Análisis mecánico en función de la densidad para el diseño de estructuras cerámicas celulares fabricadas con escoria de aluminio calcinada

Juan Camilo Buriticá Martinez

Programa de Ingeniería Mecánica

Departamento de Ingeniería Civil e Industrial

Facultad de Ingeniería y Ciencias

Pontificia Universidad Javeriana

Santiago de Cali, Colombia

2024

Análisis mecánico en función de la densidad para el diseño de estructuras cerámicas celulares fabricadas con escoria de aluminio calcinada

Juan Camilo Buriticá Martinez

Director:

Ph.D Mario Fernando Muñoz Vélez

Grupo de Investigación:

Ingeniería Sísmica y Materiales (SIGMA)

Programa de Ingeniería Mecánica

Departamento de Ingeniería Civil e Industrial

Facultad de Ingeniería y Ciencias

Pontificia Universidad Javeriana

Santiago de Cali, Colombia

2024

Resumen

En este trabajo se utilizó escoria de aluminio calcinada en la fabricación por réplica de tres cerámicas celulares de diferente densidad. A la escoria de aluminio se le hizo un proceso de molienda y tamizado, para luego mezclarla con pasta cerámica y obtener la materia prima para la fabricación de las cerámicas porosas. En el método de réplica se hizo uso de dos alternativas, impresión 3D y esponjas de poliuretano para crear las plantillas de sacrificio que formaron las cavidades internas de las cerámicas, resultando en tres estructuras de distinta densidad.

Cada una de las tres estructuras se caracterizó por microscopía electrónica de barrido. Los resultados expusieron a detalle las características físicas de la superficie de cada muestra, como su topografía y morfología.

Finalmente, se evaluaron las propiedades mecánicas a compresión de las cerámicas celulares. Se logro observar cómo influyen las distintas densidades en los resultados para cada muestra.

Abstract

In this work, calcined aluminum slag was used in the manufacture by replication of three cellular ceramics of different densities. The aluminum slag underwent a grinding and sieving process, and was then mixed with ceramic paste to obtain the raw material for the manufacture of porous ceramics. In the replication method, two alternatives were used, 3D printing and polyurethane sponges to create the sacrificial templates that formed the internal cavities of the ceramics, resulting in three structures of different density.

Each of the three structures was characterized by scanning electron microscopy. The results exposed in detail the physical characteristics of the surface of each sample, such as its topography and morphology.

Finally, the compressive mechanical properties of the cellular ceramics were evaluated. It was possible to observe how the different densities influence the results for each sample.

Agradecimientos

Al profesor Mario Fernando Muñoz Vélez, por su gran apoyo en la realización de este trabajo. Por creer en mí, en el proyecto y por enseñarme con ejemplo como ser un gran profesional.

A la profesora Sofía Catalina Henao Aguirre por la orientación brindada en los conceptos más importantes del desarrollo de un trabajo de grado.

A los profesores Mario Fernando González Ramírez y Adriana Gómez Gómez por fortalecer mi aprendizaje, reconocer mi desempeño y enseñarme a partir del dialogo como identificar las oportunidades de mejora del proyecto.

A mis compañeros de carrera Mariana Posso Molano y Alejandro Zapata Valdés por la colaboración brindada en el desarrollo de la formulación inicial para fabricar cerámicas celulares.

A los profesores Rubén Darío Aponte Reyes y Erlo Gerardo Travi Penna por brindarme el espacio y las herramientas necesarias para fabricar las cerámicas celulares.

A los ingenieros Bleider Johan Arizala y Victoria Eugenia Cerón Galvis por ayudarme con los diseños y ensayos de compresión.

Al ingeniero Erick Hernández Renjifo por su acompañamiento en la realización de los ensayos del SEM.

Contenido

Pág.

Resumen ..... **III**

Abstract ..... **V**

Agradecimientos ..... **VI**

Lista de figuras ..... **X**

Lista de Tablas ..... **XII**

1. Introducción **1**

2. Marco teórico **3**

2.1 Cerámicas celulares 3

2.1.1 Estructuras 3

2.1.2 Fabricación 3

2.1.3 Propiedades 4

2.1.4 Aplicaciones 5

2.2 Fabricación de aluminio 5

2.3 Escoria de aluminio 5

2.3.1 Tipos de escoria 6

2.4 Calcinación 7

3. Estado del arte **8**

3.1 Escoria de aluminio calcinada como sustituto parcial del cemento. 8

3.2 Caracterización de la flogopita para el procesamiento de filtros cerámicos porosos 8

3.3 Preparación de espumas cerámicas de Al_2O_3 y ZrO_2 / Y_2O_3 por medio del método de replica 9

3.4 Proceso para fabricar un gradiente de porosidad jerárquica en espumas a base de diatomita en impresión 3D 10

4. Planteamiento del problema **13**

5. Justificación **13**

6. Objetivos **14**

6.1 Objetivo general 14
6.2 Objetivos específicos. 14

7. Materiales y métodos 15
7.1 Formulación de cerámicas celulares a partir de la evaluación de componentes y proporciones 15
7.1.1 Ajuste de composición de mezcla para la obtención de cerámicas celulares 18
7.2 Preparación de materia prima 19
7.3 Molienda 19
7.4 Tamizado 21
7.4.1 Tamaño de partícula 22
7.5 Selección de estructuras para plantillas de sacrificio 22
7.5.1 Bases de datos 22
7.5.1.1 Alternativa 1 23
7.5.1.2 Alternativa 2 23
7.5.1.3 Alternativa 3 23
7.5.1.4 Alternativa 4 24
7.5.1.5 Alternativa 5 24
7.5.1.6 Alternativa 6 25
7.5.1.7 Alternativa 7 25
7.5.1.8 Alternativa 8 25
7.5.1.9 Alternativa 9 26
7.5.1.10 Alternativa 10 26
7.5.2 Matriz de selección 27
7.5.2.1 Criterios 27
7.5.2.1.1 Criterio 1 27
7.5.2.1.2 Criterio 2 28
7.5.2.1.3 Criterio 3 28
7.5.2.1.4 Criterio 4 28
7.6 Diseño de estructuras 29
7.6.1 Piezas 29
7.6.2 Moldes 32
7.7 Sinterización de moldes 34
7.8 Segundo ajuste de composición de mezcla para la obtención de cerámicas celulares 35
7.9 Configuración estructural 36
7.10 Fabricación final 36
7.11 Ensayo de compresión 37

8. Resultados y discusión 39
8.1 Resultados primera prueba 39
8.2 Observaciones de la segunda prueba 39
8.3 Resultados de la granulometría 42
8.4 Selección de estructuras 43
8.5 Pruebas de Impresión 3D 43
8.6 Fabricación moldes 44
8.7 Resultados Sinterización de moldes 46
8.8 Resultados del segundo ajuste de composición de mezcla 48
8.9 Análisis mecánico 49

8.10 Análisis de SEM..... 51

9. Conclusiones.....53

10. Bibliografía 54

11. Anexos 57

Lista de figuras

Pág.

Figura 2.1: Tipos de escoria [12]..... 6
Figura 3.1: Configuraciones geométricas para plantillas, creadas con impresión 3D [6].. 11
Figura 7.1: Configuración de los cilindros usados en la molienda. 16
Figura 7.2: Mezcla de escoria de aluminio calcinada y sin calcinar. 16
Figura 7.3: Impregnación de la esponja en la suspensión cerámica. 17
Figura 7.4: Ciclo termino de dos ramplas 18
Figura 7.5: Escorias pulverizadas sin clasificar..... 20
Figura 7.6: Escoria sin clasificar, 3,000 g de cantidad. 20
Figura 7.7: Configuración de cilindros en el micro-deval. 20
Figura 7.8: Proceso de molienda. a) Cantidad inicial, b) Molienda, c) Cantidad final. 21
Figura 7.9: Tamizadora utilizada para la separación granulométrica..... 22
Figura 7.10: Estructura Scaffold [25]. 23
Figura 7.11: Estructura Hexagonal [25]. 23
Figura 7.12: Estructura S-S [25]..... 24
Figura 7.13: Estructura Cubic [26]. 24
Figura 7.14: Estructura Body-centered [26]. 24
Figura 7.15: Estructura Body-centered cubic Al_2O_3 ceramic green body [27]. 25
Figura 7.16: Estructura Body-centered cubic Al_2O_3 ceramic green body #2 [27]. 25
Figura 7.17: Estructura Hexahedron [28]. 26
Figura 7.18: Estructura Tetragonal unit cell [29]. C) Sección transversa triangular, D) Sección transversal circular. 26
Figura 7.19: Pieza 1. Modificaciones del diseño..... 29
Figura 7.20: Pieza 2. Modificaciones del diseño..... 30
Figura 7.21: Pieza 3. Modificaciones del diseño..... 31
Figura 7.22: Moldes primeras versiones: a) Molde pieza 1 b) Molde pieza 2 c) Molde pieza 3. 32
Figura 7.23: Moldes segunda versión: a) Molde pieza 2 b) Molde pieza 3. 32
Figura 7.24: Moldes tercera versión: a) Molde pieza 1 b) Molde pieza 2 c) Molde pieza 3. 33
Figura 7.25: Moldes cuarta versión: a) Molde pieza 1 b) Molde pieza 2 c) Molde pieza 3. 33
Figura 7.26: Molde pieza 2, quinta versión. 34

Figura 7.27: Nuevo ciclo térmico para moldes de impresión 3D. 34
Figura 7.28: Fabricación final: a) Corte de $1\ in3$ para las tres densidades. b) Impregnación. c) sinterización. 37
Figura 7.29: Ensayo de compresión: a) Cubo en compresión. b) Fractura frágil. 38
Figura 8.1: Resultado de la primera prueba. 39
Figura 8.2 Resultados de la formulación 1. 40
Figura 8.3: Comparación de las mezclas iniciales de las formulaciones 1,2 y 3. 41
Figura 8.4: Esponjas impregnadas formulación 1. 42
Figura 8.5: Cubos cerámicos resultantes formulación 1. 42
Figura 8.6: Impresión en resina del Molde para pieza 2. 44
Figura 8.7: Moldes impresos en PLA. 44
Figura 8.8: Moldes primera y segunda versión secándose a temperatura ambiente. 45
Figura 8.9: Moldes tercera versión secándose a temperatura ambiente. 45
Figura 8.10: Moldes cuarta versión secándose a temperatura ambiente. 45
Figura 8.11: Molde pieza 2, quinta versión secándose a temperatura ambiente. 46
Figura 8.12: Resultados de sinterización moldes de impresión 3D: a) Molde pieza 2 primera versión. b) y c) Molde pieza 3 tercera versión. d) Molde pieza 2 cuarta versión. c) Molde pieza 2 quinta versión. 47
Figura 8.13: Nueva obtención de cerámicas celulares: a) Esponjas impregnadas. b) Cerámicas después de la sinterización. 49
Figura 8.14: Resistencia a la compresión en función de la densidad. 50
Figura 8.15: Imágenes SEM campo amplio: a) D20-73x. b) D26-63x. c) D30-64x. 51
Figura 8.16: Imágenes SEM poros: a) D20-300x. b) D26-300x. c) D26-500x. 52

Lista de Tablas

Tabla 7.1: Cantidades para los materiales sólidos. 15
Tabla 7.2: Cantidades iniciales para los materiales líquidos. 16
Tabla 7.3: Cantidades específicas de las diferentes formulaciones en la segunda prueba. 19
Tabla 7.4: Relación entre la resistencia a la compresión y densidad relativa. 28
Tabla 7.5: Cantidades específicas de las diferentes formulaciones en el segundo ajuste. 35
Tabla 8.1: Modificaciones a las condiciones iniciales de las formulaciones 1,2 y 3 en el proceso de impregnación de las espumas. 40
Tabla 8.2: Resultados de la granulometría. 42
Tabla 8.3: Vectores finales de decisión. 43

1. Introducción

El aluminio es uno de los metales más usados en todo el mundo, tiene un papel crucial en el sector de la construcción, el trasporte y las comunicaciones; además de ser usado en industrias de fabricación de diversos productos, como elementos de cocina, equipos electrónicos y envases de comida [1]. Anualmente, el sector del aluminio genera más de 1100 millones de toneladas de emisiones de carbono; lo que representa el dos por ciento de todas las emisiones de carbono derivadas de las actividades humanas. Adicionalmente, más del 90% de las emisiones de la industria del aluminio se deben a los procesos de producción primaria [2]. Uno de los principales subproductos de la fundición de aluminio es la escoria de aluminio que es un residuo [3]. Este tipo de desperdicios acaban en los rellenos sanitarios y generan problemas medioambientales en el aire y el ambiente subterráneo [4].

Por otra parte, las cerámicas celulares son un tipo específico de materiales que poseen un alto grado de porosidad, normalmente superior al 60% del volumen total. Se caracterizan por la presencia de una "célula", que se refiere a un espacio vacío sellado definido por caras y bordes sólidos. Estas caras pueden ser completamente sólidas o estar vacías, lo que da lugar a un material de célula cerrada o de célula abierta, respectivamente. Algunas cerámicas celulares pueden contener poros en las paredes celulares, o poseer una morfología mixta con células cerradas y abiertas. Además, las células pueden presentar variaciones regulares, aleatorias o graduales de tamaño, forma y distribución, lo que puede dar lugar a un amplio espectro de morfologías que pueden poseer los materiales celulares

[5]. Así mismo, existen diversos métodos de fabricación para las cerámicas celulares, así como diversos materiales para su construcción.

Estudios preliminares han explorado distintas formas de fabricar estos materiales, y han encontrado una manera de integrar la manufactura aditiva en el método de fabricación por réplica y conseguir distintos resultados dependiendo del diseño de cada caso [6]. Además, estudios recientes han obtenido alúmina espinela mediante el proceso de calcinación de la escoria de aluminio [7]. La alúmina es uno de los muchos materiales que se puede usar para la fabricación de las cerámicas celulares [5].

