



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO
INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
DOCTORADO EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES

Y

UNIVERSIDAD DE SEVILLA
INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE SEVILLA
DOCTORADO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE NUEVOS
MATERIALES

TESIS

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UNA ESPUMA DE VIDRIO
A PARTIR DEL RECICLADO DE RESIDUOS DE OBSIDIANA

PRESENTA
Raúl Hiram Méndez Ruiz

Directores

Dr. Màrius Ramírez Cardona

Dra. María Isabel Domínguez Leal

2026



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo
Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería
School of Engineering and Basic Sciences
Director

Mineral de la Reforma, Hgo., a 15 de junio de 2026

Número de control: ICBI-D/1083/2026

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCIO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

El Comité Tutorial de la tesis titulada **"SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UNA ESPUMA DE VIDRIO A PARTIR DEL RECICLADO DE RESIDUOS DE OBSIDIANA"**, realizado por el sustentante **Raúl Hiram Méndez Ruiz** con número de cuenta **490052** perteneciente al programa de **Doctorado en Ciencias de los Materiales (tradicional)**, una vez que ha revisado, analizado y evaluado el documento recepcional de acuerdo a lo estipulado en el Artículo 110 del Reglamento de Estudios de Posgrado, tiene a bien extender la presente:

AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN

Por lo que el sustentante deberá cumplir los requisitos del Reglamento de Estudios de Posgrado y con lo establecido en el proceso de grado vigente.

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

DOMINGUEZ LEAL
MARIA ISABEL -
28487492Z

Firmado digitalmente por
DOMINGUEZ LEAL MARIA
ISABEL - 28487492Z
Fecha: 2026.06.16
15:32:59 +02'00'

El Comité Tutorial

Dra. María Isabel Domínguez Leal
Directora de tesis

Dr. Mārius Ramírez Cardona
Codirector

Dr. Julio Cesar Juárez Tapia
Titular

Dr. Marcelino Antonio Zúñiga Estrada
Sinodal

ROMEO
SALAZAR EVA -
DNI 29104799R

Firmado digitalmente
por ROMEO SALAZAR
EVA - DNI 29104799R
Fecha: 2026.06.16
11:49:57 +02'00'

Dra. Eva Romeo Salazar
Sinodal

Dr. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI
(Vo.Bo.)



GVRIBO

"Amor, Orden y Progreso"



Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo
Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo,
México. C.P 42184
Teléfono: 52 (771) 71 720 00 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergara@uaeh.edu.mx

uaeh.edu.mx

DEDICATORIA

A mis padres Virginia y Santos, por estar siempre presentes en cada etapa de mi vida, por el apoyo y amor que me demuestran cada día. Gracias, este logro es de ustedes.

A mis hermanos Tadea y Sahid, por apoyarme y estar siempre cuando los necesito.

A mis sobrinitas, Aithana, Altair y Tadeita, por llenar mi vida de alegría con sus risas, sus ocurrencias y su cariño.

A todos ustedes les agradezco su amor, su apoyo y su presencia; con cariño, les dedico este trabajo.

AGRADECIMIENTOS

Esta tesis doctoral no habría sido posible sin el apoyo de las personas e instituciones que me acompañaron durante este proceso.

Agradezco a la **SECIHTI** por la beca doctoral otorgada; a la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo y a la Universidad de Sevilla, instituciones en las que desarrollé este doctorado. También a la Universidad de Sevilla por la beca de movilidad Erasmus+ y por la beca para el desarrollo de tesis doctoral en régimen de cotutela, apoyos que contribuyeron para llevar a cabo mi estancia en Sevilla; a CITNOVA, por la beca otorgada para la realización de mi estancia de investigación en el extranjero; y al Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, por las facilidades brindadas, el acceso a sus instalaciones e infraestructura, y por permitirme desarrollar parte de esta tesis en dicho instituto.

Asimismo, al Laboratorio **Nacional** de Geoquímica y Mineralogía, **LANGEM**, del Instituto de Geología de la UNAM, y a la Q.F.B. Patricia Girón García, por la preparación de muestras y los análisis de fluorescencia de rayos X; al Dr. Lauro Bucio Galindo, por los análisis TGA/DSC realizados en el Laboratorio de Cristalofísica y Materiales Naturales de la UNAM; al Dr. Juan Carlos Sánchez y a **Ramón** Gullón, técnico del ICMS, por el apoyo brindado en el uso del microscopio confocal; y al Dr. Antonio Monzón Bescós, de la Universidad de Zaragoza, por los análisis de conductividad térmica.

De manera especial, quiero expresar mi agradecimiento más profundo a mis directores de tesis, el Dr. Màrius Ramírez Cardona y la Dra. María Isabel Domínguez Leal. No siempre se tiene la fortuna de encontrar directores que

acompañen con calidad académica y, al mismo tiempo, con tanta calidad humana. En mi caso, tuve esa fortuna, y por ello me siento profundamente agradecido.

A la Dra. María Isabel Domínguez Leal, Maribel, por su dirección, acompañamiento y apoyo durante el desarrollo de este trabajo doctoral. Agradezco su orientación académica y el cuidado con el que contribuyó a mejorar esta tesis. Valoro también su disposición constante, las facilidades que me brindó y la atención con la que procuró que pudiera avanzar en las mejores condiciones posibles. Más allá de lo académico aprecio su generosidad, su cercanía y su sensibilidad humana; gracias a ello, mi estancia en Sevilla fue mucho más grata, enriquecedora y significativa.

