

CARACTERIZACIÓN DE LAS ARCILLAS DE SOGAMOSO

SECCIÓN II. MARCO METODOLÓGICO

Incluye la delimitación de la zona de muestreo a partir del reconocimiento y recopilación de información secundaria del área de influencia donde se seleccionaron muestras preferenciales para análisis físicos y químicos.

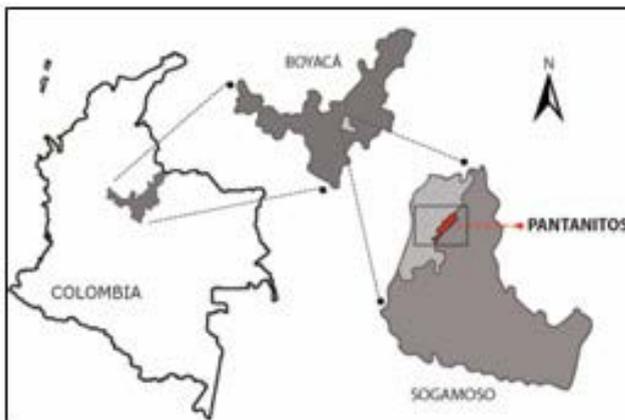
Identificación de la zona de estudio

La zona de estudio se centró en el área donde tiene influencia ASOAMME sobre la vereda Pantanitos, ubicada en el sector alfarero al nororiente del municipio de Sogamoso, departamento de Boyacá (Figura 5).

Comprende dos sectores: alto y bajo, con un área total de 103.9727 m², se localiza a 15 km de la cabecera municipal de Sogamoso en las coordenadas 1°124.783 Norte y 1°128.624 Este (Echeverri, 2020). Según la Resolución 1237 de 2018 emitida por la Corporación Autónoma regional – CORPOBOYACÁ–, el sector abarca el 38% de los *chircales* (sitio donde se fabrican tejas, ladrillos y adobes (Asociación de Academias de la Lengua Española, 2019) aprobados del municipio (CORPOBOYACÁ, 2018).

Figura 5

Localización de la vereda Pantanitos



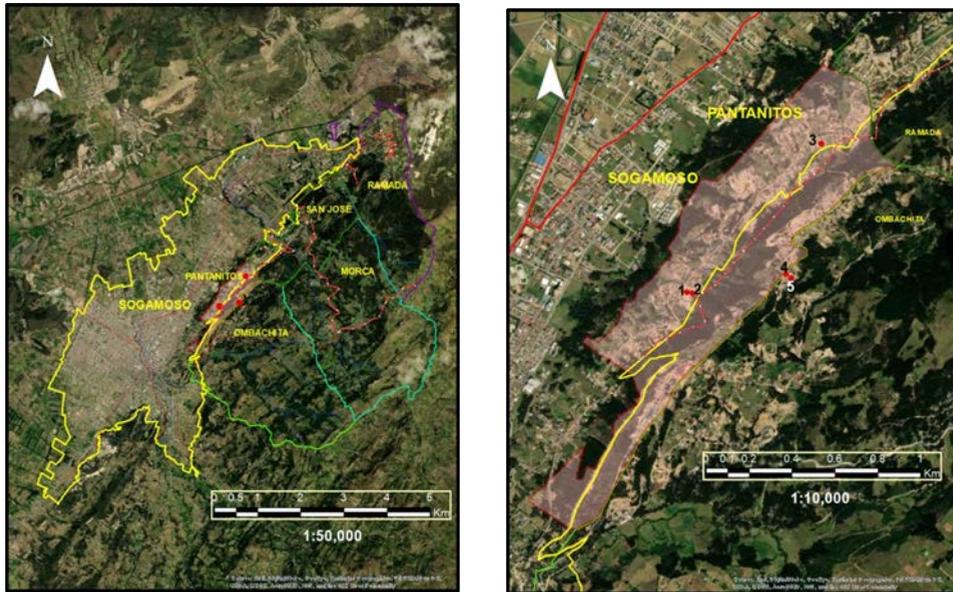
SECCIÓN II. MARCO METODOLÓGICO

Selección de la zona de muestreo

Se realizó un muestreo preferencial donde se seleccionaron puntos con los siguientes criterios: que estuvieran dentro de títulos mineros de las mujeres alfareras, que fueran zonas aflorantes de los niveles arcillosos de la Formación Arcillas de Socha y que tuvieran publicaciones previas relacionadas con la caracterización de estos materiales. Basados en dicha información, se tomaron 5 muestras de arcilla y los puntos de muestreo se presentan en la Figura 6.

