



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E
INVESTIGACIÓN
INGENIERÍA MECÁNICA
TESIS

“CARACTERIZACIÓN DE ARCILLAS MICHOACANAS
PARA SU APLICACIÓN EN SISTEMAS TÉRMICOS”

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
DOCTOR EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA
PRESENTA:

M.C. HIPÓLITO MAGDIEL VENEGAS MONTAÑO

ASESOR: DR. PABLO GENARO MARTÍNEZ TORRES

MORELIA, MICHOACÁN, MÉXICO – AGOSTO 2025 –

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer, primeramente, a la vida misma, que puso en mi camino a todas las personas que hicieron posible mi crecimiento como persona, como amigo y como investigador.

A mi esposa Lucia Murillo, porque con ella comenzó el viaje. Siempre he contado con su apoyo moral, su motivación y sobre todo, con su inmenso amor. A mis padres, Hipólito Venegas y Olga Montaña, por darme el más grande regalo: la vida. Gracias por su apoyo constante, por motivarme siempre a ser mejor persona, por darme la libertad de elegir mi camino y acompañarme con sus consejos y con amor infinito. A mis suegros, Isaías Murillo y María de la Luz Balderas, por su apoyo incondicional, por sus consejos, por motivarme a esforzarme y brindarme siempre un hogar donde soy bien recibido y amado.

Agradezco profundamente al Dr. Pablo Martínez, por la oportunidad de conocerlo tanto en el ámbito laboral como en el personal. Gracias por su apoyo, su dedicación y por ser un ejemplo como profesor e investigador, ya que me motivo a seguir adelante, a echarle ganas, y ser una mejor persona. Agradezco por darme la oportunidad de pertenecer a su grupo de trabajo donde he conocido personas que han enriquecido mi conocimiento y mi persona. Extiendo también mi gratitud a su esposa, la Dra. Nikte, por apoyarme en este proyecto, por jalarme las orejas y por darme la oportunidad de conocerla.

Finalmente, agradezco a Verónica Aguilar Romero, por su apoyo incondicional, por su motivación constante y por su valioso acompañamiento a lo largo de este proceso.

ABSTRACT

This doctoral thesis presents a characterization of Michoacán clays, with the aim of making use of this type of material for applications in sustainable thermal technologies. The study addresses the analysis of physical, thermal, mechanical, and crystallographic composition properties of samples from Tlalpujahua and Capula, which were subjected to various thermal treatments.

The results show that the properties of the clays depend significantly on the temperature and duration of the thermal treatment. It was observed that the crystallographic components and their transformations due to thermal treatment directly influence the physical, thermal, and mechanical properties, as well as the clays' ability to function as an additive in composite materials. Experimental evidence demonstrates that the incorporation of thermally treated clay improves the thermal efficiency of a phase change material (soy wax), opening new possibilities for the design of sustainable thermal composites. One of the main contributions of this work is the proposal of a predictive mathematical model for thermal conductivity, based on the obtained crystallographic composition.

As scientific research, this thesis fosters the use of local resources with low environmental impact, promotes alternative materials for energy efficiency, and lays the groundwork for future research in the design of advanced thermal composites based on clays.

Keywords: Clay characterization, thermal conductivity, thermal diffusivity, Vickers Hardness, phase change materials.

RESUMEN

Esta tesis presenta una caracterización de arcillas Michoacanas, con la finalidad de aprovechar este tipo de material en aplicaciones con tecnologías térmicas sostenibles. El estudio abarca el análisis de propiedades físicas, térmicas, mecánicas y de composición cristalográfica de muestras provenientes de Tlalpujahua y Capula, las cuales fueron sometidas a diversos tratamientos térmicos.

Los resultados muestran que las propiedades de las arcillas dependen significativamente de la temperatura y el tiempo de tratamiento térmico. Se observó que los componentes cristalográficos y sus transformaciones debido al tratamiento térmico, influyen directamente en las propiedades físicas, térmicas, mecánicas y en la capacidad de las arcillas para funcionar como aditivo en materiales compuestos. Se demuestra experimentalmente que la incorporación de arcilla tratada térmicamente mejora la eficiencia térmica de un material de cambio de fase (cera de soya), lo que abre nuevas posibilidades para el diseño de compuestos térmicos sostenibles. Una de las principales contribuciones de este trabajo es la propuesta de un modelo matemático predictivo de la conductividad térmica, basado en la composición cristalográfica obtenida.

Como investigación científica, esta tesis fomenta el uso de recursos locales con bajo impacto ambiental, promueve materiales alternativos para la eficiencia energética y sienta las bases para futuras investigaciones en el diseño de compuestos térmicos avanzados basados en arcillas.

Palabras clave: Caracterización de arcillas, conductividad térmica, difusividad térmica, dureza Vickers, material de cambio de fase.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, el aprovechamiento de energías renovables y el desarrollo de tecnologías sostenibles representan una prioridad tanto a nivel industrial como académico. En este contexto, el estudio de materiales con propiedades térmicas favorables, bajo costo y bajo impacto ambiental ha cobrado gran relevancia. La arcilla, tradicionalmente empleada en alfarería, artesanías y ladrillos de construcción, ha comenzado a explorarse con mayor profundidad en el ámbito ingenieril como un material alternativo para aplicaciones energéticas. Particularmente, destaca su uso como contenedor o aditivo estructural para materiales de cambio de fase (Phase change materials, PCM, por sus siglas en inglés), debido a su resistencia mecánica, capacidad de aislamiento térmico, bajo costo y amplia disponibilidad [Nigay et al., 2017b, Sane et al., 2020, V Voronin et al., 2020, Çakır Arianpour and Arianpour, 2022], con el objetivo de mejorar el almacenamiento y la gestión de energía térmica.

Paralelamente, el comportamiento de la arcilla sometida a distintos tratamientos térmicos y los cambios estructurales que estos generan en su composición mineralógica, sus propiedades térmicas y sus características mecánicas han incentivado su estudio en contextos como la fabricación de ladrillos porosos, aislantes térmicos económicos y contenedores de almacenamiento térmico [Buchner et al., 2021, Minas et al., 2019, Lan et al., 2021].

En México, la arcilla destaca por su diversidad de usos, desde objetos utilitarios hasta expresiones artísticas contemporáneas. Según la Real Academia Española, la arcilla es una sustancia mineral blanca, combinación de sílice y alúmina, que en presencia de agua adquiere plasticidad. Al ser calcinada, se contrae y pierde dicha propiedad. Se presenta en distintas formas (polvo, lodo o sólido) y colores, determinados por la pre-

sencia de otros minerales como silicatos de aluminio hidratados, cuarzo, feldespatos y carbonatos [Díaz and Torrecillas, 2002]. Aunque la riqueza mineralógica de las arcillas ha sido estudiada en múltiples regiones del país, muchas de estas aún carecen de una caracterización completa para usos más allá de los tradicionales.

Referente al estado de Michoacán, las arcillas provenientes de los municipios de Tlalpujahua y Capula, reconocidas por su uso en la producción artesanal, no han sido estudiadas en profundidad ni se han caracterizado para conocer sus posibles aplicaciones como materiales compuestos, térmicos o aislantes. Esta tesis busca contribuir a ese vacío, mediante la evaluación de sus propiedades físicas, térmicas, mecánicas y composición mineralógica, bajo distintos tratamientos térmicos.

Adicionalmente, se propone un modelo matemático predictivo de la conductividad térmica en función de la composición mineralógica. Finalmente, se realiza un primer acercamiento en el comportamiento de un material de cambio de fase al usar polvo de arcilla como aditivo a la cera de soya, evaluando su comportamiento térmico en la transición de líquido a sólido.

Este trabajo representa un esfuerzo por fomentar el uso de recursos locales en el desarrollo de tecnologías limpias, proponiendo la arcilla como material aplicable a sistemas como contenedores de energía térmica, aislantes y como aditivos para materiales de cambio de fase, que fomenten su estudio y su aplicación en el área industrial y académico.

La tesis es estructura de la siguiente manera.

Capítulo 1. Semblanza del problema

En este capítulo se encuentra el contexto de por qué ha sido seleccionada la arcilla como elemento para estudio, su justificación y los objetivos generales y específicos, que incluyen la caracterización física, térmica, composición mineralógica y mecánica de las muestras, así como su aplicación como aditivo en compuestos de materiales de cambio de fase (PCM). La metodología se estructura en cuatro etapas, desde la recolección y caracterización de las muestras hasta el análisis térmico de compuestos (polvo de arcilla mezclado con cera de soya).

El estado del arte incluye una revisión crítica de investigaciones sobre propiedades térmicas de arcillas, composición mineralógica, aplicaciones energéticas y estudios

nacionales e internacionales sobre arcillas mexicanas y michoacanas.

Capítulo 2. Obtención de propiedades físicas, térmicas y composición mineralógica

En este capítulo se detalla el trabajo experimental de caracterización de las propiedades físicas, la composición mineralógica y las propiedades térmicas de las arcillas estudiadas. Para ello, se emplearon técnicas de caracterización como Difracción de Rayos X (XRD, de sus siglas en inglés, x ray diffraction), Espectroscopia por Energía Dispersiva (EDS, de sus siglas en inglés, Energy Dispersive X-ra Spectroscopy) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM, de sus siglas en inglés, Scanning Electron Microscope), así como radiometría fototérmica infrarroja (PTR, de sus siglas en inglés, Photothermal radiometry) para la obtención de las propiedades térmicas como la conductividad térmica y la difusividad térmica.

Se proporciona la metodología de la fabricación de las muestras de arcilla, así como los procesos de tratamiento térmico a los cuales fueron sometidas. Se obtuvieron las propiedades físicas, como la porosidad efectiva y la densidad aparente. Se identificaron las composiciones mineralógicas principales de cada tipo de arcilla y se analizó su comportamiento con respecto a ambos procesos de tratamiento térmico. Asimismo, se propuso un modelo matemático de predicción de la conductividad térmica basado en la composición mineralógica de las muestras.

Los hallazgos obtenidos en este capítulo permiten conocer las diferencias en las propiedades físicas, térmicas y de composición mineralógica de las arcillas procedentes de Tlalpujahua y Capula, dando lugar a conocer las posibles aplicaciones de dichas arcillas.

Capítulo 3. Obtención de propiedades mecánicas

Este capítulo profundiza en la evaluación de la resistencia estructural de las arcillas, mediante ensayos como la prueba de fatiga ultrasónica en flexión de tres puntos y el ensayo de dureza Vickers. Los resultados obtenidos permitieron observar el comportamiento de la dureza y la resistencia a la fatiga en función de la temperatura del tratamiento térmico.

Adicionalmente, los ensayos físicos se complementaron con simulaciones por elementos finitos, las cuales validaron los resultados en cuanto al comportamiento de la dureza

Vickers. Los resultados obtenidos proporcionan un primer acercamiento a las posibles aplicaciones industriales del material, particularmente en lo que respecta a su dureza y resistencia a la fatiga.

Capítulo 4. Materiales de cambio de fase (PCM)

En este capítulo se analizó el comportamiento térmico al usar la arcilla procedente de Tlalpujahua como aditivo en un material de cambio de fase, en este caso, cera de soya. Se elaboraron compuestos mezclando cera de soya con polvo de arcilla tratada térmicamente a distintas temperaturas. Los compuestos obtenidos fueron sometidos a análisis mediante radiometría fototérmica infrarroja por reflexión, con el fin de evaluar su comportamiento durante el proceso de enfriamiento.

Los compuestos elaborados mostraron variaciones en la capacidad de retención de calor durante la solidificación, lo que sugiere que la incorporación del polvo de arcilla modificó la temperatura de transición del PCM. En paralelo se describió un fenómeno denominado “marca de hundimiento”, el cual afecta el patrón de solidificación. Para minimizar la aparición de este efecto, se sugirió un control experimental basado en el control de temperatura de las paredes del reservorio.

Los resultados obtenidos indican que la arcilla no solo actúa como un buen aditivo, sino también como un modulador térmico capaz de mejorar el desempeño de los PCM, haciéndolos más adecuados para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica.

Capítulo 5. Caracterización térmica usando el método Ångstrom

En este último capítulo, se utiliza el método Ångstrom, construido con materiales de fácil acceso como Arduino y una geometría realizada en impresora 3D. Con el método Ångstrom se logró obtener la difusividad térmica de las muestras de arcilla procedentes de Tlalpujahua sometidas a tratamientos térmicos a diferentes temperaturas.

ÍNDICE GENERAL

Agradecimientos	I
Abstract	II
Resumen	III
Introducción	IV
1. Planteamiento del problema	1
1.1. Objetivos	2
1.1.1. General	2
1.1.2. Específicos	2
1.2. Justificación	3
1.3. Hipótesis	3
1.4. Metodología	3
1.5. Estado del arte	4
1.5.1. Conocimientos generales de las arcillas	8

1.5.2.	Propiedades mecánicas de las arcillas	8
1.5.3.	Caracterización térmica de las arcillas	9
1.5.4.	Influencia de la composición mineralógica	9
1.5.5.	Estudios de arcillas mexicanas	10
1.5.6.	Aplicaciones con materiales de cambio de fase (PCM)	11
1.6.	Contribución	12
2.	Obtención de la composición mineralógica y de las propiedades físicas y térmicas de arcillas Michoacanas	14
2.1.	Origen de las muestras	15
2.2.	Obtención de la composición mineralógica	16
2.2.1.	Preparación de los polvos sometidos a XRD	17
2.2.2.	Análisis de resultados obtenidos por XRD	18
2.3.	Obtención de las propiedades físicas	24
2.3.1.	Método de fabricación de las muestras	24
2.3.2.	Aplicación de la técnica de saturación	28
2.3.3.	Resultados de densidad aparente y porosidad efectiva	30
2.3.4.	Obtención del tamaño de grano	34
2.4.	Obtención de las propiedades térmicas	35
2.4.1.	Caracterización térmica mediante la técnica de radiometría fototérmica infrarroja	36
2.4.2.	Resultados de difusividad térmica	40

2.4.3.	Obtención y resultados de conductividad térmica	41
2.4.4.	Modelo matemático propuesto para la predicción de la conducti- vidad térmica	46
2.5.	Microscopía electrónica de barrido	50
2.5.1.	Análisis de las imágenes SEM	51
2.6.	Conclusiones del capítulo	53
3.	Propiedades mecánicas	54
3.1.	Resistencia a la fatiga ultrasónica	55
3.1.1.	Fabricación de las probetas	55
3.1.2.	Ensayo de fatiga ultrasónica	56
3.1.3.	Resultados de fatiga ultrasónica	58
3.1.4.	Imágenes termográficas	59
3.1.5.	Cambio en el color de las probetas de arcilla	60
3.2.	Obtención de la dureza Vickers	60
3.2.1.	Fabricación de las muestras	61
3.2.2.	Prueba de dureza Vickers	61
3.2.3.	Resultados de la prueba de dureza Vickers	63
3.3.	Simulación por elemento finito	64
3.3.1.	Resultados de la simulación	66
3.4.	Discusión	67
3.5.	Conclusiones del capítulo	69

4. Aplicación de la técnica PTR sobre materiales de cambio de fase	70
4.1. Preparación de polvos de arcilla y su mezcla con cera de soya	72
4.2. Aplicación de la técnica PTR	74
4.3. Comportamiento parcial de la mezcla de arcilla con cera de soya	76
4.4. Marca de hundimiento	78
4.5. Resultados del capítulo	81
4.6. Conclusiones del capítulo	83
5. Método Ångstrom para cerámicos y PCM	84
5.1. Fabricación de pastillas de arcilla	85
5.2. Método Ångstrom	85
5.3. Resultados de Difusividad térmica por método Ångstrom	91
5.4. Aplicación del método Ångstrom para PCM	92
5.5. Conclusiones del capítulo	96

CAPÍTULO 1

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La constante evolución tecnológica, especialmente en áreas como la construcción de contenedores de energía, aislantes térmicos y materiales innovadores de construcción, ha impulsado la búsqueda de alternativas que sean más accesibles, sostenibles y menos contaminantes. En este contexto, los materiales naturales son indispensables, especialmente aquellos que se encuentran en abundancia y cuya extracción y procesamiento resultan menos agresivos para el medio ambiente.

Las arcillas, por ser materiales naturales, económicos y ampliamente disponibles, han sido objeto de múltiples estudios con el fin de integrarlas en aplicaciones tecnológicas, tales como sistemas de almacenamiento de energía, aislamiento térmico y en la construcción de edificaciones sustentables. Sin embargo, su potencial varía significativamente según su composición mineralógica, la cual depende del tipo de suelo y de las condiciones geológicas de la región de origen.

A pesar de que México cuenta con una gran diversidad de yacimientos de arcilla a lo largo de su territorio, muchas de estas arcillas no han sido caracterizadas o lo han sido parcialmente. En particular, el estado de Michoacán, conocido por su rica tradición artesanal y su uso de arcillas en la elaboración de ladrillos y cerámica, carece de estudios que exploren el potencial de la arcilla en aplicaciones más especializadas,

como los sistemas térmicos.

La falta de caracterización y documentación sobre las propiedades físicas, químicas y térmicas de estas arcillas limita su aprovechamiento en desarrollos tecnológicos, sustentables e innovadores. Por lo tanto, es necesario investigar y caracterizar las arcillas de esta región para determinar sus posibles aplicaciones en sistemas térmicos u otros sistemas, lo que podría abrir nuevas oportunidades tanto en el ámbito científico como en el desarrollo regional.

1.1 Objetivos

1.1.1 General

Caracterizar las propiedades físicas, mecánicas, térmicas y composición mineralógica de las arcillas Michoacanas para evaluar su potencial, así como su aplicación en sistemas térmicos para su utilización como aislantes y materia prima para la elaboración de contenedores de energía.

1.1.2 Específicos

1. Obtener las propiedades físicas y mecánicas de las arcillas. (Densidad, porosidad y dureza)
2. Obtener las propiedades térmicas de las arcillas. (Conductividad, difusividad, capacidad calorífica)
3. Obtener la composición mineralógica de las arcillas.
4. Analizar el comportamiento térmico al mezclar polvo de arcilla con un material de cambio de fase.
5. Analizar los resultados obtenidos.

1.2 Justificación

La creciente demanda de materiales sostenibles en la industria ha impulsado la búsqueda de nuevos materiales que puedan ser aplicables a sistemas térmicos y que, entre sus principales funciones, puedan actuar como aislantes térmicos o como materia prima para la elaboración de contenedores de energía. La caracterización de estas arcillas puede ofrecer nuevas soluciones para mejorar la eficiencia energética y reducir el impacto ambiental de los sistemas térmicos. Este estudio no solo contribuirá al desarrollo de materiales avanzados, sino que también promoverá el uso de recursos locales, apoyando la economía regional.

1.3 Hipótesis

Las arcillas michoacanas, debido a su composición mineralógica y sus propiedades físicas, mecánicas y térmicas, presentan características que las hacen adecuadas para su uso en sistemas térmicos como aislantes y materia prima para la elaboración de contenedores de energía, ofreciendo una alternativa sostenible y eficiente en comparación con los materiales convencionales.

1.4 Metodología

En la Fig. 1.1 se presenta la metodología empleada en el estudio de caracterización de las arcillas michoacanas para su aplicación en sistemas térmicos. Esta metodología se compone de cuatro etapas principales. La primera etapa del trabajo se enfocó en la obtención de las propiedades físicas, tales como dureza, porosidad efectiva y densidad aparente. También, se realizaron imágenes de las muestras utilizando un microscopio electrónico de barrido (Scanning Electron Microscope, SEM, de sus siglas en inglés). La segunda etapa se centró en la determinación de las propiedades térmicas, incluyendo la difusividad térmica, la conductividad térmica y la capacidad calorífica. En la tercera etapa, se analizaron las composiciones mineralógicas mediante difracción de rayos X (DRX). Finalmente, la cuarta etapa consistió en la preparación de mezclas de arcilla

con cera de soya, con el objetivo de analizar su comportamiento térmico a lo largo del tiempo.

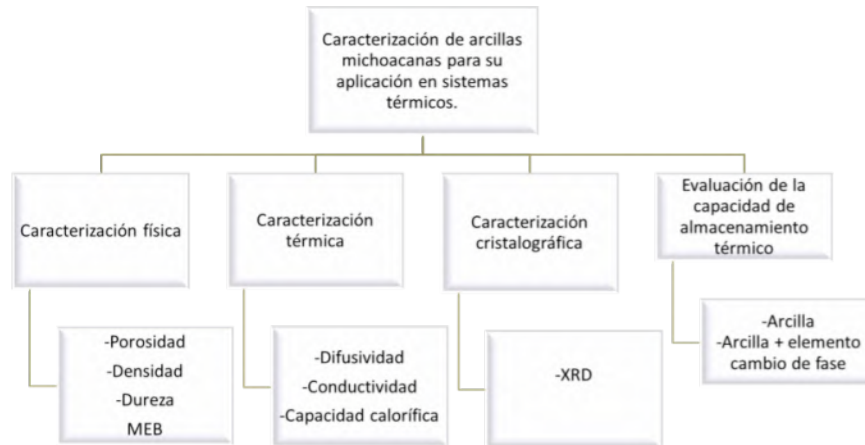


Figura 1.1: Metodología propuesta

1.5 Estado del arte

El estado del arte está dividido en seis partes principales como se muestra en la Tabla 1.1. Estas partes son: conocimientos generales de arcillas, propiedades mecánicas de las arcillas, caracterización térmica de las arcillas, influencia de la composición mineralógica, estudio de arcillas mexicanas y aplicaciones como materiales de cambio de fase (PCM). Por lo tanto, se enlistan algunos de los artículos más relevantes relacionados con estos temas.

Tabla 1.1: Temas que componen el estado del arte.

Año	Referencia	Título
Conocimientos generales		
2018	[Zhou et al., 2018]	Preparation and characterization of mullite foam ceramics with porous struts from white clay and industrial alumina

2008	[Lee et al., 2008]	Field experiments on mitigation of harmful algal blooms using a sophorolipid—yellow clay mixture and effects on marine plankton
2003	[Velde, 2003]	Green clay minerals
1992	[Domínguez and Schifter, 1992]	Las arcillas: el barro noble
Propiedades mecánicas de las arcillas		
2013	[Wagner, 2013]	Mechanical properties of clays and clay minerals
2006	[Pusch, 2006]	Mechanical properties of clays and clay minerals
2002	[Kim and Kim, 2002]	Measurement of hardness on traditional ceramics.
Caracterización térmica de las arcillas		
2022	[Csáki et al., 2022]	Thermal properties of illite-zeolite mixtures up to 1100 °C.
2021	[Liu et al., 2021b]	Modeling thermal conductivity of clays: A review and evaluation of 28 predictive models.
2021	[Kurmus and Mohajerani, 2021]	Energy savings, thermal conductivity, micro and macro structural analysis of fired clay bricks incorporating cigarette butts.
2020	[Xu et al., 2020]	Effects of temperature, dry density, and water content on the thermal conductivity of genhe silty clay
2019	[Xu et al., 2019]	Temperature dependence of apparent thermal conductivity of compacted bentonites as buffer material for high-level radioactive waste repository.
2016	[Deng and Li, 2016]	Study on preparation of thermal storage ceramic by using clay shale

2015	[Musyoka and Langmi, 2015]	Clay and clay-supported materials for clean energy storage applications
2000	[Sadek and Mekhamer, 2000]	Ca-montmorillonite clay as thermal energy storage material.
Influencia de la composición mineralógica		
2018	[El Idrissi et al., 2018]	The influence of clay composition and lithology on the industrial potential of earthenware.
2010	[García-Ten et al., 2010]	Thermal conductivity of traditional ceramics: Part II: Influence of mineralogical composition.
2010	[Gualtieri et al., 2010]	Thermal conductivity of fired clays: Effects of mineralogical and physical properties of the raw materials
2010	[Valanciene et al., 2010]	The influence of mineralogical composition on the colour of clay body. Journal of the European Ceramic Society,
Estudio de arcillas mexicanas		
2024	[Pérez-Moreno et al., 2024]	Disminución de la dureza del agua con membranas porosas elaboradas con arcillas mexicanas
2022	[López-Acosta et al., 2022]	Thermal properties of soft clayey soils from the former lake Texcoco in Mexico.
2021	[García Sánchez et al., 2021]	Diseño de un sistema de adsorción a base de arcilla para la remoción de plomo.
2015	[Garcia-Valles et al., 2015]	Kaolin from Acoculco (Puebla, Mexico) as raw material: Mineralogical and thermal characterization.
2007	[Custodio-García et al., 2007]	Microstructural characterization of fired clay bricks in the Chontalpa region, Tabasco, Mexico.
Estudio de arcillas michoacanas		

2022	[Alonso-Guzman et al., 2022]	Propiedades mecánicas, estética y dinámicas de arcillas estanilizadas
2008	[Israde-Alcántara et al., 2008]	Beidellite-nontronite clays in Neogene sediments from Cuitzeo-Charo lacustrine basin Michoacán, México: Geological setting and paleoenvironmental implications
1998	[de la Torre et al., 1998]	Electron microscopy and X-ray analysis of lacustrine clays from the Charo Canyon, State of Michoacán, Mexico
Aplicaciones con materiales de cambio de fase (PCM)		
2023	[Gupta et al., 2023]	Experimental analysis of clay bricks incorporated with phase change material for enhanced thermal energy storage in buildings.
2022	[Ait Ousaleh et al., 2022]	Enhanced inorganic salts stability using bentonite clay for high performance and low-cost thermochemical energy storage.
2021	[Iasiello et al., 2021]	Metal foam/pcm melting evolution analysis: Orientation and morphology effects.
2020	[V Voronin et al., 2020]	Clay composites for thermal energy storage: A review.
2012	[Oliver et al., 2012]	Clasificación y selección de materiales de cambio de fase según sus características para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica.
2009	[Ramírez, 2009]	Integración de materiales de cambio de fase en placas de yeso reforzadas con fibras de polipropileno aplicación a sistemas de refrigeración y calefacción pasivos para almacenamiento de calor latente en edificios.

1.5.1 Conocimientos generales de las arcillas

Las arcillas han sido objeto de estudio desde múltiples enfoques, especialmente por su diversidad mineralógica y propiedades físicas, que varían según la región de origen. Por esta razón, es común identificarlas según su color, origen geográfico o composición mineralógica. Algunos ejemplos incluyen la arcilla blanca con alto contenido de sodio [Zhou et al., 2018], la arcilla amarilla de Tongyeong, Corea del Sur [Lee et al., 2008], la arcilla verde rica en hierro [Velde, 2003], y la arcilla roja, que es una de las más comunes y ampliamente conocidas. En el contexto mexicano, existe una amplia gama de arcillas, como la blanca, rosa, negra, verde y el barro rojo (llamado así coloquialmente), utilizadas tradicionalmente en alfarería y construcción. Esta variedad se debe a la composición mineralógica otorgada por la región geográfica de extracción, como el estado de Durango, Puebla, Tlaxcala, Chupaderos, Zacatecas, Oaxaca, Guanajuato, Veracruz, el lago de Texcoco y zonas lacustres del Valle de México [Domínguez and Schifter, 1992], entre otros. Esta diversidad motiva la realización de diversos estudios de caracterización, que se abordan más adelante, considerando aspectos térmicos, físicos, composición mineralógica y su combinación con materiales de cambio de fase, tanto en estudios nacionales como internacionales.

1.5.2 Propiedades mecánicas de las arcillas

A lo largo del tiempo, también se han estudiado las propiedades mecánicas de las arcillas. Tal es el caso de Wagner (2013), quien menciona que dichas propiedades dependen del tipo y contenido de minerales, así como de la interacción entre sus partículas. Wagner estudió el comportamiento de suelos con arcillas problemáticas, como los suelos expansivos, arcillas rápidas y lutitas negras [Wagner, 2013]. Por su parte, Pusch (2006) señala que las propiedades mecánicas más importantes en las arcillas son la conductividad hidráulica, la conductividad de gas, la capacidad de difusión de iones, el potencial de hinchamiento y la compresibilidad [Pusch, 2006]. Kim (2002) determinó cuantitativamente la dureza de la loza de arcilla, aplicando mediciones de indentación Vickers y de Mohs, logrando comparar los resultados bajo el efecto de diferentes tamaños de indentación [Kim and Kim, 2002].

1.5.3 Caracterización térmica de las arcillas

Diversos investigadores han estudiado el comportamiento térmico de las arcillas bajo distintas condiciones. Csáki analizó la mezcla illita-zeolita a temperaturas superiores a 1100 °C [Csáki et al., 2022]. Liu (2021) propuso modelos predictivos para la conductividad térmica de arcillas, aplicables en campos como la ingeniería geotécnica o la ciencia del suelo [Liu et al., 2021b], mientras que Halenur (2021) logró una disminución en la conductividad térmica de una arcilla comercial al aumentar su porosidad mediante la incorporación de colillas de cigarro antes del tratamiento térmico [Kurmus and Mohajerani, 2021]. Xu (2020) examinó los efectos de la pérdida de agua y la densidad en la conductividad térmica de arcilla limosa [Xu et al., 2020], y en el año 2019 analizó la conductividad térmica de bentonitas compactadas entre 5 y 90 °C para su uso como amortiguador en depósitos de residuos nucleares [Xu et al., 2019].

En cuanto a almacenamiento térmico, Tangfei (2016) utilizó la lutita, un tipo de roca sedimentaria mezclada con caolinita y otros compuestos, para la preparación de cerámica destinada al almacenamiento térmico mediante sinterización sin presión a una temperatura de 1080 °C, logrando excelente densidad de almacenamiento térmico y buena conductividad térmica [Deng and Li, 2016]. Nicholas (2015) presenta una revisión de investigaciones donde destaca el uso de arcilla y contenedores de arcilla para almacenar energía [Musyoka and Langmi, 2015]. Olfat (2000) utilizó arcilla montmorillonita como material base para un contenedor de energía que absorbe vapor de agua, aprovechando la capacidad de dicha arcilla para absorber grandes cantidades de agua [Sadek and Mekhamer, 2000].

1.5.4 Influencia de la composición mineralógica

El papel de la composición mineralógica en las propiedades térmicas ha sido ampliamente documentado. Hicham (2018) estudió la influencia de la composición de arcillas extraídas en diferentes regiones de Marrakech para su potencial uso en la industria de la loza. Encontró que, aunque la mayoría de las muestras eran aptas, aquellas que contenían argilita presentaban mayores resistencias mecánicas [El Idrissi et al., 2018]. Garcia-Ten exploró cómo la combinación de cuarzo, feldespatos, calcita y caolinita afec-

ta la conductividad térmica de arcilla roja tratada a 1000 °C [García-Ten et al., 2010]. Gualtieri desarrolló un modelo polinomial que integra múltiples factores composicionales para predecir el comportamiento térmico de arcillas tratadas a 850 °C [Gualtieri et al., 2010]. V. Valience (2010) estudió cómo los cambios en la estructura mineralógica pueden afectar el color de las arcillas, los cuales no solo dependen del total de hierro, sino también de la manera en que este se mezcla con los minerales de la arcilla durante la formación de cerámicos (bajo tratamiento térmico) [Valanciene et al., 2010].

1.5.5 Estudios de arcillas mexicanas

En México, se han realizado investigaciones específicas sobre arcillas locales. Víctor Pérez (2024) utilizó arcilla proveniente de la Solana, Querétaro, México, para la elaboración de membranas porosas, para tratar el agua disminuyendo su dureza. El proceso consiste en compactar la arcilla por medio de una prensa hidráulica y sinterizar la arcilla en una mufla a 500 °C, 800 °C y 1000 °C [Pérez-Moreno et al., 2024]. López-Acosta evaluó las propiedades térmicas de arcillas suaves del Lago de Texcoco [López-Acosta et al., 2022]. Fanny María presenta su tesis de maestría con la elaboración de un sistema de adsorción a base de arcilla extraída en Fresnillo, Zacatecas, para la remoción de plomo, comprobando que la arcilla era de tipo bentonita y demostró ser adsorbente de diversos iones metálicos como el plomo, el cadmio, el arsénico, entre otros [García Sánchez et al., 2021]. García-Valles analizó kaolinita de Acoculco, Puebla, con énfasis en análisis termogravimétrico [García-Valles et al., 2015], mientras que, Custodio caracterizó la microestructura de ladrillos cocidos en Tabasco, enfocándose en la relación entre porosidad y composición mineral [Custodio-García et al., 2007].

En cuanto a los estudios que se han realizado en el estado de Michoacán se tiene el realizado por Elia Mercedes quién analizó las propiedades mecánicas, dinámicas y apreciación estética de varias muestras de suelos arcillosos de la localidad de Santiago Undameo, las cuales fueron estabilizadas con ciertos porcentajes de cemento, cal, yeso, mucílago de nopal entre otros [Alonso-Guzman et al., 2022]. En cuanto a Isabel Israde, quien estudió y analizó depósitos lacustres y fluviolacustres de tres regiones principales a los alrededores de Michoacán, como son Las Pulgas, Lomas Blancas y Tzitzimeo, donde se realizó un estudio de campo, petrografía y espectrometría de rayos X [Israde-Alcántara et al., 2008]. Georgina Carvajal de la Torre analizó, por

medio de microscopía electrónica y difracción de rayos X, la arcilla lacustre expuesta en una columna estratigráfica en el cañón de Charo, estado de Michoacán, México [de la Torre et al., 1998].

