

**EVALUATION OF RESISTANCE TO FLEXION IN GLAZED CERAMIC TILE
IN TERMS OF ICE AND THAW CYCLES****EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA FLEXIÓN EN BALDOSAS
ESMALTADAS DE CERÁMICA EN FUNCIÓN DE LOS CICLOS DE HIELO Y
DESHIELO**

MSc. Eder Flórez Solano*, **MSc. Jesús Bethsaid Pedroza****
Ing. Sergio Andrés Quintero Roa*

*** Universidad Francisco de Paula Santander - Sede Ocaña.**

Facultad de Ingenierías, Grupo de Investigación Ingap.
Vía Acolsure, Sede el Algodonal - Ocaña, Norte de Santander, Colombia.
Tel.: +(57) 5690088 Ext. 212, E-mail: enflorezs @ufpso.edu.co

**** Universidad Francisco de Paula Santander.**

Facultad de Ingenierías, Grupo de Investigación GIDIMA.
Avenida Gran Colombia No. 12E-96 Barrio Colsag, San José de Cúcuta - Colombia.
Tel:+(057-7) 5776655 Ext 126, E-mail: jesbper@gmail.com

Abstract: There are standardized rules that enforce international requirements to deliver a quality product, this makes rules and the existence of other are updated, to position competitive materials with market requirements. But there is the case in particular for standard NTC 4321-12 (Test method for resistance to freezing ceramic tiles), wherein it is presented the process of how to perform the test for resistance to frost in ceramic tiles. In summary it must be submitted a number of tiles to 100 cycles of ice and thaw, through a visual inspection to detect flaws in the product and defects, cracks, etc. The glazed ceramic tiles results show no injury at the end of the 100 cycles by visual inspection. Therefore, we see the need for further studies and the application of other rules to check the status of the tiles, such as loss of mechanical properties, and perform a statistical analysis demonstrating the above referred justification.

Keywords: Ice thaw cycles, flexural strength, ceramics.

Resumen: Existen normas estandarizadas que hacen cumplir requerimientos internacionales para entregar un producto con calidad, esto hace que se actualicen normas y la existencia de otras, para poder posicionar, materiales que sean competitivos ante las exigencias del mercado. Pero existe el caso en especial para la norma NTC 4321-12 (Método de ensayo para determinar la resistencia al congelamiento de baldosas cerámicas), en donde se presenta el procedimiento de cómo realizar el ensayo de resistencia a la helada en baldosas cerámicas. En resumen se deben someter un número de baldosas a 100 ciclos de hielos y deshielo para luego, por medio de una inspección visual detectar fallas en el producto como defecto, grietas, desmembramientos entre otros. Los resultados con baldosas cerámicas esmaltadas no demuestran ningún daño al final de los 100 ciclos por medio de la inspección visual. Por tal motivo, se ve la necesidad de realizar otros estudios y la aplicación de otras normas para verificar el estado de las baldosas, como por ejemplo la pérdida de propiedades mecánicas, y realizar un análisis estadístico que demuestre la justificación anteriormente planteada.

Palabras clave: Ciclos de hielo deshielo, resistencia a la flexión, materiales cerámicos.

1. INTRODUCCIÓN

Existen normas estandarizadas que se deben cumplir para entregar un producto con calidad, esto hace que se actualicen normas y la existencia de otras, para poder posicionar, materiales que sean competitivos ante las exigencias del mercado, Pero existe el caso en especial para la norma NTC 4321-12 basada en la norma UNE- EN –ISO 10545-12, en donde se presenta el procedimiento de cómo realizar el ensayo de resistencia a la helada en baldosas cerámicas, en resumen se deben someter un numero de baldosas a 100 ciclos de hielos y deshielo para luego, por medio de una inspección visual detectar fallas en el producto como defecto, grietas, desmembramientos entre otros. Los resultados con baldosas cerámicas esmaltadas no demuestran ningún daño al final de los 100 ciclos. Por tal motivo se ve la necesidad de realizar otros estudios y la aplicación de otras normas para verificar el estado de las baldosas, como por ejemplo la pérdida de propiedades mecánicas.

