



## Estructura, porosidad y resistencia mecánica a la flexión de cerámicas porosas elaboradas con barbotinas rojas y espumas de poliuretano

### Structure, Porosity, and Mechanical Resistance to Flexion of Porous Ceramics from Red Clay Barbotines and Polyurethane Foams

M. Ferrer<sup>1,2\*</sup>, G. Peña<sup>1</sup>, E. Vera<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Grupo de Investigación en Tecnología Cerámica (GITEC), Universidad Francisco de Paula Santander.

<sup>2</sup>Grupo Integridad y Evaluación de Materiales (GIEM) Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC).

Recibido julio 29 de 2013; aceptado noviembre 14 de 2013.

#### Resumen

Se reporta la caracterización de cuatro cerámicas porosas, C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>, obtenidas a partir de cuatro espumas de poliuretano utilizadas como matriz E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, E<sub>3</sub> y E<sub>4</sub> y barbotinas de arcillas rojas como refuerzo. Las espumas se estudiaron con microscopía electrónica de barrido SEM, por sus siglas en inglés. Se determinó el tamaño de los poros usando la norma ASTM E112 [1]. La composición química de las arcillas utilizadas en las barbotinas se estudió por difracción de rayos X (DRX) [2], para una densidad 1,5 g/cm<sup>3</sup>, un tamaño de partícula pasante tamiz ASTM 325 (45 µm) y una viscosidad de 365.3 cP. El proceso de fabricación, fue por inmersión de la espuma en la barbotina durante 24 horas, luego se sometió a un proceso de secado a temperatura ambiente por 48 horas y 12 horas en estufa de circulación forzada. Posteriormente, se realizó la cocción en mufla eléctrica a una temperatura máxima de 1000 °C durante 4 horas. El porcentaje de porosidad se determinó por absorción de agua usando la norma NTC 4321-3 [3], de acuerdo a la norma ISO 10545 [4], se halló la resistencia mecánica a la flexión, mientras que la distribución del tamaño de partícula se determinó usando la norma ASTM E112 [1]. Los resultados muestran una relación inversa entre la densidad de las espumas y las cerámicas, 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.

**Palabras clave:** cerámicas porosas, resistencia mecánica, DRX, SEM.

#### Abstract

We report characterization of four porous ceramics, C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> and C<sub>4</sub>, obtained from four polyurethane foams E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, E<sub>3</sub> and E<sub>4</sub>, used as a matrix, and red slurries as reinforcement. The foams were studied with Scanning Electron Microscopy SEM, pore size was determined using the ASTM E112 [1], and the chemical composition of red clays was done by X ray diffraction (XRD) [2]. Barbotine of 1.5 g/cm<sup>3</sup> density a particle size sieve intern 325 ASTM (45 mm), and a viscosity of 365.3 cP were used. Manufacturing process was by immersion of the foam in the barbotine for 24 hours, then it was subjected to a drying at room temperature for 48 hours and 12 hours in an oven with forced circulation; subsequently, firing took place in an electric muffle at a maximum temperature of 1000 °C for 4 hours. The percentage of porous ceramics was determined by absorption of water by using the NTC 4321-3 [3]. Mechanical resistance to bending was determined according the standard ISO 10545-4 [4] and the grain size by using the ASTM E112 [1]. Our the results show an inverse relationship between the density of the foam and the ceramics. The mechanical strength decreases as the porosity increases, and it increases with the grain size. We did not find a clear relationship between the shape and pore size in the foam and the shape and grain size of the ceramics. The properties of the foam used as matrix significantly influence the properties of ceramics obtained from them. The purpose of this paper is to contribute to a method in the manufacture and characterization of porous ceramics to be used at industrial-level processes.

**Keywords:** porous ceramics, mechanical strength, XRD, SEM.

#### 1. Introducción

Gracias a las propiedades físicas y químicas de las cerámicas porosas, tales como su porosidad, resistencia, dureza, densidad, aislamiento térmico y acústico, su uso industrial es bastante am-

plio. Estas propiedades se pueden mejorar al mezclar la arcilla con otros materiales orgánicos e inorgánicos. Al ser sometidas a tratamiento térmico, propiedades como la dureza, sonoridad y contracción se incrementan a medida que se sinterizan y vitrifican. Las

\* [maryaferr@gmail.com](mailto:maryaferr@gmail.com)

arcillas presentan diferentes colores lo cual se debe a la presencia de óxidos metálicos, principalmente hierro, titanio, aluminio y vanadio, así como a la atmósfera presente en el proceso de sinterización [5].

