



ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DEL LITORAL

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la
Producción**

Creación De Un Laboratorio Para Análisis De Materiales No-
Metálicos Y Elaboración De Su Manual De Procedimientos
Basado En Normas ASTM.

TESIS DE GRADO

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO MECANICO

Presentada por:

Walter Vinicio Moya Jácome

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2005

AGRADECIMIENTO

A Dios por permitirme alcanzar una meta más en vida, a mi familia que día a día estuvieron presentes dándome la fuerza para seguir adelante.

Al Ing. Andrés Rigail por la confianza depositada para realizar este trabajo.

A la Dra. Cecilia Paredes por su abnegada e incondicional ayuda al desarrollo de este proyecto como precursora del mismo a quien agradezco especialmente.

DEDICATORIA

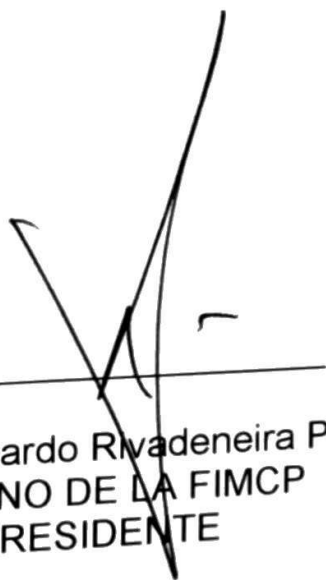
A MIS PADRES.

A MI FAMILIA

A MIS PROFESORES

A MIS BUENOS AMIGOS.

TRIBUNAL DE GRADUACIÓN



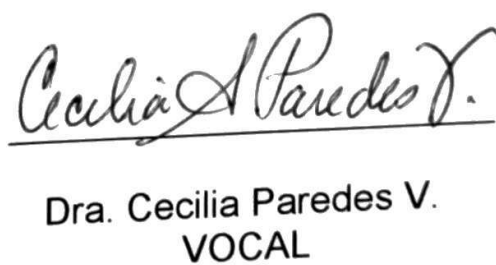
Ing. Eduardo Rivadeneira P.
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE



Ing. Andrés Rigall C.
DIRECTOR DE TESIS



Dr. Fernando Morante C.
VOCAL



Dra. Cecilia Paredes V.
VOCAL

DECLARACION EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponden exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).



Walter Vinicio Moya Jácome.

RESUMEN

El presente trabajo consistirá en la creación de un Laboratorio en el área de materiales de la FIMCP, con una descripción clara del manejo y las características de cada uno de los equipos e instrumentos a utilizarse, el cual nos permita complementar de manera práctica colaborando a la parte didáctica en el estudio de los materiales no metálicos existentes en el Ecuador, enfocado principalmente a la caracterización de las materias primas utilizadas en la industria de cerámica tradicional, con mira a desarrollar investigaciones en cerámica avanzada o nanotecnología de arcillas a través de los proyectos de investigación.

El diseño propuesto se desarrolla en dos secciones la primera, que consiste en el diseño del Laboratorio de Molienda y Almacenamiento como fase previa para tratar al material de su estado natural a un tamaño más manejable que nos permita llevarlo a la siguiente fase que es, la caracterización del material en un Laboratorio con instrumentos de medición y análisis, para poder así estudiar las propiedades y comportamiento que tienen cada uno de los

materiales no metálicos del país, además, se presenta un lineamiento de pasos y propuestas a seguir para en un futuro muy cercano poder certificarse como un laboratorio de calidad bajo normas ISO/IEC 17025.

Se presenta un programa de mantenimiento y calibración para el perfecto funcionamiento de los equipos e instrumentos del laboratorio, los ensayos realizados se respaldan por una guía de procedimientos para cada sección del laboratorio y cada análisis que se realice, la misma que estará basada en las normas ASTM tratando de acoplarlas a nuestras limitaciones técnicas y de tecnología.

Como ya existe un primer acercamiento hacia las principales industrias cerámicas del país, y teniendo la referencia de las necesidades y oportunidades que se presenten dentro de este campo, se busca como meta principal que este Laboratorio, pueda contribuir con análisis certificados y estandarizados a la industria ecuatoriana.

INDICE GENERAL

Pág.

RESUMEN	II
INDICE GENERAL	IV
ABREVIATURAS.....	X
SIMBOLOGIA.....	XI
INDICE DE FIGURAS.....	XII
INDICE DE TABLAS.....	XIV
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPITULO 1.

1. CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIALES NO-METÁLICOS.....	3
1.1 Descripción de las propiedades de Materiales No-Metálicos.....	5
1.2 Trituración y Molienda.....	9
1.3 Análisis Químico y composiciones de fase.....	13
1.4 Análisis de Superficie.....	16
1.5 Análisis Termoquímicos y termo físicos.....	18
1.6 Tamaño y Forma de la partícula.....	24
1.6.1 Tamizado o Cribado.....	26
1.6.2 Técnicas de Sedimentación.....	28
1.6.3 Técnicas de difracción láser.....	31

1.7	Aditivos.....	34
1.8	Reología.....	35

CAPITULO 2.

2.	DISEÑO DEL LABORATORIO.....	48
2.1	Infraestructura del Laboratorio de Molienda y Almacenamiento.....	49
2.2	Descripción de Equipos utilizados en la Sección 1.....	50
2.2.1	Trituradora de Rodillos.....	51
2.2.2	Mezcladora de Rodillos.....	53
2.2.3	Molinos de Bolas y sistema motriz de rodillos.....	55
2.2.4	Tamizadora y Tamices ASTM.....	58
2.2.5	Mezcladora.....	60
2.3	Infraestructura del Laboratorio de Análisis y experimentación.....	62
2.4	Descripción de Instrumentos de Medición Utilizados en la Sección 2.....	63
2.4.1	Balanzas, Analítica y Electrónica	64
2.4.2	Autoclave.....	66
2.4.3	Picnómetro.....	68
2.4.4	Agitador Mecánico.....	69
2.4.5	Agitador Magnético.....	70

2.4.6	Viscosímetro Brookfield.....	71
2.4.7	Secador de lámparas infrarrojas.....	73
2.4.8	Horno de resistencias (Secador).....	74
2.4.9	Medidor de Permeabilidad.....	75
2.4.10	Desionizador de agua.....	77
2.4.11	Destilador de agua de laboratorio.....	78
2.4.12	Espectrofotómetro GENESYS 10 UV/SCAN.....	80
2.4.13	Moldes de Yeso.....	83
2.4.14	Prensa Hidráulica.....	84

CAPITULO 3.

3. MANUAL DE PROCEDIMIENTOS BAJO NORMAS ASTM

	PARA UNA CORRECTA CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS NO-METÁLICAS.....	86
3.1	PRACTICA 1: Reducción de Tamaño de Grano.....	87
3.2	PRÁCTICA 2: Análisis Granulométrico (Clasificación de Partículas).....	90
3.3	PRÁCTICA 3: Determinación De pH.....	94
3.4	PRÁCTICA 4: Elaboración de un Slurry.....	96
3.5	PRÁCTICA 5: Determinación de Densidad y Porcentaje De Sólidos usando el Picnómetro.....	98
3.6	PRÁCTICA 6: Determinación del Valor Máximo de	

	Pandeo En Quema.....	102
3.7	PRACTICA 7: Determinación del Modulo de Ruptura en Seco para Arcillas y Cuerpos Cerámicos. (REF. ASTM C 689 – 03a).....	105
3.8	PRÁCTICA 8: Determinación de Humedad Libre. (Ref. ASTM C324-01).....	110
3.9	PRÁCTICA 9: Análisis de Residuos en Malla Húmeda. (Ref. ASTM C325-81).....	112
3.10	PRÁCTICA 10: Contracción Lineal En Seco Y Por Quema. (REF. ASTM C326-03).....	115
3.11	PRACTICA 11. Porcentaje de Humedad Retenida y Perdidas Por Inanición (L.O.I.).....	120
3.12	PRÁCTICA 12: Determinación del Índice Azul de Metileno en arcillas. (CEC) (REF. ASTM C837-99).....	122
3.13	PRACTICA 13: Determinación de la Rata De Filtrado (Permeabilidad Del Slurry) (REF. ASTM C 866 – 77).....	126
3.14	PRÁCTICA 14: Determinación del Contenido de Sulfatos Solubles (Método de Fotométrica). (REF. ASTM C867-94).....	130
3.15	PRÁCTICA 15: Determinación Visual del Color de Quema de la Materia Prima. (Método Adaptado).....	135

3.16	PRÁCTICA 16: Curva de Defloculación.....	137
3.17	PRÁCTICA 17: Curva De Gelado.....	140
3.18	PRÁCTICA 18: Punto de Fusión de Materia Prima No Plástica.....	142
3.19	PRÁCTICA 19: Determinación del Porcentaje de Absorción de Agua, Densidad General, Porosidad Aparente y Gravedad Específica Aparente en Materiales Quemados (REF. ASTM-C373-88).....	145
3.20	PRÁCTICA 20: Prueba de Sedimentación.....	149

CAPITULO 4.

4. ASPECTOS Y CONSIDERACIONES IMPORTANTES EN EL

	DISEÑO DEL LABORATORIO.....	151
4.1	Norma de calidad para laboratorios ISO/IEC 17025-2000.....	152
4.2	Seguridad y prevención de accidentes.....	168
4.3	Organización del mantenimiento.....	181
4.3.1	Programa de mantenimiento de equipos de molienda y equipos varios.....	184
4.3.2	Programa de calibración de instrumentos de laboratorio.....	186

CAPITULO 5.

5	INVERSIÓN DEL PROYECTO.....	190
5.1	Costo Total del proyecto.....	191
5.2	Sondeo de empresas interesadas en usar los servicios de nuestro laboratorio.....	198

CAPITULO 6.

6	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	203
---	-------------------------------------	-----

APÉNDICES.

BIBLIOGRAFÍA.

ABREVIATURAS

m.	Metro
cm.	Centímetro
mm.	Milímetro
nm.	Nanómetro
µm.	Micra. (micrómetro)
pulg.	Pulgada
Kg.	Kilogramo
g.	Gramo
s.	Segundo
Hz.	Hertz.
KW.	Kilo vatio
Hp.	Horse power (Caballo de fuerza)
Amp.	Amperios.
VAC	Voltaje de Corriente Alterna.
OD	Diámetro
H	Altura
SS	Stainless Steel (Acero Inoxidable)
psi.	Libras fuerza sobre pulgadas cuadradas
GPM.	Galones por minutos
RPM.	Revoluciones por minutos
MBI	Methylene Blue Index (Índice de Azul de Metileno)
ppm.	Partes por millón
EPP	Equipo de Protección Personal
S&SO	Salud y Seguridad Ocupacional
INEC	Instituto Nacional de Estadísticas y Censos
ASM	American Society Materials
ASTM	American Society for Testing and Materials
S.E.S.O	Sociedad Ecuatoriana de Seguridad, Salud Ocupacional y Gestión Ambiental

SIMBOLOGIA

μ	Micra
ω	Velocidad angular
M Ω -cm	Mega Ohms por centímetro.
BaCl ₂ ·2H ₂ O	Cristales de Clorato de Bario.
CaCO ₃	Carbonato de Calcio
η	Viscosidad
Φ	Diámetro
γ	Taza de deformación
τ	Esfuerzo cortante.

INDICE DE FIGURAS

Pág.

Figura 1.1	Esquema de trituradora de rodillos.....	11
Figura 1.2	Curvas de análisis termo físico.....	20
Figura 1.3	Curva de Quemado.....	23
Figura 1.4	Curva de frecuencia de material retenido en el tamiz.....	28
Figura 1.5	Esquema de un Análisis con Rayos X.....	31
Figura 1.6	Esquema de un Análisis por Difracción Láser.....	32
Figura 1.7	Esquema de la Reología.....	36
Figura 1.8	Modelo de Newton.....	38
Figura 1.9	Comportamiento de un fluido Newtoniano.....	39
Figura 1.10	Comportamiento de un fluido Pseudo plástico.....	40
Figura 1.11	Comportamiento de un fluido Dilatante.....	40
Figura 1.12	Comportamiento de un fluido Plástico.....	41
Figura 1.13	Diagrama funcional del Viscosímetro.....	42
Figura 1.14	Esquema del modelo cilindro concéntrico.....	44
Figura 1.15	Esquema del modelo cono y plato.....	45
Figura 2.1	Trituradora de Rodillos.....	52
Figura 2.2	Vista Lateral Rodillos Dentados.....	52
Figura 2.3	Mezcladora de Rodillos.....	54
Figura 2.4	Vista superior del mecanismo de mezcla.....	54
Figura 2.5	Sistema motriz de rodillos.....	57
Figura 2.6	Molinos de Bolas.....	57
Figura 2.7	Tamizadora (RO-TAP).....	59
Figura 2.8	Juego completo de tamices.....	59
Figura 2.9	Mezcladora.....	61
Figura 2.10	Balanza Electrónica y Analítica.....	65
Figura 2.11	Autoclave.....	67
Figura 2.12	Picnómetro.....	68
Figura 2.13	Agitador Mecánico.....	69

Figura 2.14	Agitador Magnético.....	71
Figura 2.15	Viscosímetro y juego de spindles.....	72
Figura 2.16	Secador de lámparas infrarrojas.....	73
Figura 2.17	Horno de resistencias.....	75
Figura 2.18	Medidor de permeabilidad (BAROID).....	76
Figura 2.19	Filtro Desionizador.....	78
Figura 2.20	Destilador.....	80
Figura 2.21	Espectrofotómetro GENESYS 10.....	82
Figura 2.22	Moldes de Yeso.....	84
Figura 2.23	Prensa Hidráulica.....	85
Figura 3.1	Soporte Cerámico.....	104

INDICE DE TABLAS

Pág.

Tabla 1	Técnicas Espectroscópicas.....	14
Tabla 2	Técnicas de Análisis por Microscopia.....	16
Tabla 3	Etapas de desintegración de la materia prima No metálica.....	22
Tabla 4	Etapas de Sinterización.....	24
Tabla 5	Principio Analítico vs. Tamaño de grano.....	26
Tabla 6	Técnicas de Análisis para tamaños de partículas.....	33
Tabla 7	Efectos del choque de corriente dependiendo el amperaje....	175
Tabla 8	Número de Industrias cerámicas en Ecuador.....	199
Tabla 9	Nombre de las Industrias de Cerámica Tradicional.....	200
Tabla 10	Nombre de las industrias cerámicas que han estado Importando minerales no metálicos.....	202

INTRODUCCION.

Con la introducción de la materia de Procesamiento de Cerámicos en la carrera de Ingeniería Mecánica se creó un interés en desarrollar un laboratorio de cerámicos que permita estudiar las propiedades y aplicaciones con la finalidad de investigar más sobre aquellos nuevos materiales.

Las clases inicialmente se basaron en conocimientos teóricos, relacionándonos de manera muy subjetiva con los procesos reales a través de visitas a industrias de cerámica tradicional y uno que otro laboratorio no certificado de caracterización de materia prima no metálica, lo cual motivó la idea de crear un lugar donde aprovechando los conocimientos y la experiencia de los profesores del área y la capacidad de los estudiantes, se pudiese evaluar de manera certificada y estudiar con fines investigativos las materias primas no metálicas.

Concientes de que crear un laboratorio no es económico ni mucho menos rápido comenzaron los acuerdos para obtener donaciones, apoyo de la escuela y otros interesados en el proyecto, fue como se consiguió donaciones de equipos por parte de la empresa privada, la construcción del área física donde funcionaría una parte del laboratorio se dio por parte de la Facultad de Mecánica, el financiamiento de equipos e instrumentos es gracias a proyectos de

universidades extranjeras y dinero que se obtuvo gracias a un proyecto semilla que se ganó en el CICYT dirigido por el Ing. Jorge Luis Cárdenas.

El Laboratorio de Cerámicos, se constituye de dos secciones, en la primera se encuentran los equipos de molienda y el área de almacenamiento, donde llegará el material a ser analizado en su estado natural. La siguiente sección permitirá conocer las propiedades y características con el uso de equipos de análisis específicos. Además, se presenta una guía de prácticas para la caracterización de las materias primas siguiendo la norma ASTM 2004 Volumen 15.02 Glass and Ceramic Whitewares, que nos certifica que el procedimiento realizado en cada ensayo es el correcto.

Se exponen procedimientos de seguridad para el manejo de los equipos de molienda básicamente, características de cada uno de los equipos que existen actualmente, así como una breve descripción de su funcionamiento, de igual manera se presenta un plan de mantenimiento preventivo para los equipos de molienda y uno de calibración para los instrumentos analíticos, de igual manera se recomienda pasos que deberían cumplirse para poder acceder a una acreditación ISO/IEC 17025, siendo necesario para poder ofrecer el servicio de un laboratorio certificado en el país.

CAPITULO 1

1. CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES NO METÁLICOS.

Al hablar de materiales No-Metálicos enfocamos un tema inmensamente grande ya que la variedad existente sobre la faz de la tierra es muy amplia por esa razón el propósito de este estudio se enfocara simplemente en procesos de caracterización de materias primas no-metálicas, utilizadas en la industria cerámica tradicional del Ecuador, como serian las arcillas, feldespatos, sílices, caolines.

La caracterización de una materia prima, es la descripción de aquellas características de la composición y estructura en las que se incluyen a los defectos del material que son significantes para una preparación particular, estudio de las propiedades, aplicaciones a nivel industrial y demás, básicamente al caracterizar un material se crea una ficha personal única, con los datos arrojados por cada uno de los ensayos

realizados en el mismo. Dichos ensayos nos dan a conocer la mineralogía, reología y propiedades físico – químicas del material analizado.

Para caracterizar un material es necesario evaluar su composición y estructura suficientemente para que el material y sus propiedades puedan ser reproducidas, hablando de un proceso industrial se podría decir que;

“Las propiedades de un producto final van a depender de las características iniciales de las materias primas” *.

Existen varias etapas en la caracterización, por lo que, establecer las áreas de caracterización a evaluar es la parte crítica y más difícil, ya que se debe tomar en cuenta varios aspectos según Flock ⁽¹⁾ como son;

- Debido a los factores económicos la caracterización más barata se realiza primero.
- Cualquier caracterización que no sea necesaria para predecir el comportamiento de procesamiento deber ser evitada.

* Russell K. Word, American Standard Inc.

⁽¹⁾ W.M. Flock, Characterization and Process Interactions, *Ceramic Processing before firing*.

- Información de un solo tipo de caracterización no es válida.
- Técnicas analíticas instrumentales
- Métodos instrumentales proveen medios de caracterización rápidos, reproducibles y relativamente automáticos.
- Mejora continua de límites de detección o resolución

1.1. Descripción de las Propiedades de Materiales No Metálicos.

Las características de un material son parámetros que especifican los aspectos químicos y físicos de la:

Composición.- proporciones de los componentes diferentes química y físicamente y la **estructura.-** distribución espacial, orientación y asociación de componentes. Al momento de realizar una caracterización hay que tener claro ciertos conceptos que se analizaran como son: Partículas, Polvos, Coloide y Aglomerados duros y débiles.

Propiedades Físico-Químicas

Las importantes aplicaciones industriales para la cerámica tradicional de este grupo de materiales radican en sus propiedades físico-químicas. Dichas propiedades derivan, principalmente, de:

- Su pequeño tamaño de partícula
- Su morfología laminar

Como consecuencia de estos factores, presentan, por una parte, un valor elevado del área superficial y, a la vez, la presencia de una gran cantidad de superficie activa, con enlaces no saturados(5).

Por otra parte, la existencia de carga en las láminas se compensa, con la entrada en el espacio interlaminar de cationes débilmente ligados y con estado variable de hidratación, que pueden ser intercambiados fácilmente mediante la puesta en contacto del material con una solución saturada en otros cationes, a esta propiedad se la conoce como capacidad de intercambio catiónico y es también la base de multitud de aplicaciones industriales(5).

Densidad y Estructura De Poros.- el conocimiento de la densidad de fases cerámicas, partículas, aditivos de procesos y del sistema en general es importante ya que la capacidad de almacenamiento de materia prima es directamente dependiente de la densidad, un cambio en la densidad implica cambios en estructuras de fases, composición química, o porosidad del material (5).

Superficie específica de Área.- La Superficie de área de las partículas es muy dependiente del tamaño y forma, y el contenido en el rango sub-micron y el de poros finos o fisuras en la superficie.

La superficie específica o área superficial de un material se define como el área de la superficie externa más el área de la superficie interna (en el caso de que esta exista) de las partículas constituyentes, por unidad de masa, expresada en m^2/g .

Capacidad de Intercambio catiónico.- Es una propiedad fundamental que expresa si son capaces de cambiar, fácilmente, los iones fijados en la superficie exterior de sus cristales, en los espacios interlaminares, o en otros espacios interiores de las estructuras, por otros existentes en las soluciones acuosas envolventes. La capacidad de intercambio catiónico (CEC) se puede definir como la suma de todos los cationes de cambio que un mineral puede adsorber a un determinado pH. Es equivalente a la medida del total de cargas negativas del mineral. Estas cargas negativas pueden ser generadas de tres formas diferentes(5):

- Sustituciones isomórficas dentro de la estructura.
- Enlaces insaturados en los bordes y superficies externas.
- Disociación de los grupos hidroxilos accesibles.

A continuación se muestran algunos ejemplos de capacidad de intercambio catiónico (en meq/100 g):

- Caolinita: 3-5
- Illita: 10-50

- Montmorillonita: 80-200

Capacidad de absorción.- Algunos materiales encuentran su principal campo de aplicación en el sector de los absorbentes ya que pueden absorber agua u otras moléculas en el espacio interlaminar o en los canales estructurales.

La capacidad de absorción está directamente relacionada con las características texturales (superficie específica y porosidad) y se puede hablar de dos tipos de procesos que difícilmente se dan de forma aislada: absorción (cuando se trata fundamentalmente de procesos físicos como la retención por capilaridad) y adsorción (cuando existe una interacción de tipo químico entre el adsorbente, en este caso el material no metálico (arcilla), y el líquido o gas adsorbido, denominado adsorbato). La capacidad de adsorción se expresa en porcentaje de adsorbato con respecto a la masa y depende de la sustancia. La absorción de agua de arcillas absorbentes es mayor del 100% con respecto al peso.

Hidratación e hinchamiento.- La hidratación y deshidratación del espacio interlaminar son propiedades características de las arcillas, y cuya importancia es crucial en los diferentes usos industriales.

Aunque hidratación y deshidratación ocurren con independencia del tipo de catión de cambio presente, el grado de hidratación sí está ligado a la naturaleza del catión interlaminar y a la carga de la lámina.

La absorción de agua en el espacio interlaminar tiene como consecuencia la separación de las láminas dando lugar al hinchamiento.

Plasticidad.- Entre los materiales no metálicos, las arcillas son eminentemente plásticas. Esta propiedad se debe a que el agua forma una envuelta sobre las partículas laminares produciendo un efecto lubricante que facilita el deslizamiento de unas partículas sobre otras cuando se ejerce un esfuerzo sobre ellas.

1.2. Trituración y Molienda.

La primera fase para realizar la caracterización de un material es llevarlo a un tamaño de trabajo significativo, por lo cual nos centraremos un momento para conocer los procesos de trituración y molienda como se muestran en el apéndice A.

Ya que los métodos de reducción de tamaño pueden agruparse de varias maneras, pero como la reducción ocurre en etapas (4). El término **Trituración**, se aplica a las reducciones subsecuentes de tamaño hasta alrededor de 25 mm, considerándose las reducciones a tamaños más finos como **Molienda**.

Tanto la trituración como la molienda pueden subdividirse aun mas en etapas primaria secundaria y terciaria, como seria el caso de la molienda puede subdividirse mas por el tipo de molino, el tipo de los medios de molienda y el hecho de que la molienda se desarrolle en medio húmedo o seco(4).

En nuestra sección de molienda trabajaremos con dos tipos de maquinas específicas para la reducción de tamaño que son: la quebradora de rodillos (trituradora) y los molinos de tambor giratorio (de impacto).

Trituradora de Rodillos.- Este tipo de trituradoras pueden tener un rodillo con dientes o dos rodillos en cuyo caso los dientes son opcionales. Puede ocurrir algo de fractura de crucero en las maquinas dentadas, pero la mayor parte tiene lugar por estallido.

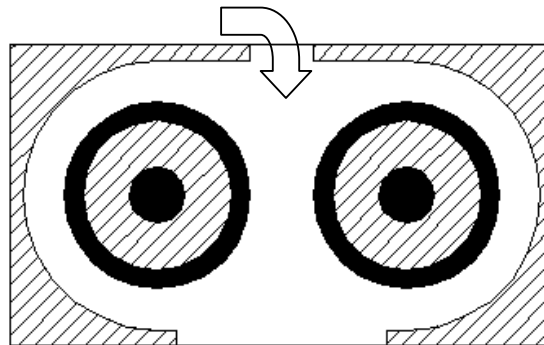


FIGURA 1.1. Esquema de una trituradora de rodillos.

Molinos de tambor giratorio.- es la solución al problema de aplicar una pequeña fuerza de fractura a un gran número de partículas, lográndose el efecto mediante medios de molienda para que se produzca predominantemente fractura por estallido, los medios de molienda lo constituyen barras de acero, bolas (acero o cerámicas), o partículas del mismo material llamándose molienda autógena (4).

El volumen de carga de un molino de tambor giratorio es el porcentaje del volumen interior del molino que esta ocupado por los medios de molienda e incluye los espacios huecos que existen entre los medios, este valor se lo puede obtener de manera aproximada de la siguiente ecuación:

$$\%VC = 113 - 126 \frac{H_C}{D_M} \quad \text{ecuación 1.1.}$$

Donde H_C es la distancia interior de la parte superior del molino a al aparte superior de la carga estacionaria; D_M es le diámetro del molino por el interior del blindaje.

Entre las características de los molinos de tambor giratorio para una molienda húmeda o seca, tenemos (4):

- Que procesamiento subsecuente sea húmedo o seco.
- La disponibilidad de agua.
- La molienda en medio húmeda precisa menos energía por tonelada de material.
- La clasificación en medio húmedo requiere menos espacio que la clasificación en seco.
- La molienda en medio húmedo no necesita de equipo e control de polvo.
- Para efectuar molienda en seco es esencial un bajo contenido de humedad y en consecuencia puede necesitarse una operación de secado adicional.
- La molienda en medio húmedo utiliza básicamente medio de molienda y de blindaje cerámicos para evitar la corrosión y que se contamine la muestra.

- La molienda en seco elimina la necesidad de que el material reaccione con el agua.

1.3. Análisis Químico y Composiciones De Fases

Es una de las técnicas de análisis más comúnmente utilizada para los materiales cerámicos. Instrumentación y técnicas espectroscópicas son utilizadas para Análisis cualitativos de rutina, análisis cuantitativos de impurezas, análisis cuantitativo de elementos en sistemas que no pueden ser analizados por análisis químicos (1).

Cada elemento tiene un nivel de energía característico por lo que la adsorción de energía radiante causa transición de niveles bajos hasta altos de energía, producen radiaciones que van desde infrarroja hasta la ultravioleta. La información química es obtenida de la longitud de onda e intensidades de la línea característica emitida en el espectro (visible-infrarroja).

Las técnicas espectroscópicas se fundamentan en la interacción de la materia con la radiación. Esta interacción involucra procesos como la absorción o la difusión (scattering).

TABLA 1

TECNICAS ESPECTROSCOPICAS		
Método	Principio	Detección
ES (polvo) Emisión Espectroscópica	Estimulación térmica de electrones en el átomo	Línea emitida en el espectro (visible-UV)
FES (solución líquida) Espectroscopia de Emisión de Flama	Estimulación térmica de electrones en el átomo	Línea emitida en el espectro (visible-UV)
AAS (solución líquida) Espectroscopia de Absorción Atómica	Estimulación térmica de electrones en el átomo	Línea emitida en el espectro (visible-UV)
XRF (polvo) Fluorescencia de Rayos X	Estimulación de rayos X de electrones en el átomo	Línea emitida en el espectro (Rayos-X)
GC/MS (sólido, líquido o gas) Cromatografía de Gases / Espectrometría de masas.	Iones deflectados por un campo magnético	Masa/Carga del Ion
IRS (sólido, líquido o gas) Espectroscopia Infrarroja	Vibraciones moleculares con cambio en momento dipolar que absorbe radiación IR	Espectro de absorción (infrarrojo)

Referencia: Introducción a los principios del procesamiento de cerámicos, James S. Reed, 1988

Como las energías asociadas a cada uno de estos cambios son muy diferentes, cada uno de estos procesos se puede tratar de manera independiente. Consecuentemente, los procesos de

absorción y emisión sólo pueden darse a determinadas frecuencias de los fotones. Además, el conjunto de frecuencias a las que se producen estos procesos es propio de cada molécula. Para una molécula dada, su espectro de absorción/emisión constituye una "huella dactilar" de la misma (1).

Las absorciones que se producen en la región espectral del infrarrojo involucran energías mucho más pequeñas si las comparamos con las energías de absorción relacionadas con la estructura electrónica de la molécula (ultravioleta y visible).

Análisis de Fase.- Fases cristalinas difractan rayos X de acuerdo con la ley de Bragg;

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \text{ecuación 1.2.}$$

Donde θ , es el ángulo de difracción de una RED a una distancia d , λ es la longitud de onda de los rayos X, y n es un numero entero.

La identificación de una fase es lograda por la comparación de los espacios intersticiales, d y las intensidades del material relativas a la de materiales de referencia. Para determinar los análisis de fase se utilizan técnicas de Microscopia Electrónica como;

(Ver apéndice B)

TABLA 2
TECNICAS DE ANALISIS POR MICROSCOPIA.

Microscopia Óptica: (LM)	Microestructura de superficies pulidas, o secciones finas, análisis de fases; Resolución hasta 0.2μm.
Microscopia de barrido de electrones con espectroscopia dispersiva de Rayos X (SEM) / (EDS)	Microestructura de superficies pulidas, fracturadas; resolución 10 nm; análisis cualitativo y semi-cuantitativo con 2 μm de resolución utilizando EDS.
Microscopia de transmisión de electrones: (TEM)	Microestructura de secciones finas 20-200 nm, resolución 1 nm, identificación de estructuras de cristales por difracción de electrones, análisis cualitativo y semi-cuantitativo utilizando TEM con EDS (30- to 50-nm de resolución).

Referencia: Introducción a los principios del procesamiento de cerámicos, James S. Reed, 1988

1.4. Análisis de Superficie:

Análisis de superficie o material cerca de la superficie (varia del material en “bruto”), ha sido ayudado por mejoras en instrumentación (1).

Auger Electron Spectroscopy (AES): rayo de barrido de electrones excita a la superficie de la muestra, y la energía emitida

por los “electrones AUGER” dan la información sobre los números átomos de los elementos presentes.

Electron Microprobe Analyser (EMA): Rayos X característicos son emitidos cuando los electrones escanean una región microscópica de la superficie, detectan, identifican y cuantifican los elementos químicos presentes.

Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS): Se bombardea la superficie con iones de baja energía mono-energéticos para remover iones de la superficie por chispazos y así poder analizarlos utilizando espectrometría de masas.

X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS): Cuando la superficie es excitada utilizando rayos-X monocromáticos, los “photoelectrones” emitidos desde la superficie contienen información sobre el tipo de átomos y su estado de oxidación.

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR): La finalidad de las aplicaciones de espectroscopia infrarroja es la determinación de los grupos funcionales que contiene un determinado gas, a partir del estudio de los espectros de absorción en la región espectral 2-

20 μm . Sin embargo, los detectores de infrarrojo no tienen la selectividad espectral necesaria para distinguir las diferentes bandas de absorción, ya que suelen integrar toda la señal recibida en un amplio rango de frecuencias. Existen dos maneras de abordar este problema: *la técnica dispersiva* y *la técnica por transformada de Fourier* (16).

1.5. Análisis Termoquímicos y Termo físicos

Las técnicas termoquímicas determinan el cambio termodinámico de los materiales individuales y reacciones entre materiales en una mezcla, o entre el material y la atmósfera cuando cambia la temperatura (Ver Apéndice C).

Termo Gravimetric Analysis (TGA): el material se suspende de una balanza, y el peso es monitoreado durante un calentamiento o enfriamiento controlado o bajo condiciones isotérmicas.

Differential Thermal Analysis (DTA): para este análisis las termocuplas que están en contacto con la muestra (generalmente polvo) y con la muestra de referencia respectivamente, indican la temperatura de ensayo y una temperatura diferencial debido a la

transición exotérmica o endotérmica o a la reacción de la muestra como función de la temperatura o del tiempo.

Differential Scanning Calorimetry (DSC): cuando el cambio de entalpía es determinado, la técnica se llama “escaneado calorimétrico diferencial”. Los parámetros importantes que deben ser controlados incluyen la rata de calentamiento o enfriamiento, la conductividad térmica del contenedor, muestra y referencia, el tamaño de partícula de la muestra y el flujo y composición de la atmósfera

Thermal Mechanical Analysis (TMA): análisis termo físico que incluye el monitoreo de la expansión y contracción durante el calentamiento o enfriamiento y la resistencia a la penetración mecánica o la transmisión de vibraciones mecánicas durante el calentamiento (3).

La información termoquímica en conjunto con la información química, de fase y análisis de micro estructura de materiales calentados es utilizada para identificar cambios como: Eliminación de líquidos, Oxidación de materiales, Reacciones entre materiales, Vitricificación, Recristalización

Información Termo física es utilizada para identificar los cambios de fase y sinterizada de materiales orgánicos durante la calcinación y cambios de propiedades de químicos orgánicos

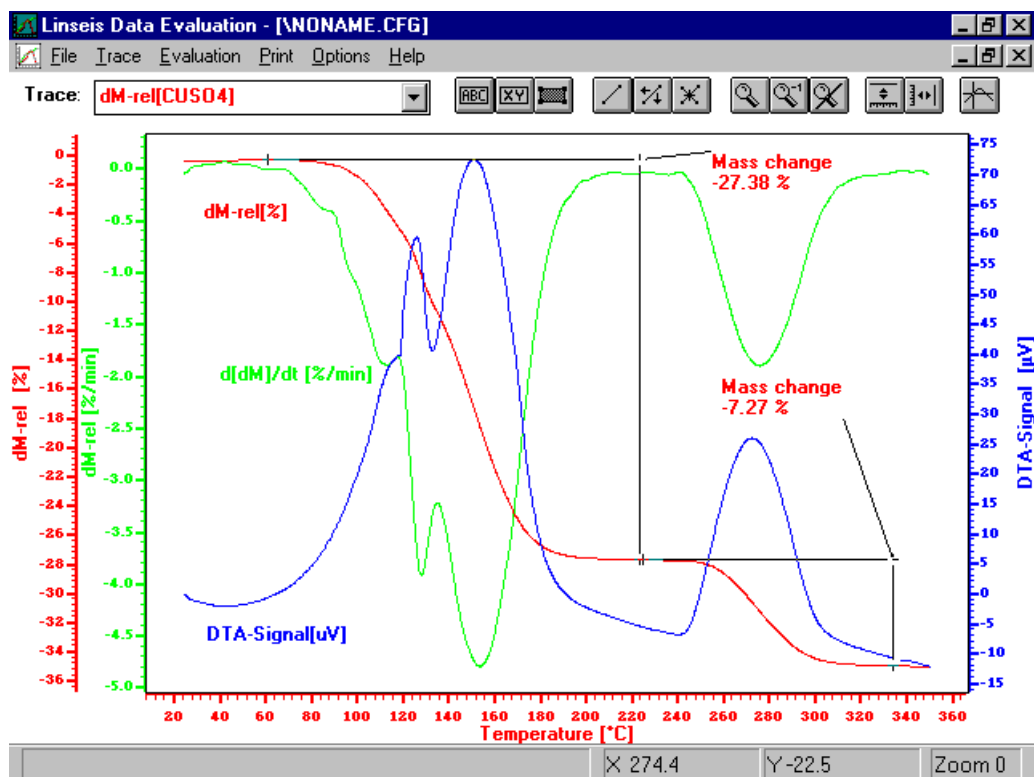


FIGURA 1.2. Curvas de análisis termo físicos*.

Proceso de sinterización y quemado.- en este proceso se conocen las propiedades mecánicas finales de cada material ya que el producto en verde (sin quemar), mecánicamente débil, se

*Curvas TGA/DTA/DTG de Sulfato de cobre, software de Shimadzu.

transforma en un producto fuerte y durable, aquí es importante un ciclo de quemado adecuado para no introducir errores ni fallas (13).

Existen diferentes regiones en la curva de quemado que son críticas y deben ser consideradas para la optimización del proceso de quemado, reacciones como deshidratación del material, volatilización de los ligamentos y lubricantes, oxidación de materiales orgánicos se deben tomar en cuenta al diseñar una curva de quemado. La determinación de las reacciones durante el quemado puede ser hecha por medio de técnicas para medir los cambios químicos y físicos: TGA, DTA y dilatometría (2) (Ver Apéndice D).

TABLA 3
ETAPAS DE DESINTEGRACION DE LA MATERIA PRIMA NO
METALICA

REACCION		TEMPERATURA	
Tipo	Mecanismo	° C	° F
Común	Perdida del agua mecánica	250-350	480-660
	Oxidación de la materia orgánica	250-450	480-840
	Deshidroxilacion	450-670	840-1240
	Inversión de cuarzo $\alpha\beta$ del sílice libre	700-850	1290-1560
	Descomposición de carbonatos	790-870	1455-1600
	Cristalización, desarrollo fase líquida densificación	880-960	1615-1760
Específicos	Deshidroxilacion de la ilita	170-700	340-1290
	Deshidroxilacion de la caolinita	250-900	480-1650
	Deshidroxilacion de la montmorilonita	575	1065
	Disociación de la dolomita	800-950	1470-1740
	Disociación de la calcita	820-1020	1508 - 1868

Fuente: Engineered Materials HandBook, Volumen 4 Ceramic and Glasses.

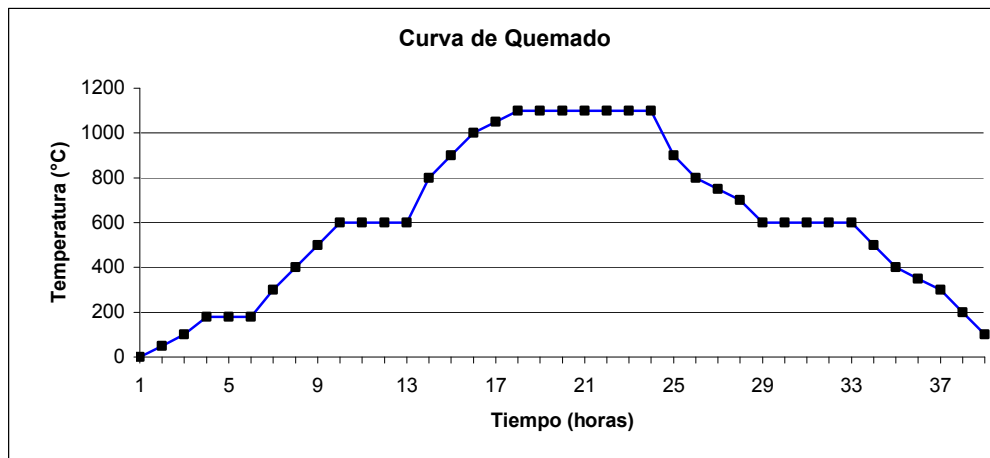


FIGURA 1.3. Curva de quemado.

Sinterizado.- Es un fenómeno dependiente del tiempo y temperatura, al quemar una composición en el rango mas bajo del proceso de sinterización requiere de de tiempos extendidos de quema; al quemar una composición en la parte alta del rango, requiere de menos tiempo para obtener la misma densidad en el producto quemado (13).

La tasa de calentamiento es un factor crítico para todos los análisis que se realizan ya que las reacciones ocurren en menos tiempo y rangos más amplios de temperatura cuando se incrementa la rata de calentamiento. Mucha de las reacciones se las detecta a más largos periodos de tiempos y en rangos de temperatura más grandes.

TABLA 4
ETAPAS DE SINTERIZACION.

Etapas	Observaciones
Inicial	Superficies de las partículas se comienzan a suavizar
	Comienza interconexión de los poros abiertos
	Difusión de dopantes activa
	Porosidad decrece <12%
Intermedia	Encogimiento de los poros abiertos que interceptan a los bordes de grano
	Porosidad media decrece
	Crecimiento de grano lento
	Encogimiento diferencial de poros, crecimiento de granos en material heterogéneo
Final (1)	Porosidad cerrada intercepta los bordes de grano
	Poros se encogen mucho mas o desaparecen
	Poros mas grandes que los granos se encogen despacio
Final (2)	Granos muy grandes comienzas aparecer rápidamente
	Poros dentro de los granos grandes se encogen muy despacio.

Referencia: ASM, Engineered materials Handbook Volumen 4.

1.6. Tamaño y Forma de la Partícula

Es muy importante el uso del tamaño de partícula como medida de control para los procesos de reducción de tamaño (fragmentación), en ocasiones el material puede reducir se de tamaño para; incrementar el área de superficie y acelerar así un proceso químico como la lixiviación. Antes de que pueda medirse el tamaño de

partícula, es muy necesario comprender lo que realmente significa esta expresión de uso ambiguo “tamaño de partícula”, (1).

Normalmente las partículas procedentes de cualquier operación de reducción de tamaño tienen una gama de características, que es necesario tener en cuenta;

- El “tamaño” de cada partícula
- El tamaño promedio de todas las partículas
- La forma de las partículas
- La gama de tamaños de partícula

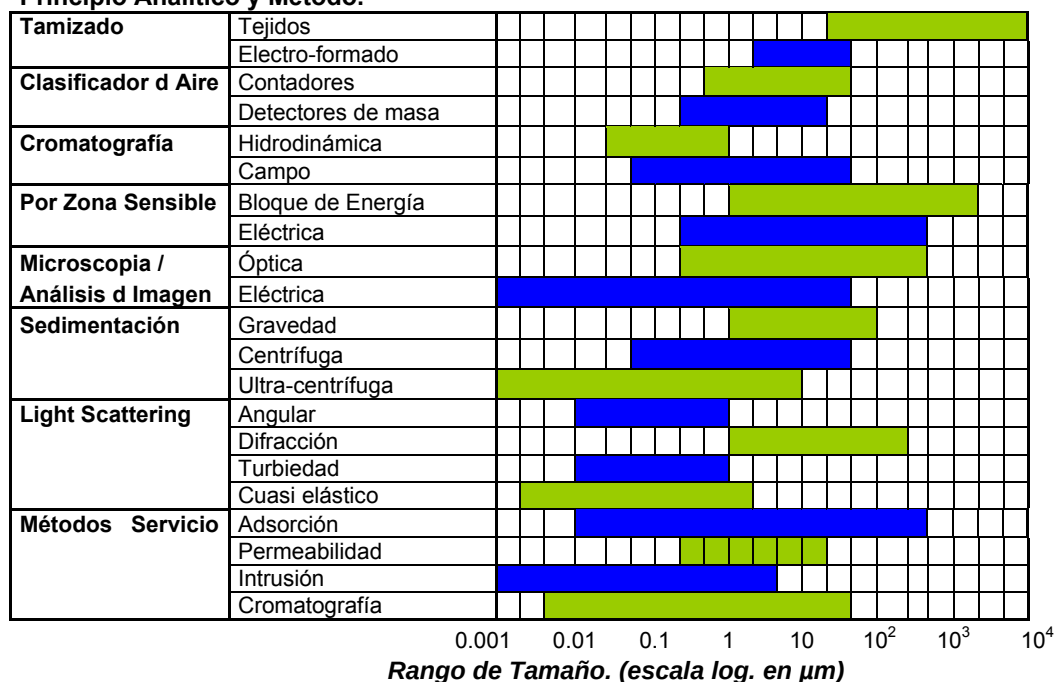
Generalmente el tamaño de los materiales convencionales están en el rango de 50 nm a 1cm, sin embargo tamaños mas largos de 1 cm se utilizan en refractarios y concretos, y partículas menores a 5nm se observan en materiales creados químicamente.

