



Universidad del Bío-Bío
Facultad de Ingeniería
Departamento de Ingeniería en Maderas
Escuela Ingeniería Civil Química



DETERMINACIÓN DE DIFUSIVIDAD EFECTIVA EN LA IMPREGNACIÓN DE *PINO RADIATA* CON SILICATO DE SODIO

Informe de Habilitación Profesional presentado en conformidad a los
requisitos para obtener el título de Ingeniero Civil Químico

MARIANNE EVELYN ANDREA BESNIER BESNIER

Profesor Tutor: Dr. Aldo Ballerini A.

Ingeniero Supervisor: Dr. Nabin K. Karna

Concepción, Julio 2019

RESUMEN

En este trabajo se determinó experimentalmente la difusividad efectiva del silicato de sodio impregnado en madera de *Pino radiata*, para de esta manera comprender el movimiento de este dentro de la madera. Se impregnaron por medio de inmersión, probetas de tamaño 5 x 4 x 2 cm de pino, en una Solución de Silicato de Sodio al 2% de SiO₂, a diferentes temperaturas (20 y 60°C), y considerando tiempos de impregnación de 3, 6, 16, 24, 48 h. Por medio del método de cenizas se determinó la concentración de silicato impregnado en la madera en diferentes condiciones estudiadas de temperatura y tiempo. Para estimar la difusividad efectiva se empleó una solución analítica de la Segunda Ley de Fick, considerando que: la madera es un objeto rectangular, la transferencia de materia es dominada por la difusión y no se forma película de líquido alrededor de la madera.

El contenido resultante de la muestra a 60°C en 48 h de impregnación, es de 9% de cenizas, el cual representa el porcentaje de Silicato impregnado en el tramo 0,25 cm de la probeta. La tendencia de los perfiles de concentración derivados del contenido de cenizas se asemeja a vistos en estudios anteriores. Se presenta un aumento del 185% de concentración a 60°C entre 3 h y 48 h. De igual manera se observa en los valores obtenidos de difusividad, un incremento entre una temperatura de impregnación y otra, de 17% en 48 h de impregnado.

AGRADECIMIENTOS Y/O DEDICATORIA

Este trabajo concluye un periodo importante en mi vida, un periodo complicado, de esfuerzo contante, sacrificio y muchas emociones. Esto es gracia a mi pequeña familia, mi mamá Bernardita, mi madrina Andrea y mi abuelita Luz María, las cuales fueron un pilar fundamental en estos seis años, gracias por su apoyo y todo su cariño.

Gracias a ese grupo de compañeros, los cuales se trasformaron en grandes amigos, con los cuales no solo compartí estudio y trabajos realizados por estos años, si no muchas alegrías, que serán lindos recuerdos los cuales llevare conmigo siempre. A la Escuela de Ingeniería Civil Química, todos sus funcionarios y académicos con los cuales compartí, los cuales me enseñaron sobre ingeniería y vida.

Muchas Gracias al profesor Aldo Ballerini, por sus consejos a lo largo de este trabajo. A mi supervisor, Nabin Karna, por darme la oportunidad de realizar esta memoria en la Unidad de Desarrollo Tecnológico, la cual a pesar de todos los problemas que se puede enfrentar en un trabajo de investigación, fue una experiencia de aprendizaje en mi vida. A todo el grupo de Químicas Analíticas con las cuales trabaje, en especial Camila San Martin, Patricia Herrera, Patricia Olivera, Corina Silva y Romina Romero, y muchas más, por su ayuda y enseñanza en el ámbito laboral, además de enseñanza en general. A todo el grupo de funcionarios de la UDT, con los cuales compartí. Gracias al profesor Jorge Silva, por darme la oportunidad de trabajar con él y enseñarme otro lado de la ingeniería. Al profesor Vicente Pita, por enseñarme a no rendirme frente a un ejercicio de Mecánica de Fluidos.

Dedico este trabajo mis abuelos, en especial a mi abuelita, la cual vio el camino que recorrí, y aunque no vio el final, sé que lo está viendo desde arriba, y espero que se sienta orgullosa de mí y contenta con este logro.

Gracias a todos lo que de alguna manera fueron parte de esto.

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN	i
AGRADECIMIENTOS Y/O DEDICATORIA.....	ii
TABLA DE CONTENIDO	iii
NOMENCLATURA	v
LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE TABLAS	viii
1. INTRODUCCIÓN	1
2. PLANTEAMIENTO SITUACIÓN PROBLEMA	3
3. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	4
3.1 La Madera y su Uso Comercial.....	4
3.1.1 La Madera en la Construcción:.....	4
3.1.2 Uso de Reforzantes en la Construcción.	5
3.1.3 Impregnación de Reforzantes.	5
3.2 Silicato de Sodio.....	7
3.2 Difusividad.....	9
3.2.1 Difusividad y Difusividad Efectiva.....	9
3.2.2 Fases de Estado.....	10
3.2.3 Difusión en Estado no Estacionario.....	11
3.2.4 Diferentes Estudios de Difusión Realizados.....	14
3.3 Estudio de Impregnación de Silicato de Sodio en madera de <i>Pino radiata</i>	15
4. OBJETIVO	16
4.2 Objetivo General.....	16
4.3 Objetivo Específico	16
5 METODOLOGÍA	17
Materiales y Equipos.....	17
Procedimiento	18
5.2 Parte Experimental de la Determinación de Silicato de Sodio	18
5.2.1 Metodología: Impregnación con Silicato de Sodio en Probetas	18
5.2.2 Metodología: Determinación de Silicato Impregnado en Probeta.....	21
5.3 Parte Teórica de la Determinación de Silicato de Sodio	24

5.3.1	Determinación de Ecuación de Difusividad.....	24
5.3.2	Determinación Difusividad Efectiva con Datos Experimentales.....	28
6	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	29
6.1	Concentración de Silicato	29
6.1.2	Experimentación Impregnación a 20°C.....	29
6.1.1	Experimentación Impregnación a 60°C.	30
6.2	Determinación de Difusividad Efectiva.....	32
6.2.1	Difusividad Efectiva en Diferentes Tiempos de Impregnación.....	32
6.2.2	Comprobación del Método en Ambas Temperaturas de Impregnación.....	34
6.2.2.1	Curva de Concentración por Difusividad Global.	35
6.2.2.2	Curva de Concentración por Ajuste de Valor de Difusividad.	37
7	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	39
7.1	Conclusiones.....	39
7.2	Recomendación.....	40
8	REFERENCIAS	41
9	ANEXOS.....	44
	Anexo 1: Preparación de Resina para Curado de Probetas.....	44
	Anexo 2: Preparación de Solución Impregnante.....	44
	Anexo 3: Ejemplos de Cálculos Solución Madre	45
	Anexo 4: Prueba de Difusividad en Madera.....	47
	Anexo 5: Análisis Corte de Probeta para Cenizas.....	49
	Anexo 6: Norma ASTM.....	50
	Anexo 7: Figuras Comparativas para los Perfiles de Concentración Obtenidos.....	53
	Anexo 8: Datos Obtenidos en Investigación Realizada.....	55
	Anexo 9: Datos Comparativos para las Difusividades Obtenidas.....	55
	Anexo 10: Caracterización de Soluciones de Silicato.....	57

NOMENCLATURA

%	Porcentaje
°C	Grado Celsius
cm	Centímetro
m	Metros
cm ²	Área Medida en Centímetros Cuadrado
m ²	Área Medida en Metros Cuadrado
mm ³	Volumen Medido en Milímetros Cúbicos
ml	Mililitro
h	Hora
s	Segundos
g	Gramos
Ec.	Ecuación
erf(z)	Función Error
bar	Presión Medida en Bar
g/ml	Densidad Medida en Gramos Volumen
µm	Micrómetro
%P/V	Porcentaje Peso Sólido en Volumen de Solución
mm	Milímetro
Def	Coefficiente de Difusión Efectivo
P	Presión

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estructura Interna del Árbol.....	4
Figura 2: Agua Contenida en la Madera.....	6
Figura 3: Absorción del Líquido de la Célula en un Proceso de Impregnación.	6
Figura 4: Silicato de Sodio	7
Figura 5: Valores de la Función Error para la Segunda Ley de Fick	12
Figura 6: Plano de Dirección de Impregnación.....	13
Figura 7: Aplicación de Resina a Probetas.	19
Figura 8: Probeta en Vaso Precipitado, Previo al Ingreso del Silicato.....	19
Figura 9: Probetas en Vaso precipitado, Posterior al Ingreso del Silicato.....	20
Figura 10: Vasos Experimentales en Manta Calefactora.	20
Figura 11: Extracción de Probetas.	21
Figura 12: Curado de Crisoles.....	22
Figura 13: Corte de Probeta de Madera.....	22
Figura 14: Procesamiento de Muestra.	23
Figura 15: Ceniza Resultante.....	23
Figura 16: Perfiles de Concentración de Silicato Obtenidos en Experimentación a 20°C en Diferentes Tiempos de Impregnación.	29
Figura 17: Perfiles de Concentración de Silicato Obtenidos en la Experimentación a 60°C en Diferentes Tiempos de Impregnación.	31
Figura 18: Coeficiente de Difusividad Obtenidos, Expresados en m ² /s, a Distintas Condiciones de Impregnación.....	32
Figura 19: Coeficiente de Difusividad Obtenidos, Expresados en m ² /s, a Distintas Condiciones de Impregnación a Temperaturas de 20°C y 60°C.....	33
Figura 20: Concentración en Cx Obtenidas por Determinación de Cenizas (Cx Experimental) y Determinación por Def Global (Cx Teórico), Impregnación a 20°C en 48 h.	35
Figura 21: Concentración en Cx Obtenidas por Determinación de Cenizas (Cx Experimental) y Determinado por Def Global (Cx Teórico), en Impregnación a 60°C, en 48 h.....	36
Figura 22: Concentración en Cx Obtenidas por la Determinación de Cenizas (Cx Experimental) y Determinación por Ajuste de Valor de Difusividad (Cx Teórico), Impregnación a 20°C, en 48 h.	37
Figura 23: Concentración en Cx Obtenidas por la Determinación de Cenizas (Cx Experimental) y Determinación por Ajuste de Valor de Difusividad (Cx Teórico), Impregnación a 60°C, en 48 h.	38
Figura 24: Cortes en la Madera en Prueba de Difusión con Agua a 24 h.	48
Figura 25: Norma ASTM para Biomasa, Hoja 1	50
Figura 26: Norma ASTM para Biomasa, Hoja 2.	51
Figura 27: Norma ASTM para Biomasa, Hoja 3.	52
Figura 28: Perfiles de Concentración del ion Li ⁺ Medidos en NWP a Partir de la Muestras de Albura (Sw) y Duramen (Hw) de Madera de Abeto Noruego en Función de	

los Tiempos de Impregnación a Temperatura Ambiente: A) 100x25x8 mm³, y B) 100x50x4 mm³.53

Figura 29: Efecto de la Temperatura en los Perfiles de Concentración de Iones de Li⁺ en el NWP del Abeto Noruego con Dimensiones de 100x25x8 mm³ Después de 4 h de Tiempo de Impregnación para Muestras de a) Albura (Sw), y b) Duramen (Hw).....54

Figura 30: Perfiles de Concentración de Iones Li⁺ en SsWP en Muestras de 100x22x5 mm³ Preparadas a Partir de Albura (Sw) y Duramen (Hw) de Madera de Abeto Noruego en Función de la Temperatura de Impregnación Durante A) 4 h, y B) 12 h. ...55

LISTA DE TABLAS

Tabla 1: Características de Silicato Líquido.....	8
Tabla 2: Valores Típicos de Difusividad a Temperatura Ambiente en Diferentes Estados de la Materia	10
Tabla 3: Condiciones Iniciales y Frontera para Solución de Segunda Ley de Fick	12
Tabla 4: Soluciones de Ley de Fick Según Casos Estudiados.....	13
Tabla 5: Condiciones de Experimentación	18
Tabla 6: Cantidades de Componentes para Solución Impregnante.....	44
Tabla 7: Cantidades de Componentes para Solución Madre de Silicato	44
Tabla 8: Características de Solución Madre	45
Tabla 9: Características de Solución a Preparar.	45
Tabla 10: Observaciones de Cortes realizados a Prueba de Difusión de Agua en Madera.....	47
Tabla 11: Coeficiente de Difusividad Efectiva, Expresado en m^2/s , a Distintas Condiciones de Impregnación.....	55
Tabla 12: Coeficiente de Difusión Efectivo (Def), Expresado en m^2/s , a Distintas Condiciones de Rehumectación.....	56
Tabla 13: Promedio de Mediciones de pH.....	57
Tabla 14: Cálculo de Densidad, realizada en Picnómetro.	57
Tabla 15: Porcentaje de Sólidos en %P/V Realizados en las Muestras.....	57

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad las empresas de producción de materiales de construcción, buscan un reforzante para ser incorporado a la madera entregándole propiedades de resistencia, durabilidad e incrementa su uso. Además, este compuesto debe ser atrayente económicamente para la industria, ya que impregnar grandes cantidades de madera para la construcción de pilares o tableros pueden tener costos elevados.

El Silicato de Sodio o Silicato Sódico (Na_2SiO_3), también conocido como vidrio soluble, es una sustancia química inorgánica compuesta por Oxido de Silicio (SiO_2) y Oxido de Sodio (Na_2O) (Alexander & Moreno, 2016). Esta sustancia se encuentra en solución acuosa y también en forma sólida en muchos compuestos. Por sus diferentes propiedades y características el silicato soluble puede ser utilizado para resolver eficiente y económicamente muchos problemas que surgen en diferentes procesos industriales.

Dentro de la industria se utiliza para la producción de detergentes, cementos, capas protectoras, anticorrosivos, solidificaciones de suelos, industria del papel y cartón (Santiago & Sebastián, 2007). Donde más se destaca es en la industria de los detergentes, donde actúa como ligante para dar un apropiado grado de dureza a las partículas de detergente, ayudando al control de viscosidad (Astorga & Santander, 2019).

El Silicato de Sodio, se utiliza como reforzante en la madera para aumentar su durabilidad. Este al ser aplicado, le entrega diferentes ventajas como la resistencia a altas temperatura, incrementa la resistencia estructural, previene la degradación y aumenta la resistencia contra el ataque de microorganismos (Santiago & Sebastián, 2007).

Para ser tratada con estos reforzantes, la madera debe ser impregnada. La impregnación consiste en la saturación de las fibras con una mezcla u compuesto, con el objetivo de proteger contra organismos destructores, el clima o simplemente reforzar las fibras de estas, el reforzante permite prolongar su durabilidad en más de un 100% (V. Fritz, 2019). Para efectuar una impregnación adecuada, el contenido de humedad no debe sobrepasar el 25%, si sobrepasa este valor, el agua existente en las células impedirá que la solución impregnante sea introducida correctamente, provocando una mala penetración (Jones, 2010).

Para comprender el proceso de impregnación, además de visualizar como el impregnante difunde al interior de la madera, se ha vuelto de gran interés estudiar y obteniendo modelos para de esta manera comprender y describir el proceso. Se sabe que la rapidez con la cual se trasfiere un componente depende del gradiente de concentración existente.

Difusividad, es la constante de proporción que aparece en la Segunda Ley de Fick (Bird, Stewart, & Lightfoot, 2006). Este término describe el movimiento molecular a través de un fluido por medio de movimientos individuales y aleatorios.

La determinación del coeficiente de difusión es esencial para una descripción creíble del proceso de transferencia de masa el cual se describe en la Ley de Fick (Vasić, Grbavčić, & Radojević, 2012). Este coeficiente es función de la temperatura y presión, como lo son otros términos de transferencia (Wilson, 2016).

La difusión en la fase líquida posee un movimiento atómico más lento en comparación al descrito por la fase gaseosa. En la fase sólida, los movimientos descritos están restringidos, debido a los enlaces atómicos (Duque, 2016). Uno de los mecanismos principales de la difusión atómica es el mecanismo por vacancia. En éste, si hay la suficiente energía de activación, los átomos pueden moverse en las redes cristalinas desde una posición a otra. A medida que aumenta la temperatura, se produce más vacancia y habrá más energía térmica disponible, por lo tanto la velocidad de difusión aumenta (Feliú Jarpa, 2015; A. Fritz & Mario, 2012; Jones, 2010; Voisin, 2010).

Se han realizados diferentes estudios, en los cuales se han determinado el coeficiente de difusividad efectiva en diferentes casos. En estos, el término de Difusividad está relacionado a la salida del líquido o gas del objeto de estudio, como café (Virgen-Navarro et al., 2016), bananas (Porciuncula, Zotarelli, Carciofi, & Laurindo, 2013) o carnes (Comaposada & Muñoz, 1996), pocos estudios se relacionan a un líquido que penetra un sólido, por lo cual el estudio del movimiento difusivo dentro de la fase solida es poca, como lo demuestran las ecuaciones que son utilizadas para la determinación de la Difusividad (Wilson, 2016).

En resumen, dado que la penetración depende del gradiente de concentración, se logra representar la forma en que difunde un líquido dentro de un objeto, por lo cual se puede visualizar el movimiento de un reforzante dentro de la madera.

Este trabajo se enfoca en la determinación del coeficiente de difusividad mediante datos experimentales obtenidos en condiciones de impregnación, tanto de concentración de solución, temperatura y tiempo, estudiadas previamente en una prestación de servicio, realizado en la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT), en Coronel, en el cual se estudiaron las condiciones óptimas de impregnación de Silicato de Sodio en Madera de *Pino radiata*.

2. PLANTEAMIENTO SITUACIÓN PROBLEMA

La madera proveniente de la especie de *Pino radiata*, es de gran interés para la industria por su calidad y su rápido crecimiento, además de ser una especie muy accesible en su costo, en comparación a otros tipos de maderas, por lo cual son utilizadas en varios procesos como son la carpintería y la construcción.

A pesar de sus beneficios, este tipo de madera posee diversos problemas como es su baja durabilidad, además del ataque propenso de insectos, como lo son las termitas, el cual es un problema que ha llegado al país en el último tiempo. Pese a esto, esta especie sigue siendo ocupada en la construcción de edificios habitacionales. En consecuencia, encontrar un buen reforzamiento es ideal para mejorar la resistencia y la protección contra el ataque de microorganismos. Uno de estos reforzamiento es la impregnación de madera con Silicato de Sodio, el cual al ser un sólido amorfo, le confiere un reforzamiento mecánico y biológico.

