

MOLIENDA DE MATERIALES POR CAVITACIÓN ULTRASÓNICA.

JOSÉ LUIS ESPINOSA BALLESTEROS

JOSÉ MARIO ESTRADA FRAGOZO



UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA

ESCUELA DE INGENIERÍAS

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

FLORIDABLANCA

2014

MOLIENDA DE MATERIALES POR CAVITACIÓN ULTRASÓNICA.

JOSÉ LUIS ESPINOSA BALLESTEROS

JOSÉ MARIO ESTRADA FRAGOZO

Trabajo de grado para optar por el título de
Ingeniero Mecánico

DIRECTOR:

ALFONSO SANTOS JAIMES

Msc. Ing. Mecánico

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA

ESCUELA DE INGENIERÍAS

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

FLORIDABLANCA

2014

Nota de aceptación:

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Floridablanca, 19 de septiembre de 2014

DEDICATORIA

Quiero dar gracias a Dios por darme la vida y la salud para poder llevar a cabo la culminación de mis materias y la realización de este proyecto.

Dedico este libro a mis padres José Luis Espinosa y Patricia Ballesteros, a mis abuelos, ya que gracias a sus esfuerzos tuve la oportunidad de estudiar un gran programa en tan prestigiosa universidad. Agradecerles por regalarme tanto amor, además de sus consejos, su sabiduría y su apoyo incondicional. A mi hermana doy gracias por brindarme apoyo, compañía y sobre todo comprensión.

A los docentes que formaron parte de este proceso por sus sabias enseñanzas, a los compañeros y amigos por su apoyo incondicional y, en general, a todas las personas que de alguna manera aportaron en el logro de esta meta.

JOSÉ LUIS ESPINOSA BALLESTEROS

DEDICATORIA

En primer lugar agradecer a Dios y la Virgen por la sabiduría para sacar adelante este proyecto.

Agradecer a mis padres Mariano Estrada y Dubys Fragozo, por su apoyo incondicional, por sus consejos y por estar ahí siempre que los necesité. A mis hermanos, por sus consejos y apoyo, por ser el motivo para seguir adelante.

A los docentes y a todos aquellos que contribuyeron en mi formación integral, por su dedicación y conocimiento. A los amigos y compañeros que iniciaron este camino conmigo y en general a todas las personas que creyeron en mí, gracias.

JOSÉ MARIO ESTRADA FRAGOZO

AGRADECIMIENTOS

Al Ingeniero Alfonso Santos por su colaboración, asesoría, sabias enseñanzas y atención, ya que gracias a ésto fue posible la ejecución de este proyecto en su Totalidad.

A la Universidad Pontificia Bolivariana Seccional Bucaramanga por contribuir en nuestra formación integral y colaborarnos con el préstamo de sus instalaciones para la ejecución de este proyecto.

A los docentes de la Universidad Pontificia Bolivariana, Seccional Bucaramanga, que de forma directa e indirecta compartieron sus conocimientos y nos aconsejaron en este proceso de formación profesional e hicieron posible el cumplimiento de esta meta.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	14
1 JUSTIFICACIÓN	15
2 OBJETIVOS	16
2.1 OBJETIVO GENERAL.....	16
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3 MARCO TEÓRICO	¡Error! Marcador no definido. 8
3.1 CAVITACIÓN ULTRASÓNICA EN LÍQUIDOS	18
3.2 MOLIENDA POR VÍA HÚMEDA Y MICROMOLISIÓN ULTRASÓNICA.....	19
3.3 MATERIALES A PROCESAR	19
3.3.1 Alúmina (Óxido de aluminio).....	19
3.3.2 Dióxido de titanio	19
3.4 ESTUDIOS DEL PROCESO.	20
3.4.1 Dispersión y reducción del tamaño de los nanomateriales.....	20
3.4.2 Dispersión y desaglomeración ultrasónica	21
3.4.3 Molienda de partículas en suspensión	21
3.5 INFORMACIÓN GENERAL SOBRE EL PROCESAMIENTO DE ULTRASÓNIDOS	22
3.6 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)	23
3.6.1 Espectroscopia de energía dispersiva (EDS)	23
3.6.2 Detector de electrones secundarios (ETD).....	24
3.6.3 Detector de electrones retrodispersados difractados (BSED)	25
3.7 CONCEPTOS FUNDAMENTALES	25
3.7.1 Nanomaterial	25
3.7.2 Amplitud	25
3.7.3 Frecuencia.....	26

4 METODOLOGÍA	27
5 ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	37
5.1 PROCESO ESTADÍSTICO PARA ALÚMINA (AL ₂ O ₃).....	37
5.2 PROCESO ESTADÍSTICO PARA DIÓXIDO DE TITANIO (TiO ₂).....	39
5.3 SELECCIÓN DE DATOS SEGÚN PROCESO ESTADÍSTICO PARA AL ₂ O ₃	41
5.4 SELECCIÓN DE DATOS SEGÚN PROCESO ESTADÍSTICO PARA TiO ₂	47
5.5 CURVAS PROMEDIO SEGÚN PROCESO ESTADÍSTICO.....	53
5.5.1 Curva promedio para Al ₂ O ₃	53
5.5.2 Curva promedio para TiO ₂	54
5.6 ANÁLISIS EDS PARA MATERIALES PROCESADOS.....	55
5.6.1 Curva promedio para Al ₂ O ₃	55
5.6.2 Curva promedio para TiO ₂	56
6 CONCLUSIONES	58
7 RECOMENDACIONES	59
8 OBSERVACIONES.....	60
9 BIBLIOGRAFÍA	61
10 ANEXOS	62

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 Cavitación ultrasónica.....	18
Figura 2 Pesaje de material	27
Figura 3 Agitar material con agua destilada.....	28
Figura 4 Máquina para proceso de molienda.....	29
Figura 5 Ajustar amplitud	29
Figura 6 Ajustar tiempo	29
Figura 7 Horno de secado	30
Figura 8 Material después del secado	30
Figura 9 Muestra para análisis SEM	31
Figura 10 Proceso de medición de partículas	32
Figura 11 Proceso de escalamiento 1.....	33
Figura 12 Proceso de escalamiento 2.....	33
Figura 13 Verificación del escalamiento	¡Error! Marcador no definido. 4
Figura 14 Medición de partículas	¡Error! Marcador no definido. 4
Figura 15 Metodología, ejemplo curva tamaño vs. tiempo.....	35
Figura 16 Metodología, curva promedio	36
Figura 17 Curva de Tamaño vs. Tiempo Al ₂ O ₃ , prueba 6H	41
Figura 18 Curva de Tamaño vs. Tiempo Al ₂ O ₃ , prueba 8H	42
Figura 19 Curva de Tamaño vs. Tiempo Al ₂ O ₃ , prueba 12H	44
Figura 20 Curva de Tamaño vs. Tiempo Al ₂ O ₃ , prueba 18H	45
Figura 21 Curva de Tamaño vs. Tiempo Al ₂ O ₃ , prueba 24H	46
Figura 22 Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO ₂ , prueba 6H	47
Figura 23 Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO ₂ , prueba 8H	49
Figura 24 Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO ₂ , prueba 12H	50
Figura 25 Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO ₂ , prueba 18H	50

Figura 26 Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO ₂ , prueba 24H.	52
Figura 27 Curva prom. Tamaño vs. Tiempo Al ₂ O ₃	53
Figura 28 Curva prom. Tamaño vs. Tiempo TiO ₂	54
Figura 29 Análisis EDS Al ₂ O ₃	55
Figura 30 Análisis EDSTiO ₂	56

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 Metodología, ejemplo prueba estadística 1.....	32
Tabla 2 Metodología, proceso de selección número 1.....	35
Tabla 3 Prueba estadística número 1, Al ₂ O ₃	37
Tabla 4 Prueba estadística número 2, Al ₂ O ₃	37
Tabla 5 Prueba estadística número 3, Al ₂ O ₃	38
Tabla 6 Prueba estadística número 4, Al ₂ O ₃	38
Tabla 7 Prueba estadística número 5, Al ₂ O ₃	38
Tabla 8 Prueba estadística número 1, TiO ₂	39
Tabla 9 Prueba estadística número 2, TiO ₂	39
Tabla 10 Prueba estadística número 3, TiO ₂	39
Tabla 11 Prueba estadística número 4, TiO ₂	40
Tabla 12 Prueba estadística número 5, TiO ₂	40
Tabla 13 Proceso de selección número 1 para Al ₂ O ₃	41
Tabla 14 Proceso de selección número 2 para Al ₂ O ₃	42
Tabla 15 Proceso de selección número 3 para Al ₂ O ₃	43
Tabla 16 Proceso de selección número 4 para Al ₂ O ₃	45
Tabla 17 Proceso de selección número 5 para Al ₂ O ₃	46
Tabla 18 Proceso de selección número 1 para TiO ₂	47
Tabla 19 Proceso de selección número 2 para TiO ₂	48
Tabla 20 Proceso de selección número 3 para TiO ₂	50
Tabla 21 Proceso de selección número 4 para TiO ₂	51
Tabla 22 Proceso de selección número 5 para TiO ₂	52
Tabla 23 Proporción de peso y número atómico de Al ₂ O ₃	55
Tabla 24 Proporción de peso y número atómico de TiO ₂	56

RESUMEN GENERAL DE TRABAJO DE GRADO

TITULO: MOLIENDA DE MATERIALES POR CAVITACIÓN ULTRASÓNICA.

AUTOR(ES): José Luis Espinosa Ballesteros

Jose Mario Estrada Fragozo

FACULTAD: Facultad de Ingeniería Mecánica

DIRECTOR(A): ALFONSO SANTOS JAIMES

RESUMEN

Este proyecto surge con el fin de iniciar a investigar en la ciencia de los materiales en relación a la molienda por cavitación ultrasónica mediante el equipo de ultrasonido UIP1000hd – Hielscher Ultrasonics GmbH aplicada a dióxido de titanio (TiO_2) y alumina (Al_2O_3), para buscar obtener partículas en tamaño nanométrico. En el proceso de molienda de dichos materiales se evalúa el tiempo como variable, realizando ensayos que permiten obtener muestras para analizar mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido y mediante el software ImageJ para medir las partículas en las imágenes captadas. Siendo estos métodos quienes permiten analizar el comportamiento de las partículas a través del tiempo estimado y lograr ver los diferentes tamaños de partículas. Como resultados se obtienen tablas donde se encuentran registradas las medidas de los tamaños de las partículas, gráficas de representación de datos, curvas de comportamiento de tamaño vs. Tiempo y líneas de tendencia de los valores promedio para cada prueba. Sumado a esto se comprueba si los materiales expuestos a molienda por cavitación ultrasónica presentan cambios en su composición tomando como referencia, los datos teóricos que se encuentran en la tabla periódica y haciendo una relación porcentual de ellos, para compararlos con los porcentajes de peso atómico que se obtienen por medio del análisis EDS hecho con un microscopio electrónico.

PALABRAS CLAVES:

Cavitación, dióxido de titanio, alumina, EDS, ultrasonido

GENERAL SUMMARY OF WORK OF GRADE

TITLE: MATERIALS FOR GRINDING ULTRASONIC CAVITATION.

AUTHOR(S): José Luis Espinosa Ballesteros

Jose Mario Estrada Fragozo

FACULTY: Facultad de Ingeniería Mecánica

DIRECTOR: ALFONSO SANTOS JAIMES

ABSTRACT

This project results in order to start researching in materials science in relation to grinding by ultrasonic cavitation by ultrasound equipment UIP1000hd - Hielscher Ultrasonics GmbH applied to titanium dioxide (TiO₂) and alumina (Al₂O₃), to find obtaining nanosize particles. In the grinding process of such materials as the time variable is evaluated, performing assays to obtain samples for analysis using the technique of scanning electron microscopy using ImageJ software and for measuring the particles in the images captured who allow these methods .Being analyze the behavior of the particles through the estimated view and achievedifferent particle sizes. As results tables where measurements of particle sizes, graphical representation of data, performance curves are recorded vs. size are obtained Time and trend lines of average values for each test. Added to this is checked the milling materials exposed to ultrasonic cavitation have changes in their composition with reference to the theoretical data found in the periodic table and making them a percentage ratio to compare the percentages of atomic weight are obtained by the EDS analysis using an electron microscope.

KEYWORDS:

Ultrasonic, microscopy, titanium dioxide, alumina, EDS

INTRODUCCIÓN

La industria encargada de los materiales cada día se ha ido enfocando en la forma de manipular el tamaño, a tal punto de llevarlos a tamaños nanométricos, en este proyecto llamado molienda de materiales por cavitación ultrasónica se buscó aplicar una técnica para lograr modificar el tamaño de Alúmina (Al_2O_3) y Dióxido de Titanio (TiO_2).

El uso de ultrasonido a nivel industrial tiene varias aplicaciones, dentro de las más relevantes se encuentra la homogenización, desintegración, sonoquímica, desgasificación y limpieza.

Este proyecto tuvo como finalidad determinar si a través de esta técnica es posible reducir el tamaño de Alúmina (Al_2O_3) y Dióxido de Titanio (TiO_2), hasta valores nanométricos, tomando como base polvos micrométricos.

El equipo utilizado fue un UIP1000hd de la marca Hielscher, para lo cual se desarrolló primero un manual operacional y de mantenimiento del mismo.

Para comprobar el tamaño de las partículas obtenidas después de los ensayos se realizaron pruebas de microscopía electrónica de barrido, adicionalmente se realizó un análisis de EDS (Espectroscopía de rayos X de energía dispersiva) para determinar si la composición de los materiales fue modificada durante el proceso.

1. JUSTIFICACIÓN

La razón por la cual se realiza este proyecto de molienda de materiales por

cavitación ultrasónica aplicada a dióxido de titanio (TiO_2) y alúmina (Al_2O_3), se debe a que en la Universidad Pontificia Bolivariana (UPB) no se cuenta con información ni con líneas de investigación en la ciencia de los materiales en relación al análisis de nanomateriales. De esta manera se da inicio al estudio de este proceso para que mediante la aplicación de la técnica mencionada se obtengan nanopartículas de dichos materiales.

En la actualidad diferentes tipos de industria y universidades investigan en el campo de los nanomateriales para poder contar con bases de datos con las que se pueda patentar y/u optimizar productos y procesos de investigación, lo que hace necesario contar con esta herramienta para tener certeza de cómo la variable tiempo afecta el tamaño de las partículas después de aplicar el proceso de molienda de materiales. Por esta razón, con las imágenes obtenidas en los ensayos de microscopía electrónica de barrido de las muestras se realizó un proceso estadístico para obtener el número de partículas que debían ser medidas para tabular, graficar y así garantizar un porcentaje de error del 5% o menor de los valores.

Para cumplir con los objetivos propuestos se anexa un manual para explicar el funcionamiento y cómo se realiza el mantenimiento del equipo de ultrasonido UIP1000hd - Hielscher Ultrasonics. Este proyecto será un gran aporte en la investigación de los nanomateriales para la universidad y contribuirá a futuros trabajos de grado.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

- Determinar el tamaño de las partículas de Alúmina y Dióxido de Titanio en función del tiempo de procesamiento, cuando éstas son sometidas a un proceso de desintegración por cavitación ultrasónica, para determinar si es posible obtener partículas de estos materiales en tamaño nanométrico.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar un manual del funcionamiento y mantenimiento del equipo basado en los principios fundamentales de los documentos de los componentes del sistema y en el catálogo suministrado por el fabricante.

Resultado: Manual del funcionamiento y mantenimiento de la máquina para facilitar su uso.

Indicador: Se realizará el manual por medio de investigación sobre los componentes del sistema y el manual del fabricante.

- Realizar ensayos de cavitación ultrasónica en alúmina y dióxido de titanio para determinar si es posible reducir su tamaño, el tiempo de procesamiento será variable, la amplitud será constante de 80 por ciento de onda y se utilizará un volumen de 500 ml.

Resultado: Partículas de Alúmina y Dióxido de titanio obtenidas del proceso de cavitación ultrasónica.

Indicador: Se utilizará análisis por microscopia electrónica de barrido para dimensionar las partículas obtenidas después del proceso de cavitación ultrasónica.

- Realizar curvas de tamaño vs tiempo para la interpretación de la influencia de la tiempo en el proceso de reducción de tamaño del dióxido de titanio y alúmina.

Resultado: Curvas de tamaño vs Tiempo de procesamiento para la alúmina y el dióxido de titanio.

Indicador: De las imágenes obtenidas de cada ensayo a través de microscopia electrónica de barrido se dimensionará la cantidad necesaria de partículas para tener una confiabilidad del 95% del valor.

3. MARCO TEÓRICO

3.1 CAVITACIÓN ULTRASÓNICA EN LÍQUIDOS

Cuando se habla de cavitación ultrasónica en líquidos se asocia a ondas sonoras cuya propagación en líquidos se derivan resultados con alternancias de alta presión y en ciclos de baja presión todo aquello dependiendo de la frecuencia con la cual se trabaja. En referencia al ciclo de baja presión las ondas ultrasónicas de alta intensidad pueden causar burbujas de vacío o huecos en el líquido. Cuando las burbujas inmersas en el líquido no pueden absorber más energía colapsan violentamente durante el ciclo de alta presión cuyo fenómeno es llamado cavitación.

Este fenómeno es aplicado a diversos procesos por ejemplo para mezclar, licuar, desaglomerar, fresado y en lo que se enfatizara la desintegración celular. En otras palabras lo que se pretende lograr es cizallar para causar fisuras en las superficies de las partículas y colisiones entre estas mismas [1].



Figura 1. Cavitación ultrasónica, Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

3.2 MOLIENDA POR VÍA HÚMEDA Y MICROMOLISIÓN ULTRASÓNICA

El ultrasonido es un fenómeno muy utilizado en particular para la fabricación de partículas de lodos extrafinos, ya que tienen muchas ventajas en comparación con otros métodos de repulsión de partículas tales como: molinos coloidales, molinos, molinos de chorro, rotor-extractor u homogeneizadores de alta presión de del dsco [2].