Dentro de las aplicaciones, las cerámicas porosas, son utilizadas en procesos de microfiltrado de agua y aceites, en bioremediación de suelos, en procesos catalíticos o como aislantes térmicos y acústicos [6-10].

En este trabajo se fabricaron cuatro tipos diferentes de cerámicas porosas ( $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  y  $C_4$ ), utilizando barbotinas de arcillas rojas atomizadas depositadas en la porosidad de espumas de poliuretano, para cuatro densidades diferentes ( $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_3$  y  $E_4$ ). Reportándose la porosidad, densidad, composición, distribución de tamaño de partícula y resistencia mecánica a la flexión para las muestras elaboradas. Nuestros resultados aportarán información al proceso de fabricación y caracterización de cerámicas porosas obtenidas a partir de barbotinas y espumas de poliuretano.

## 2. Materiales y métodos

Se fabricaron cuatro cerámicas porosas  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  y  $C_4$ , con dimensiones: largo 14 cm, ancho 4.5 cm y espesor 1.5 cm, aproximadamente. El proceso consistió en alojar barbotina de arcilla roja atomizada en el interior de la porosidad de las espumas de poliuretano ( $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_3$  y  $E_4$ ), las cuales se secaron a temperatura ambiente durante 48 horas, y en estufa de circulación forzada a  $110 \pm 5$  °C por 12 horas. El proceso de sinterización de las cerámicas porosas se realizó en mufla eléctrica marca Gabrielli, con una curva de cocción a temperatura máxima 1000 °C durante 4 horas.

La densidad de las espumas se determinó con la relación masa sobre volumen, el tamaño, forma y distribución de poro y espesor de las paredes se estudió usando la norma ASTM E112 [1] a partir de micrografías tomadas por microscopía electrónica de barrido (SEM), para lo cual se usó el equipo FEI QUANTA 200. El estudio de la composición mineralógica de las arcillas atomizadas, de la cual se preparó la barbotina, se realizó usando difracción de rayos X (DRX). Por otra parte, la resistencia mecánica a la flexión y carga a la rotura se determinó, usando la norma ISO 10545 [4] y el crometro marca Gabrielli; el porcentaje de porosidad se halló usando la norma NTC 4321-3.

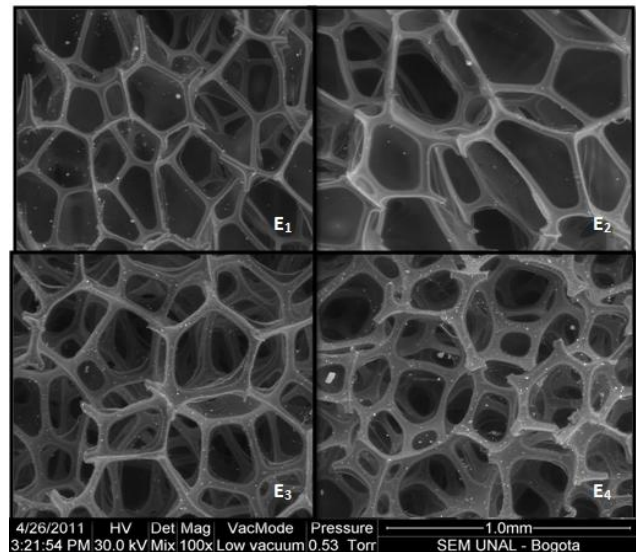
## 3. Resultados y discusión.

En la Tabla 1 se reporta la densidad, espesor de las paredes y diámetro promedio de los poros presentes en cada una de las espumas  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_3$  y  $E_4$  respectivamente. De estos datos se aprecia que a medida que aumenta la densidad en la espuma, el espesor en las paredes de los poros se incrementa, mientras que los diámetros promedio son muy similares; dichos resultados fueron obtenidos de los análisis realizados a las micrografías usando SEM, las cuales se presentan en la figura 1, donde se aprecia la forma y morfología de los poros presentes en cada una de las espumas, con una apariencia de panal de abejas. Aquí no es posible establecer la geometría y densidad de los poros debido a la complejidad de su estructura de poros interconectados, observándose el espesor de las paredes de división de los poros, los cuales influirán en las

propiedades como densidad, porosidad, forma y tamaño de grano de las cerámicas sinterizadas ( $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  y  $C_4$ ), ya que serán las fronteras de grano para estas, donde la porosidad de la cerámica estará asociada principalmente a los espacios dejados por la espuma en el momento de la cocción o sinterización.