Se diseñó y construyó un equipo para el ensayo de la norma Internacional UNE EN ISO 10545-12 "Resistencia al congelamiento en las baldosas cerámicas". Posteriormente, el equipo, se automatizó mediante la integración de dispositivos electrónicos; la toma de datos, se realiza mediante una interface que se instaló, en el equipo y un ordenador, mediante el uso del programa LABVIEW. Entre las variables que pueden ser tomadas por el equipo están: la temperatura, tiempo en la ejecución de la prueba, entre otras.

La puesta en funcionamiento de este equipo presenta una herramienta de ayuda a la certificación e investigación para el servicio de las empresas de la región que se dedican a esta actividad económica, especialmente en la exportación de productos; el ensayo "Resistencia al congelamiento en las baldosas cerámicas" es tedioso y requiere de mucho tiempo para realizar la prueba teniendo que efectuar hasta 100 ciclos de hielo y deshielo, que pueden tener una duración de más de cinco días, para completar la prueba. Con este proyecto se colocó a punto el equipo y luego se evaluó la norma internacional UNE EN ISO 10545-12 "Resistencia al congelamiento en las baldosas cerámicas", mediante el análisis del comportamiento de la resistencia a la flexión de las baldosas cerámicas en función del número de ciclos de hielo y deshielo, y para determinar la influencia de este último en el cambio de la resistencia a la flexión de las baldosas de cerámica

esmaltadas. (Hernández, E.; Díaz, J. L., y Pinzón, O., 2011).

2. MATERIALES Y MÉTODOS

La cámara climática fue diseñada para realizar el ensayo de la resistencia a la helada de baldosas cerámicas, según la norma (UNE-EN ISO 10545-12,1997) tratándose de una investigación en la cual no solo aplico la norma, si no que simultáneamente se utilizó la norma (ISO 10545-4, 1997) "Baldosas cerámicas. Determinación de la resistencia a la flexión y de la fuerza de rotura" y para cumplimiento de la misma se tomaron muestras de 7 baldosas cerámicas esmaltadas por cada tratamiento aplicado.

2.1 Ensayo de resistencia a la helada

Selección de la muestra: se seleccionaron una muestra de 39 baldosas cerámicas esmaltadas donadas por la empresa cerámica Italia con las siguientes características (ver figura 1):

Ancho: $255,0 \pm 0,05$ mm

Largo: $358,0 \pm 0,05$ mm

Espesor: $7,3 \pm 0,05$ mm

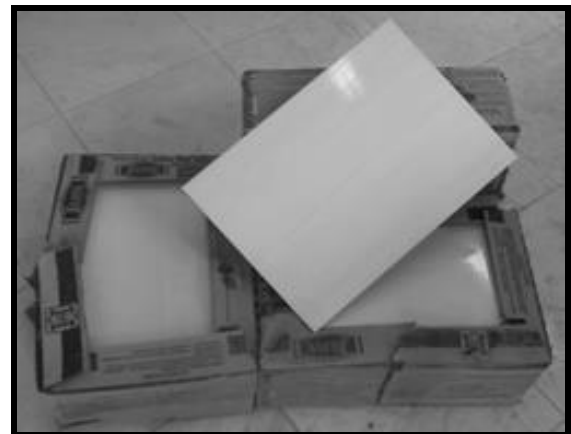


Fig. 1: Muestra de baldosas

Secado. En la preparación de la muestra se sometieron a secado con una temperatura de (110 ± 5) °C hasta que la diferencia de masa entre dos pesadas sucesivas efectuadas con 24 h de intervalos fue inferior a 0.1%. Se tomó nota de la masa (m_i) de cada baldosa seca. En la figura 2, se puede apreciar el secadero.



