

# Preparación y Caracterización de Materiales Cerámicos Porosos.

Ravelo, Nelson.

Cita:

Ravelo, Nelson (2012). *Preparación y Caracterización de Materiales Cerámicos Porosos* (Tesis de Licenciatura). Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia.

Dirección estable: <https://www.aacademica.org/narf/2>

ARK: <https://n2t.net/ark:/13683/p4wG/uTU>



Esta obra está bajo una licencia de Creative Commons.  
Para ver una copia de esta licencia, visite  
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.es>.

*Acta Académica es un proyecto académico sin fines de lucro enmarcado en la iniciativa de acceso abierto. Acta Académica fue creado para facilitar a investigadores de todo el mundo el compartir su producción académica. Para crear un perfil gratuitamente o acceder a otros trabajos visite: <https://www.aacademica.org>.*

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

Nelson Andrés Ravelo Franco

*Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias, Departamento de Física*

Director: Fabio Enrique Fajardo Tolosa

*Agradezco a todos los profesores que me asesoraron en el desarrollo de este trabajo, a los técnicos y laboratoristas que me ayudaron con la toma de medidas, y en especial a mi papá por costear mi educación y siempre comprender los cambios que he tenido en mi forma de pensar, y a mi director de tesis y a la Casa Taller las Moyas por permitirme encontrar y viabilizar un trabajo, que no fuera solamente para cumplir un requisito, si no que significara la apertura de un proyecto de vida.*

### RESUMEN

Se fabricaron materiales cerámicos en los que se varió la porosidad al cambiar la concentración de aserrín o bloque de construcción pulverizado (chamote) en la mezcla con arcilla. Dichos materiales se caracterizaron en composición y estructura, usando las técnicas de difracción de rayos x (con las muestras en polvo), y el microscopio electrónico de barrido (MEB) respectivamente. Además buscamos caracterizar algunas propiedades de los materiales cerámicos en función de la porosidad. Con lo cual encontramos que las propiedades mecánicas (compresión y flexión) de los materiales cerámicos quemados a 1100°, compuestos principalmente por Cuarzo y por Mullita, varían de manera exponencial decreciente en función de la porosidad. Por otro lado realizamos medidas de la variación de temperatura a través del material, en las que observamos que en general la conductividad térmica disminuye en función de la porosidad y que dicha tendencia tiene un máximo de porosidad (a partir del cual puede incluso invertirse). Además vimos que para el caso de las muestras preparadas con mezclas de distintas concentraciones de chamote, la tendencia decreciente es más clara en función de la concentración de chamote (aunque también tiene un máximo a partir del cual se invierte).

### 1. Introducción

En los materiales cerámicos encontramos una fuerte dependencia entre el proceso de fabricación, la microestructura que se forma en el material y las propiedades que este material presenta. Así pues, modificar el proceso de fabricación puede llevar a cambios estructurales del material, y estos a su vez a cambios en la respuesta del material a distintos estímulos [1]. Miremos entonces cada una de estas características.

Del proceso de fabricación podemos identificar principalmente tres etapas: la fabricación del material crudo, el proceso previo a la sinterización y la sinterización. En la primera de ellas se moldea el material agregando los aditivos necesarios (como agua) y aplicando presión en búsqueda de uniformidad en el material. En la segunda se busca secar el material, retirar los aditivos que se le agregaron en la etapa inicial, facilitar el desarrollo de ciertas reacciones, y eliminar las impurezas. Esto se suele hacer a temperaturas de aproximadamente la mitad de las de sinterización. Finalmente en la sinterización se busca aumentar la densidad del material, para cual se aplican temperaturas del orden de un tercio de la temperatura de fundición del material. A lo largo de las tres etapas al aumentar la densidad del material se espera que la porosidad inicial por su parte disminuya. En esta última etapa no siempre es necesario usar temperaturas muy altas, también se suele hacer un sinterizado aplicando presión que permite el uso de temperaturas más bajas. [2]

Por otro lado en la microestructura podemos reconocer dos niveles de interés, por un lado está el nivel atómico y por otro lado el micro- y macro-estructural. En el primero de ellos nos interesa mirar no solo la composición, es decir, el tipo de átomos presentes en la estructura, si no además el ordenamiento en el que estos átomos se encuentran. Así podemos encontrar materiales que tienen un arreglo cristalino caracterizado por una periodicidad de la estructura (al menos en una región del material) o materiales que no tienen un ordenamiento que se repite, y que por lo tanto los átomos se encuentran en posiciones aleatorias, materiales amorfos. A nivel micro- y macro-estructural nos enfocamos en observar como son los granos que forman el material, cuantas fases tiene, como es la interfase entre esos granos (si es cristalina, vidriosa o amorfa) y como son los poros.

En función de estas características podemos ver como varían las propiedades del material. Así podemos ver si depende de la composición, si la propiedad es direccional y entonces depende de la estructura cristalina, si por el contrario es independiente de la dirección probablemente por que el material es amorfo, si es por que los granos están orientados de manera aleatoria

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

(y si además tienen una tasa de aspecto grande, es decir la razón entre la dimensión más grande del grano y la más pequeña), o por que estos tienen un tamaño uniforme en todas las direcciones, si la propiedad depende de las propiedades de las fases presentes, del tamaño de grano, de la porosidad, etc.

Por ejemplo existe el planteamiento que las propiedades del material cerámico varían de forma exponencial en función de la porosidad real del material:

$$E = E_0 e^{-bV} \quad (1)$$

Donde  $V$  es la fracción volumétrica de la porosidad,  $E$  es el valor de la propiedad para cierto valor  $V$ ,  $E_0$  es el valor que toma esta propiedad cuando la porosidad es cero y  $b$  es una constante que depende entre otros factores de la geometría del material [1]. Esta relación aunque no siempre se cumple, si plantea una idea de cómo podrían variar las propiedades del material. En particular para el fenómeno de la transferencia de calor, la porosidad disminuye la conductividad térmica debido a que el aire tiene una conductividad mucho menor a la de los cerámicos (el del aire es 0.02 W/Km mientras el de los cerámicos esta entre 0.47 y 1.05 W/Km) [3].

Para cuantificar la porosidad usaremos la expresión:

$$P_V = \frac{\rho_r - \rho_a}{\rho_r} * 100\% \quad (2)$$

Donde  $P_V$  es la porosidad volumétrica porcentual,  $\rho_r$  es la densidad real del material, y  $\rho_a$  es la densidad aparente.  $\rho_a$  se calcula suponiendo que las muestras tienen porosidad cero, por lo que el volumen del material se puede calcular simplemente de sus dimensiones y de su geometría. Mientras que  $\rho_r$  se calcula teniendo en cuenta el volumen real de la muestra [4].

En base a estas relaciones caracterizamos unos materiales cerámicos producidos y buscamos relacionar sus propiedades principalmente con sus características a nivel atómico y a nivel micro- y macro-estructural.

### 2. Metodología Experimental

Buscando variar la porosidad de los materiales cerámicos, mezclamos arcilla primero con aserrín y luego con bloque de construcción pulverizado (material conocido como chamote). Según el tipo de arcilla existe un máximo en la concentración de aserrín (y de chamote) al que la mezcla aun se deja moldear (con la cantidad apropiada de agua), razón por la cual primero buscamos dicho máximo para la arcilla que usamos, una arcilla del Barrio San Luís (Bogotá).

Una vez encontrado dicho máximo, preparamos ocho mezclas de arcilla con concentraciones diferentes de aserrín, y ocho mezclas con concentraciones diferentes de chamote. Con cada una de estas mezclas moldeamos tres tipos de muestras, una lámina rectangular, y dos cilindros. Para las muestras de forma cilíndrica usamos como moldes secciones de tubos de PVC, y para las de forma rectangular usamos un bisturí para cortarlas.

Lo primero que hicimos fue tomar cada una de las mezclas y ubicarlas sobre una superficie plana, sobre la que las esparcimos usando un rodillo, moldeando así una lamina de material del grosor deseado (para lo que usamos pedazos de madera ubicados a cada lado del rodillo). Luego sacamos de allí las muestras de las dimensiones deseadas: las cilíndricas de altura  $(2.0 \pm 0.1)$  cm, una de diámetro de  $(1.2 \pm 0.1)$  cm y la otra de diámetro  $(3.8 \pm 0.1)$  cm y una rectangular de grosor de  $(0.4 \pm 0.1)$  cm, de largo  $(7.0 \pm 0.1)$  cm y de ancho  $(1.8 \pm 0.1)$  cm.

Una vez cortadas las muestras, se dejaron cinco días al aire libre para el proceso de secado. Luego se usaron dos hornos para realizar el proceso de pre-sinterizado y la sinterización. Para las muestras de distintas concentraciones de aserrín, implementamos una primera quema, en donde las rampas iniciales (Fig.1) fueron tomadas de forma que se evaporará el agua y que se

quemará el aserrín presente en las muestras (la celulosa hace combustión a una temperatura aproximada de 230 °C). En la segunda quema quisimos llevar las muestras a una temperatura más alta buscando mejorar sus propiedades (Fig.2).

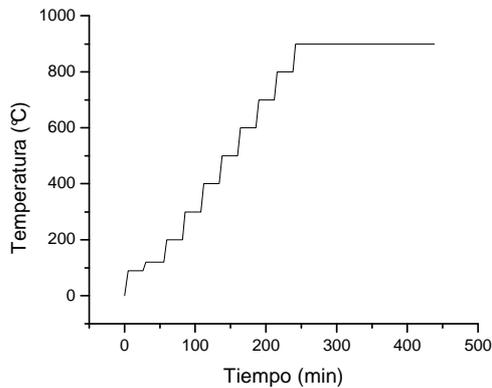


Fig.1 Rampas de temperatura usadas en el primer horno

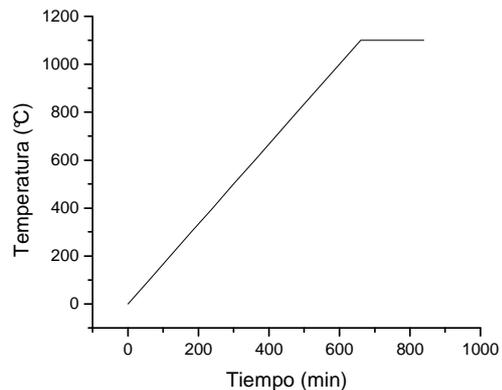


Fig.2 Rampas de temperatura usadas en el segundo horno

Para las muestras de distintas concentraciones de chamote, decidimos realizar solo una quema, en la que se repitieran las rampas de la segunda quema de las muestras de aserrín (Fig.2).

Con la intención de estimar la porosidad presente en las muestras de distinta concentración de aserrín, y de distinta concentración de chamote, usamos la técnica de la picnometría para medir la densidad real de cada muestra (y reemplazar luego en la ecuación 2). Para ello pulverizamos las muestras cilíndricas más pequeñas, luego las depositamos en un recipiente de volumen conocido, medimos su peso, y finalmente llenamos el recipiente con agua y tras una medida del peso total reconocimos el respectivo volumen que ocupaba cada muestra.

Para caracterizar a nivel atómico, en composición y la estructura cristalina presente en el material, usamos la técnica de difracción de rayos X en polvo. Para esto llevamos una muestra de arcilla antes de la quema, y luego de cada proceso de quemado. Además buscando caracterizar el material a nivel micro- y macro-estructural usamos la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido para ver si se identificaban varias fases dentro del material, para determinar el tamaño de grano de las fases presentes, su respectiva rata de aspecto y el tamaño de poro para cada una de las muestras.

Por otro lado buscando observar como variaban las propiedades mecánicas del material, usamos la maquina universal de ensayos Shimadzu para realizar las pruebas de compresión y de flexión esquematizadas a continuación (de allí viene el condicionamiento sobre el tamaño del molde de la muestra cilíndrica de diámetro más pequeño y la muestra rectangular):

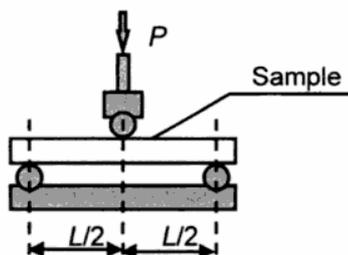


Fig.3 Esquema de la prueba de flexión o prueba de tres puntas [5]. Se uso una separación entre las puntas inferiores de  $(5.0 \pm 0.1)$  cm

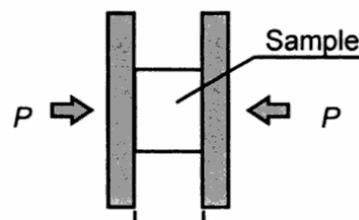
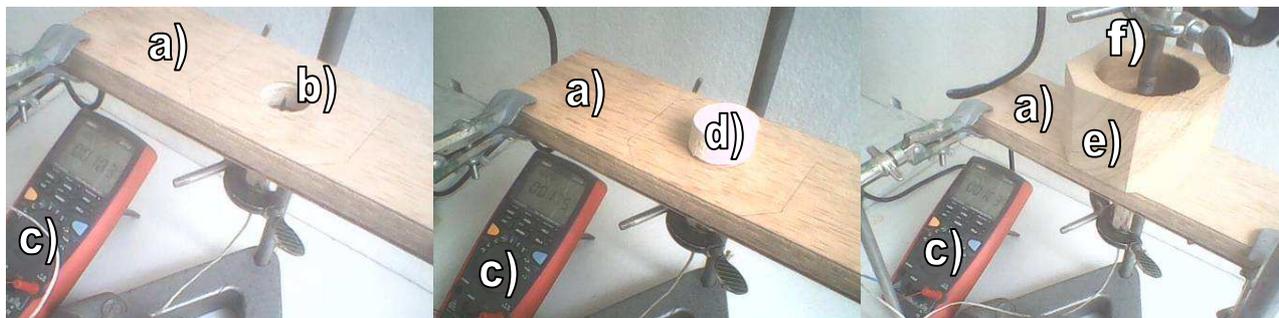


Fig.4 Esquema de la prueba de flexión [5]

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

Finalmente quisimos caracterizar como influía la porosidad del material en su conductividad térmica. Para esto usamos el montaje que se muestra a continuación:



**Fig.5** Fotografías del montaje usado para comparar la conductividad térmica de las muestras. a) Lámina de madera, b) termopar, c) multímetro, d) material cerámico, e) prisma de madera, f) caudín.

En este, primero conectamos el caudín, y después que alcanzará su máxima temperatura (aproximadamente 250° C) ubicábamos la muestra sobre la lámina de madera apoyado sobre la punta del termopar (que se encuentra en el centro de un agujero hecho a la lámina de madera), luego ubicábamos el prisma de madera encerrando a la muestra y finalmente la ajustábamos apoyando la punta del caudín sobre la muestra. Allí tomábamos las medidas del termopar en función del tiempo.

**3. Resultados y Análisis**

Luego de hacer las pruebas necesarias encontramos que la máxima concentración masa-masa de aserrín que aun se dejaba moldear era de (23.1 ± 0.1) %. Así escogimos las concentraciones que se muestran a continuación para comparar sus propiedades:

**Tabla No.1** Valores del contenido de cada mezcla con aserrín. Para todas las mezclas se uso un valor fijo de (70.0 ± 0.1) g de arcilla

| # de Mezcla | Concentración<br>(± 0.1) [% m/m] | Cantidad de aserrín<br>(± 0.1) [g] | Cantidad de agua<br>(± 0.1) [ml] |
|-------------|----------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|
| 1           | 23.1                             | 21.0                               | 50.0                             |
| 2           | 20.5                             | 18.0                               | 50.0                             |
| 3           | 17.6                             | 15.0                               | 45.0                             |
| 4           | 14.6                             | 12.0                               | 40.0                             |
| 5           | 11.4                             | 9.0                                | 35.0                             |
| 6           | 7.9                              | 6.0                                | 30.0                             |
| 7           | 4.1                              | 3.0                                | 25.0                             |
| 8           | 0.0                              | 0.0                                | 20.0                             |

Para las mezclas con chamote encontramos que la máxima concentración masa-masa que aun se dejaba moldear era de (62.5 ± 0.1) %.

Luego en función de este valor máximo escogimos los siguientes para preparar las distintas mezclas:

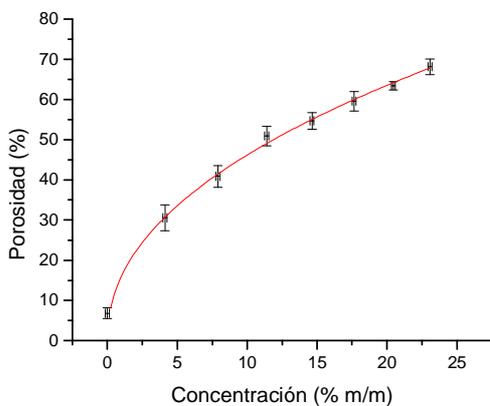
**Tabla No.2** Valores del contenido de cada mezcla con chamote. Para todas las mezclas se uso un valor fijo de  $(70.0 \pm 0.1)$  g de arcilla

| # de Mezcla | Concentración<br>( $\pm 0.1$ ) [% m/m] | Cantidad de chamote<br>( $\pm 0.1$ ) [g] | Cantidad de agua<br>( $\pm 0.1$ ) [ml] |
|-------------|--|--|--|
| 9           | 62.5                                   | 116.7                                    | 45.0                                   |
| 10          | 58.8                                   | 100.0                                    | 39.5                                   |
| 11          | 54.3                                   | 83.3                                     | 35.0                                   |
| 12          | 48.8                                   | 66.7                                     | 30.0                                   |
| 13          | 41.6                                   | 50.0                                     | 27.0                                   |
| 14          | 32.2                                   | 33.3                                     | 25.0                                   |
| 15          | 19.3                                   | 16.7                                     | 22.0                                   |
| 16          | 0.0                                    | 0.0                                      | 20.0                                   |

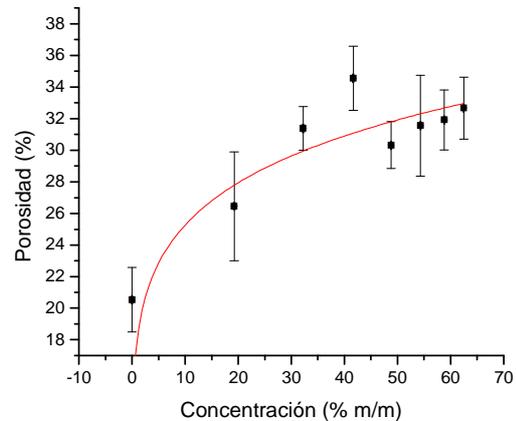
Luego del proceso de sinterizado medimos las dimensiones de las muestras usando un pie de rey y una balanza digital (mirar anexos).