Existen varias técnicas para la medición de tamaño de partícula, pero la precisión de dicho dato depende de; la preparación de la muestra, la forma de la partícula y la técnica usada para dicho análisis, por lo que dos o más análisis pueden ser requeridos para cubrir el rango total de interés. Y finalmente tener en cuenta para que se necesite la información de tamaños cuando se selecciona un instrumento.

TABLA 5.

PRINCIPIO ANALÍTICO VS. RANGO DE TAMAÑO

Principio Analítico y Método.



Fuente: Introducción a los principios del procesamiento de cerámicos, James S. Reed, 1988

1.6.1. Tamizado o Cribado

El cribado es la clasificación de partículas debido a su habilidad o inhabilidad para pasar por una apertura de tamaño controlado, las partículas son introducidas a una serie de tamices con aperturas finas sucesivas y las partículas son agitadas para inducir su paso hasta que la apertura más pequeña bloquea el paso de partículas, dicha

técnica solo permite obtener el tamaño de grano de una muestra mas no la forma ni tamaño de la partícula (4).

El tamizado es una técnica muy común y utilizada para tamaños hasta de 44 μm . Un set de tamices generalmente sigue una progresión de tamaños del $\sqrt{2}$., la aglomeración se torna en un problema en partículas de menor tamaño que 44 μm y pueden introducir errores en el análisis. En algunos casos, análisis de tamizado en seco puede ser realizado para partículas de hasta 20 μm por medio de técnicas especiales, pero también se puede mejorar las técnicas con la utilización de agua.

Cuando la muestra es muy grande, las aperturas de las mallas mas finas se bloquean (vuelven ciegas) y el mecanismo de tamizado o cribado se vuelve ineficiente, aparatos viejos dependen de un movimiento mecánica de baja frecuencia para la “motivación de las partículas”, mientras que aparatos más modernos utilizan además pulsos de aire de alta frecuencia y producen un cribado más eficiente (4).

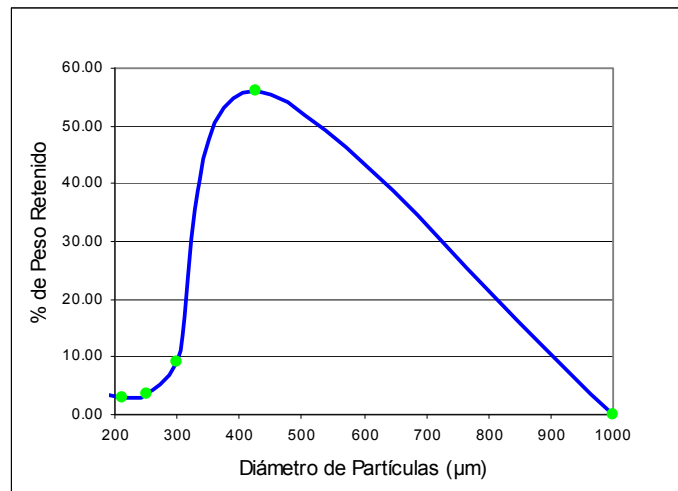


FIGURA 1.4. Curva de frecuencia del % de material retenido en el tamiz.

1.6.2. Técnicas de Sedimentación.

Una partícula esférica de densidad D_p , diámetro a liberada en un fluido de viscosidad η_L y de menor densidad D_L , se acelerará momentáneamente y después caerá a una velocidad final constante v . Un flujo laminar ocurre cuando el número Reynolds Re , de la partícula es menor que 0.2, el número Reynolds es calculado de la ecuación:

$$Re = \frac{(v a D_L)}{\eta_L} \quad \text{ecuación 1.3.}$$

Para las partículas cerámicas, el límite más alto es de aproximadamente 50 μm. (8) La velocidad final se relaciona

con el diámetro de partícula de acuerdo con la ecuación de Stokes:

$$v = \frac{a^2(D_p - D_L)g}{18\eta_L} \quad \text{ecuación 1.4.}$$

donde, g , es la aceleración de la gravedad o centrífuga. El tiempo t para la sedimentación a una altura H es:

$$t = \frac{18H\eta_L}{a^2(D_p - D_L) \times g} \quad \text{ecuación 1.5.}$$

Para citar un ejemplo (1) de cómo se desarrolla este métodos observamos que las partículas de Alumina en agua, el tiempo de sedimentación por gravedad para una altura de 1 cm es de 1 minuto para partículas de 10 μm y de 2 horas para partículas de 1 μm .

Rayos X (Sedimentación).- Básicamente el la unión de las famosas leyes de Stockes de sedimentación junto con las atenuaciones de la radiación X, estos dos conceptos permiten medir tamaños de partículas tanto nanométricas como milimétricas, denominándose Técnica de Sedimentación por Rayos X. El método de sedimentación de Radiografía es basado en dos bien-establecidos y conocidos

conceptos el fenómeno-gravitacional como la sedimentación y la absorción de Rayos X de energía baja (3).

La Ley de Stockes describe la sedimentación gravitatoria de partículas esféricas como una función de diámetro de la partícula. La ley simplemente declara que la velocidad final de una partícula esférica en un medio fluido es directamente proporcional al cuadrado del diámetro de la partícula (1).

Clasificar partículas según la velocidad de asentamiento, es equivalente a clasificarlas por el tamaño de la partícula. La velocidad de asentamiento es determinada midiendo el tiempo requerido para las partículas para caerse una distancia conocida.

El caso más simple, para apreciar la técnica es imaginar que se introducen todas las partículas simultáneamente al mismo nivel superior de la celda de asentamiento, como se esquematiza en la Figura. 1.6. Las partículas serán separadas según la velocidad de asentamiento cuando ellas caigan. Si todas las partículas tienen la misma densidad, entonces ellas también se separarán por el tamaño. (Ver apéndice E.)

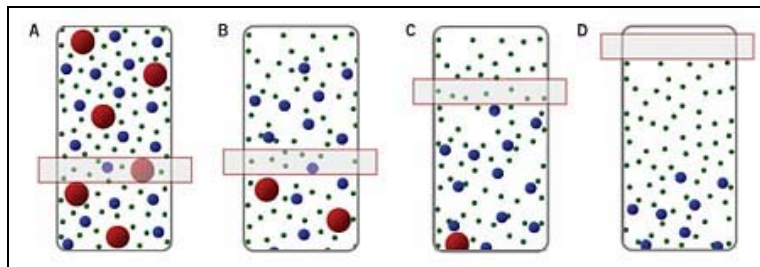


FIGURA 1.5. Esquema de un análisis con Rayos X

1.6.3. Técnicas de Difracción Láser.

El principio de esta técnica es, partículas dispersas pasando por un rayo de luz causarán difracción de luz fuera de la sección transversal del rayo cuando las partículas son más grandes que la longitud de onda de la luz. La intensidad de luz difractada es proporcional al tamaño de partículas al cuadrado, mientras que el ángulo de difracción varía inversamente con el tamaño de partícula.

El láser comúnmente usado es el de He – Ne como fuente de luz *, la combinación de un filtro óptico, lentes y foto detectores que en conjunto con un microcomputador, computan los datos de distribución de tamaño de partícula obtenidos de la difracción.

*Manual Técnico, Analysette 22 FRITSCH, Analizador Láser de Tamaño de partículas.

Con la ayuda de matemática compleja, la intensidad de distribución de la luz esparcida puede usarse para calcular la distribución de tamaño de partícula de las partículas esparcidas. Se obtiene como resultado un diámetro de partícula correspondiente a la difracción láser con un diámetro que es equivalente a una esfera con idéntica distribución de la luz difractada. (Ver apéndice F.)

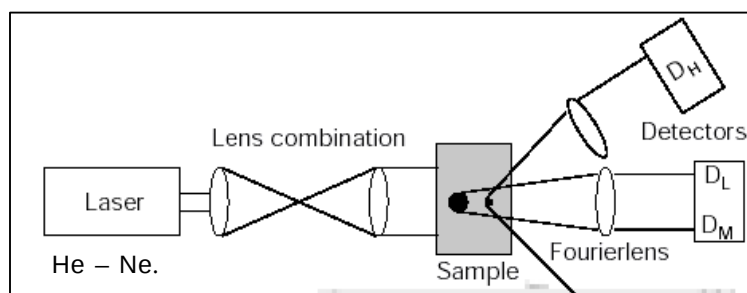


FIGURA 1.6. Esquema de análisis por Difracción Láser

En conclusión la especificación de un instrumento y el procedimiento para la preparación de muestras deben basarse en la experiencia tanto como en los principios, tomando en cuenta factores importantes como el costo del instrumento, flexibilidad del método, capacidad del rango de tamaño, preparación de la muestra y tiempo de análisis.

TABLA 6
TÉCNICAS DE ANÁLISIS PARA TAMAÑOS DE PARTÍCULAS

Método	Medio de Análisis	Capacidad de Tamaño. (µm)	Tamaño de Muestra (g)	Tiempo de Análisis
Microscopia				
Óptica	Liq. / Gas	400 - 0.2	< 1	S - L
Electrónica	Vacío	20 - 0.002	< 1	S - L
Tamizado				
	Aire	8000 - 37	50	M
	Aire	5000 - 37	20	M
	Líquido	5000 - 5	5	L
	Gas inerte	5000 -20	5	M
Sedimentación				
Gravedad	Líquido	100 - 0.2	< 5	M - L
Centrifuga	Líquido	100 - 0.02	< 1	M
Zona de Censado				
Eléctrico				
	Líquido	400 - 0.3	< 1	S - M
Barrido de Luz				
Fraunhofer	Liq. / Gas	1800 - 1	< 5	S
Mie	Líquido	1 - 0.1	< 5	S
Fluctuación de Intensidad				
	Líquido	5 - 0.005	< 1	S

S = short (corto < 20 min.); M = moderado (20 - 60 min.); L = largo (> 60 min.)

Fuente: Introducción a los principios del procesamiento de cerámicos, James S. Reed, 1988

1.7. ADITIVOS

De igual manera que existen propiedades exclusivas de un material, estas pueden variar su comportamiento si químicamente reaccionan con algún tipo de aditivo, los mismo que son utilizados en procesos industriales para llevar una materia prima a las condiciones de trabajo necesarias, ya que el procesamiento de cerámicos para obtener productos requiere de la transformación de materias primas (en forma de polvos) a un cuerpo denso y uniforme a través de la aplicación de técnicas de consolidación y procesos subsecuentes térmicos y sinterización, a continuación citamos algunos tipos de aditivos comúnmente usados en la industria cerámica tradicional (13):

Deflocunlantes, Coagulantes, Floculantes, Binder (Ligadores), Plastificantes, Lubricantes, Bactericidas, entre otros

Aditivos para sinterización.- son modificaciones intencionales de la química base del material, los aditivos de sinterizado son combinaciones de uno o más óxidos que son añadidos primariamente para controlar el crecimiento de granos y para mejorar la densificación. (1).

Solventes.- Los solventes son necesarios para impartir fluidez como para hacer de vehículo para la disolución y distribución uniforme de todos los aditivos. Los solventes son polares o no-polares y pueden ser acuosos como no-acuosos. Agua es un solvente polar muy común, como también lo son los alcoholes simples y glicoles, aunque el agua puede contener altos niveles de impurezas disueltas como los metales de calcio, sodio, magnesio y aniones como sulfatos y carbonatos (1).

Surfactantes.- Tienen varias funciones en el sistema, como agentes de mojado o humectantes, ayudan al cobertura efectiva y total de los sólidos por el solvente; como dispersante, promueven la defloculación y estabilidad; como agentes anti-espumantes, minimizan las burbujas que resultan de los procesos de formado. Además que alteran las propiedades reológicas del sistema sólido-solvente y actúan como plastificantes y lubricantes (2).

1.8. REOLOGIA

Ciencia que estudia la deformación y fluidez de la materia, es una herramienta muy útil tanto para los investigadores quienes buscan respuestas en el desarrollo de nuevos materiales, como para los

ingenieros quienes buscan métodos que faciliten el control de calidad (12).

Reometría.- medida de las propiedades reológicas de un líquido o de un material de partículas que se encuentran dispersas dentro de un líquido. Una de las propiedades reológicas más importantes es la viscosidad, que es la resistencia que tienen los cuerpos a fluir.

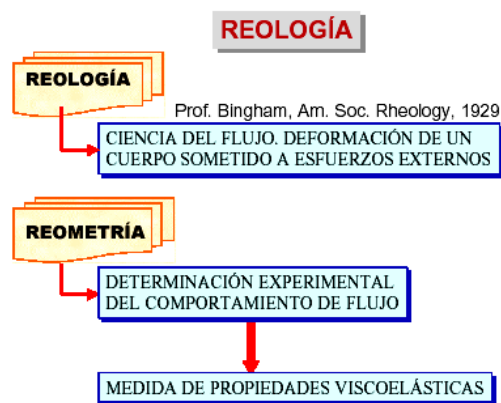


FIGURA 1.7. Esquema de la Reología.

Los materiales en general se pueden comportar de tres maneras diferentes cuando están sujetos a deformaciones (11).

- Sólidos.- Ley de Hooke (teoría de elasticidad)
- Líquido.- Teoría de Viscosidad de Newton
- Visco-elástico.- Material que posee características elásticas y viscosas.

Las medidas reológicas pueden ser realizadas en todo tipo de material, mediante una variedad de instrumentos llamados reómetros, mientras los que se limitan a medir la viscosidad se llaman viscosímetros (11).

Viscosidad.- La viscosidad es la medida de la fricción interna de un fluido, esta fricción aparece cuando una capa de fluido es obligada a moverse una en relación de la otra. La fuerza requerida para generar este movimiento de fricción es llamada “*cortante*”, estos cortantes ocurren siempre que el fluido este físicamente moviendo ya sea por agitación, atomizado, bombeo, etc.

Viscosidad Absoluta.- se obtiene de cualquier sistema geométrico y es independiente de la densidad Medida: (Pa. s)

Viscosidad Cinemática.- se obtiene de cualquier sistema geométrico y depende de la densidad. Medida: Stokes (Pa.s/Kg.m³)

Viscosidad Aparente.- es una medida de los líquidos No-Newtonianos y se mide de acuerdo a la tasa de deformación. Medida: (Pa.s)

Teoría de Viscosidad de Newton

Isaac Newton definió la viscosidad considerando el modelo que aparece en la Fig. 1.8., donde, dos placas de un fluido de igual área

A, están separadas por una distancia “dx” y se mueven en la misma dirección pero a diferentes velocidades “V₁” y “V₂”.

Newton asumió que las fuerzas requeridas para mantener esta diferencia en las velocidades fue proporcional a la diferencia de velocidades a través del líquido, es decir, al gradiente de velocidad, por lo que Newton expresa (12):

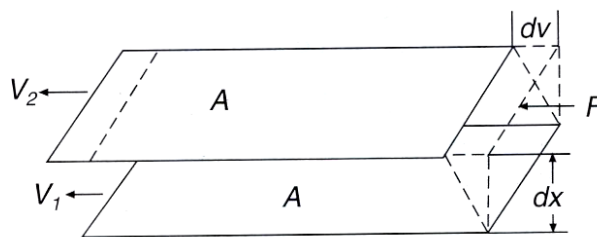


FIGURA 1.8. Modelo de Newton.

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{\partial v}{\partial x} \quad \text{ecuación 1.6.}$$

Donde η es la propiedad medida del material y se llama “viscosidad”, el gradiente de velocidad dv/dx es medido del cambio de velocidad de las capas una respecto a la otra, esto hacia que existiera un moviendo relativo (cortante) entre las capas el cual se lo llamo “taza de deformación” y cuya unidad de medida es (sec^{-1}).

El termino F/A que indica la fuerza por unidad de área necesaria para producir la acción de corte, fue referenciado como “esfuerzo

cortante" τ y sus unidades de medida son (dinas / cm²) o Newtons por metro cuadrado (N / m²)

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \text{ecuación 1.7.}$$

La unidad fundamental de medición de la viscosidad es el "*poise*" que significa, si un material genera un esfuerzo cortante de una dyna por cm² para producir una tasa de deformación de 1 sec⁻¹, tiene una viscosidad de 1 poise (P) o 100 centipoises (cP), también se puede expresar en Pascal – segundo (Pa.s).

En su estudio Newton también definió 2 tipos de sistemas diferentes de flujo: Newtonianos y No-Newtonianos

Newtoniano.- también llamado fluido verdadero es aquel, que sometido a un esfuerzo tangencial o cortante, se deforma con una velocidad que es proporcional directamente al esfuerzo aplicado.

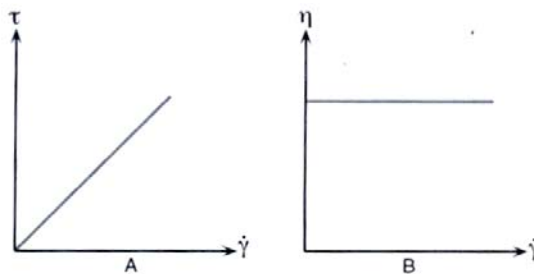


FIGURA 1.9. Comportamiento de fluido newtoniano.

No-Newtonianos.- son aquellos en que el esfuerzo cortante no es directamente proporcional a la relación de deformación. Por común estos fluidos se clasifican respecto a su comportamiento en el tiempo o independientes del mismo, existen además otros tipos de fluidos no newtonianos como pueden ser:

Pseudo-plásticos.- Es aquel tipo de fluido en el que decrece sus viscosidad mientras incrementa su tasa de deformación ($\dot{\gamma}$).

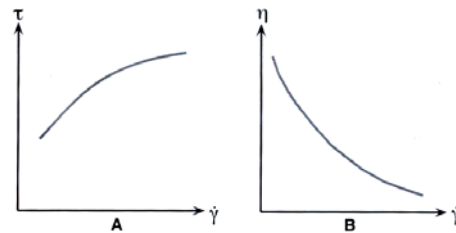


FIGURA 1.10. Comportamiento de fluido Pseudo-plástico.

Dilatante.- es aquel que incrementa su viscosidad cuando disminuye la tasa de deformación ($\dot{\gamma}$).

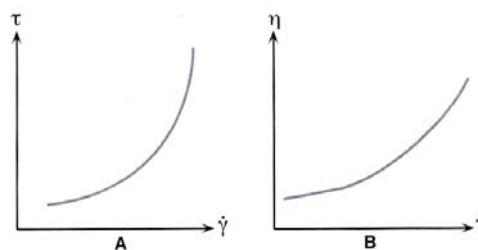


FIGURA 1.11. Comportamiento de fluido dilatante.

Plástico.- Es un tipo de fluido que se comportara como un sólido bajo condiciones estáticas.

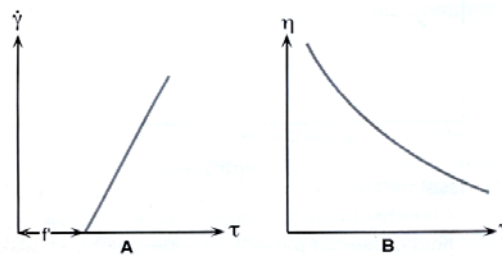


FIGURA 1.12. Comportamiento de fluido plástico.

Tixotropía

La tixotropía se define como el fenómeno consistente en la pérdida de resistencia de un coloide, al amasarlo, y su posterior recuperación con el tiempo. (11) Las arcillas tixotrópicas cuando son amasadas se convierten en un verdadero líquido. Si, a continuación, se las deja en reposo recuperan la cohesión, así como el comportamiento sólido. Para que un material tixotrópico muestre este especial comportamiento deberá poseer un contenido en agua próximo a su límite líquido. Por el contrario, en torno a su límite plástico no existe posibilidad de comportamiento tixotrópico.

Viscosímetro.

Es el instrumento utilizado para medir la viscosidad, puede ser análogo, digital y programable, existen dos tipos de viscosímetros:

- Viscosímetros Rotacionales.
- Viscosímetros Capilares.

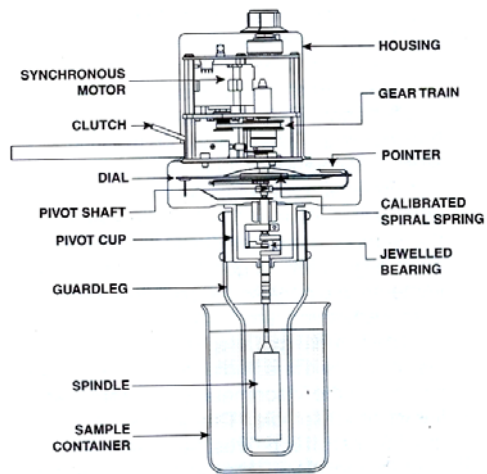


FIGURA 1.13. Diagrama funcional del viscosímetro.

Viscosímetro Rotacional.- esta relacionado con el torque (M) y la velocidad de rotación (w).

Viscosímetro Capilar.- esta relacionado con la presión (p) y el caudal Q .

Ambos son usados para la medición de propiedades reológicas de fluidos Newtonianos y No-Newtonianos.

Centramos nuestro interés en lo viscosímetros rotacionales que son con los cuales vamos a trabajar, su principio de funcionamiento es; Medir el torque requerido para girar un elemento sumergido (*spindle*) en un fluido. El spindle es conducido por un motor mediante un espiral calibrado, la deflexión de este espiral ante el

torque generado es indicado por un indicador o pluma (análogo) o en una pantalla de cristal liquido (digital).

Todos los viscosímetros constan de una transmisión de velocidades múltiples y la intercambiabilidad de spindle permite que este equipo sea muy versátil y cubra un amplio rango de medición de viscosidad.

La viscosidad en viscosímetros rotacionales se define por los parámetros de la geometría del spindle utilizado de las cuales citamos las 2 más usadas:

Cilindro concéntrico.- aplicado para Spindles de geometría cilíndrica.

TAZA DE DEFORMACION (sec^{-1}):

$$\gamma = \frac{2\omega R_c^2 R_b^2}{x^2 (R_c^2 - R_b^2)} \quad \text{ecuación 1.8.}$$

ESFUERZO CORTANTE (dynas/cm^2):

$$\tau = \frac{M}{2\pi R_b^2 L} \quad \text{ecuación 1.9.}$$

VISCOSIDAD (centipoises):

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad \text{ecuación 1.10}$$

Definiciones: ω = velocidad angular del spindle (rad/sec)

R_c = Radio del recipiente de la muestra (cm)

R_b = Radio del spindle (cm)

X = radio de la taza de deformación (se calcula)

M = Torque de salida del instrumento.

L = Longitud efectiva del Spindle (Ver Anexo 1.7.)

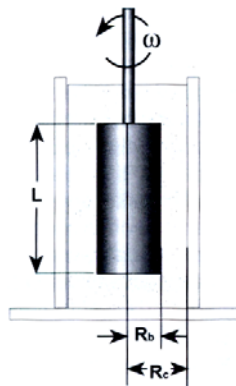


FIGURA 1.14. Esquema Modelo Cilindro Concéntrico.

Cono y Plato.- aplicado para Spindles de geometría de disco o plato cónico.

TAZA DE DEFORMACION (sec^{-1}):

$$\gamma = \frac{\omega}{\text{sen } \theta} \quad \text{ecuación 1.11.}$$

ESFUERZO CORTANTE (dynas/cm^2):

$$\tau = \frac{M}{\frac{2}{3}\pi r^3} \quad \text{ecuación 1.12.}$$

VISCOSIDAD (centipoises):

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad \text{ecuación 1.13.}$$

Definiciones: θ = Angulo del cono (grados)

r = Radio del cono (cm.)

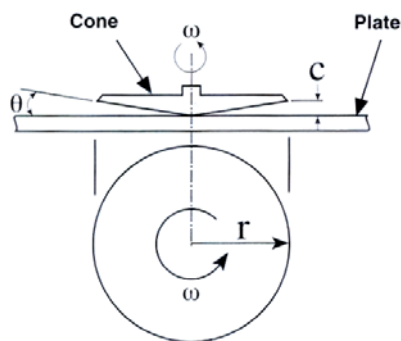


FIGURA 1.15. Esquema Modelo Cono y Plato.

Técnicas de Medición de Viscosidad

Información.-Se recomienda siempre anotar la información del modelo del viscosímetro, número de spindle o accesorio utilizado, velocidad de rotación, tamaño o dimensiones del recipiente que contiene la muestra, temperatura de la muestra, tiempo de rotación

del spindle, procedimiento de preparación de la muestra (si existiese)

Selección del tipo de spindle y de la velocidad de rotación.- Si estamos trabajando con un fluido que tiene una técnica existente usamos el spindle y la velocidad especificada. (11) Cuando realizamos pruebas originales no especificadas el mejor método de selección es el de prueba y error. Lo correcto es obtener en la una medición entre 10 y 100, recordando que la precisión mejoran con lecturas mas aproximadas a 100.

Sea cual fuese el modelo del viscosímetro el mínimo rango de viscosidad se obtiene usando el spindle mas largo y la mas alta velocidad, mientras que el rango más alto se lo consigue utilizando el spindle mas pequeño y usando la velocidad de rotación mas baja. (Ver apéndice G.)

Tamaño del Contenedor de la muestra.- las dimensiones optimas del recipiente que contiene la muestra a ser analizada están en n diámetro de 83mm o mayor y un volumen de 600 ml aproximadamente.

Condiciones de la muestra.- El fluido de muestra debe estar libre de aire ya sea disuelto o en forma de burbujas, debe mantenerse todo su volumen a una temperatura constante, esto se lo obtiene con una constante agitación de la muestra.

Inmersión del spindle.- El spindle debe sumergirse en la muestra hasta donde se encuentra una marca ranurada, además, hay que tomar en cuenta que el spindle debe ser introducido de tal manera que se ubique en el centro del recipiente. Siempre se cuadra la posición del spindle con el viscosímetro apagado.

Sensibilidad y Precisión.- Los viscosímetros esta garantizados para tener una precisión de $\pm 1 \%$ para todo su rango de escala usando todas la combinaciones de spindle y velocidad de rotación, este porcentaje expresado en centipoises (cP.) seria igual al factor del spindle ± 25 cP, mientras que su repetibilidad seria de $\pm 2 \%$.

Chequear su calibración.- Es aconsejable comprobar la calibración del equipo cada 100 mediciones, para esto se utiliza Estándares Calibrados de Viscosidad que son fluidos con valor certificado de viscosidad.

CAPITULO 2.

2. DISEÑO DEL LABORATORIO.

Con la introducción de los cerámicos como materiales alternativos, que van ganando un mercado en nuestro país de forma tradicional y a nivel internacional como materiales avanzados, el área de materiales ha visto necesario desarrollar un lugar de trabajo que nos permita conocer mas a fondo las propiedades de los materiales no metálicos.

El laboratorio consta de dos infraestructuras relacionadas, la primera es el Área de Molienda y Almacenamiento donde se trabajará el material pesado, hasta llevarlo a un tamaño óptimo para realizar la caracterización con los equipos necesarios en el Área de Análisis y Experimentación, en ambas secciones serán propuestos diseños de infraestructura que permitan en un futuro cumplir los requerimientos de la norma internacional ISO 17025 con el objetivo de llegar a ser un laboratorio certificado.

2.1. Infraestructura del Laboratorio de Molienda y Almacenamiento.

Denominada la sección 1, es donde llegara el material en su estado natural, se almacenara y se realizara el proceso de reducción de tamaño de las muestra a analizarse si así lo requiriese la práctica.

Con un área de 35 metros cuadrados y ubicada en la parte baja del edificio donde esta el Área de Materiales y Procesos de Transformación, será donde funcione este laboratorio, de diseño descomplicado consta de: un mesón en forma de “L” con un lavadero en cada esquina con sus respectivos tanques de almacenamiento de desperdicios y evitar así que estos se sedimenten y dañen la tubería, dado que el trabajo que se realizara aquí genera material particulado se dispusieron rejas en la entrada al Laboratorio y en la parte lateral izquierda que van desde el nivel superior del mesón hasta las vigas que conforman el techo para que disperse material volátil. (Ver planos en Apéndice H.)

Se recomienda una vez cimentados los equipos en la posiciones de trabajo colocar cerámica antideslizante en el piso, bajo cada mesón se encuentras áreas de almacenamiento con sus respectivas puertas corredizas hechas en aluminio. Además el acabado final de los mesones de trabajo debe ser con cerámica blanca.

2.2. Descripción de los equipos utilizados en la Sección 1.

En esta sección nos encontramos con equipos y maquinaria que generan mucho ruido y vibraciones en su funcionamiento, por lo cual se encuentran cimentados y ubicados de manera secuencial haciendo más óptimo el proceso de molienda.

Muchos de estos equipos fueron rehabilitados ya que habían sido dados de baja, algunos se mandaron a diseñar como los son el sistema motriz de rodillos para los molinos de bolas, mientras que otros fueron producto de donaciones de la empresa privada.

Todos los equipos que se encuentran en el laboratorio de molienda son de fácil uso, hay que tener en claro los determinados tamaños de muestra que se permiten trabajar en cada uno de estos para evitar posibles perjuicios a las maquina por sobrecarga.

A continuación se explicara el funcionamiento y las características principales de estos equipos para un correcto desarrollo de las prácticas.

2.2.1. Trituradora de Rodillos.

Descripción.- Equipo de trituración media, relativamente bajo en finos, tiene una relación de reducción de 3 : 1, usa rodillos dentados con ancho igual a dos veces su diámetro.

Aplicación.- Utilizado para reducir muestras que presenten tamaños de grano de hasta 20 mm OD, el material debe estar seco para evitar que este se pegue a los rodillos de trituración.

Especificaciones Técnicas.

Capacidad (Kg):	4.
Potencia (KW):	1.5.
Dimensiones:	133 x 61 x 51
Poder:	220 VDC / 60Hz.

Funcionamiento.

Se enciende el sistema desde una botonera ubicada en la pared posterior al equipo, activa el motor eléctrico pero los rodillos no se mueven, una vez que se ha seleccionado la abertura de los rodillos con las perillas de posicionamiento dependiendo el tamaño final de la muestra que se desee, se presiona el pedal (embrague) para que acoplen el motor eléctrico con el sistema motriz de los rodillos y comience la trituración.

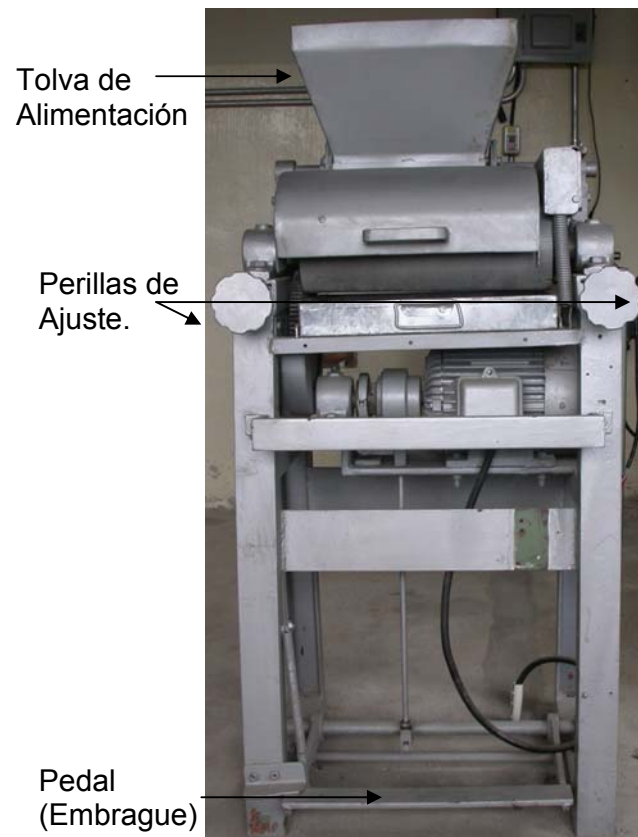


Figura 2.1. Trituradora de Rodillos



Figura 2.2. Vista Lateral Rodillos dentados.

2.2.2. Mezcladora de Rodillos.

Descripción.- Este equipo consta de dos discos macizos que giran dentro de una cavidad cilíndrica unidos a través de un eje simétrico a los 2 rodillos.

Aplicación.- se lo utiliza básicamente par realizar mezcla de tierras diferentes y en algunos casos para la reducción de tamaño siempre y cuando este sea de baja dureza aplica a material seco.

Especificaciones Técnicas.

Capacidad (kg.) :	10
Potencia (KW).:	1.5
Dimensiones de la cámara (cm):	61 OD x 27 H
Dimensiones (cm) :	103 x 95 x 68
Poder:	220 VAC / Hz.60

Funcionamiento.

Se enciende desde la botonera ubicada en la pared posterior al equipo, se activa el moto reductor que hace girar los brazos y estos a su vez hacen rodar los rodillos macizos en sus extremos.

Una vez terminado el proceso para descargar el material se procede a abrir la tapa ubicada en fondo de la cavidad de mezcla, posee un seguro de palanca.



Figura 2.3. Mezcladora de Rodillos.



Figura 2.4. Vista Superior del Mecanismo de Mezcla.

2.2.3. Molino de Bolas y Sistema Motriz de Rodillos.

Descripción.- Los molinos de bolas, recipientes de forma cilíndrica básicamente de Alumina recubierto por una coraza cilíndrica metálica con anillos de caucho (tambor rotatorio), cuyo interior se carga con bolas de Alumina de tamaños variados para una molienda más eficiente, este tambor gira longitudinalmente en un sistema de rodillos a velocidad constante.

Aplicación.- Se utiliza para obtener tamaños de grano menores a 150 μm que pasen el tamiz No. 100, posee una relación de reducción de 5 : 1 y es aplicable a molienda seca o vía húmeda.

Especificaciones Técnicas.

Capacidad de molienda (kg.):	1
Potencia (KW):	0.5
Material de Blindaje y Medios:	Alumina
Dimensión de Molinos (cm):	25 OD x 25 H
Dimensiones Sistema Motriz (cm):	89 x 32 x 55
Rango de Velocidad (RPM):	0 hasta 150
Poder:	110 VAC / 60Hz.

Funcionamiento.

Hay que tener claro las siguientes condiciones para cargar un molino de bolas, ya que el volumen de carga esta dada por la ecuación .1.1.

Para el caso de nuestros molinos el %VC para que trabaje a máxima potencia es de 50% para molienda vía húmeda y un %VC de 40% para molienda en seco. Además la distribución de tamaños de los elementos de molienda la cual tiene que ser variada para que llene todos los intersticios y la molienda sea mas optima. Una vez cargados los molinos se asegura bien la tapa y se los coloca de tal forma que los dos anillos de caucho del molino queden en contacto con los rodillos vulcanizados del sistema motriz, la velocidad de rotación se la selecciona del control digital ubicado a un lado de la estructura.



Figura 2.5. Sistema Motriz de Rodillos.



Figura 2.6. Molinos de Bolas.

2.2.4. Tamizadora y Tamices ASTM.

Descripción.- Equipo mecánico que mediante golpes continuos obliga a pasar el material seco a través de los diferentes tamices colocados en forma de columna.

Aplicación.- Se lo utiliza en prueba de distribución de tamaño de partículas generalmente con material seco y en pocas ocasiones por vía húmeda.

Especificaciones Técnicas.

Potencia (KW):	1.5
Capacidad de tamices:	Seis (6) + fondo ciego.
Tamices No. ASTM disponibles:	8, 10, 30, 60, 100, 115, 150, 170, 200, 250, 270, 325, 400.
Dimensiones Tamizadora (cm):	70 x 63 x 43
Tamaño de Tamices (pulg.):	8" (20.32 cm) OD.
Poder:	220 VAC / 60Hz.

Funcionamiento.

Los tamices se los colocan uno encima del otro de manera ascendente de numero de tamiz, es decir, que se la abertura de la malla se vaya haciendo mas pequeña a medida que se acerca al fondo ciego, una vez asegurada la columna de tamices se coloca la tapa especial con taco de goma sobre la columna de tamices para recibir los golpes y se enciende el equipo desde la botonera ubicado en la pared.



Figura 2.5. Tamizadora (RO-TAP)



Figura 2.8. Juego completo de tamices.

2.2.5. Mezcladora.

Descripción.- Mezclador de alta potencia, consta de un potente motor eléctrico libre de mantenimiento con protección para sobrecarga de temperatura, con display digital para control de la velocidad (rpm).

Aplicación.- Ideal para mezclar y homogenizar suspensiones de alta viscosidad y gran volumen de muestra hasta 5 galones y viscosidades de hasta 10000cps.

Especificaciones Técnicas.

Rango de velocidad	I 60 to 500 rpm. II 240 to 2000 rpm
Torque Max. (in-oz)	259
Potencia Motor (hp)	1/10
Dimensiones (mm.)	89 x 292 x 210
Poder	115 VAC / 60Hz
Material de eje y Hélice	Acero Inoxidable Tipo 316

Funcionamiento.

Posee un potenciómetro que permite aumentar o disminuir la velocidad, tiene un sistema dual que permite que el mezclador trabaje en dos rangos, uno de baja velocidad y alta potencia y el otro para velocidades de mezclado elevadas pero con poco torque, las dos opciones son elegibles simplemente con girar a

la posición deseada el anillo ranurado ubicado en la parte superior del mandril.

El eje se acopla al motor eléctrico por medio de un mandril que posee una llave ranurada para su ajuste final, mientras la hélice se ajusta al eje por medio de llaves hexagonales.



Figura 2.9. Mezcladora.

2.3. Infraestructura del Laboratorio de Análisis y Experimentación.

Denominada sección 2 se ubica en el laboratorio de Metalografía será donde funcionara el laboratorio de análisis y experimentación, se encontraran equipos para análisis, necesarios para llevar a cabo una caracterización más cualitativa y específica de los materiales no metálicos.

El diseño propuesto ocupa un área de 7 x 4 metros la cual será cerrada con paneles para independencia y seguridad de los equipos adquiridos, se levantarán tres mesones de los cuales 2 ya se encuentran contruidos y el otro es el propuesto en el diseño, en el mesón central se ubicara un lavadero doble, además, consta de 2 anaqueles ubicados sobre los mesones para almacenar vidriaría y reactivos químicos.

El piso del laboratorio deberá tener baldosas antideslizantes e inertes a reactivos químicos, los equipos de aire acondicionado deberán tener la capacidad de mantener la temperatura y humedad tomando en cuenta la presencia de equipos que generan calor como los hornos y secador de lámparas infrarrojas.

2.4. Descripción de Instrumentos de Medición utilizados en la Sección 2.

Los equipos que se operan en este laboratorio son muy delicados, en su mayoría electrónicos, nos sirven para ir descubriendo una a una las propiedades físico – químicas, reología y mineralogía de los materiales.

Algunos instrumentos son de uso sencillo como la Balanza electrónica, la Balanza analítica, la balanza calibrada para líquidos, horno de secado, secadero de lámparas infrarrojas, prensa hidráulica, agitadores tanto mecánicos como magnéticos, destilador y desionizador de agua entre otros, mientras que algunos son de uso complicado un poco más técnico como el espectrofotómetro, los equipos de titulación química, el horno de rampas, viscosímetro y reactivos químicos.

La experiencia y habilidad del personal capacitado que realiza las mediciones, así como, equipos en buen estado con sus respectivos certificados de calibraciones son importantes para la fiabilidad de los resultados obtenidos en cada análisis.

2.4.1. Balanza Analítica y Electrónica.

Descripción.- Las balanzas son instrumentos para medir el peso, la diferencia entre una balanza analítica y electrónica es simplemente exactitud con la muestra el resultado medido siendo el presentado por la analítica el mas confiable y exacto.

Aplicación.- La balanza electrónica es de uso más simple en mediciones continuas, los pesos que se manejan son mayores a los 100 g., mientras que la analítica es especifica para pesos pequeños menores de 100g o hasta menores de 1g cuyo valor requiere un precisión exacta ya que pueden ser reactivos químicos muy importantes.

Especificaciones Técnicas.

Balanza Analítica BL210S Sartorius.

Capacidad (g):	64g
Precisión:	0.1 mg
Repetibilidad:	<±0.1 mg
Linealidad:	<±0.2 mg
Tamaño del plato (cm):	8 OD
Unidades disponibles de peso:	g, mg, kg, oz, lb, oz t, ct, dwt, gn, tael (4), tola, momme, karat, baht, mesghal, partes por libra.
Poder:	115 VAC / 60 Hz
Dimensiones (cm):	22 x 35 x 35
Tamaño Cámara (cm):	18 x 24 x 18

Balanza CP4201 Sartorius.

Precisión :	± 0.1 g.
Capacidad de Carga.:	4200 g.
Tiempo de respuesta promedio:	1 seg.
Tamaño del plato (mm):	190 x 204
Dimensiones (mm):	213 x 342 x 90.

Funcionamiento.

Encender balanza: pulsar 

En caso dado, tarar la balanza: pulsar tecla 

Observar el peso presentado en el display y anotarlo.

Apagar balanza: pulsar tecla 



Figura 2.10. Balanza Electrónica y Analítica.

2.4.2. Autoclave.

Descripción.- Este sistema eléctrico de esterilización es un recipiente a presión con un elemento de calentamiento sumergible que hará hervir el agua generando vapor de agua que aumentara la presión interna de la olla.

Aplicación.- Básicamente será utilizada para pruebas de porosidad y absorción de agua en probetas quemadas (sinterizadas), y para esterilización de vidriería y accesorios.

Especificaciones Técnicas.

Tamaño de la Cámara (mm.):	216 H 283 OD
Rango de Temperatura:	Min.: Ambiente Máx.: 110 °C
Capacidad. (Litros):	7
Material de la Cámara:	Aleación d aluminio.
Dimensiones (mm.):	425 Altura x 318 diámetro.
Poder:	120 V. / 60Hz.

Funcionamiento.

El equipo posee un manómetro en la parte superior que indica la presión interna generada, además de un potenciómetro para controlar la temperatura de las resistencias.



Figura 2.11. Autoclave.

2.4.3. Picnómetro.

Descripción.- Copa de Acero inoxidable, cuya tapa de igual material posee un orificio superior que hace el papel de válvula de drenaje ya que permite que el picnómetro se llene de manera exacta ocupando siempre el 100 % de su volumen.

Aplicación.- Utilizado junto a balanzas de laboratorio para determinar gravedad específica. Estas copas vienen con estándares americanos o Ingleses (U.S. Standard / British Standard).

Especificaciones Técnicas.

Tipo:	British Standard (S.I)
Certificado MIL STD 45662A :	Si
Capacidad (ml):	100
Tolerancia Volumétrica:	±0.5%
Peso picnómetro vacío (g):	243
Dimensiones (mm):	78.3 H x 44.5 OD



Figura 2.12. Picnómetro.

2.4.4. Agitador Mecánico.

Descripción.- Motor eléctrico con su respectivo control de velocidad para un solo sentido de giro provisto de eje y hélice, una característica importante es que esta diseñado para alta velocidad y poco torque, posee su propio soporte universal.

Aplicación.- Homogenizar slurrys para aplicaciones específicas según la practica, mezclar y elaborar suspensiones.

Especificaciones Técnicas.

Rango de Velocidad (rpm):	500 a 10,000
Potencia Motor (hp):	1/15
Dimensiones (mm):	143 x 108 x 92
Longitud del Eje (mm):	305
Diámetro del Eje (pulg.):	3/8
Poder:	115 VAC / 60 Hz
Material del Eje y Hélice:	316 SS



Figura 2.13. Agitador Mecánico.