Al Dr. Màrius Ramírez Cardona, por la confianza que depositó en mí y el apoyo que me brindó a lo largo de este proceso. En su forma de dirigir encontré mucho más que una guía académica, encontré una manera generosa y humana de acompañar, siempre orientada a buscar caminos para que pudiera avanzar y fortalecer mi desarrollo como investigador. Con todo su conocimiento y experiencia, conserva una humildad y una sencillez que valoro enormemente. Su respaldo fue fundamental para sostener este trabajo y llevar esta etapa doctoral a buen término.

A los integrantes del Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla, y en particular del grupo de investigación de Química de Superficies y Catálisis, por el apoyo, la orientación y la convivencia compartida. Al Dr. José Antonio Odriozola, por haber sido la primera persona con la que establecí contacto y quien abrió el camino para mi incorporación al grupo. Su claridad para construir acuerdos y su capacidad para encontrar soluciones reflejan tanto su trayectoria científica como su calidad humana. Su apoyo fue decisivo para que pudiera desarrollar esta tesis dentro de su grupo de investigación. En este mismo grupo, agradezco al Dr. Miguel Ángel Centeno Gallego por sus revisiones, sus ideas y la claridad de sus aportaciones, que me ayudaron a mejorar distintos aspectos de esta investigación. Su conocimiento, su apertura

para discutir el trabajo y el acompañamiento que me brindó durante mi estancia fueron muy importantes. A la Dra. Svetlana Ivanova, por sus orientaciones, su cercanía y los momentos compartidos fuera del laboratorio, que hicieron más agradable mi estancia en Sevilla. A la Dra. Marcela Martínez, por la convivencia diaria, las conversaciones y el ambiente agradable que compartimos en la oficina.

A mis asesores de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, el Dr. Julio César Juárez Tapia y el Dr. Marcelino Zúñiga, por el apoyo brindado durante el desarrollo de esta tesis, así como sus consejos, orientación y acompañamiento en momentos importantes de mi formación doctoral. Al Dr. Francisco Raúl Barrientos Hernández, quien ya no se encuentra con nosotros, le dedico un agradecimiento muy sentido. Siempre recordaré su calidad humana, su trato amable y la forma en que estuvo presente en momentos difíciles de este camino.

A mis amigos y compañeros que, en distintos momentos y lugares, formaron parte de este camino. Son muchas las personas a las que quisiera agradecer, por lo que prefiero no nombrarlas individualmente para evitar alguna omisión por descuido. Gracias por las conversaciones, las risas, la compañía y los momentos compartidos que hicieron más llevadero este proceso. A quienes conocí en Sevilla, les agradezco de manera especial por hacer más agradable mi estancia y por formar parte de los recuerdos más valiosos que me deja esta etapa doctoral. De este camino me llevo también amistades sinceras que conservaré con mucho aprecio.

Por último, doy gracias nuevamente por lo más valioso que tengo: mi familia. Gracias por ser mi apoyo constante, por acompañarme en cada etapa y por darle sentido a este logro. Llevo conmigo también el recuerdo de quienes ya han partido, pero que sus enseñanzas y cariño seguirán presentes en mi memoria.

A todos ustedes:

¡¡GRACIAS !!

Resumen

La obsidiana del Cerro de las Navajas, Hidalgo, México, posee un valor histórico, cultural y artesanal ampliamente reconocido. Sin embargo, durante su extracción, talla y transformación se generan fragmentos que, por sus dimensiones o características, no siempre se incorporan a las formas tradicionales de aprovechamiento de la roca. Desde una perspectiva de sostenibilidad y economía circular, esta tesis plantea que dichos materiales pueden adquirir valor si se comprenden de manera sistemática sus características fisicoquímicas y microestructurales, así como su comportamiento bajo distintas condiciones de procesamiento. Con este propósito, se estudió este vidrio volcánico natural para establecer bases científicas que permitieran ampliar sus posibilidades de aprovechamiento.

Aunque este material ha sido abordado desde perspectivas históricas, arqueológicas, mineralógicas y artesanales, su comportamiento bajo tratamientos térmicos controlados no había sido estudiado. Por ello, se seleccionaron dos obsidianas con rasgos contrastantes de color, textura, vesiculación y heterogeneidades internas. Esta selección permitió comparar materiales del mismo origen geológico y composición química mayoritaria semejante, pero con diferencias físicas y microestructurales relevantes. La caracterización incluyó el estado inicial y la evolución del material después del tratamiento térmico.

Los resultados permitieron identificar un comportamiento diferenciado en la obsidiana. Cuando se conservó como roca monolítica, el material presentó una marcada capacidad de expansión, con disminución de la densidad aparente y desarrollo de porosidades superiores al 85 %. Se identificó el intervalo térmico, las condiciones de procesamiento y las características microestructurales que favorecen dicha expansión. Aun

cuando las composiciones químicas son muy semejantes, las obsidianas mostraron diferencias en la magnitud de la expansión, la distribución de poros, la densidad final y la estabilidad geométrica. Esto indica que la porosidad preexistente, las heterogeneidades internas y el tamaño de muestra influyen directamente en la evolución del material durante el calentamiento.

