







Arcillas caoliníferas: elaboración de geopolímeros con caolín de baja calidad Kaoliniferous clays: geopolymer processing with low quality kaolin

J. Valdez-Sierra ^a, F. Legorreta-García ^a, A.L. García-Hernández ^{a*}, L.E. Ibarra-Cruz ^a, N.K. Pérez-González ^a,
D. Díaz-Guzmán ^a

^a Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Laboratorio de Tecnología de Cerámicos, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, 42184, Pachuca, Hidalgo, México

Resumen

En el siguiente trabajo de investigación se presenta la diferencia que existe entre caolinita, caolín, arena de caolín y metacaolín. Se realizaron estudios a una muestra representativa de arena de caolín, con diferentes técnicas de caracterización, como difracción de rayos X (DRX), fluorescencia de rayos X (FRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB). El polvo se calcina a dos temperaturas a 800 y 1000 °C, analizando la cristalografía de cada muestra. Se elabora un geopolímero a partir de metacaolín a diferentes temperaturas, aplicando y sin aplicar presión uniaxial, con el objetivo de valorar su resistencia a la compresión. Los geopolímeros presentan un promedio de resistencia a la compresión máxima de 112.05 MPa.

Palabras Clave: Caolín, caolín de baja calidad, metacaolín, caolinita, geopolímeros.

Abstract

The following research work presents the difference between kaolinite, kaolin, kaolin sand and metakaolin. Studies were carried out on a representative sample of kaolin sand, using different characterization techniques, such as X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF) and scanning electron microscopy (SEM). The powder is calcined at two temperatures at 800 and 1000 °C, analyzing the crystallography of each sample. A geopolymer is made from metakaolin at different temperatures, applying and not applying uniaxial pressure, in order to evaluate its compressive strength. The geopolymers present an average maximum compressive strength of 112.05 MPa.

Keywords: Kaolin, low quality kaolin, metakaolin, kaolinite, geopolymers.

1. Introducción

Las arcillas caoliníferas son materiales que contienen como fase principal caolinita. En la gran mayoría de la bibliografía se indica que la caolinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) es una arcilla y que es el principal componente del caolín, no obstante, el caolín puede estar compuesto por otros minerales que tienen la misma composición que la caolinita, pero incluso pueden poseer distinta estructura cristalina.

Puesto que la pureza de una arcilla es un concepto bastante ambiguo, se debe de disponer de algún criterio para definirla, la pureza de una arcilla se relaciona con la ausencia de otros minerales o componentes distintos de los propios minerales de la arcilla. Las composiciones químicas de los minerales de la arcilla, tal como se hallan generalmente en la naturaleza, son

muy variables, aunque siempre dentro de los límites de una identidad mineralógica (García-Verduch, 1985).

No obstante, es común encontrar en la literatura cierta similitud entre los términos de caolín y caolinita, causando confusión entre la terminología relacionada con los componentes del caolín. Por esta razón, una de las motivaciones de este trabajo, es hacer especial énfasis en las diferencias de cada una de las sustancias mencionadas, respetando las definiciones ya reportadas por la comunidad científica. Así mismo, se caracteriza una arcilla caolinífera para determinar su clasificación en base a trabajos científicos reportados. Y a partir de ello, se realiza su transformación en metacaolín para someterse a pruebas mecánicas de compresión uniaxial y se estudia la resistencia a la compresión.

*Autor para la correspondencia: ga354193@uaeh.edu.mx

Correo electrónico: ga354193@uaeh.edu.mx (Andrea Lizbeth García-Hernández), profe_974@uaeh.edu.mx (Felipe Legorreta-García), va189463@uaeh.edu.mx (Jonatan Valdez-Sierra), pe219945@uaeh.edu.mx (Nelly Karina Pérez-González), di264094@uaeh.edu.mx (Damián Díaz-Guzmán), ib368339@uaeh.edu.mx (Luz Elena Ibarra-Cruz)

Historial del manuscrito: recibido el 05/10/2022, última versión-revisada recibida el 22/11/2022, aceptado el 23/11/2022, publicado el 12/12/2022. DOI: <https://doi.org/10.29057/icbi.v10iEspecial7.9960>

1.1 Caolinita

La principal característica de la caolinita es la de ser un mineral con estructura y fórmula química definidas. Es una arcilla natural de color blanco y un silicoaluminato hidratado de fórmula química $Al_2Si_2O_5(OH)_4$. Su estructura pertenece a la familia de los filosilicatos que consiste en hojas octaédricas de alúmina y hojas tetraédricas de sílice apiladas alternativamente a través de grupos $-OH$ compartidos entre las hojas; su distribución másica en porcentaje es de 46.54% de SiO_2 , 39.5% de Al_2O_3 , 13.96% H_2O . Las estructuras polimórficas de la caolinita son la dickita, la nacrita y la halloysita (Chakraborty, 2014), (Bartolomé, 1997), no obstante, se ha dado a conocer otro polimorfo y raramente se menciona en la literatura: la Livesita, considerada como una “caolinita desordenada” (García-Verdúch, 1985). Algunos autores consideran a estos minerales polimórficos como minerales del grupo del caolín, sin embargo, si se analiza más a fondo, deberían considerarse minerales del grupo de la caolinita, puesto que conservan la misma composición química de este mineral.