2.4.5. Agitador Magnético.

Descripción.- Instrumento que genera un torque magnético que hace girar una cápsula magnética recubierta con polímetros inertes químicamente, además, posee un plato de aluminio que realiza la función de plato caliente.

Aplicación.- Utilizado para toda práctica en la cual se requiera agitar por remolino un producto ya seas este químico o convencional de baja viscosidad en condiciones de velocidad de agitación (rpm) y temperatura controlados.

Especificaciones Técnicas.

Rango de Velocidad(rpm):	60 to 1200 rpm
Precisión Velocidad:	±20 rpm
Precisión Temp.:	±2%
Rango de Temperatura:	Ambiente +5 Hasta 380°C
Máx. Volumen de Agitación:	40 lb
Dimensiones del Plato (mm.):	178 x 178
Material del Plato:	Aluminio
Dimensiones (mm.):	273 L x 194 W x 76H
Fuente de Poder:	120 VAC / 60 Hz

Funcionamiento.

Tanto la velocidad de agitación como la temperatura del plato se modifican con los controladores análogos ubicados en la parte frontal del equipo.



Figura 2.14. Agitador Magnético.

2.4.6. Viscosímetro Brookfield.

Descripción.- Es un viscosímetro de geometría Cono / Plato modelo RVTB con pantalla de leds para presentar las mediciones, con selector análogo de velocidades de rotación.

Aplicación.- Medir la viscosidad de slurrys y pastas para dar a conocer la reología de las mismas.

Especificaciones Técnicas.

Rango de Velocidad(rpm):	5 a 100
Precisión Velocidad:	±0.5 rpm
Rango de viscosidad (cPs)	100 hasta 13 millones
Rango de Temperatura:	Ambiente +5 Hasta 380°C
Numero de Spindles:	7
Dimensiones (mm.):	178 x 178
Lectura de la pantalla:	Digital

Funcionamiento.

Nuestro viscosímetro consta de cuatro controles básicos para su funcionamiento; el selector de velocidad de rotación ubicado al costado izquierdo de la consola tiene cuatro posiciones, el botón de encendido, que enciende el display pero no el motor eléctrico esta ubicado en el panel frontal a la izquierda, en el centro se encuentra el potenciómetro de calibración sirve para encerrar la pantalla antes de una medición, y finalmente encontramos el botón que activa el motor eléctrico para que comience a girar el spindle dentro de la suspensión para poder tomar la medida de viscosidad.

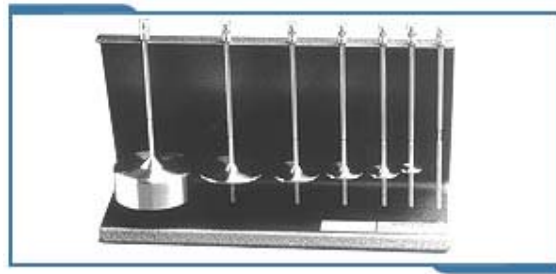


Figura 2.15. Viscosímetro y Juego de Spindles.

2.4.7. Secador de lámparas Infrarrojas.

Descripción.- Caja de acero inoxidable con 6 lámparas infrarrojas dispuestas de manera tres en la parte superior y tres en la parte inferior con interruptores independientes para cada lámpara.

Aplicación.- Su uso será exclusivo para eliminar la humedad de muestras pequeñas no mayores a 100 g.

Especificaciones Técnicas.

Rango de Temperatura:	Ambiente +5 Hasta 120°C
Máx. Volumen de secado (g):	600
Dimensiones (mm.):	60 x 60 x 30
Fuente de Poder:	120 VAC / 60 Hz



Figura 2.16. Secador de Lámparas Infrarrojas.

2.4.8. Horno de Resistencias (Secador).

Descripción.- Es un horno de paredes refractarias de sílice de forma octogonal con dos juegos de tres resistencias activadas independientemente para controlar mejor la distribución de temperatura.

Aplicación.- tomando en cuenta la alta temperatura que alcanza en poco tiempo su uso se centrara como secador de muestras en gran volumen.

Especificaciones Técnicas.

Rango de Temperatura:	Ambiente +5 Hasta 900°C
Máx. Volumen de secado (g):	4000
Dimensiones (mm.):	50 x 80 x 100
Fuente de Poder:	120 VAC / 60 Hz
Elementos calefactores.:	6

Funcionamiento.

La temperatura de trabajo se selecciona en el tablero de control por medio de un indicador análogo, el sistema se activa desde una botonera, además tiene dos controles independientes para cada juego tres resistencias ubicadas en la parte frontal del horno hay que tener cuidado de activar el numero correcto de resistencias de acuerdo a la temperatura seleccionada.



Figura 2.17. Horno de resistencias.

2.4.9. Medidor de Permeabilidad.

Descripción.- instrumento de la marca Baroid, consta de tres partes un cilindro maquinado en aluminio, tapa superior con orificio para entrada de presión neumática y una tapa inferior con drenaje y mallas para filtración.

Aplicación.- Utilizada para medir la permeabilidad de los slurrys cerámicos, de igual manera su uso se justifica también para medir velocidad de formación de las pastas cerámicas.

Especificaciones Técnicas.

Rango de Presión:	Atmosférica Hasta 100 psi.
Máx. Volumen (cm ³):	400
Volumen de trabajo (cm ³):	300
Dimensiones (mm.):	137 x 98 x 89
Material:	Aluminio.

Funcionamiento.

Una vez cargada la suspensión en el medidor de permeabilidad se revisa que este bien sellado y se lo coloca en el soporte metálico y se ajusta la tapa con el tornillo del soporte para evitar que hayan fugas de presión que alteren el resultado, se conecta la línea neumática verificando la presión de trabajo propuesta en la práctica.



Figura 2.18. Medidor de Permeabilidad (Baroid).

2.4.10. Desionizador para Agua.

Descripción.- Este desionizador posee una resina de intercambio de iones (la capacidad 1400 granos expresaron como CaCO_3) usa un sistema de cama simple un solo cuerpo de 19" que remueve partículas, cationes y aniones, dando calidades de agua de alto grado de resistividad como 15-18 $\text{M}\Omega\text{-cm}$.

Aplicación.- se ubica en la línea de agua que entra al destilador con el fin de obtener un agua destilada de elevada pureza.

Especificaciones Técnicas.

Presión de agua:	Hasta 125 psi.
Máx. Caudal (GPM):	90
Caudal de trabajo (cm^3):	60
Dimensiones (cm):	59 H x 18 OD
Temperatura de Trabajo ($^{\circ}\text{C}$)	32

Funcionamiento.

Se coloca directamente a la línea de entrada del agua potable con tubería de $\frac{3}{4}$ de pulg., las resinas son fácilmente intercambiables, además posee una luz indicadora cuando en nivel de calidad del agua decae por menos de 0.2 $\text{M}\Omega\text{-cm}$.



Figura 2.19. Filtro Desionizador.

2.4.11. Destilador de Agua de Laboratorio.

Descripción.- Instrumento que evapora el agua por medio de resistencias de acero inoxidable y condensador de vidrio inerte de Borosilicato para no contaminar la calidad del agua obtenida.

Aplicación.- una vez que el agua ha pasado por el filtro desionizador entra al destilador donde aumenta la calidad del agua eliminando cualquier mineral o sólido disuelto.

Especificaciones Técnicas.

Capacidad:	4 litros/hr
Rango de Resistividad:	0.25 hasta 0.3 M-cm
Consumo de agua de condensado:	60 litros/hr
Presión de Agua:	3 psi (mínima)
Resistencia (elemento de calentamiento):	Un elemento, 3kW
Poder:	220 VAC, 50/60 Hz
Dimensiones:	48 x 46 x 15

Funcionamiento.

Con la tubería en su lugar simplemente se enciende la resistencia con switch ubicado en el equipo, tomar en cuenta que siempre este abierta la entrada de agua ya este del grifo común o algún otro sistema que se adicione.

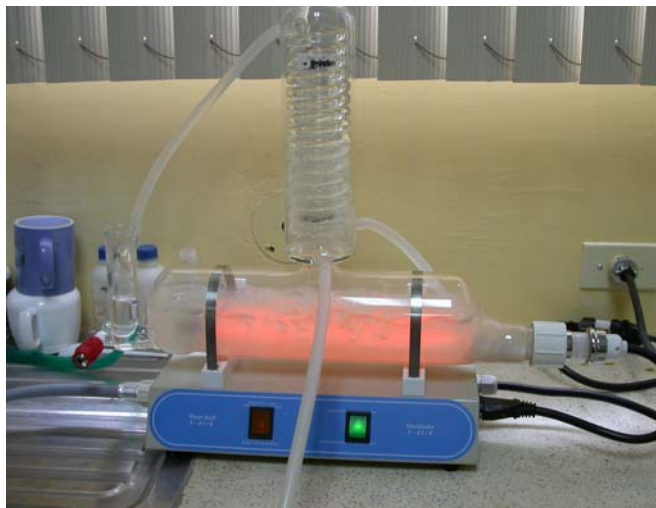


Figura 2.20. Destilador.

2.4.12. Espectrofotómetro GENESYS 10 UV/SCAN.

Descripción.- un espectrofotómetro es un equipo que hace pasar una haz de luz con longitud de onda determinada para identificar de manera cuantitativa la concentración de cualquier elemento en una solución, tiene sistema de Barrido, consta de un sistema óptico único que asegura exactitud y precisión, calibración automática de longitud de onda al encendido para asegurar que el instrumento siempre opera apropiadamente, programas de aplicaciones para concentraciones, curva estándar, relación de absorbancia, diferencia de absorbancia, barrido de exploración, múltiples longitudes de onda y absorbancia a tres puntos netos.

Aplicación.- Diseñado para mediciones cuantitativas en; control de calidad en laboratorios industriales y de investigación, su función específica esta dirigida a determinar la concentración de sales disueltas en un slurry cerámico ya sea estas como sulfatos, cloruros, etc.

Especificaciones Técnicas.

Capacidad (Posiciones):	6 holder.
Rango Longitud de Onda:	190 hasta 1100 nm.
Ancho del Barrido	5 nm
Tipo de lámpara:	Xenón
Exactitud:	± 1.0 nm
Repetibilidad:	± 0.5 nm
Poder:	110 VAC / 60 Hz.

Ver Apéndice I

Funcionamiento.

1. Encienda el instrumento oprimiendo la tecla de Encendido (1= Encendido, 0= Apagado). La secuencia de encendido aparecerá en la pantalla y el instrumento realizará los autodiagnósticos, no es necesario dejar calentar la lámpara pueden realizarse análisis inmediatamente después de encender el equipo.
2. Selecciona las unidades de concentración que se desea trabajar utilizando el menú de la botonera.

3. Seleccionar la longitud de onda con que se va a trabajar o a el tipo de concentración que se va a analizar (ver practica 14, REF. ASTM C867-94).
4. Cargar el cuvettes con la muestra a analizarse en la posición de holder elegido y correr la prueba.



Figura 2.21. Espectrofotómetro GENESYS 10.

2.4.13. Moldes de Yeso.

Descripción.- Cuerpos de yeso que permiten formar piezas cerámicas por vaciado extrayendo el agua de un slurry por la capilaridad del molde, para crear los especímenes utilizados para las prácticas de caracterización de una materia prima.

Aplicación.- Sirve para formar las barras, placas y discos usados en las prácticas de caracterización descritas en el capítulo 3.

Funcionamiento.

1. Los moldes constan de dos partes que se unen cerrando herméticamente y formando la cavidad de la pieza que se creará por vaciado.
2. Vaciar el slurry cerámico procurando llenar hasta el tope del reservorio, para no introducir aire a la pieza.
3. Verificar que no decaiga el nivel del reservorio y revisar por medio del tacto, introduciendo un dedo en el reservorio y comprobando la densidad de la pieza que se está formando o controlarlo por tiempo.
4. Desconchar la pieza del molde con cuidado y dejar secar la pieza en un ambiente controlado.
5. Colocar los moldes usados en el secadero a 100 °C.



Figura 2.22. Moldes de Yeso.

2.4.14. Prensa Hidráulica.

Descripción.- Instrumento creado en acero maquinado consta de dos ejes o carriles donde se monta los moldes metálicos o matrices para crear especímenes por prensado.

Aplicación.- permite crear probetas de ensayo por prensado para desarrollar procesos de caracterización de los materiales.

Especificaciones Técnicas.

Capacidad Máxima:	2000 psi / 15 Kg/cm ²
Carrera del embolo:	130 mm.
Fluido Hidráulico:	Aceite hidráulico SAE 10
Dimensiones:	31 x 62 x 24

Funcionamiento.

Su principio de funcionamiento es el mismo de una gata hidráulica de vehículos, consta de un brazo de palanca para

generar el movimiento del embolo y la válvula de desfogue para alivia la presión interna del fluido.



Figura 2.23. Prensa Hidráulica.

CAPITULO 3

3. MANUAL DE PROCEDIMIENTOS PARA UNA CORRECTA CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS NO-METÁLICAS.

Para el desarrollo de este capítulo nos basamos en la normativa **ASTM 2004 Vol. 15.02 Glass and Ceramic Whitewares** y de procedimientos desarrollados en la industria cerámica del Ecuador, tratando de adecuarlos a nuestras limitaciones tecnológicas, tomando en cuenta que el objetivo de la creación del Laboratorio esta enfocado al análisis de los materiales no metálicos usados en la industria de cerámica tradicional del país.

Las prácticas de laboratorio aquí descritas nos permiten conocer de manera didáctica las propiedades físico - químicas de algunas materias primas comúnmente usadas, así también, su reología.

3.1. PRÁCTICA 1: Reducción de Tamaño de Grano.

Propósito.- Lograr mediante procesos mecánicos la reducción del tamaño de grano de una muestra de materia prima desde su tamaño en estado natural hasta un tamaño que permita realizar trabajos de caracterización.

Síntesis.- El grado de reducción de tamaño que se logra por medio de cualquier maquina se la describe por la *relación de reducción*. Por lo que hay que tener en cuenta que la trituradora de rodillos se utiliza para tamaños de grano menores a los 2 cm de diámetro, mientras que el molino de Bolas la relación de reducción esta dada por la velocidad de rotación, la distribución de tamaños de los medios de molienda (bolas) y el tiempo de molienda.

Equipos y Materiales.

1. Horno eléctrico Triturador de Rodillos.
2. Molino de Bolas (Tambor y bolas de Alumina)
3. Mazo de Caucho
4. Martillo
5. Balanza electrónica.
6. Bandejas plásticas o metálicas.
7. Cronometro.

Procedimiento.

1. Obtener un kilogramo de la muestra de análisis del lote de materia prima.
2. Usando el mazo de caucho o el martillo dependiendo de la dureza del material se trata de reducir lo máximo posible el tamaño de grano, además, se trata de dispersar la muestra.
3. La muestra dispersa se coloca en una bandeja metálica y se la introduce en el horno secador a unos 105 °C por 12 horas para eliminar completamente la humedad.

Triturador de rodillos.

1. Se selecciona mediante los tornillos de ajuste la separación deseada de los rodillos, de acuerdo al tamaño del material de ingreso.
2. Se coloca en material seco en la tolva de ingreso procurando que no se aglomere el material al ingreso, evitando que pase a los rodillos de trituración.
3. Se enciende la trituradora desde la botonera ubicada en la pared y se presiona con el pie el embrague para poner a funcionar los medios de trituración y comenzar así la reducción de tamaño.

4. El material reducido cae en la bandeja metálica propia de la maquina donde se almacena antes de pasar a la siguiente etapa de molienda.

Molino de Bolas.

1. Se comprueba que el tambor y los medios de molienda estén completamente secos para que el material no se adhiera.
2. Se coloca el material de la trituración en el molino de bolas procurando que ocupe no más del 40% del volumen del tambor.
3. Los medios de molienda deben tener tamaños distribuidos de manera que ocupen todos los intersticios posibles de molienda.
4. Seleccionar la velocidad en RPM en el controlador digital del sistema de rodillos, las cuales dependiendo el proceso y el tipo de material.
5. Se coloca el molino en los rodillos y se controla el tiempo de molienda con el cronometro.
6. Acabado el tiempo de molienda se descarga el contenido del molino en un tamiz ASTM No. 8 o 10, con el fin de que el material molido pase al recipiente plástico y las bolas de Alumina se queden en el tamiz.

3.2. PRÁCTICA 2: Análisis Granulométrico (Clasificación de Partículas.)

Propósito.- Medir la habilidad o inhabilidad de una partícula de un tamaño determinado a pasar por un abertura de malla específica, mediante lo cual se logra distribuir en diferentes números de mallas diferentes tamaños de grano de una muestra.

Síntesis.- Hay que tomar en cuenta que este método no presenta como resultado el tamaño de partícula de un material, simplemente la distribución de tamaño de grano en estado natural, es decir, la muestra en estado natural mediante vibración se obliga a pasar a través de las aberturas que presentan las mallas a partículas de menor tamaño

Equipos y materiales.

1. Sistema ROTAP (Tamizadora).
2. Seis Tamices certificados ASTM (No 60, 100, 140, 200, 270, 325) con sus respectivas aberturas de malla (250 μm , 150 μm , 106 μm , 75 μm , 53 μm , 45 μm)
3. Tapa superior metálica y Bandeja de fondo ciego.
4. Balanza Electrónica.

Procedimiento.

1. Seleccionar muestra significativa del material a analizarse de peso mayor a un kilogramo en estado natural.
2. Se coloca en el secador de resistencias por 24 horas con la finalidad de eliminar cualquier residuo de humedad que existiese.
3. Se pesa en la balanza electrónica 1 Kg. del material completamente seco, tomando en cuenta no desperdiciar nada.
4. Se colocan los tamices en orden ascendente comenzando por el fondo ciego seguido por el de menor abertura de malla (325 μm) terminando finalmente con el de mayor abertura (60 μm), las mismas que se colocan en la tamizadora.
5. Se vierte contenido (1 Kg.) tomado para analizarse sobre la malla superior controlando que no quede ningún residuo en el recipiente que lo contenía para evitar errores de peso.
6. Se coloca la tapa y se prende el equipo ROTAP por 10 minutos, la cual mediante movimientos elipsoidales horizontales y un balanceo superpuesto ayudado por golpes longitudinales de arriba hacia abajo facilitaran el paso del material a través de los tamices distribuyéndose de mejor manera en sus tamaños correspondientes.

7. Una vez terminada la agitación se procede a apagar el equipo y pesar en la balanza electrónica los residuos de material que se ha distribuido en cada tamiz.
8. Comenzando por el tamiz superior hasta llegar al fondo ciego, se aconseja usar un cepillo de cerdas suaves para retirar el material que se queda en las aberturas del tamiz y en los bordes del marco y la malla.
9. Se anotan la cantidad de material pesado en cada tamiz y si, su suma total es inferior a 980 gramos toca repetir la practica ya que se ha perdido demasiado material en a manipulación del proceso.
10. Los tamices limpios con sus respectivo fondo y tapa son colocados nuevamente donde se los encontró al comienzo de la practica.

Presentación de resultados.

1. Presentar al encargado las gavetas plásticas con las fracciones granulométricas etiquetadas con sus pesos y el número del tamiz del que se recogió.
2. Confeccionar una curva de distribución granulométrica que represente el rechazo acumulado vs. el Logaritmo de la abertura de la malla.

3. Confeccionar una curva de distribución granulométrica que represente el paso acumulado vs. el Logaritmo de la abertura de la malla.
4. Rechazo simple de cada tamiz vs Logaritmo de la abertura de la malla.
5. Paso simple de cada tamiz vs Logaritmo de la abertura de la malla.

Para el desarrollo de estas curvas se ayudara del siguiente cuadro para el tratamiento de datos del apéndice J.

3.3. PRÁCTICA 3: Determinación De pH.

Propósito.- Este método describe un procedimiento para determinar los valores de pH de arcillas o polvos no metálicos en suspensiones acuosas.

Síntesis.- Se ha demostrado experimentalmente que el valor de pH de suspensiones de arcilla y polvos no metálicos en agua dependen en largamente de los elevados porcentajes de sólidos. Algunos procedimientos esperan la sedimentación de los sólidos antes de hacer la determinación, mientras que otros hacen la inmersión del electrodo del medidor de pH dentro de la suspensión. Los valores de pH de una materia prima son muy importantes ya que un material muy básico o muy ácido tiene incidencia en la reología.

Equipos y materiales.

1. Horno eléctrico con control de temperatura para mantener la muestra a $105^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$.
2. Mezclador de alta velocidad.
3. Agitador de velocidad variable.
4. Mortero con su respectivo mazo de molienda.

5. Platillos de Aluminio.
6. Balanza electrónica.
7. Probeta de 500 ml.
8. Medidor de pH portátil o de mesa.
9. Vaso de precipitación, Beaker 400 ml.
10. Agua desionizada y destilada. (Tipo II según ASTM D-1193)
11. Solución de calibración de pH 7.0 y pH 4.0 para la calibración del medidor.

Procedimiento.

1. Calibrar el medidor de pH.
2. Se toma una muestra representativa del lote de materia prima.
3. Todos los materiales no metálicos a excepción de los slurry deben haber sido secados a 105° C por 24 horas.
4. Colocar en el recipiente del mezclador de alta velocidad 225 ml de agua tipo II y adicionar 25 g. de muestra seca.
5. La suspensión resultante se agita a alta velocidad por exactamente 10 minutos y transfiere al Beaker de 400ml.
6. Se introduce el electrodo del medidor de pH en la suspensión y se anota su valor estable de pH.

3.4. PRÁCTICA 4: Elaboración de un Slurry.

Propósito.- Generar suspensiones a partir del material no metálico seco que permitan conocer algunas propiedades en estado líquido.

Síntesis.- Como se sabe muchas de las materias primas que se utilizan en la industria cerámica tradicional del país son arcillas y para la realización de algunas pruebas que permitan comprobar sus propiedades necesitan formar slurrys o suspensiones arcilla – agua.

Equipos Y Materiales

1. Balanza Electrónica
2. Recipientes plásticos o metálicos de 1litro de volumen.
3. Agitador mecánico.
4. Agua destilada y desionizada TIPO IV según norma ASTM D1193 (Ver Apéndice J).
5. Solución de Silicato de Sodio al 10% (Aditivo defloculante)

Procedimiento.

1. Se selecciona el material que se desea analizar este puede estar seco o húmedo, tener en cuenta si el material se disuelve

con facilidad en el agua es decir es plástico o necesita un pre-proceso de molienda y se pesa 1 kilogramo en la balanza.

2. En el recipiente se colocan 200 ml de agua destilada y se coloca en el agitador mecánico a velocidad moderada, poco a poco se añade el material seco de manera que la suspensión no se torne muy espesa.
3. Se añade agua de ser necesario hasta formar la suspensión, si no deflocula la suspensión se añaden gotas de Silicato de sodio para que ayude a deflocular la muestra.

3.5. PRÁCTICA 5: Determinación de Densidad y Porcentaje De Sólidos usando el Picnómetro.

Propósito.- Determinar la densidad de las suspensiones agua – arcilla y poder calibrar el picnómetro usado para hacer esta determinación.

Síntesis.- Los sólidos contenidos en los sistemas Agua – arcilla pueden ser determinados por dos maneras; evaporando toda el agua y calculando el porcentaje de sólidos o determinando la densidad del sistema y calculando el porcentaje de sólidos.

Todo instrumento usado para medir la densidad de un slurry debería ser calibrado para contener un volumen exacto de agua.

Equipos y Materiales.

1. Picnómetro, recipiente cilíndrico con tapa de acero inoxidable, calibrado para contener $100,00 \pm 0.005$ ml
2. Termómetro, con rango de 0° C a 100° C para medir la temperatura del agua y del slurry.
3. Balanza, para capacidad de 500.0 gramos ± 0.01 gramos.
4. Agitador Mecánico de Velocidad Variable.
5. Horno de temperatura controlable.
6. Agua destilada y desionizada.

Procedimiento.

A.- CALIBRACION DEL PICNOMETRO.

1. Revisar que el picnómetro este limpio y seco.
2. Tare el picnómetro en la balanza.
3. Llene con agua desionizada a temperatura ambiente.
4. Cuidadosamente tape el picnómetro evitando perder agua. Algo de agua se vera obligada a salir por el orificio de ventilación de la tapa lo que asegura un llenado exacto.
5. Con toallas de papel seque externamente todo el recipiente.
6. Vuelva a pesar el picnómetro con el agua contenida usando la escala tarada en la balanza. Anote dicho peso.
7. Remueva la tapa y mida la temperatura del agua.
8. Usando un grafico adicional de Densidad de Agua vs. Temperatura (Ver apéndice J) y mediante la siguiente relación determine el volumen ocupado por el agua.

$$\text{Volumen cc} = \frac{\text{Peso del agua (g)}}{\text{Densidad del Agua (g/cc) a } X^{\circ}\text{C}}$$

ecuación 3.1.

9. Si el volumen no esta dentro del rango 99.95 y 100.05 ml (cc) entonces, la copa del picnómetro debe ser calibrada.

10. Para incrementar la capacidad de la copa, se lija suavemente las paredes interiores usando un papel lija fino (# 600).
11. Para disminuir la capacidad de la copa suavemente lije el borde de superior de la copa con papel de SiC, quedando completamente plano para que no exista fuga al colocar la tapa.

B.- MEDICION DE LA DENSIDAD Y CONVERSIÓN A
PORCENTAJE DE SÓLIDOS.

1. La muestra de slurry debe ser representativa y tiene que estar bien agitada, no debe estar en reposo por más de 10 minutos.
2. Llevar al agitador mecánico para homogenizar la muestra evitando así la sedimentación, a baja velocidad para evitar que ingrese aire al slurry y disminuya el volumen en el picnómetro.
3. Tare el picnómetro calibrado usando la balanza.
4. Llene el picnómetro con el slurry recién agitado.
5. Coloque la tapa verificando si escapa slurry por el orificio superior lo cual nos certifica que esta completamente lleno.
6. Limpie el exceso de slurry de la tapa y las paredes picnómetro.
7. Pese el picnómetro lleno en la balanza con la tara anterior y anote el resultado para calcular la densidad.

Para obtener la Densidad a partir del Peso.

$$P = \frac{W}{V} = \frac{W}{100.00} (g/cc) \quad \text{ecuación 3.2.}$$

W = Peso de la Muestra.

V = Volumen del Picnómetro 100.00 cc.

P = Densidad del Slurry.

Para obtener el % de Sólidos a partir de la Densidad.

$$\% \text{ Sólidos} = \frac{P - P_w}{P} \times 1.625 \times 100 \quad \text{ecuación 3.3.}$$

P = Densidad del Slurry.

P_w = Densidad del Agua a la temperatura de trabajo.

F = 1.625 (Factor de densidad para Arcillas u otro material No metálico.)

Para trabajos de alta precisión, o si la variación de temperatura es alta se compensa la formula de % Sólidos usando el siguiente artificio.

$$\% \text{ Sólidos} = \frac{P - P_w}{P} \times \frac{P_c}{P_c - P_w} \times 1.625 \times 100 \quad \text{ecuación 3.4.}$$

Donde;

P_c = Densidad del Material No-Metálico Seco.

3.6. PRÁCTICA 6: Determinación del Valor Máximo de Pandeo En Quema.

Propósito.- Conocer la deformación de un material, la misma que se mide según la cantidad de milímetros que se pandee la probeta de practica durante el quemado, lo cual es necesario para prevenir deformaciones en el producto industrial al momento de la quema.

Síntesis.- Cuando un material cerámico se encuentra en proceso de sinterización, todos los elementos que lo componen comienzan a fundirse hasta lograr obtener las propiedades mecánicas características, este proceso en productos cerámicos terminados puede generar problemas ya que las piezas se pueden escurrir y cambiar su presentación final, esto se debe a las propiedades exclusivas de cada uno de los óxidos presentes, por esa razón es que determinamos ese factor mediante el pandeo presente en las barras de prueba, por acción de la gravedad la barra se pandea en el momento de la sinterización.

Equipos y Materiales.

1. Moldes de Yeso (Barras 260 x 20 x 15 mm)
2. Calibrador vernier.
3. Soportes de cerámica.

4. Papel milimetrado.
5. Mufla con controlador electrónico de temperatura.
6. Equipo de Seguridad.

Procedimiento.

1. Con la materia prima a analizarse y realizando los pasos anteriormente mencionados se crea un slurry tamizado por malla ASTM No. 100 y con un peso específico de 1600 Kg/m^3 .
2. Se coloca el molde para la barra (espécimen de análisis.) de manera que no se desperdicie material por los bordes, tomando en cuenta que debe estar completamente lleno el reservorio.
3. Se comprueba la formación de la barra por vaciado mediante el tacto, introduciendo el un dedo en el reservorio y comprobando la formación del espécimen, no se especifican tiempos ya que cada slurry dependiendo del material tiene una velocidad de formado diferente.
4. Una vez listo se desconcha la barra y se mide 160mm con el calibrador, que es la medida que tendrá la barra de trabajo que usada en este ensayo.
5. Secar por 24 horas al ambiente y 12 horas en el secador a 100°C para eliminar completamente la humedad de la pieza.

6. Se coloca la barra de 160mm sobre los soportes cerámicos como se muestra en la Fig. 3.1. uno en cada extremo.
7. Se procede a introducir todo el conjunto a un proceso de quema previamente descrito que vaya desde la temperatura ambiente hasta los 1200° C (Curva de Quemado)
8. Después del proceso de quema se coloca la barra sobre el papel milimetrado ajustando sus extremos a los indicadores de la hoja milimetrada y se mide en milímetros desde el punto 0,0 hasta el punto mas bajo de la barra pandeada que será el punto centro, es decir, a 80 mm de cada extremo.
9. Se anota dicho valor en milímetros.

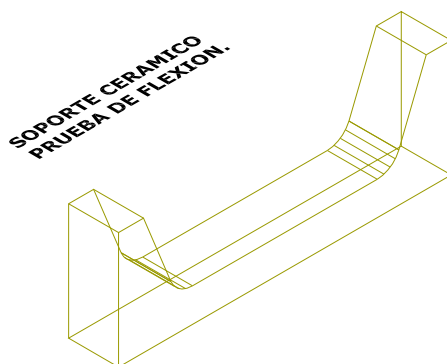


FIGURA 3.1. Soporte Cerámico.

3.7. PRACTICA 7: Determinación del Modulo de Ruptura en Seco para Arcillas y Cuerpos Cerámicos. (REF. ASTM C 689 – 03a)

Propósito. - Presentar un método para preparación de especímenes de prueba ya sea por vaciado, extrusión o prensado en seco hechos de arcillas o materiales semejantes y dar un detalle descriptivo de la Máquina de ensayos.

Síntesis.- La prueba de Modulo de Ruptura en Seco es ampliamente usada como una medida del poder de compactación en seco de las arcillas empleadas en la formación de cerámicos. Ya que dependen del grado de Defloculación de la suspensión para el caso del especímenes hechos por vaciado, secado de las barras de prueba en atmósferas saturadas de humedad, imperfecciones en la superficie del espécimen o vacíos (poros) en el interior, todos estos son factores que alteran los valores obtenidos de Módulos de Ruptura.

Equipos y Materiales.

Los siguientes equipos de Laboratorio son necesarios para la preparación de los especímenes por vaciado y prensado en seco.

1. Horno de Secado, es un secador eléctrico con control de temperatura para mantener la cámara a $105^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{ C}$.

2. Balanza, con capacidad de 2000 gramos.
3. Beaker de acero inoxidable capacidad 1200 ml.
4. Agitador Mecánico de velocidad variable.
5. Desecador
6. Moldes de Yeso, para formar barras de 260 x 20 x 15mm
7. Fundas de polietileno.
8. Espátula metálica.
9. Desecador.
10. Maquina de Prueba 405A UNIVERSAL SAND STRENGTH MACHINE, Dietret Detroit.
11. Calibrador vernier

Procedimiento para la preparación del espécimen.

Observación: Según la norma ASTM se recomienda usar barras cilíndricas de 12.8 mm. de diámetro y 114mm. de longitud, pero modificamos el espécimen por facilidad de trabajo basándonos en métodos usados en los laboratorios de CISA (Edesa).

A.- ESPECIMEN POR VACIADO.

1. Se sigue el mismo procedimiento de la práctica anterior para la formación del slurry de vaciado y la formación de la barra con el molde de yeso.

2. Pero esta vez se utilizara la porción de 100 mm sobrante de la Practica 6.

B.- ESPECIMEN FORMADO POR PRESNSADO EN SECO

1. Se seleccionan 1100 g. de muestra.
2. La muestra de arcilla es secada y pulverizada.
3. Exactamente 1000 gramos de material seco y pulverizado se mezclan en un mortero con 100ml de agua desionizada.
4. Después de 5 minutos de mezcla se examina la consistencia de la mezcla debe estar húmedo pero no mojado, se retira con una espátula el material del mortero y se envuelve en fundas de polietileno por 2 horas.
5. Se saca el material de las bolsas de polietileno y se agregan 50 gramos de material seco y pulverizado y se homogenizan bien por 2 minutos hasta obtener una masa plástica.
6. Esta masa se coloca en un molde rectangular de dimensiones 100 x 20 x 15 mm. diseñada exclusivamente para nuestra prensa hidráulica.

C.- SECADO DE TODAS LAS MUESTRAS.

1. Las barras hechas por vaciado o prensado so colocadas en el horno eléctrico a una temperatura de $105^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$. por 24 horas.

2. Al salir del horno secador se colocan las barras en un desecador par evitar que absorban humedad del ambiente.
3. Las condiciones del lugar donde se realice el ensayo debe tener una humedad relativa del 50%.

PROCEDIMIENTO DE LA PRUEBA.

Las barras preparadas como previamente se describió son utilizadas para medir el modulo de Ruptura en seco de la siguiente manera.

1. Las barras enfriadas se retiran del horno y son colocadas de una en una en la maquina de ensayos de Ruptura (cualquiera de las 2 mencionadas), la carga de Ruptura en Libras es anotada, tomando en cuenta siempre los tres puntos, dos de apoyo y uno de carga
2. Las velocidades de avance dependen del tipo de maquina que se este usando.
3. La carga aplica al espécimen debe ser uniforme y en ninguno de los casos exceder 1 lbf / min (4.4 N / min)
4. Las dimensiones de las secciones rotas son medidas con el vernier y anotadas.

5. Los valores de los Módulos de Ruptura deben ser calculados con los datos disponible y expresados en **psi (libras / pulgada cuadrada)**, y se calculas de la siguiente manera.

$$MOR = \frac{3PL}{2BD^2} \quad \text{ecuación 3.5.}$$

Donde;

MOR = Modulo de Ruptura (lb / pulg²)

P = Carga de Ruptura en libras.

L = Avance (pulg.)

B = Ancho de la barra (pulg.)

D = Espesor del espécimen (pulg.)

Presentación de Resultados.

Al momento de la presentación de informe de la práctica adjuntar:

- Tipo de material (nombre)
- Dimensiones de la barra de prueba.
- Tipo de maquina que se utilizo.
- Carga máxima de ruptura.
- Incrementos de la carga.
- Dimensiones del espécimen roto.
- Condiciones de humedad del lugar del ensayo.

3.8. PRÁCTICA 8: Determinación de Humedad Libre. (Ref. ASTM C324-01)

Propósito.- Determinar el grado de humedad con el que se encuentra la materia prima en su estado natural o antes de entrar a su respectivo almacenaje.

Síntesis.- En los materiales no-metálicos podremos encontrar hasta tres tipos de agua retenida. La primera es el agua de cristalización, aquella que se encuentra intrínseca en la formula y se elimina con temperaturas entre los 400° y 500° C. la siguiente, el agua superficial presente en una fina capa en las superficies de las arcillas la cual depende del tipo de aniones y cationes presentes. Finalmente hay una pobre porción de agua, la cual es probablemente la continuación de la capa superficial de humedad, se visualiza como una capa que orienta las moléculas de agua hacia la superficie más lejana posible de la arcilla.

Equipos y Materiales.

1. Balanza electrónica con precisión de ± 0.01 g.
2. Secador de lámparas infrarrojas.
3. Platos de aluminio con capacidad para 100 g.

Procedimiento.

1. Obtener una muestra no menor a 1000 g. del lugar de almacenamiento o de su estado natural.
2. Triturar o esparcir la muestra.
3. Tare el plato de aluminio en la balanza.
4. Coloque 100 g. exactos de la muestra en el plato de aluminio.
5. Coloque el plato con la muestra en el secador de lámparas infrarrojas (90° - 105° C), para practicas breves, como solo desea evaporar el agua superficial es suficiente con 30 min.
6. Saque la muestra del secador (no pasar de 1 minuto) y pese solamente el material seco sin el plato de aluminio.
7. Para saber el porcentaje de humedad contenido en la muestra se procede a realizar el siguiente cálculo:

$$\%Humedad = \frac{W_w - W_d}{W_w} \times 100 \quad \text{ecuación 3.6.}$$

Donde:

Ww: Peso del material húmedo.

Wd: Peso del material seco.

3.9. PRÁCTICA 9: Análisis de Residuos en Malla Húmeda. (Ref. ASTM C325-81)

Propósito.- El método de análisis mediante malla húmeda nos permite tener una idea del porcentaje de residuos orgánicos como plantas, raíces y rocas presentes en el material en su estado natural, este método no es aplicable a materiales seco ya molidos ya que el residuo obtenido en la malla es insignificante.

Síntesis.- El análisis en malla es un modo directo y valido de determinar el contenido de material burdo o grueso contenido en las arcillas.

Equipos y Materiales.

1. Horno eléctrico o secador con control de temperatura.
2. Platos de aluminio para secar la muestra, capacidad de 500 g.
3. Mallas de prueba de números ASTM # 100 – 140 – 200 – 325, las cuales deben tener su tamiz en perfectas condiciones.
4. Mezclador mecánico de alta velocidad.
5. Balanza Analítica (0.001g.)
6. Botella de Agua o Chorro de Agua (puede ser agua potable del grifo siempre y cuando tenga presión de salida)
7. Brocha suave y pequeña.

8. Platos ligeros de aluminio de 2" de diámetro.
9. Microscopio de hasta 40 X (Magnificación)
10. Agua destilada y desionizada.
11. Silicato de Sodio o Hexametáfosfato de Sodio.

Procedimiento.

1. Seleccionar 250g. de muestra completamente seca del secador.
2. Coloque en una jarra plástica o de acero inoxidable la muestra y añada 1000ml de agua tratada (destilada y desionizada)
3. Lleve la suspensión obtenida al Agitador mecánico de alta velocidad y añada 500ml de agua y silicato de sodio en proporciones de 1ml hasta obtener un slurry liviano.
4. Agitar por 15 minutos a la máxima.
5. Colocar las malas una encima de otra en orden ascendente de número de malla, es decir, primero ira la malla ASTM # 100 y en el fondo se encontrara la malla ASTM # 325.
6. Vaciar la suspensión recién agitada en las mallas, tomando en cuenta que se debe enjuagar el recipiente que contenía la suspensión y con un chorro de agua a presión media, suavemente ir lavando la suspensión vaciada en las mallas hasta que se elimine completamente el material arcilloso el cual

se ira con el flujo de agua a través de las mallas, quedando únicamente los residuos orgánicos pesados.

7. Desarmar la torre de mallas y eliminar el exceso de agua con una esponja por la parte inferior de la malla.
8. Los residuos obtenidos en las mallas serán colocados en los platos de aluminio previamente marcados.
9. Los platos se llevan a un secador de lámparas infrarrojas donde se eliminara la humedad residual por no más de 30 minutos.
10. Los residuos de cada malla son pesados en la Balanza Analítica y anotados.
11. El porcentaje de residuos orgánicos se lo obtiene del siguiente cálculo.

$$\% \text{Residuos} = \frac{W_r}{W_t} \times 100 \quad \text{ecuación 3.7.}$$

Donde:

Wr: Peso de los residuos de cada malla.

Wt: Peso total de la muestra en seco.

Es decir, obtendremos cuatro resultados de % Residuos ya que estamos usando 4 mallas diferentes.

3.10. PRÁCTICA 10: Contracción Lineal En Seco Y Por Quema. (REF. ASTM C326-03)

Propósito.- Tener los valores de contracción después de secar y quemar, piezas de arcilla, bajo varias condiciones de procesos.

Síntesis.- Como se hizo referencia en la prueba para determinar humedad libre las arcillas contienen tres tipos de agua, las misma que ocupan un espacio en el cuerpo arcilloso (pieza determinada), sea cual fuese la forma de la pieza que estamos fabricando esta experimentara cambio de tamaño en sus dimensiones y volumen. La contracción lineal en seco se atribuye este efecto al Agua superficial que al evaporarse quedan poros y al estar fresco el material estos se llenan inmediatamente, para la contracción en quema, se da al eliminarse la materia orgánica (presente en todo material arcilloso como; carbonatos, fosfatos, etc.) y el agua molecular de las arcillas a 500° C, de igual manera al evaporarse por las altas temperaturas del proceso de quema quedan poros internos los cuales se llenan al fundirse el material a unos 800 ° a 1200° C donde se obtiene una pieza con mejores propiedades de resistencia mecánica.

Equipos y Materiales.

1. Prensa Hidráulica.
2. Secador de Lámparas infrarrojas.
3. Moldes circulares ($\phi = 50 \pm 1\text{mm}$) para la prensa.
4. Moldes de Yeso para preparación de placas.
5. Horno de Resistencias con control de Temperatura.
6. Platillos de aluminio y/o bandejas.
7. Sistema Motriz de Rodillos.
8. Molinos de Bolas.
9. Jarras Metálicas o plásticas de 1000 ml.
10. Calibrador Vernier.

Procedimiento.

Observación: Según la norma ASTM se recomienda usar barras cilíndricas de 19 mm. de diámetro y 127 mm. de longitud, pero tomando en cuenta métodos usados en los laboratorios de grandes compañías como CISA (Edesa), modificamos la forma del espécimen recomendando el siguiente procedimiento.

ESPECIMEN PRENSADO.

1. Se pesan 50 gramos de la muestra molida y tamizada por malla ASTM No. 100. (150 $\mu\text{m.}$) y se le adicionan 10 gramos de agua

obteniendo una relación de mezcla que mantenga una humedad necesaria requerida para el prensado.

2. Se coloca el material en el molde cilíndrico de la prensa hidráulica y se mantiene presionado a 50 psi por 8 minutos.
3. Sacamos el espécimen del molde y procedemos con el calibrador a medir su diámetro y lo anotamos.

ESPECIMEN POR VACIADO.

1. Preparamos un slurry con un peso específico de 1600 ± 5 Kg./m³ y viscosidad de trabajo mínima.
2. Colocamos los moldes de yeso de tal manera que no se derrame por los lados y vaciamos el slurry, teniendo siempre en cuenta que el nivel del reservorio del molde este lleno para evitar que se introduzca aire y la pieza quede hueca.
3. Esperamos que la pieza se forme en el molde, para esto utilizamos la técnica del tacto, introduciendo el dedo en el reservorio del molde y palpando la formación de la pieza.
4. Una vez que se determine que la pieza se ha formado y secado lo suficiente en el molde se desconcha (extrae la pieza del molde) y se marcan las diagonales de la placa con una distancia de 100 ± 1 mm. previamente medidas en el calibrador.

5. En el secador de resistencias se los mantiene entre 80 y 100° C, por un periodo de 12 a 24 horas.
6. El disco y la placa son retirados del secadero y se procede a medir el diámetro y las diagonales respectivamente.
7. Los valores de dimensiones obtenidos se los anota y se procede a poner los especímenes en el horno y simular un proceso de quema de 12 horas.
8. Terminado el proceso de cocción de las piezas se las deja enfriar en el horno para evitar que los cambios bruscos de temperatura generen fisuras o distorsionen las piezas.
9. Se procede nuevamente a medir las diagonales y el diámetro según corresponda y se anotan dichos valores.

