

DETERMINACIÓN DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EFECTIVA EN CERAMICAS
POROSAS CON CAOLINES Y DIATOMEAS DE BOYACÁ

JESSICA PAOLA LEAL QUINTERO

UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA
ESCUELA DE POSGRADOS DE INGENIERÍA
MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
TUNJA
2018

DETERMINACIÓN DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EFECTIVA EN CERAMICAS
POROSAS CON CAOLINES Y DIATOMEAS DE BOYACÁ

JESSICA PAOLA LEAL QUINTERO

Trabajo de grado para optar al título de
Magister en Metalurgia y Ciencia de los Materiales

Director
Ph.D Enrique Vera López

Co Director
Ph.D Gabriel Peña Rodríguez

UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA
ESCUELA DE POSGRADOS DE INGENIERÍA
MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
TUNJA
2018

Nota de aceptación

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Tunja, 09 de Abril de 2018

La autoridad científica de la Facultad de Ingeniería, reside en ella misma, por lo tanto no responde por las opiniones expresadas en este trabajo de grado. Se autoriza la reproducción indicando el origen.

Frase dedicatoria personal

*“Los amo y amaré por el resto de mi vida y más allá de ella” Abuelos:
Raquel Durán Rojas y Miguel Antonio Leal Leal.*

*Tú me impulsabas por un mejor futuro amiga:
Lina María López Canaria.*

“Los extraño mucho”

*“A mis Padres Jesús Alberto Leal Rojas y Anyul Quintero Durán,
a mis hermanos Marilyn Alejandra y Miguel Alberto
por su apoyo y amor incondicional,
a mi Hija Aylín Zharick por su amor incondicional
y quien es mi motor de vida”*

“los amo”

AGRADECIMIENTOS

La autora expresa sus agradecimientos a:

La Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, la escuela de Posgrados de Ingeniería y Docentes por haberme proporcionado una formación integra como profesional, por mantener sus puertas abiertas y poder alcanzar un logro más en mi vida como Magister en metalurgia y ciencia de los materiales.

Mi director Ph.D Enrique Vera López por su apoyo, colaboración y amistad para el desarrollo de la investigación y Tesis.

Mi codirector Ph.D Gabriel Peña Rodríguez por su apoyo, dedicación y motivación incondicional para llevar a cabo el desarrollo de éste trabajo de investigación.

La Dra. Yaneth Pineda Triana por su asesoría y apoyo durante el desarrollo de la Investigación del proyecto.

El personal del INCITEMA, principalmente a mis amigos del área de fluidos por su gran colaboración, apoyo y amistad incondicional. Igualmente, a mis compañeros del área de Análisis de Falla.

El grupo GIEM (Grupo de Investigación y Evaluación de Materiales) - UPTC, al Grupo GITEC (Grupo de Investigación en Tecnología Cerámica) - UFPS y al Proyecto de Colciencias BPIN 201300100206: "Aprovechamiento de recursos minero-energéticos y generación de un modelo de planeación para la prospección y explotación de minerales del Departamento de Boyacá", por brindarme su apoyo y los medios para el desarrollo de este proyecto.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	17
1. OBJETIVOS	19
1.1 OBJETIVO GENERAL	19
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
2. MARCO REFERENCIAL	20
2.1 MINERALES ARCILLOSOS	20
2.1.1 Grupos de minerales arcillosos	21
2.1.1.1 Arcillas caoliníticas	22
2.2 TIERRAS DIATOMÁCEAS	23
2.3 CARBONATO DE CALCIO	27
2.4 SILICATO DE SODIO	28
2.5 LOS MEDIOS POROSOS	28
2.5.1 Poros	29
2.5.2 Cerámica porosa	30
2.5.3 Modelos de conformado de cerámicas porosas	31
2.5.3.1 Método de réplica	32
2.6 TORTUOSIDAD	32
2.7 TRANSFERENCIA DE CALOR	34
2.7.1 Conductividad térmica	35
2.7.1.1 Teoría de KD2-PRO	36
2.8 MODELOS TEÓRICOS EXISTENTES	37
2.8.1 Limitación de los modelos	38
2.8.1.1 Modelo de Maxwell	39
2.8.1.2 Modelo de Rayleigh	40
2.8.1.3 Extensiones del modelo de Rayleigh	41
2.8.1.4 Modelo de Woodside	41
2.8.1.5 Modelo de Zehner y Schlunder	42
2.9 ESTADO DEL ARTE	43
3. DISEÑO METODOLÓGICO	47
3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	48
3.2 SELECCIÓN DE MATERIAS PRIMAS Y ELABORACIÓN DE PROBETAS	48
3.2.1 Proceso de elaboración de las cerámicas porosas	49
3.2.1.1 Paso 1: Tiempo de inmersión	49
3.2.1.2 Paso 2: Preparación de las probetas de espuma	49
3.2.1.3 Paso 3: Preparación de la pasta cerámica o barbotina	49
3.2.1.4 Paso 4: Proceso de secado a temperatura ambiente	54
3.2.1.5 Paso 5: Proceso de secado en estufa de circulación forzada	55
3.2.1.6 Paso 6: Proceso de cocción o sinterización en Mufla eléctrica MAT	56

3.2.1.7 Paso 7: Posterior al proceso de cocción	57
3.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	58
3.3.1 Caracterización de propiedades químicas	58
3.3.1.1 Análisis por FRX	58
3.3.1.2 Microanálisis por SEM-EDS	59
3.3.2 Caracterización morfológica	59
3.3.2.1 Análisis de microscopía óptica	60
3.3.2.2 Análisis por SEM	60
3.3.3 Caracterización de las propiedades mecánicas	60
3.3.3.1 Análisis de Resistencia mecánica a la flexión	60
3.3.4 Caracterización de propiedades físicas	61
3.3.4.1 Determinación de la viscosidad de la barbotina	61
3.3.4.2 Análisis por DRX	62
3.3.4.3 Análisis de absorción de agua	62
3.3.4.4 Análisis de porosidad	62
3.3.4.5 Análisis de tortuosidad	63
3.3.4.6 Análisis de conductividad térmica	63
3.3.5 Análisis fisicoquímico de aguas	64
3.3.5.1 Análisis de pH	64
3.3.5.2 Análisis de color	65
3.3.5.3 Análisis de turbidez	65
3.3.5.4 Análisis de acidez total	65
3.3.5.5 Análisis de alcalinidad	66
3.3.5.6 Análisis de cloruros	67
3.3.5.7 Análisis de dureza total	67
3.3.5.8 Análisis de dureza cálcica	67
3.3.5.9 Análisis de hierro total	68
3.3.5.10 Análisis de sulfatos	68
3.3.5.11 Análisis de sólidos suspendidos totales (SST)	69
3.3.5.12 Análisis de sólidos disueltos totales (SDT)	70
3.3.5.13 Análisis de sólidos totales (ST)	70
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS	72
4.1 ELABORACIÓN DE PROBETAS	72
4.1.1 Determinación de la viscosidad de la barbotina.	72
4.1.2 Cálculos para la determinación de Pérdida de masa, contracción lineal y densidad del material	72
4.2 PROTOTIPOS DE LOS FILTROS CERÁMICOS POROSOS	74
4.2.1 Cálculos para las muestras	75
4.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS CERÁMICAS POROSAS	77
4.3.1 Caracterización de propiedades químicas	77
4.3.1.1 Composición química del Caolín por FRX	77
4.3.1.2 Composición química de la Diatomita por FRX	77
4.3.1.3 Composición química del Carbonato de Calcio por FRX	78
4.3.1.4 Composición química de la Barbotina por FRX	78

4.3.2	Microanálisis de composición química por EDS	80
4.3.2.1	Caolín	80
4.3.2.2	Diatomita	80
4.3.2.3	Carbonato de calcio	81
4.3.2.4	Barbotina	82
4.3.2.5	Cerámica porosa	83
4.3.3	Caracterización por microscopia electrónica de barrido - SEM (Scanning Electron Microscope)	84
4.3.3.1	Análisis del caolín	84
4.3.3.2	Análisis de la Diatomita	85
4.3.3.3	Análisis del Carbonato de calcio	87
4.3.4	Caracterización morfológica	88
4.3.4.1	Análisis de microscopia óptica de las espumas	88
4.3.4.2	Análisis de microscopia óptica de las probetas	90
4.3.4.3	Análisis por microscopia electrónica de barrido - SEM (Scanning Electron Microscope)	91
4.3.5	Caracterización de las propiedades mecánicas	97
4.3.5.1	Análisis de resistencia mecánica a la flexión	97
4.3.6	Caracterización de las propiedades físicas	100
4.3.6.1	Análisis por DRX	100
4.3.6.2	Análisis de Absorción de agua	108
4.3.6.3	Determinación de masa, volumen y densidad aparente y absoluta	109
4.3.6.4	Factor de porosidad(ϕ)	109
4.3.6.5	Análisis de Tortuosidad	110
4.3.6.6	Conductividad térmica	112
4.3.7	Proceso de filtración con los prototipos de cerámicos porosos	115
4.3.7.1	Montaje de los filtros	115
5.	CONCLUSIONES	122
6.	RECOMENDACIONES	125
	BIBLIOGRAFÍA	126

LISTA DE CUADROS

	pág.
Cuadro 1. Clasificación de los poros de acuerdo a su dimensión transversal w	30
Cuadro 2. Densidades de las espumas empleadas en la elaboración de las cerámicas porosas	48
Cuadro 3. Datos de los pesos de gotas de silicato de sodio	52
Cuadro 4. Relación de número de gotas, densidad y tiempo	53
Cuadro 5. Masas de probetas en verde	55
Cuadro 6. Relación de datos	55
Cuadro 7. Masas de probetas posteriores al secado en horno a 100°C	56
Cuadro 8. Masas de probetas posteriores a la cocción en horno a 1200°C	57
Cuadro 9. Datos de viscosidades	72
Cuadro 10. Datos pérdida de masa y contracción lineal del procesamiento de las probetas de las seis muestras de cerámica	73
Cuadro 11. Promedios de los resultados para las muestras 1, 2, 3, 4, 5 y 6	74
Cuadro 12. Resultados de los pesos de las muestras 1, 2, 3, 4, 5, 6 y MP (Muestra patrón)	75
Cuadro 13. Datos del procesamiento de las probetas de las muestras	76
Cuadro 14. Promedios de los resultados	76
Cuadro 15. Resultados de los análisis por FRX de las materias primas	79
Cuadro 16. Resultados de análisis de morfología de las espumas	90
Cuadro 17. Tamaño promedio de poro de las seis muestras	90
Cuadro 18. Parámetros iniciales de la máquina universal y mordazas	98
Cuadro 19. Resultados del ensayo de flexión a las muestras 1, 2, 3, 4, 5 y 6	100
Cuadro 20. Resultado del ensayo de DRX del Caolín	101
Cuadro 21. Resultado del ensayo de DRX de la Diatomita	103
Cuadro 22. Resultado del ensayo de DRX del Carbonato de Calcio	105
Cuadro 23. Resultado del ensayo de DRX de la Barbotina	107
Cuadro 24. Absorción de agua de las muestras	108
Cuadro 25. Masa, volumen y densidad aparente y absoluta de las muestras	109
Cuadro 26. Factor de porosidad de las muestras	110
Cuadro 27. Resultados de la prueba de tortuosidad a las seis muestras	111
Cuadro 28. Resultados del factor de tortuosidad de las muestras	111
Cuadro 29. Conductividad y resistividad térmica efectiva las muestra	113
Cuadro 30. Tiempos de filtración de la muestra de agua con cada prototipo	117
Cuadro 31. Parámetros y resultados de los análisis fisicoquímicos de aguas y ST, SST, SDT de acuerdo al "Standard Methods"	118

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Arcillas	20
Figura 2. Minerales de arcilla. (a) Caolinita, (b) Halosita, (c) Illita, (d) Montmorillonita, (e) Vermiculita	21
Figura 3. Muestra de caolín de la empresa Minerales Boyacá Ltda	22
Figura 4. Muestra de Diatomita proveniente del Sector “El Pino”	24
Figura 5. Yacimientos de Diatomita en Boyacá	24
Figura 6. Muestra de Carbonato de calcio (CaCO ₃) de la empresa Minerales de Boyacá	27
Figura 7. Silicato de sodio	28
Figura 8. Representación del espacio poroso mediante sitios y enlaces	29
Figura 9. Muestras de Cerámicas porosas a nivel industrial	30
Figura 10. Líneas de corriente del flujo	33
Figura 11. Conductividad térmica de materiales cerámicos	35
Figura 12. Comparación de las predicciones del modelo de Zehner y Schlunder (1970) con los datos de Nozad (1985)	43
Figura 13. Diagrama Metodológico implementado para el estudio de la Conductividad y resistividad térmica en cerámicas porosas	47
Figura 14. Muestras de Caolín, Diatomita, Carbonato de calcio y tipos de espumas empleadas como materias primas	49
Figura 15. Dimensiones de la espuma	50
Figura 16. Materias primas	50
Figura 17. Mezcla de materias primas	51
Figura 18. Mezclado de la barbotina e inmersión de la espuma para elaborar las probetas	52
Figura 19. Proceso de secado de probetas	54
Figura 20. Probeta con marcas para determinar contracción del material	55
Figura 21. Temperatura vs. Tiempo de sinterización	57
Figura 22. Fluorescencia de Rayos X	58
Figura 23. Microscopio electrónico de barrido, modelo EVO MA10	59
Figura 24. Preparación de polvos en los portamuestras	59
Figura 25. Microscopio óptico de alta resolución Leica, Modelo: DVM 2500	60
Figura 26. Máquina de Ensayos Electromecánica Universal de 500KN	61
Figura 27. Viscosímetro Brookfield	61
Figura 28. Difractómetro de Rayos X	62
Figura 29. KD2 - PRO	64
Figura 30. Determinación del pH	64
Figura 31. Determinación de color en las muestras de aguas	65
Figura 32. Determinación de turbidez de cada muestra de agua	65
Figura 33. Determinación de la acidez de todas las muestras de aguas	66
Figura 34. Determinación de alcalinidad de las muestras de aguas	66
Figura 35. Determinación de cloruros de las muestras de aguas	67
Figura 36. Determinación de Dureza total de las muestras de aguas	67

Figura 37. Determinación de dureza cálcica de las muestras de aguas	68
Figura 38. Determinación de hierro total	68
Figura 39. Determinación de sulfatos	69
Figura 40. Filtración de las muestras de aguas	69
Figura 41. Filtración de las muestras de aguas	70
Figura 42. Filtración de las muestras de aguas	71
Figura 43. Filtros cerámicos sinterizados	75
Figura 44. Composición química del Caolín, usando FRX	77
Figura 45. Composición química de la Diatomita, usando FRX	78
Figura 46. Composición química del Carbonato de Calcio (CaCO ₃) por FRX	78
Figura 47. Composición química de la Barbotina, usando FRX	79
Figura 48. Microanálisis por EDS del Caolín	80
Figura 49. Microanálisis por EDS de la Diatomita	81
Figura 50. Microanálisis por EDS del Carbonato de calcio	82
Figura 51. Microanálisis por EDS de la Barbotina	83
Figura 52. Microanálisis por EDS de la probeta.	84
Figura 53. Micrografía de la porosidad del caolín usando SEM a 2000X y 10000X	85
Figura 54. Micrografía de la porosidad de la Diatomita usando SEM a 4000X, 5000X, 6000X y 12000X	86
Figura 55. Micrografía de la porosidad del carbonato de calcio usando SEM a 2000X y 10000X	87
Figura 56. Micrografía de la porosidad de la Barbotina usando SEM a 2000X, 3000X y 5000X	88
Figura 57. Identificación de 6 tipos de densidades de espumas y preparación previa	89
Figura 58. Microestructura de las seis espumas de poliuretano a 40X	89
Figura 59. Micrografías de la porosidad de las cerámicas porosas	91
Figura 60. Microestructura de la muestra 1 con SE tomadas a: A) 50X, B) 2000X y C) 1000X	92
Figura 61. Microestructura de la muestra 2 con SE tomadas a: A) 50X, B) 500X y C) 1000X	93
Figura 62. Microestructura de la muestra 3 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X	94
Figura 63. Microestructura de la muestra 4 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X	95
Figura 64. Microestructura de la muestra 5 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X	96
Figura 65. Microestructura de la muestra 6 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X.	97
Figura 66. Montaje de una probeta de cada muestra	98
Figura 67. Resultados curva esfuerzo - deformación de las seis probetas	99
Figura 68. Especies presentes en la muestra analizada de Caolín	100
Figura 69. Diagrama de resultados de composición porcentual del Caolín	101

Figura 70. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada de Caolín	102
Figura 71. Especies presentes en la muestra analizada de Diatomita	102
Figura 72. Diagrama de resultados de composición porcentual de la muestra analizada de la Diatomita	103
Figura 73. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada de la Diatomita	104
Figura 74. Especies presentes en la muestra de Carbonato de Calcio	104
Figura 75. Diagrama de resultados de composición porcentual de la muestra analizada del Carbonato de Calcio	105
Figura 76. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada del Carbonato de Calcio	106
Figura 77. Especies presentes en la muestra analizada de Barbotina	106
Figura 78. Diagrama de resultados de composición porcentual de la muestra analizada de la Barbotina	107
Figura 79. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada de la Barbotina	108
Figura 80. Montaje del ensayo electroquímico para la determinación del Factor de formación (F)	111
Figura 81. Equipo KD2-PRO y sensor de aguja TR-1	112
Figura 82. Comportamiento de K_e/T vs K_e/ϕ	114
Figura 83. Recolección de agua del río Jordán	115
Figura 84. Proceso de filtración	116
Figura 85. Filtración del filtro patrón	116

GLOSARIO

CERÁMICA POROSA¹: la mayoría de cerámicas técnicas se utilizan en su forma totalmente densa, pero las cerámicas porosas también pueden resultar útiles. Las cerámicas porosas encuentran usos en aplicaciones de filtración, aislamiento, sensores y refractarias, en las que la porosidad del material proporciona una mejorada resistencia al choque térmico. Pueden producirse en diferentes formas, incluyendo espumas y rejillas. Los materiales típicos que pueden ser producidos en forma porosa incluyen óxidos tales como la alúmina y el dióxido de circonio y materiales no óxidos tales como carburos y nitruros. Una combinación de baja densidad y buena resistencia se traduce en que las cerámicas porosas también pueden utilizarse como sustitutas ligeras en aplicaciones estructurales.

POROSIDAD²: la porosidad o fracción de huecos es una medida de espacios vacíos en un material, y es una fracción del volumen de huecos sobre el volumen total, entre 0-1, o como un porcentaje entre 0-100%. El término se utiliza en varios campos, incluyendo farmacia, cerámica, metalurgia, materiales, fabricación, ciencias de la tierra, mecánica de suelos e ingeniería.

TORTUOSIDAD³: la tortuosidad τ , la que es usualmente definida como la razón entre la longitud real que debe recorrer una partícula de fluido para unir dos puntos en el seno del medio poroso y la distancia en línea recta entre dichos puntos.

CONDUCTIVIDAD TÉRMICA⁴: La Conductividad Térmica (λ con unidades W/(m•K) describe el transporte de energía - en forma de calor - a través de un cuerpo con masa como resultado de un gradiente de temperatura (figura 1). De acuerdo con la segunda ley de la termodinámica, el calor siempre fluye en la dirección de la temperatura más baja.

RESISTIVIDAD TÉRMICA⁵: La resistividad térmica es una propiedad física de los materiales que mide la capacidad de oponerse al paso del calor. En otras palabras la resistividad térmica es también la capacidad de una sustancia oponerse a la transferencia de energía cinética de sus moléculas a otras moléculas adyacentes o a sustancias con las que no está en contacto. En el Sistema Internacional de Unidades la resistividad térmica se mide en (K•m)/W.

¹ GOODFELLOW. Cerámicas porosas [en línea]. s.l.: El autor, s.f. [citado el 10-07-16]. Disponible en: <http://www.goodfellow-ceramics.com/sp/productos/ceramicas/ceramicas-porosas/>

² FUNDACIÓN WIKIMEDIA. Porosidad [en línea]. s.l.: El autor, 2016. [citado el 10-07-16]. Disponible en: <https://es.wikipedia.org/wiki/Porosidad>

³ LÓPEZ, Raúl Horacio. Caracterización de medios porosos y procesos percolativos y de transporte. Tesis de Doctorado. San Luis, Argentina: Universidad de San Luis, 2004.

⁴ NETZSCH. Definición de conductividad térmica [en línea]. s.l.: El autor, s.f. [citado el 08-07-16]. Disponible en: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/es/landing-pages/definicion-de-conductividad-termica/>

⁵ FUNDACIÓN WIKIMEDIA. Resistividad térmica [en línea]. s.l.: El autor, 2016. [citado el 10-07-16]. Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Resistividad_termica

RESUMEN

En la actualidad, los medios porosos son ampliamente utilizados en aplicaciones tecnológicas, como barreras térmicas y aislantes acústicos, siendo responsable del amortiguamiento el aire que se aloja en las porosidades, lo cual es debido a la baja conductividad térmica del aire (0,024 W/m °C). Dentro de estos medios porosos, se encuentran las cerámicas, las cuales pueden ser elaboradas por diferentes métodos, entre los que se encuentra el de réplica usando espumas poliméricas, las cuales al someterse al tratamiento térmico inducen la porosidad, la cual es la encargada de alojar la fase gaseosa que sirve de aislante térmico⁶.

En el presente proyecto se estudiaron los fenómenos de transporte de calor mediante la determinación de la conductividad y resistividad térmica efectiva en cerámicas porosas, a base de caolines y tierras diatomáceas de la región de Boyacá en función de la porosidad, tortuosidad, morfología y estructura de las muestras elaboradas. Dado que en Boyacá no se han estudiado a profundidad las Diatomitas y su alta eficiencia como agentes porosos en el conformado de cerámicas porosas a base de caolines, con el propósito de desarrollar cerámicas porosas con aplicaciones de aislamiento térmico, Acústica y/o usadas como filtros cerámicos para la purificación de aguas residuales y/o ríos. Dentro de los resultados de Conductividad térmica, morfología y estructura de las muestras, se observó que las Diatomitas y la técnica de réplica usadas para el conformado de las cerámicas, aportan grandes porosidades a las cerámicas implicando bajas conductividades de calor y gracias a la microestructura formada y las propiedades del caolín retiene gran parte de los contaminantes propios del agua filtrada en el presente trabajo.

Para la elaboración de las probetas se utilizaron mezclas de caolines, tierras diatomáceas y carbonato de calcio (CaCO₃), definidas por porcentajes en peso de 60%, 30% y 10% respectivamente^{7,8} obtenidas de la región de Boyacá. El conformado de las muestras será usando el método de réplica por inmersión de la barbotina de la mezcla anterior en diferentes tipos de espumas de poliuretano (PU).

Una vez elaboradas las muestras porosas se sometieron a un proceso de secado a temperatura ambiente por 24 horas aproximadamente y en estufa de circulación

⁶ ROSA, D. S.; SALVINI, V. R. e PANDOLFELLI, V. C. Processamento e avaliação das propriedades de tubos cerâmicos porosos para microfiltração de emulsões. En: Cerâmica. 2006. vol. 52, no. 322, p. 167-171.

⁷ USECHE ARCINIEGAS, Víctor Julio. Propiedades termofísicas en polvos de arcillas rojas obtenidas por secado Spray-Dried. Tesis de Maestría en Física. Pamplona, Colombia: Universidad de Pamplona, 2009.

⁸ PEÑA RODRÍGUEZ, Gabriel, MIRANDA Adeldo y SANTAFÉ, Germán. Efecto de la temperatura y tiempo de cocción en la porosidad de mezclas a base de arcillas de caolines. En: Revista Colombiana de Física. Enero, 2009. vol. 41, no. 1, p. 27-30.

forzada a 110°C hasta que la masa fuera constante, este proceso tardó aproximadamente 24 horas. El proceso de cocción o sinterización se realizó en una mufla eléctrica a temperatura máxima de 1200°C por 5 horas aproximadamente.

La conductividad (k) y resistividad térmica (R) a temperatura ambiente, serán determinadas usando el sistema KD2-PRO y el sensor TR-1⁹, el cual funciona con el principio físico de flujo lineal transitorio de calor, siguiendo la Norma ASTM D5334-14¹⁰. La porosidad (ϕ) y morfología serán estudiadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), y la estructura cristalina usando Difracción de Rayos X (DRX), la tortuosidad (T)¹¹ se hallará a partir de la porosidad y la razón entre la resistividad eléctrica de la muestra saturada por un electrolito conocido, y la resistividad del solo electrolito.

Dado lo anterior, en el presente trabajo se reporta el comportamiento de la conductividad y resistividad térmica en función de la porosidad, para las cerámicas porosas elaboradas, y correlacionarlas con los modelos teóricos existentes, dando valor agregado a estos materiales para aplicaciones tecnológicas en procesos de filtración y de aislamiento térmico, entre otros.

⁹ DECAGON DEVICES. KD2 Pro Thermal Properties Analyzer: Operator's Manual, Version 4. 2365 NE Hopkins Ct., Pullman WA 99163, USA, 2006.

¹⁰ ASTM INTERNATIONAL. Standard test method for determination of thermal conductivity of soil and soft rock by thermal needle probe procedure. ASTM D5334-14. West Conshohocken, PA: ASTM, 2014.

¹¹ MACIEJ, Matyka and ZBIGNIEW, Koza. How to calculate tortuosity easily?. In: AIP Conference Proceedings. March, 2012. no. 1453, p. 17-22.

INTRODUCCIÓN

El Departamento de Boyacá es principalmente productor de carbón térmico y coquizable, esmeraldas, calizas, yeso, hierro, roca fosfórica, mármol, diatomitas, arcillas incluyendo caolín, materiales de construcción, puzolanas, los productos minerales como el coque, y piedras preciosas que tienen una alta participación en las exportaciones del departamento. Productos como el mineral de hierro y la caliza son la materia prima de las dos principales industrias del departamento: la siderúrgica y la cementera¹². Dentro de los principales depósitos de diatomitas en Boyacá, se encuentran ocho en el municipio de Siachoque (cinco sobre las formaciones Labor, Tierna y Plaeners; sectores: El Llanito, Piedra Cruz), tres en Tunja (sectores: Xativilla, La Macarena y barrios: Patriotas y El Curubal, y la doble Calzada) y dos en Chivatá (sectores: San José y El Pino)^{13,14,15,16}.

Teniendo en cuenta la información anterior, y considerando que en la industria se ha incrementado la demanda de cerámicos porosos para usos como: filtración y microfiltración de agua y aceites, soportes de catalizadores, en el área biomédica, en la bioremediación de suelos, sensores, procesos de refinación, en cultivos, en arquitectura, en construcción, en electrónica y aeronáutica, entre otros^{17,18,19}.

El objetivo del presente trabajo es elaborar y caracterizar cerámicas porosas a partir de polvos de caolines y tierras diatomáceas pasante a malla N.500 (tamaño de partícula $\leq 25 \mu\text{m}$) de la región de Boyacá, conformadas por el método de réplica mediante la inmersión de la barbotina compuesta por Caolín 60%, diatomita 30%, carbonato de calcio 10% en seis diferentes tipos de espumas de poliuretano (PU). Esta proporción de materias primas reporta una porosidad entre 70 y 80% para las cerámicas porosas, las cuales son altamente utilizadas en la industria para microfiltración de aguas^{20,21}. Una vez elaboradas las muestras

¹² GOBERNACIÓN DE BOYACÁ. Plan de desarrollo 2016-2019. Tunja: Secretaría de Minas y Energía, 2016. p. 293-280.

¹³ GAVIDIA ALBARRACÍN, Oscar Armando; MUÑOZ YÁNEZ, Mery Luz y NARANJO MERCHÁN, Wilson Enairo. Disposición y descripción de las manifestaciones de diatomita, sector Tunja-Chivatá (Boyacá, Colombia). En: Revista I²+D. Julio, 2007. vol. 4, no. 1, p. 35-40.

¹⁴ GUACANEME BERBEO, John Jairo. Zonificación de suelos en superficie de la ciudad de Tunja, Colombia. En: Revista Épsilon. Enero-junio, 2006. no. 6, p. 29-44.

¹⁵ NARANJO MERCHÁN, Wilson; GAVIRIA MELO, Sergio y MANOSALVA SÁNCHEZ, Sandra. Mineralogía y geoquímica de diatomitas (Boyacá, Colombia). En: Geología Colombiana. Diciembre, 2007. vol. 32, p. 77-88.

¹⁶ GAVIDIA ALBARRACÍN, MUÑOZ YÁNEZ y NARANJO MERCHÁN, Op. cit.

¹⁷ RODRÍGUEZ, Rosa María, et al. Conformado de un material denso-poroso a base de alúmina: desarrollo del proceso. En: Universidad, Ciencia y Tecnología. Marzo, 2012. vol. 16, no. 62.

¹⁸ SANDOVAL, M. L., et al. Sinterización por microondas de precursores cerámicos de Cordierita obtenidos por consolidación directa con almidón. En: 53º Congreso Brasileiro de Cerámica. Guarujá, SP, Brasil, 2009.

¹⁹ IN-KOOK, Jun; YOUNG-HAG, Koh and HYOUN-EE, Kim. Fabrication of ultrahigh porosity ceramics with biaxial pore channels. In: Materials Letters. 2006. vol. 60, p. 878-882.

²⁰ PEÑA RODRÍGUEZ, MIRANDA y SANTAFÉ, Op. cit.

porosas se sometieron al proceso de secado a temperatura ambiente y luego en estufa de circulación forzada a 110°C por 24 horas aproximadamente. El proceso de cocción se llevó a cabo en mufla eléctrica a temperatura máxima de 1200°C por 5 horas aproximadamente.

En la región de Boyacá, no se tiene un amplio conocimiento del uso potencial de las arcillas y diatomitas para elaborar cerámicas porosas, que permitan dar valor agregado a los productos cerámicos de la región, en aplicaciones como aislantes térmicos, acústicos, o en procesos de filtración.

Por lo anterior, en esta investigación, se pretende elaborar cerámicas porosas usando arcillas caolinitas y tierras diatomáceas de la región de Boyacá, para lo cual se utilizará el método de réplica usando espumas de poliuretano de diferentes densidades, permitiendo así aportar diferentes porosidades, con el objeto de estudiar los fenómenos de transporte de calor en estado estacionario (conductividad térmica y resistividad térmica efectiva), en función de parámetros como la morfología, porosidad, y tortuosidad entre otros.

²¹ USECHE ARCINIEGAS, Op. cit.

1. OBJETIVOS

A continuación se describen los objetivos que enmarcan la realización de esta investigación.

1.1 OBJETIVO GENERAL

Analizar los fenómenos de transporte de calor (conductividad y resistividad térmica) a temperatura ambiente a través de cerámicas porosas elaboradas por método de réplica mediante la inmersión de barbotinas de caolines y tierras diatomáceas de la región de Boyacá en diferentes tipos de espumas de poliuretano sinterizadas a una temperatura máxima de 1200°C.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Elaborar cerámicas porosas usando caolines, tierras diatomáceas y carbonato de calcio con tamaños de partícula pasante tamiz N.500 (tamaño de partícula $\leq 25 \mu\text{m}$) de la región de Boyacá usando el método de réplica por inmersión de barbotina en diferentes tipos de espumas de poliuretano.
- Determinar la conductividad y resistividad térmica a temperatura ambiente, así como la porosidad, tortuosidad, morfología y estructura de las cerámicas porosas elaboradas.
- Analizar e interpretar los resultados de la conductividad térmica en función de los modelos teóricos existentes que involucran los parámetros de porosidad, tortuosidad, morfología y estructura.
- Fabricar un prototipo de filtro y evaluar su aplicación en condiciones reales de un proceso de filtración de un líquido.

2. MARCO REFERENCIAL

En este numeral se indican las bases teóricas y el estado del arte que fundamentan el estudio de la conductividad y resistividad térmica de las cerámicas porosas fabricadas a partir de caolines, diatomita y carbonato de calcio de la región de Boyacá.

2.1 MINERALES ARCILLOSOS

Los minerales arcillosos son filosilicatos de aluminio hidratados, a veces con cantidades variables de hierro, magnesio, metales alcalinos, tierras alcalinas y otros cationes²² (figura 1). Las propiedades de las arcillas son consecuencia de sus características estructurales, por esto es importante conocer dicha estructura de los filosilicatos para comprender sus propiedades y en que posibles aplicaciones puedan ser usadas. Los filosilicatos que componen las arcillas pertenecen fundamentalmente los grupos de: Caolinita, Mica (Illita), Esmectita (Montmorillonita, Beidellita, Bentonita), Vermiculita, Clorita²³.

Figura 1. Arcillas.



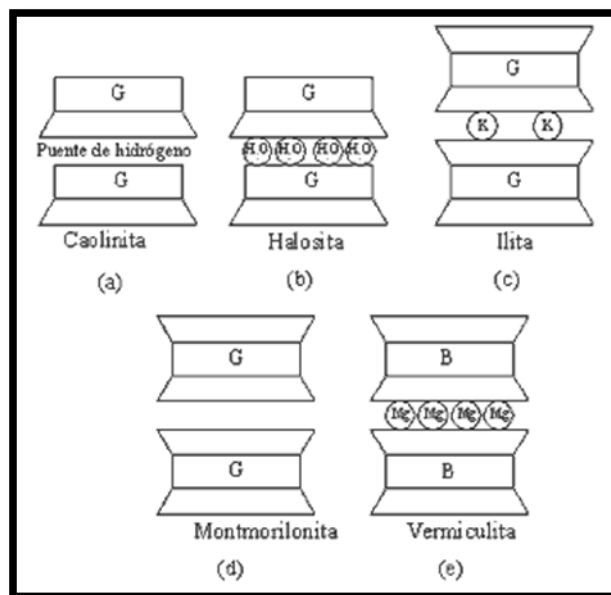
Fuente: MATERIALES DE INGENIERIA. Importancia de las arcillas en las industrias. [en línea]. Colombia: El autor, 2015. [Citado el 01-05-18]. Disponible en: <https://mdicecar.wordpress.com/2015/03/14/importancia-de-las-arcillas-en-las-industrias/>

²² ECURED. Minerales de arcilla [en línea]. Cuba: El autor, s.f. [citado el 10-06-16]. Disponible en: https://www.ecured.cu/Minerales_de_arcilla

²³ MITCHELL, James K. and SOGA, Kenichi. Fundamentals of soil behavior. New Jersey, USA: John Wiley & Sons, 2005.

2.1.1 Grupos de minerales arcillosos²⁴. Dentro de los grupos de minerales arcillosos se encuentran cuatro realmente importantes, algunos de ellos se muestran en la figura 2.

Figura 2. Minerales de arcilla. (a) Caolinita, (b) Halosita, (c) Illita, (d) Montmorillonita, (e) Vermiculita.



Fuente: INGENIERÍA CIVIL. Estructura de los minerales de arcilla [en línea]. s.l.: El autor, 2010. [citado el 18-06-16]. Disponible en: <http://www.ingenierocivilinfo.com/2010/12/estructura-de-los-minerales-de-arcilla.html>

- **Grupo caolín o caolinita $[\text{Al}_2(\text{OH})_4(\text{Si}_2\text{O}_5)]$.** En este grupo se encuentran la caolinita, dickita, halosita y nacrita. Algunas fuentes incluyen al grupo serpentinas por sus similitudes estructurales (Bailey 1980). Las caolinitas son producto de la meteorización del feldespato ortoclasa proveniente del granito y comúnmente se encuentran en suelos compuestos de sedimento. La caolinita se presenta en hojuelas hexagonales de tamaño pequeño, su estructura consiste en una distribución de dos láminas de sílice y gibsita fuertemente enlazadas (figura 2a). La Halosita tiene laminas en forma tubular enlazadas por moléculas de agua, como se muestra en la figura 2b.
- **Grupo mica arcillosa fundamentalmente illita $(\text{K}(\text{OH})_2\text{Al}_2(\text{Si}_3\text{AlO}_{10}))$.** Incluye a las micas arcillosas, en este la Illita es el único mineral. La Illita se presenta en forma de hojuelas y su estructura consiste en arreglos de tres láminas de gibsita

²⁴ BARBOZA QUIROZ, Mauro; INFANTE QUISPES, Atalías y QUISPE CHILÓN, Manuel. Yacimientos no metálicos [en línea]. Trabajo de grado. Perú: Universidad Nacional de Cajamarca. Facultad de Ingeniería, 2010.

con los iones de K proporcionando el enlace entre laminas adyacentes de sílice como se muestra en la figura 2c.

- **Grupo esmectita o montmorillonita ($Al_2(OH)_2[Si_4O_{10}]$).** Incluye pirofilita, talco, vermiculita, sauconita, saponita, nontronita y montmorillonita. Su estructura consiste en distribuciones de tres laminas, cuya lamina octaédrica intermedia es casi siempre gibsita o en otro caso brucita. Diversos enlaces metálicos además del potasio (K) forman enlaces débiles entre las láminas como se muestra en la figura 2d.
- **Grupo vermiculita.** Incluye una amplia variedad de minerales similares con considerable variación química, como la Clorita y Biotita. La estructura de la vermiculita es similar a la montmorillonita, excepto que los cationes que proporcionan los enlaces entre láminas son predominantemente Mg, acompañados por algunas moléculas de agua como se figura 2e.

2.1.1.1 Arcillas caoliníticas. El caolín (figura 3) es un silicato de aluminio hidratado, producto de la descomposición de rocas feldespáticas principalmente. Esta arcilla se puede encontrar en los minerales caolinita, dickita, haloisita y nacrita. La caolinita se presenta en hojuelas hexagonales de tamaño pequeño. Entre las propiedades más importantes son su blancura, su inercia ante agentes químicos, es inodoro, aislante eléctrico, moldeable y de fácil extrusión, resiste altas temperaturas, no es tóxico ni abrasivo y tiene elevada refractariedad y facilidad de dispersión. Además, tiene gran poder cubriente, baja viscosidad en altos porcentajes de sólidos y absorbente, ya que los caolines permiten la fijación por adsorción de sustancias como lecitina, quinolina, proteínas, bacterias y virus²⁵.

Figura 3. Muestra de caolín de la empresa Minerales Boyacá Ltda.



Fuente: Autora.

²⁵ PEÑA RODRÍGUEZ, MIRANDA y SANTAFÉ, Op. cit.

El caolín es uno de los minerales más importantes actualmente, visto desde las amplias aplicaciones industriales en las que se pueden desarrollar múltiples investigaciones con miras a ser desarrollada en nuevas aplicaciones tecnológicas.

Dentro de las posibles aplicaciones se encuentran la industria cerámica para usos de microfiltración y filtración de aguas, gases, aceites, entre otros, así como membranas para soporte de catalizadores, aislantes térmicos y acústicos, en agricultura como reemplazo de suelo para cultivos de hortalizas, legumbres entre otras, en aeronáutica, en arquitectura con el desarrollo de la nueva tendencia del paisajismo (jardines verticales), como revestimientos de hornos donde la composición química de estas no afecte las condiciones del horno, entre otras.

Este mineral ha sido utilizado desde la antigüedad para diversos usos, ya en el siglo XVI adquirió fama en la industria de la porcelana fabricada a base de pastas cerámicas ricas en caolín. Dentro de los principales usos y aplicaciones del caolín en las industrias, es utilizado en el vidrio, pinturas, refractarios, aislantes, filtración, soporte de catalizadores en diferentes procesos químicos, papel, construcción, eléctrica, cemento, caucho, hules, plásticos, cerámicas, refractarios, agroquímica, farmacéutica, cosmética, alimenticia, entre otras^{26,27}.

2.2 TIERRAS DIATOMÁCEAS^{28,29}

Las Diatomeas o Bacillaryophyta son un grupo de algas unicelulares microscópicas, tienen como característica distintiva la formación de una pared extracelular de sílice (SiO_2 - óxido de silicio (IV)) llamada Frústula.

La tierra de diatomea es un material inerte no tóxico que contiene una serie de minerales tales como manganeso, magnesio, hierro, titanio, calcio y silicatos entre otros.

De acuerdo con Minas y energía de Boyacá, los principales yacimientos de diatomita en Boyacá se encuentran principalmente en los municipios de Chivatá (Sector: El Pino) y Siachoque.

En la figura 4 se observa la muestra de Diatomita usada en el desarrollo del

²⁶ QUIMINET. Conozca cuáles son las propiedades características del caolín [en línea]. s.l.: El autor, 2013. [citado el 18-06-16]. Disponible en: <https://www.quiminet.com/articulos/conozca-cuales-son-las-propiedades-caracteristicas-del-caolin-3452136.htm>

²⁷ GARCÍA ROMERO, Emilia y SUÁREZ BARRIOS, Mercedes. Las arcillas: propiedades y usos caolín [en línea]. s.l.: Universidad de Salamanca, s.f. [citado el 05-06-16]. Disponible en: <http://campus.usal.es/~delcien/doc/GA.PDF>

²⁸ BRADBURY, Jane. Nature's nanotechnologist: unveiling the secrets of diatoms. *In*: PLOS Biology. October, 2004. vol. 2, no. 10.