3.3 MATERIALES A PROCESAR

3.3.1 Alúmina (óxido de aluminio). La alúmina pura u óxido de aluminio anhidro es el obtenido químicamente por calcinación (Al_2O_3). Existe también variedad mineral de alúmina denominada corindón, este tipo de compuestos cuando es utilizado en los esmaltes como fuente directa de aluminio aumenta la viscosidad de la misma manera su rango de cocción y tendencia a la cristalización.

Generalmente se dispone te cuatro tipos para su uso cerámico como los son: alúmina calcinada, alúmina tabular, alúmina fundida y alúmina hidratada. La alúmina

es un elemento mediante el cual se puede encontrar el brillo o la matización de los esmaltes de excelente manera [4].

3.3.2 Dióxido de titanio. El óxido de titanio cuya fórmula es TiO_2 es una de las sustancias más blancas existentes y se presenta estructuralmente en la naturaleza como rutilo, anatasa y brookita, los usos más comunes para este tipo de compuesto son pinturas exteriores químicamente inertes, plásticos, tintas de impresión y otras veces en la elaboración de cemento blanco.

El óxido de titanio también es conocido como semiconductor sensible a la luz que absorbe radiación electromagnética cerca de la región UV, el dióxido de titanio es anfotérico, muy estable químicamente y no es atacado por la mayoría de los agentes orgánicos e inorgánicos [4].

3.4 ESTUDIOS DEL PROCESO

A continuación se plasmarán diferentes avances con respecto a este proceso, por medio de diferentes trabajos de investigación.

3.4.1 Dispersión y reducción del tamaño de los nanomateriales. Según los avances mostrados por los autores de este tema se vieron involucrados metales óxidos nanoarcillas o nanotubos de carbono los cuales tienden a ser aglomerados cuando se mezclan en algún fluido mediante la aplicación de dispersión y desaglomeración son necesarias para superar las fuerzas de adhesión después en el polvo.

Un ejemplo claro mostrado en el material como es el silicio se encontró una taza de rotura independiente de la concentración de sólidos hasta un 50% de por peso siendo el ultrasonido aplicado para dispersión de alta concentración en el procesamiento de alta y baja viscosidad.

Los nanotubos son fuertes y flexibles pero muy cohesionados a su vez pueden ser difíciles de dispersar en líquidos como el agua, etanol, aceite, resina de polímero o epoxi.

Los carbonanotubos se encuentran generalmente como material seco, es necesario un proceso simple y confiable y escalable para desaglomeración con el fin de utilizar los nanotubos a su máximo potencial [8].

3.4.2 Dispersión y desaglomeración ultrasónica. La dispersión y la desaglomeración de sólidos en líquidos es una aplicación importante en aparatos de ultrasonido. Cavitación ultrasónica genera altos cizallamiento que rompe aglomerados de partículas individuales como partículas dispersas.

En las mezclas de los polvos en líquidos es un paso común en la formulación de diversos productos tales como la pintura, shampo, bebidas o pulir los medios de comunicación. Algunas partículas individuales se mantienen unidas por fuerzas de atracción de distinta naturaleza como la física y la química cuyo efecto es más fuerte para líquidos de viscosidad más alta tales como polímeros o resinas.

El ultrasonido de alta intensidad es una de las alternativas más interesantes aplicadas a dichas tecnologías. Cuando es zonificado líquidos con ondas sonoras

que se propagan en el medio líquido las dichas ondas dan resultado alternancias de alta presión y ciclos de baja presión [3].

3.4.3 Molienda de partículas en suspensión. En este documento se presentan resultados de un estudio sobre la molienda por cavitación de partículas finas y ultrafinas en suspensión. Se muestra de manera experimental los efectos beneficiosos de la cavitación en la molienda y a su vez la dificultad de determinar si es molienda o se trata de desaglomeración de los grumos que se forman en suspensiones de partículas finas, por dicho efecto se estudia la capacidad de establecer la molienda sobre partícula individual [5].

3.5 INFORMACIÓN GENERAL SOBRE EL PROCESAMIENTO DE ULTRASONIDOS

El ultrasonido ha evolucionado de una tecnología emergente, dentro de los últimos diez años y se ha convertido en una tecnología de procesamiento totalmente comercial. Alta confiabilidad y escalabilidad, así como los costes de mantenimiento bajos y alta eficiencia energética hacen del ultrasonido un candidato prometedor para establecer equipos de procesamiento de líquidos. Ultrasonido ofrece oportunidades adicionales: cavitación – el efecto ultrasónico básico – permite nuevos resultados en procesos físicos, químicos y biológicos.

Mientras que el ultrasonido de baja intensidad o de alta frecuencia se utiliza principalmente para el análisis, ensayos no destructivos y proyección de imagen, ultrasonido de alta intensidad se utiliza para el tratamiento de líquidos tales como la mezcla, emulsión, dispersión y desaglomeración, desintegración celular y desactivación de la enzima. Cuando se sonifica los líquidos a altas intensidades, las ondas sonoras que se propagan en el medio buscando alternancia

de alta presión (compresión) y ciclos de baja presión (vacuo), con tarifas dependiendo de la frecuencia. Durante el ciclo de baja presión, las ondas ultrasónicas de alta intensidad crearán pequeñas burbujas de vacío o huecos en el líquido. Cuando las burbujas alcanzan un volumen en el cual ya no puede absorber energía, colapsan violentamente durante un ciclo de alta presión. Este fenómeno se denomina cavitación. Durante las temperaturas muy altas de implosión (aprox. 5, 000K) y presiones (aprox. 2, 000atm) se alcanzan localmente. La implosión de la burbuja de cavitación resulta también en chorros líquidos de hasta velocidad de 280 m/s.

En general, puede causar cavitación en líquidos rápida y completa como por ejemplo: inicio de varias reacciones químicas mediante la generación de iones químicos libres (los radicales); acelerar las reacciones químicas facilitando la mezcla de reactivos; mejorar la polimerización y despolimerización de reacciones por medio de dispersión de agregados o permanentemente rompiendo enlaces químicos en las cadenas de polímeros; aumentar la emulsificación de las mezclas; mejorar los índices de difusión; producir emulsiones concentradas o dispersiones del tamaño de micras o tamaño nano; ayudar a los extracción de sustancias como las enzimas del animal, vegetal, levadura o células bacterianas; eliminar virus de tejido infectado; y finalmente, erosionar y descomponer partículas susceptibles, incluyendo los microorganismos.

Un ultrasonido de alta intensidad produce agitación violenta en líquidos de baja viscosidad, que puede utilizarse para dispersar. En la interface líquido/sólido o gas sólido, asimétrica, la implosión de las burbujas de cavitación puede causar turbulencias extremas que reducen la capa de límite de difusión, aumentan la transferencia de masa por convección y aceleran considerablemente la difusión en sistemas donde no es posible mezclar ordinario [7].

3.6 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

El microscopio electrónico de barrido (SEM) es un instrumento capaz de ofrecer un variado rango de informaciones procedentes de la superficie de la muestra. Su funcionamiento se basa en barrer un haz de electrones sobre un área del tamaño que deseemos (aumentos) mientras en un monitor se visualiza la información que hayamos seleccionado en función de los detectores que hayan disponibles. La microscopía electrónica de barrido se ha utilizado para examinar la morfología de los polvos de síntesis así como las superficies de los materiales por deposición electroforética [9].

3.6.1 Espectroscopia de energía dispersiva (EDS). En un análisis EDS es un procedimiento estándar para identificar y cuantificar la composición elemental de áreas de muestra hasta con tamaño tan pequeño como de algunos micrómetros cúbicos. El material de muestra es bombardeado con electrones de un SEM y los rayos X producidos son medidos con un espectroscopio de rayos X. Cada elemento tiene una longitud de onda característica y puede ser identificado por esta.

Para realizar análisis EDS, proporcionando información cualitativa y semi-cuantitativa de los elementos químicos presentes en los materiales. Los elementos químicos detectados mediante el EDS se rastrearon en los puntos de interés, revelando las posibles concentraciones elementales [9].

3.6.2 Detector de electrones secundarios (ETD). Esta es una prueba en la cual se observa la típica imagen en blanco y negro de la topografía de la superficie examinada. Es la señal más adecuada para la observación de la muestra por ser la de mayor resolución.

Ultrasonidos antes de la medida del tamaño de partícula Ultrasonidos de muestras mejora la exactitud de su tamaño de partícula o la medición morfología. La nueva

SonoStep combina ultrasonido, agitación y el bombeo de las muestras en un diseño compacto. Es fácil de operar y pueden ser utilizados para entregar muestras sonicado a los dispositivos de análisis, tales como analizadores de tamaño de partícula. La sonicación intensa ayuda a dispersar las partículas aglomeradas que conduce a resultados más consistentes.

Procesamiento de ultrasonidos para la escala de laboratorio y producción procesadores de ultrasonidos y las células de flujo para desaglomeración y dispersión están disponibles para el laboratorio y el nivel de producción. Los sistemas industriales pueden ser fácilmente adaptados para trabajar en línea. Para el desarrollo de la investigación y el proceso se recomienda utilizar el UIP1000hd (1.000 vatios) [9].

3.6.3 Detector de electrones retrodispersados difractados (BSED). En este caso sólo se reciben aquellos electrones difractados por la superficie de la muestra que cumplen la ley de Bragg en el punto que son generados, es decir, se trata de una señal que nos aporta información de la estructura cristalina de la muestra. Si conocemos previamente la o las fases cristalinas presentes en nuestra muestra, el sistema es capaz de procesar la señal que recibe en forma de “líneas de Kikuchi” y ofrecer una variada información cristalográfica: orientación de granos, orientaciones relativas entre ellos, textura, identificación de fases, evaluación de tensión, fronteras de grano, tamaño de grano [9].

3.7 CONCEPTOS FUNDAMENTALES

3.7.1 Nanomaterial. Para hablar de nanotecnología, es inevitable saber que es un nanómetro. El prefijo nano quiere decir 10^{-9} , es decir, una milmillonésima (0,000000001) parte. Un nanómetro (nm) es una milmillonésima parte de un metro. Un nanómetro es decenas de miles de veces más pequeño que el diámetro de un

cabello humano. Se considera nanométrico cuando está de 1 a 100 nanómetros [6].

3.7.2 Amplitud. Para una onda, la amplitud corresponde al valor del máximo de la magnitud que se propaga. Se mide en las mismas unidades de esta. Por ejemplo, en las ondas de elongación la amplitud se mide en unidades de longitud; en las ondas de presión la amplitud se mide en unidades de presión (amplitud de presión); en las ondas de fuerza la amplitud se mide en unidades de fuerza (amplitud de fuerza). En pocas palabras es la distancia entre el punto más alejado de una onda y el punto de equilibrio o medio [10].

3.7.3 Frecuencia. La frecuencia hace referencia a una onda que corresponde al número de oscilaciones en la unidad de tiempo, realizadas por la magnitud física que se propaga. En el caso de una onda de elongación que se propaga en un medio material, corresponde al número de oscilaciones en la unidad de tiempo, de cada uno de los osciladores del medio y es la misma para todos ellos. La frecuencia se mide en Hertz (s^{-1}) [10].

4. METODOLOGÍA

Las pruebas que se realizaron para la molienda de materiales por cavitación ultrasónica, no se hacen mediante una norma o un estándar ya que estudios directamente relacionados con este tema no se encontró en la revisión bibliográfica, hay estudios relacionado con el objeto de molienda mecánica.

4.1 DESARROLLO DE PRUEBAS

Las pruebas para el cumplimiento de este proyecto se lograron de la siguiente manera.

- Primero se ejecutó el pesaje de los materiales de Alúmina (Al_2O_3) y Dióxido de Titanio (TiO_2), teniendo en cuenta que el peso del empaque es 0,3 g y la del material 5g. como se observa en la figura 2.



Figura 2. Pesaje de material, Fuente: Autores del proyecto

- Luego se procedió a preparar la mezcla, con el uso de 500 ml agua esterilizada y 5g de material a ensayar (Alúmina (Al_2O_3) o Dióxido de Titanio (TiO_2)), en un vaso de precipitado el cual se agitaba con una varilla de vidrio. Como se observa en la figura 3.



Figura 3. Agitar material con agua destilada, Fuente: Autores del proyecto

- La mezcla es llevada a la maquina donde es montada, para dar inicio al proceso como se observa en la figura 17.



Figura 4. Máquina para proceso de molienda, Fuente: Autores del proyecto

- El siguiente paso es modificar los parámetros en el equipo, la amplitud a 80% y el tiempo de 6 , 8 ,12,18 y 24 horas dependiendo la prueba, en la figura 5 y figura 6 se observa este proceso.



Figura 5. Ajustar amplitud, Fuente: Autores del proyecto



Figura 6. Ajustar tiempo, Fuente: Autores del proyecto

- Pasado el tiempo de la prueba, se lleva la muestra al horno de la figura 7, en el cual se programa la temperatura a 250 °c por un tiempo promedio de 2.5 horas.



- **Figura 7.** Horno de secado, Fuente: Autores del proyecto

- Acontecido el tiempo de secado se obtuvieron muestras como la de la figura 8 y figura 22, la cual se procedieron a empacar y marcar. Para luego ser llevadas a laboratorio de microscopia.



Figura 8. Material después del secado, Fuente: Autores del proyecto



Figura 9. Muestras para análisis SEM, Fuente: Autores del proyecto

4.2 PROCESO ESTADISTICO

- En cuanto la medicion estadistica para determinar la poblacion y obtener una confiabilidad del 95 %,se toma una premuestra de 10 datos mediante el programa ImangeJ en su version gratuita en la web. Con la ayuda de excel su y funcion de formulas, se realiza la desviacion estandar y los promedios, obteniendo de esa manera la solucion de la siguiente formula.

$$n = (Z^2 * S^2)/e^2$$

Donde,

S = desviacion estandar

Z = confiabilidad

e = porcentaje de error

El siguiente ejemplo evoca la utilización de la anterior formula.

Tabla 1. Metodología, ejemplo prueba estadística 1.

Tamaño [nm]_Al2O3_6H		
1170	1390	1730
1540	1160	1970
1250	1840	1070
1290		

Fuente: Autores del proyecto

$$S = 310,512122 \text{ nm}$$

$$\text{Pmd.} = 1498 \text{ nm}$$

$$Z = 1,96 \text{ para confiabilidad del } 95\%$$

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 66,02 = 66 \text{ datos}$$

4.3 MEDICION DE SOFTWARE

- Al iniciar la medicion de las particulas se usa el programa ImageJ, programa de procesamiento de imagen digital de dominio público, para su uso traza una linea como se observa en la figura 10. Para proceder a el escalamiento como se hace en la figuras 11.

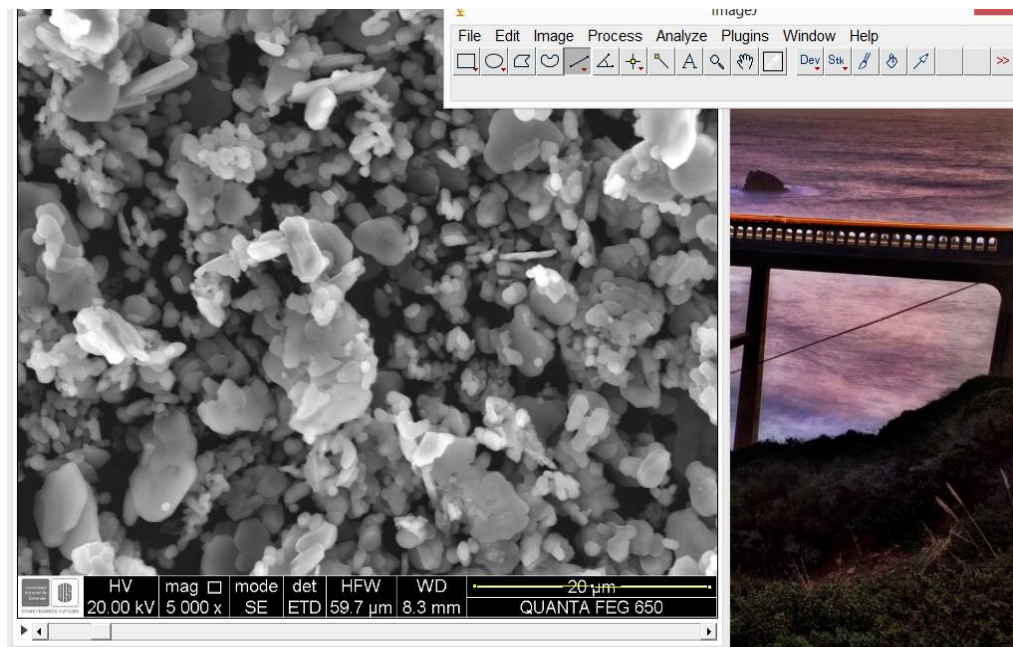


Figura 10. Proceso de medición de partículas, Fuente: Autores del proyecto

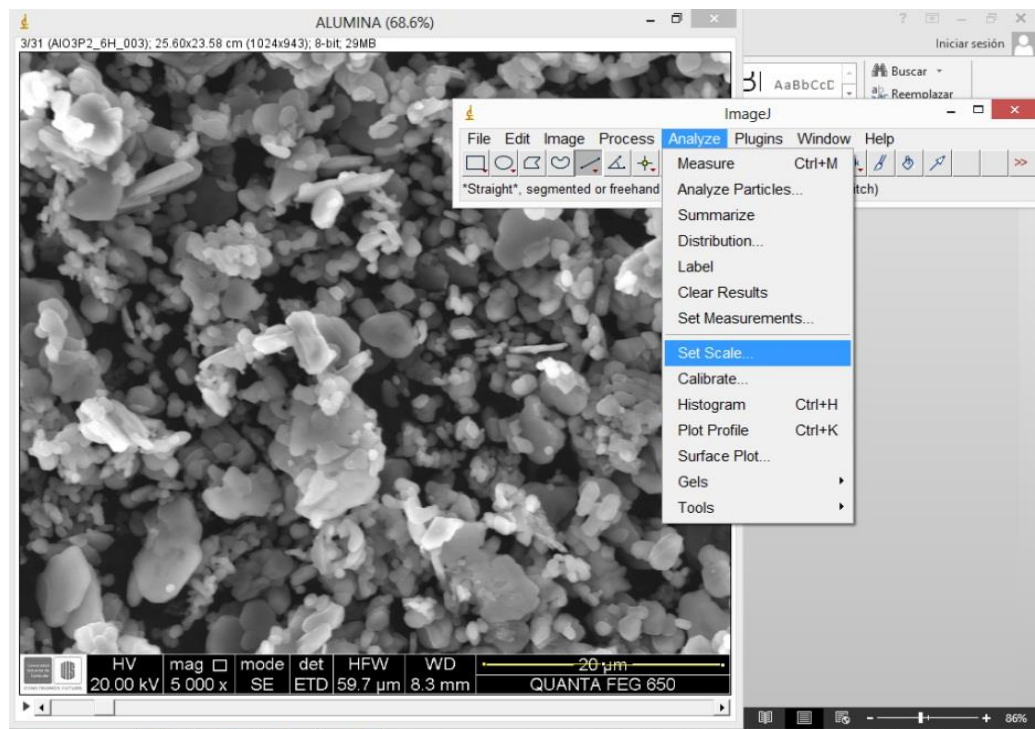


Figura 11. Proceso de escalamiento 1, Fuente: Autores del proyecto

- En el siguiente paso se le da el valor a escalar y las unidades, como se muestra en la figura 12.