Al reducir la obsidiana a polvo, la expansión observada en las muestras monolíticas desapareció; en su lugar, el tratamiento térmico favoreció la densificación por sinterización viscosa. Este resultado permitió reconocer dos comportamientos aprovechables de un mismo material: la expansión de la roca y la densificación del polvo. Con base en ello, el polvo de obsidiana se empleó para obtener espumas vítreas mediante agentes espumantes y fundentes. Las formulaciones con nitruro de aluminio fueron las más efectivas, generando porosidades cercanas al 94 % y baja conductividad térmica; además, el carbonato de sodio permitió ajustar el tamaño de la porosidad.

Por otra parte, la capacidad de densificación del polvo se aprovechó para fabricar piezas de obsidiana reconstituida, sin aditivos químicos adicionales. En este caso, el tamaño de partícula permitió modificar características finales como la porosidad residual, la textura superficial y la luminosidad aparente. De esta manera, el control granulométrico hizo posible obtener piezas con acabados diferenciados, desde piezas más claras hasta piezas más oscuras, con variaciones controladas en la apariencia final del material.

Esta tesis demuestra que los fragmentos de obsidiana del Cerro de las Navajas pueden reincorporarse como materia prima para obtener materiales con propiedades distintas mediante el control de su procesamiento. A partir del estudio integral del material, fue posible obtener monolitos expandidos, espumas vítreas y piezas densificadas. Con ello, se amplían las posibilidades de aprovechamiento de este vidrio volcánico natural y se vincula su estudio científico con alternativas de interés tecnológico, ambiental, económico y social.

Abstract

Obsidian from Cerro de las Navajas, Hidalgo, Mexico, has a widely recognized historical, cultural, and artisanal value. However, during its extraction, carving, and transformation, fragments are generated that, because of their dimensions or characteristics, are not always incorporated into the traditional forms of utilization of the rock. From a sustainability and circular economy perspective, this thesis proposes that these materials can acquire value if their physicochemical and microstructural characteristics, as well as their behavior under different processing conditions, are systematically understood. For this purpose, this natural volcanic glass was studied to establish scientific bases that would allow its possibilities of utilization to be expanded.

Although this material has been addressed from historical, archaeological, mineralogical, and artisanal perspectives, its behavior under controlled thermal treatments had not been studied. Therefore, two obsidians with contrasting features of color, texture, vesiculation, and internal heterogeneities were selected. This selection allowed materials from the same geological origin and with a similar major chemical composition, but with relevant physical and microstructural differences, to be compared. The characterization included both the initial state and the evolution of the material after thermal treatment.

The results made it possible to identify a differentiated behavior in obsidian. When preserved as a monolithic rock, the material showed a marked expansion capacity, with a decrease in apparent density and the development of porosities higher than 85%. The thermal interval, processing conditions, and microstructural characteristics that favor this expansion were identified. Even though the chemical compositions are very similar, the obsidians showed differences in the magnitude of expansion, pore distribution, final density, and

geometric stability. This indicates that pre-existing porosity, internal heterogeneities, and sample size directly influence the evolution of the material during heating.

When obsidian was reduced to powder, the response changed significantly: the expansion observed in the monolithic samples disappeared, and densification by viscous sintering predominated. This result made it possible to recognize two exploitable behaviors of the same material: expansion of the rock and densification of the powder. Based on this difference, obsidian powder was studied in two directions. The first consisted of inducing pore formation again by using foaming agents and fluxing additives. The formulations with aluminum nitride were the most effective and allowed glass foams with porosities around 94% and low thermal conductivity to be obtained. The incorporation of sodium carbonate modified the microstructure and made it possible to adjust the type of porosity developed.

On the other hand, the densification capacity of the powder was used to fabricate reconstituted obsidian pieces without additional chemical additives. In this case, particle size made it possible to modify final characteristics such as residual porosity, surface texture, and apparent luminosity. In this way, granulometric control made it possible to obtain pieces with differentiated finishes, from lighter pieces to darker pieces, with controlled variations in the final appearance of the material.

This thesis demonstrates that obsidian fragments from Cerro de las Navajas can be reincorporated as a raw material to obtain materials with different properties through controlled processing. Based on the integral study of the material, it was possible to obtain expanded monoliths, glass foams, and densified pieces. Thus, the possibilities of utilization of this natural volcanic glass are expanded, and its scientific study is linked to alternatives of technological, environmental, economic, and social interest.

Contenido

Resumen	VII
Abstract.....	IX
Índice de figuras.....	XVI
Índice de tablas.....	XXVII
Lista de abreviaturas.....	XXXII
Introducción general	XXXIII
Capítulo 1 Antecedentes y fundamentos teóricos.....	1
1.1 Estructura y comportamiento térmico de los materiales vítreos	3
1.1.1 Red vítrea y estructura de los vidrios silicatados.....	3
1.1.2 Papel de los óxidos formadores, intermediarios y modificadores ...	5
1.1.3 Transición vítrea, viscosidad y ablandamiento	7
1.1.4 Especies volátiles en vidrios volcánicos	9
1.1.5 Difusión y liberación de volátiles en vidrios volcánicos calentados	10
1.1.6 Viscosidad y retención de gases en la formación de porosidad vítrea	11
1.2 Obsidiana	13
1.2.1 Obsidiana como vidrio volcánico natural	13
1.2.2 Obsidiana del Cerro de las Navajas	14
1.2.3 Antecedentes sobre la expansión térmica de la obsidiana.....	16
1.3 Espumas vítreas: fundamentos, materias primas y agentes espumantes	18
1.3.1 Definición y características generales de las espumas vítreas	18
1.3.2 Materias primas para la obtención de espumas vítreas	19
1.3.3 Mecanismos de espumado en materiales vítreos	20
1.3.4 Arquitectura porosa y propiedades de las espumas vítreas	21
1.4 Consolidación de polvos vítreos por sinterización viscosa	23
1.4.1 Sinterización por flujo viscoso: efecto del tamaño de partícula en la densificación y la porosidad residual.....	23
1.4.2 Conformado de polvos vítreos y uso de aglomerantes temporales	24