Cálculos.

Calculo de la Contracción Lineal en Seco como porcentaje de la longitud plástica.

$$S_d = \frac{L_p - L_d}{L_p} \times 100 \quad \text{ecuación 3.8.}$$

Donde:

S_d = % de contracción lineal en seco.

L_p = Longitud plástica del espécimen.

L_d = Longitud seca del espécimen.

Calculo de la contracción Lineal Total después del secado y quemado del espécimen cerámico, como porcentaje de su longitud plástica.

$$S_t = \frac{L_p - L_f}{L_p} \times 100 \quad \text{ecuación 3.9.}$$

Donde:

S_t = % de contracción lineal total

L_p = Longitud plástica del espécimen.

L_f = Longitud después de la quema del espécimen.

Si se desea saber el valor de contracción volumétrica este se calcula de la contracción lineal de la siguiente manera.

$$\text{Contraccion Volumetrica \%} = \left[1 - \left(1 - \frac{S}{100} \right)^3 \right] \times 100 \quad \text{ecuación 3.10.}$$

Donde:

S = % de contracción lineal.

Además, se puede calcular el Factor de Contracción, necesario para predecir el tamaño en seco o en quema de la pieza.

$$\text{Factor de Contraccion} = \frac{L_p}{L_f} \quad \text{ecuación 3.11.}$$

Donde:

L_p = Longitud plástica del espécimen.

L_f = Longitud del espécimen de prueba quemado.

3.11. PRACTICA 11. Porcentaje de Humedad Retenida y Perdidas Por Ignición (L.O.I.)

Propósito.- Saber la cantidad de agua superficial y el porcentaje de materia orgánica como carbonatos, fosfatos, residuos de raíces y otros, que se encuentran formando parte de la materia prima.

Síntesis.- Con sus siglas en Ingles L.O.I. (Loss On Ignition), hace referencia a la perdida de peso que se presentará en un material al momento de su quema, es decir, la materia orgánica parte de la composición natural al someterse a las altas temperaturas que genera una curva de cocción se incineradas oxidándose a temperaturas entre los 250° C y los 750° C y se descomponen en forma de gas carbónico, al descomponerse esta materia orgánica se reduce el peso y el volumen de la pieza.

Observación: se usa el mismo espécimen de análisis de la Práctica 10 (Ref. C326-03).

Equipos y Materiales.

1. Balanza electrónica con presión de 0.01 g.
2. Tamiz ASTM # 100.
3. Moldes de Yeso para placa cuadrada
4. Horno con controlador de temperatura.

Procedimiento.

1. El espécimen recién desconchado de la Práctica 10 es pesado y se anota su valor.
2. Una vez seco el espécimen se lo vuelve a pesar, para calcular el porcentaje de agua retenida del material.
3. La placa quemada, una vez enfriada al salir del horno se pesa nuevamente y con este peso calcularemos el L.O.I.

Cálculos.

1. % de Humedad Retenida

$$\% \text{ de Humedad Retenida.} = \frac{W_w - W_s}{W_w} \times 100 \quad \text{ecuación 3.12.}$$

Donde:

W_w = Peso húmedo. (g.)

W_s = Peso en seco (g.)

2. L.O.I.

$$L.O.I = \frac{W_s - W_f}{W_s} \times 100 \quad \text{ecuación 3.13.}$$

Donde:

W_f = Peso después de Quema.

L.O.I = % Perdidas por Ignición.

3.12. PRÁCTICA 12: Determinación del Índice Azul de Metileno en arcillas. (REF. ASTM C837-99)

Propósito.- Este procedimiento permite determinar el índice de azul de metileno que las arcillas absorben mediante coloración.

Síntesis.- El Índice de Azul de metileno determina la capacidad de intercambio catiónico de una arcilla y se usa como método de evaluación para determinar el tamaño de partícula. Además el MBI (Methylene Blue Index) ha sido relacionado a, superficie de área, fuerzas de enlace, plasticidad, características de Defloculación y distribución de tamaño de partículas. Dado la buena correlación existente entre estas propiedades y el MBI, pero se limita a ciertos materiales no Metálicos específicamente a ciertas arcillas. Las ventajas de este método son; rapidez, bajos costos y repetibilidad del proceso si esta estandarizado.

Equipos y Materiales.

1. Mortero y mazo de porcelana. Para moler la muestra.
2. Malla de 8" ASTM No. 100 (150 μ m)
3. Balanza Analítica de precisión 0.001g.
4. Agitador magnético con plato caliente.
5. Vasos de precipitación.

6. Mezclador de alta velocidad.
7. Medidor de pH (portátil, de banco o de papel)
8. Buretas volumétricas tituladas de 50ml. Para dispensar la solución de azul de metileno.
9. Papel Filtro (Ref. Baroid No. 987 o equivalentes.)

REACTIVOS Y SOLUCIONES.

1. Agua destilada y desionizada. Calidad superior a los 2 MΩ_{cm}.
2. Solución de Azul de Metileno al 0.01N (1ml = 0.01meq)
3. Ácido Sulfúrico al 0.1 N.

Procedimiento.

PREPARACION DE LA MUESTRA.

1. La muestra que se vaya a triturar en el mortero debe estar completamente seca, se puede usar las muestras de la Práctica 8 Ref. C324-01), de no ser así la muestra debe secarse en un horno a 100 ° C por 24 horas.
2. La muestra seca y triturada en el mortero se pasa por malla ASTM No. 100 las porciones en peso que se usan para la prueba varían de acuerdo al tipo de arcilla.
3. Una porción de 250 ml de agua desionizada de un total de 300ml se adicionan en conjunto con la muestra de arcilla seleccionada al recipiente del mezclador de alta velocidad y se

agita por 10 min. El slurry resultante se transfiere a un Beaker de 600ml de vidrio y la porción restante de 50 ml de agua se usa para limpiar los lados del recipiente del mezclador.

4. A una temperatura de 40° C y una velocidad de rotación baja se selecciona el agitador magnético y se añade la solución de ácido sulfúrico 0.1N, si es necesario, en pequeñas cantidades hasta obtener un acidez del 2.8 a 3.2 pH y dejar agitar por 3 minutos.

B. TITULACION CON AZUL DE METILENO.

1. Se coloca la bureta titulada y cargada con 50 ml de solución de azul de metileno 0.01N sobre el Beaker que se esta agitando.
2. Se adicionan 5ml de solución sobre el slurry y se deja homogenizar por 2 minutos.
3. Se introduce una barrilla agitadora de vidrio en el Slurry y se deja caer una gota sobre el papel filtro.
4. Los iones del arcilla atrapan el colorante de azul de metileno y las gotas son de color azul intenso, se adiciona en incrementos de 1ml solución de azul de metileno al slurry dejando agitar de 1 a 2 min. y se va comprobando el color de la gota.
5. Se hace esto hasta que se satura catiónicamente el slurry de azul de metileno y comienza a presentar la gota un halo de color celeste o un azul menos alrededor de la gota.

6. Una vez encontrado el punto final se comprueba nuevamente con una gota nueva sobre el papel.

Cálculos.

1. El (MBI) Índice de Azul de Metileno se lo calcula de la siguiente forma.

$$MBI = \frac{E \times V}{W} \times 100 \quad \text{ecuación 3.14.}$$

Donde:

MBI: Índice de Azul de Metileno [meq/100] g. de arcilla..

E: Mili equivalentes de Azul de Metileno por Mililitro.

V: ml de azul de metileno requeridos para la titulación.

W: Gramos de material seco.

Como la Solución de Azul de Metileno tiene una concentración de 0.01N la formula de cálculo se reduce a:

$$MBI = \frac{0.01 \times V}{W} \times 100 \quad \text{ecuación 3.15.}$$

Finalmente se anota el valor de MBI obtenido para su correspondiente clasificación.

3.13. PRACTICA 13: Determinación de la Rata de Filtrado (Permeabilidad de un Slurry) (REF. ASTM C 866 – 77)

Propósito.- Determina la proporción a la que se forma una capa de pasta de arcilla-agua de un slurry determinado bajo la filtración presurizada.

Síntesis.- La proporción de la filtración es directamente relacionada a los procedimientos de conformado como la filtro prensa, el vaciado y secado de pieza en las cuales la permeabilidad del agua a través de la capas de pasta formadas es un mecanismo controlado. Existe una línea recta que representa la relación que existe entre el tiempo de filtro prensado y el cuadrado del espesor de la capa de pasta. La proporción de la filtración se relaciona directamente a la presión del filtro prensa y está inversamente relacionado al cuadrado del área de la superficie de las arcillas y la viscosidad de agua a la temperatura de comprobación.

Equipos y Materiales.

1. Balanza Analítica de precisión 0.001 g.
2. Batidora o agitador mecánico.
3. Filtro prensa (Ref. Baroid Nacional Lead Co.)

4. Calibrador vernier.
5. Cronometro.

Procedimiento.

1. Pesar 100 g. de muestra seca según la Práctica 8 (Ref. C324-01) y mezclar con 300 ml de agua desionizada en la batidora por 10 minutos, o se puede usar el slurry resultante de la practica 10 (Ref. C326-03.)
2. Lo correcto seria colocar el slurry resultante en un recipiente cerrado por 24 horas para que se homogenice el material con el agua, pero para condiciones de practica de laboratorio se puede obviar este tiempo y simplemente agitarlo por más tiempo para obtener la homogenización necesaria.
3. Colocar el contenido en el cilindro de la filtro-prensa colocando el respectivo papel filtro y malla de filtrado, llenar las $\frac{3}{4}$ partes del cilindro.
4. Colocar la tapa del filtro prensa y aplicar 345 KPa. (50 psi.) de presión de aire por 30 minutos.
5. Desconectar la presión de aire y vaciar el contenido aun liquido del filtro prensa por 5 minutos.
6. Queda una torta resultante a la que nuevamente se aplica la presión de aire y se deja secar por 10 minutos.

Observación: Algunos materiales tienen una rata de filtrado más rápida que otros y el aire pasa a través de la torta con mayor facilidad para estas el tiempo de secado es menor que 10 minutos se toma referencia cuando se escucha salir aire por el desfogue del filtro prensa.

7. Se saca la torta final y se mide con el calibrador el espesor de la misma este se anota conjuntamente con su peso.
8. Se deja secar la torta por 24 horas a 105° C y se vuelve a tomar su peso y medir su espesor para comprobación.

Cálculos.

1. La Proporción de Filtración se calcula de la siguiente manera:

$$FR = \frac{L^2}{T} \quad \text{ecuación 3.16.}$$

Donde:

FR = Rata de Filtración. [cm² / s]

L = Espesor de la filtro torta húmeda. [cm.]

T = Tiempo de filtrado [s]

2. El fragmento vacío o nulo de la filtro torta varía considerablemente dependiendo de los iones en el agua que modifica la compactación de la estructura de las partículas de arcilla en la filtro torta. Agua que es normalmente usado por mezclar con las arcillas debe usarse para las pruebas de interacciones entre los iones en el agua con la arcilla. Sin embargo, en algunos casos el agua destilada solo si esos iones introducidos con la arcilla son considerados en la prueba. El fragmento vacío es calculado de la siguiente forma basado sobre la densidad de las arcillas como 2.6 mg./cm^3

$$VF = 1 - \frac{W}{2.60 \times A \times L} \quad \text{ecuación 3.17.}$$

Donde:

VF = Fragmento Vacío en la filtro torta.

W = Peso en seco de la filtro torta [cm.]

A = Área Sección transversal de la filtro prensa [cm^2]

L = Espesor de la filtro torta húmeda.

3.14. PRÁCTICA 14: Determinación del Contenido de Sulfatos Solubles (Método de Fotometría). (REF. ASTM C867-94)

Propósito.- determinar los iones de sulfato soluble removidos de una arcilla por lixiviado* o filtración. Sin embargo es también usado para la determinación del contenido de sulfatos en el agua.

Síntesis.- La mayoría de los sulfatos solubles removidos por lixiviado con agua de las arcillas depende de factores tales como: disolución, intensidad de la agitación, duración del lixiviado, temperatura entre otras.

Un exceso en la concertación de iones de sulfatos en una materia prima evita una correcta defloculación ya que en la preparación de un slurry al adicionarle defloculantes los iones de este reaccionan con los iones presentes de sulfatos y coagulan la suspensión.

Equipos y Materiales.

1. Balanza Analítica ± 0.1 mg.
2. Balanza electrónica ± 0.01 g.
3. Mezclador de alta velocidad.
4. Filtro prensa (Ref. Baroid Nacional Lead Co.)
5. Beakers de vidrio o matraces Elmeyer 125 ml

6. Pipetas graduadas de 1ml de división.
7. Probetas de 10 a 25 ml.
8. Espectrofotómetro GENESYS 10 UV/VIS-SCAN.
9. Cuvette (Celda) de vidrio de borosilicato.

SOLUCIONES Y REACTIVOS

1. $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ validado y certificado por *Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society*.
2. Agua purificada (desionizada y destilada Tipo IV según norma ASTM D-1193)

Procedimiento.

PROCESO DE CALIBRACION DEL EQUIPO.

Nota: Para determinar Sulfatos SO_4 el filtro de la longitud de onda debe ser calibrado a 550 nm.

1. Llene la celda de transmisión que debe estar completamente limpia con la solución preparada.
2. Inserte la celda en el respectivo holder del equipo. Ponga el filtro a 550 nm y ajuste la transmisión para una lectura de 100%.
3. Vierta el contenido de la celda en un matraz y añada un sobre de cristales de Clorato de Bario ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), agitar fuertemente para disolver todos los cristales en la suspensión y deje estabilizar por 5 minutos.

4. Llene nuevamente la celda de transmisión con la suspensión obtenida cuidando no empapar las paredes de la celda y corra otra vez la lectura del espectrofotómetro y esta vez debe dar cercano al 1%.
5. La solución estándar de 100 ppm esta entonces hecha dentro de una serie de soluciones de baja concentración de acuerdo con la siguiente carta de dilución (Ver apéndice J).
6. El resultado de esta tabla es usado para la determinación de sulfatos en muestras desconocida de agua y filtrado.

PREPARACION DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACION DE SULFATOS.

1. Del procedimiento realizado en la Práctica 13 se coloca una probeta de 10ml. en el tubo de desfogue del Filtro prensa, o de otra manera al slurry de la misma practica se lo coloca en la filtro prensa y se aplica una presión gradual hasta los 100 psi. Para poder obtener el filtrado.
2. Para eliminar errores los primeros 5 ml obtenidos del filtrado son descartados y se comienza a almacenar en la probeta el filtrado restante.
3. Con una pipeta traspase la muestra de la probeta al matraz de 50ml. Unos 5 ml del total de la muestra serán usados para la

prueba, esta puede comprender de entre 1 ml hasta los 10 ml de filtrado dependiendo de la concentración de iones de sulfatos de la muestra. Si las cantidades seleccionadas producen lecturas mas allá de la línea de calibración, adicionalmente se requiere una dilución mayor según la carta.

Ejemplo: Si uno inicialmente prepara una muestra de 5 ml de filtrado y 45 ml de Agua destilada (50 ml en total) y obtiene una lectura de porcentaje de transmisión bajo la curva de calibración, por lo cual se seria entonces utilizar 10 ml de filtrado y 40 ml de agua destilada en el siguiente ensayo.

4. Adicione 5 ml de glicerina en solución y 2.5 ml de Reactivo Ácido – Sal. a la solución del Matraz de 50 ml y agitar fuertemente.
5. Verter la solución en la celda de transmisión teniendo cuidado en no crea burbujas dentro de la celda y no derramar liquido en las paredes de la celda.

Observación: Manejar la celda de forma que no quede huellas digitales en la paredes que disminuyan su transparencia, usar guantes de algodón o algún tipo de tela para evitar el contacto directo con la celda.

6. Ajuste la medición para el 100% de la escala usando el botón de calibración, en otras palabras encera el equipo para el análisis.
7. Vierta el contenido de la celda en un Beaker y limpie y seque la celda de transferencia.
8. Adhiera a la solución un sobre de cristales de Clorato de Bario ($\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) y agitar cuidadosamente para disolver todos los cristales.
9. Dejar reposar por 5 minutos.
10. Verter la solución dentro de la celda de transmisión sin rayarla ni ensuciarla y colocarla en el holder del equipo de espectrofotometría.
11. Anotar el resultado en ppm presentado en la pantalla del equipo de concentración de Sulfatos.

3.15. PRÁCTICA 15: Determinación Visual del Color de Quema de la Materia Prima. (Método Adaptado)

Propósito.- Mediante este proceso observamos que algunos materiales al ser quemados no presentan el mismo color de su estado natural como materia prima, lo cual permite predecir que tipos de arcillas son útiles para cada tipo de producto deseado.

Síntesis.- Nos es claro que las arcillas o materiales no metálicos son la recopilación de materia orgánica de todas las etapas geológicas las propiedades presentes en cada una depende intrínsecamente de los compuestos que a estas la conformen, razón por la cual pueden presentar en estado natural un color completamente diferente al de la quema.

Equipos y Materiales.

1. Moldes de Yeso para placas.
2. Horno con control electrónico de temperatura.
3. Sentido de la vista.

Procedimiento.

1. Siguiendo los pasos realizados en la práctica 10 ASTM-C326-03 se obtienen los especímenes que serán analizados.

2. De igual manera que en la práctica arriba mencionada se introducen las piezas al horno con una determinada curva de cocción que simule un proceso industrial.
3. Una vez que han salido las piezas del horno se define sus color de quema con colores precisos, es decir, Habano Claro, habano Oscuro, Marrón Claro, Marrón oscuro, Amarillo, Rojo, Rosado, Crema, Blanco, Café, Morado entre otros que se obtengan, evitando hacer desplazamiento de colores en la descripción como por ejemplo; Amarillo, Rojizo, Casi Rosa, Café, Claro, Oscuro, entre otros.

3.16. PRÁCTICA 16: Curva de Defloculación.

Propósito.- Determinar el comportamiento de la viscosidad de un slurry cerámico, es decir, su reología, permitiendo de esta manera llegar a su máximo punto de fluidez presentando la viscosidad de trabajo mas baja para dicho slurry.

Síntesis.- Resaltando que la Reología, es la ciencia que estudia la deformación y fluidez de la materia, ha sido una herramienta muy útil tanto para los investigadores (científicos) quienes buscan respuestas en el desarrollo de nuevos materiales, como para los ingenieros quienes buscan métodos que faciliten el control de calidad.

Equipos y Materiales.

1. Viscosímetro Brookfield.
2. Spindles (RV-1, RV-2, RV-3, RV-4)
3. Agua Destilada
4. Balanza
5. Dispersante (Silicato de Sodio)
6. Agitador Mecánico.

Procedimiento.

1. Pesar 60% de material y 40% de agua destilada, para crear el slurry cerámico.
2. Homogenizar bien el material y el agua en el agitador mecánico, de ser necesario con el gotero colocar el dispersante en la mezcla hasta obtener una solución cerámica trabajable.
3. Calibrar el viscosímetro a la velocidad de rotación necesaria para la practica (se recomienda 20 rpm) y colocar el spindle respectivo.
4. Tomar el slurry cerámico y medir su viscosidad anotando el valor señalado en el viscosímetro, tomando en cuenta multiplicar por el factor del spindle para obtener el dato en centipoises (cP).
5. Se añade 2 gotas de Silicato de sodio haciendo la relación de que cada gota equivale a 0.2 ml. y se lo coloca en el agitador mecánico para homogenizar la suspensión y hacer que el defloculante interactué cationicamente con el material no metálico.
6. De manera inmediata se retira el recipiente del agitador y se lo coloca en el viscosímetro listo para tomar la medida.
7. Se introduce el Spindle en el Slurry hasta la ranura marcada en el mismo, y se enciende el viscosímetro dejando que el spindle

gire por 30 segundos, lo cual es un tiempo estándar para que se estabilice el valor que se presenta en la pantalla, dicho valor se anota y se multiplica por el factor del spindle que se está usando y obtiene el valor de la viscosidad en centipoises (cP.s).

8. Se repite el paso 7 hasta que obtener valor repetitivos de viscosidad, es decir, que el slurry haya alcanzado su mínimo valor de viscosidad de trabajo.
9. Se recomienda comprobar los valores de viscosidad cambiando el número del spindle para verificar que los datos que se están tomando son correctos y existe trazabilidad entre cada Spindle.

Nota: Existen algunos materiales no metálicos que son de difícil Defloculación por la cantidad de sulfatos o carbonatos presentes en su estructura, razón por la cual para disminuir el número de pasos se recomienda añadir dispersante en cantidades de 1 a 2 ml en cada medición según sea el requerimiento.

Presentación de resultados.

1. Confeccionar una Curva de Defloculación en la que se mida el consumo de dispersante (cc/g.) o (ml/g.) vs. el valor de la viscosidad (cP.s).
2. Los datos tomados son anotados de manera ordenada en la siguiente tabla (Ver apéndice J).

3.17. PRÁCTICA 17: Curva De Gelado.

Propósito.- Determinar el comportamiento de la viscosidad de un sistema agua-arcilla, con respecto al tiempo.

Equipos y Materiales.

1. Viscosímetro Brookfield
2. Spindles (RV-3)
3. Arcilla o Material no metálico.
4. Agua Destilada
5. Balanza
6. Dispersante (Silicato de Sodio)
7. Agitador Mecánico.

Procedimiento.

1. Pesar 60% de material y 40% de agua destilada, para crear el slurry cerámico.
2. Homogenizar bien el material y el agua en el agitador mecánico, de ser necesario con el gotero colocar el dispersante en la mezcla hasta obtener una solución cerámica menos viscosa y me permita trabajar mejor.

3. Se añade 1 a 4 ml de dispersante hasta observado que la suspensión no quede muy ligera ni muy pesada y agitar bien para que se homogenice.
4. Calibrar el viscosímetro a 10 rpm y colocar el spindle # 3
5. Medir su viscosidad (cP.s), el valor que se presenta en la pantalla, se multiplica por el factor del spindle que se esta usando y se obtiene el valor de la viscosidad en centipoises (cP.s), cada minuto, hasta llegar a un máximo de 30 minutos.

Presentación De Resultados.

1. Realizar gráfico Viscosidad (cP.s) vs Tiempo (min.)
2. Los datos tomados son anotados de manera ordenada en la siguiente tabla presentada en el apéndice J.

3.18. PRÁCTICA 18: Punto de Fusión de Materia Prima No Plástica.

Propósito.- Conocer de manera empírica como se va a comportar la parte no plástica del slurry cerámico, específicamente buscamos saber si el material logra llegar a su punto de vitrificación a la temperatura escogida como de trabajo.

Síntesis.- En un proceso cerámico están involucrados también materiales que no tienen las propiedades plásticas como muchas arcillas pero son indispensable para que un producto este completo, como es el caso de los Feldespatos, los Sílices, y los kaolines.

Lo que se busca a través de esta práctica es saber si a la máxima temperatura del proceso estos materiales van a cumplir con su función específica, de no ser así se emplean aditivos que logren bajar ese punto de fusión hasta obtener los resultados deseados a nuestra temperatura de trabajo.

Equipos y Materiales.

1. Molino pequeño de Bolas.
2. Tamiz ASTM No. 140.

3. Agua Destilada.
4. Molde cónico de Aluminio y Placa de yeso..
5. Horno electrónico.
6. Balanza.
7. Placas refractarias.
8. Mortero.
9. Secador de lámparas infrarrojas.

Procedimiento.

1. En la balanza electrónica se pesan 50 gramos del material.
2. El material pesado se coloca en el molino de bolas pequeño y se agregan 80ml de agua destilada.
3. Con el molino cargado y bien sellado se enciende el sistema de rodillos por 15 min., para reducir el tamaño de la partícula, la velocidad seleccionada debe estar en 100 RPM.
4. Se vierte el contenido del molino sobre el molde de yeso, para absorber el contenido de agua.
5. Se retira el material seco del molde y se lo coloca en el secador de lámparas infrarrojas para eliminar cualquier porcentaje de humedad.
6. El material seco se coloca en un mortero y es tamizado a través del tamiz No. 140.

7. Se llena el molde cónico a presión con el material procesado de tal forma se obtenga un cono perfecto que se pueda mantener estable sobre la placa refractaria.
8. Se coloca el cono en el horno con ciclo de quema de doce horas con una temperatura máxima de 1200° C y tiempo suficiente de sinterización.
9. Una vez terminado el ciclo de quema se retira el cono del horno y se comprueba visualmente si el material se fundió.
10. Se anota la apreciación visual conjuntamente con el código del material.

Presentación de resultados.

Los resultados obtenidos de esta práctica son de comparación visual por lo que se ha propuesto las siguientes denominaciones:

- a) Fundido.
- b) Vitificado.
- c) No fundido.

3.19. PRÁCTICA 19: Determinación del Porcentaje de Absorción de Agua, Densidad General, Porosidad Aparente y Gravedad Específica Aparente en Materiales Quemados (REF. ASTM-C373-88).

Propósito.- Comprender cual será la estructura final de cada uno de los materiales después del proceso de quema, calculando las propiedades específicas necesarias para evaluar el comportamiento de cada una de las materias primas o de sus respectivas mezclas después de la quema.

Síntesis.- Las propiedades que se buscan en la práctica son de suma importancia ya que sirven para determinar las propiedades finales de un producto terminado en que se utilicen estas materias prima además me permite ver si existen errores en las curvas de quemado del proceso productivo. Tomando en cuenta que en el proceso de quema se lleva a cabo al sinterización de los materiales entre si este puede ser discontinuo ya sea por las propiedades originales del material o por las equivocadas rampas de temperatura seleccionadas.

Equipos y Materiales

1. Balanza electrónica de precisión de 0.01 g.
2. Horno Secador (100° C)

3. Soporte y canastilla metálica para suspender el espécimen de análisis.
4. Contenedor, que puede ser un Vaso de precipitación en el que quepa el espécimen.
5. Platillos de aluminio.
6. Agua destilada.
7. Autoclave pequeño.
8. Especimen de prueba, deberán ser por lo menos cinco (5) los cuales podrán presentar ligeras fisuras en su superficie y filos removidos, no deberán estar completamente rotos y lo importante es que deben pesar menos de 50 g.

Procedimiento.

1. El espécimen quemado se deberá secar en un horno secador a 105° C hasta obtener un peso constante y se determinara la masa seca D.
2. Colocar los especimenes en los platillos de aluminio e introducirlos en el pequeño autoclave de laboratorio (olla de presión eléctrica) con agua destilada y dejar hervir por 5 horas tomando en cuenta que el nivel de agua siempre cubra totalmente la muestra, culminado el tiempo apagar el autoclave y dejar enfriar dentro del mismo por 24 horas.

3. Sacar los especímenes y determinar la masa S que es el peso suspendido en el agua, para esto se deberá utilizar el soporte y la canastilla, tener en cuenta que los especímenes que se pesen deberán estar sumergidos en el contenedor al mismo nivel por lo que se recomienda usar de contenedor un Vaso de Precipitación de vidrio.
4. Después de obtener la masa suspendida con una toalla de algodón se retira el exceso de agua de la superficie de la muestra y se determina la masa saturada M , teniendo en cuenta que no se debe presionar con la toalla mucho al espécimen ya absorbería demasiada agua y eso introduciría un error, de igual manera los pasos deben ser lo más rápidos posible para evitar que se evapore el agua que cubre la muestra.

Cálculos.

1. En los siguientes cálculos la asunción hecha es que 1 cm^3 de agua pesa 1 gramo a temperatura ambiente.
2. Cálculo del Volumen exterior V en centímetros cúbicos.

$$V = M - S \quad \text{ecuación 3.18.}$$

3. Volumen de poros abiertos V_{OP} en centímetros cúbicos.

$$V_{OP} = M - D \quad \text{ecuación 3.19.}$$

4. **Porosidad Aparente P**, expresado como un porcentaje es la relación existente entre el Volumen de los poros abiertos con el volumen exterior de l espécimen.

$$P = \left(\frac{M - D}{V} \right) \times 100 \quad \text{ecuación 3.20.}$$

5. **Absorción de agua A**, expresada en porcentaje, es la relación existente entre la masa absorbida de agua con la masa del espécimen seco.

$$A = \left(\frac{M - D}{D} \right) \times 100 \quad \text{ecuación 3.21.}$$

6. Gravedad específica aparente **T**

$$T = \left(\frac{D}{D - S} \right) \quad \text{ecuación 3.22.}$$

7. Densidad total **B** (Bulk Density), expresada en gramos sobre centímetros cúbicos es la cantidad de masa seca dividida para el volumen exterior, incluyendo los poros.

$$B = \left(\frac{D}{V} \right) \quad \text{ecuación 3.23.}$$

Presentación Del Informe

Para cada propiedad se deberá reportar el promedio de los valores obtenidos de los cinco especímenes.

3.20. PRÁCTICA 20: Prueba de Sedimentación.

Propósito.- Mediante esta práctica se pretende determinar la estabilidad de las materias primas no metálicas plásticas como las arcillas en suspensiones.

Síntesis.- El principio en el cual se basa este método es la Ley de Stockes, según la cual las partículas suspendidas mas pesadas se sedimentaran a mayor velocidad que las livianas, lo que nos permite tener una idea sencilla del tamaño de partícula del material y de la estabilidad de las partículas en la suspensión.

Materiales.

1. Fundas plásticas 2 litros.
2. Cronometro.
3. Jarra metálica o plástica 1000 cm³
4. Agua destilada.
5. Agitador mecánico.
6. Balanza Electrónica 0.01g.

Procedimiento.

1. Pesar 600 gramos de materia prima y 500ml de agua destilada.

2. Colocar en la jarra y agitar por 15 minutos para que se homogenice la muestra.
3. Vaciar el contenido dentro de las fundas plásticas y sellar.
4. Dejar reposar a temperatura ambiente las fundas durante 48 horas.
5. Concluir si el material sólido se sedimenta o si la suspensión se mantiene intacta con sus partículas suspendidas.

CAPITULO 4.

4. ASPECTOS Y CONSIDERACIONES IMPORTANTES EN EL DISEÑO DEL LABORATORIO.

En este capitulo hablaremos de las consideraciones básicas que debe cumplir o adoptar un laboratorio de calidad, siendo el objetivo principal de nuestro trabajo poder tener un laboratorio que cumpla todas las normas de calidad aplicadas en la actualidad para acceder a una acreditación y en un futuro una certificación ISO 17025 y ser competitivos a nivel nacional.

Por otro lado esta la seguridad que merece el técnico que maneje los equipos presentes en el laboratorio, para lo cual haremos hincapié en las normas de Seguridad y Salud Ocupacional cumpliendo con lo indicado por el S.E.S.O. La programación de mantenimiento de los equipos es muy importante ya que de su buen funcionamiento depende la veracidad de los resultados.

4.1. Norma de calidad para laboratorios ISO/IEC 17025-2000.

Las organizaciones se registran bajo normas de sistemas de calidad (ISO 9001 o 9002) en una amplia gama de sectores de igual manera los laboratorios se acreditan para pruebas o mediciones específicas, para productos específicos y para especificaciones de prueba bajo el sistema de calidad ISO 17025.

Las razones principales por las cuales un laboratorio se acredita son:

- Identificar la competencia específica de los laboratorios.
- Establecer estándares mínimos de competencia.
- Mejorar el cumplimiento de Normas.
- Conocer los requerimientos regulatorios.
- Asegurar la aceptación de los datos del laboratorio.

La acreditación de un laboratorio es el reconocimiento formal de que un laboratorio es competente para cumplir pruebas específicas u otras definidas por diferentes entidades, la misma que es otorgada por un organismo de acreditación reconocido bajo criterios normados, después de la evaluación en sitio, del sistema de administración de calidad y de la aptitud específica por evaluadores calificados que se

cercioraran de los requerimientos técnicos de cada método en particular, los procedimientos de calibración y la expresión de la incertidumbre de la medición.

Organización de la Norma ISO 17025

- 1.** Alcance
- 2.** Referencia de Normas.
- 3.** Términos y Definiciones.
- 4.** Requisitos Administrativos.
- 5.** Requisitos Técnicos.

Haciendo referencia a esta organización el alcance esta dado por el cumplimiento de los requerimientos solicitados en la norma, las referencia de las normas que se utilizan en la realización de cada ensayo para que certifiquen un procedimiento del mismo, los términos y definiciones usados deben estar completamente claros para el usuario, los requisitos administrativos como el sistema de calidad, el control de documentos entre otros están enteramente ligados a los auditores que realicen la certificación.

Los puntos bases para obtener una acreditación al momento de realizar la verificación por parte de los auditores siempre serán los Requisitos Administrativos y los Requisitos Técnicos, un ejemplo de las tablas de verificación y valoración utilizadas por auditores de la entidad A2LA en una acreditación ISO/IEC 17025 para laboratorios se pueden observar en el *Apéndice K*.

Siendo los requisitos administrativos de un enfoque más interdisciplinario referido a la parte económica, repartición de cargos, manejo de documentación, etc. Siguiendo la línea bajo la cual se desarrolla este estudio revisaremos a continuación más a fondo los requerimientos técnicos solicitados en la 17025;

Requisitos Técnicos.

1. Generalidades.

Muchos factores determinan la exactitud y confiabilidad de los ensayos y/o calibraciones realizadas por un laboratorio, el grado en el cual los factores contribuyen a la incertidumbre total de las mediciones difiere considerablemente entre el tipo de ensayo y de calibración, por lo cual

el laboratorio debe tomar en cuenta estos factores en el desarrollo de sus métodos de procedimientos, dichos factores son;

2. Personal.

La dirección del laboratorio debe asegurar la competencia de todo aquel que opera un equipo específico, ejecuta ensayos y/o calibraciones, evalúa los resultados y firma los informes de los ensayos y los certificados de calibración*.

La dirección del Laboratorio debe formular las metas con respecto a la educación, formación y habilidades del personal del laboratorio. El laboratorio debe utilizar personal que sea empleado por el, o bajo contrato del laboratorio, cuando se utilice personal contratado y personal técnico adicional este deberá ser supervisado para que trabajo de acuerdo con el sistema de calidad del laboratorio.

El laboratorio debe mantener la descripción de cargos actualizada para el personal gerencial, técnico y de apoyo clave, involucrado con ensayos y/o calibraciones.

* ISO/IEC 17025, Párrafo 5.2.1.

La dirección debe autorizar personal específico para ejecutar tipos particulares de muestreo, ensayos, calibraciones, emitir informes de ensayos y certificados de calibración, dar opiniones e interpretaciones y operar tipos particulares de equipos.

3. Instalaciones y Condiciones Ambientales.

La norma nos dice que; las instalaciones del laboratorio para ensayos y/o calibraciones, incluyendo pero no limitado a, fuentes de energía, iluminación y condiciones ambientales, deben ser tales que faciliten la ejecución correcta de los ensayos y/o calibraciones. Asegurando que las condiciones ambientales no invaliden los resultados o afecten adversamente la calidad requerida de cualquier medición.

Los requisitos técnicos para las instalaciones y las condiciones ambientales que puedan afectar el resultado de los ensayos y calibraciones deben estar documentados.

El laboratorio debe hacer seguimiento, controlar y registrar las condiciones ambientales, requeridas por especificaciones, métodos y

procedimientos pertinentes o cuando estas condiciones influyan en la calidad del resultado, por lo que se debe poner atención;

- A la esterilidad biológica
- Polvo
- Interferencia electromagnética.
- Radiación
- Humedad
- Suministro eléctrico
- Temperatura
- Niveles de Ruido y Vibraciones.

Debe haber una separación eficaz entre las áreas cercanas en las cuales se realizan actividades incompatibles, para prevenir la contaminación cruzada. Se controlara el acceso y uso de las áreas que afecten la calidad de los ensayos y/o calibraciones.

Se deben tomar medidas para asegurar el orden y la limpieza del laboratorio, preparando procedimientos especiales.

4. Métodos de ensayo y calibración y validación de métodos.

En el laboratorio se usaran métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos y/o calibraciones dentro de su alcance lo que incluye; muestreo, manejo, transporte, almacenamiento y preparación de los ítems a ser ensayados y/o calibrados y cuando fuese apropiado, una estimación de la incertidumbre de la medición así como las técnicas de estadística para el análisis de datos.

El laboratorio debe tener instrucciones sobre el uso y funcionamiento de todo el equipo pertinente, y sobre el manejo y preparación de los ítems para el ensayo. Todas las instrucciones, normas manuales y datos de referencia pertinentes al trabajo del laboratorio de deberán mantener vigentes y estar fácilmente disponibles al personal como se lo referencia en las sección 4.3 de la normativa ISO/IEC 17025-2000.

Selección de Métodos.

El laboratorio debe usar métodos de ensayos y/o calibración, incluyendo métodos de muestreo, los cuales cumplan con las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos y/o calibraciones que se realiza. Se utilizan preferiblemente métodos

publicados en normas nacionales, internaciones o por organizaciones técnicas reconocidas asegurando el uso de la ultima edición de la norma.

Cuando el cliente no especifica el método a utilizar se debe seleccionar el método apropiado, informándolo cuando algún método propuesto por este considere el laboratorio inapropiado o desactualizado.

Hay que tomar en cuentan varios factores en la selección del método como son;

Métodos desarrollados por el laboratorio.- la introducción de un método desarrollado por el laboratorio para su uso propio debe ser una actividad planificada y asignada a un personal calificado equipado con recursos adecuados.

Métodos No-normalizados.- cuando se empleen método no cubiertos por métodos normalizados, deben estar sujetos a acuerdos con el cliente incluyendo una especificación clara de los requisitos solicitados, validándolo antes de ser utilizado.

Validación de métodos.- es la confirmación por exámenes y la provisión de evidencias objetivas de que los requisitos particulares para un uso específico previsto son cumplidos. Un laboratorio debe validar métodos; no normalizados, diseñados por el laboratorio, normalizados usados fuera de su alcance proyectado.

Estimación de la incertidumbre.- los laboratorios de ensayos deben tener y aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición, algunos métodos de ensayos puede impedir cálculos válidos de la incertidumbre de la medición, en estos casos se intentará al menos identificar los componentes de la incertidumbre y hacer una estimación razonable.

Control de los datos.- los cálculos y la transferencia de los datos deben estar sujetos a una verificación apropiada de una manera sistemática.

5. Equipos.

Los equipos y su software utilizados para el ensayo, calibración y muestreo deben ser capaces de alcanzar la exactitud requerida y

deben cumplir con las especificaciones pertinentes a los ensayos. Antes de colocar en servicio, los equipos deben ser calibrados y verificados para establecer que estos cumplen los requisitos especificados del laboratorio.

Los equipos deben ser operados por personal autorizado. Las instrucciones actualizadas sobre el uso y mantenimiento de los equipos deben estar fácilmente disponibles para ser utilizados por el personal del laboratorio.

Se deben mantener registros de cada ítem del equipo y su software los cuales deben incluir; identificación del equipo, nombre del fabricante, número de serial, ubicación, última fecha de calibración, futura fecha de calibración, plan de mantenimiento, reparaciones realizadas al equipo.

Deben existir procedimientos para el manejo seguro, transporte, almacenamiento, uso y mantenimientos planificados del equipo que aseguren su correcto funcionamiento, los equipos sujetos a sobrecarga o maltrato que presenten resultados sospechosos deben ser retirados del servicio, aislarlos y etiquetarlos correctamente.

Cuando las calibraciones den lugar a un conjunto de factores de corrección, el laboratorio debe tener procedimientos para asegurar que las copias se actualizaran correctamente.

6. Trazabilidad de la Medición.

Todo equipo utilizado para ensayos y/o mediciones, incluyendo equipos para mediciones auxiliares que tengan un efecto significativo sobre la exactitud o validez de los resultados de calibración, ensayo o muestreo debe ser calibrado antes de ser puesto en servicio.

En todos los laboratorios de ensayos, el programa para calibrar el equipo debe ser diseñado y operado para asegurar que las calibraciones y las mediciones realizadas por el laboratorio son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI)

La trazabilidad a las unidades de medida del SI puede ser lograda por referencia a un patrón primario apropiado o por referencia a una constante natural. Todo material de referencia debe, en lo posible, estar trazado a las unidades de medición del SI, o a materiales de

referencia certificados. Los materiales de referencia internos deben verificarse tanto como resulte técnica y económicamente factible.

7. Muestreo.

El laboratorio debe tener un plan de muestreo y procedimientos para el muestreo, los mismos que deben estar disponibles en el sitio donde se realiza el muestreo. Los planes de muestreo deben estar basados en métodos estadísticos apropiados, cuando se razonable y el proceso de muestreo debe tomar en cuenta los factores a ser controlados para asegurara la validez de los resultados del ensayo.

Cuando algún cliente requiera desviaciones, adicionales o exclusiones del procedimiento documentado, debe registrarse el hecho en detalle con los datos apropiados del muestreo y deben ser incluidas en todos los documentos que contienen los resultados del ensayo.

El laboratorio debe tener procedimientos para registrar los datos pertinentes y las operaciones relacionadas al muestreo que forma parte del ensayo o la calibración que esta siendo llevada a cabo. Estos registros deben incluir el procedimiento de muestreo usado, la

identificación del personal que lo ejecuta, las condiciones ambientales y diagramas u otro medio equivalente para identificar el sitio de muestreo si es necesario.

8. Manejo de ítems de ensayo.

El laboratorio debe tener procedimientos para el transporte, recepción, manejo, protección, almacenamiento, retención y/o disposición de los ítems de ensayo, incluyendo todas las provisiones necesarias para proteger la integridad del ítem.

El laboratorio debe tener un sistema para la identificación de los ítems durante su permanencia en el mismo, el cual debe garantizar que no se confundan físicamente, en el momento de la recepción del ítem a ensayar se debe registrar cualquier anomalía o desviación de las condiciones normales en los métodos de ensayo.

El laboratorio debe tener procedimientos e instalaciones apropiadas para evitar el deterioro, pérdida o daño del ítem de ensayo durante el almacenamiento, manejo y preparación. Cuando los ítems deben ser almacenados o acondicionados bajo condiciones ambientales

específicas, estas condiciones deben ser mantenidas seguidas y registradas.

9. Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo.

Los procedimientos de control de calidad para hacer seguimiento a la validez de los ensayos y calibraciones realizadas. Los datos resultantes deben ser registrados de tal manera que se pueden detectar tendencias. Este seguimiento debe ser planificado y revisado y puede incluir pero no estar limitado a, lo siguiente:

- a) Uso regular de materiales de referencia certificados
- b) La participación en comparaciones Inter-laboratorios o programas de ensayos de aptitud.
- c) La replica de ensayos o calibraciones utilizando el mismo o diferente método.
- d) La recalibración o reensayo de los ítems retenidos
- e) La correlación de los resultados para diferentes características de ítems.

10. Informe de Resultados.

Los resultados de cada ensayo, calibración o serie de ensayos realizados en el laboratorio, deben ser informados con exactitud, de manera clara, no ambigua y objetiva.

Cada ensayo o informe de calibración debe incluir por lo menos la siguiente información;

- Un título.
- Nombre y dirección del laboratorio y la ubicación donde fueron realizados los ensayos.
- Identificación única del informe del ensayo (tal como un número de serial), y en cada página una identificación para asegurar que cada página es reconocida como parte del informe de ensayo.
- Nombre y dirección del cliente.
- Identificación del método usado
- descripción; condición de; identificación de (los) ítem (s) ensayado.
- fecha de recepción del ítem de ensayo.
- Referencia del plan de muestreo y procedimientos utilizados por el laboratorio.
- Los resultados del ensayo o la calibración con las unidades de medición

- El (los) nombre(s), función, y firma(s) o identificación equivalente de la(s) personas que autoricen el informe de ensayo.
- Siempre adjuntar el respectivo certificado de calibración del equipo en que se realizó el ensayo.