1.2 Caolín

El caolín no es un mineral, es una arcilla compuesta de distintos minerales, posee caolinita o algunos de sus polimorfos (dickita, nacrita, halloysita o livesita) como fase cristalina principal. Esta arcilla puede poseer impurezas como cuarzo, micas, feldespatos, anatasa, óxidos de hierro y calcita, en proporciones muy variadas (Bartolomé, 1997), por lo tanto, su composición química es muy variable, teniendo como impureza principal a los polimorfos de la sílice.

La aplicabilidad del caolín en la industria está estrechamente relacionada con su calidad. La evaluación de la calidad del caolín puede ser determinada de manera analítica o empírica por medio de análisis físicos y químicos. Las características más comunes empleadas para determinar su calidad son: el índice de blancura (color), el tamaño de la partícula, la viscosidad y el análisis químico.

1.3 Clasificación del caolín

Las personas dedicadas a comercializar el caolín han implementado una clasificación empírica de la calidad, que determinan a simple vista basándose en el color, es decir, el caolín de color blanco lo consideran de primera calidad, el de color crema de segunda y el de color manchado o con tonos rojizos de tercera (García Reyes, 2004).

El Servicio Geológico Mexicano ha reportado una clasificación para el caolín, basándose en su composición química: silicoso, silicoso alunitico y plástico. El caolín silicoso tiene un alto contenido de sílice, mientras que el silicoso alunitico está compuesto principalmente por sílice y alunita $[KAl_3(SO_4)_2(OH)_6]$, el plástico contiene bajos porcentajes de sílice y por tal motivo es considerado un caolín de mejor calidad (García Reyes, 2004).

Por lo tanto, si se consideran estas clasificaciones, un caolín de buena calidad debe ser de color blanco y con un bajo porcentaje de sílice, mientras que un caolín de baja calidad debe de tener un alto contenido de sílice y una coloración rojiza.

Otra manera de determinar la calidad o pureza del caolín es mediante la evaluación geoquímica y tecnológica, basándose en el porcentaje en masa o molar de los óxidos de silicio y aluminio (SiO_2 / Al_2O_3) (Awad et al., 2017). La caolinita y sus polimorfos, tienen una relación de porcentaje en masa SiO_2 / Al_2O_3 de 1.1785, si un caolín tiene una relación cercana a este valor, es de excelente calidad.

Los caolines con más variedad de aplicaciones a nivel industrial, tienen una relación SiO_2/Al_2O_3 que oscila entre el 1.1785 y el 2.6 (Talabi et al., 2012); por ejemplo, en la industria farmacéutica, de papel y de la catálisis, se requiere una relación menor a 1.2 y para la industria de la cerámica, se reporta una relación alrededor de 2.5 (Bartolomé, 1997), (Tian Jun & Jin kai, 2002).

1.4 Caolín de baja calidad (CBC)

El CBC es una arcilla de caolín con un alto porcentaje de sílice. Así como los caolines puede haber diferentes coloraciones. Este material tiene una relación de SiO_2/Al_2O_3 alrededor de 3 o superior, esto sugiere que es un caolín silicoso de baja calidad, cuyas aplicaciones son muy limitadas, sin embargo, se han desarrollado investigaciones haciendo uso de este material (Bustamente García, 2012).

La caolinita tiene una dureza en la escala de Mohs de 2 y el cuarzo de 7, por lo tanto, se intuye que entre más duro sea el caolín posee mayor cantidad de sílice, mientras que, entre más blando, sugiere contener más caolinita (Saikia et al., 2003).

En efecto, Mitrović & Zdujić, realizaron un análisis de tamaños de partícula de un caolín de baja calidad mediante tamizado, una de sus observaciones fue que las partículas mayor a $104.7\mu m$ contenían aproximadamente 90% en peso de cuarzo (Mitrović & Zdujić, 2014).

En la Tabla 1 se presenta una clasificación de arcillas caoliníferas, sus aplicaciones y las referencias correspondientes.

Tabla 1. Clasificación de arcillas caoliníferas y sus aplicaciones

Material	Relación másica SiO_2/Al_2O_3	Aplicación	Referencia
Caolinita	1.1785	Farmacéutica	(Awad et al., 2017) (López-Galindo et al., 2007)
Caolín	1.1785-2.6	Farmacéutica, papel, cerámica, catálisis	(Secretaría de Economía, 2020), (García Reyes, 2004), (López-Galindo et al., 2007), (Kuliffayová et al., 2012)
CBC	>2.6	Cementera, refractaria, zeolita GIS	(Bartolomé, 1997), (Tian Jun & Jin kai, 2002), (Ibarra-Cruz et al., 2021)

Lo comentado anteriormente, al relacionarlo con el proceso industrial, los caolines de baja calidad, con alto contenido de sílice principalmente, deben ser finamente molidos para mejorar su manejabilidad e incrementar su comercialización. Durante este proceso, se genera un material secundario (residuo) de alta dureza, que no puede ser fácilmente molido a

la malla adecuada (generalmente a un tamaño de partícula inferior a $75 \mu\text{m}$). Este residuo contiene un alto contenido de sílice. El material medianamente pulverizado es considerado como desecho en la industria caolinera, y debido a que tiene una relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ mayor a 2.6, en este trabajo se le denominará caolín de baja calidad CBC.