**Tabla. 1.** Densidad, espesor de las paredes y diámetro promedio de la porosidad presentes en las espumas  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_3$  y  $E_4$ .

Espumas	Densidad $\text{g/cm}^3 \times 10^{02} \pm 10^{-05}$	Espesor de las paredes ( $\mu\text{m}$ )	Diámetro poro (mm)
$E_1$	$1.062 \pm 8,85$	$42,82 \pm 2,42$	$0,484 \pm 0,022$
$E_2$	$1.658 \pm 1.005$	$75,29 \pm 5,02$	$0,546 \pm 0,027$
$E_3$	$1.810 \pm 7.711$	$65,15 \pm 2,86$	$0,480 \pm 0.018$
$E_4$	$3.147 \pm 1.165$	$95,19 \pm 5,60$	$0,414 \pm 0.015$



**Figura 1.** Micrografías de las espumas  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_3$  y  $E_4$ , usando SEM FEI QUANTA 200 a 100X.

La composición mineralógica de las arcillas atomizadas, usadas en la barbotina, se presenta en la tabla 2, resultados obtenidos por DRX para la muestra orientada, calcinada a 550 °C y glicolada. De estos, se aprecia que la mayor concentración es cuarzo, seguido de feldespato potásico, caolinita, illita y, en menor concentración, calcita y yeso.

**Tabla.2.** Análisis mineralógico de las arcillas atomizadas, usando DRX. [2].

Mineral	Cuarzo	Feldespato k	Calcita	Yeso	Caolinita	Illita
%	45.3	22.3	7.6	1.5	14.2	8.8

La distribución del tamaño de poro en las espumas se presenta en la figura 2, donde se aprecia que la espuma  $E_1$  presenta una distribución más homogénea.

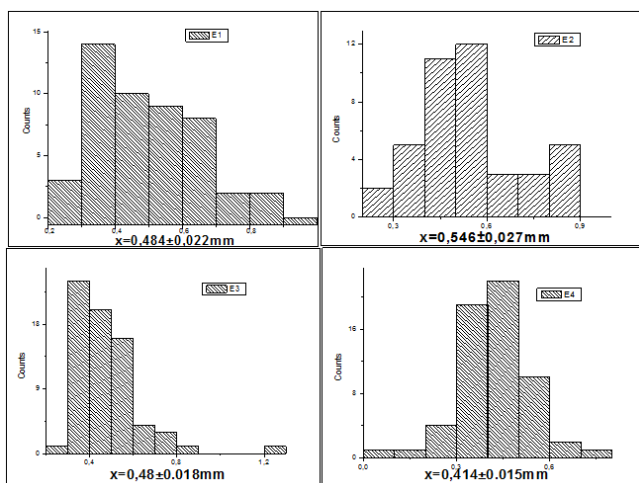


Figura 2. Distribución del tamaño de poro de las espumas de poliuretano E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, E<sub>3</sub> y E<sub>4</sub>.

La densidad de las barbotinas preparadas con los polvos de arcillas atomizadas fue de 1,5 g/cm<sup>3</sup>, las cuales se hicieron pasar por tamiz ASTM 325 (45 μm), con una viscosidad de 365.3 cP. Estos parámetros facilitan el movimiento de la barbotina a través de los poros presentes en la espuma (ver figura 1) llenando la mayor cantidad de espacios, los cuales forman la matriz de la cerámica porosa (ver figura 3) cuando se someten al proceso de secado y cocción.

En la tabla 3, se presenta la densidad y tamaño promedio de los granos presentes en las cerámicas porosas (C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>). Al comparar la densidad de la muestra 100 % de arcilla (1724.36 ± 29.66 Kg/cm<sup>3</sup>) con la de las cerámicas porosas (C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>), se aprecia que la densidad disminuye en un 10,67 % para C<sub>1</sub>, 21.4% para C<sub>2</sub>, 17.75% para C<sub>3</sub> y 22.3% para C<sub>4</sub>.