Por lo tanto, y basado en todo lo anterior, se busca fabricar cerámicas celulares a partir de la escoria de aluminio calcinada con el fin de contribuir a mitigar la contaminación medioambiental procedente de la producción de aluminio.

2. Marco teórico

2.1 Cerámicas celulares

Los materiales porosos son medios heterogéneos, con microestructuras únicas. Las cerámicas celulares son un tipo de materiales cerámicos que se caracterizan principalmente por esa porosidad. Estos materiales relacionan características geométricas y topológicas de la estructura con las propiedades intrínsecas de las cerámicas [8].

2.1.1 Estructuras

Los materiales cerámicos porosos se pueden clasificar por el tipo de célula que posea, existen células abiertas y células cerradas. Estas estructuras se pueden obtener según el tipo de fabricación que se use [5]. Por ejemplo, en la fabricación del método de réplica la estructura resultante de la cerámica celular coincide con la estructura de la esponja polimérica, un conjunto aleatorio de varias células abiertas [9]. La estructura de la espuma polimérica, conformada por poros de distintos tamaños, juega un papel crucial en la determinación de las propiedades del componente final, como su densidad y su permeabilidad [10].

2.1.2 Fabricación

La funcionalidad de una cerámica porosa depende mucho de su estructura, que es resultado de las materias primas que se utilicen para su fabricación [8]; los más típicos incluyen materiales cristalinos inorgánicos como el carburo de silicio, la alúmina, la circonia, la cordierita o la mullita, pero también el vidrio de silicato y el carbono, así como el hormigón [5]. Existen diferentes métodos para crear una cerámica celular:

- Replicación de una plantilla de espuma de sacrificio.
- Espumado directo.

Actualmente, la técnica de replicación es el método industrial más utilizado para producir espumas cerámicas. El proceso consiste en saturar una esponja polimérica maleable (poliuretano) con pasta cerámica (barbotina), luego se elimina cualquier excedente mediante compresión o fuerza centrífuga, después se seca antes de someterla a una etapa de calcinación que degrada térmicamente a la plantilla polimérica y se sinteriza el material cerámico. Este proceso es capaz de producir únicamente espumas de célula abierta [2].

El proceso de espumado directo consiste en crear burbujas en una pasta líquida que contiene polvos cerámicos o una solución precursora de la cerámica. Así se genera una espuma que debe solidificarse para conservar su estructura porosa antes de someterse a la sinterización a alta temperatura. A diferencia del método de réplica, el espumado directo permite producir tanto espumas de célula cerrada como de célula abierta [5].

2.1.3 Propiedades

Debido a su estructura las cerámicas celulares presentan una combinación única de propiedades tales como alta porosidad, alta resistencia a la corrosión, alta resistencia al choque térmico, alta resistencia específica, alta tortuosidad de flujo, baja conductividad térmica, baja constante dieléctrica, baja densidad y resistencia al desgaste. Es un conjunto distintivo de cualidades cruciales para una variada gama de aplicaciones de ingeniería. Pero todas estas propiedades son generales ya que el resultado final de una cerámica depende mucho de su fabricación. Por ejemplo, las ventajas químicas usualmente dependen más de la pureza de los materiales con los que se fabriquen, mientras que características como la porosidad y la densidad influyen en el resultado de la resistencia a la compresión y la conductividad térmica [10], [8].

2.1.4 Aplicaciones

Las aplicaciones de las cerámicas porosas se clasifican acorde a sus propiedades y presentaciones estructurales, es por esto por lo que sus campos de aplicación son amplios, algunos de ellos son la ingeniería biomédica, la energía, la industria aeroespacial y la construcción [8]; otras aplicaciones típicas y novedosas son para la filtración de metales fundidos o de partículas de gases de escape y soportes de catalizadores [5].

2.2 Fabricación de aluminio

La corteza terrestre contiene una cantidad considerable de aluminio (Al, por su símbolo químico), es el tercer elemento más abundante, también es el más abundante entre los elementos metálicos y, en las últimas décadas, su uso en la industria se ha mantenido segundo después del hierro. La fabricación de aluminio corresponde a dos métodos de obtención, el aluminio primario, donde normalmente se necesitan cuatro toneladas de bauxita deshidratada para crear dos toneladas de alúmina, con la que se puede extraer una tonelada de aluminio; y el aluminio secundario, que consiste en el reciclaje pues en este caso el metal se recupera de material posconsumo, solo necesita el 5% de la energía total necesaria para extraer la misma cantidad del aluminio primario [11].

2.3 Escoria de aluminio

La escoria de aluminio es un residuo que se forma durante la oxidación superficial del aluminio fundido. Cuando el aluminio se calienta hasta su punto de fusión y se expone al aire, ocurre una reacción química entre el metal líquido y el oxígeno de la atmósfera, dependiendo de la aleación, dicha reacción forma distintos óxidos y nitruros, entre ellos el óxido de aluminio (Al_2O_3), esta capa de oxido que queda en la superficie del aluminio fundido y es lo que se conoce como escoria de aluminio. Dependiendo del tipo de aleación que se esté fundiendo, las instalaciones en que se trabaje y el tipo de práctica de laboratorio que se realice, las cantidades y la composición de este residuo pueden variar, pero por lo general representan un 4% de la producción total de aluminio primario. La escoria de la

industria primaria se compone principalmente de aluminio metálico, óxido de aluminio, nitruros y otros óxidos [3], [12].

2.3.1 Tipos de escoria

El desescoriado en las fundiciones consiste en separar las escorias o residuos del metal. En el caso del aluminio, existen tres tipos de escoria; la escoria blanca, la escoria negra y el saltcake como se puede observar en la Figura 2.1. La escoria blanca proviene del sector primario y no contiene elementos desescoriantes, que son compuestos añadidos durante el proceso de fundición para ayudar a separar la escoria del metal puro. Por lo tanto, es más fácil separar una mayor cantidad de aluminio de la escoria blanca que de su contraparte, la escoria negra del sector secundario, que sí contiene elementos desescoriantes. Como resultado, se recupera menos aluminio de la escoria negra. Cuando se reciclan la escoria blanca y la negra, se produce el saltcake, que contiene menores cantidades de aluminio que los otros dos tipos de escoria [3], [12].

Escorias de Fundición Aluminio

Escorias negras de Fundición

Figura 2.1: Tipos de escoria [12]

2.4 Calcinación

La calcinación es el proceso de someter un material a altas temperaturas, lo que puede provocar un cambio en sus propiedades químicas o físicas, o incluso en su estado de la materia, a través de la descomposición térmica [7]

3. Estado del arte

A continuación, se expondrán trabajos de investigación relacionados con la escoria de aluminio, así como de cerámicas celulares.

3.1 Escoria de aluminio calcinada como sustituto parcial del cemento.

Orozco Erazo y Vega Báez estudiaron el efecto del tamaño de partícula de escoria de aluminio calcinada como remplazo parcial de cemento en las propiedades mecánicas de morteros; realizaron ensayos de compresión y de tensión para diferentes probetas, en las pruebas de compresión evidenciaron que la disminución del tamaño de partícula mejora la resistencia a la compresión de los morteros, y que la calcinación mejora la resistencia a la compresión en todos los tamaños de partícula con relación a las muestras que estaban sin calcinar. Para los ensayos de flexión la calcinación dio resultados positivos con respecto al mortero de referencia. También llevaron a cabo diferentes pruebas de laboratorio para caracterizar el material, las cuales incluían difracción de rayos X, en las cuales encontraron que las muestras calcinadas están compuestas únicamente por alúmina y espinelio. La escoria sustituyó el 5% del cemento en la mezcla unos 0,121 kg aproximadamente [7].

3.2 Caracterización de la flogopita para el procesamiento de filtros cerámicos porosos

En este estudio realizado en la Universidad Federal de Itajubá, en Brasil, se fabricaron filtros cerámicos porosos usando como materia prima flogopita procesada e implementado el método de esponja polimérica (MEP), para obtener una estructura porosa de cavidades interconectada, con una distribución del tamaño del poro en un intervalo de 0,25mm y

0,40mm. También caracterizaron la flogopita mediante difracción de rayos X, de este análisis fue posible identificar las fases cristalinas. Utilizaron el método de inmersión para determinar la porosidad aparente (PA) de 92% a 95% y la densidad aparente (DA) entre 0,12 y 0,25 $g.cm^{-3}$ [13].

3.3 Preparación de espumas cerámicas de Al_2O_3 y ZrO_2 / Y_2O_3 por medio del método de replica

Alvarado Pinzón llevó a cabo una investigación para examinar cómo influyen los distintos factores del proceso de fabricación de espumas cerámicas en la suspensión cerámica precursora. El estudio se centró en las variables de formulación y su influencia colectiva en la suspensión cerámica utilizada en la producción de espumas. Se empleó la reología como medio para caracterizar las espumas cerámicas durante la etapa de impregnación. La experimentación se realizó empleando cantidades específicas de materias primas tales como polvo cerámico (Zirconia, Alúmina); 3 aglomerantes (WB4001, WB43B01, PVA); 3 dispersantes (Ds001, Ds009, Darvan C-N); 3 medios (agua, alcohol isopropílico, etanol), también se evalúo la consecuencia del uso de anti-espumante y regulador de ph. En el experimento se sumergieron en las suspensiones espumas de poliuretano con una densidad de poros de 20 poros por pulgada (ppi) y se comprimieron para eliminar cualquier exceso de material. Para evaluar sus propiedades, realizó pruebas de caracterización reológica con un reómetro de discos paralelos, midiendo la tensión frente a la velocidad de cizallamiento. Los resultados indican que la concentración óptima de sólidos para lograr el comportamiento deseado de pseudo-plasticidad y tixotropía se situaron entre el 75-80% en peso para la circonia y el 60-65% en peso para la alúmina. El agua se identificó como el medio más eficaz para fluidificar la suspensión manteniendo su adherencia a la espuma de poliuretano. Además, un regulador del pH a una concentración del 0,8% en peso facilitó la impregnación completa del precursor orgánico [14].

3.4 Proceso para fabricar un gradiente de porosidad jerárquica en espumas a base de diatomita en impresión 3D

La principal característica del estudio realizado por los investigadores Capasso *et al* [6] es la implementación de la manufactura aditiva, mejor conocido como impresión 3D, para crear plantillas específicas como se ve en Figura 3.1, en las que se usó un material a base de diatomita. Los autores lo consideran una novedad, pues de esta manera se pueden crear diversas estructuras geométricas para los materiales cerámicos porosos. Esta plantilla actúa como molde desechable y, después de varios procesos establecidos en este estudio, el resultado final es una cerámica con una forma aproximada al modelo 3D aplicado. Después de realizar esto, el estudio se centra en analizar la estructura resultante mediante difracción de rayos X para comprobar la influencia de las plantillas sacrificiales en la composición mineralógica de la matriz. Y se encontraron que la composición mineralógica de la espuma a base de diatomita no se ve afectada en absoluto por la adición de la plantilla y el posterior proceso de eliminación. Las principales fases cristalinas presentes, de hecho, resultaron ser las mismas en ambos espectros y, en consecuencia, no es posible identificar ningún otro pico nuevo relacionado con una mineralogía potencial de fases mineralógicas debido a la posible interacción entre la plantilla polimérica y la matriz cerámica. Además, la porosidad de las espumas hechas de diatomita se examinó mediante análisis de adsorción de nitrógeno y porosimetría de intrusión de mercurio. Los resultados experimentales confirmaron la existencia de diversas estructuras porosas que abarcan múltiples escalas, dando como resultado sistemas complejos con niveles jerárquicos de porosidad. La presencia de porosidad con dimensiones variables tiene un impacto significativo en las propiedades mecánicas generales de las espumas macroporosas a base de diatomita.

Figura 3.1: Configuraciones geométricas para plantillas, creadas con impresión 3D [6].

4. Planteamiento del problema

Generalmente, en la industria se generan desperdicios en los procesos de manufactura y construcción cuando se trabaja con aluminio; un ejemplo es su escoria, la cual es uno de los principales residuos industriales en el proceso de fundición, y se ubica en la familia de desechos sólidos peligrosos [15]. Según la encuesta ambiental industrial (EAI) 2020 otorgada por el DANE, se generaron alrededor de 700 mil de toneladas de residuos sólidos incluyendo los metálicos [16]. Estos desperdicios acaban en los basureros y provocan la denominada contaminación del suelo por metales pesados, la cual genera problemas medioambientales en el aire y el ambiente subterráneo [4].

Los rellenos sanitarios son una técnica para la disposición de residuos sólidos en el suelo; cuando un vertedero es controlado, garantiza una correcta impermeabilización en las paredes del terreno en que se ubica, así como una organización responsable y adecuada de los tubos de lixiviados. Esto lo establecen diferentes normativas como la ISO1 4001 y la US (EPA) que buscan garantizar la protección de la salud humana y del medio ambiente [17]. Sin embargo, esto no se cumple siempre, sobre todo en países en vía de desarrollo, donde los lixiviados de estos basureros actúan como reactivos químicos. Cuando el aluminio enterrado reacciona con aguas cuyo PH es alto, la reacción resultante es altamente exotérmica, liberando calor, lo cual desencadena grandes cantidades de gases potencialmente tóxicos con olores nocivos como el amoníaco [18], [19]. Esta reacción es una de las razones por la cual este residuo se ha clasificado como material peligroso y como una de las fuentes más importantes de gases de efecto invernadero en el mundo [17], [20].

En cuanto a los materiales cerámicos porosos, estos destacan sobre los polímeros o metales, cuando se usan en ambientes químicamente agresivos, o de muy altas

temperaturas, sin embargo, las cerámicas son propensas a fallas catastróficas sin una deformación visible previa, debido a su baja tenacidad a la fractura [5]. Las preguntas de investigación son ¿Es posible usar la escoria de aluminio calcinada como materia prima en la fabricación de cerámicas celulares? y ¿Cómo influye la densidad de cerámicas celulares fabricadas a partir de escoria de aluminio calcinada en las propiedades mecánicas especificas del material?