1.5.6 Aplicaciones con materiales de cambio de fase (PCM)

En cuanto a la construcción, Manglesh (2023) analizó el efecto sobre el rendimiento térmico de ladrillos de arcilla mezclados con microcápsulas con diferentes geometrías integradas con grafito, obteniendo una comparativa entre un ladrillo convencional y uno integrado por materiales de cambio de fase [Gupta et al., 2023]. Hanane (2022) propuso una reducción en el costo de los materiales de almacenamiento de calor termoquímico, sugiriendo la benonita natural como soporte de sales hidratadas de cloruro para aplicaciones de almacenamiento de calor de bajo grado [Ait Ousaleh et al., 2022]. Una investigación realizada por Iasiello (2021) donde ha analizado la evolución térmica de PCM en contacto con materiales porosos como espuma metálica [Iasiello et al., 2021], y otros han propuesto el uso de contenedores de arcilla para evitar pérdidas de material de cambio de fase líquido-sólido, sólido-líquido como es el caso de Voronin y Fakhrullin [V Voronin et al., 2020, Fakhrullin et al.,]. Oliver (2012) clasificó diversos PCM según sus propiedades fisicoquímicas y aplicabilidad [Oliver et al., 2012]. En el ámbito del almacenamiento térmico, los materiales de cambio de fase (PCM) han sido incorporados en compuestos con arcilla. La tesis de Ramírez (2009) integra PCM en placas de yeso para mejorar su capacidad térmica, reduciendo el consumo energético en edificaciones [Ramírez, 2009].

La revisión presentada permite reconocer la riqueza y diversidad de estudios realizados en torno a las arcillas, desde sus propiedades físicas, térmicas y mecánicas, hasta sus aplicaciones más innovadoras en combinación con materiales de cambio de fase. Se observa una clara tendencia hacia el aprovechamiento de recursos locales, especialmente en el contexto mexicano, así como un creciente interés en la optimización de materiales para aplicaciones energéticas y medioambientales. Este panorama resalta la necesidad de continuar con investigaciones que profundicen en la caracterización de arcillas regionales y su potencial uso en tecnologías sostenibles, abriendo la puerta a

nuevas propuestas basadas en materiales accesibles, eficientes y adaptados al entorno.

1.6 Contribución

La caracterización de las arcillas michoacanas, provenientes de los municipios de Tlalpujahua y Capula, permitió identificar algunas de sus propiedades físicas, térmicas, mecánicas y composición mineralógica. Este estudio proporciona una base para futuras investigaciones donde se busque explorar aplicaciones con este tipo de arcillas, especialmente considerando que sus propiedades varían según la región de recolección. En este trabajo se comprobó dicha variabilidad, ya que las propiedades de la arcilla de Tlalpujahua resultaron distintas a las de la región de Capula.

En lo que respecta a las propiedades físicas, se logró determinar la densidad aparente y la porosidad efectiva, las cuales demostraron depender del tratamiento térmico aplicado. Aunque los valores obtenidos para ambas arcillas fueron similares, su comportamiento con respecto al tratamiento térmico presentó diferencias. En cuanto a la caracterización mecánica, se exploraron distintas técnicas para medir la dureza en materiales cerámicos, donde fue posible determinar la dureza mediante la técnica de indentación Vickers para ambos tipos de arcillas. Se logró someter probetas elaboradas de arcilla a fatiga ultrasónica, obteniendo la vida útil del material con respecto a la temperatura del tratamiento térmico.

Respecto a las propiedades térmicas, se aplicaron con éxito tanto la técnica de radiometría fototérmica como la técnica de Ångström, lo que permitió obtener parámetros relevantes para evaluar el potencial de dicha arcilla en aplicaciones térmicas bajo diferentes condiciones de tratamiento térmico. Se concluyó que estas propiedades térmicas dependen no solo de la temperatura del tratamiento, sino también del tiempo del tratamiento térmico, así como de la composición mineralógica específica de cada arcilla. Una de las principales contribuciones en este ámbito fue la formulación de un modelo básico de predicción de la conductividad térmica, sustentado en los datos de composición mineralógica, sus transiciones de fase y pérdidas de masa observadas en el compuesto.

Finalmente, al haberse obtenido los compuestos mineralógicos, las propiedades físicas y mecánicas de las arcillas, fue posible proponer un primer acercamiento para su

uso como aditivo en materiales de cambio de fase. Demostrando parcialmente que la incorporación de arcilla tratada térmicamente influye en el comportamiento del cambio de fase.

CAPÍTULO 2

OBTENCIÓN DE LA COMPOSICIÓN MINERALÓGICA Y DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y TÉRMICAS DE ARCILLAS MICHUACANAS

Una de las propiedades fundamentales a considerar para la aplicación de las arcillas es el endurecimiento inducido por tratamiento térmico. Este proceso genera transformaciones en su composición mineralógicas, que a su vez provocan cambios en las propiedades físicas y térmicas de las arcillas, lo que significa que se encuentran estrechamente relacionadas. La composición mineralógica depende directamente de la región geográfica de origen [[Murray, 2006](#)]. Por ello, es esencial caracterizar la composición mineralógica de las arcillas para con ello asociar sus propiedades físicas y comportamiento térmico y así identificar sus posibles aplicaciones [[Acevedo et al., 2017](#), [Ihekwe et al., 2020](#)].

En este capítulo se evaluaron las propiedades físicas y térmicas de las arcillas, así como su composición mineralógica. La caracterización física incluyó la determinación de la porosidad efectiva y la densidad aparente, mientras que la caracterización térmica se llevó a cabo mediante la técnica de radiometría fototérmica infrarroja. Estas pro-

piedades fueron determinadas con el objetivo de analizar la influencia del tratamiento térmico y de su composición mineralógica en el comportamiento de las arcillas.

Adicionalmente, se incorporó un modelo matemático predictivo de la conductividad térmica, basado en la morfología del poro, la composición mineralógica y su contenido en porcentaje de masa obtenido mediante el análisis de XRD. Este modelo permitió correlacionar el comportamiento de la conductividad térmica con la composición mineralógica de las arcillas tratadas térmicamente.

2.1 Origen de las muestras

La arcilla fue adquirida directamente con los alfareros en la población de Tlalpujahua (municipio de Tlalpujahua) y Capula (tenencia del municipio de Morelia) (ver Fig. 2.1). Estas arcillas usualmente son extraídas en forma de polvo, el cual es mezclado con agua para obtener una consistencia de masa que es utilizada por los alfareros para realizar artesanías en hornos caseros. Para este estudio, la arcilla fue adquirida de igual manera en su forma de polvo para aplicar el mismo proceso artesanal en cuanto a la fabricación de las muestras, por lo que no se requirió un control granulométrico. Además de que se buscó estudiar la arcilla desde la forma en que es adquirida del terreno y es utilizada por los alfareros.

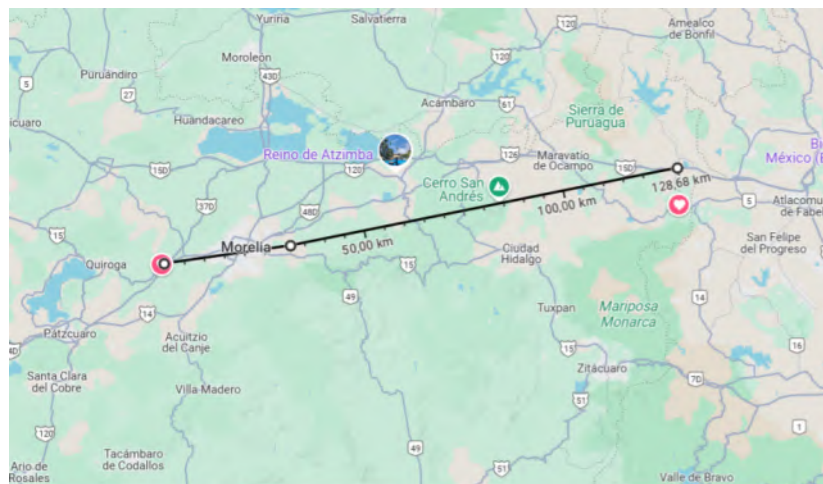


Figura 2.1: Ubicación geográfica de la población de Tlalpujahua y la tenencia de Capula con respecto a la ubicación de Morelia, Michoacán. Tomado de Google Maps.

2.2 Obtención de la composición mineralógica

Para poder llevar a cabo la caracterización de las arcillas en cuanto a su composición mineralógica fue indispensable el uso de dos técnicas indispensables. La primera técnica llamada espectroscopia de energía dispersa de rayos X (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDS, por sus siglas en inglés), permite identificar y cuantificar los elementos presentes en la superficie de la muestra, mediante la detección de rayos X característicos emitidos por los átomos al ser excitados por un haz de electrones.

La técnica fue aplicada a los polvos de arcilla sin un tratamiento térmico previo, los cuales fueron analizados utilizando la paquetería del software EDAX Genesis, del microscopio electrónico de barrido, proporcionando la composición elemental de las muestras. Para el caso del polvo de Tlalpujahua se observaron como los principales elementos que lo componen al magnesio (Mg), oxígeno (O), silicio (Si), potasio, (K), aluminio (Al) y hierro (Fe); mientras que, para el procedente de Capula, los elementos principales detectados fueron carbón (C), silicio (Si), sodio (Na), hierro (Fe), oxígeno (O) y aluminio (Al).

Se utilizó como segunda técnica la difracción de rayos X (X-ray Diffraction, XRD, por sus siglas en inglés), la cual permite identificar las fases cristalinas y los compuestos presentes en los materiales, a partir de la comparación con los datos del Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). El análisis se llevó a cabo utilizando un difractómetro Siemens D500, con geometría de Bragg-Brentano y radiación $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$), bajo la siguiente configuración experimental: un paso de 0.02° , un tiempo de integración de 5 segundos y un rango de barrido de $5^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$.

Una de las finalidades de la aplicación de esta técnica fue obtener información en relación al cambio estructural de las arcillas con respecto al tratamiento térmico. Tomando en consideración lo antes descrito, se realizaron varias muestras de polvos tratados térmicamente a diferentes temperaturas, como se aborda en el siguiente apartado.

2.2.1 Preparación de los polvos sometidos a XRD

La metodología para la preparación de los polvos procedentes de cada región consistió en realizar una molienda en un mortero hasta lograr un polvo con apariencia más fina. Posteriormente fueron tratados térmicamente en una mufla (Terlab, TE-M12D) con una capacidad de temperatura máxima de 1050 °C y con rampas de temperatura personalizadas.

Los polvos se vieron sometidos a dos procesos de tratamiento térmico (TT), el primero nombrado como TT a temperatura variable, es el proceso en el que las muestras fueron sometidas a tratamiento térmico a diferentes temperaturas con un tiempo de permanencia fijo de 5 horas. Las temperaturas seleccionadas son: temperatura ambiente (sin tratamiento térmico), 500 °C, 625 °C, 750 °C, 865 °C y 1000 °C. El segundo, nombrado como TT a tiempo variable, es la referencia al tratamiento térmico a una temperatura constante de 1000 °C, variando el tiempo de permanencia a dicha temperatura. Los tiempos de permanencia fueron de 2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 12, 13, 24 horas para los polvos procedentes de Tlalpujahua, mientras que para los polvos de Capula, los tiempos fueron 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 12, 13, 24 horas. En ambos procesos se llevó a cabo una configuración de rampa de temperatura de 5 °C/min.

Para poder simplificar la relación de temperatura y la procedencia de las muestras, se designaron las nomenclaturas mostradas en la Tabla 2.1. Se designó como aT y aC a las muestras fabricadas con polvo procedente de Tlalpujahua y Capula, respectivamente.

Tabla 2.1: Nomenclaturas para las muestras utilizadas para los resultados de XRD

TT a temperatura variable por 5 h						
Temperatura	500 °C	625 °C	750 °C	865 °C	1000 °C	S/N Tratamiento
Nombre de la muestra	aT1, aC1	aT2, aC2	aT3, aC3	aT4, aC4	aT5, aC5	aTo, aCo
TT a 1000 °C con tiempo variable						
Tiempo	2	5	6	8	12	24
Nombre de la muestra	aT6, aC6	aT5, aC5	aT7, aC7	aT8, aC8	aT9, aC9	aT10, aC10

2.2.2 Análisis de resultados obtenidos por XRD

Después de preparar las muestras de polvo y someterlas a tratamiento térmico, se analizaron los difractogramas obtenidos por medio de XRD. En las Fig. 2.2 y 2.3, se muestran los difractogramas resultantes del proceso TT a temperatura variable, y en las Fig. 2.4 y 2.5, se muestran los respectivos del proceso TT con tiempo variable. Los difractogramas fueron analizados individualmente mediante el software Match, en su versión gratuita, con el fin de identificar las estructuras cristalinas mediante las referencias JCPDS correspondientes para cada muestra de polvo. Obteniendo de igual manera su composición mineralógica en porcentaje de masa y mostrando los compuestos mineralógicos identificados en las Tablas 2.2 y 2.3.

Una vez obtenidas las referencias JCPDS, es posible describir el comportamiento de los compuestos, el cual se explicará con respecto al aumento de la temperatura con que fueron tratados los polvos.

En la Fig. 2.2 se muestran los cuatro difractogramas principales en relación a las temperaturas de tratamiento térmico de las muestras de Tlalpujahuá (aT0, aT1, aT3 y aT5). Se observa a simple vista que los picos son estrechos y bien definidos, lo que indica que exhiben una alta cristalinidad.

Una de las principales fases cristalinas presentes en todas las muestras es el cuarzo (SiO_2), el cual presenta un incremento en su concentración mineralógica desde un 61 wt % en la muestra aT0 hasta un 89.8 wt % en la muestra aT5. En cuanto al compuesto illita ($\text{Al}_4\text{KO}_12\text{Si}_2$), el cual se encuentra presente desde que el polvo es extraído del suelo, por lo que se presenta desde la muestra aT0 hasta la muestra aT4, con una disminución en su concentración desde un 36 wt % hasta llegar a un valor mínimo de 21.6 wt %. Para el compuesto espinela (Al_2MgO_4) se deben llevar los polvos a altas temperaturas para que se haga presente, como lo fue en la muestra aT5 donde aparece por primera vez, con una concentración del 2.6 wt %, dicha aparición se debe al resultado de la transformación de la illita al ser tratada térmicamente a altas temperaturas [Peña, 1966, Widjonarko et al., 2022]. Asimismo, se observa que el compuesto hematita-proto ($\text{Fe}_{1.76}\text{H}_{0.06}\text{O}_3$) requiere de igual manera un tratamiento térmico elevado, ya que se presenta hasta la temperatura de la muestra aT4 con una concentración del 0.6 wt % para posteriormente aumentar hasta un 7.6 wt % en la muestra aT5. El

compuesto annita ($\text{Al}_{2.52}\text{Fe}_{2.312}\text{K}_{0.92}\text{O}_{12}\text{Si}_{2.28}$), el cual se forma durante el tratamiento térmico aproximadamente a la temperatura de la muestra aT1 con una concentración promedio de 2.25 wt % hasta la muestra aT4, para después desaparecer por completo en la muestra aT5. La desaparición de este compuesto a altas temperaturas como la de la muestra aT5 contribuyó a la formación de la espinela y al incremento en la concentración del cuarzo y de la hematita-proto. En los difractogramas obtenidos también fue posible identificar compuestos con una menor concentración, como la gupita (Fe_3Si), la cual se hace presente en las muestras aT0 y aT1, y el compuesto pyroxene-ideal (MgO_3Si), que aparece únicamente en la muestra aT1.

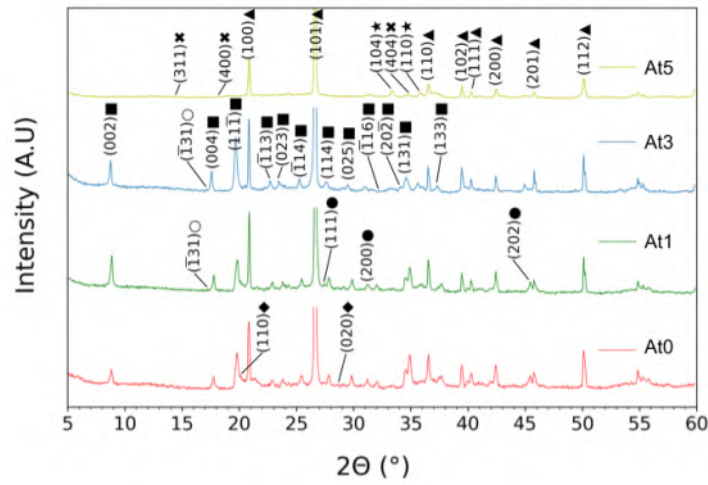


Figura 2.2: Difractogramas obtenidos por medio de XRD de polvo de arcilla bajo el proceso TT a temperatura variable para Tlalpujahua. Las referencias JCPDS y los compuestos identificados corresponden a: (96-901-2601), cuarzo, ▲; (96-900-9666), illita, ■; (96-901-4752), gupeitita, ● ; (96-900-2316), annita, ○; (96-900-2909), piroxene-ideal, ◆; (96-900-2162), hematita proto, ★; (96-901-0352), espinela, ×, [Venegas et al., 2025].

Con respecto a las muestras de Capula, en la Fig. 2.3 se representan los cuatro difractogramas principales obtenidos mediante XRD (aC0, aC1, aC3 y aC5), donde se observa que en la muestra aC0 se presenta un grado bajo de amorfismo, visible por los picos anchos y poco definidos. Asimismo, se observa que dicho amorfismo se va reduciendo conforme se va aumentando la temperatura en el tratamiento térmico.

Con los difractogramas obtenidos fue posible identificar los compuestos más abundantes y su comportamiento con respecto a la temperatura del tratamiento. Uno de los

compuestos principales es el cuarzo (SiO_2), el cual aparece en todas las muestras, sin embargo, a diferencia con las muestras de Tlalpujahua, se experimentó una disminución en la concentración del cuarzo. Este comportamiento se observó mientras se aumentaba la temperatura del tratamiento térmico, comenzando desde la temperatura de la muestra aC1 con un valor inicial en su concentración del 30.8 wt % disminuyendo hasta un 16.5 wt % tras experimentar la temperatura de la muestra ac5. De igual manera, se observa un comportamiento similar con respecto a la temperatura, del compuesto dióxido de silicio ortorrómbico (SiO_2) que experimenta una disminución en su concentración desde un valor inicial de 16.8 wt % en la muestra aC0 hasta un 6.8 wt % en la muestra ac4. Estas disminuciones están asociadas con la formación de la tridimita (SiO_2), la cual se forma cuando el compuesto SiO_2 es tratado térmicamente a altas temperaturas [Searle, 1924]. A la temperatura de la muestra aC4, se presenta por primera vez la tridimita con un valor inicial en su concentración de 14.8 wt % el cual incrementa hasta llegar a un valor de 46.1 wt % en la muestra Ac5. La albita que se encuentra desde que el polvo fue adquirido, ya que aparece con una concentración del 62.9 wt % en la muestra aC0, experimenta una disminución en su concentración hasta llegar a un valor del 30 wt % en la muestra Ac5. Los difractogramas permitieron observar compuestos con menor concentración como lo es la hematita, con una variación entre el 4.7 wt % y el 7.4 wt % desde la muestra aC0 hasta la muestra aC5.

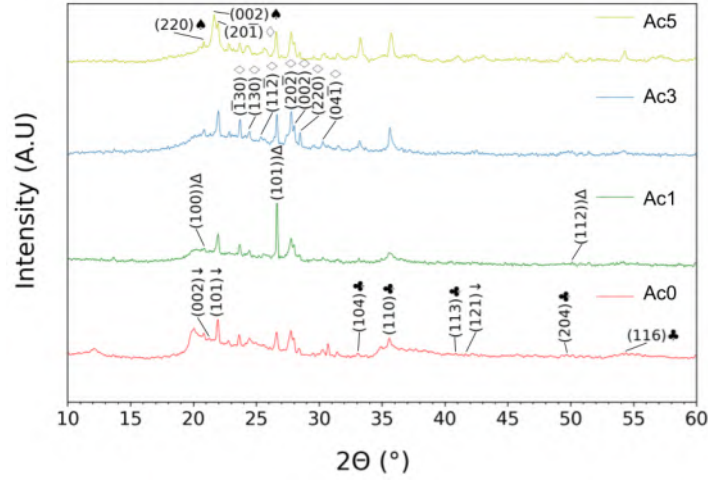


Figura 2.3: Difractogramas obtenidos por medio de XRD de polvo de arcilla bajo el proceso TT a temperatura variable para Capula. Las referencias JCPDS y los compuestos identificados corresponden a: (96-900-9667), cuarzo, Δ ; (96-901-5066), hematita, $\clubsuit$; (96-900-0703), albita, $\diamond$; (96-153-9935), óxido de silicio ortorrómbico, $\rightarrow$: (96-901-3394), tridimita, $\spadesuit$, [Venegas et al., 2025].

Tabla 2.2: Composición mineralógica (wt %) de los polvos bajo el proceso TT a temperatura variable con un tiempo fijo de 5 h. La identificación de los compuestos para cada polvo son consistentes con las referencias JCPDS. El número correspondiente de JCPDS se encuentra debajo del nombre de cada muestra.

Fases cristalinas Formula (JCPDS)	Cuarzo % (SiO ₂) 96-901-2601	Illita % (AlK ₄ O ₁₂ Si ₂) 96-900-9666	Gupeita % (Fe ₃ Si) 96-901-4752	Annita % (Al _{2.52} Fe _{2.312} K _{0.92} O ₁₂ Si _{2.28}) 96-900-2316	Pyroxene ideal % (MgO ₃ Si) 96-900-2909	Hematita proto % (Fe _{1.76} H _{0.06} O ₃) 96-900-2162	Spinel % (Al ₂ MgO ₄) 96-901-0352
Muestras de Tlalpujahua							
aT0	61.1	36.7	1	—	1.2	—	—
aT1	62.4	34.6	0.6	2.4	—	—	—
aT2	69.3	28.0	—	2.7	—	—	—
aT3	71.1	26.0	—	2.9	—	—	—
aT4	76.8	21.6	—	1.0	—	0.6	—
aT5	89.8	—	—	—	—	7.6	2.6
Fases cristalinas Formula (JCPDS)	Cuarzo % (SiO ₂) 96-900-9667	Hematita % (Fe ₂ O ₃) 96-901-5066	Albita % (AlNaO ₈ Si ₃) 96-900-0703	Orthorhombic silicon dioxide % (SiO ₂) 96-153-9935	Tridimita % (SiO ₂) 96-901-3394	Cristobalita high % (SiO ₂) 96-101-0945	
Muestras de Capula							
aC0	15.6	4.7	62.9	16.8	—	—	
aC1	30.8	2.6	55	11.6	—	—	
aC2	27.1	2.2	57.8	12.9	—	—	
aC3	23.9	1.5	56.5	18.1	—	—	
aC4	7.4	7.5	63.5	6.8	14.8	—	
aC5	16.5	7.4	30	—	46.1	—	

Con la Fig. 2.4 y la ayuda de la Tabla 2.3, se puede observar el comportamiento de las muestras bajo el proceso TT con tiempo constante para los polvos adquiridos en Tlalpujahua. Se observa que los picos de difracción referentes al compuesto cuarzo (21° y 27°) tienen una alta intensidad, por lo que revelan una gran concentración, un promedio del 92.2 wt %. Mientras que en contraste, para los compuestos espinela y hematita-proto se observó una baja concentración en todas las muestras, siendo de ellas los valores más altos de < 3.3 wt % y < 7.6 wt % respectivamente. En cuanto a las muestras de Capula (Fig. 2.5 y la Tabla 2.3) se muestra una disminución en la concentración del cuarzo, mientras se aumenta el tiempo de permanencia de los tratamientos térmicos. Experimentando una disminución en su concentración desde un 19.9 wt % en el tiempo de la muestra Ac6, hasta llegar a un valor mínimo del 5.7 wt % en el tiempo asociado a la muestra aC10. La concentración de la albita disminuye desde la muestra Ac6 con un valor de 56.6 wt % hasta llegar a la muestra aC10 con el 19.6 wt %, mientras que la concentración de la hematita permanece casi constante en un promedio del 7.7 wt %. Para el caso de la tridimita, su concentración incrementa a lo largo de todas las muestras, iniciando con un valor del 16.4 wt % hasta alcanzar un 60.9 wt %. Por último, la cristobalita high solo se presenta después de largos periodos de tiempo bajo tratamiento térmico en las muestras aC9 y aC10 con un valor inicial en su concentración del 6.5 wt %. Como observación general, se puede decir que el proceso TT con tiempo variable continúa induciendo cambios de fase dentro del material, al igual que provocando aumentos y disminuciones en sus respectivas concentraciones.

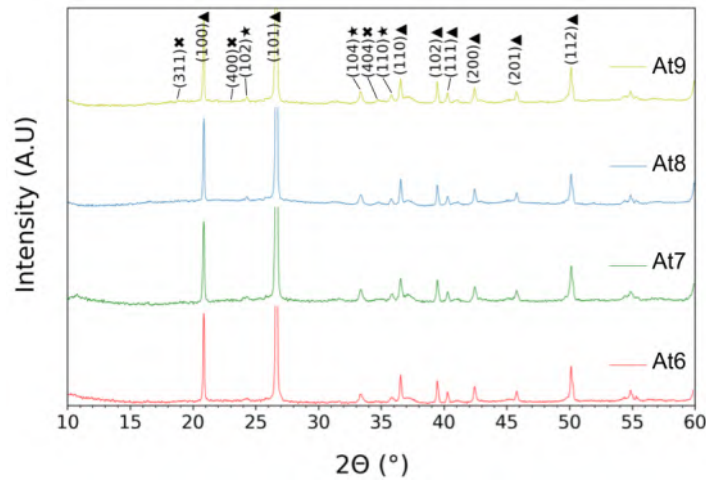


Figura 2.4: Difractogramas obtenidos por medio de XRD de polvo de arcilla bajo el proceso TT a tiempo variable para Tlalpujahua. Las referencias JCPDS y los compuestos identificados corresponden a: (96-901-2601), cuarzo, ▲; (96-900-2162), hematita proto, ★; (96-901-0352), espinela, ×, [Venegas et al., 2025].

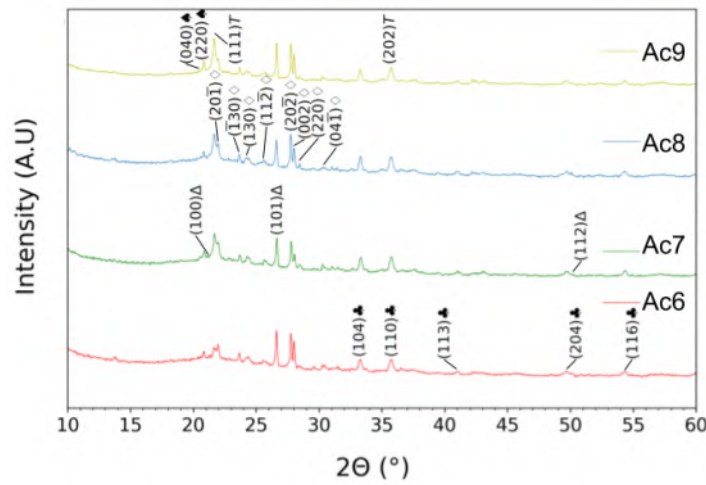


Figura 2.5: Difractogramas obtenidos por medio de XRD de polvo de arcilla bajo el proceso TT a tiempo variable para Capula. Las referencias JCPDS y los compuestos identificados corresponden a: (96-900-9667), cuarzo, △; (96-901-5066), hematita, ♣; (96-900-0703), albita, ◇; (96-901-3394), tridimita, ♠; (96-101-0945), cristobalita high, T, [Venegas et al., 2025].

Tabla 2.3: Composición mineralógica (wt %) de las muestras bajo el proceso TT a tiempo variable a 1000 °C.

Tlalpujahua Formula	Tiempo h	Cuarzo % (SiO ₂)	Spinel % (Al ₂ MgO ₄)	Hematita proto % (Fe _{1.76} H _{0.06} O ₃)		
aT6	2	95.6	1.0	3.5		
aT5	5	89.8	2.6	7.6		
aT7	6	92.4	3.2	4.4		
aT8	8	91.8	3.3	4.9		
aT9	12	92.2	3.3	4.5		
aT10	24	91.5	2.9	5.6		

Capula Fórmula	Tiempo h	Cuarzo % (SiO ₂)	Hematita % (Fe ₂ O ₃)	Albita % (AlNaO ₈ Si ₃)	Tridimita % (SiO ₂)	Cristobalita high % (SiO ₂)
aC6	2	19.9	7.2	56.5	16.4	—
aC5	5	16.5	7.4	30	46.1	—
aC7	6	12	7.7	36.6	43.7	—
aC8	8	10.2	7.8	36	46	—
aC9	12	9	7.9	31.7	44.9	6.5
aC10	24	5.7	8	19.6	60.9	6.5

2.3 Obtención de las propiedades físicas

Para la obtención de las propiedades físicas, como primer paso, fue la fabricación de las muestras, por lo que se procedió a realizar varias pruebas en cuanto a la geometría a seleccionar. Se tomó en consideración, la geometría requerida para las muestras con las que se realizaría la técnica de radiometría fototérmica infrarroja (Photothermal Radiometry, PTR, por su siglas en inglés). En la siguiente sección se describe la metodología utilizada para la fabricación de las muestras, mismas que fueron utilizadas para la técnica de saturación y la técnica de radiometría fototérmica infrarroja.

2.3.1 Método de fabricación de las muestras

Para la obtención de las propiedades físicas y térmicas como la densidad aparente, la porosidad efectiva y la difusividad térmica, se requirió llevar a cabo el proceso de

fabricación de las muestras de arcillas. Se tomó en consideración el proceso realizado por los alfareros en cuanto a la formación del lodo, al mezclar el polvo de arcilla con agua, agregando estrategias que fueron surgiendo en el laboratorio y que se describen a continuación.

En la Fig. 2.6 se muestra el procedimiento que se realizó paso a paso para la fabricación de las muestras de arcilla, comenzando desde su adquisición en forma de polvo (Fig. 2.6A). Después, el polvo se mezcla con agua manualmente, hasta alcanzar una consistencia en forma de lodo. Una vez que se ha logrado obtener el lodo con suficiente consistencia (Fig. 2.6B), como para adoptar cualquier forma específica, se coloca en un molde de arreglos de 3×6 rectángulos. El arreglo fue elaborado con una impresora 3D con filamento PETG para agilizar el proceso de moldeo. Cada rectángulo tiene dimensiones de $20 \times 20 \times 0.6 \text{ mm}^3$, como se observa en la Fig. 2.6C. Se utilizando el método conocido como doctor blending (Fig. 2.6D), el cual consiste, en que una vez que ha sido colocado el lodo de arcilla en la matriz de rectángulos, se procede a retirar al exceso del mismo con una espátula, lo cual fue muy útil, ya quede de esta manera se obtuvo un acabado más plano en ambas caras de la muestra.

Una vez colocado el lodo en los moldes y tras haber aplicado el método doctor blending, se dejan secar las muestras a temperatura ambiente por 24 horas dentro del laboratorio. Este proceso se realizó de manera controlada, evitando la exposición directa al sol, ya que los cambios bruscos en la pérdida de humedad pueden provocar que las muestras se agrieten o fracturen. Después del secado, las muestras fueron retiradas de los moldes con facilidad, ya que las muestras presentan una contracción en sus dimensiones debido a la pérdida de humedad. Una vez retiradas las muestras, son sometidas a tratamiento térmico en la misma mufla donde se sometieron los polvos a tratamiento térmico y con la misma configuración de rampa ($5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$). La Fig. 2.6E muestra un ejemplo de las muestras tras haber completado el proceso de elaboración y haber sido tratadas térmicamente a $750 \text{ }^\circ\text{C}$.

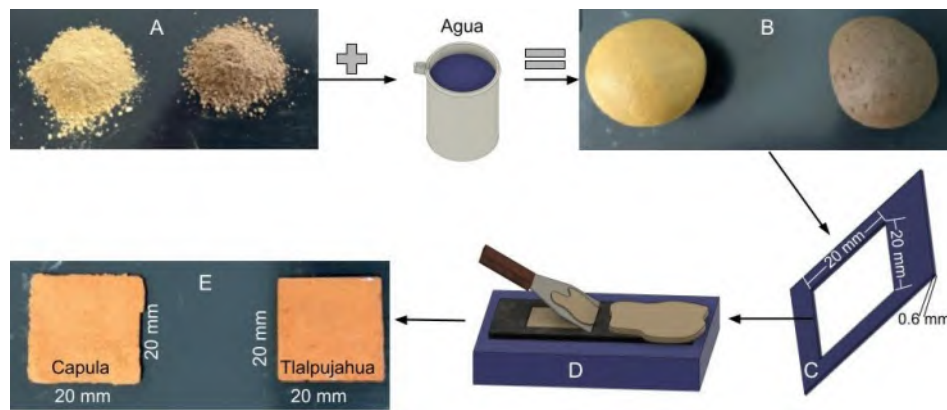


Figura 2.6: Esquema de la preparación de las muestras.