Tabla.3. Densidad y tamaño de grano promedio de las cerámicas porosas C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>.

Cerámicas	Densidad (kg/cm <sup>3</sup> )	Tamaño de grano promedio (mm)
C <sub>1</sub>	1540.23 ± 23.98	1,02 ± 0,054
C <sub>2</sub>	1355.08 ± 19.96	0,63 ± 0,24
C <sub>3</sub>	1418.3 ± 15.35	0,97 ± 0,041
C <sub>4</sub>	1339.38 ± 9.7	0,81 ± 0,035
Maciza	1724.36 ± 29.66	

En la figura 3, se presentan las micrografías para las cerámicas porosas C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>, las cuales fueron tomadas usando SEM FEI QUANTA 200 con una magnificación de 100X. Al comparar estas imágenes con las reportadas en la figura 1, se aprecia que en la porosidad presente en las espumas (figura 1) se sinterizaron las arcillas y en el proceso de cocción las paredes de las espumas desaparecieron, formando la frontera entre los granos de la fase cerámica (figura 2). Por otra parte, se observa (figura 3) que la cerámica C<sub>4</sub> presenta granos fracturados que no se aprecian en las otras muestras (C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub> y C<sub>3</sub>), lo cual puede atribuirse que fue sinterizada de la espuma E<sub>4</sub>, que posee la mayor densidad (ver tabla 1).

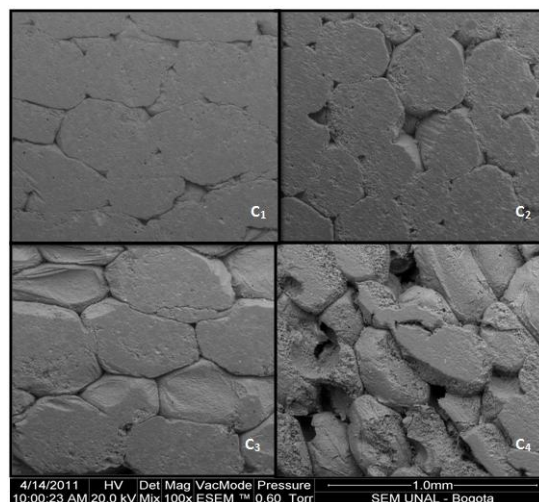


Figura 3. Micrografías de las cerámicas C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>, tomadas con SEM a una magnificación 100X

El porcentaje de porosidad, carga de rotura, resistencia mecánica a la flexión y módulo de rotura se presentan en la tabla 4, los cuales se ordenaron descendientemente según el porcentaje de porosidad presente en la muestra (C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>). De estos se aprecia que al aumentar la porosidad disminuye la resistencia a la flexión de 825.89 a 304.09 N, lo cual era de esperarse.

Tabla.4. Porosidad y resistencia mecánica a la flexión.

Cerámica	Porosidad %	Carga de rotura (N)	Resistencia a la flexión (N)	Módulo de rotura (N/mm <sup>2</sup> )
Sólida	14.32 ± 0.22	965.27 ± 25.24	2793 ± 69.64	9.3 ± 0.71
C <sub>1</sub>	25.14 ± 0.45	301 ± 18.99	825.89 ± 45.39	4.67 ± 0.24
C <sub>3</sub>	30.21 ± 0.35	294.83 ± 18.05	783.81 ± 44.42	3.47 ± 0.19
C <sub>4</sub>	34.53 ± 0.22	178.78 ± 11.37	480.51 ± 30.56	2.20 ± 0.17
C <sub>2</sub>	35.01 ± 0.49	113.51 ± 15.17	304.09 ± 41.04	1.19 ± 0.42

#### 4. Conclusiones

Existe una relación inversa entre la densidad de la espuma (E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, E<sub>3</sub> y E<sub>4</sub>) y la cerámica (C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub>), a medida que aumenta la densidad de la espuma disminuye la de la cerámica, esto era de esperarse pues la espuma menos densa tiene mayor cantidad de espacios vacíos que son ocupados por barbotina en el momento de la absorción, y sinterizados en la cocción.