5. Justificación

Se ha evidenciado que la problemática medioambiental de los vertederos despierta el interés más que todo de las grandes ciudades donde la cantidad de desechos por día es mayor [21]. Por lo tanto, es un tema pertinente en las acciones para mitigar el problema de los lixiviados; es decir, que si es relevante para la sociedad; [21] una forma de afrontar esta problemática medioambiental es reutilizar la escoria de aluminio para que deje de ser un desecho potencialmente contaminante, y sea una alternativa como materia prima que logre darle un tipo de utilidad en otro proceso. Como objeto de estudio se plantea usar la escoria de aluminio calcinada (alúmina-espinela) [7], para fabricar materiales cerámicos porosos (también conocidos como cerámicas celulares), llamados así por las múltiples cavidades que poseen tanto en su interior como en su superficie. Estos materiales cuentan con grandes ventajas por su baja densidad y resistencia a altas temperaturas [18].

Este análisis presenta un aporte significativo, aunque no ofrece una solución definitiva al problema de los vertederos. Sin embargo, este estudio tiene un valor teórico considerable, ya que contribuye en gran medida al conjunto existente de conocimientos e investigaciones sobre la escoria de aluminio. En este caso, con la utilización de escoria calcinada en la fabricación de los materiales cerámicos porosos. La información obtenida puede llevar al desarrollo de teorías e hipótesis con base en los resultados que se obtengan después de realizar pruebas de laboratorio para determinar propiedades mecánicas específicas, con base a la estructura morfológica de cerámicas celulares fabricadas a partir de escoria de aluminio calcinada. Y es que los materiales cerámicos porosos también tienen desventajas. La deficiencia más importante y típica de la cerámica es que no puede controlarse de forma muy eficaz adaptando la microestructura, esto se debe a su fragilidad o baja resistencia a la fractura. Existen métodos prácticos para mejorar este aspecto, pero a costa de perder la baja densidad del material [8].

6. Objetivos

6.1 Objetivo general

Evaluar la influencia de la densidad en las propiedades a compresión de estructuras cerámicas celulares fabricados con escoria de aluminio calcinada.

6.2 Objetivos específicos.

- Evaluar la viabilidad de obtener estructuras celulares con diferentes plantillas de sacrificio para el diseño de las cavidades de la cerámica celular.
- Producir cerámicas celulares a partir de escoria de aluminio calcinada mediante el método de réplica haciendo uso de las estructuras seleccionadas.
- Analizar la morfología de las cerámicas celulares mediante microscopia electrónica de barrido.
- Evaluar las propiedades mecánicas a compresión de las diferentes cerámicas celulares fabricadas.

7. Materiales y métodos

7.1 Formulación de cerámicas celulares a partir de la evaluación de componentes y proporciones

Se realizó una primera prueba con el fin de encontrar los componentes más adecuados para preparar una pasta cerámica funcional. Los materiales iniciales fueron esponja de poliuretano, carboximetilcelulosa, aceite de ricino, propilenglicol, alginato de sodio y alcohol isopropílico, las cantidades especificas se muestran en la Tabla 7.1 y la Tabla 7.2.

La escoria de aluminio utilizada en este primer ensayo fue otorgada por el laboratorio de mezclas de la universidad Javeriana Cali misma que usaron Orozco Erazo y Vega Báez [7], se usaron dos tipos, una calcinada compuesta de alúmina (Al_2O_3) y espinelio ($MgAl_2O_4$), otra sin calcinar compuesta por AlN, $Al(OH)_3$, $MgAl_2O_4$, Al_2O_3 y Al; ambas con un menor tamaño de partícula, pero no estaba específicamente determinado.

La selección de estos materiales, así como el método de preparación fue inspirado del trabajo de Alvarado Pinzón [14] y Herrera Almanza [22]. Con la diferencia de que gran parte del método se adecuó para crear una mezcla similar con materiales más fáciles de encontrar, como los que ya se mencionaron. De esta manera se trabajó con 74,75% de contenido de sólidos, de los cuales un 98,2% era escoria de aluminio. Es decir, se creó dos mezclas de 83,7 g. Una para cada tipo de escoria.

Carboximetilcelulosa	1 g
Alginato de sodio	0,5 g
Escoria de aluminio	82,2 g

Tabla 7.1: Cantidades para los materiales sólidos.

Aceite de ricino	0,6 ml

Propilenglicol	0,8 ml
Alcohol isopropílico	26,86 ml

Tabla 7.2: Cantidades iniciales para los materiales líquidos.

El primer paso fue mezclar todos los sólidos. Haciendo uso del micro-deval AG-511 DPX por una hora. En la Figura 7.1 se muestra la configuración de los cilindros usadas en la molienda.

Figura 7.1: Configuración de los cilindros usados en la molienda.

El siguiente paso fue agregar los líquidos y revolver en cada una de las mezclas. Como se puede ver en la Figura 7.2 la escoria calcinada tiene un color más claro que su contraparte la escoria sin calcinar.

Figura 7.2: Mezcla de escoria de aluminio calcinada y sin calcinar.

La esponja de poliuretano contiene una gran cantidad de células abiertas que se conectan entre sí de manera continua en su interior, lo que facilita el libre flujo de la pasta cerámica de una célula a otra [9]. En este caso se cortó en varios cubos de aproximadamente $1\ in^3$, (ver Figura 7.3), cada cubo se impregnó con la mezcla, hasta estar bien cubierto.

Figura 7.3: Impregnación de la esponja en la suspensión cerámica.

Este proceso fue de los más importantes, se notó que la mezcla con las condiciones iniciales no era suficientemente líquida para permitir que se adhiera la mezcla a la esponja, además el uso del alcohol tendía al no control de los parámetros iniciales definidos porque se evaporaba muy rápido. También se evidenció que a menor tamaño de partícula de la escoria de aluminio se mejora la homogenización de la mezcla.

En total se impregnaron cinco cubos con la mezcla de escoria de aluminio sin calcinar y nueve con la escoria de aluminio ya calcinada. Se dejaron secar a temperatura ambiente por una semana.

El último paso, es colocar los cubos en la mufla Terrigeno. Esta mufla se programó de la siguiente manera (ver Figura 7.4).

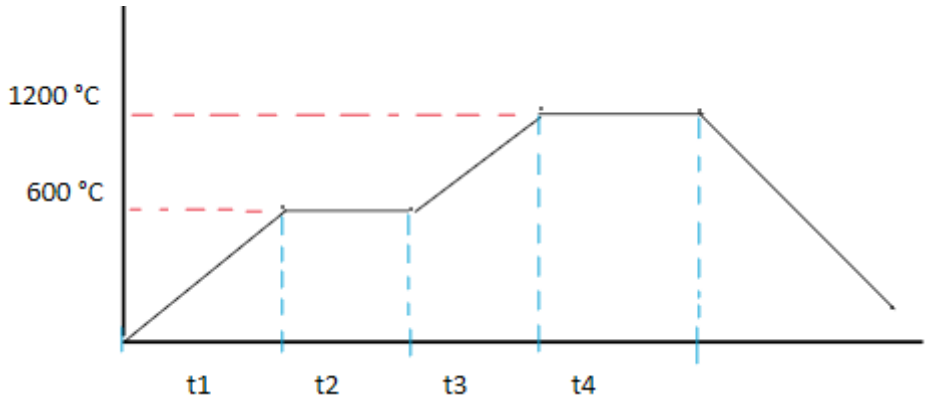

Figura 7.4: Ciclo termino de dos ramplas

Inicialmente el horno sube de la temperatura ambiente a una temperatura de $600°C$ en un tiempo $t1 = 10\ horas$ y luego se mantiene a esa temperatura por un tiempo $t2 = 1\ hora$. Después vuelve a incrementar la temperatura hasta los $1200°C$ en un tiempo $t3 = 4.3\ horas$ y se mantiene por un tiempo $t4 = 1\ hora$. Finalmente, el ciclo termina y la temperatura empieza a bajar lentamente. El resultado de esta primera prueba fue el siguiente (ver Figura 8.1).

7.1.1 Ajuste de composición de mezcla para la obtención de cerámicas celulares

Después de obtener los resultados del primer intento, se aplicaron una serie de cambios para reformular los ingredientes. Según las investigaciones de Arreygue Cortés [23], la implementación de caolín en conjunto con la escoria de aluminio funciona como ligante y el uso de agua desionizada con ácido nítrico, actúa como agente dispersante.

De esta manera para el segundo intento se realizaron tres diferentes formulaciones, variando el contenido de los sólidos. Además, cada una se preparó con base en una solución acuosa de 201 ml con un 0.5% de ácido nítrico.

Formulación 1	Al_2O_3	26,25 g
	Caolín	3,76 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 2	Al_2O_3	26,25 g
	Carboximetilcelulosa	3,76 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml

Formulación 3	Al_2O_3	29,55 g
	Carboximetilcelulosa	0,3 g
	Alginato de sodio	0,15 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml

Tabla 7.3: Cantidades específicas de las diferentes formulaciones en la segunda prueba.

Se desarrollaron las formulaciones procurando mantener en cada una de ellas un 60% de contenido de sólidos con un 40% de contenido de líquidos. El proceso de impregnación y sinterización fue el mismo que se usó en la primera prueba.

7.2 Preparación de materia prima

Conociendo la fórmula que dio mejor resultado en las pruebas preliminares de la fabricación de las cerámicas (ver Figura 8.5). El siguiente paso fue adquirir material suficiente para todas las pruebas que se ejecutaron después.

7.3 Molienda

Se adquirieron tres tipos de escoria de aluminio pulverizada y calcinada a 1100 °C durante cuatro horas [24], pero se encontraban sin clasificar su tamaño de partícula (ver Figura 7.5). La primera tarea que se realizo fue tomar 1,000 g de cada una de ellas para mezclarlas y obtener una sola cantidad homogénea (ver Figura 7.6).

Se utilizaron todos los cilindros disponibles para trabajar en el micro-deval, 24 en total (ver Figura 7.7). La mezcla homogénea se dividió en cantidades de 300 g y a cada una se le realizo una molienda de 30 minutos, con el objetivo de obtener una mayor cantidad de escoria fina (ver Figura 7.8).

Figura 7.5: Escorias pulverizadas sin clasificar.

Figura 7.6: Escoria sin clasificar, 3,000 g de cantidad.

Figura 7.7: Configuración de cilindros en el micro-deval.

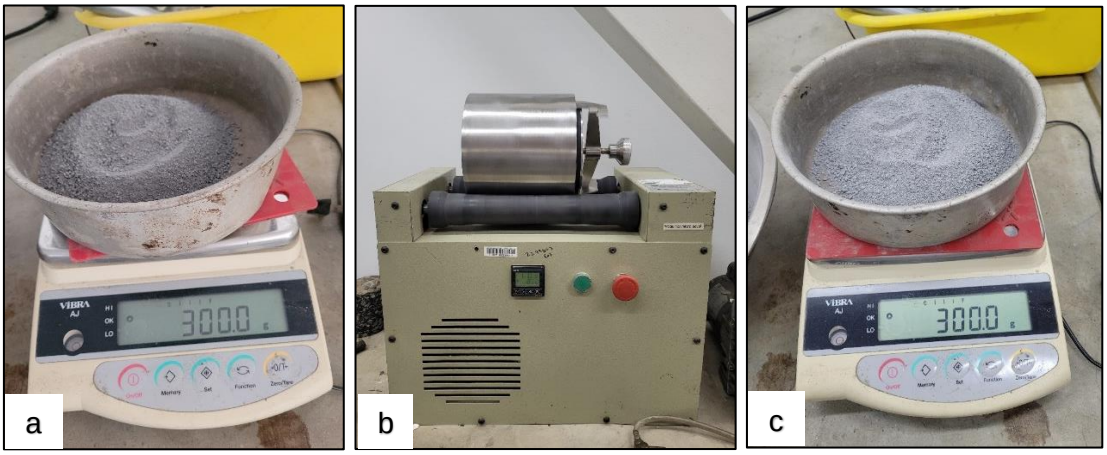

Figura 7.8: Proceso de molienda. a) Cantidad inicial, b) Molienda, c) Cantidad final.

7.4 Tamizado

Después de realizar la molienda se hizo una separación granulométrica.

Las mallas utilizadas en esta tarea fueron las siguientes:

- Malla número 50 (apertura 300 µm)
- Malla número 100 (apertura 150 µm)
- Malla número 200 (apertura 75 µm)

En todos los ensayos se tomaron las cantidades finales del proceso de molienda (ver Figura 7.8) y se depositaban de a 300 g en la tamizadora por tiempos de 15 minutos (ver Figura 7.9).

Figura 7.9: Tamizadora utilizada para la separación granulométrica.

Todas las cantidades que no pasaban la primera malla (malla 50) se reprocesaban nuevamente en la molienda, pero no lograban recudir significativamente su tamaño de partícula. Las otras cantidades se separaron en bolsas plásticas específicamente demarcadas.

7.4.1 Tamaño de partícula

Para obtener un mejor resultado en el proceso de impregnación se necesita de un menor tamaño de partícula en la escoria de aluminio (ver Figura 7.3). Además, el contacto superficial requerido en el proceso de sinterización se mejora al reducir el tamaño de partícula. Es por ello por lo que se decidió utilizar solo los 702.4 g (ver Tabla 8.2) que pasaron la malla 200 (apertura 75 µm), para la fabricación todas las cerámicas construidas en este trabajo.

7.5 Selección de estructuras para plantillas de sacrificio

7.5.1 Bases de datos

Primero se realizó una búsqueda en las bases de datos de la universidad, para encontrar diferentes artículos relacionados con el diseño de cerámicas celulares fabricadas mediante impresión 3D, se buscó que los diseños tuvieran conexión con ensayos de compresión y

análisis morfológicos. Al finalizar la búsqueda se obtuvieron cinco artículos de los cuales surgieron diez alternativas que fueron evaluadas para seleccionar los tres mejores diseños.