### 3.1 Porosidad

Con las medidas hechas usando la técnica de la picnometría encontramos las siguientes tendencias:



**Fig.6** Variación de la porosidad en función de la concentración masa-masa de aserrín



**Fig.7** Variación de la porosidad en función de la concentración masa-masa de chamote

Para la variación de la porosidad de las muestras que contenían aserrín (Fig.6), vemos una clara tendencia creciente. Al hacer un ajuste de esta tendencia encontramos la siguiente expresión:

$$P_V = (16.5 \pm 0.7) \frac{\%}{\left(\frac{\% m}{m}\right)^{(0.45 \pm 0.01)}} * C_{m/m}^{(0.45 \pm 0.01)} \quad (3)$$

Con un coeficiente de correlación al cuadrado de 0.99765. Por otro lado para el caso de las muestras que contenían chamote (Fig.7), aunque en general encontramos una tendencia creciente, la dependencia ya no fue monótona.

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

Al ajustar esta tendencia a una función potencial obtuvimos:

$$P_v = (24.1 \pm 1.3) \frac{\%}{\left(\frac{\% m}{m}\right)^{(0.07 \pm 0.01)}} * C_{m/m}^{(0.07 \pm 0.01)} \quad (4)$$

Con un coeficiente de correlación al cuadrado de 0.83455. Como vemos esta última tendencia implica un crecimiento mucho menor de la porosidad en función de la concentración de chamote en relación con el crecimiento en función de la concentración de aserrín. Fenómeno que esperábamos teniendo en cuenta que en las mezclas con aserrín, los granos de aserrín en el proceso de pre-sinterizado se quemaron completamente, mientras en el caso del chamote, este componente sigue presente incluso después de la sinterización (como veremos con las medidas de microscopía).

Por otro lado debemos señalar que aunque podríamos esperar que las mezclas de concentración de aserrín cero y de concentración de chamote cero tuvieran la misma porosidad, esto no fue así. Esto se debe a que el proceso de sinterizado no fue el mismo, así la quema adicional que tuvieron las muestras con contenido de aserrín lograron un mayor grado de densificación.

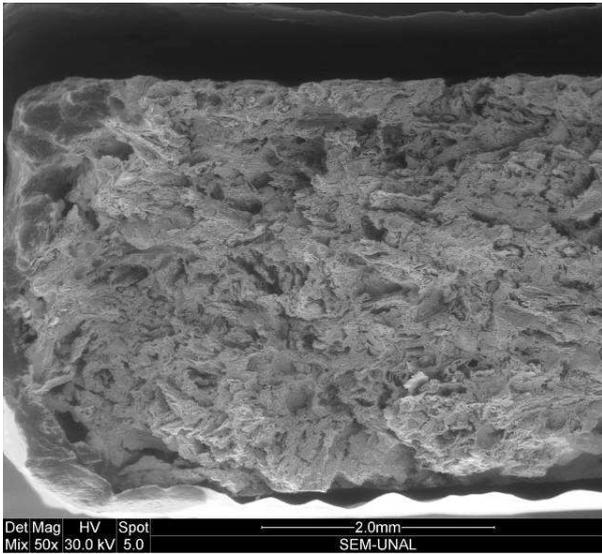
Cabe además reiterar que los máximos valores de concentración en ambas tendencias son los valores máximos hasta donde se pueden extrapolar estas tendencias, teniendo en cuenta que para valores más grandes de concentración, la mezcla no se deja moldear (al menos sin la aplicación de grandes presiones).

### 3.2 Microscopía electrónica de barrido

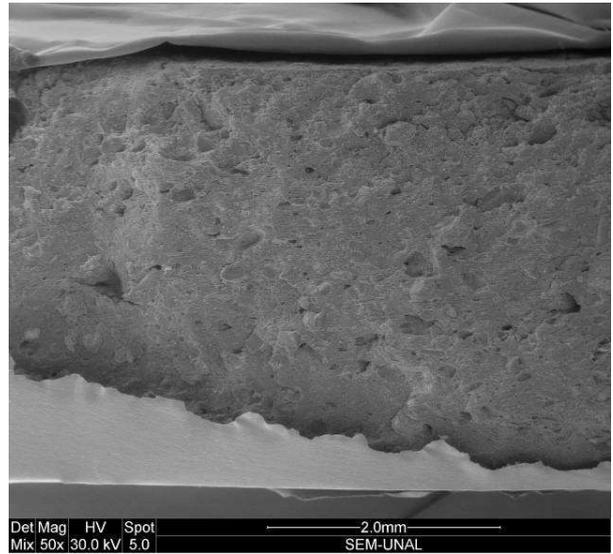
Después, para caracterizar los materiales a nivel micro- y macro-estructural usamos la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Miremos para esto primero, las micrografías de las muestras que se fabricaron con distintas concentraciones de aserrín.

### 3.2.1 Aserrín

A continuación vemos las muestras de mayor y la de menor concentración:



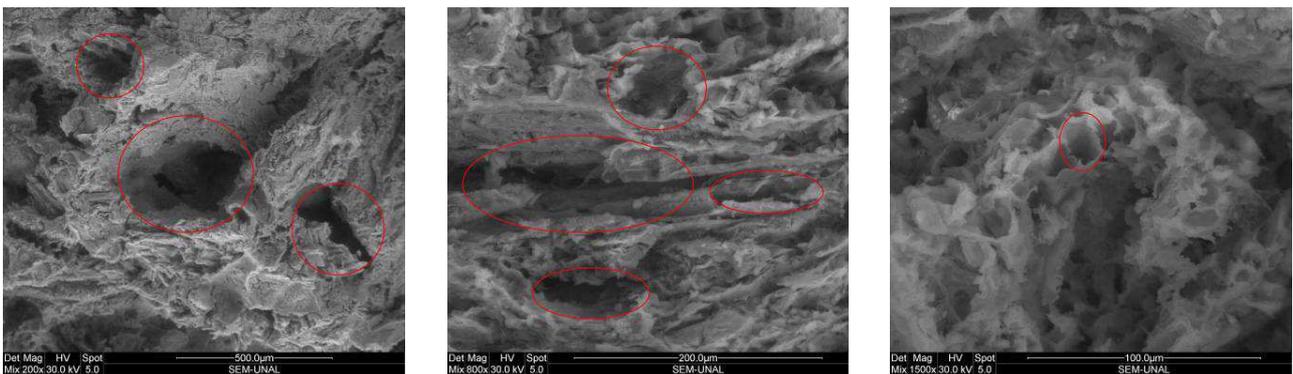
**Fig.8** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de mayor concentración de aserrín ( $23.1 \pm 0.1$ ) % m/m



**Fig.9** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de menor concentración de aserrín (0.0) % m/m

En estas podemos diferenciar los poros producidos por la quema del aserrín de los poros propios del material. Mientras los primeros tienen una mayor variedad de forma (en tamaño, en dimensión en dos direcciones perpendiculares, etc.) y tienen dimensiones desde las decenas hasta los cientos de micrómetros, los segundos son mucho más uniformes y sus dimensiones no superan las decenas de micrómetros. Estas diferencias tan marcadas entre los poros –especialmente en tamaño- son reflejo de las medidas de porosidad de las muestras de aserrín que antes vimos (Fig.6)

Miremos más en detalle como varía la forma de los poros producidos por la quema del aserrín:



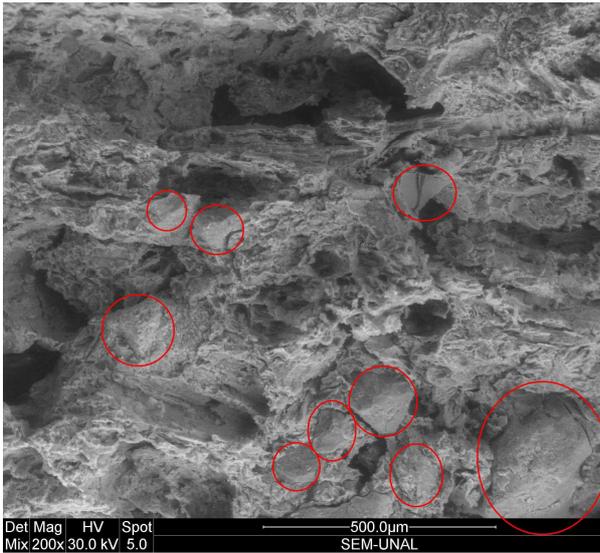
**Fig.10** Micrografías de la muestra preparada con la mezcla de concentración de aserrín ( $20.5 \pm 0.1$ ) % m/m. La escala de las micrografías de izquierda a derecha es 500  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$  y 100  $\mu\text{m}$ .

Como vemos en estas micrografías los poros producidos por el aserrín varían bastante en tamaño y en forma, así como pueden tener como sección transversal un círculo (micrografía de la izquierda –poro del centro- o de la derecha), también tie-

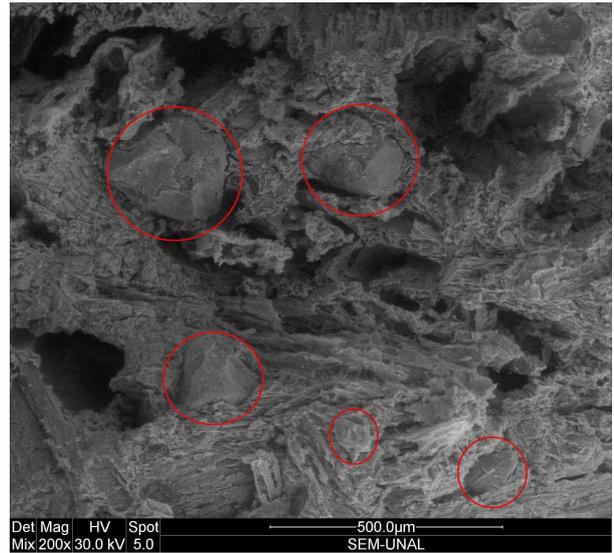
## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

nen formas más alargadas (micrografía del centro). Aparentemente la estructura que forma la arcilla alrededor del aserrín es muy compleja, pues puede producir paredes muy delgadas entre poros (micrografía de la derecha).

Por otro lado también observamos en las micrografías como a medida que disminuía la concentración de aserrín en la mezcla, es más fácil encontrar continuidad y la formación de granos del material cerámico teniendo en cuenta que el número de poros producidos por el aserrín disminuye.



**Fig.11** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de aserrín ( $17.6 \pm 0.1$ ) % m/m

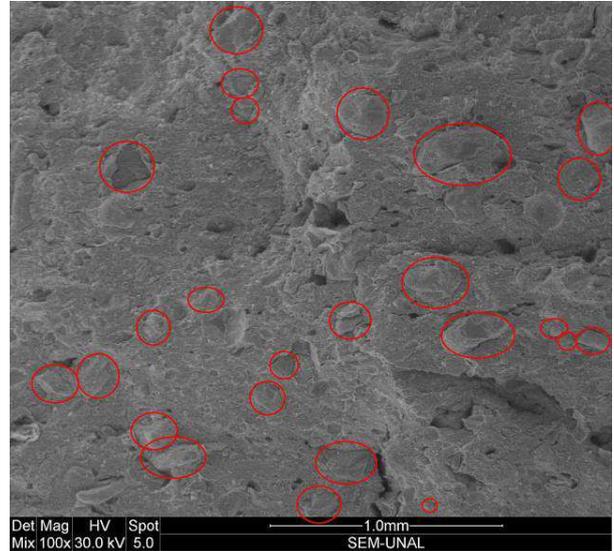


**Fig.12** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de aserrín ( $14.6 \pm 0.1$ ) % m/m

En las anteriores micrografías vemos como las regiones demarcadas se diferencian del resto en la medida en que son regiones mucho más densas, no presentan porosidad, he incluso algunas parecen tener superficies muy lisas. Estas regiones son los granos que se forman del material.



**Fig.13** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de aserrín ( $11.4 \pm 0.1$ ) % m/m

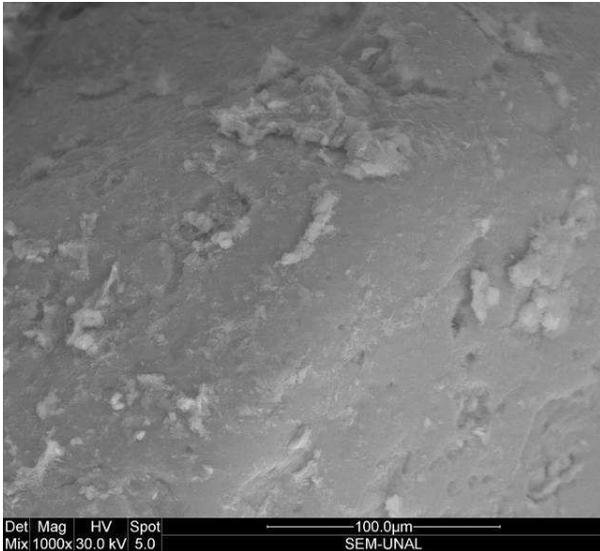


**Fig.14** Micrografía preparada con la mezcla de la muestra de concentración de aserrín (0.0) % m/m

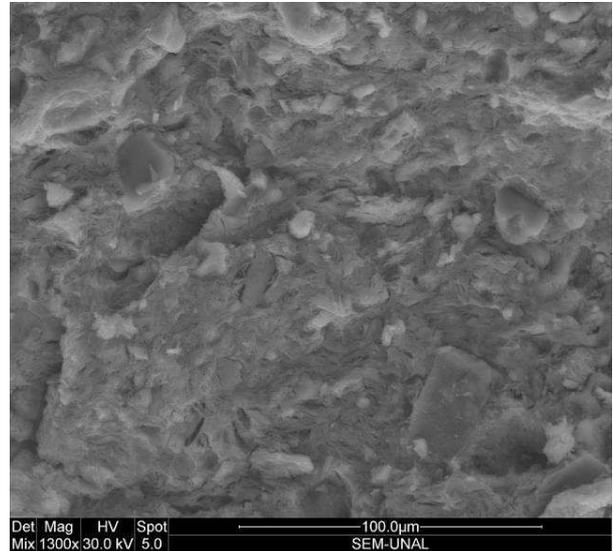
Como vemos en estas otras micrografías, a pesar de que el material se vuelve más continuo (en la medida en que hay menos poros, o estos son de menor tamaño) también se hace más difícil reconocer los granos de material.

Cabe destacar que en estas imágenes no podemos diferenciar la composición de las distintas fases que puedan estar presentes en el material usando la intensidad de las distintas regiones de las micrografías, debido a que el material que está interactuando con el haz de electrones del microscopio no es propiamente el material cerámico (puesto que este es aislante, por lo que al bombardearlo con el cañón de electrones se cargaría y después no permitiría la llegada del haz al material) si no un recubrimiento que se le dio a las muestras de oro-paladio. No obstante al observar distintas regiones del material (como se muestra a continuación) podemos reconocer una fase continua y otra presente aleatoriamente en granos muy pequeños (en las micrografías se ven un poco más blancos).

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS



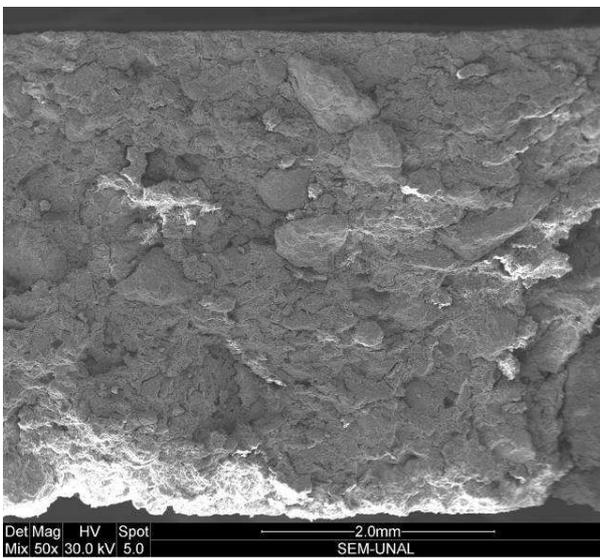
**Fig.15** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de aserrín ( $20.5 \pm 0.1$ ) % m/m. Esta es una ampliación de uno de los granos.