1.5 Metacaolín

El metacaolín es el resultado de la calcinación de un caolín o de una CBC a temperaturas de entre 600°C y 1000°C . El tratamiento permite la pérdida de las moléculas de grupos OH- de la caolinita, de tal manera que se modifica la estructura cristalina inicial del caolín, obteniendo como resultado partículas amorfas y porosas (Liew et al., 2012), (Wang et al., 2010), (Chandrasekhar, 1996), (Wang et al., 2010). Un caolín con una relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 1.179, fue calcinado a diferentes temperaturas, 500 , 600 , 700 , 800 y 900°C , el autor indicó que la metacaolinización se obtuvo completamente a los 600°C (Chandrasekhar, 1996). En diferentes publicaciones, se sugiere que la temperatura de calcinación incrementa cuando la cantidad de cristales de sílice presente en la muestra aumenta, como lo publicó Wang y colaboradores, quienes llevaron a cabo una temperatura de calcinación mínima de 800°C para obtener un metacaolín a partir de un caolín con una relación en masa $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 2.357. Cabe mencionar que la única fase cristalina que permanece en el difractograma de este trabajo, es la de cuarzo, resultados similares ha sido reportados por otros autores (Liew et al., 2012; Wang et al., 2010).

Se han desarrollado estudios a fin de conferirle un uso a las arenas de caolín o al caolín, posterior al proceso de calcinación, formando un metacaolín con la finalidad de elaborar geopolímeros. Tal es el caso del trabajo de Kuliffayová y colaboradores, quienes han sustituido al cemento Portland por caolín calcinado con una relación de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de aproximadamente de 2, en cantidades de 0, 5, 10 y 15% en masa por metacaolín (Kuliffayová et al., 2012). En otro trabajo mezclan metacaolín, hidróxido de sodio, y silicato de sodio para obtener cemento, obteniendo valores de resistencia máxima a la compresión de 7.4 MPa. En el estudio de Zhang, designaron diferentes relaciones molares de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, para investigar los efectos sobre la resistencia mecánica y la microestructura. El análisis de resultados reveló que la mayor resistencia a la compresión (34,9 MPa) se logró con $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=5,5$ (Yunsheng et al., 2010).

En este trabajo de investigación, se hizo una caracterización de CBC, se obtuvo metacaolín a temperaturas de 800 y 1000°C . El metacaolín se utilizó como materia prima para fabricar probetas de geopolímeros aplicando presión y sin aplicar presión, finalmente, se analizó la resistencia a la compresión de las mismas.

2. Metodología

El precursor, arena de caolín, fue proporcionado por la empresa Moliendas Barycar S. de R.L. de C.V. Ubicada en el municipio de Metepec perteneciente al estado de Hidalgo. Dicha empresa clasifica al mineral de acuerdo a molinos, para este trabajo de investigación se tomó la muestra del molino 2.

El proceso experimental fue el siguiente: la preparación del material se pulverizó en un mortero ágata, enseguida se hizo pasar por un tamiz con número de malla #200, hasta obtener un tamaño de partícula inferior a $75 \mu\text{m}$. Este proceso fue realizado con el objetivo de analizar por medio de diferentes técnicas de caracterización para: conocer la composición química, así como, fases presentes y su morfología.

2.1. Síntesis del geopolímero y prueba de resistencia a la compresión

La síntesis del geopolímero se realizó mezclando de manera homogénea las cantidades adecuadas de 80% en masa de polvo de metacaolín y 20 % de solución NaOH 8M y se sometió a un proceso de compactación con una prensa hidráulica, ejerciendo, 9700 MPa de presión. Se elaboraron un total de 8 probetas cilíndricas de 1.5 cm de diámetro por un 1 cm de altura. Cuatro probetas con metacaolín calcinado a 800°C ; dos probetas con la presión máxima ejercida por la prensa y otras dos sin presión. Además, se fabricaron el mismo número de probetas con metacaolín a 1000°C (con y sin presión). Las probetas se secaron a 90°C durante 20 h. La resistencia a la compresión de las probetas se determinó con una prensa hidráulica convencional de laboratorio con medición de presión, la velocidad de pistón fue de 1.5 mm/s. Las pruebas se realizaron por duplicado.

En la Figura 1, se observa paso a paso el desarrollo experimental que se llevó a cabo para la caracterización, empleando diversas técnicas para su análisis, así como la elaboración de los geopolímeros y el ensayo de las pruebas de compresión:

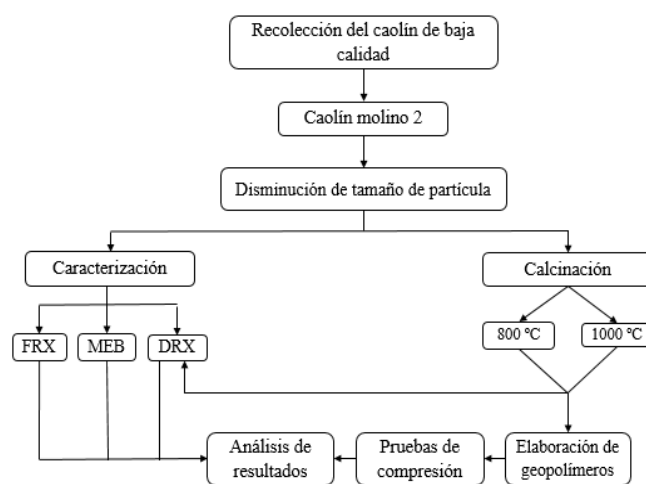


Figura 1. Desarrollo experimental

3. Caracterización

3.1. Composición química elemental de CBC por fluorescencia de Rayos X (FRX)

El CBC se preparó a un tamaño de partícula inferior a $75 \mu\text{m}$ y se analizó por FRX para determinar la composición química total de la muestra. El análisis de los elementos mayoritarios se realizó en muestras fundidas con una dilución al 10% empleando como fundente una mezcla de TLB: MBL 1:1, como agente liberante se adicionaron $50 \mu\text{L}$ de una

solución de LiI formada con 250 g/L. La pérdida por calcinación (PXC) se determinó calentando 1 g de muestra en base seca a 950 °C por 1 hora, y midiendo posteriormente la pérdida de masa en porcentaje.

3.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El análisis de CBC en microscopía electrónica de barrido (MEB) se realizó en un JSM-IT300 (JEOL Ltd., Tokio, Japón) y un detector de rayos X OXFORD (OXFORD Instruments, Oxford, Reino Unido) con 30 kV de tensión de aceleración. El análisis se realizó con polvos de la muestra colocados en capas uniformes, donde se hicieron rutinas puntuales semicuantitativas en áreas de barrido de aproximadamente 4.5 mm².

3.3. Estudio cristalográfico (DRX)

El mineral se caracterizó por medio de la técnica de difracción de rayos X (DRX) para observar la identificación de las fases cristalinas a temperatura ambiente. Los materiales se analizaron con un difractómetro marca INEL modelo Equinox 2000, la fuente de irradiación fue de Co Kα1 (λ=1.789010 Å), con un detector curvo, 30 mA de corriente y un voltaje de 25 kV. Los patrones de difracción de rayos X se indexaron con el programa Match.

4. Análisis y resultados

4.1. Análisis morfológico por MEB

En la figura 2 se presenta la imagen por MEB de los polvos de arena de caolín usados en este trabajo. Se observa que las partículas que la componen, tienen una morfología de caolín criptocristalino (Marfil et al., 1980), con un tamaño heterogéneo en un rango de 1.2 a 7.8 μm. Además, se aprecia la posibilidad de una partícula de caolín silicificado (Nouri & Masoumi, 2020) con un tamaño de 45.5 μm.

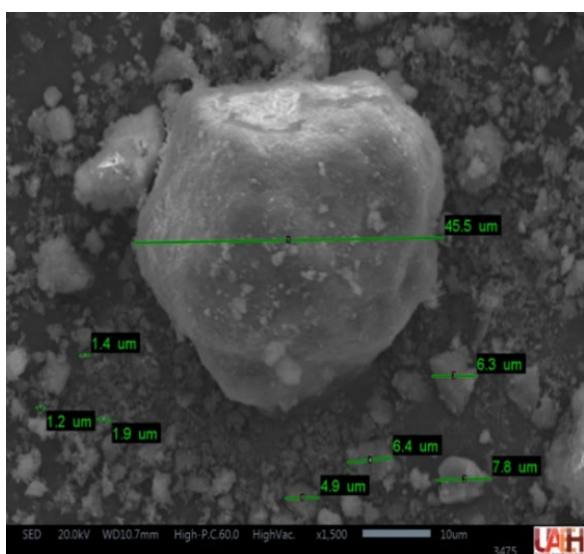


Figura 2. Imagen por MEB de CBC, se muestran algunas mediciones realizadas a las partículas.

La morfología presente corresponde a partículas agregadas (cúmulos de partículas muy finas) con tamaño inferior a 1 μm

y de contorno difuso, no es resoluble en estas imágenes. También se observan aglomerados de partículas con dimensiones de 1-45 μm.

4.2. Análisis químico elemental y morfológico por MEB-EDS

Se obtuvieron los tamaños de algunas partículas de la micrografía, con ayuda del programa *ImageJ*. Los aglomerados de partículas más nítidos con tamaño superior a ~1 μm se midieron y contabilizaron mostrándose en el histograma de distribución de tamaño de la figura 3. Nótese que, de acuerdo a estas mediciones, este grupo de partículas se determina una mayor proporción entre 1 y 4 micrómetros

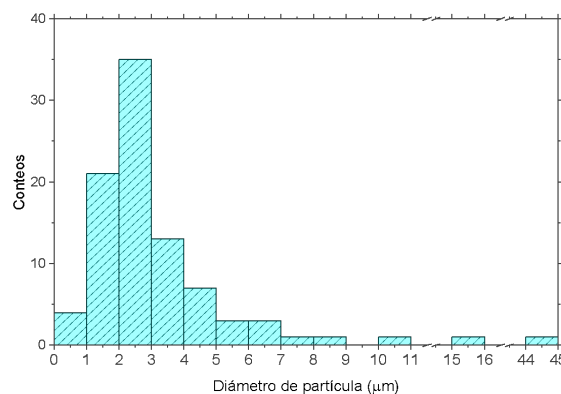


Figura 3. Histograma de distribución de tamaño determinado a partir de la imagen por MEB.