Nota 1: Las copias impresas de los informes de ensayo deben incluir también el número de página y el número total de páginas.

Nota 2: Se recomienda incluir una declaración especificando que el informe de ensayo o de calibración no debe ser reproducido, únicamente en su totalidad con la aprobación escrita del laboratorio.

Cuando se incluyen opiniones e interpretaciones, el laboratorio debe documentar las bases sobre las cuales se hacen las mismas. Las opiniones e interpretaciones deben estar claramente marcadas como tales en el informe de ensayo.

Cuando los informes de ensayo contienen resultados de ensayo realizados por subcontratistas, estos resultados deben estar claramente identificados, los cuales deben ser informados por escrito o electrónicamente.

4.2. Seguridad y prevención de accidentes.

Dado que se cuenta en los laboratorios con equipos e instrumentos que podrían generar daños o perjuicios con un mal manejo o utilización, siguiendo los pasos descritos en la normativa ISO OHSAS 18002, propondremos un plan de seguridad para el manejo correcto de los equipos que puedan presentar peligro.

Planificación para la identificación de peligros, evaluación de riesgo y control de riesgos*

La organización debe establecer y mantener procedimientos para la continua identificación de peligros, la evaluación de riesgos y la implementación de las medidas de control necesarias. Estos procedimientos deben incluir:

- Actividades rutinarias y no rutinarias;
- Actividades de todo el personal que tenga acceso al sitio de trabajo
- Las instalaciones en el sitio de trabajo, provistas por la organización o por terceros.

* S.E.S.O. "Series de Evaluación en Seguridad y Salud Ocupacional OHSAS 18002:2000"

La organización debe asegurar que los resultados de estas evaluaciones y los efectos de estos controles sean tomados en cuenta cuando se fijan los objetivos de **S & S O**.

La complejidad de los procesos de identificación de peligros, evaluación de riesgos y control de riesgos depende en gran parte de factores tales como el tamaño de la organización, las situaciones relacionadas con el sitio de trabajo dentro de la organización y la naturaleza, complejidad e importancia de los peligros.

En los procesos de identificación de peligros hay que tener la disponibilidad de información como la siguiente:

- Detalle de procedimientos de control de cambios
- Planos (s) del sitio
- Flujo gramas de los procesos;
- Inventario de materiales peligros (materias primas, productos químicos, desechos, productos, subproductos);
- Información toxicológica y otros datos de **S & S O**;
- Datos ambientales del lugar de trabajo.

Identificación de peligros, evaluación de riesgos y control de riesgos

Las medidas para la gestión en riesgos deberían reflejar el principio de la eliminación del peligro cuando sea posible, seguido por la reducción de riesgos ya sea disminuyendo la probabilidad de ocurrencia o la severidad potencial de lesiones o daños, o la adopción de elementos de protección personal (**EPP**) como ultimo recurso. La identificación de peligros, evaluación de riesgos y control de riesgos son la herramienta clave en la administración del riesgo.

Los procesos de identificación de peligros, evaluación de riesgos y control de riesgos se deberían documentar, incluyendo los siguientes elementos:

- Identificación de peligros;
- Evaluación de los riesgos con medidas de control existentes (o propuestas) en el lugar (teniendo en cuenta la exposición a peligros específicos, la posibilidad de falla de las medidas de control y la potencial severidad de las consecuencias de lesiones o daños);
- Evaluación de la tolerabilidad del riesgo residual;

- Identificación de cualquier medida adicional de control de riesgo necesaria;
- Evaluación de que las medidas de control de riesgos son suficientes para reducir el riesgo a un nivel tolerable.

Siguiendo la secuencia descrita hacemos la evaluación de los riesgos presentes y quienes las podrían ocasionar, encontrando el mayor riesgo de accidente en el Laboratorio de Molienda ya que se encuentran maquinas y equipos de molienda de potencia considerada ocasionando riesgos mecánicos y eléctricos.

Se entiende como riesgo mecánico aquellos ocasionados con el uso de maquinas y herramientas mecánicas, el riesgos con las maquinas y las lesiones ocasionadas por las mismas se deben en general a;

- una falta de comprensión de los riesgos que estas presentan; y
- la deficiencia de un diseño seguro que reduzca su posibilidad de causar daños.

Hay que tener en cuenta que aunque las maquinas se diseñan para realizar diferentes tareas, existe un factor común en todas ellas que utilizan el movimiento. En consecuencia “el movimiento” es la propiedad fundamental que constituye la razón básica de los accidentes en las maquinas.

Hay tres formas generales de movimiento, como consecuencia de las cuales pueden ocurrir distintos tipos de riesgo, y estas son;

- el movimiento giratorio
- el movimiento de vaivén
- el movimiento relativo persona-máquina.

Identificando el tipos de maquinas usadas en nuestro laboratorio podemos decir que existen del tipo giratorio y de vaivén.

Riesgos de maquinas con movimiento giratorio

Existen varias de situaciones de riesgo ocasionadas por maquinas con movimientos giratorios por lo que clasificamos de la mejor manera como sigue;

a.-) Partes en movimiento giratorio convergente, cuando existen partes giratorias en contacto, una de las cuales gira en sentido horario y la otra en dirección contraria, el riesgo presente da lugar a aplastamientos.

b.-) Estrangulación, cuando la maquina que gira hace que algún elemento ajeno a su operación se envuelva en una parte en movimiento

c.-) Acción de partículas que se desprenden como proyectiles, se produce cuando un cuerpo en movimiento giratorio se rompe parcial o totalmente y sale disparado como proyectil.

d.-) Acción de la fricción, cuando una superficie lisa gira a alta velocidad y se puede poner en contacto con la piel, ocasionando quemaduras.

En este grupo se encuentran la Trituradora de Rodillos, la Mezcladora de Rodillos, la Tamizadora (RO-TAP), Mezclador y el Sistema Motriz de Rodillos de los molinos de Bolas.

Riesgos Eléctricos.

La mayoría de las personas piensan que los bajos voltajes no les afectan, lo cual es erróneo ya que la gravedad de la descarga eléctrica no solo depende del voltaje sino que de los siguientes factores:

- a.-) La cantidad de corriente que circule por el cuerpo y depende de las diferencias de resistencia que presente el cuerpo humano, por lo cual a menor resistencia la acción de la corriente en amperios será mayor.
- b.-) El camino que recorre la corriente que circule por el cuerpo, la misma que ocasiona daños en tejidos vivos y afecta la gravedad de la descarga.
- c.-) Duración de la permanencia del cuerpo formando circuito, mientras mayor sea el tiempo de permanencia mayor será el daño.

Refiriéndonos al efecto fisiológico del choque eléctrico que depende mas de la corriente (amperios) que pasa por el cuerpo, que del voltaje, por lo cual cualquier corriente superior a 10 miliamperios (0.1 amp.) puede causar contracciones musculares dolorosas y que en corrientes de 0.05 a 0.1 amp. según el recorrido ha causado la muerte instantánea, a continuación se muestra en la Tabla 7 la escala de amperajes y su consecuencia.

TABLA 7.**Efecto del choque de corriente dependiendo del amperaje.**

EFEECTO	RANGO DE CORRIENTE (amp.)
Sensación mediana Umbral de percepción.	0.001 hasta 0.01
Dificultades respiratorias extremas. Parálisis muscular Parálisis parcial Dolor.	0.01 hasta 0.1
Muerte	0.1 hasta 0.2
Quemaduras severas Paro respiratorio.	0.2 hasta 1.0

Fuente: Manual del Ingeniero Mecánico, MARKS

Normas de Seguridad a seguir con instalaciones eléctricas.

1. Cuando trabaje alrededor de equipos eléctricos, manéjese lentamente y este seguro del apoyo correcto de los pies para un buen balance.
2. Si cae una herramienta metálica tener precaución al retirarla.
3. Quitar toda la energía y poner a tierra todos los puntos de alto voltaje antes de tocarlos.
4. Cuando se trabaje en tableros o breakers asegurarse que no restablezcan la energía accidentalmente.

5. Nunca toque un equipo eléctrico estando parado sobre pisos metálicos, concreto húmedo u otra superficie conductoras.
6. No manejar equipos eléctricos con ropas o zapatos húmedos.
7. Utilice personal autorizado e instrumentos apropiados para probar circuitos eléctricos.
8. No adivine si un circuito descubierto tiene o no corriente, considere todo circuito como vivo hasta comprobar lo contrario.
9. Use equipo de protección o herramientas aisladas al trabajar cerca de circuitos eléctricos.
10. No cambiar fusibles de los equipos sin saber de que capacidad son.

Normas de Seguridad para el manejo de los equipos.

Trituradora de Rodillos.

1. Activar el control de la botonera únicamente con el reservorio lleno de material y listo para la trituración.
2. Revisar que nadie se encuentre cerca de los rodillos de trituración.
3. Presionar el pedal (embrague) lentamente de manera que trituración sea más eficiente y no trabe la maquina.

4. Se recomienda el uso de guantes de cuero, gafas de seguridad y tapones auditivos de goma.
5. Usar mascarilla de algodón para evitar afección a las vías respiratorias, por la cantidad de material particulado que se suspende en el ambiente mientras dura el proceso de molienda.
6. No cargar material al reservorio con el pedal presionado.
7. Apagar el equipo desde la botonera cuando se culmine el trabajo.

Sistema Motriz de Rodillos para Molino de Bolas.

1. Comprobar que el indicador digital se encuentre en 0 rpm mientras se montan los molinos de bolas.
2. No montar o sacar los molinos, de los rodillos cuando estos estén en movimiento ya que podría ocasionar lesiones por aplastamiento ya sea por las cadenas, rodillos o engranes del sistema que se encuentran al descubierto.
3. Seleccionar una velocidad media de rotación de los rodillos para evitar que salten los molinos y puedan caer ocasionando daños al personal.
4. No acomodar los molinos mientras el sistema este en movimiento, es preferible apagar el sistema y alinear los molinos si es necesario.

Mezclador de Rodillos.

1. El equipo se debe cargar con mientras este apagado, jamás en movimiento ya que puede desprender partículas como proyectiles.
2. Verificar que nadie este cerca de la botonera de control y acciones el equipo por accidente mientras se esta cargando.
3. Una vez cargado colocar la tapa acrílica, verificando su correcto aseguramiento.
4. Para adicionar material o descargar el material del equipo este debe estar apagado.
5. Se recomienda usar guantes de cuero, gafas protectoras, tapones de caucho y mascarilla de algodón.

Tamizadora (RO-TAP)

1. Colocar los tamices en el equipo cuando este apagado sin exceder el numero limite de tamices recomendado.
2. Al momento de encender el equipo procurar que nadie este cerca del mismo por lo menos a un metro de distancia.
3. No interrumpir el funcionamiento del equipo mientras este activado si circular cerca del mismo.
4. Se recomienda el uso de tapones auditivos.

Mezcladora.

1. Jamás encender el equipo sin que el eje y la hélice se encuentren dentro del recipiente donde se va a agitar.
2. Nunca introducir las manos ni objetos metálicos en el recipiente mientras este activado el mezclador.
3. Procurar seleccionar la velocidad correcta de agitación para no sobrecargar el equipo ocasionando algún accidente del tipo eléctrico.
4. Se recomienda el uso de gafas de seguridad.

Normas para Control y Almacenamiento de Químicos.

Es importante describir las actividades relacionadas con la recepción, revisión, almacenamiento y consumo o salida de los químicos y reactivos de los anaqueles del Laboratorio.

1. Cuando lleguen los químicos y reactivos el encargado por el Laboratorio de receptorlos deberá cotejar su contenido con el de la relación que lo acompaña.

2. De igual manera lo hará con la orden de compra que hizo el gerente del laboratorio, en lo que se refiere a marca, grado y cantidad total de cada químico incluido en la orden.
3. Si la orden de compra y la remesa no concuerdan, esta no deberá ser colocada en los anaqueles hasta que lleguen las instrucciones escritas del departamento de compras.
4. Una vez aceptada la remesa el encargado procederá a crear si es el caso o poner al día la Base de Datos de Control con todos los datos de la remesa.
5. Cada químico o reactivo deberá ser etiquetado con su fecha de recepción antes de ser colocado en los anaqueles.
6. Cada químico deberán almacenarse en un lugar asignado, el cual debe no tener una humedad superior al 80%, la temperatura puede ser variable ya que depende de las especificaciones técnicas del químico, hay que evitar mezclarlos, cada tipo tendrá su espacio que estará asignados por números.
7. Dado que los químicos y reactivo tienen fechas de caducidad hay que cumplir “entra primero, sale primero”, las remesas recientes deben colocarse detrás de las existente respectivamente.

8. Los químicos almacenados deben mantenerse siempre limpios y ordenados.
9. La información que deberá contenerse en la Base de Datos de Control de cada químico y reactivo ingresado será;
 - Marcas aprobadas (preferente y alternativa)
 - Grado, concentración y/o cualquier requisito específico.
 - Cantidad máxima que deberá tenerse almacenada.
 - Cantidad mínima que deberá tenerse almacenada. (para hacer orden de compra.)
 - Cantidad que normalmente se reordena para la compra.
 - Número o códigos de ubicación dentro del anaquel de almacenamiento.
 - Movimientos de la cantidad consumida.

4.3. Organización del mantenimiento.

Mantenimiento es el conjunto de medidas o acciones necesarias para asegurar el normal funcionamiento de una planta, maquinaria o equipo, a fin de conservar el servicio para el cual ha sido diseñada dentro de su vida útil estimada.

Objetivos.

- a) Resumir al mínimo los costos debido a las paradas por averías accidentales (de los equipos).
- b) Limitar la degradación de los equipos a fin de evitar procesos defectuosos.
- c) Asesorar en el desarrollo de mejoras en el diseño de maquinaria y equipo; con el propósito de disminuir la probabilidad de averías.

Funciones del Servicio de mantenimiento.

- a) Determinar los tipos de mantenimiento a efectuar.
- b) Dimensionar adecuadamente los medios técnicos y humanos de mantenimiento.
- c) Decidir que trabajo de mantenimiento deben ser subcontratados.

Tipos de Mantenimiento.

1. Mantenimiento preventivo.- El mantenimiento preventivo se aplica antes de que ocurra la avería y comienza desde el momento que se va hacer la instalación del equipo. Hay que tomar en cuenta los siguientes factores primarios para asegurar un mantenimiento que no involucre fallas de instalación;

- a)** Adecuada cimentación y anclaje del equipo.
- b)** Uso de aisladores de vibración.
- c)** Acoplamiento y alineamiento coherente de los equipos.
- d)** Ubicación correcta del equipo en un sitio que permita desarmar el equipo para acciones de mantenimiento.
- e)** Condiciones ambientales de limpieza, eliminación de polvo.
- f)** Condiciones de iluminación suficientes.
- g)** Condiciones de aireación o ventilación acorde con los requerimientos de los equipos instalados.

Adicionalmente este tipo de mantenimiento se divide en dos tipos de mantenimientos más en la práctica que son:

- Mantenimiento planificado.
- Mantenimiento predictivo.

2. Mantenimiento Correctivo.- es aquel que se emplea para reparar o corregir las averías sufridas por el equipo. En cierto modo se lo podría considerar como mantenimiento de averías o como de emergencia.

Este se desarrolla cuando se produce la paralización parcial o total del equipo por causa de una falla mayor en su funcionamiento, al corregir la falla para la rehabilitación del equipo los costos incurrido en el arreglo serán mayores que los del mantenimiento preventivo.

4.3.1. Programa de mantenimiento de equipos de molienda y equipos varios.

Para el caso de lo equipos utilizados en la Sección 1 de molienda, se ha especificado un mantenimiento preventivo semestral por personal especializado para corregir cualquier mal funcionamiento y evitar un el daño permanente del equipo.

Para haber tomado la decisión de realizar un mantenimiento preventivo semestral nos basamos en la frecuencia de actividad de los equipos, si es cierto estos se encuentran por el momento casi parados que realizan trabajos eventualmente, pero una vez que se complete la infraestructura del laboratorios y se comience a brindar servicios, la frecuencia de activación de los equipos será mayor y por ende se deberá replantear el tiempo al que se le hará el mantenimiento preventivo.

Además, citamos algunos puntos de revisión que pueden ser realizados por el operador del equipo antes de su uso para prevenir el mal funcionamiento del equipo.

Sistema de Motriz de Rodillos.

Puntos de Mantenimiento.

1	Revisar que exista lubricación en las chumaceras.
2	Revisar que no existan rasgaduras o imperfecciones en el vulcanizado de los rodillos.
3	Revisar la lubricación de las cadenas de transmisión.
4	Revisar que las cadenas estén colocadas correctamente en las catalinas.
5	Revisar el estado de aceite del moto reductor.
6	Revisión periódica de las condiciones del motor eléctrico.

Trituradora de Rodillos

Puntos de Mantenimiento.

1	Revisar periódicamente el desgaste de los dientes de los rodillos.
2	Revisar la correcta lubricación de los piñones.
3	Revisar el brazo del embrague.
4	Revisión periódica de las condiciones del motor eléctrico y Caja reductora.
5	Lubricación de todas las partes móviles.

Mezcladora de Rodillos.

Puntos de Mantenimiento.

1	Revisar el ajuste de los rodillos a los brazos.
2	Revisar la lubricación correcta de los brazos.
3	Revisión periódica de las condiciones del motor eléctrico y Caja reductora.

Tamizadora

Puntos de Mantenimiento.

1	Revisar que las piezas móviles estén correctamente ajustadas.
2	Revisar el estado del caucho ubicado en el martillo.
3	Correcta lubricación de piezas móviles.
4	Revisión periódica de las condiciones del motor eléctrico y Caja reductora.

4.3.2. Programa de calibración de instrumentos de laboratorio.

Básicamente, si no existiese ningún problema de funcionamiento en los instrumentos presentes en la Sección 2 de Análisis, lo correcto y según la norma ISO/IEC 17025*, sería enviar el equipo a calibrarse a un laboratorio de calibración autorizado una vez al año, el mismo que debe emitir un certificado debidamente avalado por alguna acreditación o certificación, para respaldar que los datos obtenidos de las mediciones hechas con los instrumentos son correctas y están libres de cualquier error.

Entre los instrumentos que se deben calibrar una vez al año y mantener siempre su certificado de calibración al día tenemos:

- Balanza Analítica.
- Balanzas Electrónicas.
- Viscosímetro.
- Picnómetro.

* Norma para calidad de Laboratorios.

- Espectrofotómetro Genesys 10

Cabe recalcar que no siempre se deberá esperar un año para realizar este proceso de calibración, ya que debido a factores de manejo incorrecto por parte del operador, pequeños golpes no ocasionales y otras incidencias de sus uso, los instrumentos se pueden descalibrar, por lo que se aconseja el uso de patrones de calibración o referencia que nos permitan tener una idea de la incertidumbre que presenta un equipo antes de realizar un análisis.

El patrón de calibración o referencia, no es más que un peso o una sustancia con un valor determinado y certificado, la misma que al ser usada en el instrumento este deberá presentar el mismo valor que muestra dicho patrón o estar dentro de su rango de incertidumbre.

Es aconsejable comprobar de esta manera la precisión del equipo, por lo menos después de cada cierto número de

mediciones o hacerlo mensualmente para comprobar que no haya ningún defecto en su funcionamiento.

Existen otros instrumentos presentes en el laboratorio que talvez no necesiten ser calibrados, pero si necesitan un mantenimiento preventivo, que les permita funcionar correctamente, el mismo que debería realizarse de igual manera una vez al año y estos son:

- Horno secador de resistencias.
- Autoclave.
- Agitador Mecánico.
- Mezclador.
- Agitador Magnético.
- Prensa Hidráulica.
- Secador de Lámparas.
- Filtro prensa Baroid.

Adicionalmente encontramos otros equipos que requieren un mantenimiento más continuo, como es el caso del:

- Destilador de agua.

- Filtro desionizante.

Estos equipos deben ser limpiados frecuentemente ya que en el destilador se acumula residuos sólidos producto de las sales que se sedimentan en el proceso de destilación del agua y se debe retirar y limpiar del equipo constantemente para que no afecten la calidad del agua obtenida.

Mientras que el filtro desionizante se debe recargar la resina de intercambio catiónico por lo menos una vez cada tres meses, siempre y cuando su funcionamiento sea de frecuencia moderada, para que no se disminuya la resistividad del agua obtenida.

CAPITULO 5.

5 INVERSIÓN DEL PROYECTO.

Llevar a cabo este proyecto implica costos significativos los cuales han sido cubiertos con donaciones de la empresa privada, aportes económicos de proyectos internaciones, premios ganados en proyectos concursables y la incondicional ayuda de la Facultad de Mecánica y Ciencias de la Producción.

Muchos de los equipos e instrumentación fueron adquiridos como nuevos y parte de ellos especialmente los equipos de molienda fueron reactivados ya que habían sido dados de bajo años atrás y permanecían almacenados en las bodegas de la Facultad.

A continuación se presenta el desglose de gastos incurrido en el desarrollo de este proyecto y los futuros gastos que se recomiendan realizar para el correcto funcionamiento del laboratorio.

5.1 Costo Total del proyecto.

El proyecto de construcción del laboratorio no solo implica gastos en equipos e infraestructura, hay tomar en cuenta también los gastos que genera el proceso de acreditación y certificación ISO, el uso de personal calificado que desarrolle con completo dominio y conocimiento todos los ensayos de caracterización.

Los gastos que se presentan a continuación resultan en los incurridos desde el año 2003 cuando nació la idea de desarrollar este proyecto, se hace un desglose de los gastos hasta la fecha del 5 de agosto del 2005, la información de equipos adquiridos, reparaciones, servicios y otros trabajos realizados, generando un gasto de USD **\$ 40,041.45.**

Existen Muchos gastos adicionales que deben realizarse como son; la adecuación final de las dos secciones que componen el laboratorio, gastos de certificación y demás que son propuestos, cabe recalcar que los precios on estimados basándonos en precios estandarizados de materiales y servicios por parte de la Cámara de la construcción de Guayaquil en un estudio publicado en febrero de 2005 y a cotizaciones* solicitadas a empresas relacionadas dándonos un gasto estimado de USD **\$72,235.00**

* Las cotizaciones de mantenimiento y calibración de equipos e instrumentos fueron facilitadas por MERCK S.A., TECNOESCALA, Ing. Jaime Yagual (Contratista)

DESCRIPCIÓN DEL RUBRO.	CAN.	VALOR
------------------------	------	-------

Vidrieria de Laboratorio.		
Matraz volumétrico 500 ml	2	\$ 38.01
Balón aforado de 50 ml	3	\$ 81.24
Balón aforado de 100 ml	3	\$ 39.11
Balón aforado de 250 ml	3	\$ 53.93
Balón aforado de 500 ml	3	\$ 57.02
Balón aforado de 1000 ml	2	\$ 57.02
Varilla de agitación 25cmx6mm	4	\$ 8.15
Frasco lavador (500 ml)	2	\$ 12.88
Tubos de ensayo 16cmx150	10	\$ 51.52
Bureta automática de 50ml con botella	1	\$ 52.64
Pinza doble bureta	1	\$ 40.32
Matraz aforado de 250ml T7P (LMS)	2	\$ 19.26
Vasos de precipitación Boeco de 100 ml	4	\$ 7.62
Vasos de precipitación Boeco de 150 ml	4	\$ 8.06
Vasos de precipitación Boeco de 250 ml	4	\$ 8.51
Vasos de precipitación Boeco de 500 ml	4	\$ 11.65
Vasos de precipitación Boeco de 1000 ml	4	\$ 21.06
Pipeta graduada de 10 ml, 1/10 (LMS)	6	\$ 11.42
Pera pipeteadora de 3 vías (roja)	2	\$ 17.47
Picetas plásticas de 500 ml	2	\$ 8.06
Vaso de precipitado Pirex 2000 ml	2	\$ 29.12
Probetas Pyrex 10 ml	2	\$ 7.32
Embudo de decantación Pyrex 1L	1	\$ 105.43
Embudo Buchner Poliprop 919 ml Thomas	1	\$ 28.38
Papel filtro Whatman N.3 110MM/100UND	3	\$ 81.48

Equipo e Instrumentos adquiridos.		
Mortero de porcelana pequeño 12cm diámetro (145 ml) con pistillo	1	\$ 16.78
Soporte metálico rectangular	4	\$ 156.80
Mortero de porcelana de 500 ml, 163mm	1	\$ 25.76
Tamiz 8' Tyler Standard 270 mesh	1	\$ 162.96

Tamiz 8' Tyler Standard 325 mesh	1	\$ 188.44
Tamiz 8' Tyler Standard 100 mesh	1	\$ 94.64
Tamiz 8' Tyler Standard 115 mesh	1	\$ 96.60
Tamiz 8' Tyler Standard 150 mesh	1	\$ 105.84
Tamiz 8' Tyler Standard 170 mesh	1	\$ 115.58
Tamiz 8' Tyler Standard 200 mesh	1	\$ 123.76
Tamiz 8' Tyler Standard 250 mesh	1	\$ 142.52
Balanza electrónica de capacidad 4200grx0,1	1	\$ 1,972.31
Kits para análisis de suelos y agua de riego	1	\$ 1,676.86
Horno de resistencia y refractarios para secar arena. Posee resistencias, pirómetro, de temperatura regulable, 3000W	1	\$ 2,800.00
Mezclador	1	\$ 1,432.23
Prensa hidráulica de 10 Ton; manual.	1	\$ 3,113.60
Agitador magnético	1	\$ 660.80
Agitador mecánico	1	\$ 684.32
Pedestal de aluminio	1	\$ 29.12
Balanza analítica	1	\$ 3,553.61
Autoclave All Ameriam, aprox. 14L. 1000W	1	\$ 928.75
Vacuum pump gast oilless	1	\$ 577.39
Ultrasonic Processor, 117V	1	\$ 3,914.83
Hygrómetro digital	1	\$ 57.60
Cubeta rectangular, 10 mm	1	\$ 0.11
Espectrofotómetro con Scanning. 10 UV/Full scan. Wavelength range: 190 to 1100nm,	1	\$ 6,496.00
SPE-Cable Interf. Genesys 10	1	\$ 0.11
Destilador de agua. Capacidad 3l/hr. Pureza: 0,5 MΩ-cm.	1	\$ 660.80
Desionizador. Reduce cationes y aniones. Reduce cationes y aniones. Purifica hasta 18 MΩ-cm.	1	\$ 285.95
Sistema Motriz de Rodillos.	1	\$ 1,071.50
Secador de Lámparas Infrarrojas.	1	\$ 300.00

Equipos Reparados (Mantenimiento)		
Arreglo y mantenimiento de viscosímetro	1	\$ 61.60

Reparación General de Máquina de ensayos mecánicos tipo RO-TAP (Testing Sieve Shaker)	1	\$ 224.00
Mantenimiento y calibración de balanza YAMATO	1	\$ 89.60
Mantenimiento óptico de microscopio	1	\$ 173.60
Reparación, mantenimiento y calibración de balanza para Líquidos.		\$ 604.42
Reparación y mantenimiento de equipos de laboratorio: tambor de molino, tamizadora, prensa hidráulica.	1	\$ 2,114.56
Mantenimiento de horno-control de Temp. Análogo	1	\$ 75.60
Construcción de tableros de control.	3	\$ 1,490.00
Reparación y Mantenimiento de Trituradora de Rodillos.	1	\$ 400.00
Reparación y Mantenimiento de Mezcladora de Rodillos.	1	\$ 900.00

Reactivos Químicos.		
Ácido nítrico, Q.P., 2.5 lt	1	\$ 40.32
Etilenglicol, 4lts Q.P.	1	\$ 27.22
Etanol 99%, Q.P. 4lt.Mall	1	\$ 28.90
Peroxido/Hidrógeno+Agua Oxig. 30% 500ml	1	\$ 19.26
Ácido sulfúrico 2.5 lt	1	\$ 22.40
Permiso del CONSEP	1	\$ 3.36
Cloruro de magnesio (500 gr)	1	\$ 29.13
Acetato de plomo (500 gr)	1	\$ 58.58
Hidróxido de calcio (1 Kg)	1	\$ 72.80
Cloruro de sodio (500g)	1	\$ 7.95
Nitrato de plata (100g)	1	\$ 222.88
Etanol absoluto analítico ACS x 5 1 "Scharlau" España en Bidones	5	\$ 179.20
Cloruro de Sodio ACS/ISO x 500g "Scharlau" España en Frascos	4	\$ 31.81
Cartuchos de resina grado nuclear	7	\$ 713.75
Silicagel JTBaker 500g	4	\$ 148.24
Total invertido hasta el 05/08/2005:		\$ 40,041.45

Equipos e Instrumentos donados.		
Molino de Bolas Grande.	2	Donado
Molino de Bolas Pequeño.	1	Donado
Filtro Prensa Baroid	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 8 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 10 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 50 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 60 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 100 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 200 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 270 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 325 mesh	1	Donado
Tamiz 8" Fisher 400 mesh	1	Donado
Tapa 8" de Acero Inoxidable	1	Donado
Fondo ciego 8" Acero Inoxidable.	1	Donado
Viscosímetro Digital Brookfield.	1	Donado

Gastos pendientes.	
Sistema de Aire comprimido	\$ 3,100.00
1 Compresor marca KOHLER 6 Hp.	
1 Instalación de líneas de distribución	
4 Tomas con Válvula reguladora-lubricadora y acople rápido.	
4 Válvulas de purga y Trampas	
Aire acondicionado Samsung Bio.	\$ 580.00
Sistema Biotech, filtro captador de partículas suspendidas.	
Tipo: Split	
Capacidad: 24000BTU	
Construcción y adecuación de la Sección 2.	\$ 1,600.00
Construcción de Mesón de cemento.	

Paredes divisorias.	
Acabado final en paredes y mesón.	
Colocación de cerámica antideslizante en el piso	
Instalación de puerta batiente de acceso (Aluminio y Vidrio.)	
Instalación de Aire acondicionado.	
Construcción y adecuación de la Sección 1.	\$ 600.00
Acabado final con cerámica blanca en mesones de trabajo.	
Colocación de cerámica antideslizante en el piso	
Instalación de punto de iluminación.	
Reubicación y cimentación de Mezclador de Rodillos.	
Construcción e instalación de puertas corredizas de Aluminio para los anaqueles de la Sección 1 y 2.	\$ 500.00
Adaptador puerta corrediza de aluminio	
Entrecierre puerta corrediza	
Jamba chapa ancha puerta corrediza.	
Jamba marco de puerta corrediza	
Riel inferior puerta corrediza	
Riel superior puerta corrediza	
Hoja vertical de Aluminio fija puerta corrediza	
Certificación ISO 17025	\$ 65,000.00
Trámites Administrativos.	
Pago de derechos	
Costos de Auditoria.	
Capacitación del personal.	
Gastos Varios.	

Costos de Mantenimiento y Calibración.		
Programa de mantenimiento preventivo semestral para equipos de molienda.		
Trituradora de Rodillos.		\$ 50.00
Mezcladora de Rodillos.		\$ 50.00
Tamizadora.		\$ 50.00
Sistema Motriz de Rodillos.		\$ 50.00
Calibración y Mantenimiento Anual de equipos e Instrumentos.		
Calibración Balanza electrónica Yamato 2200 g.		\$ 55.00
Calibración Balanza electrónica Sartorius 4200 g.		\$ 55.00
Calibración Balanza Analítica Sartorius 210g.		\$ 55.00
Calibración de Espectrofotómetro Genesys 10		\$ 150.00
Calibración de Viscosímetro Brookfield.		\$ 75.00
Mantenimiento preventivo Agitador Mecánico (Motor Eléctrico.)		\$ 55.00
Mantenimiento preventivo Agitador Magnético		\$ 55.00
Limpieza y mantenimiento de Destilador de Agua.		\$ 55.00
Mantenimiento Horno Secador de resistencias.		\$ 50.00
Mantenimiento Trimestral Sistema de Aire comprimido		\$ 50.00
Total estimado por gastar:		\$ 72,235.00

5.2 Sondeo de empresas interesadas en usar los servicios de nuestro laboratorio.

Dado que ya existe un estudio sobre las empresas dedicadas a la manufactura de la industria cerámica tradicional, el cual es la Tesis de grado del Ing. Jorge Cárdenas, en la cual se especifica la ubicación según provincias, actividad y materia prima que utilizan cada una de dichas empresas en el Ecuador.

De un total de 39 industrias cerámicas existentes 6 se encuentran ubicadas en la Costa y las 33 restantes pertenecen a la región Sierra*, las mismas que se encuentran repartidas entre las provincias de manera como se muestran en la Tabla 8.

Siendo un inconveniente, mas no un problema, la distancia a la que se encuentran nuestra mayoría de potenciales cliente para brindarles los servicios del laboratorio, lo mejor seria seleccionar las empresas mas grandes y con mayor volumen de análisis de muestras.

* Datos del INEC, de acuerdo a la Clasificación Industrial Internacional Uniforme revisión III (CIIU3))

TABLA 8.
NÚMERO DE INDUSTRIAS CERÁMICAS EN ECUADOR

PROVINCIA	NUMERO DE EMPRESAS
AZUAY	15
PICHINCHA	8
GUAYAS	5
LOJA	4
CHIMBORAZO	2
CAÑAR	2
IMBABURA	1
TUNGURAHUA	1
MANABI	1

Referencia: Tesis de grado "Industria Cerámica en el Ecuador: Evaluación de las Materias Primas No-Metálicas".

En la tabla a continuación conoceremos los nombre de las industrias cerámicas existentes, por lo menos las registradas en el INEC tomando en cuenta que desde la fecha de censo se pudieron haber creado mas empresas de cerámica tradicional que nos e han registrado.

Hay que tomar en cuenta que las empresas de mayor trayectoria disponen de laboratorios equipados con equipo de última tecnología debido a la calidad del producto que ofrecen.

TABLA 9

NOMBRES DE LAS INDUSTRIAS DE CERÁMICA TRADICIONAL

NOMBRE DE LA INDUSTRIA	PRODUCTOS
CERÁMICAS ARSILCO CIA. LTDA.	Vajillas de porcelana
EDESA S.A.	Porcelana Sanitaria y accesorios para baños.
FRANZ VIEGENER S.A.	Porcelana Sanitaria y accesorios para baños.
SILICATOS Y OXIDOS S.A.	Tejas, baldosas, baldosas de gres
C.A. ECUATORIANA DE CERÁMICA	Baldosas de gres, baldosas y bloques para pisos, bloques y azulejos para paredes.
GRAIMAN CIA LTDA	Baldosas y losas para pisos y azulejos para paredes
CERÁMICA ANDINA C.A.	Vajillas de porcelana
CERÁMICA ALFARERO	Adornos decorativos
ARTESA S.A.	Vajillas y azulejos decorativas para baño y cocina
CERÁMICA YAPACUNCHI S.A.	Vajillas y adornos cerámicos
CERÁMICA MONTE-TURI	Accesorios para baños
HEGAGRES	Baldosas de gres
LADRILLOS Y CERÁMICA S.A. LACESA	Ladrillos, bloques de arcilla
CEVICERAMICA	Adornos decorativos
CERAMICA YANUNCAY	Tejas, ladrillos, bloques de arcilla
IPORSAN	Porcelana Sanitaria
CERÁMICA CUENCA S.A.	Baldosas y azulejos para paredes
CERÁMICA RIALTO	Baldosas y bloques para pisos
ITALPISOS S.A.	Baldosas y azulejos decorativos
CERÁMICA SININCAY	Tejas
INDUSTRIA LADRILLOSA	Ladrillos y bloques
FCA DE LADRILLO Y TEJA DE LUIS TUZA	Ladrillos, bloques y tejas
ARTEJA	Baldosas de gres y tejas
DECORTEJA	Bloques para pisos y paredes
INDUSTRIA CERÁMICA PIONERO	Ladrillos y bloques
ALFADOMUS	Tejas, baldosas y adoquines

Referencia: Tesis de grado "Industria Cerámica en el Ecuador: Evaluación de las Materias Primas No-Metálicas".

Además, existe la empresa EXPLOMINAS al Grupo Eljuri que es la encargada de la concesión, exploración y explotación de minas que permita abastecer de materia prima a sus industrias y a terceros.

También se presenta en el estudio realizado, la necesidad y demanda de materia prima no metálica por parte de las empresas que incluso los lleva a importar material como se muestra en la TABLA 10, esto ha sucedido por la falta de estudios realizados a los recursos mineros que se halla en nuestro país, siendo la investigación uno de los fuertes bajo los cuales debería trabajar nuestro laboratorio.

TABLA 10
NOMBRES DE LAS INDUSTRIAS CERÁMICAS QUE HAN ESTADO
IMPORTANDO MINERALES NO METÁLICOS.

Nombre de la Industria Cerámica	Minerales No metálicos que han importado en el periodo 1990-2000						
	1	2	3	4	5	6	7
Franz Viegner S.A.	✓	✓	✓	✓	✓		✓
C.A. Ecuatoriana de Cerámica	✓	✓	✓		✓		
Graiman Cía. Ltda.	✓		✓	✓			
Edesa S.A.	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Italpisos S.A.	✓		✓			✓	
Cerámica Cuenca S.A.		✓		✓			
Cerámica Yapacunchi C.L.		✓	✓			✓	✓
Cerámicas Arsilco Cía Ltda..		✓	✓				
Artesa Cía. Ltda.			✓				✓
Industria de Cerámica Melisa Incerme S.A.			✓			✓	
Industria de Porcelana Sanitaria S.A.			✓			✓	✓
Ceramicarma Cía. Ltda..				✓	✓	✓	✓
Cerámica Alfarero							✓
Cerámica Andina C.A.							✓
Silicatos y Oxidos Silióxidos S.A.							✓

1= Cuarzo

2= Caolín y demás arcillas incluso calcinados

3= Caolín y demás arcillas excepto calcinados

4= Arcillas (otras)

5= Arcillas Refractarias

6= Talco (esteatita)

7= Yeso fraguable

Referencia: Tesis de grado "Industria Cerámica en el Ecuador: Evaluación de las Materias Primas No-Metálicas".

CAPITULO 6.

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

Una vez finalizado este trabajo de tesis se puede concluir lo siguiente:

1. En el Área de Materiales y Procesos de Transformación de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, se pudo implementar un nuevo laboratorio para el Análisis de las materias primas no metálicas.
2. Se demostró que con el trabajo conjunto y el interés hacia un bien común se pueden lograr proyectos muy importantes para el desarrollo intelectual de los estudiantes en nuevas ramas de los materiales.

3. Con el desarrollo de esta tesis se incentivo la investigación sobre los materiales cerámicos, ya que existen las herramientas necesarias para poder hacerlo, llegando hoy en día a realizarse investigaciones sobre posible obtención de materiales no-metálicos en la península de Santa Elena.
4. Creación de un manual de prácticas de laboratorio bajo los lineamientos de las Normas ASTM 2004, que es el precedente para desarrollar de manera correcta cada procedimiento necesario para la caracterización de cualquier material no metálico.
5. Quedan descritos los requerimientos técnicos y administrativos que deberían cumplirse para poder aprobar una auditoria que nos de la certificación de un laboratorio con acreditación ISO 17025.
6. Hasta la presente fecha de este trabajo, el proyecto se encuentra avanzado en un 80 % con la mayoría de los equipos e instrumentos adquiridos, las instalaciones donde funcionaran las

dos secciones se encuentran casi terminadas, apenas pequeñas adecuaciones faltantes, tomando en cuenta que el proyecto comenzó en el año 2004.

7. Con la implementación del laboratorio, mejorara la enseñanza sobre los materiales cerámicos a los estudiantes del área, servirá para el uso de investigadores que trabajan en proyectos internacionales que se desarrolla en conjunto con la universidad.
8. Finalmente crear un vínculo entre la empresa privada y la escuela ya que estará en la capacidad de brindar servicios de caracterización y certificación de la materia prima no metálica utilizada en las industrias del país, así mismo, como para la investigación de nuevas fuentes de materia prima.

Las recomendaciones pertinentes que se deben dar para la culminación del proyecto de laboratorio y poder alcanzar la meta propuesta, se plantean de la siguiente manera.

1. El compromiso de terminar los trabajos pendientes como son: la puesta del piso antideslizante la colocación de las líneas de aire comprimido en las dos secciones del laboratorio, la adecuación y ambientación de la sección de análisis y experimentación.
2. En el aspecto funcional encuentro que se debería hacer hincapié en la capacitación de personal tanto técnico como administrativo para poder llevar a cabo el proceso de certificación ISO 17025, que es nuestra meta final.
3. En el aspecto técnico, se deberá siempre llevar el control del estado de los equipos de molienda y comprobar frecuentemente la calibración de los instrumentos de análisis, no esperar ni confiarse de la calibración anual.
4. Dado que prácticamente esta casi completo el laboratorio se puede comenzar a promocionar los servicios del mismo a nivel de la industria privada del país.

BIBLIOGRAFÍA.

1. REED S. JAMES, Introduction to the Principles of Ceramic Processing, Editorial Willy Interscience, USA 1988.
2. ASM INTERNATIONAL, Handbook ASM (Engineered Materials Handbook Ceramic and Glasses), Volumen 4, The Materials Information Society, USA 1991.
3. WILLARD H. HOBART, DEAN A. JOHN, MERRITT L. LYNNE, Métodos Instrumentales de Análisis, Séptima Edición, Editorial Iberoamericana S.A., México 1991.
4. KELLY G. ERROL, Introducción al Procesamiento de Minerales. Editorial LIMUSA S.A., México 1990.
5. ROMERO G. EMILIA: Universidad Complutense (Madrid), BARRIOS S. MERCEDES: Universidad de Salamanca, Ensayo: Las Arcillas: Propiedades Y Usos, Madrid 1991.

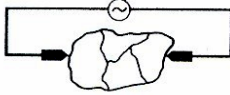
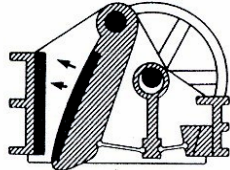
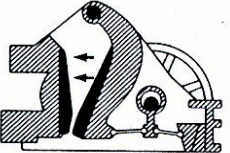
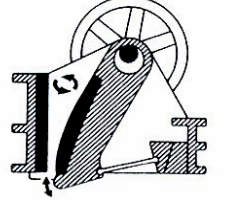
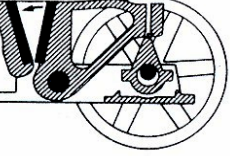
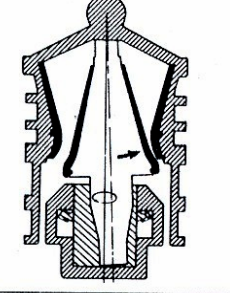
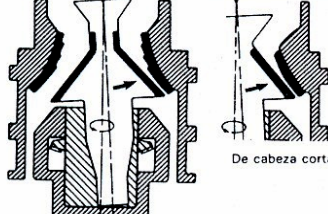
6. ASTM INTERNATIONAL, Standard for Glass; Ceramic Whitewares, Volumen 15.02, Copyright © 2004 ASTM INTERNATIONAL, West Conshohocken, PA.
7. SOCIEDAD ECUATORIANA DE SEGURIDAD, SALUD OCUPACIONAL Y GESTIÓN AMBIENTAL, Series de Evaluación en Seguridad y Salud Ocupacional OHSAS 18002: 2000.
8. HENCH L. L. and GOULD R. W., Characterization of Ceramics, Editorial Marcel Dekker, New York 1976.
9. VALENTINE C. DAREN, ISO 17025: La Nueva Norma para Calidad de los Laboratorios, Seminario Internacional organizado por el Banco Mundial, A2LA (American Association for Laboratory Accreditation.), Quito 2001.
10. COPANT (COMISION PANAMERICANA DE NORMAS TECNICAS), ISO / IEC 17025-1999 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración, Venezuela 2000.
11. BROOKFIELD ENGINEERING LABORATORIES, INC., More Solutions to Sticky Problems, Brookfield, USA 2004.