En la Fig. 2.7, se observan las muestras dentro del horno utilizado, las cuales fueron sometidas a los mismos procesos que los polvos de arcilla (procesos TT a temperatura variable y TT con tiempo variable, sección 2.2.1). Cabe mencionar que para las primeras pruebas con el horno, las muestras fueron acomodadas como se muestra en la Fig. 2.7(a), pero al ser tratadas térmicamente y retiradas del horno experimentaron una contracción térmica, dándole una apariencia ondulada a la muestra debido al espesor relativamente delgado. Para corregir este comportamiento en las muestras, se decidió acomodar las muestras en forma de pilar y colocar un objeto (crisol) con cierto peso sobre ellas al momento de ser tratadas térmicamente para evitar esas deformaciones como se muestra en la Fig. 2.7(b).

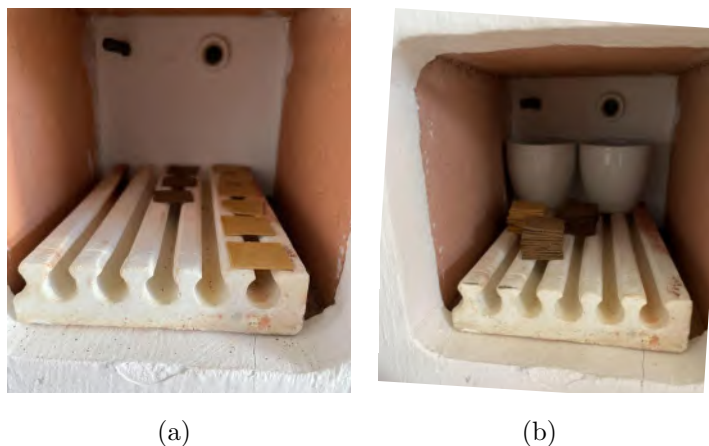


Figura 2.7: a) Acomodamiento de las muestras que presentaron ondulaciones después del tratamiento térmico, b) acomodamiento de las muestras antes de colocar el crisol sobre el pilar para evitar las ondulaciones después del tratamiento térmico.

Se decidió iniciar los tratamientos térmicos a $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, ya que a temperaturas menores, el material no logra sinterizarse, por lo que mantiene su capacidad de disolverse en agua al ser sumergida. Siendo un punto importante de ser corregido, ya que se buscaba, que la muestra se mantuviera en estado sólido para poder llevar a cabo procedimientos posteriores, como la determinación de la densidad aparente y la porosidad efectiva, procesos en los que se requería de la inmersión de las muestras en agua.

Finalizado el proceso de tratamiento térmico y una vez detenido el calentamiento, las muestras se dejaron enfriar gradualmente en el interior del horno, manteniendo la puerta cerrada, hasta que se alcanzara nuevamente la temperatura ambiente. Este proceso de enfriamiento tuvo como propósito evitar choques térmicos que pudiesen dañar las muestras.

Las muestras obtenidas después de ser sometidas a ambos procesos térmicos fueron cuidadosamente almacenadas en bolsas con cierre hermético (zíper), con el propósito de evitar la absorción de humedad. No obstante, se llevó a cabo un experimento complementario con el fin de cuantificar el porcentaje de absorción de humedad de las muestras, reforzando así la hipótesis de que la humedad ambiental presente en el laboratorio no era suficiente para modificar ni alterar los resultados obtenidos en las pruebas térmicas.

El procedimiento experimental sobre la absorción de humedad consistió en dejar un conjunto de muestras, previamente tratadas térmicamente, de las cuales fueron seleccionadas aquellas que presentaron una mayor porosidad tanto para Tlalpujahua como para Capula. Las muestras fueron expuestas al medio ambiente dentro del laboratorio donde se realizaron las pruebas, el cual mantenía una humedad relativa de $57 \pm 3\%$. Las variaciones en cuanto al incremento de masa fueron registradas mediante una balanza de precisión (ADAM equipment, Nimbus NBL-214i, Fig. 2.8(a)). Tras el primer día de exposición, se observó un incremento en la masa de las muestras de Tlalpujahua del 0.5%, y un 0.9% en las de Capula, el cual no presentó incremento alguno después de dos días más de exposición. Este experimento aportó la suficiente evidencia para afirmar que las propiedades térmicas determinadas en las muestras no se verían afectadas por la humedad ambiental del laboratorio.

2.3.2 Aplicación de la técnica de saturación

La arcilla, al estar compuesta por materiales granulares, es posible obtener tanto su porosidad efectiva como su densidad aparente. Estas propiedades fueron determinadas para cada una de las muestras tratadas térmicamente, bajo las diferentes temperaturas y tiempos de permanencia en el horno. Para la obtención de dichas propiedades, se empleó la técnica de saturación, como la recomienda la International Society for Rock mechanics (ISRM) [Yavuz et al., 2010]. Esta metodología se fundamenta en el principio de Arquímedes y resulta adecuada para las arcillas, ya que, una vez sometidas a tratamiento térmico, no presentan tendencia a hincharse al ser sumergidas en agua destilada. La técnica se llevó a cabo utilizando un kit de determinación de densidad (Density Determination Kit DDK, por sus siglas en inglés), el cual se muestra en la Fig. 2.8(a). Este kit fue acoplado a una balanza de precisión, como se ilustra en la Fig. 2.8.



Figura 2.8: a) Sistema para medir la densidad, b) muestras sumergidas en agua por 48 horas.

El procedimiento se divide en cuatro etapas. La primera etapa consiste en tomar las muestras que han sido tratadas térmicamente, asumiendo que se encuentran completamente secas, para ser pesadas utilizando una balanza de precisión. En segundo lugar, las muestras se sumergen en agua destilada durante un periodo de 48 horas, como se muestra en la Fig. 2.8(b). En tercer lugar, una vez transcurrido el tiempo de inmersión, se utiliza el DDK para determinar el peso de las muestras mientras se encuentran sumergidas. Finalmente, en la cuarta etapa, se retiran las muestras del DDK, se secan superficialmente con un paño limpio y se pesan nuevamente fuera del agua. Una vez realizado el procedimiento se emplea la fórmula para calcular la porosidad efectiva [May-Crespo et al., 2021] mostrada a continuación:

$$\epsilon = \frac{V_{\text{Poros}}}{V_{\text{Bulto}}}, \quad (2.1)$$

$$V_{\text{Poros}} = \frac{(M_{\text{Sup-seca}} - M_{\text{seca}})}{\rho_{\text{agua}}}, \quad (2.2)$$

$$V_{\text{Bulto}} = \frac{(M_{\text{Sup-seca}} - M_{\text{Saturada}})}{\rho_{\text{agua}}}, \quad (2.3)$$

donde ϵ es el porcentaje de la porosidad efectiva, V_{poros} es el volumen representativo de los poros, V_{Bulto} es el volumen del bulto (materia sólida), ρ_{agua} es la densidad del agua destilada, M_{seca} es el peso de la muestra seca, M_{Saturada} es el peso saturado de la muestra, el cuál se midió después de permanecer 48 horas en agua destilada y utilizando

el sistema DDK para realizar la medición con la muestra sumergida en agua destilada y $M_{\text{Sup-seca}}$ es el peso de la muestra después de ser sacada superficialmente con un paño. Los resultados de la densidad aparente fueron obtenidos aplicando la siguiente fórmula:

$$\rho_{\text{aparente}} = \frac{M_{\text{seca}}}{M_{\text{sup-seca}} - M_{\text{saturada}}} \rho_{\text{agua}} \quad (2.4)$$

2.3.3 Resultados de densidad aparente y porosidad efectiva

Los resultados de densidad aparente y porosidad efectiva se muestran en las Fig. 2.9 (muestras de Tlalpujahua) y 2.10 (muestras de Capula) donde se puede observar el efecto del proceso TT a temperatura variable sobre estas propiedades. Como una observación general, estas propiedades presentaron un comportamiento opuesto entre ellas.

En cuanto a la descripción del comportamiento de las muestra de Tlalpujahua, se observa que la densidad aparente disminuye en el rango de temperatura de 500 °C y 625 °C, mientras que la porosidad efectiva aumenta. Este comportamiento es atribuido a la pérdida de materia carbonosa, materia orgánica y feldepatos, los cuales, al quemarse, generan espacios vacíos que incrementan la porosidad del material [Johnson et al., 1988, Searle, 1924, Keziz et al., 2023]. Continuando con la presencia de una etapa de meseta o también llamada en inglés como plateau stage, en la cual no se observan cambios significativos en el comportamiento de ambas propiedades. Esta etapa, comprendida entre las temperaturas de 625 °C y 865 °C, puede interpretarse como una fase de estabilidad temporal del material. Posteriormente, en la última etapa, que va de los 865 °C a los 1000 °C, se produce un cambio considerable en ambas propiedades, atribuible al segundo proceso de recristalización [Searle, 1924, Kingery and Uhlmann, 1975, Carter and Norton, 2007], donde la porosidad efectiva disminuye considerablemente, mientras la densidad aparente aumenta.

En cuanto a la descripción del comportamiento de las muestras de Capula, se observa que para las temperaturas iniciales de calentamiento de 500 °C a 625 °C se presenta un comportamiento similar al de las muestras de Tlalpujahua, el cual también se encuentra

asociado a la pérdida de materia orgánica. Sin embargo, en el rango de temperaturas de 625 °C a 750 °C, se presenta un proceso de densificación, que es la reducción de volumen de un material, generalmente por la reducción o eliminación de poros el cual provoca un aumento en su densidad aparente del cuerpo cerámico, dando como resultado el comportamiento observado donde la densidad aparente del material aumenta, mientras que la porosidad efectiva disminuye. Continuando con la etapa de 750 °C a 865 °C, la densidad aparente vuelve a disminuir mientras que la porosidad efectiva aumenta. Este comportamiento puede deberse a la formación de burbujas de gas atrapadas dentro del material, generando poros o espacios vacíos internos. Finalmente, al alcanzar los 1000 °C, el comportamiento de las muestras de Capula se asemeja a las de Tlalpujahua, con un aumento significativo en la densidad aparente y una disminución en la porosidad efectiva, por lo que se presenta una contracción considerable en ambos tipos de arcilla, con resultados de porosidad efectiva del 24 %. Este comportamiento ha sido reportado de forma similar por [Abubakar et al., 2021].

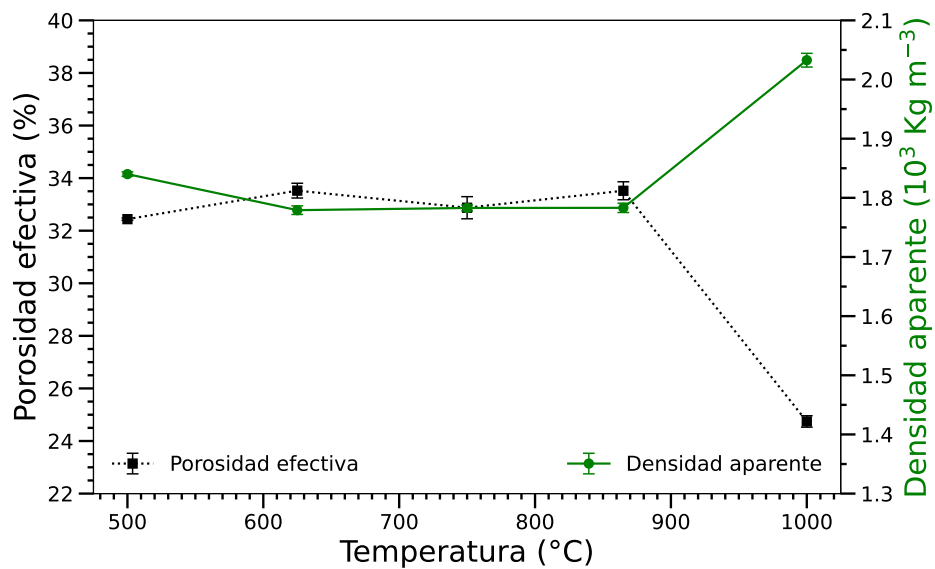


Figura 2.9: Efecto del proceso TT a temperatura variable con un tiempo fijo de 5 h, sobre la porosidad efectiva y la densidad aparente de las diferentes muestras de Tlalpujahua.

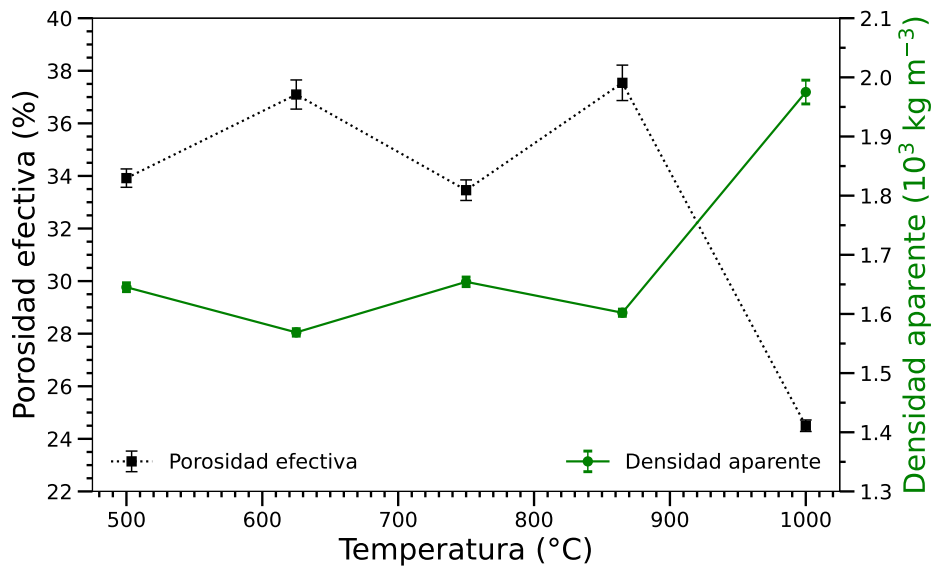


Figura 2.10: Efecto del proceso TT a temperatura variable con un tiempo fijo de 5 h sobre la porosidad efectiva y la densidad aparente de las diferentes muestras de Capula.

En los resultados mostrados en las Fig. 2.11 (muestras de Tlalpujahuá) y 2.12 (muestras de Capula) se muestra el efecto del proceso TT con tiempo variable sobre las propiedades de porosidad efectiva y densidad aparente de las arcillas, observándose nuevamente una relación inversamente proporcional entre ambas propiedades.

Se aprecia de forma general que, al mantener las muestras a una temperatura constante de 1000 °C durante diferentes periodos de tiempo, la porosidad efectiva disminuye. Este comportamiento se atribuye a los cambios cristalinos en los compuestos mineralógicos del material. En el caso de las muestras Tlalpujahuá, la reducción de la porosidad efectiva puede asociarse a variaciones en la concentración de cuarzo y al incremento en la concentración de la hematita-*proto* y la espinela, ver Tabla 2.2, sección 2.2.2. Para las muestras de Capula, los cambios se relacionan con una disminución en la concentración de cuarzo y con la transformación de la albita en tridimita, ver Tabla 2.3, sección 2.2.2. Al igual que es posible observar que el grado de amorfismo presente en estas muestras disminuye conforme aumenta el tiempo de permanencia en el tratamiento térmico (ver 2.5). Esta disminución favorece la formación de fases cristalinas más definidas, lo cual contribuye adicionalmente a la reducción de la porosidad efectiva.

Con los resultados obtenidos se pudo constatar que para ambos tipos de arci-

lla, un mayor tiempo de exposición disminuye el porcentaje en la porosidad efectiva [Searle, 1924], logrando su reducción hasta un 9%. Este resultado sugiere que es posible alcanzar valores aún menores de porosidad efectiva con tiempos de tratamiento térmico más prolongados.

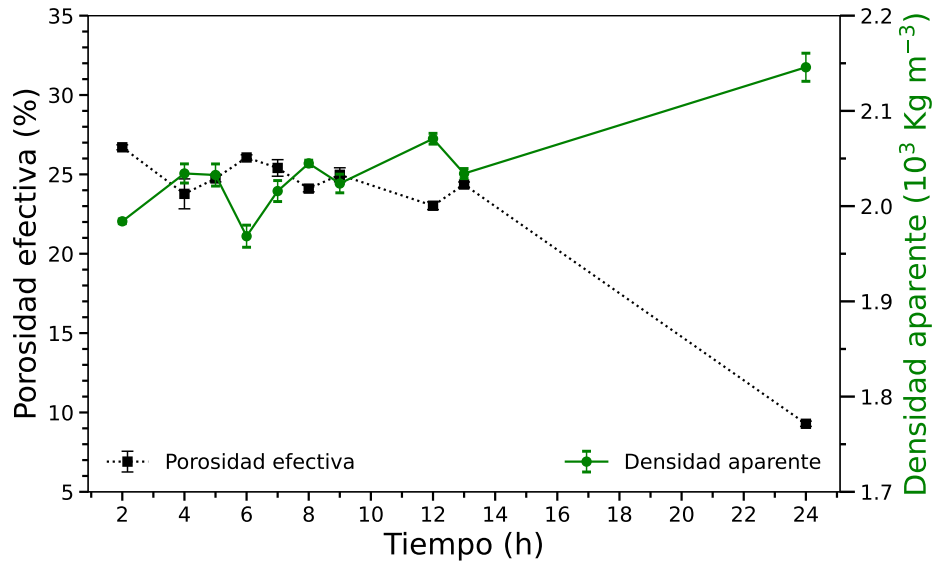


Figura 2.11: Efecto del proceso TT con tiempo variable con temperatura constante de 1000 °C sobre la porosidad efectiva y la densidad aparente de las diferentes muestras de Tlalpujahua.

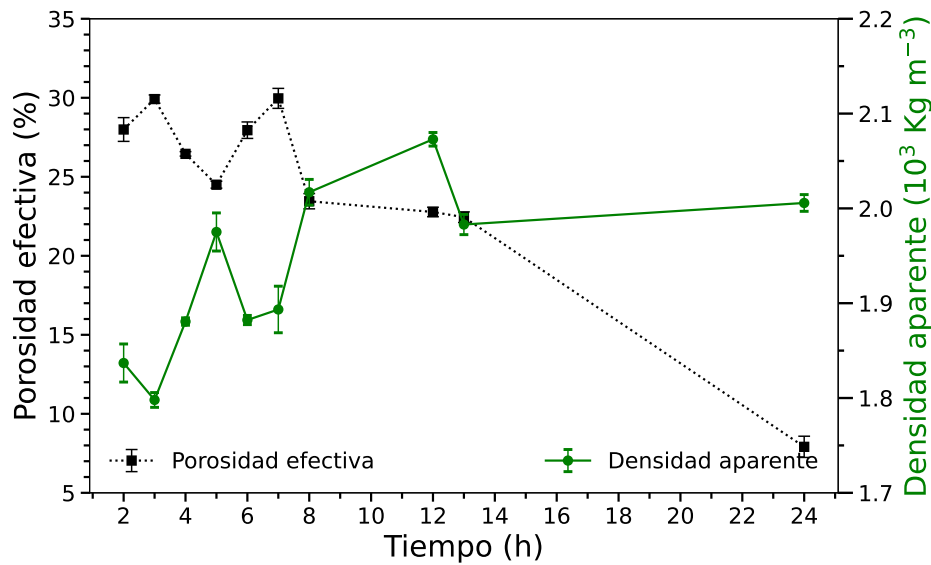


Figura 2.12: Efecto del proceso TT con tiempo variable con temperatura constante de 1000 °C sobre la porosidad efectiva y la densidad aparente de las diferentes muestras de Capula.

2.3.4 Obtención del tamaño de grano

Se determinó el tamaño de grano de los polvos de arcilla utilizando un equipo de dispersión dinámica de luz (Dynamic Light Scattering, Malvern Zetasizer, DLS, por sus siglas en inglés), el cual es una técnica utilizada para determinar el tamaño de partículas suspendidas en líquido. Para este caso en particular se utilizó agua destilada.

Para la obtención de grano de las arcillas por medio de la técnica DLS, la cual tiene como principio de funcionamiento iluminar la muestra con un haz de rayo láser. El cual se dispersa al chocar con las partículas y esta luz varía en intensidad con el tiempo debido al movimiento de las partículas. El equipo analiza estas fluctuaciones para determinar la velocidad con la que se mueven estas partículas, ya que esta velocidad se relaciona con el coeficiente de difusión traslacional. El equipo calcula el diámetro hidrodinámico de las partículas a partir de la ec. de Stokes-Einstein.

Para llevar a cabo la técnica se prepararon dos muestras, una por cada tipo de arcilla. La preparación consistió en poner en suspensión 0.2 g de arcilla (sin un tratamiento

térmico previo) en 50 ml de agua destilada, utilizando dos tubos de centrifuga cónicos de 50 ml. Posteriormente, se aplicó un tratamiento de agitación ultrasónica, con el fin de homogeneizar la muestra. Una vez realizadas las primeras mediciones, las muestras fueron sometidas a centrifugación, con el objetivo de sedimentar las partículas de mayor tamaño. Este proceso permitió observar una fracción más homogénea del polvo de arcilla y poder obtener así una distribución representativa del tamaño de grano que integra a la arcilla. Los resultados mostraron que el tamaño de partícula de los polvos de arcilla provenientes de Tlalpujahua se encontraban en un rango de 78 a 955 nm, mientras que para las muestras procedentes de Capula se observó en un rango de 70 a 5560 nm (ver Fig. 2.13 y 2.14).

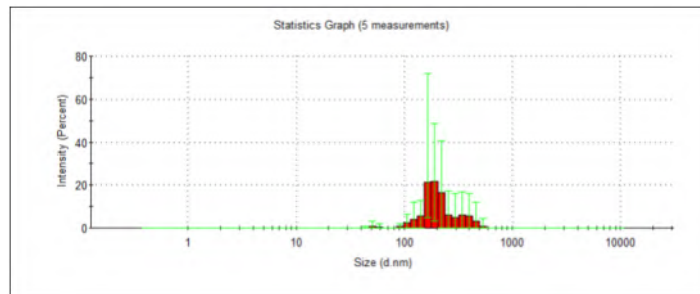


Figura 2.13: Distribución de tamaño de grano en las muestras de Tlalpujahua.

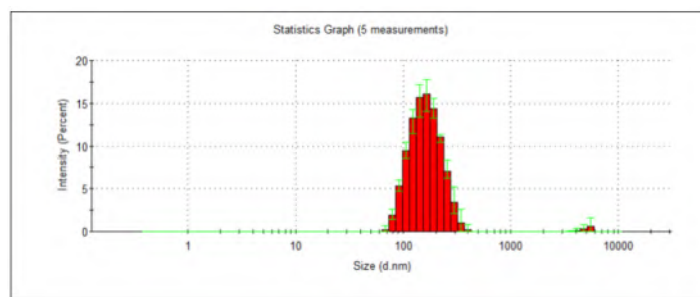


Figura 2.14: Distribución de tamaño de grano en las muestras de Capula.

2.4 Obtención de las propiedades térmicas

Para la obtención de las propiedades térmicas se utilizaron las mismas muestras fabricadas en la sección 2.3.1. Partiendo con la obtención de la difusividad térmica

bajo la técnica PTR, para posteriormente obtener la capacidad calorífica utilizando un calorímetro diferencial de barrido (DSC, TA INSTRUMENT, DISCOVER) a una temperatura de 25 °C para finalmente obtener la conductividad térmica.

2.4.1 Caracterización térmica mediante la técnica de radiometría fototérmica infrarroja

La técnica PTR es una prueba no destructiva que se basa en la conversión de energía óptica absorbida a calor. La técnica consiste en que un haz de luz generado por un láser modulado se posicione sobre la superficie de la muestra de arcilla, la cual actúa como medio absorbente. Esta interacción induce un flujo de calor periódico en la muestra, generando una distribución de temperatura también periódica, conocida como onda térmica. Las características de propagación de la onda térmica están determinadas por la frecuencia de modulación del haz del láser, la cual es controlada mediante un amplificador Lock-in. Como consecuencia de la absorción energética, la muestra experimenta un aumento de temperatura y emite radiación térmica en el rango de infrarrojo (IR) de acuerdo con la ley de Planck. Dicha radiación es detectada posteriormente mediante un sensor infrarrojo, lo que permite evaluar el comportamiento térmico del material de forma indirecta y no invasiva.

Esta técnica se utiliza comúnmente para determinar propiedades térmicas de diversos tipos de materiales. En el presente trabajo, se emplea para obtener la difusividad térmica de la arcilla en la configuración por transmisión, como se muestra en la imagen [2.15\(a\)](#). En el esquema, se observa cómo el haz del láser modulado, el cual opera a una frecuencia determinada, incide sobre una de las caras de la muestra, mientras que la radiación térmica periódica es emitida por la cara opuesta de la muestra. La cara en donde incide el láser es cubierta con una lámina de aluminio ($L_a = 20 \mu\text{m}$), con la finalidad de garantizar la conversión de la señal óptica en una señal térmica en la superficie de la muestra, como se ilustra en la Fig. [2.15\(b\)](#).

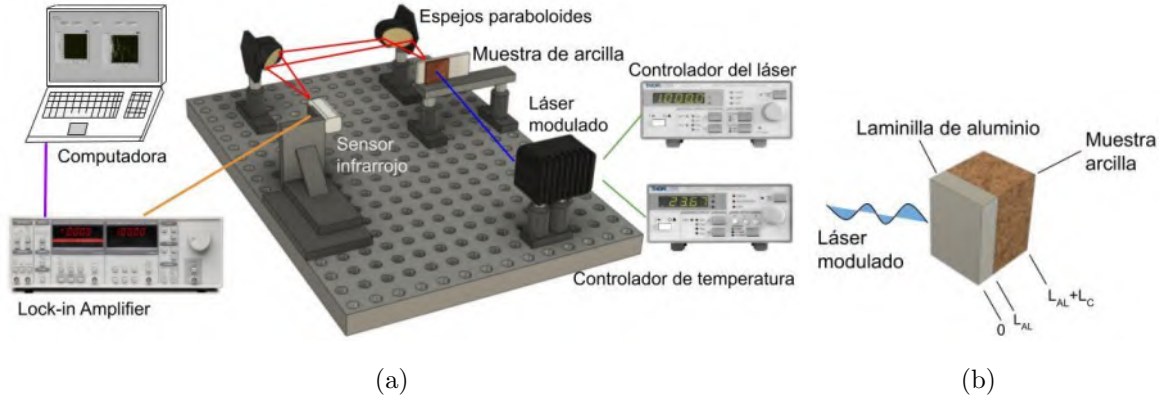


Figura 2.15: a) Vista 3D de la técnica de radiometría fototérmica infrarroja en configuración por transmisión, b) geometría y configuración de la muestra.

Se utiliza un láser modulado (450 nm, Thorlabs L450P1600MM) montado en un soporte refrigerado Thorlabs TCLDM9, con su fuente de energía y su control de temperatura LDC240 y TED200, respectivamente. La modulación se realiza a frecuencia f que va desde 0.5 hasta 5 Hz, generadas mediante un amplificador Lock-in (Stanford Research, SR830).

Como resultado del calentamiento debido a la incidencia del láser sobre la lámina de aluminio, se generan ondas térmicas que se propagan a través de la muestra de arcilla, la cual tiene un espesor L_c (Fig. 2.15(b)). Al alcanzar la cara opuesta ($x = L_a + L_c$), la muestra de arcilla emite radiación periódica a la misma frecuencia que la onda térmica generada. Esta radiación emitida es recolectada mediante dos espejos parabólicos fuera de eje (Edmund Optics #47-108), los cuales concentran la radiación emitida por la muestra en un detector de infrarrojo (PVI-4 TE-6 VIGO System S.A.). La señal captada por el detector se transmite al amplificador Lock-in, el cual registra la amplitud y la fase en función de la frecuencia, con la ayuda de un software de computadora. El campo de ondas térmicas en la superficie posterior a donde incide el haz del láser de la muestra de arcilla viene dado por [Fabbri and Cernuschi, 1997]:

$$T(x = L_{AL} + L_c, r = 0) \approx \frac{(1 - \Gamma)\eta I_0 R^2}{2k_c} \int_0^\infty \frac{e^{-\frac{\lambda^2 R^2}{4}}}{\sqrt{\lambda^2 + \frac{i\omega}{\alpha_c}}} \left[\frac{e^{-L_c \sqrt{\lambda^2 + \frac{i\omega}{\alpha_c}}}}{1 - e^{-2L_c \sqrt{\lambda^2 + \frac{i\omega}{\alpha_c}}}} \right] d\lambda, \quad (2.5)$$

donde α_c es la difusividad térmica de la muestra, I_0 es la intensidad de la luz incidente

hacia la muestra, η es la eficiencia de la conversión de señal óptica a energía térmica, Γ es el coeficiente de reflexión óptica en la longitud de onda de la fuente de luz, R es el radio del láser, y $r = 0$ es el centro del punto del láser donde se detecta la señal IR.

En las técnicas fototérmicas se manejan los conceptos de térmicamente fino y térmicamente grueso, ver Fig. 2.16(a), los cuales hacen referencia a la relación entre el espesor de la muestra y la profundidad de penetración de la onda térmica (μ) generada por la modulación láser, donde $\mu = \sqrt{\alpha_c/\pi f}$, con f la frecuencia de modulación del láser. Bajo este concepto es posible obtener la difusividad térmica α_c al considerar una muestra térmicamente gruesa ($L > 2\mu$). Para esto, se debe considerar una muestra ópticamente opaca y un proceso de difusión térmico unidimensional, lo cual lleva a una expresión analítica del campo de temperatura fácil de manejar, como se describe en el capítulo 5, sección 5.2. Al aplicar la aproximación térmicamente grueso se obtiene una expresión lineal similar a la Ec. 5.7, para la fase del campo de temperatura como función de $\sqrt{f}$ de la forma $\phi = C - L_c\sqrt{\frac{\pi}{\alpha_c}}\sqrt{f}$, donde la pendiente $m = L_c\sqrt{\frac{\pi}{\alpha_c}}$ permite determinar la difusividad térmica de la muestra:

$$\alpha_c = \pi \left(\frac{L_c}{m} \right)^2, \quad (2.6)$$

donde L_c es el espesor de la muestra.

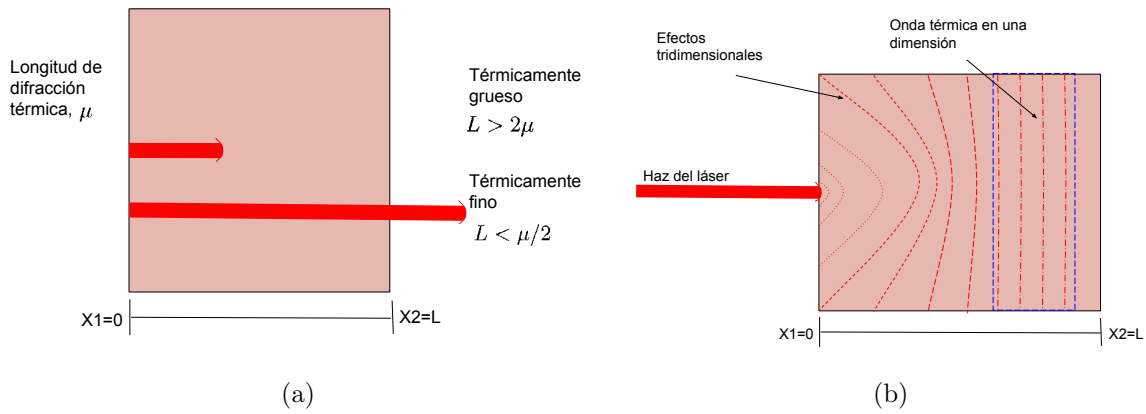


Figura 2.16: a) Esquema de los conceptos de térmicamente grueso y fino, b) proceso de difusión de calor.

Sin embargo, para el arreglo experimental implementado no fue posible aplicar la aproximación matemática descrita anteriormente, debido a dos razones. La primera es

que con el láser utilizado no se consiguió generar un calentamiento homogéneo sobre la superficie, debido a que el radio del spot del láser no fue mayor a veinte veces la longitud de difusión lateral del aluminio [Almond and Patel, 1996], ver Fig. 2.16(a). La segunda razón es que para alcanzar la aproximación térmicamente gruesa en las muestras de arcilla, $L > 2\mu$, donde el proceso de difusión térmica tendría una aproximación unidimensional, se requiere realizar un barrido en frecuencias mayor a 16 Hz, ver Fig. 2.16(b). Para el rango de frecuencias mayor a 16 Hz, la relación señal-ruido fue muy baja, lo cual impidió obtener una buena medición. Por tal motivo, se optó por emplear la ec. (2.5), la cual toma en cuenta un calentamiento tridimensional.

La Fig. 2.17 muestra la fase normalizada de la señal fototérmica correspondiente a la muestra de arcilla con tratamiento térmico a 750 °C a un tiempo de 5 h, y el ajuste a los datos empleando la ec. (2.5). Aunque la respuesta de la fase en la muestra pareciera que se comporta como una recta, la realidad es que en el intervalo de $0.7 \sqrt{\text{Hz}}$ a $1.4 \sqrt{\text{Hz}}$ se presenta una leve curvatura debido a los efectos tridimensionales. El aplicar la aproximación descrita anteriormente mediante el cálculo del valor de la pendiente llevaría a valores erróneos de la difusividad debido a que no estamos en la región térmicamente gruesa. Además, para todo el rango de frecuencias experimentalmente realizado, el transporte de las ondas térmicas tiene una contribución tridimensional.