De acuerdo al análisis químico elemental por MEB-EDS de la partícula señalada en la tabla 2 se muestra la composición total. Esta se compone principalmente de oxígeno, silicio y aluminio (66.32, 28.14 y 5.02 % en fracción atómica respectivamente) representando el 99.48% y en menor cantidad de calcio, potasio y titanio. La presencia del aluminio sugiere la existencia de pequeños cristales de caolinita inmersos en una matriz de sílice, que es similar a las caolinitas de baja cristalinidad que se reportado con anterioridad (Marfil et al., 1980), donde los autores señalan que estos cristales de caolinita carecen de morfología observable y se presentan dentro de diques de ópalo sin que exista una clara distinción entre ambas especies.

Tabla 2: Análisis químico elemental por MEB-EDS de la partícula de arena de caolín.

Elemento	Fracción atómica %
O	66.32
Al	5.02
Si	28.14
K	0.08
Ca	0.35
Ti	0.08
Total	100.00

4.3. Análisis químico

En la Tabla 3 se presenta el análisis químico realizado por Fluorescencia de Rayos X (FRX). La arena presenta una cantidad importante de átomos de silicio y oxígeno reportados en el análisis como SiO₂; sin embargo, del total de dichos átomos contabilizados, una parte pertenece a la caolinita, otra parte a la sílice y probablemente otra parte pertenece a otras arcillas, formadas con los demás elementos detectados. Nótese como la cantidad de Al₂O₃ y la pérdida por calcinación (PXC) disminuyen al incrementar la cantidad de SiO₂, indicando que entre más pequeña sea la cantidad del resultado de PXC, el material contiene menos caolinita. La suma de los porcentajes de Al₂O₃, SiO₂ y PXC, resultan ser de 98.866 y de 98.476, lo que significa que menos del 2% de la masa total pertenece a otros compuestos, lo cual está muy por encima de lo reportado en la literatura revisada. El material analizado en este trabajo muestra una relación SiO₂/Al₂O₃ de 5.860, clasificado como arena de caolín.

Tabla 3: Análisis químico de CBC estudiada

Componente	M2
Al ₂ O ₃	13.423
SiO ₂	78.663
TiO ₂	0.303
Fe ₂ O ₃	0.332
MnO	0.003
MgO	0.021
CaO	0.062
Na ₂ O	0.000
K ₂ O	0.362
P ₂ O ₅	0.052
PXC	6.780
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	5.860

4.4. Estudio Cristalográfico (DRX)

En la figura 4 se observan tres difractogramas a): de CBC sin calcinar; b) del caolín calcinado a 800 °C; c) calcinado a 1000 °C.

En la muestra sin tratamiento (figura 4a), se identificaron cinco fases cristalinas, caolinita, cuarzo, cristobalita, dickita y sílice, con fichas PDF 96-900-5021, 96-900-8229, 96-900-0123, 96-900-9235 y 96-810-3727, respectivamente. Se observa que el pico con mayor intensidad pertenece al cuarzo, en 30.91° 2θ, los siguientes picos significativos se encuentran en 24.22° y 25.44° 2θ, el primero comparte las fases de dickita y cuarzo, mientras que el siguiente comparte las fases caolinita y cristobalita. Se han observado patrones similares en otros trabajos de investigación, (Tironi et al., 2012), (Dewi et al., 2018), (Hernández Pérez, 2017) y (Drits et al., 2019), con la diferencia en que, el pico mayoritario es de caolinita obteniendo relaciones SiO₂/Al₂O₃ entre 1.17 a 1.24, indicando tratarse de un caolín, ver tabla 1. Otros trabajos (Torres et al., 2010), (Nouri & Masoumi, 2020), presentan difractogramas con mayor intensidad en el pico de cuarzo, con una relación SiO₂/Al₂O₃ de 2.86 y de 3.53, los cuales entran en la clasificación de arena de caolín.

En la figura 4b, se observa el difractograma de un metacaolín calcinado a 800 °C. Las fases identificadas son; metacaolín calcinado a 800 °C. Las fases identificadas son; metacaolín calcinado a 800 °C. Las fases identificadas son; metacaolín calcinado a 800 °C.

señales de difracción de la fase caolinita que se encuentra en el caolín sin tratamiento (figura 4a) ya no se detectan en la muestra a 800 °C, indicando el colapso de la estructura cristalina de la caolinita, debido a que los iones OH se pierden durante la calcinación. Sin embargo, el aluminio, silicio y oxígeno aún están presentes en la muestra. A esta temperatura de calcinación, ya se detecta la fase cristalina de la mullita a 29.98° y 47.28° 2θ con ficha PDF 96-900-1322. Se observa además que el pico a 47.28° comparte dos fases; cuarzo y mullita. Según el diagrama de fases binario Al₂O₃ - SiO₂, publicado por Zhuravlev y colaboradores, la mullita está presente a partir de una temperatura de 500 °C. (Zhuravlev et al., 2012). También se observa la fase anatasa a 29.93° 2θ (fase polimórfica de TiO₂), esto se debe a que en el análisis químico referente al CBC (tabla 3) se encontró evidencia de TiO₂. La anatasa comienza a estar presente a partir de una temperatura de 450°C (Castrejon et al., 2018). Finalmente, en la figura 4c, se observa el difractograma de un metacaolín calcinado a 1000 °C. Las fases identificadas son; cuarzo, cristobalita, anatasa y mullita donde a, 29.98° 2θ se presenta una señal de difracción de la fase mullita más intensa. Se observa que, cuando la temperatura de calcinación incrementa, la intensidad de cuarzo disminuye, mientras que las fases de la mullita y anatasa aumentan.