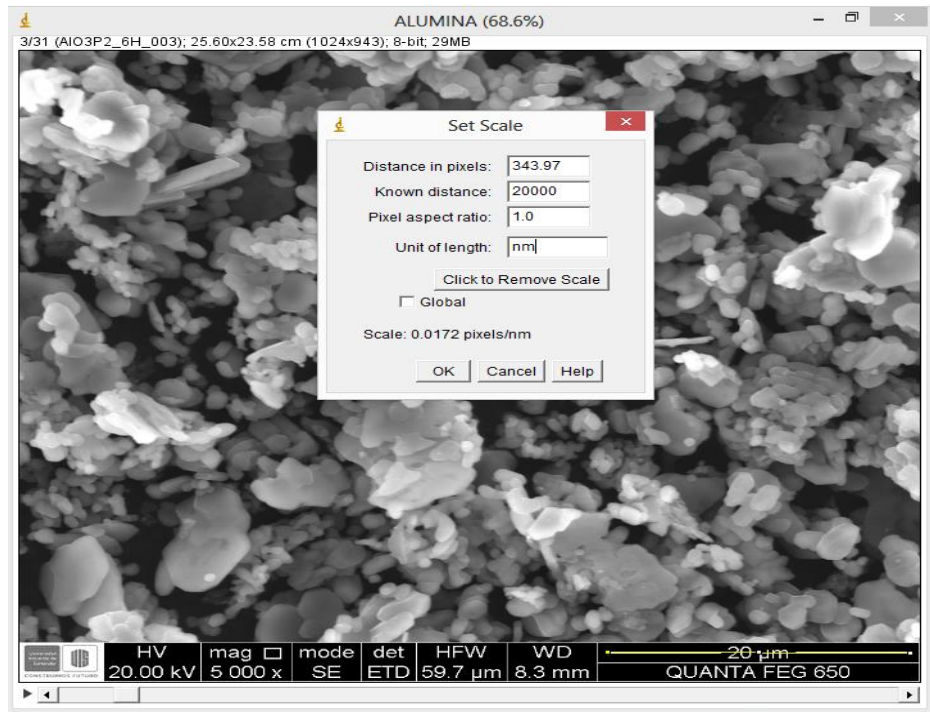


Figura 12 Proceso de escalamiento 2, Fuente: Autores del proyecto

- Luego se remite a la verificación del escalamiento hecho anteriormente, mostrado en la figura 13.

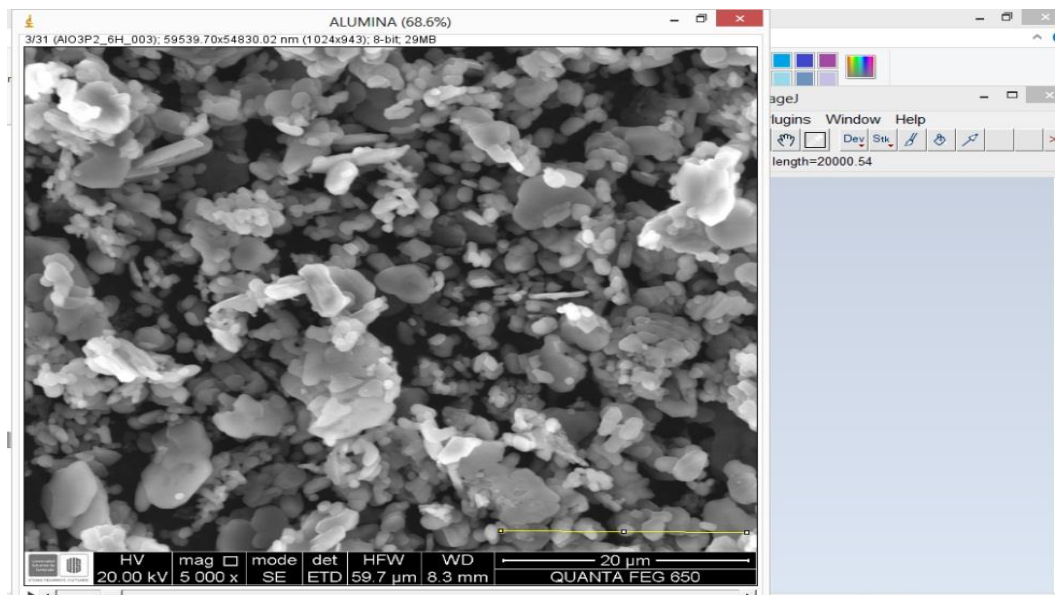


Figura 13. Verificación del escalamiento, Fuente: Autores del proyecto

- La medición de partículas según la cantidad de datos resultantes del proceso estadístico, se realizó como se observa en la figura 14.

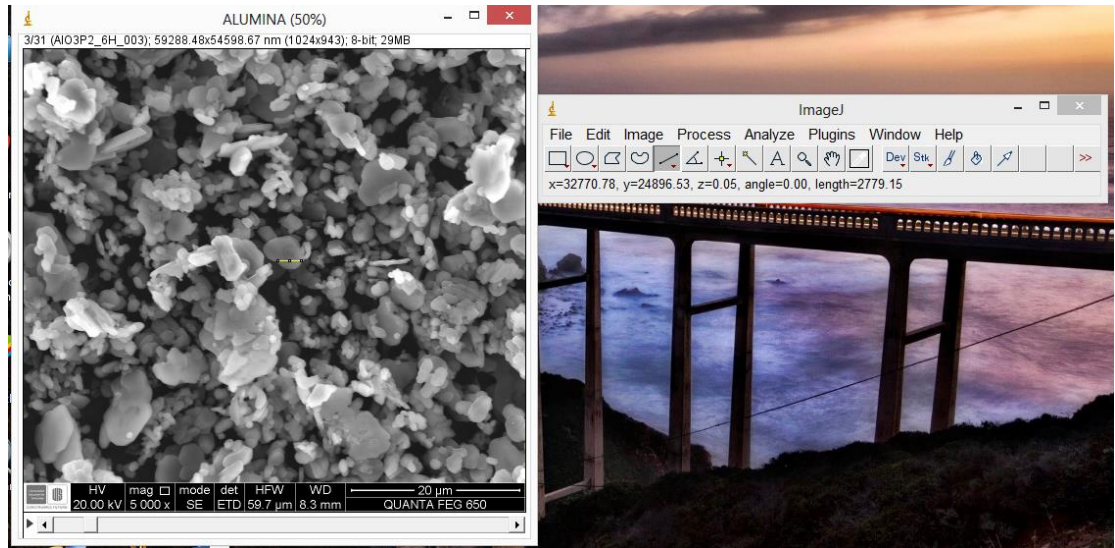


Figura 14. Medición de partículas, Fuente: Autores del proyecto.

4.4 GRAFICACIÓN Y TABULACIÓN

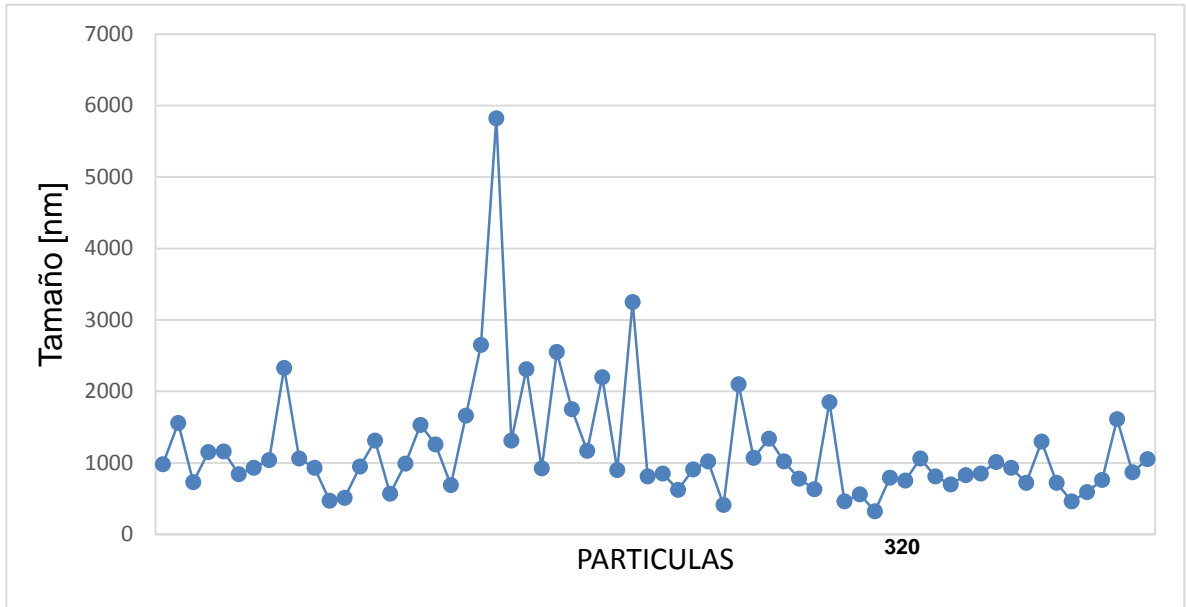
La medición y la tabulación de los datos recopilados se realizaron como es observado en la tabla 2 y la figura 15.

Tabla 2. Metodología, proceso de selección número 1.

Tamaño [nm]_Al ₂ O ₃ _6H						
980	850	930	630	1660	900	1300
1560	620	470	1850	2650	3250	720
730	910	510	460	5820	810	460
1150	1020	950	560	1310	830	590
1160	410	1310	320	2310	850	760
840	2100	570	790	920	1010	1610
930	1070	990	750	2550	930	870
1040	1340	1530	1060	1750	720	1050
2330	1020	1260	810	2200	1300	720
1060	780	690				
PROMEDIO= 1246,41 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 15. Metodología, ejemplo curva de Tamaño vs. Tiempo



Fuente: Autores del proyecto

- Teniendo en cuenta el proceso anterior para el resto de tiempos se prosigue a la tabulación de la curva promedio, teniendo en cuenta el valor de 45,000 nm suministrado por el fabricante, este procedimiento es realizado según el material como se observa en la figura 16.

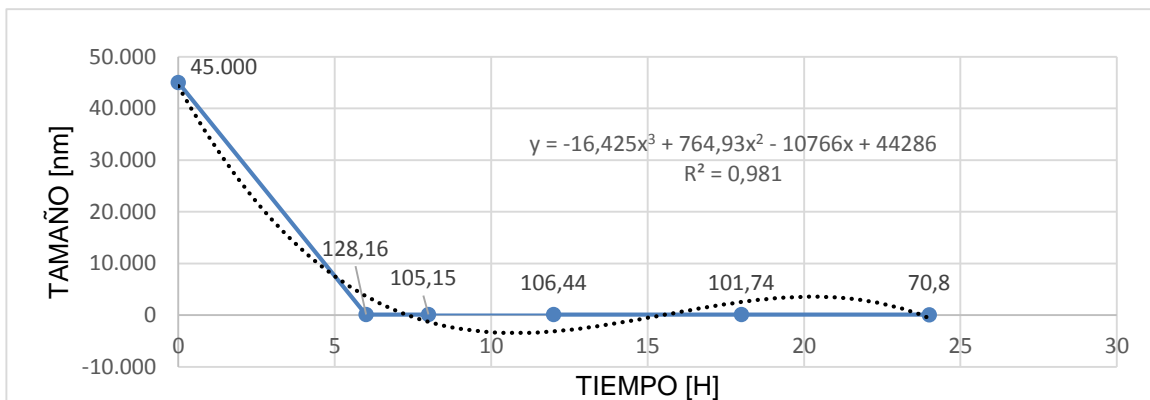


Figura 16. Metodología, curva promedio, Fuente: Autores del proyecto

4.5 COMPROBACIÓN DE COMPOSICIÓN DE LOS MATERIALES.

Este procedimiento se llevó a cabo con la búsqueda de los pesos atómicos de los elementos que componen los materiales. Luego se sacan el peso atómico de las moléculas en base a eso casar el porcentaje correspondiente a cada elemento, para de esta manera compararlos con los valores obtenidos en el análisis EDS como el de la figura 17.

Un ejemplo del procedimiento es el siguiente.

$$At Al = 26,98 \text{ gr/mol}$$

$$At O = 15,99 \text{ gr/mol}$$

$$At Al_2 = At Al * 2 = 53,96$$

$$At O_3 = At O * 3 = 47,97 \text{ gr/mol}$$

$$At Al_2O_3 = At Al_2 + At O_3 = 101,93 \text{ gr/mol}$$

$$\%At Al_2 = \frac{At Al_2}{At Al_2O_3} * 100 = \frac{53,96 \text{ gr/mol}}{101,93 \text{ gr/mol}} * 100 = 52,93\%$$

$$\%At O_3 = \frac{At O_3}{At Al_2O_3} * 100 = \frac{47,97 \text{ gr/mol}}{101,93 \text{ gr/mol}} * 100 = 47,07\%$$

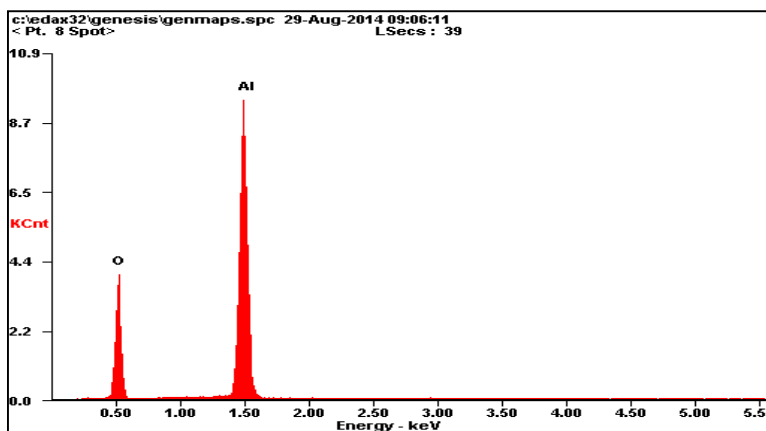


Figura 17. Análisis EDS Al₂O₃, Fuente: Laboratorio de microscopía electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Toma de datos de las imágenes captadas en los ensayos de microscopía electrónica para garantizar un 95% de confiabilidad de los valores a través de un proceso estadístico. Se involucran variables como: la desviación estándar (S), el producto entre el promedio y el porcentaje de error (e) y la constante que depende de la confiabilidad (Z).

5.1 PROCESO ESTADÍSTICO PARA ALÚMINA (Al₂O₃)

Tabla 3. Prueba estadística número 1, Al₂O₃, prueba 6H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _6H		
1170	1390	1730
1540	1160	1970
1250	1840	1070
1290		

$$S = 310,512122 \text{ nm}$$

$$\text{Promedio} = 1498 \text{ nm}$$

$$Z = 1,96 \text{ para confiabilidad del } 95\%.$$

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 66,02 = 66 \text{ datos}$$

Fuente: Autores del proyecto

Tabla 4. Prueba estadística número 2, Al₂O₃, prueba 8H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _8H		
1170	1110	1320
1750	1160	1070
1430	990	910
1520		

$$S = 260,215722 \text{ nm}$$

$$\text{Promedio} = 1243 \text{ nm}$$

$$Z = 1,96 \text{ para confiabilidad del } 95\%.$$

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 67,34 = 67 \text{ datos}$$

Fuente: Autores del proyecto

Tabla 5. Prueba estadística número 3, Al₂O₃, prueba 12H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _12H		
1110	1320	1860
1510	1560	1430
1280	1920	570
1410		

S= 382,159071 nm

Promedio= 1397 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

Fuente: Autores del proyecto

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 114,99 = 115 \text{ datos}$$

Tabla 6. Prueba estadística número 4, Al₂O₃, prueba 18H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _18H		
1550	1460	1740
1710	1380	1580
1850	1610	1120
700		

S= 339,378517 nm

Promedio= 1470 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

Fuente: Autores del proyecto

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 81,9 = 82 \text{ datos}$$

Tabla 7. Prueba estadística número 5, Al₂O₃, prueba 24H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _24H		
1400	1160	1250
1430	1230	1040
1540	880	910
1510		

S= 237,919221 nm

Promedio= 1235 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

Fuente: Autores del proyecto

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 57,02 = 57 \text{ datos}$$

5.2 PROCESO ESTADÍSTICO PARA DIÓXIDO DE TITANIO (TiO₂)

Tabla 8. Prueba estadística número 1, TiO₂, prueba 6H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _6H		
158,93	105,88	89,02
111,76	113,15	147,02
124,64	125,06	140,22
94,85		

S= 22,600384 nm

Promedio= 121,053 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 53,56 = 54 \text{ datos}$$

Fuente: Autores del proyecto

Tabla 9. Prueba estadística número 2, TiO₂, prueba 8H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _8H		
104,7	102,27	68,42
79,75	82,73	69,36
102,73	102,9	45,45
62,5		

S= 20,7058073 nm

Promedio= 82,081 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 97,78 = 98 \text{ datos}$$

Fuente: Autores del proyecto

Tabla 10. Prueba estadística número 3, TiO₂, prueba 12H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _12H		
97,69	82,28	90,96
116,22	74,93	109,79
89,25	114,93	97,86
105,65		

S= 13,8310586 nm

Promedio= 97,956 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 30,63 = 31 \text{ datos}$$

Fuente: Autores del proyecto

Tabla 11. Prueba estadística número 4, TiO₂, prueba 18H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _18H		
74,93	88,45	68,96
52,04	69,91	69,2
58,61	45,97	49,1
51,72		

S= 13,5870727 nm

Promedio= 62,889 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

Fuente: Autores del proyecto

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 71,72 = 72 \text{ datos}$$

Tabla 12. Prueba estadística número 5, TiO₂, prueba 24H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _24H		
69,79	59,17	46,33
40,23	46,43	63,23
68,96	70,15	67,02
57,65		

S= 11,0290094 nm

Promedio= 58,896 nm

Z= 1,96 para confiabilidad del 95%.