7.5.1.1 Alternativa 1

La primera alternativa es un diseño fabricado en SiOC, se basa en una distribución ordenada de cilindros, que se acomodan uno encima del otro, recibe el nombre de "Scaffold" (ver Figura 7.10), tiene una densidad relativa de 49,88% y una resistencia a la compresión en un rango de [5,6 - 154,66] MPa.

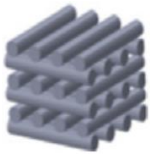

Figura 7.10: Estructura Scaffold [25].

7.5.1.2 Alternativa 2

El nombre de esta alternativa es: "Hexagonal" (ver Figura 7.11), fabricado en SiOC. La principal diferencia de este diseño es que cada celda de este tiene forma de hexágono, tiene una densidad relativa del 80% y una resistencia a la compresión de 163 MPa.

Figura 7.11: Estructura Hexagonal [25].

7.5.1.3 Alternativa 3

La tercera alternativa se denomina "S-S" (ver Figura 7.12), fabricado en AIN. Su diseño es una fusión de paredes rectangulares de igual espesor cada una que se conectan dejando áreas cuadradas de espacios vacíos. Tiene una densidad relativa del 55% y una resistencia a la compresión de al menos 53 MPa.

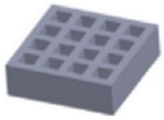

Figura 7.12: Estructura S-S [25].

7.5.1.4 Alternativa 4

La cuarta alternativa es "Cubic" (ver Figura 7.13), fabricado en Al_2O_3-SiC. Es un diseño conformado por hileras de cinco celdas cubicas cada una. Tiene una densidad relativa del 20% y una resistencia a la compresión cercana a 109 MPa.

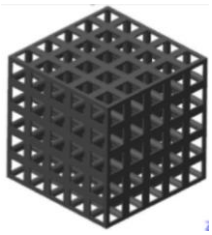

Figura 7.13: Estructura Cubic [26].

7.5.1.5 Alternativa 5

La quinta alternativa se llama "Body-centered" (ver Figura 7.14), fabricado en Al_2O_3-SiC. Su diseño se caracteriza por que cada celda es una encrucijada de varios cilindros que convergen en un mismo vértice. Tiene una densidad relativa del 40% y una resistencia a la compresión cercana a 98 MPa.

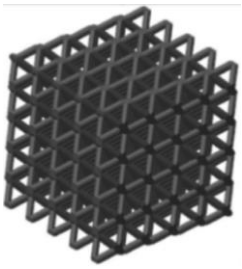

Figura 7.14: Estructura Body-centered [26].

7.5.1.6 Alternativa 6

Este sexto diseño recibe el nombre de "Body-centered cubic Al_2O_3 ceramic green body" (ver Figura 7.15). Se caracteriza por sus celdas en forma de equis. Tiene una densidad relativa del 35% y una resistencia a la compresión máxima de 37,23 MPa.

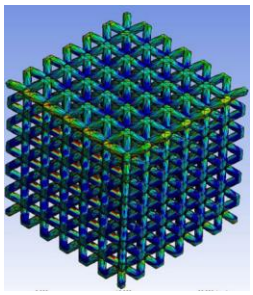

Figura 7.15: Estructura Body-centered cubic Al_2O_3 ceramic green body [27].

7.5.1.7 Alternativa 7

La alternativa siete es una variante del diseño "Body-centered cubic Al_2O_3 ceramic green body" (ver Figura 7.16). Donde el número de celdas por cada fila disminuye, este diseño tiene una densidad relativa del 35% y una resistencia a la compresión máxima de 24,94 MPa.

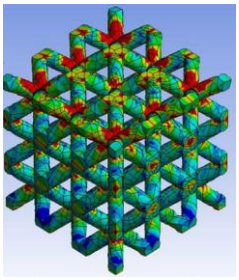

Figura 7.16: Estructura Body-centered cubic Al_2O_3 ceramic green body #2 [27].

7.5.1.8 Alternativa 8

El nombre de esta alternativa es: "Hexahedron" (ver Figura 7.17), fabricado con SiC. Este diseño se conforma de múltiples conexiones tubulares delgadas. Tiene una densidad relativa del 25% y una resistencia a la compresión promedio de 36,8 MPa.

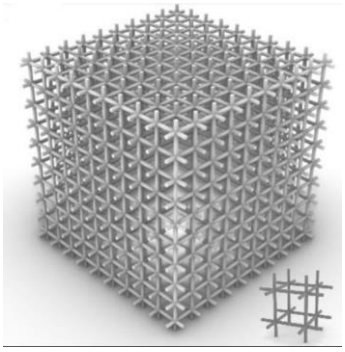

Figura 7.17: Estructura Hexahedron [28].

7.5.1.9 Alternativa 9

La novena alternativa se denomina "Tetragonal unit cell", fabricada en SiO_2- Al_2O_3. Su diseño es un conjunto de varias celdas rectangulares, en donde cada conexión tiene un área transversal circular (ver Figura 7.18). Tiene una densidad relativa del 34,5% y una resistencia a la compresión alrededor de 6,4 MPa.

7.5.1.10 Alternativa 10

La última alternativa es una variante del diseño "Tetragonal unit cell". Donde la sección transversa cambia a ser triangular, este diseño tiene una densidad relativa del 34,6% y una resistencia a la compresión alrededor de 11 MPa.

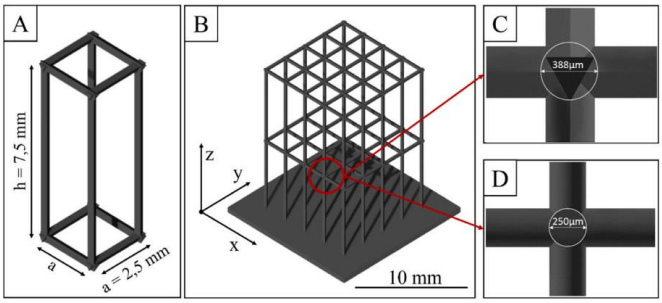

Figura 7.18: Estructura Tetragonal unit cell [29]. C) Sección transversa triangular, D) Sección transversal circular.

7.5.2 Matriz de selección

Se utilizó el proceso de Jerarquía Analítica (AHP), la cual es una metodología efectiva en la toma de decisiones porque cuantifica la prioridad de la información disponible en una tarea determinada, su principal característica son las evaluaciones pareadas entre las alternativas y los criterios de selección, que reflejan numéricamente cuanto depende una opción con respecto a las otras.

7.5.2.1 Criterios

Con base a la información recolectada de los cinco artículos encontrados en las bases de datos, se establecieron cuatro criterios de selección, el primero relacionado con las propiedades mecánicas a compresión, el segundo y el tercer criterio relacionado con el diseño geométrico y el último relacionado con las características morfológicas.

7.5.2.1.1 Criterio 1

Él primer criterio se le asignó el nombre de: "Relación entre la resistencia a la compresión y densidad relativa" (ver Tabla 7.4). Esta relación asocia el valor de la resistencia a la compresión en MPa y el porcentaje de densidad relativa de cada alternativa, esto con el fin de poder comparar los resultados de cada diseño en igualdad de condiciones. Dada la naturaleza matemática de esta operación, si el valor de la resistencia aumenta o si el valor de la densidad disminuye se obtendrá un mejor resultado.

	Resistencia a la compresión	Densidad relativa	Relación
Alternativa 1	154,66	49,88%	310,06
Alternativa 2	163,00	80,00%	203,75
Alternativa 3	53,00	55,00%	96,36
Alternativa 4	109,00	20,00%	545,00
Alternativa 5	98,00	40,00%	245,00
Alternativa 6	37,23	35,00%	106,38
Alternativa 7	24,94	35,00%	71,27
Alternativa 8	36,80	25,00%	147,20
Alternativa 9	6,40	34,50%	18,55
Alternativa 10	11,00	34,60%	31,79

Tabla 7.4: Relación entre la resistencia a la compresión y densidad relativa.

7.5.2.1.2 Criterio 2

La denominación de este segundo criterio es "Complejidad Geométrica", haciendo alusión a la arduidad que presentan diversas estructuras al ser modeladas en el software SolidWorks. A pesar de que este análisis posee una naturaleza subjetiva, se llevó a cabo una evaluación con la máxima objetividad posible. Se tomó como punto de referencia la consideración de que resulta más sencillo diseñar geometrías simples, como los cuadriláteros con ángulos rectos y cilindros, en comparación con geometrías curvas o poligonales con numerosos vértices.

7.5.2.1.3 Criterio 3

El tercer criterio se llama: "Distribución de los concentradores de esfuerzos". Se centra en analizar el tipo de concertadores de esfuerzos correspondientes a cada geometría, los diseños que no tengan vértices redondeados son más propensos a actuar como un medio por donde se provoqué una ruptura súbita en los ensayos de compresión.

7.5.2.1.4 Criterio 4

Este último criterio se denomina: "Mejor análisis morfológico". Todos los artículos consultados para obtener las alternativas tienen un apartado en donde se inspeccionan las superficies de las cerámicas celulares. Los estudios que están más detallados en este aspecto son mejor valorados.

7.6 Diseño de estructuras

Se utilizó el software SolidWorks para crear los diseños de las estructuras seleccionadas.

Un factor importante en el proceso del diseño fue la idea de aplicar el *método de réplica* en la fabricación de las cerámicas, es por ello que las estructuras diseñadas cuentan con dos partes, una específica para el diseño original de la pieza y otro para el molde. Se implementaron las herramientas de ensamble y de cavidad para desarrollar de manera precisa el resultado final. Además, para lograr que todas las piezas fueran equivalentes se usó la relación de volúmenes "espacio vacío vs espacio lleno", en este caso:

$$Volumen\ de\ la\ pieza / Volumen\ del\ solido$$

El volumen de la pieza era un parámetro otorgado por la pestaña de propiedades físicas en SolidWorks, y el volumen del solido se obtenía con la altura y diámetro de las piezas.

7.6.1 Piezas

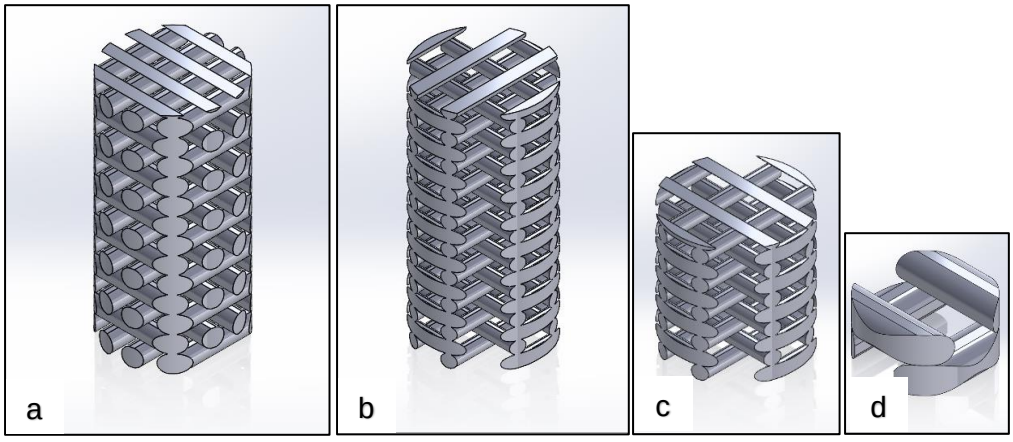

Figura 7.19: Pieza 1. Modificaciones del diseño.

La primera pieza corresponde al diseño *Scaffold* (ver Figura 7.10). En total se realizaron 4 versiones.

a) Primera versión: Fue el primer intento, se caracterizó por tener cilindros anchos y una alta densidad. Sus dimensiones son $2\ in\ de\ alto\ \times 1\ in\ de\ diametro.$
b) Segunda versión: Cuenta con las mismas dimensiones de la primera versión, pero una densidad más reducida reflejado en el grosor de los cilindros.
c) Tercera versión: Misma distribución de cilindros de la segunda versión, solo cambia la altura de la pieza a $1\ in.$
d) Cuarta versión: Sus dimensiones son $\frac{1}{2}\ in\ de\ alto\ \times 1\ in\ de\ diametro.$

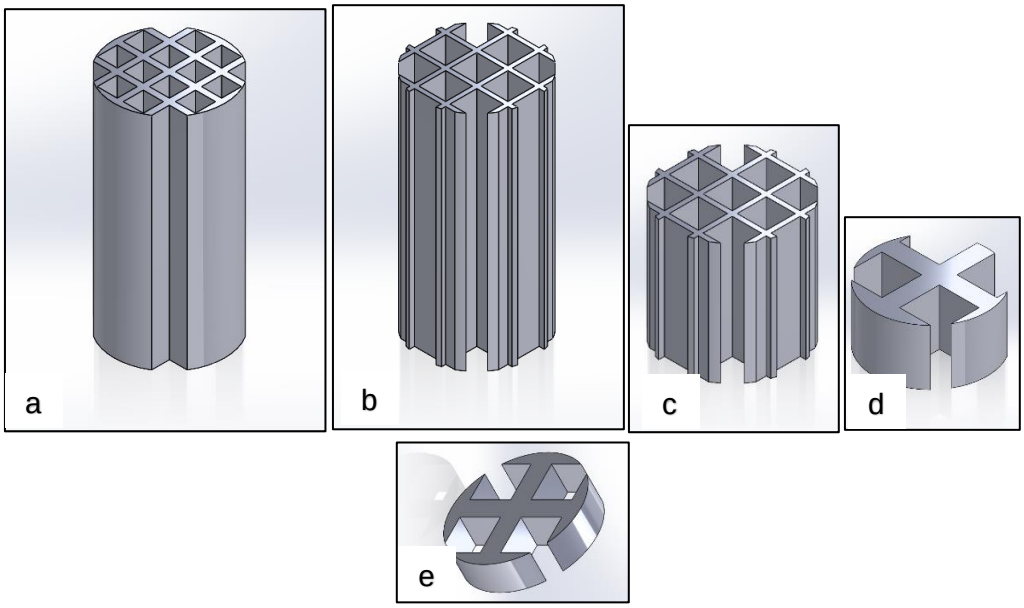

Figura 7.20: Pieza 2. Modificaciones del diseño.