1.4.3 Acabado superficial, textura y conservación del relieve en piezas sinterizadas	25
Capítulo 2 Técnicas experimentales de caracterización	27
2.1 Caracterización química, estructural y microestructural	29
2.1.1 Fluorescencia de rayos X (FRX)	29
2.1.2 Difracción de rayos X (DRX)	30
2.1.3 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	31
2.1.4 Microscopía óptica digital	31
2.1.5 Microscopía confocal.....	33
2.1.6 Microtomografía computarizada de rayos X	34
2.1.7 Tamaño de partícula por difracción láser	35
2.2 Análisis térmico.....	37
2.2.1 Análisis TGA-DSC	37
2.2.2 Análisis TGA-MS	38
2.3 Propiedades físicas	39
2.3.1 Densidad real, densidad aparente y porosidad	39
2.3.2 Conductividad térmica	41
2.3.3 Conductividad térmica por análisis de destello láser (LFA)	42
2.4 Propiedades mecánicas	43
2.4.1 Resistencia a la compresión uniaxial.....	43
Capítulo 3 Caracterización fisicoquímica y comportamiento térmico de la obsidiana	45
Introducción	47
3.1 Materiales y métodos.....	50
3.1.1 Material de estudio y preparación de muestras	50
3.1.2 Tratamientos térmicos	54
3.1.3 Caracterización física	56
3.1.3.1 Densidad real	56
3.1.3.2 Densidad aparente, absorción de agua y porosidad	60
3.1.3.3 Pérdida por ignición, expansión volumétrica y relación de aspecto	63
3.1.3.4 Resistencia a la compresión uniaxial	65
3.1.4 Caracterización estructural y química.....	66
3.1.4.1 Difracción de rayos X	66
3.1.4.2 Fluorescencia de rayos X.....	67
3.1.5 Análisis térmico	68

3.1.5.1	Análisis simultáneo termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido (TGA/DSC).....	68
3.1.5.2	Análisis termogravimétrico acoplado a espectrometría de masas (TGA-MS)	68
3.1.6	Caracterización microestructural	69
3.1.6.1	Microscopía óptica	69
3.1.6.2	Microtomografía computarizada de rayos X.....	69
3.1.7	Conductividad térmica	70
3.1.8	Análisis estadístico	70
3.2	Resultados y discusión	72
3.2.1	Caracterización física y mecánica de las obsidianas sin tratamiento térmico.....	72
3.2.1.1	Densidad real	72
3.2.1.2	Densidad aparente y porosidad de la obsidiana sin tratamiento térmico	75
3.2.1.3	Resistencia a la compresión de la obsidiana	82
3.2.2	Caracterización estructural y química de las obsidianas sin tratamiento térmico.....	86
3.2.3	Análisis TGA-DSC y TGA-MS de las obsidianas V y VP	88
3.2.4	Evolución de la obsidiana V durante los tratamientos térmicos....	94
3.2.4.1	Evolución física macroscópica de la obsidiana V de tamaño M	94
3.2.4.2	Efecto del tamaño de muestra en la expansión de la obsidiana V.....	112
3.2.4.3	Caracterización estructural de la obsidiana V después de los tratamientos térmicos.....	126
3.2.4.4	Evolución microestructural de la porosidad en la obsidiana V	127
3.2.4.5	Conductividad térmica de la obsidiana V expandida	136
3.2.5	Evolución de la obsidiana VP durante los tratamientos térmicos	137
3.2.5.1	Evolución física macroscópica de la obsidiana VP de tamaño M	137
3.2.5.2	Efecto del tamaño de muestra en la expansión de la obsidiana VP	154
3.2.5.3	Caracterización estructural de la obsidiana VP después de los tratamientos térmicos.....	166
3.2.5.4	Evolución microestructural de la porosidad en la obsidiana VP	167

3.2.5.5 Conductividad térmica de la obsidiana VP expandida	175
3.2.5.6 Resistencia a compresión de la obsidiana VP expandida	176
Conclusiones parciales	190
Capítulo 4 Obtención de espumas vítreas a partir de polvo de obsidiana	193
Introducción	195
4.1 Materiales y métodos.....	197
4.1.1 Obtención de los materiales	197
4.1.2 Preparación de formulaciones y conformado de muestras.....	199
4.1.3 Tratamiento térmico.....	201
4.2 Resultados y discusión	208
4.2.1 Influencia de la composición y estructura inicial de la obsidiana	208
4.2.2 Influencia del agente espumante en el comportamiento expansivo durante el tratamiento térmico.....	208
4.2.3 Influencia del fundente en el comportamiento expansivo durante el tratamiento térmico.....	218
4.2.4. Distribución de tamaño de poro y tamaño medio de poro	221
4.2.5 Influencia del tamaño de muestra en la densidad aparente	224
4.2.6 Efecto de la presión de compactación en muestras de diferente tamaño	227
4.2.7 Difracción de rayos X de las muestras tratadas térmicamente...	227
4.2.8 Distribución elemental determinada por MEB–EDS	229
4.2.9 Conductividad térmica	230
4.2.10 Resistencia a compresión	232
Conclusiones parciales	234
Capítulo 5 Desarrollo de piezas de obsidiana reconstituida.....	237
Introducción	239
5.1 Materiales y métodos.....	241
5.1.1 Selección del material de partida y obtención de polvos	241
5.1.2 Determinación del tamaño de partícula del polvo de partida	243
5.1.3 Preparación del aglomerante y conformado de muestras	243
5.1.4 Tratamiento térmico.....	248
5.1.5 Difracción de rayos X (DRX)	250
5.1.6 Determinación de densidad aparente	250
5.1.7 Microscopía confocal.....	251
5.1.8 Microscopía óptica y análisis de poros	252