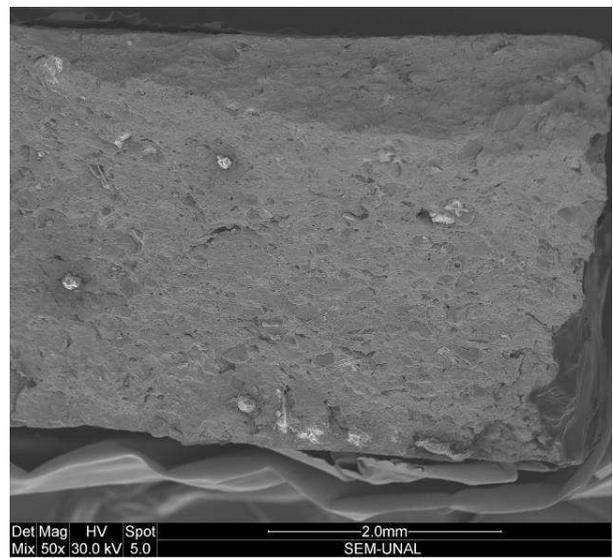
**Fig.16** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de aserrín ( $4.1 \pm 0.1$ ) % m/m. Esta es una ampliación de una región cualquiera.

### 3.2.2 Chamote

Para las muestras preparadas con mezclas de distinta concentración con Chamote encontramos:



**Fig.17** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de mayor concentración de chamote ( $62.5 \pm 0.1$ ) % m/m

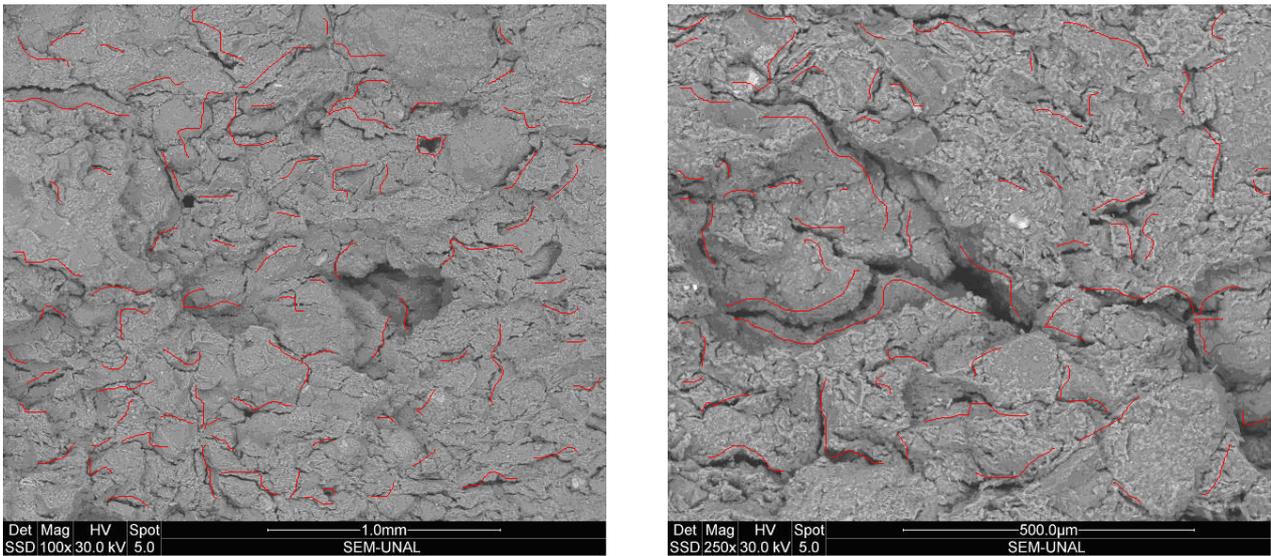


**Fig.18** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de menor concentración de chamote (0.0) % m/m

En estas vemos que a diferencia del fenómeno que ocurría con las muestras preparadas con aserrín -en las cuales luego de la quema del aserrín este dejaba poros en los lugares que ocupaba- el chamote permanece dentro de las mezclas (esto se puede

comprobar viendo como aumenta el peso de las muestras en función de la concentración de chamote –ver anexos-). Esta vez sin embargo no se observa con tanta facilidad el cambio en la porosidad entre las muestras, lo cual era de esperarse teniendo en cuenta que según las medidas que hicimos de porosidad (para las muestras de chamote), la relación entre las porosidades de la muestra de mayor concentración (Fig.17) con la muestra de menor concentración (Fig.18), solo era 1.5 aproximadamente.

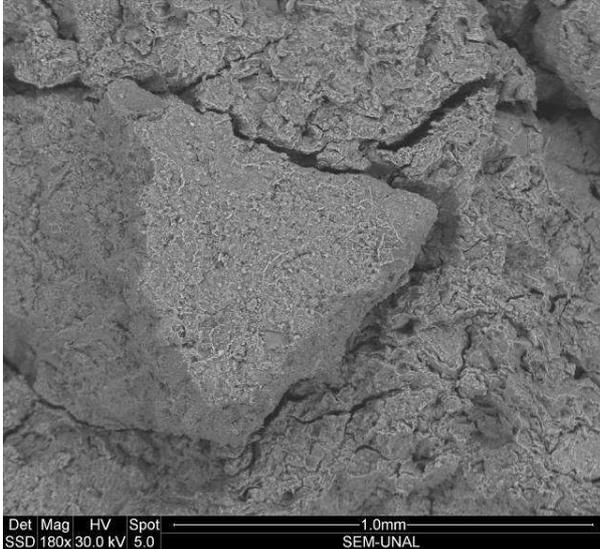
Veamos con detenimiento la forma de los poros formados por la presencia de chamote:



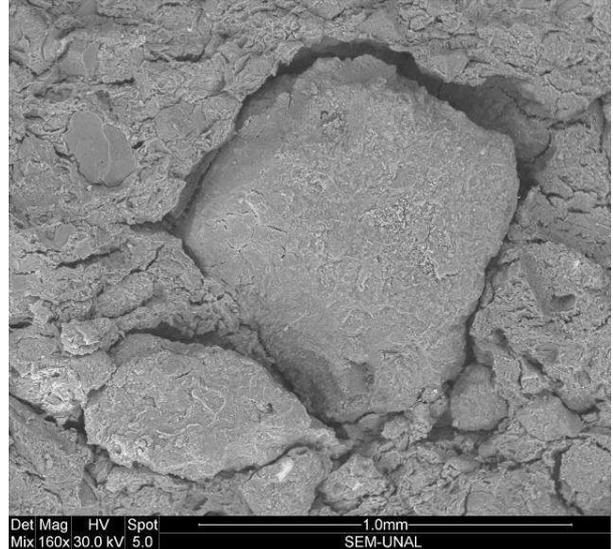
**Fig.19** Micrografías de la muestra preparada con la mezcla de concentración de chamote ( $58.8 \pm 0.1$  % m/m (nótese que están a diferentes escalas))

En estas micrografías podemos ver señalados los poros más grandes, que a diferencia de los poros formados por el aserrín, son alargados. En general estos poros son grietas de distintos tamaños, no solo en longitud si no en grosor. Veamos por ejemplo que en la micrografía de la derecha (Fig.19) que la grieta más pronunciada tiene un grosor de aproximadamente 50 micrómetros mientras hay otras que pueden llegar a medir la décima parte de esta.

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

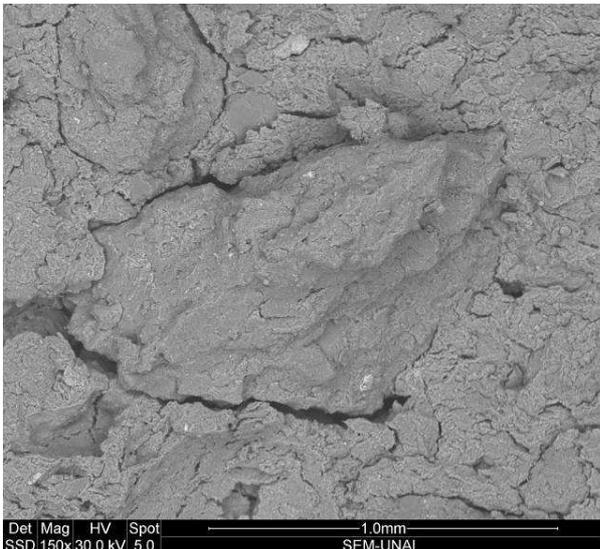


**Fig.20** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de chamote ( $54.3 \pm 0.1$ ) % m/m

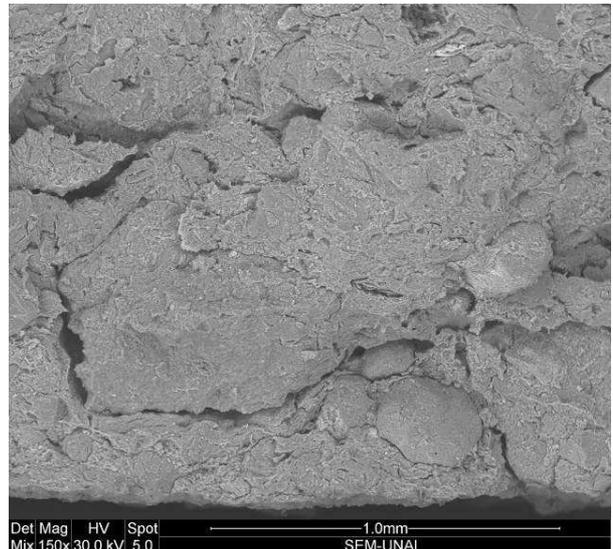


**Fig.21** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de chamote ( $41.7 \pm 0.1$ ) % m/m

Observemos además que muchas de estas grietas rodean regiones que poseen mayor continuidad (es decir sin grietas) por lo que podríamos decir incluso que son fronteras de los granos. Este comportamiento es el que justamente permite explicar el surgimiento de dichos poros, teniendo en cuenta que fueron mezclas preparadas con un material que ya había sufrido un tratamiento térmico –chamote- con otro que no -arcilla cruda-, razón por la cual luego de la quema el material que más debe sufrir cambios (por ejemplo al densificarse) es la arcilla lo que hace que el chamote funcione como separador entre regiones de arcilla que sufren mayores cambios (por ejemplo contrayéndose).



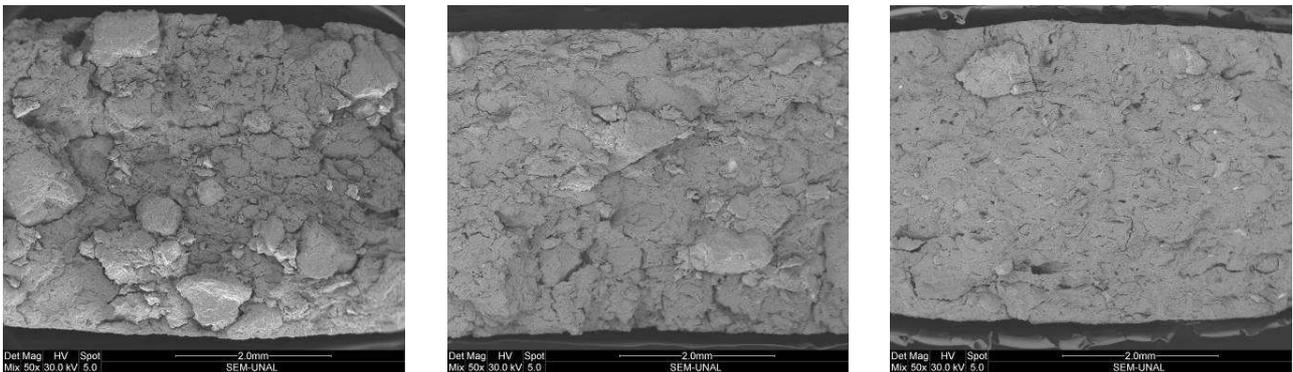
**Fig.22** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de chamote ( $48.8 \pm 0.1$ ) % m/m



**Fig.23** Micrografía de la muestra preparada con la mezcla de concentración de chamote ( $19.3 \pm 0.1$ ) % m/m

No obstante, a medida que disminuye la concentración de chamote en la mezcla podemos ver que las grietas pierden grosor o tamaño (al perder continuidad entre ellas). Es por esto que aunque en muestras de gran concentración de chamote se puede reconocer la formación de granos separados por grietas (Fig. 20, Fig. 21 y Fig. 22), para concentraciones pequeñas, no se puede identificar con tanta facilidad dichas regiones (Fig.23).

Veamos finalmente como disminuye el número de poros, su tamaño o las interconexiones entre ellos a medida que disminuye la concentración (obteniendo así regiones cada vez más continuas, densas y haciendo cada vez más difícil reconocer los granos del material):



**Fig.24** Micrografías de la muestras preparada con la mezclas de concentraciones de chamote ( $54.3 \pm 0.1$  % m/m,  $41.7 \pm 0.1$  % m/m y  $19.3 \pm 0.1$  % m/m nombradas de izquierda a derecha. La escala de las micrografías es de 2 mm.

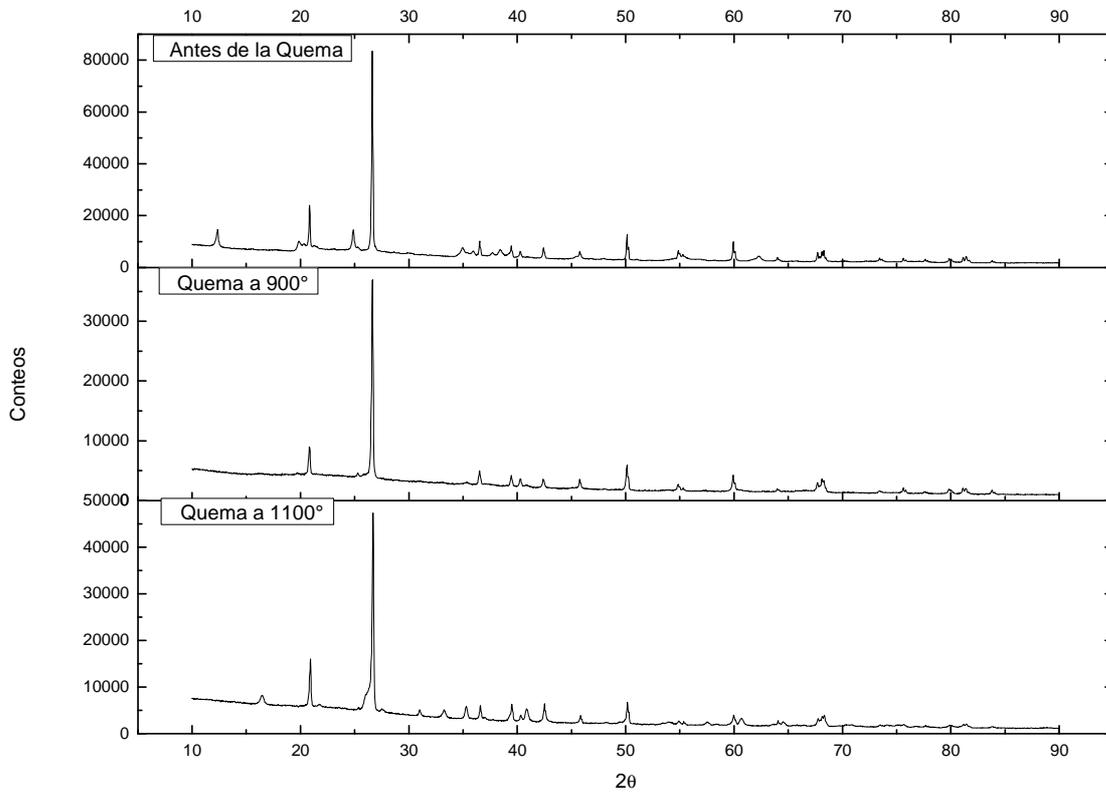
### 3.3 Difracción de rayos x

Luego de caracterizar los materiales a nivel micro- y macro-estructural, pasamos a caracterizarlos a nivel atómico usando la difracción de rayos x en polvo. Para cada uno de los patrones de difracción identificamos las posibles fases presentes usando los archivos de difracción en polvo (PDF por sus siglas en ingles) del programa PANalytical X'pert HighScore Plus. Después usando las bases de datos [6] y el programa Pcw, simulamos los patrones teóricos de las fases encontradas y así los comparamos con los respectivos patrones experimentales.