²⁹ ALLEN, Andrew E., et al. Evolution and metabolic significance of the urea cycle in photosynthetic diatoms. *In*: Nature. May, 2011. vol. 473, p. 203-207. doi: 10.1038/nature10074.

proyecto, proveniente del Sector “El Pino” del Título Minero 01371-15 en las coordenadas geográficas X:1.091.532 Y:1.106.927 H:2850 msnm, el área de concesión hace parte de las planchas IGAC n° 191-III-C-1 y 191-III-C-3, ubicado en Chivatá, Boyacá (Colombia).

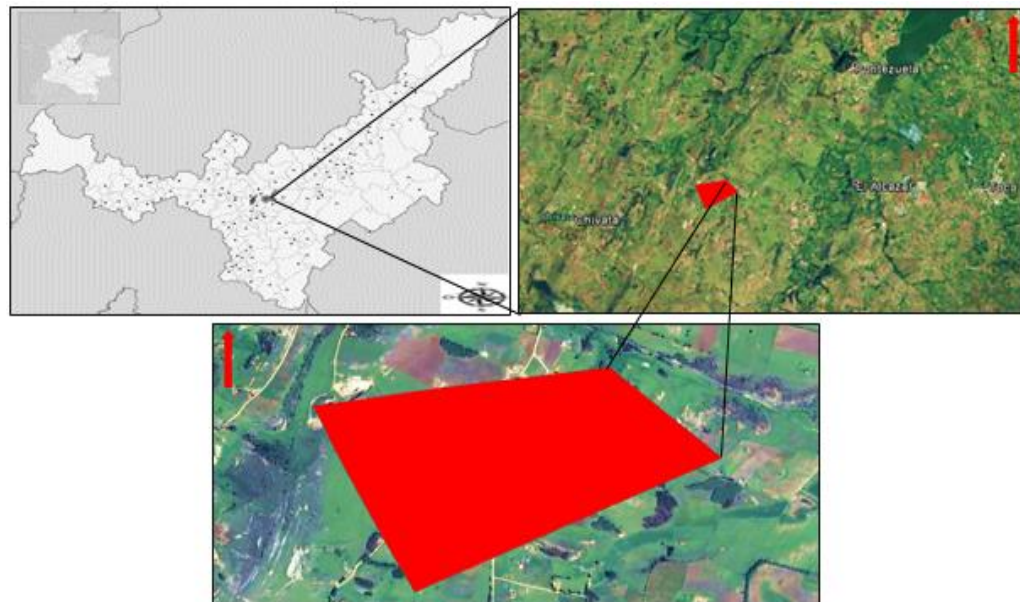
Figura 4. Muestra de Diatomita proveniente del Sector “El Pino” del Título Minero 01371-15.



Fuente: Autora.

En la figura 5 se observan los principales yacimientos de tierras diatomáceas en la región de Boyacá.

Figura 5. Yacimientos de Diatomita en Boyacá.



Fuente: UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA. Proyecto “Aprovechamiento de recursos mineros - energéticos y generación de un modelo de planeación para la prospección y explotación de minerales estratégicos del departamento de Boyacá”. Tunja: Gobernación de Boyacá, 2013. p. 12.

Dentro de las principales aplicaciones de la Diatomea se encuentran las siguientes³⁰:

- **Filtración:** de uso en la industria de la cerveza por su capacidad de ofrecer una excelente brillantez al producto final, así como en la industria vinícola.
- **Aceites y procesamiento alimentario:** gracias a la diatomea se consiguen retener las micropartículas y humedades que permiten obtener un aceite limpio de impurezas en suspensión y la mejora de las propiedades organolépticas.
- **Pinturas y plásticos:** especialmente indicado como carga y como agente matizante en pinturas, plásticos y recubrimientos.
- **Química y farmacéutico:** la pureza de la diatomea mejora el proceso de filtración de la industria química y farmacéutica, siendo capaz de retener sólidos en acorde a su tamaño de partícula y a la pureza requerida.

Se conocen más de 200 géneros y alrededor de 100.000 especies actualmente existentes^{31,32}. El sistema de clasificación más aceptado actualmente es el desarrollado por Simonsen en 1979 y ampliado por Round y colaboradores en 1990. Este sistema se basa en características de la frústula de las diatomeas, como se muestra a continuación:

Clase Coscinodiscophyceae o subclase Coscinodiscophycidae (Round y R.M. Crawford). Estas son diatomeas con valvas de simetría radial (centrales). Se dividen en los siguientes órdenes:

- * Anaulales (Round y R.M.Crawford)
- * Arachnoidiscales (Round)
- * Asterolamprales (Round)
- * Aulacoseirales (R.M.Crawford)
- * Biddulphiales
- * Chaetocerotales (Round y R.M.Crawford)
- * Chrysanthemodiscales (Round)
- * Corethrales (Round y R.M.Crawford)
- * Coscinodiscales (Round)
- * Cymatosirales (Round y R.M.Crawford)
- * Desmomastigales
- * Ethmodiscales (Round)

³⁰ MINAFIL. Aplicaciones diatomea [en línea]. Barcelona: el autor, s.f. [citado el 20-05-16]. Disponible en: www.minafil.com/index.php/es/aplicaciones/diatomea

³¹ BRADBURY, Jane. Nature's nanotechnologist: unveiling the secrets of diatoms. *In*: PLOS Biology. October, 2004. vol. 2, no. 10. <https://doi.org/10.1371/journal.pbio.0020306>

³² ROUND, Frank Eric; CRAWFORD, Richard M. and MANN, David G. The diatoms: biology & morphology of the genera. Cambridge: Cambridge University Press, 1990.

- * Hemiaulales (Round y R.M.Crawford)
- * Leptocylindrales (Round y R.M.Crawford)
- * Lithodesmiales
- * Melosirales (R.M.Crawford)
- * Orthoseirales (R.M.Crawford)
- * Paraliales (R.M.Crawford)
- * Rhizosoleniales
- * Stictocyclales (Round)
- * Stictodiscales (Round y R.M.Crawford)
- * Thalassiosirales
- * Triceratiales (Round y R.M.Crawford)

Clase Fragilariophyceae o subclase Fragilariophycidae (F.E. Round).

Diatomeas cuyas valvas presentan simetría bilateral (pennales) y presentan rafe, una ranura longitudinal.

- * Ardissonaeales (F.E.Round)
- * Climacospheniales (Round)
- * Cyclophorales (Round y R.M.Crawford)
- * Fragilariales (P.C.Silva)
- * Licmophorales (Round)
- * Protoraphidales (Round)
- * Rhabdonematales (Round y R.M.Crawford)
- * Rhaphoneidales (Round)
- * Striatellales (F.E.Round)
- * Tabellariales (Round)
- * Thalassionematales (Round)
- * Toxariales (Round)

Clase Bacillariophyceae o Subclase Bacillariophycidae (D.G. Mann).

Diatomeas con valvas de simetría bilateral y sin rafe.

- * Achnanthes (P.C.Silva)
- * Bacillariales (Hendey)
- * Cymbellales (D.G.Mann)
- * Dictyoneidales (D.G.Mann)
- * Eunotiales (P.C.Silva)
- * Lyrellales (D.G.Mann)
- * Mastogloiales (D.G.Mann)
- * Naviculales (Bessey)
- * Rhopalodiales (D.G.Mann)
- * Surirellales (D.G.Mann)
- * Thalassiophysales (D.G.Mann)

2.3 CARBONATO DE CALCIO³³

El carbonato de calcio (figura 6) es un compuesto químico muy abundante en la naturaleza, que se encuentra en rocas como la calcita, aragonita, vaterita, el mármol entre otras.

Figura 6. Muestra de Carbonato de calcio (CaCO_3) de la empresa Minerales de Boyacá.



Fuente: Autora.

Este producto obtenido de la molienda fina o micronización de calizas extremadamente puras, por lo general con más del 98.5% de contenido en CaCO_3 , dentro del sin número de aplicaciones a nivel industrial se usa como carga para papel, plásticos, en la industria química básica, pintura, adhesivos, vidrio, cerámica, farmacéutica, agropecuaria, cosmética, etc. Este mineral compite con otros minerales como son: la sílice micronizada, el talco, el caolín, la mica y la wollastonita y constantemente se le abren más campos de acción, dentro de las cuales se le atribuyen propiedades a la absorción de aceites.

El Carbonato de calcio se caracteriza por tener las siguientes propiedades³⁴:

- Alta pureza
- Alto grado de blancura
- Bajo índice de refracción
- Baja abrasividad
- Buena dispersabilidad
- Bajo costo

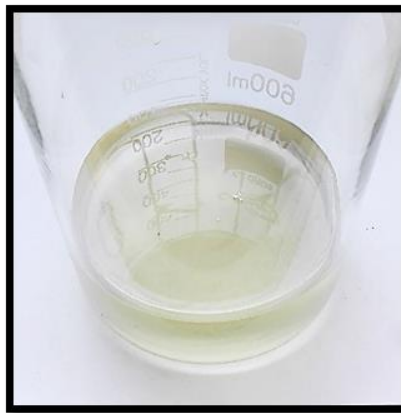
³³ QUIMINET. ¿Qué es el carbonato de calcio? [en línea]. s.l.: El autor, 2006. [citado el 18-06-16]. Disponible en: <https://www.quiminet.com/articulos/que-es-el-carbonato-de-calcio-8240.htm>

³⁴ ECURED. Carbonato de calcio [en línea]. Cuba: El autor, s.f. [citado el 10-06-16]. Disponible en: https://www.ecured.cu/Carbonato_de_calcio

2.4 SILICATO DE SODIO

El silicato de sodio (figura 7), este material es usado como aditivo ya que contribuye a la correcta integración de los materiales en las suspensiones cerámicas, como los agentes surfactantes principalmente el silicato de sodio, y algunas otras sales solubles catiónicas monovalentes (Na_2CO_3) que sirven para dispersar la suspensión cerámica, así como algunos otros añadidos para disminuir contaminaciones presentes en los materiales, como es el caso de BaCO_3 , que disminuye la presencia de sulfatos³⁵.

Figura 7. Silicato de sodio.



Fuente: Autora.

2.5 LOS MEDIOS POROSOS³⁶

Un medio poroso³⁷ es aquel material compuesto por dos fases: una matriz sólida y en su interior un sistema de poros (huecos o vacíos) que pueden o no estar interconectados entre sí. Estos últimos pueden tener geometrías, tamaños y topologías variadas, dependiendo del origen de su formación. La geometría de un sistema poroso describe las formas y tamaños de sus poros, como también la rugosidad y textura de la superficie. Mientras que la topología dice el modo en que dichos poros están conectados entre sí.

Muchas sustancias como rocas, suelos, tejidos finos biológicos (huesos), y materiales artificiales tales como cementos, cerámica pueden ser considerados

³⁵ MELÉNDEZ RODRÍGUEZ, Francisco Javier. Desarrollo de una barbotina cerámica para vaciado de alta presión mediante el uso de la determinación de la permeabilidad en el filtro Baroid. Tesis de Maestría en Ciencias con especialidad en Ingeniería Cerámica. México: Universidad autónoma de Nuevo León. Facultad de Ciencias químicas, 2002.

³⁶ ZAPATA LÓPEZ, Janis. Estudios de flujos multifásicos en medios porosos. Tesis de Doctorado en Ciencias con especialidad en Ingeniería Mecánica. México: Instituto Politécnico Nacional, 2011.

³⁷ LÓPEZ, Op. cit., p. 6-12.

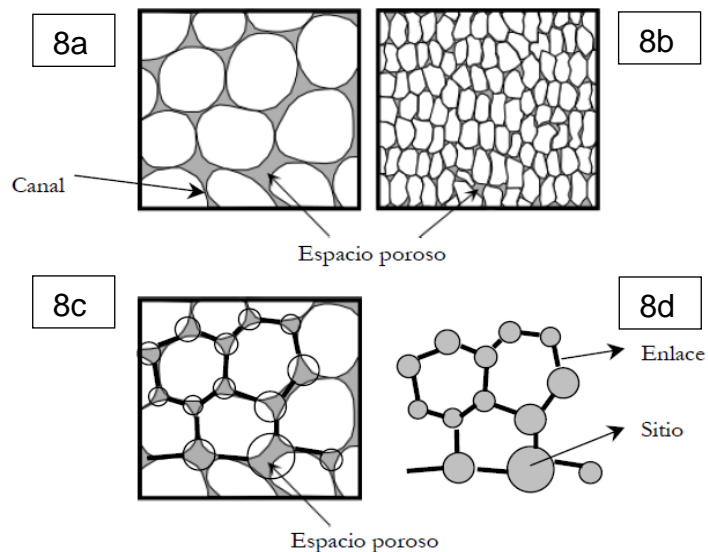
como medios porosos. Un medio poroso elástico es caracterizado por su porosidad, permeabilidad, así como las características de sus componentes (matriz y líquido sólidos).

El concepto de medios porosos se utiliza en muchas áreas de la ciencia y de la Ingeniería aplicada: Mecánica (Acústica, mecánica de suelos); ingeniería (Ingeniería de petróleos, ingeniería de la construcción); Geo-ciencia (Hidrología, geología del petróleo, Geofísica); Biología y Biofísica; ciencia material; etc.

2.5.1 Poros. La prueba directa de la existencia de pequeños vacíos en el interior de la materia es obtenida a partir de las fotografías tomadas a secciones del sólido con microscopios ópticos, electrónicos, dependiendo del tamaño del poro.

Efectuándose un análisis cuidadoso de un medio poroso, es común encontrarse con dos tipos de entidades dentro de lo que usualmente se denomina poros. Estas cavidades, donde reside la mayor parte de la porosidad del medio, y los canales o gargantas, que conectan a las cavidades entre sí. El esquema más simple es suponer esferas para las cavidades y enlaces cilíndricos para los canales. En los modelos que se verán más adelante, las cavidades están representadas por los sitios o nodos de la red y las gargantas por los enlaces (figura 8).

Figura 8. Representación del espacio poroso mediante sitios y enlaces.



Fuente: LÓPEZ, Raúl Horacio. Caracterización de medios porosos y procesos percolativos y de transporte. Tesis de Doctorado. San Luis, Argentina: Universidad de San Luis, 2004.

En la figura 8a se aprecia una ampliación de la estructura 8b siendo esta una porción de un material poroso. En las figuras 8c y 8d se muestra como se asocia el espacio poroso y los canales a los sitios y enlaces respectivamente.

Clasificación de los poros según sus tamaños: microporos, mesoporos y macroporos³⁸. Debido a la naturaleza de los medios porosos, los tamaños de poro pueden variar en sus tamaños y formas. Una clasificación de los poros de acuerdo a su dimensión transversal w , fue propuesta originalmente por Dubinin y posteriormente adoptada oficialmente por la International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), como se muestra en el cuadro 1.

Cuadro 1. Clasificación de los poros de acuerdo a su dimensión transversal w .

Dimensión transversal w	
Microporo	Menor a $\approx 20 \text{ \AA}$ **
Mesoporo	Entre $\approx 20 \text{ \AA}$ y $\approx 500 \text{ \AA}$
Macroporo	Mayores que $\approx 500 \text{ \AA}$

** $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m} = 0.1 \text{ nm}$

Fuente: LÓPEZ, Raúl Horacio. Caracterización de medios porosos y procesos percolativos y de transporte. Tesis de Doctorado. San Luis, Argentina: Universidad de San Luis, 2004.

2.5.2 Cerámica porosa^{39,40}. Las cerámicas porosas son elaboradas con materiales minerales laminares de partículas muy finas de silicatos hidratados de alúmina, principalmente: caolín, montmorillonita e illita, con presencia de algunos óxidos se modifica el color. Estas cerámicas son útiles y altamente usadas en aplicaciones de filtración, aislamiento térmico y acústico, sensores y refractarias, en las que la porosidad del material proporciona una mejorada resistencia al choque térmico.

Figura 9. Muestras de Cerámicas porosas a nivel industrial.



Fuente: ALIBABA GROUP. Ceramic foam filter [en línea]. s.l.: El autor, 2018. [citado el 22-01-18] Disponible en: https://shnati.en.alibaba.com/productgroup/800560010/ceramic_foam_filter.

³⁸ LOPEZ, Op. cit., p. 11.

³⁹ GOODFELLOW, Op. cit. Disponible en: <http://www.goodfellow-ceramics.com/sp/productos/ceramicas/ceramicas-porosas/>

⁴⁰ CERAMICS 3D. Estructuras porosas de cerámicos avanzados [en línea]. Barcelona: El autor, s.f. [citado el 30-07-16]. Disponible en: <http://www.ceramics3d.com/porosos.html>

Como se observa en la figura 9 las cerámicas porosas pueden producirse en diferentes formas, tamaños, y diversos tamaños de poros, ya sea elaboradas por las diferentes técnicas como son: réplica, espumado directo, colado en molde de yeso, etc.

También, pueden ser elaboradas con diferentes tipos de minerales, teniendo en cuenta la aplicación que se requiere, sus propiedades cambian. Ya sea una combinación de baja densidad y buena resistencia se podrían utilizar como sustitutas ligeras en aplicaciones estructurales.

Las características de las cerámicas porosas⁴¹:

- Comparados con los metales y plásticos son duros, no combustibles y no oxidables.
- Gran resistencia a altas temperaturas, con gran poder de aislamiento térmico y también eléctrico.
- Gran resistencia a la corrosión y a los efectos de la erosión que causan los agentes atmosféricos.
- Buena resistencia al choque térmico.
- Baja densidad
- Baja conductividad térmica
- Una característica fundamental es que pueden fabricarse en formas con dimensiones determinadas.
- Alta resistencia a casi todos los agentes químicos

2.5.3 Modelos de conformado de cerámicas porosas. Dentro de los modelos de conformado de cerámica porosas existen varios métodos como son el método de réplica, método de sacrificio, gelcasting, por prensado, técnica de espumado directo, método de colado en moldes de yeso escayola, siendo el primer pionero en múltiples estudios de alto impacto en desarrollo de aplicaciones tecnológicas de este tipo de cerámicas porosas elaboradas por el método de réplica^{42,43,44,45,46}.

⁴¹ LANDIN, Pedro. Materiales cerámicos: propiedades, clasificación y obtención [en línea]. Pontevedra, España: Pelandintecno, 2013. [citado el 30-07-16]. Disponible en: <http://pelandintecno.blogspot.com.co/2013/02/materiales-ceramicos-propiedades.html>

⁴² NANGREJO, Muhammad Rafique and EDIRISINGHE, M. J. Porosity and strength of silicon carbide foams prepared using preceramic polymers. In: Journal of Porous Materials. August, 2002. vol. 9, no. 2, p. 131-140.

⁴³ NANGREJO, Muhammad Rafique; BAO, X. and EDIRISINGHE, M. J. Processing of ceramic foams from polymeric precursor-alumina suspensions. In: Cellular Polymers. 2001. vol. 20, no. 1, p. 17-35.

⁴⁴ RONCARI, Edoardo; GALASSI, Carmen and BASSARELLO, Carla. Mullite suspensions for reticulate ceramic preparation. In: Journal of the American Ceramic Society. December, 2000. vol. 83, no. 12. p. 2993-2998.

⁴⁵ LUYTEN, Jan., et al. New processing techniques of ceramic foams. In: Advanced Engineering Materials. October. 2003. vol. 5, o. 10, p. 715-718.

⁴⁶ MONTANARO, Laura, et al. Ceramic foams by powder processing. In: Journal of the European Ceramic Society. December, 1998. vol. 18, no. 9, p. 1339-1350.

2.5.3.1 Método de réplica^{47,48,49}. Consiste en la impregnación de plantillas de espumas poliméricas (PU) u otro polímero, como poli (vinilcloruro) (PVC), poliestireno (PS) o celulosa, con suspensiones acuosas en materiales de polvos de cerámicos y/o polvos metálicos, entre otros.

Luego de un secado a temperatura ambiente por un tiempo determinado, al igual que un proceso de secado desde temperaturas de 40°C a 105°C en estufa de secado de circulación de aire forzada y por último, someter las muestras a un proceso de sinterización donde se volatiliza el polímero y el material poroso adquiere la estructura de la plantilla original.

2.6 TORTUOSIDAD

Carman⁵⁰, considera un flujo a través de una muestra porosa y propuso la Tortuosidad^{51,52,53,54}, como un factor del trayecto eficaz del fluido por los caminos internos que forman los poros y su interconexión.

En la figura 10 se puede observar las líneas de corriente del flujo de un fluido (líquido) a través de un modelo tridimensional de un medio poroso con una porosidad de $\phi=0.6$ y una tortuosidad $T=1.15$.

⁴⁷ SCHEFFLER, Michael and COLOMBO, Paolo (Eds.). Cellular ceramics: structure, manufacturing and applications. New York: Wiley-VCH, 2005.

⁴⁸ STUDART, André R, et al. Processing routes to macroporous ceramics: a review. In: Journal of the American Ceramic Society. January, 2006. vol. 89, no. 6, p. 1771-1789.

⁴⁹ DE SOUSA TRICHES, Eliandra, et al. LZSA glass ceramic foams prepared by replication In: Advances in Applied Ceramics. February 2005. vol. 104, no. 1, p. 22-29.

⁵⁰ CARMAN, P. C. Fluid flow through granular beds. Transactions of the Institution of Chemical Engineers. 1937. vol. 15, p. 150-166.

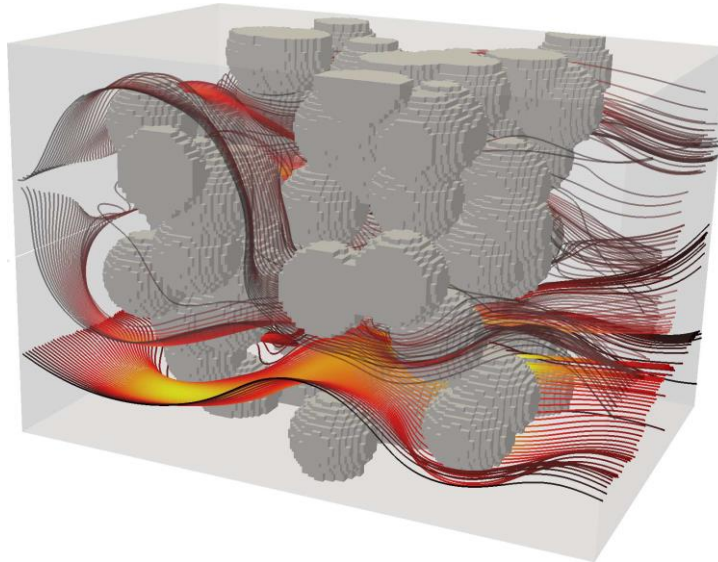
⁵¹ MATYKA and KOZA, Op. cit.

⁵² MOREIRA, E. A.; INNOCENTINI, M. D. M. and COURY, J. R. Permeability of ceramic foams to compressible and incompressible flow. In: Journal of the European Ceramic Society. September, 2004. vol. 24, no. 10, p. 3209-3218.

⁵³ ROZAS CÁRDENAS, Roberto Eduardo. Permeabilidad de medios porosos: experimentos numéricos y teoría. Tesis de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Mención en Ingeniería Química. Concepción, Chile: Universidad de Concepción. Facultad de Ingeniería, 2002.

⁵⁴ LÓPEZ, Op. cit., p. 14-22.

Figura 10. Líneas de corriente del flujo.



Fuente: MOREIRA, E. A.; INNOCENTINI, M. D. M. and COURY, J. R. Permeability of ceramic foams to compressible and incompressible flow. *In*: Journal of the European Ceramic Society. September, 2004. vol. 24, no. 10, p. 3209-3218.

La fórmula de Kozeny-Carman:

$$k = \frac{\phi^3}{\beta T^2 S^2} \quad (1)$$

Los cuales refieren la permeabilidad (k) en cm/seg a 4 parámetros estructurales:

ϕ : La porosidad

S : el área superficial específica

β : el factor de forma

T : La tortuosidad hidráulica, es adimensional.

$$T = L_{\text{eff}} / L \quad (2)$$

L_{eff} : es la longitud recorrida por el fluido a través de la porosidad

L : el espesor del medio poroso

El modelo capilar simple usado por Kozeny-Carman, se puede aplicar fácilmente a otras formas de transporte a través de medios porosos.

Por ejemplo: la tortuosidad eléctrica (T_{el}) se define como un factor de retardo:

$$T_{el} = T_{fl} / T_p \quad (3)$$

Donde:

T_{ff} : Es la conductividad eléctrica de un fluido conductor

T_p : Es la conductividad eléctrica efectiva de un medio poroso lleno de este líquido

Dentro de un sencillo modelo capilar, donde T_{el} está relacionada con L_{eff} / L a través de:

$$T_{el} = (1/\phi)(L_{eff} / L)^2 \quad (4)$$

Una relación similar es aplicable a la tortuosidad de difusión.

2.7 TRANSFERENCIA DE CALOR

El calor es una forma de energía que ocurre cuando dos cuerpos que interactúan tienen diferentes temperaturas, dando origen a un fenómeno llamado transferencia de calor. La transferencia de calor, no es más que el tránsito de energía térmica debido a una diferencia de temperaturas⁵⁵. Otra definición de transferencia de calor es: el intercambio de energía de un cuerpo a otro como resultado de la diferencia de temperatura. El calor se puede transferir en tres modos diferentes: conducción, convección y radiación. En esta investigación, interesa el primer método. La conducción es la forma de transferencia de calor que se da entre las partículas más energéticas hacia las menos energéticas^{56,57}.

La conducción de calor permite clasificar los materiales en conductores y aislantes térmicos, esta clasificación se basa en una constante denominada conductividad térmica, que no es más que la capacidad de un material para conducir calor.

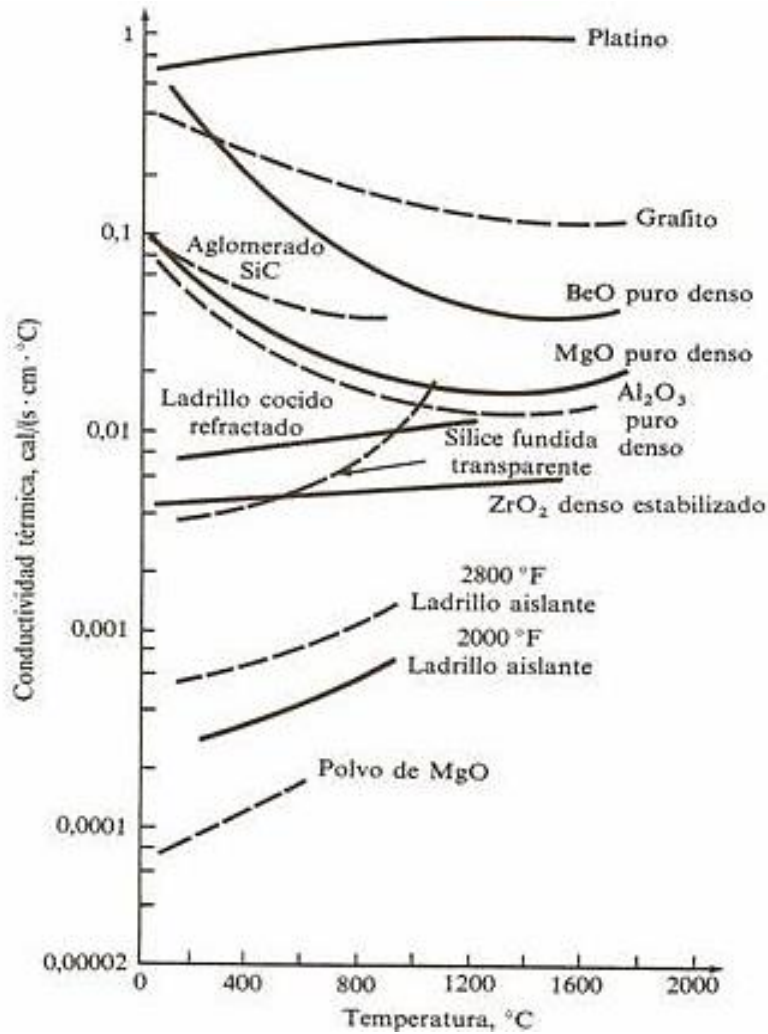
La figura 11 muestra el comportamiento de la conductividad térmica en diferentes materiales cerámicos.

⁵⁵ INCROPERA, Frank. Fundamentos de transferencia de calor. México: Prentice-Hall, 1999.

⁵⁶ JANG, Byung Koog and SAKKA, Yoshio. Influence of microstructure on the thermophysical properties of interred SiC ceramics. Journal of Alloys and Compounds. September, 2008. vol. 463, no. (1-2), p. 493-497.

⁵⁷ YUNUS, Cengel. Transferencia de calor y masa. México: McGraw-Hill, 2007.

Figura 11. Conductividad térmica de materiales cerámicos.



Fuente: KINGERY, W. David; UHLMANN, Donald Robert and BOWEN, Harvey Kent. Introduction to ceramics. 2a ed. New York: Wiley, 1976. p. 643.

2.7.1 Conductividad térmica. Dentro de los métodos experimentales para medir la conductividad térmica efectiva en materiales, están los que utilizan el principio físico de flujo lineal transitorio de calor⁵⁸. Sistemas como el KD2-Pro utiliza dicho principio mediante un sensor tipo aguja que se introduce dentro de la muestra, registrando el gradiente de temperatura en función del tiempo. Esta técnica también permite medir la conductividad térmica en la mayoría de fluidos viscosos sin causar convección libre^{59,60}.

⁵⁸ MA, Xialo, et al. Thermal conductivity measurement of two microencapsulated phase change slurries. In: International Journal of Low Carbon Technologies. October, 2008. vol. 3, no. 4, p. 245-253.

⁵⁹ DECAGON DEVICES, Op. cit.

En este trabajo se usará el sensor TR-1 que tiene las siguientes especificaciones:

- Longitud 10 cm, diámetro 2.4 mm
- Rango de medición de 0.1 to 4.00 W/mK
- Precisión: $\pm 5\%$ del 0,2-2 W/mK; $\pm 0,01$ W/mK 0,02 hasta 0,2 W/mK
- Entorno de funcionamiento: 25°C a 1000°C

2.7.1.1 Teoría de KD2-PRO. El KD2-PRO cumple con la Norma ASTM D5334-14⁶¹, en la cual se establece que cuando un flujo de calor Q (Jm^{-1}) es aplicado de forma instantánea dentro de un medio, la variación de la temperatura con la distancia r (m) de la fuente está dada por la ecuación 5:

$$\Delta T = -\frac{Q}{4\pi k} \text{Ei}\left(\frac{-r^2}{4Dt}\right) \quad (5)$$

Donde,

K : es la conductividad térmica efectiva en (W/mK)

D : es la difusividad térmica en (m^2/s)

t : es el tiempo en (s)

q : es la tasa de disipación del calor en (W/m)

Ei : es la función integral exponencial

$$\Delta T \approx \frac{q}{4\pi k} \ln(t) + C \quad (6)$$

Donde C es una constante. De (ec. 6) se aprecia que el comportamiento del gradiente de temperatura es lineal en función del $\ln(t)$, con una pendiente dada por $q/4\pi k$. Luego como dos puntos definen una línea recta, la conductividad térmica efectiva (k) puede determinarse por la expresión:

$$k = \frac{q(\ln(t_2) - \ln(t_1))}{4\pi(\Delta T_2 - \Delta T_1)} \quad (7)$$

La resistividad térmica efectiva se determina por inverso o recíproco de la conductividad térmica efectiva.

La conductividad térmica efectiva depende de la composición y la microestructura de los materiales⁶². La porosidad de un material como un parámetro microestructural puede ser utilizado para el cálculo de K , solo cuando la geometría microestructural se especifica⁶³.

⁶⁰ ZIVCOVÁ, Zuzana Vlckova, et al. Thermal conductivity of porous alumina ceramics prepared using starch as a pore-forming agent. *In*: Journal of the European Ceramic Society. February, 2009. vol. 29, no. 3, p. 347-353.

⁶¹ ASTM INTERNATIONAL, Op. cit.

⁶² TYE, R. P. Thermal conductivity, London: Academic Press, 1969.

⁶³ GAMBARYAN-ROISMAN, Tatiana; SHAPIRO, Michael and SHAVIT, Arthur. Effect of double-

Se conocen varios métodos para el cálculo de la conductividad térmica efectiva en materiales heterogéneos, pero la mayoría de estos se refieren a matrices de esferas, cilindros o discos. Estos estudios son inaplicables a las cerámicas porosas sinterizadas a causa de su microestructura irregular, tales como los límites de grano que contienen poros de diferentes tamaños, etc.⁶⁴.

2.8 MODELOS TEÓRICOS EXISTENTES⁶⁵

La determinación de conductividad térmica eficaz de diversos medios porosos tales como materiales granulares (aleatoriamente embalados), compuestos fibrosos, entre otros, son de gran interés práctico en el diseño de equipos industriales.

La estructura de un medio poroso es muy compleja, consistente en diferentes tamaños de grano (poros) y geometrías (Cheng y Hsu, 1999). Una predicción detallada del efecto de la conductividad térmica de los medios heterogéneos requiere un conocimiento de la forma, tamaño, ubicación (Distribución) y la conductividad de cada partícula en el sistema junto con la interacción entre partículas (Crane y Vachon, 1977). Para los sistemas aleatorizados, esta información es difícil de representar. Debido a las diversas disposiciones de empaque posibles, para las fases la conductividad térmica efectiva no es una función única de la fracción de sólidos, sino una banda de conductividad térmica de los lechos compactados (de microesferas y medios aislantes fibrosos) demostrado existir con la ayuda de consideraciones estadísticas (Tien y Vafai, 1979).

Muchos de estos modelos se basan en geometrías simples con estructura periódica. Hablando en general, hay dos enfoques básicos considerados con simplificación de los supuestos. En modelos con la ley de Fourier, la geometría simplificada se considera con solución de la ecuación de Laplace. En la ley de Ohm (Red eléctrica), se considera un supuesto de flujo de calor unidimensional. La revisión exhaustiva de las correlaciones empíricas para la conductividad térmica de los medios porosos fue dada por Kaviany (1995).

Numerosos modelos para la conductividad térmica efectiva de un medio compuesto por inclusiones (esferas, cilindros, partículas irregulares) de una sustancia incrustada en una matriz de diferentes materiales han sido investigados desde el trabajo clásico de Maxwell (1865). El modelo de Maxwell es aplicable a

diffusive heat transfer on thermal conductivity of porous sintered ceramics: macrotransport analysis. *In*: International Journal of Heat and Mass Transfer. November, 2011. vol. 54, no. (23-24), p. 4844-4855.

⁶⁴ KINGERY, W. David; UHLMANN, Donald Robert and BOWEN, Harvey Kent. Introduction to ceramics. 2a ed. New York: Wiley, 1976.

⁶⁵ KANDULA, Max. On the effective thermal conductivity of porous packed beds with uniform spherical particles. *In*: Journal of Porous Media. January, 2011. vol. 14, no. 10, p. 919-926.

suspensiones muy diluidas, ha sido extendido por Lord Rayleigh (1892) y muchos otros para las partículas esféricas así como cilíndricas con el contacto puntual entre las partículas. Estos modelos se limitaron a la fracción sólida ϕ menor que 0.5236 para inclusiones esféricas con estructura cúbico simple (e inferior a 0,7854 para inclusiones cilíndricas). Teniendo en cuenta que el máximo valor de la fracción sólida que es posible en un medio lleno de partículas esféricas uniformes es 0,524 para el empaquetamiento cúbico simple, 0,68 para el cúbico centrado en el cuerpo y 0,74 para el empaquetamiento centrado en las caras (Tien y Vafai, 1979).

Entre los modelos de contacto puntual, el modelo de Zehner y Schlunder (1970), aplicable a esferas, cilindros y partículas irregulares (rugosas) en toda la gama de fracciones sólidas, ha sido probado en comparación con los datos de Nozad et al. (1985) para $\phi \approx 0,6$ demostrando ser satisfactorio sobre una amplia gama en relación de conductividad sólido-fluido k_2/k_1 menor que 2000 (Kaviany 1995; Cheng y Hsu, 1999). Para $k_2/k_1 > 2000$, los datos superan considerablemente la predicción del modelo de Zhner-Schlunder. Se ha demostrado que (Hsu et al., 1994) el contacto de área se hace importante en este rango y por consiguiente modificó el modelo de Zehner-Schlunder explicando el calor del área de contacto a transferir. En esta referencia, las comparaciones del modelo de Zehner-Schlunder con los datos se consideraron un valor único de $\phi \approx 0,6$.

Una aplicación importante del modelo de Zehner y Schlunder (1970) está en la determinación de la conductividad térmica efectiva de la escarcha (hielo), con una relación de conductividad sólido-fluido de aproximadamente 100.

La escarcha es generalmente indeseable en aplicaciones industriales (excepto en la liofilización de alimentos), y aparatos de refrigeración y aire acondicionado, intercambiadores de calor y almacenamiento de líquidos y transporte de propulsantes (aeroespacial).

Para el entendimiento de los modelos físicos se debe conocer la limitación de los mismos, su nomenclatura, etc.

2.8.1 Limitación de los modelos⁶⁶. En dos casos las limitantes son proporcionadas por la distribución en serie (donde las dos fases están térmicamente en serie con respecto a la dirección del flujo de calor), y la distribución paralela (en que las dos fases están térmicamente en paralelo con respecto a la dirección del flujo de calor), de acuerdo con Meredith y Tobias (1960).

⁶⁶ Ibid.

- Nomenclatura

B = Factor de forma de partícula

k = Conductividad térmica, en W/Mk.

k_e = Conductividad térmica efectiva del medio poroso en W/Mk

- Símbolos griegos

ϕ = Fracción de sólidos

Ψ = Porosidad (Fracción de huecos)

λ = Relación de conductividad térmica sólido-fluido, k_2/k_1 es adimensional

ρ = Densidad en Kg/m³

ξ = Relación de conductividad térmica de fluido a sólido, k_1/k_2 es adimensional

- Subíndices

e = Medio eficaz.

1 = Medio continuo (sólido o fluido)

2 = Partículas sólidas (dispersas)

De acuerdo, con la anterior nomenclatura la conductividad térmica del medio eficaz k_e , bajo estas circunstancias se expresa como:

$$K_e/k_1 = (K_e/k_1) / [\phi + (1-\phi)(K_e/k_1)] \text{ serie mínima (8)}$$

$$K_e/k_1 = \Psi + (1-\Psi)(K_e/k_1) = (1-\phi) + \phi(K_e/k_1) \text{ máximo (paralelo) (9)}$$

Donde la porosidad Ψ está relacionada con la fracción de sólidos por la relación:

$$\Psi = 1 - \phi \quad (10)$$

La fracción de sólidos puede expresarse en términos de las densidades de las fases constituyentes ρ_1 , ρ_2 como:

$$\phi = (\rho - \rho_1) / (\rho_2 - \rho_1) \quad (11)$$

De modo que,

$$\Psi = (\rho_2 - \rho) / (\rho_2 - \rho_1) \quad (12)$$

Donde ρ_1 se refiere a la fase continua, y ρ_2 se refiere a la fase dispersa (sólida).

2.8.1.1 Modelo de Maxwell⁶⁷. Para una dispersión de esferas suficientemente diluida (suspensión) y teniendo en cuenta solamente los momentos de dipolo

⁶⁷ Ibid.

inducido de las partículas esféricas en un campo de temperatura, Maxwell (1865) obtuvo la siguiente expresión para la conductividad térmica estática en un empaquetamiento de esferas:

$$k_e/k_1 = [(\lambda+2-2\phi(1-\lambda))] / [\lambda+2+\phi(1-\lambda)] \quad (13)$$

Donde,

$$\lambda = k_2/k_1 \quad (14)$$

Es la relación de conductividad térmica de sólido a fluido.

La ecuación de Maxwell es válida para $\phi > 0$, ya que se derivó en el supuesto de que el sólido las esferas están suficientemente separadas que no interactúan mutuamente. Proporciona un límite inferior para el estancamiento de la conductividad térmica de un lecho de esfera llena. Esta fórmula también se puede usar para calcular la constante dieléctrica, la conductividad eléctrica y la susceptibilidad magnética del compuesto Materiales.

Eucken (1932) generalizó la ecuación de Maxwell al caso de n fases dispersas incrustadas en una fase continua. Burger (1915) extendió la ecuación de Maxwell a partículas elipsoidales.