Es en este ámbito que diversas empresas, tanto en el extranjero como en nuestro país han desarrollado tecnología de impregnado de madera de *Pino radiata* con Silicato de Sodio. Sin embargo no existen investigaciones o informes sobre los efectos de distintas variables como lo son el tiempo, temperatura y presión, sobre la impregnación.

Enfocar la determinación del coeficiente de difusividad en las condiciones de impregnado, es importante, puesto que la penetración depende del gradiente de concentración, de esta manera se logra visualizar la forma en que difunde el reforzante dentro de la madera.

Lograr obtener una aproximación a la determinación de la Difusividad Efectiva, a través de datos experimentales y procesarlos por medio de la resolución de la ecuación de difusividad, ayudará a concretar las bases para el estudio de la difusión de un líquido dentro de sólidos, en este caso, el silicato impregnado en madera.

3. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

3.1 La Madera y su Uso Comercial.

La madera es un derivado del tronco de árbol, el cual cumple con tres funciones básicas: sostén, transporte y almacenamiento de nutrientes. Esto es gracias a su estructura anatómica, la cual tiene elementos visibles (macroscópicos) y no visibles a simple vista (microscópicos) (Feliú Jarpa, 2015; Jones, 2010).

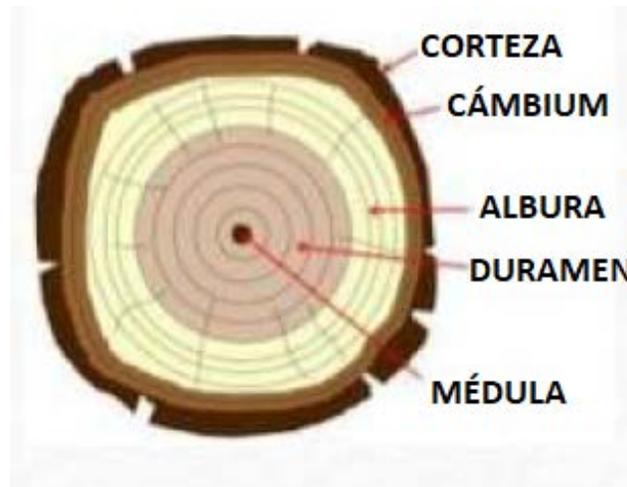


Figura 1: Estructura Interna del Árbol

(Read, Montalvo, Santana, Santoro, & Amarante, 2012)

De forma general, es posible clasificar las maderas en dos grandes grupos: Maderas blandas (Pino, Cedro) y Maderas Duras (Eucaliptus, Olivo, Roble) (León Ancares, 2017).

3.1.1 La Madera en la Construcción:

El cuidado del medio ambiente en la actualidad preocupa cada vez más a nivel mundial, esto no es ajeno al sector de la construcción. La madera está considerada como un material natural y renovable que se utilizan en el ámbito arquitectónico (Keim, 2010), ha sido fundamental para la construcción desde tiempos remotos, utilizada ampliamente en construcción de estructuras más pequeñas como lo son casa, donde es utilizadas en vigas y paneles, entre otros. En ocasiones la madera y sus productos no siempre son conocidos por los usuarios, por diferentes circunstancias no goza de buena imagen la cual se asocia generalmente con la escasa durabilidad y resistencia al fuego (Stungo, 2004).

Los productos derivados de la madera más usados son paneles estructurales, los cuales son diseñados para diversa aplicaciones industriales y de construcción, puesto que este material posee muchas ventajas frente a otros como el yeso o al hormigón. En general se fabrican de forma rectangular a partir de varias especies forestales (Arguelles Alvarez & Arriagada Martitegui, 2010), siendo las más usadas las especies de coníferas como el

Pino radiata, por ser menos costosas que las maderas duras (Feliú Jarpa, 2015), siendo además utilizadas en carpintería, fabricación de papel y fibra de madera prensada.

El grado natural de durabilidad de la madera depende de la especie y de la zona de crecimiento del tronco. La durabilidad de una especie puede variar de acuerdo con el nivel de exposición al aire y las condiciones climáticas. A pesar de su costo en comparación a otras maderas, el *Pino radiata* es una madera poco durable (NCh 789/1, 1999), por lo cual para ser utilizado es necesario agregar un agente reforzante para de esta forma aumentar su vida útil.

3.1.2 Uso de Reforzantes en la Construcción.

La madera como material de origen orgánico, por su propia naturaleza, es susceptible al ataque de agentes bióticos, abióticos, hongos, insectos y fuego, respectivamente. El objetivo de su protección es amplificar las cualidades de los productos de ésta, para esto existen varios tipos de procedimientos como: tratamientos superficiales, en la cual consiste en la penetración del protector apenas supere unos milímetros de profundidad y tratamientos de profundidad, en la cual la penetración ocurre en totalidad de la madera, ideal para el ataque de insectos como las termitas y reforzamiento estructurales (Keim, 2010).

3.1.3 Impregnación de Reforzantes.

En el proceso de fabricación de paneles, la madera es protegida siendo recubierta para su protección y durabilidad. La impregnación de madera consiste en la saturación de las fibras con una mezcla u compuesto, con el objetivo de protegerla contra organismos destructores tales como las bacterias, insectos o por las condiciones adversas del clima (Cruz, 2019; Pizarro, 2019), este proceso permite una prolongar su durabilidad hasta en un 400% (V. Fritz, 2019). Una vez impregnada, esta puede ser aserrada, barnizada, pintada de la misma forma que una madera sin tratar (Cruz, 2019). El tratamiento químico es el procedimiento más utilizado, el cual permite duplicar, triplicar e incluso prolongar aún más la vida útil que tiene la madera en su estado natural (Abalos R., 1988), esto depende del tipo de madera a impregnar, el tipo de tratamiento, compuesto químico a utilizar como preservante y las condiciones a las cuales se someterá la madera en servicio.

Uno de los factores que más afecta en el proceso de impregnación es el agua contenida dentro de la madera. El agua en el árbol, es el líquido en donde están disueltos los nutrientes que se transportan desde el suelo hasta las hojas. El agua en las células se dispone en el lumen, como agua libre, la cual sale fácilmente por el secado y al interior de la pared celular, como agua ligada, de difícil secado y que puede provocar cambios en la dimensión de la madera (Jones, 2010).

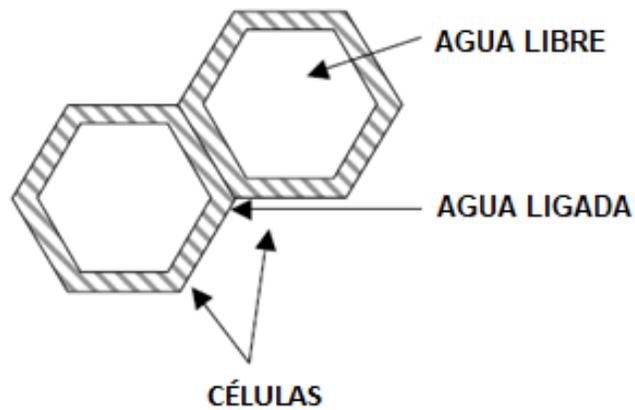


Figura 2: Agua Contendida en la Madera.
(Jones, 2010)

Para efectuar un adecuado proceso de impregnación se requiere que el lumen de las células este desocupado, por lo cual el contenido de humedad debe ser menor a un 25%. Si el contenido de humedad es mayor a 25%, existirá agua en las células y la solución impregnante no podrá ser introducida, lo que provocará una mala penetración de la solución preservante (Jones, 2010). Se considera que la madera está seca, cuando el contenido de humedad fluctúa entre 5% y 25%.

Al proceso de llenado de las células se le llama absorción. La cantidad de líquido que se introduce a la madera, depende de la especie y zona del árbol, además de las características de impregnado utilizado.

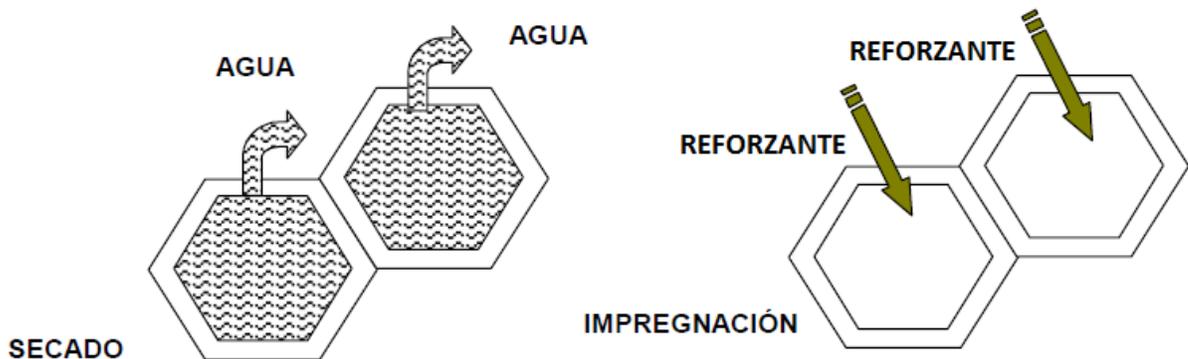


Figura 3: Absorción del Líquido de la Célula en un Proceso de Impregnación.
(Jones, 2010)

3.2 Silicato de Sodio.

Se busca en la actualidad un reforzante que brinde buenas características a la madera para ser usada en el ámbito de la construcción, pero además que este compuesto debe ser atractivo económicamente para las industrias, puesto que el costo de impregnar grandes cantidades de madera para la construcción, pueden llegar a ser elevado.

Es por esto que se han buscado nuevos impregnantes que cumplan todas las características necesarias para su utilización como reforzantes, uno de estos es el Silicato de Sodio.

El Silicato de Sodio (Na_2SiO_3) es una sustancia química inorgánica compuesta primordialmente de Oxido de Silicio (SiO_2) y Oxido de Sodio (Na_2O). Se encuentra en solución acuosa y también en forma sólida en muchos compuestos (Alexander & Moreno, 2016). En general se forma cuando el Carbonato de Sodio (Na_2CO) y el dióxido de silicio (SiO_2) reaccionan formando silicato de sodio y dióxido de carbono.

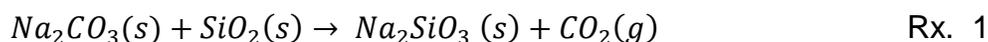


Figura 4: Silicato de Sodio
(Bernardo, 2019).

Los silicatos de sodio tienen muchas propiedades útiles que no comparten otras sales alcalinas, junto a su bajo costo, dan como resultado a un amplio campo de uso en diferentes industrias. Las diferentes propiedades y características funcionales de los silicatos solubles pueden ser utilizadas para resolver eficiente y económicamente muchos problemas que surgen en diversos procesos industriales y químicos.

Las investigaciones han ampliado el conocimiento de las propiedades del producto y su utilización, hasta incluir un amplio rango de aplicaciones, que al ser soluble, puede ser

utilizado de forma más eficiente (Santiago & Sebastián, 2007). En la industria dentro de diferentes campos, como fabricación de detergentes, cementos, capas protectoras, anticorrosivos, Solidificación de suelos, Industria del papel y cartón, cerámicas.

En general, el Silicato de Sodio es utilizado más ampliamente en la fabricación de detergentes, donde este actúa como componente ligante para dar un grado adecuado de dureza a la partícula esférica del detergente, ayudando en el control de la viscosidad, sin perjudicar la solubilidad del polvo en agua obtenido la densidad óptima (Astorga & Santander, 2019).

El Silicato de Sodio, se utiliza como reforzante para aumentar la durabilidad. Al ser aplicado en madera, le entrega ventajas como resistencia a altas temperatura, incrementa la resistencia, previene la degradación y resistencia contra el ataque de microorganismos.

En estado puro el Silicato, es vidrioso, sin color o blanquecinos (Sepulveda, 2017), y soluble en agua. Este se produce fundiendo a altas temperatura, carbonato de sodio (Na_2CO_3) con arena de sílice especialmente seleccionada. El producto resultante es un cristal amorfo (vidrio primario) que puede ser disuelto por procesos especiales para producir soluciones en gran variedad de formas (Rayder & Wagner, n.d.; Santiago & Sebastián, 2007).

Dependiendo del productor de la solución de Silicato, este tendrá unas características específicas, pero estas no varían demasiado entre producto y producto, por lo general las características físico-químicas son las siguientes:

Tabla 1: Características de Silicato Líquido
(Santiago & Sebastián, 2007)

Propiedad	Valor	Unidad
Fórmula Estructural	Compleja	-
Tipo	Amorfo	-
Presentación	Solución Acuosa	-
Relación $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$	2.0	
Sólidos Totales	35,0 – 44,1	% P/V
Viscosidad a 20°C	400	cP
pH	12,8	-
Color	Claro u Opaco	-
Textura	Fluida	-

3.2 Difusividad.

Es de interés la obtención de modelos para describir el proceso de impregnación, de esta forma se logra observar el movimiento del impregnante en la madera, y como éste se difunde por el interior de ésta. En teoría se sabe que la rapidez con la cual se trasfiere un componente o mezcla por una superficie dependerá del gradiente de concentración existente en un punto y en una dirección dada. El movimiento es descrito por el flujo de la concentración, el cual está relacionado con la Difusividad (Orellana, Garzona, Median, & Mejía, 2017).

3.2.1 Difusividad y Difusividad Efectiva.

La difusión molecular o transporte molecular es la transferencia de masa o movimiento individual de las moléculas a través de un fluido por medio de movimientos individuales y aleatorios de las mismas (Gómez, 2015). La difusividad es la constante de proporción que aparece en la ley de Fick de la Difusión, relacionando la densidad de flujo molar j_A con el gradiente de concentración ∇C_A (Wilson, 2016):

$$j_A = -D_{AB}\nabla C_A \quad \text{Ec. 1}$$

La difusividad no es una propiedad de una sustancia, ya que no se puede hablar de transferencia de masa en sustancia puras. Es una propiedad de una mezcla, por lo que D_{AB} se refiere a la difusividad de la sustancia A en la sustancia B. Generalmente se tiene que $D_{AB} \neq D_{BA}$, excepto en el caso de gases a baja presión (Wilson, 2016).

El mecanismo de transferencia de masa, depende de la dinámica del sistema en que se lleva a cabo. Hay dos modos de transferencia de masa: Convectiva, en el cual la masa puede transferirse debido al movimiento global del fluido, el cual puede ser en régimen laminar o turbulento por medio de una fuerza aplicada y de manera Molecular o Difusión ordinaria, en la cual la difusión (o transporte molecular), puede definirse como el desplazamiento de las moléculas individuales a través de un fluido por medio de los desplazamientos individuales y desordenados de las moléculas, debido a una diferencia de concentraciones (Perez, 2016).

Como los poros de un grano no son rectos, sino cilíndricos y por lo general una serie de trayectos con interconexiones, que consisten en un área de sección transversal variable, en consecuencia no es fácil describir la difusión de cada poro (Perez, 2016). De igual manera sucede en las capas de superficies, como no se conocen las proporciones de la primera capa superficial, no es fácil describir la difusión en estas, por lo cual se define el coeficiente de difusión efectivo para la difusión promedio que ocurre en la posición dentro de la capa o gránulo.

La determinación del coeficiente de difusión es esencial para una descripción creíble del proceso de transferencia de masa descrita por la ecuación de Fick (Vasić et al., 2012). Es

una práctica común describir la transferencia de masa completa con las mismas ecuaciones que la difusión pura y tomar en consideración la corrección, para todos los tipos secundarios de transferencias, con el simple reemplazo del coeficiente de difusión puro con un coeficiente efectivo.

El coeficiente de difusividad es función de la temperatura y presión tal como lo es la viscosidad y la conductividad térmica que son propiedades usadas en cantidad de movimiento y transferencia de calor (Gómez, 2015).

3.2.2 Fases de Estado.

Los estudios de la difusividad se han realizado en las diferentes fases de estado: gas, líquido y sólidos. El mecanismo la difusión de gases y líquidos es el movimiento aleatorio o browniano. El mecanismo en sólidos es difusión por vacancia o difusión intersticial (Bird et al., 2006; Duque, 2016; Voisin, 2010).

Los rangos típicos de valores para la difusividad varían ampliamente dependiendo del estado físico como se ilustra en la siguiente tabla.

Tabla 2: Valores Típicos de Difusividad a Temperatura Ambiente en Diferentes Estados de la Materia
(Wilson, 2016).

Estado de la Materia	Valores
Gases	$\sim 0.1 \text{ cm}^2/\text{s}$ (el más alto es $1.7 \text{ cm}^2/\text{s}$ para H_2He)
Líquidos	La mayoría $\sim 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$ (excepto solutos de alto peso moléculas que pueden ser hasta $\sim 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$)
Sólidos	$< 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$ para Al en Cu

La difusión de los gases aumenta con la temperatura y disminuye al aumentar la presión. De igual manera, disminuye al aumentar el peso molecular. En un gas a baja presión, la difusión es independiente de la concentración, por lo cual sí se cumple que $D_{AB} = D_{BA}$. Los modelos dependen de la presión a la que se encuentra el gas. Por ejemplo, para un gas en fase gaseosa a baja presión se encuentra la teoría cinética de Chapman-Enskog, la cual se basa en el modelo de Lennard-Jones para la energía potencial de interacción entre las moléculas de A y B. Para alta presión, generalmente se requieren datos a la misma temperatura del sistema pero a baja presión. Uno de los métodos, sería el Takahashi, en el cual se relaciona el producto $D_{AB}P$ y su correspondiente valor a baja presión ($(D_{AB}P)^*$) está dado en función de las condiciones reducidas de acuerdo a correlaciones de estado correspondientes (Wilson, 2016).

Los modelos para estimar el coeficiente de difusión en líquidos al contrario de aquellos para gases, no son tan exactos. En un líquido, la difusividad aumenta cuando aumenta la temperatura, disminuye cuando aumenta el peso molecular, y casi no es afectada por

la presión. La difusión para este estado depende de la concentración, por lo que en muchos casos sólo puede estimarse para concentraciones muy bajas, dilución infinita. Por lo tanto, D_{AB}^0 representa la difusividad de A a dilución infinita en B, es decir, que las moléculas de A están rodeada prácticamente por B puro. Los modelos, al igual que en la fase gaseosa, dependen de la concentración a las cuales se estudia, alta concentración o dilución infinita. Para diluciones infinitas se utiliza el modelo de Stoke-Einstein y para altas concentraciones el método Vignes.