Figura 6

Geolocalización puntos de muestreo



Nota. A. Geolocalización municipio de Sogamoso y veredas alrededor de Pantanitos. B. Geolocalización de los puntos de muestreo. Las imágenes son obtenidas por Google Earth y procesadas en ArcMap. Georreferenciación según Proyección Transversal de Mercator, Gauss – Kruger, Colombia Elipsoide: GRS80. La georreferenciación se encuentra en el Apéndice A.

CARACTERIZACIÓN DE LAS ARCILLAS DE SOGAMOSO

Toma y preparación de muestras

Se aplicó el Protocolo de Muestreo para Arcillas del Servicio Geológico Colombiano (Herrera et al., 2018) para materiales arcillosos, que incluye la selección de una zona del afloramiento distante de fuentes de contaminación antrópica y un análisis granulométrico para identificar el sitio que describe las condiciones más representativas del afloramiento, como taludes expuestos y donde la roca se encuentre fresca (Figura 7).

Figura 7

Toma de muestras de los niveles arcillosos de interés



Nota. Toma y separación de las muestras.

Las muestras para los ensayos físicos requirieron (análisis por granulometría límites de Atterberg) el retiro con azadón de la capa superficial, vegetación, materia orgánica y sedimentos, friables e intemperados. Se construyó un canal de 10 cm de profundidad con 20 cm de ancho, que inicia de arriba hacia abajo con el fin de evitar la contaminación por material transportado, se ubicó una lona para capturar los tajos provenientes del desprendimiento. En total se tomaron cinco muestras de arcilla de diferentes niveles estratigráficos y cada muestra se codificó según las indicaciones del protocolo con el prefijo GQ.

SECCIÓN II. MARCO METODOLÓGICO

Se empacó 1 kg de cada muestra en bolsas de plástico de cierre hermético para la caracterización química y física; el embalaje y almacenamiento se realizó a temperatura ambiente debido a que la humedad in situ es una variable despreciable para las pruebas realizadas; los items de ensayo se entregaron el mismo día de su recolección a los laboratorios de Rocas, Suelos y Agregados y Geoquímica Ambiental de la UPTC seccional Sogamoso.

Los ensayos químicos y petrográficos (análisis por difracción de rayos X, fluorescencia de rayos X, espectroscopía de infrarrojo y sección delgada, termogravimetría por probeta pulida) requirieron la extracción de materia con herramientas de plástico, madera o acero inoxidable para evitar la contaminación de la muestra.

En el laboratorio de rocas, suelos y agregados se realizaron los cuarteos sucesivos de cada muestra (Figura 8), se molió con el rodillo hasta obtener un tamaño de partícula que pasara el tamiz malla N°40 (425 μm estandarizada norma ASTM E-11), para su posterior homogenización.

Figura 8

Preparación de muestras para ensayos Físicos



CARACTERIZACIÓN DE LAS ARCILLAS DE SOGAMOSO

Las muestras que se destinaron para los ensayos químicos se prepararon de acuerdo con el método de la norma ASTM D4318 (ASTM Internacional, 2016) ver Figura 9. El secado se realizó a 60 ± 5 °C hasta masa constante, los incrementos de temperatura se controlaron para evitar la recristalización y facilitar las operaciones de tritución y pulverización. Se alcanzó un tamaño de partícula que pasara la malla N.º 40 (425 μm); la tritución se hizo con un mortero y pistilo de porcelana para evitar el contacto con utensilios de metal y contaminar la muestra.