12. BARNES H.A., HUTTON J.F., An Introduction to Rheology, Serie 3, Editorial ELSEVIER SCIENCE B.V., Netherlands 1997.
13. AMERICAN CERAMIC SOCIETY, Ceramic Engineering & Science Proceedings (Material & Equipment, Whitewares), The American Ceramic Society, Westerville, OH 1994.
14. VARGAS Z. ANGEL, Organización del Mantenimiento Industrial, Segunda Edición, Editorial Series VZ, Guayaquil 1988.
15. VARGAS Z. ANGEL, Seguridad Industrial y Prevención de Incendios, Editorial Series VZ, Guayaquil 1988.
16. JORGE LUIS CARDENAS, Tesis de Grado "Industria Cerámica en el Ecuador: Evaluación de las Materias Primas No-Metálicas", ESPOL, Guayaquil 2002.
17. www.shimadzu.com/products/lab/thermal.html
18. www.FRITSCH.de

APENDICES.

APENDICE A.

TIPOS DE EQUIPOS DE TRITURACION Y MOLIENDA.

		Tamaño (mm)	Potencia (kw)	Velocidad (r.p.m.)	Relación de reducción	Características y aplicaciones	
ELECTRO- ENERGÉTICAS			hasta 250	2 a 3 min. para trozos de 5 a 10 t.m.		Se emplean principalmente para quebrar rocas de sobremedida antes de pasar a una quebradora primaria	
	Blake (Doble conexión articulada)		125 (abertura de entrada) x 150 (lancho) a 1600 x 2100	2.25 a 225**	3000 a 100	Promedio 7:1 Intervalo 4:1 a 9:1	Es la quebradora original estándar de quijadas utilizada para la trituración primaria y secundaria de rocas duras tenaces y abrasivas, así como para materiales pegajosos. Producto relativamente grueso con planos de separación, o lajas, con mínimo de finos. El volante hace uniforme el consumo de potencia.
	De pivote elevado (Doble conexión articulada)		180 x 305 a 1220 x 1525	11 a 150**	390 a 257	Promedio 7:1 Intervalo 4:1 a 9:1	Aplicaciones similares a las de la Blake. Pivote elevado; con éste se reduce el rozamiento contra las caras de la quebradora, se reduce el atascamiento, se logran mayores velocidades y por tanto mayores capacidades. Es mayor la eficiencia de aprovechamiento de energía porque la quijada y la carga no se elevan durante el ciclo.
	De excéntrico elevado (Una conexión articulada)		125 150 a 1600 x 2100	2.25 a 400**	300 a 120	Promedio 7:1 Intervalo 4:1 a 9:1	Originalmente estuvo restringida a los tamaños más pequeños por limitaciones estructurales. Actualmente se fabrica en los mismos tamaños que la Blake, a la cual tiende a sustituir, porque el excéntrico elevado ayuda a la alimentación y a la descarga, permitiendo lograr mayores velocidades y capacidad; tiene en cambio alto desgaste, más roturas por fatiga y ligeramente menor eficiencia de aprovechamiento de energía. Inadecuada para roca muy dura, tenaz y abrasiva. Se fabrica a veces con mordazas oscilantes gemelas.
	Dodge		100 150 a 280 380	2.25 a 11**	300 a 250	Promedio 7:1 Intervalo 4:1 a 9:1	El pivote ubicado abajo motiva un producto con mejor control de tamaños que la Blake, pero la quebradora Dodge es difícil de fabricar en tamaños grandes y tiene tendencia a atascarse. Generalmente se le limita a uso de laboratorio.
	QUEBRADORAS GIRATORIAS	De campana		760 (lancho de apertura) x 1400 diámetro máximo de la campana) a 2135 x 3050	5 a 750	450 a 110	Intermedio 8:1 Intervalo 3:1 a 10:1
De cono		 De cabeza corta	600 (diámetro del cono) a 3050	22 a 600	290 a 220	Trituración secundaria 6:1 a 8:1 Trituración terciaria 4:1 a 6:1	Las quebradoras de cono se caracterizan por sus superficies de trituración convergentes (la superficie externa tiende a ser paralela a la superficie del cono). Se emplean para trituración secundaria y terciaria. Generalmente al disminuir el tamaño de las partículas (por ejemplo en la trituración terciaria) la superficie externa de trituración se vuelve más recta y más paralela a un cono de inclinación más fuerte (a menudo se le llama quebradora de "cabeza corta"). Las quebradoras terciarias se alimentan a veces favoreciendo el atascamiento.

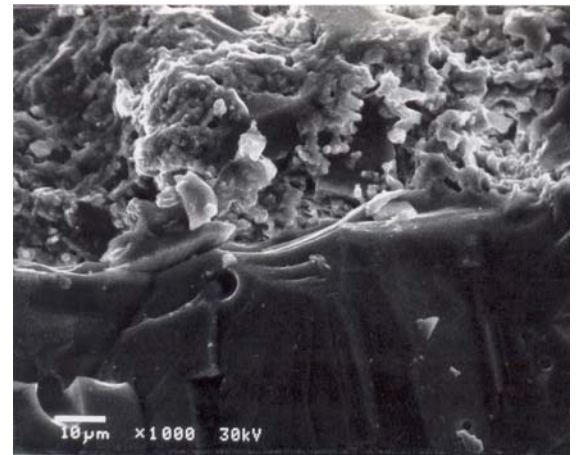
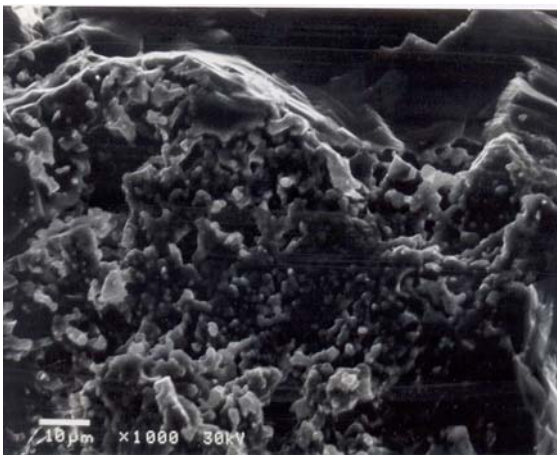
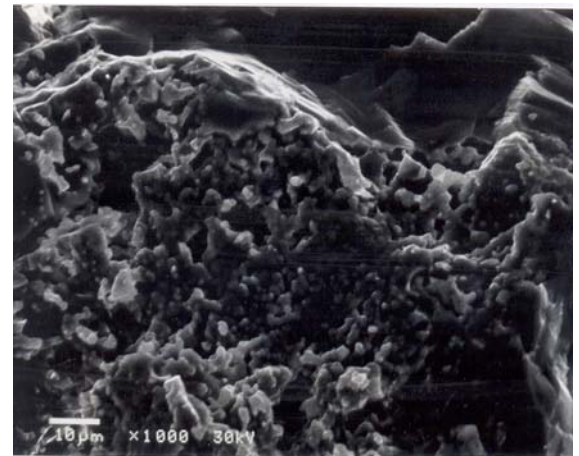
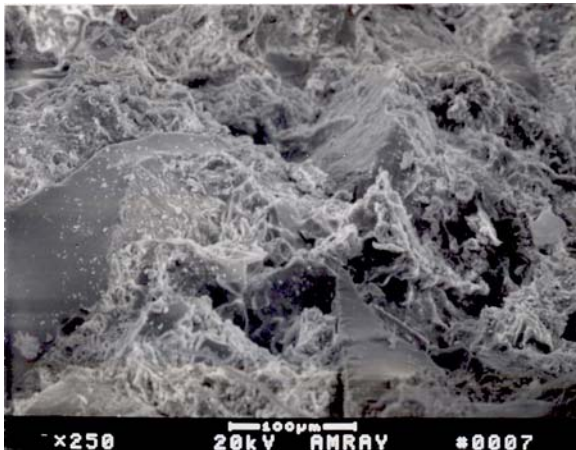
* Estos datos tienen por objeto únicamente indicar la capacidad. Deben consultarse los catálogos de los fabricantes y aplicarse la Ley de Bond para obtener información confiable.

** Para roca muy dura, la potencia puede ser hasta 50% mayor, contando con que se refuerce la máquina.

® Marca comercial registrada, Rexnord Inc.

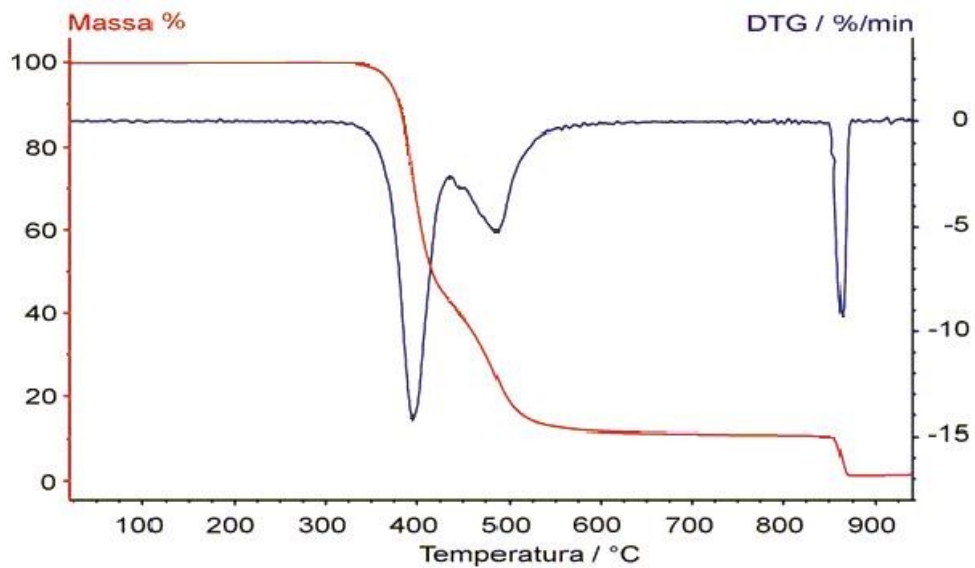
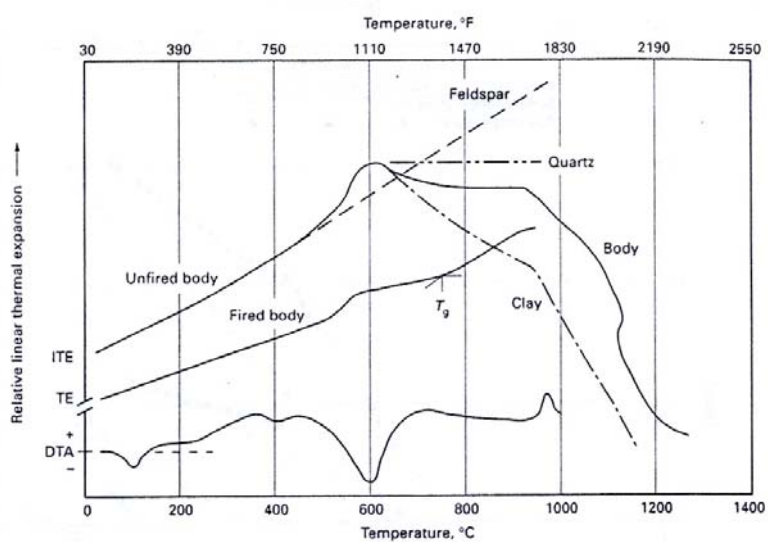
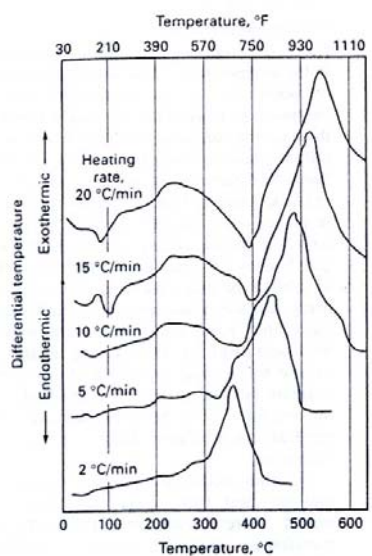
APENDICE B

MICROESTRUCTURA DE UN CERAMICO VISTO CON MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.



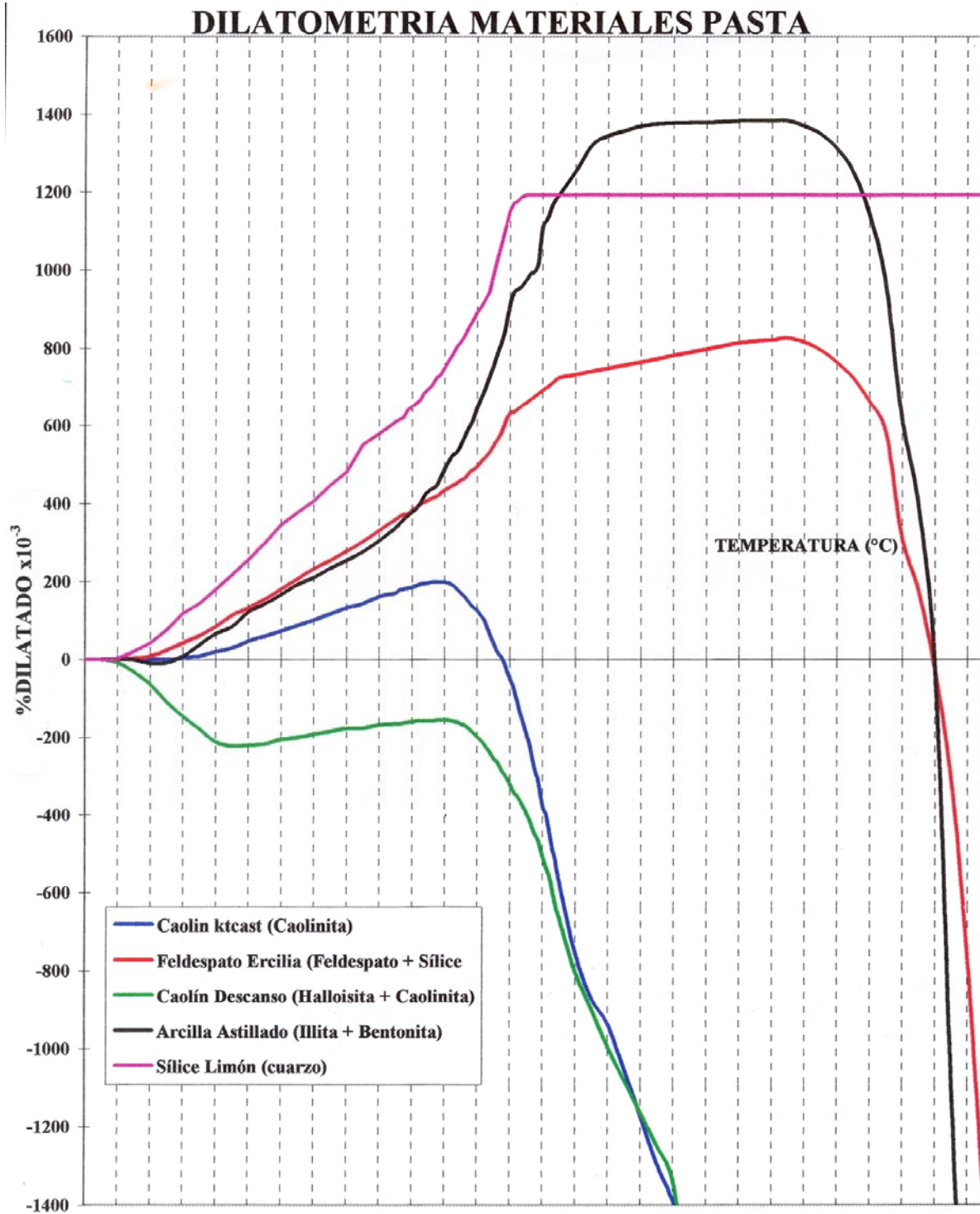
APENDICE C

CURVAS TERMOGRAVIMETRICAS TGA / DTA / DTG.



APENDICE D.

CURVAS DE DILATOMETRIA.



APENDICE E

RESULTADO DE UN ANALISIS DE DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULAS POR EL METODO DE RAYOS X.

WIN5100 V2.01

Unit 1

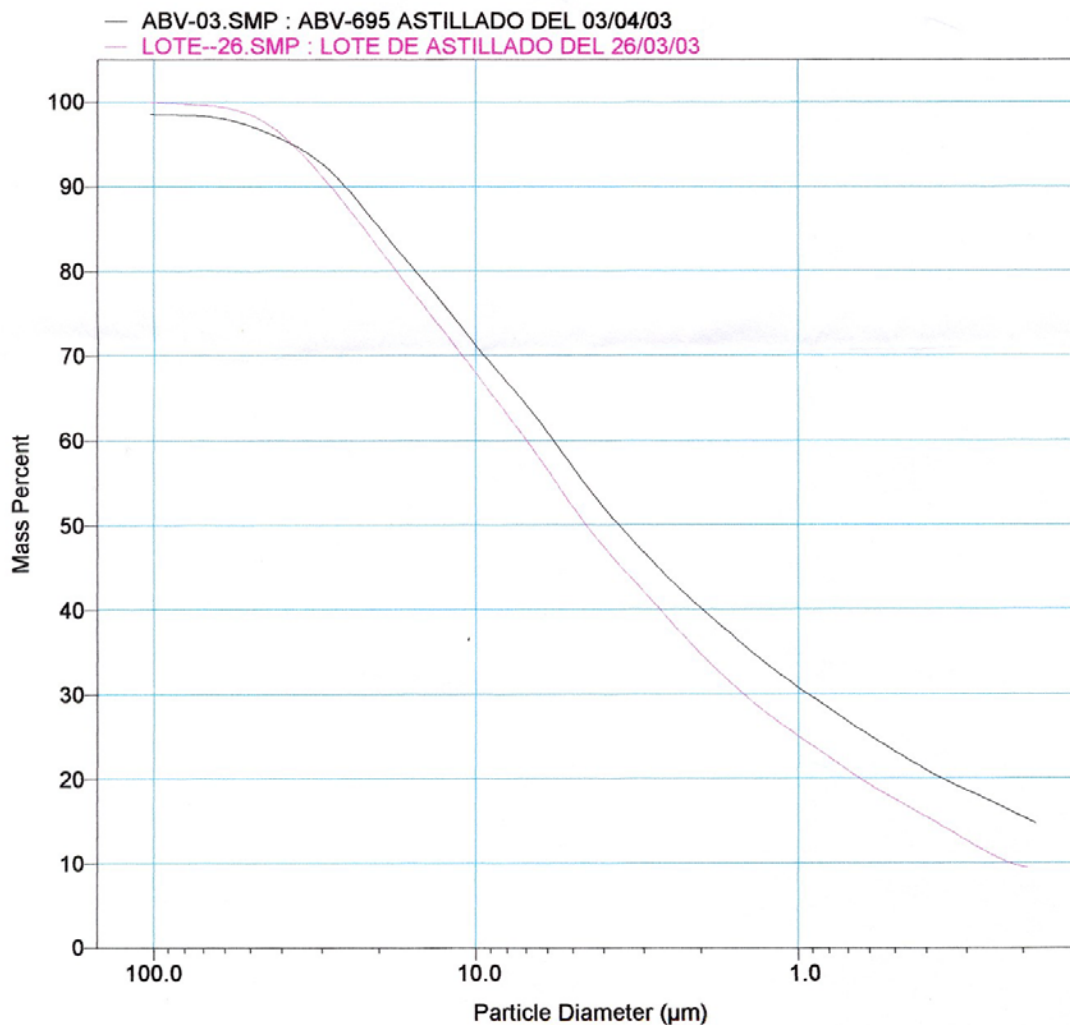
S/N A

Page 1

Sample: ABV-695 ASTILLADO DEL 03/04/03
Operator: FISCHER GAVILANEZ
Submitter:
File Name: C:\WIN5100\MAT~1\PAS\ASTILL~1\ABV-03.SMP
Material/Liquid: pasta/Water

Test Number: 1	Analysis Type: High Speed(Adj)
Analyzed: 03/04/03 15:48:16	Run Time: 0:34 hrs:min
Reported: 04/04/03 06:54:49	Sample Density: 2.530 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7176 cp	Liquid Density: 0.9940 g/cm ³
Analysis Temp: 35.3 °C	Base/Full Scale: 137 / 97 KCnts/s
Full Scale Mass: 100.0%	Reynolds Number: 1.92

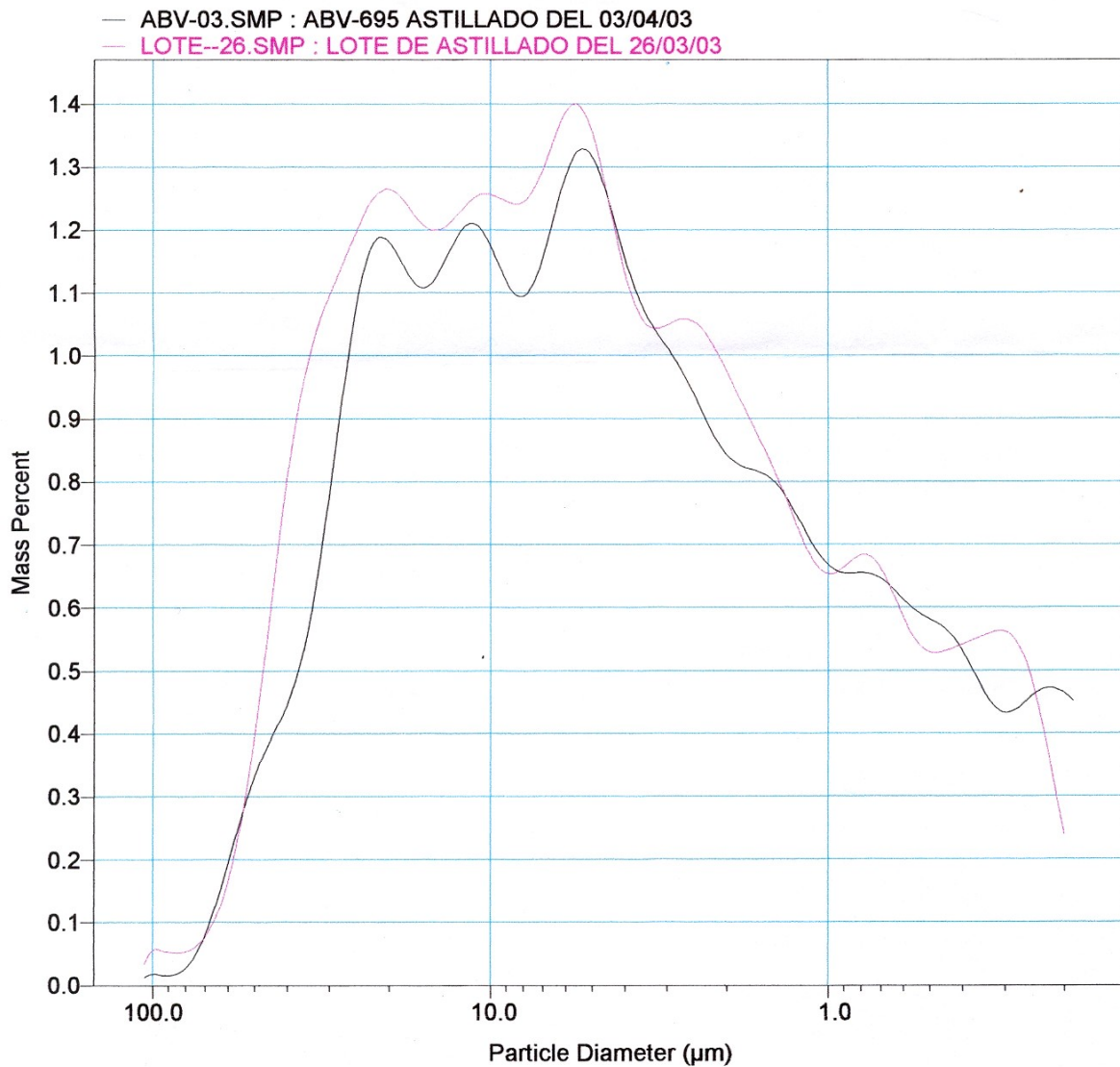
Cumulative Finer Mass Percent vs. Diameter



Sample: ABV-695 ASTILLADO DEL 03/04/03
Operator: FISCHER GAVILANEZ
Submitter:
File Name: C:\WIN5100\MAT~1.PAS\ASTILL~1\ABV-03.SMP
Material/Liquid: pasta/Water

Test Number: 1	Analysis Type: High Speed(Adj)
Analyzed: 03/04/03 15:48:16	Run Time: 0:34 hrs:min
Reported: 04/04/03 06:54:49	Sample Density: 2.530 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7176 cp	Liquid Density: 0.9940 g/cm ³
Analysis Temp: 35.3 °C	Base/Full Scale: 137 / 97 KCnts/s
Full Scale Mass: 100.0%	Reynolds Number: 1.92

Mass Frequency vs Diameter



Sample: ABV-695 ASTILLADO DEL 03/04/03
 Operator: FISCHER GAVILANEZ
 Submitter:
 File Name: C:\WIN5100\MAT~1.PAS\ASTILL~1\ABV-03.SMP
 Material/Liquid: pasta/Water

Test Number: 1	Analysis Type: High Speed(Adj)
Analyzed: 03/04/03 15:48:16	Run Time: 0:34 hrs:min
Reported: 04/04/03 06:54:49	Sample Density: 2.530 g/cm ³
Liquid Visc: 0.7176 cp	Liquid Density: 0.9940 g/cm ³
Analysis Temp: 35.3 °C	Base/Full Scale: 137 / 97 KCnts/s
Full Scale Mass: 100.0%	Reynolds Number: 1.92

Summary Report

Full scale pump speed: 4	Stir time: 30 secs
Bubble detection: Coarse	Stir speed: Low
Starting Size: 106.00 µm	Probe time: 15 secs
Ending Size: 0.18 µm	

Parameter 1	0.000	Parameter 2	0.000	Parameter 3	0.000
-------------	-------	-------------	-------	-------------	-------

Mass Distribution Arithmetic Statistics

		σ (of 1)		σ (of 1)
Mode	5.309	0.000	Median	3.613

Peak Number	% of Dist.*	Mean	Mean σ of 1	Median	Standard Deviation	Skewness	Kurtosis
1	11.4	0.566	0.000	0.548	0.178	0.248	-1.12
2	38.1	3.634	0.000	3.276	2.040	0.467	-0.93
3	15.0	11.49	0.000	11.25	2.426	0.251	-1.10
4	18.5	28.34	0.000	24.45	12.23	1.558	2.46

* Peaks must comprise at least 5.00 % of the distribution.

APÉNDICE F

INFORMACION TECNICA DEL EQUIPOS DE ANALIZADOR DE TAMAÑO DE PARTÍCULA POR LASER FRITSCH.

■ Technical data

Module	Liquid/Dry	Measuring range	Measuring time	Sample quantity/ liquid volume	Weight	Dimensions (W x D x H)
Combination instrument for liquid and dry measurement 22.3000.00	liquid/dry	0.3 – 300 µm	approx. 10 s	liquid approx. 0.1 – 2 cm³ in 400 ml liquid dry 5 – 50 cm³	net 65 kg, gross 90 kg	64 x 52 x 39 cm
Instrument for liquid measurement 22.3500.00	liquid	0.3 – 300 µm	approx. 10 s	approx. 0.1 – 2 cm³ in 400 ml liquid	net 49 kg, gross 74 kg	64 x 52 x 39 cm
Instrument for dry measurement 22.3600.00	dry	0.3 – 300 µm	approx. 10 s	5 – 50 cm³	net 50 kg, gross 75 kg	64 x 52 x 39 cm
Liquid dispersing unit for small quantities 22.6900.00	liquid	0.3 – 300 µm	approx. 10 s	0.1 – 0.5 cm³ in 100 ml liquid	net 8 kg, gross 10 kg	14 x 14 x 32 cm
Liquid mini-cell 22.6300.00	liquid	0.3 – 10 µm	approx. 10 s	0.002 cm³ in 1 ml liquid	net 0.5 kg, gross 0.8 kg	1.2 x 0.4 x 4.5 cm

Table of the technical specifications demanded according to ISO 13320-1:

ISO 13320-1	Specification	NanoTec	MicroTec	COMPACT
Laser	Type	Solid state diode	Solid state diode	Solid state diode
	Wavelength	655 nm	655 nm	638 nm
	Power	7 mW	7 mW	0.8 mW
	Intensity stability (accepted level of fluctuation)	5 %	5 %	3 %
	Beam shape	Gauß	Gauß	Gauß
	Beam diameter	0.3 – 8 mm	0.3 – 8 mm	0.2 – 5 mm
	Polarization	Linear	Linear	Random
	Typical Lifetime	10000 h	10000 h	8000 h

APÉNDICE G

CARACTERÍSTICAS DE LOS TIPOS DE SPINDLES.

Spindle	Figure	C-Diameter	D	E	F
#2 LV	1	.7370 (18.72)	.270(6.86)	1.000(25.4)	1.969 (50.0)
#3 LV	1	.4970 (12.6)	.070 (1.78)	1.007 (25.6)	1.969 (50.0)
#1 RV	2	2.2150 (56.26)	.885 (22.48)	1.062 (26.97)	2.406 (61.12)
#1 H	2	2.2150 (56.26)	.908 (23.06)	1.062 (26.97)	2.406 (61.12)
#2 RV	3	1.8477 (46.93)	.063 (1.65)	1.062 (26.97)	1.938 (49.21)
#2 H	3	1.8550 (47.12)	.063 (1.65)	1.062 (26.97)	1.938 (49.21)
#3 RV/H	3	1.3658 (34.69)	.063 (1.65)	1.062 (26.97)	1.938 (49.21)
#4 RV/H	3	1.0748 (27.3)	.063 (1.65)	1.062 (26.97)	1.938 (49.21)
#5 RV/H	3	.8324 (21.14)	.063 (1.65)	1.062 (26.97)	1.938 (49.21)
#6 RV/H	1	.5757 (14.62)	.063 (1.57)	1.188 (30.17)	1.938 (49.21)

**Dimensions are in inches (mm). Dimension A is 4.531 (115) on LV spindles;
5.250 (133) on RV/H spindles. Dimension B is .125 (3.2) on all spindles.**

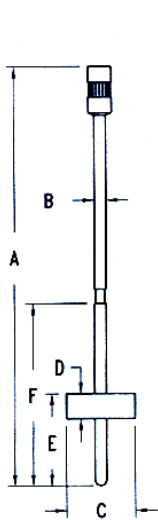


Fig. 1

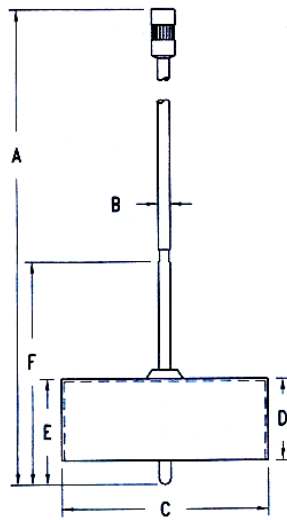


Fig. 2

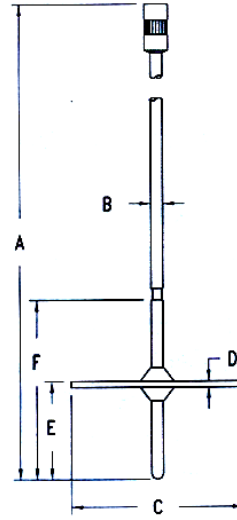
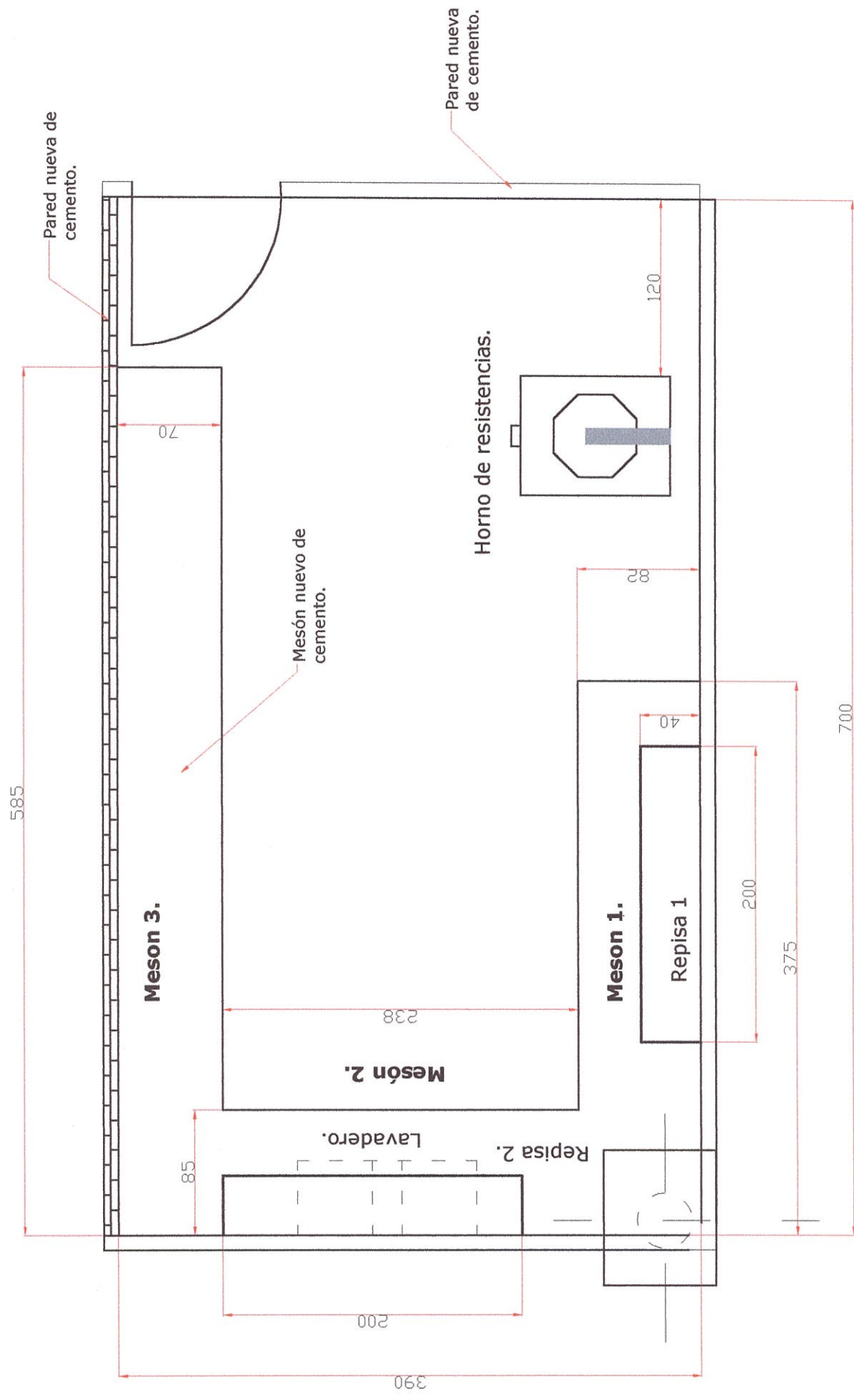


Fig. 3

APÉNDICE H

**PLANOS DE LABORATORIO DE MOLIENDA.
PLANOS DE LABORATORIO DE ANALISIS.
PLANOS DE LOS MOLDES DE YESO.**

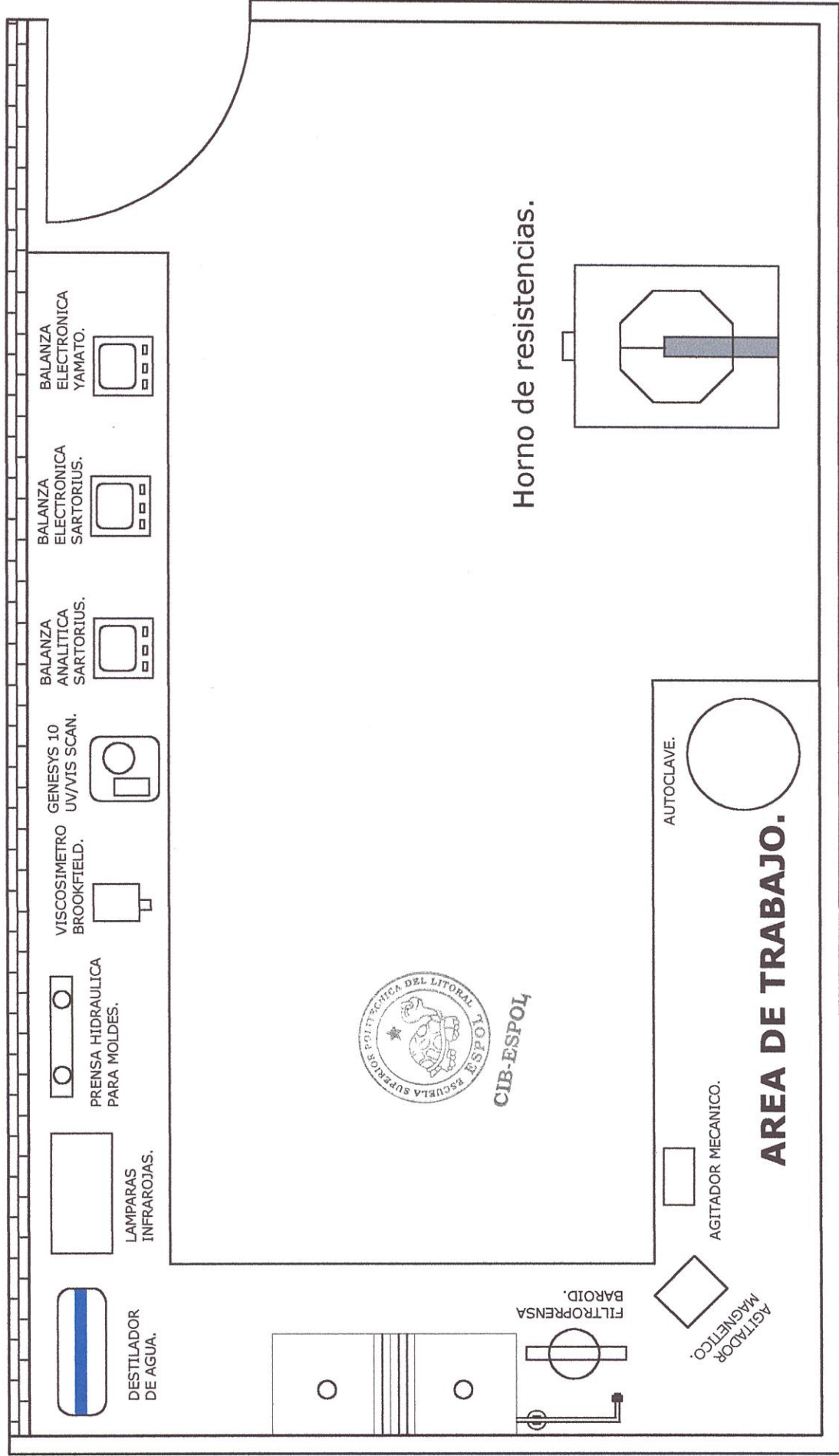


Ubicado en la Planta Alta
del Edificio de Materiales.

TECNICO A CARGO:		M. Rojano		OBRA:	
AREA DE DISEÑO:		Civil		Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
ESCALA:		Indicada		TITULO:	
UNIDADES:		centímetros (cm)		Laboratorio de Análisis Dimensiones Generales.	
NOMBRE:		Walter M.		Dibujo Núm:	
FECHA:		23/09/05		1/1	
REV:		Dibujó		Carpetas:	
		Aprobó		Tests	

Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

ESPOL - FIMCP



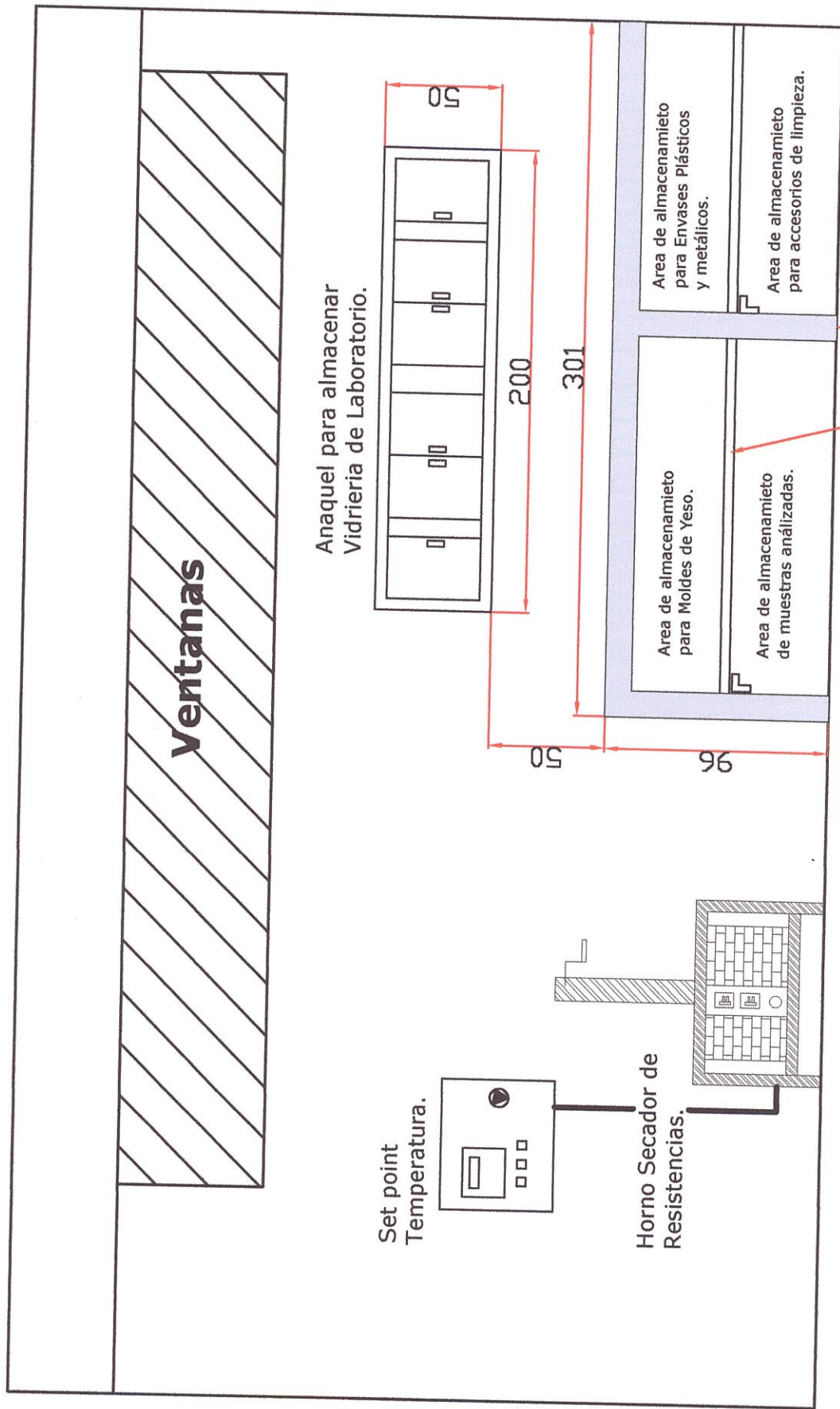
Vista Superior ubicacion de instrumentos.