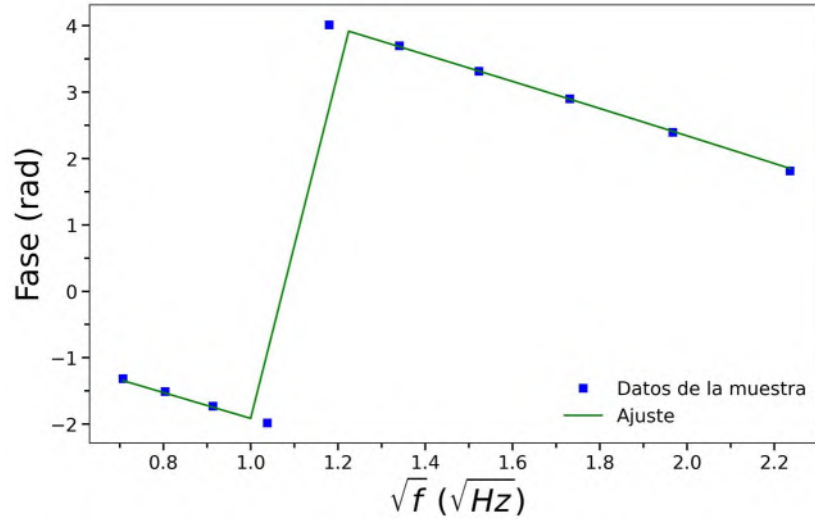


Figura 2.17: Señal en radianes de la fase con respecto de la raíz de la frecuencia

2.4.2 Resultados de difusividad térmica

Empleando la técnica de radiometría fototérmica infrarroja descrita en la sección anterior a las muestras de arcilla de Tlalpujahua y Capula, se obtuvieron los resultados de difusividad térmica que se presentan en las Fig. 2.18 y 2.19 para los tratamientos térmicos con temperatura variable y con tiempo variable, respectivamente.

Los valores de difusividad térmica obtenidos para el proceso TT a temperatura variable (Fig. 2.18) muestran variaciones dentro de un rango comprendido entre $2.52 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ y $5.2 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$. Estos resultados son consistentes con los ya reportados en la literatura para arcilla originaria de Río de Janeiro, Brasil, las cuales fueron tratadas térmicamente entre 900 °C y 1100 °C, alcanzando valores de $1.6 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ hasta $3.6 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ [Mota et al., 2008], así como para las arcillas de Vados, Santander, Colombia, la cuales fueron tratadas a 900 °C, con un valor promedio de $2.7 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ [Peña Rodriguez et al., 2013].

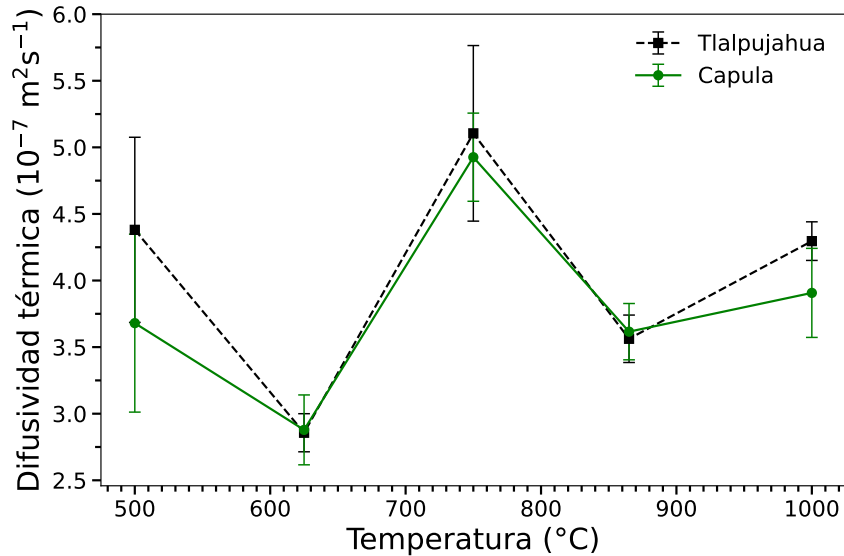


Figura 2.18: Efecto del proceso TT a temperatura variable a un tiempo fijo de 5 h sobre la difusividad térmica de las diferentes muestras de Tlalpujahua y Capula.

En la Fig. 2.19 se observa el comportamiento de la difusividad térmica para el proceso TT con tiempo variable para ambos tipos de arcillas. Aunque la temperatura se mantiene constante en 1000 °C, se registran fluctuaciones en la difusividad térmica

que se pueden atribuir al tiempo de tratamiento térmico. En el comportamiento de esos datos se observa la aparición de valores máximos y mínimos. Este comportamiento no puede atribuirse a la combustión de materia orgánica ni a la evaporación de agua ligada (conocida como bonded water), ya que ambos procesos se han completado a dicha temperatura. En cambio, las variaciones observadas podrían estar relacionadas con fenómenos de transformación y formación de nuevas fases dentro del material, como se corrobora mediante los análisis de XRD (Fig. 2.4, 2.5 y la Tabla 2.3).

Para las muestras provenientes de Tlalpujahuá, se registró un valor máximo de $6.47 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ y un mínimo de $4.11 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ mientras que, para las procedentes de Capula, el valor máximo fue de $6.74 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ y el mínimo de $3.84 \times 10^{-7} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$.

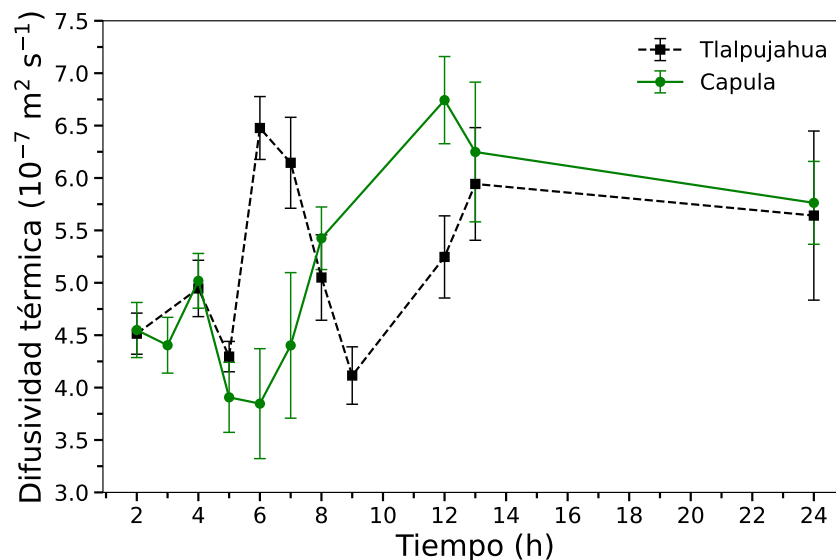


Figura 2.19: Efecto del proceso TT con tiempo variable con temperatura constante de 1000°C sobre la difusividad térmica de las diferentes muestras procedentes de Tlalpujahuá y Capula.

2.4.3 Obtención y resultados de conductividad térmica

Una vez determinada experimentalmente la difusividad térmica, se obtuvo la capacidad calorífica utilizando un calorímetro diferencial de barrido a una temperatura

ambiente de 25 °C. Los resultados se muestran en la Fig. 2.20(a) para las muestras sometidas al proceso de TT a temperatura variable. Para explicar el comportamiento general de la capacidad calorífica de ambas arcillas, se observó que esta disminuye en un rango de temperaturas de 500 °C a 750 °C. Sin embargo, a partir de este punto y hasta llegar a una temperatura de 1000 °C, la capacidad calorífica de las muestras de Capula se mantiene prácticamente constante, con un valor de $0.95 \text{ kJ kg}^{-1}\text{K}^{-1}$, mientras que para las muestras de Tlalpujahuá se presenta una disminución rápida, alcanzando un valor de $0.42 \text{ kJ kg}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Para complementar el análisis del comportamiento de la conductividad térmica, se calcularon los valores de la capacidad calorífica volumétrica, definida como $u = \rho C_p$. En los resultados obtenidos para u (Fig. 2.20(b)), se observa que para las muestras de Capula en un rango de 500 °C a 875 °C, la capacidad calorífica volumétrica disminuye aproximadamente un 21 %. Posteriormente, se observa que en el siguiente punto experimental un incremento donde alcanza un valor cercano al punto del TT a 500 °C. En el caso de las muestras procedentes de Tlalpujahuá, se observa una disminución de alrededor del 50 % en el rango de los 500 °C hasta los 1000 °C.

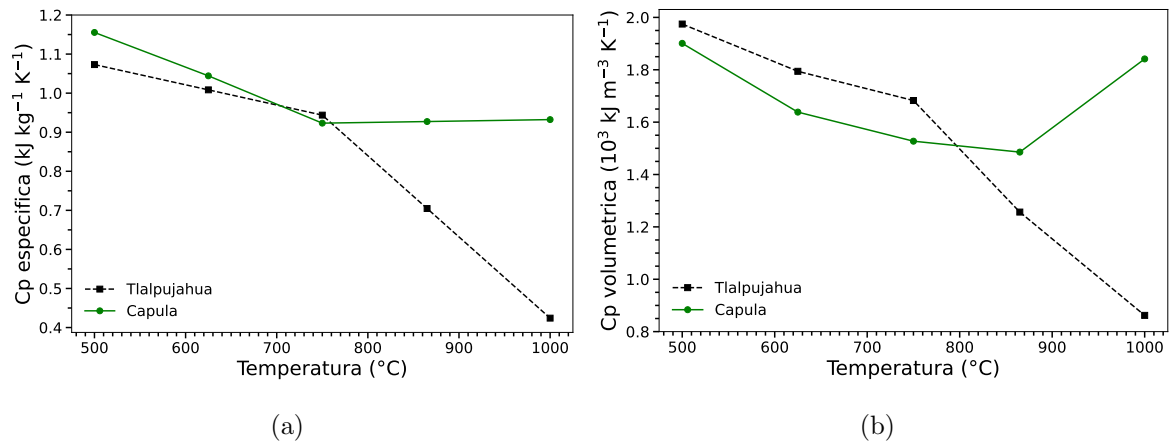


Figura 2.20: a) a) capacidad calorífica específica y b) capacidad calorífica volumétrica respecto de la temperatura.

Una vez obtenidos los valores de la capacidad calorífica volumétrica, es posible obtener la conductividad térmica. La conductividad térmica es la capacidad de un material para transmitir el calor. Esta propiedad es de gran importancia, ya que conocer los valores obtenidos para este tipo de material (arcilla), sometido a ambos procesos (TT

a temperatura variable y TT a tiempo variable), permite encontrar las posibles aplicaciones en diversas áreas de investigación mencionadas previamente en la introducción.

Para poder obtener la conductividad térmica de las diferentes muestras de arcilla, se aplicó la siguiente ec. [Incropera and DeWitt, 1999].

$$k = \rho\alpha C_p, \quad (2.7)$$

donde ρ corresponde a la densidad aparente y α a la difusividad térmica, las cuales fueron obtenidas previamente a partir de los resultados experimentales, mientras que C_p representa la capacidad calorífica.

En las Fig. 2.21 y 2.22 se presentan los resultados de la conductividad térmica de las arcillas sometidas a ambos procesos, los cuales concuerdan con los previamente obtenidos y reportados por [García-León et al., 2017]. Para poder dar una descripción de la conductividad térmica y su comportamiento, se decidió hacerlo con respecto a la capacidad calorífica volumétrica, la cual al sustituir su definición $u = \rho C_p$ en la ec. 2.9, esta se reescribe como $k = \alpha u$. Entonces, asumiendo que si u permaneciese constante, la conductividad térmica sería directamente proporcional a la difusividad térmica. Por tanto, en una primera aproximación de la explicación del comportamiento observado, se puede considerar que u es constante dentro de los primeros puntos, como se observa en la Fig. 2.20(b), donde u no presenta grandes variaciones significativas en cuanto a su comportamiento. Para el caso de las muestras de Tlalpujahua, el valor de u varía menos del 14% en el rango de temperatura de 500 °C a 750 °C, mientras que para las muestras de Capula, en el rango de 500 °C a 875 °C, las variaciones son menores al 21%.

Bajo este primer acercamiento, al comparar las Fig. 2.21 y 2.18, se aprecia que la conductividad térmica presenta un comportamiento directamente proporcional al de la difusividad térmica para las arcillas tratadas mediante el proceso TT a temperatura variable y dentro de los rangos mencionados previamente para u . Sin embargo, a temperaturas más elevadas, la conductividad térmica muestra una mayor influencia en los valores de u , por lo que deja de observarse este comportamiento lineal, indicando que u ya no puede considerarse constante.

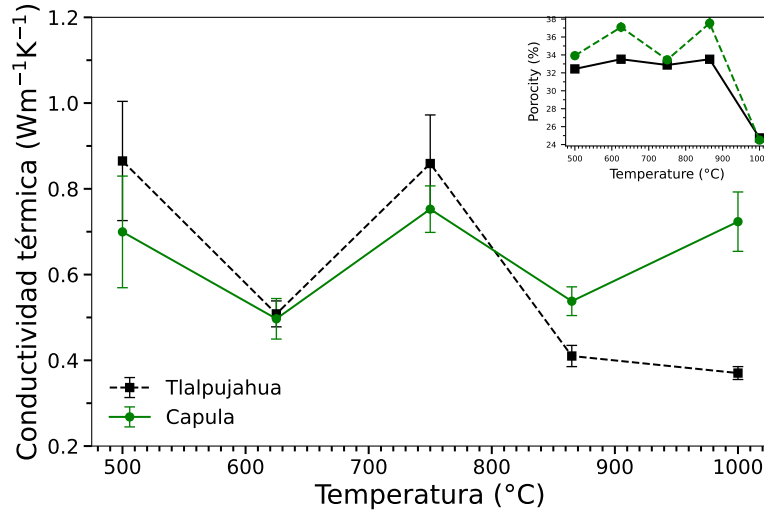


Figura 2.21: Efecto del proceso TT a temperatura variable a un tiempo fijo de 5 h sobre la conductividad térmica de las diferentes muestras procedentes de Tlalpujahua y Capula.

Por otra parte, si consideramos el aire presente en los poros que cuenta con una baja conductividad térmica ($0.026 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) [Stephan and Laesecke, 1985], éste podría también contribuir de manera significativa a la disminución de la conductividad térmica efectiva. Este planteamiento se puede corroborar en el recuadro insertado en la Fig. 2.21 que presenta los resultados de la porosidad efectiva, donde se observa una relación inversa entre la conductividad térmica y la porosidad efectiva para las muestras de Tlalpujahua y Capula sometidas al mismo proceso térmico.

No obstante, en las muestras de Tlalpujahua tratadas a 865°C , la disminución en la conductividad térmica se ve influenciada tanto por el aumento de la porosidad efectiva como por la reducción de la capacidad calorífica volumétrica u . Sin embargo, para las muestras tratadas a 1000°C , se observó una disminución en la conductividad térmica, a pesar de que se observó una disminución en la porosidad efectiva y se produjeron transformaciones de fase asociadas a minerales con alta conductividad térmica (ver Tabla 2.4, sección 2.2.2) que podrían favorecer el aumento en la conductividad térmica [Brigaud and Vasseur, 1989]. Este comportamiento puede atribuirse a la marcada reducción de u , como se muestra en la Fig. 2.20(b).

La Fig. 2.22 muestra el comportamiento de la conductividad térmica de las muestras

bajo el proceso TT con tiempo variable, donde los valores asociados a las muestras de Capula son mayores que los de las muestras de Tlalpujahua. Esta diferencia se atribuye a los valores en la capacidad calorífica de las muestras tratadas a 1000 °C.

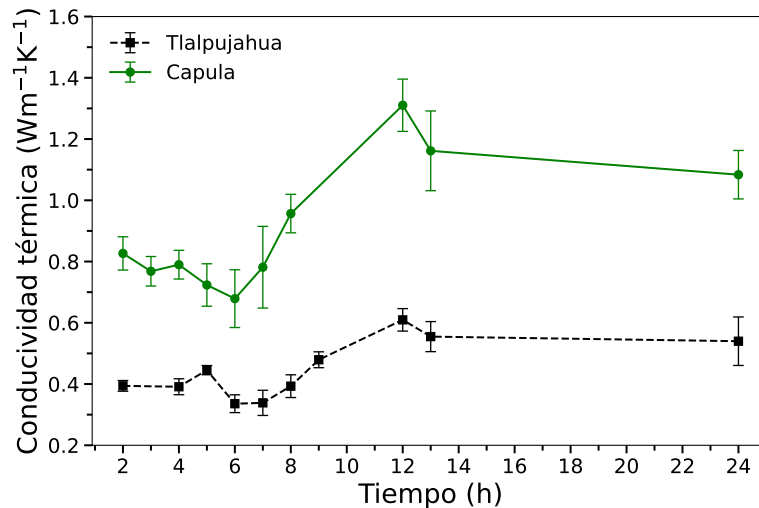


Figura 2.22: Efecto del proceso TT con tiempo variable a temperatura constante de 1000 °C sobre la conductividad térmica de las diferentes muestras de Tlalpujahua y Capula.

A diferencia de lo observado en el comportamiento de las muestras sometidas al proceso TT a temperatura variable, en las que la conductividad térmica se encuentra influenciada por la pérdida gradual de materia orgánica y agua ligada molecularmente, estos factores ya no afectan a las muestras del proceso TT a tiempo variable, ya que dichos componentes han sido eliminados por evaporación y combustión. Por esta razón, en estas muestras no se observa una relación directa entre la porosidad efectiva y la conductividad térmica, como sí ocurre en el caso de las muestras del proceso TT a temperatura variable, lo que evidencia una relación más compleja entre la porosidad efectiva y los cambios estructurales inducidos por los cambios con respecto del tiempo en el tratamiento térmico. Como se muestra en la Tabla 2.3, sección 2.2.2.

Para poder explicar el comportamiento de la conductividad térmica durante el proceso TT con tiempo variable con respecto a los cambios mineralógicos, se propusieron dos modelos que partieron de la teoría cinética. Esta teoría establece que la propagación del calor en los materiales sólidos no metálicos se debe principalmente a partículas

cuánticas portadoras de energía, conocidas como fonones. La transferencia de calor por medio de los fonones depende, principalmente, de la velocidad de grupo y de su camino libre medio, ambos determinados por las propiedades estructurales del material, como el tipo de celda unitaria y el tamaño de la red cristalina [Volz et al., 2007]. Por lo tanto, en las muestras sometidas al proceso TT a tiempo variable, y que están compuestas por múltiples fases mineralógicas, es esperable que los cambios en cada fase, así como la concentración de la composición mineralógica, afecten la propagación de fonones dentro de la muestra, modificando así su conductividad térmica efectiva.

2.4.4 Modelo matemático propuesto para la predicción de la conductividad térmica

Considerando lo mencionado al final de la sección anterior y conociendo que existen diversas variables involucradas en la determinación de la conductividad térmica de las muestras de arcilla sometidas al proceso TT a tiempo variable, se optó por desarrollar dos modelos matemáticos con la finalidad de predecir dicho comportamiento, tomando en consideración la composición mineralógica y la porosidad efectiva. Como una primera aproximación, el primer modelo desarrollado, el cual fue nombrado Mm, está basado en la concentración de la composición mineralógica de las muestras de arcilla. Este modelo consiste en considerar la conductividad térmica de cada compuesto presente en la arcilla (Tabla 2.3, sección 2.2.2), y sus respectivas fracciones volumétricas [Kochetov et al., 2011]:

$$k_{\text{media}} = \prod_{i=1}^n k_i^{\phi_i}, \quad (2.8)$$

donde K_{media} representa la predicción de la conductividad térmica efectiva, k_i y ϕ_i corresponden a la conductividad térmica y la fracción volumétrica de cada compuesto presente en la arcilla, respectivamente. En la Fig. 2.23(a) se muestra una representación gráfica del primer modelo, donde se observa un bloque de arcilla que se encuentra conformado por diferentes compuestos cristalinos a diferentes fracciones volumétricas con diferentes conductividades térmicas. La fracción volumétrica se calculó a partir de la fracción en masa mediante la expresión $\phi_i = (\rho_B/\rho_i)\omega_i$ donde ρ_i y ω_i representan la densidad y la fracción en peso de cada compuesto, respectivamente, y ρ_B es la densidad aparente total de la muestra, que para este estudio se utilizó la previamente obtenida

experimentalmente para cada muestra, ver Fig. 2.11 y 2.12.

Como una segunda aproximación, se desarrolló un segundo modelo llamado Mm+porosidad. Este modelo, además de considerar la composición mineralógica, incorporó la contribución de la porosidad efectiva (ϵ). Una representación gráfica de estas ideas se muestra en la Fig. 2.23(b). Utilizando el enfoque para poros orientados aleatoriamente propuesto por Ordóñez-Miranda y Alvarado-Gil et al. [Ordóñez-Miranda and Alvarado-Gil, 2012], la conductividad térmica se expresa como

$$k_{\text{efectiva}} = k_{\text{media}}(1 - \epsilon)^m, \quad (2.9)$$

donde ϵ representa la porosidad efectiva de cada muestra sometida al proceso térmico a tiempo variable, y m es un factor que incluye información sobre la forma de los poros, considerados como esferoides con relación de aspecto $m = D/L$, siendo D la longitud a lo largo del eje de simetría y L el ancho como se muestra en la Fig. 2.23(c). En el modelo de conductividad presentado por Ordóñez-Miranda et al. [Ordóñez-Miranda and Alvarado-Gil, 2012], K_{media} es la conductividad térmica de la matriz que contiene los poros. Sin embargo, el modelo propuesto Mm+porosidad implica sustituir la ec. (2.8) en la ec. (2.9) para considerar que la matriz está formada por contribución de diferentes fases cristalinas.

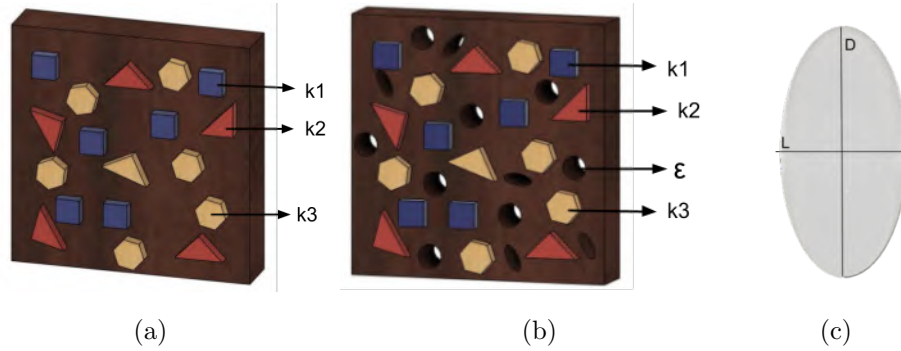


Figura 2.23: a) Representación del modelo matemático basado solo en la composición mineralógica, b) representación considerando la porosidad efectiva, c) forma de los poros.

Para aplicar la ec. 2.10, se recurrió a considerar los valores de densidad y conductividad térmica obtenidos a partir de la literatura de los compuestos presentes en las

muestras de Tlalpujahu y Capula, los cuales se presentan en la Tabla 2.4. En el caso particular de la tridimita, no se encontró un valor reportado de conductividad térmica en la literatura disponible. Sin embargo, se consideró el mismo valor de conductividad térmica de la cristobalita high para la tridimita, ya que ambas son fases polimórficas del SiO_2 , pero con una distinta estructura cristalina. Justificando la baja conductividad térmica con el hecho de que al tratarse de fases polimórficas, se espera que el incremento en la dispersión de fonones disminuya la capacidad del material para conducir el calor de manera eficiente, esto en comparación con fases más ordenadas como el cuarzo.

Tabla 2.4: Densidades y conductividades térmicas usadas para evaluar ambos modelos matemáticos.

Compuesto	Densidad 10^3kgm^{-3}	Conductividad térmica $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$	Referencias
Óxido de silicio SiO_2	2.6	7.7	[Yamane et al., 2002]
Espinela Al_2MgO_4	3.3	9.4	[Zawrah et al., 2007],[Hofmeister, 2001]
Albita $\text{AlNaO}_8\text{Si}_3$	2.6	2.3	[Brigaud and Vasseur, 1989]
Illita $\text{Al}_4\text{KO}_12\text{Si}_2$	2.9	2	[Csáki et al., 2022], [Brigaud and Vasseur, 1989]
Hematita Fe_2O_3	5.2	10-16	[Severin and Jund, 2017]
Tridimita SiO_2	2.2		[Taniguchi et al., 1990]
Cristobalita high SiO_2	2.3	2.69 - 5.7	[Olson et al., 2020]

Una vez desarrollados ambos modelos, se presentan los resultados en la Fig. 2.24, donde se compara el primer modelo geométrico de conductividad térmica (Mm) con el segundo modelo desarrollado, en el que se incorpora la porosidad efectiva, asumiendo una orientación aleatoria de los poros (Mm+porosidad), ambos modelos son contrastados con los datos experimentales de conductividad térmica (datos experimentales).

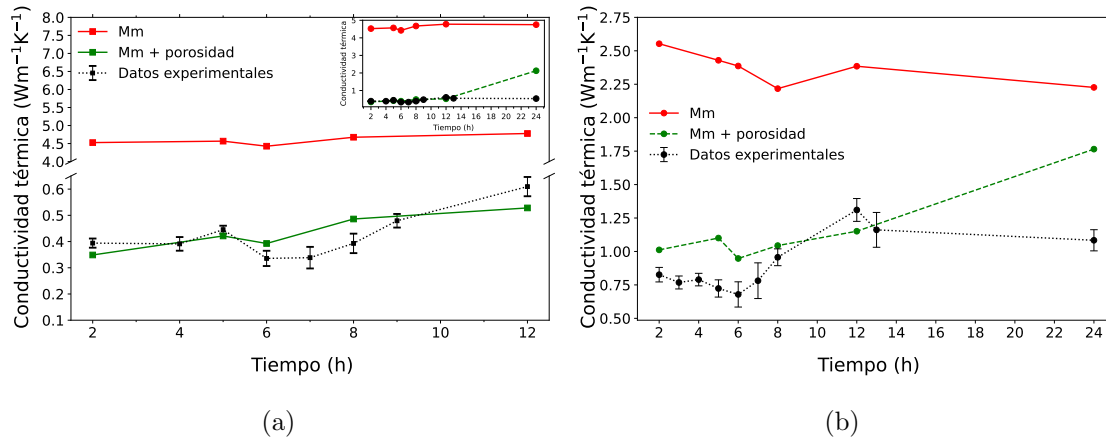


Figura 2.24: Comparación entre los modelos matemáticos y los resultados experimentales de la conductividad térmica. a) Tlalpujahua, b) Capula.

A pesar de la simplicidad del primer modelo geométrico, este reproduce una tendencia similar a la observada en los datos experimentales. Tal comportamiento sugiere que la conductividad térmica obtenida mediante el proceso TT a tiempo variable está influenciada principalmente por los cambios en la composición cristalina. Sin embargo, se aprecia que este modelo no logra predecir con exactitud el comportamiento de los valores experimentales. Esto se debe a que el modelo parte de la suposición de que entre los compuestos existe una interfaz de contacto perfecta para la transferencia de calor.

Por otro lado, en el segundo modelo, al incorporar la porosidad efectiva, se realizó un ajuste a los datos experimentales utilizando la ec. 2.9, asumiendo un valor constante de m para las muestras con tiempos de permanencia de 2 a 12 horas. Para Tlalpujahua y Capula, los valores de m fueron 8.3 y 2.8, respectivamente. De acuerdo con la ec. 7 en [Ordonez-Miranda and Alvarado-Gil, 2012], dichos valores de m corresponden a las relaciones de aspecto p de 0.03 para Tlalpujahua y 0.12 para Capula. Ambos valores se asocian con poros de morfología esferoidales achatados, es decir, poros en forma de láminas, lo cual concuerda con las estructuras observadas en las imágenes de SEM a 1000 °C con 5 horas de tiempo de permanencia, ver Fig. 2.25.

En la Fig. 2.24 se observa que el modelo Mn+porosidad no predice adecuadamente el comportamiento de las muestras con tiempos de permanencia de 24 horas. No obstante, al incrementar 2.5 veces los valores originales de m (8.3 para Tlalpujahua y 2.8 para Capula), se logra una mejor predicción de la conductividad térmica efectiva en ese

punto. Aún cuando la porosidad efectiva en este punto disminuye, la conductividad térmica experimental sigue siendo inferior a la estimada por el modelo, lo que indica que el transporte térmico está fuertemente influenciado por la forma de los poros ($p = 0.01$ y 0.03 para Tlalpujahua y Capula).

Aunque existe una buena aproximación entre los datos experimentales y el segundo modelo propuesto, se debe tener cuidado al considerar los parámetros de ajuste. El valor del exponente de Archie (m), que está relacionado con la forma de los poros, podría estar subestimado debido a que no se consideran otros factores que también afectan la conductividad térmica. Entre estos se incluyen la resistencia térmica interfacial en los límites grano-grano y grano-poro, así como la morfología y el tamaño de los granos, los cuales influyen en la dispersión de fonones a través del material [Koh, 2012, Li et al., 2019].

El modelo propuesto puede implementarse en otros trabajos para predecir la conductividad térmica donde se proporcionan las conductividades térmicas, la porosidad y las composiciones mineralógicas, asumiendo que los valores de conductividad térmica de cada fase pueden obtenerse a partir de la literatura. En este sentido, las ecuaciones (2.8) y (2.9) son aplicables en trabajos como los de [García-León et al., 2017] y [Gualtieri et al., 2010].

Por lo tanto, los modelos que han sido propuestos (Mm y Mm+porosidad) han demostrado ser una herramienta útil para comprender los cambios en la conductividad térmica efectiva de las arcillas sometidas a tratamiento térmico, en función de sus características microscópicas, como la porosidad y la composición mineralógica.

2.5 Microscopía electrónica de barrido

La morfología y el análisis químico de las muestras de arcilla fueron realizados usando SEM (JEOL JSM-7600F), operando a un voltaje de aceleración de 15 kV. El equipo estaba equipado con un espectrómetro de rayos X de energía dispersa (EDS), también operando a 15 kV.

2.5.1 Análisis de las imágenes SEM

Una vez obtenidas las propiedades físicas y térmicas, se procedió a observar la morfología superficial de las arcillas de Tlalpujahua y Capula por medio de SEM, las imágenes resultantes se muestran en la Fig. 2.25. Las imágenes fueron seleccionadas por su relevancia en los cambios estructurales observados conforme se incrementa la temperatura en los tratamientos térmicos.

Comenzando con la descripción de las Fig. 2.25(a) y 2.25(d) en el que las muestras de Tlalpujahua y Capula fueron tratadas a una temperatura de 500 °C, se observa que ambas muestras presentan una etapa inicial de sinterización, caracterizada por la formación de cuellos entre los granos y su posterior coalescencia, proceso conocido como maduración de Ostwald, asociado al crecimiento granular [Carter and Norton, 2007, Kingery and Uhlmann, 1975], marcado con óvalos blancos. Además, se observa la presencia de poros (marcados con flechas) y granos pequeños, que corresponden a una porosidad efectiva del 32 % para las muestras Tlalpujahua y el 34 % para Capula. Las muestras de arcilla procedentes de Tlalpujahua presentan partículas con morfología laminar (recuadro de la Fig. 2.25(a)), rasgo ausente en las muestras de Capula.

En las Fig. 2.25(b) y 2.25(e) que corresponden al tratamiento térmico de 750 °C, se observa crecimiento de partículas en ambas arcillas. En las muestras de Tlalpujahua (Fig. 2.25(b)) aparecen estructuras prismáticas (marcadas con un óvalo), las cuales se asocian a la geometría cristalina del cuarzo, confirmadas por el análisis de XRD en la Tabla 2.2. En las muestras de Capula (Fig. 2.25(e)), se aprecian granos pequeños adheridos a partículas más grandes, marcadas con un óvalo. Se puede observar que los poros permanecen en ambos tipos de arcilla (marcados con flechas), de acuerdo con las mediciones de porosidad efectiva obtenidas previamente, lo que equivale a un ~33 %.

A 1000 °C, en ambas muestras (Fig. 2.25(c)(Tlalpujahua) y 2.25(f)(Capula)), ocurre una segunda etapa de cristalización. Las partículas pequeñas y los poros prácticamente desaparecen, dando lugar a una superficie más homogénea y un bloque cerámico más denso. Como resultado de este proceso, la porosidad efectiva disminuye al 24 % de acuerdo con los datos experimentales obtenidos. Estos resultados indican que la evolución de la porosidad efectiva media está estrechamente relacionada con la transformación de la

estructura granular durante el tratamiento térmico.