2.8.1.2 Modelo de Rayleigh⁶⁸. Lord Rayleigh (1892) extendió el modelo de Maxwell a un orden superior en la concentración de partículas ϕ , tomando en cuenta la concentración de momentos octupales inducidos. El caso de serie cubica se consideró un conjunto de esferas de tamaño uniforme (embalaje cúbico simple), y el efecto potencial en los vecinos de una esfera por 248 de sus vecinos más cercanos (que se encuentran dentro de los primeros 15 conchas alrededor de una esfera central) fue investigada (Meredith y Tobias, 1960). Rayleigh resolvió la ecuación Laplace para el potencial dentro y alrededor de una esfera que invoca el principio de superposición para tener en cuenta el efecto de las esferas circundantes sobre el vecindario de la esfera central. Se obtiene la siguiente expresión para la conductividad térmica del lecho relleno:

$$K_e/k_1 = \frac{[(2+\lambda)/(1-\lambda)]-2\phi-0.525[(3-3\lambda)/(4+3\lambda)]\phi^{10/3}}{[(2+\lambda)/(1-\lambda)]+\phi-0.525[(3-3\lambda)/(4+3\lambda)]\phi^{10/3}} \quad (15)$$

Esta expresión se aproxima al resultado de Maxwell al descuidar los términos de orden superior en ϕ en la Ec. (15). En el resultado de Rayleigh, la ecuación (15), Runge (1925) introdujo una corrección numérica. Los el coeficiente 0,525 sustituye a 1,65 en el denominador, corrigiendo la omisión de un factor de $1/\pi$ en la derivación de Rayleigh (Meredith y Tobias, 1960).

⁶⁸ Ibid.

2.8.1.3 Extensiones del modelo de Rayleigh⁶⁹. Varios investigadores extendieron el modelo de Rayleigh a un orden superior. Una revisión de estas realizada por Churchill (1986) ofrece modelos no-conmoveres.

Con el aumento de ϕ , la discrepancia entre el resultado de Maxwell y el resultado de Rayleigh se cada vez más importante. A $\phi = 0,5236$, las partículas esféricas en el retículo cúbico están en el punto contacto, y para $\lambda \rightarrow \infty$ la conductividad efectiva debe acercarse a $\phi = 0,5236$. Estas las condiciones cualitativas no son satisfechas por la expresión de Rayleigh (Meredith y Tobias, 1960).

Utilizando una función diferente para el potencial, y considerando términos de orden superior en la serie de expansión para el potencial en la fase continua, Meredith y Tobias (1960) modificó el resultado de Rayleigh, proporcionando una expresión analítica que coincide más satisfactoriamente con los datos en el rango crítico cercano a $\phi = 0,5236$. Esta expresión es la siguiente:

$$K_e/k_1 = \frac{[(2+\lambda)/(1-\lambda)] - 2\phi - 0.409[(6+3\lambda)/(4+3\lambda)]\phi^{7/3} - [2.133[(3-3\phi)/(4+3\phi)]\phi^{10/3}}{[(2+\lambda)/(1-\lambda)] + \phi - 0.409[(6+3\lambda)/(4+3\lambda)]\phi^{7/3} - [0.906[(3-3\lambda)/(4+3\lambda)]\phi^{10/3}} \quad (16)$$

Como $\lambda \rightarrow \infty$, los datos están en concordancia satisfactoria con la expresión modificada, excepto para $\phi = 0,5161$ donde los datos exceden considerablemente la teoría (Meredith y Tobias, 1960).

2.8.1.4 Modelo de Woodside⁷⁰. Según Woodside (1961), un cubo unitario que contiene un octavo de una esfera de radio R. El caso general considera que las partículas esféricas uniformes no están en contacto. La expresión final para la conductividad media efectiva se muestra que es:

$$K_e / k = 1 - (6\phi/\pi)^{1/3} [1 - [(a^2-1)/a] \ln[(a+1)/(a-1)]] \quad (17)$$

$$a = [1 + [4/[\pi(\lambda-1)(6\phi/\pi)^{2/3}]]]^{1/2} \quad (18)$$

Al derivar la ecuación anterior, se asumió que:

1) Los espacios de gas son lo suficientemente pequeños como para la transferencia de calor por convección puede ser despreciada.

2) Las isothermas son planos perpendiculares a la dirección del flujo de calor. La segunda suposición es válida sólo cuando $k_2/k_1 \approx 1$. Los errores serán mayor cuanto mayor sea el valor de k_2/k_1 .

Como con el modelo de Rayleigh, está limitado a $\phi = 0.5236$. Parece que la

⁶⁹ Ibid.

⁷⁰ Ibid.

exactitud del modelo no ha sido suficientemente probada contra las mediciones.

2.8.1.5 Modelo de Zehner y Schlunder⁷¹. Zehner y Schlunder (1970) llegaron a una expresión analítica para el estancamiento de la conductividad térmica efectiva de un lecho empaquetado. Consideraron para la celda unitaria un octavo de un cilindro (Cilindro interior del radio de la unidad y cilindro exterior del radio R). El líquido se llena entre el interior y exterior de los cilindros, mientras que el cilindro interior consta de las fases sólida y fluida con su interfaz A_{fs} descrita por (Cheng y Hsu, 1999):

$$r^2 + [z^2 / (B-(B-1)z)]^2 = 1 \quad (19)$$

Donde B es el factor de forma que caracteriza el efecto geométrico de la partícula sólida. Para $B \rightarrow \infty$ El límite se convierte en el eje z sin volumen sólido; para $B = 1$ el sólido se convierte en una esfera, Y para $B \rightarrow 0$ el sólido ocupa todo el cilindro interior.

La conductividad térmica efectiva de un lecho compactado se expresa mediante:

$$K_e/k_f = 1 - \sqrt{(1-\Psi)} + [(2\sqrt{(1-\Psi)}) / (1-\xi B)] \left[\left[\frac{(1-\xi B)}{(1-\xi B)^2} \right] \ln(1/\xi B) - \left(\frac{B+1}{2} \right) - \left(\frac{B-1}{1-\xi B} \right) \right] \quad (20)$$

Donde,

$$\Psi = 1 - \left[\frac{(B(3-4B+B^2+2\ln B))}{(B-1)^3} \right]^2 \quad (21)$$

y

$$\xi = 1 - k_1/k_2 = 1/\lambda \quad (22)$$

Se sugirió que la ecuación 7 puede aproximarse a:

$$B = C((1-\Psi)/\Psi)^m \quad (23)$$

Con $m=10/9$. La constante C depende de la forma de la partícula. Zehner y Schlunder (1970) sugieren que $C=1.25$, 1.40 y 2.5 para las esferas, rotas (partículas irregulares) y cilindros respectivamente.

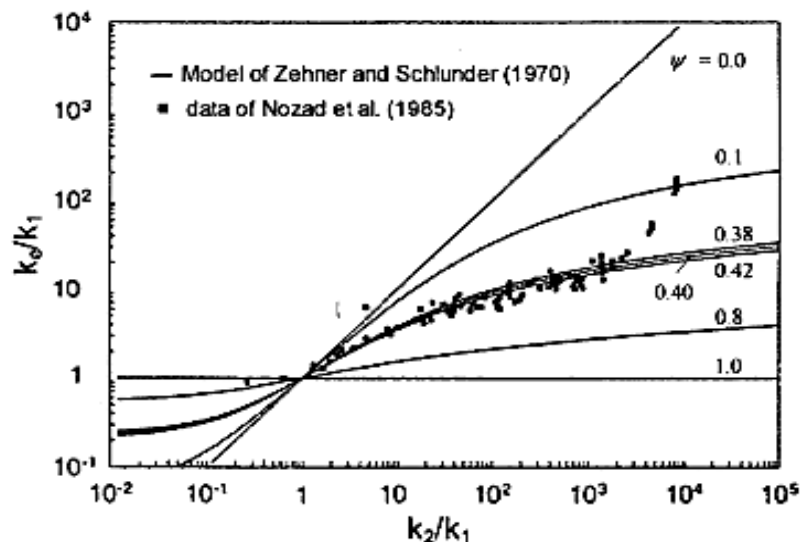
Una comparación del modelo de Zehner-Schlunder con los datos de Nozad et al. (1985), como se mencionó por Cheng y Hsu (1999), sugiriendo que el modelo con $\Psi=0,4$ concuerda bien con los datos experimentales para $k_2/k_1 < 10^3$ (figura 12). Para $k_2/k_1 > 10^3$, el modelo de Zehner-Schlunder subvalúa sustancialmente la

⁷¹ Ibid.

conductividad térmica estancada efectiva.

Hsu et al. (1995) postuló que la razón de esta infrautilización de datos a grandes valores de k_2/k_1 (alta relación de conductividad térmica de sólido a fluido) es la suposición de contactos de puntos entre esferas. Considerando el área de contacto finito entre las partículas (aplastamiento de esferas debido a cargas externas o el peso del propio lecho) de acuerdo con la Hertz para los contactos elásticos (Hertz, 1881; Timoshenko y Goodier, 1970), fueron capaces de obtener un buen acuerdo con los datos para k_2/k_1 hasta aproximadamente 10^4 . Además, de estos llamados Cheng (1999) discute los modelos de simetría de fase y el parámetro agrupado de los modelos en este contexto.

Figura 12. Comparación de las predicciones del modelo de Zehner y Schlunder (1970) con los datos de Nozad (1985).



Fuente: KANDULA, Max. On the effective thermal conductivity of porous packed beds with uniform spherical particles. *In*: Journal of Porous Media. January, 2011. vol. 14, no. 10, p. 919-926.

2.9 ESTADO DEL ARTE

En el trabajo de Xiong et al. (2016)⁷², acerca de la fabricación de cerámicas porosas de SiC por la técnica de réplica con espuma polimérica, se preparó una suspensión de polvos de carburo de silicio con α -Al₂O₃ y microsílíce como materias primas, igualmente se adicionaron ciertas cantidades de agentes dispersantes de policarboxilato, aglutinantes de lignosulfonato de amonio y carboximetilcelulosa. La sinterización se realizó a 850°C y se recubrió con una

⁷² XIONG, Liang, et al. Fabrication of SiC reticulated porous ceramics with multi-layered struts for porous media combustion. *In*: Ceramics International. August, 2016. vol. 42, no. 11, p. 13091-13097.

suspensión de alúmina para llenar los poros con 71%, 77% y 80% en peso de contenido sólido y variando las temperaturas a 1300°C, 1400°C y 1450°C (tiempo de 3 horas con una rampa de temperatura de 5°C/min), este tipo de recubrimiento mejora significativamente las propiedades mecánicas a la compresión y la resistencia al choque térmico gracias al revestimiento de aluminosilicato-corindón en el exterior y en su parte media una estructura compuesta por mullita y SiC en su interior de la muestra.

En el trabajo de Nait-Ali et al (2013)⁷³, se estudió la conductividad térmica efectiva en cerámicas porosas de óxido de circonio bajo diferentes condiciones de humedad relativa, en una cámara donde la humedad se fijó entre el 3% y 99%, para todas las muestras los valores de la conductividad térmica efectiva aumento significativamente con el contenido de agua. Las muestras elaboradas con polvos de circonio estabilizadas con itrio fueron elaboradas en forma de pastas de 13 cm de diámetro y 1.5 cm de espesor aproximadamente, y sometidas a sinterización a temperaturas de 400°C, 800°C y 1000°C respectivamente con el fin de variar el área de superficie específica, la fracción del volumen de poros y la capacidad de absorber agua. Se reportó que el agua absorbida para la muestra más porosa alcanza el 15% en peso cuando tiene un 99% de humedad relativa. En general, la conductividad térmica en todas las muestras aumenta con el contenido de agua. Así mismo, la conductividad térmica para la muestra más porosa aumenta por un factor de 3 desde 0,25 W m⁻¹ K⁻¹ hasta 0,78 W m⁻¹ K⁻¹ cuando la humedad relativa aumenta de 3% a 99%.

En el trabajo de Ferrer et al. (2013)⁷⁴, se estudiaron morfológicamente y propiedades mecánicas a la flexión de cerámicas porosas elaboradas con barbotinas rojas por el método de réplica, utilizando cuatro densidades diferentes de espumas de poliuretano impregnándolas en la barbotina, para ser secadas a temperatura ambiente por 48 horas aproximadamente, y secadas a 110°C en estufa de circulación forzada por 12 horas, para finalmente ser sinterizadas a 1000°C durante 4 horas. Reportándose la porosidad, densidad, composición, distribución de tamaño de partícula y resistencia mecánica a la flexión para las muestras elaboradas. Dentro de los resultados de las espumas observadas en el microscopio electrónico de barrido, se observa una mayor homogeneidad en la distribución de poros para la espuma E2. En cuanto a la resistencia mecánica a la flexión se aprecia que al aumentar la porosidad disminuye la resistencia a la flexión de 825.89 a 304.09 N. En general, se observa que existe una relación inversa entre la densidad de las espumas y las cerámicas, ya que a medida que aumenta la densidad de la espuma disminuye la de la cerámica, pudiéndose

⁷³ NAIT-ALI, Benot, et al. Effect of humidity on the thermal conductivity of porous zirconia ceramics. In: Journal of the European Ceramic Society. November, 2013. vol. 33, no. 13–14, p. 2565–2571.

⁷⁴ FERRER, Martha; PEÑA, Gabriel y VERA, E. Estructura, porosidad y resistencia mecánica a la flexión de cerámicas porosas elaboradas con barbotinas rojas y espumas de poliuretano. En: Revista Colombiana de Física. 2013. vol. 45, no. 3, p. 214-217.

observar por SEM la formación de macroporos y microporos, así como, la interconectividad de poros hacia su interior. De igual forma, una relación inversa entre el porcentaje de porosidad y la resistencia mecánica. No se encuentra una relación clara entre la forma y tamaño del poro en la espuma y la forma y tamaño del grano de la cerámica. Las propiedades de la espuma utilizada como matriz influyen de manera importante en las propiedades de las cerámicas obtenidas a partir de ellas. El propósito de este trabajo es contribuir con un método para la fabricación y caracterización de cerámicas porosas, para ser usadas en procesos de filtración a nivel industrial.

En el trabajo de Studart et al (2006)⁷⁵, se estudiaron la diferentes vías (método de réplica, método de sacrificio y la técnica de formación de espuma directa) de fabricación de cerámicas macroporosas con tamaños de poros de 400 nm a 4 mm y porosidades entre el 20 y 97%, las cuales se han utilizado en un sinnúmero de aplicaciones tecnológicas en el mundo tales como filtración de metal fundido, catálisis, aislamiento refractario, filtración de gases corrosivos calientes en diversos procesos industriales, filtración de partículas de motor diésel, en estructuras en edificios y aviones, entre otros.

Las ventajas de usar cerámicas porosas en estas aplicaciones son por lo general el punto de fusión alto, se adaptan a propiedades electrónicas, a la corrosión y resistencia al desgaste en combinación con las características obtenidas por la sustitución de material sólido por espacios vacíos en el componente. Tales características incluyen baja masa térmica, baja conductividad térmica, permeabilidad controlada, área de superficie alta, baja densidad, alta resistencia específica, y baja constante dieléctrica. Los niveles totales de porosidad por el método de réplica pueden llegar a rangos de porosidad entre 40 y 95% y se caracterizan por tener una estructura reticulada de alta interconectividad entre poros con tamaños entre 200nm y 3mm. La alta interconectividad de los poros potencia la permeabilidad de fluidos y gases a través de la estructura porosa, siendo adecuados para el proceso de filtración.

El método de plantillas naturales es interesante dado que su especial morfología de poro y complejas microestructuras pueden ser difíciles de producir artificialmente. Los corales se aplican para la fabricación de cerámicas macroporosas, en particular para la producción de prótesis para la ingeniería de reemplazo de tejidos y huesos. Por la técnica de cera perdida se han producido exitosamente réplicas de la estructura porosa de corales para producir cerámicas macroporosas PZT con propiedades de materiales piezoeléctricos. Las plantillas de madera para producir cerámicas macroporosas tienen tamaños de poros entre 10 y 300 mm y alcanzan porosidades desde 25 hasta 95% dependiendo de la cantidad de material impregnado en la plantilla, son de naturaleza anisotrópica

⁷⁵ STUDART, Op. cit.

siendo muy ventajosa en aplicaciones que requieren estructuras porosas abiertas y altamente orientados, tales como en catálisis, filtración de líquidos y gases. La resistencia mecánica en la dirección axial es mayor que en el tangencial para el caso del método por replica.

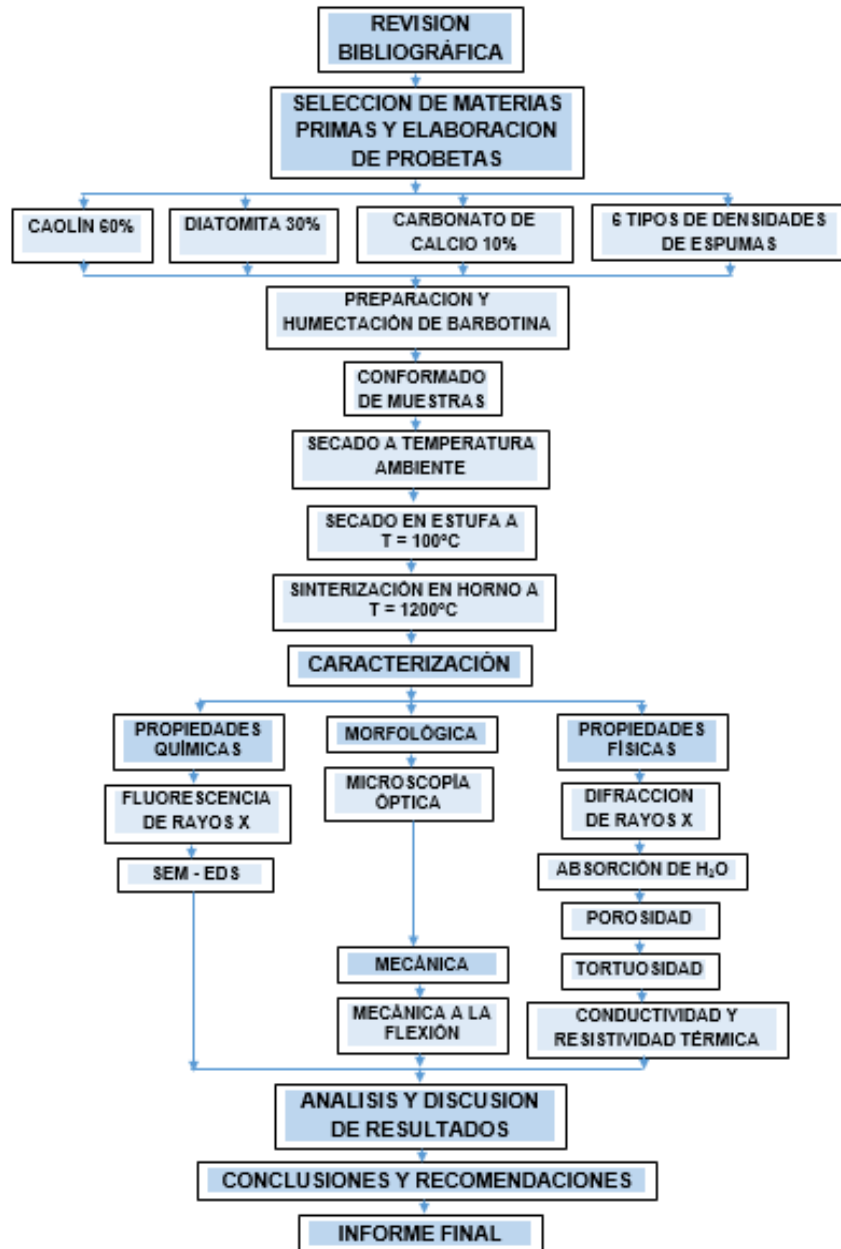
Otras plantillas naturales utilizadas son plantillas biomorficas como plantas, membrana de la cascara de huevo, bacterias, estructuras formadas por organismos acuáticos bioclásticos (Diatomeas) usadas para la fabricación de cerámicas macroporosas, mesoporosas, películas y estructuras porosas únicas en 3D de hasta 100 mm de tamaño.

El método de sacrificio emplea la combinación de materias primas con un material generador de poros (naturales y sintéticos como orgánicos, sales, líquidos, metales y otros). El método de sacrificio mediante el uso de almidón produce diversas morfologías y tamaños de por entre 2 y 100 mm, y puede ser aplicada a cualquier material que se pueda dispersar en una suspensión de cerámica acuosa. En el método de formación de espuma directa, los materiales porosos son producidos con la incorporación de aire en una suspensión cerámica (medio líquido), con rangos de porosidades entre 40 y 97%, las espumas estabilizadas con tensioactivos producen tamaños de poros de 35 mm a 1.2 mm. Todos los procesos estudiados presentan sus ventajas y desventajas de acuerdo a las aplicaciones y/o usos que se requieran hacer en procesos específicos e industria.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

Para el desarrollo de esta investigación se siguió la metodología mostrada en la figura 13.

Figura 13. Diagrama Metodológico implementado para el estudio de la Conductividad y resistividad térmica en cerámicas porosas.



Fuente: Autora.

3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En la primera etapa se hizo referencia a la búsqueda de información especializada de los principales aspectos relacionados con el desarrollo del proyecto.

3.2 SELECCIÓN DE MATERIAS PRIMAS Y ELABORACIÓN DE PROBETAS

La segunda etapa, correspondió a la selección de las materias primas y materiales utilizados para la elaboración de la barbotina o pasta cerámica, los cuales se describen a continuación:

Arcilla: Caolín (polvo) en un 60% en peso, con tamaños de partícula pasante tamiz N.500 (tamaño de partícula $\leq 25 \mu\text{m}$), proveniente de la empresa Minerales Boyacá Ltda.

Agente generador de porosidad: Diatomita (polvo) en un 30% en peso, con tamaños de partícula pasante tamiz N.500 (tamaño de partícula $\leq 25 \mu\text{m}$), proveniente de la Vereda “El pino” ubicada en Chivatá, Boyacá.

Estabilizador: carbonato de calcio, CaCO_3 (polvo) en un 10% en peso, con tamaños de partícula pasante tamiz N.500 (tamaño de partícula $\leq 25 \mu\text{m}$), proveniente de la empresa Minerales Boyacá Ltda.

Líquido: H_2O destilada (líquido) en relación 1:1 con respecto a la cantidad de masa seca a preparar.

Defloculante: Silicato de Sodio (líquido) cantidad establecida por gotas de acuerdo a la cantidad de barbotina a elaborar.

Matriz: seis (6) tipos de espumas de poliuretano (PU) de diferentes densidades cortadas con unas dimensiones constantes, relacionadas en el cuadro 2.

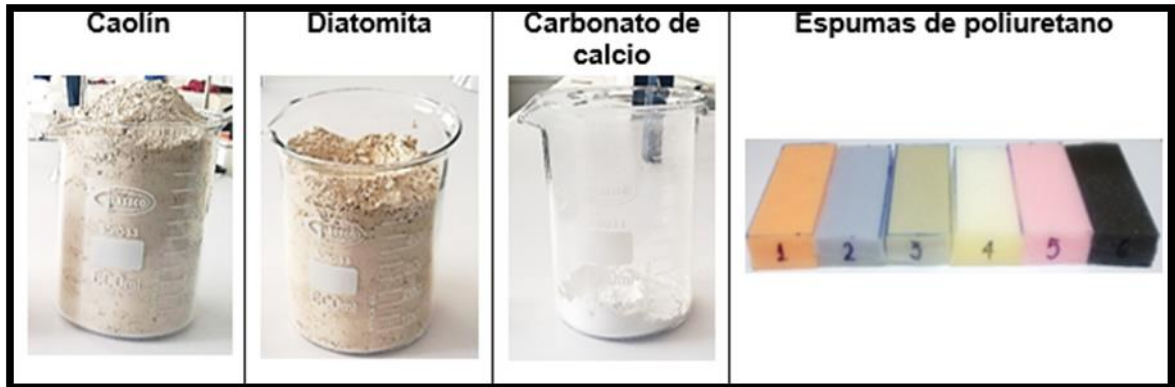
Cuadro 2. Densidades de las espumas empleadas en la elaboración de las cerámicas porosas.

Tipo de espuma	Nombre comercial de la espuma	Densidad (Kg/m^3)	Rango (Kg/m^3)	Color
1	Ultra espuma densidad 30	30	27.1 a 32.0	Naranja
2	Penta espuma 26	26	24.1 a 27.0	Gris
3	Continua densidad 20	20	0.2 cm a 2.5 cm	Blanco
4	Tapisuave densidad 15	15	14.0 a 16.0	Gris claro
5	Extra espuma densidad 26	26	24.1 a 27.0	Rosado
6	Espuma con retardante a la llama	26	24.1 a 27.0	Negro

Fuente: Catalogo de la Empresa Espumados de Boyacá S.A.

En la figura 14, se observan las materias primas utilizadas en esta investigación.

Figura 14. Muestras de Caolín, Diatomita, Carbonato de calcio y tipos de espumas empleadas como materias primas.



Fuente: Autora.

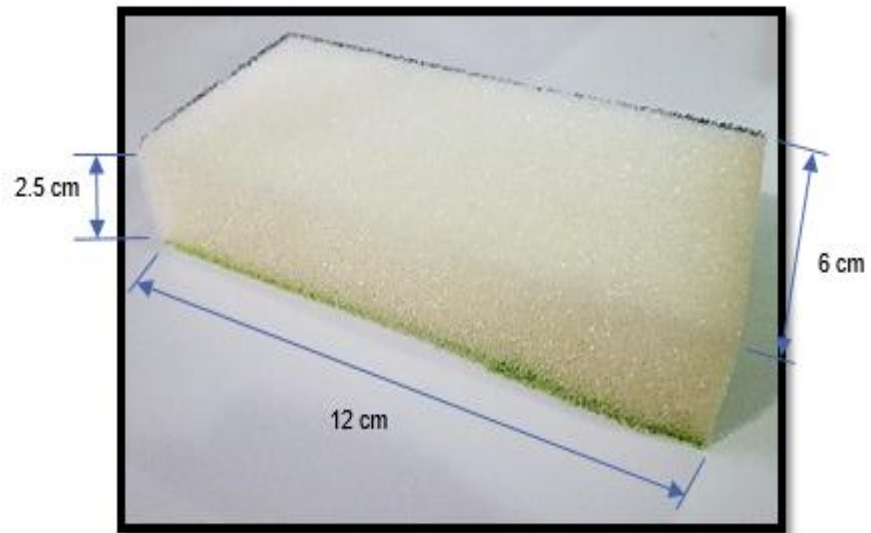
3.2.1 Proceso de elaboración de las cerámicas porosas. Inicialmente, se realizaron los siguientes pasos para la elaboración de las cerámicas porosas, bajo el método de inmersión de barbotina con espuma.

3.2.1.1 Paso 1: Tiempo de inmersión. Se definió un tiempo (h) constante de 1 hora de inmersión de la pasta cerámica o barbotina en la espuma, con el fin de que la barbotina cubra completamente la espuma de manera homogénea, ya que un tiempo mayor puede obstruir dichos poros.

3.2.1.2 Paso 2: Preparación de las probetas de espuma. Las espumas de diferentes densidades se cortaron en forma de un paralelepípedo de aproximadamente 6 cm de ancho * 12 cm de largo * 2.5 cm de espesor, como se observa en la figura 15.

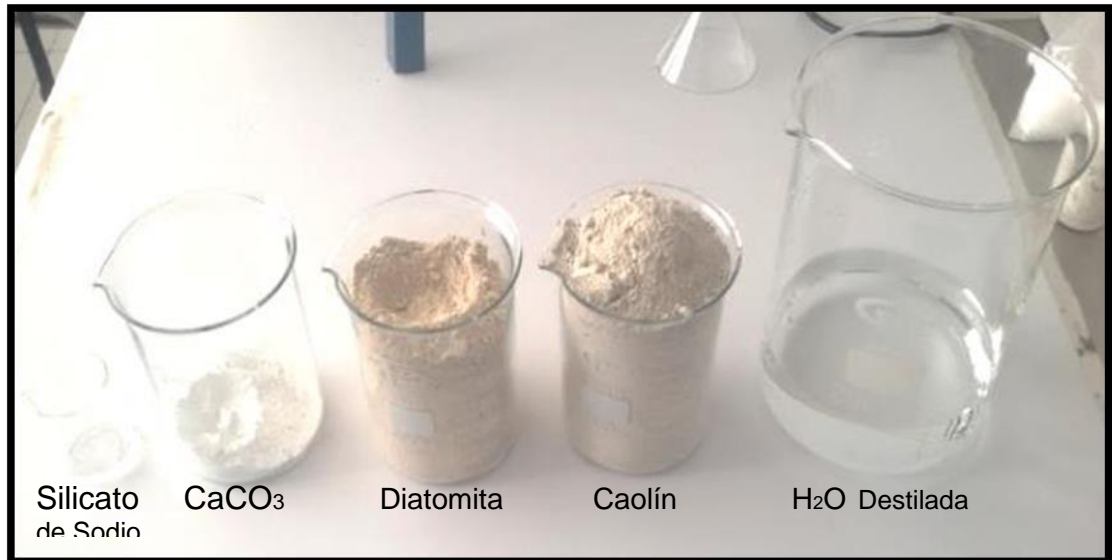
3.2.1.3 Paso 3: Preparación de la pasta cerámica o barbotina. Se preparó una mezcla de Caolín, diatomita y CaCO_3 (figura 16) en las proporciones descritas en la figura 17 de acuerdo a lo reportado por Peña, Miranda y Santafé, 2009.

Figura 15. Dimensiones de la espuma.



Fuente: Autora.

Figura 16. Materias primas.



Fuente: Autora.

Figura 17. Mezcla de materias primas.



Fuente: Autora.

Se calculó una cantidad de masa seca de 500 gramos y se calculó la cantidad de agua destilada en una proporción de 1:1.

- **Caolín.** Se estableció una relación de tres:

$$\begin{array}{l} 500 \text{ gr de masa seca} \longrightarrow 100\% \text{ de masa seca} \\ X \longrightarrow 60\% \text{ de caolín} \end{array}$$

$$X = (500 \text{ gr} * 60\%) / 100\% = 300 \text{ gr de caolín}$$

- **Diatomita.** Se estableció una relación de tres:

$$\begin{array}{l} 500 \text{ gr de masa seca} \longrightarrow 100\% \text{ de masa seca} \\ X \longrightarrow 30\% \text{ de diatomita} \end{array}$$

$$X = (500 \text{ gr} * 30\%) / 100\% = 150 \text{ gr de diatomita}$$

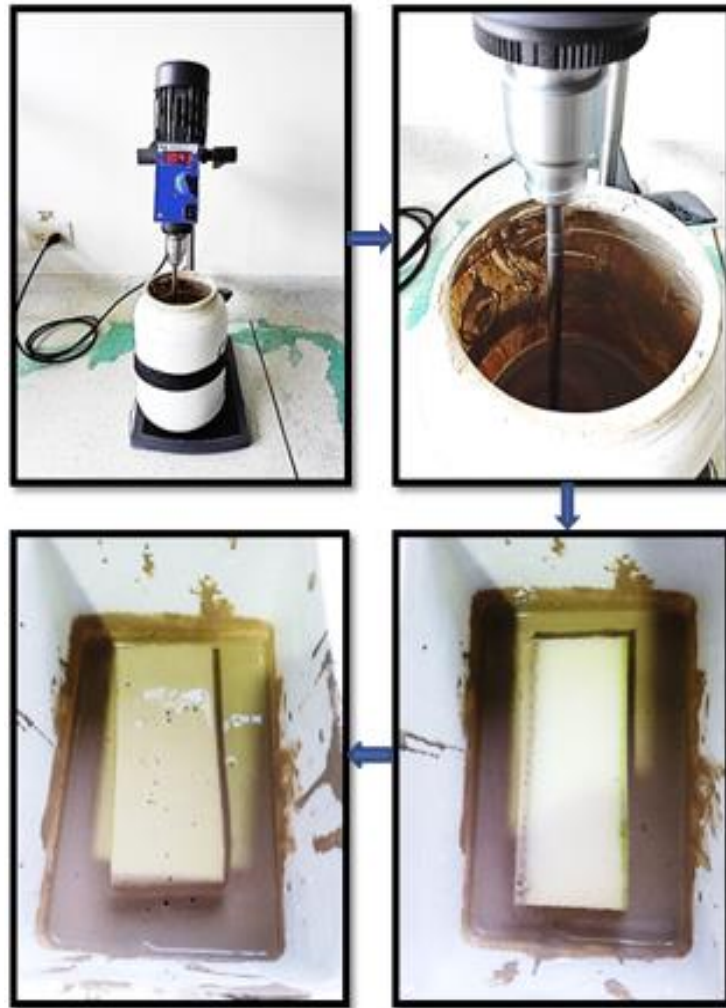
- **Carbonato de calcio.** Se estableció una relación de tres:

$$\begin{array}{l} 500 \text{ gr de masa seca} \longrightarrow 100\% \text{ de masa seca} \\ X \longrightarrow 10\% \text{ de CaCO}_3 \end{array}$$

$$X = (500 \text{ gr} * 10\%) / 100\% = 50 \text{ gr de CaCO}_3$$

- **Adición de activador.** Por primeros principios, se determinó la cantidad de gotas de silicato de sodio que se deben agregar durante la homogenización de la barbotina, con el fin de deflocular la pasta cerámica hasta lograr obtener una viscosidad adecuada. Por último, cada espuma se sumergió en la barbotina para que esta se impregnará con la barbotina homogéneamente y poder elaborar las cerámicas porosas (figura 18 y cuadro 3).

Figura 18. Mezclado de la barbotina e inmersión de la espuma para elaborar las probetas.



Fuente: Autora.

Cuadro 3. Datos de los pesos de gotas de silicato de sodio.

Número de gotas	Peso de gotas
1	0.06
20	1.08
$\Sigma_{\text{gotas}} = 11.42 \text{ gr}$	

Fuente: Autora.

Se realizó el siguiente cálculo:

$$\text{Promedio de gotas} = \Sigma_{\text{gotas}} / n_{\text{gotas}} = 11.42 / 20 = 0.571 \text{ gr}$$

- **Base de masa seca.** Para 200 gramos de masa seca se determinó que el número de gotas de silicato de sodio que determinan la viscosidad mínima son 53 gotas, mientras que para una masa seca de 500 gramos se encontró que la cantidad de gotas de silicato de sodio son 145 gotas de acuerdo con el cuadro 4.

Cuadro 4. Relación de número de gotas, densidad y tiempo.

Numero de gotas	Densidad (gr/cm³)	Tiempo (seg)
130	1.445	-
133	1.446	-
136	1.446	88
139	1.447	73
142	1.448	69
145	1.449	55
148	1.45	59
153	1.45	81

Fuente: Autora.

Se debe pesar el picnómetro de 50 cm³ con tapa estando en vacío:

$$P_{\text{inicial}} = 30.19 \text{ gr}$$

Se pesa el picnómetro lleno de barbotina tapado, retirando todo exceso de barbotina:

$$P_{\text{final}} = 102.34 \text{ gr}$$

Dónde:

$$102.34 \text{ gr} - 30.19 \text{ gr} = 72.15 \text{ gr}$$

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{72.15 \text{ gr}}{50 \text{ cm}^3} = 1.443 \text{ gr/cm}^3$$

Se determinó que para una cantidad de 145 gotas de silicato de sodio corresponde una densidad de 1.443 gr/cm³.

Se utilizó el valor del promedio de gotas con el número de gotas (145 gotas) en el cuadro 3, para calcular el porcentaje de defloculante en peso (silicato de sodio) que debe ser utilizado para una mezcla de 500 gr de masa seca:

$$0.571 \text{ gr} * 145 \text{ gr} = 82.795 \text{ gr}$$

500 gr de masa seca \longrightarrow 100% de masa seca
82.795 gr de gotas \longrightarrow X

$$X = (82.795 \text{ gr} * 100\%) / 500 \text{ gr} = 16.559\% \text{ de defloculante en peso}$$

Se determinó que para preparar una base de masa seca de 500 gramos, se requiere un 16.56% en peso silicato de sodio, para lograr la viscosidad adecuada para la elaboración de la barbotina.

3.2.1.4 Paso 4: Proceso de secado a temperatura ambiente. Se elaboraron 4 probetas con cada una de las seis muestras de espumas de poliuretano (PU), estas probetas fueron sometidas a proceso de secado a temperatura ambiente por 24 horas a excepción de la muestra 4 la cual se le incremento a 36 horas (debido a su tamaño de poro), sobre una malla con el fin de que las probetas obtuvieran un secado homogéneo (figura 19).

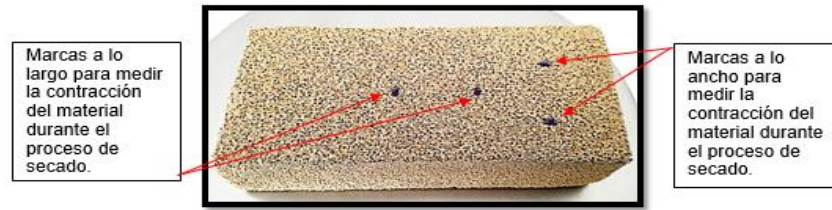
Figura 19. Proceso de secado de probetas.



Fuente: Autora.

En cada una de las probetas se marcaron distancias de 1" a lo largo y ancho de la probeta, estas se promediaron, con el fin de registrar la longitud de contracción (L_1) (figura 20).

Figura 20. Probeta con marcas para determinar contracción del material.



Fuente: Autora.

Las masas en verde registradas para cada una de las muestras están relacionadas en el cuadro 5.

Cuadro 5. Masas de probetas en verde.

Probeta	Muestra 1 (gr)	Muestra 2 (gr)	Muestra 3 (gr)	Muestra 4 (gr)	Muestra 5 (gr)	Muestra 6 (gr)
1	197.41	166.13	156.33	136.15	152.00	172.34
2	190.94	168.99	159.49	109.33	161.75	166.02
3	196.24	162.43	135.10	109.17	155.46	174.51
4	193.24	144.86	137.23	131.08	156.85	176.38

Fuente: Autora.

3.2.1.5 Paso 5: Proceso de secado en estufa de circulación forzada. Una vez registradas las masas de cada una de las probetas, se sometieron a proceso de secado en Estufa de circulación forzada con temperaturas que oscilaron desde 40°C hasta 100°C, aumentando gradualmente cada 20°C por un tiempo aproximado de 5 horas a cada temperatura (40°C, 60°C, 80°C y 100°C) de manera que la pérdida de masa sea constante en cada una de las probetas. Se aumentó la temperatura hasta 100°C y se registraron dichas masas de acuerdo al cuadro 6.

Cuadro 6. Relación de datos.

Temperatura (°C)	Masa constante (g)	Contracción del material en verde (cm)	Volumen de la pasta cerámica en verde (cm ³)
40°C	m ₂	-	-
60°C	-	-	-
80°C	-	-	-
100°C	m ₃	L ₂	V ₃

Fuente: Autora.

Durante el secado las probetas se colocaron primero en una posición a lo ancho, luego, cada 30 min estas se rotaron 180° y posteriormente, en posición lateral con el fin de realizar un proceso de secado homogéneo.

Las masas de las muestras secadas a 100°C registradas para cada una de las probetas están relacionadas en el cuadro 7.

Cuadro 7. Masas de probetas posteriores al secado en horno a 100°C.

Probeta	Muestra 1 (gr)	Muestra 2 (gr)	Muestra 3 (gr)	Muestra 4 (gr)	Muestra 5 (gr)	Muestra 6 (gr)
1	127.90	125.20	152.60	130.38	149.90	167.61
2	122.47	126.95	155.64	102.19	159.62	160.52
3	125.81	141.38	131.13	104.91	153.45	168.15
4	137.74	121.77	129.60	125.73	155.06	170.31

Fuente: Autora.