5.1.9 Evaluación de la coloración relativa	252
5.2 Resultados y discusión	254
5.2.1 Ensayos exploratorios para la selección de la temperatura de tratamiento	254
5.2.2 Distribución del tamaño de partícula de los polvos de partida....	255
5.2.3 Influencia del tamaño de partícula en la densificación	258
5.2.4 Evolución del perfil superficial con el tiempo de mantenimiento.	260
5.2.5 Caracterización estructural del material	263
5.2.6 Distribución y tamaño de poro	267
5.2.7 Análisis del color	270
5.2.8 Prototipos adicionales obtenidos mediante el método desarrollado	274
Conclusiones parciales	278
Capítulo 6 Conclusiones generales y perspectivas.....	281
6.1 Conclusiones generales	283
6.2 General conclusions	287
6.3 Limitaciones del estudio	291
6.4 Perspectivas futuras	293
Referencias.....	296

Índice de figuras

Figura 1.1	Analogía bidimensional para comparar una red cristalina periódica y una red vítrea no periódica.	4
Figura 3.1	Ubicación del sitio de extracción de la obsidiana empleada en este estudio, en el Cerro de las Navajas, mina Nopalillo, Hidalgo, México	50
Figura 3.2	Aspecto macroscópico de las variedades de obsidiana estudiadas: (a) obsidiana tipo V y (b) obsidiana tipo VP	51
Figura 3.3	Equipo utilizado para la molienda	52
Figura 3.4	Prensa hidráulica (izquierda) y dado metálico (derecha) usados para el conformado de muestras cilíndricas a partir de polvo de obsidiana	53
Figura 3.5	Muestras preparadas para los tratamientos térmicos de las variedades V y VP: (a) obsidiana tipo V y (b) obsidiana tipo VP.	53
Figura 3.6	Horno eléctrico Thermolyne Thermo Scientific F6010 utilizado para los tratamientos térmicos de las muestras	55
Figura 3.7	Etapas de preparación del polvo de obsidiana: (a) fragmentación inicial de la roca, (b) molienda en mortero de ágata eléctrico FRITSCH PULVERISETTE 2 y (c) polvo de obsidiana obtenido después del tamizado	57
Figura 3.8	Etapas del procedimiento para la determinación de la densidad real de la obsidiana: (a) horno de convección utilizado para el secado del polvo, (b) suspensión calentada y agitada con el termoagitador y (c) matraces aforados con la suspensión de polvo de obsidiana	58
Figura 3.9	Procedimiento de control de temperatura y registro de masa durante la medición de densidad real	59
Figura 3.10	Probetas empleadas para la determinación de la densidad aparente, absorción de agua y porosidad en las variedades de obsidiana V y VP.	60
Figura 3.11	Procedimiento de saturación y pesada de las probetas: (a) inmersión en agua destilada, (b) secado superficial con paño húmedo y (c) pesada en condición saturada	61

Figura 3.12	Determinación de la masa sumergida (<i>mh</i>) de las probetas durante el ensayo de densidad aparente y porosidad	62
Figura 3.13	Balanza analítica OHAUS Pioneer PX224 y kit empleado para la determinación de la densidad de las muestras tratadas térmicamente	63
Figura 3.14	Preparación de las probetas para el ensayo de compresión uniaxial: a la izquierda, rectificación mecánica de las superficies en una pulidora Metkon FORCIPOL 300- 1 V; a la derecha, verificación de la geometría de la probeta después del acondicionamiento superficial	65
Figura 3.15	Regiones macroscópicas identificadas en la obsidiana tipo VP: zona oscura (matriz vítrea) y zonas blanquecinas (dominios cristalinos)	67
Figura 3.16	Densidades reales de las obsidianas tipo V y VP calculadas para tres muestras de cada variedad a 20 °C	73
Figura 3.17	Densidades reales de las obsidianas tipo V y VP calculadas para tres muestras de cada variedad a 25 °C	74
Figura 3.18	Densidad aparente de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante	77
Figura 3.19	Porosidad total de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante	77
Figura 3.20	Porosidad cerrada de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante	78
Figura 3.21	Porosidad abierta de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante	78
Figura 3.22	Absorción de agua en masa de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante	79
Figura 3.23	Resistencia a compresión de las probetas de obsidiana V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variedad	83
Figura 3.24	Fractura frágil en probetas de obsidiana después del ensayo de compresión	85
Figura 3.25	Difractogramas de rayos X de las obsidianas V y VP sin tratamiento térmico	86
Figura 3.26	Difractograma de rayos X del polvo obtenido a partir de las regiones blanquecinas de la obsidiana VP.	87