Figura 9

Preparación de muestras para ensayos Químicos



Las muestras preparadas se empaclaron en bolsas plásticas de cierre hermético, se aislaron de fuentes de humedad y contaminantes exógenos, se etiquetaron, almacenaron y se reservó una contramuestra (Figura 10). La preparación de muestras específica para cada ensayo se describe en la Tabla 1.

SECCIÓN II. MARCO METODOLÓGICO

Figura 10

Almacenamiento de muestras en laboratorio



Caracterización Físicoquímica

Incluye los análisis granulométricos, condiciones de plasticidad, la caracterización por fluorescencia de rayos X, difracción de rayos X, espectroscopía infrarroja y análisis termogravimétrico.

Análisis granulométrico de suelos

Se utilizaron las normas ASTM D 422-63 (equivalente AASHTO T 88 01) para analizar las muestras por tamizado se clasificaron de acuerdo con la cantidad de material retenido en las mallas desde el No. 4 (4.75 mm) hasta el No. 200 (0.075 mm). Para la granulometría por lavado, se tomó el peso del material retenido por el tamiz No.40 (0.425 mm) y se lavó hasta obtener una muestra de sedimento que se pesó después de un secado a $110 \pm 5^\circ \text{C}$ durante 24 horas (Figura 11).

CARACTERIZACIÓN DE LAS ARCILLAS DE SOGAMOSO

Tabla 1

Descripción de preparación para ensayos Físicos y Químicos

Análisis Físicos	
Tipo de ensayo	Preparación
Granulometría	Secado durante 5 días, triturado y tamizado vibratorio, cuarteado de la muestra y disgregado con un martillo hasta que pase por el juego de tamices.
Límites de Atterberg	Pulverizado de muestra suficiente de suelo seco hasta obtener aproximadamente 250 g que deben pasar por el tamiz No. 40 (0,425 μm).
Análisis Químicos	
Tipo de ensayo	Preparación
Espectroscopía de fluorescencia de rayos X (FRX) Difracción de rayos X (DRX) Espectroscopía infrarroja (NIR) Análisis termogravimétrico (TGA)	Secado de 30 g de muestra a 60° C (para evitar la recristalización de los minerales) hasta masa constante. Pulverizado con un mortero y pistilo de porcelana hasta que pasa por el tamiz No. 200 (0,075 mm), empacado en bolsas de cierre hermético para evitar su hidratación y contaminación.
Análisis Petrográficos	
Tipo de ensayo	Preparación
Sección delgada por probeta pulida	Secado de 250 g de muestra en horno a 110° C hasta masa constante, se mezcla con resina epóxica, luego se prensa, se corta, se adhiere a un portaobjetos y se desbasta hasta obtener un espesor de 30 μm .

SECCIÓN II. MARCO METODOLÓGICO

Figura 11

Muestras para análisis granulométrico



Nota. A. Cuarteo B. Tamizaje de muestra en el set de tamices C. Lavado de muestras D. Muestra lista para ser pesada.

Límites de Atterberg

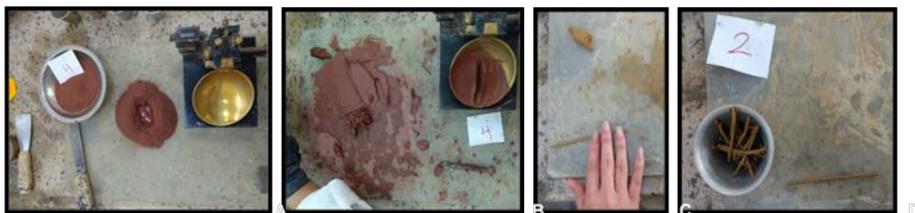
Se siguió el procedimiento de acuerdo con lo descrito en la norma AASHTO T90. La determinación del límite líquido se realizó a través del ponderado del contenido de humedad obtenido en la unión de las paredes en la Cazuela de Casagrande, en rangos de 15 a 20, 20 a 25 y 25 a 30 golpes; se extrajo una porción de suelo previamente pesada para ser secada al horno a una temperatura 110 ± 5 °C durante 24 horas.