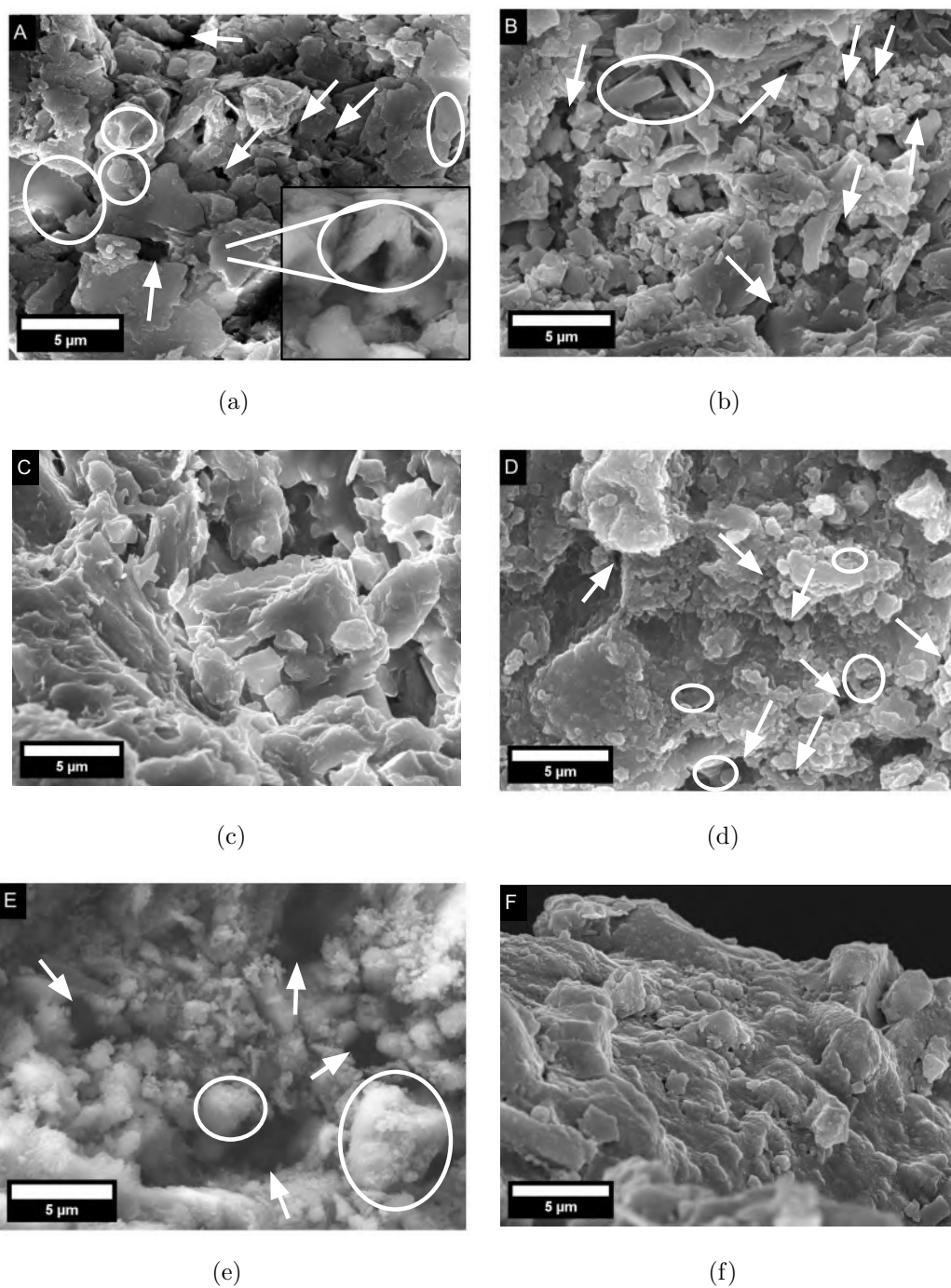


Figura 2.25: Imágenes de SEM para las muestras de Tlalpujahua: a) 500 °C, b) 750 °C, c) 1000 °C y Capula: d) 500 °C, e) 865 °C, f) 1000 °C.

2.6 Conclusiones del capítulo

En este capítulo se presentaron los resultados relacionados con la obtención de propiedades físicas como la porosidad efectiva y la densidad aparente, el análisis de los compuestos cristalinos y su relación con las transformaciones de fase, así como la determinación de las propiedades térmicas de arcillas naturales procedentes de Tlalpujahua y Capula, México. Las propiedades se obtuvieron mediante dos procesos térmicos: TT a temperatura variable y TT a tiempo variable.

El análisis por difracción de rayos X mostró transformaciones de fase significativas en ambos procesos. En el proceso TT a temperatura variable con un tiempo fijo de 5 h, las principales fases identificadas en la arcilla de Tlalpujahua fueron el cuarzo y la illita, observándose la transición de fase de illita a espinela a altas temperaturas. Mientras que en las muestras de arcilla procedentes de Capula, se detectó principalmente cuarzo, albita y dióxido de silicio ortorrómbico (asociado a la formación de tridimita). Durante el proceso TT a tiempo variable a temperatura constante de 1000 °C, las fases de cuarzo, espinela y hematita-proto persistieron en las muestras de Tlalpujahua, aunque con variaciones en su concentración mineralógica conforme se aumentó el tiempo de tratamiento. En cuanto a las muestras de Capula, se evidenció también un cambio gradual en la concentración mineralógica, destacando la aparición de cristobalita high a las 12 horas de tratamiento.

En cuanto a las propiedades térmicas, se observó que mientras la capacidad volumétrica sea relativamente constante, la conductividad térmica estará inversamente relacionada con la porosidad efectiva y directamente con la difusividad térmica. Por otro lado, para las muestras de Tlalpujahua tratadas a 865 °C y 1000 °C, donde no puede considerarse constante, la capacidad volumétrica influye de forma adicional en el comportamiento en la conductividad térmica, que para este caso en particular se ve afectada por la disminución de la misma. Para el proceso TT a tiempo variable a temperatura constante de 1000 °C, el comportamiento térmico fue descrito adecuadamente mediante un modelo matemático que incluye la media geométrica y la porosidad basada en poros esferoidales orientados aleatoriamente. Donde el análisis del exponente de Archie indicó que la conductividad térmica se ve afectada por la forma y el tamaño de los poros en ambas arcillas. Las cuales presentaron formas achatadas, volviéndose más aplanados a medida que los tiempos de tratamiento térmico eran más prolongados.

CAPÍTULO 3

PROPIEDADES MECÁNICAS

La cerámica arcillosa ha recibido considerable atención y continúa siendo objeto de estudio debido a sus propiedades físicas y su composición mineralógica, así como su versatilidad y amplia gama de aplicaciones. Estas van desde usos tradicionales en artesanías y utensilios de cocina hasta aplicaciones emergentes como material sostenible [Muntari and Windapo, 2021]. Investigaciones recientes en el ámbito de la ingeniería han resaltado el potencial de la arcilla sometida a tratamientos térmicos para su integración en estructuras, ya sea como componente de materiales de construcción con capacidad de almacenamiento térmico [Memon, 2014, Lan et al., 2021], o en combinación con materiales de cambio de fase [Lv et al., 2017, Salgueiro et al., 2021].

La arcilla posee la cualidad de solidificarse y experimentar cambios en sus propiedades mecánicas, dependiendo de la temperatura a la que es sometida a tratamiento térmico. Esta cualidad de las arcillas amplía su aplicabilidad en sectores como la construcción y la industria [Singh, 2022, García et al., 2024]. Asimismo, las propiedades mecánicas de la cerámica arcillosa, como la dureza, pueden variar significativamente según las condiciones del tratamiento térmico. Por lo tanto, comprender las propiedades mecánicas de la arcilla es fundamental para seguir ampliando su uso y su combinación con otros materiales.

3.1 Resistencia a la fatiga ultrasónica

El creciente interés por predecir la vida útil de diversos materiales, incluida la cerámica, bajo condiciones de ciclos de fatiga extremadamente altos, ha impulsado el desarrollo y perfeccionamiento de los ensayos de fatiga ultrasónica. Una primera prueba para la obtención de las propiedades mecánicas fue someter ladrillos de arcilla tratados térmicamente a distintas temperaturas a pruebas de fatiga ultrasónica, las cuales se realizaron en un esquema de flexión en tres puntos para determinar el número de ciclos (vida útil) hasta verse fracturada la probeta (ladrillo). Este procedimiento experimental será aplicado en las siguientes secciones.

3.1.1 Fabricación de las probetas

Para la fabricación de las probetas se siguió la metodología del capítulo 2, sección 2.3.1 y Fig. 2.6. Se fabricaron 36 probetas prismáticas con forma de ladrillo, considerando únicamente la arcilla procedente de Tlalpujahua. Las probetas se fabricaron utilizando moldes impresos en 3D con filamento PETG, obteniendo muestras con dimensiones de $15 \times 115 \times 10 \text{ mm}^3$ como se muestra en la siguiente Fig. 3.1.

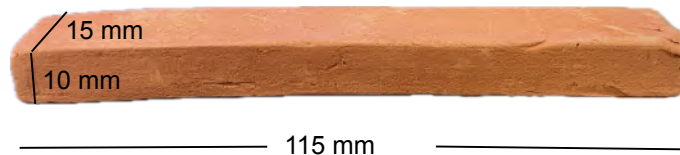


Figura 3.1: Probeta fabricada con arcilla de Tlalpujahua, tratada térmicamente a 1000 °C, con dimensiones de $15 \times 115 \times 10 \text{ mm}^3$.

El total de las muestras fue dividido en tres grupos, cada uno compuesto por 12 probetas. Estos grupos fueron sometidos a tratamiento térmico en una mufla marca Terlab, utilizando una rampa de calentamiento de 5 °C/min y un tiempo de permanencia de 5 horas a tres temperaturas distintas de 500 °C, 750 °C y 1000 °C, nombrados P1, P2, P3 respectivamente. Una vez concluido el tratamiento térmico, las muestras se dejaron enfriar dentro del horno, con la puerta cerrada, hasta alcanzar la temperatura ambiente,

con el propósito de minimizar el choque térmico y prevenir la formación de grietas o fracturas.

3.1.2 Ensayo de fatiga ultrasónica

Una vez fabricadas las probetas, se llevó a cabo el ensayo de fatiga ultrasónica utilizando la máquina que se muestra en la Fig. 3.2(a). La prueba consiste en aplicar cargas cíclicas a las muestras por medio de un punzón de aluminio AISI 7075 (Fig. 3.2(b)) que ha sido caracterizado previamente [Almaraz et al., 2017], generando vibraciones en régimen de resonancia a frecuencias ultrasónicas. El ensayo permite obtener datos sobre la vida útil del material en función del número de ciclos hasta llegar al fallo, además de permitir la observación del inicio y propagación de grietas [Mayer, 2016]. Para este estudio, los ensayos de fatiga ultrasónica se realizaron a una frecuencia de operación de 20 kHz y una amplitud en la vibración de $7\text{ }\mu\text{m}$ (10 V), utilizando una configuración de flexión en tres puntos para evaluar la resistencia a la fatiga de las probetas de cerámica.

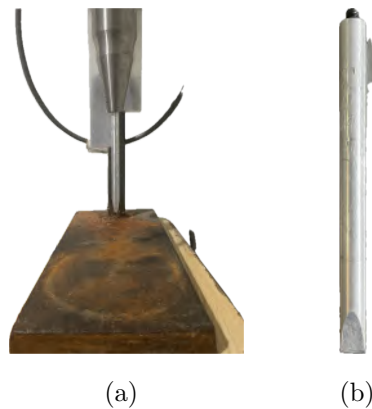


Figura 3.2: a) Máquina de fatiga ultrasónica, b) punzón de aluminio AISI 7075.

Para poder utilizar el equipo de fatiga ultrasónica, se diseñó un dispositivo a medida, específicamente para asegurar y fijar la probeta que será sometida a la prueba, como se muestra en la Fig. 3.3(a). El dispositivo fue fabricado con una impresora 3D y material PETG. Con el objetivo de evitar deformaciones en el dispositivo al momento de aplicar la presión necesaria, al igual que para evitar que sirva como amortiguador de las fuerzas aplicadas, este se imprimió con un 100 % de relleno. El dispositivo tiene un largo de

120 mm y un ancho de 56 mm. Este dispositivo, aparte de fijar la muestra, permite ajustar su altura al trasladar la probeta verticalmente por medio de dos tornillos (Fig. 3.3(b)) con el propósito de generar una presión inicial del punzón sobre la misma. El desplazamiento máximo es de 9 mm.

Para medir la presión inicial aplicada por el punzón sobre la probeta se utilizó un sensor MF01 (ver Fig. 3.3(c)), el cual es un sensor autoadherible compatible con Arduino. Su funcionamiento es básicamente detectar una flexión en su membrana, que hará que el sensor modifique su resistencia interna, la cual tiene un valor inicial de 20 M Ω . La presión inicial se ejerce por medio del punzón hacia el punto medio de la probeta, esta presión se genera por el aumento o disminución en la distancia vertical.

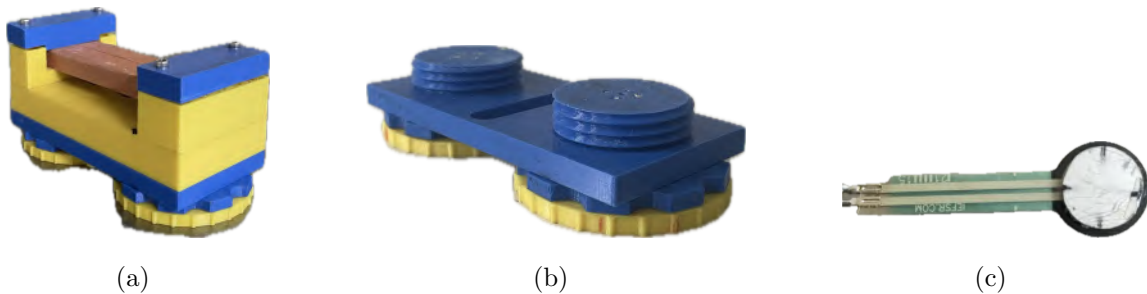


Figura 3.3: a) Dispositivo implementado para el soporte de la muestra en el equipo de fatiga ultrasónica, b) Tornillos del dispositivo para la movilidad en el eje vertical, c) sensor de presión MF01.

Antes de poner en marcha la máquina de fatiga ultrasónica, la fuerza inicial aplicada entre la probeta y el punzón fue de 6.75 N, 8.85 N y 10.95 N para las probetas nombradas P1, P2 y P3, respectivamente. El punzón de aluminio se utiliza para aplicar una carga vibratoria de 20 kHz sobre la probeta de arcilla en el eje vertical, como se muestra en la Fig. 3.4(a) hasta provocar la ruptura 3.4(b).

La determinación de las fuerzas iniciales con las que se fijaba la probeta al punzón, se realizaron mediante procedimientos experimentales durante su colocación. Se observó que cuando la fuerza aplicada era insuficiente, se generaba un ruido audible en el punzón de aluminio, lo cual indicaba colisión intermitente con el ladrillo y, por lo tanto, la ausencia de contacto constante. En consecuencia, la fuerza se incrementó gradualmente hasta que el ruido se redujo al mínimo o se volvió imperceptible al iniciar el funcionamiento de la máquina, garantizando así el contacto adecuado entre el punzón

y la probeta.

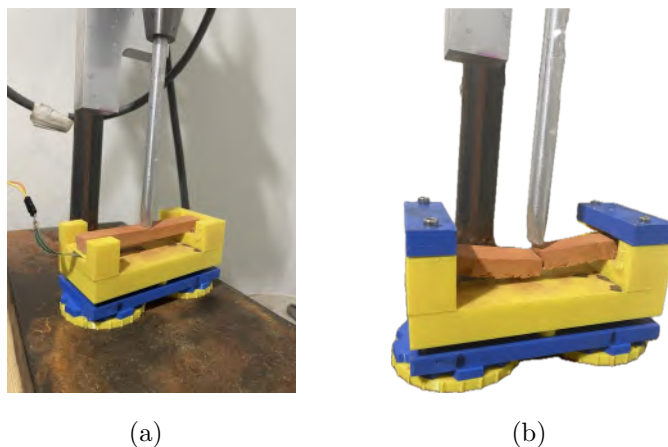


Figura 3.4: a) Colocación de la probeta en la máquina de fatiga ultrasónica, b) probeta fracturada después de la prueba.

3.1.3 Resultados de fatiga ultrasónica

Una vez colocada la probeta de arcilla y ajustada su posición vertical para garantizar el contacto entre el punzón y la probeta, la máquina fue puesta en marcha y se dejó funcionar hasta que la probeta llegó a la fractura. Este procedimiento se repitió para cada probeta sometida a tratamiento térmico a diferentes temperaturas, obteniéndose un número específico de ciclos, los cuales fueron: P1 con $810309 \pm 26749,5$ ciclos, P2 con $5056500 \pm 855537,4$ ciclos y P3 con $2602609 \pm 395623,1$ ciclos.

Como primer análisis de los resultados obtenidos (número de ciclos), se puede decir que dichos cambios son atribuidos al tratamiento térmico, el cual afecta las propiedades físicas de cada muestra debido a los cambios en su composición mineralógica, sus variaciones en la porosidad efectiva y densidad aparente, tal y como fue abordado en el capítulo 2. Sin embargo, en la sección 3.4 se realiza un análisis tomando en consideración los cambios en la dureza con respecto al tratamiento térmico.

En cuanto a las fracturas resultantes, en la Fig. 3.7 se muestra la sección transversal de los ladrillos sometidos a tratamiento térmico a diferentes temperaturas, después de haber sido sometidos a la prueba de fatiga ultrasónica. Se observa que existen diferen-

cias físicas perceptibles entre las muestras. Mediante inspección visual, se deduce que la rugosidad superficial disminuye a medida que incrementa la temperatura del tratamiento térmico. De esta observación, puede inferirse que la fractura en la muestra P1 (Fig. 3.5(a)) presenta un comportamiento más dúctil, mientras que las muestras P2 (Fig. 3.5(b)) y P3 (3.5(c)) exhiben fracturas frágiles. Este cambio en el tipo de fractura podría atribuirse a una disminución de la porosidad y a un incremento en la dureza del material.

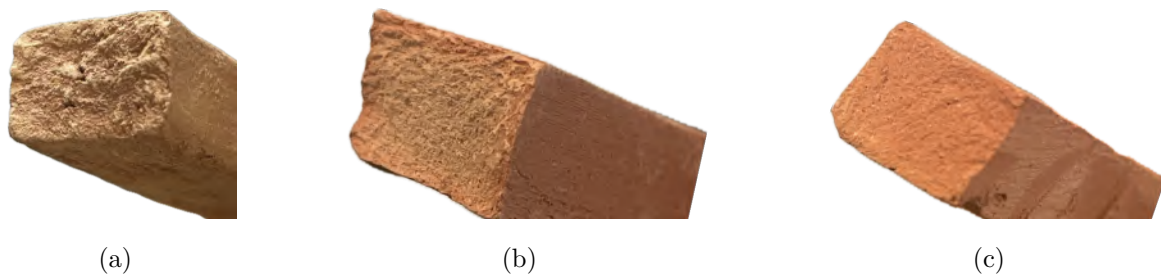


Figura 3.5: Fractura presentada en las muestras tratadas térmicamente a: a) 500 °C, b) 750 °C y c) 1000 °C.

3.1.4 Imágenes termográficas

En las Fig. 3.6 se muestra la distribución de la temperatura en las probetas con la máquina de fatiga ultrasónica en marcha, capturada mediante una cámara termográfica marca Flake. A los pocos segundos de poner en marcha la máquina, se produce un aumento de temperatura, desde la temperatura ambiente (25 °C) hasta 35.6 °C, donde se observa que la máxima temperatura se concentra en el centro de la muestra, justo donde la probeta está en contacto con el punzón y es transmitida la carga vibracional (Fig. 3.6(a)). Posteriormente, la temperatura continúa incrementándose hasta alcanzar un máximo de 42.9 °C (Fig. 3.6(b)). Finalmente, después de 15 segundos, se observa cómo el sistema alcanza un equilibrio térmico en 34.6 °C (Fig. 3.6(c)) por lo que resta de la prueba.

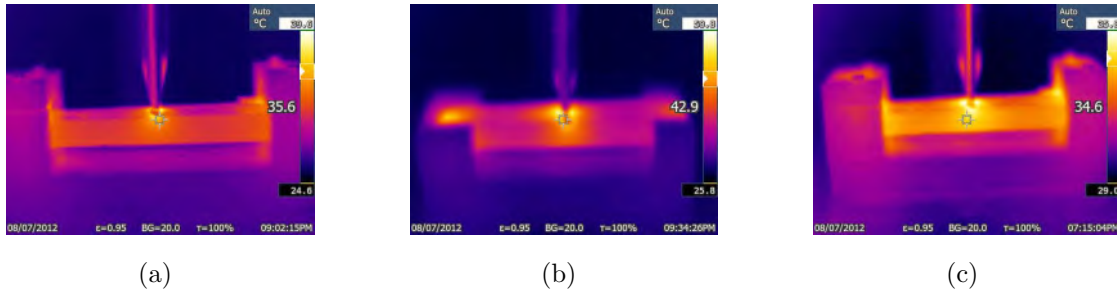


Figura 3.6: Imágenes térmicas de las muestras durante un experimento de fatiga ultrasónica. a) inicio de la prueba, b) de 5 a 10 segundos, c) después de 15 segundos.

3.1.5 Cambio en el color de las probetas de arcilla

Para poder observar el cambio de color en las muestras se utilizó el código de color RGB (red, green, blue), el cual fue identificado a partir de imágenes de las probetas tratadas térmicamente. De este análisis, se obtuvieron los valores de (135, 96, 60), (135, 92, 52) y (160, 112, 66) para las muestras P1, P2 y P3, respectivamente. La muestra P1 (Fig. 3.5(a)) con tratamiento térmico a 500 °C presenta un tono marrón medio. La muestra con tratamiento térmico a 750 °C (P2, Fig. 3.5(b)) se torna de un marrón más oscuro, mientras que la muestra P3 (Fig. 3.5(c)), tratada a 1000 °C, adquiere un color marrón claro con tonalidades anaranjadas. Estos cambios en los valores RGB entre las muestras con tratamientos a 500 y 750 °C sugieren un oscurecimiento general, mientras que para los 1000 °C hay un aclaramiento rojizo-anaranjado. El cambio de coloración a 1000 °C podría deberse a la formación de óxidos férricos, producto de la oxidación de hierro a altas temperaturas, lo cual puede ser corroborado en la Tabla 2.2, sección 2.2.2 con la permanencia del compuesto hematita.

3.2 Obtención de la dureza Vickers

La segunda prueba para obtener las propiedades mecánicas consistió en aplicar la técnica de indentación Vickers, utilizada para evaluar los cambios en la dureza de las muestras en función de la temperatura del tratamiento. Para realizar estas mediciones se tuvo que fabricar muestras de arcillas cúbicas. En las siguientes secciones se describe

la fabricación de las muestras, así como el procedimiento de medición.

3.2.1 Fabricación de las muestras

Para la fabricación de los cubos de arcilla, se llevó a cabo la misma metodología aplicada en el capítulo anterior. Para la prueba de indentación Vickers se elaboraron 12 cubos, de los cuales 6 fueron fabricados con la arcilla procedente de Tlalpujahua y 6 de Capula. Cada cubo cuenta con dimensiones de $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ (ver Fig. 3.7), siendo fabricados utilizando moldes impresos en 3D con filamento PETG.

Las muestras tanto de Tlalpujahua como de Capula se dividieron en tres grupos compuestos por 2 cubos. Estos grupos fueron sometidos a un tratamiento térmico en una mufla marca Terlab, utilizando una rampa de calentamiento de $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ y un tiempo de permanencia de 5 horas a tres temperaturas distintas de $500 \text{ }^\circ\text{C}$, $750 \text{ }^\circ\text{C}$ y $1000 \text{ }^\circ\text{C}$. Una vez concluido el tratamiento térmico, las muestras se dejaron enfriar dentro del horno, con la puerta cerrada, hasta alcanzar la temperatura ambiente.

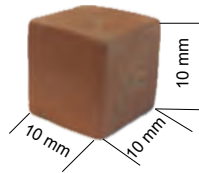


Figura 3.7: Cubo elaborado de arcilla de Tlalpujahua con tratamiento térmico a $750 \text{ }^\circ\text{C}$, con dimensiones de 1 cm^3

3.2.2 Prueba de dureza Vickers

La dureza Vickers se determinó utilizando un indentador de la serie Nanovea (Fig. 3.8(a)), con una carga aplicada de 5 kg (49 N). El principio de funcionamiento de este equipo se basa en la medición de la huella piramidal impresa por la carga, específicamente en la longitud de las dos diagonales formadas por el indentador, conforme a lo establecido por la norma ASTM E384-17 y de acuerdo con la siguiente ecuación de

dureza [Corredor et al., 2022].

$$HV = 1.8544 \frac{F}{d^2}, \quad (3.1)$$

donde HV representa la dureza Vickers, F es la carga aplicada por el equipo y d es el promedio de las longitudes de las diagonales trazadas por el indentador piramidal cuadrado, $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$.

Para llevar a cabo la prueba de dureza, se requiere un acabado espejo en la superficie donde se aplicará la prueba. Por tal motivo, se pulió una de las caras del cubo de arcilla donde se aplicaría la carga. El pulido se realizó empleando lijas de agua del número 200, luego del 600 y finalizando con una del 1000 para mejorar el acabado.

Al realizar las indentaciones sobre las caras previamente pulidas, las marcas impresas en las superficies de los cubos de arcilla no eran visibles para el sistema de medición automático del equipo. Ante esta limitación, se intentó mejorar el contraste de la huella aplicando diversos recubrimientos superficiales, tales como fue barniz blanco, aerosol dorado, y grafito, sin obtener resultados satisfactorios. Ante tal imprevisto, se optó por realizar el procedimiento de manera manual, observando las huellas en un microscopio Zeiss Axio Observer, a través del cual fue posible identificar las aristas de la huella y medir las longitudes de las diagonales mediante el software ImageJ (ver 3.8(b)), con el fin de calcular la dureza.

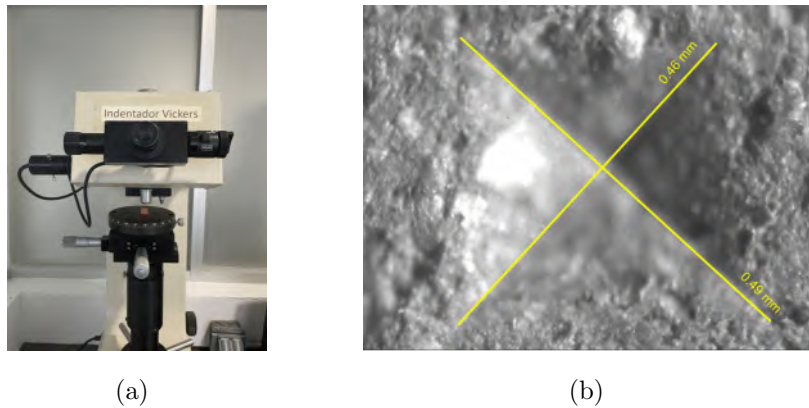


Figura 3.8: a) Equipo de indentación Vickers y b) marca piramidal observada en un microscopio óptico.

3.2.3 Resultados de la prueba de dureza Vickers

En la Fig. 3.9 se presentan los resultados de dureza Vickers para cada muestra con tratamiento térmico de Tlalpujahua y Capula. Para las muestras de Tlalpujahua, se observa un aumento en la dureza Vickers con respecto al incremento en la temperatura del tratamiento térmico, desde un valor de 79.1 ± 2.7 HV (775.5 ± 26.8 MPa) hasta un valor de 1057.8 ± 182.3 HV (10370.0 ± 1787.1 MPa). Este comportamiento puede atribuirse parcialmente a la reducción de la porosidad efectiva, ver Fig. 2.9. Sin embargo, en el último punto a la temperatura de $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, se observa un aumento significativo en el valor de la dureza Vickers. Este incremento puede estar relacionado principalmente a las transformaciones de fase dentro del material, como lo es la transformación de la illita en espinela (Tabla 2.2). Esta afirmación concuerda con los valores de dureza Vickers de la espinela que se encuentran entre 295-795 HV (2.89 y 7.79 GPa) [Bhaduri and Bhaduri, 2002]. Asimismo, la formación de nuevos compuestos como la hematita también contribuye al incremento de la dureza de la muestra con tratamiento térmico a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Por otro lado, en las mediciones de las muestras de Capula se observa una ligera disminución en la dureza Vickers al aumentar la temperatura de $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ a los $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, lo cual puede atribuirse a que la porosidad efectiva se mantiene relativamente constante en este intervalo, ver Fig. 2.10. No obstante, a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ se presenta un incremento en la dureza que podría estar relacionado con la disminución en la porosidad efectiva y la transformación del SiO_2 en tridimita, ver Tabla 2.2. Aunque la tridimita ha sido menos estudiada que otros polimorfos del dióxido de silicio, y no existen valores reportados de su dureza Vickers en la literatura, puede considerarse que comparte características estructurales con el cuarzo. Asumiendo que la dureza del dióxido de silicio puro es de 10 GPa (1122 HV) [Kulik et al., 2019], esta transformación podría contribuir al aumento observado en la dureza para la muestra de Capula a los $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Los resultados obtenidos son consistentes con investigaciones previas, como el estudio de la caolinita y la illita, que presentaron valores de dureza Vickers entre 225 y 1115 MPa (23 y 114 HV) tras tratamientos térmicos a 960 y $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ [Sidjanin et al., 2007].

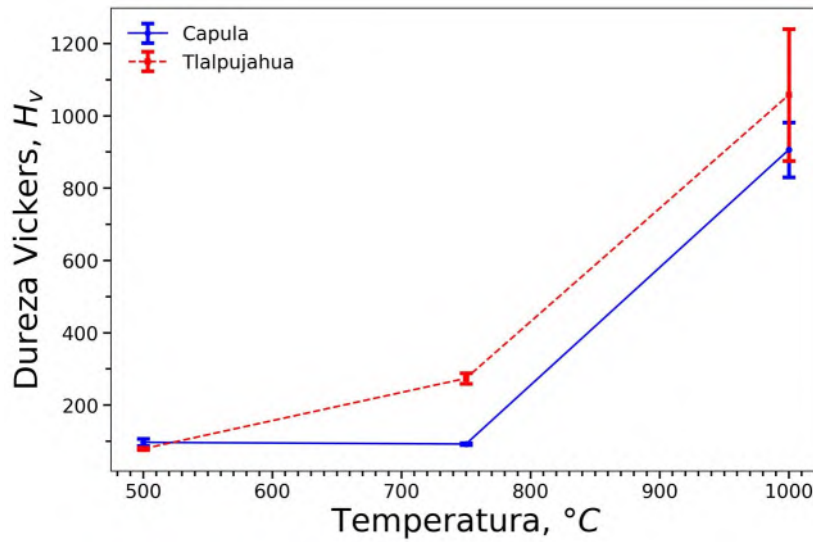


Figura 3.9: Resultados de dureza Vickers en las diferentes muestras de Tlalpujahua y Capula.

3.3 Simulación por elemento finito

Como complemento al estudio experimental, se llevaron a cabo simulaciones para las muestras de arcilla utilizando un software de elementos finitos con el objetivo de analizar la deformación equivalente de von Mises bajo diferentes cargas aplicadas (entre 1 N y 15 N). Para realizar esta simulación, el software requiere de ciertos datos de entrada en cuanto a sus propiedades físicas de las arcillas, como lo es la densidad aparente que fue determinada experimentalmente (Fig. 2.9), el módulo de Young y el coeficiente de Poisson cuyos valores fueron seleccionados con base en la literatura.

Para realizar las simulaciones, se inició modelando la geometría de la probeta de arcilla (Fig. 3.10a) que fue empleada en las pruebas de fatiga ultrasónica. Adicionalmente, se incorporó al modelo la geometría de la cara inferior del punzón de aluminio ($4 \times 15 \text{ mm}^2$), colocada en el centro del ladrillo simulado (Fig. 3.10b), donde se concentró la fuerza aplicada, en un rango de entre 1 y 15 N.

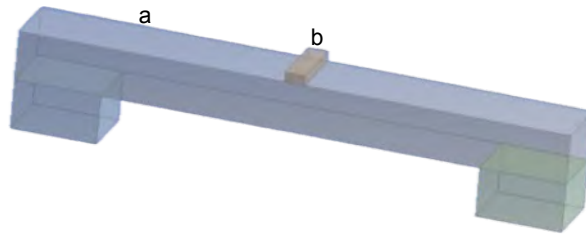


Figura 3.10: a) Modelo del ladrillo y b) la cara inferior del punzón.

Para realizar el análisis de las propiedades mecánicas, se tomaron en cuenta las propiedades físicas para cada muestra con tratamiento térmico, con la finalidad de evaluar el comportamiento mecánico en función de la temperatura del tratamiento térmico. El módulo de Young y el coeficiente de Poisson fueron seleccionados de acuerdo con el siguiente análisis: según diversos estudios, el módulo de Young tiende a incrementarse con el aumento de la temperatura del tratamiento térmico de cerámicos. No obstante, durante la etapa de deshidroxilación (300 °C a 800 °C), este parámetro permanece relativamente estable o presenta un crecimiento mínimo, seguido de un aumento exponencial a temperaturas superiores a 800 °C [Húlan et al., 2015, Nigay et al., 2017a]. Por el contrario, el coeficiente de Poisson muestra una relación inversa respecto al módulo de Young: conforme este último aumenta, el coeficiente de Poisson tiende a disminuir, y viceversa [Alzo'ubi and Alneasan, 2022]. Con base en esto, para las muestras P1, P2 y P3 se seleccionaron los valores 1.2, 1.25 y 2.5 GPa para el módulo de Young, y 0.31, 0.25 y 0.19 para el coeficiente de Poisson, respectivamente.