Figura 3.27	Curvas TGA/DSC y DTGA del polvo de obsidiana V durante el calentamiento	89
Figura 3.28	Curvas TGA/DSC y DTGA de fragmentos de obsidiana V durante el calentamiento	90
Figura 3.29	Señales TGA-MS del polvo de obsidiana V durante el calentamiento	91
Figura 3.30	Curvas TGA/DSC y DTGA del polvo de obsidiana VP durante el calentamiento	92
Figura 3.31	Curva DTGA y señales de espectrometría de masas correspondientes a m/z 44 y m/z 70 durante el calentamiento de la obsidiana VP	93
Figura 3.32	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 10 min de permanencia a la temperatura máxima	95
Figura 3.33	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 30 min de mantenimiento a la temperatura máxima	97
Figura 3.34	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	99
Figura 3.35	Densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	100
Figura 3.36	Porosidad total final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	101
Figura 3.37	Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	102
Figura 3.38	Expansión volumétrica relativa de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	103
Figura 3.39	Relación de aspecto (L/l) de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	104
Figura 3.40	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño G sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	113
Figura 3.41	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño C sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	115

Figura 3.42	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño D sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	117
Figura 3.43	Densidad aparente de la obsidiana V de tamaños G, M, C y D sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	118
Figura 3.44	Porosidad total final de muestras de obsidiana V de tamaños G, M, C y D sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	119
Figura 3.45	Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaños G, M y C sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	120
Figura 3.46	Comparación de la relación L/I obtenida en muestras de obsidiana tipo V de tamaños G, M y C después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	121
Figura 3.47	Difractogramas de rayos X de la obsidiana V sin tratamiento térmico y después de tratamientos térmicos entre 950 y 1200 °C durante 60 min	127
Figura 3.48	Obsidiana V cúbica de tamaño M sin tratamiento térmico. (a) Franja oscura con baja concentración de vesículas. (b) y (c) Franja claro-oscuro con vesículas alargadas y orientación preferencial. (d) Franja clara con mayor concentración de vesículas alineadas	128
Figura 3.49	Vesículas aciculares con orientación preferencial en la obsidiana V sin tratamiento térmico, observadas mediante microscopía óptica. Izquierda: distribución de vesículas alargadas en la matriz vítrea. Derecha: detalle de vesículas aciculares observadas a mayor aumento	129
Figura 3.50	Detalle de una vesícula acicular en la obsidiana V sin tratamiento térmico, observada mediante microscopía óptica	129
Figura 3.51	Distribución del tamaño de poro y del factor de circularidad de las vesículas presentes en la obsidiana V sin tratamiento térmico. Izquierda: frecuencia relativa y acumulada del diámetro equivalente de poro. Derecha: frecuencia relativa y acumulada del factor de circularidad	130
Figura 3.52	Evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas a 900, 950 y 1000 °C durante 60 min de mantenimiento	131
Figura 3.53	Evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas a 1050, 1100 y 1150 °C durante 60 min de mantenimiento	132

Figura 3.54	Evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas a 1200 °C durante 60 min de mantenimiento	133
Figura 3.55	Variación del tamaño medio de poro y del factor de circularidad en la obsidiana V de tamaño M en función de la temperatura de tratamiento	133
Figura 3.56	Esquema de la expansión preferencial de la obsidiana V durante el tratamiento térmico	134
Figura 3.57	Evolución macroscópica de las muestras de obsidiana VP de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 10 min de mantenimiento a la temperatura máxima	138
Figura 3.58	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	140
Figura 3.59	Comparación de las densidades aparentes obtenidas en muestras de obsidiana VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima	141
Figura 3.60	Comparación de la porosidad total obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima	142
Figura 3.61	Comparación de la pérdida por ignición obtenida en muestras de obsidiana VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima	143
Figura 3.62	Comparación de la expansión volumétrica relativa obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de permanencia de 10 y 60 min a la temperatura máxima	144
Figura 3.63	Comparación de la relación L/I obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima	145
Figura 3.64	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana VP de tamaño G sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	155
Figura 3.65	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana VP de tamaño C sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	157
Figura 3.66	Evolución macroscópica de muestras de obsidiana VP obtenidas a partir de polvo compactado y sometidas a tratamientos térmicos	159

	entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	
Figura 3.67	Comparación de la densidad aparente final obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M, C y D después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	160
Figura 3.68	Comparación de la porosidad total obtenida en muestras de obsidiana VP de tamaños G, M, C y D después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	161
Figura 3.69	Comparación de la pérdida por ignición obtenida en muestras de obsidiana VP de tamaños G, M y C después de tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	162
Figura 3.70	Comparación de la relación L/I obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M y C después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	163
Figura 3.71	Difractogramas de la matriz oscura de muestras VPG sin tratamiento térmico, registrada a temperatura ambiente (TA), y tratadas entre 950 y 1200 °C durante 60 min	166
Figura 3.72	Micrografías ópticas de la matriz vítrea de la obsidiana VP sin tratamiento térmico, donde se observan vesículas aciculares localizadas y parcialmente alineadas	167
Figura 3.73	Reconstrucciones 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de muestras de obsidiana VP tratadas a 900 y 950 °C	168
Figura 3.74	Reconstrucciones 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de muestras de obsidiana VP tratadas a 1000 y 1050 °C	170
Figura 3.75	Reconstrucciones 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de muestras de obsidiana VP tratadas a 1100 y 1150 °C	171
Figura 3.76	Reconstrucción 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de la muestra de obsidiana VP tratada a 1200 °C	172
Figura 3.77	Evolución del tamaño medio de poro y de la esfericidad en muestras de obsidiana VP tratadas entre 900 y 1200 °C	173
Figura 3.78	Evolución morfológica de una región blanquecina de la obsidiana VP entre temperatura ambiente (TA) y 1200 °C	174
Figura 3.79	Curvas esfuerzo-deformación en compresión de tres muestras de espuma de obsidiana	177