El límite plástico se determinó a partir de 20 g de material preparado y mezclado con agua hasta que se formaron rollos de 3 mm de diámetro y 4 cm de largo, se pesó el recipiente con las muestras de rollitos, antes y después del secado en el horno a una temperatura de 110 ± 5 °C durante 24 horas (Figura 12).

CARACTERIZACIÓN DE LAS ARCILLAS DE SOGAMOSO

Figura 12

Muestras para análisis por límites de Atterberg



Nota. A. Preparación muestra B. Determinación de límites de Atterberg con cazuela de Casagrande. C. Elaboración de rollos para determinar limite plástico D. Rollos listos para ser pesados y secados.

Análisis por Fluorescencia de Rayos X (FRX)

Esta técnica aporta información de la composición química de los compuestos presentes en forma de óxidos, se requirió la elaboración de una pastilla con 9 g de muestra preparada y 1 g de crema para fluorescencia (almidón $C_6H_{10}O_5$), se utilizó una prensa manual Vaneox Fluxana de 25 Ton y se analizó en el equipo Épsilon 4 de Malvern Panalytical en el laboratorio de Materiales de la UPTC Seccional Sogamoso (Figura 13); las líneas de más bajo espectro se realizaron en condiciones de aire ambiental y las más altas (4-5) en atmósfera de helio (Castroviejo Fernández, 2020).

Figura 13

Ensayo FRX



Nota. A. Muestra pulverizada en báscula B. Generación de la pastilla en prensa hidráulica C. Análisis de FRX.

SECCIÓN II. MARCO METODOLÓGICO

Análisis por Difracción de Rayos X (DRX)

Se utilizó el método de polvo, que consistió en disponer de manera aleatoria la muestra en el soporte, es decir orientada al azar, para evitar una orientación preferencial que reproduzca el patrón con todos los posibles planos cristalográficos; el análisis se realizó en condiciones de temperatura ambiente.

Las muestras (Figura 14) fueron analizadas en el difractómetro de rayos X Philips X'PERT de la Universidad Carlos III de Madrid, España. Se determinaron los parámetros estructurales a partir de un modelo teórico que se ajusta al patrón de difracción experimental.

Las condiciones de ensayo se realizaron bajo la configuración óptica de Bragg – Brentano con un detector de estado sólido de alta velocidad para la adquisición de datos denominado PIXcel y un tubo generador de rayos X con ánodo de Cobre (longitud de onda de 1.54 Å), a un tamaño de paso de 2 Theta y un rango de medición de 5-70° durante 21 minutos.

El análisis semicuantitativo de las fases cristalinas se refinó por el Método de Rietveld con la técnica de mínimos cuadrados; se modificaron los parámetros involucrados en el modelo hasta que la diferencia entre los patrones de difracción teórico y experimental sea mínima.

Figura 14

Muestras preparadas para analizarse por DRX



CARACTERIZACIÓN DE LAS ARCILLAS DE SOGAMOSO

Análisis por Espectroscopía de Infrarrojo Cercano (NIR)

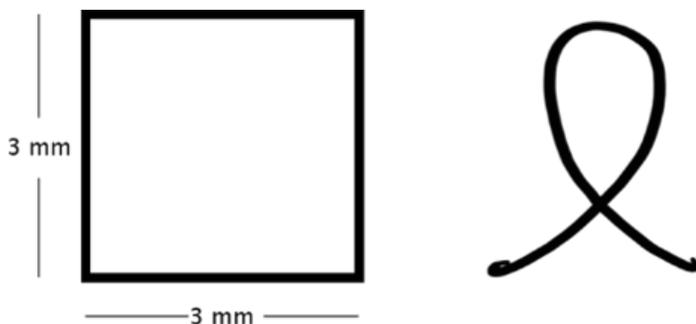
El espectro NIR consistió en sobretonos y vibraciones de combinación de moléculas que contienen los grupos CH, OH o NH (Bruker Corporation, 2018). Los espectros de las muestras fueron tomados en el equipo Nicolet iS 10 de la Universidad de Alcalá de España y el análisis se hizo mediante la Transformada de Fourier (FTIR) en el software OMNIC.