3.2.1.6 Paso 6: Proceso de cocción o sinterización en Mufla eléctrica MAT.

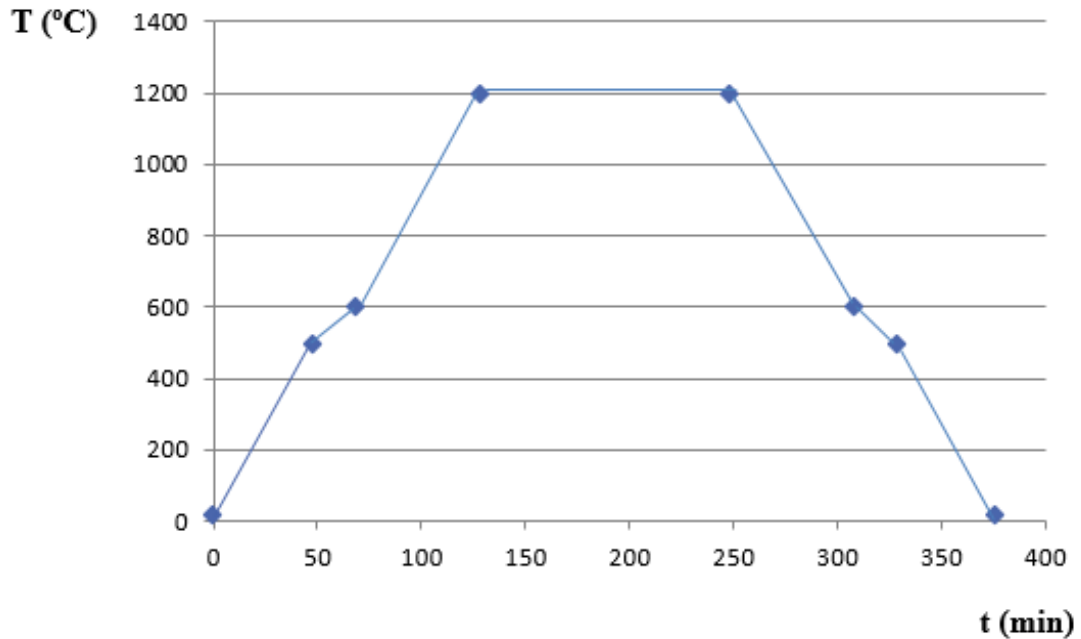
Una vez registrados las masas de cada una de las probetas secadas en la estufa a 100°C, se sometieron a un proceso de cocción (sinterización) de las probetas en verde a partir de la temperatura ambiente por un tiempo aproximado de 5 horas, con una rampa de calentamiento de 10°C/min hasta los 500°C.

Luego, se cambió la rampa de calentamiento a 5°C/min a partir de 500°C hasta llegar a 600°C, ya que durante este rango de temperatura ocurre la transformación de cuarzo α a cuarzo β a $T=573^\circ\text{C}$, este periodo de cocción debe ser lento con el fin de evitar contracciones en las muestras.

Posterior a esto, se cambió la rampa de calentamiento de 10°C/min hasta llegar a 1200°C, y a partir de esta temperatura se mantuvo constante por un tiempo de 2 horas.

Por último, se realizó un enfriamiento desde 1200°C hasta 600°C descendiendo cada 10°C/min, luego hasta 500°C descendiendo cada 5°C/min, por último hasta temperatura ambiente descendiendo cada 10°C/min, este proceso se realizó con el fin de evitar agrietamiento y contracciones de la pasta cerámica, como se observan en la figura 21.

Figura 21. Temperatura vs. Tiempo de sinterización.



Fuente: Autora.

Las masas de las probetas después de la cocción están registradas en el cuadro 8.

Cuadro 8. Masas de probetas posteriores a la cocción en horno a 1200°C.

Probeta	Muestra 1 (gr)	Muestra 2 (gr)	Muestra 3 (gr)	Muestra 4 (gr)	Muestra 5 (gr)	Muestra 6 (gr)
1	108.06	108.54	133.74	112.61	128.14	131.64
2	103.51	110.03	136.36	87.83	137.14	136.18
3	106.49	109.56	116.17	90.21	141.49	142.25
4	103.63	103.10	115.94	100.57	131.38	144.52

Fuente: Autora.

3.2.1.7 Paso 7: Posterior al proceso de cocción. Cuando se enfriaron las pastas cerámicas porosas, se registró m_4 , L_3 y V_4 para cada probeta. Los datos anteriormente obtenidos se utilizaron para realizar los siguientes cálculos basados en la Norma ISO 10545-3:

Pérdida de masa en cocción:

$$\% \text{ masa} = \frac{m_3 - m_4}{m_3} * 100\% \quad (24)$$

Contracción del material: se calculó teniendo en cuenta la dirección longitudinal y ancha de la probeta.

$$\% \text{ contracción} = \frac{L_2 - L_3}{L_2} * 100\% \quad (25)$$

Densidad de la probeta en cocido:

$$\rho \text{ cocido} = \frac{m_4}{v_4} \quad (26)$$

Una vez, se obtuvieron los datos para cada probeta se promediaron y se calculó la incertidumbre de dicha medida y posteriormente se registraron los datos.

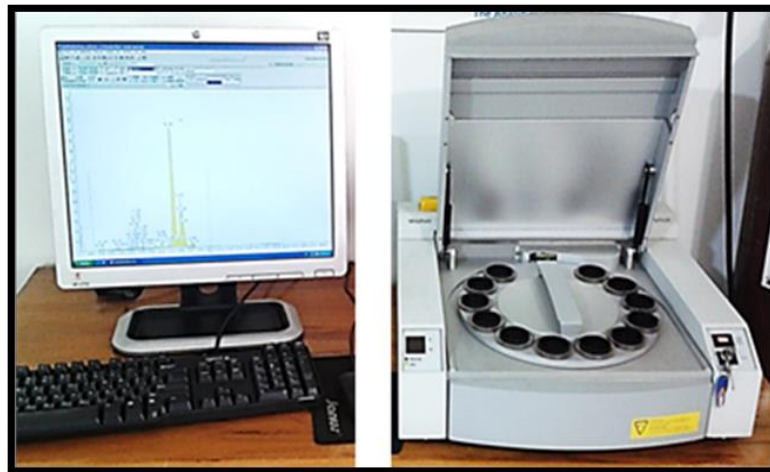
3.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Inicialmente, se caracteriza la materia prima de la siguiente forma:

3.3.1 Caracterización de propiedades químicas. Dentro de la caracterización de propiedades químicas de los materiales, se realizaron los siguientes análisis.

3.3.1.1 Análisis por FRX. Se analizaron cuatro muestras correspondientes a muestra de Caolín, Diatomita, Carbonato de Calcio y Mezcla de estos nombrada Barbotina. Estas se secaron a 100°C en Estufa de circulación forzada por 2 horas aproximadamente, para posteriormente ser sometidas a análisis de Fluorescencia de Rayos X en el Equipo: Espectrómetro de Fluorescencia por Energía (Marca: PANalytical Modelo: MiniPal 2), para determinar la composición química de dichas materias primas (figura 22).

Figura 22. Fluorescencia de Rayos X.



Fuente: Autora.

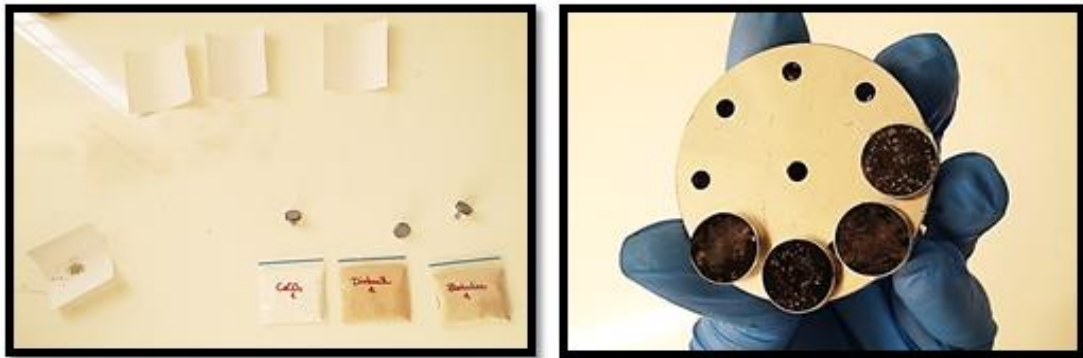
3.3.1.2 Microanálisis por SEM-EDS. Se analizaron las materias primas (Caolín, diatomita, carbonato de calcio y barbotina) secadas a 100°C en Estufa de circulación forzada por 2 horas aproximadamente, y una muestra sinterizada para realizar un microanálisis de rayos X (EDS o Espectrometría de dispersión de energía de rayos X) a cada muestra en el Equipo: Microscopio Electrónico de Barrido de alta resolución (Marca: CARL ZEISS Modelo: RAZEI-001), estos proporcionan información cualitativa y cuantitativa sobre la composición elemental de las diversas áreas de la superficie de una partícula o muestra (figuras 23 y 24).

Figura 23. Microscopio electrónico de barrido, modelo EVO MA10.



Fuente: Autora.

Figura 24. Preparación de polvos en los portamuestras.

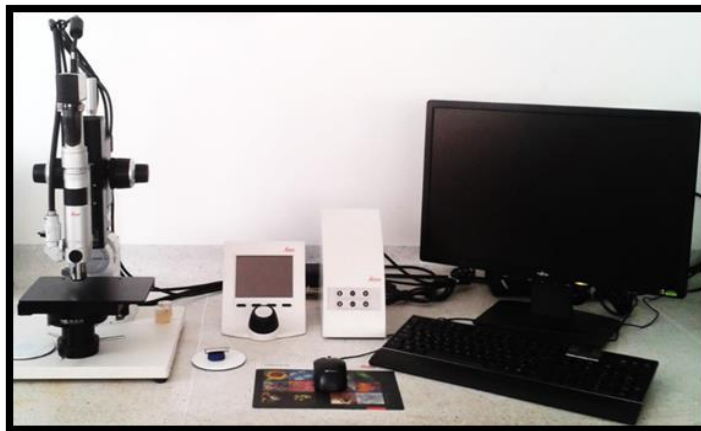


Fuente: Autora.

3.3.2 Caracterización morfológica. En la caracterización morfológica se realizaron los siguientes análisis usando el microscopio óptico LEICA y el microscopio electrónico de barrido CARL ZEISS, como se muestra a continuación.

3.3.2.1 Análisis de microscopía óptica. Se analizaron cubos de 1cm^3 de los seis tipos de densidades de espumas impregnadas con azul de metilo, utilizando los lentes VZ-10 a 40X y a cada cerámica porosa según lo estipulado bajo la Norma ASTM E112⁷⁶, en el Equipo: Microscopio Óptico de Alta Resolución (Marca: LEICA, Modelo: DVM2500), para conocer la forma, distribución y tamaño de poro de dichas espumas (figura 25).

Figura 25. Microscopio óptico de alta resolución Leica, Modelo: DVM 2500.



Fuente: Autora.

3.3.2.2 Análisis por SEM. Se analizaron las cerámicas porosas en el Equipo: Microscopio Electrónico de Barrido (Marca: CARL ZEISS Modelo: RAZEI-001), ya que esta proporciona información morfológica y topográfica sobre la superficie de las partículas que son normalmente necesarias para entender el comportamiento de las superficies. Así, un análisis por microscopía electrónica es la primera etapa en el estudio de las propiedades de las superficies de un sólido (figura 23).

3.3.3 Caracterización de las propiedades mecánicas. Se realizó el ensayo de resistencia a la flexión a una probeta de cada tipo de cerámica porosa, como se muestra a continuación.

3.3.3.1 Análisis de Resistencia mecánica a la flexión. Se determinó el análisis de resistencia mecánica a la flexión de una muestra correspondiente a cada tipo de espuma de poliuretano empleada, bajo la Norma ISO 10545-4⁷⁷ para materiales cerámicos en el Equipo: Máquina Universal de ensayos Electromecánica universal de 500 KN (Marca MICROTTEST, Modelo: EM2/500/FR), para conocer carga y módulo de rotura del material (figura 26).

⁷⁶ ASTM INTERNATIONAL. Standard test methods for determining average grain size. ASTM E-112. West Conshohocken, PA: ASTM, 2013.

⁷⁷ INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Determination of modulus of rupture and breaking strength. ISO 10545-4: 2004. Geneva: ISO, 2004.

Figura 26. Máquina de Ensayos Electromecánica Universal de 500KN.

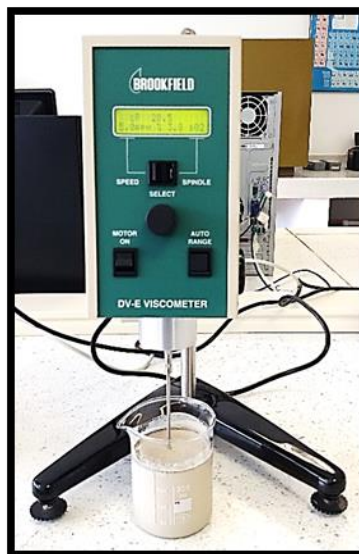


Fuente: Autora.

3.3.4 Caracterización de propiedades físicas. Se realizaron los siguientes análisis de propiedades físicas a algunos materiales y muestras.

3.3.4.1 Determinación de la viscosidad de la barbotina. Se usó el viscosímetro Brookfield con la aguja S02, para determinar la viscosidad de dicha muestra (figura 27).

Figura 27. Viscosímetro Brookfield.



Fuente: Autora.

3.3.4.2 Análisis por DRX. Se analizaron por DRX cuatro muestras correspondientes a muestra de Caolín, Diatomita, Carbonato de Calcio y Barbotina. Estas muestras fueron secadas a 100°C en estufa de circulación forzada por 2 horas aproximadamente, para posteriormente ser sometidas a análisis de Difracción de Rayos X en el Equipo: Difractómetro de Rayos X (Marca: PANalytical Modelo: XPERT-PRO), para determinar las fases presentes de dichos materiales (figura 28).

Figura 28. Difractómetro de Rayos X.



Fuente: Autora.

3.3.4.3 Análisis de absorción de agua. Después de sinterizadas las probetas a 1200°C en la mufla eléctrica y obtener la masa seca, se debe sumergir cada una de las probetas en H₂O en ebullición durante 2 horas, terminado este proceso se debe pesar nuevamente para determinar la masa húmeda, de acuerdo con la Norma ISO 10545-3⁷⁸:

$$\% \text{ Abs} = \frac{m \text{ humeda} - m \text{ seca}}{m \text{ humeda}} * 100\% \quad (27)$$

3.3.4.4 Análisis de porosidad. Se debe determinar la porosidad de las muestras usando análisis de imágenes por Microscopía óptica o con IMAGE J o IMAGE TOOL, o usando porosimetría de mercurio^{79,80} o Análisis BET (Fisisorción de

⁷⁸ INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Ceramic tiles. Part 3: Determination of water absorption, apparent porosity, apparent relative density and bulk density. ISO 10545-3:1995 (E). Geneva: ISO, 1995.

⁷⁹ ARROYO CHÁVEZ, Hiram. Modelo sólido-poroso para reproducir las curvas características de los suelos. Tesis de Maestría en Ciencias, línea terminal en Mecánica de Suelos. Querétaro, México: Universidad Autónoma de Querétaro. Facultad de ingeniería, 2012.

⁸⁰ ALONSO RODRÍGUEZ, Francisco Javier. Porosimetría por inyección de mercurio [en línea]. Oviedo, España: Universidad de Oviedo, 2012. [citado el 19-08-16]. Disponible en: http://ocw.uniovi.es/pluginfile.php/4888/mod_resource/content/1/T3b-PorosimetriaMercurio.pdf

nitrógeno) en el equipo: 3FLEX MICROMERITICS, para determinar el área superficial BET, la distribución de tamaños y volumen de poro de cada muestra de cerámica porosa por adsorción-desorción de N₂ a 77K-Método de alta precisión (DFT o NLDFT) cumpliendo con estándares de las normas ASTM D3663-03⁸¹ y ASTM D4641-12⁸².

3.3.4.5 Análisis de tortuosidad^{83,84}. Se determinó mediante el cálculo de la porosidad y el factor de formación (F), donde el factor de formación es la relación entre la conductividad eléctrica de la probeta embebida en un electrolito conocido y la resistividad eléctrica del electrolito.

$$T = E * F \text{ (28)}$$

$$F = (\text{pelectrolito} + \text{muestra}) / \text{pelectrolito} \text{ (29)}$$

Este parámetro, me permite determinar qué tan tortuoso es que un flujo de calor o un flujo de aire atraviesen un medio poroso, con el fin de poder conocer las posibles aplicaciones de las cerámicas porosas.

3.3.4.6 Análisis de conductividad térmica^{85,86,87,88}. Se mide la conductividad y resistividad térmica efectiva usando el equipo **KD2 - PRO**, el cual funciona por el principio de flujo lineal transitorio de calor o usando el **HOT DISK AB (Testing Thermal Conductivity)** que funciona con el flujo de placa caliente. La conductividad eléctrica se determinó a temperatura ambiente (Norma ASTM D5334-14, 2014⁸⁹), para determinar mediante los análisis de conductividad y resistividad térmica las posibles aplicaciones tecnológicas de las cerámicas porosas elaboradas en el presente proyecto (figura 29).

⁸¹ ASTM INTERNATIONAL. Standard test method for surface area of catalysts and catalyst carriers. ASTM D3663-03. West Conshohocken, PA: ASTM, 2015.

⁸² ASTM INTERNATIONAL. Standard practice for calculation of pore size distributions of catalysts and catalyst carriers from nitrogen desorption isotherms. ASTM D4641-12. West Conshohocken, PA: ASTM, 2012.

⁸³ MATYKA and KOZA, Op. cit.

⁸⁴ DULLIEN, F. A. L. Porous media: fluid transport and pore structure. New York: Academic Press, 1992.

⁸⁵ CAO, Wei, et al. Thermal conductivity of highly porous ceramic foams with different agar concentrations. In: Materials Letters. January, 2015. vol. 139, p.- 66-69.

⁸⁶ ASHRAF, Abdullah. Thermal conductivity measurement by hot disk analyser [en línea]. s.l.: Researchgate, s.f. [citado el 05-08-16]. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Abdullah_Ashraf2/publication/271840994_Thermal_Conductivity_Measurement_by_Hot_Disk_Analyser/data/54d3c1030cf25013d02661d9/Thermal-Conductivity-Measurement-by-Hot-Disk-Analyser.pdf.

⁸⁷ DECAGON DEVICES, Op cit.

⁸⁸ MA, Op. cit.

⁸⁹ ASTM INTERNATIONAL. Standard test method for determination of thermal conductivity of soil and soft rock by thermal needle probe procedure, Op. cit.

Figura 29. KD2 - PRO.



Fuente: Autora.

3.3.5 Análisis fisicoquímico de aguas. Dentro de los análisis fisicoquímicos realizados a las muestras de aguas sin filtrar y filtradas, se realizaron las siguientes:

3.3.5.1 Análisis de pH. La determinación del pH se determinó mediante el uso del pHMETRO HACH (Modelo: HQ40D), midiendo 3 veces el pH de cada muestra (figura 30).

Figura 30. Determinación del pH.



Fuente: Autora.

3.3.5.2 Análisis de color. Para la determinación de color se usó el Colorímetro HACH (Modelo: DR/890), con la celda portamuestra se analizaron 25 ml de cada muestra de agua para analizar, como se observa en la figura 31.

Figura 31. Determinación de color en las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

3.3.5.3 Análisis de turbidez. La determinación de turbidez se realizó usando el Colorímetro HACH (modelo: DR/820), mediante la adición de 10 ml de muestra de agua en la celda portamuestra como se observa en la figura 32.

Figura 32. Determinación de turbidez de cada muestra de agua.

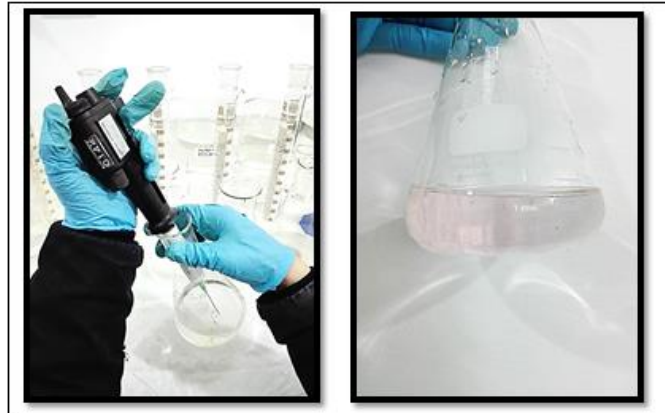


Fuente: Autora.

3.3.5.4 Análisis de acidez total. Para la determinación de acidez total de las muestras de agua se realizó el método 8201 de acuerdo al STANDARD METHODS, en el cual se utiliza Phenolphthalein powder pillows (100/pkg) como

indicador en polvo (color rosado) mezclándola con 100 ml de la muestra de agua y titulando con Sodium hydroxide titration cartridge (NaOH) con una concentración de 0.16N (Cat. 14377-01, cartucho de 13ml) para cada análisis⁹⁰ (figura 33).

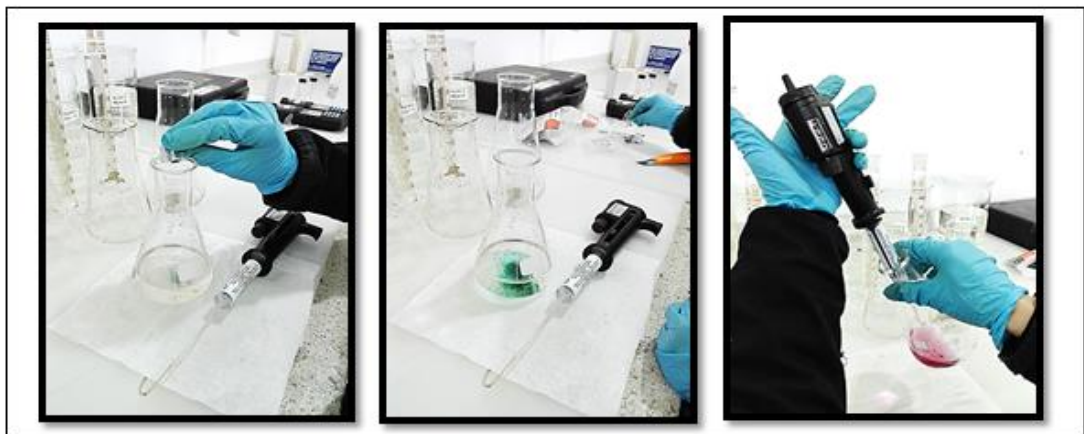
Figura 33. Determinación de la acidez de todas las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

3.3.5.5 Análisis de alcalinidad. Para la determinación de alcalinidad se usó el método 8203 del STANDARD METHODS, mezclando el indicador Bromcresol Green powder pillows (100/pkg) en 25ml de muestra de agua y titulando con Sulfuric acid titration cartridge (H_2SO_4) con una concentración de $0.16N \pm 0.0008N$ (Cat. 14388-01, cartucho de 13 ml) para todas las muestras de aguas analizadas (figura 34).

Figura 34. Determinación de alcalinidad de las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

⁹⁰ CLESCERI, Lenore S., GREENBERG, Arnold E. and EATON, Andrew D. Standard methods, for the examination of water and wastewater. 21st edition. Centennial edition, 2005.

3.3.5.6 Análisis de cloruros. La determinación de cloruros se realizó de acuerdo al STANDARD METHODS, mezclando el indicador Potassium chromate powder pillows (color: amarillo, 100/pkg) en 100 ml de muestra de agua y titulando con Silver nitrate titration cartridge de $0.2256 \pm 0.0010N$ (Cat. 14396-01, cartucho de 13 ml) para todas las muestras de aguas analizadas (figura 35).

Figura 35. Determinación de cloruros de las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

3.3.5.7 Análisis de dureza total. La determinación de dureza total se realizó de acuerdo al STANDARD METHODS, mezclando dos indicadores: primero, el indicador Buffer solution hardness (1 pH 10.1 ± 0.1 , cat. 424-32) con el indicador Manver 2 hardness (cat. 85199, pk/100) en 25 ml de muestra de agua y titulando con Titraver solution (sodium EDTA) con una concentración $0.08M \pm 0.0004$ (Cat. 1436401, cartucho de 13 ml) para todas las muestras de aguas analizadas (figura 36).

Figura 36. Determinación de Dureza total de las muestras de aguas.

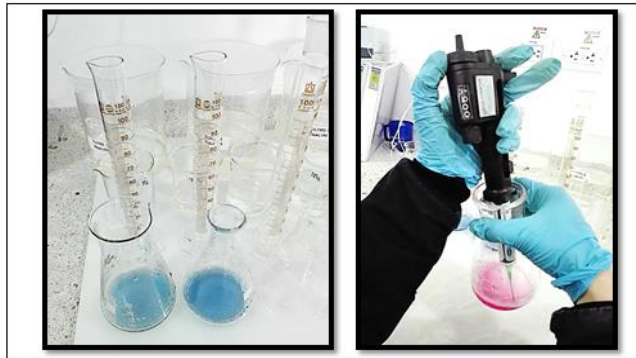


Fuente: Autora.

3.3.5.8 Análisis de dureza cálcica. La determinación de dureza cálcica se realizó de acuerdo al STANDARD METHODS, mezclando dos indicadores: primero, 2 ml del indicador Potassium hydroxide solution (8N, cat. 282-32) con el indicador

Calver 2 calcium (cat. 947-99, pk/100) en 25 ml de muestra de agua y titulando con Titraver solution (sodium EDTA) con una concentración $0.08M \pm 0.0004$ (Cat. 1436401, cartucho de 13 ml) para todas las muestras de aguas analizadas (figura 37).

Figura 37. Determinación de dureza cálcica de las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

3.3.5.9 Análisis de hierro total. La determinación de hierro total se realizó usando el programa 265 del Espectrofotómetro ultravioleta visible HACH (Modelo: DR6000) como se muestra en la figura 38, donde se coloca una celda (portamuestra) que contiene 10 ml de la muestra de agua a analizar y preparándola previamente con indicador Ferrover (polvo).

Figura 38. Determinación de hierro total.



Fuente: Autora.

3.3.5.10 Análisis de sulfatos. La determinación de sulfatos se realizó usando el programa 680 del Espectrofotómetro ultravioleta visible HACH (Modelo: DR6000) como se muestra en la figura 39, donde se coloca una celda (portamuestra) que contiene 10 ml de la muestra de agua a analizar y preparándola previamente con

0.5ml de una solución acondicionadora y agregando una pizca de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Figura 39. Determinación de sulfatos.



Fuente: Autora.

3.3.5.11 Análisis de sólidos suspendidos totales (SST). La determinación de sólidos suspendidos totales se realizó de acuerdo a lo establecido en el "STANDARD METHODS" (2005), mediante un pesaje inicial de un papel filtro de fibra de vidrio (diámetro 47mm) dentro de una caja Petri, luego con ayuda de una bomba de vacío se realizó la filtración de las aguas. Terminado este proceso se procedió a secar en estufa de secado por 1 hora aproximadamente, para obtener un pesaje final de la caja Petri con el filtro de fibra de vidrio impregnado de material particulado contenido en el agua filtrada y sin filtrar (figura 40).

Figura 40. Filtración de las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

La determinación de los sólidos suspendidos totales en las muestras de aguas, se calcularon usando la expresión:

$$\text{SST} = \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \frac{[(A-B) \times 1000]}{\text{Vol muestra en mL}} \quad (30)$$

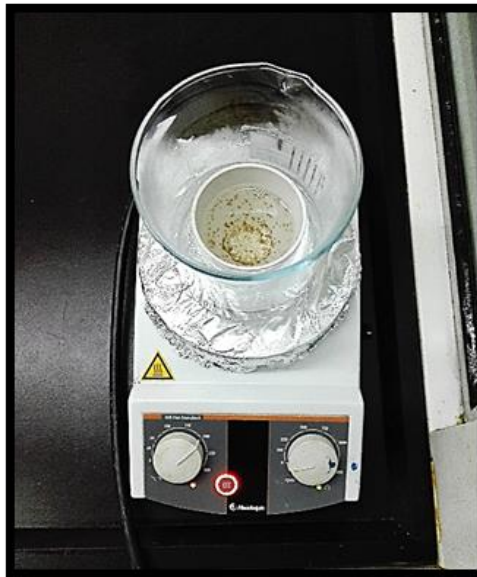
Donde:

A: Peso del residuo + peso del papel de filtro en mg.

B: Peso del papel de filtro en mg.

3.3.5.12 Análisis de sólidos disueltos totales (SDT). La determinación de sólidos disueltos totales se realizó de acuerdo a lo establecido en el “STANDARD METHODS” (2005), colocando en un crisol de porcelana 50 ml del agua que se filtró con bomba de vacío sobre una plancha de calentamiento a 180°C por cerca de dos horas aproximadamente, con el fin de evaporar completamente el agua y que los SDT se depositaran en el fondo del crisol, por último, se obtuvo el peso final para poder calcular los SDT (figura 41).

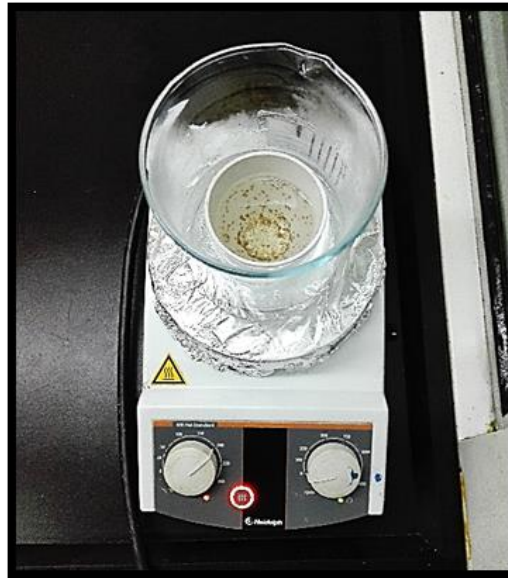
Figura 41. Filtración de las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

3.3.5.13 Análisis de sólidos totales (ST). La determinación de sólidos totales se realizó de acuerdo a lo establecido en el “STANDARD METHODS” (2005), colocando en un crisol de porcelana 50 ml del agua que se filtró en el proceso de SST sobre una plancha de calentamiento a 103°C por 1 hora aproximadamente, con el fin de evaporar completamente el agua y que los SDT se depositaran en el fondo del crisol, por último, se obtuvo el peso final para poder calcular los SDT (figura 42).

Figura 42. Filtración de las muestras de aguas.



Fuente: Autora.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 ELABORACIÓN DE PROBETAS

Los resultados durante la etapa de elaboración de probetas se muestran a continuación.

4.1.1 Determinación de la viscosidad de la barbotina. Se analizó la barbotina con el viscosímetro Brookfield usando la aguja s02 (cuadro 9).

En el cuadro 9, se registraron los datos donde estabilizaban las mediciones de la viscosidad.

Cuadro 9. Datos de viscosidades.

RPM	Torque	Viscosidad (cp)	Viscosidad promedio (cp)
20	14.2	26.6	37.73
30	26.2	32.8	
50	58.2	43.65	
60	77.7	47.88	

Fuente: Autora.

Con el viscosímetro Brookfield, se determinó que la barbotina tiene una viscosidad promedio de 37.73cp. Con este valor promedio de viscosidad alcanzado se tiene una barbotina con propiedades de penetración y adherencia de la barbotina en los poros de las matrices de poliuretano empleados para la elaboración de las cerámicas porosas.

4.1.2 Cálculos para la determinación de Pérdida de masa, contracción lineal y densidad del material. Se empleó para determinar la pérdida de masa la fórmula (1), para la contracción lineal la fórmula (2) siguiendo los lineamientos establecidos por Norma ISO 10545-3. Los datos de contracción lineal y pérdida de masa de las seis muestras de cerámicas porosas fabricadas se presentan en el cuadro 10.

Cuadro 10. Datos pérdida de masa y contracción lineal del procesamiento de las probetas de las seis muestras de cerámica.

Muestra	Pérdida de masa (gr)		Contracción lineal (cm)		Volumen de la probeta (cm ³)
	m ₃	m ₄	L ₂	L ₃	V ₄
1	127.90	108.06	2.3	1.65	62.4
	122.47	103.51	2.25	1.55	59.28
	125.81	106.49	2.35	1.75	57.798
	137.74	103.63	2.2	1.8	60.8
2	125.20	108.54	2.3	1.65	62.985
	126.95	110.03	2.4	1.6	63.468
	141.38	109.56	2.2	1.8	62.16
	121.77	103.10	2.3	1.65	57.798
3	152.60	133.74	2.2	1.65	109.2
	155.64	136.36	2.2	1.9	111.1
	131.13	116.17	2.25	1.85	81.48
	129.60	115.94	2.25	1.95	87.59
4	130.38	112.61	2.2	2.0	77.616
	102.19	87.83	2.25	2.0	71.06
	104.91	90.21	2.3	2.1	76.032
	125.73	100.57	2.2	2.0	76.626
5	149.90	128.14	2.25	1.95	102.9
	159.62	137.14	2.25	1.8	101.66
	153.45	141.49	2.3	2.05	101.33
	155.06	131.38	2.2	1.95	107.1
6	167.91	131.64	2.3	2.15	107.8
	160.52	136.18	2.25	2.1	92.708
	168.15	142.25	2.3	2.2	110
	170.31	144.52	2.35	2.2	91.762

Fuente: Autora.

Teniendo en cuenta los datos registrados en el cuadro 10, se calcularon las pérdidas de masa, contracción lineal del material y densidad de las cuatro probetas (réplicas) elaboradas con cada una de las seis muestras (cuadro 11).

Cuadro 11. Promedios de los resultados para las muestras 1, 2, 3, 4, 5 y 6.

Muestra	Pérdida de masa (%)	Contracción lineal del material (%)	Densidad de la probeta (gr/cm ³)
1	17.77±0.98	25.77±3.74	1.74±0.11
2	16.11±0.40	27±4.24	1.74±0.11
3	11.66±1.41	17.4±0.33	1.29±0.06
4	15.42±0.12	9.49±2.89	1.29±0.06
5	12.96±0.88	13.88±1.10	1.29±0.06
6	16.81±0.68	5.97±4.33	1.38±0.03

Fuente: Autora.

Según lo reportado en el cuadro 11, se observa que la muestra 1 elaborada con la “Ultra espuma densidad 30”, reporta el mayor porcentaje de la pérdida de masa con un valor de 17.77% y en menor porcentaje la muestra 3 elaborada con la “espuma Continua densidad 20”, con 11.66%. Se observa una similitud en las muestras 3 elaborada con la “espuma Continua densidad 20”, la muestra 4 de “espuma Tapisuave densidad 15” y la muestra 5 de “espuma Extra espuma densidad 26”, con un valor de densidad de 1.29 gr/cm³, y en las muestras 1 elaborada con la “Ultra espuma densidad 30” y la muestra 2 elaborada con la “Penta espuma 26” con un valor alto de 1.74 gr/cm³, y la muestra 6 elaborada con la “espuma con retardante a la llama”, un valor medio de 1.385%.

4.2 PROTOTIPOS DE LOS FILTROS CERÁMICOS POROSOS

Se reportan los resultados del proceso de conformado de los filtros con forma de membrana, para esto las espumas fueron cortadas con un diámetro de 6 cm aproximadamente y 2.5 cm de espesor. Posterior a esto, se impregnaron con la barbotina por 1 hora, para luego iniciar un proceso de secado a temperatura ambiente y en estufa a 100°C aproximadamente por cerca de 24 horas, y sinterizadas en mufla eléctrica por cerca de 5 horas. Posterior al proceso de secado se pesaron las probetas cilíndricas en Balanza digital (Marca: SARTORIOUS, Modelo: ENTRIS822-1S). El proceso de secado desde 40°C aumentando cada 20°C hasta alcanzar los 100±5 °C en estufa de secado con circulación de aire forzada (Marca: Binder, modelo: FD115) por cerca de 24 horas.

Por último, se realizó la sinterización de las probetas a 1200°C en Mufla (Marca: Terrigeno, modelo: D8) por cerca de 5 horas, de acuerdo a la curva de sinterización para las cerámicas porosas mencionada en la figura 21.

Los prototipos sinterizados de cada una de las muestras se pueden observar en la figura 43.

Figura 43. Filtros cerámicos sinterizados.



Fuente: Autora.

En el cuadro 12 se registraron los resultados de los pesos de las seis muestras de filtros cerámicos y de la muestra patrón, después del secado a $100\pm 5^{\circ}\text{C}$ con circulación de aire forzada (Marca: Binder, modelo: FD115) y de la sinterización de dichas muestras.

Cuadro 12. Resultados de los pesos de las muestras 1, 2, 3, 4, 5, 6 y MP (Muestra patrón).

Muestra	Secado a temperatura ambiente (g)	Secado a 100°C (g)	Sinterizado a 1200°C (g)
1	65.19	63.75	54.69
2	65.19	63.44	55.35
3	58.38	57.29	49.45
4	36.27	35.71	30.98
5	65.63	62.67	53.67
6	67.61	64.97	55.79
MP	185.22	178.67	160.07

Fuente: Autora.

4.2.1 Cálculos para las muestras. Los datos registrados en el cuadro 13 se usaron para calcular los parámetros establecidos de acuerdo a la Norma ISO 10545-3.

Cuadro 13. Datos del procesamiento de las probetas de las muestras.

Muestra	Pérdida de masa (gr)		Contracción lineal (cm)		Volumen de la probeta (cm ³)	Absorción de agua (gr)	
	m ₃	m ₄	L ₂	L ₃	V ₄	M _{húmeda}	M _{seca}
1	63.75	54.69	1.8	1.2	31	74.59	m ₄
2	63.44	55.35	1.7	0.8	29.71	75.10	
3	57.29	49.45	1.7	1.3	31.66	70.04	
4	35.71	30.98	1.5	1.4	29.24	47.14	
5	62.67	53.67	2	1.4	35.40	77.97	
6	64.97	55.79	2	1.5	32.98	76.33	

Fuente: Autora.

Los resultados promedios de los parámetros establecidos bajo norma para las seis muestras se registraron en el cuadro 14.

Cuadro 14. Promedios de los resultados.

Muestra	Pérdida de masa (%)	Contracción lineal del material (%)	Densidad aparente de la muestra (gr/cm ³)	Absorción de agua (%)
1	14.21	33.33	1.76	26.67
2	12.75	52.95	1.86	26.29
3	13.68	23.52	1.56	29.39
4	13.24	6.66	1.06	34.28
5	14.36	30	1.52	31.16
6	14.12	25	1.69	26.9

Fuente: Autora.

Se puede observar que la pérdida de masa en las seis muestras son muy similares y están entre 12.75% y 14.36%, con respecto a la contracción lineal del material los % son muy variables siendo la muestra 4 la menor con 6.66% y la muestra 2 la mayor con 52.95%, indicando que la morfología de la espuma y de la cerámica porosa al sinterizarse influye drásticamente en los resultados de contracción de dicho material durante el proceso de secado tanto a temperatura ambiente, en el secado y así como en la sinterización. En cuanto a la densidad aparente de la muestra están en un rango de 1.06 gr/cm³ - 1.86 gr/cm³, en el caso de la menor densidad perteneciente a la muestra 4 se puede suponer que esta baja densidad es resultante muy directamente de la alta porosidad y tamaño de poro de dicha cerámica. Y la más alta densidad encontrada correspondiente a la muestra 2, dado que la porosidad y tamaño de poro es menor, por ende la matriz cerámica acapara mayor espacio dentro de dicha muestra. Así mismo, los

porcentajes de absorción de agua oscilan entre 26.29% hasta 34.28%. Los resultados del % de absorción de agua que pueden retener los filtros cerámicos son aceptables y muy favorables para aplicaciones de filtración de aguas (principalmente aguas superficiales), teniendo en cuenta en primer lugar las dimensiones de los filtros sinterizados que varían entre 4.3cm de diámetro y 2.3cm de espesor aproximadamente, y en segundo lugar se destaca el poder retenedor del caolín, con muchas impurezas disueltas y/o suspendidas en el agua del río Jordán. En este caso, el filtro 4 obtuvo el mayor valor de absorción con 34.28%, seguido del filtro 5 y 3 con valores de 31.16% y 29.29% respectivamente. También se observa una similitud en los % de absorción para los filtros 6, 1 y 2, siendo el filtro 2 el de menor capacidad de absorción con 26.29%.

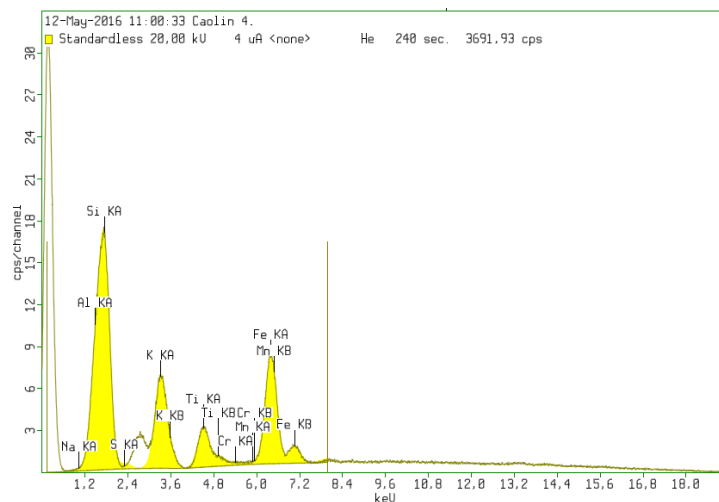
4.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS CERÁMICAS POROSAS

Se clasificaron las técnicas de caracterización en tres fases: caracterización de las propiedades químicas, morfológicas y físicas.