TECNICO A CARGO:	M. Rojano
AREA DE DISEÑO:	Civil.
ESCALA:	Indicada
UNIDADES:	centímetros (cm)
NOMBRE:	Walter M. Andrés R.
FECHA:	23/09/05
REV:	Dibujó
	Aprobó

OBRA:	Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.
TITULO:	Laboratorio de Análisis Ubicación de Instrumentos.
Dibujo Núm:	1/1
Carpeta:	Tesis WMJ

Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

ESPOL - FIMCP

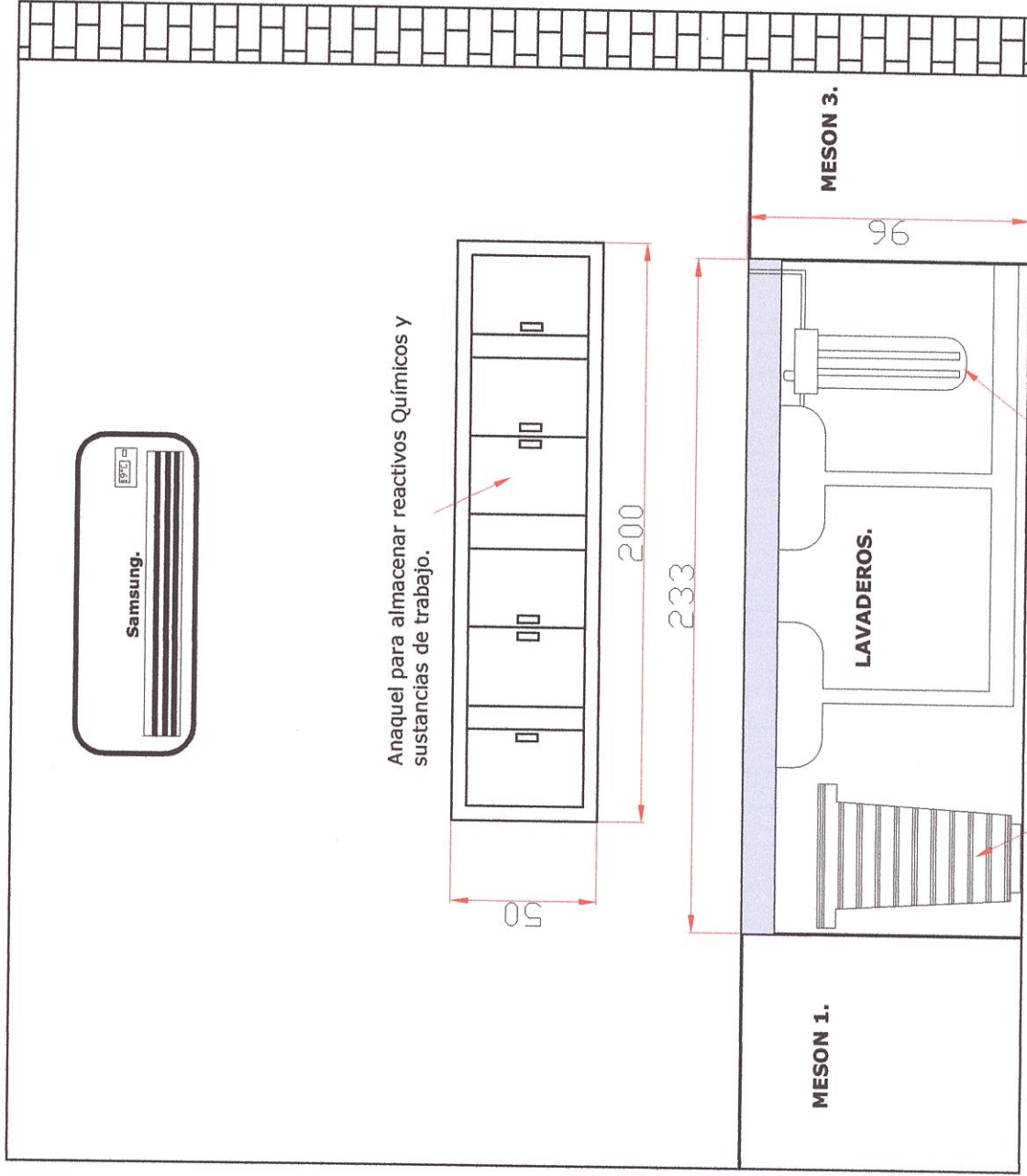


Vista Lateral Izquierda

TECNICO A CARGO: M. Rojano		OBRA: Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
AREA DE DISEÑO: Civil,			
ESCALA: Indicada			
UNIDADES: centímetros (cm)			
NOMBRE: Walter M.	Andrés R.		
FECHA: 23/09/05			
REV: Dibujó	Aprobó	Dibujo Núm:	1/1
		Carpeta:	Tesis WMJ



CIB-ESPOL



Reservorio para desechos sólidos.

Filtro Desionizante.

TECNICO A CARGO: M. Rojano		OBRA: Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
AREA DE DISEÑO: Civil.			
ESCALA: Indicada			
UNIDADES: centímetros (cm)			
NOMBRE: Walter M.	Andrés R.	TITULO: Laboratorio de Análisis Descripción Mesón 2.	
FECHA: 23/09/05			
REV:			
Dibujó	Aprobó	Dibujo Núm: 1/1	Carpeta: Tesis WMJ

ESPOL - FIMCP

Km 21 1/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

615



CIB-ESPOL

Marco de la puerta
de acceso al
Laboratorio.

348

500

Meson 3.

200

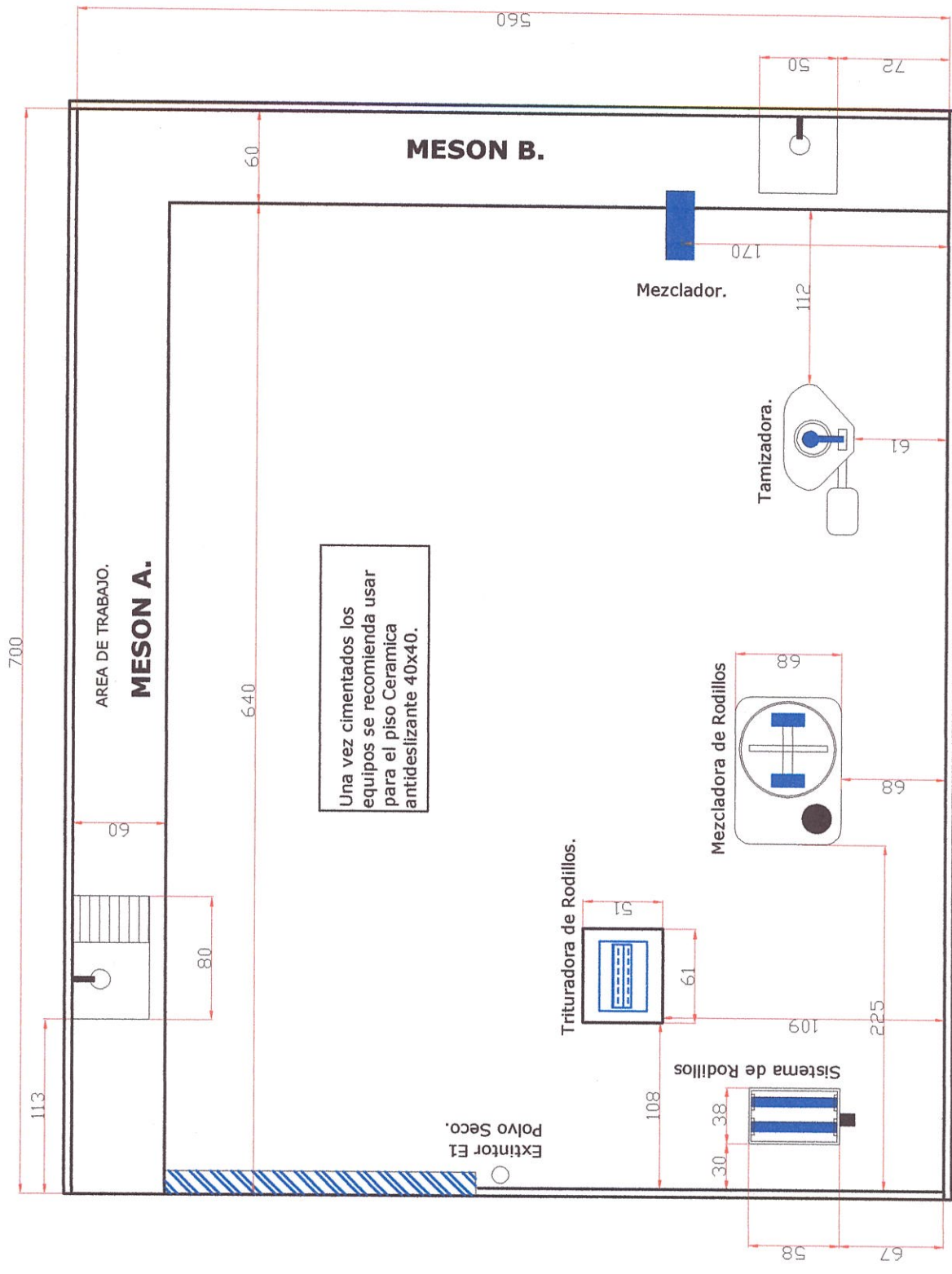
Puertas corredizas
de Aluminio

Puertas corredizas
de Aluminio

96

ESPOL - FIMCP Km 211/2 Via Perimetral Telf: 2-269-000 Guayaquil, Ecuador		TECNICO A CARGO: M. Rojano		OBRA: Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
		AREA DE DISEÑO: Civil.			
		ESCALA: Indicada			
		UNIDADES: centímetros (cm)			
		NOMBRE: Walter M.	Andrés R.		
		FECHA: 23/09/05			
		REV:	Dibujó	Aprobó	
		Dibujo Núm: 1/1		Carpeta:	Tesis WMJ

TITULO: Laboratorio de Análisis Descripción Mesón 3.



VISTA SUPERIOR LAB. MOLIENTA.

TECNICO A CARGO:		M. Rojano	
AREA DE DISEÑO:		Civil	
ESCALA:		Indicada	
UNIDADES:		centímetros (cm)	
NOMBRE:		Walter M.	Andrés R.
FECHA:		23/09/05	
REV:		Dibujó	Aprobó

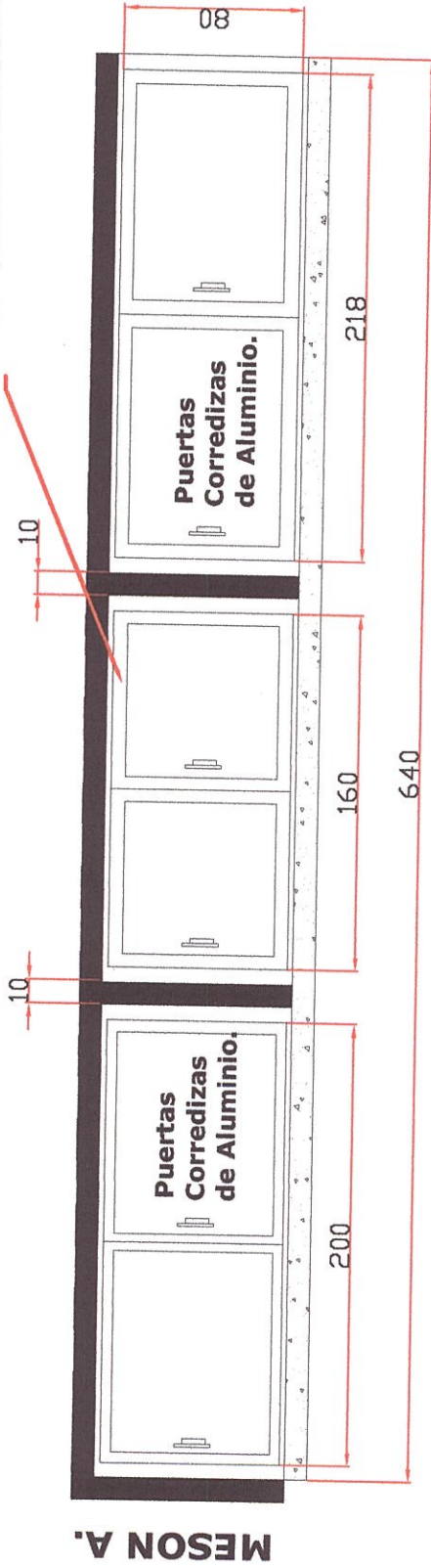
OBRA:		Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
TITULO:		Laboratorio de Molienda Dimensiones Generales Ubicación de Equipos.	
Dibujo Núm:		1/6	Carpeta: Tesis WMJ

Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-268-0000
Guayaquil, Ecuador

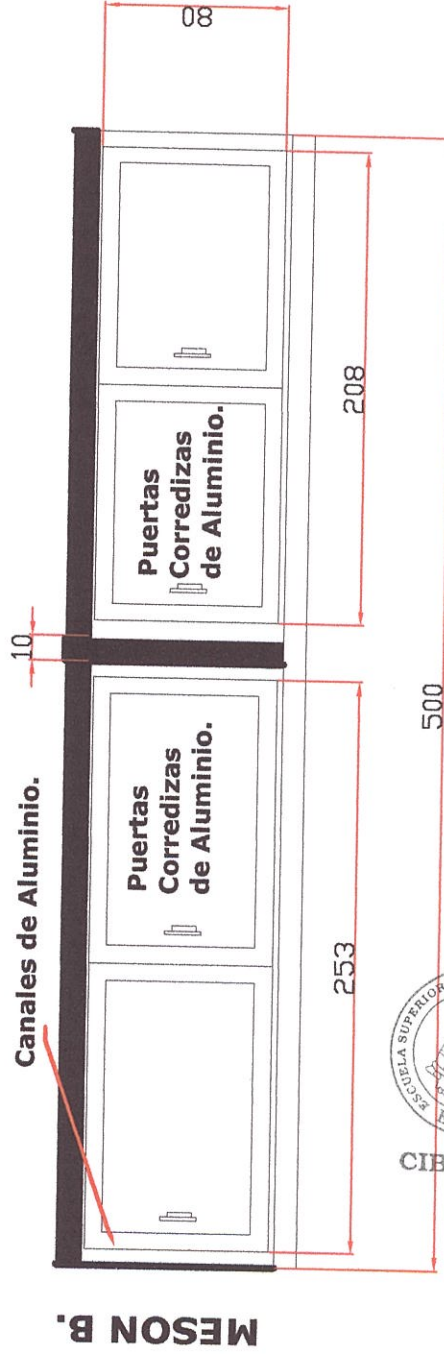
ESPOL - FIMOP

GAVETAS PARA ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS DE GRAN CANTIDAD Y SOBRESANTES DE ANALISIS.

Armazón y canales de Aluminio.



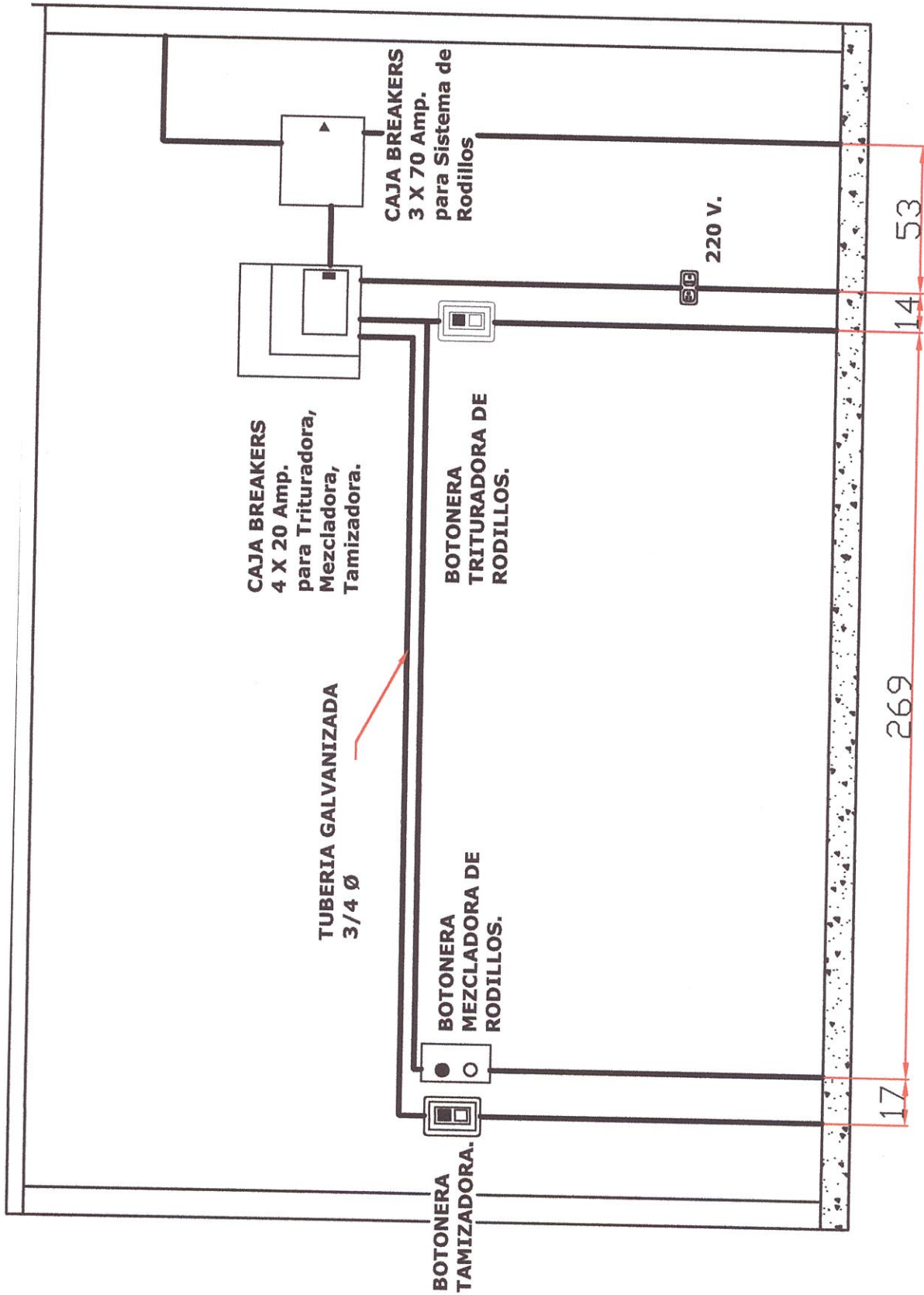
GAVETAS PARA ALMACENAMIENTO.



TECNICO A CARGO: M. Rojano AREA DE DISEÑO: Civil ESCALA: Indicada UNIDADES: centímetros (cm)		OBRA: Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
NOMBRE: Walter M. Andrés R. FECHA: 23/09/05 REV:		TITULO: Laboratorio de Molienda Dimensiones Generales Ubicación de Equipos.	
Dibujó		Dibujo Núm: 2/6	Carpeta: Tesis WMJ

Km 211/2 Vía Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

ESPOL - FIMCP



OBRA:

Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.

TITULO: Laboratorio de Molienda
Ubicación de Botoneras y Cajas de Breakers.

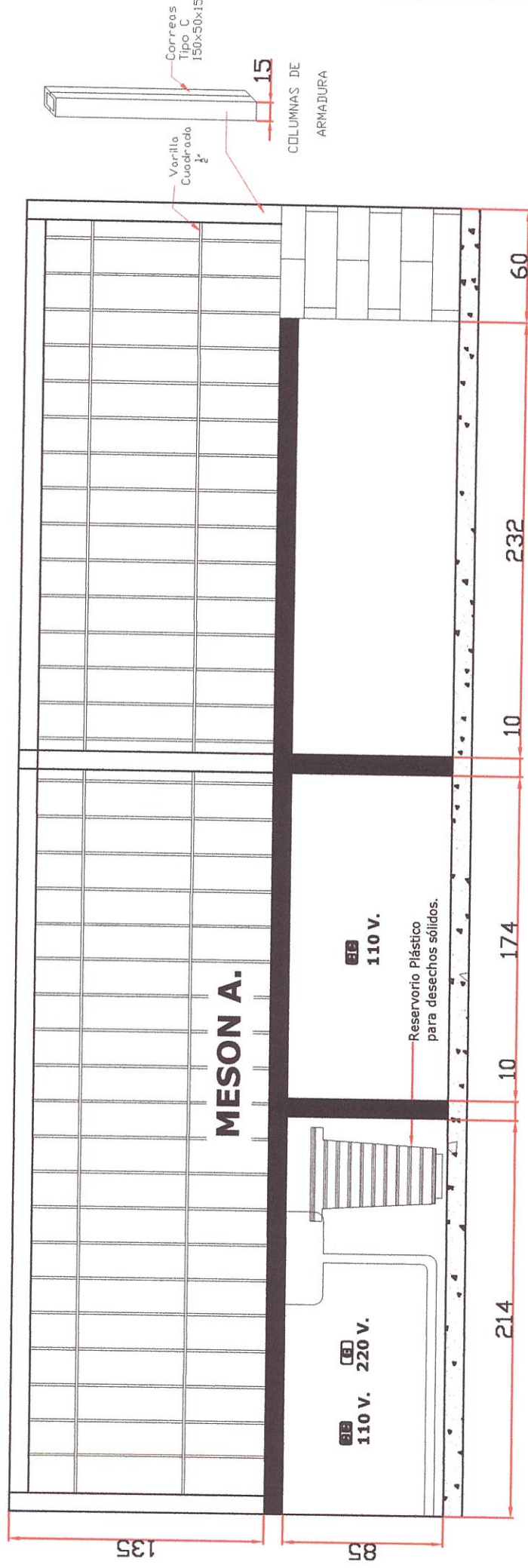
TECNICO A CARGO:	M. Rajano
AREA DE DISEÑO:	Civil
ESCALA:	Indicada
UNIDADES:	centímetros (cm)
NOMBRE:	Walter M. Andrés R.
FECHA:	23/09/05
REV:	Dibujó Aprobó

Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

ESPOL - FIMCP

Dibujo Núm: 3/6

Carpeta: Tesis WMJ

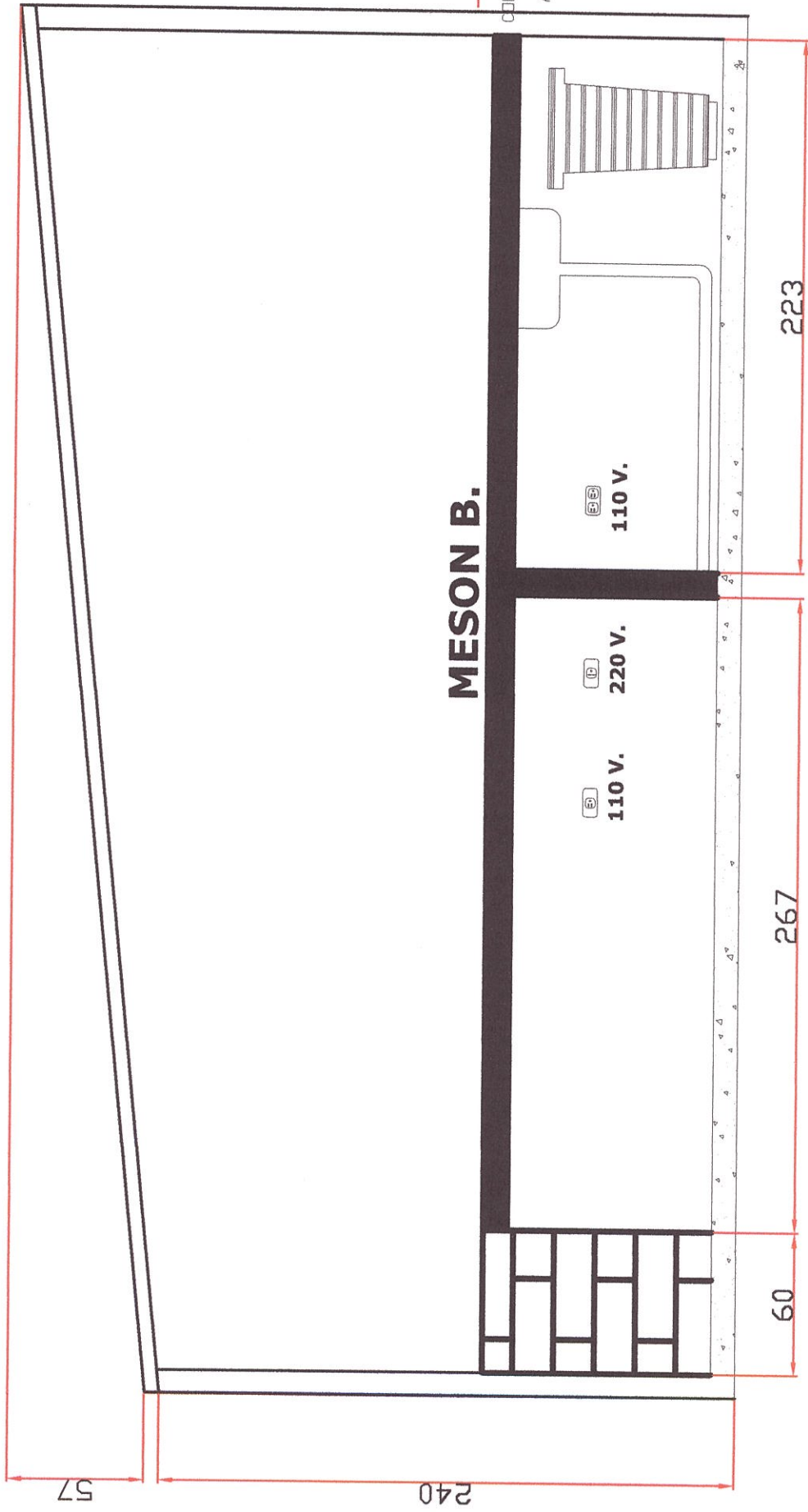


TECNICO A CARGO:		M. Rojano	
AREA DE DISEÑO:		Civil	
ESCALA:		Indicada	
UNIDADES:		centímetros (cm)	
NOMBRE:	Walter M.	Andrés R.	
FECHA:	23/09/05		
REV:	Dibujó	Aprobó	

OBRA:		Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
TITULO:		Laboratorio de Molienda Mesón A, Descripción y Dimensiones.	
Dibujo Núm:	4/6	Carpeta:	Testis WMJ

ESPOL - FIMCP

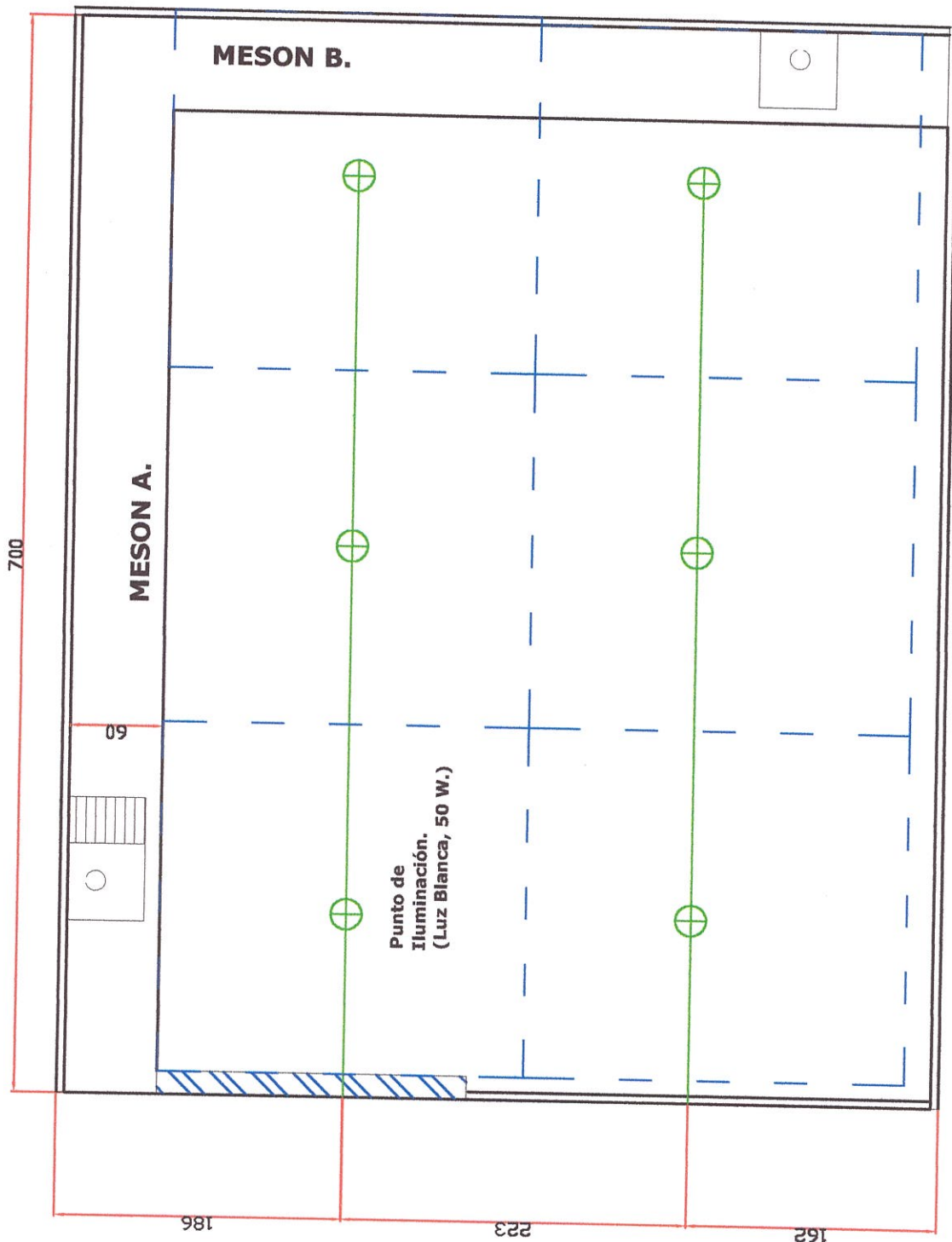
Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador



TECNICO A CARGO: M. Rojano		OBRA: Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
AREA DE DISEÑO: Civil		TITULO: Laboratorio de Molienda Mesón B, Descripción y Dimensiones	
ESCALA: Indicada		Dibujo Núm: 5/6	
UNIDADES: centímetros (cm)		Carpeta: Tesis WMJ	
NOMBRE: Walter M.	Andrés R.		
FECHA: 23/09/05			
REV:	Dibujó		
Aprobó			

ESPOL - FIMCP

Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador



CIB-ESPOL

ESPOL - FIMCP

Km 21 1/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

TECNICO A CARGO:	M. Rojano
AREA DE DISEÑO:	Civil
ESCALA:	Indicada
UNIDADES:	centímetros (cm)
NOMBRE:	Walter M. Andrés R.
FECHA:	23/09/05
REV:	Dibujó
	Aprobó

OBRA:

Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.

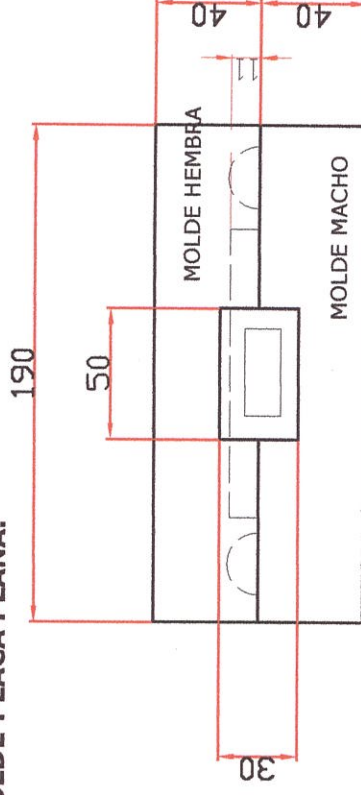
TITULO:

Laboratorio de Molienda
Ubicación de los Puntos de Iluminación.

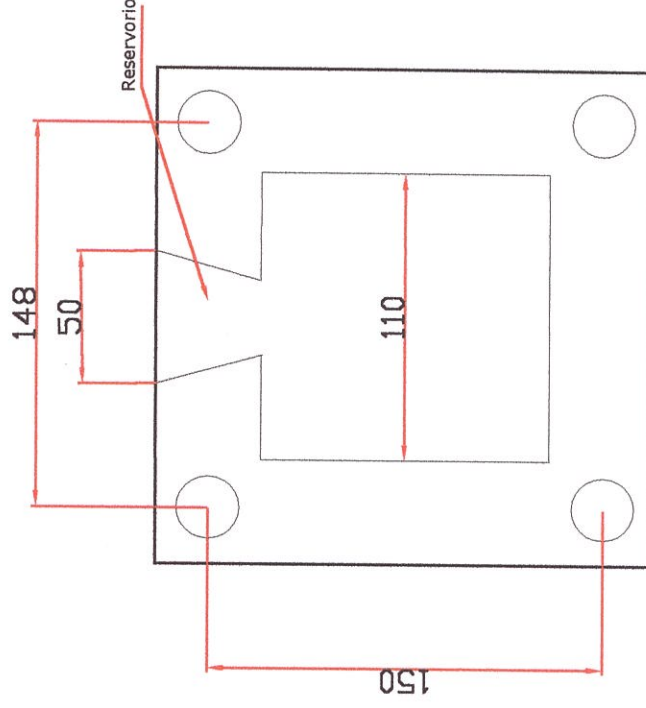
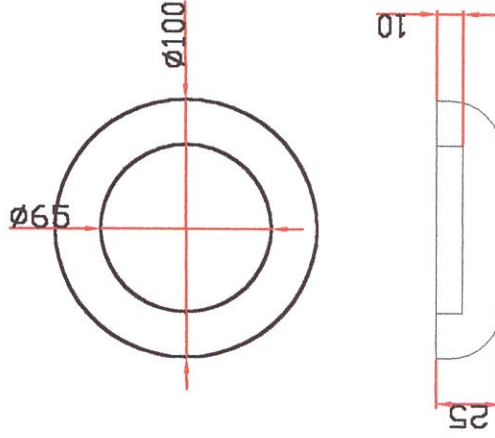
Dibujo Núm: 6/6

Carpeta: Tesis WMJ

MOLDE PLACA PLANA.



MOLDE DE DISCO.



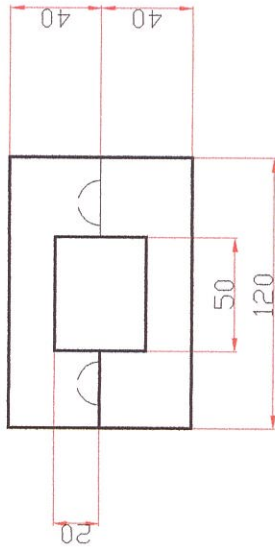
TECNICO A CARGO:	M. Rojano
AREA DE DISEÑO:	Moldes
ESCALA:	Indicada
UNIDADES:	milímetros (mm)
NOMBRE:	Walter M. Andrés R.
FECHA:	23/09/05
REV:	Dibujó Aprobó

OBRA:	Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.
TITULO:	Moldes de Yeso para Placa y Disco.
Dibujo Núm:	1/3
Carpeta:	Tesis WMJ

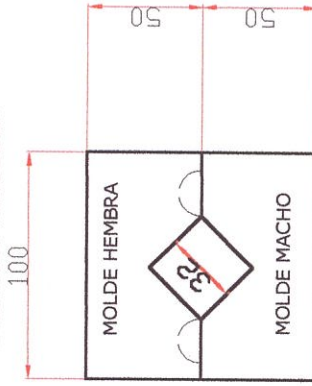
Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

ESPOL - FIMCP

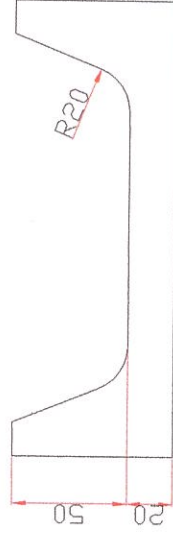
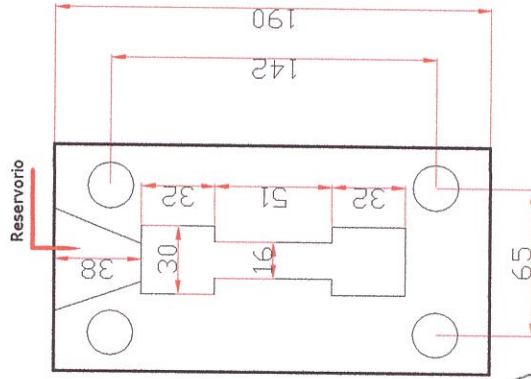
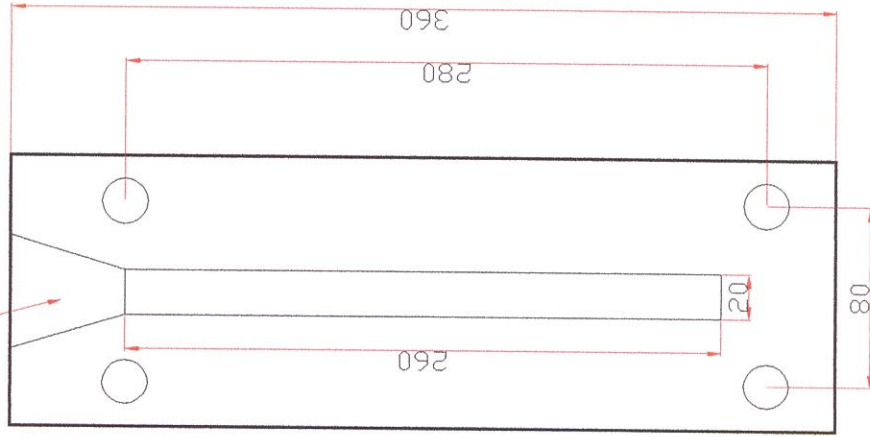
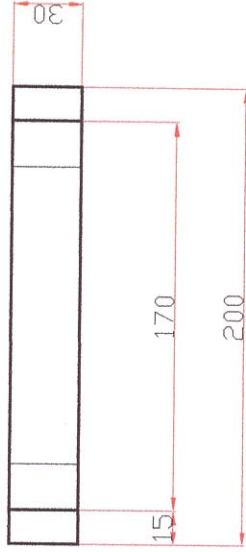
MOLDE DE BARRA 26cm.



MOLDE DE ESPECIMEN PRUEBA DE TENSION.



SOPORTE CERAMICO PRUEBA DE FLEXION.



Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

ESPOL - FIMCP

OBRA:

Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.

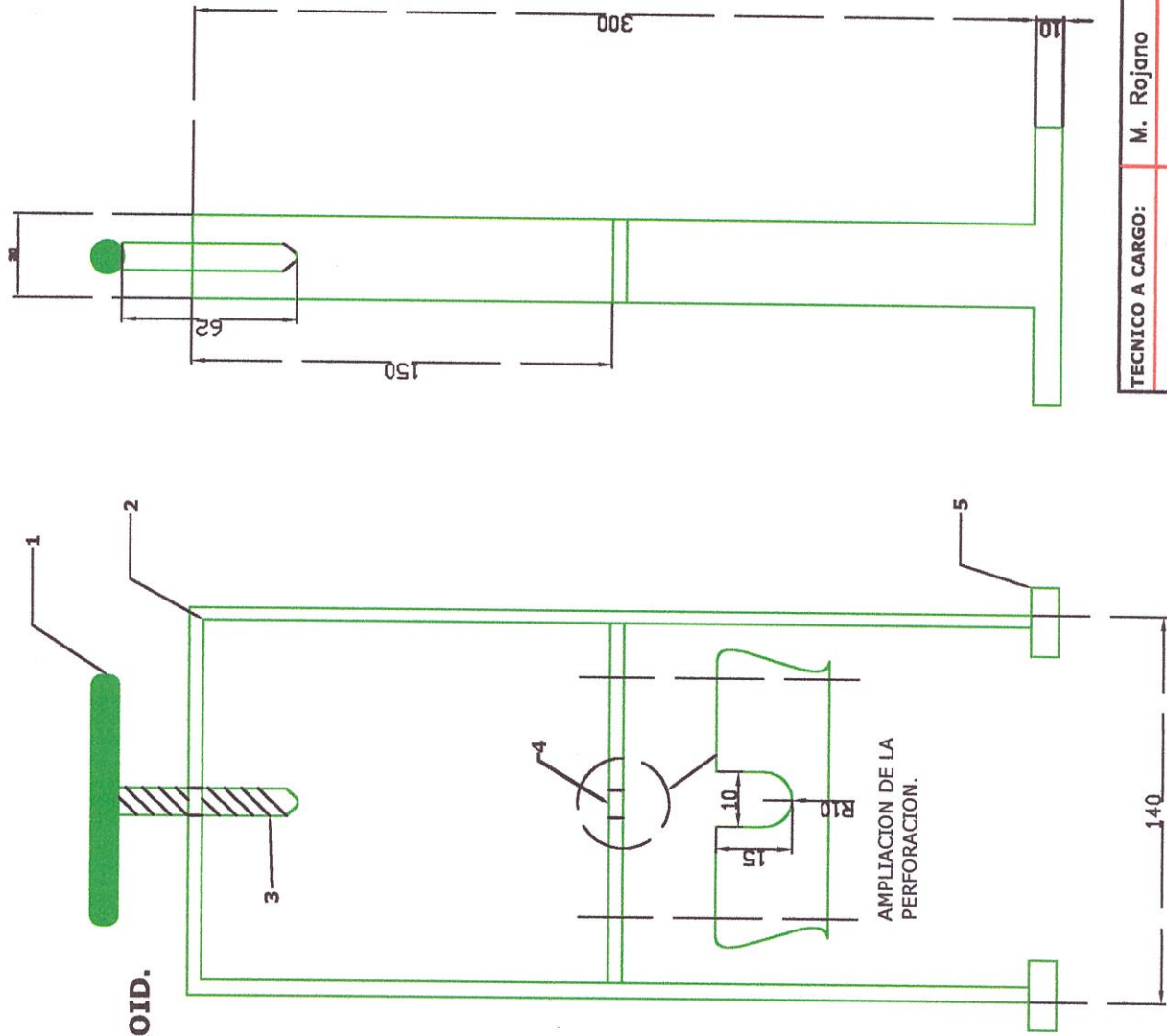
TITULO: Moldes de Yeso para Barras de prueba. - Soporte Cerámico.

TECNICO A CARGO:	M. Rojano
AREA DE DISEÑO:	Moldes
ESCALA:	Indicada
UNIDADES:	milímetros (mm)
NOMBRE:	Walter M. Andrés R.
FECHA:	23/09/05
REV:	Dibujó Aprobó

Dibujo Núm: 2/3

Carpeta: Tesis WMJ

SOPORTE PARA
FILTROPRESA BAROID.



DESCRIPCION DE PARTES.	
1	CILINDRO Ø 20mm x 150mm.
2	BARRAS DE ACERO DE 30mm.
3	PERNO MAQUINADO Ø 1"
4	MAQUINADO EN FORMA DE "U"
5	PLACAS DE ACERO DE 60mm.

OBRA: Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.

TITULO: Diseño del Soporte para la Filtración Baroid.