La difusividad en fase sólida, no tiene modelos adecuados y en la mayoría de los casos se debe usar valores experimentales. El método descrito a continuación se puede emplear para estimar difusividad en metales:

$$D = D_0 e^{-\Delta H_0/RT} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde D_0 y ΔH_0 son parámetros empíricos que se pueden estimar de acuerdo a ecuaciones.

La difusión en líquidos en general posee movimientos atómicos más lentos en comparación a los gases, esto se pone en evidencia en el movimiento de las tintas que se disuelven en agua (Bird et al., 2006). En sólidos, estos movimientos están restringidos, debido a los enlaces que mantienen los átomos en las posiciones de equilibrio, sin embargo, las vibraciones térmicas permiten que algunos de estos átomos se muevan.

Uno de los mecanismos principales de la difusión atómica es sustitucional o por vacantes. En este mecanismo, los átomos pueden moverse en las redes cristalinas desde una posición a otra si hay suficiente energía de activación proporcional para la vibración térmica de los átomos, y si existe vacancia u otros defectos cristalinos en la estructura para que ellos los ocupen. A medida que aumenta la temperatura, se produce más vacancia y habrá más energía térmica disponible, por lo tanto, la velocidad de difusión es mayor a temperatura elevadas (Duque, 2016).

En el mecanismo de la difusión intersticial, los átomos en las redes cristalinas se trasladan de un intersticio a otro contiguo sin desplazar permanentemente a ninguno de los átomos de la matriz de la red. Para esto el tamaño de los átomos debe ser relativamente pequeño comparado con los de la red, como lo son el hidrógeno u oxígeno.

3.2.3 Difusión en Estado no Estacionario.

En estado no estacionario, como en la mayoría de los casos, la concentración de los átomos de soluto en cualquier punto del material cambia con el tiempo. Para estos casos de difusión se utiliza la ecuación de perfil de composición o la denominada Segunda Ley de Fick (Arce, 2016; Bird et al., 2006; Duque, 2016):

$$\frac{dC_x}{dt} = \frac{d}{dx} \left(D \frac{dC_x}{dx} \right) \quad \text{Ec. 3}$$

Esta ley predice cómo la difusión origina cambios en la concentración con el tiempo. Esta considera que el cambio en concentración en el tiempo a partir de una posición “x”, está dada por la diferencia de flujo hacia “y” desde un elemento diferencial dx (Arce, 2016). La solución de esta ley depende de las condiciones iniciales y de frontera que debe satisfacer la concentración de la sustancia que se difunde:

Tabla 3: Condiciones Iniciales y Frontera para Solución de Segunda Ley de Fick (Ruiz, 2015)

Tipo de Condición	Características
Inicial	$C(x, y, z, 0) = 0$ o <i>Cte</i>
Frontera	$C(0, t)$ o $\left(\frac{\partial C}{\partial x}\right) = 0$ o <i>Cte</i>

Esas soluciones de la segunda Ley de Fick, permiten calcular la concentración de una especie que se difunde en función del tiempo t y la ubicación x (Bird et al., 2006; Juárez, 2015).

Un tipo de solución está dada en forma de la función error (*erf*). Esta se puede evaluar gracias a tablas con valores de la función para la Segunda Ley de Fick:

$$erfZ = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z \exp(-x^2) dx \tag{Ec. 4}$$

La función error es una función matemática que existe por definición acordada, se encuentra en tablas estándar y en muchos paquetes de programación.

z	$erf(z)$	z	$erf(z)$	z	$erf(z)$
0	0	0.55	0.5633	1.3	0.9340
0.025	0.0282	0.60	0.6039	1.4	0.9523
0.05	0.0564	0.65	0.6420	1.5	0.9661
0.10	0.1125	0.70	0.6778	1.6	0.9763
0.15	0.1680	0.75	0.7112	1.7	0.9838
0.20	0.2227	0.80	0.7421	1.8	0.9891
0.25	0.2763	0.85	0.7707	1.9	0.9928
0.30	0.3286	0.90	0.7970	2.0	0.9953
0.35	0.3794	0.95	0.8209	2.2	0.9981
0.40	0.4284	1.0	0.8427	2.4	0.9993
0.45	0.4755	1.1	0.8802	2.6	0.9998
0.50	0.5205	1.2	0.9103	2.8	0.9999

Figura 5: Valores de la Función Error para la Segunda Ley de Fick (Bird et al., 2006).

Además se asume que antes de la difusión, cualquier difusión de átomos en el sólido se considera constante, también que el valor de x en la superficie es considerada cero en el sólido y por último el tiempo es tomado desde el momento en que empieza el proceso de difusión.

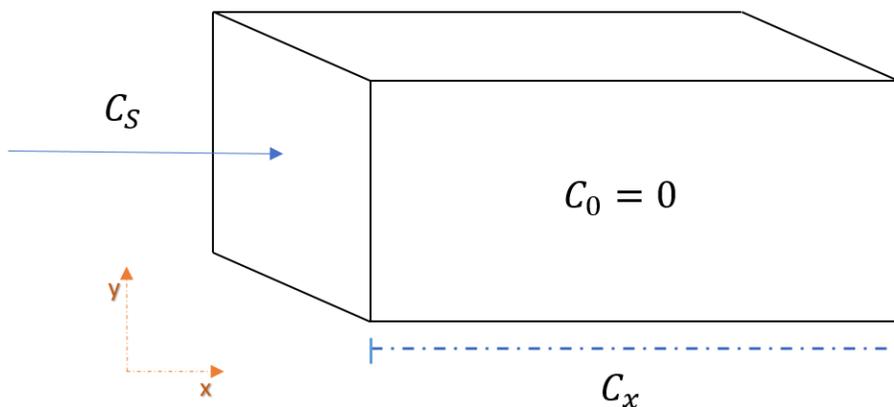


Figura 6: Plano de Dirección de Impregnación
(Elaboración Propia)

Existen tres casos y tres soluciones para esta ecuación:

Tabla 4: Soluciones de Ley de Fick Según Casos Estudiados
(Ruiz, 2015).

Caso	Descripción	Solución
Caso 1	Difusión en muestra semilimitada ($0 < x < \infty$), $t = 0$, con la concentración inicial nula $C(x, 0) = 0$, de otra muestra semilimitada ($-\infty < x < 0$) con la concentración inicial C_0 .	$C(x, t) = \frac{C_0}{2} \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right)$
Caso 2	Difusión a través de la superficie ($x = 0$) en la que se mantiene la concentración C_s , independiente del tiempo $C(0, t) = C_s$.	$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right)$
Caso 3	Difusión a través de la muestra semilimitada con la concentración inicial C_0 , a través de la superficie ($x = 0$) al medio.	$C(x, t) = C_0 \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right)$

El Coeficiente de Difusión, es la variable que describe el flujo para un gradiente dado. Este valor depende de la temperatura, el radio atómico, la fuerza de alcance y la microestructura.

3.2.4 Diferentes Estudios de Difusión Realizados

La estimación de la difusividad efectiva ha sido objeto de numerosos estudios. En uno de estos Chemki y Zagrouba, han estimado el coeficiente de difusividad de la humedad del secado (Chemkhi, 2005). Por otro lado F. Zagrouba e investigadores, han desarrollado un modelo matemático de fenómenos de transferencia de materia para el secado por convección en baldosas de arcilla, en su estudio se presenta un método para la determinación del coeficiente de difusión efectivo y creciente de transferencia de calor (Mihoubi, Zagrouba, Amor, & Bellagi, 2007).

Zanden y Kerkhof, realizaron en otro estudio, una extensa investigación sobre los mecanismos de transporte masivo isotérmico durante el secado por convección de productos, presentando un modelo que logra describir el transporte de humedad dentro de poros durante el secado (Zanden Van der, Schoenmakers, & Kerkhof, 1996). Por otra parte, M Vasic y sus colaboradores han desarrollado dos programas de computadora para la determinación del coeficiente de difusión efectivo, basado en el cálculo matemático de la segunda Ley de Fick y la ecuación de Cranck (Vasic & Radojevic, 2011).

El investigador Skansi, investigó la cinética del secado convencional de baldosas planas, presentó varios modelos de capa fina, como el exponencial, que correlacionan bien la cinética de todo el proceso de secado, además presentaron un método para determinar el coeficiente de transferencia de calor, el coeficiente de difusión efectivo y la constante de secado (Sander, Skansi, & Bolf, 2003).

Perkowski y su grupo de investigadores, presentaron un estudio donde se muestra la comparación de los coeficientes de difusión de la humedad para diferentes tipos de madera. Los valores obtenidos se encontraron con el uso del método de minimización de la función objetivo, es decir ajustando las curvas cinéticas de adsorción computacional de las experimentaciones (Perkowski & Gajda, 2016). Kolavali, desarrolló en un estudio una metodología experimental para medir los perfiles de concentración de cationes en función de la pieza de madera, el tiempo de impregnación, la temperatura y la estructura de la madera. Puesto que la concentración se puede medir en cualquier posición en una pieza impregnada, cuantificar de esta manera la difusión del producto en la madera, obteniendo un perfil de concentración (Kolavali, 2013).

Del análisis de estos estudios se puede concluir, que en su mayoría corresponde a modelos matemáticos por computadora que logran determinar el coeficiente de difusión del secado de diferentes objetos, y se habla del término de difusividad relacionado con la salida del líquido o gas del objeto de estudio, como café, bananas o carne, pero nunca a un líquido que entra al sólido en estudio, comprobándose que el término difusividad es poco estudiado en sólido, como lo demuestran las ecuaciones en que se utilizan para determinar la difusividad.

3.3 Estudio de Impregnación de Silicato de Sodio en madera de *Pino radiata*

Se realizó un estudio de condiciones óptimas de impregnación en la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT), con el fin de encontrar las mejores condiciones de impregnado.

Se investigó la cantidad de Silicato de Sodio impregnado en diferentes condiciones, cambiando diferentes variables que influyen en el porcentaje de Silicato impregnado. Las variables estudiadas fueron: Temperatura, Presión, Tiempo, Concentración de Silicato y Porcentaje de Oxido de Silicio (SiO_2) en la muestra.

En general, la metodología consistió en mantener variables de manera estática en su condición máxima posible, y variando una en diferentes condiciones. De esta manera se obtuvo un barrido, simplificando la búsqueda de condiciones óptimas.

Por motivo de confidencialidad, no se pueden entregar datos del estudio, puesto que por contrato, la prestación de servicio es exclusiva del instituto y los resultados solo pueden ser entregados a la industria que pidió el servicio.

4. OBJETIVO

4.2 Objetivo General

Determinar el coeficiente de Difusividad Efectivo del Silicato de Sodio en la madera de *Pino radiata*.

4.3 Objetivo Específico

1. Definir condiciones de estudio sobre impregnación de Silicato de Sodio en madera de *Pino radiata*.
2. Resolver la ecuación diferencial, Segunda Ley de Fick, que describe el proceso y efectuar experimentación en condiciones de estudio definidas.
3. Determinar los coeficientes de difusión en dos condiciones de temperatura.

5 METODOLOGÍA

El desarrollo del estudio de la difusividad se sitúa en la obtención de este término de transferencia por medio de dos metodologías, una experimental y otra teórica.

Materiales y Equipos.

De acuerdo al procedimiento experimental se utilizaron equipos, materiales de laboratorio para la impregnación de silicato y realización de cenizas, además del uso de un software para procesamiento de datos:

- a) Manta calefactora, para elevar temperatura de la solución. Por las condiciones de estudio, en la cual se realizó un experimento a temperatura de 60°C, se utilizó una manta calefactora MundLab, para mantener la temperatura las soluciones. La manta de 35 cm x 65 cm x 20 cm, debe ser ocupada bajo campana, puesto que a las temperaturas de experimentación, el silicato emite vapores.
- b) Mufla, para determinación de Cenizas. Se utiliza una mufla Thermo Scientific, Modelo F6020C, para la realización de Ceniza a 550°C, de esta forma se obtuvo la concentración de Silicato de Sodio en la probeta impregnada
- c) Probeta de madera de *Pino radiata*. La madera de corte radial del tronco del árbol de pino, de dimensión de 5 cm x 4 cm x 2 cm, se recubre con resina epóxica dejando libre solo una cara para la impregnación, en el sentido de las fibras de la madera.
- d) Solución de Silicato de Sodio, a la concentración a estudiar. La solución de silicato se preparó desde una Madre, la preparación se encuentra detallada en el Anexo 2. La Solución de Silicato para la experimentación en ambas condiciones de temperatura es de 2% de SiO₂.
- e) Molino IKA A11 Basic, para reducción del tamaño de muestras para determinación de cenizas. Debido al tamaño de la probeta de madera impregnada, esta para ser analizada por el método de cenizas, deben ser de un tamaño menor, por lo cual se deben reducir.
- f) Material de Laboratorio. Se necesitaron materiales como vasos precipitados de 1000 ml, bageta para batir solución, termómetro, papel aluminio para realizar caracterización de sólidos y recubrir, espátula, balanza, Crisoles Haldenwanger 79C-3 50 ml, pinzas, Tamiz Newart 80 mesh 180 µm.
- g) Programa Excel, para tratamiento de datos. Una vez obtenido el modelo de Difusividad y terminado los experimentos, se trataron los datos obtenidos para obtener los gráficos de Difusividad.

Procedimiento

5.2 Parte Experimental de la Determinación de Silicato de Sodio

La impregnación se realizó por medio de inmersión de las probetas provenientes del corte radial del tronco de madera de *Pino radiata*. La experimentación contó de tres factores (temperaturas de impregnación) con cinco variables (tiempos de impregnación), para de esta manera obtener la difusividad en dos condiciones diferentes de temperatura.

La condición de Concentración de Silicato para la realización de la experimentación, se obtuvo por medio de un estudio realizado en la UDT, de la impregnación de Silicato de Sodio en probetas de *Pino radiata*, en diferentes factores.

Tabla 5: Condiciones de Experimentación

Concentración de Silicato	2% SiO₂
Temperatura	20°C – 60°C
Tiempo	3 horas – 6 horas 16 horas – 24 horas – 48 horas
Repeticiones condiciones	2
Total de Experimentos	20

La obtención de resultados del silicato impregnado se obtiene siguiendo dos metodologías: la impregnación de probetas de pino con Silicato y determinación de concentración de Silicato impregnado por medio del método de cenizas.

5.2.1 Metodología: Impregnación con Silicato de Sodio en Probetas

La metodología de impregnación consta de seis pasos.

Paso 1: Aplicación de resina a las probeta a impregnar.

Obtenidas las probetas a estudiar, las cuales proveniente del cortes radial del tronco, se les aplicó resina epóxica, dejando libre una cara lateral a impregnar. Antes de la aplicación es recomendable marcar las probetas con la terminología del experimento, además de colocar el peso de éstas antes de la aplicación de la resina, para identificar la probeta, puesto que por la impregnación los datos anotados sobre la madera se pueden borrar. Después de la aplicación se dejó curando la probeta de madera vertical para evitar la acumulación de resina en algún lado de la probeta. Posterior al curado de aproximadamente 20 horas se pesó la probeta sacando el porcentaje de aumento de resina en ésta.



Figura 7: Aplicación de Resina a Probetas.

Paso 2: Ingreso de probeta a la Impregnación.

Las probetas se impregnan de forma horizontal en el vaso precipitado a dejando el lado a impregnar libre. Sobre las probetas, una vez ubicadas se colocó una malla de acero para evitar el flote de éstas al ingreso de la mezcla de silicato y agua, puesto que por diferencia de densidad la madera tiende a flotar.



Figura 8: Probeta en Vaso Precipitado, Previo al Ingreso del Silicato.

Paso 3: Ingreso de Silicato al vaso

Una vez aseguradas las probetas con la malla de acero inoxidable, se ingresó la solución al 2% al vaso.



Figura 9: Probetas en Vaso precipitado, Posterior al Ingreso del Silicato.

Paso 5: Inicio de Impregnación

Con la solución de Silicato en los vasos, se empezó a contar el tiempo. Si la experimentación corresponde a temperatura de 60°C, se empezó a cronometrar cuando se alcanzó la temperatura a estudiar.



Figura 10: Vasos Experimentales en Manta Calefactora.

Paso 6: Extracción de probeta del vaso.

Terminado el tiempo de estudio, se extrajeron del vaso las probetas impregnadas, primero se vertió la solución en un recipiente de disposición de residuos y luego extrajeron las probetas impregnadas.

La probeta extraídas, se secaron con papel absorbente, extrayendo el sobrenadante, para luego obtener su pesaje. Pesadas la probeta, se ingresaron a una estufa a 105°C por 20 horas, para eliminar el agua dentro de esta.



Figura 11: Extracción de Probetas.

5.2.2 Metodología: Determinación de Silicato Impregnado en Probeta.

La metodología de determinación de Silicato consta de cinco pasos.

Paso 1: Curado de Crisoles.

Previo a la realización de las cenizas se curaron los crisoles en los cuales se trabajó, esto se realizó un día antes. Curar los crisoles, significa adecuarlos a la temperatura a los cuales se va a trabajar en una mufla, que en este caso es de 550°C. Además esto ayuda a eliminar cualquier partícula que contenga en la superficie. El curado se realizó por lo menos 1 hora.



Figura 12: Curado de Crisoles.

Paso 2: Corte de Probetas para ceniza

Pasado el tiempo de secado, la probeta se pesó, obteniendo la cantidad de silicato impregnado. Posterior a esto se le retiró la resina pues influye en el rendimiento, además de contaminar la muestra. Removida la resina, la probeta se dividió en veinte partes iguales de 0,25 cm cada uno, para ver la difusión a lo largo de la ceniza.