Fig. 2: Secadero

Impregnación con agua. Luego del enfriamiento a temperatura ambiente las baldosas se colocaron verticalmente dentro de la cámara de vacío seco, figura 3, sin que se tocan entre sí. Se conectó la bomba de vacío y se llevó a presión de 40 ± 2.6 KPa por debajo de la presión atmosférica. Luego se introdujo agua en el tanque con las baldosas manteniendo la presión indicada, se añadió la suficiente agua para que las baldosas quedaran sumergidas por lo menos 50 mm bajo el nivel del agua. Se mantuvo al vacío a la misma presión durante 15 minutos, y después se restableció la presión atmosférica; luego del mojado se secó a mano con una gamuza mojada y escurrida cada lado de las baldosas. Finalmente se anotó el peso húmedo de cada baldosa (m_2).

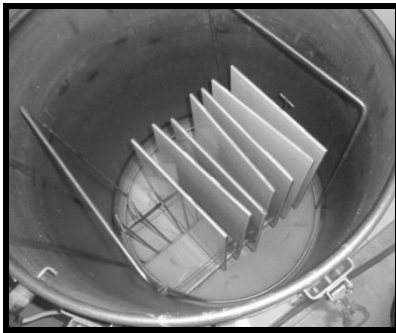


Fig. 3: Posición de las baldosas dentro de la cámara de vacío

Ciclos de hielo y deshielo. Para tomar el valor de la temperatura en las baldosas como no fue posible taladrar un agujero de 3 mm de diámetro ya que el sensor es de 5mm de diámetro, se colocó el sensor en el centro de una cara de la baldosa, y se pegó una segunda baldosa protegido por un aislante térmico encima procedimiento balido también según la norma (UNE-EN ISO 10545-12, 1997) ver figura 4, las baldosas fueron colocadas

verticalmente en el soporte dentro de la cámara como se puede apreciar en la figura 5.



Fig. 4: Posición del sensor.

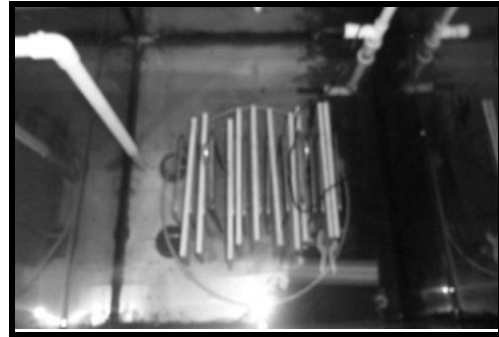


Fig. 5: Posición de las baldosas dentro de la cámara

Para realizar el experimento completamente se realizaron 3 rondas, la primera de 7 muestras de 0 a 20 ciclos, la segunda ronda para 14 muestras de 0 a 40 y de 0 a 60 ciclos sacando las primeras 7 muestras al cumplirse los primeros 40 ciclos y el restante al final de los 60 ciclos, la tercera ronda de 14 muestras de 0 a 80 y de 0 a 100 ciclos sacando las primeras 7 muestras al cumplirse los 80 ciclos y el restante a 1 final de los 100 ciclos, los tiempos aproximados de duración de cada ciclo fueron de 1.5 horas como se puede apreciar en la figura 6.

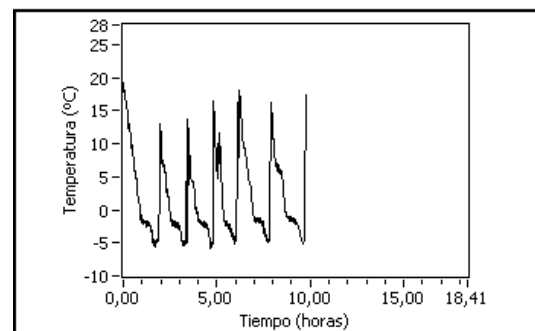


Fig. 6: Gráfica de temperatura probetas vs tiempo.

3. RESULTADOS

Al terminar cada tratamiento de hielo y deshielo, se pesó cada baldosa (m_3) y se secó hasta que alcanzó masa constante (m_4). Todos los pesos fueron medidos mediante una balanza electrónica mostrada en la foto 20. Las especificaciones técnicas de la balanza electrónica se encuentran en el anexo C.