La segunda pieza corresponde al diseño *S-S* (ver Figura 7.12). En total se realizaron 5 versiones.

a) Primera versión: Sus dimensiones son $2\ in\ de\ alto\ \times 1\ in\ de\ diametro.$
b) Segunda versión: Solo se rebajó un poco la densidad, ampliando el área de los cuadrados.
c) Tercera versión: La altura de la pieza cambia a $1\ in.$
d) Cuarta versión: Sus dimensiones son $\frac{1}{2} in\ de\ alto\ \times 1\ in\ de\ diametro.$
e) Quinta versión: Similar a la cuarta versión, pero cambia su diámetro a $2\ in$ y también se realiza un ajuste estético, con el fin de crear una pieza simétrica.

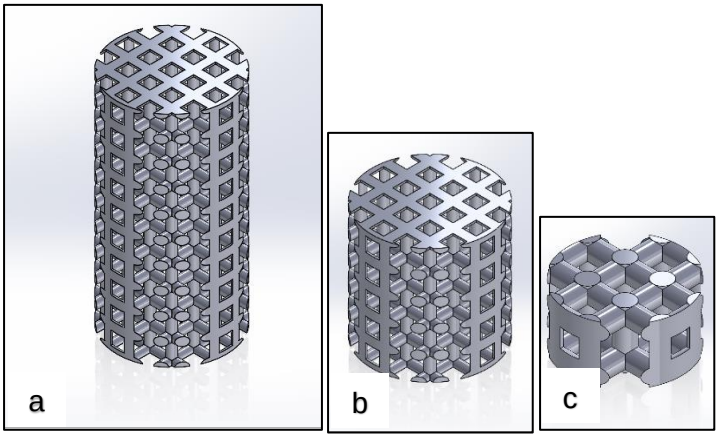

Figura 7.21: Pieza 3. Modificaciones del diseño.

La tercera pieza corresponde al diseño *Cubic* (ver Figura 7.13). En total se realizaron 3 versiones.

a) Primera versión: Sus dimensiones son $2\ in\ de\ alto\ \times 1\ in\ de\ diametro$.
b) Segunda versión: La altura se reduce a $1\ in$.
c) Tercera versión: Sus dimensiones son $\frac{1}{2} in\ de\ alto\ \times 1\ in\ de\ diametro$.

7.6.2 Moldes

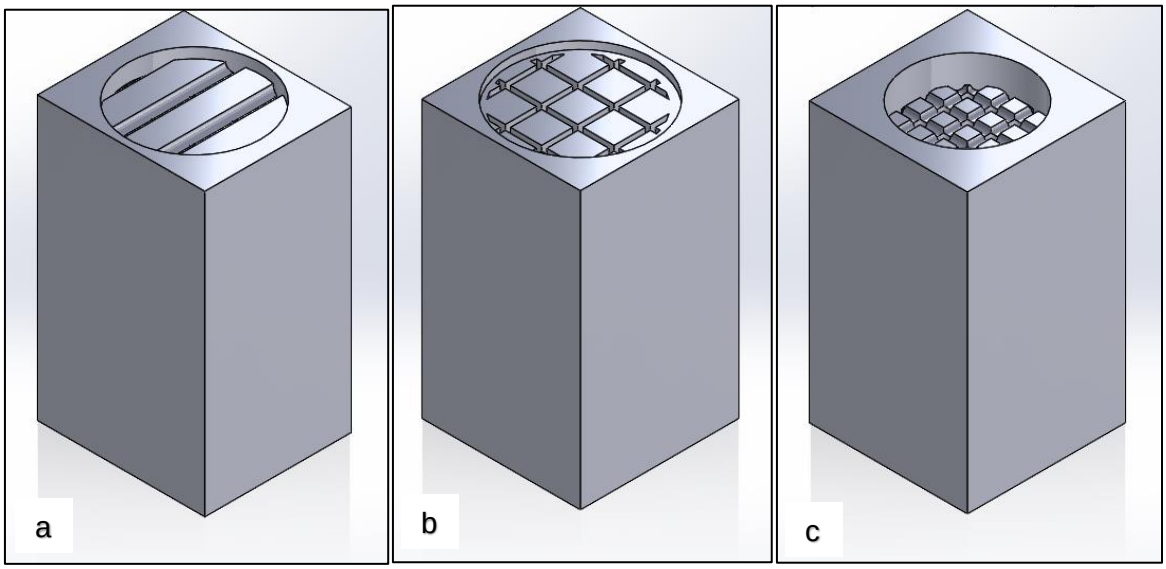

Figura 7.22: Moldes primeras versiones: a) Molde pieza 1 b) Molde pieza 2 c) Molde pieza 3.

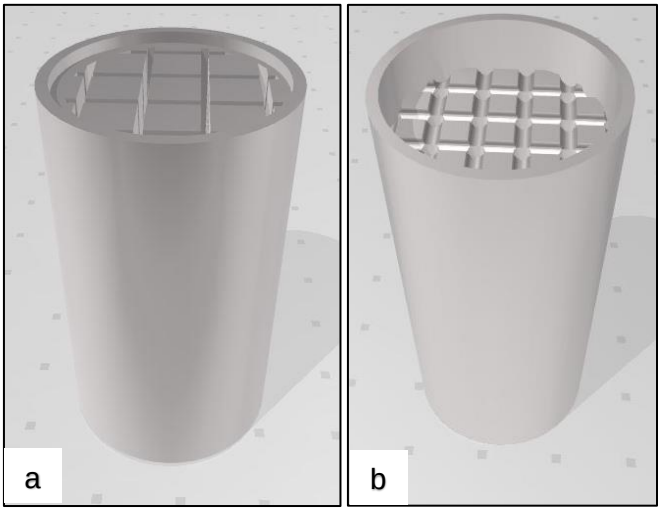

Figura 7.23: Moldes segunda versión: a) Molde pieza 2 b) Molde pieza 3.

Se ajusto el diseño de los moldes a una forma cilíndrica, con el fin de minimizar el uso de material de impresión.

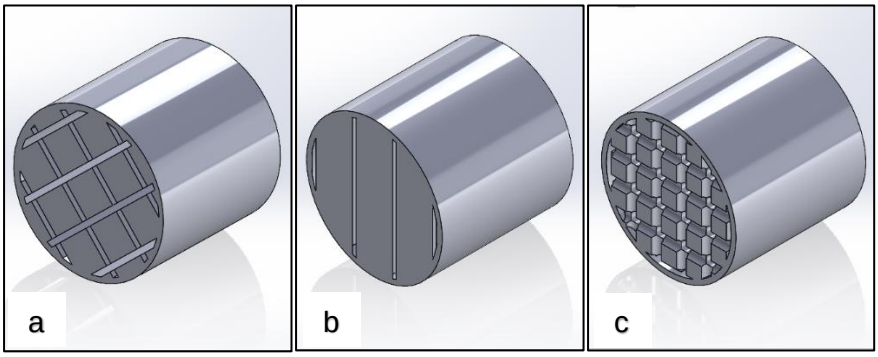

Figura 7.24: Moldes tercera versión: a) Molde pieza 1 b) Molde pieza 2 c) Molde pieza 3.

Dado que las piezas redujeron su altura a la mitad, los moldes también lo hicieron.

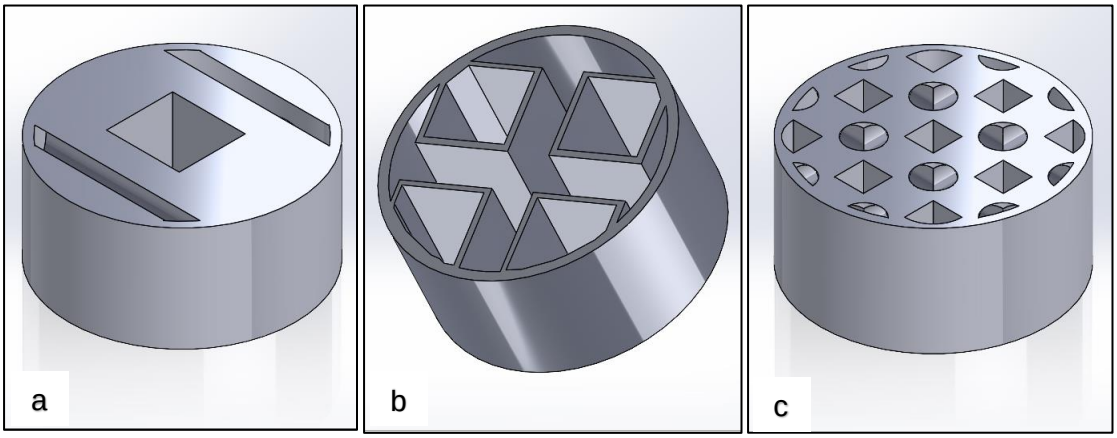

Figura 7.25: Moldes cuarta versión: a) Molde pieza 1 b) Molde pieza 2 c) Molde pieza 3.

Además de reducir nuevamente su altura, en esta versión se agregaron cavidades estratégicamente colocadas en espacios libres, para no mal gastar material de impresión.

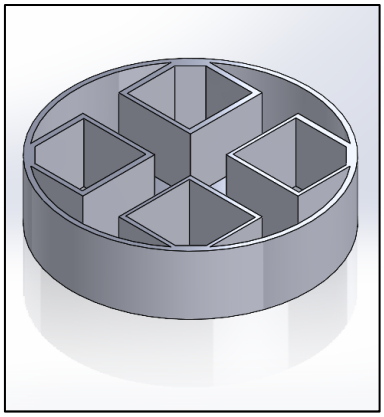

Figura 7.26: Molde pieza 2, quinta versión.

Sus dimensiones son $\frac{1}{2}\ in\ de\ alto\ \times 2\ in\ de\ diametro$.

7.7 Sinterización de moldes

Como el ciclo térmico de las anteriores pruebas tardaba mucho tiempo (ver Figura 7.4) se optó por cambiarlo a uno más rápido.

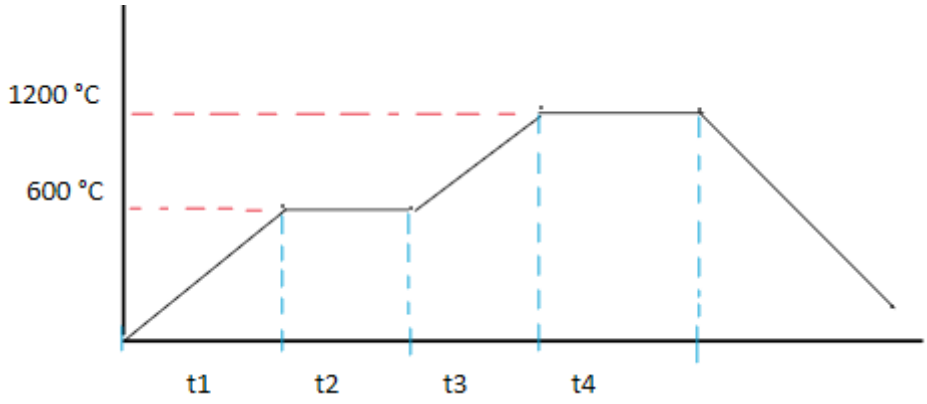

Figura 7.27: Nuevo ciclo térmico para moldes de impresión 3D.

Inicialmente el horno sube de la temperatura ambiente a una temperatura de $600°C$ en un tiempo $t1 = 5\ horas$ y luego se mantiene a esa temperatura por un tiempo $t2 = 0.5\ hora$. Después vuelve a incrementar la temperatura hasta los $1200°C$ en un tiempo $t3 = 2.5\ horas$ y se mantiene por un tiempo $t4 = 1\ hora$. Finalmente, el ciclo termina y la temperatura empieza a descender lentamente.

7.8 Segundo ajuste de composición de mezcla para la obtención de cerámicas celulares

Se realizaron diferentes composiciones de mezclas variando el contenido de sólidos, ajustando que quedara alrededor de los 30 g similar a la formulación 1 (ver Tabla 7.3). Ya que fue esta formulación la que dio éxito en la segunda prueba (ver Figura 8.5). Todas estas nuevas formulaciones se prepararon con base a una solución acuosa de 201 ml con un 0.5% de ácido nítrico. En algunas se volvió a utilizar carboximetilcelulosa, pero en pequeña cantidad, recordando que si es mucha se dificulta el proceso de impregnación.

Formulación 1	Al_2O_3	18 g
	Caolín	12 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 2	Al_2O_3	21 g
	Caolín	9 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 3	Al_2O_3	24 g
	Caolín	6 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 4	Al_2O_3	26.25 g
	Caolín	3.76 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 5	Al_2O_3	25.5 g
	Caolín	4.5 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 6	Al_2O_3	25.5 g
	Caolín	4.5 g
	Carboximetilcelulosa	0.15 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 7	Al_2O_3	25.2 g
	Caolín	4.5 g
	Carboximetilcelulosa	0.3 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml
Formulación 8	Al_2O_3	24.9 g
	Caolín	4.5 g
	Carboximetilcelulosa	0.6 g
	H_2O+ HNO_3	20 ml

Tabla 7.5: Cantidades específicas de las diferentes formulaciones en el segundo ajuste.

En total se impregnaron ocho espumas, una por cada formulación (ver Figura 8.13). También se decidió volver a usar el primer ciclo térmico de dos rampas (ver Figura 7.4) porque fue el que se usó en la segunda prueba, donde se lograron fabricar con éxito las cerámicas (ver Figura 8.5).

7.9 Configuración estructural

A partir del uso de esponjas de poliuretano se logró formar con éxito más cerámicas celulares que con los moldes de impresión 3D. Por esta razón se eligieron para continuar con la experimentación de la escoria de aluminio.