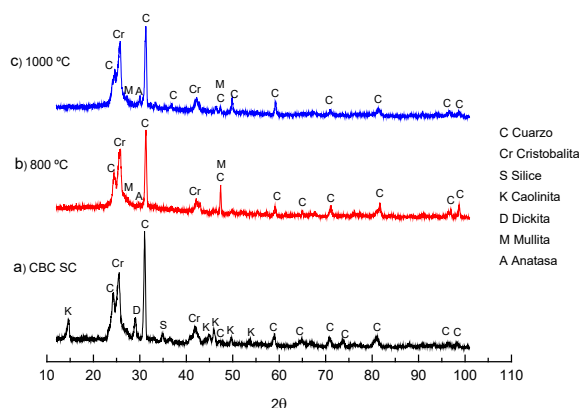


Figura 4. Identificación de las fases presentes en: a) CBC sin calcinar (SC), b) calcinado a 800° y c) calcinado a 1000 °C.

4.5. Pruebas de resistencia a la compresión

En la tabla 4 se muestran los valores de la densidad y resistencia máxima a la compresión para cada uno de los geopolímeros elaborados a una relación SiO₂/Al₂O₃ constante de 5.860. Se asume que la densidad de los geopolímeros a 1000 °C con y sin presión previa, es ligeramente superior debido a que, a esa temperatura de calcinación, incrementa la fase mullita (ver figura 4c, cuyos cristales se denotan con la letra M). Sin embargo, la resistencia a la compresión es mayor a 800 °C, lo cual se atribuye a una mayor presencia de cuarzo. En efecto, estudios de un sistema Alúmina – mullita – cuarzo, ponen en evidencia un incremento de resistencia a la compresión al adicionar fracciones molares de cuarzo de 0.2 a 0.6 (De Sousa et al., 2017). Algunos autores afirman que el mejoramiento de las propiedades mecánicas esta influencia principalmente por el refuerzo de la matriz vítrea debido a los granos de cuarzo más que a la cantidad de mullita (Ospina Gómez, 2016), (De Noni et al., 2009).

Tabla 4: Valores de densidad y fuerza de compresión total

#	Geopolímeros	Densidad	Resistencia a la compresión (MPa)
1	M2 800 °C C/P	1.63	112.05
2	M2 800 °C S/P	1.37	90.8
1	M2 1000 °C C/P	1.67	92.8
2	M2 1000 °C S/P	1.39	93.45

En las figuras 5 y 6 se observan las gráficas de la presión total en MPa y la densidad de los geopolímeros elaborados a 800° y 1000 °C.

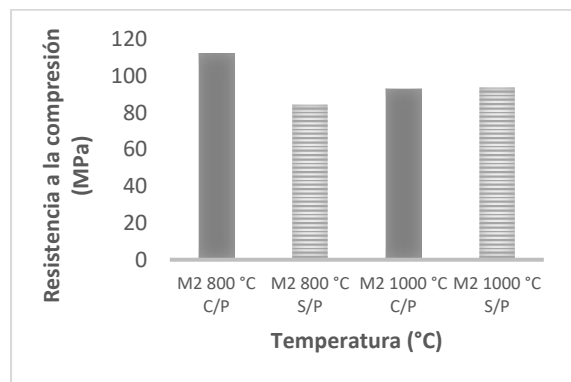


Figura 5. Presión total de las probetas de acuerdo a la temperatura de calcinación del caolín. C/P= con presión, S/P = sin presión

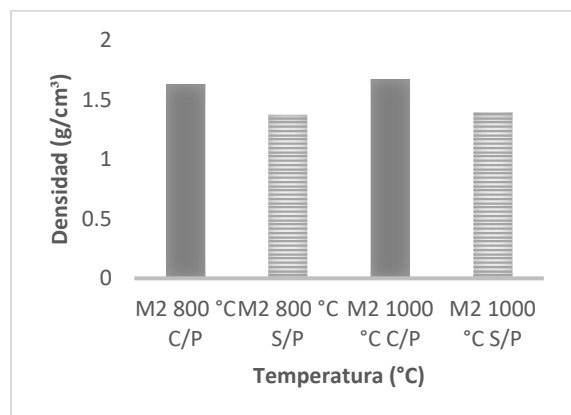


Figura 6. Densidad total de las probetas de acuerdo con la temperatura de calcinación del caolín. C/P = con presión, S/P = sin presión