Se utilizaron mallas cuadráticas y tetraédricas para el análisis de elementos finitos. La Fig. 3.11 presenta ambos tipos de mallas y sus respectivos comportamientos en términos de la tensión de von Mises y el tamaño de los elementos. Con base en el estudio de convergencia de malla [Okereke et al., 2018], se determinó que la malla cuadrática era la más adecuada, ya que los valores de tensión de von-Mises mostraron un error porcentual relativo promedio del 4 % con un tamaño de elemento de 0.004 m. En cambio, la malla tetraédrica presentó un error promedio considerablemente mayor al 27 %. Por esta razón, se seleccionó la malla con forma cuadrática con un tamaño de 0.004 m, conformada por 2907 nodos y 460 elementos. La Fig. 3.12 muestra el modelo tridimensional del ladrillo con la malla cuadrática.

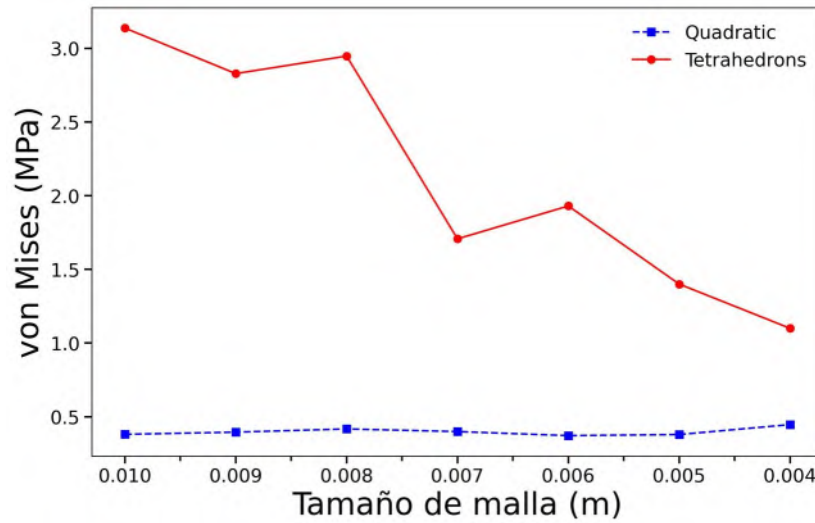


Figura 3.11: Análisis de convergencia para dos tipos de malla.

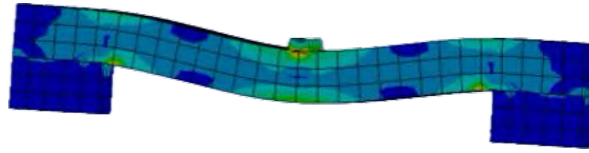


Figura 3.12: Modelo tridimensional del ladrillo con la malla cuadrática.

3.3.1 Resultados de la simulación

La Fig. 3.13 muestra los resultados de la simulación de la tensión equivalente de von Mises, en los cuales también se aprecia la influencia del tratamiento térmico al generarse una separación entre las curvas. En particular, se observa que la muestra P3 presenta una menor tensión equivalente. Este comportamiento puede atribuirse a una mayor densidad aparente y una menor porosidad, lo que implica tener poca capacidad de deformación bajo la carga. Por el contrario, la muestra P1 presenta una mayor tensión equivalente, lo cual está relacionado con una menor densidad y una mayor porosidad efectiva, condiciones que podrían favorecer a soportar una mayor deformación. La muestra P2 presenta un valor intermedio de tensión equivalente, coherente con su densidad aparente equilibrada en relación con su porosidad efectiva (ver 2.9). Estos resultados sugieren que existe una relación directa entre la densidad aparente, la porosidad efectiva

y la respuesta mecánica simulada.

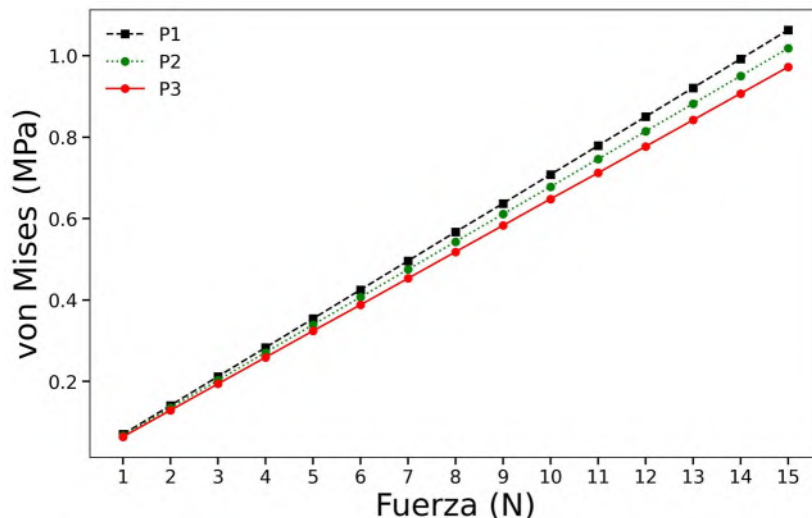


Figura 3.13: Resultados de la tensión equivalente Von Mises.

Si bien la tensión equivalente de von Mises se emplea principalmente en materiales dúctiles y su aplicación no resulta adecuada para materiales arcillosos o cerámicos, debido a su comportamiento frágil. En este estudio se utilizó como parámetro comparativo para analizar la respuesta del material cerámico sometido a diferentes niveles de carga y tratamientos térmicos. Otro punto importante es que se aprovecharon los valores obtenidos experimentalmente de densidad aparente para llevar a cabo la simulación. Logrando con esto llevar a cabo una comparación entre la simulación con los datos previamente obtenidos experimentalmente en cuanto a las propiedades mecánicas como la dureza Vickers y la resistencia a la fatiga ultrasónica.

3.4 Discusión

Los resultados obtenidos a partir de las pruebas de fatiga ultrasónica, mediciones de dureza Vickers y simulaciones mediante el método de elementos finitos (ver Tabla 3.1) permitieron caracterizar el comportamiento mecánico de las muestras de arcilla tratadas térmicamente.

El análisis de fatiga ultrasónica reveló que la resistencia a la fatiga está influenciada

por la temperatura del tratamiento térmico para las arcillas de Tlalpujahua y Capula. La muestra P1 (500 °C) presentó una menor resistencia a la fatiga, la cual puede atribuirse a la combinación de una elevada porosidad efectiva y una baja dureza. En contraste, la muestra P2 (750 °C) mostró una mayor resistencia a la fatiga, atribuida al incremento en la dureza, manteniendo prácticamente constante la porosidad efectiva respecto a P1. Sin embargo, la muestra P3 (1000 °C) presentó una disminución en su vida útil en comparación con la muestra P2 a pesar del aumento en la dureza y la reducción de la porosidad. Este efecto puede explicarse por la aparición de fases frágiles inducidas térmicamente, como la tridimita y la hematita, lo cual incrementa la susceptibilidad del material a la fractura por fatiga.

En cuanto a la dureza Vickers, se observó un incremento progresivo con el aumento de la temperatura del tratamiento térmico. La muestra P3 presentó los valores más altos, lo cual se relaciona con la reducción de porosidad efectiva y la formación de fases cristalinas como la espinela (en las muestras de Tlalpujahua) y la tridimita (en las de Capula) a temperaturas cercanas a los 1000 °C. Sin embargo, esta relación no se extiende directamente al comportamiento bajo fatiga ultrasónica. La reducción en la vida útil observada en la muestra P3, a pesar de su elevada dureza, indica que otros factores tales como la transformación de la illita se ven involucrados en dichos cambios. Por lo que se puede decir que un aumento en la dureza no implica una mejora en la resistencia a la fatiga, particularmente en materiales cerámicos, donde la fragilidad juega un papel crítico.

La relación entre el esfuerzo de von Mises (simulación), la dureza Vickers y la resistencia a la fatiga sugiere que el tratamiento térmico mejora la resistencia mecánica en términos de dureza y rigidez, pero también puede inducir fragilidad. La cual aumenta la susceptibilidad del material a fallas bajo cargas cíclicas de alta frecuencia, como las que se presentan en condiciones de fatiga ultrasónica. Por lo tanto, aunque el tratamiento térmico mejora la integridad estructural de las arcillas, su uso en aplicaciones estructurales sometidas a fatiga debe evaluarse cuidadosamente en función de la temperatura y la composición mineralógica.

Tabla 3.1: Resultados de la simulación von Mises, la dureza Vickers y los ciclos bajo fatiga ultrasonica.

Ladrillo	von Mises (Mpa)	Dureza (Mpa)	No. ciclos
P1	0.47	775.5	810309
P2	0.6	2688	5056500
P3	0.709	10370	2602609

3.5 Conclusiones del capítulo

El análisis de las propiedades mecánicas de las arcillas de Tlalpujahua y Capula, se llevaron a cabo mediante ensayos de fatiga ultrasónica bajo una modalidad de carga de flexión de tres puntos, utilizando probetas prismáticas en forma de ladrillo fabricadas de arcilla tratadas térmicamente a diferentes temperaturas. Los resultados mostraron que la muestra tratada a 750 °C presentó la mayor resistencia a la fatiga, atribuida a una combinación entre porosidad efectiva y dureza.

El tratamiento térmico demostró ser un factor determinante en la mejora de las propiedades mecánicas de la arcilla, particularmente en términos de dureza Vickers. No obstante, también se observó que dicho tratamiento puede inducir fragilidad, especialmente a altas temperaturas, lo que limita su aplicación para componentes estructurales sometidos a cargas cíclicas de alta frecuencia, como ocurre en condiciones de fatiga ultrasónica.

CAPÍTULO 4

APLICACIÓN DE LA TÉCNICA PTR SOBRE MATERIALES DE CAMBIO DE FASE

Un material de cambio de fase (PCM, por sus siglas en inglés) es un material o compuesto con la capacidad de experimentar transiciones entre los estados sólido, líquido y gaseoso a una temperatura determinada. Esta propiedad se debe a su alta densidad energética, es decir, a su capacidad de absorber o liberar cierta cantidad de energía durante un cambio de fase, mientras la temperatura se mantiene prácticamente constante. Los PCM se han convertido en una de las propuestas más estudiadas y utilizadas para el almacenamiento de energía, dado que permiten acumular grandes cantidades de calor con pequeñas variaciones de temperatura [Iasiello et al., 2021]. Esta capacidad está relacionada con su baja conductividad térmica.

Generalmente, los PCM se clasifican según su comportamiento al recibir o liberar cierta cantidad de energía térmica, como se ilustra en la Fig. 4.1, en la que se muestran las categorías de almacenamiento por calor sensible, calor latente y reacciones termoquímicas.

Debido a su capacidad de almacenar energía, estos materiales han sido objeto de múltiples estudios, tales como los que buscan mejorar su rendimiento mediante la combinación con otros materiales, con el fin de optimizar su desempeño en sistemas de generación de energía renovables.

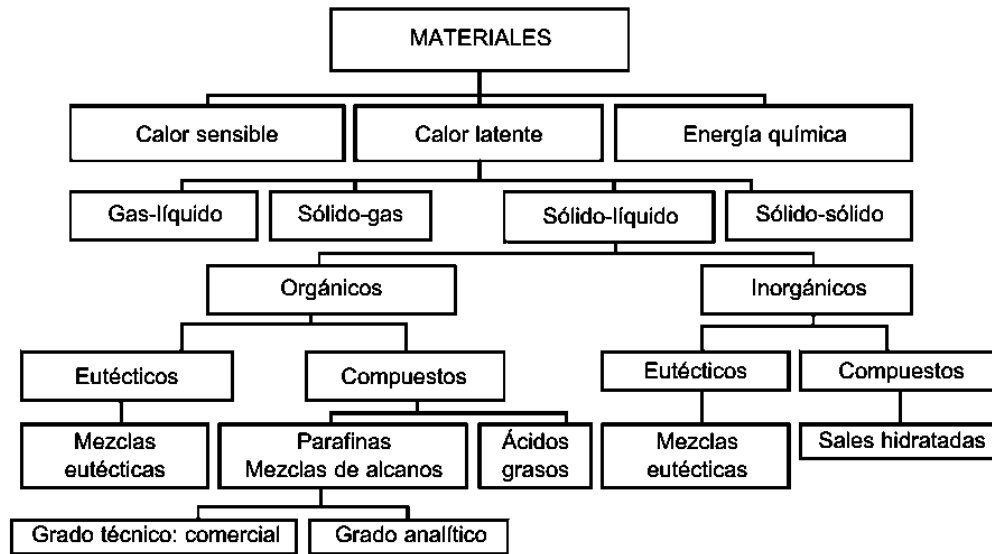


Figura 4.1: Clasificación de los materiales de cambio de fase según Abhat [Oliver et al., 2012].

Actualmente, los PCM están adquiriendo gran relevancia en el campo del almacenamiento de energía térmica [Liu et al., 2021a], no solo por su capacidad para almacenar y liberar calor durante la transición de fase sólido a líquida, sino también por sus aplicaciones en la refrigeración de dispositivos electrónicos [Jesumathy et al., 2012]. Entre los diversos tipos de PCM, la cera de soya representa una alternativa viable para aplicaciones a bajas temperaturas, debido a que tiene un punto de fusión relativamente bajo en comparación con otras ceras comerciales, su fácil disponibilidad, bajo costo e inercia química.

La incorporación de partículas sólidas en PCM ha emergido como una estrategia prometedora para modificar la transición de fase, así como para mejorar su conductividad térmica y estabilidad mecánica [Cui et al., 2011, He et al., 2004], lo cual amplía significativamente sus posibles aplicaciones. Por tanto, el estudio y la caracterización térmica de nuevos compuestos basados en PCM es fundamental para el desarrollo

de materiales de almacenamiento de energía. En particular, las partículas de arcilla han sido empleadas para estabilizar los PCM debido a su bajo costo, estructura porosa natural y propiedades térmicas dependientes del tratamiento térmico aplicado [Slifka and Whitton, 2000].

Entre los métodos comúnmente utilizados para evaluar el comportamiento térmico de los PCM destacan la calorimetría diferencial de barrido (DSC) y el método T-History [Jebasingh and Arasu, 2020]. Asimismo, las técnicas fototérmicas constituyen una alternativa no destructiva, versátil y precisa para caracterizar las propiedades térmicas de compuestos a base de PCM.

En este trabajo se analiza el comportamiento térmico de la cera de soya comercial, mezclada con arcilla proveniente de Tlalpujahua, Michoacán, México, mediante la Técnica de Radiometría Fototérmica infrarroja. Para ello, polvo de arcilla fue sometido a tratamiento térmico a diferentes temperaturas, para posteriormente preparar el compuesto. La transición de fase de estos compuestos fue monitoreada en el cambio de líquido a sólido mediante enfriamiento natural, con la finalidad de observar el efecto que se tiene sobre el compuesto al usar el polvo de arcilla como aditivo. Este estudio representa una primera aproximación para evaluar la influencia del tratamiento térmico de la arcilla mexicana en combinación con cera de soya, con el fin de explorar su potencial como material para aplicaciones de liberación y almacenamiento de energía térmica.

4.1 Preparación de polvos de arcilla y su mezcla con cera de soya

Para la preparación del compuesto, en primer lugar, el polvo de arcilla procedente de Tlalpujahua fue tamizado por medio de una malla del número 40, con la finalidad de controlar el tamaño de partícula, ya que diferentes tamaños pueden generar efectos distintos en la mezcla del polvo con la cera. El tamaño de partícula obtenido fue menor a $420\text{ }\mu\text{m}$. Posteriormente, el polvo fue sometido a tratamiento térmico a diferentes temperaturas: $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 5 horas. Se utilizó un horno tipo mufla con una velocidad de calentamiento de $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ por minuto. Este procedimiento fue el

mismo que en los capítulos anteriores, dado que, como se ha observado, las propiedades térmicas del material tienden a variar en función de la temperatura y del tiempo del tratamiento térmico. El objetivo es aprovechar los valores previamente obtenidos, como lo es la capacidad calorífica (ver capítulo 2, Fig. 2.20, sección 2.4.3) para analizar el comportamiento de la mezcla arcilla-cera de soya.

Una vez obtenidos los polvos tratados a diferentes temperaturas, se fundió 40 g de cera de soya comercial en un crisol de porcelana, utilizando una placa de calentamiento con agitador magnético (MS300, Magnetic stirrer), hasta llevarla a su estado líquido. Una vez en fase líquida, se incorporaron 2 g del polvo de arcilla previamente tratado térmicamente, dejando en agitación durante aproximadamente 30 minutos a una velocidad promedio de 170 RPM para asegurar una mezcla homogénea y mantener una temperatura constante de 70 °C. Los compuestos obtenidos se designaron como C1, C2 y C3, correspondientes a los tratamientos térmicos de 500, 750 y 1000 °C, respectivamente.

La mezcla caliente compuesta por arcilla y cera de soya se vertió cuidadosamente desde el crisol en un recipiente rectangular impreso con material PETG ($45 \times 45 \times 25$ mm³) (ver Fig. 4.2). Este contenedor contaba con una lámina de acero inoxidable de 75 μ m de espesor en una de sus paredes, la cual fue sellada con silicona automotriz para mantener la mezcla en estado líquido dentro del recipiente.

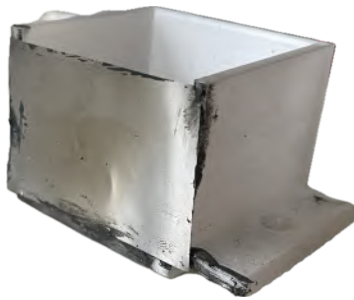


Figura 4.2: Recipiente para contener el compuesto cera-arcilla en el arreglo experimental de radiometría fototérmica infrarroja.

4.2 Aplicación de la técnica PTR

El reservorio de la Fig. 4.2 fue diseñado específicamente para adaptarse a la técnica de radiometría fototérmica infrarroja. Esta técnica fue originalmente armada para ser usada en la caracterización de materiales sólidos y bajo la configuración por transmisión (Fig. 2.15), por lo que se llevaron a cabo ciertas modificaciones para usar la técnica en materiales líquidos y bajo la configuración por reflexión. A diferencia de la configuración por transmisión presentada en el capítulo 2, sección 2.4.1 en esta configuración por reflexión fue necesario reubicar el láser hacia la cara frontal de la muestra, como se ilustra en la Fig. 4.3. Además de reubicar el láser, se requirió controlar la potencia del mismo, ya que posteriormente se abordará un efecto llamado marca de hundimiento que se encuentra relacionado con la potencia del haz del láser.

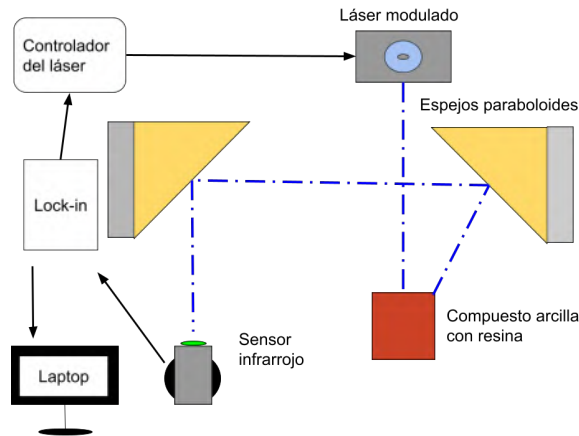


Figura 4.3: Técnica de radiometría fototérmica en configuración por reflexión.

El funcionamiento de la técnica es básicamente el mismo que en la configuración por transmisión (ver capítulo 2, sección 2.4.1). Un haz de luz generado por un láser modulado se posiciona sobre la superficie de la muestra, que para este caso en particular se trata de la cara donde se encuentra la lámina de $75\ \mu\text{m}$. La lámina actuará como el medio absorbente de la energía óptica inducida por el haz del láser modulado y como consecuencia generará una onda de calor modulada a la misma frecuencia del láser. Debido a la absorción de la energía óptica, la muestra experimentará un aumento de temperatura y emitirá radiación. La radiación infrarroja emitida es recogida mediante

dos espejos parabólicos fuera de eje y enfocada hacia un detector IR (PVI-4 TE-6 Vigo System S.A.). La señal eléctrica del detector fue enviada a un amplificador lock-in, en el cual se registró la amplitud y la fase de la señal, en función del tiempo a una frecuencia fija de 1 Hz. La temperatura dentro del recipiente fue monitoreada mediante un termistor NTC1000. La configuración por reflexión, así como la colocación del termistor, se muestran en la Fig. 4.4. La adquisición y automatización de los datos se llevaron a cabo mediante un programa personalizado desarrollado en un software de programación gráfica.

Una vez finalizado el experimento, se debe retirar el contenedor de la mesa de trabajo para poder retirar el compuesto de arcilla con cera, limpiarlo y volver a sellar el contenedor para ser utilizado nuevamente, este proceso se llevó a cabo para cada muestra estudiada.

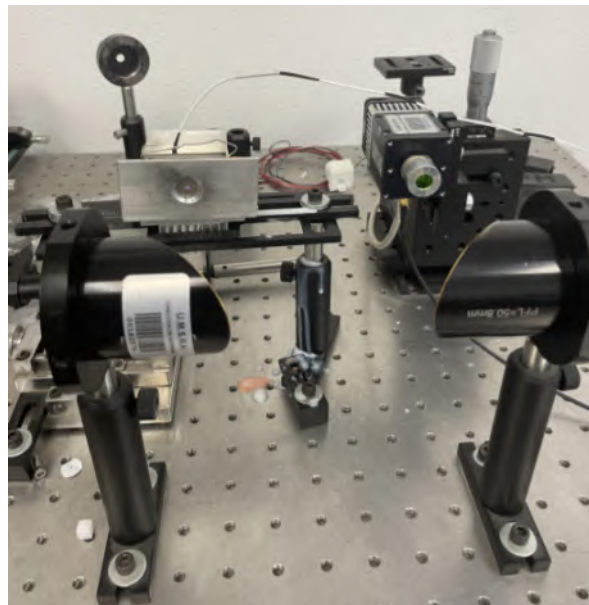


Figura 4.4: Arreglo experimental de la técnica de radiometría fototérmica por reflexión.

4.3 Comportamiento parcial de la mezcla de arcilla con cera de soya

Una vez realizados los experimentos con la técnica PTR, se analizaron los datos que son mostrados en la Fig. 4.5, donde se muestran las curvas de enfriamiento de la muestra de cera de soya sin partículas y de los tres compuestos de cera de soya con partículas de arcilla, durante el proceso de solidificación.

En cuanto a la descripción del comportamiento de la curva de enfriamiento correspondiente a la cera de soya sin partículas, esta presenta una disminución significativa de la temperatura durante los primeros 20 minutos, donde alcanza un valor en su temperatura de aproximadamente 33.5 °C justo al comienzo del periodo de solidificación. A este periodo también se le conoce en inglés como subcooling, y es el proceso donde se presenta un pequeño incremento en la temperatura debido a que el material comienza a solidificarse y libera calor [Mehling and Cabeza, 2008]. Para posteriormente alcanzar el punto máximo a 36 °C en un tiempo aproximado de 30 minutos. Después de este punto, la disminución de la temperatura continúa hasta llegar a temperatura ambiente. Este comportamiento concuerda con lo reportado en la literatura, donde se establece un punto de fusión de 43.9 °C y un punto de solidificación de 38.5 °C para la cera de soya [Gruber et al., 2014, Salazar, 2015].

En cuanto al comportamiento de las curvas de enfriamiento de los compuestos soya - arcilla, se observó que en el transcurso de los primeros 20 minutos, C1 y C2 presentan una disminución de temperatura más lenta en comparación con la cera de soya sin partículas, alcanzando un valor aproximado de 34 °C para C2 y 35 °C para C1 antes de comenzar el periodo de solidificación. En cuanto a la temperatura del punto máximo de su curva de enfriamiento, para C1 se presentó a los 36 °C y para C2 en los 35 °C, después de este punto el enfriamiento continúa hasta llegar a la temperatura ambiente. Mientras que para C3 se muestra un comportamiento similar al de C1, pero alcanzando una temperatura inferior a la de la cera sin partículas, llegando a los 33 °C al comienzo de su punto de solidificación, el cual es mucho más prolongado que las anteriores. Se observa que en el compuesto C3 solo hay una variación de 0.5 °C del comienzo de su curva de enfriamiento y el punto máximo de esta, por lo que esta curva, al comportarse como una reducción térmica lenta, puede interpretarse como una liberación gradual de

energía por parte del material y una solidificación más lenta.

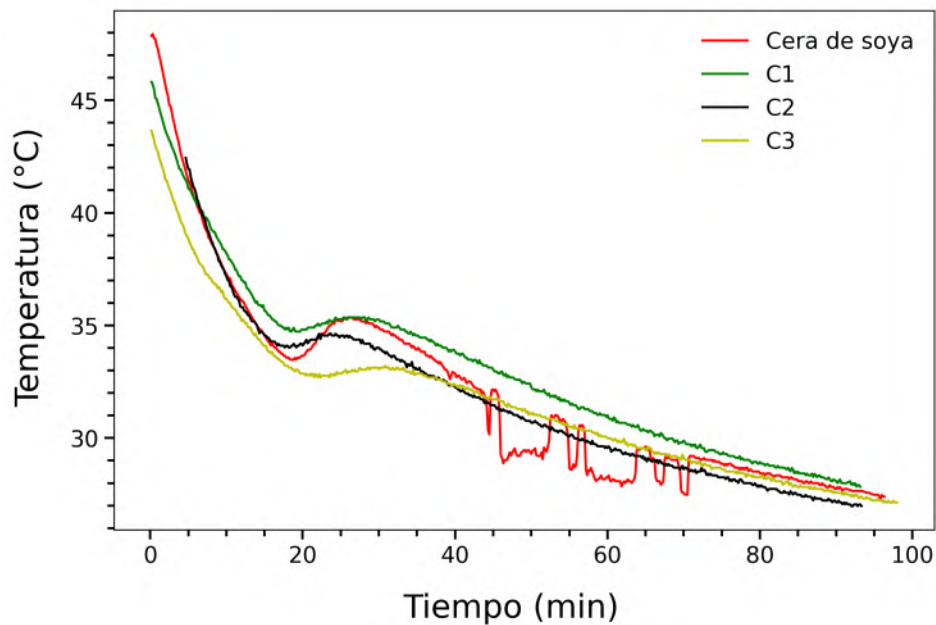


Figura 4.5: Curvas de enfriamiento para la cera de soya con y sin partículas de arcilla.

Estos resultados sugieren que la adición de arcilla en polvo, tratada térmicamente a diferentes temperaturas, modifica las propiedades térmicas de la cera de soya. En particular, los compuestos con arcilla tratada térmicamente a 500 °C y 750 °C, los cuales exhiben una liberación térmica más corta, mientras que el compuesto con arcilla tratada a 1000 °C reduce el punto de solidificación a aproximadamente 33 °C, con una liberación térmica más prolongada.

Con base en estos parámetros, el compuesto C3 podría considerarse adecuado para aplicaciones en intercambiadores de calor que requieran una liberación de energía continua durante tiempos prolongados. En cambio, los compuestos C1 y C2 serían más apropiados para aplicaciones que requieren una descarga de energía más rápida [Singh Solanki et al., 2022]. No obstante, para una caracterización completa de estos materiales, se requieren estudios adicionales, como la evaluación de la transición de fusión, el efecto del tamaño de partícula y la concentración de arcilla que es agregada a la cera de soya para formar el compuesto.

En cuanto a la señal PTR, se ha normalizado la amplitud con respecto al valor de

amplitud máximo obtenido. En Fig. 4.6 se muestra el comportamiento de la señal normalizada en función del tiempo para la cera de soya sin partículas y los tres compuestos cera de soya-arcilla. El comportamiento de la señal normalizada observada durante los primeros 20 minutos es consistente con el mostrado en la Fig. 4.5. Sin embargo, a partir de los 40 minutos se registra un aumento abrupto en la amplitud de la señal, lo cual sugiere un comportamiento térmico inesperado. Este fenómeno se asocia con una indentación esférica observada en el recuadro de la Fig. 4.6 (círculo rojo), comúnmente conocida como marca de hundimiento.

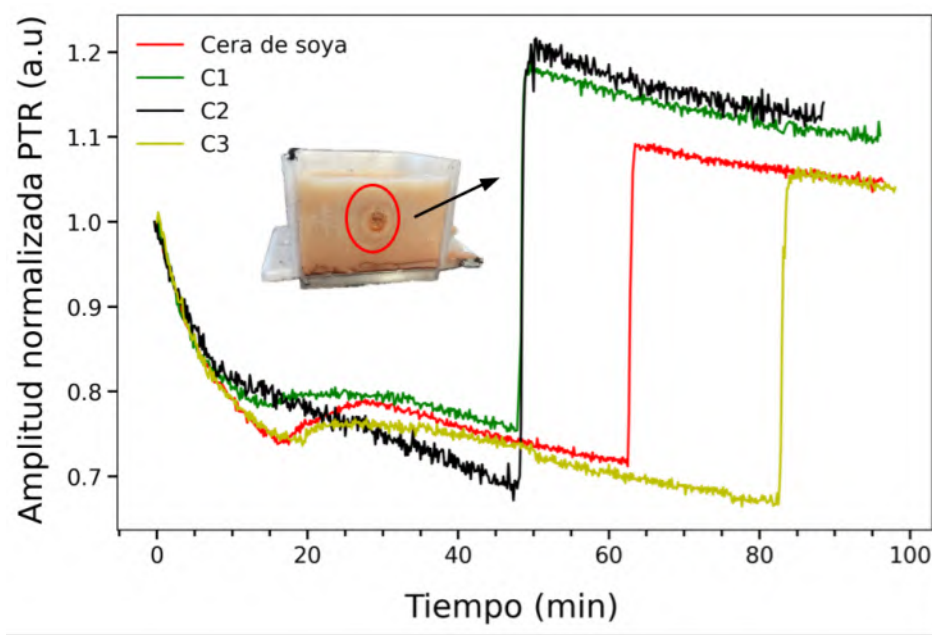


Figura 4.6: Variaciones en la amplitud normalizada de la señal PTR con respecto al tiempo para las muestras de cera de soya con y sin partículas.

4.4 Marca de hundimiento

La marca de hundimiento ocurre cuando una región del material se enfría más lentamente que sus alrededores, los cuales se solidifican primero, incrementando su densidad debido a la contracción. Esta diferencia térmica provoca una depresión en la zona de mayor temperatura [Hasan et al., 2016, Günther et al., 2007]. En el experimento PTR, la marca de hundimiento se forma alrededor del área donde incide el láser (ver Fig

4.7(a)), el cual genera un calentamiento local adicional sobre la lámina de acero inoxidable, retrasando la solidificación en el punto de incidencia. Como consecuencia, se forma un pequeño espacio de aire entre la lámina de acero y el compuesto, actuando como resistencia térmica. Este fenómeno incrementa la señal emitida, ya que la técnica PTR es capaz de sensar espacios de aire de incluso unos pocos micrómetros de espesor [Nordal and Kanstad, 1979].

Una vez retirada la lámina de acero, se detectaron marcas de hundimiento profundas (véase Fig. 4.7(b)) cuando la potencia del láser fue de 900 mW. La profundidad de estas marcas disminuyó significativamente al reducir la potencia en un 36 % (véase Fig. 4.7(c)), Sin embargo, este ajuste también afectó negativamente la calidad de la señal de amplitud PTR, por lo que se buscó de manera experimental una intensidad de láser adecuada para reducir el efecto de hundimiento, sin embargo, no fue posible eliminarlo completamente.

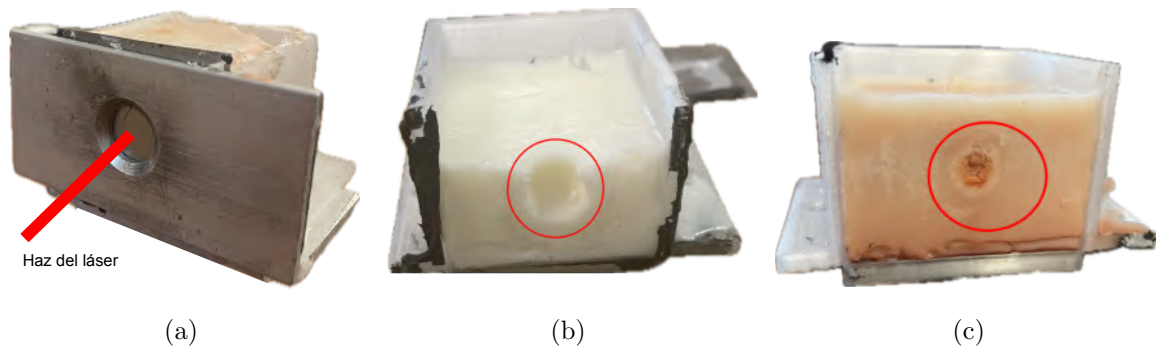


Figura 4.7: a) Incidencia del haz de láser sobre la lámina de acero y las marcas de hundimientos producidas por efecto del calentamiento a una potencia de, b) 900 mW y c) 700 mW.

El cambio brusco en la amplitud de la señal PTR indica que el material se encuentra solidificado, ya que al momento en el que este salto de señal se presenta es porque ya hay presencia de aire detrás de la lámina de acero.

Tomando la marca de hundimiento como referencia de que el material ha solidificado, se puede inferir que los compuestos C1 y C2 registraron la solidificación alrededor de los 50 minutos, la cera de soya sin partículas a los 60 minutos, mientras que la muestra C3 alcanza la solidificación a los 80 minutos. Este comportamiento sugiere que C1 y C2

presentan procesos de solidificación similares, por el hecho de que alcanzan la formación de la marca de hundimiento en el mismo tiempo. Por otro lado, la muestra C3 mantiene una señal PTR estable durante más tiempo, lo cual se atribuye a que tiene un punto de solidificación más prolongado.