De esta manera, el siguiente paso fue categorizar las esponjas, la configuración estructural se definió en función de la variabilidad de un parámetro principal que ellas poseen. Este parámetro es la densidad y escogieron tres distintos valores.

- Densidad $20\ g/cm^3$ (Color rosado)
- Densidad $26\ g/cm^3$ (Color durazno)
- Densidad $30\ g/cm^3$ (Color naranja)

7.10 Fabricación final

La composición utilizada en este último caso (ver Figura 7.28), fue la misma Formulación 1 del segundo ajuste. Se decidió con base en los resultados de esa prueba, y que además es la que menos escoria utilizaba (18 g), un factor que fue cobrando importancia a lo largo de este estudio, pues la cantidad de escoria de aluminio era limitada.

Figura 7.28: Fabricación final: a) Corte de $1\ in^3$ para las tres densidades. b) Impregnación. c) sinterización.

En total se fabricaron con éxito 15 espumas, cuatro de densidad 20, seis de densidad 26 y cinco de densidad 30.

7.11 Ensayo de compresión

La máquina de ensayo Universal Instron 3366, cuenta con una celda de carga de 10 KN y en este caso se trabajó con una precarga de 5 N recomendada por el fabricante, se usó una velocidad de desplazamiento de $0.5\ mm/min$, lo suficientemente lenta para poder obtener la mejor cantidad de datos posibles antes de la fractura frágil (ver Figura 7.29). Estos valores se tomaron teniendo en cuenta el trabajo de Meille *et al* [30]. Se uso un cubo de densidad 26 para calibrar la máquina, según el volumen de $1\ in^3$. En total se realizaron 14 ensayos de compresión, cuatro de densidad 20, cinco de densidad 26 y cinco de densidad 30.

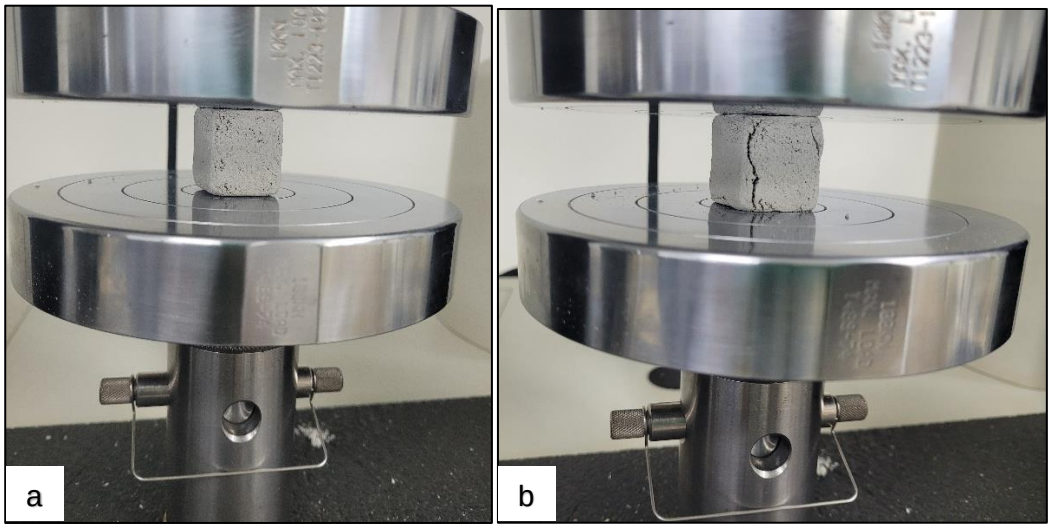

Figura 7.29: Ensayo de compresión: a) Cubo en compresión. b) Fractura frágil.

8. Resultados y discusión

8.1 Resultados primera prueba

Figura 8.1: Resultado de la primera prueba.

Como se puede observar todos los cubos colapsaron en el interior del horno, ninguna estructura soportó el tratamiento térmico. No se evidenció alguna diferencia entre las dos mezclas, debido a las altas temperaturas que llegaba la mufla, la sinterización de la escoria de aluminio fue la misma para ambos casos.

8.2 Observaciones de la segunda prueba

Después de finalizar el ciclo térmico el resultado de la segunda prueba fue mucho mejor que el de la primera, logrando obtener con éxito cerámicas correspondientes a las fabricadas en la formulación 1 (ver Figura 8.2).

Figura 8.2 Resultados de la formulación 1.

Las demás formulaciones no funcionaron, no soportaron el tratamiento térmico, e igual que pasó en la primera prueba (ver Figura 8.1). Las esponjas acabaron por desmoronarse por completo.

Las formulaciones 2 y 3, tuvieron ligeras modificantes en su composición inicial en el proceso de impregnación (ver Tabla 8.1). Esto debido a que en comparación con la formulación 1, fueron demasiado secas las mezclas. (ver Figura 8.3).

Formulación 1	+	0 ml	H2O+ HNO3
Formulación 2	+	60 ml	H2O+ HNO3
Formulación 3	+	40 ml	H2O+ HNO3

Tabla 8.1: Modificaciones a las condiciones iniciales de las formulaciones 1,2 y 3 en el proceso de impregnación de las espumas.

Las formulaciones 2 y 3 resultaron ser muy secas con la mezcla original (ver Tabla 7.3) es por ello se le agrego más contenido de líquido en la fabricación. Por otro lado, la formulación 1 funciono bien con la condición inicial.

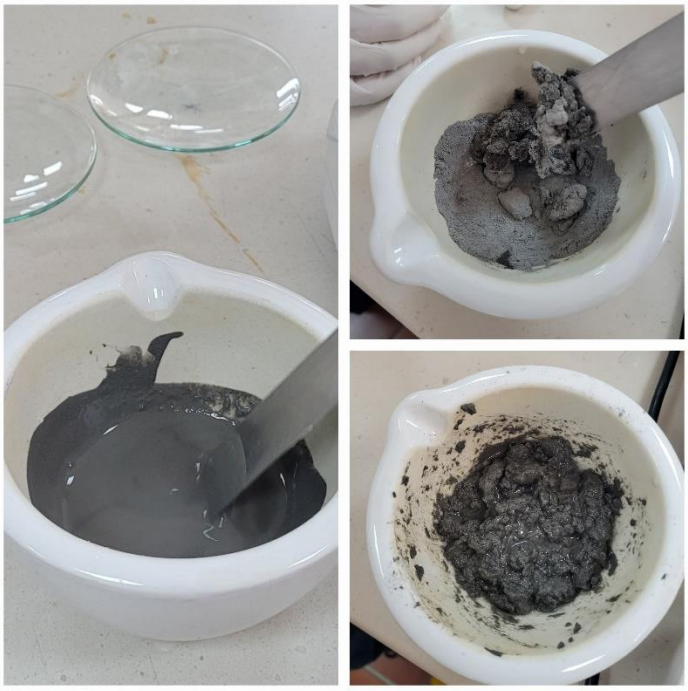

Figura 8.3: Comparación de las mezclas iniciales de las formulaciones 1,2 y 3.

Se cree que la razón por la cual las mezclas de las formulaciones 2 y 3, son demasiado espesas es debido al uso de la Carboximetilcelulosa, pues se observó que, al momento de agregar este ingrediente a la sustancia, esta cambiaba rápidamente de consistencia volviéndose mucho más grumosa y seca.

Las esponjas de la formación 1, presentaron una excelente respuesta al tratamiento térmico, se observó que la impregnación de la pasta cerámica cumplió su objetivo de llenar por completo el espécimen (ver Figura 8.4), pues superficialmente se nota un buen grado de sinterización de la escoria de aluminio, se evidencia uniones fuertes y estables en los poros que derivan de un método de réplica exitoso (ver Figura 8.5).

Figura 8.4: Esponjas impregnadas formulación 1.

Figura 8.5: Cubos cerámicos resultantes formulación 1.

8.3 Resultados de la granulometría

Al finalizar los ciclos de tamizado se obtuvieron los siguientes resultados (ver Tabla 8.2):

Mallas	Apertura	Peso (g)	Porcentaje
Pasa malla No. 50	300 µm	1,186.9	43.59 %
Pasa malla No. 100	150 µm	833.6	30.61 %
Pasa malla No. 200	75 µm	702.4	25.80 %
	Total	2,722.9	

Tabla 8.2: Resultados de la granulometría.

8.4 Selección de estructuras

Según los resultados obtenidos del proceso de Jerarquía Analítica (AHP) (ver Anexos). Los tres mejores diseños son los correspondientes a las alternativas 1,3 y 4 (ver Tabla 8.3). Es decir, los modelos "Scaffold", "S-S" y "Cubic".

Alternativas	Vector Propio C1	Vector Propio C2	Vector Propio C3	Vector Propio C4	Vector Final De Desición
A1	0,2086476	0,2544353	0,2054903	0,5661676	0,242722553
A2	0,1057707	0,098244	0,2905423	0,0342133	0,132190355
A3	0,049535	0,4088757	0,5689818	0,0572044	0,245990083
A4	0,2893479	0,3136506	0,1337854	0,1020877	0,257438983
A5	0,1492416	0,042593	0,0334491	0,1020877	0,095073039
A6	0,049535	0,0260069	0,0552186	0,0572044	0,044225719
A7	0,0335768	0,0260069	0,0552186	0,0572044	0,036663351
A8	0,0736005	0,1330264	0,0864164	0,3197455	0,107768968
A9	0,0172322	0,1811256	0,4737566	0,1718811	0,154978362
A10	0,0235126	0,0677476	0,3809959	0,1718811	0,10877302
Vector Propio Criterios	0,4738851	0,2881926	0,1779505	0,0599718	

Tabla 8.3: Vectores finales de decisión.

8.5 Pruebas de Impresión 3D

El primer molde que se imprimió fue el correspondiente a la pieza dos (ver Figura 7.22). Se utilizó la impresora ANYCUBIC que usa como materia prima la resina (3D Printing UV Sensitive Resin Basic). El resultado fue el siguiente (ver Figura 8.6):

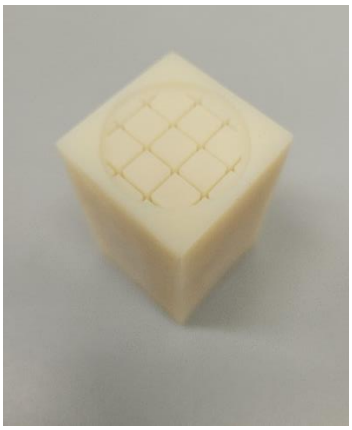

Figura 8.6: Impresión en resina del Molde para pieza 2.

Dado que la resina es un material costoso se probó por utilizar el PLA y el método de impresión por filamento que es mucho más barato y rápido de usar. (ver Figura 8.7).

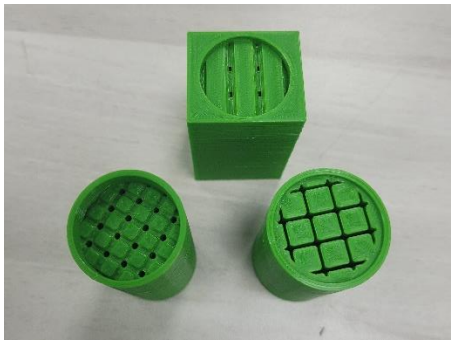

Figura 8.7: Moldes impresos en PLA.

Después de analizar los resultados de la impresión, se decidió por seguir usando solo resina en la fabricación de los moldes, dado que la resina presentaba un mejor acabado superficial en comparación con el PLA que en varias ocasiones las imperfecciones del molde dificultaban un poco su relleno.

8.6 Fabricación moldes

La metodología de fabricación fue la misma que se usó en la formulación 1. Con la diferencia de que la pasta cerámica no se impregnaba en algo, sino que se vertía de tal manera que quedara dentro de las cavidades del molde. El objetivo de hacerlo de esta manera era cumplir la fabricación por replica, donde la pasta cerámica adentro del molde adquiere la misma forma del diseño de la pieza. En la Figura 8.8, Figura 8.9, Figura 8.10, y Figura 8.11 se observan los distintos moldes llenos secándose a temperatura ambiente.

Figura 8.8: Moldes primera y segunda versión secándose a temperatura ambiente.

Figura 8.9: Moldes tercera versión secándose a temperatura ambiente.

Figura 8.10: Moldes cuarta versión secándose a temperatura ambiente.

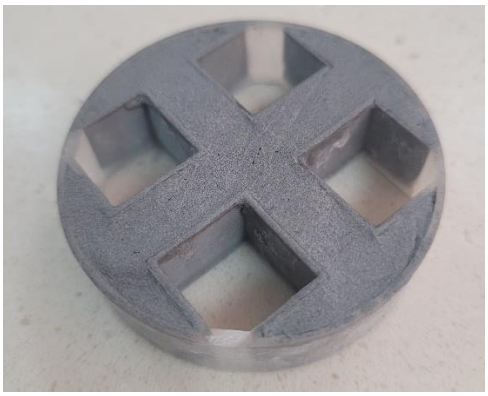

Figura 8.11: Molde pieza 2, quinta versión secándose a temperatura ambiente.