4.6. Efecto de la aplicación de la presión

De los ensayos a la compresión realizados, las fracturas se pueden dividir en fractura dúctil, sin presión, figura 7a) y fractura frágil, aplicando presión previa, figura 7b). La fractura sin compresión uniaxial previa se manifiesta en partículas grandes quedando parte del material después de la prueba, como un cono invertido, puede ser explicado a que, al no aplicar presión previa, existen más espacios entre partículas que amortiguan la fuerza, permitiendo plasticidad, una alta proporción de fuerzas de corte y la grieta inicia en la parte media de la probeta. No obstante, en aquellas probetas que sufrieron una presión previa al secado, existe un menor espacio entre partículas, inhibiendo la tolerancia de fuerzas de corte y mayor fricción entre ellas, por lo que la grieta puede iniciar en cualquier lugar y la probeta se fractura de manera frágil. Ciertamente, en el trabajo de Huang et al., se estudió el comportamiento de la fractura y análisis de energía de una

mesoestructura de concreto en tres dimensiones bajo compresión uniaxial (Huang et al., 2019). Los autores explican que, al haber mayor espacio para aplicar la fuerza, hay una restricción de las superficies de carga, por lo que las grietas ocurren principalmente en la parte media a lo largo de la dirección de la altura. Asimismo, al haber menos espacio de aplicación de la fuerza, la deformación de la probeta es menor y las grietas ocurren principalmente cerca de las superficies libres.



Figura 7. Probetas después de haber sido fracturadas en la prueba de compresión a) Sin previa aplicación de la presión b) Aplicando presión isostática previa de 490.5 kN

5. Conclusión

En el presente trabajo de investigación se determinó que la principal diferencia que hay entre caolinita, caolín y arena de caolín es la relación en masa de SiO₂/Al₂O₃, mientras que el metacaolín es el resultado de la caolinita, del caolín o de CBC, en el momento en que la estructura de la caolinita colapsa.

El polvo de arena de caolín estudiado resultó tener una relación SiO₂/Al₂O₃ de 5.860, resultados que se confirmaron con FRX. El polvo de arena de caolín sin tratamiento, presenta una fase cristalina que pertenece al cuarzo que permanece a 800 y 1000 °C.

A 800 °C se presenta la formación de una nueva fase cristalina que es la mullita (Al₆Si₂O₁₃) y que es más significativa a 1000 °C.

Se encontró que la resistencia a la compresión máxima de los geopolímeros elaborados, fue de 112.05 MPa, cuando se emplea el polvo calcinado a 800 °C, aplicando presión. A 1000 °C se presenta la formación de mullita de manera más significativa, lo que perjudica al geopolímero, dando como resultado menor resistencia a la compresión comparadas con aquellas muestras calcinadas a 800 °C.

Estos resultados permiten evidenciar que los geopolímeros elaborados en este trabajo, sean considerados como posibles sustitutos del cemento.

Agradecimientos

A la Universidad Nacional Autónoma de México por apoyarnos en los análisis químicos por FRX.

Referencias

Awad, M. E., López-Galindo, A., Setti, M., El-Rahmany, M. M., & Iborra, C. V. (2017). Kaolinite in pharmaceuticals and biomedicine. *International Journal of Pharmaceutics*, 533(1), 34–48. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2017.09.056>

Bartolomé, J. F. (1997). El Caolín: composición, estructura, génesis y aplicaciones. *Boletín Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 36, 20.