Fig. 7: Balanza.

La absorción inicial de agua E_1 ecuación 1, expresada como porcentaje de la masa, se calcula con la ecuación

$$E_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \cdot 100 \quad (1)$$

La absorción inicial de agua E_2 ecuación 2, expresada como porcentaje de la masa, se calcula con la ecuación

$$E_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_4} \cdot 100 \quad (2)$$

Dónde:

m_1 es la masa de cada baldosa seca; m_2 es la masa de cada baldosa húmeda. m_3 es la masa de cada baldosa húmeda tras el ensayo; m_4 es la masa de cada baldosa seca tras el ensayo. Los resultados de peso y adsorción de agua se encuentran en la siguiente tabla 1.

3.1 Determinación de la resistencia a la flexión

Se sigue el procedimiento tomado de la norma. (UNE-EN ISO 10545-4,1997) "Baldosas cerámicas. Determinación de la resistencia a la flexión y de la fuerza de rotura" en cumplimiento de la misma se toman muestras de 7 baldosas para cada tratamiento, a las muestras se les realizó el ensayo a la flexión en el equipo figuras 8 y 9, del cual se leyeron los datos de carga de rotura y resistencia a la flexión.

Tabla 1. Ensayo de hielo y deshielo en baldosas

	M_1	M_2	M_3	M_4	E_1	E_2
1	1312,9	1415,2	1423,7	1312,3	7,79%	8,49%
2	1299,9	1399,7	1408,4	1299,3	7,68%	8,40%
3	1293,9	1399,2	1408,9	1293,8	8,14%	8,90%
4	1294,8	1398,3	1408,3	1294,6	7,99%	8,78%
5	1335,5	1431,8	1440,2	1335,1	7,21%	7,87%
6	1311,1	1404,7	1413,1	1310,5	7,14%	7,83%
7	1305,6	1410,4	1419,2	1305,0	8,03%	8,75%
8	1301,8	1411,0	1421,5	1301,6	8,39%	9,21%
9	1313,3	1421,4	1433,5	1312,4	8,23%	9,23%
10	1307,4	1415,2	1426,1	1306,7	8,25%	9,14%
11	1320,6	1421,0	1431,0	1319,8	7,60%	8,43%
12	1304,6	1413,6	1425,1	1303,6	8,36%	9,32%
13	1337,4	1441,5	1451,4	1336,6	7,78%	8,59%
14	1322,8	1422,0	1432,5	1322,0	7,50%	8,36%
15	1285,8	1392,3	1411,7	1285,1	8,28%	9,85%
16	1325,0	1425,4	1442,2	1323,6	7,58%	8,96%
17	1298,8	1409,2	1427,4	1298,2	8,50%	9,95%
18	1305,9	1415,4	1435,6	1304,6	8,39%	10,04%
19	1311,8	1425,8	1445,3	1310,4	8,69%	10,29%
20	1304,3	1411,3	1435,4	1303,0	8,20%	10,16%
21	1321,8	1420,2	1439,8	1319,7	7,44%	9,10%
22	1296,6	1405,0	1417,7	1294,9	8,36%	9,48%
23	1315,4	1415,3	1426,3	1314,3	7,59%	8,52%
24	1310,1	1409,6	1421,1	1309,2	7,59%	8,55%
25	1331,9	1432,5	1444,5	1331,1	7,55%	8,52%
26	1295,9	1405,3	1419,9	1294,6	8,44%	9,68%
27	1323,9	1430,3	1443,4	1322,5	8,04%	9,14%
28	1297,1	1404,1	1417,1	1293,8	8,25%	9,53%
29	1304,2	1413,1	1430,2	1302,8	8,35%	9,78%
30	1315,4	1428,2	1445,0	1314,0	8,58%	9,97%
31	1340,2	1442,1	1457,3	1338,9	7,60%	8,84%
32	1302,0	1414,7	1430,3	1300,9	8,66%	9,95%
33	1324,8	1425,3	1439,5	1323,8	7,59%	8,74%
34	1307,9	1419,5	1436,4	1307,3	8,53%	9,88%
35	1340,4	1446,7	1462,0	1339,4	7,93%	9,15%
36	1322,5	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
37	1369,2	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
38	1351,6	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
39	1330,0	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A



Fig. 8: Equipo para medir la resistencia a la flexión

Para una mejor apreciación de los resultados se organizaron en función de los tratamientos aplicados como se muestra en la tabla 2.