8.7 Resultados Sinterización de moldes

Algunos de los resultados son los siguientes (ver Figura 8.12):

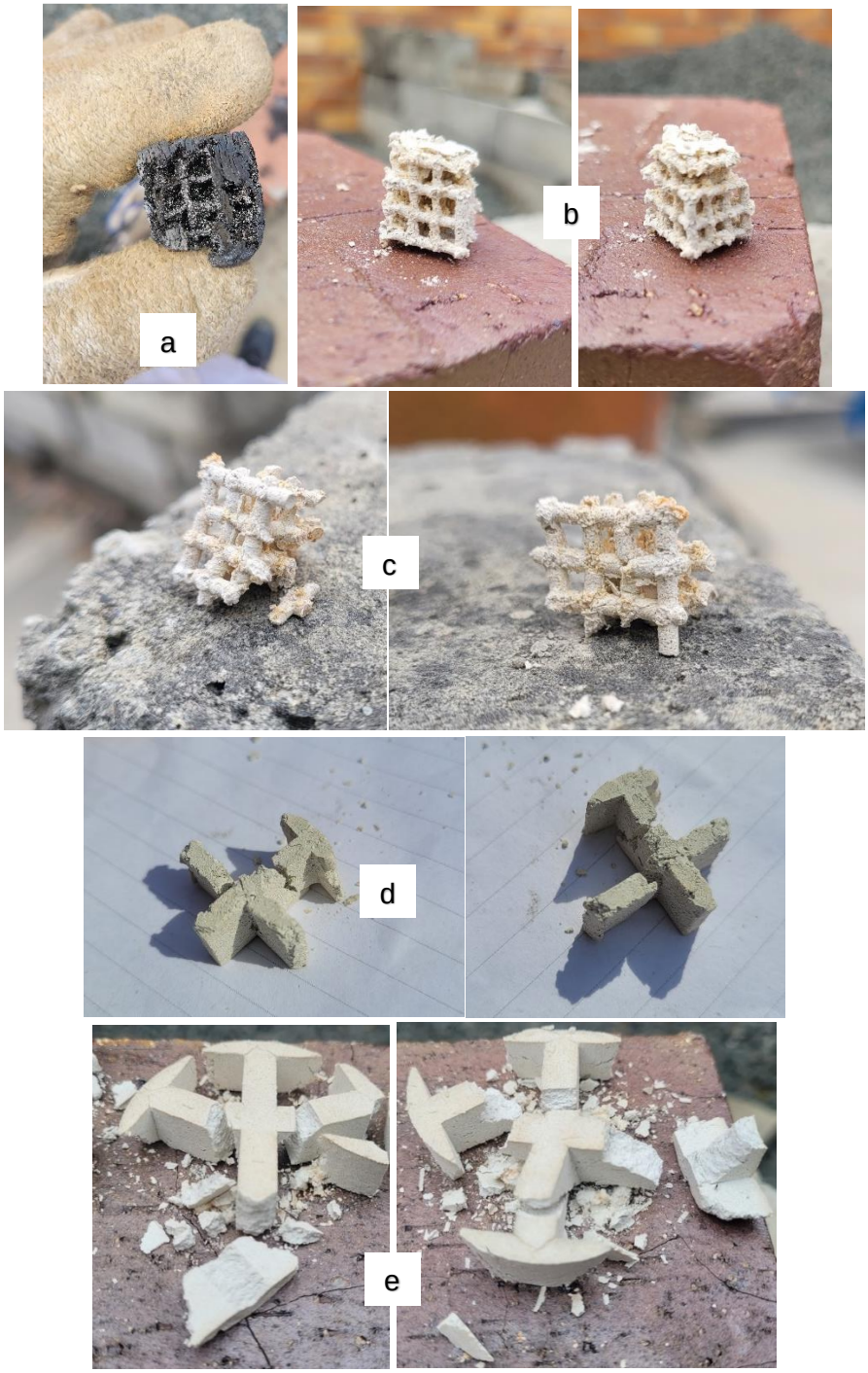

Figura 8.12: Resultados de sinterización moldes de impresión 3D: a) Molde pieza 2 primera versión. b) y c) Molde pieza 3 tercera versión. d) Molde pieza 2 cuarta versión. c) Molde pieza 2 quinta versión.

Como se puede observar todos los moldes fallaron, ninguno adquirió la forma completa de las piezas diseñadas. Solo algunos (ver Figura 8.12) adoptaron similitud con los diseños realizados en SolidWorks, pero sin tener una buena rigidez.

El fallo de las estructuras podría deberse a la generación de gases por la combustión o degradación térmica de la estructura polimérica, que a diferencia de las estructuras provenientes de espumas presentan un volumen considerablemente superior; y que al desalojarse de las paredes celulares generan agrietamiento y fallo de las mismas.

8.8 Resultados del segundo ajuste de composición de mezcla

Los resultados de esta prueba fueron muy buenos, todas las formulaciones lograron construir un cubo rígido capaz de resistir el tratamiento térmico (ver Figura 8.13). No se notaron diferencias significativas entre las muestras. Además, todas las cerámicas se destruyeron de forma manual y empíricamente se describen todas con una resistencia similar.

Figura 8.13: Nueva obtención de cerámicas celulares: a) Esponjas impregnadas. b) Cerámicas después de la sinterización.

Después de obtener los resultados los moldes de impresión 3D (ver Figura 8.12) se decidió que usar los cubos de esponjas serian la mejor estructura para el diseño de las cerámicas celulares fabricadas con escoria de aluminio calcinada.

8.9 Análisis mecánico

Los resultados de los ensayos de compresión se presentan en la Figura 8.14, se evidencia que la resistencia es mayor acorde aumentan las densidades de las cerámicas, un comportamiento similar ocurrió en los resultados de Herrera Almanza [22]. Donde las estructuras cerámicas de escoria de aluminio con mayor presencia de sólidos alcanzaron resistencias de 0.06 MPa trabajando el ensayo a la misma velocidad de desplazamiento de $0.5\ mm/min$.

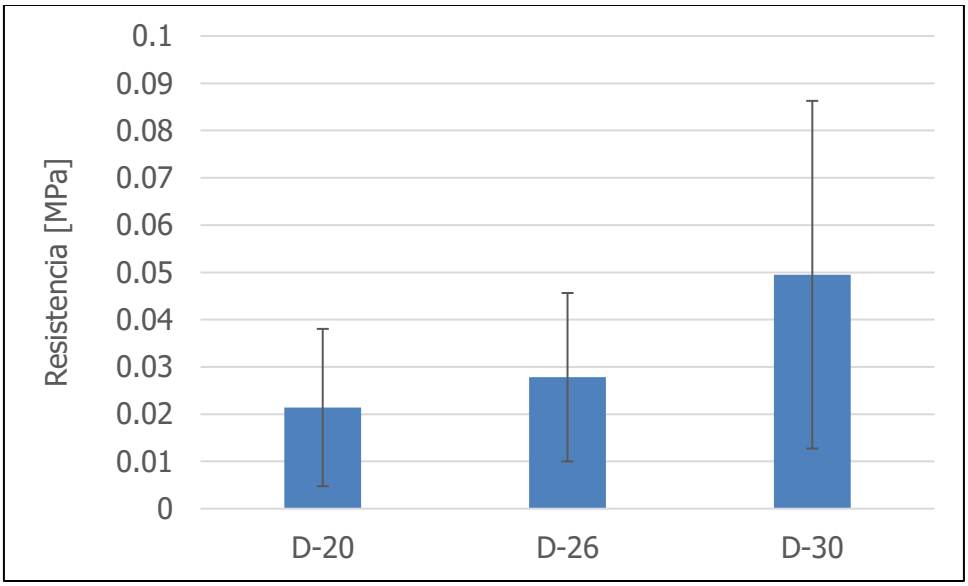

Figura 8.14: Resistencia a la compresión en función de la densidad.

Un estudio similar evaluó la densidad de cerámicas porosas a base de alúmina en ensayos de compresión, los investigadores Meille *et al* [30] evidenciaron el mismo aumento de resistencia cuando se evaluaban cerámicas más densas. Además, dicen que la aparición inicial de la fractura se relaciona con la existencia de poros de gran tamaño o la acumulación de estos, y tiende a suceder principalmente en la superficie de las muestras. Similar a lo evidenciado en la (Figura 7.29).

Las variaciones en los resultados de las pruebas de compresión de materiales cerámicos se deben a su naturaleza frágil (alta rigidez elástica) y a la presencia de poros, microfisuras y otros defectos comunes en este tipo de materiales. Estos defectos actúan como concentradores de esfuerzos aleatorios, cuya magnitud depende de la distribución, cantidad y tamaño del defecto. Cabe destacar que, al ser los cerámicos intrínsecamente porosos y que además forman una cerámica celular con una estructura de esponja, se incrementa aún más el desvío en sus resultados. El desvío puede reducirse aumentando el número de pruebas realizadas para cada densidad de la cerámica celular.

8.10 Análisis de SEM

Después de realizar los ensayos de compresión, se eligieron tres pequeños trozos, cada uno correspondiente a una de las tres densidades seleccionadas en la fabricación de las cerámicas celulares. A estos trozos se les aplico un recubrimiento de oro para realizar el ensayo SEM a distintos aumentos. La Figura 8.15 muestra las micrografías de los elementos en un campo amplio de imagen.

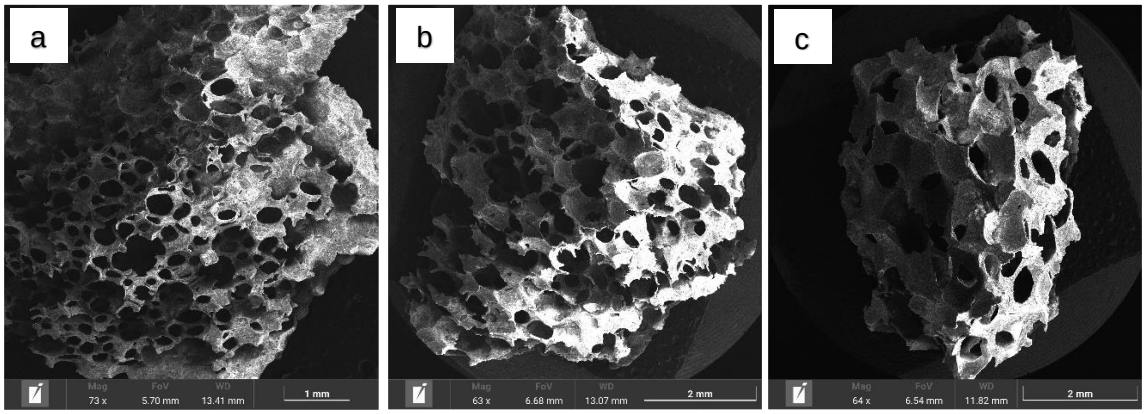

Figura 8.15: Imágenes SEM campo amplio: a) D20-73x. b) D26-63x. c) D30-64x.

Las estructuras de célula abierta revelan que un incremento en la densidad se traduce en una mayor cantidad de paredes de interconexión entre las células, reduciendo la porosidad y mejorando el soporte mecánico bajo cargas de compresión. El mismo comportamiento se presentó en las cerámicas porosas de los investigadores Meille *et al* [30]. En las tres densidades analizadas, se observan estructuras con células abiertas interconectadas y distribuidas aleatoriamente a lo largo de la superficie.

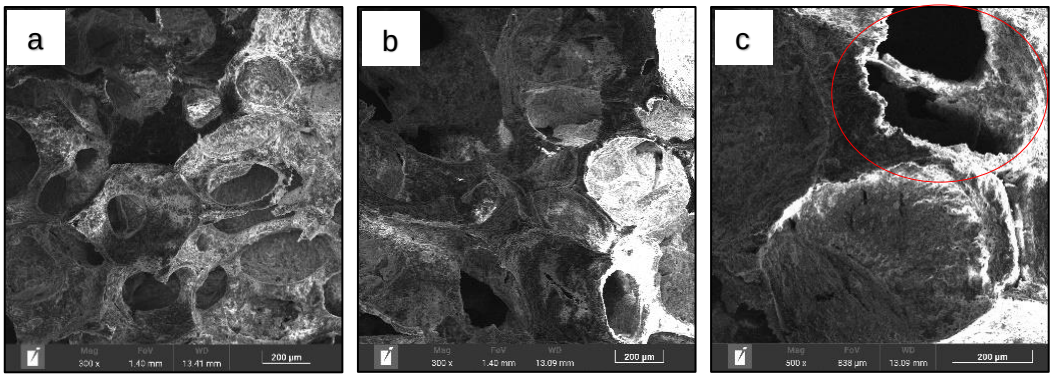

Figura 8.16: Imágenes SEM poros: a) D20-300x. b) D26-300x. c) D26-500x.

La Figura 8.16 muestra a detalle los microporos existentes en las cerámicas, estos llegan a ser alrededor de 200 micras de diámetro, y en conjunto forman estructuras de célula abierta, esta observación coincide con la descripción expuesta en el marco teórico. Además, en la Figura 8.16-c, se aprecia lo que posiblemente sea un defecto microestructural del método de réplica, ya que se asemeja a uno de los resultados obtenidos por Herrera Almanza [22]. En este caso el orifico señalado pareciera aun tener en su contorno residuos del material polimérico, debido a una eliminación no uniforme en el proceso de sinterizado. El conjunto de estos defectos afecta las propiedades mecánicas de la estructura cerámica, esto es lo que llevó a obtener resultados bajos en los ensayos de compresión.

9. Conclusiones

Se evaluó la viabilidad de obtener estructuras celulares con diferentes diseños. Los diseños *Scaffold*, *S-S* y *Cubic* fueron los mejor valorados en el proceso de Jerarquía Analítica (AHP), para ser usados como inspiración en el diseño de las tres diferentes estructuras de plantillas de sacrificio creadas en SolidWorks.

El fallo de las estructuras poliméricas se podría atribuir a la formación de gases durante la combustión o degradación térmica del material. Estos gases, al tener un volumen mayor que las estructuras de espuma, generan presión al liberarse del interior de las paredes celulares, lo que provoca su agrietamiento y eventual falla.

La configuración estructural acorde a la variación de las densidades de espumas de poliuretano de célula abierta funcionó para crear con éxito cerámicas celulares fabricadas mediante el método de réplica.

Las propiedades mecánicas de las cerámicas mejoran en función de la densidad con la que se fabriquen, las densidades más altas proporcionan mayores resistencias a la compresión.

Los resultados de los ensayos de compresión presentan una elevada dispersión, debido a la heterogeneidad ligada a las estructuras cerámicas porosas, además de que se requiere de un mayor número de muestras por referencia, para ser más preciso en los resultados.