4.3.1 Caracterización de propiedades químicas. Dentro de la caracterización de las propiedades químicas se encuentran las técnicas de fluorescencia de rayos X y EDS a las muestras.

4.3.1.1 Composición química del Caolín por FRX. En la figura 44 se evidencia la composición química del Caolín.

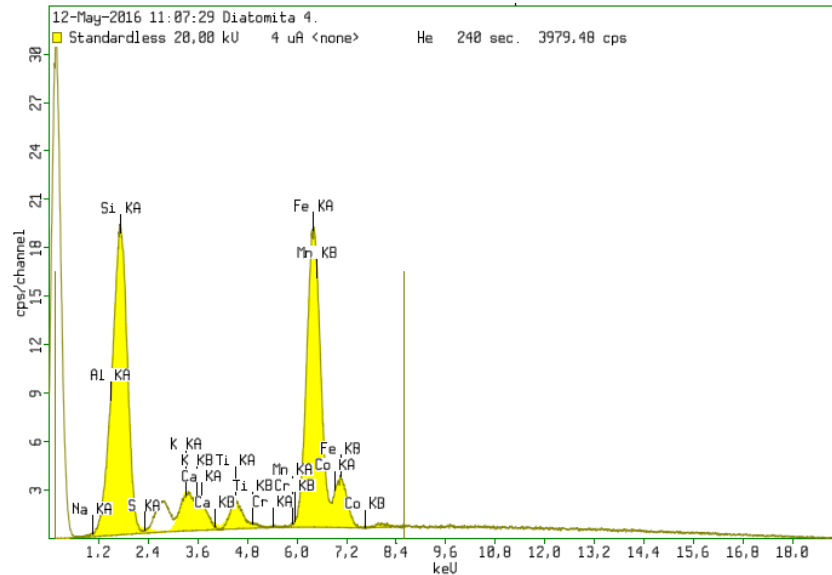
Figura 44. Composición química del Caolín, usando FRX.



Fuente: Análisis por FRX. 2015.

4.3.1.2 Composición química de la Diatomita por FRX. En la figura 45 se evidencia la composición química de la Diatomita.

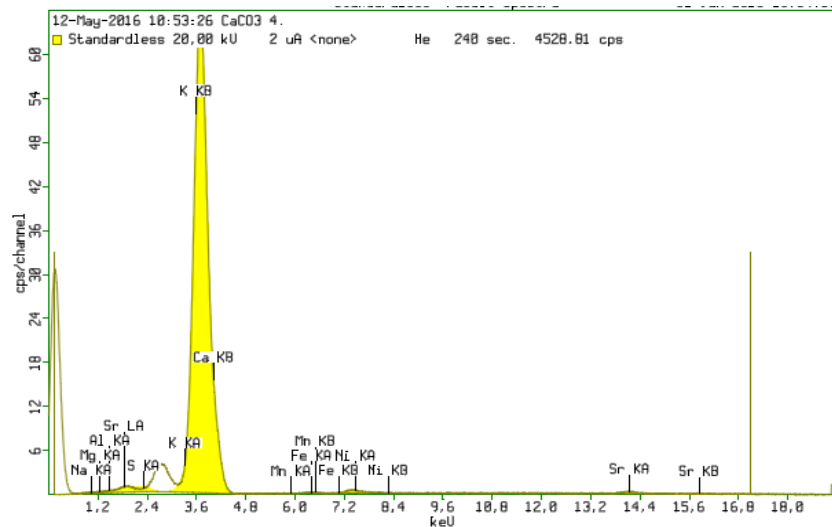
Figura 45. Composición química de la Diatomita, usando FRX.



Fuente: Análisis por FRX. 2015.

4.3.1.3 Composición química del Carbonato de Calcio por FRX. En la figura 46 se evidencia la composición química del Carbonato de calcio (CaCO_3).

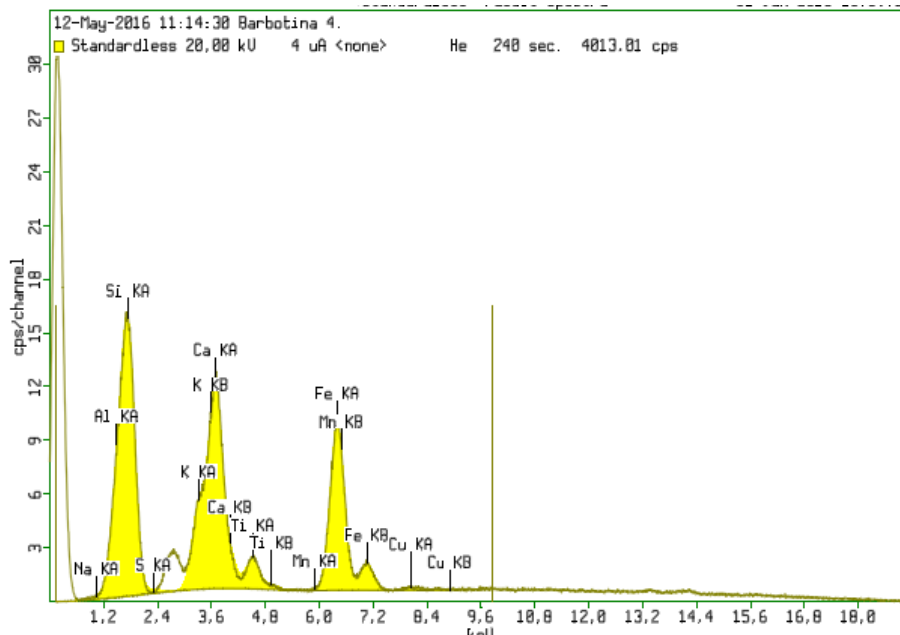
Figura 46. Composición química del Carbonato de Calcio (CaCO_3) por FRX.



Fuente: Análisis por FRX. 2015.

4.3.1.4 Composición química de la Barbotina por FRX. En la figura 47 se evidencia la composición química de la Barbotina.

Figura 47. Composición química de la Barbotina, usando FRX.



Fuente: Análisis por FRX. 2015.

En el cuadro 15 se resumen los resultados de la composición química de las cuatro muestras analizadas por FRX.

Cuadro 15. Resultados de los análisis por FRX de las materias primas.

Muestra	Si (%)	Al (%)	K (%)	Na (%)	Fe (%)	Ti (%)	S (%)	Cr (%)	Mn (%)	Ca (%)	Co (%)	Mg (%)	Sr (%)	Cu (%)
Caolín	54.8	27.3	8.15	5.1	2.28	1.65	0.53	0.059	0.04	-	-	-	-	-
Diatomita	62.4	21	2.99	5.4	5.68	0.90	0.48	0.006	0.03	1.2	0.04	-	-	-
Carbonato de calcio	-	2.1	1.4	14	0.14	-	0.56	-	0.01	80	-	1	0.81	-
Barbotina	50.3	23.2	5.63	5.9	3.22	1.1	0.29	-	0.01	10.4	-	-	-	0.041

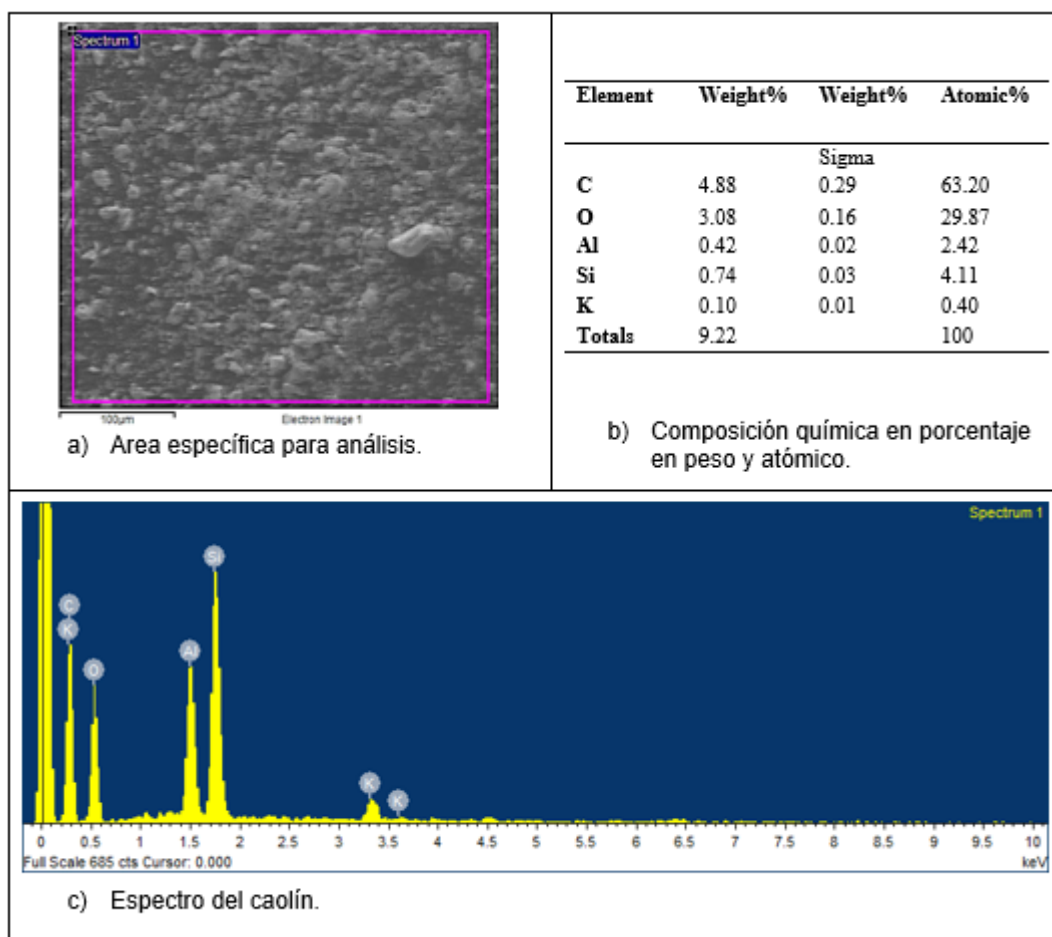
Fuente: Autora.

En el cuadro 15 se muestran las composiciones químicas de las materias primas y de la barbotina, se encuentran resaltados en azul los mayores porcentajes encontrados en cada composición, de acuerdo a esto, se evidencia un porcentaje alto de Silicio para las muestras de caolín, diatomita y barbotina, y un alto porcentaje de Calcio para la muestra de carbonato de calcio. Igualmente, se encuentra resaltado en color amarillo los menores porcentajes de Manganeso para las muestras de caolín, carbonato de calcio y barbotina, y en menor porcentaje de Cromo para la muestra de diatomita.

4.3.2 Microanálisis de composición química por EDS. Se analizó por Espectrometría de dispersión de energía de rayos X-EDS.

4.3.2.1 Caolín. En la figura 48 se evidencia: a) El área donde se fijó el haz de electrones para la determinación elemental puntual por EDS, b) La composición en porcentaje en peso y atómico del Caolín, reportando los elementos principales típicos del caolín, y c) El espectro del mismo material.

Figura 48. Microanálisis por EDS del Caolín.

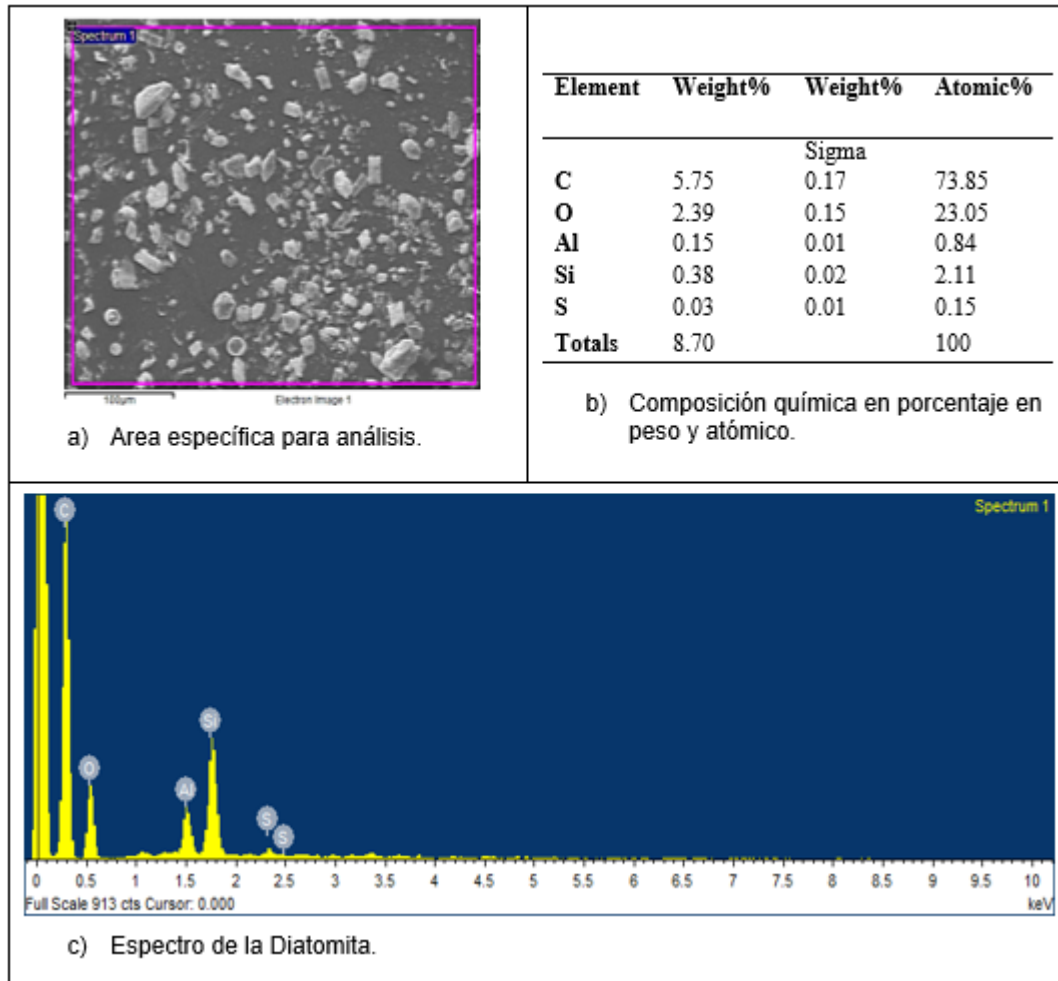


Fuente: Autora.

En conclusión, la composición química del Caolín es adecuada por su contenido de Si y Al.

4.3.2.2 Diatomita. En la figura 49 se evidencia: a) El área donde se fijó el haz de electrones para la determinación elemental puntual por EDS, b) La composición en porcentaje en peso y atómico de la Diatomita, y c) El espectro del mismo material.

Figura 49. Microanálisis por EDS de la Diatomita.

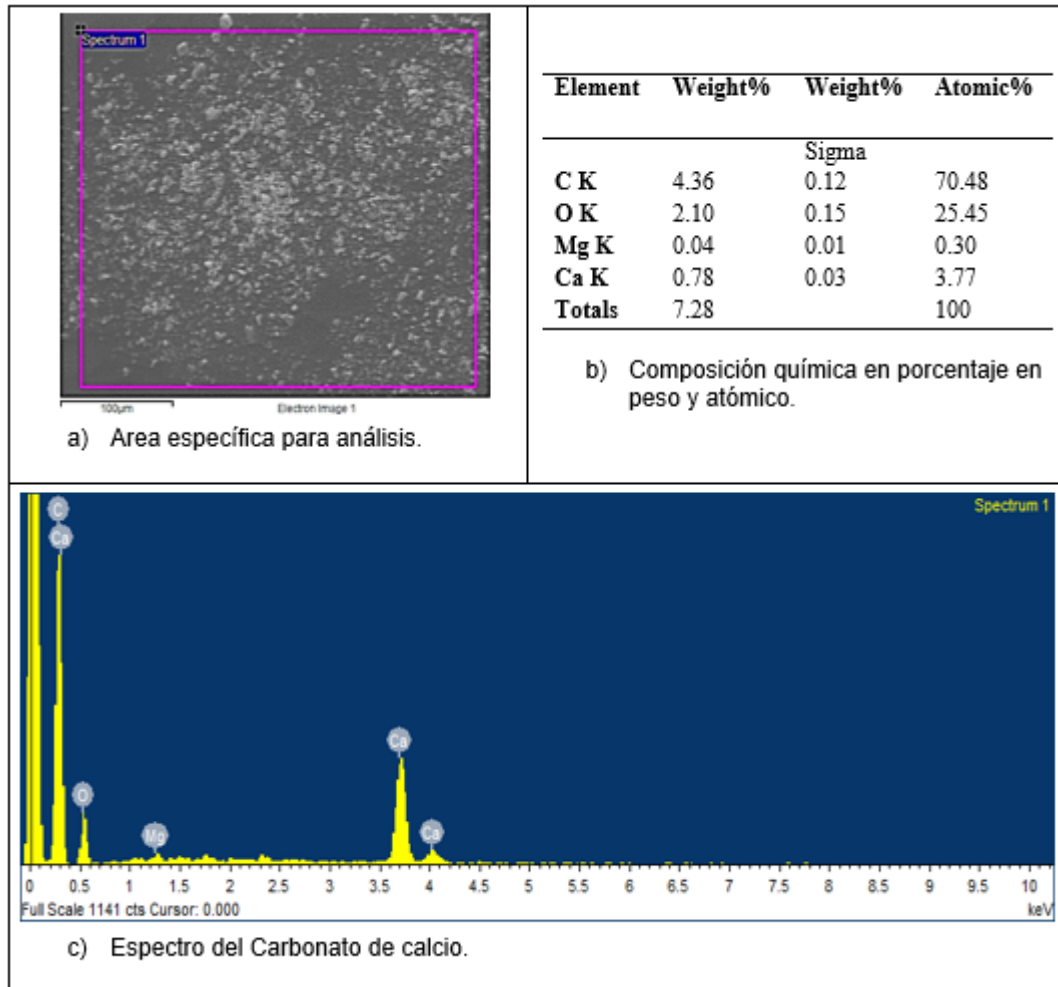


Fuente: Autora.

En conclusión, la composición química de la muestra de Diatomita son adecuados por su contenido de Si y Al.

4.3.2.3 Carbonato de calcio. En la figura 50 se evidencia: a) El área donde se fijó el haz de electrones para la determinación elemental puntual por EDS, b) La composición en porcentaje en peso y atómico del Carbonato de calcio y c) El espectro del mismo material.

Figura 50. Microanálisis por EDS del Carbonato de calcio.

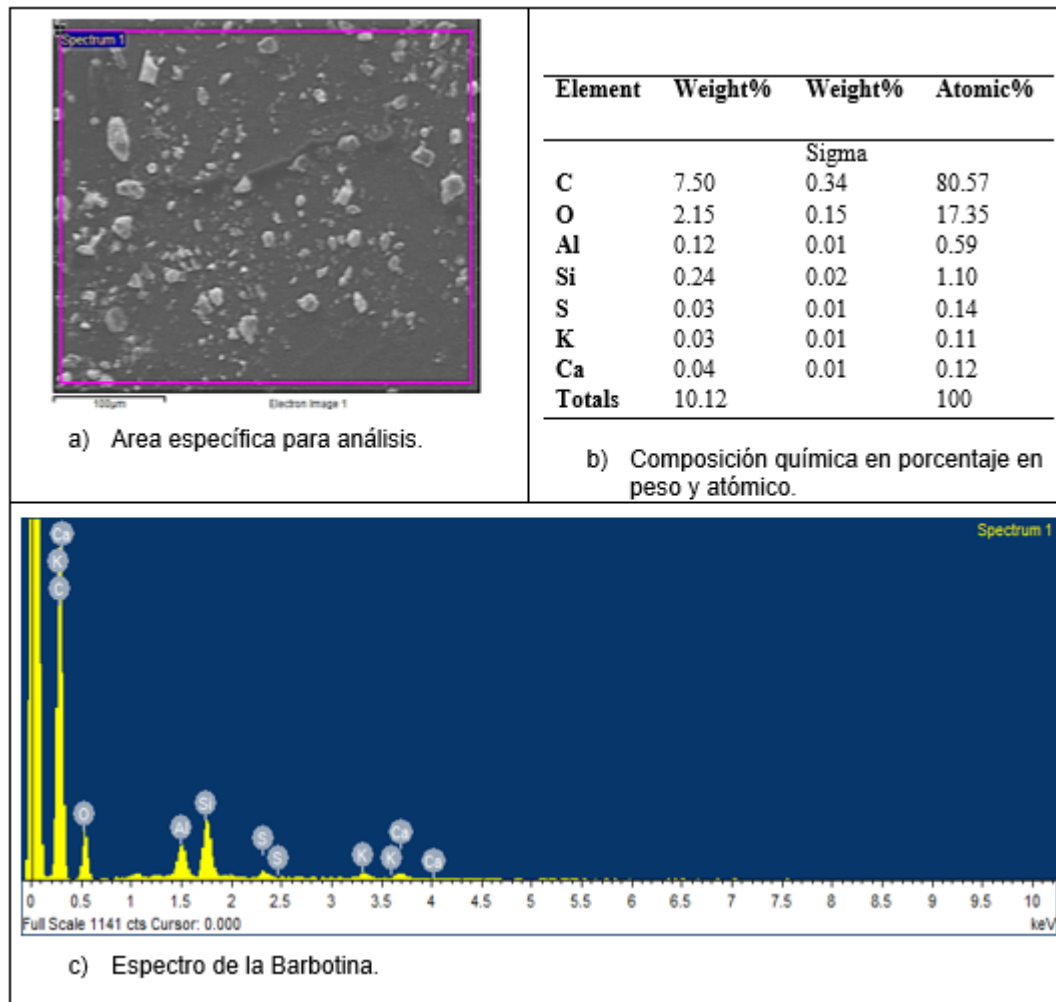


Fuente: Autora.

En conclusión, la composición química del carbonato de calcio es adecuado por su contenido de Ca.

4.3.2.4 Barbotina. En la figura 51 se evidencia: a) El área donde se fijó el haz de electrones para la determinación elemental puntual por EDS, b) La composición en porcentaje en peso y atómico de la Barbotina y c) El espectro del mismo material.

Figura 51. Microanálisis por EDS de la Barbotina.

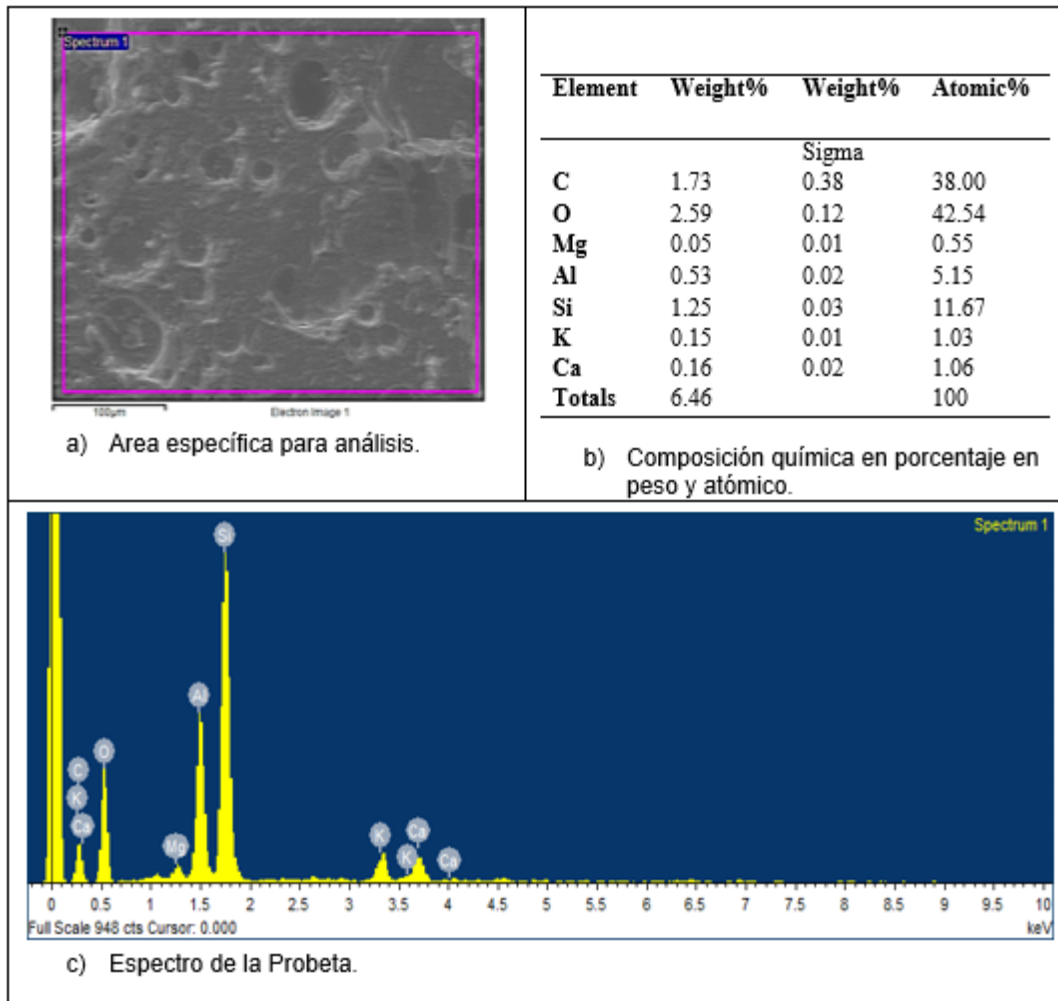


Fuente: Autora.

En conclusión, la composición química de la barbotina es adecuada por su contenido de Si, Al y Ca.

4.3.2.5 Cerámica porosa. En la figura 52 se evidencia: a) El área donde se fijó el haz de electrones para la determinación elemental puntual por EDS, b) La composición en porcentaje en peso y atómico de la probeta y c) El espectro del mismo material.

Figura 52. Microanálisis por EDS de la probeta.

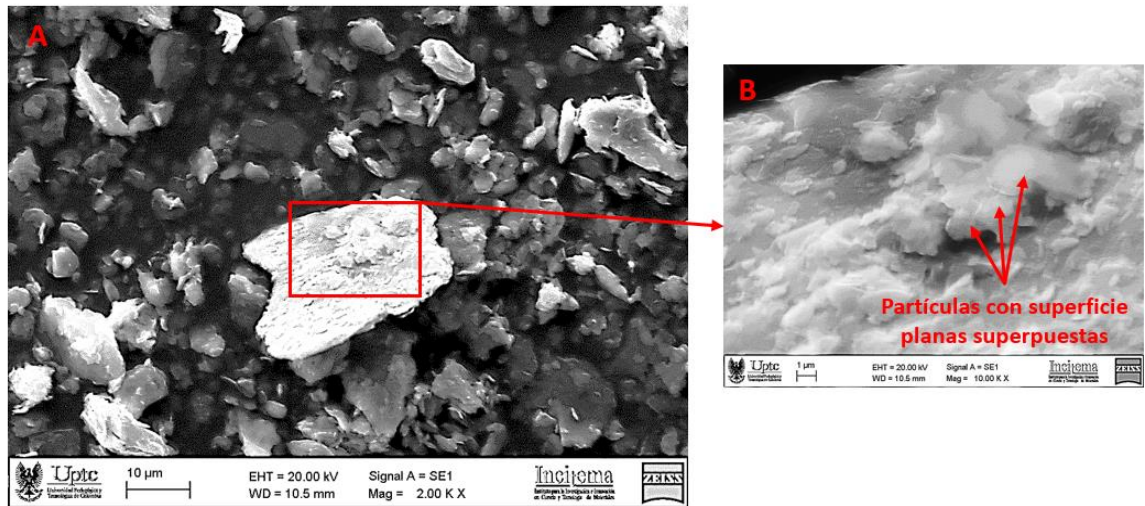


Fuente: Autora.

4.3.3 Caracterización por microscopía electrónica de barrido - SEM (Scanning Electron Microscope). Se analizaron por SEM-EDS las muestras de las materias primas (Caolín, diatomita, carbonato de calcio y la barbotina) y de una cerámica porosa de cada tipo de espuma.

4.3.3.1 Análisis del caolín. En la figura 53 se aprecia las partículas de caolín a diferentes aumentos 2000X y 10000X.

Figura 53. Micrografía de la porosidad del caolín usando SEM a 2000X y 10000X.



Fuente: Autora.

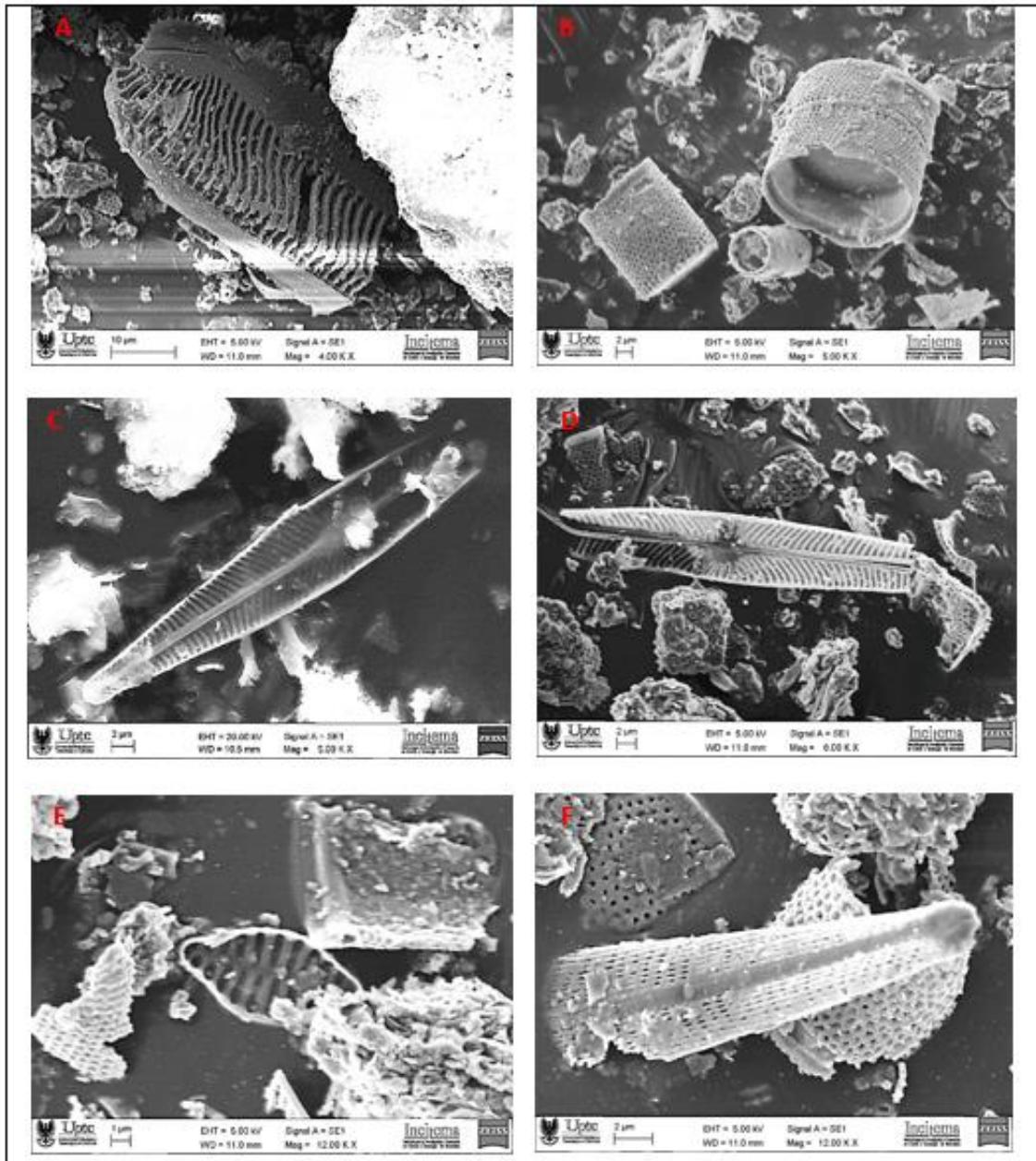
En la figura 53 se aprecia en **A)** Una morfología angular y en forma de placas superpuestas (típicas de la caolinita). Alrededor de la partícula central, se evidencia un tamaño de partícula homogéneo, blanca y brillo, característico de la caolinita; **B)** Una superficie con formación de placas sobrepuestas y un elevada blancura, esta puede deberse al alto contenido de cuarzo. Mejorando así sus propiedades de cohesión con otras materias primas para ser usados en la elaboración de las cerámicas porosas.

El caolín (aluminosilicato hidratado producto de la descomposición de rocas feldespáticas, cuyo componente principal es la caolinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)) es una arcilla muy versátil y se usa como materia prima en la elaboración y desarrollo de nuevos productos tales como cerámicas, papel, pinturas, farmacéuticos, cosméticos, entre otros⁹¹.

4.3.3.2 Análisis de la Diatomita. En la figura 54 se aprecia las partículas de la diatomita a diferentes aumentos 4000X, 5000X, 6000X y 12000X.

⁹¹ MURRAY, Haydn H. (November 2000). Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview. *In: Applied Clay Science*. November, 2000. vol. 17, no. 5-6. p. 207-221.

Figura 54. Micrografía de la porosidad de la Diatomita usando SEM a 4000X, 5000X, 6000X y 12000X.



Fuente: Autora.

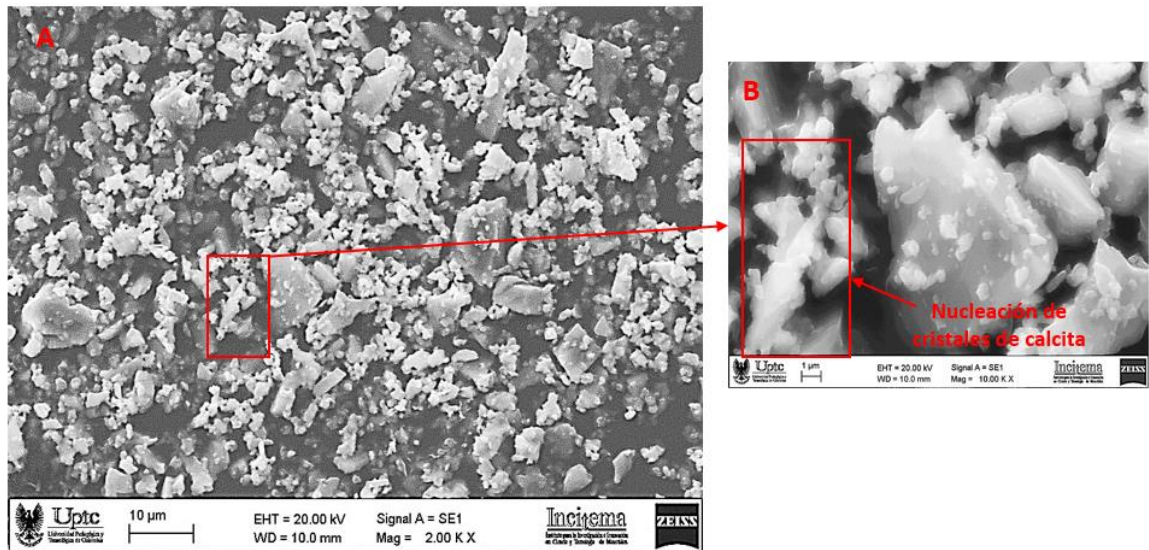
En la figura 54 se aprecia en **A)** Una frústula de diatomea del tipo: **Diploneis oblongella**; en **B)** Tres frústulas de diatomeas del tipo: **Aulacoseira granulata**, con diámetros de 18.78 μm y con una longitud de 14.18 μm ; en **C)** Una frústula de diatomea del tipo: **Navicula vulpina**, junto con partículas finas de sílice amorfa de

diferentes tamaños y con una distribución uniforme, estimando la longitud de la diatomea es de 53.04 μm aproximadamente; en **D)** Una frustula de diatomea del tipo: **Navicula vulpina** con un ancho en el nódulo central de 7.295 μm y una longitud de estrias de 2.766 μm ; **E)** Una diatomea del tipo: **Planothidium dubium**; con una longitud de 9.792 μm y un ancho en el nódulo central de 5.041 μm ; **F)** El extremo de una frustula de diatomea del tipo: **Gomphonema angustum** y restos de frústulas de **Aulacoseira granulata**.

Debido, a la alta porosidad de las diatomitas y su volumen de muy baja densidad, la hace ideal para el desarrollo de nuevas cerámicas porosas, que puedan ser lo suficientemente livianas (baja densidad) y con una alta capacidad de absorber líquidos para ser utilizadas en aplicaciones industriales de igual o mayor importancia con diversos impactos ambientales, en la filtración y microfiltración de aguas y aceites en derrames marítimos, entre otras.

4.3.3.3 Análisis del Carbonato de calcio. En la figura 55 se aprecia las partículas del carbonato de calcio a diferentes aumentos 2000X y 10000X.

Figura 55. Micrografía de la porosidad del carbonato de calcio usando SEM a 2000X y 10000X.



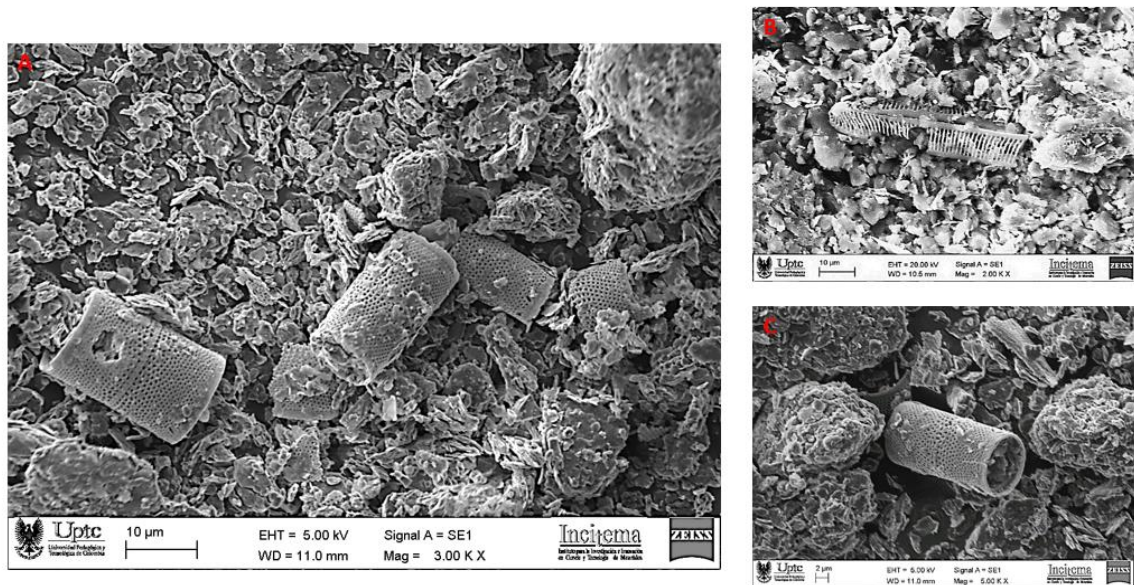
Fuente: Autora.

En la figura 55 se aprecia en **A)** Partículas amorfas de diferentes tamaños, con coloración blanca, brillante y la nucleación de los cristales de calcita en diferentes direcciones, típicas del carbonato de calcio; **B)** Un mayor acercamiento de los cristales formados y nucleación de los mismos. Por su morfología superficial y nucleación de los cristales, es altamente aplicado en el desarrollo de cerámicas porosas, porque aumenta la porosidad por la presencia de grietas por la expansión

del óxido de calcio (CaO) sin combinar cuando se hidrata, y de la misma estructura porosa que se forma y la formación de microfisuras producidas durante la hidratación del CaO.

3.3.3.4 Análisis de la Barbotina. En la figura 56 se aprecia las partículas de la Barbotina a diferentes aumentos 2000X, 3000X y 5000X.

Figura 56. Micrografía de la porosidad de la Barbotina usando SEM a 2000X, 3000X y 5000X.



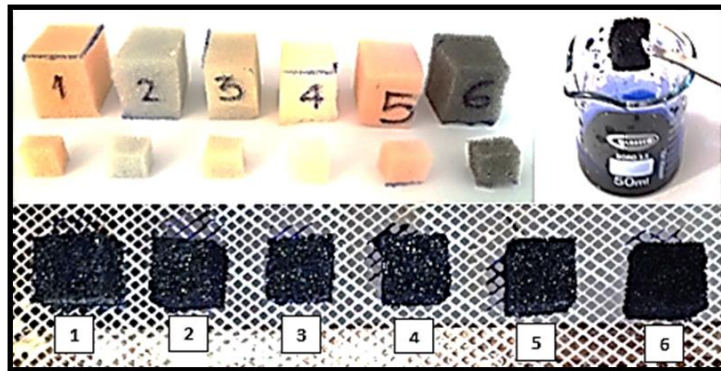
Fuente: Autora.