El uso de la técnica PTR se propuso para obtener la difusividad térmica de un material de cambio de fase. Sin embargo, no se contempló el hecho de que apareciera el efecto de la marca de hundimiento. Para eliminar este efecto sin comprometer la relación señal-ruido, es necesario que la temperatura inducida por el haz del láser en la lámina de acero inoxidable no exceda los 30 °C, ya que alrededor de dicha temperatura es donde se presenta el fenómeno.

Una solución para mantener la temperatura de la lámina menor a 30 °C en donde incide el haz del láser, es emplear el uso de un baño termostático que rodee completamente la muestra. La Fig. 4.8 presenta el modelo sugerido del baño termostático, el cual está compuesto por cuatro paredes de acero inoxidable en contacto directo tanto con el fluido de trabajo a temperatura constante como con la muestra (caras externas e internas, respectivamente, Fig. 4.8(a)). El área delimitada en color rojo indica la necesidad de incorporar un cilindro metálico, que sea lo más corto posible en longitud. Esta consideración se tomó en cuenta, ya que la técnica PTR por reflexión, requiere que la muestra se encuentre ubicada lo más cercano posible del borde del dispositivo termostático. Como posible solución, se incorpora un anillo que permite el paso del haz del láser hacia la pared de acero inoxidable, y a la vez permite que continúe el flujo del agua en el sistema, asegurando que dicha zona permanezca rodeada por el fluido. Esto podría garantizar una temperatura estable alrededor del área de incidencia del láser (Fig. 4.8(b)). Esta configuración permitiría minimizar el calentamiento del aire en el interior del inserto y al mismo tiempo, optimizar la recolección de señal emitida por la muestra.

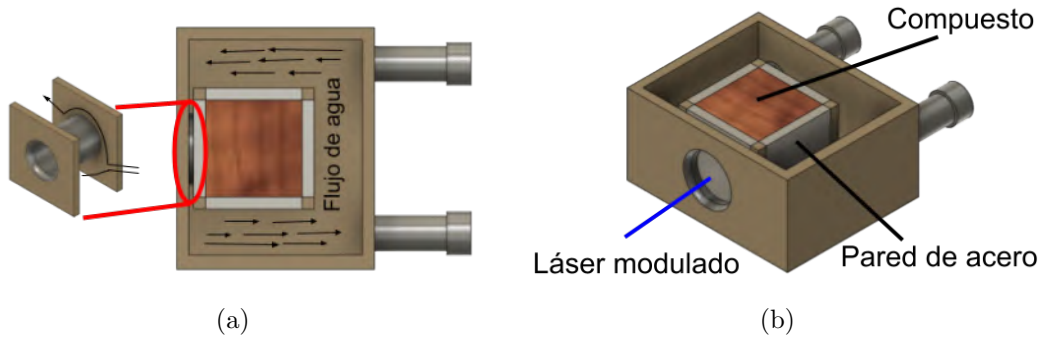


Figura 4.8: Modelado del dispositivo para el baño termostático.

Con la aplicación del baño termostático, se pretende que todas las paredes del sistema se mantengan a una temperatura uniforme, lo que favorecería que el último punto en enfriarse sea el centro de la muestra. Como consecuencia, se esperaría que la marca de hundimiento se genere en dicha región, lejos del área de incidencia del haz del láser modulado. Así, se evitaría que la presencia de aire afecte la señal, eliminando incrementos abruptos en la amplitud asociados a discontinuidades térmicas.

Esta propuesta de diseño podría permitir una caracterización más precisa al obtener por medio de la técnica PTR la evolución temporal de la efusividad térmica de la muestra, conforme a lo descrito en la referencia [Martínez-Torres et al., 2010].

4.5 Resultados del capítulo

Retomando el análisis de los resultados, si bien la identificación del punto en donde el material a concretado la transición de fase de líquido - sólido en las curvas de enfriamiento (Fig. 4.5) puede resultar compleja, se aprovechó el aumento brusco en la amplitud de la señal PTR como indicador del momento en que se completa la solidificación de las muestras. Por lo que el comportamiento térmico de las muestras se evaluó mediante el cálculo del cambio promedio de temperatura durante la transición de fase de solidificación. Para ello, se utilizó la expresión $(T_f - T_i)/(t_f - t_i)$, donde (t_i, T_i) corresponde al tiempo y la temperatura en los que inicia la transición, identificados por el máximo local observado en la Fig. 4.5, y (t_f, T_f) representan el punto en donde concluye la transición, correspondiente a un segundo punto de inflexión, como se discute

en la referencia [Akgün et al., 2007]

Con base a lo explicado en el párrafo anterior, se obtuvo que las muestras compuestas de cera de soya-arcilla presentaron velocidades de transición de fase más lentas (entre 0.10 y 0.15 °C/min) en comparación con la de cera de soya sin partículas (0.21 °C/min). Además, las muestras C1 y C2 exhibieron tiempos de solidificación completos más cortos, mientras que el compuesto C3 presentó un tiempo de transición de fase de líquido a sólido más prolongado (véase Fig. 4.5 y 4.6). Lo anterior está de acuerdo con lo reportado en [Akgün et al., 2007], donde se señala que la adición de materiales con una menor capacidad calorífica puede ralentizar el proceso de solidificación, como es el caso de la arcilla tratada a 1000 °C, que disminuye su C_p como se mostró en las Fig. 2.24.

Una vez finalizado el proceso de solidificación, se observó que una parte de las partículas de arcilla se precipitó depositándose en el fondo del reservorio (véase Fig. 4.9). Este efecto podría comprometer la estabilidad térmica del sistema para aplicaciones prácticas, ya que al calentarse de nuevo y pasar a su fase líquida, el polvo de arcilla se mantendría en el fondo. Esto no es un comportamiento buscado para un material PCM, sin embargo, este efecto podría evitarse mediante la adición de moléculas de surfactantes y la reducción del tamaño de partícula. Así como realizar pruebas donde se aumente el porcentaje agregado de arcilla hasta lograr que no se presente la sedimentación, pero exista la suficiente cera de soya para lograr la transición de fase.



Figura 4.9: Sedimentación del polvo de arcilla en el compuesto.

4.6 Conclusiones del capítulo

La incorporación de arcilla tratada térmicamente en la cera de soya mejora sus propiedades de retención térmica, siendo el compuesto tratado a 1000 °C (C3) el que presentó la mayor estabilidad térmica y el tiempo de enfriamiento más prolongado. Estos resultados evidencian un alto potencial para aplicaciones en sistemas de almacenamiento de energía térmica.

La técnica de radiometría fototérmica permitió analizar el comportamiento de transición de fase tanto de la cera de soya sin partículas como de los compuestos con partículas de arcilla. Durante estos experimentos se observó un fenómeno inesperado, conocido como marca de hundimiento, localizado en la zona de incidencia del haz del láser. Este efecto puede minimizarse mediante el ajuste de la potencia del láser y la implementación de un futuro baño termostático que mantenga condiciones térmicas constantes.

Los compuestos de cera de soya con partículas de arcilla, demostraron diferentes respuestas bajo la técnica PTR, los cuales dependieron del tratamiento térmico aplicado a los polvos de arcilla. Esto abre la posibilidad de diseñar materiales de cambio de fase con propiedades térmicas ajustadas a requerimientos específicos.

Estos resultados sugieren que la arcilla tratada térmicamente puede actuar como un aditivo eficaz para modificar las propiedades térmicas de materiales de cambio de fase (PCM) a base de cera de soya, provocando la modificación de la temperatura de solidificación.

CAPÍTULO 5

MÉTODO ÁNGSTROM PARA CERÁMICOS Y PCM

En este capítulo se presenta la implementación del método Ångstrom como una alternativa robusta para la caracterización térmica de materiales sólidos. Este método permitió determinar la difusividad térmica de muestras cilíndricas de arcillas de 10 mm de espesor sometidas a tratamiento térmico a diferentes temperaturas. Además, se discute la implementación de estructuras huecas a base de arcilla para albergar materiales de transición de fase (PCM) y caracterizados mediante este método.

El método Ångstrom, también conocido como el método de las ondas térmicas, es comúnmente utilizado para determinar la propiedad térmica conocida como difusividad térmica. Este método se aplica principalmente a materiales sólidos como el aluminio, titanio y acero inoxidable [[Prasad and Ambirajan, 2018](#)], aunque también ha sido empleado en algunos líquidos como agua destilada, glicerina, aceite de oliva y etilenglicol [[Marín et al., 2013](#)], así como otros materiales como resinas dentales [[Bodzenta et al., 2006](#)].

5.1 Fabricación de pastillas de arcilla

Para la validación del método Ångström, se fabricaron pastillas con arcilla procedente de Tlalpujahua con un diámetro de 5 cm y un espesor de 1 cm, utilizando un molde impreso con material PETG. El molde y la pastilla se muestran en la Fig. 5.1. La elaboración de las pastillas se realizó de igual manera siguiendo la metodología descrita en el capítulo 2, sección 2.3.1.

Las pastillas fueron sometidas a tratamientos térmicos a diferentes temperaturas: 500 °C, 625 °C, 750 °C y 865 °C, con una rampa de calentamiento constante de 5 °C/min. Las temperaturas son las mismas que las seleccionadas en el capítulo 2, con la finalidad de poder realizar una comparación adecuada entre los valores obtenidos bajo las diferentes técnicas.

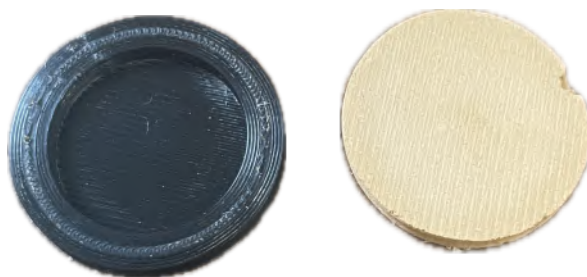


Figura 5.1: Molde impreso con PETG y la pastilla de arcilla resultante sin tratamiento térmico.

5.2 Método Ångström

Se empleó el método Ångström para determinar la difusividad térmica de las pastillas de arcilla que han sido tratadas térmicamente a diferentes temperaturas. Este método se basa en la propagación de una onda térmica, la cual es generada mediante una celda Peltier, que es un módulo termoelectrónico. Se usó un módulo Peltier dado que permite invertir la polaridad del voltaje de alimentación, y con ello calentar o enfriar de forma controlada una cara de la celda siguiendo una onda sinusoidal del voltaje de alimentación, provocando que la temperatura en esa cara tenga también un comportamiento sinusoidal. Esta variación de temperatura sinusoidal es propagada a lo largo del

espesor de la muestra cilíndrica de arcilla que está en contacto con una cara de la celda Peltier.

En la Fig. 5.2(a) se presenta el diagrama esquemático que ilustra el principio de funcionamiento del método Ångström. En este se muestra la colocación de los sensores de temperatura, donde el termistor T2 se encuentra ubicado sobre el módulo Peltier en la cara caliente y el termistor T1 se instala sobre la pastilla. En la cara opuesta de la celda Peltier con respecto a la cara en contacto con la muestra, se coloca un intercambiador de calor cuyo propósito es optimizar la etapa de enfriamiento del módulo Peltier. La celda Peltier es alimentada con una fuente de 12 V de voltaje directo y la generación de la onda sinusoidal se hace mediante programación. La adquisición de los datos de temperatura se realizaron por medio de una tarjeta Arduino y la señal sinusoidal de la temperatura del módulo Peltier fue controlada por un programa de computadora empleando un algoritmo de control PID. En el esquema de la Fig. 5.2(b) se pueden observar las ondas térmicas tanto al comienzo de la muestra en $x = 0$ y que es censada por T2 y la onda térmica de respuesta en $x = L$ censada por T1.

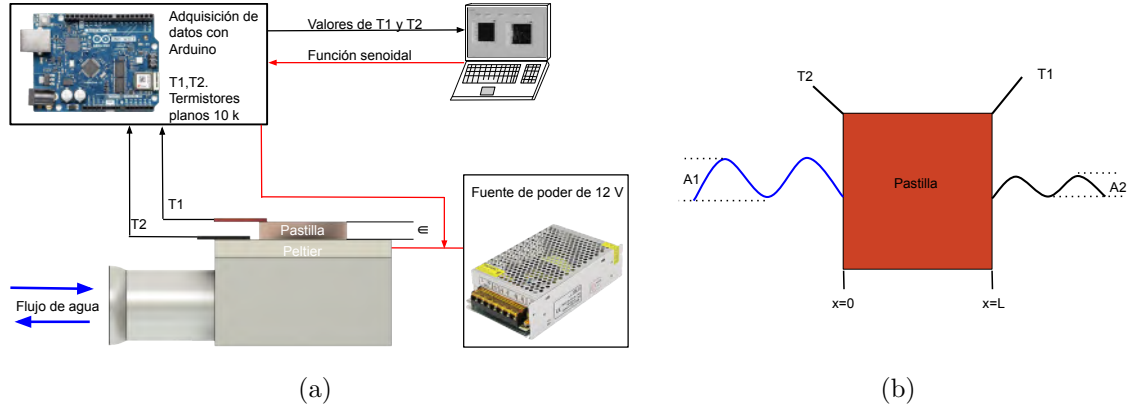


Figura 5.2: a) Diagrama esquemático del montaje experimental para la aplicación del método Ångström, indicando la ubicación de los sensores de temperatura, la muestra y el intercambiador de calor, b) ondas térmicas en $x = 0$ y $x = L$.

En el método Ångström se considera un flujo de calor en una sola dirección y sin generación de energía por lo que la ecuación de conducción de calor unidimensional es la siguiente:

$$\frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial^2 x} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T(x, t)}{\partial t}, \quad (5.1)$$

donde x es la coordenada en la dirección de propagación de la onda térmica, α es la difusividad térmica y $T(x, t)$ es el campo de temperatura dependiente de la posición y del tiempo. Dado que el perfil de temperatura en la superficie de la celda Petier es sinusoidal, se propone una solución de la siguiente forma:

$$T(x, t) = T(x)e^{i\omega t}, \quad (5.2)$$

donde $i = \sqrt{-1}$ y $\omega = 2\pi f$ con f la frecuencia de modulación del perfil de temperatura sinusoidal en la superficie de la celda Peltier. Sustituyendo la Ec. (5.2) en la Ec. (5.1), la solución general para la parte espacial es:

$$T(x) = A e^{\sigma x} + B e^{-\sigma x}, \quad (5.3)$$

donde $\sigma = (1 + i)/\mu$, con $\mu = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi f}}$ la longitud de difusión térmica. Los parámetros A y B son determinados por las condiciones de frontera, las cuales son:

$$T(x, t) \Big|_{x=0} = \frac{T_0}{2} [1 + \cos(\omega t)] = \frac{T_0}{2} \Re[e^{i\omega t}] \quad (5.4)$$

$$-k \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=L} = 0 \quad (5.5)$$

La condición de frontera 5.4 asume continuidad de la temperatura en $x = 0$; en este punto es donde la celda Peltier calienta o enfría a la muestra con una señal armónica $\frac{T_0}{2} [1 + \cos(\omega t)]$, donde T_0 es la amplitud de la onda generada por la celda Peltier. Mientras que la cara de la muestra en el extremo opuesto ($x = L$), se considera adiabática (Ec. 5.5).

Sustituyendo en la Ec. (5.2), las condiciones de frontera y resolviendo el sistema de ecuaciones, se obtienen los parámetros A y B . Sustituyendo estos parámetros en la Ec. (5.3), y evaluando en $x = L$, se obtiene

$$T(x = L) = T_0 \left(\frac{e^{-\sigma L}}{1 - e^{-2\sigma L}} \right) \quad (5.6)$$

Considerando que la muestra es térmicamente gruesa ($L > 2\mu$), el factor $(1 -$

$e^{-2\sigma x} \approx 1$. La Ec. (5.6) se reduce a

$$T(x) = T_0 e^{-\sigma L} \quad (5.7)$$

Considerando las temperaturas en los puntos $x = 0$ y $x = L$ se tiene:

$$A_1 e^{\phi_1} = T(x = 0) = \frac{T_0}{2} \quad (5.8)$$

$$A_2 e^{\phi_2} = T(x = L) = T_0 e^{-\sigma L} \quad (5.9)$$

$$\frac{A_2}{A_1} e^{(\phi_2 - \phi_1)i} = \frac{e^{-\sigma L}}{2} = \frac{1}{2} e^{-L/\mu} e^{-iL/\mu} \quad (5.10)$$

Comparando la parte imaginaria, obtenemos una expresión que relaciona la difusividad térmica con el desfase de la onda térmica:

$$\Delta\phi = (\phi_2 - \phi_1) = L/\mu = \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}} L \quad (5.11)$$

Por lo que al despejar α que es la difusividad térmica de la Ec. (5.11) y considerando la relación entre el desfase y el tiempo de separación entre dos máximos de la onda en la posición $x = 0$ y $x = L$, dada por $\Delta t = \Delta\phi/\omega$, la ecuación queda de la siguiente manera:

$$\alpha = \frac{L^2}{4\pi f(\Delta t)^2} \quad (5.12)$$

Continuando con la aplicación del método Ångström, un punto importante es la caracterización de los termistores, ya que de eso depende la precisión en la obtención de las curvas de temperatura. Los termistores planos fueron previamente caracterizados, mediante la obtención de sus coeficientes de Steinhart-Hart. Dichos coeficientes se determinaron a partir de mediciones de temperatura y resistencia en tres puntos de referencia: a temperatura ambiente, una temperatura intermedia y la temperatura máxima, representativas del rango de operación del sistema y de las características del termistor. Con las tres mediciones de temperatura y sus respectivas resistencias, se

aplicó la ecuación de Steinhart-Hart:

$$\frac{1}{T} = A + B \ln(R_t) + C [\ln(R_t)]^3, \quad (5.13)$$

donde T es la temperatura en Kelvin, R_t es la resistencia del termistor (ohms, Ω) y A , B y C son los coeficientes Steinhart-Hart. Esta caracterización permitió convertir las señales eléctricas obtenidas por los termistores en valores de temperatura, necesarios para el análisis de amplitud y de fase de la onda térmica. Cabe mencionar que estos coeficientes pueden variar entre termistores, por lo que su obtención se realizó de forma individual.

En la Fig. 5.3(a) se muestran las ondas térmicas generadas por las distintas frecuencias en las que se llevó a cabo el experimento. La onda térmica correspondiente a la Peltier (T2) está marcada de color azul, y de color negro la onda térmica medida en el extremo opuesto de la pastilla de arcilla (T1). Las frecuencias seleccionadas fueron: 0.04, 0.033, 0.025, 0.02, 0.0125 y 0.01 Hz. Se aprecia que mientras la frecuencia sea más alta, la amplitud de la onda térmica disminuye y por lo tanto, incrementa el nivel de ruido, por lo que se vuelve más complicado obtener buenos resultados.

La Fig. 5.3(b) presenta las ondas térmicas a 0.01 Hz, donde se hace evidente el desfase entre ambas ondas, $\Delta t = \phi_1 - \phi_2$. El desfase se determina midiendo la diferencia de tiempo entre los picos correspondientes de las señales T1 y T2 multiplicando por su frecuencia angular.

Una vez obtenidos los valores de desfase entre la onda térmica en $x = 0$ y $x = L$ para cada frecuencia, se aplicó la Ec. (5.12) para determinar la difusividad térmica de las pastillas para cada frecuencia. Para un tipo de muestra, su valor de difusividad debe ser independiente de la frecuencia de la onda térmica. Con esto, el valor reportado de difusividad térmica de un tipo de muestra, se calculó realizando el promedio de los valores obtenidos para cada frecuencia.

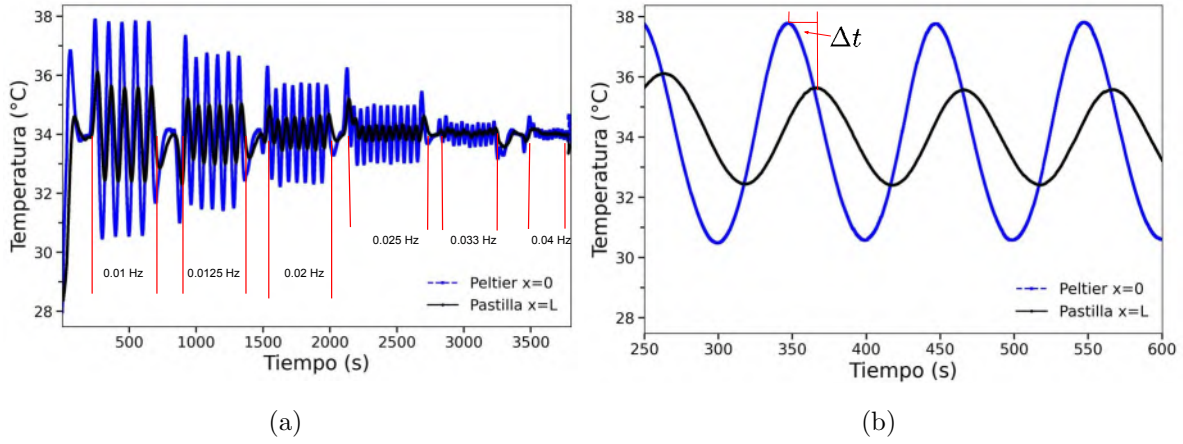


Figura 5.3: a) Ondas térmicas (pastilla, Peltier) a diferentes frecuencias, b) Ondas térmicas (pastilla, Peltier) a una frecuencia de 0.01 Hz.

En la Fig. 5.4 se presenta la implementación del método Ångström desarrollado en el laboratorio. Se observa que para medir ambas temperaturas (T_1 , T_2), se han utilizado termistores planos de 15 mm, con una resistencia de 10 K. Para la configuración experimental se añadió al modelo una placa de aluminio de 5 mm de espesor, la cual se encuentra sobre la Peltier, este aditamento se realizó para garantizar una temperatura homogénea sobre la superficie en contacto con la muestra. Mientras que para la cara fría de la Peltier (parte inferior) se coloca un bloque de enfriamiento de $40 \times 40 \text{ mm}^2$, que es comúnmente utilizado para el enfriamiento de dispositivos electrónicos.

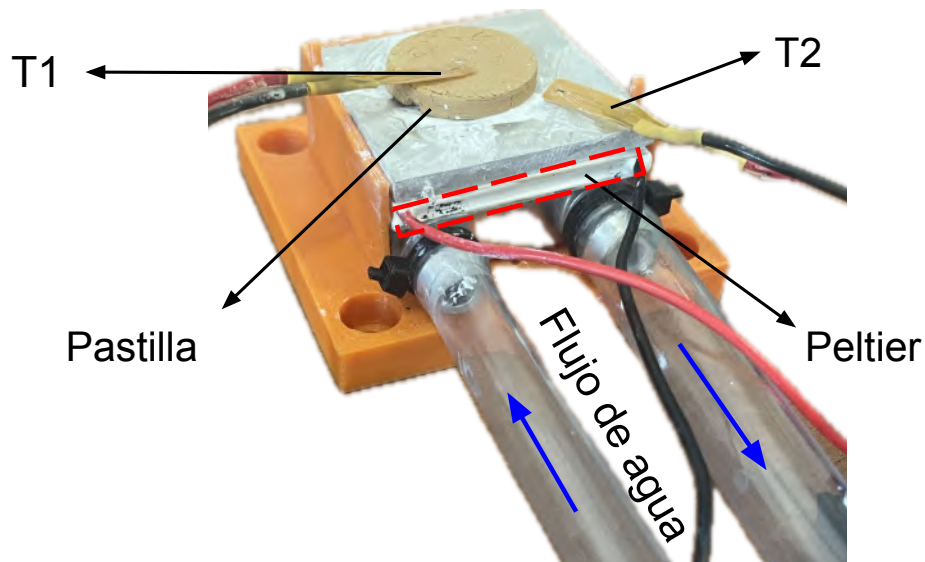


Figura 5.4: Implementación del método Ångström.

5.3 Resultados de Difusividad térmica por método Ångström

En la Fig. 5.5 se muestra la comparación de los valores de difusividad térmica obtenidos mediante la técnica PTR y el método Ångström, aplicados a muestras de arcillas tratadas térmicamente a diferentes temperaturas. A simple vista, las mediciones obtenidas con ambas técnicas presentan una tendencia similar con respecto a la temperatura. Dicho comportamiento se discutió en el capítulo 2 y se le atribuye principalmente a los cambios estructurales y mineralógicos inducidos por el tratamiento térmico. Al observar las barras de error de las mediciones, se puede apreciar que la discrepancia entre los valores es insignificante, debido a que los márgenes de error se traslapan. Esto sugiere que ambos valores son correctos, por lo que al aplicar el método Ångström se han obtenido valores confiables de difusividad térmica de materiales cerámicos como la arcilla, validando así su uso en entornos experimentales donde el acceso a técnicas más sofisticadas como PTR pueda ser limitado.

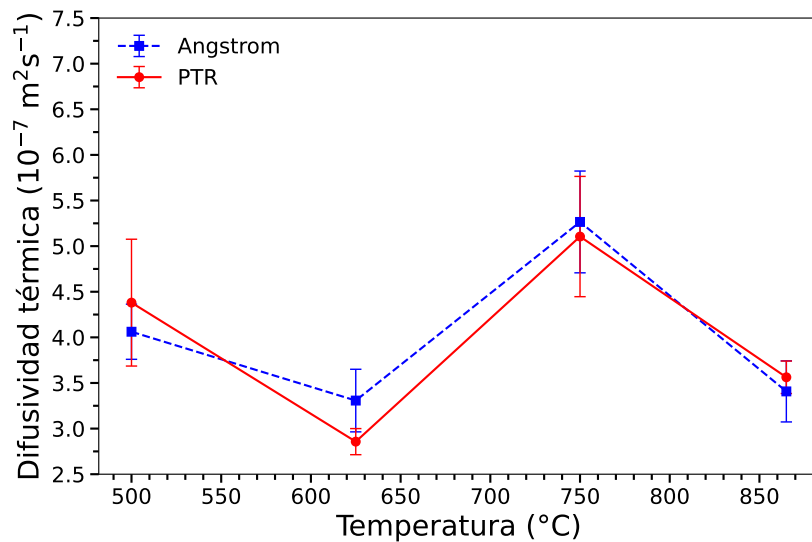


Figura 5.5: Resultados de difusividad térmica bajo la técnica PTR y el método Ángstrom

5.4 Aplicación del método Ángstrom para PCM

Una vez que se ha mostrado que el método Ángstrom permite obtener valores de difusividad térmica confiables, el siguiente paso es emplear esta herramienta para estudiar sistemas más complejos como la mezcla de arcillas con materiales de cambio de fase (PCM). Dado que en el capítulo 4 se presentaron resultados experimentales realizados con PCM, se decidió continuar con la misma selección utilizando la cera de soya mezclada con arcilla para complementar el estudio de cambio de fase de líquido a sólido durante el proceso de enfriamiento. Dado que en el capítulo anterior se observó que la mezcla de cera de soya con polvo de arcilla presenta sedimentación, ahora se plantea un enfoque diferente, donde se construya un reservorio de arcilla con estructura hueca que permita albergar al material PCM. Considerando que estos reservorios son de dimensiones mayores a las requeridas para estudiar muestras sólidas con PTR, el arreglo experimental implementado del método Ángstrom se convierte en una herramienta apropiada para la caracterización de estos sistemas.

Los contenedores huecos serán contruidos empleando una geometría giroide, permitiendo contener en su interior cera de soya. Para el modelado del cuerpo del conte-

nedor se utilizó una versión educativa de CAD accesible para la comunidad estudiantil, denominada Fusión 360. Con esta herramienta se diseñó una geometría tipo giroide, ajustando parámetros como el tamaño de las perforaciones, el grosor de las paredes y el tamaño del contenedor (véase Fig. 5.6). Una vez finalizado el diseño, las muestras se elaboraron en una impresora de resina Elegoo Mars 5.

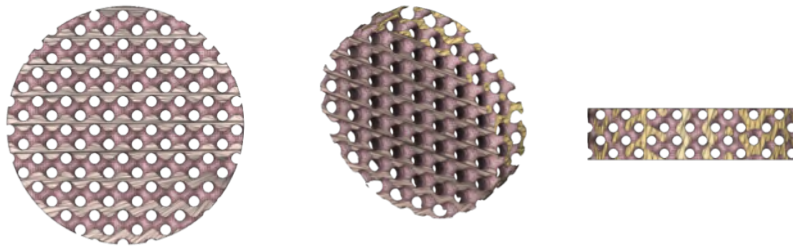


Figura 5.6: Modelo de la geometría tipo giroide del cuerpo del contenedor realizado en Fusión 360.

La resina utilizada fue Siraya Tech Cast Resin, que posee la característica de ser calcinable a ciertas temperaturas. En la Fig. 5.7 se muestra la impresión de una de las muestras de resina que servirán como cuerpo del contenedor. La idea principal consiste en que la arcilla, en forma de barro, recubra completamente la geometría interna y externa de la muestra de resina. Posteriormente, se deja secar a temperatura ambiente para que la arcilla se solidifique, adquiriendo la geometría de la impresión en resina. Una vez que la muestra se encuentra totalmente seca, se realiza un tratamiento térmico en un horno a cierta temperatura. Teniendo el horno a la temperatura de calcinación de la resina, se espera que desintegre, similar al procedimiento de la cera perdida. Es por esto que en la fabricación de la muestra se debe dejar uno o varios puntos de escape, ya que la resina liberará gases durante la evaporación. De esta forma la arcilla adquirirá la forma del molde de resina para fungir como un contenedor donde posteriormente se pueda rellenar con la cera de soya.

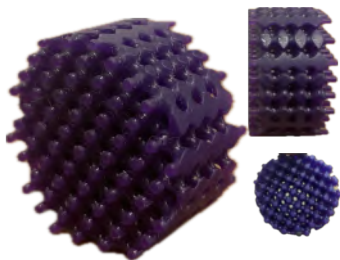


Figura 5.7: Cuerpo con geometría tipo giroide del contenedor elaborado con resina Siraya tech cast.

El procedimiento de colado de esta resina se encuentra documentado en la literatura, explicando el ciclo de quemado (burnout, nombre en inglés) de la misma, el cual consta de varios pasos donde se incrementa la temperatura y se mantienen ciertos tiempos de calentamiento. Sin embargo, al llevar a cabo esa metodología, se presentaron inconvenientes a la hora de realizar el procedimiento experimental. En las primeras pruebas, las muestras no lograron liberar el vapor de la resina o el calentamiento fue muy abrupto, provocando que se quemara la resina y, por lo tanto, evitando la formación uniforme de la estructura de arcilla, como se muestra en la Fig. 5.8.

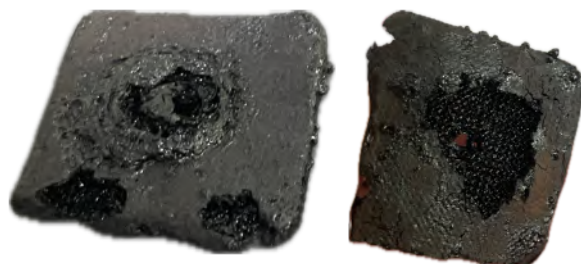


Figura 5.8: Primeras pruebas del ciclo de quemado para la obtención de arcilla hueca.

Por esta razón, se optó por implementar un calentamiento controlado mediante una rampa de $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta alcanzar los $450\text{ }^{\circ}\text{C}$. Este procedimiento permitió la evaporación gradual de la resina sin provocar que la muestra se quemara, como anteriormente se había presentado. Sin embargo, surgió un nuevo problema: la arcilla no consiguió replicar completamente la geometría interna deseada como se muestra en la Fig. 5.9. En los círculos rojos se observa que, aunque la arcilla logró replicar la geometría interna de la muestra de resina, no logró una buena penetración, por lo que no existía

una conexión entre la cara inferior y la cara superior, provocando el desprendimiento de la geometría interna debido a los vacíos. Esta observación se refuerza con los círculos azules, donde se aprecia que la geometría en las caras inferiores y superiores sí logra formarse. Esto respalda la hipótesis de una infiltración incompleta de la arcilla en el interior de la muestra de resina. Este resultado evidencia la necesidad de optimizar este procedimiento, en particular la preparación para obtener una consistencia óptima del barro de arcilla y el control del proceso de secado, para garantizar una reproducción geométrica más precisa.

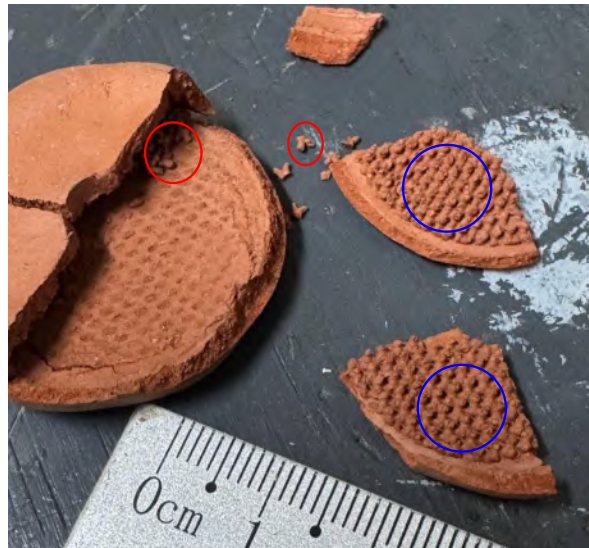


Figura 5.9: Primeras pruebas para la obtención del cuerpo del contenedor, después de lograr la evaporación de la resina.