Figura 3.80	Comparación entre las densidades aparentes de V_M y VP_M después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 10 min	179
Figura 3.81	Comparación entre las densidades aparentes de V_M y VP_M después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min	179
Figura 3.82	Comparación entre las densidades aparentes de V_G y VP_G después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min	181
Figura 3.83	Comparación entre la pérdida por ignición de V_G y VP_G después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min	182
Figura 3.84	Comparación entre la pérdida por ignición de V_M y VP_M después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min	183
Figura 3.85	Diferencia de expansión macroscópica entre V y VP expandida	184
Figura 3.86	Comparación entre la densidad aparente de VC y VPC después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min	185
Figura 3.87	Comparación de resultados obtenidos antes de los tratamientos térmicos en las obsidianas V y VP	188
Figura 3.88	Comparación de resultados obtenidos después de los tratamientos térmicos en las obsidianas V y VP	189
Figura 4.1	Apariencia macroscópica de las obsidianas utilizadas como materia prima: (a) obsidiana tipo V y (b) obsidiana tipo VP, ambas procedentes del Cerro de las Navajas, Hidalgo, México	197
Figura 4.2	Equipos utilizados en la preparación del material: (a) molino planetario RETSCH PM100 empleado para la molienda y (b) tamiz N° 100 utilizado para el cribado de los polvos	198
Figura 4.3	Equipos utilizados para el conformado de las muestras: (a) prensa hidráulica y (b) troquel de acero	200
Figura 4.4	Muestras conformadas con diferentes dimensiones	201
Figura 4.5	Horno mufla eléctrico empleado para el tratamiento térmico de las muestras	201
Figura 4.6	Esquema del procedimiento experimental seguido para la obtención de espumas de obsidiana	204
Figura 4.7	Preparación de muestras para el análisis microestructural: (a) cortadora metalográfica empleada para el seccionado y (b) esquema del plano de corte y superficie interna obtenida tras el seccionado	206

Figura 4.8	Densidad aparente en función de la temperatura para muestras de obsidiana verde (V) y oscura (VP) con cianamida cálcica (A ₁ –A ₄)	209
Figura 4.9	Densidad aparente en función de la temperatura para muestras V y VP con nitruro de aluminio (B ₅ –B ₇). Tratamiento: 30 min a la temperatura máxima.	209
Figura 4.10	Densidad aparente de las muestras VPC y VC en función del contenido de AlN (0.25–10 % en peso) tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 30 min	212
Figura 4.11	Evolución macroscópica de las muestras VP _C y V _C en función del contenido de AlN (0.25–10 % en peso) tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 30 min	212
Figura 4.12	Variación de la densidad aparente (eje izquierdo) y la porosidad total (eje derecho) en función del tiempo de mantenimiento (10–360 min) a 1100 °C para muestras V _C con diferentes contenidos de AlN: B ₁ (0.5 % en peso) y B ₄ (1.25 % en peso)	214
Figura 4.13	Evolución macroscópica de las muestras tratadas a 1100 °C para distintos tiempos de mantenimiento (10, 30, 60 y 360 min): (a) V _C B ₁ _1100 (0.5 % en peso de AlN) y (b) V _C B ₄ _1100 (1.25 % en peso de AlN). En cada caso, la fila superior corresponde a la vista superior y la inferior a la vista lateral	215
Figura 4.14	Variación de la densidad aparente (eje izquierdo) y la porosidad total (eje derecho) en función del tiempo de mantenimiento (10–90 min) a 1100 °C para muestras preparadas con 1.25 % en peso de AlN y diferentes contenidos de Na ₂ CO ₃ : C ₁ (2.5 % en peso) y C ₂ (5 % en peso)	219
Figura 4.15	Evolución macroscópica de las muestras tratadas a 1100 °C para diferentes tiempos de mantenimiento (10, 30, 60 y 90 min): (a) V _C C ₁ _1100, preparadas con 1.25 % en peso de AlN y 2.5 % en peso de Na ₂ CO ₃ ; (b) V _C C ₂ _1100, preparadas con 1.25 % en peso de AlN y 5 % en peso de Na ₂ CO ₃	219
Figura 4.16	Variación de la porosidad cerrada en función del tiempo de mantenimiento (10–90 min) a 1100 °C para muestras con 1.25 % en peso de AlN y 2.5 % en peso de Na ₂ CO ₃ (V _C C ₁ _1100) o 5 % en peso de Na ₂ CO ₃ (V _C C ₂ _1100)	220
Figura 4.17	Distribuciones de tamaño de poro (diámetro equivalente) de las muestras V _C B ₄ _1100 con 1.25 % en peso de AlN para diferentes tiempos de mantenimiento: (a) 10 min, (b) 30 min, (c) 60 min y (d) 360 min	222
Figura 4.18	Distribuciones de tamaño de poro (diámetro equivalente) de las muestras V _C C ₂ _1100 con 1.25 % en peso de AlN y 5 % en peso de Na ₂ CO ₃ para diferentes tiempos de mantenimiento: (a) 10 min, (b) 30 min, (c) 60 min y (d) 90 min	223
Figura 4.19	Secciones transversales representativas de muestras tratadas a 1100 °C: (a) 1.25 % en peso de AlN con un tiempo de	225

mantenimiento de 10 min; (b) 1.25 % en peso de AlN + 5 % en peso de Na_2CO_3 con un tiempo de mantenimiento de 90 min. C y G corresponden a los diferentes tamaños de muestra evaluados