#### 3.3.1 Composición

En primer lugar buscamos caracterizar la composición de la arcilla cruda. Para esto observamos los patrones de difracción obtenidos de la arcilla cruda, y después de cada quema para las muestras de concentración  $(0.0)$  % m/m. Con esto al hacer la identificación de fases de cada uno de estos patrones de difracción por separado, pudimos cruzar informaciones entre ellos que nos permitieron descartar fases que no permanecieron en los tres patrones (o de las cuales por lo menos no permanezca la cuantificación de su composición). Los tres difractogramas fueron:

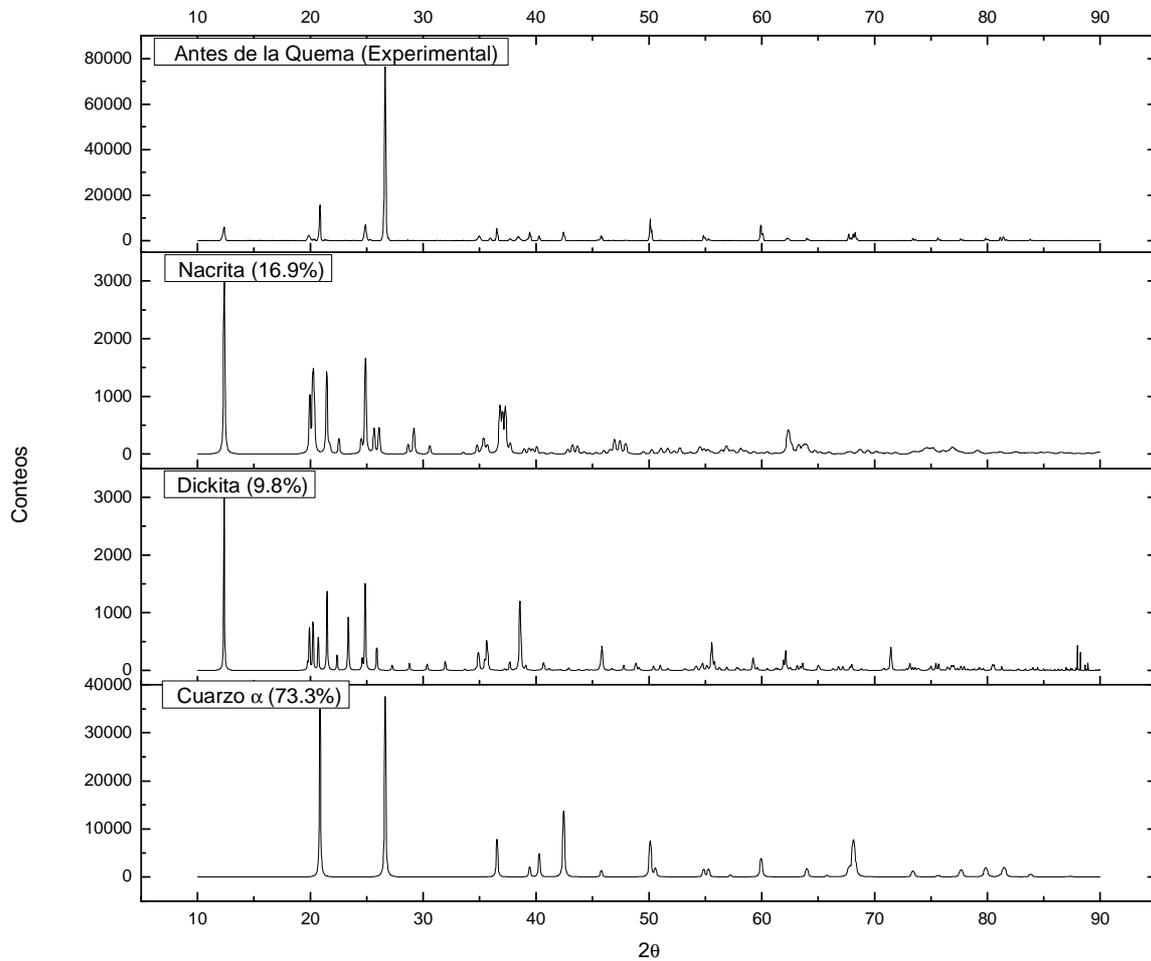
## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS



**Fig.25** Patrones de difracción de rayos X para la arcilla antes de la quema, luego de la quema a 900°C y después de la quema a 1100°C

En esta grafica podemos reconocer como cambia la estructura cristalina del material. Esto se ve reflejado en la perdida de intensidad de ciertos picos de difracción (por ejemplo en 25° o 55°) e incluso su completo desvanecimiento (por ejemplo con el pico a 13°). Sin embargo también se ve reflejado en la aparición de picos (por ejemplo en la región entre 30° y 35°).

Al hacer la identificación con los PDF de la arcilla cruda, encontramos que una de las principales fases era el Cuarzo [ $\text{SiO}_2$ ] (en su estructura alfa) y aparentemente otra era la Kaolinita [ $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ]. Luego, al simular los patrones teóricos de las principales fases opcionadas encontramos:

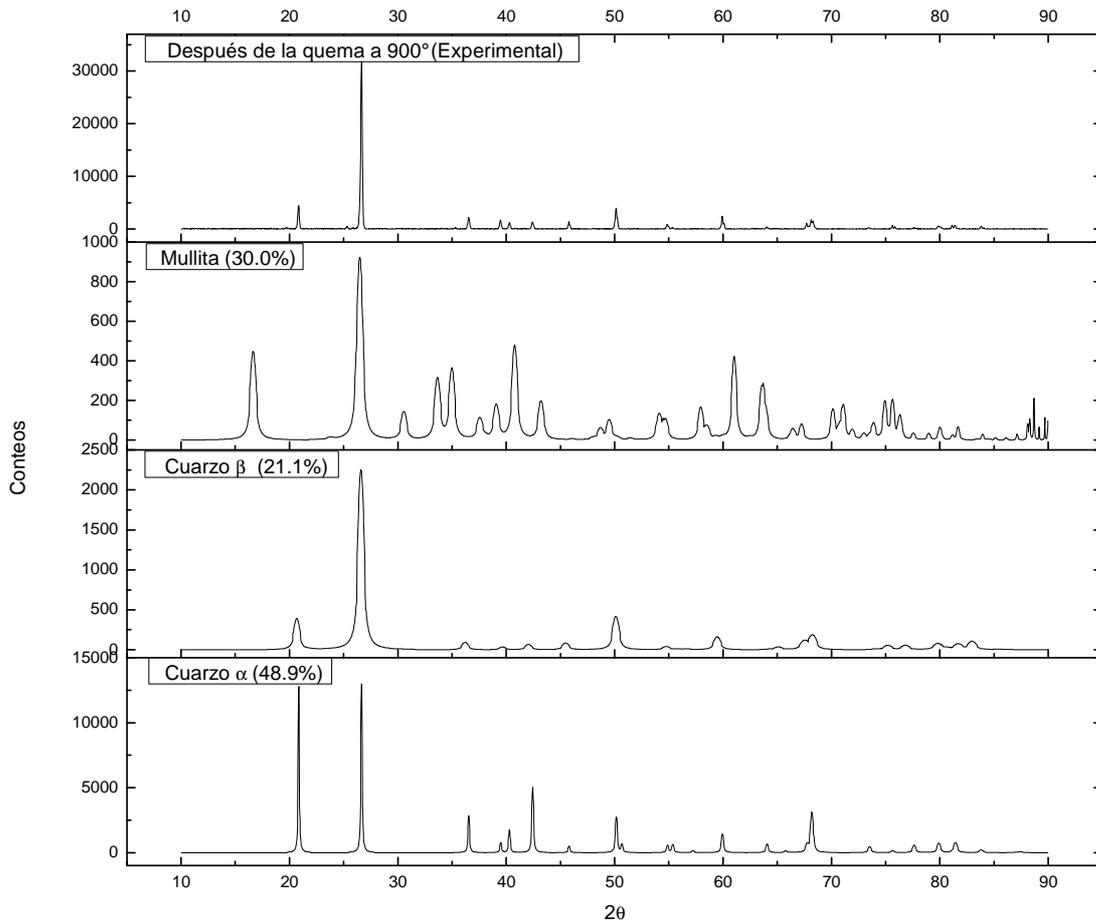


**Fig.26** Gráficas de la simulación de las fases que componen el patrón de difracción de rayos x para la arcilla antes de la quema (los porcentajes de las fases son volumétricos)

En esta aunque si encontramos la fase de Cuarzo (en su estructura alfa), no encontramos la fase de la Kaolinita (en su estructura cristalina Kaolinita), debido a que sus principales picos de difracción no coincidían con el patrón experimental. Sin embargo si encontramos las fases de la Nacrita y la Dichita, fases cristalinas de la Kaolinita  $[Al_2Si_2O_5(OH)_4]$  que poseen una estructura cristalina diferente.

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

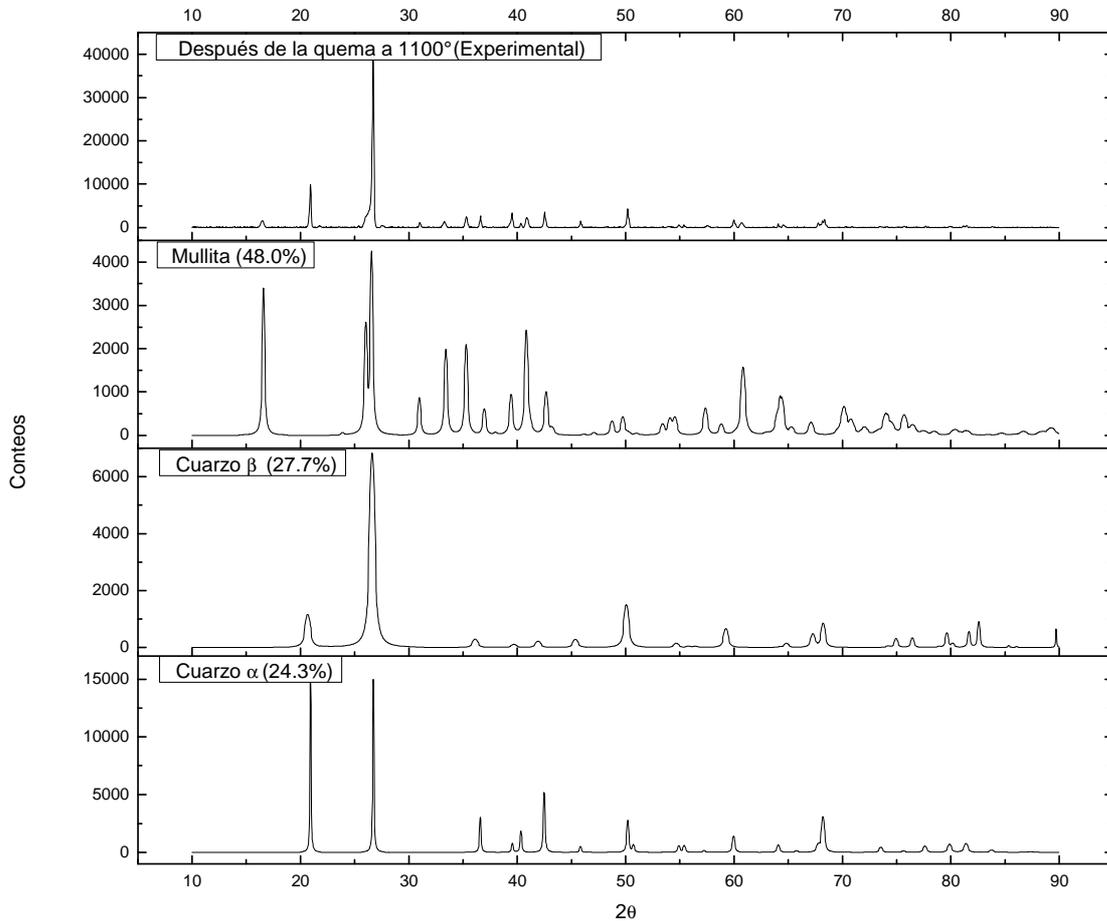
Luego, para la muestra quemada a 900° observamos:



**Fig.27** Graficas de la simulación de las fases que componen el patrón de difracción de rayos x para la muestra preparada con una concentración de aserrín de (0.0) % m/m luego de la quema a 900°. (los porcentajes de las fases son volumétricos)

Para este caso (Fig.19), aunque en un inicio identificamos otras posibles fases presentes dentro de la composición como la Sillimanita [ $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ ], luego de hacer el refinamiento rietveld para el difractograma de la muestra después de la quema a 1100° (Fig.20), comprobamos que los picos de difracción correspondientes a estas otras fases no eran visibles luego de la quema a 1100°.

Así para la quema a 1100° obtuvimos:

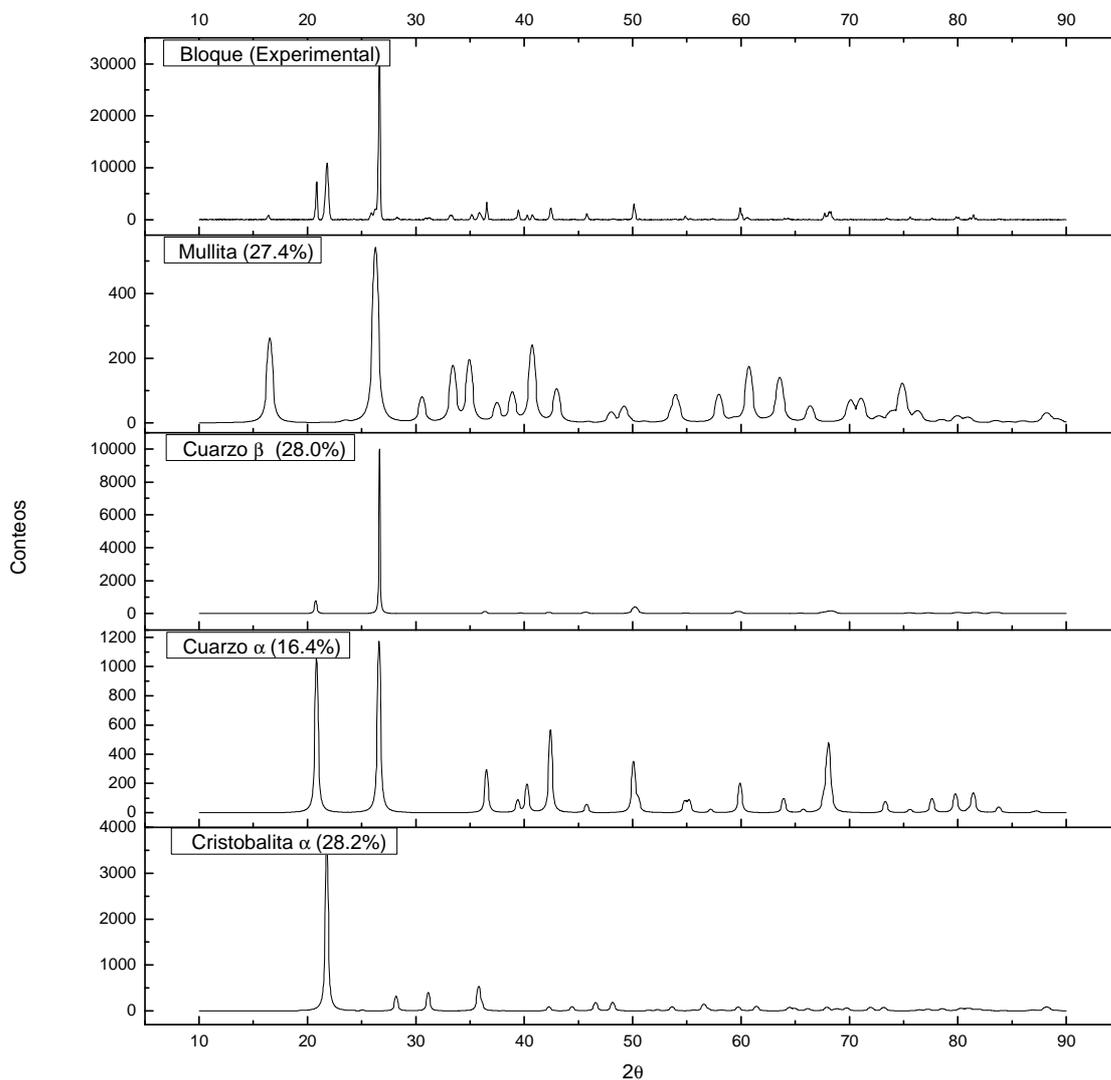


**Fig.28** Graficas de la simulación de las fases que componen el patrón de difracción de rayos x para la muestra preparada con una concentración de aserrín de (0.0) % m/m luego de la quema a 1100°. (los porcentajes de las fases son volumétricos)

Producto de este refinamiento rietveld (Fig.28) observamos que luego de la quema a 1100° el Cuarzo (en sus estructura beta) parecía ser una de las fases presentes. Lo cual corroboramos en el análisis de la muestra luego de la quema a 900° (Fig.27) además que la temperatura de transición de la estructura alfa a la beta es de 573° C [7]. Vale la pena además resaltar que la fase Mullita  $[Al_{4.52}Si_{1.48}O_{9.74}]$  presente luego de cada una de las quemas difiere en el tamaño de los parámetros de celda solamente (para la quema de 1100° el valor de  $a$  disminuyo en un 0.04% aproximadamente), manteniendo la misma estructura cristalina (para ver las estructuras cristalinas de las distintas fases mirar anexos). Adicionalmente debemos señalar que según este análisis, la cantidad proporcional de Mullita creció en la última quema, pues aunque en un inicio el 30% aproximado de Kaolinita paso a ser luego de la quema un 30% aproximado de Mullita, en el último refinamiento rietveld encontramos un 50 %. Esto probablemente se deba a que en los patrones experimentales que hemos observado en las graficas no estamos teniendo en cuenta el componente amorfo que se encontró (lo cual se ve reflejado en un fondo adicional que tienen los patrones).

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

Además de buscar caracterizar la composición de la arcilla cruda, y sus sucesivas quemas, caracterizamos también la composición del bloque molido (chamote), que no es más que un material cerámico (producido con arcillas) con el que luego realizamos el segundo grupo de muestras. Para esta identificación usamos el mismo método empleado para la arcilla, solo que esta vez no analizamos solo el chamote luego de la quema, si no las mezclas de arcilla y chamote luego de la quema. Para el caso del chamote solo, encontramos:



**Fig.29** Graficas de la simulación de las fases que componen el patrón de difracción de rayos x del bloque pulverizado (los porcentajes de las fases son volumétricos)

En este refinamiento rietveld vemos que el Cuarzo –al menos en su estructura alfa- ya no es la fase más importante. No obstante hay que señalar que la Cristobalita es una fase diferente del Cuarzo con su misma composición, pero con una estructura cristalina diferente. Es por esto que encontramos que el bloque pulverizado (chamote) tiene un composición de 70% aproximadamente de Cuarzo [ $\text{SiO}_2$ ] y un 30% de Mullita [ $\text{Al}_{4.52}\text{Si}_{1.48}\text{O}_{9.74}$ ]. Es importante resaltar que esta composición volumétrica es aproximadamente la misma que vimos luego de la quema a  $900^\circ$  en la muestra de arcilla de concentración de aserrín 0.0% (Fig.27).