Una vez obtenido el contenedor de arcilla, el siguiente paso es aplicar el método Ångström para evaluar los valores de difusividad térmica del contenedor, esta vez incorporando una nueva variable, que sería cómo influye la geometría interna de la estructura de la muestra sobre la difusividad térmica. Esta línea de investigación permitiría, en trabajos futuros, desarrollar estructuras que favorezcan la disipación o conservación del calor durante más tiempo. Además, se contempla la posibilidad de combinar estas geometrías con materiales de cambio de fase, u otros compuestos, para observar la interacción entre la geometría interna y el comportamiento térmico del compuesto durante las transiciones de fase.

5.5 Conclusiones del capítulo

Con los datos experimentales obtenidos en este capítulo, se logró realizar una comparativa entre los resultados obtenidos mediante la técnica PTR (capítulo 2, sección 2.4.2) y el método Ångström. Se resalta que los valores obtenidos por ambos métodos fueron similares y del mismo orden de magnitud. Esto sugiere que el método, como una primera aproximación, resulta adecuado para la obtención de la difusividad térmica. En comparación con la técnica PTR, el método Ångström es significativamente más asequible, ya que puede ser implementado con elementos de bajo costo y fácil acceso, como placas Arduino, drivers, Peltier y termistores. A diferencia de equipos más sofisticados, como los sistemas lock-in o el láser modulado, esta alternativa resulta más económica y accesible para los investigadores que deseen replicar el método. Sin embargo, es necesario realizar más pruebas con diferentes materiales para evaluar su versatilidad y determinar su aplicabilidad futura, por ejemplo, en estudios de materiales de cambio de fase.

En este capítulo se dio inicio a una línea de investigación importante, centrada en la modificación de la geometría de un material de cambio de fase. En particular, se propone el uso de un compuesto de arcilla con geometría tipo giroide, en cuyo interior se incorporará cera de soya. Este sistema podría ser monitoreado utilizando el método Ångström, con el objetivo de evaluar su comportamiento térmico durante las distintas fases del material ante variaciones de temperatura. Esta propuesta queda abierta para futuras investigaciones, especialmente en el campo de los PCM y el desarrollo de contenedores de almacenamiento de energía.

CONCLUSIONES

El presente trabajo de investigación permitió obtener la composición mineralógica de las arcillas michoacanas y se logró la caracterización de las propiedades físicas, térmicas y mecánicas de arcillas provenientes de los municipios de Tlalpujahua y Capula, del estado de Michoacán, con el objetivo de evaluar su viabilidad en aplicaciones de tipo térmico, tales como materiales aislantes o componentes en sistemas de almacenamiento de energía.

Los resultados obtenidos mediante diversas técnicas demostraron que las propiedades de las arcillas michoacanas están fuertemente relacionadas con la composición mineralógica y con los tratamientos térmicos aplicados. Se observó que la porosidad efectiva, la densidad aparente y la dureza varían significativamente con la temperatura y el tiempo de exposición, lo cual sugiere que estos materiales pueden ser aplicados para usos específicos mediante un control cuidadoso de las condiciones de procesamiento.

En el ámbito térmico, se logró validar la eficacia de dos métodos para la obtención de propiedades como la conductividad y la difusividad térmica: la técnica de radiometría fototérmica y el método Ångström. Este último, implementado con dispositivos de bajo costo y fácil acceso (Arduino, Peltier, termistores), mostró resultados comparables con los obtenidos por técnicas más sofisticadas, lo cual representa una contribución relevante para la caracterización accesible de materiales en laboratorios con recursos limitados.

Asimismo, la incorporación de arcilla tratada térmicamente en compuestos con cera de soya mostró un comportamiento favorable en cuanto a la retención de calor y a la modificación de las temperaturas de transición de fase. El compuesto nombrado C3, tratado a 1000 °C, presentó la mayor estabilidad térmica y el tiempo de enfriamiento más

prolongado, posicionándose como un candidato viable para el desarrollo de materiales de cambio de fase y como su aplicación en la elaboración en contenedores de calor.

No obstante, también se identificaron desafíos importantes, como la sedimentación de partículas de arcilla tras el cambio de fase, lo cual podría limitar la estabilidad térmica en aplicaciones prácticas. Esta problemática sugiere la necesidad de futuras investigaciones orientadas al uso de surfactantes o a la reducción del tamaño de partícula para mejorar la homogeneidad del sistema, así como la implementación de un sistema para realizar un baño termostático con la finalidad de disminuir o reposicionar la marca de hundimiento.

Finalmente, el desarrollo preliminar de un diseño de PCM con geometría tipo giroide, monitoreado por el método Ångström, sienta las bases para una línea de investigación orientada a la fabricación de estructuras funcionales para almacenamiento térmico, utilizando materiales locales y sostenibles.

En conjunto, este estudio demuestra que las arcillas michoacanas tienen un alto potencial para ser utilizadas como base o aditivo en materiales de aplicación térmica, contribuyendo así al aprovechamiento de recursos regionales, al desarrollo de nuevas tecnologías de bajo impacto ambiental y a la implementación de herramientas de caracterización científica.

BIBLIOGRAFÍA

- [Abubakar et al., 2021] Abubakar, M., Muthuraja, A., and Ahmad, N. (2021). Experimental investigation of the effect of temperature on the density of kaolin clay. *Materials Today: Proceedings*, 41:791–794.
- [Acevedo et al., 2017] Acevedo, N., Rocha, M. C., and Bertolino, L. C. (2017). Mineralogical characterization of natural clays from Brazilian Southeast region for industrial applications. *Cerâmica*, 63:253–262.
- [Ait Ousaleh et al., 2022] Ait Ousaleh, H., Sair, S., Mansouri, S., Abboud, Y., Zahouily, M., Faik, A., and El Bouari, A. (2022). Enhanced inorganic salts stability using bentonite clay for high-performance and low-cost thermochemical energy storage. *Journal of Energy Storage*, 49:104140.
- [Akgün et al., 2007] Akgün, M., Aydın, O., and Kaygusuz, K. (2007). Experimental study on melting/solidification characteristics of a paraffin as pcm. *Energy conversion and management*, 48(2):669–678.
- [Almaraz et al., 2017] Almaraz, G. D., Sánchez, R. H., Martínez, A. G., Gómez, E. C., Juárez, J. V., and Garza, V. L. (2017). Ultrasonic fatigue tests on the nafion proton exchange membrane, under the modality of three points bending. *Procedia Structural Integrity*, 3:571–578.
- [Almond and Patel, 1996] Almond, D. P. and Patel, P. (1996). *Photothermal science and techniques*, volume 10. Springer Science & Business Media.
- [Alonso-Guzman et al., 2022] Alonso-Guzman, E. M., Martinez-Molina, W., Sanchez-Calvillo, A., Chavez-Garcia, H. L., and Ruvalcaba-Sil, J. L. (2022). Propiedades

- mecánicas, estéticas y dinámicas de arcillas estabilizadas. *Memorias del Seminario Iberoamericano de Arquitectura y Construcción con Tierra-SIACOT*, (20):133–142.
- [Alzo’ubi and Alneasan, 2022] Alzo’ubi, A. K. and Alneasan, M. (2022). Experimental study on the effect of thermal treatment on the mechanical properties of clay-rich rocks (mudstone). *Results in Engineering*, 16:100728.
- [Bhaduri and Bhaduri, 2002] Bhaduri, S. and Bhaduri, S. (2002). Microstructural and mechanical properties of nanocrystalline spinel and related composites. *Ceramics international*, 28(2):153–158.
- [Bodzenta et al., 2006] Bodzenta, J., Burak, B., Nowak, M., Pyka, M., Szałajko, M., and Tanasiewicz, M. (2006). Measurement of the thermal diffusivity of dental filling materials using modified ångström’s method. *Dental Materials*, 22(7):617–621.
- [Brigaud and Vasseur, 1989] Brigaud, F. and Vasseur, G. (1989). Mineralogy, porosity and fluid control on thermal conductivity of sedimentary rocks. *Geophysical Journal International*, 98(3):525–542.
- [Buchner et al., 2021] Buchner, T., Kiefer, T., Zelaya-Lainez, L., Gaggli, W., Konegger, T., and Füssl, J. (2021). A multitechnique, quantitative characterization of the pore space of fired bricks made of five clayey raw materials used in european brick industry. *Applied Clay Science*, 200:105884.
- [Carter and Norton, 2007] Carter, C. B. and Norton, M. G. (2007). *Sintering and Grain Growth*, pages 427–443. Springer New York, New York, NY.
- [Corredor et al., 2022] Corredor, E., González-Estrada, O. A., and Ospina-Ospina, R. (2022). Deposition de láser pulsado de hidroxiapatita en ti-6al-4v producido por manufactura aditiva. *Revista UIS ingenierías*, 21(4):107–121.
- [Csáki et al., 2022] Csáki, Š., Sunitrová, I., Lukáč, F., Lagód, G., and Trník, A. (2022). Thermal properties of illite-zeolite mixtures up to 1100° c. *Materials*, 15(9):3029.
- [Cui et al., 2011] Cui, Y., Liu, C., Hu, S., and Yu, X. (2011). The experimental exploration of carbon nanofiber and carbon nanotube additives on thermal behavior of phase change materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 95(4):1208–1212.

- [Custodio-García et al., 2007] Custodio-García, E., Acosta-Alejandro, M., Acosta-Pérez, L., Treviño-Palacios, C., and Mendoza-Anaya, D. (2007). Microstructural characterization of fired clay bricks in the Chontalpa region, Tabasco, Mexico. *Materials and manufacturing processes*, 22(3):298–300.
- [de la Torre et al., 1998] de la Torre, G. C., Alcantara, I. I., Rodriguez, J. S., and Reyes-Gasga, J. (1998). Electron microscopy and x-ray analysis of lacustrine clays from the charo canyon, state of michoacán, mexico. *Clays and clay minerals*, 46(3):330–339.
- [Deng and Li, 2016] Deng, T. and Li, J. (2016). Study on preparation of thermal storage ceramic by using clay shale. *Ceramics International*, 42(16):18128–18135.
- [Díaz and Torrecillas, 2002] Díaz, L. A. and Torrecillas, R. (2002). Arcillas cerámicas: una revisión de sus distintos tipos, significados y aplicaciones.
- [Domínguez and Schifter, 1992] Domínguez, J. M. and Schifter, I. (1992). *Las arcillas: el barro noble*. Fondo de cultura económica Mexico.
- [El Idrissi et al., 2018] El Idrissi, H. E. B., Daoudi, L., El Ouahabi, M., Collin, F., and Fagel, N. (2018). The influence of clay composition and lithology on the industrial potential of earthenware. *Construction and Building Materials*, 172:650–659.
- [Fabbri and Cernuschi, 1997] Fabbri, L. and Cernuschi, F. (1997). Finite laser beam size effects in thermal wave interferometry. *Journal of applied physics*, 82(11):5305–5311.
- [Fakhrullin et al.,] Fakhrullin, R., Voronin, D., Ivanov, E., Vinokurov, V., and Gushchin, P. Clay composites for thermal energy storage: A review.
- [García et al., 2024] García, L. C. H., Monteiro, S. N., and Lopera, H. A. C. (2024). Recycling clay waste from excavation, demolition, and construction: trends and challenges. *Sustainability*, 16(14):1–20.
- [García-León et al., 2017] García-León, R. A., Flórez-Solano, E. N., and Espinel-Blanco, E. (2017). Conductividad térmica de polvos de arcillas utilizadas en la industria cerámica de ocaña norte de santander y la región. *Revista Ingenio*, 13(1):29–37.
- [García Sánchez et al., 2021] García Sánchez, F. M. G. et al. (2021). Diseño de un sistema de adsorción a base de arcilla para la remoción de plomo.

- [García-Ten et al., 2010] García-Ten, J., Orts, M., Saburit, A., and Silva, G. (2010). Thermal conductivity of traditional ceramics: Part ii: Influence of mineralogical composition. *Ceramics International*, 36(7):2017–2024.
- [Garcia-Valles et al., 2015] Garcia-Valles, M., Pi, T., Alfonso, P., Canet, C., Martínez, S., Jiménez-Franco, A., Tarrago, M., and Hernández-Cruz, B. (2015). Kaolin from Acoculco (Puebla, Mexico) as raw material: Mineralogical and thermal characterization. *Clay Minerals*, 50(3):405–416.
- [Gruber et al., 2014] Gruber, D. P., Macher, J., Haba, D., Berger, G. R., Pacher, G., and Friesenbichler, W. (2014). Measurement of the visual perceptibility of sink marks on injection molding parts by a new fast processing model. *Polymer testing*, 33:7–12.
- [Gualtieri et al., 2010] Gualtieri, M. L., Gualtieri, A. F., Gagliardi, S., Ruffini, P., Ferrari, R., and Hanuskova, M. (2010). Thermal conductivity of fired clays: Effects of mineralogical and physical properties of the raw materials. *Applied Clay Science*, 49(3):269–275.
- [Günther et al., 2007] Günther, E., Mehling, H., and Hiebler, S. (2007). Modeling of subcooling and solidification of phase change materials. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 15(8):879.
- [Gupta et al., 2023] Gupta, M. K., Rathore, P. K. S., Kumar, R., and Gupta, N. K. (2023). Experimental analysis of clay bricks incorporated with phase change material for enhanced thermal energy storage in buildings. *Journal of Energy Storage*, 64:107248.
- [Hasan et al., 2016] Hasan, A., Hejase, H., Abdelbaqi, S., Assi, A., and Hamdan, M. O. (2016). Comparative effectiveness of different phase change materials to improve cooling performance of heat sinks for electronic devices. *Applied Sciences*, 6(9):226.
- [He et al., 2004] He, B., Martin, V., and Setterwall, F. (2004). Phase transition temperature ranges and storage density of paraffin wax phase change materials. *Energy*, 29(11):1785–1804.
- [Hofmeister, 2001] Hofmeister, A. (2001). Thermal conductivity of spinels and olivines from vibrational spectroscopy: Ambient conditions. *American Mineralogist*, 86(10):1188–1208.

- [Húlan et al., 2015] Húlan, T., Trník, A., Štubňa, I., Bačík, P., Kaljuvee, T., and Vozár, L. (2015). Thermomechanical analysis of illite from füzérradvány. *Materials Science*, 21(3):429–434.
- [Iasiello et al., 2021] Iasiello, M., Mameli, M., Filippeschi, S., and Bianco, N. (2021). Metal foam/pcm melting evolution analysis: Orientation and morphology effects. *Applied Thermal Engineering*, 187:116572.
- [Ihekweme et al., 2020] Ihekweme, G. O., Shondo, J. N., Orisekeh, K. I., Kalu-Uka, G. M., Nwuzor, I. C., and Onwualu, A. P. (2020). Characterization of certain Nigerian clay minerals for water purification and other industrial applications. *Heliyon*, 6(4).
- [Incropera and DeWitt, 1999] Incropera, F. P. and DeWitt, D. P. (1999). *Fundamentos de transferencia de calor*. Pearson Educación.
- [Israde-Alcántara et al., 2008] Israde-Alcántara, I., Robles-Camacho, J., and Domínguez, J. M. (2008). Beidellite-nontronite clays in neogene sediments from cuitzeo-charo lacustrine basin michoacán, méxico: Geological setting and paleoenvironmental implications. *Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana*, 60(2):159–171.
- [Jebasingh and Arasu, 2020] Jebasingh, B. E. and Arasu, A. V. (2020). A comprehensive review on latent heat and thermal conductivity of nanoparticle dispersed phase change material for low-temperature applications. *Energy Storage Materials*, 24:52–74.
- [Jesumathy et al., 2012] Jesumathy, S. P., Udayakumar, M., and Suresh, S. (2012). Heat transfer characteristics in latent heat storage system using paraffin wax. *Journal of mechanical science and technology*, 26:959–965.
- [Johnson et al., 1988] Johnson, J. S., Clark, J., Miller-Antonio, S., Robins, D., Schiffer, M., and Skibo, J. M. (1988). Effects of firing temperature on the fate of naturally occurring organic matter in clays. *Journal of Archaeological Science*, 15:403–414.
- [Keziz et al., 2023] Keziz, A., Heraiz, M., Sahnoune, F., Laziri, K., Redaoui, D., and Saheb, N. (2023). Dense, Hard, and Thermally Stable Al₆Si₂O₁₃–Mg₂Al₄Si₅O₁₈ Composite Material for Silicon Substrate Applications. *Silicon*, 15(11):4675–4688.

- [Kim and Kim, 2002] Kim, H. and Kim, T. (2002). Measurement of hardness on traditional ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 22(9-10):1437–1445.
- [Kingery and Uhlmann, 1975] Kingery, W. D. and Uhlmann, D. (1975). *Introduction to the ceramics*. Wiley & sons.
- [Kochetov et al., 2011] Kochetov, R., Korobko, A. V., Andritsch, T., Morshuis, P. H., Picken, S. J., and Smit, J. J. (2011). Modelling of the thermal conductivity in polymer nanocomposites and the impact of the interface between filler and matrix. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(39).
- [Koh, 2012] Koh, Y. K. (2012). Thermal conductivity and phonon transport. *Encyclopedia of Nanotechnology*, pages 2704–2711.
- [Kulik et al., 2019] Kulik, E., Nishiyama, N., Higo, Y., Gaida, N. A., and Katsura, T. (2019). Hardness of polycrystalline sio2 coesite. *Journal of the American Ceramic Society*, 102(5):2251–2256.
- [Kurmus and Mohajerani, 2021] Kurmus, H. and Mohajerani, A. (2021). Energy savings, thermal conductivity, micro and macro structural analysis of fired clay bricks incorporating cigarette butts. *Construction and Building Materials*, 283:122755.
- [Lan et al., 2021] Lan, Y., Liu, Y., Li, J., Chen, D., He, G., and Parkin, I. P. (2021). Natural clay-based materials for energy storage and conversion applications. *Advanced Science*, 8(11):2004036.
- [Lee et al., 2008] Lee, Y.-J., Choi, J.-K., Kim, E.-K., Youn, S.-H., and Yang, E.-J. (2008). Field experiments on mitigation of harmful algal blooms using a sophorolipid—yellow clay mixture and effects on marine plankton. *Harmful Algae*, 7(2):154–162.
- [Li et al., 2019] Li, J., Zuo, X., Zhao, X., Ouyang, J., and Yang, H. (2019). Insight into the effect of crystallographic structure on thermal conductivity of kaolinite nanoclay. *Applied Clay Science*, 173:12–18.
- [Liu et al., 2021a] Liu, B., Zhang, X., and Ji, J. (2021a). Review on solar collector systems integrated with phase-change material thermal storage technology and their residential applications. *International Journal of Energy Research*, 45(6):8347–8369.

- [Liu et al., 2021b] Liu, L., He, H., Dyck, M., and Lv, J. (2021b). Modeling thermal conductivity of clays: A review and evaluation of 28 predictive models. *Engineering Geology*, 288:106107.
- [López-Acosta et al., 2022] López-Acosta, N. P., Portillo-Arreguín, D. M., Barba-Galdámez, D. F., and Singh, R. M. (2022). Thermal properties of soft clayey soils from the former lake Texcoco in Mexico. *Geomechanics for Energy and the Environment*, 32:100376.
- [Lv et al., 2017] Lv, P., Liu, C., and Rao, Z. (2017). Review on clay mineral-based form-stable phase change materials: Preparation, characterization and applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 68:707–726.
- [Marín et al., 2013] Marín, E., Hernández-Rosales, E., Mansanares, A., Ivanov, R., Rojas-Trigos, J., and Calderón, A. (2013). A method for thermal diffusivity measurement in fluids. *Review of Scientific Instruments*, 84(10).
- [Martínez-Torres et al., 2010] Martínez-Torres, P., Mandelis, A., and Alvarado-Gil, J. (2010). Optical and thermal depth profile reconstructions of inhomogeneous photopolymerization in dental resins using photothermal waves. *Journal of Applied Physics*, 108(5).
- [May-Crespo et al., 2021] May-Crespo, J., Martínez-Torres, P., Quintana, P., Alvarado-Gil, J., Vilca-Quispe, L., and Camacho, N. (2021). Study of the effects of heating on organic matter and mineral phases in limestones. *Journal of Spectroscopy*, 2021.
- [Mayer, 2016] Mayer, H. (2016). Recent developments in ultrasonic fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 39(1):3–29.
- [Mehling and Cabeza, 2008] Mehling, H. and Cabeza, L. F. (2008). Heat and cold storage with pcm. *Heat and mass transfer*, pages 11–55.
- [Memon, 2014] Memon, S. A. (2014). Phase change materials integrated in building walls: A state of the art review. *Renewable and sustainable energy reviews*, 31:870–906.
- [Minas et al., 2019] Minas, C., Carpenter, J., Freitag, J., Landrou, G., Tervoort, E., Habert, G., and Studart, A. R. (2019). Foaming of recyclable clays into energy-efficient low-cost thermal insulators. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 7(18):15597–15606.

- [Mota et al., 2008] Mota, L., Toledo, R., Machado, F., Holanda, J., Vargas, H., and Faria Jr, R. (2008). Thermal characterization of red clay from the northern region of Rio de Janeiro state, Brazil using an open photoacoustic cell, in relation to structural changes on firing. *Applied Clay Science*, 42(1-2):168–174.
- [Muntari and Windapo, 2021] Muntari, M. and Windapo, A. (2021). Clay as sustainable building material and its benefits for protection in the built environment. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, volume 1144, page 012044. IOP Publishing.
- [Murray, 2006] Murray, H. H. (2006). Structure and composition of the clay minerals and their physical and chemical properties. *Developments in clay science*, 2:7–31.
- [Musyoka and Langmi, 2015] Musyoka, N. M. and Langmi, H. W. (2015). Clay and clay-supported materials for clean energy storage applications. *Bentonite: Characteristics, Uses and Implications for the Environment*. Nova publishers: New York, USA.
- [Nigay et al., 2017a] Nigay, P.-M., Cutard, T., and Nzihou, A. (2017a). The impact of heat treatment on the microstructure of a clay ceramic and its thermal and mechanical properties. *Ceramics International*, 43(2):1747–1754.
- [Nigay et al., 2017b] Nigay, P.-M., Nzihou, A., White, C. E., and Soboyejo, W. O. (2017b). Structure and properties of clay ceramics for thermal energy storage. *Journal of the American Ceramic Society*, 100(10):4748–4759.
- [Nordal and Kanstad, 1979] Nordal, P.-E. and Kanstad, S. O. (1979). Photothermal radiometry. *Physica Scripta*, 20(5-6):659.
- [Okereke et al., 2018] Okereke, M., Keates, S., Okereke, M., and Keates, S. (2018). Finite element mesh generation. *Finite Element Applications: A Practical Guide to the FEM Process*, pages 165–186.
- [Oliver et al., 2012] Oliver, A., González, F. J. N., and Santos, A. G. (2012). Clasificación y selección de materiales de cambio de fase según sus características para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica. *Materiales de construcción*, (305):131–140.

- [Olson et al., 2020] Olson, D. H., Gaskins, J. T., Tomko, J. A., Opila, E. J., Golden, R. A., Harrington, G. J., Chamberlain, A. L., and Hopkins, P. E. (2020). Local thermal conductivity measurements to determine the fraction of α -cristobalite in thermally grown oxides for aerospace applications. *Scripta Materialia*, 177:214–217.
- [Ordonez-Miranda and Alvarado-Gil, 2012] Ordonez-Miranda, J. and Alvarado-Gil, J. (2012). Effect of the pore shape on the thermal conductivity of porous media. *Journal of Materials Science*, 47:6733–6740.
- [Peña, 1966] Peña, J. M. G. (1966). Estudio de una formación de ilita no alterada. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 5(4):515–530.
- [Peña Rodriguez et al., 2013] Peña Rodriguez, G., Dulce Moreno, J., Corzo Paredes, M., Peñaranda Tozcano, N., and Calderon, A. (2013). Determinación experimental de la difusividad térmica en polvos de arcilla usando técnica fotoacústica.
- [Pérez-Moreno et al., 2024] Pérez-Moreno, V., Martínez-González, M., Ramos-López, M. A., Campos-Guillén, J., Santos-Cruz, J., Rodríguez-Morales, J. A., and Zavala-Gómez, C. E. (2024). Disminución de la dureza del agua con membranas porosas elaboradas con arcillas mexicanas. *TIP Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas*, 27.
- [Prasad and Ambirajan, 2018] Prasad, A. and Ambirajan, A. (2018). Criteria for accurate measurement of thermal diffusivity of solids using the angstrom method. *International Journal of Thermal Sciences*, 134:216–223.
- [Pusch, 2006] Pusch, R. (2006). Mechanical properties of clays and clay minerals. *Developments in clay science*, 1:247–260.
- [Ramírez, 2009] Ramírez, A. O. (2009). *Integración de materiales de cambio de fase en placas de yeso reforzadas con fibras de polipropileno aplicación a sistemas de refrigeración y calefacción pasivos para almacenamiento de calor latente en edificios*. PhD thesis, Universidad Politécnica de Madrid.
- [Sadek and Mekhamer, 2000] Sadek, O. M. and Mekhamer, W. K. (2000). Caumontmorillonite clay as thermal energy storage material. *Thermochimica acta*, 363(1-2):47–54.

- [Salazar, 2015] Salazar, G. A. T. (2015). *Diseño de una máquina para la elaboración de velones*. PhD thesis, Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnologías. Tecnología en
- [Salgueiro et al., 2021] Salgueiro, T., Samagaio, A., Gonçalves, M., Figueiredo, A., Labrincha, J., and Silva, L. (2021). Incorporation of phase change materials in an expanded clay containing mortar for indoor thermal regulation of buildings. *Journal of Energy Storage*, 36:102385.
- [Sane et al., 2020] Sane, A. R., Nigay, P.-M., Pham Minh, D., Toussaint, C., Germeau, A., Semlal, N., Boulif, R., and Nzihou, A. (2020). An investigation of the physical, thermal, and mechanical properties of fired clay/sic ceramics for thermal energy storage. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 140:2087–2096.
- [Searle, 1924] Searle, A. B. (1924). *The Chemistry & Physics of Clays and Other Ceramic Materials*. E. Benn limited.
- [Severin and Jund, 2017] Severin, J. and Jund, P. (2017). Thermal conductivity calculation in anisotropic crystals by molecular dynamics: Application to α -Fe₂O₃. *The Journal of Chemical Physics*, 146(5).
- [Sidjanin et al., 2007] Sidjanin, L., Rajnovic, D., Ranogajec, J., and Molnar, E. (2007). Measurement of vickers hardness on ceramic floor tiles. *Journal of the European ceramic Society*, 27(2-3):1767–1773.
- [Singh, 2022] Singh, N. B. (2022). Clays and clay minerals in the construction industry. *Minerals*, 12(3):301.
- [Singh Solanki et al., 2022] Singh Solanki, B., Sheorey, T., and Singh, H. (2022). Experimental and numerical investigation of shrinkage and sink marks on injection molded polymer gears: A case study. *International Journal on Interactive Design and Manufacturing (IJIDeM)*, 16(4):1653–1667.
- [Slifka and Whitton, 2000] Slifka, M. K. and Whitton, J. L. (2000). Clinical implications of dysregulated cytokine production. *Journal of molecular medicine*, 78:74–80.
- [Stephan and Laesecke, 1985] Stephan, K. and Laesecke, A. (1985). The thermal conductivity of fluid air. *Journal of physical and chemical reference data*, 14(1):227–234.

- [Taniguchi et al., 1990] Taniguchi, K., Tanaka, M., Hamaguchi, C., and Imai, K. (1990). Density relaxation of silicon dioxide on (100) silicon during thermal annealing. *Journal of applied physics*, 67(5):2195–2198.
- [V Voronin et al., 2020] V Voronin, D., Ivanov, E., Gushchin, P., Fakhrullin, R., and Vinokurov, V. (2020). Clay composites for thermal energy storage: A review. *Molecules*, 25(7):1504.
- [Valanciene et al., 2010] Valanciene, V., Siauciunas, R., and Baltusnikaite, J. (2010). The influence of mineralogical composition on the colour of clay body. *Journal of the European Ceramic Society*, 30(7):1609–1617.
- [Velde, 2003] Velde, B. (2003). *Green clay minerals*, volume 7.
- [Venegas et al., 2025] Venegas, H. M., Almaraz, G. M. D., Gomez-Ortiz, N. M., Montes-de Oca, L. M., Servín-Campuzano, H., González-Avilés, M., Alvarado-Gil, J. J., and Martínez-Torres, P. (2025). The effect of mineral composition and porosity on the thermal conductivity of clay induced by firing processes at different temperatures and holding times. *Materials Chemistry and Physics*, 333:130325.
- [Volz et al., 2007] Volz, S., Carminati, R., Chantrenne, P., Dilhaire, S., Gomez, S., Trannoy, N., and Tessier, G. (2007). *Microscale and nanoscale heat transfer*, volume 107. Springer.
- [Wagner, 2013] Wagner, J.-F. (2013). Mechanical properties of clays and clay minerals. In *Developments in clay science*, volume 5, pages 347–381. Elsevier.
- [Widjonarko et al., 2022] Widjonarko, D., Wahyuningsih, S., Pramono, E., Saraswaty, T., Lestari, W., Rahardjo, S., and April, S. (2022). Material characterization of pagerjurang clay as a raw material for pottery. In *Journal of Physics: Conference Series*, volume 2190, page 012020. IOP Publishing.
- [Xu et al., 2020] Xu, X., Zhang, W., Fan, C., and Li, G. (2020). Effects of temperature, dry density, and water content on the thermal conductivity of genhe silty clay. *Results in Physics*, 16:102830.
- [Xu et al., 2019] Xu, Y., Zeng, Z., Lv, H., et al. (2019). Temperature dependence of apparent thermal conductivity of compacted bentonites as buffer material for high-level radioactive waste repository. *Applied Clay Science*, 174:10–14.

- [Yamane et al., 2002] Yamane, T., Nagai, N., Katayama, S.-i., and Todoki, M. (2002). Measurement of thermal conductivity of silicon dioxide thin films using a 3ω method. *Journal of applied physics*, 91(12):9772–9776.
- [Yavuz et al., 2010] Yavuz, H., Demirdag, S., and Caran, S. (2010). Thermal effect on the physical properties of carbonate rocks. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 47(1):94–103.
- [Zawrah et al., 2007] Zawrah, M. F., Hamaad, H., and Meky, S. (2007). Synthesis and characterization of nano mgal₂o₄ spinel by the co-precipitated method. *Ceramics International*, 33(6):969–978.
- [Zhou et al., 2018] Zhou, W., Yan, W., Li, N., Li, Y., Dai, Y., Han, B., and Wei, Y. (2018). Preparation and characterization of mullite foam ceramics with porous struts from white clay and industrial alumina. *Ceramics International*, 44(18):22950–22956.
- [Çakır Arianpour and Arianpour, 2022] Çakır Arianpour, A. and Arianpour, F. (2022). Characterization, technological properties, and ceramic applications of kastamonu alluvial clays (northern turkey) in building materials. *Construction and Building Materials*, 356:129304.

DECLARACIÓN

Yo, **M.C. Hipólito Magdiel Venegas montaña**, con número de control **0468633k** declaro que el trabajo titulado: *Caracterización de arcillas Michoacanas para su aplicación en sistemas térmicos*, es resultado de mi trabajo e investigación original. No se ha realizado una copia de otro trabajo o fuente excepto los respectivamente citados de forma explícita en el texto.

Morelia, Michoacán, México, Agosto 2025

M.C. Hipólito Magdiel
Venegas montaña, 27 de
agosto de 2025

Hipólito Magdiel Venegas Montaña

Caracterización de arcillas Michoacanas para su aplicación en sistemas térmicos.pdf

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid:::3117:485403177

Fecha de entrega

21 ago 2025, 12:28 p.m. GMT-6

Fecha de descarga

21 ago 2025, 12:58 p.m. GMT-6

Nombre del archivo

Caracterización de arcillas Michoacanas para su aplicación en sistemas térmicos.pdf

Tamaño del archivo

43.3 MB

124 páginas

32.992 palabras

171.735 caracteres

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Doctorado en Ciencias en Ingeniería Mecánica	
Título del trabajo	Caracterización de arcillas Michoacanas para su aplicación en sistemas térmicos	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	M.C Hipólito Magdiel Venegas Montaña	0468633k@umich.mx
Director	Dr. Pablo Genaro Martínez Torres	pablo.martinez@umich.mx
Codirector		
Coordinador del programa	Dra. Laura Alicia Ibarra Bracamontes	Jef.div.posg.fim@umich.mx

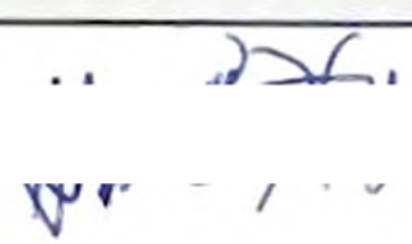
Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	Sí	Corrección de ortografía

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español	No	
Traducción a otra lengua	No	
Revisión y corrección de estilo	No	
Análisis de datos	No	
Búsqueda y organización de información	No	
Formateo de las referencias bibliográficas	No	
Generación de contenido multimedia	No	
Otro		

Datos del solicitante	
Nombre y firma	Hipólito Magdiel Venegas Montaña 
Lugar y fecha	Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo 20/08/2025