En la figura 56 se aprecia en **A)** Una morfología uniforme y homogeneidad en la mezcla de las materias primas y diatomeas del tipo: **Aulacoseira granulata**; en **B)** En el centro una diatomea de tipo: **Pinnularia cf major** indicando medida del rafe de 1.821 μm aproximadamente, medida longitudinal de la estria de 6.585 μm y de su ancho de 760.2 nm aproximadamente, con restos de frustulas de **aulacoseira granulata** y cristales de calcita aglomerados con placas de caolín; en **C)** En el centro una diatomea del tipo **Aulacoseira granulata** y alrededor diatomeas amorfas, también se observa una morfología homogénea, las cuales son idóneas para la elaboración de cerámicas porosas en las proporciones establecidas de caolín (60%), diatomita (30%) y carbonato de calcio (10%).

4.3.4 Caracterización morfológica. Se caracterizaron las espumas poliméricas, las cerámicas porosas por microscopía óptica, así mismo por SEM.

4.3.4.1 Análisis de microscopía óptica de las espumas. Se analizaron por microscopía óptica los seis (6) tipos de densidades de espumas (figura 57).

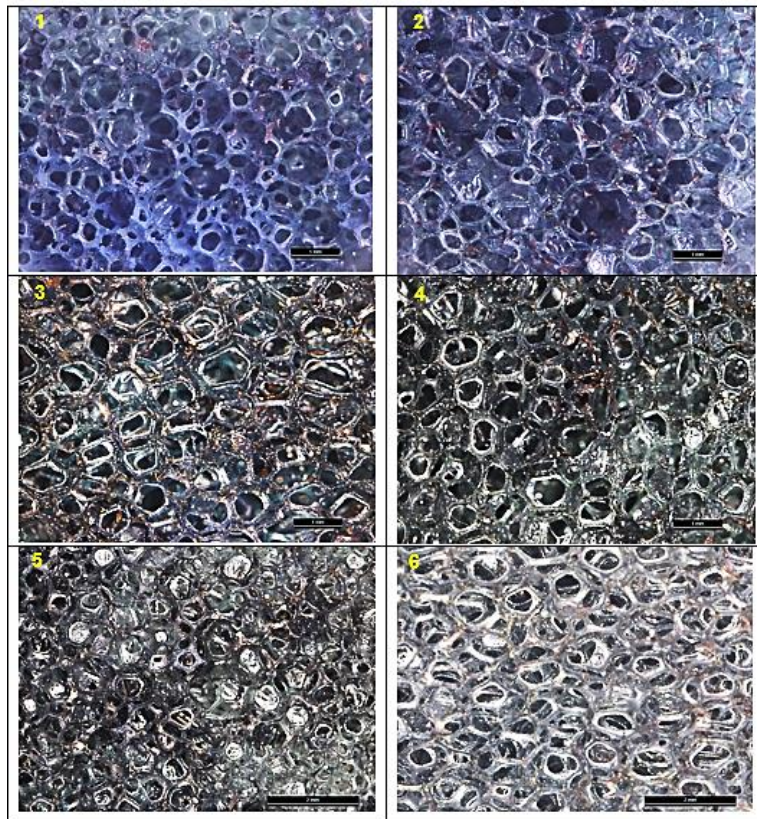
Figura 57. Identificación de 6 tipos de densidades de espumas y preparación previa.



Fuente: Autora.

En la figura 58 se puede apreciar la porosidad de las seis espumas de poliuretano empleadas como matriz para la elaboración de las cerámicas porosas.

Figura 58. Microestructura de las seis espumas de poliuretano a 40X.



Fuente: Autora.

En el cuadro 16 se resumen los resultados de los seis tipos de densidades de las espumas.

Cuadro 16. Resultados de análisis de morfología de las espumas.

Densidad de espuma	Tamaño promedio de 10 medidas de poros abiertos a la superficie con lente a 10X (mm)	Se observa con lente a 40X
1	0.7278	Poros abiertos a la superficie de diferentes tamaños y formas, así como interconectividad de estos hacia el interior.
2	0.6972	
3	0.8083	
4	0.8275	
5	0.7164	
6	0.721	

Fuente: Autora.

4.3.4.2 Análisis de microscopía óptica de las probetas. En la figura 59, se reportan las micrografías de las seis cerámicas porosas (1, 2, 3, 4, 5 y 6), tomadas en el microscopio óptico LEICA (DVM2500) con lente VZ-80 a 50X de acuerdo con la norma ASTM E112⁹², con los cuales se determinaron los tamaños promedio de poro de la cerámica analizada (cuadro 17).

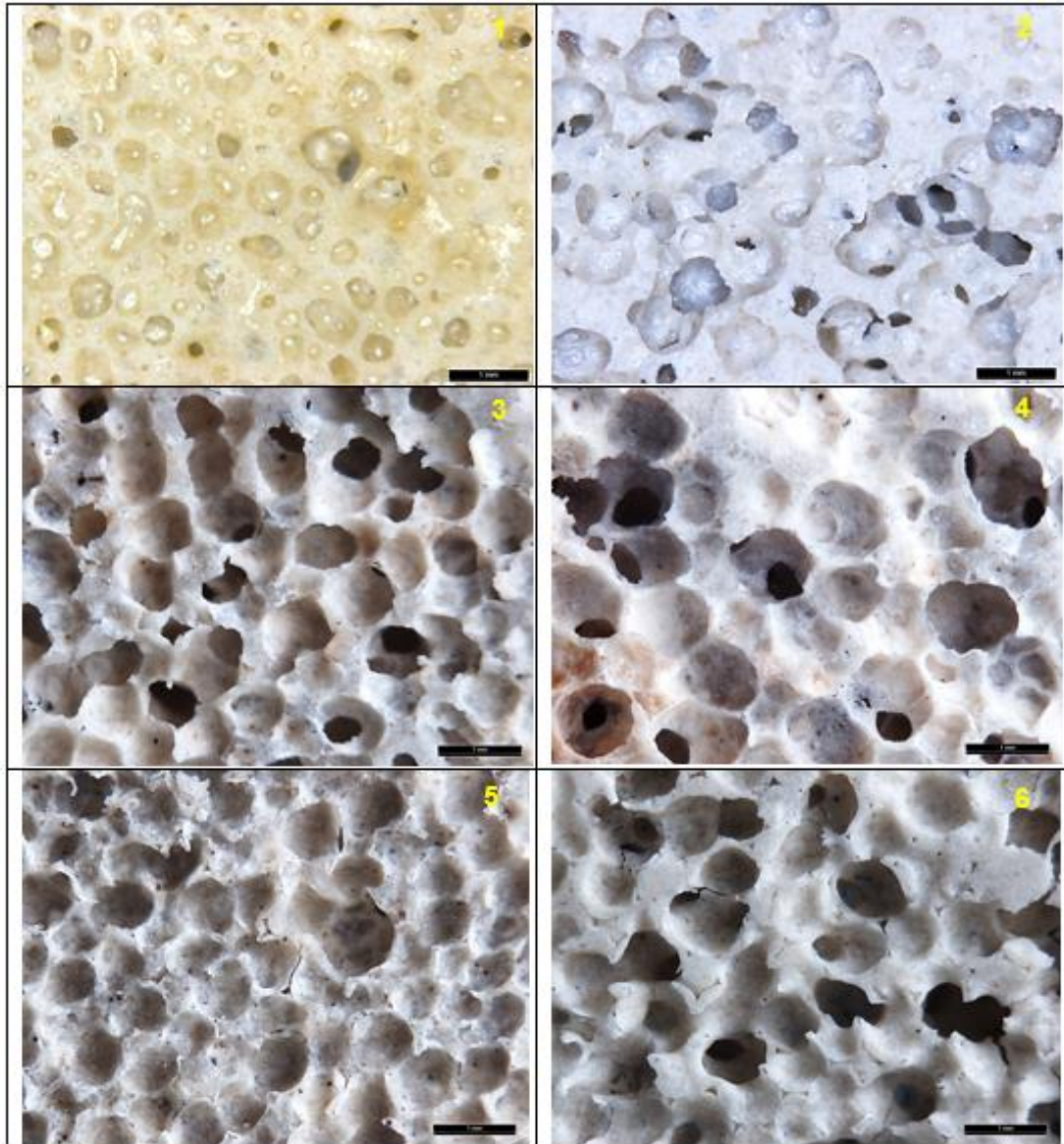
Cuadro 17. Tamaño promedio de poro de las seis muestras.

Muestra	Tamaño promedio de poro (µm)	Se observa
1	412.28	Una morfología en forma de panal, con distribución y tamaños de poro homogéneos. Así como, la interconectividad de poros hacia el interior de la cerámica y poros bloqueados en la superficie.
2	700.7	
3	689.71	
4	979.51	
5	693.62	
6	727.32	

Fuente: Autora.

⁹² ASTM INTERNATIONAL, Standard test methods for determining average grain size, Op. cit.

Figura 59. Micrográficas de la porosidad de las cerámicas porosas.

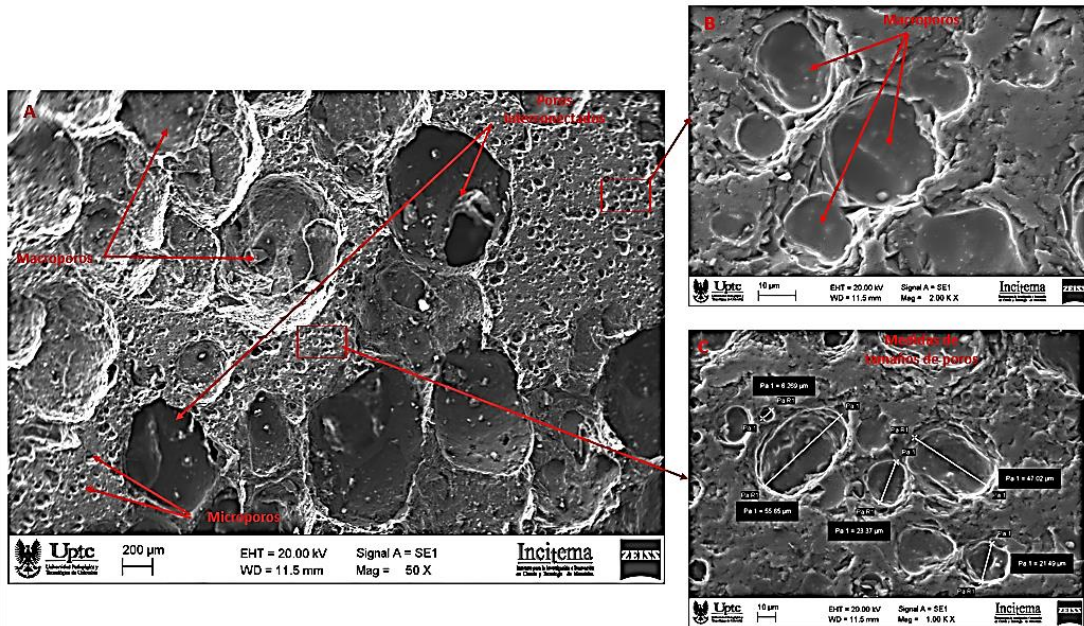


Fuente: Autora.

4.3.4.3 Análisis por microscopía electrónica de barrido - SEM (Scanning Electron Microscope). Las probetas de las seis muestras se recubrieron con carbono y fueron situadas en los portamuestra del Microscopio Electrónico de Barrido para hacer su respectivo análisis morfológico.

Análisis de la muestra 1. La muestra 1 fue tomada a 50X, 1000X y 2000X con **SE (Electrones Secundarios)**, con el fin de obtener una mejor observación de la morfología superficial de la muestra (figura 60).

Figura 60. Microestructura de la muestra 1 con SE tomadas a: A) 50X, B) 2000X y C) 1000X.

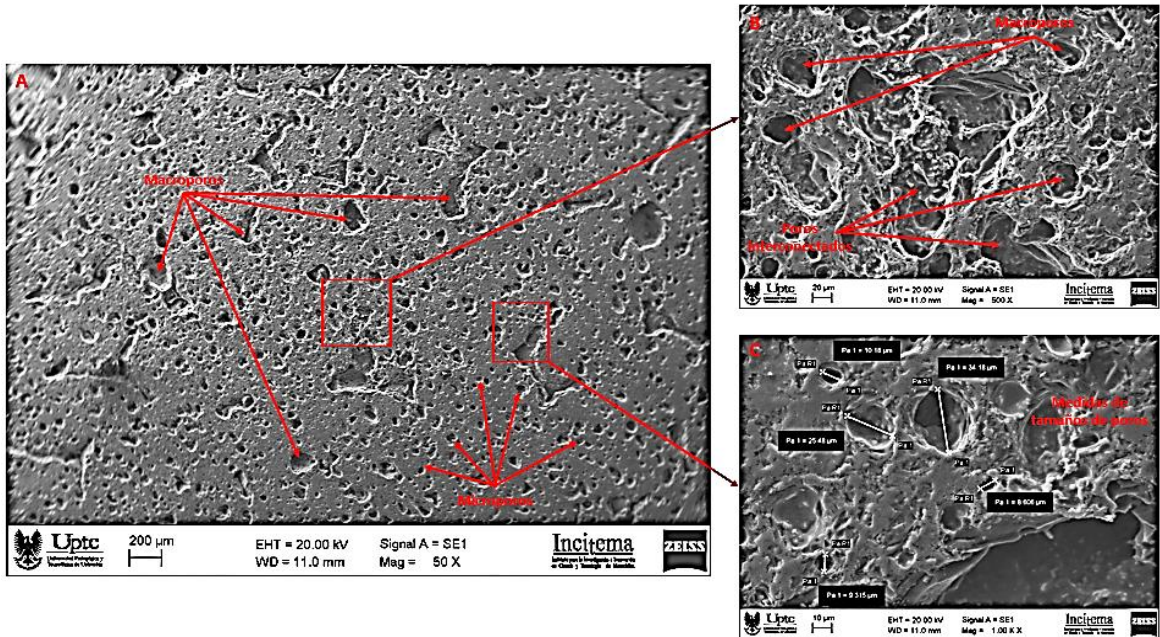


Fuente: Autora.

En la figura 60, se evidencia en **A)** Una porosidad superficial con diferentes tamaños de poros, algunos de ellos abiertos a la superficie y otros interconectados entre si hacia el interior de la probeta. Así, como poros con diferentes grados de profundidades; **B)** Un mayor acercamiento de poros evidencian macroporos en diferentes formas y profundidades, al igual, que una textura rugosa característica de la compactación de la barbotina después de la cocción a 1200°C; **C)** Diferentes tamaños de poros con diámetros de 55.65 μm , 47.02 μm , 23.37 μm , 21.49 μm y 6.269 μm aproximadamente.

Análisis de la muestra 2. La muestra 2 fue tomada a 50X, 1000X y 2000X con SE, con el fin de obtener una mejor observación de la morfología superficial de la muestra (figura 61).

Figura 61. Microestructura de la muestra 2 con SE tomadas a: A) 50X, B) 500X y C) 1000X.

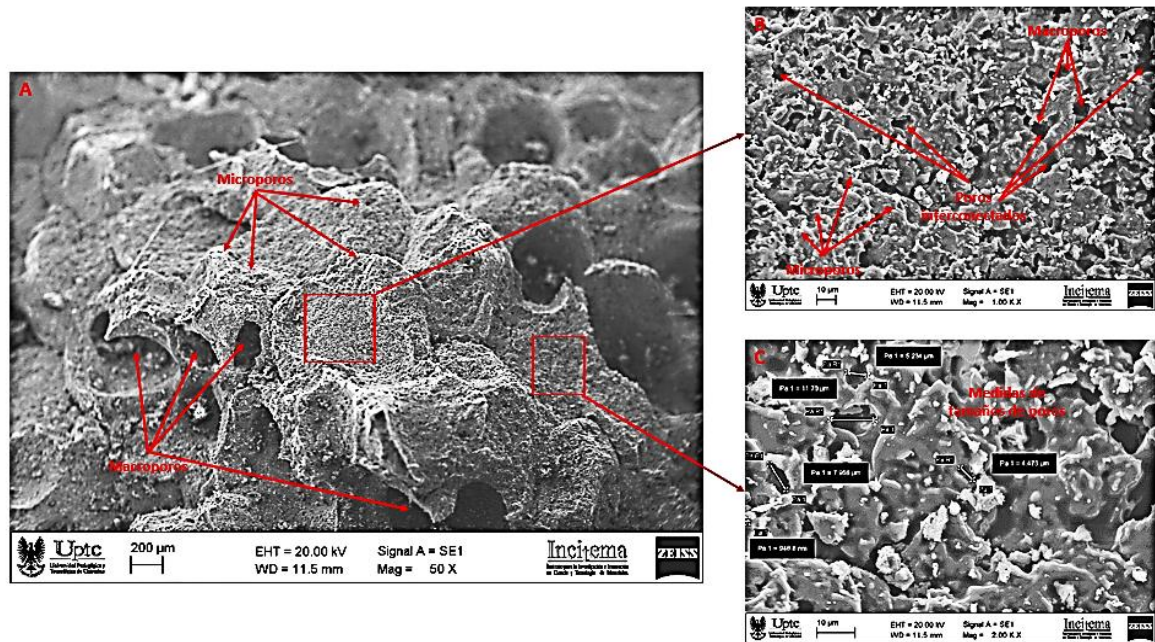


Fuente: Autora.

En la figura 61, se evidencia en **A)** Una morfología superficial microporosa y macroporosa, con diferentes tamaños de poros. Se evidencia medida del poro más grande abierto a la superficie e interconectado hacia adentro de la probeta de 628.5 μm aproximadamente; **B)** Poros interconectados hacia el interior de la probeta y macroporos; **C)** Poros de diferentes tamaños con diámetros de 34.18 μm , 25.48 μm , 10.18 μm , 9.315 μm , y 8.606 μm aproximadamente.

Análisis de la muestra 3. La muestra 3 fue tomada a 50X, 1000X y 2000X con SE, con el fin de obtener una mejor observación de la morfología superficial de la muestra (figura 62).

Figura 62. Microestructura de la muestra 3 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X.

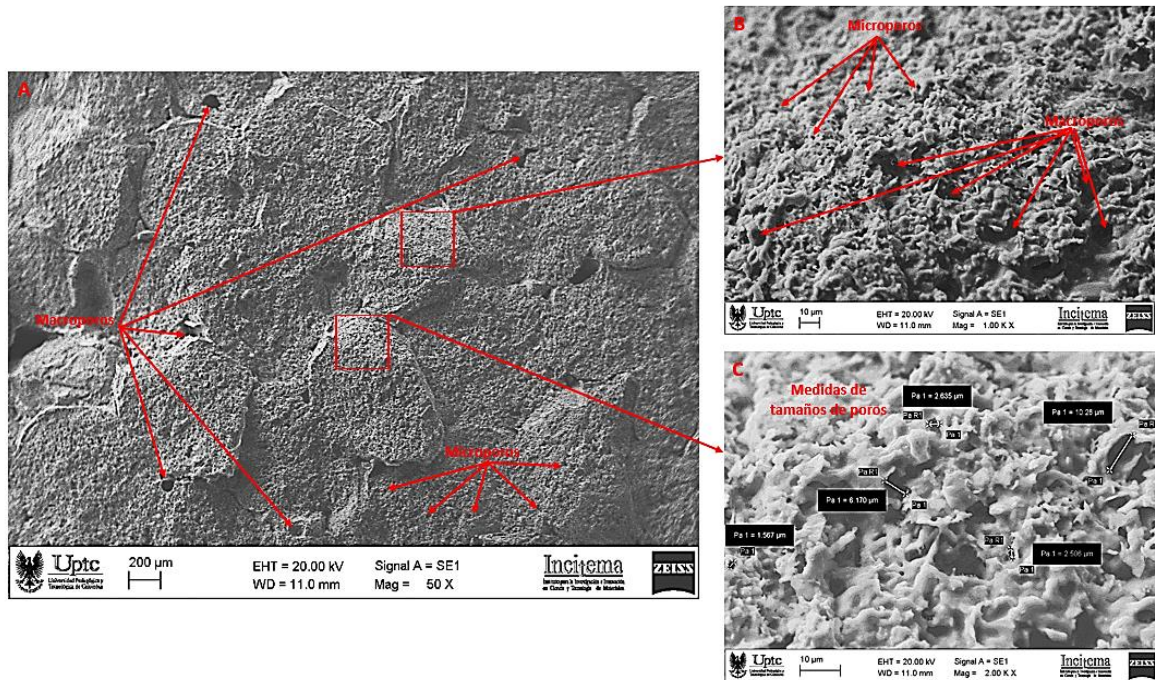


Fuente: Autora.

En la figura 62, se evidencia en **A)** Microporos y macroporos distribuidos en toda su superficie en forma homogénea con diferentes profundidades, así como, poros interconectados entre si hacia el interior de la probeta; **B)** Un mayor acercamiento de poros evidencian microporos interconectados y macroporos con diferentes formas, tamaños y profundidades. También, una textura rugosa característica de la sinterización de las materias primas empleadas en la elaboración de la barbotina; **C)** Diferentes tamaños de poros con diámetros de 11.70 μm , 7.956 μm , 5.234 μm , 4.473 μm y 948.8 nm aproximadamente.

Análisis de la muestra 4. La muestra 4 fue tomada a 50X, 1000X y 2000X con SE, con el fin de obtener una mejor observación de la morfología superficial de la muestra (figura 63).

Figura 63. Microestructura de la muestra 4 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X.

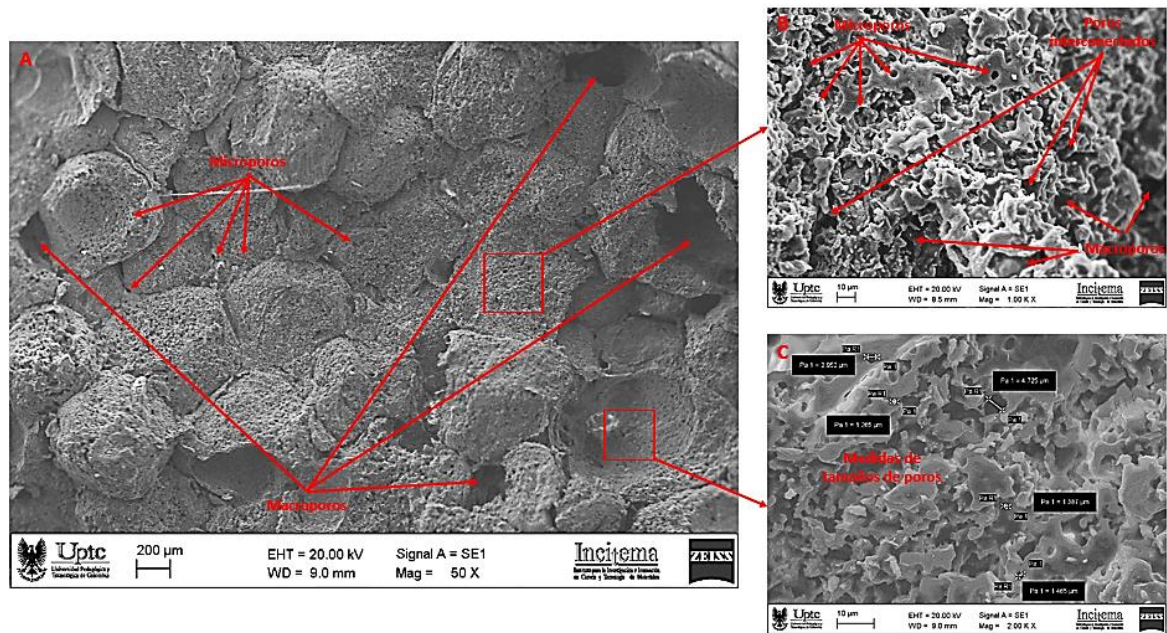


Fuente: Autora.

En la figura 63, se evidencia en **A)** Porosidad micro y macro métricas distribuidos en toda la superficie en forma irregular con diferentes profundidades, así como, poros interconectados entre si hacia el interior; **B)** Un mayor acercamiento de poros evidencian microporos interconectados y macroporos con diferentes formas, tamaños y profundidades. También, una textura rugosa y coloración característica de la sinterización de las materias primas empleadas en la elaboración de la barbotina; **C)** Diferentes tamaños de poros con diámetros de 10.26 μm , 6.170 μm , 2.635 μm , 2.506 μm y 1.567 μm aproximadamente.

Análisis de la muestra 5. La muestra 5 fue tomada a 50X, 1000X y 2000X con SE, con el fin de obtener una mejor observación de la morfología superficial de la muestra (figura 64).

Figura 64. Microestructura de la muestra 5 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X.

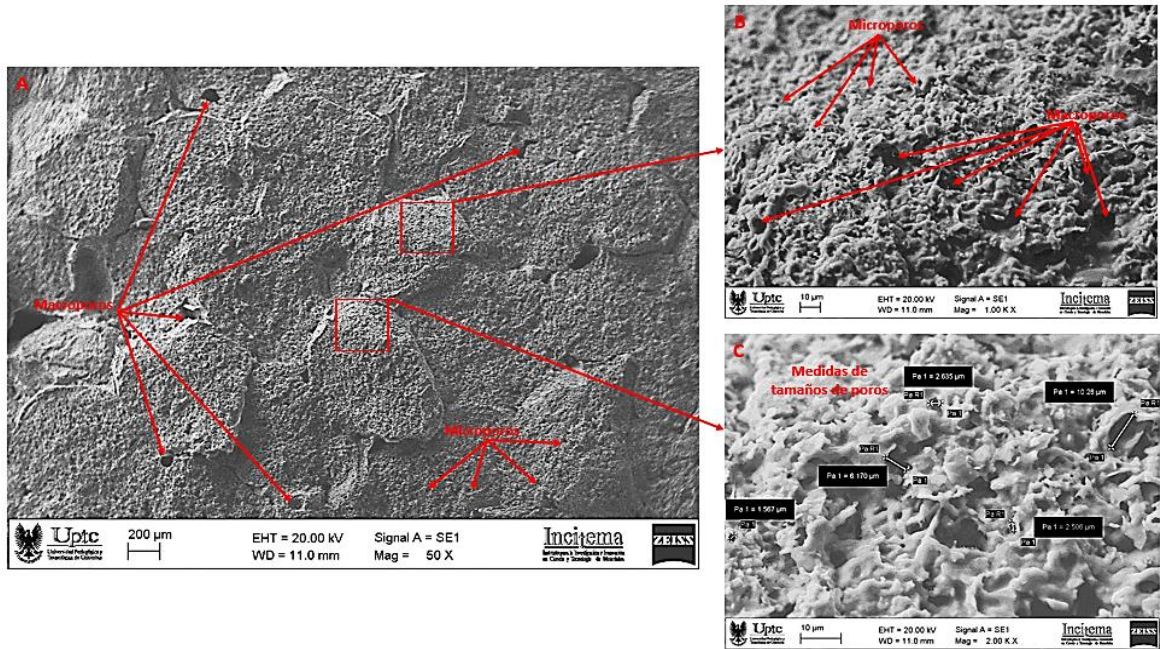


Fuente: Autora.

En la figura 64, se evidencia en **A)** Microporos y macroporos con diferentes tamaños, formas y profundidades de poros; **B)** Macroporos y microporos distribuidos en manera homogénea Poros interconectados hacia el interior de la probeta y macroporos; **C)** Poros de diferentes tamaños con diámetros de 4.725 µm, 2.952 µm, 1.465 µm, 1.387 µm, y 1.265 µm aproximadamente.

Análisis de la muestra 6. La muestra 6 fue tomada a 50X, 1000X y 2000X con SE, con el fin de obtener una mejor observación de la morfología superficial de la muestra (figura 65).

Figura 65. Microestructura de la muestra 6 con SE tomadas a: A) 50X, B) 1000X y C) 2000X.



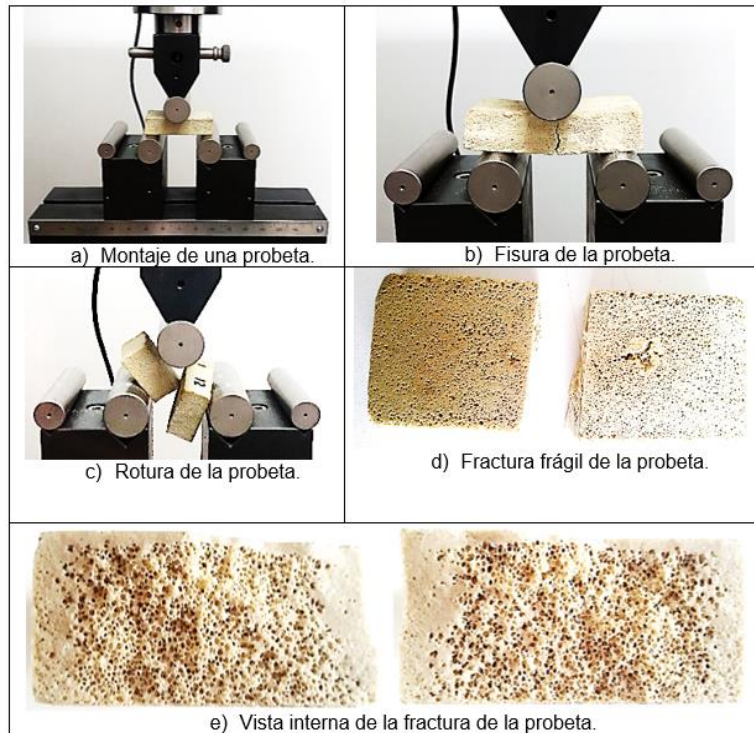
Fuente: Autora.

En la figura 65, se evidencia en **A)** Microporos y macroporos con diferentes tamaños, formas y profundidades de poros; **B)** Macroporos y microporos distribuidos en manera homogénea Poros interconectados hacia el interior de la probeta y macroporos; **C)** Poros de diferentes tamaños con diámetros de 14.27 μm , 5.802 μm , 2.839 μm , 1.520 μm , y 1.287 μm aproximadamente.

4.3.5 Caracterización de las propiedades mecánicas. Se realizó un análisis de resistencia a la flexión a una probeta de cada muestra.

4.3.5.1 Análisis de resistencia mecánica a la flexión. Se realizó el montaje y se analizó una probeta de cada una de las muestras sinterizadas, mediante el ensayo de flexión en la Máquina Universal de ensayos Electromecánica universal de 500 KN (Marca: MICROTTEST, Modelo: EM2/500/FR), en donde se determinaron las propiedades mecánicas a la resistencia a la flexión, evidenciándose la carga y módulo de rotura del material (Norma ISO 10545-4, 2004) (figura 66).

Figura 66. Montaje de una probeta de cada muestra.



Fuente: Autora.

En la figura 66, se aprecia el montaje general del ensayo de flexión, en donde se evidencia la morfología característica de una fractura frágil por el límite de poros similarmente en cada una de las probetas.

En el cuadro 18, se establecieron los parámetros iniciales para someter las probetas a falla.

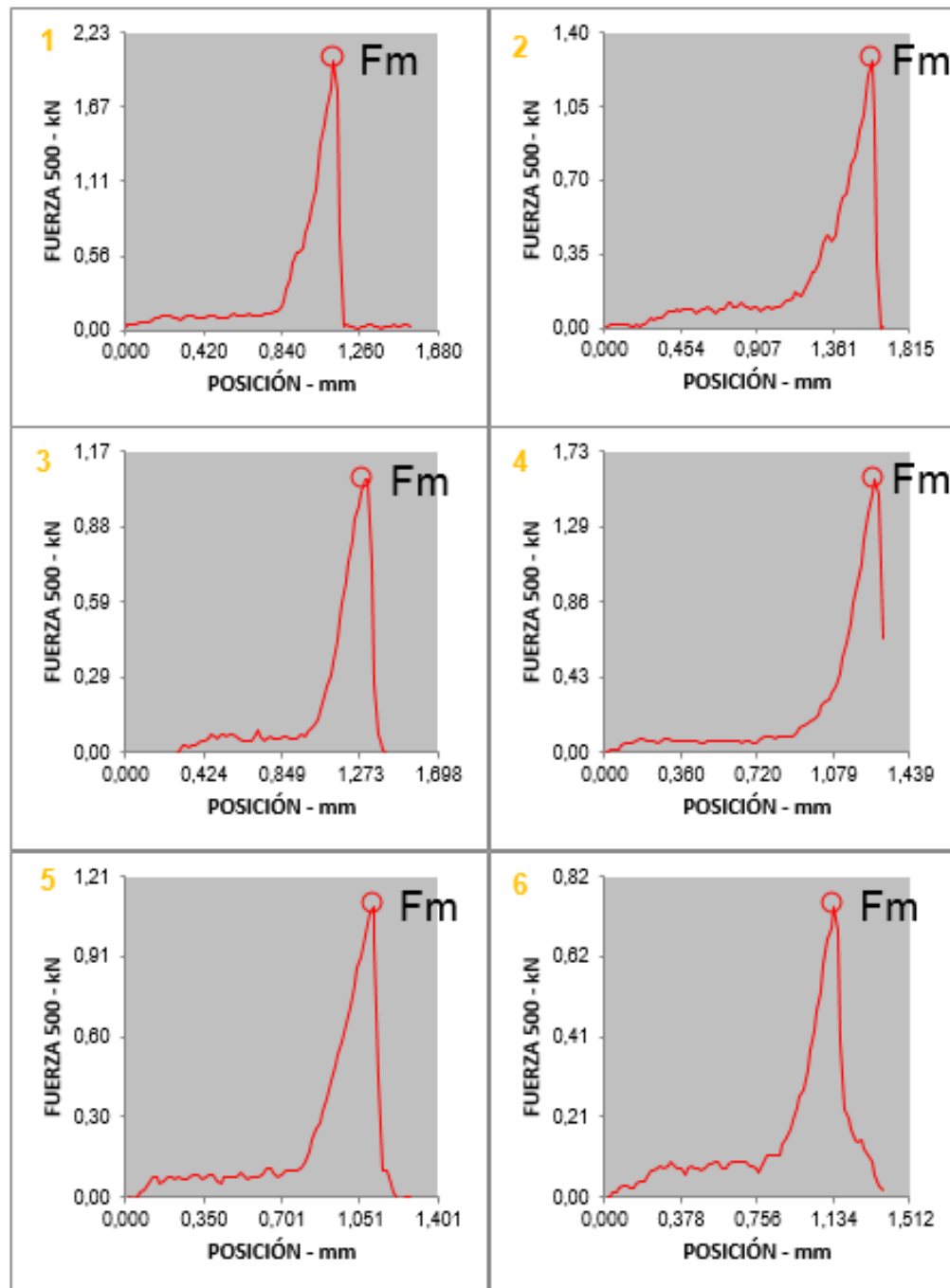
Cuadro 18. Parámetros iniciales de la máquina universal y mordazas.

Probeta	Forma	Area (mm ²)	Distancia entre brazos (mm)	Diámetro punzón (mm)	Velocidad del ensayo (N/s)	Tensión máxima (MPa)	Fuerza máxima (kN)
1	Rectangular	834.080	30	30	200	2.430	2.027
2	Rectangular	731.240	30	30	200	1.742	1,274
3	Rectangular	1110.000	30	30	200	0.958	1.064
4	Rectangular	867.140	30	30	200	1.809	1.568
5	Rectangular	1192.800	30	30	200	0.920	1.097
6	Rectangular	1196.000	30	30	200	0.626	0.748

Fuente: Autora.

En la figura 67 se evidencian las curvas esfuerzo - deformación de una probeta correspondiente a cada una de las seis muestras de cerámicas porosas.

Figura 67. Resultados curva esfuerzo - deformación de las seis probetas.



Fuente: Autora.

En el cuadro 19 se aprecian las fuerzas de rotura (S) y la resistencia a la flexión o módulo de rotura (R) a las seis probetas analizadas, de acuerdo a la Norma ISO 10545-4, 2004.

Cuadro 19. Resultados del ensayo de flexión a las muestras 1, 2, 3, 4, 5 y 6.

Muestra	1	2	3	4	5	6
Fuerza de rotura (N)	3547.25	2229.5	1489.6	2240	1567.14	1190
Resistencia a la flexión (N/mm ² o MPa)	13.3	8.36	5.06	6.94	5.33	4.46

Fuente: Autora.

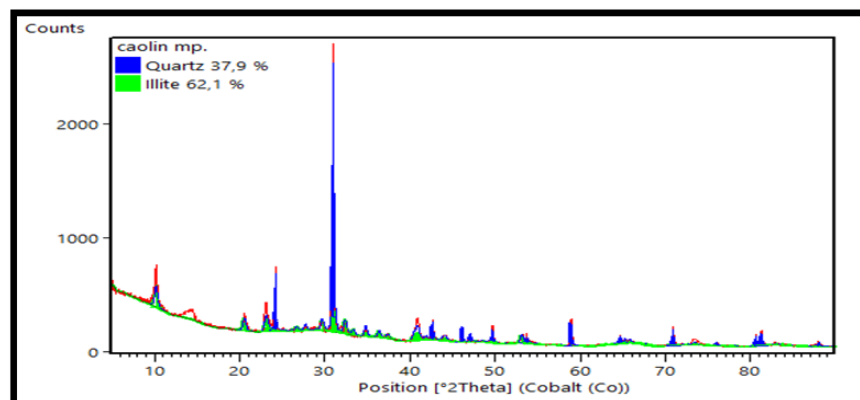
En el cuadro 19, se evidencia que la muestra 1 posee la mayor resistencia a la flexión con un valor de 13.3 MPa y la muestra 6 posee la menor resistencia a la flexión con 4.46 MPa. Los resultados de la fuerza de rotura en la muestra 1 alcanzó 3547.25 N y la muestra 6 disminuyo con un valor de 1190 N.

4.3.6 Caracterización de las propiedades físicas. En la caracterización de las propiedades físicas se analizaron las muestras por DRX, absorción de agua, factor de porosidad, tortuosidad y conductividad y resistividad térmica.

4.3.6.1 Análisis por DRX. Se analizaron las 4 muestras en polvo de caolín, diatomita, carbonato de calcio y la barbotina por difracción de rayos X para determinar sus fases presentes.

Fases presentes en el Caolín por DRX. En la figura 68, 69, y en el cuadro 20 se evidencian las especies presentes en la muestra de caolín analizada por DRX, donde se evidencia que contiene un alto porcentaje de illita con 62,1% y en menor cantidad cuarzo con 37,9% indicando una alta calidad del caolín con posibles usos industriales.

Figura 68. Especies presentes en la muestra analizada de Caolín.



Fuente: Reporte No. DRX-198. 2015.

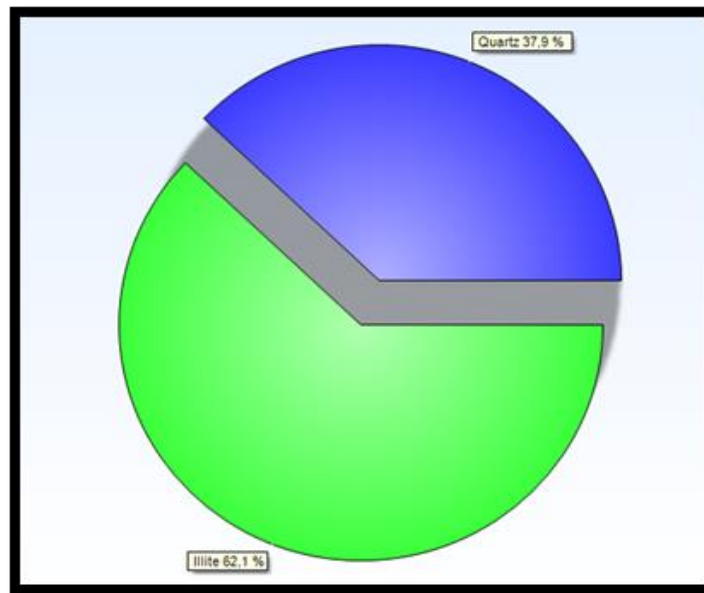
El cuadro 20 muestra los resultados de las especies presentes en la muestra de caolín.

Cuadro 20. Resultado del ensayo de DRX del Caolín.

No.	Visi...	Ref. Code	Compound Na...	Crystal System	Chemical Formula	Score	Scale ...	Display Co...	SemiQuant [%]
1	<input type="checkbox"/>	96-900-9667	Quartz	Hexagonal	Si3.00 O6.00	66	0,896	Blue	38
2	<input type="checkbox"/>	96-900-9666	Illite	Monoclinic	K4.00 Al16.00 Si8.00 O48.00	20	0,231	Lime	62

Fuente: Reporte No. DRX-198. 2015.

Figura 69. Diagrama de resultados de composición porcentual del Caolín.