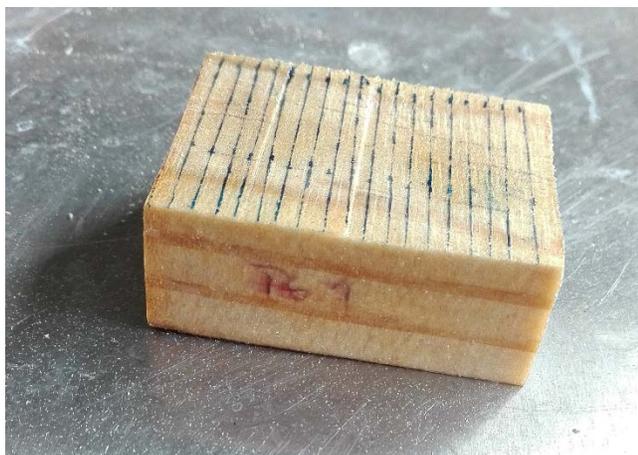


Figura 13: Corte de Probeta de Madera.

Paso 3: Preparación de Muestras.

Las muestras provenientes de los cortes de la probeta se trituraron en trozo pequeños. Obtenidos los trozos pequeños, estos se procesaron en un molino para obtener un tamaño de partícula menor para realizar las cenizas.



Figura 14: Procesamiento de Muestra.

Una vez molida la muestra esta se tamizó en un tamiz 180 μm . La muestra ya homogénea, se dejó secar para liberar humedad retenida en el proceso, por lo menos 20 horas a 105°C .

Paso 4: Secado de muestras y homogenización de los Crisoles.

Terminado el tiempo de curado de los crisoles, estos se dejaron en una estufa a 105°C para mantener humedad constante. Terminado el secado de la muestra, se pesaron alrededor de 0,5 g, los cuales se dejaron en una estufa a 105°C en los respectivos crisoles por 2 horas para eliminar cualquier rastro de humedad que pueda haber ingresado durante el pesado.

Paso 5: Cenizas

Al término de las 2 horas de secado, los crisoles con la muestra se pesaron, y se ingresaron a la mufla en un ciclo que duró alrededor de 16 horas a 550°C . Al término del ciclo se pesaron las cenizas obteniendo el Silicato de Sodio impregnado en porcentaje (%).



Figura 15: Ceniza Resultante.

5.3 Parte Teórica de la Determinación de Silicato de Sodio

5.3.1 Determinación de Ecuación de Difusividad.

De la Segunda Ley de Fick (Ec. 5), se obtuvo la resolución para la obtención de la Difusividad:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad \text{Ec. 5}$$

Se realizaron las siguientes suposiciones:

- i. Difusión no depende de la concentración.
- ii. Líquido utilizado no es compresible.
- iii. La transferencia de materia es dominada por la Difusión
- iv. La Ley de Fick es válida en el rango de concentración de trabajo.
- v. Temperatura es constante durante la difusión.
- vi. Difusión es unidireccional, solo por el sentido x.
- vii. No se forma película de líquido alrededor de la madera.
- viii. Difusión es lenta.

Se definió:

$$y = \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad \text{Ec. 6}$$

Entonces se tiene

$$\frac{\partial y}{\partial x} = \frac{1}{2\sqrt{Dt}} \quad \text{Ec. 7}$$

$$\frac{\partial y}{\partial t} = \frac{-x}{4\sqrt{Dt^3}} \quad \text{Ec. 8}$$

Resolviendo por la regla de L'Hopital, al lado izquierdo de la ecuación de la Ley de Fick:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial C}{\partial y} \frac{\partial y}{\partial t} \quad \text{Ec. 9}$$

Reemplazando en la Ec. 9, la ecuación Ec. 8:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{-x}{4\sqrt{Dt^3}} \frac{\partial C}{\partial y} \quad \text{Ec. 10}$$

Resolviendo por la regla de L'Hopital, al lado derecho de la ecuación de la Ley de Fick:

$$\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad \text{Ec. 11}$$

$$\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial C}{\partial y} \frac{\partial y}{\partial x} \right) \quad \text{Ec. 12}$$

$$\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial C}{\partial x} \frac{1}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad \text{Ec. 13}$$

$$\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{1}{2\sqrt{Dt}} \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right) \frac{\partial y}{\partial x} \quad \text{Ec. 14}$$

$$\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{1}{2\sqrt{Dt}} \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} \frac{1}{2\sqrt{Dt}} \quad \text{Ec. 15}$$

$$\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{1}{4Dt} \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} \quad \text{Ec. 16}$$

Reemplazando las resoluciones en la Ley de Fick:

$$\frac{-x}{4\sqrt{Dt^3}} \frac{\partial C}{\partial y} = \frac{1}{4Dt} \frac{\partial y}{\partial x} \quad \text{Ec. 17}$$

$$\frac{\partial C}{\partial y} = \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} \frac{1}{4Dt} \frac{4\sqrt{Dt^3}}{-x} \quad \text{Ec. 18}$$

$$\frac{\partial C}{\partial y} = \frac{\sqrt{Dt}}{x} \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} \quad \text{Ec. 19}$$

Como se definió en la ecuación Ec. 6, se despeja la ecuación:

$$\frac{\sqrt{Dt}}{x} = \frac{1}{2y} \quad \text{Ec. 20}$$

Se reemplaza el término en la ecuación Ec. 19:

$$\frac{\partial C}{\partial y} = \frac{1}{2y} \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} \quad \text{Ec. 21}$$

Se supone una ecuación:

$$\frac{\partial y}{\partial x} = z \quad \text{Ec. 22}$$

Como solo hay una variable, y "z" depende de "y", esto puede ser expresado como una derivada ordinaria:

$$z = \frac{-1}{2y} \frac{dz}{dy} \quad \text{Ec. 23}$$

Entonces:

$$-y dy = \frac{1}{2} \frac{dz}{z} \quad \text{Ec. 24}$$

$$-2y \, dy = \frac{dz}{z} \quad \text{Ec. 25}$$

$$-2 \int y \, dy = \int \frac{dz}{z} \quad \text{Ec. 26}$$

Resolviendo:

$$-y^2 = \ln z - \ln B \quad \text{Ec. 27}$$

$$-y^2 = \ln \frac{z}{B} \quad \text{Ec. 28}$$

Tenemos:

$$z = B \exp(-y^2) \quad \text{Ec. 29}$$

Por lo tanto:

$$\frac{dC}{dy} = B \exp(-y^2) \quad \text{Ec. 30}$$

Reordenando términos:

$$dC = B \exp(-y^2) \, dy \quad \text{Ec. 31}$$

Ahora se aplican las condiciones de fronteras:

- i. $C = C_0$, para $y = 0$ en $t > 0, x = 0$
- ii. $C = C_b$, para $y = \infty$ en $t > 0, x > 0$

Entonces nuestros límites de integración son:

$$\int_{C_0}^{C_x} dC = B \int_0^{\infty} \exp(-y^2) \, dy \quad \text{Ec. 32}$$

$$C_x - C_b = B \int_0^{\infty} \exp(-y^2) \, dy \quad \text{Ec. 33}$$

Sabemos por definición:

- i. $\int_0^{\infty} \exp(-y^2) \, dy = \frac{\sqrt{\pi}}{2}$
- ii. $\int_{-\infty}^{\infty} \exp(-y^2) \, dy = \sqrt{\pi}$
- iii. $\text{erf}(y) = \int_0^y \exp(-y^2) \, dy$
- iv. $\text{erf}(y) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_y^{\infty} \exp(-y^2) \, dy$

Reemplazamos por la definición i:

$$C_b - C_0 = B \frac{\sqrt{\pi}}{2} \quad \text{Ec. 34}$$

Reordenando:

$$B = \frac{2}{\sqrt{\pi}} [C_b - C_0] \quad \text{Ec. 35}$$

Ahora se aplican las condiciones de fronteras:

- i. $C = C_x$ en $y < \infty$
- ii. $C = C_b$ en $y = \infty$

Entonces nuestros límites de integración son:

$$\int_{C_b}^{C_x} dC = B \int_{\infty}^y \exp(-y^2) dy \quad \text{Ec. 36}$$

$$C_x - C_b = -B \int_y^{\infty} \exp(-y^2) dy \quad \text{Ec. 37}$$

Reemplazamos por la definición iv:

$$C_x - C_b = -B \frac{\sqrt{\pi}}{2} \operatorname{erfc}(y) \quad \text{Ec. 38}$$

Reemplazamos por la definición de Ec. 35:

$$C_x - C_b = -\frac{2}{\sqrt{\pi}} [C_b - C_0] \frac{\sqrt{\pi}}{2} \operatorname{erfc}(y) \quad \text{Ec. 39}$$

Sabemos que:

$$\operatorname{erf}(y) + \operatorname{erfc}(y) = 1 \quad \text{Ec. 40}$$

$$\operatorname{erfc}(y) = 1 - \operatorname{erf}(y) \quad \text{Ec. 41}$$

Reemplazando en la Ec. 39:

$$C_x - C_0 = [C_b - C_0] [1 - \operatorname{erf}(y)] \quad \text{Ec. 42}$$

Reordenando variable:

$$\frac{C_x - C_b}{C_0 - C_b} = 1 - \operatorname{erf}(y) \quad \text{Ec. 43}$$

Reemplazando el término de y de la Ec. 6:

$$\frac{C_x - C_b}{C_0 - C_b} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad \text{Ec. 44}$$

Dónde:

C_x = concentración en la madera en la dirección x.

C_b = concentración en el bulbo de la madera.

C_0 = concentración inicial de solución al 2%.

x = dirección de impregnación.

t = tiempo de impregnación.

D = Difusividad

5.3.2 Determinación Difusividad Efectiva con Datos Experimentales.

Como se determinó en el apartado anterior, según la resolución de la Segunda Ley de Fick, para la determinación de la Difusividad Efectiva se ocupará la Ecuación 44. Se agrupan los términos de la ecuación:

$$1 - \frac{C_x - C_b}{C_0 - C_b} = \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad \text{Ec. 45}$$

$$1 - \frac{C_x - C_b}{C_0 - C_b} = \operatorname{erf}(z) \quad \text{Ec. 46}$$

Con los valores entregados de concentración de Silicato de Sodio en las diferentes condiciones estudiadas por la experimentación se resuelve el lado izquierdo de la ecuación 46 y se obtiene el valor de $\operatorname{erf}(z)$. Con este valor se busca el término z en la tabla de error de la Segunda Ley de Fick (Figura 5). Si el valor obtenido de $\operatorname{erf}(z)$ no se encuentra en tabla se debe interpolar.

Con el valor de z , se puede resolver la Ec. 47:

$$z = \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad \text{Ec. 47}$$

$$D = \frac{x^2}{4z^2t} \quad \text{Ec. 48}$$

Se obtiene de la Ec. 48, el término de Difusividad, reemplazando tiempo (t) y dirección (x).

6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se plantea y discuten los resultados más relevantes de esta investigación. Serán presentados en dos apartados, Concentración de Silicato y Determinación de Difusividad Efectiva.

6.1 Concentración de Silicato

La Determinación de Concentración de Silicato se realizó por el método de cenizas, como se describe en el apartado 5.2.2. En general las cenizas no fueron todas iguales en su color, esto debido a la cantidad de Silicato resultante, las muestras con más concentración, su tonalidad es más negra, con pintas blancas representando el silicato existente. Las cenizas de las muestras con menos silicato tenían una tonalidad más café, puesto que este no impregnó lo suficiente en los cortes más cercanos al centro de la probeta. El cambio no fue paulatino, sino más bien brusco en la experimentación a 20°C, mientras que en la experimentación a 60°C el cambio fue más paulatino, debido a la cantidad de puntos a evaluar. Para determinar hasta qué punto se debía realizar ceniza, los cortes realizados en la madera se observaron. El detalle de las observaciones se encuentra en el Anexo 5 para ambas temperaturas.

6.1.2 Experimentación Impregnación a 20°C.

Como se mencionó en el apartado 5.2.1, la Impregnación a 20°C se realizó de manera continua en los cinco vasos, el tiempo necesario de experimentación fue de cuatro días, contando impregnación y pesado de probeta después de secado. A continuación se presentan los perfiles resultantes.

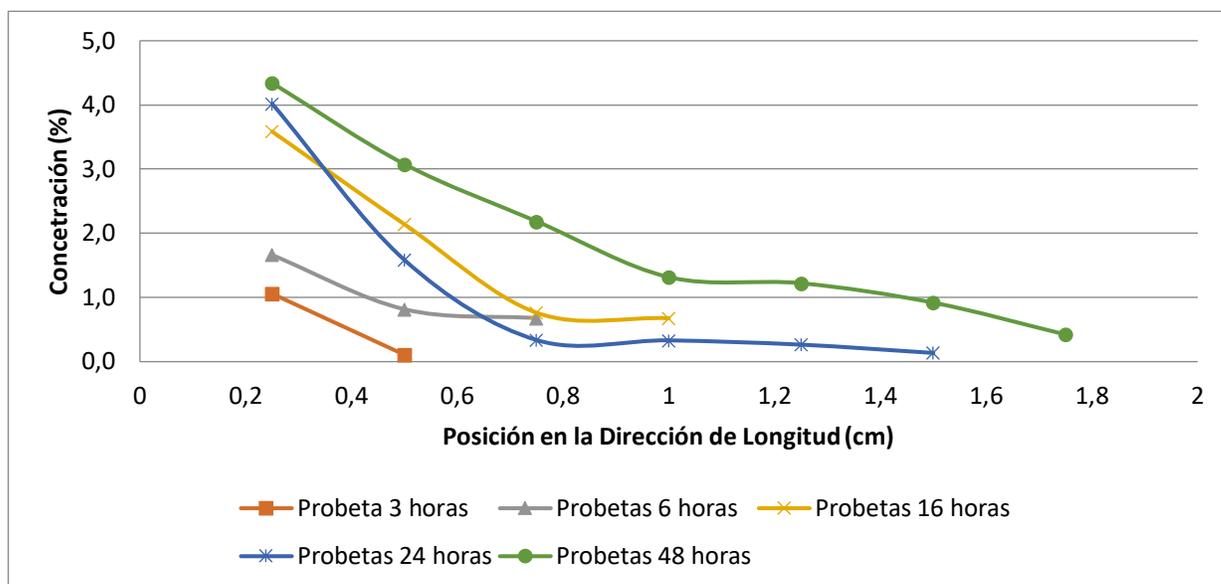


Figura 16: Perfiles de Concentración de Silicato Obtenidos en Experimentación a 20°C en Diferentes Tiempos de Impregnación.

Se observó un aumento en la concentración de Silicato en la posición 0,25 cm en la dirección longitudinal de la madera, al aumentar el tiempo de impregnado. Esto corrobora lo presentado en el estudio de impregnación de iones Li⁺ en madera de Abeto plateado (Kolavali, 2013)(Figura 28 Anexo 7).

Como se aprecia en el estudio realizado por Reddysuresh Kolavali, a medida que aumenta el tiempo de impregnación no solo se incrementa la concentración en la misma posición, sino además la dirección de medición, puesto que incrementa el movimiento de difusión al aumentar el tiempo. Lo anterior dicho comprueba lo estudiado en la investigación de impregnación de silicato, de igual manera en la Figura 28 del Anexo 7, se puede apreciar esta tendencia, sobre todo en la madera proveniente del Albura (Sw), debido a que la madera de esta parte del árbol, es más joven, por lo cual está más apta para el transporte de sustancia (Zimmermann & Siau, 1984). No se puede saber de qué parte del tronco provienen las probetas impregnadas, por lo cual no se puede hacer una comparación más adecuada.

Se aprecia en el perfil de concentración obtenido a 24 h de impregnado, los valores de concentración entre 0,50 a 1,50, dan bajo el perfil obtenido a 16 h. De esto se puede inferir que a esta temperatura, aunque se logra aumentar la difusión, obteniendo 0,50 cm más de silicato en la madera, el tiempo no fue lo suficiente para concentrar bien el Silicato, por lo cual este no se fijó bien en la madera.

El perfil resultante de la impregnación a 48 h, está sobre los demás perfiles de impregnación. En comparación con el perfil de 24 h, aumento en 0,25 cm, por lo cual la difusión no fue tan diferente. Se logra apreciar que a este tiempo, el Silicato aumentó su concentración, logrando una buena fijación de este a la madera.

6.1.1 Experimentación Impregnación a 60°C.

Como se mencionó en el apartado 5.2.1, la Impregnación a 60°C se realizó de manera continua los seis vasos en una manta calefactora, el tiempo necesario de experimentación fue de cuatro días, contando impregnación y pesado de probeta después de secado.

Previo al comienzo de la experimentación, se realizó una prueba con agua destilada, para poder setear la manta calefactora a la temperatura necesaria para mantener la de trabajo.

Los perfiles resultantes de concentración a 60°C se presentan a continuación.

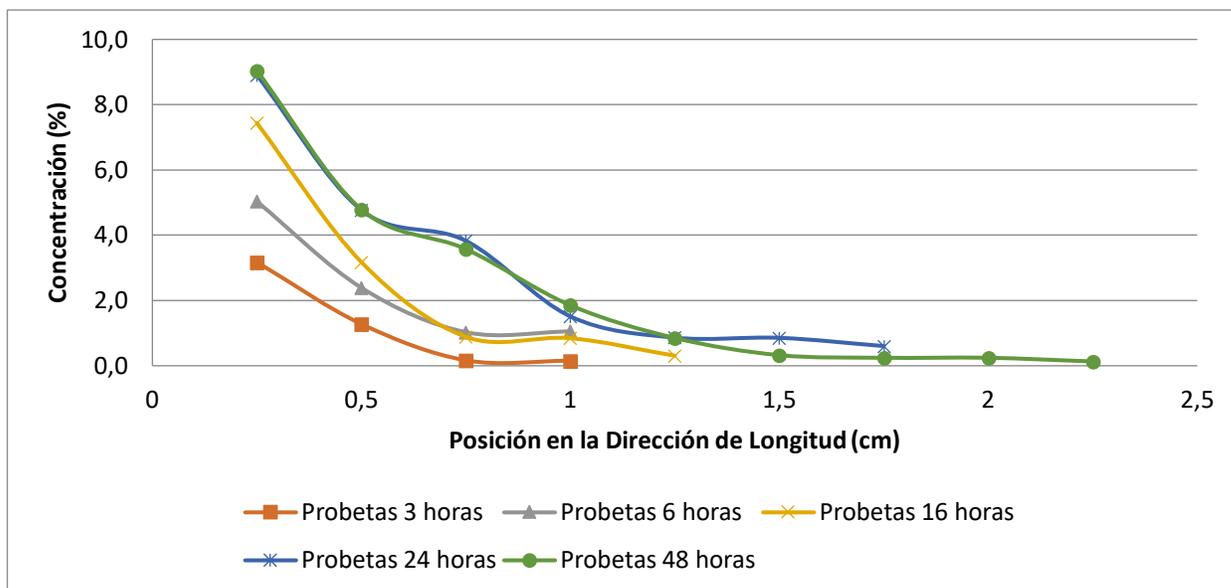


Figura 17: Perfiles de Concentración de Silicato Obtenidos en la Experimentación a 60°C en Diferentes Tiempos de Impregnación.

