de que el ácido oxálico tiende a destruir la matriz arcillosa, disolviendo preferencialmente el aluminio.

El análisis semi-cuantitativo por DRX de la arcilla beneficiada (tabla 6), obtenido por el método Rietveld, señala que a pesar de aumentarse el contenido de cuarzo (22,5%), la arcilla luego de su beneficio mantuvo un alto contenido de caolinita (51,5%), incluso levemente superior al inicial (49,4%).

Tabla 6. Análisis semi-cuantitativo de la arcilla beneficiada por DRX

Table 6. Semi-quantitative analysis of the beneficiated clay by XRD

Compuesto	Composición química	Contenido (%)
Cuarzo	SiO ₂	22,5
Illita	(K,H ₃ O)Al ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH) ₂	24,3
Caolinita	Al ₂ (Si ₂ O ₅)(OH) ₄	51,5
Anatasa	TiO ₂	1,7

3.5.2 Color y plasticidad

En la figura 9 se presentan dos fotografías de la arcilla antes y después del proceso de beneficio. De aquí, resulta evidente el blanqueo de la arcilla, en concordancia con el alto porcentaje de disolución de hierro.

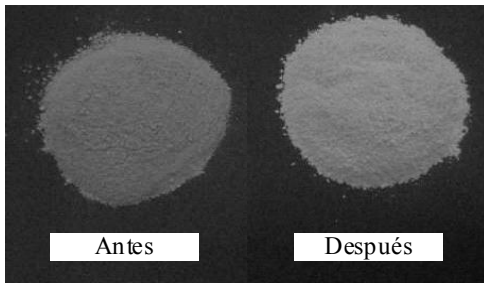


Figura 9. Arcilla: antes y después de su beneficio
Figure 9. Clay: before and after its beneficiation

Los límites de Atterberg: límite líquido (LL), límite plástico (LP) e índice de plasticidad (Ip) de la arcilla, antes y después de su beneficio se presentan en la tabla 7. Ubicando el límite líquido y el índice de plasticidad sobre el diagrama de Casagrande (figura 10) se clasificaron las arcillas según su plasticidad [12].

Tabla 7. Límites de Atterberg para la arcilla antes y después de su beneficio

Table 7. Atterberg's limits for the clay before and after its beneficiation

Arcilla	LP	LL	Ip
Antes del beneficio	25,0	41,3	16,3
Después del beneficio	41,3	71,5	30,2

Con el proceso de beneficio de la arcilla se aumenta notablemente la plasticidad de la arcilla, pasando de mediana plasticidad (Ip = 16,3) a alta plasticidad (Ip = 30,2). Este fenómeno se debe a la parcial remoción de cuarzo libre, así como a las transformaciones de la superficie de las partículas arcillosas durante su lixiviación con ácido oxálico.

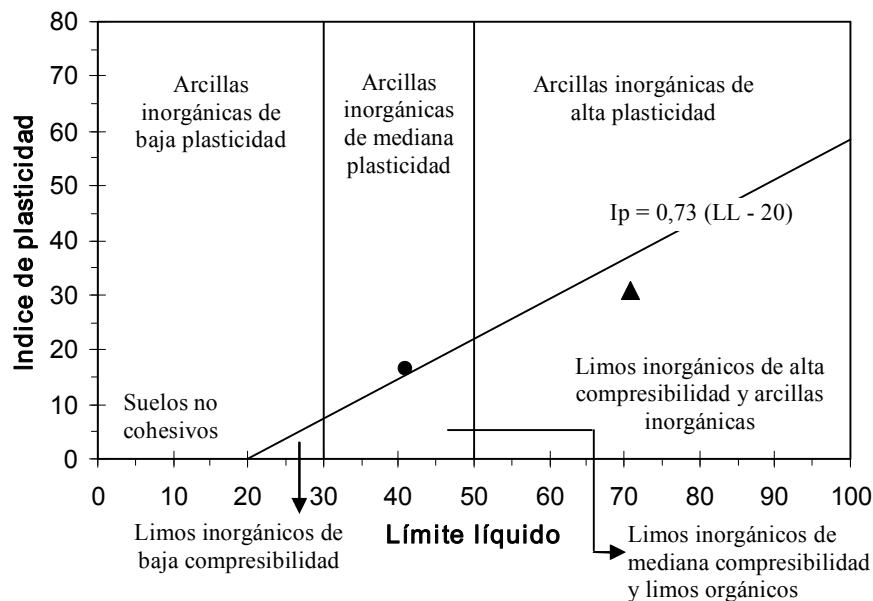


Figura 10. Plasticidad de la arcilla según el diagrama de Casagrande (antes (●) y después (▲) del beneficio)
Figure 10. Clay plasticity according to Casagrande's diagram (before (●) and after (▲) the beneficiation)

3.5.3 Refractoriedad

Finalmente, se determinó la refractoriedad de los cerámicos obtenidos con la arcilla beneficiada, para lo cual se sinterizaron probetas cerámicas a 1200, 1300 y 1400°C. En la tabla 8 se relaciona el índice de ablandamiento de cada probeta.