Fuente: Autores del proyecto

$$n = (Z^2 * S^2) / e^2 = 53,88 = 54 \text{ datos}$$

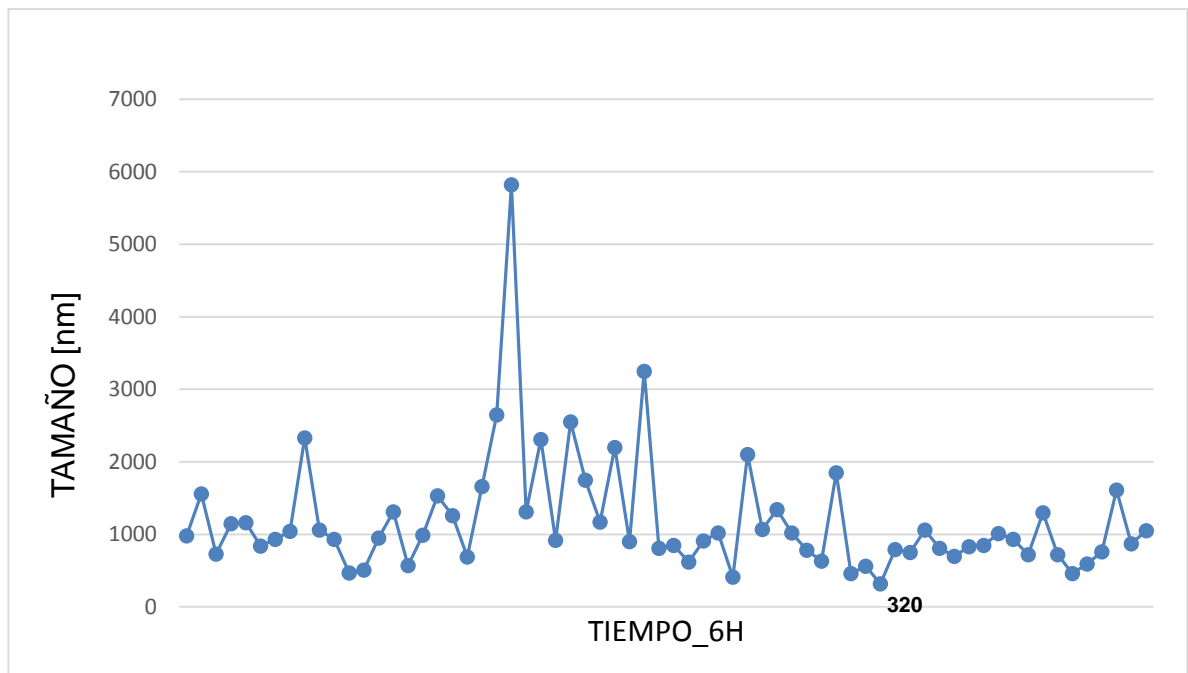
5.3 SELECCIÓN DE DATOS SEGÚN PROCESO ESTADÍSTICO PARA Al2O3

Tabla 13. Proceso de selección número 1 para Al2O3, prueba 6H.

Tamaño [nm]						
980	850	930	630	1660	900	1300
1560	620	470	1850	2650	3250	720
730	910	510	460	5820	810	460
1150	1020	950	560	1310	830	590
1160	410	1310	320	2310	850	760
840	2100	570	790	920	1010	1610
930	1070	990	750	2550	930	870
1040	1340	1530	1060	1750	720	1050
2330	1020	1260	810	2200	1300	720
1060	780	690				
PROMEDIO= 1246,41 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 17. Curva de Tamaño vs. Tiempo Al2O3, prueba 6H



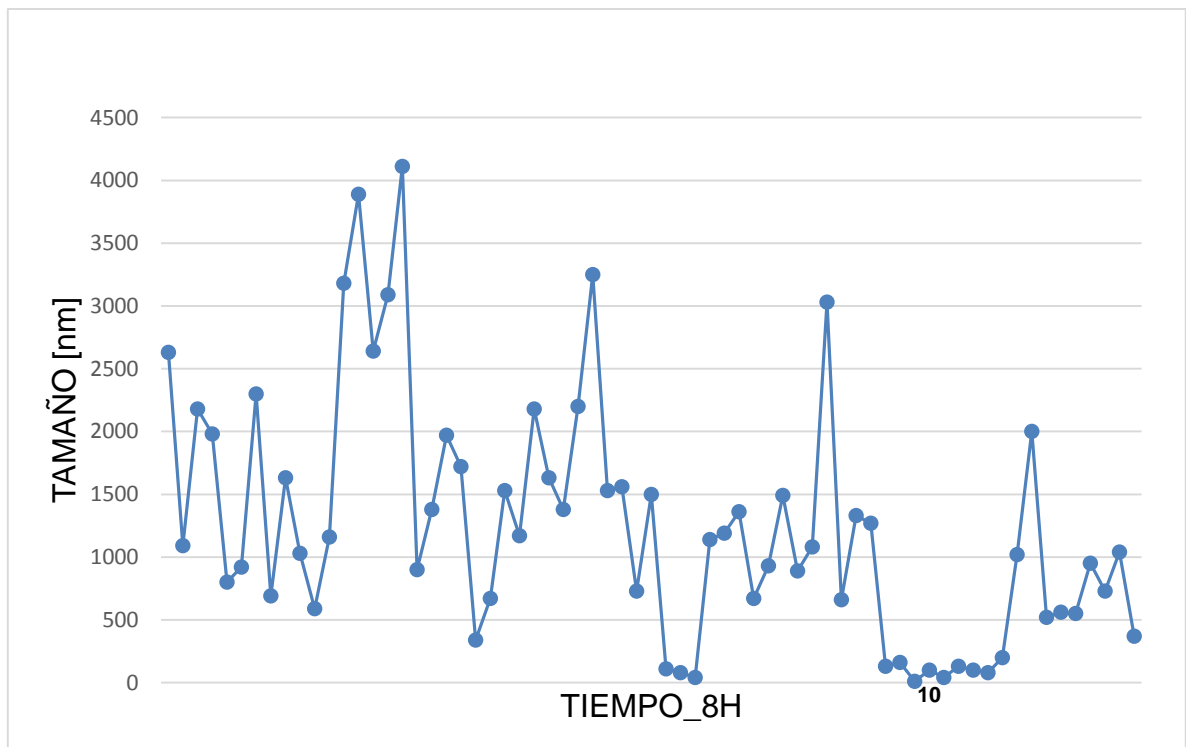
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 14. Proceso de selección número 2 para Al₂O₃, prueba 8H.

Tamaño [nm]						
2630	590	1720	1530	110	160	520
1090	1160	340	1560	80	10	560
2180	3180	670	730	40	100	550
1980	3890	1530	1500	1140	40	950
800	2640	1170	1080	1190	130	730
920	3090	2180	3030	1360	100	1040
2300	4110	1630	660	670	80	370
690	900	1380	1330	930	200	2000
1630	1380	2200	1270	1490	1020	890
1030	1970	3250	130			
PROMEDIO= 1246,41 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 18. Curva de Tamaño vs. Tiempo Al₂O₃, prueba 8H



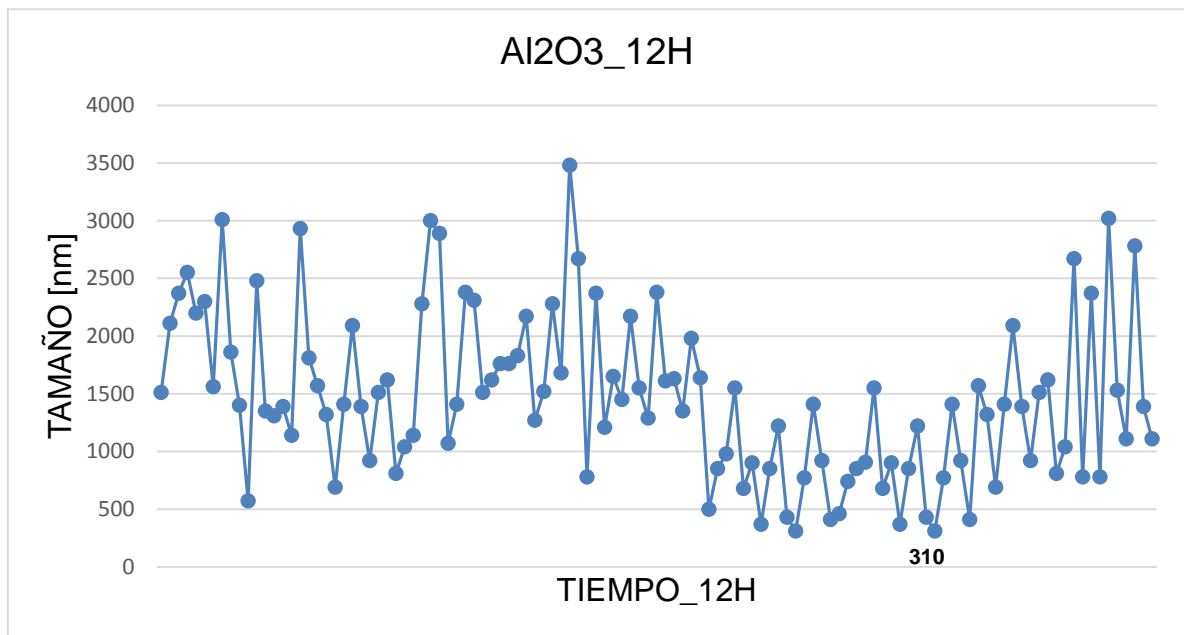
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 15. Proceso de selección número 3 para Al₂O₃, prueba 12H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _12H						
1510	1610	1810	1410	1410	920	1210
2110	1630	1570	920	2380	410	1650
2370	1350	1320	410	2310	1570	1450
2550	1980	690	460	1510	1320	2170
2200	1640	1410	740	1620	690	1550
2300	500	2090	850	1760	1410	1290
1560	850	1390	908	1760	2090	2380
3010	980	920	1550	1830	1390	3020
1860	1550	1510	680	2170	920	1530
1400	680	1620	900	1270	1510	1110
570	900	810	370	1520	1620	2780
2480	370	1040	850	2280	810	1390
1350	850	1140	1220	1680	1040	1110
1310	1220	2280	430	3480	2670	780
1390	430	3000	310	2670	780	2370
1140	310	2890	770	780	2370	1410
2930	770	1070				
PROMEDIO= 1462,15 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 19. Curva de Tamaño vs. Tiempo Al₂O₃, prueba 12H



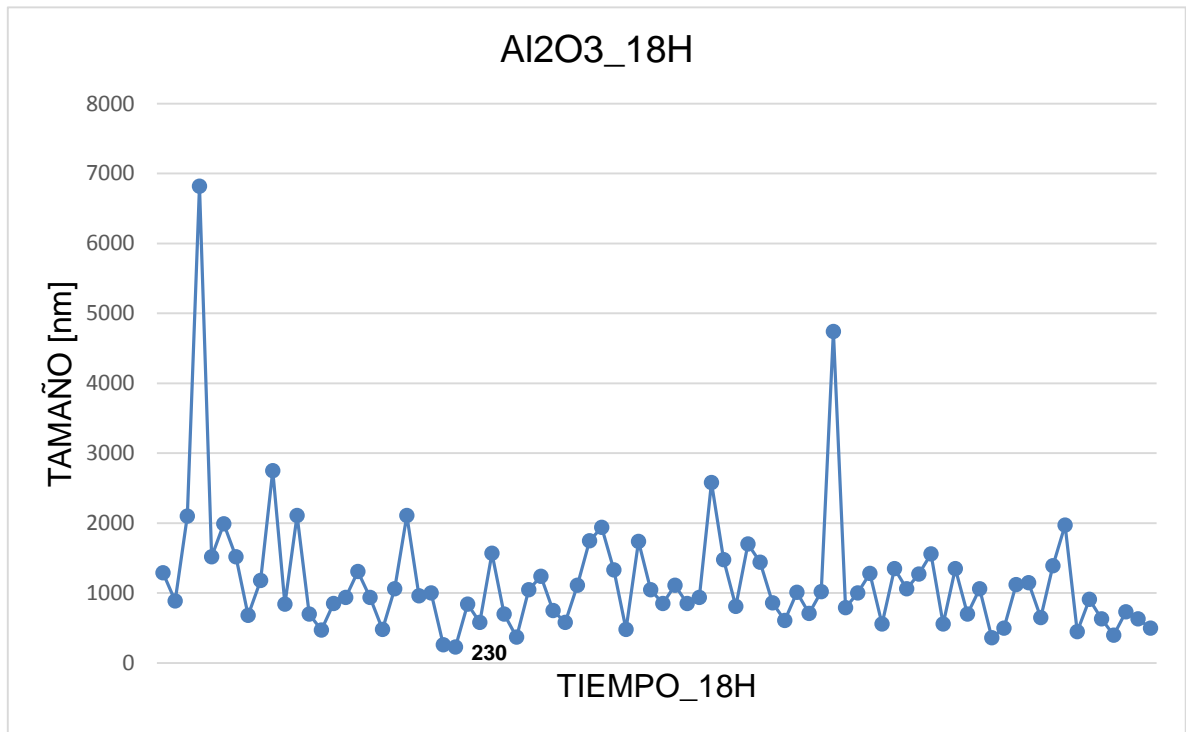
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 16. Proceso de selección número 4 para Al₂O₃, prueba 18H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _18H						
1290	850	840	610	2110	1060	1050
890	1110	2110	1010	960	1270	1240
2100	850	700	710	1000	1560	750
6820	940	470	1020	260	560	580
1520	2580	850	4740	230	1350	1110
1990	1480	940	790	840	700	1750
1520	810	1310	1000	580	1060	1940
680	1700	940	1280	1570	360	1330
1180	1440	480	560	700	500	480
2750	860	1060	1350	370	1120	1740
1150	650	1050	1390	1970	450	910
630	400	730	630	500		
PROMEDIO= 1179,51 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 20. Curva de Tamaño vs. Tiempo Al₂O₃, prueba 18H



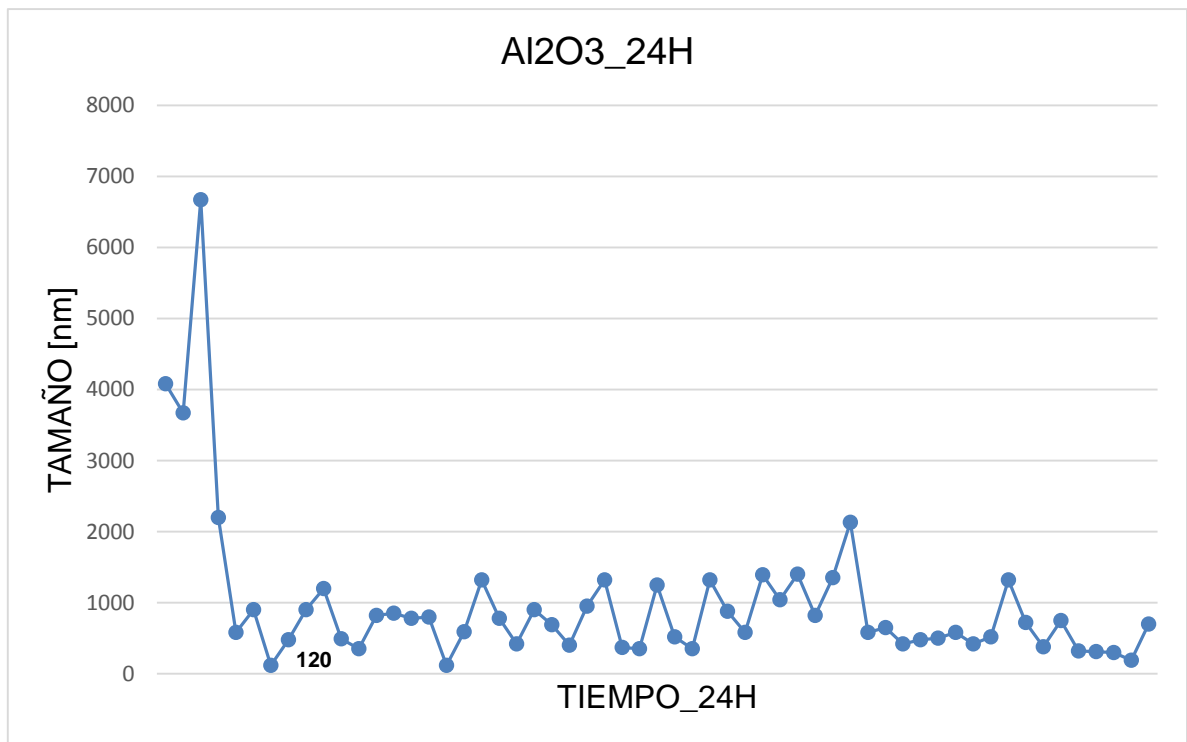
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 17. Proceso de selección número 5 para Al₂O₃, prueba 24H.