Al analizar las muestras de mezclas con chamote luego de la quema a  $1100^\circ$ , descartamos algunas fases para la composición del chamote sugeridas por la comparación con los PDF, como por ejemplo la Berlinita [ $\text{AlPO}_4$ ], teniendo en cuenta que aun en las mezclas de concentración 0.0% de chamote, esta fase podría existir. No obstante, en los patrones de difracción de las muestras de distinta concentración de chamote observamos una variación del contenido de una de las fases -como era de esperarse- (Fig.32).

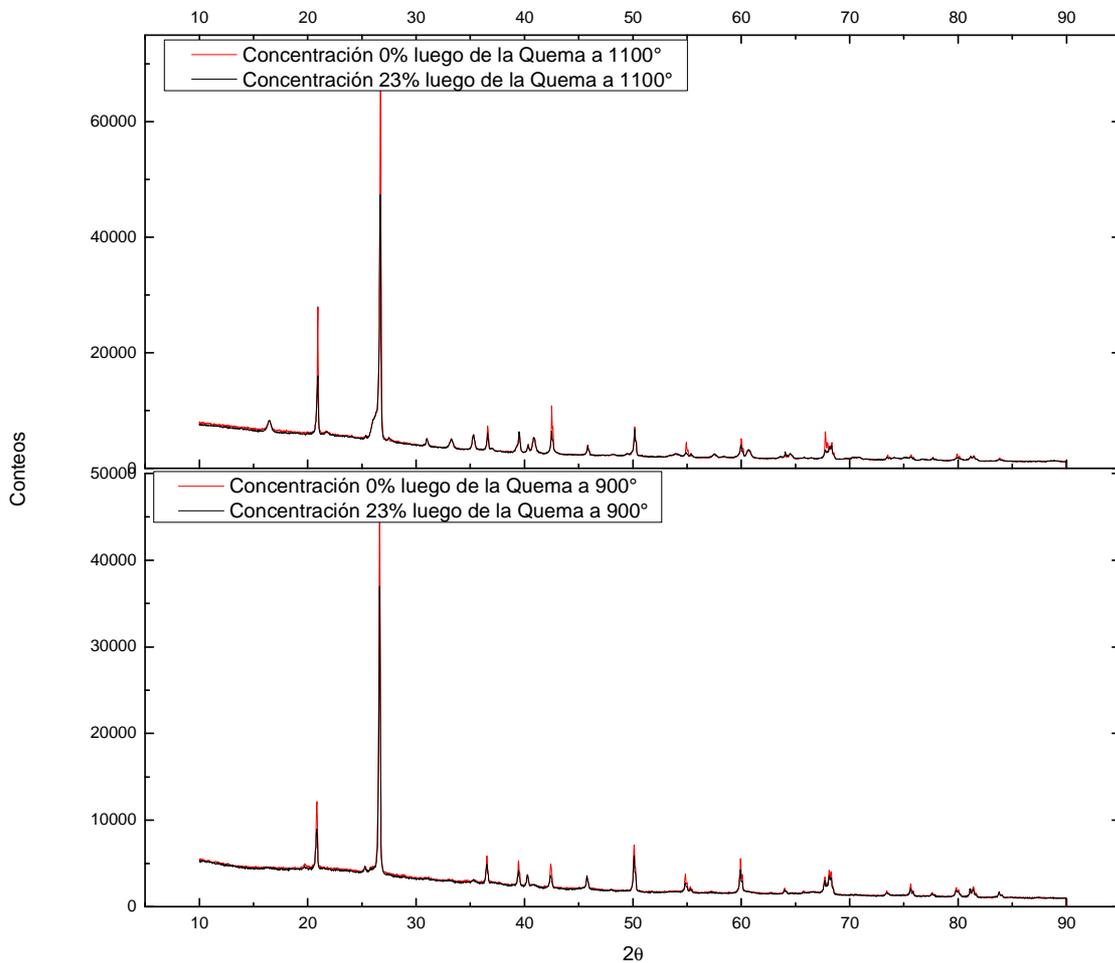
### **3.3.2 Cambios con las concentraciones**

Además de la composición, quisimos buscar diferencias en los difractogramas de las muestras preparadas con distintas concentraciones de aserrín y de chamote respectivamente.

#### **3.3.2.1 Aserrín**

Para el caso de las muestras preparadas con aserrín, comparamos los patrones de las muestras de mayor y de menor concentración, esperando que en caso de observar diferencias apreciables detallaríamos estos cambios para cada una de las concentraciones:

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

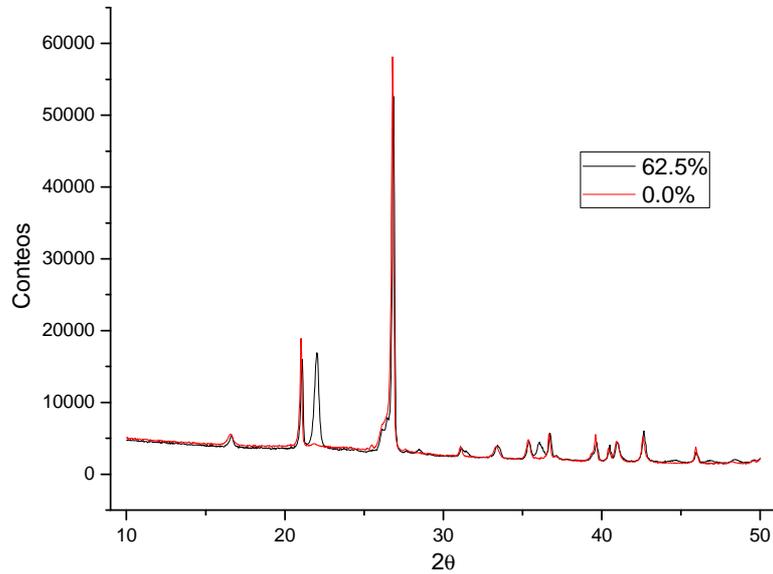


**Fig.30** Patrones de difracción de rayos x para las muestras preparadas con una concentración de aserrín de (0.0) % m/m y (23.1 ± 0.1) % m/m luego de la quema a 900° y 1100°

Tal como se puede apreciar en las anteriores graficas, los cambios entre los patrones de difracción entre las muestras preparadas con la mayor y menor concentración de aserrín son mínimos. Sin embargo si se puede observar que buena parte de los picos de difracción de la muestra preparada con la menor concentración de aserrín (0.0) % m/m son más altos.

### 3.3.2.1 Chamote

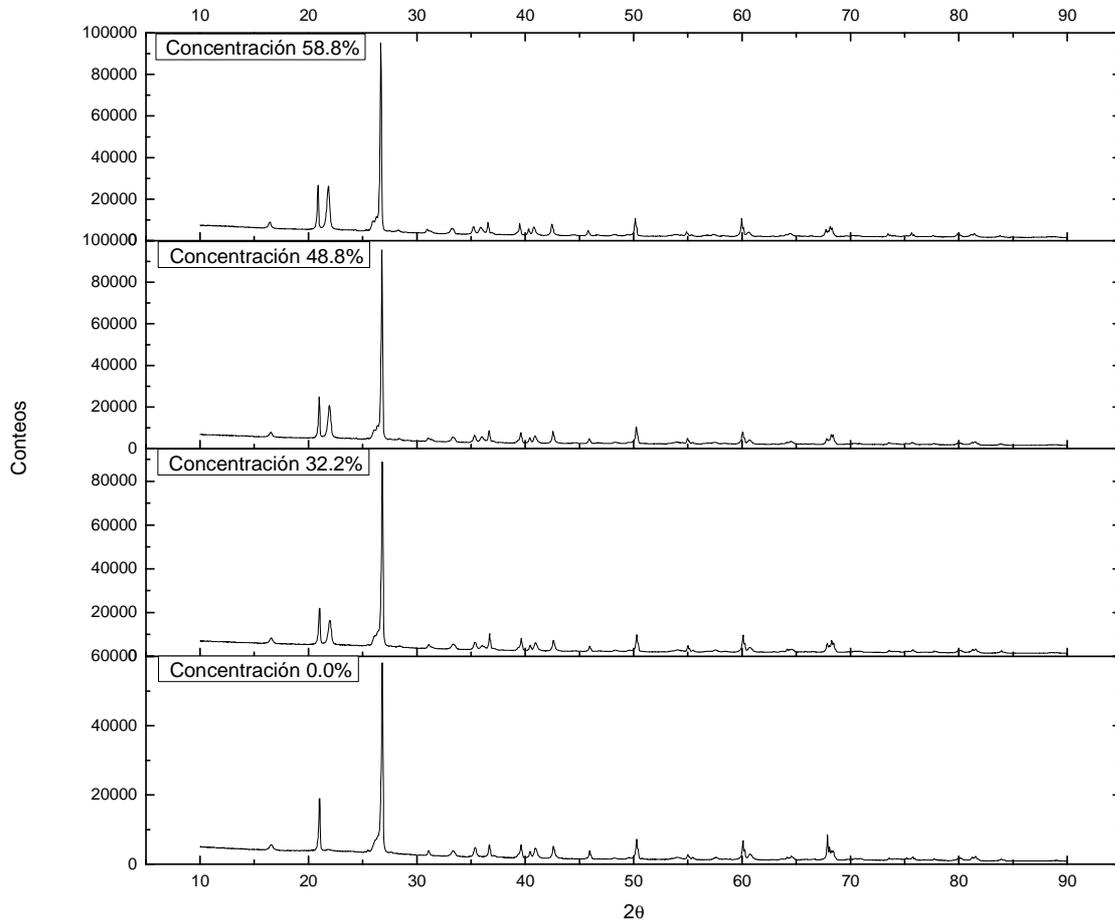
En segundo lugar, para el caso de las muestras preparadas con chamote, esperábamos tener cambios en el patrón de difracción de cada una de las muestras teniendo en cuenta que cambiaba la concentración de chamote. Para identificar estos posibles cambios comparamos los patrones de difracción de las muestras de mayor y menor concentración:



**Fig.31** Patrones de difracción de rayos x para las muestras preparadas con una concentración de chamote de (0.0) % m/m y (62.5 ± 0.1) % m/m luego de su respectiva quema a 1100° C.

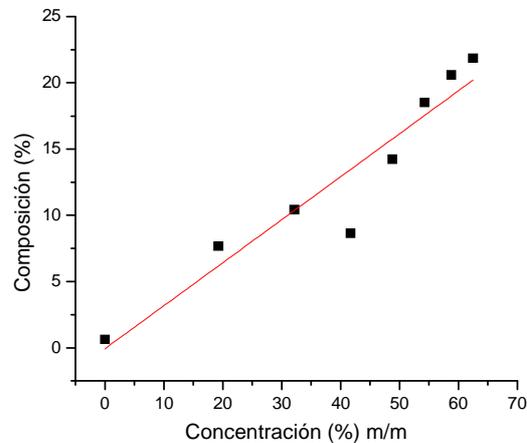
En la anterior grafica podemos observar que para el patrón de la mínima concentración de chamote desaparecen dos picos, que están presentes para la máxima concentración (uno en 22° y el otro en 36°). Luego realizamos la comparación para las ocho muestras para identificar si entre ellas solo variaba el tamaño de estos picos (aquí mostramos sin embargo cada dos concentraciones teniendo en cuenta que se mantiene la misma tendencia):

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS



**Fig.32** Patrones de difracción de rayos X para varias muestras de distintas concentraciones de chamote luego de su respectiva quema a 1100°C

En estas podemos ver que efectivamente el cambio es progresivo, y no se reconocen otras variaciones importantes. Luego realizamos el respectivo refinamiento rietveld para cada una de los patrones de difracción. Con esto encontramos que dichos picos corresponden a picos del patrón de difracción de la fase de Cristobalita alfa (que antes vimos estaba presente en el chamote). Así encontramos la siguiente tendencia:



**Fig.33** Representación grafica del porcentaje de composición volumétrica de la fase de la Cristobalita alfa en función de la concentración de chamote.

Allí vemos en general que a medida que aumenta la concentración de chamote aumenta el porcentaje volumétrico de composición de la Cristobalita alfa. Sin embargo se debe reconocer que para la concentración de  $(41.7 \pm 0.1) \% \text{ m/m}$  se obtiene un punto bastante alejado de la tendencia de una posible representación lineal. Muestra que como vimos antes, también tiene un comportamiento anómalo en la tendencia de porosidad (Fig.7). Posiblemente estos comportamientos están relacionados.

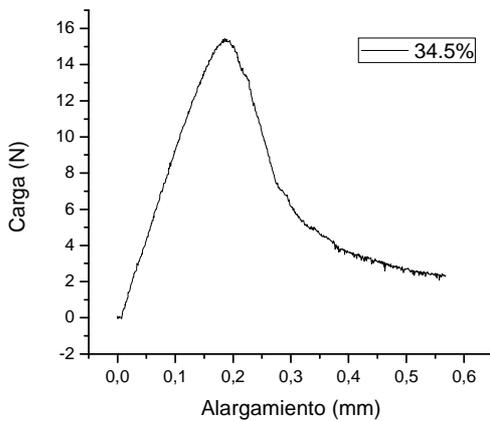
De las otras fases que se identificaron a través del refinamiento rietveld (Cuarzo alfa, Cuarzo beta, Mullita) encontramos que en general la composición de las muestras preparadas con chamote fue tal que tenían 30% de volumen de Mullita aproximadamente, mientras 70% de Cuarzo (entre sus distintas estructuras). Comportamiento que era de esperarse teniendo en cuenta que mezclamos una arcilla de composición al 30 % aproximado de volumen de Kaolinita (precursor de la Mullita) y 70% de Cuarzo, con el chamote de composición 30% aproximado de volumen de Mullita y 70% de Cuarzo, por lo cual los cambios más notables que esperábamos tener era debido a la presencia de Cristobalita alfa como parte de este último material.

### 3.4 Propiedades mecánicas

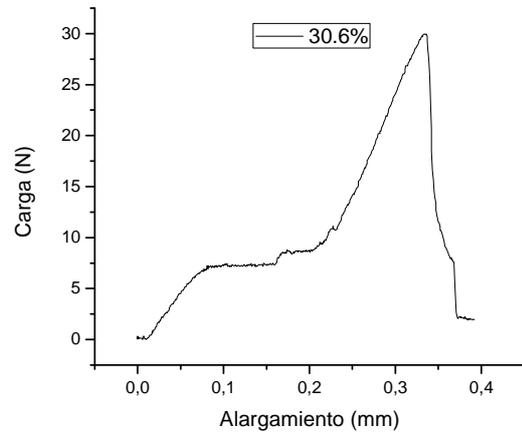
Después hicimos las pruebas mecánicas buscando observar como cambiaban las propiedades del material en función de su porosidad.

#### 3.4.1 Flexión

Para las pruebas de flexión obtuvimos:



**Fig.34** Gráfica de carga en función de la deformación del material para la muestra (preparada con chamote) destinada a la prueba de flexión con una porosidad de  $(34.5 \pm 2.0) \%$

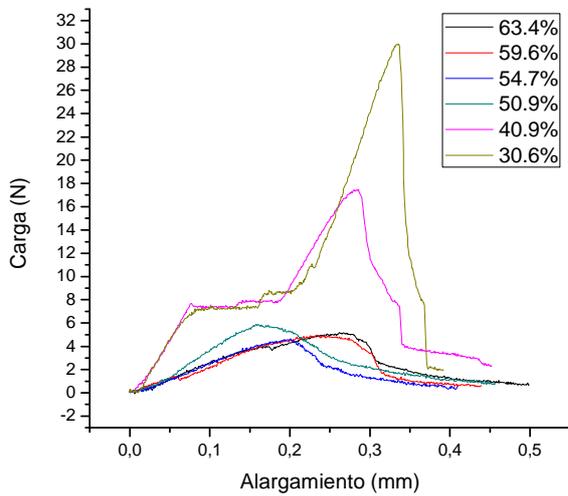


**Fig.35** Gráfica de carga en función de la deformación del material para la muestra (preparada con aserrín) destinada a la prueba de flexión con una porosidad de  $(30.6 \pm 3.2) \%$

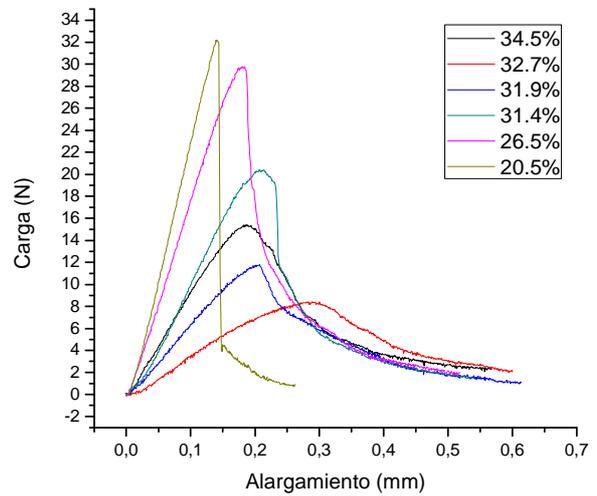
En las anteriores imágenes podemos ver dos de los comportamientos que en general obtuvimos al hacer la prueba de flexión a las muestras. De esta dependencia esperábamos que el material se comportará de manera elástica (región donde la carga es una función aproximadamente lineal en función de la deformación) hasta la ruptura (punto en donde la pendiente decae súbitamente (Fig.34) [8]. Sin embargo este no fue el fenómeno observado para todas las muestras, pues para dos de las muestras preparadas con aserrín -las de porosidad  $(40.9 \pm 2.7) \%$  y  $(30.6 \pm 3.2) \%$ -, encontramos que antes de la ruptura existieron dos regiones diferentes de deformación elástica (Fig.35) separadas por una región de deformación plástica (donde la pendiente de esta función es prácticamente cero). Vimos que esto ocurrió debido a que las muestras estaban curvadas (las que presentaron ese comportamiento entre la carga en función de la deformación) y además notamos que estas eran las muestras de menor porosidad (preparadas con menor concentración de aserrín) -a excepción de la de porosidad  $(6.8 \pm 1.3) \%$  que se quebró en el secado al aire libre-. Durante la prueba de flexión lo que ocurría con la muestra es que en la región de deformación plástica el material perdía su curvatura para luego si continuar con la deformación elástica.