Se observó el aumento de la concentración de Silicato en las posiciones estudiadas en la madera, a medida que aumentaba el tiempo de impregnación, de igual manera que en la experimentación a 20°C. Como se aprecia en la Figura 29 Anexo 7 (Kolavali, 2013), del estudio de Kolavali, a medida que aumenta la temperatura aumenta la concentración. Esto se aprecia en mayor magnitud en el corte realizado a la madera a los 0,25 cm, puesto que entre la muestra de 6 h y la muestra de 48 h, el aumento de Silicato fue 22%. De igual manera como se observó en los perfiles resultantes anteriores, no se puede comparar las curvas de acuerdo a la composición estructural de la madera, como se realiza en el estudio de Kolavali.

De igual forma se apreció un aumento en los puntos estudiados, esto dado que la velocidad de difusión aumenta con la temperatura, afectando la movilidad de los iones, por lo tanto la difusión y en consecuencia el coeficiente de difusión (Bird et al., 2006; Kolavali, 2013). Esto se observa durante el tiempo de impregnación prolongada (16 horas, 24 horas, 48 horas).

En los tramos finales de la probetas de 6 h y las de 16 h, la concentración fue parecida, esto a causa de la falta de tiempo de fijación, ya que las probetas de 16 h se visualiza un aumento 0,25 cm en tramo de difusión, por lo cual se puede deducir que le faltó al silicato fijarse por un periodo más de tiempo.

Donde no se aprecia mayor diferencia en la concentración resultante en los perfiles a 24 h y 48 h. Aunque se aprecia un aumento del 2% de Silicato, en el tramo estudiado entre 0,5 cm y 1,75, el aumento es variable siendo entre un 0% hasta 23%. Por lo cual se puede inferir que aunque la temperatura provocó un aumento en la difusión de un 0,5 cm, no

logró aumentar la concentración del Silicato, por lo tanto se verá un aumento en la concentración al aumentar el tiempo de fijación.

6.2 Determinación de Difusividad Efectiva

A partir de los datos obtenidos de la concentración de Silicato y mediante la resolución de la Ley de Fick, se obtuvieron los valores de Difusividad Efectiva, para las probetas estudiadas en los tiempos de impregnación a temperaturas de 20°C y 60°C, además a los resultado obtenidos se le agrega una comprobación del método de resolución de la Ley de Fick.

6.2.1 Difusividad Efectiva en Diferentes Tiempos de Impregnación.

Los valores se presentan a continuación para la temperatura de impregnación 20°C.

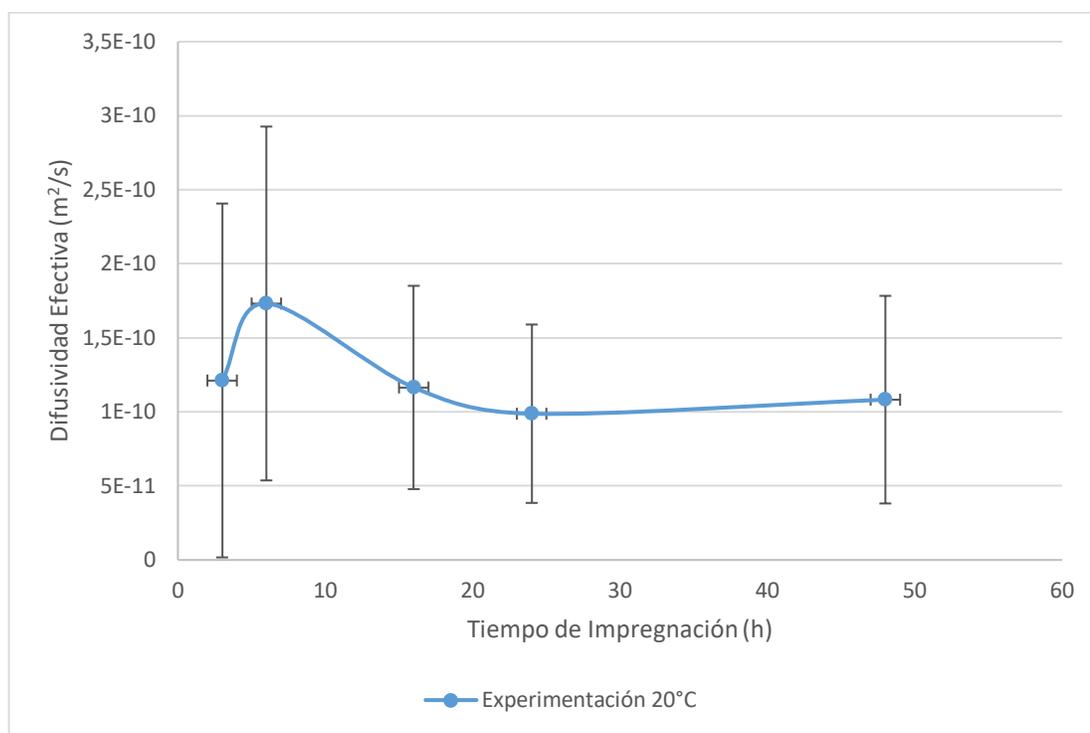


Figura 18: Coeficiente de Difusividad Obtenidos, Expresados en m²/s, a Distintas Condiciones de Impregnación.

Los valores de Difusividad variaron entre 1,73E-10 m²/s y 9,87E-11 m²/s para la temperatura de 20°C. El mayor valor de Difusividad se encuentra en el tiempo de Impregnación a 6 h, debido a que el tramo de impregnación es pequeño, en comparación al tramo estudiado en el tiempo de impregnación a 48 h. Las difusividad obtenida a 3 h y 16 h son cercanas en magnitud, esto debido a que a pesar que posee un tramo pequeño 3 h, esto se contrarresta con las concentraciones de 16 h.

En los últimos tiempos estudiados, 24 y 48 h, el valor de Difusividad es parecido, debido a que se puede compensar los valores de concentración de silicato y el tramo estudiado, dado que aunque el tramo a 48 h posee 0,25 cm más, el cambio de concentración fue más paulatino que el observado a 24 h, donde el cambio fue muy brusco.

Los valores de Difusividad obtenidos presentaron variaciones, pero no se evidenció una tendencia de aumento o disminución al aumentar el tiempo de impregnación. Este comportamiento se puede deber probablemente a la orientación de las fibras de las probetas.

Como en la experimentación realizada a 20°C, de los datos obtenidos de la concentración de Silicato, se obtuvieron los valores de Difusividad Efectiva, mediante la resolución obtenida de la Ley de Fick para la temperatura de 60°C, a los diferentes tiempos de impregnación. Los valores conseguidos se presentan en la Figura 19:

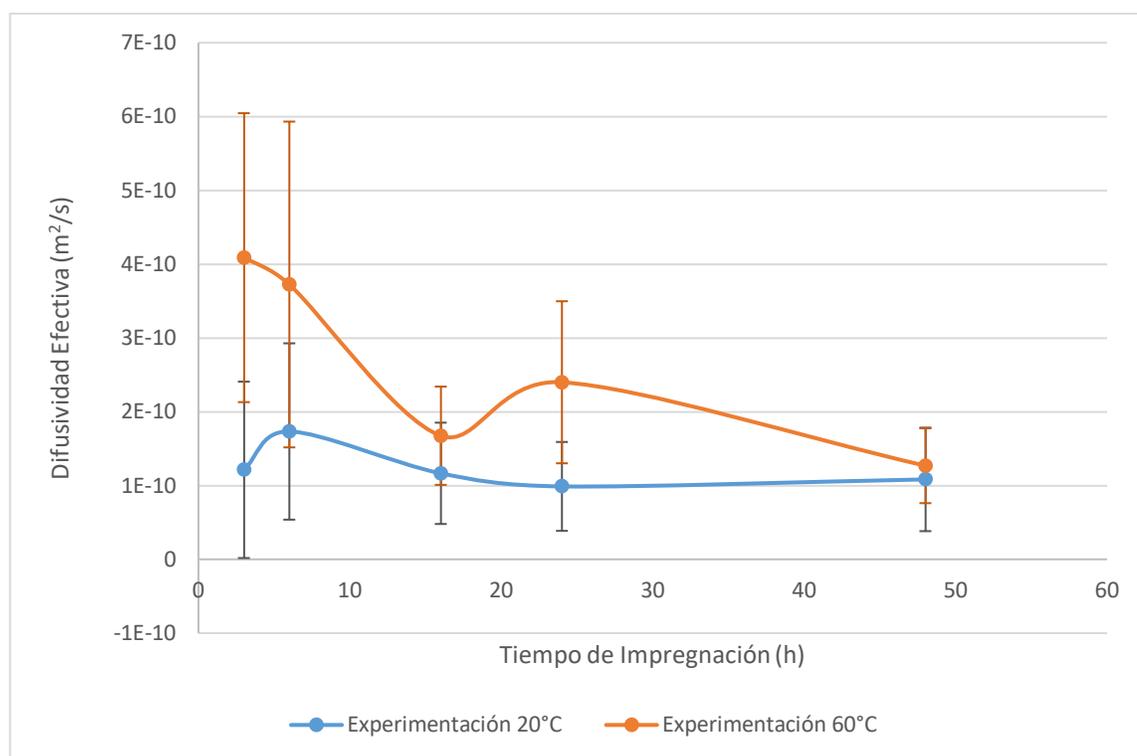


Figura 19: Coeficiente de Difusividad Obtenidos, Expresados en m²/s, a Distintas Condiciones de Impregnación a Temperaturas de 20°C y 60°C

La capacidad que contiene los átomos o los iones de un compuesto para difundir aumenta con la temperatura (Arce, 2016; Duque, 2016; Kolavali, 2013), lo cual se demuestra en la obtención de la difusividad de la experimentación a 60°C en comparación con la experimentación a 20°C. A mayores temperaturas, la energía térmica suministrada a los átomos que se difunden, le permiten superar la barrera de energía de activación y moverse con más facilidad hacia nuevos sitios en los arreglos atómicos (Arce, 2016).

Los valores de Difusividad obtenidos tuvieron una variación entre $1,26E-10$ m²/s y $4,08E-10$ m²/s, los cuales son de un valor mayor que los obtenidos a 20°C, esto corrobora lo presentado en el artículo de determinación del coeficiente de difusión del agua en semillas de *Amaranthus cruentus*, en el cual al aumentar la temperatura de rehumectación, aumenta el coeficiente de difusión efectivo calculado de manera muy significativa para el estudio (Balmaceda et al., 2015). El aumento entre los valores obtenidos en las probetas experimentadas a 20°C y 60°C en 3 h de impregnación aumentó casi en un 200%.

Los valores de Difusividad determinados en los tiempos de impregnación de 24 y 48 h, no fueron parecidos, a pesar que los valores de concentración de silicato impregnados en la madera resultaron ser en su mayoría iguales, esto se puede deber a que al tiempo de impregnación de 48 h, el aumento de difusión de Silicato en la madera fue de 0,50 cm.

Los valores experimentales se pueden comparar con los obtenidos en el estudio de Balmaceda, debido a la cercana densidad de la solución de Silicato de Sodio preparada y el agua (ver Anexo 9, Tabla 12), obteniendo resultado de Difusividades de magnitud pequeñas, bajo 0,1 m²/s. Pero al tratarse de un objeto de estudio de magnitudes más pequeñas, solo se puede tomar como comparación en tendencia de aumento por incremento de temperatura. No se puede comparar con los resultados de difusividad con otros obtenidos por el Silicato, porque con este material no se han realizado estudios de Difusividad antes.

Pese a que en el tiempo de 48 h, en ambas temperaturas de trabajo, las Difusividades fueron parecidas, se observa el efecto de la temperatura en la impregnación, puesto que a 60°C se obtuvo una Difusividad 17% mayor que a 20°C.

Los valores de Difusividad obtenidos presentaron variaciones, pero no se evidenció una tendencia fija de aumento o disminución al aumentar el tiempo de impregnación, aunque en un tramo de tiempo, entre 3 h y 16 h, se visualiza una tendencia a disminución, esta se pierde al tiempo de 24 h. Este comportamiento se puede deber probablemente a la orientación de las fibras de las probetas, como se propuso en la anterior temperatura, pero también puede deberse al origen estructural de la madera, puesto que no se sabe con certeza de que parte del árbol se extrajo el corte.

6.2.2 Comprobación del Método en Ambas Temperaturas de Impregnación.

Para comprobar el método de resolución la Ley de Fick, se probaron dos metodologías distintas de obtención de Difusividad Teórica, esto se realizó para ambas temperaturas, en el tiempo de Impregnación de 48 horas, debido a la cantidad de puntos descritos en la curva de concentración.

6.2.2.1 Curva de Concentración por Difusividad Global.

De los datos obtenidos de Difusividad Efectiva en la Experimentación a 20°C se obtuvo una Difusividad Global a estas condiciones de $1,24 \text{ E-}10 \text{ m}^2/\text{s}$. Este valor se reemplazó en la ecuación obtenida en la modelación realizada, Sección 5.6.1, Ec. 44, para obtener la concentración en la dirección x en la madera (C_x).

A continuación se presentan la curva resultante de concentración C_x con el valor del Coeficiente de Difusividad (Def) global.

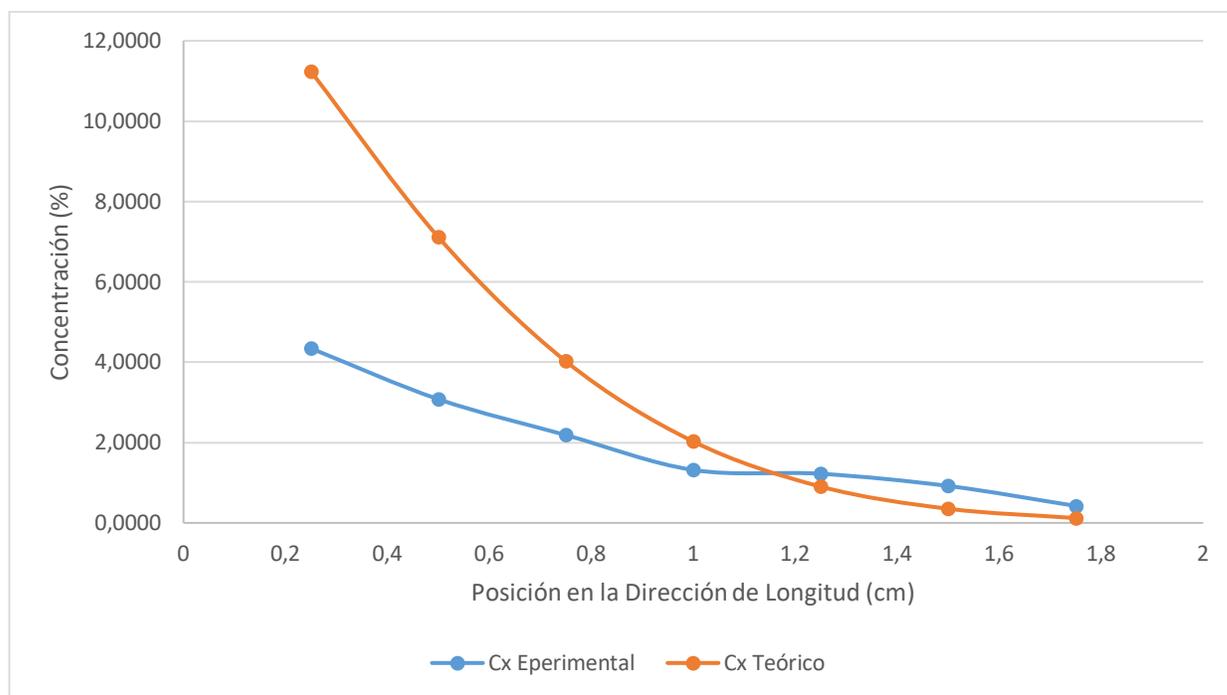


Figura 20: Concentración en C_x Obtenidas por Determinación de Cenizas (C_x Experimental) y Determinación por Def Global (C_x Teórico), Impregnación a 20°C en 48 h.

La curva resultante de los datos obtenidos (C_x Teórico) gracias a la Difusividad Global, es un claro ejemplo del perfil de concentración para la difusión en estado no estacionario (Duque, 2016). En el caso del perfil de los datos experimentales (C_x Experimental) se observa que la curva no es tan clara como en la teórica, esto se debe los datos teóricos muestran una idealidad, lo que la experimentación no puede llegar a demostrar, puesto que siempre existen inconvenientes que no están en capacidad del experimentador.

En la comparación de las curvas, se aprecia que en los valores desde 1,25 cm a 1,75 cm los datos de la experimentación son mayores que los obtenidos en el reemplazo de los valores, obteniendo una comprobación aproximada de método.

De los datos obtenidos de Difusividad Efectiva en la Experimentación a 60°C se obtuvo una Difusividad Global igual a $2,63 \text{ E-}10 \text{ m}^2/\text{s}$. En este valor se reemplazó de igual forma que el resultado a 20°C en la ecuación obtenida en la Sección 5.3.1, Ec. 44.