TAMAÑO [nm]_Al ₂ O ₃ _24H						
4080	520	900	820	120	580	950
3670	350	1200	1350	590	420	1320
6670	1320	490	2130	1320	520	370
2200	880	350	580	780	1320	350
580	580	820	650	420	720	1250
900	1390	850	420	900	380	310
120	1040	780	480	690	750	300
480	1400	800	500	400	320	190
700						
PROMEDIO= 969,64 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 21. Curva de Tamaño vs. Tiempo Al₂O₃, prueba 24H



Fuente: Autores del proyecto

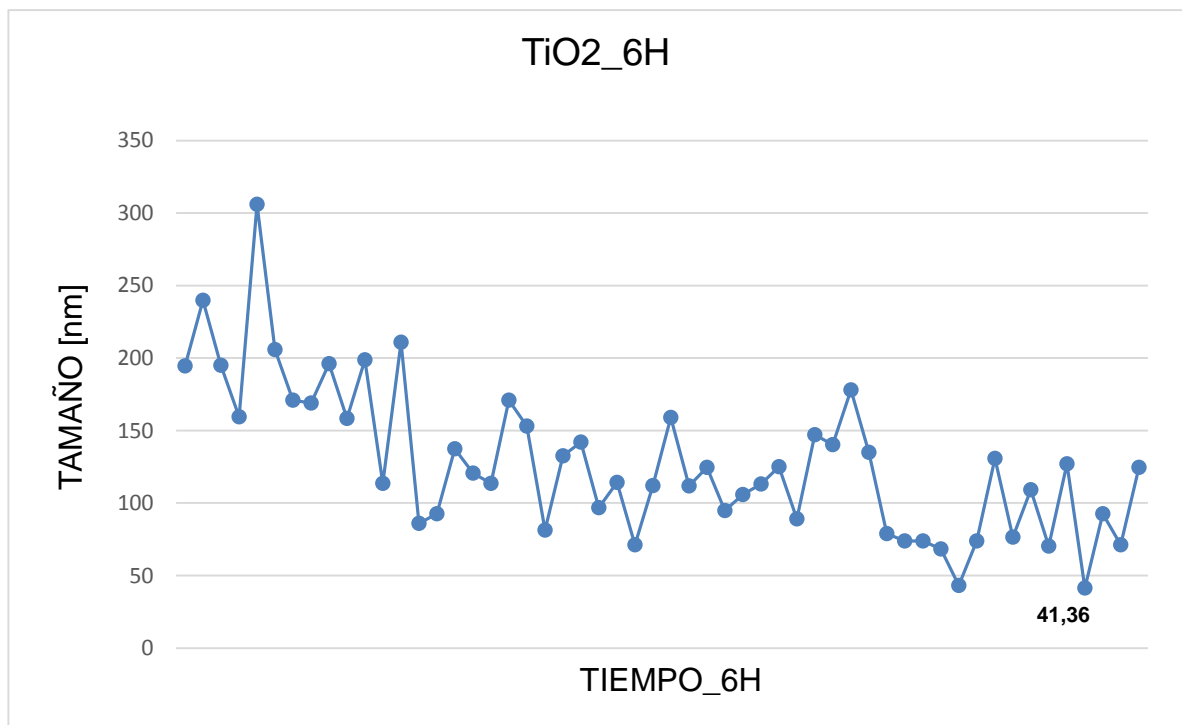
5.4 SELECCIÓN DE DATOS SEGÚN PROCESO ESTADÍSTICO PARA TiO2

Tabla 18. Proceso de selección número 1 para TiO₂, prueba 6H.

TAMAÑO [nm]_TiO2_6H						
194,51	158,93	196,16	147,02	120,6	43,27	114,2
239,71	111,76	158,27	140,22	113,64	73,86	71,19
194,88	124,64	198,78	177,96	170,93	130,81	111,92
159,49	94,85	113,63	135,06	152,99	76,44	92,49
305,97	105,88	210,92	78,93	81,35	109,14	71,2
205,8	113,15	85,98	73,86	132,64	70,28	124,61
170,83	125,06	92,49	73,85	142,05	127,05	41,36
168,93	89,02	137,31	68,42	96,76		
PROMEDIO= 128,16 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 22. Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO₂, prueba 6H



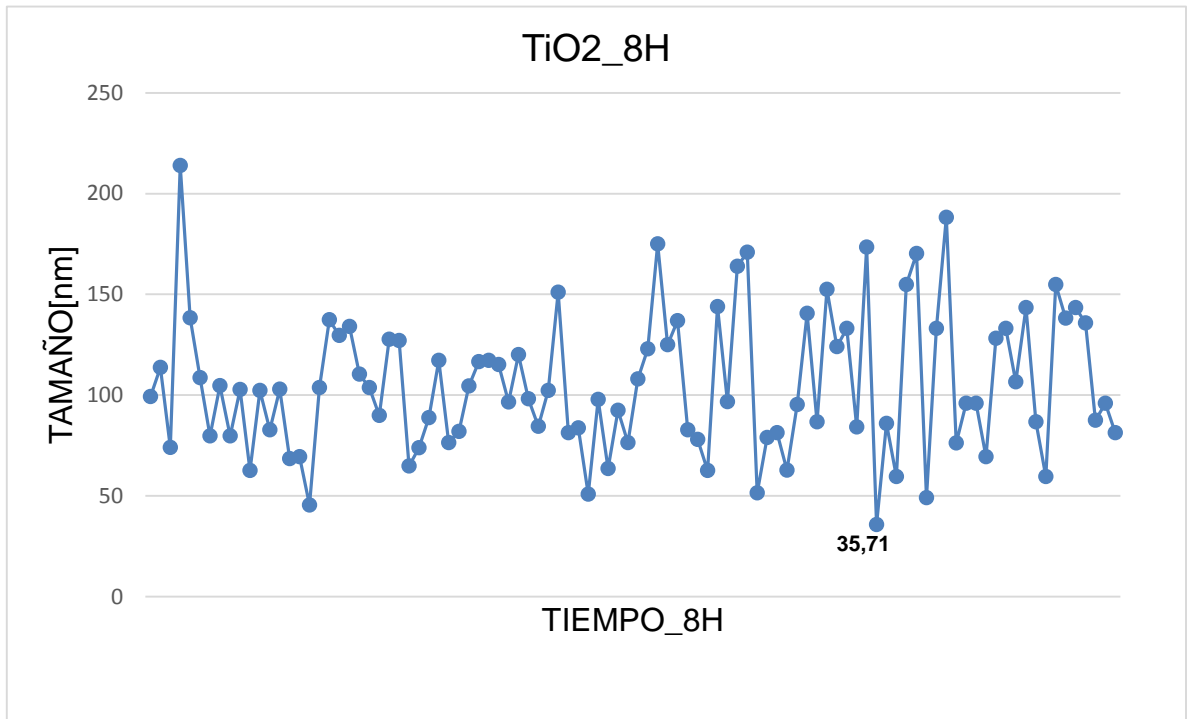
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 19. Proceso de selección número 2 para TiO₂, prueba 8H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _ 8H						
99,23	107,95	68,42	81,35	88,75	170,22	81,37
113,64	122,92	69,36	62,76	117,13	49,08	83,76
74,08	175,03	45,45	95,24	76,44	133,1	50,82
213,88	125	103,68	140,56	81,94	188,23	97,75
138,36	136,84	137,35	86,73	104,46	76,23	63,52
108,55	82,73	129,57	152,46	116,58	95,98	92,49
79,75	78	134,1	124,09	117,13	95,97	76,44
104,7	62,5	110,32	133,01	115,05	69,41	154,76
79,75	143,85	103,68	84,18	96,59	128,22	138,16
102,73	96,76	89,84	173,33	120,05	133,1	143,35
62,5	163,89	127,68	35,71	98,08	106,48	135,73
102,27	170,93	127,05	85,84	84,47	143,35	87,53
82,73	51,45	64,78	59,52	102,27	86,67	95,97
102,9	78,93	73,86	154,76	150,94	59,52	81,35
PROMEDIO= 105,15 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 23. Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO₂, prueba 8H



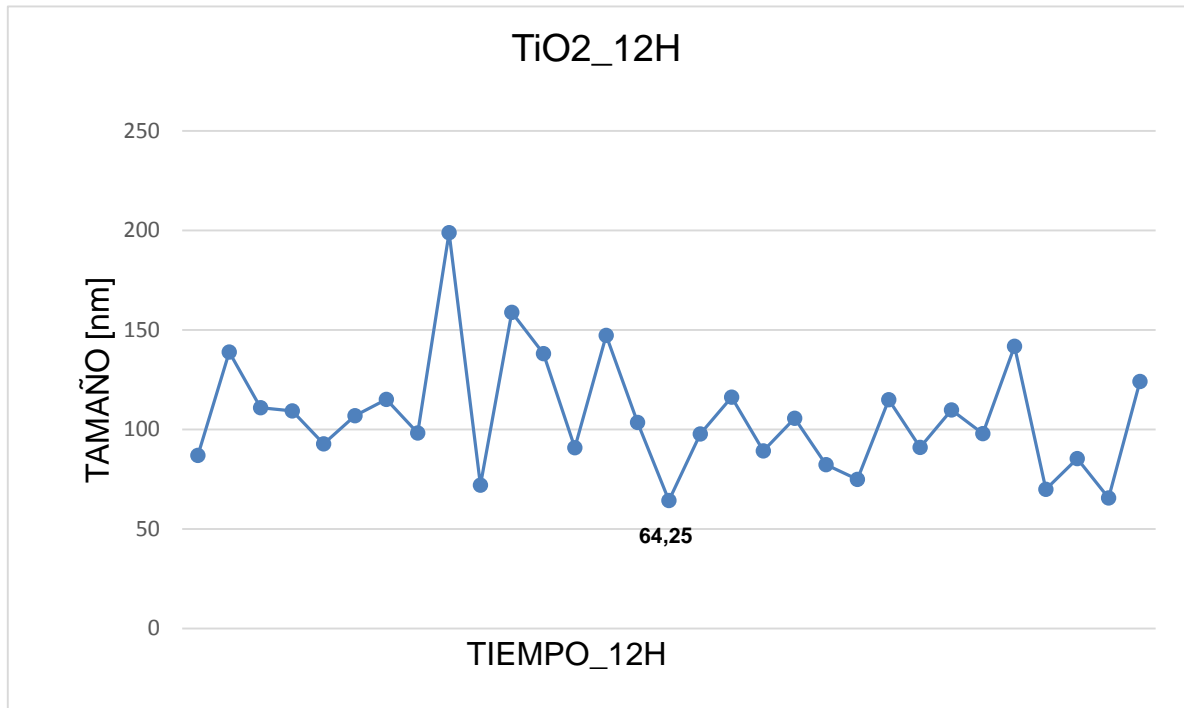
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 20. Proceso de selección número 3 para TiO₂, prueba 12H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _12H						
86,96	97,69	92,84	82,28	199	109,79	90,86
139	116,22	106,9	74,93	72,01	97,86	147,3
110,99	89,25	115,08	114,93	158,95	141,86	103,6
109,34	105,65	98,2	90,96	138,19	69,91	64,25
85,43	65,52	124,06	86,73	104,46	76,23	63,52
PROMEDIO= 106,44 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 24. Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO₂, prueba 12H



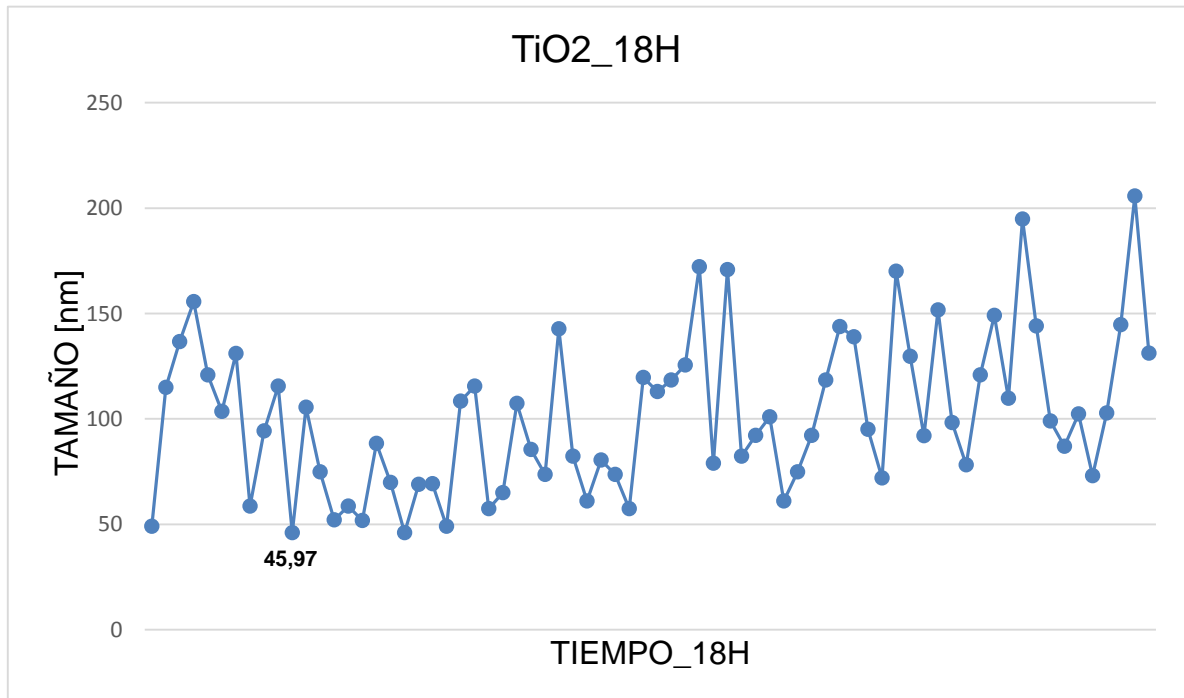
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 21. Proceso de selección número 4 para TiO₂, prueba 18H.

TAMAÑO [nm]_TiO ₂ _18H						
49,1	113	45,97	74,93	69,2	151,72	82,28
114,93	118,47	105,5	92,13	49,1	98,2	61,09
136,6	125,51	74,93	118,47	108,43	78,16	80,45
155,59	172,21	52,04	143,77	115,51	120,82	73,59
120,82	78,96	58,61	139	57,47	149,08	57,47
103,6	170,86	51,72	95,13	65,02	109,79	119,58
131,05	82,28	88,45	72,01	107,36	194,76	102,32
58,61	92,13	69,91	170	85,53	144,13	73,01
94,25	101	45,97	129,65	73,59	98,96	102,8
115,51	61,01	68,96	91,95	142,75	86,96	144,7
205,76	131,17					
PROMEDIO= 101,74 nm						

Fuente: Autores del proyecto

Figura 25. Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO₂, prueba 18H



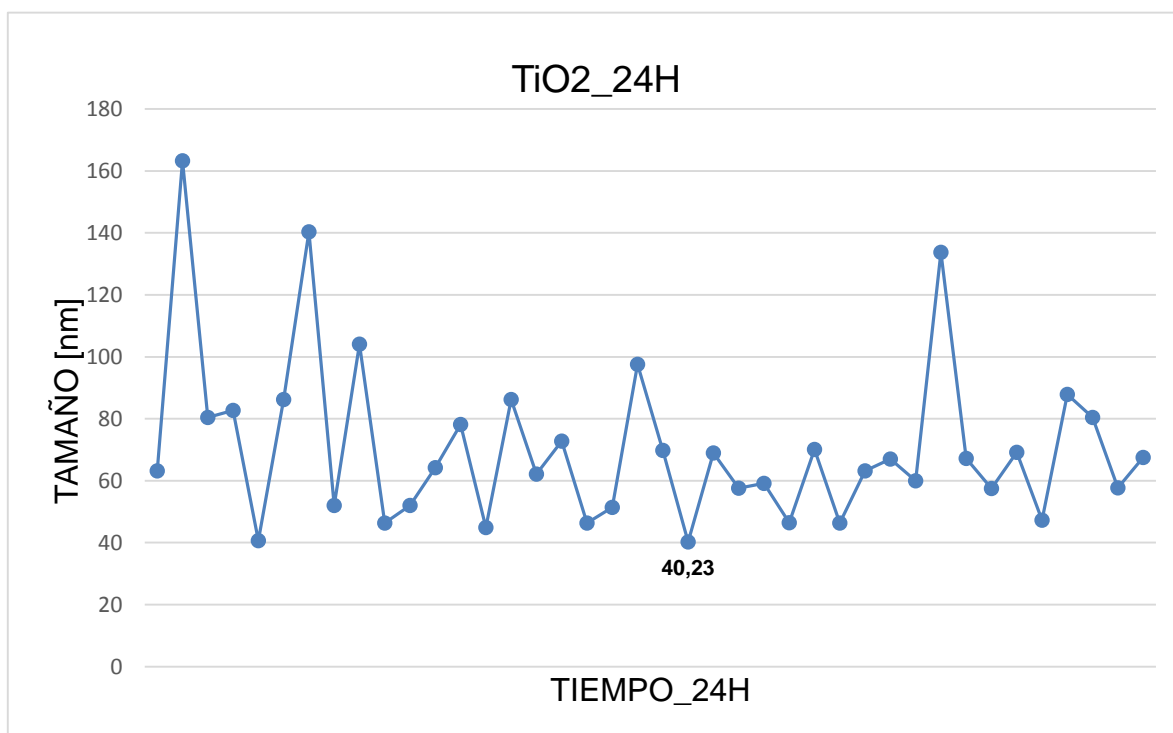
Fuente: Autores del proyecto

Tabla 22. Proceso de selección número 5 para TiO₂, prueba 24H.