Tabla 8. Refractoriedad de los cerámicos obtenidos con la arcilla beneficiada

Table 8. Refractoriness of the ceramics obtained with the beneficiated clay

Temperatura de Sinterización (°C)	# Cono equivalente "Orton"	Temperatura de ablandamiento (°C)
1200	18	1520
1300	20 a 27	1564-1640
1400	16 a 18	1491-1522

De acuerdo con estos resultados, se concluye que con la arcilla beneficiada es posible fabricar refractarios con un punto de ablandamiento alrededor de los 1600°C, al sinterizarlos a 1300°C.

4. CONCLUSIONES

Mediante las etapas de tamizaje y sedimentación se redujo la relación Si/Al en un 12% (de 1,52 a 1,35), mientras que el contenido de Fe₂O₃ pasó de 7,47 a 4,65%.

El proceso de separación del cuarzo libre de la arcilla mediante tamizaje en húmedo y sedimentación no fue eficiente, dado que éste presenta un tamaño de partícula muy fino, similar a la de las especies arcillosas ($D_{50} = 9,81 \mu\text{m}$).

La mayor disolución de hierro (98%) de la arcilla, con solución 0,4 M de ácido oxálico, se obtuvo con las siguientes condiciones: temperatura de 90°C, pH de 3 y tiempo de 3 horas. Bajo estas condiciones se logró "blanquear" la arcilla.

Durante la lixiviación de hierro con ácido oxálico, se destruye parte de la matriz arcillosa, disolviéndose especialmente aluminio, motivo por el cual la relación Si/Al aumenta de 1,35 a 1,6 luego de tal proceso.

Con el proceso de beneficio de la arcilla planteado (tamizaje-sedimentación-lixiviación), se logró obtener un cerámico refractario con punto de ablandamiento de 1600°C aproximadamente, luego de su sinterización a 1300°C.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a la Vicerrectoría de Investigación y Extensión de la Universidad Industrial de Santander por la financiación de esta investigación, a través del proyecto 5426: "Diseño de un procedimiento sistematizado para la fabricación de tejas y ladrillos con las arcillas de la vereda Guayabal del municipio de Barichara".

REFERENCIAS

- [1] NORMA NTC 623, Materiales refractarios. Clasificación general, Normas Técnicas Colombianas (ICONTEC), Bogotá, 2003.
- [2] MANDAL, S. K. and BANERJEE, P. C. Iron leaching from China clay with oxalic acid: effect of different physico-chemical parameters, *Int. J. Miner. Process*, 74, 263-270, 2004.
- [3] AMBIKADEVI, V. R. and LALITHAMBIKA, M. Effect of organic acids on ferric iron removal from iron-stained kaolinite, *Applied Clay Science*, 16, 133-145, 2000.
- [4] SANTOS, J. y MALAGÓN P. Estudio de mejoramiento del proceso de fabricación de tejas y ladrillos con las arcillas de la vereda Guayabal del municipio de Barichara (Santander) [Trabajo de Grado]. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2009.
- [5] BARBA, A. et al. Materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas. Instituto de Tecnología Cerámica, Castellón, España, 1997.

- [6] NORMA ASTM C27, Standard test method for pyrometric cone equivalent (PCE) of fireclay and high alumina refractory materials, ASTM International, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 2006.
- [7] RIDDICK, T. M. Control of colloid stability through zeta potential, Zeta-Meter. Inc., New York, 1981.
- [8] SAIKIA, N. J. et al. Characterization, beneficiation and utilization of a kaolinite clay from Assam, India, Applied Clay Science, 24, 93-103, 2003.
- [9] CHIARIZIA, R. and HORWITZ, E.P. New formulations for iron oxides dissolution. Hydrometallurgy, 27, 339-360, 1991.
- [10] LEE, S. O., TRAN, T., JUNG, B. H., KIM, S. J. and KIM, M. J. Dissolution of iron oxide using oxalic acid, Hydrometallurgy, 87, 91-99, 2007.
- [11] LEE, S. O., TRAN, T., PARK, Y. Y., KIM, S. J. and KIM, M. J. Study on the kinetics of iron oxide leaching by oxalic acid, Int. J. Miner. Process, 80, 144-152, 2006.
- [12] DUITAMA, L., ESPITIA, C., MOJICA, J., QUINTERO, J. y ROMERO, F. Composición mineralógica y química de las arcillas empleadas para cerámica roja en las zonas de Medellín, Itagüí y Amagá, Rev. Acad. Colomb. Cienc., 28, 555-564, 2004.