A continuación se presentan la curva resultante de concentración Cx con el valor de Coeficiente de Difusividad (Def) global

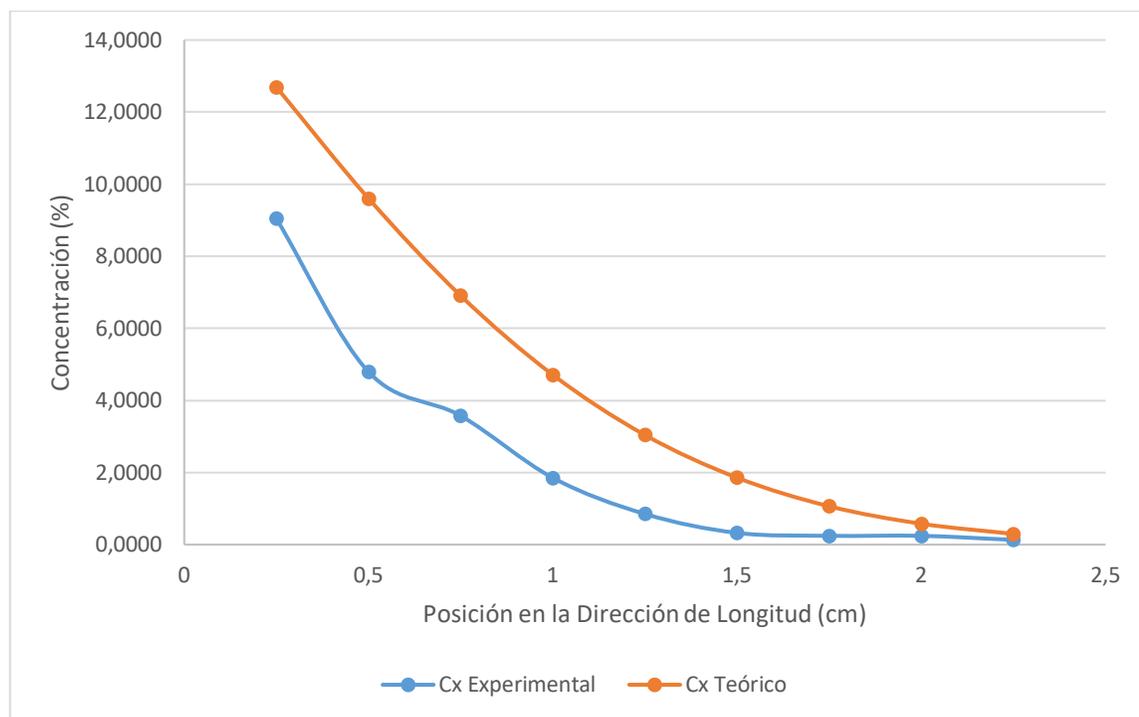


Figura 21: Concentración en Cx Obtenidas por Determinación de Cenizas (Cx Experimental) y Determinado por Def Global (Cx Teórico), en Impregnación a 60°C, en 48 h.

Al igual que la curva resultante a 20°C, representa el perfil de concentración para difusión en estado no estacionario y de forma muy clara la representación de los datos con el valor de Def Global, el cual decrece de forma paulatina y constante. En comparación el perfil obtenido por la determinación con datos experimentales decrece de forma brusca en un principio, desde 0,75 cm se visualiza un descenso paulatino para luego desde 1,5 cm volverse constante como las curvas de concentración muestran en su forma teórica (Bird et al., 2006; Duque, 2016).

En la curva experimental, no se aprecia un aumento en su valor como se muestra en la comparación a 20°C, pero los valores en 2 y 2,25 cm se acercan a los valores teóricos obtenidos, por lo tanto se aprecia una validez tanto al modelo obtenido en la resolución de la Ley de Fick y la experimentación completa.

6.2.2.2 Curva de Concentración por Ajuste de Valor de Difusividad.

Por medio de un ajuste en la ecuación encontrada en la sección 5.3.1, Ec. 44, se obtuvieron valores de concentración C_x teóricos y difusividad efectiva, de la cual se obtuvo un promedio de Def Teórica.

A continuación se presenta la curva resultante del ajuste realizado:

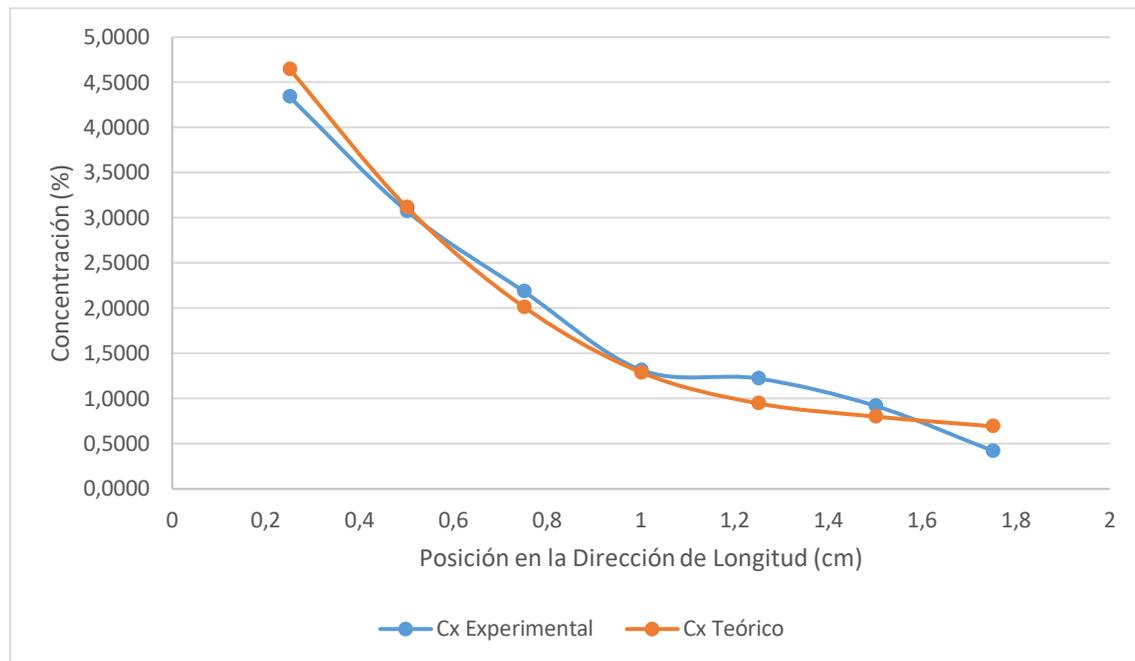


Figura 22: Concentración en C_x Obtenidas por la Determinación de Cenizas (C_x Experimental) y Determinación por Ajuste de Valor de Difusividad (C_x Teórico), Impregnación a 20°C , en 48 h.

En la figura 22 se observa la tendencia clara de los perfiles de concentración en estado no estacionario. Se observa que los puntos obtenidos en la experimentación se acercan en varios de los puntos obtenidos teóricamente. Tanto la difusividad teórica como la difusividad experimental, en este tiempo de impregnación tiene un error porcentual del 6%, lo cual es aceptable para este estudio, debido a que la experimentación de impregnación no está en las capacidades del experimentador controlar, como lo es el factor de orientación de las fibras o los cortes de la madera. El valor es resultado de las desviaciones en los puntos teóricos de la experimentación, que es parecido en algunos de estos.

Del ajuste en la ecuación encontrada en la sección 5.3.1, Ec. 44, se obtuvieron valores de concentración C_x teóricos y difusividad efectiva, de la cual se obtuvo un promedio de Def Teórica para el tiempo de 48 h de impregnación a 60°C .

A continuación la comparación entre los perfiles de concentración:

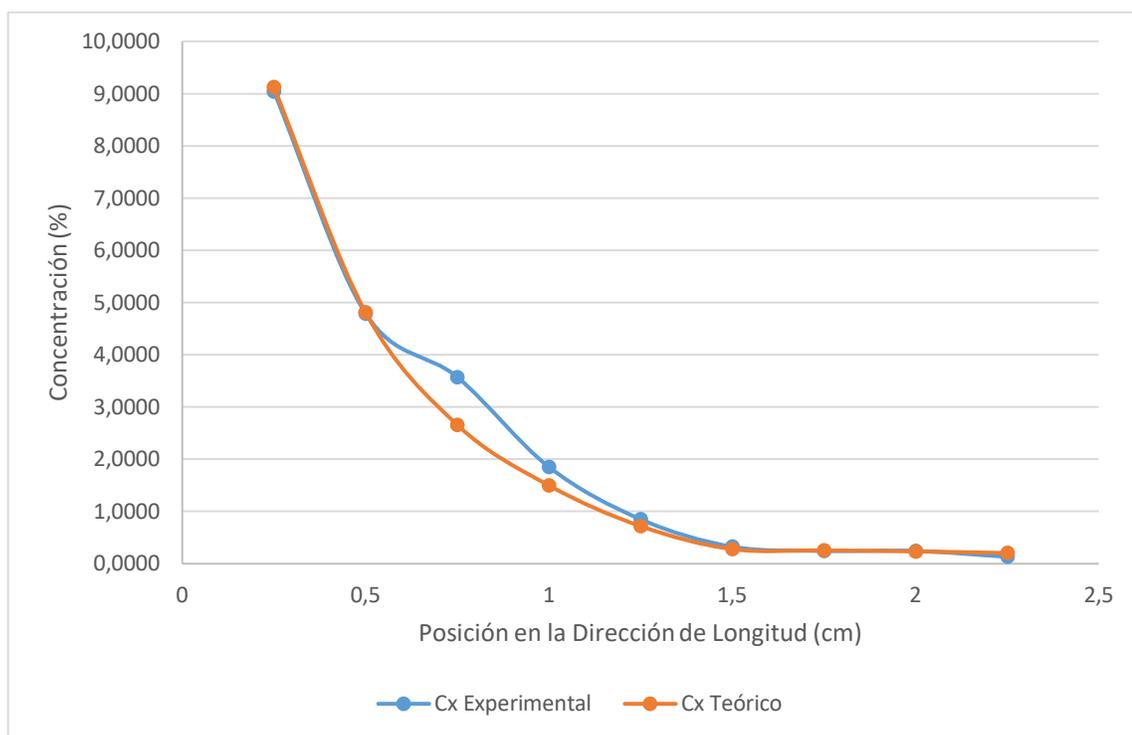


Figura 23: Concentración en Cx Obtenidas por la Determinación de Cenizas (Cx Experimental) y Determinación por Ajuste de Valor de Difusividad (Cx Teórico), Impregnación a 60°C, en 48 h.

Como se aprecia en la Figura 23, puntos forman un perfil en tendencia a un mostrado en estado no estacionario. En comparación al perfil resultante a 20°C, este se ajusta más cercano a puntos, como se aprecia en los tramos finales, entre 1,5 cm y 2,25 cm, esto tiene relación a la difusión a temperatura. En 0,75 cm se aprecia un desajuste de cercano al 23%. Tanto la difusividad teórica como la difusividad experimental a esta temperatura tiene un error porcentual del 7%, lo es cual aceptable para este estudio, debido a que la experimentación de impregnación, como se nombró con anterioridad, no está en las capacidades del experimentador controlar. A pesar de la cercanía de los puntos, el valor de error, se debe a gran diferencia en la concentración a 0,75 cm.

7 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7.1 Conclusiones.

Se definieron las condiciones para determinar la difusividad de acuerdo al valor óptimo de impregnación, en función a un estudio realizado en la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT) sobre la impregnación de Silicato en *Pino radiata*.

La difusividad del Silicato dentro de la madera, puede ser modelada por la Segunda Ley de Fick, de la cual se obtuvo una resolución de la ecuación, mediante suposiciones y condiciones de frontera adecuadas a objeto de estudio.

De la experimentación realizada en las condiciones definidas se obtuvieron concentraciones de Silicato, en las cuales se observa un incremento a medida que aumentaba el tiempo de impregnación, aumentando en más de un 180% la concentración de Silicato entre 3 h y 48 h de impregnación a una temperatura de 60°C.

La difusividad efectiva calculada del Silicato de Sodio en la madera en las condiciones de estudio, presentó una tendencia de crecimiento de los coeficientes a medida que se incrementa la temperatura de 20 a 60°C, aumentando en más de un 100% entre ambas temperaturas en un tiempo de 6 h. Los coeficientes variaron con el tiempo de impregnación a una temperatura constante, por lo cual no se puede apreciar una tendencia de crecimiento o decrecimiento en estos.

Con la obtención de un valor Global de Difusividad y un ajuste en Difusividad, se dio validez al método utilizado en la resolución de la Segunda Ley de Fick y a la experimentación realizada.

Se demuestra que el cálculo de la difusividad puede aplicarse a diferentes soluciones, tanto para ser impregnadas en madera u otro objeto, teniendo en cuenta las condiciones para realizar la modelación de la resolución de la Ley de Fick, y condiciones de impregnación requeridas a estudiar.

Los resultados obtenidos representan un primer avance para observar el movimiento de difusión realizado por el Silicato de Sodio en la madera, para de esta manera mejorar condiciones de impregnado, además de ser un escalado en el estudio de determinación de Difusividad en condiciones de ingreso de la solución al objeto estudiado.

7.2 Recomendación.

- Se recomienda que la molienda de las muestras sea de más tiempo, si se ocupa el mismo molino o uno de las mismas características. Debido a la disposición de este, el tiempo de molienda no fue suficiente para triturar bien las muestras. Por lo cual al momento de tamizar, este paso no se realizó, ya que se prefirió tener la muestra suficiente para realizar la experimentación, que fuera una muestra homogénea en su totalidad. De haber tenido una muestra más homogénea se habrían tenido mejores resultados.
- Según los resultados obtenidos en la experimentación a 20°C, se recomienda analizar un tiempo de impregnación entre 24 horas y 48 horas. Para de esta manera observar si a la experimentación le falta tiempo de fijación. De igual manera estudiar temperatura de 80°C, para visualizar como aumenta la concentración y cómo cambia la difusividad entre estas tres temperaturas.
- Para realizar el corte de la probeta cada 0,25 cm y determinar hasta qué punto se estudiaría, se observó el color del silicato, como la madera se coloreaba de un color plomo. Debido a que este color se puede matizar con el color de la madera al llegar a las concentraciones más bajas de Silicato, se recomienda encontrar un tinte al Silicato, para que de esta manera se vea el cambio de color a bajas concentraciones.
- Para los cortes de las probetas, distinguir entre cortes realizados si pertenecen a la albura o al duramen. Y estudiar cómo es la difusión en estas respectivas capas de la madera.

8 REFERENCIAS

- 789/1, Nc. (1999). Norma Chilena Oficial NCh 789/1. Of87: Madera - Parte 1: Clasificación de las maderas comerciales para su durabilidad natural., 1–4.
- Abalos R., M. (1988). La Industria de Impregnación en Chile. *División de Estudios Económicos, Vol. a*, 121–134.
- Alexander, E., & Moreno, A. (2016). *Análisis Técnico del uso de Silicato de Sodio para Estabilización Química de Suelos*. Universidad Distrital Francisco José de Caldas.
- Arce, A. E. (2016). Movimiento de Átomos y Iones en los Materiales. *Materiales, Vol. 5*, 30–50.
- Arguelles Alvarez, R., & Arriagada Martitegui, F. (2010). El panel Estructural de Madera y su Uso en Construcción, 4–10.
- Astorga, L., & Santander, J. (2019). Aplicaciones del Silicato de Sodio, 1–2.
- Balmaceda, M. L., Bochetto, A. N., Zaniolo, S. M., Fernandez, O. N., Bomben, R. M., & Malka, M. T. (2015). Determinacion Del Coeficiente De Difusión Del Agua En Semillas De Amaranthus Cruentus Rehumectadas Determination of Diffusion Coefficient of Water in Rehydrated Amaranthus Cruentus Seeds. *Avance En Ciencias e Ingeniería, 6*, 49–56.
- Bernardo, S. (2019). Silicato de Sodio y Potasio. Retrieved April 10, 2019, from <https://www.quipasur.cl/quimicos/silicato-de-sodio-y-potasio/>
- Bird, R. B., Stewart, W. E., & Lightfoot, E. N. (2006). *Fenomenos de Transporte*. (L. Wiley, Ed.) (Segunda Ed). México.
- Chemkhi, S. (2005). Water diffusion Coefficient in Clay Material from Drying Data. *Desalination, 185*(May), 491–498. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2005.04.052>
- Comaposada, J., & Muñoz, I. (1996). Coeficientes de Difusividad Efectiva e Isothermas de Sorción para Distintas Matrices de Salchichones. *Inginyeria Alimentaria*, (1988).
- Cruz, J. (2019). Procesos de impregnación. Retrieved May 17, 2019, from www.agroindustrias.cl/index.php?route=information/information&information_id=7
- Duque, D. (2016). Difusión en Sólidos. *Fenomenos de Transporte*.
- Feliú Jarpa, F. (2015). Análisis Tipos de Madera. *Estructuras Recíprocas, Vol. 1*.
- Fritz, A., & Mario, U. (2012). *Manual de Diseño: Construcción, Montaje y Aplicación de Envolvertes para la Vivienda de Madera*.
- Fritz, V. (2019). ¿Para Qué Sirve la Impregnación en la Madera? Retrieved May 15, 2019, from <https://www.venturelli.cl/para-que-sirve-la-impregnacion-en-la-madera>
- Gómez, M. G. (2015). Difusión Equimolar. *Transferencia de Materia, Vol. 1*, 1–18.
- International, A. (2019). Standard Test Method for Ash in Biomass, 01(Reapproved 2015), 29–31. <https://doi.org/10.1520/E1755-01R15.2>

- Jones, B. (2010). Manual de Impregnación: Manual para Supervisores y Operadores de Plantas de Impregnación de Madera. *Calidad de La Madera*, 10–42.
- Juárez, H. L. (2015). Perfil de Composición: Segunda Ley de Fick. *Modelos y Problemas de Difusión*, 2.
- Keim, N. (2010). Madera en la Construcción: Estetica y Sostenibilidad en un Único Material. *ProMateriales*, 92–106.
- Kolavali, R. (2013). *DIFFUSION OF IONS IN WOOD: Local Concentration Profiles of Li + Ion in a Single Wood Piece of Norway spruce*. Chalmers University of Technology.
- León Ancares, P. (2017). Memoria Anual: ¿QUÉ TIPO DE MADERA SIRVE PARA QUÉ COSA? Retrieved January 4, 2019, from www.maderas21.cl/que-tipo-de-madera-sirve-para-que-cosa/
- Mihoubi, D., Zagrouba, F., Amor, M. Ben, & Bellagi, A. (2007). Drying Technology : An International Journal DRYING OF CLAY . I MATERIAL CHARACTERISTICS. *Drying Technology*, 20(December 2013), 37–41. <https://doi.org/10.1081/DRT-120002552>
- Orellana, S., Garzona, V., Median, D., & Mejía, J. D. (2017). *Calculo de Coeficiente de Difusión para Vapores*. Universidad de El Salvador.
- Perez, M. (2016). Difusividad Efectiva. *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias, Tercera Ed*, 10.
- Perkowski, Z., & Gajda, M. (2016). Comparison of moisture diffusion coefficients for pine , oak and linden wood. *Journal of Building Physics*, 1–27. <https://doi.org/10.1177/1744259116673967>
- Pizarro, R. (2019). Madera impregnada. Retrieved May 17, 2019, from www.chilecubica.com/materiales/madera-impregnada/
- Porciuncula, B. D. A., Zotarelli, M. F., Carciofi, B. A. M., & Laurindo, J. B. (2013). Determining the effective diffusion coefficient of water in banana (Prata variety) during osmotic dehydration and its use in predictive models. *Journal of Food Engineering*, 119, 490–496. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.06.011>
- Rayder, R. A., & Wagner, I. (n.d.). Silicatos de Sodio Liquido y Solidos. *PQ Corporation. Industrial Chemicals Division, 2000*, 1–42.
- Read, C., Montalvo, G., Santana, T., Santoro, P., & Amarante, G. (2012). La Madera: Características y Propiedades.
- Ruiz, C. (2015). *Movimientos Atómicos Mecanismo de Difusión. Ingeniería Termodinamica* (Vol. Vol. 10).
- Sander, A., Skansi, D., & Bolf, N. (2003). Heat and Mass Transfer Models in Convection Drying of Clay Slabs. *Ceramics International*, 29, 641–653. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(02\)00212-2](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(02)00212-2)
- Santiago, A., & Sebastián, F. (2007). *Producción Conjunta de Silicato de Sodio y Derivados*. Universidad Nacional de Córdoba.