Esta curvatura durante el secado al aire libre se debe a varios factores. Probablemente el que más predomina es que tanto el aserrín como el chamote reducían la plasticidad de la arcilla, razón por la cual se requería de más agua en la mezcla (ver Tabla No. 1 y Tabla No. 2) conforme mayor fue la concentración. Por esto las muestras de mayor concentración redujeron menos su tamaño al secarse al aire libre (mirar en anexos el largo de las muestras destinadas a flexión). Por otro lado, como las muestras no se secan al aire libre de manera uniforme, si no que el agua se va decantando, la superficie superior de las muestras de menor concentración de aserrín se contrajeron mucho más rápido que la inferior (en donde se iba acumulando el agua) lo que causó la curvatura de las muestras (e incluso el quiebre de la de menor concentración de aserrín).

Comparando la prueba hecha a las muestras vemos:



**Fig.36** Representación grafica de la prueba de flexión hecha a las muestras con distintos porcentajes de porosidad (preparadas con aserrín).



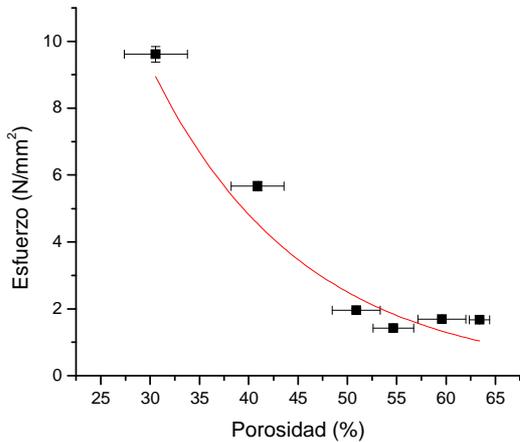
**Fig.37** Representación grafica de la prueba de flexión hecha a las muestras con distintos porcentajes de porosidad (preparadas con chamote).

En las anteriores graficas vimos que existió en general la tendencia a que a medida que aumentaba la porosidad, la carga máxima para la cual ocurría la ruptura disminuía. Por otro lado vale la pena rescatar que para la preparación de las muestras con chamote se tuvo la precaución de evitar la curvatura de las muestras durante el secado al aire libre ubicando una lámina de madera sobre ellas (sin descargarles su peso). Lo cual se ve reflejado en que no obtuvimos en general para las muestras de chamote (Fig.37) la tendencia producida por la curvatura (Fig.35).

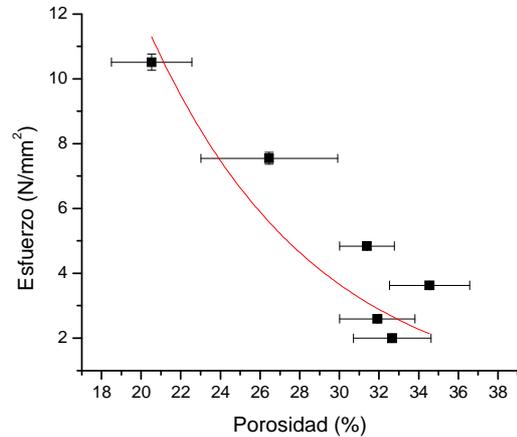
Debemos notar que en ambas graficas (Fig.36 y Fig.37), no encontramos la prueba de flexión de las respectivas ocho muestras. Para las muestras preparadas con aserrín una de las muestras se quebró durante el proceso de secado al aire libre debido a que se curvo mucho (además de la de menor porosidad que se quebró al manipularla), mientras que para las muestras preparadas con chamote, dos de las muestras presentaron grietas luego del proceso de secado al aire libre, lo que produjo que durante la prueba de flexión con un valor mínimo de carga se quebrarán.

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

Luego comparamos los valores máximos de esfuerzo, calculados con la geometría del sistema [5], con lo cual encontramos:



**Fig.38** Representación grafica del máximo esfuerzo en flexión en función de la porosidad de las muestras fabricadas con aserrín



**Fig.39** Representación grafica del máximo esfuerzo en flexión en función de la porosidad de las muestras fabricadas con chamote

Tal y como lo describimos antes, en general las tendencias de la máxima carga -y en consecuencia del máximo esfuerzo- en función de la porosidad, son decrecientes. No obstante si podemos reconocer algunas tendencias anómalas, como por ejemplo la razón creciente de las muestras preparadas con aserrín de mayor porosidad (Fig.38) y el valor de esfuerzo de la muestra preparada con chamote de máxima porosidad (Fig.39). Si ajustamos la tendencia de las muestras preparadas con aserrín a una curva exponencial (Ec.1) encontramos:

$$E_{\max} = (71 \pm 17) \frac{N}{mm^2} \exp\left[\frac{(-6.5 \pm 0.7) * P_v}{100\%}\right] \tag{5}$$

Con un coeficiente de correlación al cuadrado de 0.96414. Mientras para las muestras preparadas con chamote:

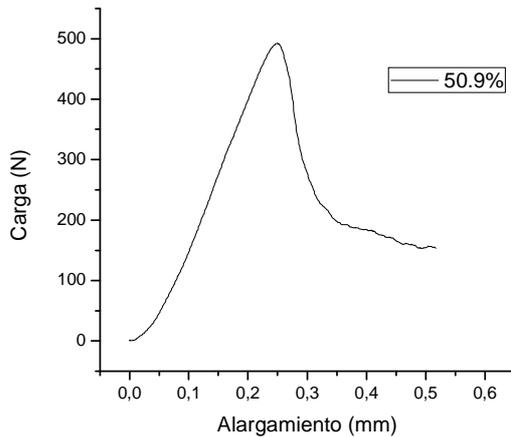
$$E_{\max} = (74 \pm 33) \frac{N}{mm^2} \exp\left[\frac{(-9.3 \pm 1.8) * P_v}{100\%}\right] \tag{6}$$

Con un coeficiente de correlación al cuadrado de 0.84302. En primer lugar podemos notar que los coeficientes que acompañan la función exponencial, los cuales como vimos en la introducción (Ec.1) representan el valor de la propiedad para una porosidad de 0%, son valores cercanos. No obstante el coeficiente que multiplica la porosidad, es diferente.

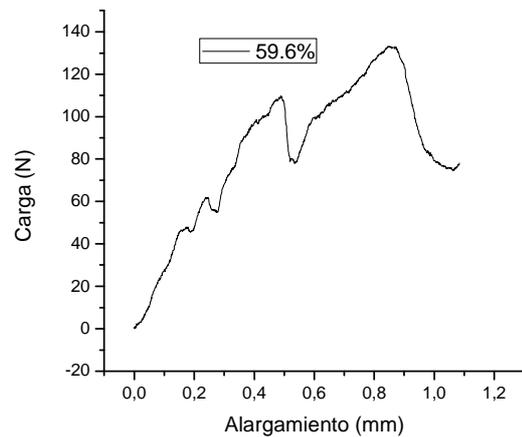
Ambos comportamientos los esperábamos si tenemos en cuenta que para valores de porosidad cercanos a cero, en ambas tendencias esto implicaría disminuir las concentraciones a cero -tanto de aserrín como de chamote- (e incluso mejorar el proceso de fabricación para aumentar la densificación), lo cual nos deja con mezclas que contienen solo arcilla, por lo cual ambas muestras deberían tener el mismo valor de esfuerzo. Por otro lado la razón a la que decaen las tendencias (Fig.38 y Fig.39) no podía ser iguales, puesto que en las muestras preparadas con chamote no solo cambia el valor de la porosidad, si no que el material mismo tiene una composición diferente.

### 3.4.2 Compresión

Por otro lado para las pruebas de compresión encontramos los siguientes comportamientos:



**Fig.40** Grafica de carga en función de la deformación del material para la muestra (preparada con aserrín) destinada a la prueba de compresión con una porosidad de  $(50.9 \pm 2.4) \%$

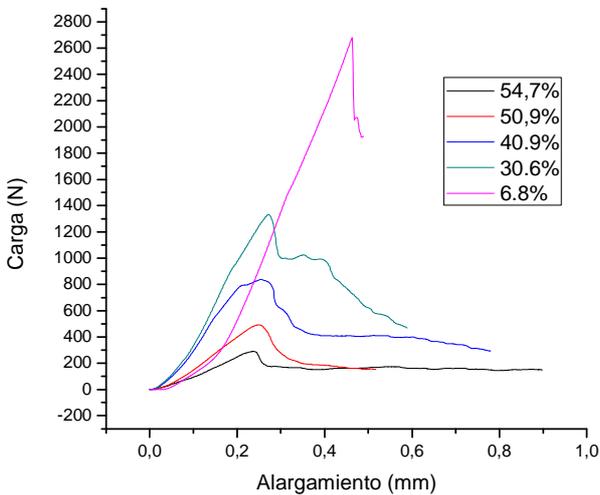


**Fig.41** Grafica de carga en función de la deformación del material para la muestra (preparada con aserrín) destinada a la prueba de compresión con una porosidad de  $(59.6 \pm 2.4) \%$

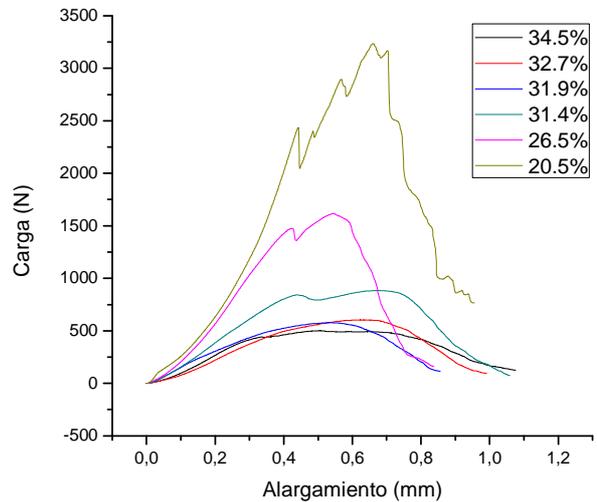
Para esta prueba de nuevo esperábamos una región de deformación elástica seguida por la ruptura. Sin embargo para las muestras de mayor porosidad preparadas con aserrín (como la de la Fig.41) obtuvimos varios valores de carga para los cuales el material dejaba de comportarse elásticamente aparentemente porque había llegado a la ruptura, sin embargo luego de deformarse un poco más volvía a una región elástica. Estas variaciones se deben al uso del molde durante la fabricación de las muestras preparadas con aserrín, en las que a pesar de que se uso grafito como lubricante, el molde rasgo partes de la muestra al introducirse en la mezcla. Debido a esto todo el material no ofrece resistencia a la carga aplicada, si no que lo hace la parte que guarda continuidad desde la base hasta la punta del cilindro. Sin embargo cuando esta región llega a la ruptura, hay parte del material que aun no la ha sufrido y por esto es que se vuelve a una región elástica.

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

Luego al comparar la prueba hecha a todas las muestras encontramos:



**Fig.42** Representación grafica de la prueba de compresión hecha a las muestras con distintos porcentajes de porosidad (preparadas con aserrín).

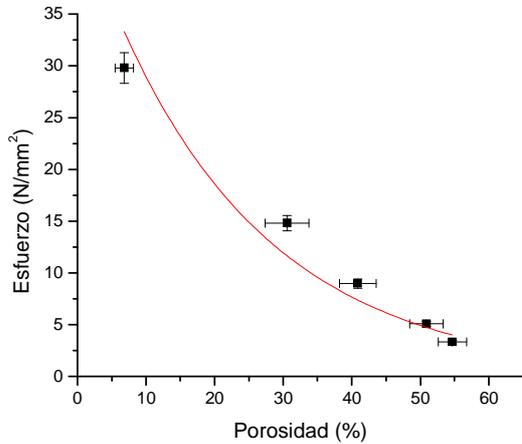


**Fig.43** Representación grafica de la prueba de compresión hecha a las muestras con distintos porcentajes de porosidad (preparadas con chamote).

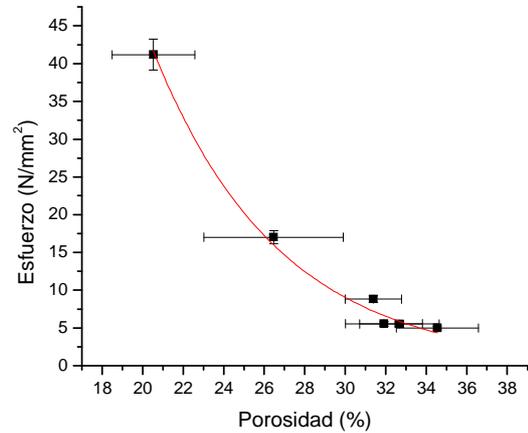
De nuevo encontramos la tendencia que a medida que aumentaba la porosidad, la carga máxima para la cual ocurría la ruptura disminuía. También vimos que las tendencias son diferentes para las muestras preparadas con aserrín en comparación con las muestras preparadas con chamote, teniendo en cuenta que para las primeras el pico es más angosto, mientras que para las segundas la tendencia tiene más similitud a una campana. Por otro lado resulta interesante observar las pequeñas variaciones de la tendencia de la muestra preparada con chamote de porosidad ( $20.5 \pm 2.0$  %), variaciones que aparentemente solo las presenta esta tendencia.

Se debe aclarar que en ambas gráficas (Fig. 42 y Fig. 43), no encontramos la prueba de compresión de las respectivas ocho muestras. Primero, para las muestras preparadas con aserrín no se muestran las muestras de mayor porosidad, debido a que su máxima carga no supera los 150 N y poseen muchos picos (como en la Fig. 41). Y en segundo lugar para las muestras preparadas con chamote, encontramos dos de las muestras con poros abiertos grandes, lo que hizo que al realizar la prueba de compresión su máxima carga no superara los 300 N. Cabe señalar que para la fabricación de las muestras de chamote buscando evitar el desprendimiento de pedazos de mezcla al introducir el molde, usamos como lubricante aceite de cocina. Por otro lado es interesante señalar que las muestras preparadas con chamote que descartamos en las pruebas de flexión debido a que presentaron grietas luego del proceso de secado al aire libre, provienen de las mismas mezclas (de porosidad  $31.6 \pm 3.2$  % y  $30.3 \pm 1.5$  %), de las que provienen las muestras que descartamos para las pruebas de compresión por poseer poros abiertos grandes en comparación con el tamaño de la muestra. No obstante, al único factor que le podríamos atribuir este comportamiento sería al proceso de fabricación, y más específicamente a la preparación de la mezcla.

Después comparamos los valores máximos de esfuerzo, calculados nuevamente con la geometría del sistema [5]:



**Fig.44** Representación grafica del máximo esfuerzo en compresión en función de la porosidad de las muestras fabricadas con aserrín



**Fig.45** Representación grafica del máximo esfuerzo en compresión en función de la porosidad de las muestras fabricadas con chamote

Para estas encontramos una vez más que el máximo esfuerzo disminuye a medida que aumenta la porosidad. Luego calculamos el ajuste exponencial (Ec.1) para cada caso. Para las muestras preparadas con aserrín encontramos:

$$E_{\max} = (45 \pm 9) \text{ N/mm}^2 \exp\left[\frac{(-4.4 \pm 0.5) * P_v}{100\%}\right] \quad (7)$$

Con un coeficiente de correlación al cuadrado de 0.88394. Y para las muestras preparadas con chamote:

$$E_{\max} = (1.1 \pm 0.4) * 10^3 \text{ N/mm}^2 \exp\left[\frac{(-16 \pm 1) * P_v}{100\%}\right] \quad (8)$$

Con un coeficiente de correlación al cuadrado de 0.90879. En estas ecuaciones vemos -a diferencia de lo que obtuvimos para las pruebas de flexión- que los coeficientes que multiplican la función exponencial en ambos casos son diferentes por dos ordenes de magnitud. Por lo que no los podemos asociar al valor de la propiedad para una porosidad de 0% (es decir un mínimo de concentración tanto de aserrín como de chamote, en incluso una mejora en el proceso de fabricación para aumentar la densificación), situación en la que solo tendríamos arcilla en las mezclas.

Por otro lado se puede observar que el coeficiente que multiplica al valor de porosidad en el argumento de la exponencial, es mayor en magnitud para el caso del chamote (lo que implica que esta exponencial decrece más rápido a medida que aumenta la porosidad). Sin embargo si comparamos estos coeficientes de la prueba de flexión (Ec.5) con la prueba de compresión (Ec.7) para las muestras preparadas con aserrín, vemos que el coeficiente es mayor en magnitud para el caso de la prueba de flexión. Este comportamiento era de esperarse, teniendo en cuenta que la porosidad afecta más a la flexión que a la compresión, debido a que en la flexión influye como el material responde a la tensión, en donde los poros funcionan como propagadores de grietas, mientras en la compresión parte de la carga se utiliza primero en cerrar los poros. Por esto la exponencial de la prueba de flexión (Ec.5) decae más rápido que la de la prueba de compresión (Ec.7).