Análisis termogravimétrico (TGA)

Se elaboraron figuras regulares de dimensiones conocidas con las arcillas (Figura 15), en el equipo TGA 701 de LECO se programaron las rampas de temperatura como se muestra en la Figura 16 durante un tiempo aproximado de 10 horas. Se moldearon las figuras geométricas cuadrada y de moño, durante la cocción de las piezas cerámicas, para verificar cualitativamente la contracción y analizar el comportamiento de las curvaturas y apliques respectivamente.

Figura 15

Probetas para análisis TGA

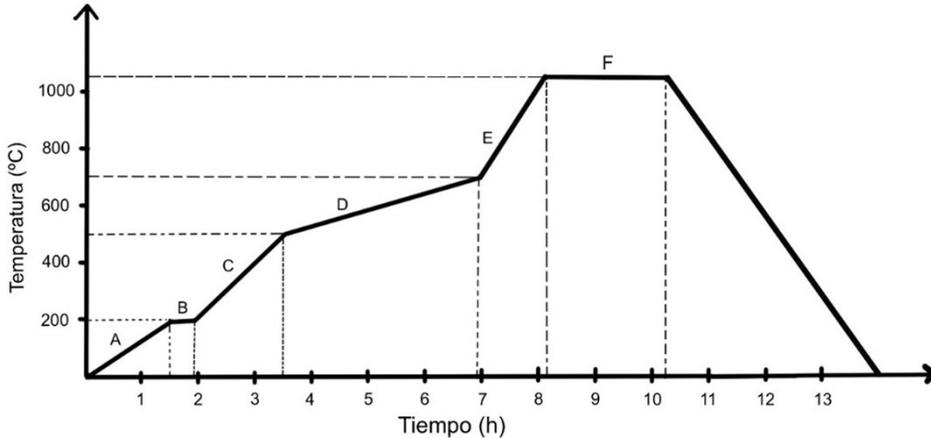


Nota. Probetas de dimensiones conocidas (3x3 mm) para el ensayo termogravimétrico.

SECCIÓN II. MARCO METODOLÓGICO

Figura 16

Rampa de cocción para las muestras de arcillas



Nota. A. De 0-200 °C en 90 min B. Se mantiene la temperatura de 200 °C durante 20 min C. 200 – 500 °C en 100 min D. 500 – 700 °C en 200 min E. 700 – 1050 °C en 75 minutos F. Se mantiene la temperatura de 1050 °C durante dos horas. Fuente: Autores, modificado de (Cáceres et al., 2021), (Gelves Diaz et al., 2011), (Guerrero et al., 2018).

Caracterización mineralógica y petrográfica

Incluye el análisis mineralógico microscópico por medio de conteo de puntos y la micrografía (SEM) de la muestra GQ2.

Sección delgada por probeta pulida

Esta técnica permitió la observación e identificación de los minerales de tamaño superior a 5 μm de la muestra y así corroborar la información arrojada por los análisis de DRX y FRX. La sección delgada se realizó con base en la norma ASTM D2797, la preparación de la muestra consistió en agregar 4 g de arcilla a 5 ml de resina poliéster y 3 gotas de MEK peróxido, se mezcló, solidificó y pulió hasta tener 30 μm de espesor.

CARACTERIZACIÓN DE LAS ARCILLAS DE SOGAMOSO

El conteo de 800 puntos para la descripción mineralógica se llevó a cabo en el microscopio petrográfico Leica 4500 DM del laboratorio de Petrografía de la UPTC seccional Sogamoso.

El microscopio electrónico de barrido es una técnica de caracterización que permite la observación y el reconocimiento de la superficie en materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica del material analizado. Se realizó el análisis en un microscopio electrónico de barrido con cátodo de emisión de campo (FE-SEM), modelo FEI TENELO Vac. Este análisis se llevó a cabo con la colaboración del grupo de investigación de Polímeros y Compuestos de la Universidad Carlos III de Madrid, España.