La microscopia electrónica de barrido reveló a detalle, que a menores densidades mayores ocupaciones de poros existen en la superficie de las cerámicas, evidenciando una relación directa entre la densidad y la porosidad, además se observaron posibles defectos microestructurales que causaron una baja resistencia a la compresión.

10. Bibliografía

[1] M. Sheller, “Introduction: Mobilizing Modernity,” in *Aluminum Dreams The Making of Light Modernity*, Mobility Studies., Massachusetts , 2014, ch. 1, pp. 1–31. [Online]. Available: https://www.ebsco.com/terms-of-use

[2] C. Meng, D. D’Alelio, E. Ritschard, J. Lee, S. Agrawal, and J. Olcott, “Climate Considerations for Section 232 Tariffs: An Aluminum Case Study,” 2022.

[3] A. Gómez-Gómez, L. E. Vinasco-Isaza, N. B. de Lima, and J. A. S. Tenório, “Relationship between the particle size and the crystalline phases amount of an aluminum dross,” *DYNA (Colombia)*, vol. 85, no. 206, pp. 348–354, Jul. 2018, doi: 10.15446/dyna.v85n206.74252.

[4] D. Krčmar *et al.*, “Preremedial assessment of the municipal landfill pollution impact on soil and shallow groundwater in Subotica, Serbia,” *Science of the Total Environment*, vol. 615, pp. 1341–1354, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.scitotenv.2017.09.283.

[5] P. Colombo, “Conventional and novel processing methods for cellular ceramics,” *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 364, no. 1838, pp. 109–124, Jan. 2006, doi: 10.1098/rsta.2005.1683.

[6] I. Capasso, B. Liguori, L. Verdolotti, D. Caputo, M. Lavorgna, and E. Tervoort, “Process strategy to fabricate a hierarchical porosity gradient in diatomite-based foams by 3D printing,” *Sci Rep*, vol. 10, no. 1, Dec. 2020, doi: 10.1038/s41598-019-55582-0.

[7] J. Vega and D. Orozco, “Estudio del efecto del tamaño de partícula de escoria de aluminio calcinada utilizada como remplazo parcial de cemento en las propiedades mecánicas de morteros,” Pontificia Universidad Javeriana Cali, Cali, 2022.

[8] A. Newton, “APPLICATIONS OF POROUS CERAMICS,” in *Advances in Porous Ceramics*, NOVA., vol. 1, A. Newton, Ed., New York, 2016, ch. 2, pp. 3–5. [Online]. Available: https://www.ebsco.com/terms-of-use

[9] K. Ankang and H. Houde, “Effective thermal conductivity of open cell polyurethane foam based on the fractal theory,” *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2013, 2013, doi: 10.1155/2013/125267.

[10] M. Scheffler and P. Colombo, *Cellular ceramics : structure, manufacturing, properties and applications*. Wiley-VCH, 2005.

[11] R. N. Lumley, “Introduction to aluminium metallurgy,” 2011. [Online]. Available: https://www.ebsco.com/terms-of-use

[12] E. Uriarte, “insertec,” RESIDUOS METALICOS DE LA FUNDICION. Accessed: May 04, 2023. [Online]. Available: https://www.insertec-store.com/wp/en/wp-content/uploads/sites/2/2021/07/monografico-residuos-metalicos-fundici%C3%B3n-enrique-uriarte-insertec.pdf

[13] A. M. S. Procópio *et al.*, “Characterization of phlogopite for processing porous ceramic filters using the replica method,” *Ceramica*, vol. 66, no. 380, pp. 433–439, 2020, doi: 10.1590/0366-69132020663803007.

[14] J. S. Alvarado Pinzón, “Preparación de espumas cerámicas de Al2O3 y ZrO2 / Y2O3 por medio del método de replica,” UNIVERSIDAD DE LOS ANDES, Bogotá, 2008.

[15] C. Ren *et al.*, “Recycling of hazardous and industrial solid waste as raw materials for preparing novel high-temperature-resistant sulfoaluminate-magnesia aluminum spinel cement,” *Journal of Building Engineering*, vol. 64, Apr. 2023, doi: 10.1016/j.jobe.2022.105550.

[16] DANE and EAI, “Encuesta Ambiental Industrial (EAI) 2020,” Bogotá, Apr. 2022.

[17] J. Rodrigo and M. Clavero, “Optimal Management of Municipal Solid Waste Landfill Leachate Using Mathematical Modeling: A Case Study in Valencia,” in *Handbook of Solid Waste Management*, 2022, ch. 35, pp. 901–941.

[18] W. Li *et al.*, “Porous ceramics with near-zero shrinkage and low thermal conductivity from hazardous secondary aluminum dross,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 105, no. 5, pp. 3197–3210, May 2022, doi: 10.1111/jace.18322.

[19] E. David and J. Kopac, “Hydrolysis of aluminum dross material to achieve zero hazardous waste,” *J Hazard Mater*, vol. 209–210, pp. 501–509, Mar. 2012, doi: 10.1016/j.jhazmat.2012.01.064.

[20] Satish Reddy M and Neeraja D, “A micro analytical approach for evaluating the hazardous aluminum dross characterization for treating industrial waste,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2022, doi: 10.1007/s00170-022-10153-y.

[21] S. Lee-Geiller and G. Kütting, “From management to stewardship: A comparative case study of waste governance in New York City and Seoul metropolitan city,” *Resour Conserv Recycl*, vol. 164, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.resconrec.2020.105110.

[22] A. M. Herrera Almanza, “Fabricación y caracterización de espumas cerámicas de alúmina fina para aplicación en quemadores porosos radiantes,” Universidad de los Andes, Bogotá, 2009.

[23] J. C. Cortés Arreygue, “Fabricación y caracterización de espumas cerámicas base Al2O3 obtenidas a partir de vaciado de suspensiones,” Universidad Autónoma de Querétaro , Querétaro, 2005.

[24] M. Abadía Palacios, J. J. Bruzón Vallejo, C. A. Jurado Patiño, and M. N. Prado Yabe, “Diseño de un proceso para la fabricación de abrasivos empleando el compuesto alúmina-espinela proveniente de escoria de aluminio,” Pontificia Universidad Javeriana Cali, Cali, 2023.

[25] X. Zhang, K. Zhang, L. Zhang, W. Wang, Y. Li, and R. He, “Additive manufacturing of cellular ceramic structures: From structure to structure–function integration,” Mar. 01, 2022, *Elsevier Ltd*. doi: 10.1016/j.matdes.2022.110470.

[26] H. Mei, R. Zhao, Y. Xia, J. Du, X. Wang, and L. Cheng, “Ultrahigh strength printed ceramic lattices,” *J Alloys Compd*, vol. 797, pp. 786–796, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.05.117.

[27] X. Shuai, Y. Zeng, P. Li, and J. Chen, “Fabrication of fine and complex lattice structure Al2O3 ceramic by digital light processing 3D printing technology,” *J Mater Sci*, vol. 55, no. 16, pp. 6771–6782, Jun. 2020, doi: 10.1007/s10853-020-04503-y.

[28] Y. Xu, Y. Gao, X. Yang, C. Tian, Z. Yang, and J. Zhang, “Relationship between topological structures and mechanical properties of artificially architected SiC cellular ceramics: Experimental and numerical study,” *J Eur Ceram Soc*, vol. 43, no. 10, pp. 4263–4276, Aug. 2023, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2023.03.067.

[29] D. Köllner, J. Biggemann, S. Simon, P. Hoffmann, K. ichi Kakimoto, and T. Fey, “Additive manufactured replica foams,” *Open Ceramics*, vol. 10, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.oceram.2022.100258.

[30] S. Meille, M. Lombardi, J. Chevalier, and L. Montanaro, “Mechanical properties of porous ceramics in compression: On the transition between elastic, brittle, and

cellular behavior," *J Eur Ceram Soc*, vol. 32, no. 15, pp. 3959–3967, Nov. 2012, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.05.006.

11. Anexos

Comparaciones pareadas	Criterio 1	Criterio 2	Criterio 3	Criterio 4	Vector Propio Criterios	Proporcion de Consistencia (PC)
Criterio 1	**1**	2	3	6	0,47388514	2,45%
Criterio 2	1/2	**1**	2	5	0,28819257	
Criterio 3	1/3	1/2	**1**	4	0,17795045	
Criterio 4	1/6	1/5	1/4	**1**	0,05997185	
Sumatoria	2,00	3,70	6,25	16,00	Sumatoria	

Anexo 1: Comparaciones pareadas entre criterios.

El criterio más importante es el 1, y el menos importante es el 4.

Criterio 1	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	Vector Propio Criterios	Proporcion de Consistencia (PC)
A1	**1**	3	5	1/2	2	5	6	4	8	7	0,2086476	3,19%
A2	1/3	**1**	3	1/4	1/2	3	4	2	6	5	0,1057707	
A3	1/5	1/3	**1**	1/6	1/4	1	2	1/2	4	3	0,049535	
A4	2	4	6	**1**	3	6	7	5	9	8	0,2893479	
A5	1/2	2	4	1/3	**1**	4	5	3	7	6	0,1492416	
A6	1/5	1/3	1	1/6	1/4	**1**	2	1/2	4	3	0,049535	
A7	1/6	1/4	1/2	1/7	1/5	1/2	**1**	1/3	3	2	0,0335768	
A8	1/4	1/2	2	1/5	1/3	2	3	**1**	5	4	0,0736005	
A9	1/8	1/6	1/4	1/9	1/7	1/4	1/3	1/5	**1**	1/2	0,0172322	
A10	1/7	1/5	1/3	1/8	1/6	1/3	1/2	1/4	2	**1**	0,0235126	
Sumatoria	4,92	11,78	23,08	3,00	7,84	23,08	30,83	16,78	49,00	39,50	Sumatoria	

Anexo 2: Comparaciones pareadas entre alternativas para el criterio 1.

Las alternativas que mejor califican para el criterio 1, son la 1,4 y la 5.

Criterio 2	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	Vector Propio Criterios	Proporcion de Consistencia (PC)
A1	**1**	4	1/3	1/2	6	7	7	6	2	5	0,2544353	5,15%
A2	1/4	**1**	1/6	1/5	3	4	4	1/2	1/3	2	0,098244	
A3	3	6	**1**	2	8	9	9	5	4	7	0,4088757	
A4	2	5	1/2	**1**	7	8	8	4	3	6	0,3136506	
A5	1/6	1/3	1/8	1/7	**1**	2	2	1/4	1/5	1/2	0,042593	
A6	1/7	1/4	1/9	1/8	1/2	**1**	1	1/5	1/6	1/3	0,0260069	
A7	1/7	1/4	1/9	1/8	1/2	1	**1**	1/5	1/6	1/3	0,0260069	
A8	1/6	2	1/5	1/4	4	5	5	**1**	1/2	3	0,1330264	
A9	1/2	3	1/4	1/3	5	6	6	2	**1**	4	0,1811256	
A10	1/5	1/2	1/7	1/6	2	3	3	1/3	1/4	**1**	0,0677476	
Sumatoria	7,57	22,33	2,94	4,84	37,00	46,00	46,00	19,48	11,62	29,17	Sumatoria	

Anexo 3: Comparaciones pareadas entre alternativas para el criterio 2.

Las alternativas que mejor califican para el criterio 2, son la 1,3 y la 4.

Criterio 3	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	Vector Propio Criterios	Proporcion de Consistencia (PC)
A1	**1**	1/2	1/5	2	5	4	4	3	1/4	1/3	0,2054903	4,17%
A2	2	**1**	1/4	3	6	5	5	4	1/3	1/2	0,2905423	
A3	5	4	**1**	6	9	8	8	7	2	3	0,5689818	
A4	1/2	1/3	1/6	**1**	4	3	3	2	1/5	1/4	0,1337854	
A5	1/5	1/6	1/9	1/4	**1**	1/2	1/2	1/3	1/8	1/7	0,0334491	
A6	1/4	1/5	1/8	1/3	2	**1**	1	1/2	1/7	1/6	0,0552186	
A7	1/4	1/5	1/8	1/3	2	1	**1**	1/2	1/7	1/6	0,0552186	
A8	1/3	1/4	1/7	1/2	3	2	2	**1**	1/6	1/5	0,0864164	
A9	4	3	1/2	5	8	7	7	6	**1**	2	0,4737566	
A10	3	2	1/3	4	7	6	6	5	1/2	**1**	0,3809959	
Sumatoria	16,53	11,65	2,95	22,42	47,00	37,50	37,50	29,33	4,86	7,76	Sumatoria	

Anexo 4: Comparaciones pareadas entre alternativas para el criterio 3.

Las alternativas que mejor califican para el criterio 3, son la 3,9 y la 10.

Criterio 4	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	Vector Propio Criterios	Proporcion de Consistencia (PC)
A1	**1**	9	8	7	7	8	8	4	6	6	0,5661676	2,45%
A2	1/9	**1**	1/2	1/3	1/3	1/2	1/2	1/6	1/4	1/4	0,0342133	
A3	1/8	2	**1**	1/2	1/2	1	1	1/5	1/3	1/3	0,0572044	
A4	1/7	3	2	**1**	1	2	2	1/4	1/2	1/2	0,1020877	
A5	1/7	3	2	1	**1**	2	2	1/4	1/2	1/2	0,1020877	
A6	1/8	2	1	1/2	1/2	**1**	1	1/5	1/3	1/3	0,0572044	
A7	1/8	2	1	1/2	1/2	1	**1**	1/5	1/3	1/3	0,0572044	
A8	1/4	6	5	4	4	5	5	**1**	3	3	0,3197455	
A9	1/6	4	3	2	2	3	3	1/3	**1**	1	0,1718811	
A10	1/6	4	3	2	2	3	3	1/3	1	**1**	0,1718811	
Sumatoria	2,36	36,00	26,50	18,83	18,83	26,50	26,50	6,93	13,25	13,25	Sumatoria	

Anexo 5: Comparaciones pareadas entre alternativas para el criterio 4.

Las alternativas que mejor califican para el criterio 4, son la 1 y 8.