Para el caso de las pruebas preparadas con chamote encontramos el fenómeno contrario, pues el coeficiente es mayor (en magnitud) para la prueba de compresión (Ec.8). No obstante en este caso no solo afecta el comportamiento que tiene los poros en la aplicación de carga (sea en tensión o compresión), si no que a medida que aumenta la porosidad también esta

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

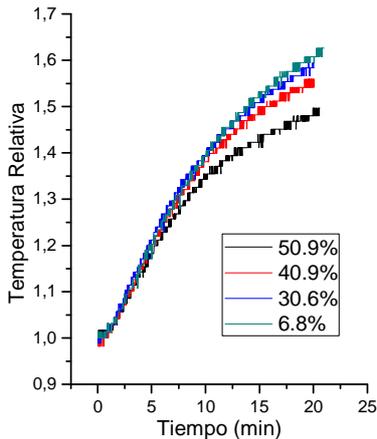
aumentando la presencia de chamote, composición que debe cambiar las propiedades del material (por ejemplo en el aumento de la fase Cristobalita alfa).

### 3.5 Propiedades térmicas

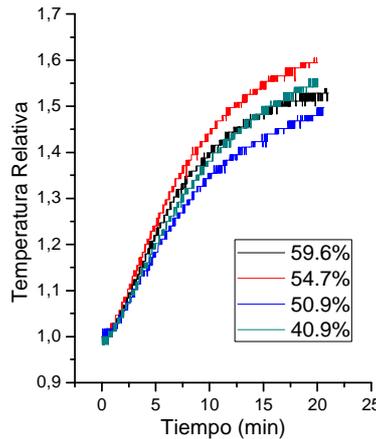
Por ultimo realizamos las pruebas proporcionales a la conductividad térmica (Fig.5). Realizamos las respectivas medidas para cada conjunto de muestras (las preparadas con aserrín y las preparadas con chamote). En ellas aunque buscamos disminuir el efecto de la temperatura ambiente usando la superficie y el prisma de madera, notamos su incidencia debido al tiempo que tomaron todas las medidas. Por esta razón decidimos comparar la temperatura relativa –calculada como el cociente de la temperatura medida por el termopar en cada instante de tiempo, sobre la temperatura inicial de dicha muestra (es por esto que todas las tendencias de temperatura relativa en función del tiempo comienzan desde uno). Señalemos además que a pesar de que la temperatura del caudín era aproximadamente de 250° C, la temperatura de la cara de las muestras que media el caudín, nunca supero los 35° C mientras tomabamos las medidas de cada muestra (es decir luego de 20 minutos), lo cual muestra el comportamiento de las cerámicas como material aislante.

#### 3.5.1 Aserrín

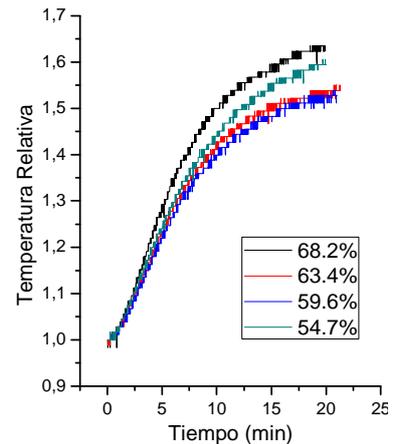
Para las muestras preparadas con aserrín encontramos:



**Fig.46** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con aserrín en función del tiempo (para las cuatro muestras de menor porosidad).



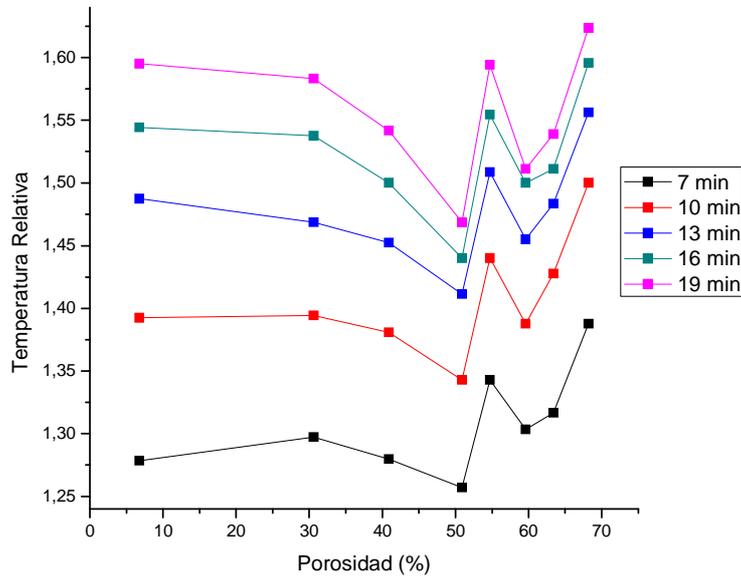
**Fig.47** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con aserrín en función del tiempo (para las cuatro muestras de porosidad intermedia).



**Fig.48** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con aserrín en función del tiempo (para las cuatro muestras de mayor porosidad).

En la primera de estas (Fig.46) vemos como a medida que aumenta la porosidad de la muestra disminuye la razón a la cual aumenta la temperatura. Así por ejemplo mientras que para la muestra de porosidad ( $6.8 \pm 1.3$ ) % la temperatura aumenta en veinte minutos un factor de 1.6 aproximadamente, para la muestra de ( $50.9 \pm 2.4$ ) % solo aumenta un factor de 1.45 aproximadamente en el mismo tiempo.

Este comportamiento sin embargo no siempre se mantiene, pues a medida que aumenta la porosidad, podemos ver que la tendencia deja de ser monótona (Fig. 47), o incluso cambia de sentido (Fig. 48). Para reconocer estos cambios en función de la porosidad graficamos la temperatura relativa, pero esta vez en función de la porosidad, para ciertos valores de tiempo:

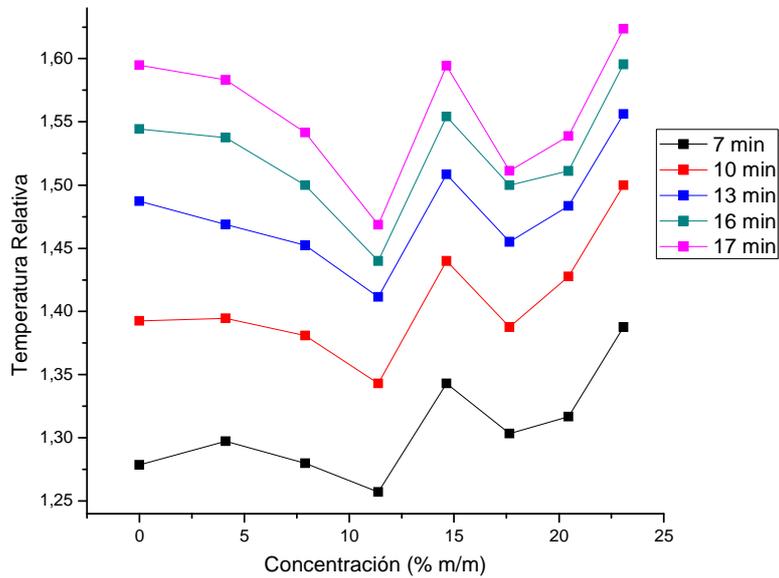


**Fig.49** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con aserrín en función de la porosidad (para ciertos valores de tiempo).

En la anterior grafica reconocemos la tendencia decreciente antes mencionada para valores de porosidad inferiores a 55%. Luego de este valor de porosidad la tendencia no se mantiene. Sin embargo podemos reconocer una tendencia creciente para valores de porosidad mayores a 58%. Esta última podría deberse a que a esos niveles de porosidad es probable que la mayoría de poros estén conectados, lo que permite que el aire pueda circular a través de ellos, y por lo tanto el aire ya no transmite principalmente por conducción si no por convección (puesto que puede generar corrientes de aire). Por lo tanto al ir aumentando la porosidad, puede ir aumentando este efecto.

Después vimos como se comportan estos cambios, pero esta vez en función de la concentración de aserrín usada. No mostramos para este caso las gráficas de la temperatura relativa en función del tiempo para distintas concentraciones, debido a que la información que podríamos sacar de ellas es básicamente la misma que sacamos para distintos valores de porosidad (Fig.46, Fig.47 y Fig.48) teniendo en cuenta la relación que existe entre la concentración de aserrín y la porosidad de dichas muestras (Ec.3):

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

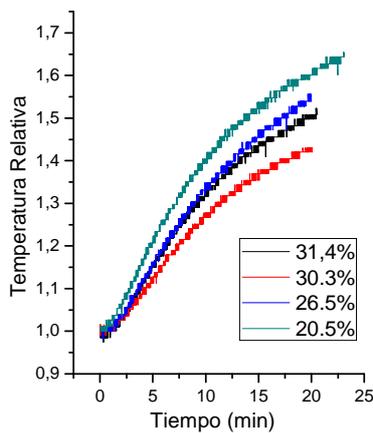


**Fig.50** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con aserrín en función de la concentración (para ciertos valores de tiempo).

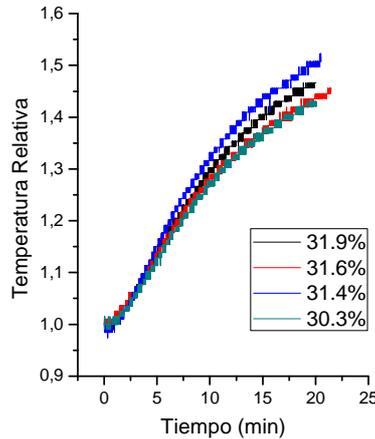
En esta gráfica observamos simplemente un cambio de escala respecto a la de porosidad (Fig.49), cambio que produce que las variaciones en la temperatura relativa sean más suaves. Así, si aproximamos cada tendencia por una curva suave, podemos ver que en general se reconocen las dos tendencias antes mencionadas (una creciente y una decreciente). Aparentemente los puntos anómalos de dicha tendencia corresponden a la muestra de concentración  $(14.6 \pm 0.1) \% \text{ m/m}$  o en de porosidad  $(54.7 \pm 2.1) \%$ , puesto que sin estos en ambas tendencias (Fig.49 y Fig.50) serían observaría con mayor facilidad la región creciente y la respectiva decreciente.

### 3.5.1 Chamote

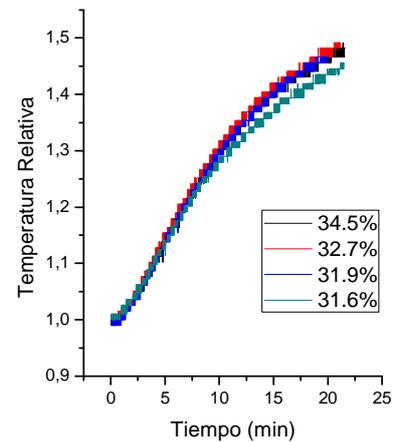
Por su parte para las muestras preparadas con chamote observamos el siguiente comportamiento:



**Fig.51** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función del tiempo (para las cuatro muestras de menor porosidad).



**Fig.52** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función del tiempo (para las cuatro muestras de porosidad intermedia).

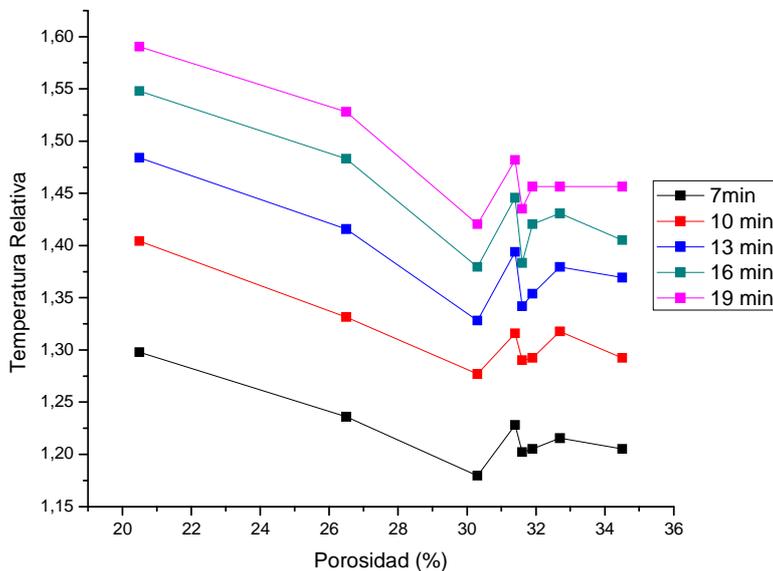


**Fig.53** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función del tiempo (para las cuatro muestras de mayor porosidad).

En estas graficas ya no es tan sencillo observar una tendencia monótona. En la primera (Fig.51) aunque las tres muestras de menor porosidad si siguen la tendencia esperada (en la que la razón a la cual aumenta la temperatura, disminuye a medida que aumenta la porosidad) la muestra de porosidad ( $31.4 \pm 1.4$ ) % no la sigue. Por otro lado en la segunda grafica (Fig.52) las dependencias parecieran mostrar un comportamiento oscilante en función de la porosidad, mientras en la última (Fig. 53) tres de las tendencias parecen estar superpuestas.

Buscando observar con mayor claridad estos comportamientos realizamos de nuevo las graficas de temperatura relativa en función de la porosidad, para ciertos valores de tiempo:

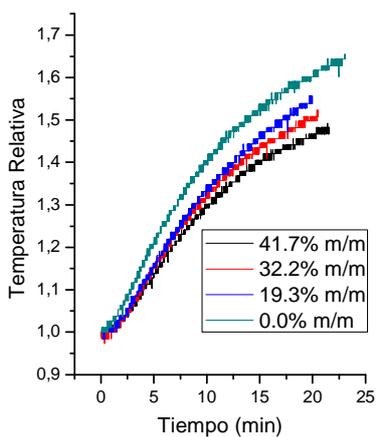
PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS



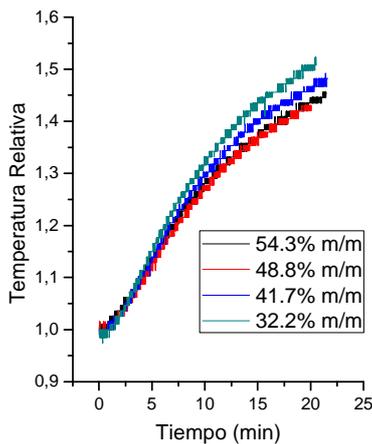
**Fig.54** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función de la porosidad (para ciertos valores de tiempo).

Podemos ver entonces que al igual que ocurría antes con el aserrín, para porosidades menores a 35% hay una tendencia decreciente. Y de nuevo para porosidades mayores a esta, no se puede reconocer una tendencia monótona. Justamente por esto es que en las graficas de temperatura relativa en función del tiempo (Fig.52 y Fig.53) no podíamos reconocer el comportamiento o incluso diferenciar entre las dependencias.

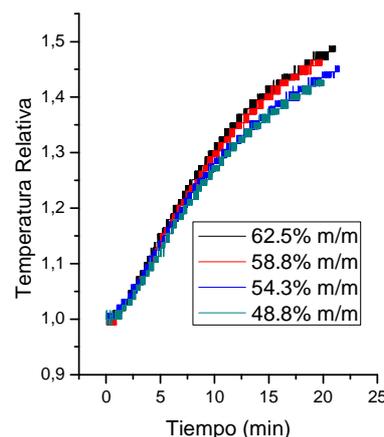
Luego miramos esta variación no en función de la porosidad, si no de la concentración de chamote:



**Fig.55** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función del tiempo (para las cuatro muestras de menor concentración de chamote).

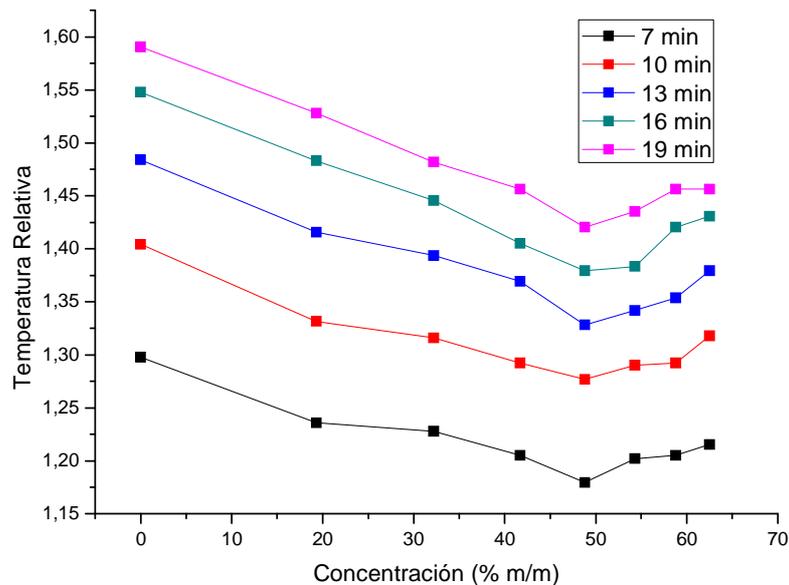


**Fig.56** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función del tiempo (para las cuatro muestras de concentración de chamote intermedia).



**Fig.57** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función del tiempo (para las cuatro muestras de mayor concentración de chamote).

Esta vez podemos reconocer dos tendencias claras, una decreciente (Fig.55) y una creciente (Fig.57) de la variación de la temperatura relativa en función de la concentración. Para verlo de manera más clara comparamos las tendencias una vez más para ciertos valores de tiempo:



**Fig.58** Representación grafica de la temperatura relativa en una cara de las muestras preparadas con chamote en función de la concentración (para ciertos valores de tiempo).