TAMAÑO [nm]_TiO2_24H						
63,21	69,79	140,3	70,15	78,16	67,26	46,33
163,25	40,23	52,04	46,33	44,88	57,47	51,4
80,45	68,96	104,08	63,23	86,2	69,2	97,53
82,66	57,65	46,33	67,02	62,16	47,23	80,45
40,64	59,17	52,04	60	72,79	87,91	57,75
86,2	46,43	64,25	133,67	67,47		
PROMEDIO= 70,8 nm						

Fuente: Autores del proyecto

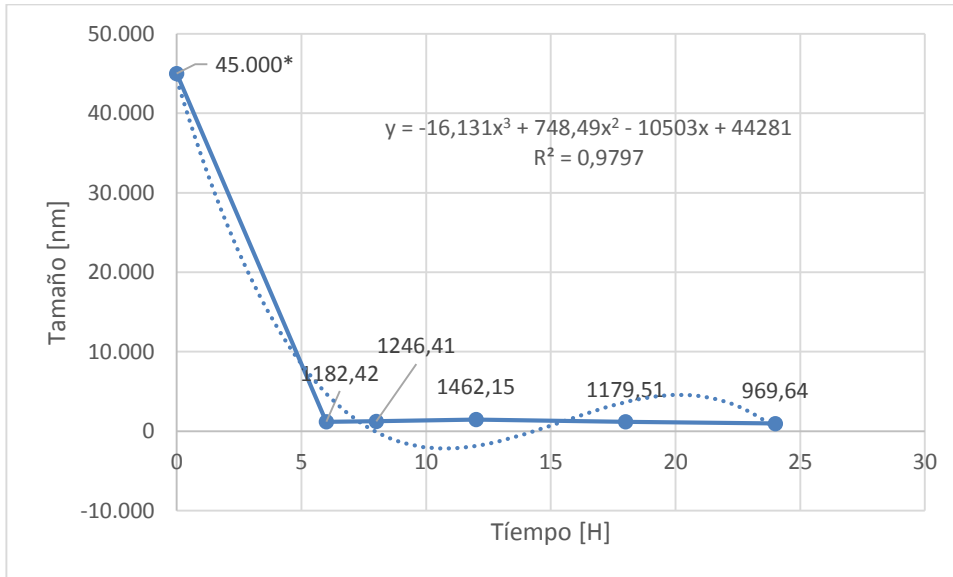
Figura 26. Curva de Tamaño vs. Tiempo TiO2, prueba 24H



Fuente: Autores del proyecto

5.5 CURVAS PROMEDIO SEGÚN PROCESO ESTADÍSTICO

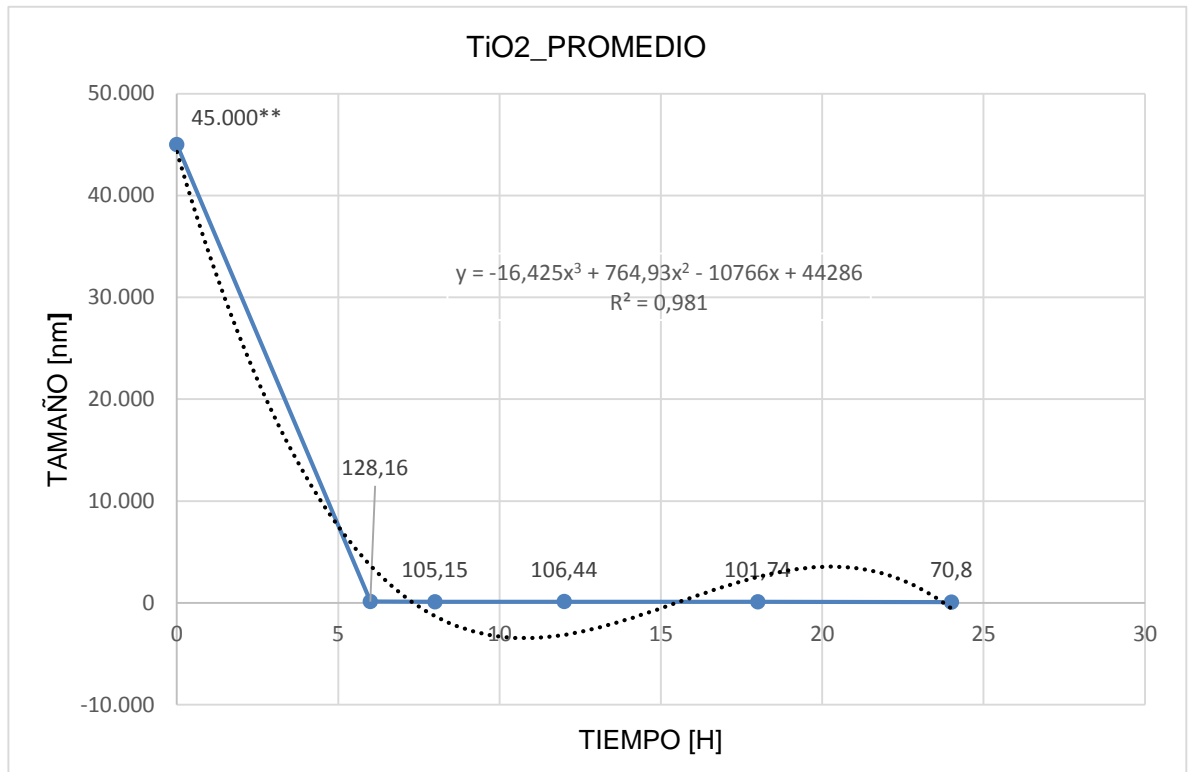
5.5.1 Curva promedio para Al₂O₃.



*El valor de 45.000 nm corresponde al tamaño de la partícula de Alúmina (Al₂O₃) en un tiempo cero, suministrado por el fabricante.

Figura 27. Curva prom. Tamaño vs. Tiempo Al₂O₃, Fuente: Autores del proyecto

5.5.2 Curva promedio para TiO2.



** El valor de 45.000 nm corresponde al tamaño de la partícula de Dióxido de Titanio (TiO2) en un tiempo cero, suministrado por el fabricante.

Figura 28. Curva prom. Tamaño vs. Tiempo TiO2, Fuente: Autores del proyecto

5.6 ANÁLISIS EDS PARA MATERIALES PROCESADOS

5.6.1 ANÁLISIS EDS, ALÚMINA (Al₂O₃)

Tabla 23. Proporción de peso y número atómico de Al₂O₃.

Fuente: Autores del proyecto

Elemento	Wt%	At%
Aluminio (Al)	58,88	45,92
Oxígeno (O)	41,12	54,08

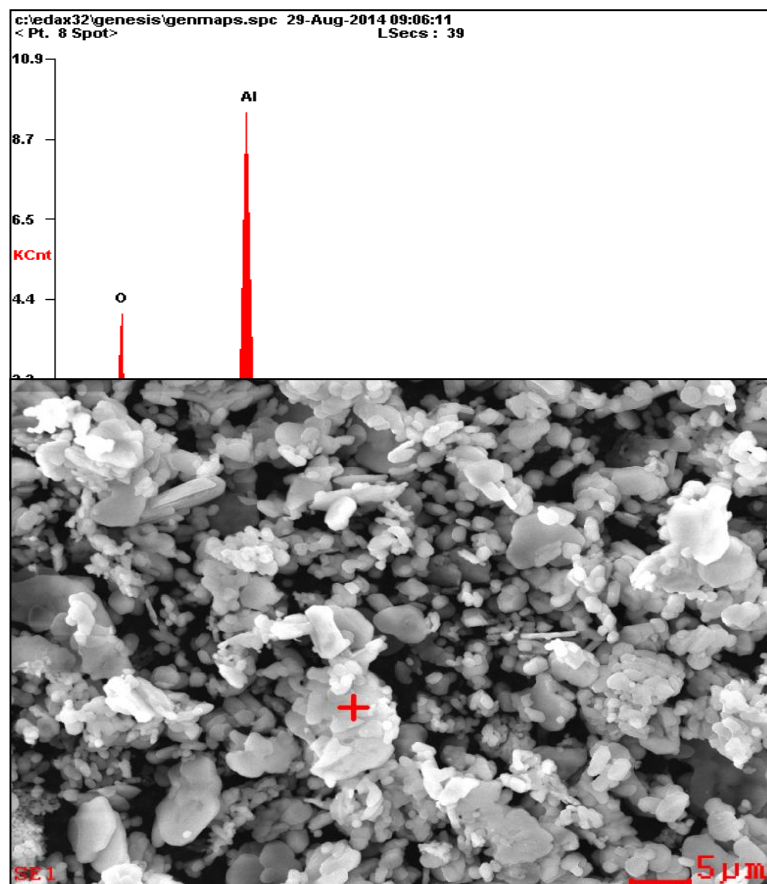


Figura 29. Análisis EDS Al₂O₃, Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

5.6.2 ANÁLISIS EDS, DIÓXIDO DE TITANIO (TiO₂)

Tabla 24. Proporción de peso y número atómico de TiO₂

Fuente: Autores del proyecto

Elemento	Wt%	At%
Titanio(Ti)	78,36	54,74
Oxigeno (O)	21,64	45,26

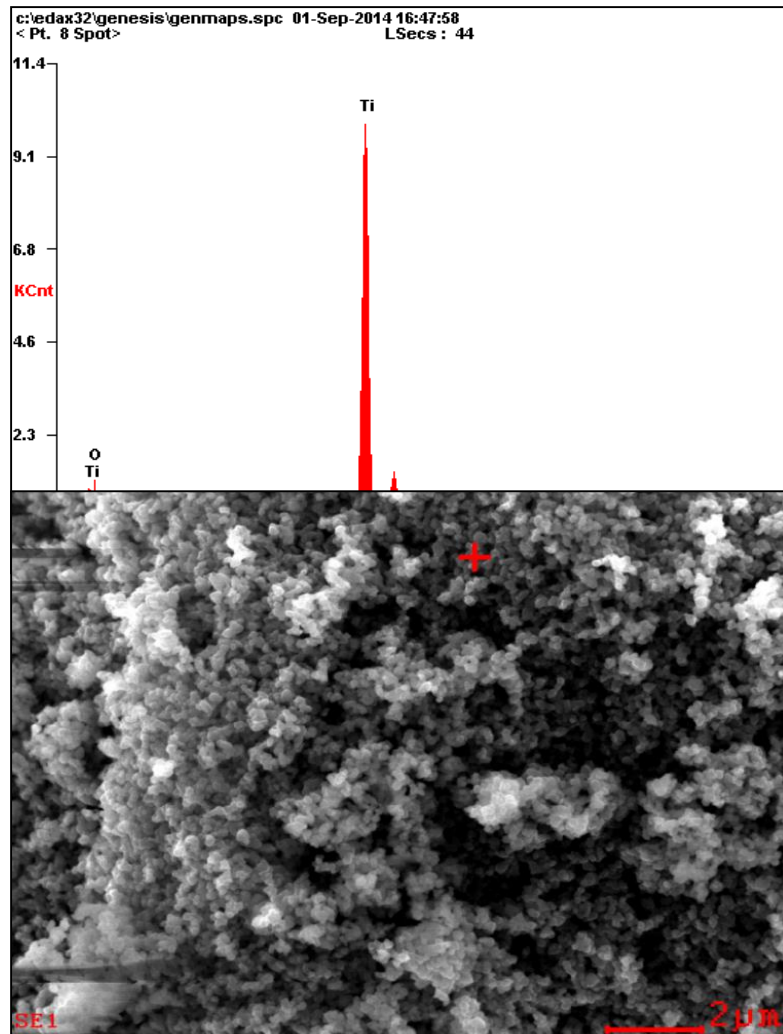


Figura 30. Análisis EDS TiO₂, Fuente: Laboratorio de microscopía electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Para la gráfica de curva promedio de tamaño vs tiempo para la alúmina, se puede obtener una curva de tendencia polinómica de tercer orden. Siendo la ecuación de la forma $y = -16,425x^3 + 764,93x^2 - 10766x + 44286$, $R^2 = 0,981$. siendo muy útil para poder acercarse al comportamiento en cualquier punto.
- En cuanto al comportamiento la gráfica de curva promedio de tamaño vs tiempo para el Dióxido de Titanio, se puede observar que de igual manera se obtiene una curva de tendencia polinómica de tercer orden. Siendo la ecuación de la forma $y = -16,425x^3 + 764,93x^2 - 10766x + 44286$, $R^2 = 0,981$.
- En cuanto al comportamiento general de los materiales se observa que en la alúmina no se logra obtener valores manométricos a diferencia del Dióxido de Titanio. Siendo el valor más bajo de 969,64 nm en la alúmina y 70,8 nm para el Dióxido de Titanio.
- Se debe tener en cuenta que para el análisis del proceso molienda de materiales por cavitación ultrasónica el valor en el tiempo cero el cual corresponde a 45 μm es un valor entregado por el fabricante, ya que no fue posible realizar el análisis de laboratorio para esta muestra.

6. CONCLUSIONES

- En el estudio de molienda por cavitación ultrasónica aplicado Dióxido de Titanio (TiO_2), se pudo obtener reducciones de partículas desde 45,000 nm hasta 70,8 nm es un periodo de ensayo de 24 horas. Por consiguiente la tendencia en función al tiempo podría ser una supuesta reducción del material ampliando el tiempo de prueba.
- Se elaboró un manual de mantenimiento y funcionamiento del equipo Hielscher UIP1000hd Ultrasonics GmbH. En el cual se documentó la experiencia en el ensamblaje, seguridad y funcionamiento tanto de los autores como del fabricante. Buscando con este documento ser fuente de consulta para futuros procesos a realizar con este equipo.
- Al obtener un valor promedio de 969,64 nm en la aplicación de la técnica de molienda de materiales por cavitación ultrasónica en los ensayos de 24 horas en el Alúmina (Al_2O_3), de la cual se partió de valores de 45.0000 nm suministrado por el fabricante, se puede identificar un porcentaje de reducción del 97,84%, sin embargo no se logró obtener valores a escala nanométrica. Por consiguiente se debería ampliar el tiempo de análisis para lograr partículas a dicha escala.
- Según los resultados obtenidos por el análisis EDS y los cálculos para la comprobación, se puede concluir que la composición durante el proceso realizado se mantuvo, es decir, los materiales de los ensayos realizados siguen siendo Alúmina (Al_2O_3) y Dióxido de Titanio (TiO_2).

7. RECOMENDACIONES

- Se sugiere para pruebas futuras la realización del análisis del material en el tiempo cero, ya que este parámetro sería un dato con las mismas cualidades de estudio a los ensayos realizados.
- Adquirir equipos de medición de temperatura, agitadores, vasos de precipitado para tener más fiabilidad y precisión en el proceso, además de guantes, tapabocas y tapa oídos para tener un ambiente de trabajo bajo normas de seguridad.
- Se recomienda obtener la caja acústica que proporciona el fabricante para el uso del transductor ultrasónico, sirve para evitar contaminación auditiva y la formación de hongos a causa de la humedad generada, por la evaporación de la mezcla en una caja de madera, que fue la utilizada en este proyecto.
- Realizar más pruebas utilizando el proceso aplicado para variar diferentes parámetros involucrados, con el fin de obtener más información y fortalecer la base de datos para tener más certeza del comportamiento de molienda de por cavitación ultrasónica en diferentes materiales.

8. OBSERVACIONES

- Al momento de realizar las pruebas, se pudo apreciar que la mezcla se evaporaba aproximadamente 100mL por hora lo que hace necesario tener un control de la temperatura y del volumen para evitar inspecciones en tan cortos periodos de tiempo, de esta manera se optimizara el proceso.
- Culminados los procesos de molienda por cavitación ultrasónica se podría observar las diferencias de tiempo a la hora de sedimentación del Alúmina (Al_2O_3) es mucho más lenta que la del Dióxido de Titanio (TiO_2). De cierta manera el Dióxido de Titanio dio mejor comportamiento a la hora de secado y análisis de microscopia.
- Al realizar el secado de las muestras se observó que parte del material se adhería a las paredes de los recipientes utilizados, lo cual daba como consecuencia perdida de material a la hora de la recolección de la muestra.