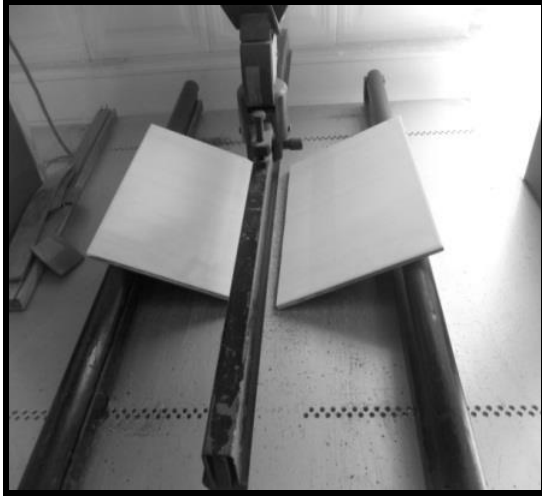


Fig. 9: Secuencia toma de la resistencia a la flexión

Tabla 2. Resistencia a la flexión por tratamientos

Tratamiento (ciclos)	Nº. de muestra	Resistencia a la flexión (N/mm)	Promedio
0-20	1	24,545	24,836
	2	24,803	
	3	24,344	
	4	23,446	
	5	25,119	
	6	26,351	
	7	25,245	
0-40	8	24,144	24,702
	9	25,599	
	10	25,426	
	11	24,348	
	12	24,372	
	13	24,888	
	14	24,137	
0-60	15	24,705	24,783
	16	26,059	
	17	24,192	
	18	24,082	
	19	24,778	
	20	24,851	
	21	24,814	
0-80	22	21,923	24,553
	23	25,070	
	24	24,412	
	25	26,754	
	26	24,302	
	27	25,144	
	28	24,265	
0-100	29	23,498	24,109
	30	22,874	
	31	24,595	
	32	23,753	
	33	26,059	
	34	22,838	
	35	25,144	
0	36	24,631	24,888
	37	24,557	
	38	24,521	
	39	25,843	

4. METODOLOGÍA

Diseño Experimental.

Hipótesis: los ciclos de hielo y deshielo aplicados a las baldosas esmaltadas de cerámica afectan su resistencia a la flexión directamente proporcional. Se desea evaluar el efecto que tienen los ciclos de hielo y deshielo en el comportamiento de la resistencia a la flexión en baldosas esmaltadas (caso puntual). Nuestra variable independiente son los ciclos aplicados a las baldosas. Nuestra variable dependiente será la resistencia a la flexión.

Nuestros tratamientos aplicados serán, t1 20 ciclos, t2 40 ciclos, t3 60 ciclos, t4 80 ciclos t5 100 ciclos. Se realizaron 7 observaciones por cada tratamiento aplicado excepto 0 ciclos, y se tomaron los datos de la resistencia a la flexión de cada baldosa sometida a el tratamiento respectivo como se puede observar en la siguiente tabla 3.