En esta grafica vemos con mayor claridad las tendencias antes mencionadas (separadas por la concentración de 50% aproximadamente). La primera como esperábamos es decreciente, y podríamos explicarla por el aumento de la porosidad; mientras que la segunda (creciente) puede ser debida a que en las muestras preparadas con chamote no solo aumenta la porosidad (y como en el caso del aserrín los poros conectados) si no que aumenta la presencia de Cristobalita alfa. De allí que debido a los diferentes valores de composición de esta fase (Fig.33), en una región puede predominar la conductividad de las otras fases, mientras en otra la de Cristobalita.

Además debemos señalar que esta (Fig.58) no tiene el mismo comportamiento de la grafica de temperatura relativa en función de la porosidad (Fig.54) debido a que en las medidas que hicimos de porosidad, vimos que para el caso de las muestras preparadas con chamote, la porosidad no siguió una dependencia monótona creciente (Fig.7) -como si la siguió la porosidad de las muestras preparadas con aserrín (Fig.6)-.

#### 4. Conclusiones

- Advertimos la estrecha relación que hubo entre la preparación de las muestras (fabricación, pre-sinterizado y sinterizado), la estructura atómica y macroscópica, y las propiedades del material. Así por ejemplo cambios en la concentración de aserrín (o chamote) o en las rampas de sinterizado, no solo produjo cambios en la porosidad y en la plasticidad del material, si no que además produjo cambios en la respuesta a un gradiente de temperatura o a la aplicación de carga sobre el material.
- Miramos que aunque la porosidad mantuvo una tendencia creciente, a medida que aumento en la preparación la concentración de aserrín, con el aumento de la concentración de chamote, la tendencia no fue monótona.
- Encontramos que la arcilla con la que trabajamos estuvo compuesta por Cuarzo (en su estructura alfa) a un 70% y Kaolinita (en Dickita y Nicrita) a un 30% aproximadamente.

## PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

- Observamos como los cambios estructurales producidos por el proceso de sinterizado, se vieron reflejados en los patrones de difracción de rayos x en polvo. Donde luego de la quema a 1100°C tuvimos una composición de Cuarzo y Mullita, cada una con 50% aproximadamente. El Cuarzo esta vez en su mayoría (60% aproximadamente) en la estructura cristalina del Cuarzo  $\beta$ .
- Reconocimos que en una buena aproximación las propiedades mecánicas de compresión y flexión decaen exponencialmente en función de la concentración de aserrín (o de chamote) que se haya usado en la preparación de las muestras. Además vimos que las constantes que multiplican la porosidad en el argumento de la exponencial fueron diferentes: para el caso de las muestras de aserrín, no fueron la misma teniendo en cuenta que los poros juegan un papel diferente en pruebas de tensión que de compresión; mientras que para el caso de las muestras preparadas con chamote, no ocurrió la misma tendencia teniendo en cuenta que no solo estaba variando la porosidad, si no que además estaba variando la cuantificación de las fases que componían las muestras.
- Notamos que se puede reconocer la tendencia de que la conductividad térmica del material disminuye con el aumento en la porosidad. Sin embargo dicho comportamiento tiene un máximo (a partir del cual la tendencia se puede invertir) debido principalmente a que los poros se van conectando y el fenómeno que predomina en la conducción del calor para el aire empieza a ser la convección (o en el caso del aumento de la concentración de chamote, a la presencia de otra fase de conductividad diferente).
- Vimos que cambios en la preparación de las muestras con aserrín, y las muestras con chamote, permitieron mejorar algunas medidas (por ejemplo al tener cuidado en el proceso de secado para que las muestras no se curvaran), por esto dichos cambios en el proceso de fabricación al repetir esta experiencia, podrían permitir establecer las diferencias entre el uso del aserrín y del chamote, de manera más clara.

### REFERENCIAS

- [1] LEE, W. E.; Rainforth, Mark. Ceramic microstructures, Springer 1994
- [2] LOEHMAN, Ronald. Characterization of Ceramics. Momentum Press, Dec 1. 2009
- [3] [http://www.engineeringtoolbox.com/thermal-conductivity-d\\_429.html](http://www.engineeringtoolbox.com/thermal-conductivity-d_429.html)
- [4] <http://web.ead.anl.gov/resrad/datacoll/porosity.htm>
- [5] BENGISU, Murat. Engineering Ceramics, Springer 2001
- [6] <http://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>
- [7] <http://www.mindat.org/min-7395.html>
- [8] <http://www.ugr.es/~agcasco/personal/restauracion/teoria/TEMA05.htm>

## ANEXOS

A continuación encontramos un conjunto de información que busca complementar la sustentación de afirmaciones que se hacen a lo largo de este trabajo. En los anexos A encontramos las medidas de las dimensiones de las muestras luego del proceso de sinterizado, con ellas podemos observar por ejemplo como aumenta la porosidad en la medida en que disminuye el peso de la muestra, pero conserva dimensiones similares (en el caso por ejemplo de las muestras preparadas con aserrín). Finalmente en los anexos B encontramos las estructuras cristalinas de cada una de las fases identificadas dentro de los patrones de difracción, en ellas podemos notar como cambia la composición y la distribución de los elementos dentro de las celda unitaria.

### ANEXO A

**Tabla A1** Dimensiones de las muestras (preparadas con mezclas con distintas concentraciones de aserrín) destinadas a las pruebas de flexión luego del proceso de sinterización

| Concentración<br>( $\pm 0.1$ ) [% m/m] | Largo ( $\pm 0.002$ )<br>[cm] | Ancho ( $\pm 0.002$ )<br>[cm] | Alto ( $\pm 0.002$ )<br>[cm] | Peso ( $\pm 0.0002$ )<br>[g] |
|--|-------------------------------|-------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 20.5                                   | 6.554                         | 1.640                         | 0.374                        | 3.5580                       |
| 17.6                                   | 6.724                         | 1.504                         | 0.370                        | 3.8168                       |
| 14.6                                   | 6.714                         | 1.574                         | 0.370                        | 4.0210                       |
| 11.4                                   | 6.496                         | 1.640                         | 0.362                        | 4.7365                       |
| 7.9                                    | 6.332                         | 1.576                         | 0.380                        | 5.1722                       |
| 4.1                                    | 6.350                         | 1.592                         | 0.380                        | 6.1813                       |

**Tabla A2** Dimensiones de las muestras (preparadas con mezclas con distintas concentraciones de aserrín) destinadas a las pruebas de compresión luego del proceso de sinterización

| Concentración<br>( $\pm 0.1$ ) [% m/m] | Diámetro ( $\pm 0.002$ )<br>[cm] | Alto ( $\pm 0.002$ )<br>[cm] | Peso ( $\pm 0.0002$ )<br>[g] |
|--|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 23.1                                   | 1.050                            | 1.310                        | 0.8570                       |
| 20.5                                   | 1.036                            | 1.296                        | 0.7551                       |
| 17.6                                   | 1.024                            | 1.618                        | 1.2245                       |
| 14.6                                   | 1.004                            | 1.768                        | 1.5786                       |
| 11.4                                   | 1.040                            | 1.664                        | 1.6766                       |
| 7.9                                    | 1.056                            | 1.762                        | 2.1026                       |
| 4.1                                    | 1.050                            | 1.320                        | 1.9160                       |
| 0.0                                    | 1.062                            | 1.818                        | 2.8659                       |

**Tabla A3** Dimensiones de las muestras (preparadas con mezclas con distintas concentraciones de aserrín) destinadas a las medidas relacionadas con la conductividad térmica luego del proceso de sinterización

| Concentración<br>( $\pm 0.1$ ) [% m/m] | Diámetro ( $\pm 0.002$ )<br>[cm] | Alto ( $\pm 0.002$ )<br>[cm] | Peso ( $\pm 0.0002$ )<br>[g] |
|--|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| 23.1                                   | 3.350                            | 1.902                        | 12.3416                      |
| 20.5                                   | 3.298                            | 1.944                        | 15.1849                      |
| 17.6                                   | 3.324                            | 1.898                        | 15.3169                      |
| 14.6                                   | 3.352                            | 1.892                        | 17.4801                      |
| 11.4                                   | 3.340                            | 1.902                        | 19.5624                      |
| 7.9                                    | 3.318                            | 1.894                        | 22.4712                      |
| 4.1                                    | 3.274                            | 1.876                        | 25.4920                      |
| 0.0                                    | 3.302                            | 1.946                        | 29.2286                      |

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

**Tabla A4** Dimensiones de las muestras (preparadas con mezclas con distintas concentraciones de chamote) destinadas a las pruebas de flexión luego del proceso de sinterización

| Concentración<br>(± 0.1) [% m/m] | Largo (± 0.005)<br>[cm] | Ancho (± 0.005)<br>[cm] | Alto (± 0.005)<br>[cm] | Peso (± 0.0002)<br>[g] |
|----------------------------------|-------------------------|-------------------------|------------------------|------------------------|
| 62.5                             | 6.945                   | 1.785                   | 0.420                  | 8.2346                 |
| 58.8                             | 6.890                   | 1.760                   | 0.435                  | 8.1246                 |
| 54.3                             | 7.015                   | 1.710                   | 0.425                  | 8.1097                 |
| 48.8                             | 6.770                   | 1.680                   | 0.430                  | 7.8999                 |
| 41.7                             | 6.890                   | 1.805                   | 0.420                  | 8.2782                 |
| 32.2                             | 6.675                   | 1.705                   | 0.430                  | 7.8075                 |
| 19.3                             | 6.580                   | 1.760                   | 0.410                  | 7.8795                 |
| 0.0                              | 6.320                   | 1.590                   | 0.380                  | 6.7659                 |

**Tabla A5** Dimensiones de las muestras (preparadas con mezclas con distintas concentraciones de chamote) destinadas a las pruebas de compresión luego del proceso de sinterización

| Concentración<br>(± 0.1) [% m/m] | Diámetro (± 0.005)<br>[cm] | Alto (± 0.005)<br>[cm] | Peso (± 0.0002)<br>[g] |
|----------------------------------|----------------------------|------------------------|------------------------|
| 62.5                             | 1.168                      | 2.195                  | 3.4979                 |
| 58.8                             | 1.150                      | 1.985                  | 2.9678                 |
| 54.3                             | 1.150                      | 1.825                  | 2.6181                 |
| 48.8                             | 1.163                      | 1.860                  | 2.7284                 |
| 41.7                             | 1.138                      | 1.905                  | 2.8983                 |
| 32.2                             | 1.133                      | 1.850                  | 2.9898                 |
| 19.3                             | 1.110                      | 1.745                  | 2.8179                 |
| 0.0                              | 1.020                      | 1.555                  | 2.4028                 |

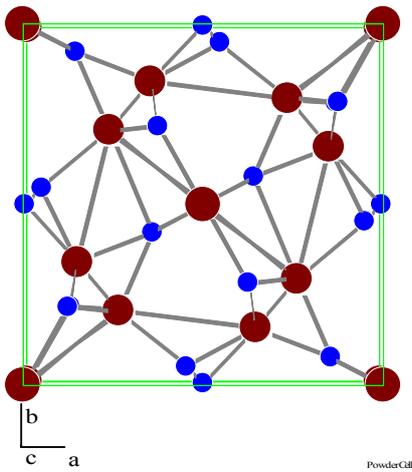
**Tabla A6** Dimensiones de las muestras (preparadas con mezclas con distintas concentraciones de chamote) destinadas a las medidas relacionadas con la conductividad térmica luego del proceso de sinterización

| Concentración<br>(± 0.1) [% m/m] | Diámetro (± 0.005)<br>[cm] | Alto (± 0.005)<br>[cm] | Peso (± 0.0002)<br>[g] |
|----------------------------------|----------------------------|------------------------|------------------------|
| 62.5                             | 3.615                      | 2.180                  | 35.3174                |
| 58.8                             | 3.640                      | 2.195                  | 35.5721                |
| 54.3                             | 3.640                      | 2.185                  | 35.6646                |
| 48.8                             | 3.580                      | 2.170                  | 34.2194                |
| 41.7                             | 3.540                      | 2.160                  | 32.6027                |
| 32.2                             | 3.490                      | 2.105                  | 30.5549                |
| 19.3                             | 3.448                      | 2.040                  | 30.3089                |
| 0.0                              | 3.295                      | 1.920                  | 28.5764                |

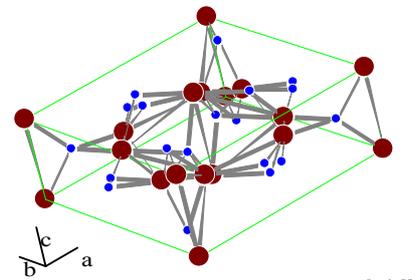
**ANEXO B**

A continuación encontramos la representación grafica de algunas estructuras cristalinas (usando el software PCW). En ellas hemos usado la siguiente convención para los elementos: Aluminio-café, Silicio-rojo y Oxígeno-azul. Es importante aclarar que aunque las estructuras de la Dickita y la Nacrita tienen OH dentro de su estructura, el hidrogeno no esta representado.

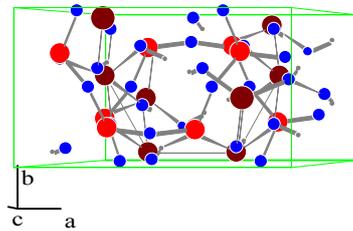
Las siguientes son estructuras cristalinas que contienen aluminio:



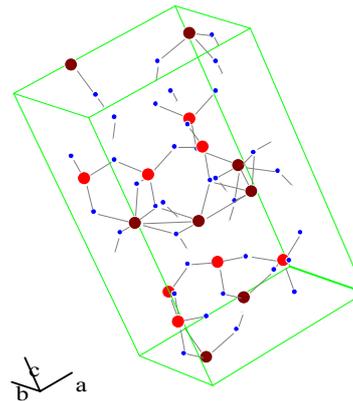
PowderCell



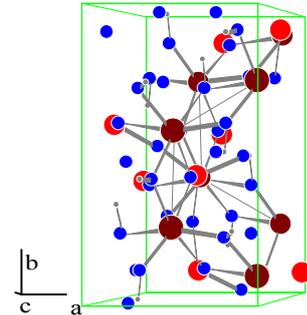
PowderCell



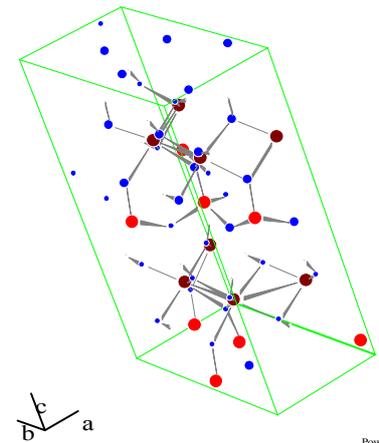
PowderCell



PowderCell



PowderCell



PowderCell

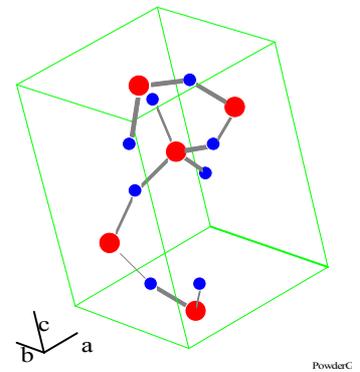
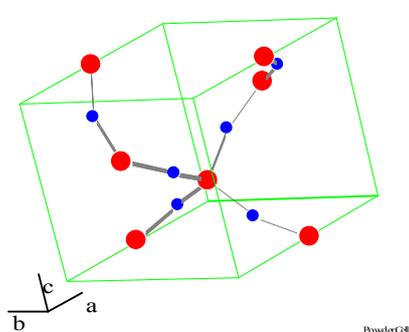
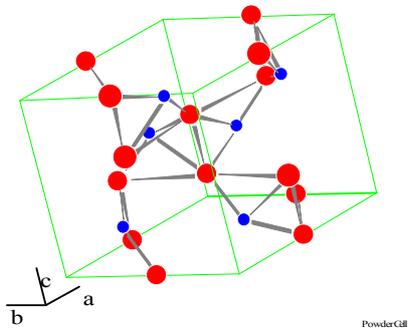
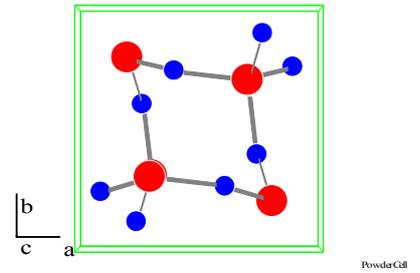
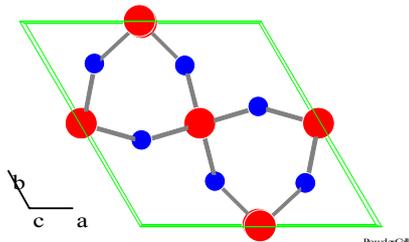
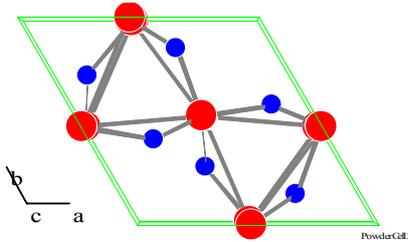
**Fig.B1** Estructura cristalina de la Mullita.

**Fig.B2** Estructura cristalina de la Nacrita (caolín)

**Fig.B3** Estructura cristalina de la Dickita (caolín)

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS POROSOS

Las siguientes son estructuras cristalinas del cuarzo:



**Fig.B4** Estructura cristalina del Cuarzo alfa

**Fig.B5** Estructura cristalina del Cuarzo beta

**Fig.B6** Estructura cristalina de la Cristobalita alfa