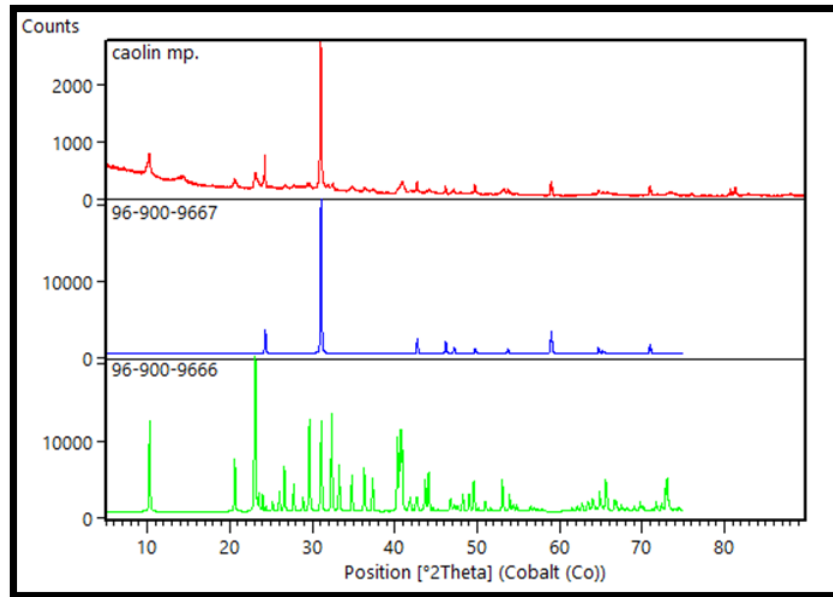


Fuente: Reporte No. DRX-198. 2015.

Se comparó el resultado de DRX para la muestra de Caolín de la figura 69, con los patrones teóricos de compuestos (figura 70), resultando:

La figura 70 y cuadro 20 resumen los resultados del análisis realizado a la muestra de caolín, en la cual se evidencia una alta concentración de un silicato del grupo de los feldespatos llamado illita con una concentración de 62.1%, acompañado de óxido de silicio tipo cuarzo con una concentración de 37.9% en la muestra. Según la composición química y compuestos encontrados se puede decir que es un mineral apto para el desarrollo de cerámicas porosas con altas aplicaciones industriales como en la fabricación de microfiltros, soportes para catalizadores, entre otros.

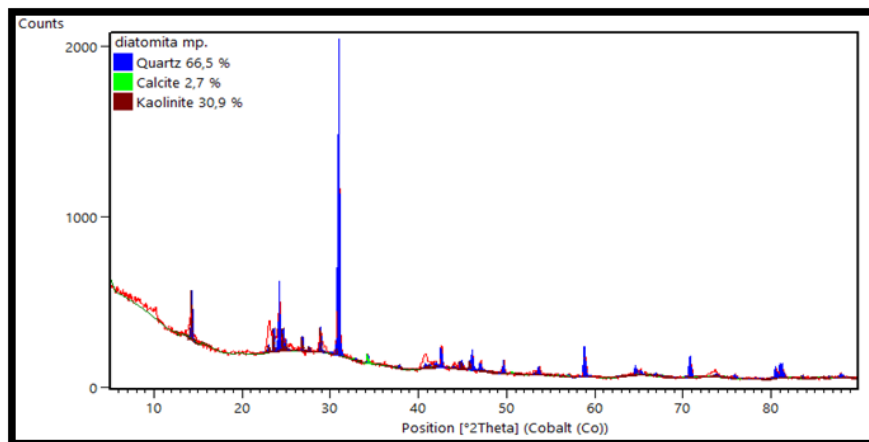
Figura 70. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada de Caolín.



Fuente: Reporte No. DRX-198. 2015.

Fases presentes en la Diatomita por DRX. En la figura 71, 72, y en el cuadro 21 se evidencian las especies presentes en la muestra de diatomita analizada por DRX, donde se evidencia que contiene un alto porcentaje de cuarzo con 66.5%, seguido de caolinita en 30.9% y en menor proporción calcita con 2.7%, esto indica una alta pureza de la diatomita.

Figura 71. Especies presentes en la muestra analizada de Diatomita.



Fuente: Reporte No. DRX-199. 2015.

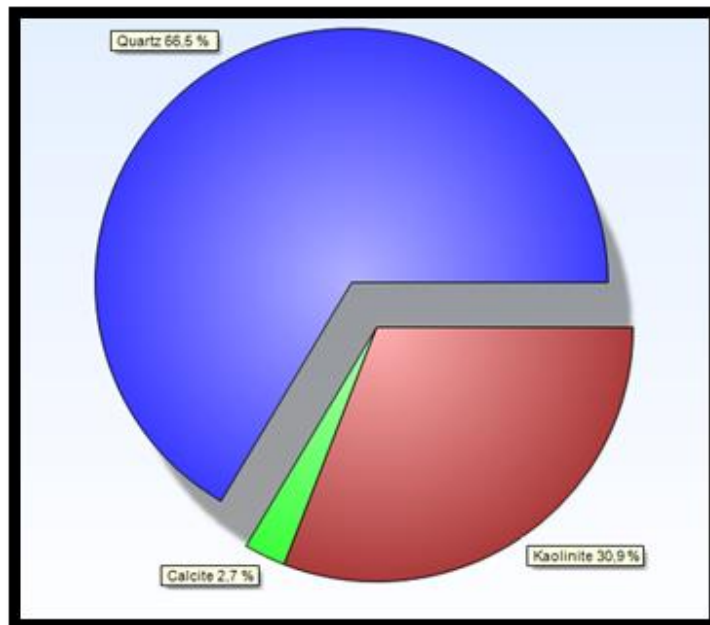
El cuadro 21 muestra los resultados de las especies presentes en la muestra de diatomita.

Cuadro 21. Resultado del ensayo de DRX de la Diatomita.

No.	Visi...	Ref. Code	Compound Na...	Crystal System	Chemical Formula	Score	Scale ...	Display Co...
1		96-900-9667	Quartz	Hexagonal	Si3.00 O6.00	82	0,892	Blue
2		96-900-0966	Calcite	Hexagonal	Ca6.00 C6.00 O18.00	4	0,038	Lime
3		96-900-9231	Kaolinite	Anorthic	Al2.00 Si2.00 O9.00	18	0,115	Mar...

Fuente: Reporte No. DRX-199. 2015.

Figura 72. Diagrama de resultados de composición porcentual de la muestra analizada de la Diatomita.

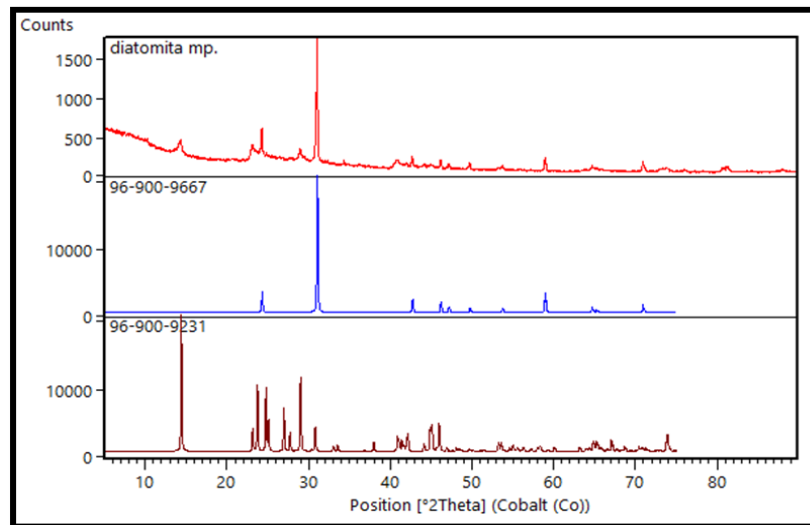


Fuente: Reporte No. DRX-199. 2015.

Se comparó el resultado de DRX para la muestra de la Diatomita de la figura 71, con los patrones teóricos de compuestos (figura 73), resultando:

La figura 71 y cuadro 21, se resumen los resultados del análisis realizado a la muestra de diatomita, en la cual se evidencia que la concentración de óxidos de silicio tipo cuarzo es relativamente alto con un 66.5% del total de la muestra. Así mismo reveló cierta cantidad de impurezas como carbonato de calcio tipo calcita y una gran cantidad de caolín revelando su naturaleza arcillosa.

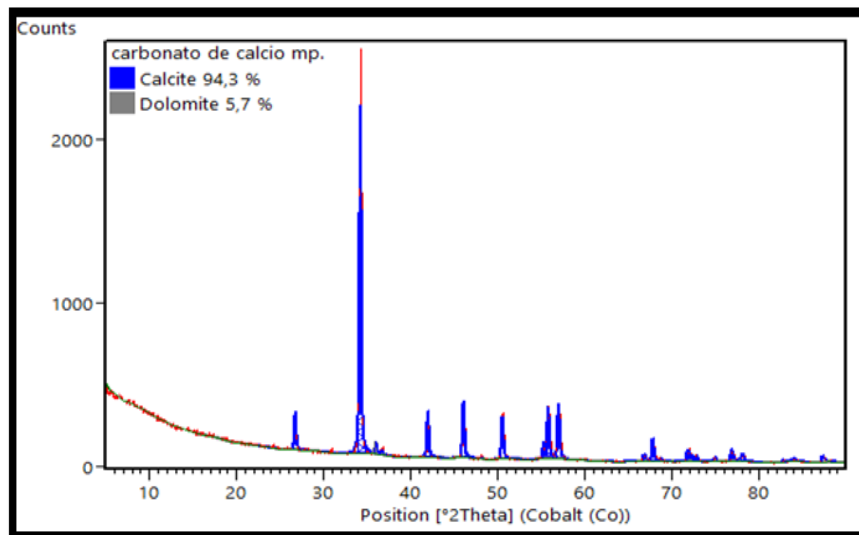
Figura 73. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada de la Diatomita.



Fuente: Reporte No. DRX-199. 2015.

Fases presentes en la Carbonato de calcio. En la figura 74, 75 y en el cuadro 22 se evidencian las especies presentes en la muestra de carbonato de calcio analizada por DRX, donde se concluye que contiene un alto porcentaje de calcita con 94.3% y en menor proporción dolomita con 5.7%, esto indica una alta pureza del carbonato de calcio.


Figura 74. Especies presentes en la muestra de Carbonato de Calcio.



Fuente: Reporte No. DRX-197. 2015.

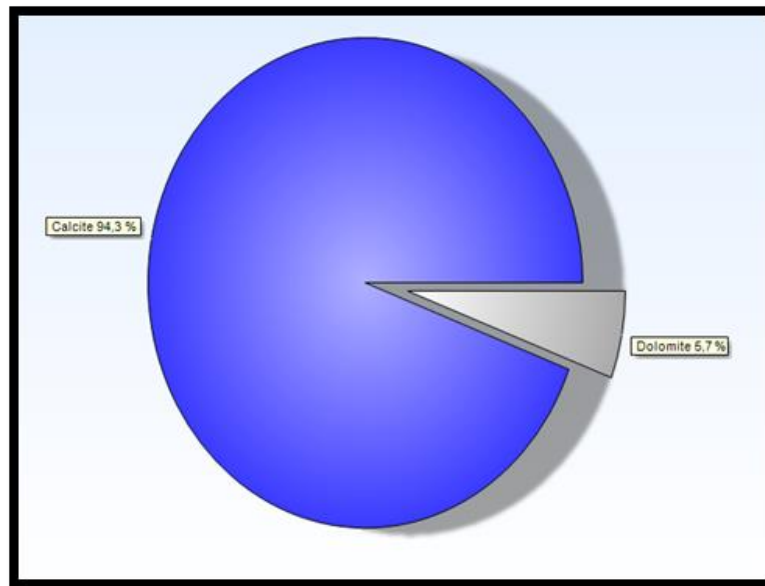
El cuadro 22 muestra los resultados de las especies presentes en la muestra de carbonato de calcio.

Cuadro 22. Resultado del ensayo de DRX del Carbonato de Calcio.

No.	Visi...	Ref. Code	Compound Na...	Crystal System	Chemical Formula	Score	Scale ...	Display Co...	SemiQuant [%]
1	<input type="checkbox"/>	 96-901-6707	Calcite	Hexagonal	Ca6.00 C6.00 O18.00	54	0,891	 Blue	95
2	<input type="checkbox"/>	 96-900-3523	Dolomite	Hexagonal	Ca3.00 Mg3.00 C6.00 O18.00	24	0,024	 Gray	5

Fuente: Reporte No. DRX-197. 2015.

Figura 75. Diagrama de resultados de composición porcentual de la muestra analizada del Carbonato de Calcio.

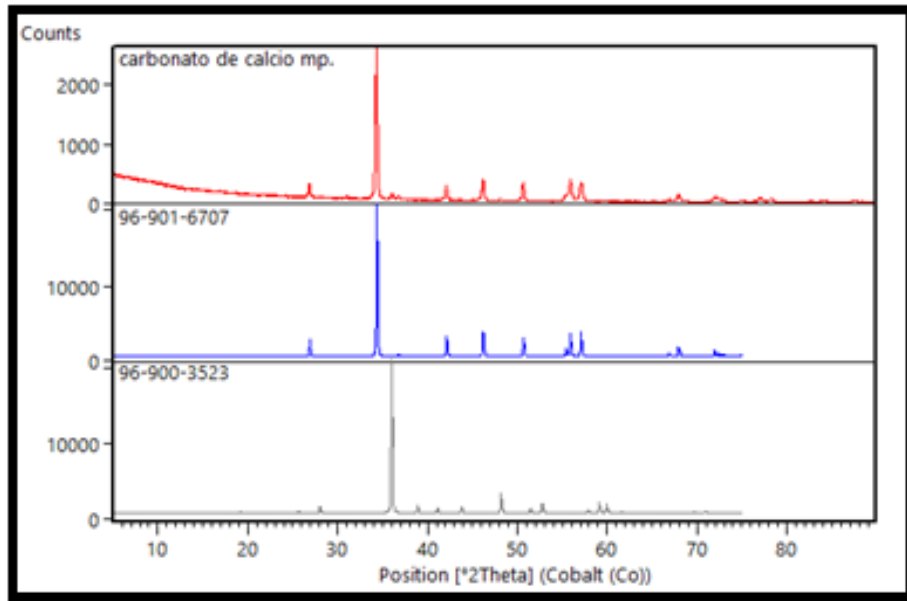


Fuente: Reporte No. DRX-197. 2015.

Se comparó el resultado de DRX para la muestra del Carbonato de Calcio de la figura 74, con los patrones teóricos de compuestos (figura 76), resultando:

La figura 74 y el cuadro 22 resumen los resultados del análisis realizado a la muestra de carbonato de calcio, el cual reveló una alta concentración de carbonato de calcio tipo calcita (94.3%) con una pequeña impureza de tipo dolomita (5.7%) un carbonato compuesto de calcio y magnesio. Según su composición química y alta pureza es un material favorable como posible materia prima en la elaboración de cerámicas porosas para microfiltración en diferentes procesos industriales.

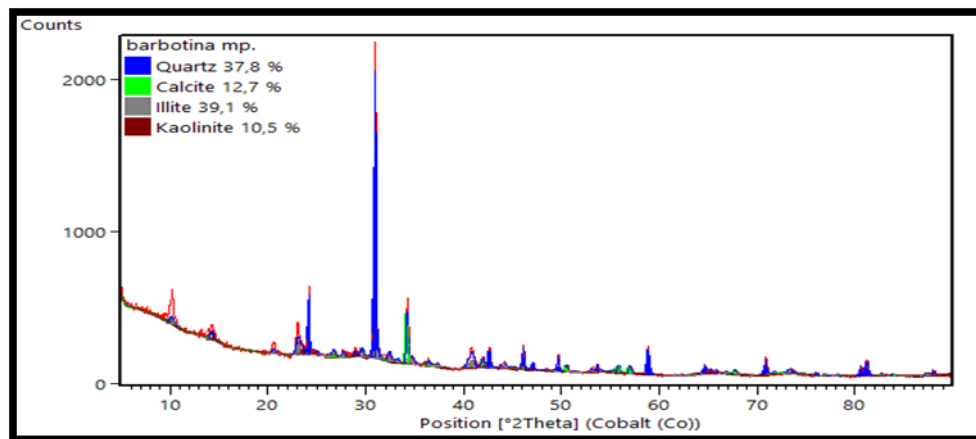
Figura 76. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada del Carbonato de Calcio.



Fuente: Reporte No. DRX-197. 2015.

Fases presentes en la Barbotina. En la figura 77, 78 y en el cuadro 23 se evidencian las especies presentes en la muestra de barbotina analizada por DRX, donde se evidencia una mezcla homogénea de illita con 39.1%, cuarzo con 37.8%, calcita con 12.7% y en menor proporción caolinita con 10.5%, esto indica una homogenización adecuada de las materias primas.

Figura 77. Especies presentes en la muestra analizada de Barbotina.



Fuente: Reporte No. DRX-200. 2015.

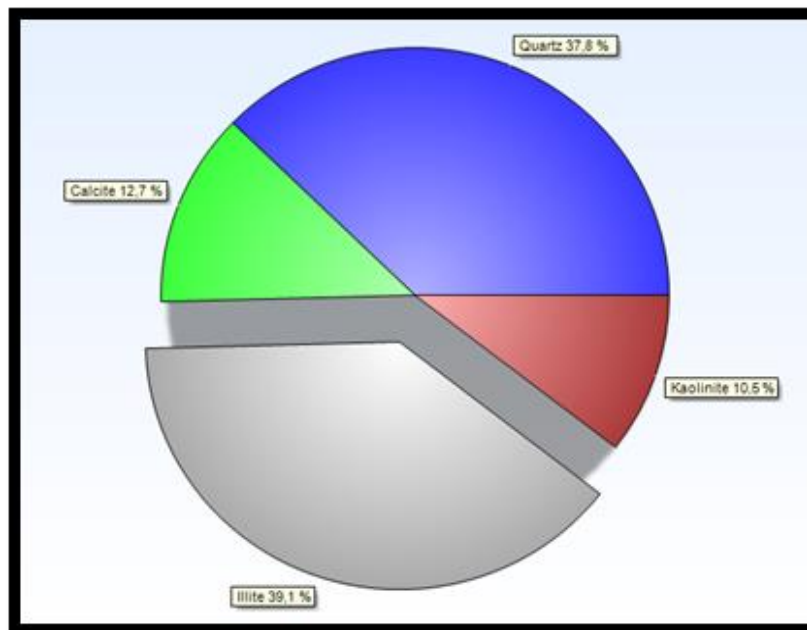
El cuadro 23 muestra los resultados de las especies presentes en la muestra de barbotina.

Cuadro 23. Resultado del ensayo de DRX de la Barbotina.

No.	Visi...	Ref. Code	Compound Na...	Crystal System	Chemical Formula	Score	Scale ...	Display Co...	SemiQuant [%]
1	<input type="checkbox"/>	96-900-9667	Quartz	Hexagonal	Si3.00 O6.00	64	0,901	Blue	32
2	<input type="checkbox"/>	96-900-9668	Calcite	Hexagonal	Ca6.00 C6.00 O18.00	39	0,198	Lime	6
3	<input type="checkbox"/>	96-900-9666	Illite	Monoclinic	K4.00 Al16.00 Si8.00 O48.00	16	0,246	Gray	55
4	<input type="checkbox"/>	96-900-9231	Kaolinite	Anorthic	Al2.00 Si2.00 O9.00	Un...	0,084	Mar...	8

Fuente: Reporte No. DRX-200. 2015.

Figura 78. Diagrama de resultados de composición porcentual de la muestra analizada de la Barbotina.

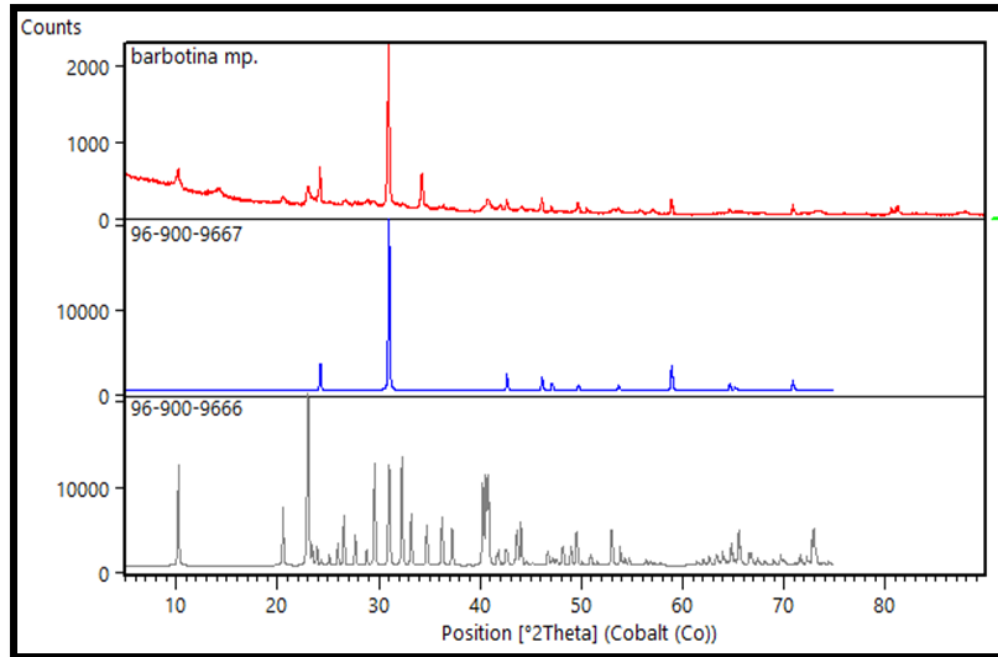


Fuente: Reporte No. DRX-200. 2015.

Se comparó el resultado de DRX para la muestra de la Barbotina de la figura 78, con los patrones teóricos de compuestos (figura 79), resultando:

La figura 78 y cuadro 23 resume los resultados del análisis realizado a la muestra de barbotina, la cual reveló una alta concentración de illita con 39.1%, cuarzo con 37.8%, calcita con 12.7% y en menor proporción caolinita con 10.5%. Según su composición química y homogeneidad en la mezcla, es un material favorable como posible materia prima en diversos desarrollos tecnológicos y en diferentes aplicaciones de la industria cerámica.

Figura 79. Comparación de las especies presentes en la muestra analizada de la Barbotina.



Fuente: Reporte No. DRX-200. 2015.

4.3.6.2 Análisis de Absorción de agua. Se seleccionó una cerámica porosa de cada una de las seis muestras sinterizadas su masa, posteriormente se introducen en agua hirviendo por dos horas, una vez alcanzado este tiempo se sacan y se depositan en agua a temperatura ambiente, luego se limpian y se pesan nuevamente para obtener la masa húmeda, de acuerdo a la Norma ISO 10545-3:1995 se determina el porcentaje de absorción de agua (cuadro 24).

Cuadro 24. Absorción de agua de las muestras.

Muestra	Absorción de agua (%)
1	36.265
2	33.778
3	33.570
4	31.479
5	33.965
6	39.686

Fuente: Autora.

En el cuadro 24, se aprecia que la muestra 6 (densidad de espuma 6) reporta el

mayor porcentaje de absorción de agua con un valor de 39.68% y en menor porcentaje la muestra 4 con un valor de 31.47%.

4.3.6.3 Determinación de masa, volumen y densidad aparente y absoluta.

Con el propósito de poder determinar la tortuosidad, conductividad y resistividad térmica efectiva en las cerámicas porosas, cada una se cortaron en 4 partes y se obtuvo el volumen y masa promedio (m) de cada muestra, hallándose la densidad aparente ($\rho = m/v$), y la densidad absoluta ($\rho_a = \rho_{\text{líquido}}/\epsilon$) donde se usó el valor de la densidad del agua (1000 Kg/m³) como la densidad del líquido, el cual fue utilizado para determinar el porcentaje de absorción de agua de la muestra. En el cuadro 25 se reportan estos resultados (cuadro 25).

$$\rho = m / v$$

Donde:

ρ = densidad de la muestra en g/mm³

m = masa del paralelepípedo en gr

v = volumen del paralelepípedo en mm³

Cuadro 25. Masa, volumen y densidad aparente y absoluta de las muestras.

Muestra	Masa (M) gr	Volumen (V) mm ³	Densidad aparente (ρ) (g/mm ³)	Densidad aparente (ρ) (Kg/m ³)	Densidad absoluta (ρ_a) (kg/m ³)
1	1,842±0,008	1613,039±0,006	1,142x10 ⁻³ ±1,333	1142	2757,48
2	1,960±0,008	1687,727±0,012	1,161x10 ⁻³ ±0,666	1161	2960,51
3	1,708±0,004	1402,916±0,001	1,217x10 ⁻³ ±4	1217	2978,85
4	1,587±0,003	1386,122±0,002	1,145x10 ⁻³ ±1,5	1145	3176,72
5	3,718±0,006	3101,874±0,004	1,198x10 ⁻³ ±1,5	1198	2944,64
6	2,603±0,014	3219,106±0,004	8,086x10 ⁻⁴ ±3,5	808.6	2520,16

Fuente: Autora.

En el cuadro 25, se aprecia que las densidades de las muestras 1, 2, 4 y 5 son muy similares, siendo la muestra 3 la densidad más alta con un valor de 1217Kg/m³ y la muestra 6 la densidad más baja con un valor de 808.6Kg/m³.

4.3.6.4 Factor de porosidad (ϕ). Se obtuvo para cada muestra usando la relación entre las densidades aparentes y absolutas de la muestra ($\phi = 1 - (\rho / \rho_a)$)⁹³. En el cuadro 26 se presentan los factores de porosidad obtenidos para cada muestra.

⁹³ MOREIRA, INNOCENTINI and COURY, Op. cit.

Cuadro 26. Factor de porosidad de las muestras.

Muestra	Factor de porosidad (ϕ)
1	0,586
2	0,608
3	0,591
4	0,640
5	0,593
6	0,679

Fuente: Autora.

4.3.6.5 Análisis de Tortuosidad. El Factor de tortuosidad (T) se determinó del producto del factor de porosidad (ϕ) y el factor de formación (F)⁹⁴.

El factor de formación (F), definido como la razón de la resistividad eléctrica de la muestra saturada en un electrolito de referencia y la resistividad eléctrica del electrolito⁹⁵, se determinó mediante pruebas electroquímica. Para lo cual, se realizó un montaje sencillo con un electrolito de referencia a 0.1mol de H₂SO₄ al 98% en concentración (figura 80a) y con una fuente reguladora de poder (Marca: EXTECH, modelo: 382280) se le suministró al electrolito un voltaje de 15V y corriente de 15mA constante (figura 80b), con la ayuda de un multímetro (Marca: UNI-T, Modelo: UT33C) se determinó la resistencia eléctrica del electrolito solo y de la muestra de cerámica porosa sumergida en el electrolito (figuras 80c y 80d).

En el cuadro 27 se registraron los resultados del ensayo electroquímico para determinar las resistencias del electrolito y de las muestras sumergidas dentro del electrolito, con el fin de determinar el factor de formación (F) y junto con el resultado del factor de porosidad poder calcular la tortuosidad de cada muestra.

⁹⁴ MERIOUA, Abderrahmene; BEZZAR, Abdel-Allah and GHOMARI, Fouad. Electrical prediction of tortuosity in porous media. *In: Energy procedia*. December, 2017. vol. 139, p. 718-724.

⁹⁵ Ibid.

Figura 80. Montaje del ensayo electroquímico para la determinación del Factor de formación (F).



Fuente: Autora.

Cuadro 27. Resultados de la prueba de tortuosidad a las seis muestras.

Muestra	Resistencia del electrolito (Ω)	Resistencia de la muestra con el electrolito (Ω)	$\Delta V_{\text{teórico}}$ (V)	ΔV_{real} (V)	Factor de formación (F)
1	640	680	10.2	10	1.0625
2	705	750	11.25	10.3	1.0638
3	659	695	10.425	10.5	1.0591
4	859	862	12.93	12.4	1.0034
5	780	804	12.06	11.2	1.0307
6	788	796	11.94	13.7	1.0101

Fuente: Autora.

Usando los resultados de los cuadros 26 y 27, se determinaron los valores del factor de tortuosidad de las muestras, los cuales se reportan en el cuadro 28.

Cuadro 28. Resultados del factor de tortuosidad de las muestras.

Muestra	Tortuosidad
1	0.622
2	0.647
3	0.624
4	0.642
5	0.616
6	0.686
Total	0.3611±0.029

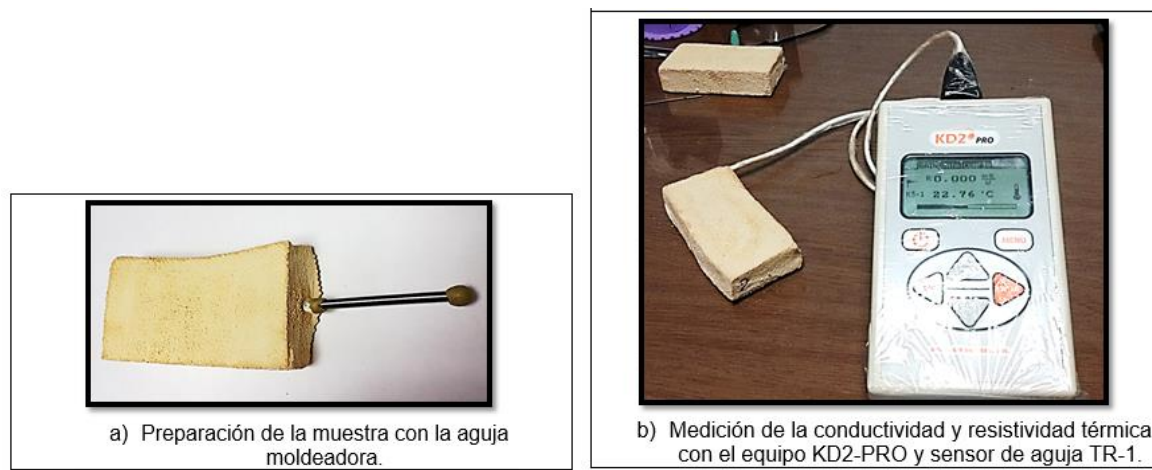
Fuente: Autora.

Según lo reportado por Bezzar and Ghomari (2013)⁹⁶ y Epstein (1989)⁹⁷, los valores de la tortuosidad en materiales porosos oscilan en el rango entre 0.56 y 0.8, luego al comprar los valores reportados en el cuadro 28, se puede afirmar que dichos valores de tortuosidad se encuentran dentro de este rango.

Los resultados de tortuosidad son importantes para el estudio de la permeabilidad en el medio poroso, indicando que las cerámicas porosas poseen muy baja resistencia a que un flujo de calor y/o gas, o fluido atraviesen transversalmente la cerámica a través de su macro y micro porosidad. Esto se debe posiblemente a la distribución en forma de panal de la porosidad, las diferentes formas y tamaños de poros del orden micrométrico que presentan las cerámicas sinterizadas a 1200°C, siendo muy convenientes para utilizar dichas cerámicas en procesos de filtración y microfiltración de aguas, aceites, gases a altas temperaturas, entre otros⁹⁸.

4.3.6.6 Conductividad térmica. Fue determinada a temperatura ambiente mediante el sistema KD2-Pro y el sensor TR-1 (figura 81), el cual funciona bajo el principio de flujo lineal transitorio de calor según la norma ASTM D5334-14.

Figura 81. Equipo KD2-PRO y sensor de aguja TR-1.



Fuente: Autora.

En el cuadro 29 se reportan los resultados de las mediciones de la conductividad y resistividad térmica efectiva (K_e) de las muestras a temperatura ambiente. Es importante tener en cuenta, que dicho parámetro termofísico corresponde a la muestra porosa saturada por aire, por lo tanto, K_e corresponde a la conductividad

⁹⁶ BEZZAR, Abdel-Ilhah and GHOMARI, Fouad. Monitoring of pollutant diffusion into clay liners by electrical methods. In: Transport in Porous Media. March, 2013. vol. 97, no. 2, p. 147-159.

⁹⁷ EPSTEIN, Norman. On tortuosity and the tortuosity factor in flow and diffusion through porous media. In: Chemical Engineering Science. December, 1989. vol. 44, no. 3, p. 777-779.

⁹⁸ MOREIRA, INNOCENTINI and COURY, Op. cit.

térmica estacionaria y a la conductividad térmica de dispersión del aire. Para el caso de considerar el flujo de calor en conducción pura, la contribución a la conductividad térmica por dispersión se puede despreciar. En esta condición, es importante estimar los efectos de la tortuosidad en la conductividad térmica estacionaria, la cual es asociada a la fase sólida de la muestra porosa, siendo generalmente mayor que la conductividad térmica de la fase fluida (aire).

Cuadro 29. Conductividad y resistividad térmica efectiva las muestra.

Muestra	Conductividad térmica efectiva K (W/mK)	Resistividad térmica efectiva R (mK/W)	R ²	T (°C)
1	0.189±0.002	5.275±0.042	0.999	25.2
2	0.180±0.002	5.555±0.024	1	28.8
3	0.164±0.002	6.101±0.071	1	26.9
4	0.143±0.014	6.780±0.232	1	26.8
5	0.138±0.011	7.246±0.238	0.999	26.0
6	0.076±0.0012	13.14±0.101	0.998	26.3

Fuente: Autora.

En el cuadro 29 se muestran los resultados de conductividad térmica de las muestras, las cuales están dentro de un rango de 0.076 a 0.189 W/mK (bajos), las resistividades térmicas oscilan entre 5.275 a 13.14 mK/W, los resultados del coeficiente de correlación son prácticamente 1 y comprueban la veracidad en las mediciones de conductividad y resistividad térmica de las muestras; y las temperaturas de la fuente de calor oscilan entre 25.2 a 28.8°C. Los resultados de conductividad térmica y resistividad térmica son óptimos para que las cerámicas porosas sean aplicadas como aislantes térmicos y acústicos, en la bioremediación de suelos y utilizados en procesos de microfiltrado de aguas y aceites, de acuerdo con Li, et al. (2001)⁹⁹ y Peña, et al. (2008)¹⁰⁰.

En la figura 82, se presenta la gráfica de la conductividad térmica efectiva normalizada con la tortuosidad y con la porosidad, de esta se aprecia un comportamiento lineal como era de esperarse, tal y como lo predice el modelo de Maxwell quien consideró el problema de partículas esféricas de fase diluida incrustadas en una matriz continua de fase sólida, ignorando la interacción térmica entre estas fases¹⁰¹. Dicho comportamiento también corrobora que tanto el factor

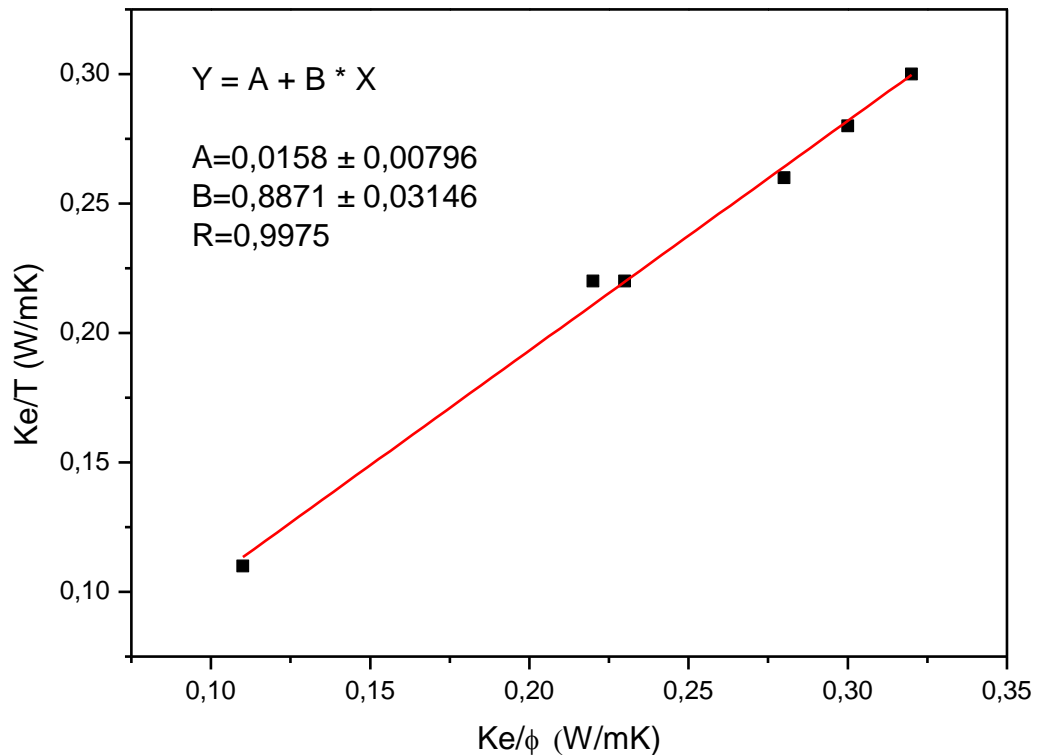
⁹⁹ LIU, Ya Fei, et al. Low cost porous mullite-corundum ceramics by gelcasting. In: Journal of Material Science. August, 2001. vol. 36, no. 15, p. 3687-3692.

¹⁰⁰ PEÑA RODRÍGUEZ, MIRANDA y SANTAFÉ, Op. cit.

¹⁰¹ PIETRAK, Karol and WISNIEWSKI, Tomasz S. A review of models for effective thermal conductivity of composite materials. In: Journal of Power Technologies. 2015. vol. 95, no. 1, p. 14-24.

de porosidad (ϕ) como el de tortuosidad (T) son influyentes en los fenómenos de transporte en medios porosos, y para el caso de las muestras de cerámicas porosas objeto de este estudio, se aprecia prácticamente una correlación lineal entre T y ϕ , ya que según el modelo de flujo de calor transitorio usado por el sistema KD2-Pro, considera la muestra en estado estacionario de temperatura, ignorando los efectos de dispersión (fase líquida) como contribución a la conductividad térmica efectiva (K_e), luego era de esperarse que ϕ y T así como K_e presentaran un comportamiento lineal¹⁰².

Figura 82. Comportamiento de K_e/T vs K_e/ϕ .



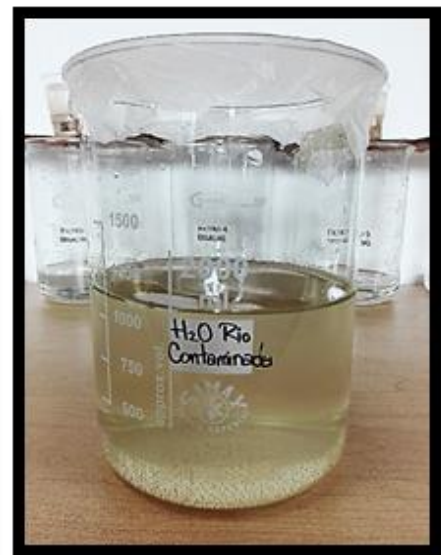
Fuente: Autora.

De la figura 82, se aprecia que el mejor ajuste a los datos experimentales (línea sólida), corresponde a una función lineal cuyos parámetros están expresados en la figura, observándose un coeficiente de correlación $R=0,9975$ muy cercano a la unidad, lo cual infiere que los datos experimentales son bien comportados con la función encontrada.

¹⁰² YANG, Chen and NAKAYAMA, Akira. A synthesis of tortuosity and dispersion in effective thermal Conductivity of porous media. In: International Journal of Heat and Mass Transfer. July, 2010. vol. 53, no. 15-16, p. 3222-3230.

4.3.7 Proceso de filtración con los prototipos de cerámicos porosos. Se reportan los resultados de los análisis fisicoquímicos de una muestra de H₂O recolectada en un punto del río Jordán de Tunja, ubicada junto al conjunto residencial María Fernanda (figura 83), donde se analizó una muestra inicial (sin filtrar) y las siete muestras de aguas filtradas: una con la muestra patrón (prototipo con forma de vaso, elaborado por el método de sacrificio en molde de yeso escayola) y con los seis prototipos de filtros cerámicos porosos (elaborados por el método de réplica), para poder determinar la eficiencia de los filtros cerámicos, comparándolos de acuerdo a los parámetros y los valores límites máximos permisibles en los vertimientos puntuales de aguas residuales domesticas - ARD y de las aguas residuales (ARD - ARnD) de los prestadores del servicio público de alcantarillado a cuerpos de aguas superficiales, establecidos en la Resolución N.0631 del Ministerio de ambiente y desarrollo sostenible. En total se recolecto aproximadamente 4 galones de H₂O, de los cuales se tomó 1800ml de agua para analizar preliminarmente, y ser filtrada con cada prototipo de cerámica porosa. Estas se conservaron en cuarto frio a Temperaturas entre 2 y 4°C.