Tabla 3. Experimento de resistencia a la flexión

ciclos aplicados	Resistencia a la flexión observada (N/mm ²)						
	20	24,54	24,80	24,34	23,44	25,11	26,35
40	24,14	25,59	25,42	24,34	24,37	24,88	24,13
60	24,70	26,05	24,19	24,08	24,77	24,85	24,81
80	21,92	25,07	24,41	26,75	24,30	25,14	24,26
100	23,49	22,87	24,59	23,75	26,05	22,83	25,14

Tomando y_i como la representación total de las observaciones bajo el tratamiento i -ésimo, entonces \bar{y}_i represente el promedio de las observaciones bajo el tratamiento i -ésimo, sea que y represente el total de las observaciones y \bar{y} . Represente el promedio del total de las observaciones, tendrían simbólicamente lo siguiente,

$$y_i = \sum_{j=1}^n y_{ij} \quad \bar{y}_i = \frac{y_i}{n} \quad i = 1, 2, 3, \dots, a \quad (3)$$

$$y_{\infty} = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n y_{ij} \quad \bar{y}_{\infty} = \frac{y_{\infty}}{N}$$

Los totales y los promedios de los y_i se observan a continuación en la tabla 4.

Tabla 4. Análisis de los datos

CICLOS APLICADOS	TOTALES y_i	PROMEDIOS \bar{y}_i
20	173,853	24,836
40	172,914	24,702
60	173,481	24,783
80	171,870	24,553
100	168,761	24,109
	$y_{\infty} = 860,879$	$\bar{y}_{\infty} = 24,597$

El análisis de la varianza tiene como objetivo comparar las diferencias debidas a los tratamientos con las diferencias debidas a los errores.

Esta ecuación se representa simbólicamente como,

$$SS_T = SS_{Tratamientos} + SS_E$$

Donde $SS_{Tratamientos}$ (4), es la suma de los cuadrados de los tratamientos (entre los tratamientos) y SS_E (5), la suma de cuadrados debida al error (dentro de los tratamientos).

$$SS_T = \sum_{i=1}^5 \sum_{j=1}^7 y_{ij}^2 - \frac{y_{\infty}^2}{N} \quad (4)$$

$$SS_T = (24,545)^2 + (24,803)^2 + (24,344)^2 + \dots \\ + (26,059)^2 + (22,838)^2 + (25,144)^2 \\ - \frac{(860,879)^2}{35} = 33,2$$

$$SS_{Tratamientos} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^5 y_i^2 - \frac{y_{\infty}^2}{N} \quad (5)$$

$$SS_{Tratamientos} = \frac{1}{7} [(173,853)^2 + (172,914)^2 + \\ (173,481)^2 + (171,870)^2 + (168,761)^2] - \\ \frac{(860,879)^2}{35} = 2,4$$

$$SS_E = SS_T - SS_{Tratamientos} \quad (6) \\ SS_E = 33,2 - 2,4 = 30,8$$

$$MS_{Tratamientos} = \frac{SS_{Tratamientos}}{a-1} \quad (7)$$

$$MS_{Tratamientos} = \frac{2,4}{4} = 0,601$$

$$MS_E = \frac{SS_E}{N-a} \quad (8)$$

$$MS_E = \frac{30,8}{30} = 1,027$$

El estadístico de prueba F_0 , Ecuación 9, para la hipótesis de que no hay diferencias entre las medias de los tratamientos,

$$F_0 = \frac{MS_{Tratamientos}}{MS_E} \quad (9)$$

$$F_0 = \frac{0,61}{1,027} = 0,585$$

Para analizar mejor los datos los representaron en la siguiente tabla.

Tabla 5. Análisis de varianza de los datos de la resistencia a la flexión

Fuente variación	suma de cuadrados	grados de libertad	Cuadrado Medio	F0
Entre los tratamientos	SSTratamientos= 2,4	a-1=4	MSTratamientos=0,601	F0=MStat/MSE =0,585
Error (dentro de los tratamientos)	SSE=30,8	N-a=30	MSE=1,027	
Total	SST=33,2	N-1=34		

De los resultados se observa que el cuadrado medio entre los tratamientos (0,601) es menor que el cuadrado medio del error o el cuadrado medio dentro de los tratamientos (1,027).

Conociendo el valor de $F_0 = 0,585$ y comparando este valor con un punto porcentual de la cola superior de la distribución $F_{4,30}$, para un nivel de confianza del 95% tendremos del anexo E tomado del libro Douglas C. Montgomery. Diseño y análisis de experimentos $F_{0,05, 4, 30} = 2,69$.