- Bustamente García, J. (2012). Anexo I: Fichas de campo, carta inventario físico de los recursos minerales, etzatlán, f13-d53, escala 1:50,000, estados de jalisco y nayarit. *Servicio geológico mexicano*, 221–230. <https://doi.org/10.2307/j.ctv3f8qgp.12>
- Castrejon-Sanchez V. Hugo., Enriquez-Pérez, Ma. Ángeles., Rosales-Davalos, Jaime. & Díaz - Camacho, Francisco Javier A. (2018). Síntesis y caracterización de materiales nanoestructurados de TiO₂ por el método de sol-gel. *Revista de Energía Química y Física*. Vol 5. No. 16, 37-43
- Chakraborty, A. K. (2014). Phase transformation of kaolinite clay. In *Phase Transformation of Kaolinite Clay* (Vol. 9788132211). <https://doi.org/10.1007/978-81-322-1154-9>
- Chandrasekhar, S. (1996). Influence of metakaolinization the formation of zeolita 4A from kaolin. *Clay Minerals*, 253–261.
- De Noni, A., Hotza, D., Soler, V. C., & Vilches, E. S. (2009). Effect of quartz particle size on the mechanical behaviour of porcelain tile subjected to different cooling rates. *Journal of the European Ceramic Society*, 29(6), 1039–1046. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.07.052>
- De Sousa, L. L., Salomão, R., & Arantes, V. L. (2017). Development and characterization of porous moldable refractory structures of the alumina-mullite-quartz system. *Ceramics International*, 43(1), 1362–1370. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.10.093>
- Dewi, R., Agusnar, H., Alfian, Z., & Tamrin. (2018). Characterization of technical kaolin using XRF, SEM, XRD, FTIR and its potentials as industrial raw materials. *Journal of Physics: Conference Series*, 1116(4). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1116/4/042010>
- Drits, V. A., Sakharov, B. A., Dorzhieva, O. V., Zviagina, B. B., & Lindgreen, H. (2019). Determination of the phase composition of partially dehydroxylated kaolinites by modelling their X-ray diffraction patterns. *Clay Minerals*, 54(3), 309–322. <https://doi.org/10.1180/clm.2019.39>
- García-Verdudch, A. (1985). Origen y composición de las arcillas cerámicas. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 24(6), 395–404.
- García Reyes, E. (2004). Anexo:2 inventario físico de los recursos minerales del municipio agua blanca, Hgo. *Consejo de recursos minerales*.
- Hernández Pérez, Y. I. (2017). *Caracterización mineralógica y geoquímica de caolines del área de Huayacocotla, Veracruz, (México) para uso industrial*.
- Huang, Y., Hu, S., Gu, Z., & Sun, Y. (2019). Fracture behavior and energy analysis of 3D concrete mesostructure under uniaxial compression. *Materials*, 12(12). <https://doi.org/10.3390/ma12121929>
- Ibarra-Cruz, L. E., Legorreta-García, F., García-Hernández, A. L., Valdez-Sierra, J., Pérez-González, N., & Díaz-Guzmán, D. (2021). Síntesis de Zeolitas tipo Gismondina empleando desechos urbanos e industriales Synthesis of Gismondina-type Zeolites using urban and industrial waste. *Páidi*, 9. <https://doi.org/https://doi.org/10.29057/icbi.v9iEspecial2.7999>
- Kuliffayová, M., Krajčí, L., Janotka, I., & Šmatko, V. (2012). Thermal behaviour and characterization of cement composites with burnt kaolin sand. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 108(2), 425–432. <https://doi.org/10.1007/s10973-011-1964-0>
- Liew, Y. M., Kamarudin, H., Mustafa Al Bakri, A. M., Luqman, M., Khairul Nizar, I., Ruzaidi, C. M., & Heah, C. Y. (2012). Processing and characterization of calcined kaolin cement powder. *Construction and Building Materials*, 30, 794–802. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.12.079>
- López-Galindo, A., Viseras, C., & Cerezo, P. (2007). Compositional, technical and safety specifications of clays to be used as pharmaceutical and cosmetic products. *Applied Clay Science*, 36(1–3), 51–63. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2006.06.016>
- Marfil, R., Bustillo, A., & García Palacios, M. (1980). Morfología y genesis de caolinitas en rocas silicificadas de la provincia de Avila (España). *Clay Minerals*, 15(3), 249–262. <https://doi.org/10.1180/claymin.1980.015.3.05>
- Mitrović, A., & Zdujić, M. (2014). Preparation of pozzolanic addition by mechanical treatment of kaolin clay. *International Journal of Mineral Processing*, 132(November 2014), 59–66. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2014.09.004>
- Nouri, T., & Masoumi, R. (2020). Geochemical and industrial properties of the Kejal Kaolin deposit, NW Iran. *Turkish Journal of Earth Sciences*, 29(2), 325–346. <https://doi.org/10.3906/yer-1906-7>
- Ospina Gómez, P. A. (2016). *Influencia de la adición o aumento en la cantidad de mullita en la resistencia a la flexión de una pasta de porcelana eléctrica comercial*. 156. <http://www.bdigital.unal.edu.co/51327/>
- Saikia, N. J., Bharali, D. J., Sengupta, P., Bordoloi, D., Goswamee, R. L., Saikia, P. C., & Borthakur, P. C. (2003). Characterization, beneficiation and utilization of a kaolinite clay from Assam, India. *Applied Clay Science*, 24(1–2), 93–103. [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(03\)00151-0](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(03)00151-0)
- Talabi, A. ., Ademilua, O. ., & Akinola, O. O. (2012). Compositional Features and Industrial Application of Ikere Kaolinite, Southwestern Nigeria. *Research Journal in Engineering and Applied Sciences*, 1(5), 327–333. www.emergingresource.org
- Tian Jun, R., & Jin kai, X. (2002). The catalytic cracking activity of the kaolin-group minerals. *Materials Letters*, 57(2), 297–301. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)00781-4](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)00781-4)
- Tironi, A., Trezza, M. A., Scian, A. N., & Irassar, E. F. (2012). Kaolinitic calcined clays: Factors affecting its performance as pozzolans. *Construction and Building Materials*, 28(1), 276–281. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.08.064>
- Torres, J., De Gutiérrez, R. M., Castelló, R., & Vizcayno, C. (2010). Análisis comparativo de caolines de diferentes fuentes para la producción de metacaolín. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 31(1), 35–43.
- Wang, M. R., Jia, D. C., He, P. G., & Zhou, Y. (2010). Influence of calcination temperature of kaolin on the structure and properties of final geopolymer. *Materials Letters*, 64(22), 2551–2554. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2010.08.007>
- Yunsheng, Z., Wei, S., & Zongjin, L. (2010). Composition design and microstructural characterization of calcined kaolin-based geopolymer cement. *Applied Clay Science*, 47(3–4), 271–275. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2009.11.002>
- Zhuravlev, V. ., Yu Taranets, N., Koval, A. ., Karpets, M. ., & Naidich, Y. V. (2012). Wetting and Interface Microstructure in the System of Al₂O₃-SiO₂ Based Ceramics/Nb-Containing Melts. *The Open Ceramic Science Journal*, 2, 8–14. <https://doi.org/10.2174/1876395201202010008>