- Sepulveda, D. (2017). Propiedades e Información: Silicato de Sodio. Retrieved April 30, 2019, from www.blogindustrial.cl/silicato-de-sodio-en-chile/
- Stungo, N. (2004). *Madera en Construcción. Confemadera*. Bruselas.
- Vasić, M., Grbavčić, Ž., & Radojević, Z. (2012). Methods of Determination for Effective Diffusion Coefficient During Convective Drying of Clay Products. *INTECH, Vol. 15*.
- Vasic, M., & Radojevic, Z. (2011). ESTABLISHING A METHOD FOR DETERMINATION OF EFFECTIVE. *ModTech International Conference, Modern Technologies, Quality and Innovation*, (May).
- Virgen-Navarro, L., Herrera-Lopez, E. J., Espinoza-Andrews, H., Guatemala-Morales, G. M., Corona-Gonzales, R. I., & Arriola-Guevara, E. (2016). Estimación del Coeficiente de Difusividad Durante el Tostado de Café en un Lecho Fuente Utilizando un Modelo Difuso. *Revista Mexicana de Ingeniería Química, Vol. 15*, 513–524.
- Voisin, L. A. (2010). Difusión en Sólidos. *Metalografía y Tratamientos Térmicos, Vol. III*, 1–6.
- Wilson, A. . (2016). Algunos Métodos de Estimación para Difusividad. *Estudios de Difusión*, 1–6.
- Zanden Van der, A. J. J., Schoenmakers, A. M. E., & Kerkhof, P. J. A. M. (1996). Isothermal vapour and liquid transport inside clay during drying. *Eindhoven University of Technology, 14*(1996), 647–676. <https://doi.org/10.1080/07373939608917119>
- Zimmermann, M. H., & Siau, J. F. (1984). *Transport Processes in Wood*. (T. E. Timell, Ed.). New York.

9 ANEXOS

Anexo 1: Preparación de Resina para Curado de Probetas.

La resina utilizada es epóxica, la cual se compone de la resina y un catalizador. La preparación consta de una relación 7:3 de resina con catalizador, esta relación se realiza en gramos de cada componente.

Para aplicar la resina a cinco probetas se utilizan 10 g de resina y 4 g de catalizador.

Se recomienda realizar la preparación de resina en cantidades pequeñas. Esto debido a que la solidificación de la resina es rápida, y realizar grandes cantidades no sería lo adecuado, puesto que se perdería mezcla.

Anexo 2: Preparación de Solución Impregnante.

Se extrae silicato desde un tambor, este debe filtrarse para eliminar cualquier partícula de suciedad que pueda tener. Luego de la extracción de preparar una solución de Silicato, nombrada Solución Madre, esta se realiza en una relación de 2:1 de agua destilada y silicato extraído del tambor, relación realizada en gramos de solución.

Una vez preparada la Solución Madre, se elabora la solución a utilizar para la impregnación, llamada Solución Impregnante. Esta solución se prepara mediante los cálculos de Solución $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O}$, calculados gracias a la realización del Ensayo Lectura ISP (Espectrofotómetro de Emisión Atómica de Acoplamiento Inductivo) a la Solución Madre. Cálculos presentes en el Anexo 3.

Se realizaron los cálculos para preparar una Solución Impregnante de 5000 g para los seis vasos experimentales, puesto que se le agregaban 800 g de solución, para esta cantidad se pesó:

Tabla 6: Cantidades de Componentes para Solución Impregnante

Componentes	Gramos Necesarios (g)
Silicato de Solución Madre	555,56
Agua Destilada	4444,76

Para la preparación de la Solución Madre, se preparó la cantidad necesaria para la elaboración de la Solución Impregnante, es decir cómo se necesitó 555 g, se preparó 600 g. Los 45 g se utilizaron para análisis.

Tabla 7: Cantidades de Componentes para Solución Madre de Silicato

Componentes	Gramos Necesarios (g)
Agua Destilada	400
Silicato de Tambor	200
Total	600

Anexo 3: Ejemplos de Cálculos Solución Madre

La Solución Madre tiene las Sigüientes Características:

Tabla 8: Características de Solución Madre

Componente	% de Componente
% de SiO ₂	18 %
% de Na ₂ O	6,36%
Relación (SiO ₂ / Na ₂ O)	2,85

La solución Impregnante que se desea preparar tiene las siguientes características:

Tabla 9: Características de Solución a Preparar.

Características	Cantidad
Masa de Solución Impregnante (z)	1000 g
% de SiO ₂	10%
Relación (R _f) (SiO ₂ / Na ₂ O)	2,55
Cantidad de NaOH para añadir	x

Según balance:

$$18\% \text{ de } X = Y \% \text{ de } Z$$

Dónde:

X= masa requerida.

Y= % de SiO₂ en la Solución Impregnante.

Z= masa de Solución Impregnante.

$$18\% \text{ de } X = 10 \% \text{ de } 1000 \text{ g}$$

$$X = \frac{10}{18} 1000 \text{ g}$$

$$X = 555,55 \text{ g}$$

La masa de SiO₂ en esta solución es:

$$\% \text{ SiO}_2 X = \text{g de SiO}_2$$

$$0,18 (555,55) = 100 \text{ g}$$

La masa de Na₂O en esta solución es:

$$\% \text{ Na}_2\text{O } X = \text{g de Na}_2\text{O}$$

$$0,0636 (555,55) = 35,33 \text{ g}$$

Se desea preparar una solución con la razón SiO₂/ Na₂O (Rf) de 2,55. Por lo tanto, la masa final de Na₂O en la solución impregnante tiene que ser:

$$\text{Masa de Na}_2\text{O} = \frac{0,18 X}{R_f}$$

$$\text{Masa de Na}_2\text{O} = \frac{100}{2,55}$$

$$\text{Masa de Na}_2\text{O} = 39,21 \text{ g}$$

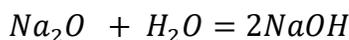
Luego, la cantidad de Na₂O que se debe añadir en 555,55 g de la Solución Madre es:

$$\text{Masa de Na}_2\text{O a añadir} = \text{Masa de Na}_2\text{O Final} - \text{Masa de Na}_2\text{O Solción}$$

$$\text{Masa de Na}_2\text{O a añadir} = 39,21 - 35,33$$

$$\text{Masa de Na}_2\text{O a añadir} = 3,88 \text{ g}$$

Para convertir Na₂O en NaOH, se sabe:



Se multiplica 1,29075 veces la masa de Na₂O, por lo cual, la cantidad de NaOH que se añade es:

$$\text{Masa de NaOH añadir} = 1,29075(\text{Masa de Na}_2\text{O a añadir})$$

$$\text{Masa de NaOH añadir} = 1,29075(3,88 \text{ g})$$

$$\text{Masa de NaOH añadir} = 5,008 \text{ g}$$

La cantidad de agua que se debe añadir es:

$$W = 1000 - (5 + 555,55)$$

$$W = 439,44 \text{ g}$$

Como conclusión, para preparar 1000g de Solución Impregnante con 10% de SiO₂ y razón Rf de 2,55, se debe añadir 5 g de NaOH y 439,44 g de agua en 555,55 gramos de Solución Madre.

Anexo 4: Prueba de Difusividad en Madera.

Se realizó una prueba de difusividad de madera en agua destilada, para ver como la solución difundía dentro de ésta. Esto ayudo a ver el tiempo en los cuales se proponían a estudiar, sino también el tamaño para la madera.

Las maderas representaban los tiempo de impregnado a estudiar, los cuales fueron 4 h, 8 h, 16 h, 24, y 48 h. Se aplicó la misma metodología que la experimentación de impregnación a 20°C.

Después de pasado el tiempo de impregnación, se realizó los cortes para observar la difusividad dentro, a diferencia a la metodología final, es la distancia de corte la cual fue cada 0,5 cm.

Tabla 10: Observaciones de Cortes realizados a Prueba de Difusión de Agua en Madera

Tiempo de Impregnación	Observaciones
4 h	El ingreso del agua de manera homogénea se visualizó hasta 1 cm. En 1,5 cm se observó el ingreso de agua muy leve, una mancha circular en el centro. En 2 cm ya no se observaba agua.
8 h	El ingreso de agua de manera homogénea se visualizó hasta 1 cm. En 1,5 cm, se aprecia agua pero no cubriendo todo el trozo. En 2 cm se observa un círculo de agua. En 2,5 cm no se observa agua.
16 h	Se realizó el corte a 2 cm, donde el agua difundió, en forma de circulo, más grande que en el corte de 2 cm a 8 h.
24 h	Se observa el ingreso de agua de manera homogénea hasta 1 cm. En 1,5 cm se aprecia agua cubriendo el trozo casi en su totalidad. En 2 cm se observa más agua que en el trozo cortado a 8 h. Ya en 2,5 no se observa agua.
48 h	Se observa el ingreso de agua de manera homogénea hasta 1 cm. En 1,5 cm se aprecia agua cubriendo el trozo en su totalidad. En 2 cm se observa más agua que en el trozo cortado a 8 h. En 2,5 se observa un círculo de agua. Ya en 3 cm no se observa agua

De acuerdo a lo observado en los cortes se concluyó que si se contempla una difusión dentro de la madera. Puesto que el agua es menos densa que el silicato, se determinó que los cortes debían ser de 0,25 cm en vez de 0,50 cm. Por la distancia recorrida, el largo de la probeta se redujo de 7 cm a 5 cm, de esta manera en cada vaso precipitado se colocarían 2 probetas de madera al mismo nivel de la solución.



Figura 24: Cortes en la Madera en Prueba de Difusión con Agua a 24 h.

Anexo 5: Análisis Corte de Probeta para Cenizas.

Corte de Probetas en Experimentación a 20°C

Los cortes que se realizaron, se hicieron con la resina en la probeta, puesto que no se sabe con exactitud como la resina quedo en la superficie de la madera. De esta manera al cortar los trozos primero, se sabe cuanta resina está en los bordes, por lo tanto se puede eliminar con exactitud la resina aplicada, de tal forma que no afecte a la masa final a la cual se le realice cenizas.

Al observar los cortes, se visualizó que el silicato impregnado tomó un color grisáceo, por lo cual esta tonalidad, fue la que se siguió observando para ver a que longitud se debía realizar cenizas. Se observó de igual manera, que a pesar de estar en las mismas condiciones, la impregnación de las probetas en el tiempo de impregnación no fue similar, por lo cual se llegó a una longitud promedio. En total de esta variable de temperatura se tendrán 44 muestras de concentración de Silicato.

Al momento de tamizar las muestras molidas, esto no se logró realizar, debido que la muestra total después de ser tamizada era menor a 0,5 g, que por norma impide un valor menor a este. Por lo cual se prefirió una masa superior, a una masa menor. La homogeneidad, aunque era bastante buena en las muestras, con más tiempo de molienda sería más homogénea, por lo cual serian mejores los resultados obtenidos.

Corte Probetas en Experimentación a 60°C

En las observaciones se divisó un aumento de silicato en la dirección x de impregnación. De igual manera se visualizó un aumento en la concentración de silicato entre los 0,25 a 1,00 cm, esto comparando el color que tomo la madera a esta temperatura, el cual al tener más Silicato, tomó un color más amarillo, comprobando que a una mayor temperatura la concentración de Silicato aumenta, no como a 20°C, que el color es más grisáceo. En total de esta variable de temperatura se tendrán 58 muestras de concentración de Silicato.

Anexo 6: Norma ASTM.

Se utilizó la Norma ASTM para Biomasa, como guía para la realización de cenizas (International, 2019).

This international standard was developed in accordance with internationally recognized principles on standardization established in the Decision on Principles for the Development of International Standards, Guides and Recommendations issued by the World Trade Organization Technical Barriers to Trade (TBT) Committee.



Designation: E1755 – 01 (Reapproved 2015)

Standard Test Method for Ash in Biomass¹

This standard is issued under the fixed designation E1755; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of ash, expressed as the mass percent of residue remaining after dry oxidation (oxidation at $575 \pm 25^\circ\text{C}$), of hard and soft woods, herbaceous materials (such as switchgrass and sericea), agricultural residues (such as corn stover, wheat straw, and bagasse), wastepaper (such as office waste, boxboard, and newsprint), acid and alkaline pretreated biomass, and the solid fraction of fermentation residues. All results are reported relative to the 105°C oven-dried mass of the sample. For particulate wood fuels, Test Method E1534 should be used.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.3 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

E1534 Test Method for Determination of Ash Content of Particulate Wood Fuels

E1756 Test Method for Determination of Total Solids in Biomass

E1757 Practice for Preparation of Biomass for Compositional Analysis

3. Terminology

3.1 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 ash—the inorganic residue left after ignition at $575 \pm 25^\circ\text{C}$.

4. Significance and Use

4.1 The ash content is an approximate measure of the mineral content and other inorganic matter in biomass.

4.2 The ash content is used in conjunction with other assays to determine the total composition of biomass samples.

5. Apparatus

5.1 *Ashing Crucibles, 50 mL*, platinum crucibles are preferred, but silica or porcelain crucibles may be used.

5.2 *Muffle Furnace*, an electric furnace is recommended for igniting the sample. The furnace should be fitted with an indicating pyrometer or thermocouple, so that the required temperature of $575 \pm 25^\circ\text{C}$ can be maintained.

5.3 *Analytical Balance*, sensitive to 0.1 mg.

5.4 *Desiccator*, using anhydrous calcium sulfate.

5.5 *Drying Oven*, with temperature control of $105 \pm 2^\circ\text{C}$.

6. Test Specimen

6.1 Test specimens suitable for analysis by this test method are as follows:

6.1.1 Prepared biomass samples that have been prepared according to Practice E1757.

6.1.2 Biomass feedstocks, dried at 105°C according to Test Method E1756,

6.1.3 Pretreated biomass, dried at 105°C according to Test Method E1756, and

6.1.4 The solids fraction of fermentation residues, dried at 105°C according to Test Method E1756.

6.2 The test specimen shall consist of approximately 0.5 to 1.0 g of sample obtained in such a manner to ensure that it is representative of the entire lot of material being tested.

Note 1—All samples should be ground or milled to reduce the size of the large pieces to less than 1 mm in diameter. The sample is then redried at 105°C prior to testing. Prepared biomass can be used in place of 105°C dried material, but the mass of the material must be corrected for its moisture content by using Test Method E1756, prior to calculating the ash.

7. Procedure

7.1 Mark a pan or crucible with a unique identification using a porcelain marker, place it in the muffle furnace at $575 \pm 25^\circ\text{C}$. Remove the pan or crucible from the furnace, cool to room temperature in a desiccator, and weigh to the nearest 0.1

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D48 on Biomass and Industrial Chemicals from Biomass and is the direct responsibility of Subcommittee D48.05 on Biomass Conversion.

Current edition approved June 1, 2015. Published July 2015. Originally approved in 1995. Last previous edition approved in 2007 as E1755-01(2007)07. DOI: 10.1520/E1755-01R15.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

Figura 25: Norma ASTM para Biomasa, Hoja 1

 E1755 – 01 (2015)

mg. For an aluminum pan, two hours of heating at $575 \pm 25^\circ\text{C}$ will be sufficient to bring the pan to constant mass. With a crucible, however, the following procedure is used: place the crucible in the furnace at $575 \pm 25^\circ\text{C}$ for 3 h. Remove the crucible and place in a desiccator. Allow the crucible to cool to room temperature and then weigh the crucible to the nearest 0.1 mg. Record this mass. After weighing, return the crucible to the furnace for 1 h at $575 \pm 25^\circ\text{C}$, cool again in the desiccator, and reweigh. Repeat this step until the mass of the crucible varies by less than 0.3 mg from the previous weighing. Record this final mass as the crucible tare mass, m_{cont} . Keep the pan or crucible in a desiccator until used.

7.2 Weigh approximately 0.5 to 1.0 g, to the nearest 0.1 mg, of a test specimen into the tared pan or crucible. If the sample being analyzed is a test specimen dried at 105°C , the sample should be stored in a desiccator until use. For a 105°C dried test sample, record the mass (container plus sample mass) as the initial mass, m_{tot} . For prepared biomass samples prepped according to Practice E1757, record the mass (container plus sample mass) as the initial mass, m_{tot} .

NOTE 2—For prepared biomass samples, it is recommended that samples for moisture determination should be weighed out at the same time as the samples for the ash determination. If this is done at a later time it can introduce an error in the calculation because ground biomass can rapidly gain or lose moisture when exposed to the atmosphere.