9. BIBLIOGRAFÍA

- **[1]** HIELSCHER, Cavitación ultrasónica en líquidos [online], 1999 - 2014, <http://www.hielscher.com/es/cavitat.htm> [Consulta: viernes, 21 de febrero de 2014]
- **[2]** -----, Molienda por vía húmeda y micro-moliencia ultrasónica [online], 1999 – 2014, http://www.hielscher.com/es/mill_01.htm [Consulta: sábado, 22 de febrero de 2014]
- **[3]** HIELSCHER, Dispersión y desaglomeración ultrasónica[online], 1999 – 2014, <http://www.hielscher.com/es/cavitat.htm> [Consulta: sábado, 22 de febrero de 2014]
- **[4]** QUIMINET.COM, Tipos de alúmina y sus principales usos, 26 de febrero de 2014, <http://www.quiminet.com/articulos/tipos-de-alumina-y-sus-principales-usos-4110.htm>, [Consulta: sábado, 22 de febrero de 2014]
- **[5]** TECNIACÚSTICA, Efectos de la cavitación acústica sobre la molienda de partículas en suspensión, 2000, <http://digital.csic.es/bitstream/10261/6949/1/ult19.pdf> [Consulta: viernes, 21 de febrero de 2014]

- **[6]** MATERIALES Y MATERIAS PRIMAS, Nanotecnología, Ministerio de Educación. Instituto Nacional de Educación Tecnológica, 2011, <http://www.inet.edu.ar/wp-content/uploads/2012/11/nanomateriales.pdf> [Consulta: miércoles, 20 de agosto de 2014]
- **[7]** -----, información general sobre el procesamiento en ultrasonidos [online], 1999 – 2014, http://www.hielscher.com/es/mill_01.htm [Consulta: miércoles, 20 de agosto de 2014]
- **[8]** -----, Dispersión y reducción del tamaño de los nanomateriales [online], 1999 – 2014, <http://www.labdelivery.cl/Dispositivos%20de%20ultrasonidos%20para%20dispersi%C3%B3n%20de%20nanomateriales.pdf> [Consulta: miércoles, 20 de agosto de 2014]
- **[9]**-----, Microscopia electrónica de barrido [online], 2012, <http://www.upv.es/entidades/SME/info/753120normalc.html> [Consulta: viernes, 22 de agosto de 2014]
- **[10]**-----, Amplitud [online], 2000 – 2008, http://fisica.medellin.unal.edu.co/recursos/lecciones/leccion_ondas_mecanicas_universidad/concepto/index412.htm [Consulta: miércoles, 20 de agosto de 2014]

10. ANEXOS

MANUAL EQUIPO HIELSCHER UIP1000hd PROCESADOR DE ULTRASONIDOS

- **DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO**

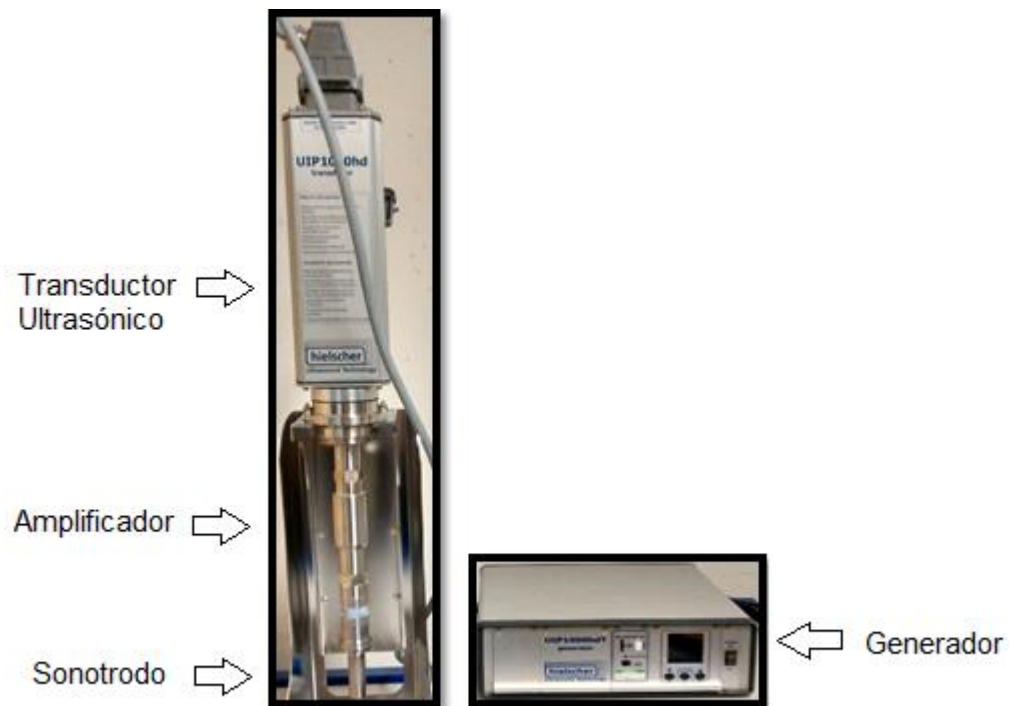
La UIP1000hd procesador de ultrasonidos ha desarrollado para su uso en laboratorios y la industria.

El transductor ultrasónico crea ondas por la estimulación eléctrica transferida a través de sonotrodos directamente al medio que se trata con ultrasonidos. El procesador de ultrasonidos es adecuado para el uso en laboratorios de tiempo corto, así como para la instalación en una máquina o dispositivo en la industria.

Denominaciones

- **Generador:**
Parte eléctrica del procesador de ultrasonidos.

- **Procesador ultrasonido:**
Consta del sistema completo de ultrasonidos, que consta de transductor y el generador.
- **Transductor ultrasónico:**
Parte electromecánica del procesador de ultrasonidos, la transferencia de la energía eléctrica en oscilaciones mecánicas.
- **Amplificador:**
Parte mecánica, montado entre el transductor ultrasónico y sonotrodos. Dependiendo de la dirección de la instalación, que sirve para el aumento o la reducción de la amplitud mecánica de los sonotrodos.
- **Sonotrodo:**
Herramienta del procesador de ultrasonidos, conectado con el transductor o de refuerzo para la transferencia de las oscilaciones al medio que se trató con ultrasonidos.



Fuente: Autores del proyecto

- **DATOS TÉCNICOS**

Especificaciones técnicas

Procesador de ultrasonido	UIP1000hd
Eficiencia	>85%
Frecuencia de operación	20 KHz + 1 kHz
Control de amplitud	50%.....100%, continúa.

Datos eléctricos

Carga conectada

UIP1000hd:

200... 240 AC, 48... 63 Hz, monofásica o típico para el país 100... 130V AC, 48... 63 Hz, monofásico.

Advertencia

El dispositivo no está diseñado para ser conectado a la línea de energía de la red pública (CA). El UIP1000hd usted puede utilizar este dispositivo solamente en una zona industrial con fuente de alimentación industrial (el UIP1000hd pertenece a la categoría, no consumidor equipo médico científico industrial) La razón de esta prohibición es que hay diferentes límites eléctricos para los productos industriales y los que en privado hogares.

Fusible

UIP1000hd:

115V 100V...130 V: 16 A

230V 200V... 240V: 8A

Máxima amplitud

Hasta aprox. 100 um en la cara frontal del sonotrodo, dependiendo del sonotrodo y amplificador.

Entrada de energía 1000w dependiendo del sonotrodo, aumentador de presión, medios de comunicación, presión, temperatura, etc.

Condiciones ambientales máximas permisibles

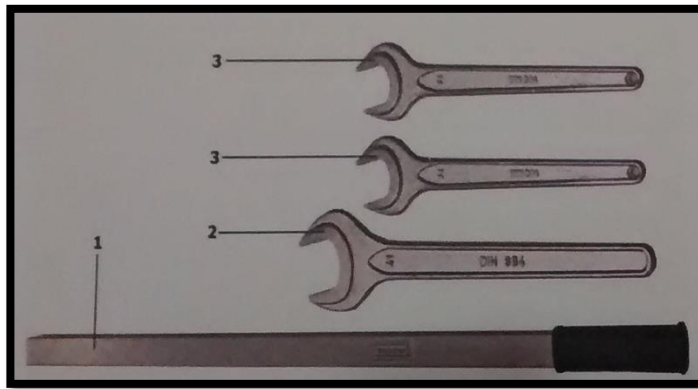
Rango de temperatura +5 (+41°F)...+40°C (+104°F)

Humedad relativa 10...90%, sin condensación

• **MONTAJE Y DESMONTAJE DE SONOTRODOS**

Descripción

Para el montaje y desmontaje de sonotrodos necesitará el set de herramientas, que es parte de nuestro equipo.



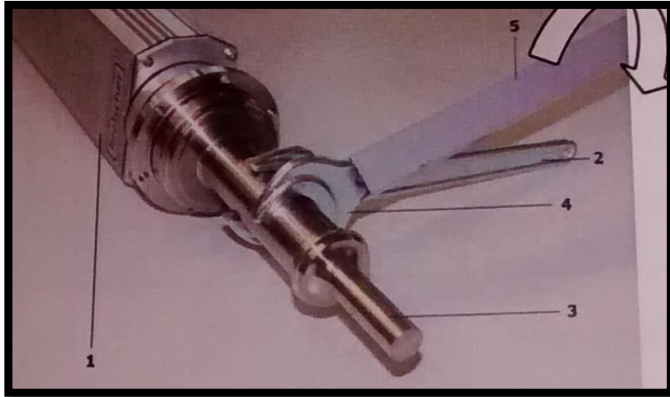
1. Extensión
2. Llave de extremo abierto SW41 para amplificador.
3. Llave de extremo abierto SW32 para sonotrodo.

Fuente: Hielscher UIP1000hd operating instructions

Montaje de sonotrodos

El sonotrodo tiene que estar conectado a la salida del transductor ultrasónico con su respectivo torque de ajuste. Para montar el sonotrodo por favor siga los pasos aquí descritos:

1. Limpiar y desengrasar las superficies de contacto y la rosca de los pernos de titanio, no utilice piezas dañadas.
2. Apretar lo que más se pueda el sonotrodo a la salida del transductor, con la mano.
3. Tome la llave SW32 extremo abierto y fijar el transductor en la planta.
4. Apriete el sonotrodo por medio de la llave abierta y la extensión aproximadamente a un torque de 200 N-m.



1. Transductor
2. Llave de extremo abierto para el ajuste con el transductor.
3. Sonotrodo
4. Llave de extremo abierto SW32
5. Extensión

Fuente: Hielscher UIP1000hd operating instructions.

Desmontaje de sonotrodos

El desmontaje sigue los pasos descritos anteriormente en el orden inverso.

Aflore el sonotrodo por medio de las llaves abiertas y la de extensión. Termine de soltar el sonotrodo de la salida del transductor con la mano. Revise y limpie las superficies de las piezas en contacto.

- **FUNCIONAMIENTO**

Operación en laboratorios

Para el funcionamiento del procesador de ultrasonidos en el laboratorio puede funcionar con el soporte ST2 por medio de la brida. El soporte necesario está disponible como accesorio.

Operación en máquinas y dispositivos

En caso de uso del procesador de ultrasonidos en máquinas o dispositivos el transductor se monta firmemente en su brida como se describe.

Por favor, considere instalar todos los cables cuidadosamente para evitar daños. Considere suficiente espacio para el montaje y desmontaje del transductor.

En caso del uso de múltiples procesadores ultrasónicos los generadores pueden ser integrados en un armario de conmutación industrial.

Encendido y apagado del procesador de ultrasonidos

Prepare sus muestras antes de encenderlo.

Consideraciones para encender

- El medio se prepara para ser contacto con ultrasonidos.
- La conexión eléctrica del procesador de ultrasonidos se realiza (el enchufe de alimentación está conectado).
- El procesador ultrasónico está conectado al generador y los enchufes y tomas de corriente en la parte trasera del generador se bloquean por medio del arco protector.
- El transductor se fija en la base o en la máquina.

Encendido y apagado

Por favor considere las siguientes indicaciones cuando se ejecuta el procesador de ultrasonidos:

1. Ajuste la amplitud en el panel.
2. Sumerja el sonotrodo en el medio para ser sonicado. Considere la profundidad máxima de inmersión del sonotrodo.
3. Encienda el interruptor de alimentación del generador para que el tiempo que necesita. El LED verde se enciende cuando el procesador de ultrasonidos está funcionando sin problemas.
4. Apague el interruptor de alimentación si desea terminar la operación.

La decoloración de los materiales y los cambios en los sonotrodos

Durante el funcionamiento de los sonotrodos en el líquido, con o sin el uso de celdas de flujo, los cambios en la superficie de los sonotrodos se levante. Tales cambios podrían ser las manchas o agujeros pequeños. Por tanto, la razón es la generación de cavitación en el área de la superficie del sonotrodo, lo que provoca un desprendimiento de partículas muy pequeñas, que están pasando por encima de en el líquido para ser sonicado. Este proceso conduce en consecuencia a un desgaste del sonotrodo. El tiempo de operación resultante del sonotrodo será determinado principalmente por el tamaño de la amplitud, por las propiedades químicas y físicas del líquido a ser sonicado y por otros parámetros de sonicación como: la presión y la temperatura. Los cambios en los sonotrodos dentro del tiempo de funcionamiento no tienen influencia en su función. Estos cambios no son defectos en términos de garantía.



Fuente: Hielscher UIP1000hd operating instructions.

- **MANTENIMIENTO**

El UIP1000hd procesador de ultrasonidos no necesita ningún tipo de mantenimiento, los sonotrodos son piezas de desgaste.

Limpieza

Si es necesario limpiar el procesador de ultrasonidos y el sonotrodo con un paño húmedo. Usted puede agregar al agua un agente de limpieza de la luz.

En la dependencia del medio, el sonotrodo se puede limpiar con un paño mojado con alcohol.

¡Por favor, evite la penetración de agua u otros líquidos en el generador!

Cambiar piezas desgastadas

Por favor, los sonotrodos con superficies de contacto que se desgastan o se dañan, deben ser cambiados.

El grado y la velocidad de desgaste dependen de los parámetros operacionales, por ejemplo: amplitud, el medio y la presión.

APAGADO Y TRANSPORTE

1. Desconectar
2. Desconecte la fuente de alimentación
3. Si es necesario quitar de la base o modificar la configuración de la máquina
4. Desmontar el sonotrodo

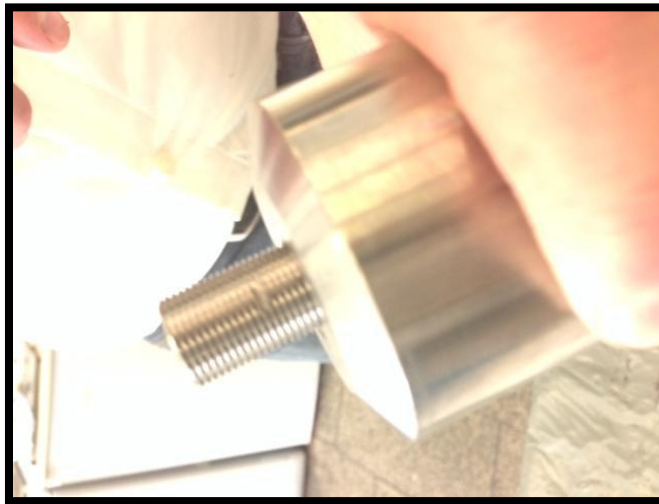
- **ENSAMBLAJE**

Montaje de amplificador y sonotrodo



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

1. Aquí un ejemplo para montarlo con una celda de flujo pequeño



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

En la mayoría de los casos, la combinación es amplificador y sonotrodo



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Tomar los anillos de 40mm*3mm



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Poner los anillos en los elementos a ensamblar



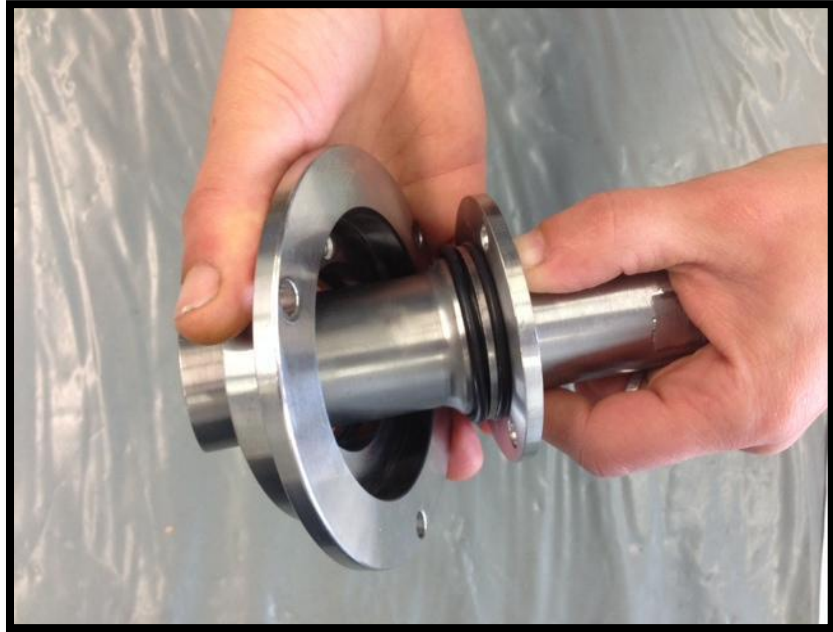
Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Ahora toma el anillo de obturación más pequeña de la celda de flujo



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Ahora poner la brida de mayor sellado con la celda de flujo



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Poner todos los elementos juntos



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Ahora se toma el anillo de sellado más grande y lo inserta en la posición interior de la celda de flujo



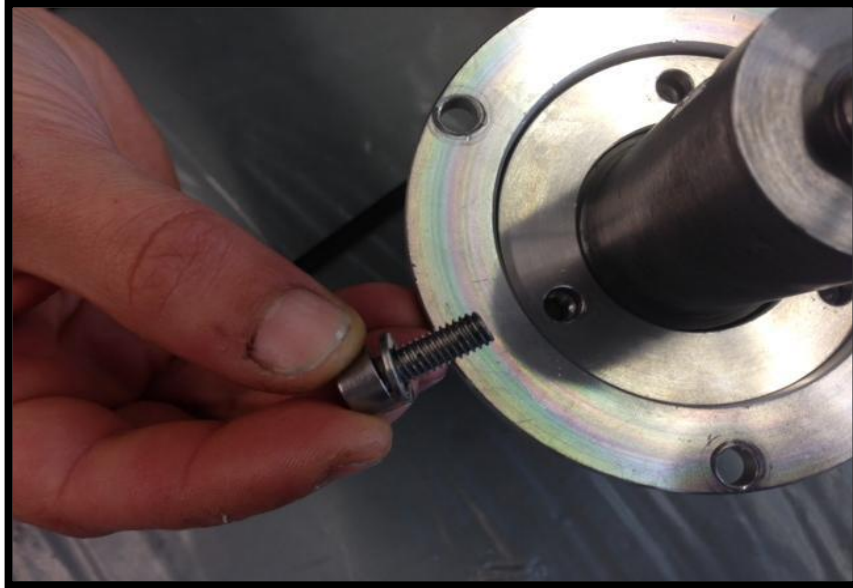
Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Debe quedar ensamblado de esta manera