Figura 83. Recolección de agua del río Jordán.



Fuente: Autora.

4.3.7.1 Montaje de los filtros. Para iniciar el proceso de filtración se realizó un montaje sencillo pegando con silicona los filtros a un vaso desechable de manera que el agua quede contenida sobre el filtro y sea filtrada a través de la porosidad de dichos medios porosos, como se muestra en la figura 84.

Figura 84. Proceso de filtración.



Fuente: Autora.

En la figura 85 se aprecia el proceso de filtración de la muestra o filtro patrón, siendo este el proceso más demorado dado que la porosidad de dicho filtro es del orden micrométrico y/o nanométrico.

Figura 85. Filtración del filtro patrón.



Fuente: Autora.

En el cuadro 30 se registraron los tiempos de filtración de 1800ml aproximadamente para cada prototipo de filtro cerámico.

Cuadro 30. Tiempos de filtración de la muestra de agua con cada prototipo.

Muestra	Tiempo (h:min)
Filtro cerámico 1	28:10
Filtro cerámico 2	23:55
Filtro cerámico 3	11:35
Filtro cerámico 4	15:45
Filtro cerámico 5	17:52
Filtro cerámico 6	20:08
Filtro patrón	38:20

Fuente: Autora.

En el cuadro 31, se relacionan los parámetros de la Resolución N.0631 del Ministerio de ambiente y desarrollo sostenible, y el resultado de los análisis en laboratorio cumpliendo con el “STANDARD METHODS” de acuerdo a los análisis: “2540D: Total suspended solids dried at 103-105°C”, la determinación del pH usando el pHMETRO HACH (Modelo: HQ40D).

Cuadro 31. Parámetros y resultados de los análisis fisicoquímicos de aguas y ST, SST, SDT de acuerdo al “Standard Methods”.

Muestra	pH	ST mg/L	SST mg/L	SDT mg/L	Color aparente Pt/Co	Turbidez mg/L	Acidez total mg/L	Alcalinidad total mg/L	Cloruros (Cl) ⁻ mg/L	Dureza cálcica mg/L	Dureza total mg/L	Dureza magnésica	Hierro (Fe) mg/L	Sulfatos (SO ₄) ⁻² mg/L
Parámetro resolución N.0631*.	6.00 – 9.00	-	90.00	-	-	-	AR	AR	AR	AR	AR	-	AR	AR
Agua sin filtrar	7.60 ±0.05	637.53 ±0.7	306 ±1	165.33 ±0.57	413.33 ±1.52	73.66 ±1.52	32.7 ±1.47	87.06 ±1.15	37.31 ±1.25	98.8 ±0.69	115.33 ±1.33	16.53 ±2	0.23 ±0.005	23.33 ±0.57
Filtro cerámico 1	8.33 ±0.04	207.16 ±0.7	9 ±1	168 ±1	10 ±1	3 ±1	21.6 ±2.12	96.66 ±1.51	28.76 ±1.83	112.53 ±1.17	115.13 ±0.9	2.6 ±1.92	0.10 ±0.005	27 ±1
Filtro cerámico 2	8.35 ±0.04	236.23 ±0.7	5 ±0.57	189 ±1	17.33 ±0.57	4.66 ±1.15	23.33 ±1.98	108.03 ±1.09	26.91 ±0.28	106.66 ±0.92	113.73 ±1.4	7.06 ±2.27	0.11 ±0.005	26 ±1
Filtro cerámico 3	8.28 ±0.02	269 ±1	4 ±1	196.66 ±1.52	35.33 ±1.15	1.33 ±0.57	24.9 ±2.11	104.26 ±1.15	26.5 ±1.95	104.26 ±1.80	113.5 ±1.17	9.23 ±1.4	0.17 ±0.01	25 ±2
Filtro cerámico 4	8.34 ±0.02	263.66 ±0.57	17 ±1	166 ±1	29.33 ±1.52	6.66 ±1.15	24.2 ±1.4	104.3 ±1.57	26.83 ±1.66	104.63 ±0.9	115.46 ±1.4	10.83 ±1.85	0.1 ±0.005	28.33 ±1.52
Filtro cerámico 5	8.44 ±0.03	198.33 ±0.57	24.66 ±2	138 ±1	14.66 ±1.52	1.33 ±0.57	24.93 ±0.55	108.4 ±1.2	26.5 ±0.25	100.26 ±1.28	114.2 ±0.91	13.93 ±1.3	0.11 ±0.01	28.33 ±1.52
Filtro cerámico 6	8.41 ±0.09	295.33 ±0.57	51.66 ±1.52	205 ±1	35.66 ±0.57	5 ±1	23.63 ±1.32	105.16 ±0.85	26.08 ±0.76	100.93 ±1.4	113.13 ±0.5	12.2 ±1.9	0.1 ±0	24.33 ±2.08
Filtro patrón	8.43 ±0.1	174.66 ±0.57	11 ±1	127.66 ±1.52	48.33 ±1.52	4 ±1	26.8 ±0.98	96.2 ±0.72	26.28 ±0.64	109.13 ±1.02	109.36 ±0.81	0.23 ±0.8	0.02 ±0.005	30.33 ±0.57

AR: Análisis y reporte.

*Medidas de absorbancia a las siguientes longitudes de onda: 436nm, 525nm y 620nm, m⁻¹.

**Aguas residuales domesticas – ARD, y aguas residuales no domesticas – ARnD de los prestadores del servicio público de alcantarillado. Con una carga mayor a 625.00 Kg/día y menor o igual a 3000.00 Kg/día DBO₅

Fuente: Autora.

En general, en el cuadro 31 se aprecia que:

El pH de todas las muestras es básico y está dentro del rango de 7.60 a 8.44, cumpliendo con la resolución N.0631 del ministerio de ambiente y desarrollo sostenible. Cabe recalcar que la composición de los filtros es adecuada en la purificación del agua, ya que el grado de basicidad del agua resultante es mínima, debido principalmente a la presencia del CaCO_3 . Los mayores valores de pH se obtuvieron de los filtros: 5, patrón y 6 con valores de 8.44, 8.43 y 8.41 respectivamente, y en menor grado el filtro 3 con 8.28.

El color en la muestra inicial del agua del río Jordán contiene un alto índice de color, esto puede deberse a la presencia de materiales de origen vegetal tales como ácidos húmicos, turba, plancton, y de ciertos metales pesados como son hierro, manganeso, cobre, cromo entre otros que pueden estar disueltos o en suspensión. Es importante recalcar la eficiencia de los filtros en general, ya que estos obtuvieron una alta disminución en dicho nivel de color con respecto a la muestra inicial, siendo el filtro 1 el más eficiente en su nivel de retención del material particulado, el cual añade color a dicha agua.

Los niveles de turbidez de las muestras de aguas filtradas son significativamente menores al valor presentado por la muestra inicial de 73.66, siendo los filtros 3 y 5 los más eficientes en el proceso de retención de los filtros con materiales suspendidos coloidales y/o particulados, dado que la alta presencia de estos en el agua pueden indicar un cambio en su calidad, como la contaminación por microorganismos, así como, la presencia de sustancia inorgánicas finamente divididos (arena, fango, arcilla) o de materiales orgánicos. Afectando también, al ecosistema ya que la actividad fotosintética depende en gran medida de la penetración de la luz.

Todos los filtros disminuyeron levemente la acidez del agua. Teniendo en cuenta, que la acidez se debe principalmente a la presencia de CO_2 como resultado de la oxidación de la materia orgánica (en algunos casos provenientes de la atmósfera), y también causada por la presencia de ácidos minerales fuertes, ácidos débiles tales como carbónico, acético y algunas sales hidrolizadas como las ferrosas o sulfatos de aluminio. La disminución de la acidez está relacionada con la función de los filtros en retener material particulado entre ellos residuos de materia orgánica, y dada su composición a la retención del caolín con sales y otros. Con respecto a los filtros se aprecia una alta eficiencia del filtro 1 con 21.6 mg/L, seguidos de los filtros 2 y 6 con valores de 23.33 y 23.63 mg/L respectivamente.

Un aumento en la alcalinidad de las muestras de aguas filtradas, este pequeño aumento puede deberse a que la concentración de los iones OH^- libres se neutralizan cuando ocurre el cambio brusco de pH a un valor mayor de 8.3 (indica la presencia de carbonatos), y siendo que el pH tuvo un leve aumento en las muestras puede asociarse directamente con el aumento en la alcalinidad. También

puede estar asociado a que la composición del filtro contiene 10% de CaCO_3 , interfiriendo levemente en el aumento de la alcalinidad de los filtros cerámicos 2 y 5 siendo los de resultados más alcalinos, los filtros 3, 4 y 6 los de mediana reacción alcalina y los filtros 1 y filtro patrón los que mostraron una menor alcalinidad.

Una disminución de los cloruros en todas las muestras de aguas filtradas, esto puede deberse a la capacidad que tiene la composición química y morfología de los filtros cerámicos en retener dichos materiales, siendo el filtro 3 más eficiente en el proceso de retención de cloruros.

Una leve disminución de la dureza total en las aguas analizadas de los filtros cerámicos 2 y 3 con valores de 112.33 teniendo en cuenta su valor de incertidumbre respectivamente.

Un leve aumento en los valores de dureza cálcica en todas las aguas filtradas.

Los resultados de dureza en general, se puede concluir que las aguas duras favorecen la presencia y/o aparición de incrustaciones.

Una alta eficiencia de los filtros en general, esto posiblemente se debe a la capacidad del caolín para retener metales pesados y gracias a la variación en las porosidades de dichos filtros. Cabe resaltar, que el filtro patrón posee una porosidad más fina con respecto a los demás filtros cerámicos, principalmente por el método de conformado (sacrificio) y a la compactación de las materias primas al momento de sinterizarse, por tal motivo este tiene una eficiencia muy alta con respecto a los demás filtros.

Los sulfatos en las muestras de aguas analizadas aumentan levemente con respecto a la muestra inicial, esto puede deberse a que reaccionan posiblemente con el Carbonato de calcio, y otros presentes en el agua, formando sulfatos de los mismos.

Una alta eficiencia de retención de material particulado suspendido en las muestras de aguas analizadas, siendo los filtros 2 y 3 los más eficientes con 5 mg/L y 4 mg/L respectivamente. Esto se debe a la capacidad de retención por la estructura porosa y/o morfología (forma, tamaño y distribución de los poros) del orden de macro y micro poros, así como la capacidad del caolín de retener dichos agregados suspendidos en el agua.

Un leve aumento en los SDT para las muestras de aguas filtradas por los filtros cerámicos a excepción del filtro 5 y filtro patrón los cuales indican una pequeña eficiencia con respecto a la retención de SDT.

Una disminución significativa en la cantidad de sólidos totales presentes en las

muestras de aguas filtradas por los filtros cerámicos porosos, así mismo se ve reflejado la alta eficiencia que los filtros 5 y filtro patrón mostraron, con su capacidad para retener material particulado en comparación con los demás filtros.

5. CONCLUSIONES

En general se puede concluir que:

Las cerámicas y membranas porosas elaboradas de materiales naturales de bajo costo, tales como diatomita y caolines, en la actualidad se han convertido en tema de investigación e interés debido a sus múltiples aplicaciones tecnológicas tales como sistemas de filtración, catálisis, craqueo catalítico de hidrocarburos, agroindustria, fertilizantes, lechos filtrantes para agua y gases, como soporte para bioremediación de suelos y aguas entre otras aplicaciones, permitiendo explotar su rentabilidad^{103,104,105}.

El análisis a la morfología de la porosidad para las cerámicas elaboradas, la cual reportó tamaños de poros abiertos e interconectados entre 1.567 μm y 10.26 μm , permiten concluir que estas cerámicas porosas pueden ser usadas para tratamiento de aguas residuales, tales como eliminación de turbidez, eliminación de materia orgánica y sólidos suspendidos, también para activar dicha porosidad con nutrientes (sodio, nitrógeno, potasio), y aplicarlas a cultivos verticales, permitiendo tener soporte de suelos de poco espesor, que permita el anclaje de las raíces al interior de los micro y macroporos. Así mismo, los resultados de la resistencia mecánica a la flexión, permiten concluir, que las cerámicas porosas elaboradas, presentan una estabilidad mecánica óptima para este tipo de materiales porosos, la cual es debida a las transformaciones de las fases de los materiales de mullita y cristobalita, que forman las estructuras de sílice y alúminas presentes en las diatomitas y caolines durante el proceso de sinterización a temperaturas superiores a 1000°C¹⁰⁶.

Las cerámicas porosas a base de caolín y tierras diatomáceas de la región de Boyacá, elaboradas por el método de réplica usando espumas de poliuretano, reportan propiedades mecánicas, morfológicas y físico-cerámicas, dentro de los rangos admisibles para ser usadas en las aplicaciones tecnológicas propias de este tipo de materiales micro y macroporosos¹⁰⁷.

¹⁰³ HA, Jang-Hoon; OH, Eunji and SONG, In-Hyuck. The use of a diatomite-kaolin composite coating to design the pore characteristics of a sintered diatomite membrane. *In*: Ceramics International. January, 2014. vol. 40, no. 1, p. 2221-2227.

¹⁰⁴ HA, Jang-Hoon, et al. The effect of kaolin addition on the characteristics of a sintered diatomite composite support layer for potential microfiltration applications. *In*: Ceramics International. December, 2013. vol. 39, no. 8, 8955-8962.

¹⁰⁵ HA, Jang-Hoon; OH, Eunji and SONG, In-Hyuck. The fabrication and characterization of sintered diatomite for potential microfiltration applications. *In*: Ceramics International. September, 2013. vol. 39, no. 7, p. 7641-7648.

¹⁰⁶ VAN GARDEREN, Noémie, et al. Investigation of clay content and sintering temperature on attrition resistance of highly porous diatomite based material. *In*: Applied Clay Science. April, 2011. vol. 52, no. 1-2, p. 115-121.

¹⁰⁷ GUZMAN, I. Ya. Certain principles of formation of porous ceramic structures. Properties and applications (a review). *In*: Glass and Ceramics. September, 2003. vol. 60, no. 9, p 280-283.

Los bajos valores de conductividad térmica reportados por las seis muestras de cerámicas porosas y la muestra patrón (lo cual es debido a la baja conductividad térmica del aire (0,025 W/mk)^{108,109} son similares a los resultados establecidos en las investigaciones de Li, et al. (2016)¹¹⁰, Li, et al. (2015)¹¹¹ y Han, et al. (2013)¹¹² para cerámicas porosas con altos porcentajes de porosidad donde la tortuosidad aumentaría significativamente, porque la fracción de volumen de poros internos contienen aire lo cual hace que la transferencia de calor a través de estos sea ineficiente y lenta. Estas propiedades térmicas, la alta porosidad y tortuosidad de las muestras conducen a que estas cerámicas porosas sean propiamente utilizadas como aislantes térmicos y acústicos¹¹³. Así mismo, aplicados en sistemas de microfiltración de aguas y aceites, en la bioremediación de aguas y suelos, y como soporte para catalizadores, entre otros.

Se obtuvieron porcentajes de absorción de agua importantes con respecto a las dimensiones de los filtros cerámicos elaborados por el método de réplica, esto es debido en gran medida a la morfología (forma, tamaño y distribución de los poros interconectados en la matriz cerámica) ofreciendo gran cantidad de espacios e interconexiones porosas, en donde van quedando atrapados generalmente materiales particulados, así como metales pesados y otras impurezas gracias a las propiedades del caolín^{114,115}.

En los resultados de los análisis fisicoquímicos realizados a las muestras de aguas sin filtrar y filtradas por los diferentes prototipos de filtros cerámicos y el filtro patrón, se determinó que el pH tiene un papel fundamental en las reacciones que pueden darse a lugar en dicho medio, interfiriendo en cierta medida los agentes físicos (sólidos suspendidos como arena, arcilla y otros), químicos (pH, sustancias tóxicas (metales pesados como Ar, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn, cianuro y sustancias orgánicas antropogénicas como fenoles, benceno, pesticidas), grasas, aceites y otros) y biológicos (microorganismos como virus (polio, eco, coxsackie, adenovirus, reovirus y hepatitis), bacterias (coliformes fecales, salmonella, shigella, campylobacter y Vibrio cholera), protozoarios). En este caso, las aguas tienden a ser un poco alcalinas y están dentro del intervalo entre 6-9 establecido por la resolución N.0631, siendo favorables para la mayoría de procesos

¹⁰⁸ IN-KOOK, YOUNG-HAG and HYOUN-EE, Op. cit.

¹⁰⁹ ZIVCOVÁ et al., Op. cit.

¹¹⁰ LI, Ye, et al. Properties of highly porous cordierite ceramic obtained by direct foaming and gelcasting method. *In: Ceramics Silikáty*. 2016. vol. 60, no. 2, p. 91-98.

¹¹¹ LI, Ye, et al. Fabrication and characterization of anorthite foam ceramics having low thermal conductivity. *In: Journal of the European Ceramic Society*. January, 2015. vol. 35, no. 1, p. 267-275.

¹¹² HAN, Yao, et al. Porous anorthite ceramics with ultra-low thermal conductivity. *In: Journal of the European Ceramic Society*. November, 2013. vol. 33, no. 13-14, p. 2573-2578.

¹¹³ IN-KOOK, YOUNG-HAG and HYOUN-EE, Op. cit.

¹¹⁴ FERRER, PEÑA y VERA, Op. cit.

¹¹⁵ ROSA, SALVINI e PANDOLFELLI, Op. cit.

microbiológicos y el desarrollo de la vida. Ya que fuera de estos límites sería muy perjudicial para la salud y el ecosistema propio del agua.

Es concluyente la alta eficiencia de las cerámicas porosas para retener sólidos suspendidos totales y los sólidos totales presentes en las muestras de aguas analizadas, influyendo la porosidad característica de dicho filtro. Por ende se observa una reducción significativa en el color de dicha muestra de agua. Se aprecia una alta eficiencia de los filtros cerámicos al retener Hierro total de las muestras de agua analizadas, siendo una propiedad característica del caolín. Igualmente, se aprecia una disminución en los niveles de turbidez, acidez total y cloruros en las muestras de aguas filtradas, de acuerdo con Heidenreich (2012)¹¹⁶ estos filtros cerámicos no solo sirven para ser aplicados en sistemas de filtración sino también en otras aplicaciones tecnológicas como aislamientos acústicos y térmicos en diversos procesos industriales^{117,118,119}.

¹¹⁶ HEIDENREICH, S. Porous ceramic and its application as filtering material. In: F & S International edition. 2012. no.12. p. 53-55.

¹¹⁷ HA, OH and SONG. The use of a diatomite-kaolin composite coating to design the pore characteristics of a sintered diatomite membrane, Op. cit.

¹¹⁸ USECHE ARCINIEGAS, Op. cit.

¹¹⁹ ZIVCOVÁ et al., Op. cit.

6. RECOMENDACIONES

Se recomienda usar este tipo de filtros cerámicos para la filtración de aguas que contengan proteínas, lecitina, quinolina, bacterias, etc., en procesos químicos de alimentos líquidos, de aceites, de vinos, en la industria cervecera y otras, con fines a retener material particulado y otras impurezas características de dichos medios, de acuerdo con lo reportado por Benito et al. (2007)¹²⁰, Heidenreich (2012)¹²¹, y Hammel et al. (2014)¹²². Así como, fabricar filtros cerámicos con porosidades del orden nanométricos para desarrollar una investigación más profunda dirigida a la purificación de vertimientos de aguas mineras u otras con contenidos de metales pesados y otros componentes que puedan ser evaluados por diversos análisis fisicoquímicos para verificar la eficiencia de estos.

Se podrían usar estos filtros cerámicos en un sistema de purificación por niveles de porosidades a partir del filtro con mayor porosidad (tamaño de poro) al menor, disminuyendo progresivamente de acuerdo a las porosidades, de manera que sea más eficiente el grado de purificación de ciertos materiales y/o agentes contaminantes presentes en el agua. Este sistema se puede complementar con otros sistemas de purificación dirigidos a procesos específicos o componentes propios del agua, de acuerdo con lo reportado por Benito et al (2007)¹²³.

Gracias a las bajas conductividades térmicas de las cerámicas porosas y su alta porosidad, son muy aptas para ser usadas en sistemas de aislamientos térmicos y acústicos, posiblemente aplicables como material refractario en muflas y/o hornos metalúrgicos con fines a distintos procesamientos. También usarse como estructuras de soporte en distintos procesos catalíticos, en craqueo catalítico de hidrocarburos, entre otros^{124,125,126}.

Así mismo, se pueden fabricar placas de cerámicas con porosidades del orden milimétricas para la introducción de geles fertilizados con semillas de fresas, lechuga, tomate, apio, cilantro, arveja, acelga, pimentón, espinacas, entre otros, con el fin de realizar cultivos alternativos en poblaciones con suelos áridos. Así como, plantas decorativas como helechos, mугos, orquídeas, líquenes, entre otras, para la construcción de jardines verticales en edificaciones y/o centros comerciales, de acuerdo a la nueva tendencia y desarrollo del paisajismo y la arquitectura moderna que coadyuven al medio ambiente.

¹²⁰ BENITO, J. M., et al. Development of a new high porosity ceramic membrane for the treatment of bilge water. In: Desalination. 2007. vol. 214, no. 1-3. p. 91-101.

¹²¹ HEIDENREICH, Op. cit.

¹²² HAMMEL, Emily Catherine, IGHODARO, O. L., and Okoli, O. I. Processing and properties of advanced porous ceramics: an application based review. In: Ceramics International. December, 2014. vol. 40, no. 10. p. 15351-15370.

¹²³ BENITO, et al., Op. cit.

¹²⁴ CAO, et al., Op. cit.

¹²⁵ FERRER, PEÑA y VERA, Op. cit.

¹²⁶ ROSA, SALVINI e PANDOLFELLI, Op. cit.

BIBLIOGRAFÍA

ALIBABA GROUP. Ceramic foam filter [en línea]. s.l.: El autor, 2018. [citado el 22-01-18] Disponible en: https://shnati.en.alibaba.com/productgroup/800560010/ceramic_foam_filter.html?spm=a2700.details.pronpeci14.8.245d39a9TbeE5z

ALLEN, Andrew E., et al. Evolution and metabolic significance of the urea cycle in photosynthetic diatoms. *In*: Nature. May, 2011. vol. 473, p. 203-207. doi: 10.1038/nature10074.

ALONSO RODRÍGUEZ, Francisco Javier. Porosimetría por inyección de mercurio [en línea]. Oviedo, España: Universidad de Oviedo, 2012. [citado el 19-08-16]. Disponible en: http://ocw.uniovi.es/pluginfile.php/4888/mod_resource/content/1/T3b-PorosimetriaMercurio.pdf

ARROYO CHÁVEZ, Hiram. Modelo sólido-poroso para reproducir las curvas características de los suelos. Tesis de Maestría en Ciencias, línea terminal en Mecánica de Suelos. Querétaro, México: Universidad Autónoma de Querétaro. Facultad de ingeniería, 2012.

ASHRAF, Abdullah. Thermal conductivity measurement by hot disk analyser [en línea]. s.l.: Researchgate, s.f. [citado el 05-08-16]. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Abdullah_Ashraf2/publication/271840994_The_rmal_Conductivity_Measurement_by_Hot_Disk_Analyser/data/54d3c1030cf25013d02661d9/Thermal-Conductivity-Measurement-by-Hot-Disk-Analyser.pdf.

ASTM INTERNATIONAL. Standard practice for calculation of pore size distributions of catalysts and catalyst carriers from nitrogen desorption isotherms. ASTM D4641-12. West Conshohocken, PA: ASTM, 2012.

_____. Standard test method for determination of thermal conductivity of soil and soft rock by thermal needle probe procedure. ASTM D5334-14. West Conshohocken, PA: ASTM, 2014.

_____. Standard test method for determination of thermal conductivity of soil and soft rock by thermal needle probe procedure, Op. cit.

_____. Standard test method for surface area of catalysts and catalyst carriers. ASTM D3663-03. West Conshohocken, PA: ASTM, 2015.

_____. Standard test methods for determining average grain size. ASTM E-112. West Conshohocken, PA: ASTM, 2013.

BARBOZA QUIROZ, Mauro; INFANTE QUISPES, Atalías y QUISPE CHILÓN,

Manuel. Yacimientos no metálicos [en línea]. Trabajo de grado. Perú: Universidad Nacional de Cajamarca. Facultad de Ingeniería, 2010.

BENITO, J. M., et al. Development of a new high porosity ceramic membrane for the treatment of bilge water. In: Desalination. 2007. vol. 214, no. 1-3. p. 91-101.

BEZZAR, Abdel-Iliah and GHOMARI, Fouad. Monitoring of pollutant diffusion into clay liners by electrical methods. In: Transport in Porous Media. March, 2013. vol. 97, no. 2, p. 147-159.

BRADBURY, Jane. Nature's nanotechnology: unveiling the secrets of diatoms. In: PLOS Biology. October, 2004. vol. 2, no. 10.

CAO, Wei, et al. Thermal conductivity of highly porous ceramic foams with different agar concentrations. In: Materials Letters. January, 2015. vol. 139, p. 66-69.

CARMAN, P. C. Fluid flow through granular beds. Transactions of the Institution of Chemical Engineers. 1937. vol. 15, p. 150-166.

CERAMICS 3D. Estructuras porosas de cerámicos avanzados [en línea]. Barcelona: El autor, s.f. [citado el 30-07-16]. Disponible en: <http://www.ceramics3d.com/porosos.html>

CLESCERI, Lenore S., GREENBERG, Arnold E. and EATON, Andrew D. Standard methods, for the examination of water and wastewater. 21st edition. Centennial edition, 2005.

DE SOUSA TRICHES, Eliandra, et al. LZSA glass ceramic foams prepared by replication In: Advances in Applied Ceramics. February 2005. vol. 104, no. 1, p. 22-29.

DECAGON DEVICES. KD2 Pro Thermal Properties Analyzer: Operator's Manual, Version 4. 2365 NE Hopkins Ct., Pullman WA 99163, USA, 2006.

DULLIEN, F. A. L. Porous media: fluid transport and pore structure. New York: Academic Press, 1992.

ECURED. Carbonato de calcio [en línea]. Cuba: El autor, s.f. [citado el 10-06-16]. Disponible en: https://www.ecured.cu/Carbonato_de_calcio

_____. Minerales de arcilla [en línea]. Cuba: El autor, s.f. [citado el 10-06-16]. Disponible en: https://www.ecured.cu/Minerales_de_arcilla

EPSTEIN, Norman. On tortuosity and the tortuosity factor in flow and diffusion through porous media. In: Chemical Engineering Science. December, 1989. vol. 44, no. 3, p. 777-779.

FERRER, Martha; PEÑA, Gabriel y VERA, E. Estructura, porosidad y resistencia mecánica a la flexión de cerámicas porosas elaboradas con barbotinas rojas y espumas de poliuretano. En: Revista Colombiana de Física. 2013. vol. 45, no. 3, p. 214-217.

FUNDACIÓN WIKIMEDIA. Porosidad [en línea]. s.l.: El autor, 2016. [citado el 10-07-16]. Disponible en: <https://es.wikipedia.org/wiki/Porosidad>

_____. Resistividad térmica [en línea]. s.l.: El autor, 2016. [citado el 10-07-16]. Disponible en: https://es.wikipedia.org/wiki/Resistividad_termica

GAMBARYAN-ROISMAN, Tatiana; SHAPIRO, Michael and SHAVIT, Arthur. Effect of double-diffusive heat transfer on thermal conductivity of porous sintered ceramics: macrotransport analysis. In: International Journal of Heat and Mass Transfer. November, 2011. vol. 54, no. (23-24), p. 4844-4855.

GARCÍA ROMERO, Emilia y SUÁREZ BARRIOS, Mercedes. Las arcillas: propiedades y usos caolín [en línea]. s.l.: Universidad de Salamanca, s.f. [citado el 05-06-16]. Disponible en: <http://campus.usal.es/~delcien/doc/GA.PDF>

GAVIDIA ALBARRACÍN, Oscar Armando; MUÑOZ YÁNEZ, Mery Luz y NARANJO MERCHÁN, Wilson Enairo. Disposición y descripción de las manifestaciones de diatomita, sector Tunja-Chivatá (Boyacá, Colombia). En: Revista I²+D. Julio, 2007. vol. 4, no. 1, p. 35-40.

GOBERNACIÓN DE BOYACÁ. Plan de desarrollo 2016-2019. Tunja: Secretaría de Minas y Energía, 2016.

GOODFELLOW. Cerámicas porosas [en línea]. s.l.: El autor, s.f. [citado el 10-07-16]. Disponible en: <http://www.goodfellow-ceramics.com/sp/productos/ceramicas/ceramicas-porosas/>

GUACANEME BERBEO, John Jairo. Zonificación de suelos en superficie de la ciudad de Tunja, Colombia. En: Revista Épsilon. Enero-junio, 2006. no. 6, p. 29-44.

GUZMAN, I. Ya. Certain principles of formation of porous ceramic structures. Properties and applications (a review). In: Glass and Ceramics. September, 2003. vol. 60, no. 9, p 280-283.

HAMMEL, Emily Catherine, IGHODARO, O. L., and Okoli, O. I. Processing and properties of advanced porous ceramics: an application based review. In: Ceramics International. December, 2014. vol. 40, no. 10. p. 15351-15370.

HEIDENREICH, S. Porous ceramic and its application as filtering material. In: F & S International edition. 2012. no.12. p. 53-55.

INCROPERA, Frank. Fundamentos de transferencia de calor. México: Prentice-Hall, 1999.

INGENIERÍA CIVIL. Estructura de los minerales de arcilla [en línea]. s.l.: El autor, 2010. [citado el 18-06-16]. Disponible en: <http://www.ingenierocivilinfo.com/2010/12/estructura-de-los-minerales-de-arcilla.html>

IN-KOOK, Jun; YOUNG-HAG, Koh and HYOUN-EE, Kim. Fabrication of ultrahigh porosity ceramics with biaxial pore channels. In: Materials Letters. 2006. vol. 60, p. 878-882.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Ceramic tiles. Part 3: Determination of water absorption, apparent porosity, apparent relative density and bulk density. ISO 10545-3:1995 (E). Geneva: ISO, 1995.

_____. Determination of modulus of rupture and breaking strength. ISO 10545-4: 2004. Geneva: ISO, 2004.

JANG, Byung Koog and SAKKA, Yoshio. Influence of microstructure on the thermophysical properties of sintered SiC ceramics. Journal of Alloys and Compounds. September, 2008. vol. 463, no. (1-2), p. 493-497.

HA, Jang-Hoon, et al. The effect of kaolin addition on the characteristics of a sintered diatomite composite support layer for potential microfiltration applications. In: Ceramics International. December, 2013. vol. 39, no. 8, 8955-8962.

HA, Jang-Hoon; OH, Eunji and SONG, In-Hyuck. The fabrication and characterization of sintered diatomite for potential microfiltration applications. In: Ceramics International. September, 2013. vol. 39, no. 7, p. 7641-7648.

HA, Jang-Hoon; OH, Eunji and SONG, In-Hyuck. The use of a diatomite-kaolin composite coating to design the pore characteristics of a sintered diatomite membrane. In: Ceramics International. January, 2014. vol. 40, no. 1, p. 2221-2227.

HAN, Yao, et al. Porous anorthite ceramics with ultra-low thermal conductivity. In: Journal of the European Ceramic Society. November, 2013. vol. 33, no. 13-14, p. 2573-2578.

KANDULA, Max. On the effective thermal conductivity of porous packed beds with uniform spherical particles. In: Journal of Porous Media. January, 2011. vol. 14, no. 10, p. 919-926.

KINGERY, W. David; UHLMANN, Donald Robert and BOWEN, Harvey Kent. Introduction to ceramics. 2a ed. New York: Wiley, 1976.

LANDIN, Pedro. Materiales cerámicos: propiedades, clasificación y obtención [en línea]. Pontevedra, España: Pelandintecno, 2013. [citado el 30-07-16]. Disponible en: <http://pelandintecno.blogspot.com.co/2013/02/materiales-ceramicos-propiedades.html>

LI, Ye, et al. Fabrication and characterization of anorthite foam ceramics having low thermal conductivity. In: Journal of the European Ceramic Society. January, 2015. vol. 35, no. 1, p. 267-275.

LI, Ye, et al. Properties of highly porous cordierite ceramic obtained by direct foaming and gelcasting method. In: Ceramics Silikáty. 2016. vol. 60, no. 2, p. 91-98.

LIU, Ya Fei, et al. Low cost porous mullite-corundum ceramics by gelcasting. In: Journal of Material Science. August, 2001. vol. 36, no. 15, p. 3687-3692.

LÓPEZ, Raúl Horacio. Caracterización de medios porosos y procesos percolativos y de transporte. Tesis de Doctorado. San Luis, Argentina: Universidad de San Luis, 2004.

LUYTEN, Jan., et al. New processing techniques of ceramic foams. In: Advanced Engineering Materials. October. 2003. vol. 5, o. 10, p. 715-718.

MA, Xialo, et al. Thermal conductivity measurement of two microencapsulated phase change slurries. In: International Journal of Low Carbon Technologies. October, 2008. vol. 3, no. 4, p. 245-253.

MACIEJ, Matyka and ZBIGNIEW, Koza. How to calculate tortuosity easily?. In: AIP Conference Proceedings. March, 2012. no. 1453, p. 17-22.

MELÉNDEZ RODRÍGUEZ, Francisco Javier. Desarrollo de una barbotina cerámica para vaciado de alta presión mediante el uso de la determinación de la permeabilidad en el filtro Baroid. Tesis de Maestría en Ciencias con especialidad en Ingeniería Cerámica. México: Universidad autónoma de Nuevo León. Facultad de Ciencias químicas, 2002.

MERIOUA, Abderrahmene; BEZZAR, Abdel-illah and GHOMARI, Fouad. Electrical prediction of tortuosity in porous media. In: Energy procedia. December, 2017. vol. 139, p. 718-724.

MINERÍA COLOMBIANA. Minería ilegal destruye los ríos de 21 departamentos

Colombianos arcilla [en línea]. Colombia: El autor, 2015. [citado el 10-06-16]. Disponible en: <http://mineriacolombiana.blogspot.es/>

MINAFIL. Aplicaciones diatomea [en línea]. Barcelona: el autor, s.f. [citado el 20-05-16]. Disponible en: www.minafil.com/index.php/es/aplicaciones/diatomea

MITCHELL, James K. and SOGA, Kenichi. Fundamentals of soil behavior. New Jersey, USA: John Wiley & Sons, 2005.

MONTANARO, Laura, et al. Ceramic foams by powder processing. In: Journal of the European Ceramic Society. December, 1998. vol. 18, no. 9, p. 1339-1350.

MOREIRA, E. A.; INNOCENTINI, M. D. M. and COURRY, J. R. Permeability of ceramic foams to compressible and incompressible flow. In: Journal of the European Ceramic Society. September, 2004. vol. 24, no. 10, p. 3209-3218.

MURRAY, Haydn H. (November 2000). Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview. In: Applied Clay Science. November, 2000. vol. 17, no. 5-6. p. 207-221.

NAIT-ALI, Benot, et al. Effect of humidity on the thermal conductivity of porous zirconia ceramics. In: Journal of the European Ceramic Society. November, 2013. vol. 33, no. 13-14, p. 2565-2571.

NANGREJO, Muhammad Rafique and EDIRISINGHE, M. J. Porosity and strength of silicon carbide foams prepared using preceramic polymers. IN: Journal of Porous Materials. August, 2002. vol. 9, no. 2, p. 131-140.

NANGREJO, Muhammad Rafique; BAO, X. and EDIRISINGHE, M. J. Processing of ceramic foams from polymeric precursor-alumina suspensions. In: Cellular Polymers. 2001. vol. 20, no. 1, p. 17-35.

NARANJO MERCHÁN, Wilson; GAVIRIA MELO, Sergio y MANOSALVA SÁNCHEZ, Sandra. Mineralogía y geoquímica de diatomitas (Boyacá, Colombia). En: Geología Colombiana. Diciembre, 2007. vol. 32, p. 77-88.

NETZSCH. Definición de conductividad térmica [en línea]. s.l.: El autor, s.f. [citado el 08-07-16]. Disponible en: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/es/landing-pages/definicion-de-conductividad-termica/>

PEÑA RODRÍGUEZ, Gabriel, MIRANDA Adolfo y SANTAFÉ, Germán. Efecto de la temperatura y tiempo de cocción en la porosidad de mezclas a base de arcillas de caolines. En: Revista Colombiana de Física. Enero, 2009. vol. 41, no. 1, p. 27-30.

PIETRAK, Karol and WISNIEWSKI, Tomasz S. A review of models for effective thermal conductivity of composite materials. In: Journal of Power Technologies. 2015. vol. 95, no. 1, p. 14–24.

QUIMINET. ¿Qué es el carbonato de calcio? [en línea]. s.l.: El autor, 2006. [citado el 18-06-16]. Disponible en: <https://www.quiminet.com/articulos/que-es-el-carbonato-de-calcio-8240.htm>

QUIMINET. Conozca cuáles son las propiedades características del caolín [en línea]. s.l.: El autor, 2013. [citado el 18-06-16]. Disponible en: <https://www.quiminet.com/articulos/conozca-cuales-son-las-propiedades-caracteristicas-del-caolin-3452136.htm>

RODRÍGUEZ, Rosa María, et al. Conformado de un material denso-poroso a base de alúmina: desarrollo del proceso. En: Universidad, Ciencia y Tecnología. Marzo, 2012. vol. 16, no. 62.

RONCARI, Edoardo; GALASSI, Carmen and BASSARELLO, Carla. Mullite suspensions for reticulate ceramic preparation. In: Journal of the American Ceramic Society. December, 2000. vol. 83, no. 12. p. 2993-2998.

ROSA, D. S.; SALVINI, V. R. e PANDOLFELLI, V. C. Processamento e avaliação das propriedades de tubos cerâmicos porosos para microfiltração de emulsões. En: Cerâmica. 2006. vol. 52, no. 322, p. 167-171.

ROUND, Frank Eric; CRAWFORD, Richard M. and MANN, David G. The diatoms: biology & morphology of the genera. Cambridge: Cambridge University Press, 1990.

ROZAS CÁRDENAS, Roberto Eduardo. Permeabilidad de medios porosos: experimentos numéricos y teoría. Tesis de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Mención en Ingeniería Química. Concepción, Chile: Universidad de Concepción. Facultad de Ingeniería, 2002.

SANDOVAL, M. L., et al. Sinterización por microondas de precursores cerámicos de Cordierita obtenidos por consolidación directa con almidón. En: 53º Congreso Brasileiro de Cerámica. Guarujá, SP, Brasil, 2009.

SCHEFFLER, Michael and COLOMBO, Paolo (Eds.). Cellular ceramics: structure, manufacturing and applications. New York: Wiley-VCH, 2005.

STUDART, André R, et al. Processing routes to macroporous ceramics: a review. In: Journal of the American Ceramic Society. January, 2006. vol. 89, no. 6, p. 1771-1789.

TYE, R. P. Thermal conductivity. London: Academic Press, 1969.

UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA. Proyecto "Aprovechamiento de recursos mineros - energéticos y generación de un modelo de planeación para la prospección y explotación de minerales estratégicos del departamento de Boyacá". Tunja: Gobernación de Boyacá, 2013.

USECHE ARCINIEGAS, Víctor Julio. Propiedades termofísicas en polvos de arcillas rojas obtenidas por secado Spray-Dried. Tesis de Maestría en Física. Pamplona, Colombia: Universidad de Pamplona, 2009.

VAN GARDEREN, Noémie, et al. Investigation of clay content and sintering temperature on attrition resistance of highly porous diatomite based material. In: Applied Clay Science. April, 2011. vol. 52, no. 1-2, p. 115-121.

XIONG, Liang, et al. Fabrication of SiC reticulated porous ceramics with multi-layered struts for porous media combustion. In: Ceramics International. August, 2016. vol. 42, no. 11, p. 13091-13097.

YANG, Chen and NAKAYAMA, Akira. A synthesis of tortuosity and dispersion in effective thermal Conductivity of porous media. In: International Journal of Heat and Mass Transfer. July, 2010. vol. 53, no. 15-16, p. 3222-3230.

YUNUS, Cengel. Transferencia de calor y masa. México: McGraw-Hill, 2007.

ZAPATA LÓPEZ, Janis. Estudios de flujos multifásicos en medios porosos. Tesis de Doctorado en Ciencias con especialidad en Ingeniería Mecánica. México: Instituto Politécnico Nacional, 2011.

ZIVCOVÁ, Zuzana Vlckova, et al. Thermal conductivity of porous alumina ceramics prepared using starch as a pore-forming agent. In: Journal of the European Ceramic Society. February, 2009. vol. 29, no. 3, p. 347-353.