7.3 Place the container and contents in the muffle furnace and ignite at $575 \pm 25^\circ\text{C}$ for a minimum of 3 h, or until all the carbon is eliminated. To avoid flaming, initially heat the sample to 250°C at a rate of 10 K/min and hold for 30 min before increasing the temperature to $575 \pm 25^\circ\text{C}$. Avoid heating above the maximum stated temperature.

NOTE 3—For test specimens containing high amounts of ash (greater than 5 % by mass), it will be necessary to increase the time in the furnace to overnight to ensure complete elimination of the carbon. This ignition time period should not exceed 24 h.

7.4 Taking care to protect the test container from strong drafts to avoid mechanical loss of test specimen, remove the pan or crucible with its contents to a desiccator, cool to room temperature, weigh to the nearest 0.1 mg, and record this mass. Repeat the heating for one hour periods until the mass after cooling is constant to within 0.3 mg. Record the final mass of the ash, m_{ash} , as the container plus ash mass.

8. Calculation

8.1 For 105°C dried materials, calculate the mass percent of ash, as follows:

$$\% \text{ ash} = [(m_{\text{ash}} - m_{\text{cont}})/(m_{\text{tot}} - m_{\text{cont}})] \times 100 \quad (1)$$

where:

- % ash = mass percent of ash, based on 105°C oven-dried mass of the sample,
- m_{ash} = mass of ash and container, g,
- m_{cont} = tare mass of container, g, and
- m_{tot} = initial mass of 105°C dried sample and container, g.

8.2 For a prepared biomass sample, prepped according to Practice E1757, the following calculation may be used to report the mass percent of ash on a 105°C dried mass basis,

provided that the test specimen has already been analyzed for mass percent total solids at 105°C using Test Method E1756.

$$m_s = (m_{\text{tot}} - m_{\text{cont}}) \times T/100 \quad (2)$$

where:

- m_s = mass of moisture-free solids in the prepared biomass sample, g,
- m_{tot} = initial mass of prepared biomass sample and container, g,
- m_{cont} = tare mass of container, g, and
- T = mass percent of total solids in sample, as determined by Test Method E1756.

$$\% \text{ ash} = [(m_{\text{ash}} - m_{\text{cont}})/m_s] \times 100 \quad (3)$$

where:

- % ash = mass percent of ash, based on 105°C oven-dried mass of the sample,
- m_{ash} = mass of ash and container, g,
- m_{cont} = tare mass of container, g, and
- m_s = mass of moisture-free solids in the prepared biomass sample, g.

9. Report

9.1 Report the result to two decimal places, as a mass percent of the sample's 105°C dried mass, and cite the basis used in the calculation.

10. Precision and Bias

10.1 **Summary**—In comparing two single observations (Eq 1 only), the difference should not exceed 10.4 % of the average of the two observations in 95 out of 100 cases when both observations are taken by the same well-trained operator using this procedure and specimens randomly drawn from the same sample of material.^{3,4} The true value of ash can only be defined in terms of this procedure. Within this limitation, this test method has no known bias.

10.2 **Interlaboratory Test Data**⁵—In interlaboratory testing run in 1993, randomly drawn samples of hybrid poplar were tested in each of five different laboratories. An operator in each laboratory tested duplicate specimens of the sample. The components of variance for ash results expressed as coefficients of variation were calculated to be:

Single-operator component	2.67 % of the average
Between-laboratory component	8.93 % of the average

NOTE 4—The square roots of the components of variance are being reported to express the variability in the appropriate units of measure rather than as the squares of those units of measure.

10.3 **Critical Differences**—For the components of variance reported in 10.2, two averages of observed values of the ash content should be considered significantly different at the 95 %

³Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) Standard Methods, Method T 211 om-85, Ash in Wood and Pulp, 1991.

⁴Vinzant, T.H., Pontick, L., Nagle, N.J., Sherman, C.L., Reynolds, J.H., and Himesel, M.E., "SSP Comparison of Selected Woods From Southern Sawmills," *Applied Biochemical Biotechnology*, 45946, 1994, pp. 611-626.

⁵A copy of the supporting data for the interlaboratory test is available from the Ethanol Project Chemical Analysis and Testing Task, National Renewable Research Laboratory, 1617 Cole Boulevard, Golden, CO 80401-3393.

Figura 26: Norma ASTM para Biomasa, Hoja 2.

 E1755 – 01 (2015)

probability level if the difference equals or exceeds the critical differences given in Table 1.

TABLE 1 Critical Difference, Percent of Grand Average, For the Conditions Noted^{a,b}

Number of Observations in Each Average	Single Operator Precision	Between-Laboratory Precision
1	10.4	26.8
2	7.4	25.8

^a The critical differences were calculated with $z = 1.960$.
^b To convert the values of the critical differences to units of measure, multiply the critical differences by the average of the two specific sets of data being compared and divide by 100.

10.4 Confidence Limits—For the components of variance reported in 10.2, single averages of observed values have the 95 % confidence limits given in Table 2.

Note 5—The values of the critical differences and confidence limits should be considered to be a general statement, particularly with respect to between-laboratory precision. Before a meaningful statement can be made about two specific laboratories, the amount of statistical bias, if any, between them must be established, with each comparison being based on recent data obtained on specimens taken from a lot of material of the type

TABLE 2 Width of 95 % Confidence Limits, Percent of Grand Average, For the Conditions Noted^{a,b}

Number of Observations in Each Average	Single Operator Precision	Between-Laboratory Precision
1	±7.4	±19.0
2	±5.2	±18.2

^a The critical differences were calculated with $z = 1.960$.
^b To convert the values of the critical differences to units of measure, multiply the critical differences by the average of the two specific sets of data being compared and divide by 100.

being evaluated so as to be as nearly homogenous as possible and then randomly assigned to each of the laboratories.

10.5 Bias—This procedure for measuring ash has no bias because the value of ash is only defined in terms of this test method. Changes in ashing parameters may vary the mass of ash recovered. Prolonged heating of the ash beyond the times specified in 7.3 may cause the volatilization of alkali elements and cause a lower ash content.

11. Keywords

11.1 agricultural residue; ash; biomass; fermentation residue; herbaceous; waste paper; wood

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Bar Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2950, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9885 (phone), 610-832-9885 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy this standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>

Figura 27: Norma ASTM para Biomasa, Hoja 3.

Anexo 7: Figuras Comparativas para los Perfiles de Concentración Obtenidos.

El artículo donde se extrajeron estas figuras fue realizado en la Universidad de Chalmers en Suecia en el año 2013 (Kolavali, 2013).

Las dimensiones de las muestras están dimensionadas de acuerdo al corte Longitudinal x Radial x Tangencial de la madera de Abeto.

Efecto del Tiempo de Impregnado:

◇ 1 h impr. □ 4 h impr. △ 12 h impr.

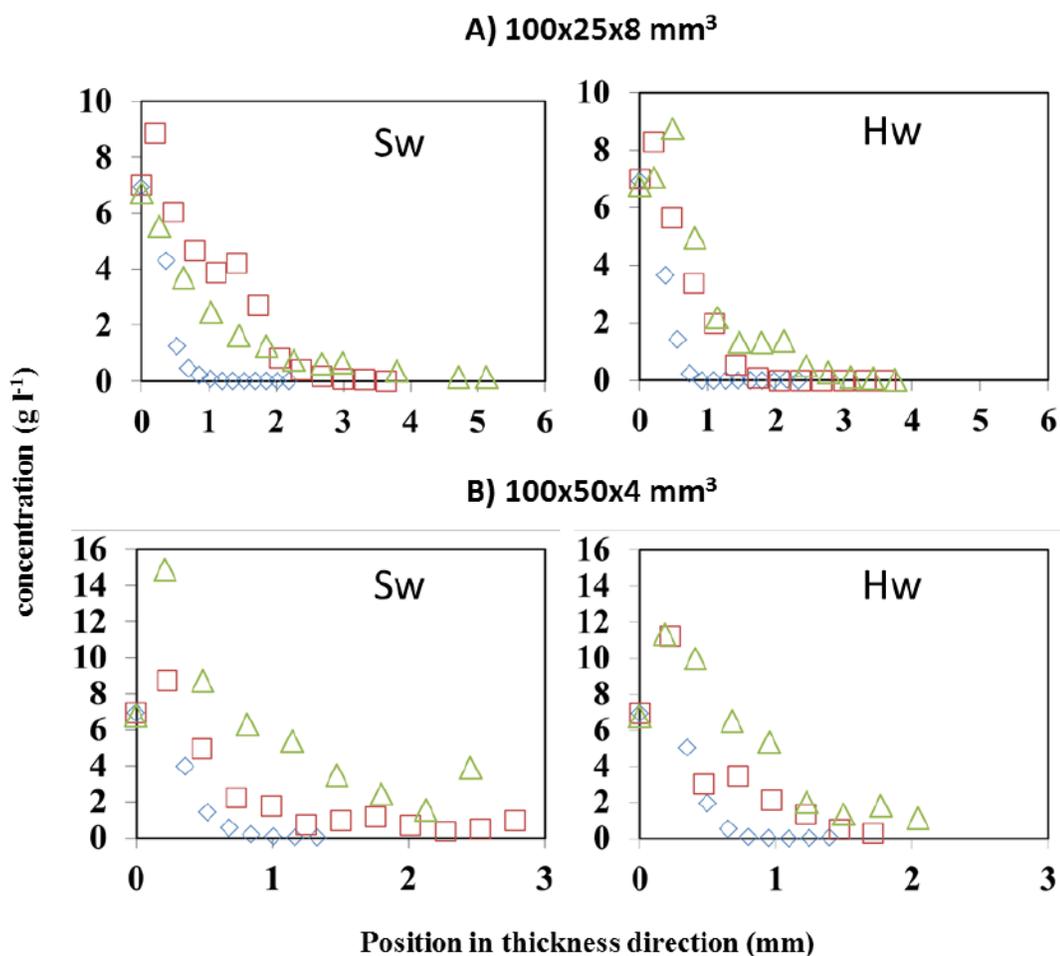


Figura 28: Perfiles de Concentración del ion Li⁺ Medidos en NWP a Partir de la Muestras de Albura (Sw) y Duramen (Hw) de Madera de Abeto Noruego en Función de los Tiempos de Impregnación a Temperatura Ambiente: A) 100x25x8 mm³, y B) 100x50x4 mm³.

Efecto de la Temperatura de Impregnado

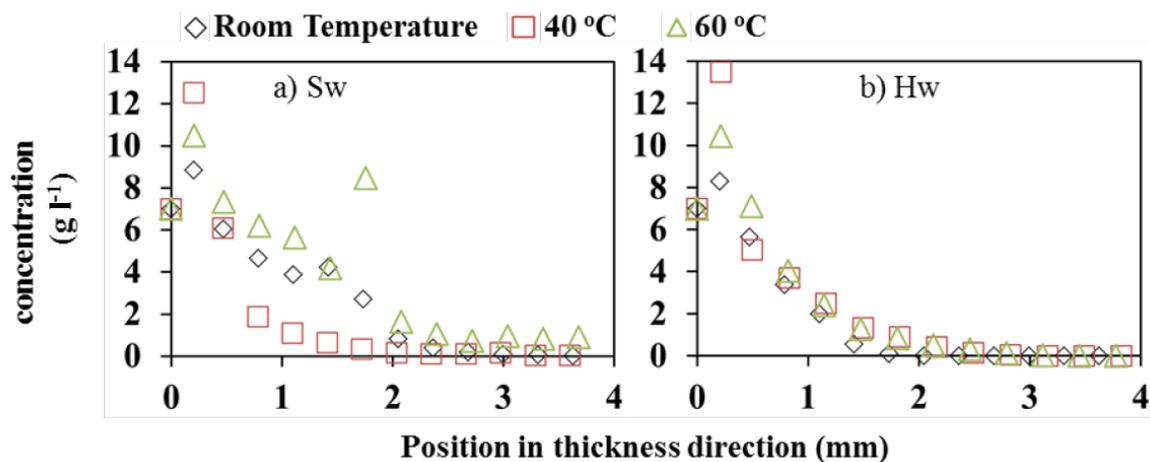


Figura 29: Efecto de la Temperatura en los Perfiles de Concentración de Iones de Li+ en el NWP del Abeto Noruego con Dimensiones de 100x25x8 mm³ Después de 4 h de Tiempo de Impregnación para Muestras de a) Albura (Sw), y b) Duramen (Hw)

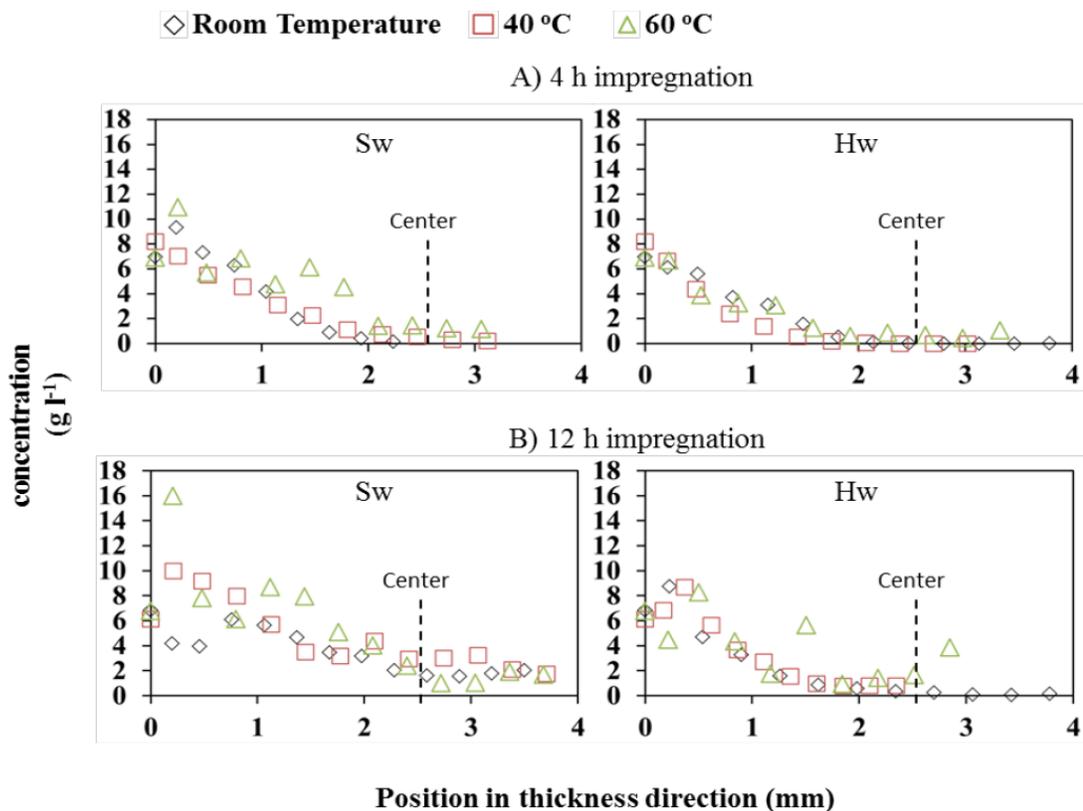


Figura 30: Perfiles de Concentración de Iones Li⁺ en SsWP en Muestras de 100x22x5 mm³ Preparadas a Partir de Albura (Sw) y Duramen (Hw) de Madera de Abeto Noruego en Función de la Temperatura de Impregnación Durante A) 4 h, y B) 12 h.

Anexo 8: Datos Obtenidos en Investigación Realizada.

De los datos de Difusividad Efectiva obtenidos por la resolución de la Segunda Ley de Fick, se obtuvieron mediante la concentración de Silicato obtenido por cenizas.

Tabla 11: Coeficiente de Difusividad Efectiva, Expresado en m²/s, a Distintas Condiciones de Impregnación.

Tiempo de Impregnación (h)	Temperatura de Impregnación (°C)	
	20°C	60°C
3	1,21 E-10	4,08 E-10
6	1,73 E-10	3,72 E-10
16	1,16 E-10	1,67 E-10
24	9,87 E-11	2,39 E-10
48	1,08 E-10	1,28 E-10

Anexo 9: Datos Comparativos para las Difusividades Obtenidas.

El artículo donde se extrajeron los datos fue realizado en la Universidad Nacional de San Luis en Argentina en el año 2015 (Balmaceda et al., 2015).

Al igual que en presenta informe, el cálculo del Coeficiente de Difusividad se realizó mediante un modelo difusional basado en la solución analítica de la Segunda Ley de Fick, considerando a la semilla de amaranto como una esfera de radio 0,6 mm.

Tabla 12: Coeficiente de Difusión Efectivo (Def), Expresado en m²/s, a Distintas Condiciones de Rehumectación.

Tiempo (h)	11°C	35°C	50°C
0,5	9,35 E-13	2,88 E-12	8,85 E-12
1	7,40 E-13	3,84 E-12	5,58 E-12
2	1,64 E-12	6,07 E-12	7,06 E-12
4	2,42 E-12	4,75 E-12	5,01 E-12

Anexo 10: Caracterización de Soluciones de Silicato.

Parte de la experimentación se caracterizaron las soluciones que se utilizaron, tanto la Solución Madre para ambas experimentaciones, las Soluciones de Impregnación para ambas temperaturas.

La caracterización consta de medir pH, porcentaje de sólidos y densidad. No se midió viscosidad, debido al uso del equipo.

pH.

Tabla 13: Promedio de Mediciones de pH.

Muestra	pH
Madre 1	11,9
IMP 20°C	11,3
Madre 2	11,9
IMP 60°C	11,3
DEP IMP 60°C	11,3

Densidad

Tabla 14: Cálculo de Densidad, realizada en Picnómetro.

Muestra	Densidad (g/ml)
Madre 1	1,0621
IMP 20°C	0,9660
Madre 2	1,0581
IMP 60°C	0,9654
DEP IMP 60°C	0,9677
Agua	1,0000

Solidos

Tabla 15: Porcentaje de Solidos en %P/V Realizados en las Muestras.

Muestra	Solidos (%P/V)
Madre 1	14,84
IMP 20°C	1,83
Madre 2	14,82
IMP 60°C	1,81
DEP IMP 60°C	2,34

Mediante la caracterización de las soluciones se visualizó que ambas Soluciones Madres ocupadas y las dos Soluciones Impregnantes, están en rangos parecidos, por lo cual se puede suponer que ambas soluciones son iguales.