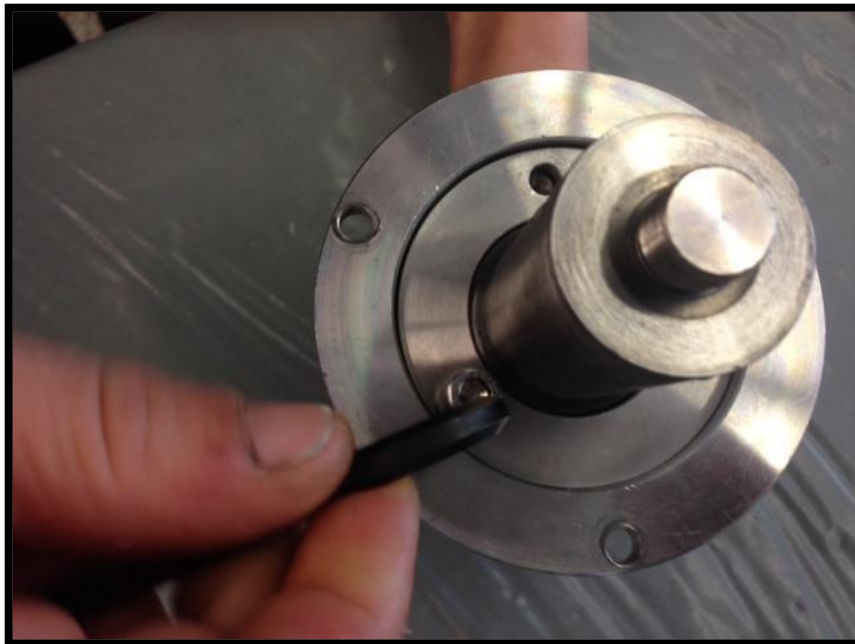
Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Poner las piezas juntas



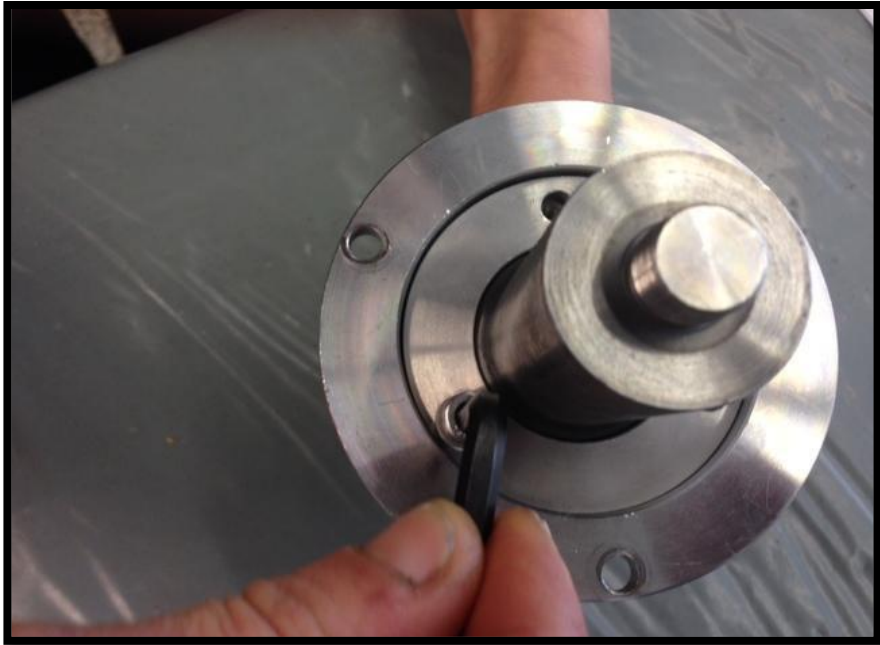
Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Tener en cuenta que hay dos tamaños de tornillo diferente



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Finalice el ensamble atornillando firmemente



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

2. A continuación se muestra como se sujetan las piezas de la tubería

Tome las piezas y haga un sellado correcto

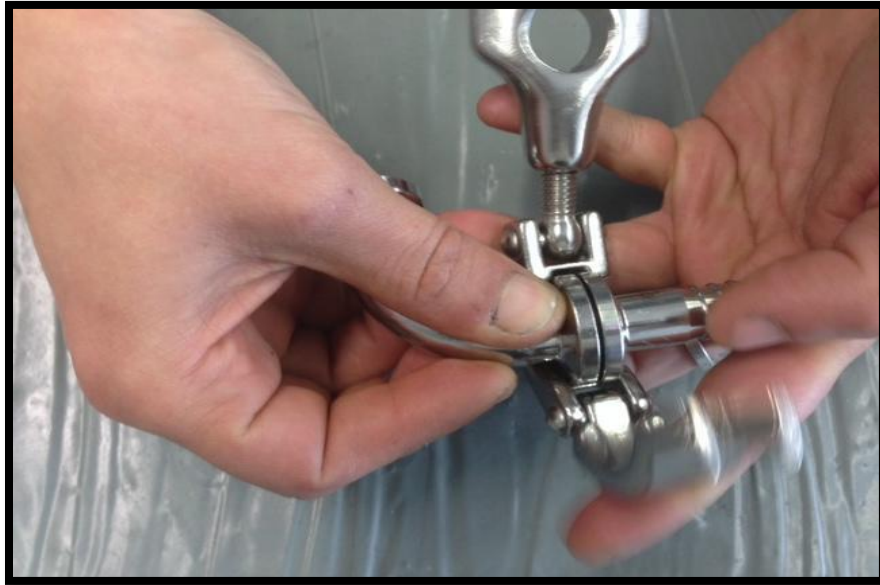


Fuente: Hielscher Ultrasound Technology



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Fijar las piezas conectadas con abrazaderas



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Entre cada conexión que necesita sellado



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

3. Montaje y como ajustar correctamente las piezas al transductor



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Debe poner el transductor en esta posición para evitar daños internos. Con dos llaves de extremo abierto 32 se hace esta operación.



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Repita este paso para apretar el sonotrodo. Utilice el mango de extensión para apretar las piezas. El fabricante recomienda un torque de 200 N-m.



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

4. Instalación del transductor y Generador



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Se conecta el cable de datos y energía entre el transductor y el generador

Parte trasera del generador – enchufe del cable



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Nunca enrolle el cable sobrante. Esto puede generar interferencia en la señal.



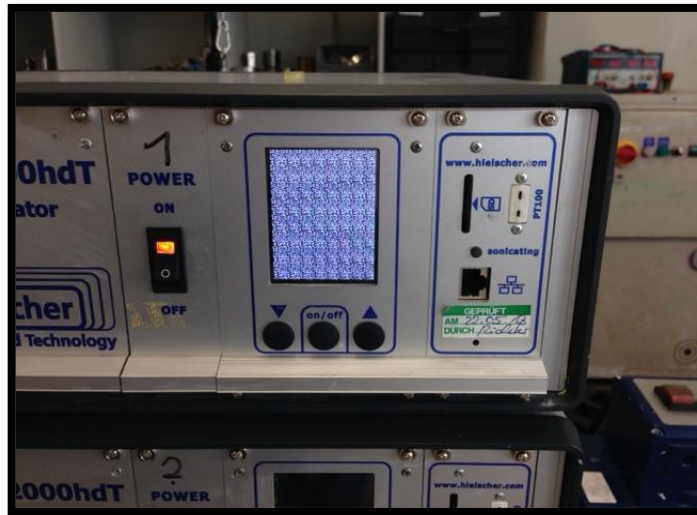
Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Ahora se inserta la tarjeta SD, debe estar en formato FAT32.



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

5. Encendido del generador, después de aprox. 5 segundos aparece esta pantalla.



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Ahora seleccione el botón "ajustes"



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Esta es la pantalla del menú de ajustes. Se selecciona tiempo (time) si desea temporizar el proceso.



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Usted puede elegir tiempo si desea temporizar la sonicación. El siguiente punto del menú es la calibración. Asegúrese de que el transductor, el amplificador y el sonotrodo estén bien ajustados. No toque el sonotrodo mientras esté funcionando. Esto dura unos 30 segundos. Utilizar protección para los oídos.



Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

Después de la calibración la pantalla le ofrece un informe. El LED encendido indica que el equipo esta sonicando y funcionando correctamente.



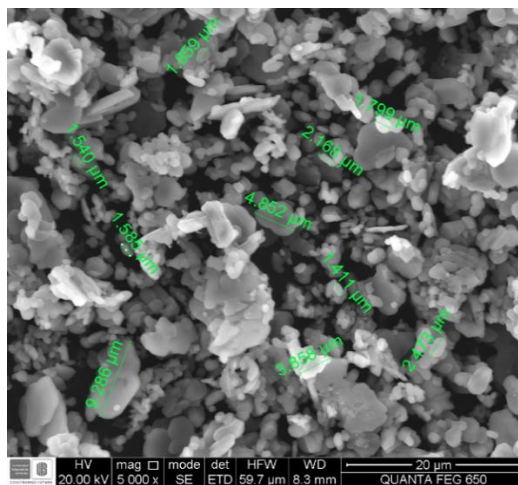
Fuente: Hielscher Ultrasound Technology

BIBLIOGRAFÍA

- Hielscher Ultrasound Technology , instructivo de ensamblaje de procesador ultrasónico UP1000hd, [Consulta: viernes, 21 de febrero de 2014]

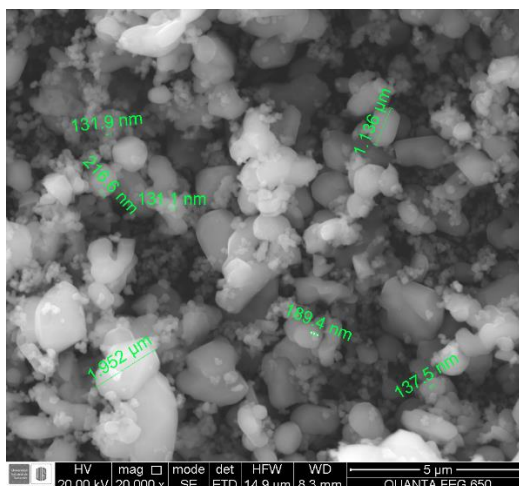
IMÁGENES ANALISIS PRUEBA DE LABORATORIO MISCROSCOPIA.

- Imagen captada de la muestra de 6 H para el alúmina



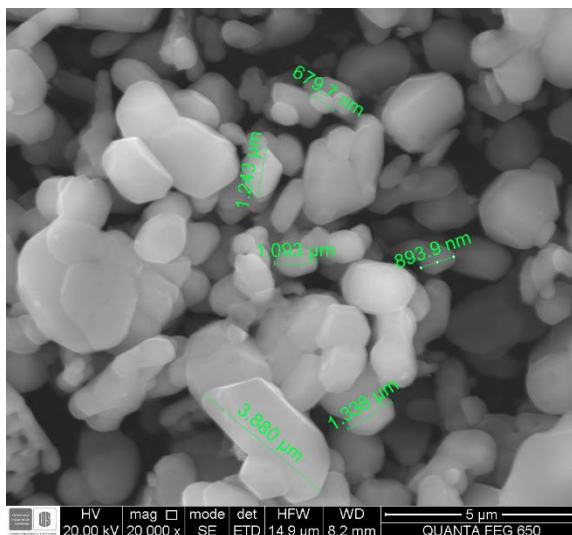
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 8 H para el alúmina



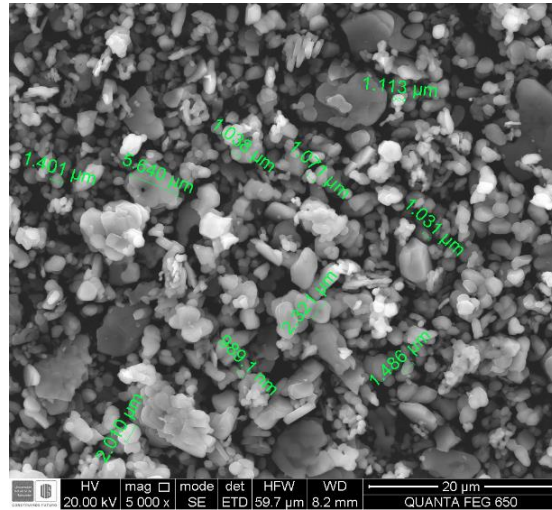
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 12 H para el alúmina



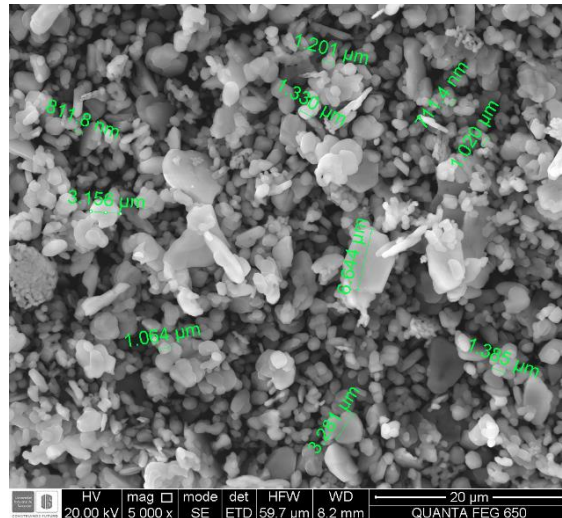
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 18 H para el alúmina



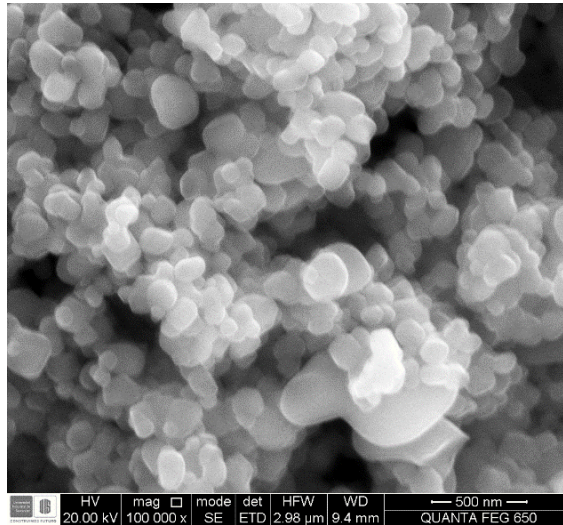
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 24 H para el alúmina



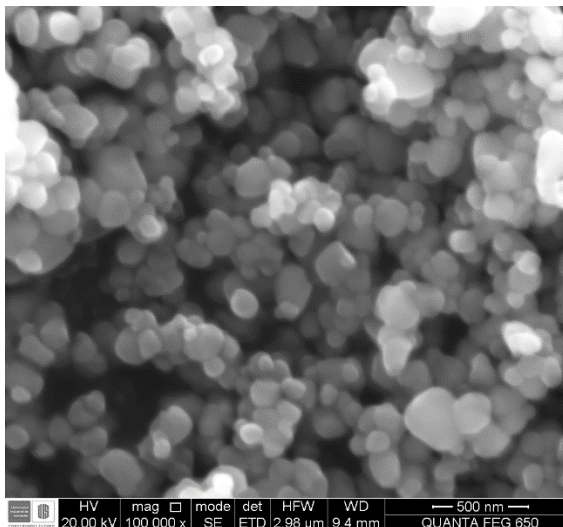
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 6 H para el Dióxido de Titanio.



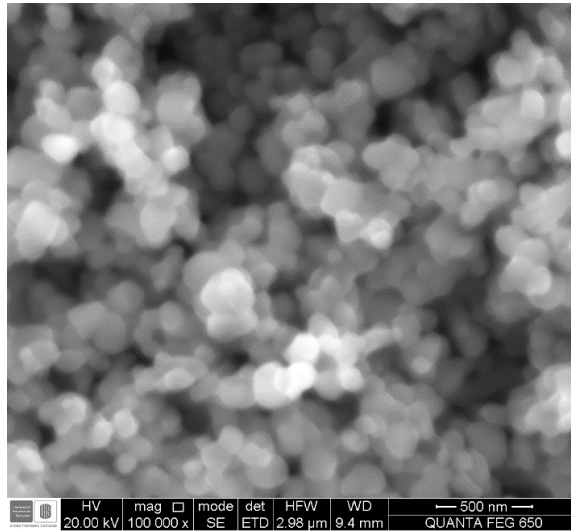
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 8 H para el Dióxido de Titanio.



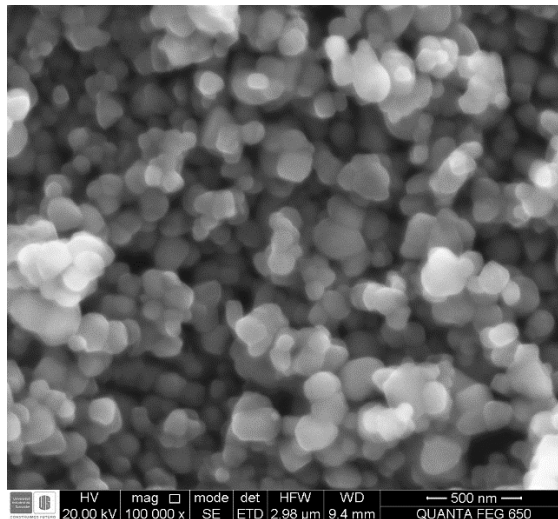
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 12 H para el Dióxido de Titanio.



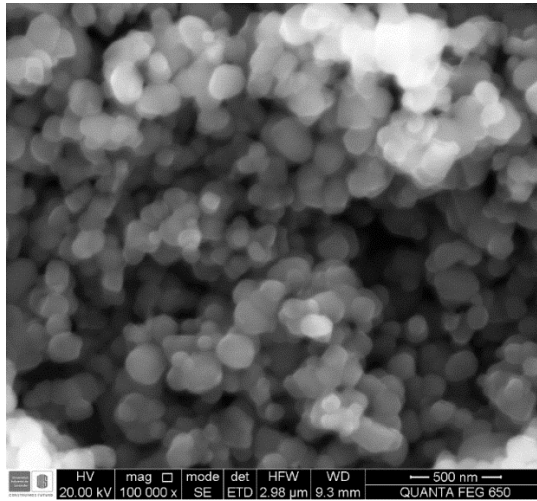
Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 18 H para el Dióxido de Titanio.



Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.

- Imagen captada de la muestra de 24 H para el Dióxido de Titanio.



Fuente: Laboratorio de microscopia electrónica, Universidad Industrial de Santander (UIS), Sede Guatiguara.