Como $F_{0,05, 4, 30} > F_0$ lo cual aprueba la hipótesis de que no y hay diferencias significativas en los tratamientos de lo cual se puede concluir que la resistencia a la flexión hasta los cien ciclos de hielo y deshielo de acuerdo a la norma (UNE-EN ISO 10545-12, 1997) no es afectada significativamente, pero si se analiza los promedios pueden ver cierto comportamiento de deterioro en las propiedades mecánicas de las baldosas.

5. CONCLUSIONES

La muestra tratada cabe dentro de la clasificación normalizada de baldosa cerámica de acuerdo a la norma UNE EN ISO 10545-3 1997, tipo de moldeo B baldosas prensadas en seco, Grupo IIb (6% < E < 10%) Grupo BIIb Absorción de agua media alta.

De la evaluación realizada a este tipo de baldosa cerámica encontraron que la pérdida de resistencia mecánica hasta los 100 ciclos de hielo y deshielo según la normativa, no es mayor del 4% por lo tanto no tiene mayor relevancia como lo ven en el siguiente calculo

$$\% \text{ Pérdida de resistencia mecánica} = \frac{24,888 - 24,109}{24,888} * 100 = 3,13\%$$

Este tipo de baldosas analizadas cumplen a cabalidad con en el ensayo determinación de la resistencia a la helada según la norma UNE EN ISO 10545-12 Resistencia al congelamiento en las baldosas cerámicas.

REFERENCIAS

¿Cuáles son baldosas cerámicas? [Citado el 20 de mayo del 2010]. Disponible en la dirección de internet,

<www.content4reprint.com/view/spanish-33424.htm>

Baldosas [citado el 20 de mayo del 2010]. Disponible en la dirección internet, <www.construmatica.com/construpedia/Baldosas>

Las baldosas cerámicas [citado el 20 de mayo del 2010]. Disponible en la dirección de internet, <www.ipc.org.es/guia_colocacion/info_tec_colocacion/los_materiales/baldosas.html>

Aseguramiento metrológico y aseguramiento de equipos [citado el 26 de mayo del 2010]. Disponible en la dirección de internet, <www.metrologia-iso.webcindario.com/Descargas/Introduccion%20Metrologia.pdf>

UNE-EN ISO 10545-3 (1997). *Determinación de la absorción de agua, de la porosidad abierta, de la densidad relativa aparente, y de la densidad aparente.*

UNE-EN ISO 10545-4 (1997). *Determinación de la Resistencia a la flexión.*

UNE-EN ISO 10545-12 (1997). *Determinar la resistencia a la helada.*

NTC 4321-3 (1998). *Método de ensayo para determinar la absorción de agua, porosidad aparente, densidad relativa aparente y densidad aparente.*

NTC 4321-12 (1998). *Método de ensayo para determinar la resistencia al congelamiento.*

Douglas C. Montgomery (2004). *Diseño y análisis de experimentos.* México. Limusa Wiley.

Diseño de experimentos [citado el 20 de diciembre del 2011] Disponible en la dirección de internet <www.fundibeq.org>

USER GUIDE AND SPECIFICATIONS NI USB-6008/6009 [citado el 25 de diciembre del 2011] Disponible en la dirección internet <www.ni.com/pdf/manuals/371303m.pdf>

NTC_ISO 9004. (2004). *Gestión para el éxito sostenido de una organización.* Enfoque de gestión de calidad.

Sánchez, J.; Gelves, J., y Ramírez, R. P. (2012). *Implementación de un sistema tipo scada para mejorar los procesos de secado y cocción de la ladrillera Sigma Ltda.* Revista Colombiana de Tecnologías de Avanzada, Vol. 2, pp. 80-84.

Hernández, E.; Díaz, J. L., y Pinzón, O. (2011). *Comparación de diferentes técnicas de control aplicadas al control de temperatura en tiempo real.* Revista Colombiana de Tecnologías de Avanzada, Vol. 2, pp. 94-97.