Dibujo N°m:	3/3	Carpeta:	Tesis WMJ
-------------	-----	----------	-----------

TECNICO A CARGO:	M. Rojano
AREA DE DISEÑO:	Moldes
ESCALA:	Indicada
UNIDADES:	milímetros (mm)
NOMBRE:	Walter M. Andrés R.
FECHA:	23/09/05
REV:	Dibujó
	Aprobó

Km 211/2 Vía Perimetral
Telf: 2-269-0000
Guayaquil, Ecuador

ESPOL - FIMCP

SOPORTE CERÁMICO
PRUEBA DE FLEXIÓN.

MOLDE DE BARRA 26cm.

MOLDE PLACA PLANA.

MOLDE DE DISCO.



TECNICO A CARGO:	M. Rojano	OBRA:	Laboratorio para caracterización de materiales no metálicos.	
AREA DE DISEÑO:	Moldes	TITULO: Moldes de Yeso 3D		
ESCALA:	Indicada			
UNIDADES:	milímetros (mm)			
NOMBRE:	Walter M.	Andrés R.		
FECHA:	23/09/05			
REV:	Dibujó	Aprobó	Dibujo Núm:	1/1
			Carpeta:	Tesis WMJ

ESPOL - FIMCP

Km 211/2 Via Perimetral
Telf: 2-269-000
Guayaquil, Ecuador

APÉNDICE I

Tabla 1 Especificaciones para el espectrofotometro GENESYS 10¹

	GENESYS 10 UV	GENESYS 10 UV	GENESYS 10 UV Barrido
Ancho de Banda Espectral	5 nm	5 nm	
Sistema Óptico	Haz sencillo, rejilla de difracción, based, single detector	Haz sencillo, rejilla de difracción, detectores dobles	
Lámpara;			
Tiempo de vida	Tungsteno-halógeno; 1000 hrs normales condiciones normales	Xenon; 5 años condiciones 1000 hours typical	
Longitud de Onda:			
Rango	325 - 1100 nm	190 - 1100 nm	
Exactitud	± 1.0 nm		
Repetibilidad	± 0.5 nm		
Pantalla	320 x 240 píxel Cristal Líquido, 3,8 x 2,8		
Fotométrica:			
Rango	0,3 - 125%T; -0,1 3,0 A; 0 - 9999 C		
Lectura	Absorbancia, Transmitancia, Concentración		
Exactitud ²	0.5% O 0.005 A lo que sea mayor hasta 2 A		
Ruido	≤ 1mA a 0A; ≤ 2 mA a 2 A, pico a pico		
Corrimiento	≤ 2 mA/hour despues de calentar	≤ 1 mA/hour	
Luz Parasita ³	≤ 0.1%T a 340 and 400 nm	< _ 0,1%T a 220, 340 y 400nm	
Interfase Estándar	Bi-direccional RS232C		Bi-direccional RS232C salida para el formato PCL
Portaceldas Estándar	portaceldas de 1 posición O automático de 6 posiciones		
Teclado	Membrana		
Software	Absorbancia, Transmitancia, Concentración Relacion de Absorbancia, Diferencia de Absorbancias, Cinetica, Barrido de Exploracion, 3-Puntos Netos, Multiples Longitudes de onda, Validacion de Funcionamiento		Como G10 UV pero con rango de barrido completo Velocidad de Barrido 200-1000 nm/min intervalo de muestreo: 1, 2, 3, 5 nm
Almacenamiento de Análisis	Hasta 40 juegos de parámetros de ensayo		
Languages	Programa e impresión en: Inglés, francés, alemán, español, italiano (seleccionable por el usuario) Manual del operario: Ingles, francés, alemán, español, italiano		
Impresora (opcional)	Gráfica, 40 columnas, interna		Gráfica, 40 columnas, interna graphics; externa HP formato PCL

¹ Estas especificaciones son validas únicamente después de 30 minutos de calentamiento y cuando los requisitos ambientales se han cumplido (ver a continuación).

² Medidas usando filtros NIST 930D

³ Mediciones a 220 nm, 340 nm y 400 nm usando los Estandares SPECTRONIC (#333150)

	GENESYS 10 UV	GENESYS 10 UV	GENESYS 10 UV Barrido
Salida Analógica (opcional) Impresora (opcional)	0 -1V para -0.1 hasta 2,5 A		No disponible
Requisitos eléctricos	Seleccionada automáticamente; 100 -240 Voltios		
Dimensiones	330W x 410D x 235H mm (13 x 16 x 9)		
Peso	8,6 Kg (19 lb)		
Garantía			

**Tabla 2 Requisitos ambientales y electricos
(cumplen las normas internacionales
de seguridad IEC 1010-1)**

Líneas de voltaje
100 - 240 VCA $\pm 10\%$
50 -60 Hz
80 VA máx.
Ambiente de operación
El instrumento cumple con todas las especificaciones en la página previa, después de 30 minutos de calentamiento bajo las siguientes condiciones.
Temperatura ambiente: 5° a 35° C (41° F a 95° F)
Humedad Relativa -20% -80% RH
Ambiente de almacenaje
-20° C a 70° C (-4° F a 158° F) Humedad relativa no debe exceder las 0,040 libras de humedad por libra de aire seco. Permita al instrumento ajustarse a la temperatura ambiente durante 24 horas después de sacar de almacén.
La temperatura debe ser mantenida a $\pm 4^\circ\text{F}$. La humedad relativa debe ser mantenida a $\pm 5\%$.
Altitud
Desde el nivel del mar hasta 2000 metros (6562 pies)
Para uso puertas adentro
Categoría II de instalación
Grado de poluc

APÉNDICE J

Tabla para manejo de datos en la PRÁCTICA 2: Análisis Granulométrico

ABERTURA DE MALLA μm	PESO RECHAZADO	RECHAZO %	PASO %	RECHAZO ACUMULADO %	PASO ACUMULADO %
250					
150					
98					
75					
53					
45					
Fondo ciego					
TOTAL		100%	100%		

Tabla de Diluciones para PRÁCTICA 14: Contenido de Sulfatos Solubles.

ml 100 ppm Sulfato.	Solución ml H ₂ O	ppm lones de Sulfato.
90	10	90
80	20	80
70	30	70
60	40	60
50	50	50
40	60	40
30	70	30
20	80	20

Factores de conversión de los Spindles usados en el Viscosímetro.

Numero de Spindle	Factor de conversión.
RV-6	$10000/N^*$
RV-5	$4000/N$
RV-4	$2000/N$
RV-3	$1000/N$
RV-2	$400/N$
RV-1	$100/N$

***N = RPM**

Tabla para manejo de datos en PRÁCTICA 16: Curva de Defloculación.

Gotas de defloculante	Cantidad (mL).	Lectura del viscosímetro	Numero de Spindle	FACTOR de conversión	Viscosidad cPs (mPa.s)

Tabla para manejo de datos en PRÁCTICA 17: Curva De Gelado.

	MUESTRA No.		MUESTRA No.	
Numero de Spindle				
Cantidad de dispersante.				
	Tiempo (s)	Viscosidad (cP.s)	Tiempo (s)	Viscosidad (cP.s)

Organismo Internacional para especificaciones de estandarización del agua para uso de laboratorio ISO 3696: 1987

Esta normativa contempla los siguientes tres niveles de calidad del agua:

Calidad 1

Agua fundamentalmente libre de contaminantes disueltos o iónicos coloidales y orgánicos. Esta agua es adecuada para los requisitos analíticos más exigentes, incluyendo los de la cromatografía líquida de alto rendimiento. Debe producirse mediante el tratamiento adicional del agua de calidad 2, por ejemplo mediante ósmosis inversa o intercambio iónico, seguido de filtración a través de un filtro de membrana con un tamaño de poro de 0,2µm para eliminar las partículas o efectuar una redestilación desde un equipo de sílice fundida.

Calidad 2

Agua con muy bajo nivel de contaminantes inorgánicos, orgánicos o coloidales, y adecuada para fines analíticos sensibles, incluyendo espectrometría de absorción atómica, y para la determinación de constituyentes en cantidades de trazas. Se puede producir mediante destilación múltiple, intercambio iónico u ósmosis inversa, seguido de destilación.

Calidad 3

Agua adecuada para la mayoría de trabajos de química de laboratorio y para la preparación de soluciones de reactivos. Se puede producir mediante destilación única, intercambio iónico u ósmosis inversa. A menos que se especifique lo contrario, se debe utilizar para trabajos analíticos habituales.

Organismo Internacional para especificaciones de estandarización del agua para uso de laboratorio ISO 3696: 1987

Parámetro	Grade 1	Grade 2	Grade 3
Valor de pH a 25°C	N/A	N/A	5,0 a 7,5
Conductividad eléctrica µS/cm 25°C, máx.	0,1	1,0	5,0
Materia oxidable Contenido de oxígeno máx en mg/L.	N/A	0,08	0,4
Absorbencia a 254 nm y 1 cm de longitud de trayectoria óptica, unidades de absorbencia, máx.	0,001	0,01	No especificado
Residuos tras la evaporación al calentar a 110°C mg/kg, máx.	N/A	1	2
Contenido de sílice (SiO ₂) máx en mg/L.	0,01	0,02	No especificado

Sociedad Americana de Pruebas y Materiales (ASTM) D1193-91

Especificaciones estándar para el agua de calidad de reactivo

Estas especificaciones contemplan los requisitos para el agua adecuada para utilizar en métodos de análisis químico y pruebas físicas. La elección de una de las calidades se determina por el método o el investigador.

	Tipo I*	Tipo II **	Tipo III***	Tipo IV
Conductividad eléctrica Max. ($\mu\text{S}/\text{cm}$ @ 25°C)	0,056	1,0	0,25	5,0
Resistividad eléctrica Min. ($\text{M}\Omega\text{-cm}$ @ 25°C)	18,0	1,0	4,0	0,2
pH @ 25°C	-	-	-	5,0 - 8,0
TOC máx. ($\mu\text{g}/\text{L}$)	100	50	200	Sin límite
Sodio máx. ($\mu\text{g}/\text{L}$)	1	5	10	50
Sílice max. ($\mu\text{g}/\text{L}$)	3	3	500	Sin límite
Cloro max. ($\mu\text{g}/\text{L}$)	1	5	10	50

*Requiere el uso de un filtro de membrana de $0,2\mu\text{m}$

** Preparado mediante destilación

*** Requiere el uso de un filtro de membrana de $0,45\mu\text{m}$

Cuando se tenga que controlar el nivel bacteriano, se deben clasificar los tipos de calidad del reactivo de la forma siguiente:

	Tipo A	Tipo B	Tipo C
Número total de bacterias CFU/100 ml	1	10	1000
Endotoxinas máx. IU/ml	0,03	0,25	-



CIB-ESPOL

APÉNDICE K

**LISTA DE REQUERIMIENTOS SOLICITADOS POR LA
ASOCIACIÓN AMERICANA DE ACREDITACIÓN A2LA EN UNA
AUDITORIA DE ISO/IEC 17025-2000 PARA ACREDITACION DE
LABORATORIOS.**

LISTA DE VERIFICACION: CRITERIOS GENERALES (ISO/IEC 17025)

Las siguientes páginas muestran un resumen de los criterios de la ISO/IEC 17025-1999, que constituyen la base para los Requisitos Generales para la Acreditación de Laboratorios de A2LA presentados en un formato de lista de verificación. **Las políticas y procedimientos de los laboratorios deben cumplir con todos los requisitos de ISO/IEC 17025. Los laboratorios y evaluadores deben remitirse a la norma actual para revisar el contenido de los requisitos.**

Si los requisitos de la ISO 17025 señalan la obligación de políticas, procedimientos o procedimientos documentados, ese requisito aparece sombreado en la lista. El sistema de calidad de la documentación y el soporte de registros debe estar disponible para la revisión del evaluador.

El laboratorio debe completar los identificadores de referencia del documento en la segunda columna marcada como "Referencia", poniendo una marca indicativa para cada concepto de la lista de verificación en el espacio correspondiente, Sí (S), No (N), o no es aplicable (NA), y entréguela como parte de la solicitud de acreditación. Esto es útil para que tanto el laboratorio como los evaluadores preparen la evaluación y puedan ahorrar significativamente tiempo y costo de la auditoría. La referencia apropiada puede incluir el manual de calidad, el manual del laboratorio, procedimientos, registros, etc. Las referencias anotadas deben especificar el número de procedimiento, número de página y número de la sección, para cada concepto de la lista cuando sea posible.

Los requisitos adicionales de las Políticas de Uso de Logo de A2LA y de las Políticas de Trazabilidad de la Medición de A2LA están incluidos al final de la lista de verificación.

Instrucciones para el evaluador: Revisar los documentos del sistema de calidad del laboratorio para verificar el cumplimiento de los requisitos de la documentación 17025 aplicables. Evaluar el sistema de calidad documentado para verificar que realmente funciona como esta descrito. Registrar en el espacio previsto para ello, los comentarios relacionados con cualquiera de los requisitos. Evaluar la competencia técnica del laboratorio, para realizar pruebas específicas o tipos específicos de pruebas. Registrar los comentarios relacionados con las pruebas en hojas por separado y/o en la matriz de revisión de métodos. Todas las diferencias deben identificarse y explicarse en el informe de deficiencias que elabora el evaluador.

Nombre del Laboratorio: _____

Ciudad: _____ **Provincia:** _____

Información sobre el personal (Nombres, Cargos y Responsabilidades):

Gerente Técnico: _____

Gerente de Calidad: _____

Suplente del GC: _____

Personal Técnico clave y aptitud específica*:

1. _____
2. _____
3. _____
4. _____
5. _____
6. _____
7. _____
8. _____
9. _____

* "Personal técnico clave" es aquel cuya ausencia temporal o salida definitiva puede alterar la competencia del laboratorio para llevar a cabo una o más pruebas específicas dando como resultado la reducción de los Alcances de la Acreditación.

Requisitos Generales de A2LA para la Acreditación de Laboratorios
Lista de Verificación

Todas las referencias documentadas con las que cuenta el laboratorio, se encuentran anotadas en la siguiente Lista de Verificación. También se encuentran documentadas las prácticas del laboratorio que han sido evaluadas en conformidad con las cláusulas del documento "Requisitos Generales" para la acreditación de laboratorios de A2LA. Las no conformidades encontradas se describen completamente en el informe de deficiencias que deja el evaluador en el laboratorio.

Firma del Evaluador de A2LA: _____ Fecha: _____

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
4. REQUISITOS ADMINISTRATIVOS					
4.1 Organización					
4.1.1 Responsabilidad legal					
4.1.2 Requisitos de 17025, necesidades del cliente, autoridades reguladoras u organizaciones que proporcionan reconocimiento					
4.1.3 Instalaciones permanentes, sitios fuera de las instalaciones permanentes, o instalaciones temporales o móviles					
4.1.4 Responsabilidades del personal clave					
4.1.5 Requisitos para el laboratorio					
a) Personal directivo y técnico					
b) Libres de presiones internas y externas					
c) Información confidencial y derechos del propietario					
d) Políticas y procedimientos para evitar relacionarse en actividades inapropiadas					
e) Organización y estructura gerencial					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
f) Responsabilidad, autoridad e interrelación del personal					
g) Supervisión del personal de prueba y calibración					
h) Gerencia técnica					
i) Gerente de calidad					
GC con acceso al nivel más alto de la dirección					
j) Suplentes					
4.2 Sistema de calidad					
4.2.1 Sistema de calidad apropiado					
Documentación del sistema					
Documentación comunicada, entendida, disponible e implementada					
4.2.2 Manual de calidad					
Declaración de la política de la calidad					
a) Compromiso de la dirección para las buenas prácticas profesionales y la calidad de sus pruebas y calibraciones en el servicio a sus clientes					
b) Declaración de la dirección del estándar del servicio del laboratorio					
c) Objetivos del sistema de calidad					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
d) El personal relacionado con las actividades de prueba y calibración debe familiarizarse con la documentación de la calidad e implementar políticas y procedimientos en su trabajo					
e) Compromiso de la dirección del laboratorio de cumplir la norma internacional ISO/IEC 17025					
4.2.3 Procedimientos de soporte					
Bosquejo de la estructura de la documentación					
4.2.4 Funciones y responsabilidades de la gerencia técnica y del gerente de calidad					
4.3 Control de documentos					
4.3.1 Generalidades					
Procedimientos para controlar los documentos del sistema de calidad					
4.3.2 Aprobación y emisión de documentos					
4.3.2.1 Revisados y aprobados por personal autorizado					
Lista maestra o procedimiento equivalente de control de documentos					
4.3.2.2 a) Ediciones autorizadas					
4.3.2.2 b) Revisión periódica					
4.3.2.2 c) Documentos no válidos u obsoletos					
4.3.2.2 d) Retención de documentos obsoletos					
4.3.2.3 Identificación de forma única					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
4.3.3 Cambios en los documentos					
4.3.3.1 Revisión y aprobación de cambios					
4.3.3.2 Identificación de texto nuevo o alterado					
4.3.3.3 Correcciones a mano de los documentos					
4.3.3.4 Cambios de documentos en sistemas computarizados					
4.4 Revisión de solicitudes, ofertas y contratos					
4.4.1 Procedimientos para revisión de solicitudes, ofertas y contratos					
a) Requisitos definidos, documentados y entendidos					
b) Capacidad y recursos					
c) Selección del método apropiado					
Resolución de diferencias					
4.4.2 Registro de las revisiones					
4.4.3 Revisión de la subcontratación					
4.4.4 Desviaciones del contrato					
4.4.5 Modificaciones después de que el trabajo ha sido comenzado					
4.5 Subcontratación de pruebas y calibraciones					
4.5.1 Subcontratista competente					
4.5.2 Notificación al cliente y aprobación					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
4.5.3 Responsabilidad del Laboratorio					
4.5.4 Registro de subcontratistas					
4.6 Compras de servicios y suministros					
4.6.1 Política y procedimiento(s) para la selección y compra de servicios y suministros					
Procedimientos para compra, recepción y almacenamiento de reactivos y materiales consumibles del laboratorio					
4.6.2 Verificación de los suministros, reactivos y materiales consumibles comprados					
Cumplimiento con los requisitos especificados					
Registro de acciones para verificar el cumplimiento					
4.6.3 Descripción de los servicios y suministros solicitados en las órdenes de compra					
Revisión técnica y aprobación de las órdenes de compra					
4.6.4 Evaluación de los proveedores					
4.7 Servicio al cliente					
Cooperación con los clientes					
4.8 Quejas					
Política y procedimiento para la solución de quejas					
Registro de quejas, investigaciones y acciones correctivas					
4.9 Control de los trabajos de prueba y/o calibración no conformes					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
4.9.1 Política y procedimiento para trabajo no conforme					
a) Responsabilidades y autoridades para el manejo de los trabajos no conformes					
b) Evaluación de la importancia					
c) Acción correctiva inmediata					
d) Notificación al cliente y retiro del trabajo					
e) Responsabilidad para autorizar la reanudación del trabajo					
4.9.2 Uso de los procedimientos de acciones correctivas dadas en 4.10					
4.10 Acción correctiva					
4.10.1 Generalidades Política, procedimiento, designación de autoridades para implementar la acción correctiva					
4.10.2 Análisis de la causa Investigación para determinar la raíz del problema					
4.10.3 Selección e implementación de acciones correctivas Apropiadas para la magnitud y riesgo del problema Documentación e implementación de cambios					
4.10.4 Seguimiento de las acciones correctivas					
4.10.5 Auditorías adicionales					
4.11 Acción preventiva					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de AZLA)
	S	N	NA		
4.11.1 Identificación de mejoras y fuentes potenciales de no conformidades					
Planes de acción					
4.11.2 Procedimientos para acciones preventivas					
4.12Control de registros					
4.12.1 Generalidades					
4.12.1.1 Procedimientos para registros técnicos y de calidad					
4.12.1.2 Retención de registros					
4.12.1.3 Seguridad y confidencialidad de los registros					
4.12.1.4 Procedimientos para proteger y respaldar los registros electrónicos					
4.12.2 Registros técnicos					
4.12.2.1 Contenido del registro					
4.12.2.2 Observaciones, datos y cálculos					
4.12.2.3 Corrección de errores					
4.13Auditorías internas					
4.13.1 Periodicidad de acuerdo con una programación y un procedimiento predeterminados					
Alcance de la auditoría					
Responsabilidades del gerente de calidad					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
Personal calificado e independiente					
4.13.2 Acción correctiva, notificación al cliente					
4.13.3 Registros de la auditoría interna					
4.13.4 Actividades de auditoría de seguimiento					
4.14 Revisiones por la dirección					
4.14.1 La programación y el procedimiento predeterminados deben tomar en cuenta:					
La adecuación de las políticas y procedimientos;					
Los informes del personal directivo y de supervisión;					
Los resultados de auditorías internas recientes;					
Las acciones correctivas y preventivas;					
Las evaluaciones por organismos externos;					
Los resultados de las comparaciones interlaboratorios o pruebas de aptitud;					
Los cambios en el volumen y tipo de trabajo;					
La retroalimentación del cliente;					
Las quejas;					
Otros factores pertinentes					
4.14.2 Hallazgos					

Requisitos		Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Auditor de A2LA]
		S	N	NA		
5 REQUISITOS TÉCNICOS						
5.1 Generalidades						
5.1.2	Factores que contribuyen a la incertidumbre total					
5.2 Personal						
5.2.1	Competencia del personal					
	Personal en proceso de formación					
	Calificación del personal					
5.2.2	Metas con respecto a la educación, formación y habilidades del personal					
	Política y procedimientos para identificar las necesidades de formación y proporcionar formación al personal					
	Programa de formación adecuado					
5.2.3	Condiciones de empleo					
	Supervisión del personal contratado y adicional					
5.2.4	Descripción de puestos					
5.2.5	Autorización del personal					
	Registros del personal					
5.3 Instalaciones y condiciones ambientales						
5.3.1	Las instalaciones del laboratorio					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Auditor de AZLA)
	S	N	NA		
Condiciones ambientales					
Documentación de requisitos técnicos					
5.3.2 Seguimiento, control y registro de las condiciones ambientales					
Interrupción de pruebas					
5.3.3 Separación eficaz entre áreas cercanas					
5.3.4 Control de acceso					
5.3.5 Medidas de orden y limpieza. (Procedimiento cuando sea necesario)					
5.4 Métodos de prueba y calibración y validación de métodos					
5.4.1 Generalidades					
Uso de métodos y procedimientos apropiados					
Instrucciones sobre el uso y funcionamiento de todo el equipo relevante, manejo y preparación muestras o materiales					
Documentos vigentes y disponibles					
Desviación de los métodos de prueba y calibración					
5.4.2 Selección de métodos					
Los métodos de prueba y/o calibración, muestreo que cumplan con las necesidades del cliente					
Uso de la última edición de una norma (métodos)					
Selección del método cuando el cliente no lo especifica					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Auditor de AZLA)
	S	N	NA		
Métodos desarrollados por el laboratorio; notificación al cliente					
Confirmación de capacidad					
Notificación al cliente sobre métodos inapropiados u obsoletos					
5.4.3 Métodos desarrollados por el laboratorio					
Introducción de métodos desarrollados por el laboratorio					
Comunicación eficaz					
5.4.4 Métodos NO-normalizados					
Acuerdo con el cliente					
Validación previa a su utilización					
5.4.5 Validación de métodos					
5.4.5.2 Ajuste para el uso previsto					
Registros de validación					
5.4.5.3 Grado y exactitud apropiados a las necesidades de los clientes					
5.4.6 Estimación de la incertidumbre de la medición					
5.4.6.1 Procedimiento para estimar la incertidumbre de la medición en laboratorios de calibración o laboratorios de prueba que ejecuten sus propias calibraciones					
5.4.6.2 Los laboratorios de prueba deben tener y aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Auditor de A2LA]
	S	N	NA		
Casos en que la naturaleza del método de prueba puede impedir rigurosos cálculos metroológicos y estadísticamente válidos de la incertidumbre de la medición					
Informe de resultados					
5.4.6.3 Importancia de los componentes de la medición					
5.4.7 Control de los datos					
5.4.7.1 Cálculo y transferencia de datos					
5.4.7.2 Computadoras o equipos automatizados					
a) validación y documentación del software					
b) procedimientos para proteger los datos					
c) mantenimiento de las computadoras y los equipos automatizados					
5.5 Equipo					
5.5.1 Equipo de muestreo, de medición y de pruebas requeridos					
Equipos fuera del control permanente del laboratorio					
5.5.2 Exactitud de los equipos					
Programas de calibración					
Calibración del equipo antes de ser puesto en servicio					
5.5.3 Los equipos deben ser operados por personal autorizado					
Instrucciones actualizadas sobre uso y mantenimiento					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Auditor de A2LA)
	S	N	NA		
5.5.4 Forma única de identificación de equipo y software					
5.5.5 Registros de equipos:					
a) identificación de las partes del equipo y su software;					
b) nombre del fabricante, identificación del tipo y número de serie u otra identificación única;					
c) verificaciones (véase 5.5.2);					
d) ubicación actual, cuando sea apropiado;					
e) instrucciones del fabricante, si están disponibles, o referencia a su ubicación;					
f) fechas, resultados y copias de informes y certificados de todas las calibraciones, ajustes, criterios de aceptación, y fecha prevista de la próxima calibración;					
g) plan de mantenimiento, cuando sea apropiado, y mantenimiento llevado a cabo hasta la fecha;					
h) cualquier daño, mal funcionamiento, modificación o reparación al equipo.					
5.5.6 Procedimientos para el manejo seguro, transporte, almacenamiento, uso y mantenimiento planificado					
5.5.7 Equipo defectuoso, maltratado, sobrecargado o de resultados sospechosos					
Aislamiento del equipo que está fuera de servicio					
Efecto del defecto o desviación de los límites especificados en resultados anteriores					
5.5.8 Indicación del estado de calibración					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Auditor de A2LA]
	S	N	NA		
5.5.9 Revisar que el funcionamiento del equipo reintegrado sea satisfactorio					
5.5.10 Revisiones intermedias					
5.5.11 Factores de corrección					
5.5.12 Protección contra ajustes					
5.6 Trazabilidad de la medición					
5.6.1 Generalidades					
Calibración del equipo antes de ser puesto en servicio					
Programa y procedimiento establecido para la calibración de los equipos					
5.6.2 Requisitos específicos					
5.6.2.1 Calibración					
5.6.2.1.1 Laboratorios de Calibración: trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades (SI) (International System of Units (<i>Système international d'unités</i>))					
Servicios de calibración externos que demuestren competencia					
Contenido de los certificados de calibración					
5.6.2.1.2 Calibraciones que actualmente no pueden ser realizadas estrictamente en unidades del SI					
- uso de materiales de referencia certificados					
- uso de métodos especificados y/o normas de consenso					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Auditor de A2LA)
	S	N	NA		
- Participación en un programa de comparaciones interlaboratorio					
5.6.2.2 Prueba					
5.6.2.2.1 Los requisitos dados en 5.6.2.1 se aplican para el equipo utilizado en funciones de medición					
5.6.2.2.2 Cuando la trazabilidad de las mediciones a las unidades del SI no es posible y/o pertinente					
5.6.3 Patrones de referencia y materiales de referencia					
5.6.3.1 Patrones de referencia					
Programa y procedimiento para la calibración de los patrones de referencia					
Trazabilidad de los patrones de referencia					
Únicamente para calibración					
Calibración antes y después de cualquier ajuste					
5.6.3.2 Materiales de referencia					
Trazables a las unidades de medición del SI o a materiales de referencia certificados					
5.6.3.3 Revisiones intermedias					
Programas y procedimientos definidos					
5.6.3.4 Transporte y almacenamiento					
Procedimientos para el manejo seguro, transporte, almacenamiento y uso de los patrones de referencia y de los materiales de referencia					
A2LA Requisitos de la Política de Trazabilidad (véase pp. 25-26)					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Auditor de A2LA]
	S	N	NA		
5.7 Muestreo					
5.7.1 Plan y procedimientos para el muestreo					
Disponibilidad del plan de muestreo y del procedimiento de muestreo en el lugar donde se realiza					
Bases estadísticas apropiadas					
5.7.2 Desviaciones, adiciones o exclusiones del procedimiento de muestreo					
5.7.3 Procedimientos para registro de datos y operaciones del muestreo					
5.8 Manejo de muestras o materiales de prueba y calibración					
5.8.1 Procedimientos para el transporte, recepción, manejo, protección, almacenamiento, retención y/o disposición de las muestras o materiales de prueba y/o calibración					
5.8.2 Sistema para identificar las muestras o los materiales de prueba y/o calibración					
5.8.3 Registro de anomalías o desviaciones de las condiciones normales o especificadas en el momento de la recepción					
Consultar al cliente sobre muestras anormales					
5.8.4 Procedimientos e instalaciones apropiadas para evitar deterioro pérdida o					
Mantenimiento, seguimiento y registro de las condiciones ambientales del almacenamiento					
Condiciones del almacenamiento					
Medidas de seguridad					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Auditor de A2LA)
	S	N	NA		
5.9 Aseguramiento de la calidad de los resultados de prueba y calibración					
Procedimientos de control de calidad					
Detección de tendencias y aplicación de técnicas estadísticas					
Actividades para realizar e seguimiento:					
a) uso regular de materiales de referencia certificados y/o controles de calidad internos utilizando materiales de referencia secundarios					
b) participación en comparaciones interlaboratorios y/o programas de pruebas de aptitud					
c) replicas de pruebas o calibraciones utilizando el mismo o diferentes métodos					
d) recalibración o reprobación de las muestras o los materiales retenidos					
e) correlación de resultados para diferentes características de las muestras o los materiales					
Requisitos de Pruebas de evaluación del desempeño solicitadas por A2LA para laboratorios de calibración y pruebas					
El laboratorio conoce los requisitos aplicables que se encuentran en los requisitos para la evaluación del desempeño de A2LA					
5.10 Informe de los Resultados					
5.10.1 Generalidades					
Resultados informados con exactitud, de manera clara, no ambigua, objetiva y de acuerdo con los métodos					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Auditor de A2LA]
	S	N	NA		
Los informes incluyen toda la información requerida por el cliente y la necesaria para la interpretación de los resultados y toda la información requerida por el método utilizado					
Informes simplificados para clientes internos o por un acuerdo escrito con el cliente					
Disponibilidad de la información detallada en 5.10.2-5.10.4					
5.10.2 Informes de prueba y certificados de calibración					
a) un título (por ejemplo "Informe de prueba" o "Certificado de Calibración");					
b) nombre y dirección del laboratorio y lugar donde fueron realizadas las pruebas y/o calibraciones;					
c) identificación única del informe de prueba o certificado de calibración (así como el número de serie), y en cada página una identificación para asegurar que cada página es reconocida como parte del informe de prueba o certificado de calibración y una identificación clara del final del Informe de prueba o certificado de calibración;					
d) nombre y dirección del cliente;					
e) identificación del método usado;					
f) descripción, condición e identificación sin ambigüedad del las muestras o los materiales probados o calibrados;					
g) fecha de recepción de las muestras o los materiales para prueba o calibración, y fecha(s) de realización de la prueba o calibración;					
h) referencia al plan de muestreo y a los procedimientos utilizados;					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Auditor de A2LA)
	S	N	NA		
i) resultados de la prueba o calibración con las unidades de medición, cuando sea apropiado;					
j) el (los) nombre(s), función (es) y firma(s) o identificación equivalente de la o las personas que autorice(n) el informe de prueba o certificado de calibración;					
k) declaración de que los resultados se refieren únicamente a las muestras o los materiales probados o calibrados.					
5.10.3 Informes de prueba					
5.10.3.1 Informes de prueba, requisitos adicionales:					
a) desviaciones, adiciones o exclusiones del método de prueba e información sobre sus condiciones específicas;					
b) cuando sea pertinente, una declaración de cumplimiento/no cumplimiento con los requisitos y/o especificaciones;					
c) cuando sea aplicable, una declaración sobre la incertidumbre de la medición estimada;					
d) opiniones e interpretaciones, cuando sea apropiado y necesario (véase 5.10.5)					
e) la información adicional que pueda ser requerida por métodos específicos, clientes o grupos de clientes.					
5.10.3.2 Los informes de prueba que contengan resultados de muestreo deben incluir además lo siguiente:					
a) fecha del muestreo;					
b) identificación sin ambigüedad de la sustancia, material, producto muestreado (incluyendo el nombre del fabricante, el modelo o tipo de designación y números de serie según sea apropiado);					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Auditor de A2LA)
	S	N	NA		
c) lugar del muestreo					
d) referencia al plan y procedimientos de muestreo utilizados;					
e) detalles sobre las condiciones ambientales durante el muestreo;					
f) método u otra especificación para el método o procedimiento y desviaciones, adiciones o exclusiones					
5.10.4 Certificados de calibración					
5.10.4.1 Requisitos adicionales para los certificados de calibración:					
a) condiciones (por ejemplo, ambientales) bajo las cuales fueron realizadas las calibraciones					
b) la incertidumbre de la medición y/o una declaración de cumplimiento con una especificación metrológica identificada					
c) evidencia de que las mediciones son trazables (véase Nota 2 de 5.6.2.1.1).					
5.10.4.2 Declaraciones de cumplimiento					
5.10.4.3 resultados de calibración antes y después del ajuste o reparación					
5.10.4.4 Recomendación respecto al intervalo de calibración					
5.10.5 Opiniones e interpretaciones					
5.10.6 Resultados de prueba y calibración de los subcontratistas claramente identificados					
Resultados del subcontratista por escrito o electrónicamente					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Auditor de A2LA]
	S	N	NA		
Certificado del subcontratista emitido al laboratorio contratante					
5.10.7 Transmisión electrónica de resultados					
5.10.8 Formato de informes y certificados					
5.10.9 Correcciones a los informes de prueba o certificados de calibración					
Suplemento al informe de prueba o certificado de calibración					

REFERENCIA DEL LABORATORIO AL ESTADO DE ACREDITACIÓN POR A2LA – POLÍTICA DE USO DE LOGO DE A2LA
(APÉNDICE DE LA LISTA DE VERIFICACIÓN DEL EVALUADOR: CRITERIOS GENERALES)

(Aplica a partir del 1 de Junio de 2000)

A los laboratorios acreditados por A2LA se les recomienda utilizar el logo "Acreditado por A2LA", para demostrar su reconocimiento de tercera parte de competencia técnica. Las hojas con el logo "Acreditado por A2LA" son enviadas a todos los laboratorios acreditados y una versión electrónica está disponible a solicitud. Sin embargo, desde que A2LA emite acreditaciones a laboratorios en diferentes campos, es responsabilidad del laboratorio describir el estado de su acreditación de manera que no implique áreas fuera de su alcance de acreditación actual o para la realización de pruebas o calibraciones no comprendidas dentro de su acreditación vigente. Esto debe cumplirse con apego a los requisitos anotados más adelante. No se pueden anticipar ni tratar en este documento todas las circunstancias en que es aplicable el principio de cabal representación. Por esto, es responsabilidad del laboratorio acreditado no falsificar el estado de su acreditación bajo ninguna circunstancia. Si hay dudas, el laboratorio deberá consultar con las oficinas centrales de A2LA sobre el uso que pretende dar al logo, diseño de anuncios y/o cualquier otra pretensión, para promover la revisión. (Nota: Los laboratorios que solicitan la acreditación de A2LA por primera vez deben marcar "NA" para todos los puntos en el apéndice de la lista de verificación que tiene por objeto describir el estado de la acreditación pero deben firmar la declaración, en la última página, aceptando sujetarse a estas políticas de uso de logo una vez que hayan sido acreditados.

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Evaluador de A2LA]
	S	N	NA		
Referencia del Laboratorio al estado de Acreditación por A2LA – Políticas de uso de logo de A2LA					
1. Cuando el nombre y/o el logo de A2LA se utiliza en impresos comunes como membretes y anuncios, siempre debe decir, por lo menos, "acreditado".					
2. No hay restricciones para la reproducción del logo "A2LA-acreditado " en cuanto a tamaño y color pero debe mantener su apariencia.					
3. El logo "acreditado por A2LA" puede generarse electrónicamente con la condición de que los formatos sean conservados.					
4. Para promover o proporcionar testimonio de la acreditación, los laboratorios acreditados deberían usar los alcances de la acreditación, ya que este documento precisa las pruebas o calibraciones específicas para las que está acreditado. El certificado debería usarse con propósitos de exhibición y puede ir acompañado de los alcances.					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
5. Cuando el logo "A2LA-acreditado" se usa para respaldar resultados de prueba o calibración, siempre debe ir acompañado de los números de acreditación de A2LA. También aplican las siguientes condiciones:					
a) El logo "A2LA-acreditado" debe aparecer siempre en los certificados de calibración, en los certificados de pruebas, y en los informes de prueba que contengan exclusivamente resultados de calibraciones y pruebas que se hayan realizado dentro de los alcances de acreditación del laboratorio.					
b) Los resultados no-acreditados deben informarse en certificados de calibración, certificados de prueba e informes de prueba con el logo de A2LA previniendo que estos resultados estén claramente identificados como no acreditados. Esto debe hacerse poniendo un asterisco después de cada uno de estos resultados con una nota a pie de página que aclare: "Esto no está comprendido en la acreditación de A2LA."					
c) En los informes que reportan resultados que están dentro del campo de la acreditación pero con una tecnología que no está incluida en los alcances, esto debe señalarse. (Por ejemplo si un laboratorio está acreditado en el campo ambiental sólo para química húmeda y metales, cualquier dato de cromatografía de gases que se reporte debe identificarse como no acreditado.					
d) Desde el 1 de Mayo de 1999, los certificados de calibración emitidos por laboratorios acreditados por A2LA deben mostrar, por lo menos, el nombre de A2LA (o el logo) y el número de acreditación cuando las calibraciones contenidas en el reporte estén comprendidas en la acreditación de A2LA.					
6. Cuando el nombre y/o el logo de A2LA se utiliza en formatos del laboratorio, por ejemplo: una propuesta o una cotización, el laboratorio tiene la responsabilidad de diferenciar las calibraciones y pruebas que están comprendidas en los alcances de la acreditación del laboratorio y las que no. Esto se hace adjuntando la copia de la hoja de los alcances de la acreditación de A2LA y el Suplemento a los Alcances, si es apropiado, o anotando que pruebas o calibraciones no están acreditadas					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
7. El logo "A2LA-acreditado" y/o la referencia a la acreditación del laboratorio deberá hacerse cuidando que los requisitos de este documento se cumplan rigurosamente					
8. El logo "A2LA-acreditado" no deberá utilizarse en tarjetas de presentación como muestra de certificación personal. Por lo tanto deberá complementarse con la declaración "Laboratorio Acreditado por A2LA".					
9. El logo "A2LA-acreditado" no deberá exhibirse en muestras de prueba o productos ni se usará para manifestar la certificación de un producto. El logo "A2LA-acreditado" se utiliza en impresos relacionados con un producto, el logo debe aparecer asociado directamente con la referencia del laboratorio de prueba o calibración acreditado y debe quedar perfectamente claro que la inclusión del logo no es equivalente a la certificación o aprobación de los productos calibrados o probados					
10. En el momento que se suspenda o termine la acreditación el laboratorio debe dejar de emitir certificados de calibración, reportes de prueba y certificados de prueba con el logo y dejará también de publicar documentos que contengan dicho logo.					
11. Un laboratorio acreditado tiene el derecho de entregar el informe de evaluación de A2LA y los informes de deficiencias siempre que estos sean reproducidos en su totalidad y no parcialmente. A2LA mantiene la confidencialidad de la información de la evaluación a menos que el laboratorio acreditado le solicite por escrito que la dé a conocer.					

PARA SER FIRMADO POR EL REPRESENTANTE AUTORIZADO DEL LABORATORIO:

Entendemos y aceptamos observar los requisitos contenidos en la "Referencia del Estado de Acreditación por A2LA" – Políticas de Uso de Logo de A2LA" una vez que nuestro laboratorio sea acreditado por A2LA.

Nombre: _____ Firma: _____ Fecha: _____

POLÍTICAS DE TRAZABILIDAD DE LA MEDICIÓN DE A2LA
(APÉNDICE DE LA LISTA DE VERIFICACIÓN: CRITERIOS GENERALES)

(Agosto de 2000)

Los laboratorios Acreditados están obligados a seguir los requisitos adicionales contenidos en las Políticas de Trazabilidad de la Medición de A2LA

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Evaluador de A2LA]
	S	N	NA		
Política de Trazabilidad de la Medición de A2LA					
T1. A2LA requiere que todas las calibraciones y verificaciones de equipo de medición y prueba, los patrones de referencia, y materiales de referencia deben ser practicadas por laboratorios de calibración acreditados (en algunas ocasiones un laboratorio de pruebas acreditado puede ser capaz de cumplir con los requerimientos de la trazabilidad) o por un instituto metroológico nacional reconocido.					
T2. Estas calibraciones o verificaciones deben documentarse mediante un certificado de calibración o un informe respaldado por el logo de la entidad de acreditación o aquello que demuestre la condición de su acreditación.					
T3. Todos los laboratorios deben definir sus criterios para lograr la trazabilidad de la medición y también de los materiales de referencia cuando sea aplicable. Los criterios deben ser acordes con los de este documento.					
T4. Cuando los cálculos de la incertidumbre son aplicables A2LA requiere que los laboratorios de prueba y calibración calculen la incertidumbre de la medición de acuerdo con la "Guía para la Expresión de la Incertidumbre en Medición" ISO. Estas incertidumbres deben basarse en datos de incertidumbre y serán representadas como incertidumbres expandidas típicas utilizando un factor $k=2$ para acercarse al nivel de confianza del 95%.					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios (Reservado para el Evaluador de A2LA)
	S	N	NA		
T5. Si un certificado de calibración o informe contiene una declaración del resultado de la medición y la incertidumbre asociada, la declaración de incertidumbre debe ir acompañada de una explicación del significado de la declaración de incertidumbre. (Por ejemplo, "Esta incertidumbre representa una incertidumbre expandida expresada con un nivel de confianza del 95% usando un factor $K=2$.)					
T6. Los TURS deben calcularse usando la incertidumbre de la medición expandida y no "la incertidumbre colectiva de los patrones de medición".					
T7. Las declaraciones de incertidumbre implícita deben ir acompañadas de una explicación que indique que el grado de precisión fue calculado utilizando la incertidumbre de la medición expandida. Además, debe señalarse el factor de cobertura y el nivel de confiabilidad.					
T8. Además de la información requerida en las secciones anteriores, los certificados o informes de calibración deben contener una declaración de trazabilidad.					
T9. Toda calibración interna debe estar sustentada por los siguientes elementos mínimos:					
a) El laboratorio de la compañía debe mantener procedimientos documentados para las calibraciones internas y éstas deben demostrarse con un informe, certificado o etiqueta, o cualquier otro método accesible y los registros de calibración deben guardarse por un tiempo determinado;					
b) El laboratorio de la compañía debe llevar registros de la capacitación del personal que realice las calibraciones mediante, por ejemplo, certificados de capacitación y resultados de auditorías de medición;					
c) El laboratorio de la compañía debe ser capaz de demostrar trazabilidad con patrones de medición nacionales o internacionales recurriendo a los servicios de laboratorios de calibración acreditados o a un Instituto de Metrología Nacional;					
d) El laboratorio de la compañía debe tener y aplicar procedimientos para evaluar la incertidumbre de la medición. Esta debe tomarse en cuenta cuando se hacen declaraciones de cumplimiento con las especificaciones.					

Requisitos	Cumplimiento			Referencia	Comentarios [Reservado para el Evaluador de A2LA]
	S	N	NA		
e) Los patrones de referencia deben ser calibrados a intervalos adecuados para asegurar que el valor de referencia es confiable. Los criterios y procedimientos para establecer y cambiar los intervalos de calibración deben basarse en el comportamiento histórico del patrón de referencia.					