Los granos en las cerámicas aparecen con mayor definición y más resueltos en las muestras obtenidas con espumas cuyas paredes de los poros tienen mayor espesor en su orden C<sub>1</sub>, C<sub>3</sub>, C<sub>2</sub> y C<sub>4</sub>. Las muestras que tienen mayor densidad tienen granos de mayor tamaño, esto se observa al comparar C<sub>1</sub> con C<sub>4</sub> y C<sub>2</sub> con C<sub>3</sub> (ver figura 3).

Al comparar la Figura 1 y la 3, no se encuentra una relación aparente entre el tamaño y forma del poro de la espuma y el tamaño y forma del grano de cerámica, lo cual se debe a que en el proceso

de absorción de la barbotina por la espuma se produce una diferencia de presión que ocasiona que las paredes de los orificios en la espuma se deformen aumentando su tamaño y por lo tanto el tamaño del grano de la cerámica. La forma y tamaño del grano de la cerámica dependerá de la elasticidad de la espuma y de la diferencia de presión que se genera al interior de la espuma en el momento de la inmersión y absorción de la barbotina.

La densidad de las cerámicas es consecuencia inversa de la densidad de las espumas, como era de esperarse, ya que las espumas de menor densidad tienen mayor cantidad de espacios vacíos que son llenados con barbotina que producirán una cerámica de mayor densidad.

La porosidad de las cerámicas es debida a la espuma que, en el momento de ser sometida a cocción, se evapora dejando los poros en la cerámica. Estos no tienen una forma definida, son ranuras muy delgadas e intercomunicadas. En el proceso de absorción los poros de la espuma se llenan de barbotina y ocupan la mayor cantidad de volumen ocasionando que las paredes se hagan muy delgadas.

Al comparar la mayor densidad reportada para la cerámica porosa ( $C_1$ ) con la densidad de la cerámica maciza fabricada con la misma barbotina y la reportada para un ladrillo común ( $1900\text{kg/cm}^3$ ), se puede afirmar que  $C_1$  es un 19% menos densa con respecto al ladrillo y 10.67% respecto de la muestra maciza.

Sin confundir la densidad de las muestras con el porcentaje de porosidad presente en estas, el cual es la suma de la porosidad entre granos, que corresponde a la pared de los poros de la espuma y la presente en el interior del grano de arcilla sinterizada, se concluye que la resistencia mecánica a la flexión disminuye a medida que aumenta la porosidad. Por ahora no se ha podido establecer la relación entre estos parámetros, ya que influyen otros aspectos tales como el tamaño, forma y densidad de poro, así como también las fallas al interior del grano provocadas por la contracción de la cerámica en el proceso de secado y cocción.

#### Agradecimientos

Agradecemos al FINU - U.F.P.S por su apoyo para la realización de este proyecto, al CIMAC-U.F.P.S por el préstamo de sus instalaciones y equipos

#### Referencias

- [1] Standard Test Methods for Determining Average Grain Size ASTM E112 (1996).
- [2] V.J. Useche, *Propiedades termofísicas en polvos de arcillas rojas obtenidas por secado Spray-Dried*. Tesis de Maestría, Pamplona 2009.
- [3] ICONTEC, *Norma Técnica Colombiana NTC 4321-3. Método para determinar porosidad por absorción de agua en cerámicos*. 1998.
- [4] ICONTEC, *Norma Técnica Colombiana NTC 4321-4. Método de ensayo para determinar el módulo de rotura y la resistencia a la flexión*. 1997.

- [5] J.C. Anderson. *Ciencia de los materiales*, Limusa S.A. México, 2002. 365-368.
- [6] D.S. Rosa, V.R. Salvini, V. C. Pandolfelli, *Cerámica*, **52**, 2006, pp. 167-171.
- [7] J.M Benito, M.J Sánchez, P. Pena, M.A. Rodríguez, *Science-Direct*, **214**, 2007, pp. 91-101.
- [8] In-Kook Jun, Young\_HangKoh, Hyoun\_Ee Kim. *Materials-Letters*, **60**, 2006, pp. 878-882.
- [9] Peña Rodríguez G., Miranda A. y Santafe G. *Revista Colombiana de Física*, **40**, 2008.
- [10] Ya-FeiLiu, Xing-Qinliu, Gang Li, Guang-Ya o Meng. *Journal of Materials Science*, **36**, 2001, pp. 3687-3692.