Figura 4.20	Distribuciones de tamaño de poro (diámetro equivalente) de muestras de tamaño G bajo las condiciones que condujeron a la menor densidad aparente en cada sistema: (a) $\text{V}_6\text{B}_4_{1100_10}$ y (b) $\text{V}_6\text{C}_2_{1100_90}$	225
Figura 4.21	Patrones de difracción de rayos X de las muestras (a) $\text{V}_6\text{B}_4_{1100_10}$ y (b) $\text{V}_6\text{C}_2_{1100_90}$.	228
Figura 4.22	Micrografía obtenida por MEB y mapas de distribución elemental obtenidos por MEB-EDS de la muestra $\text{V}_6\text{B}_4_{1100_10}$. (a) Micrografía MEB y mapas de distribución elemental de Si, K, Fe, Al y Na obtenidos a partir de la misma región analizada	229
Figura 4.23	Micrografía obtenida por MEB y mapas de distribución elemental obtenidos por MEB-EDS de la muestra $\text{V}_6\text{C}_2_{1100_90}$. (a) Micrografía MEB y mapas de distribución elemental de Si, K, Fe, Al y Na obtenidos a partir de la misma región analizada	230
Figura 4.24	Aspecto macroscópico de las muestras de tamaño G empleadas para la evaluación de la conductividad térmica después de la regularización geométrica: (a) $\text{V}_6\text{C}_2_{1100_90}$, ubicada a la izquierda, y (b) $\text{V}_6\text{B}_4_{1100_10}$, ubicada a la derecha	231
Figura 4.25	Curvas de esfuerzo-deformación a compresión de cuatro probetas independientes $\text{V}_6\text{B}_4_{1100_10}$ ($\rho \approx 0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	232
Figura 4.26	Curvas de esfuerzo-deformación a compresión de cuatro probetas independientes $\text{V}_6\text{C}_2_{1100_90}$ ($\rho \approx 0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	233
Figura 5.1	Pieza obtenida a partir de polvo de obsidiana y aglomerante con relación almidón/agua 1:8	244
Figura 5.2	Moldes flexibles con geometría de cara de gato utilizados para evaluar la fidelidad geométrica del proceso de conformado, mediante la reproducción de relieves y detalles superficiales	245
Figura 5.3	Efecto del contenido en masa del aglomerante 1:32, referido a la masa de polvo de obsidiana, sobre la integridad de las piezas conformadas en verde	245
Figura 5.4	Fabricación de las muestras en verde: (a) mezclado del aglomerante con el polvo de obsidiana; (b) vertido de la suspensión en el molde; (c) enrase final del molde	246
Figura 5.5	Piezas en verde a partir del polvo de obsidiana obtenidas tras el secado y desmoldeo	247
Figura 5.6	Esquema general de la ruta de fabricación de piezas de obsidiana reconstituida, desde la preparación de polvos y el conformado en verde hasta el tratamiento térmico final por sinterización por flujo viscoso	249

Figura 5.7	Esquema que muestra mediante una línea punteada la zona donde se obtuvo el perfil de altura. Los puntos marcan el lugar de medición para determinar la diferencia de altura entre la base y cima	251
Figura 5.8	Ubicación de la región superficial de interés (ROI, por sus siglas en inglés: Region of Interest) empleada para la extracción de los valores RGB y HEX. El círculo azul segmentado delimita la zona puntual utilizada para la evaluación relativa del color superficial	253
Figura 5.9	Imágenes de las piezas obtenidas tras tratamientos térmicos exploratorios. De izquierda a derecha: 1000, 1050, 1100 y 1150 °C durante 30 min, utilizadas para la selección de la temperatura de trabajo	255
Figura 5.10	Distribuciones volumétricas del tamaño de partícula correspondientes a los polvos ET (izquierda) y 40M (derecha), que representan las fracciones de menor tamaño obtenidas en el proceso de molienda	257
Figura 5.11	Distribuciones volumétricas del tamaño de partícula correspondientes a los polvos 20M (izquierda) y 2M (derecha)	257
Figura 5.12	Distribución volumétrica del tamaño de partícula correspondiente al polvo M, asociado a la fracción de mayor tamaño de partícula utilizada en este estudio	258
Figura 5.13	Variación de la densidad aparente en función del tiempo de mantenimiento para las diferentes fracciones granulométricas	259
Figura 5.14	Evolución del perfil superficial de la fracción ET después del tratamiento térmico a 1100 °C con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	260
Figura 5.15	Evolución del perfil superficial de la fracción M después del tratamiento térmico a 1100 °C con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	261
Figura 5.16	Difractogramas de rayos X a partir de polvo ET en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento)	264
Figura 5.17	Difractogramas de rayos X a partir de polvo 40M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento)	265
Figura 5.18	Difractogramas de rayos X a partir de polvo 20M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento)	265
Figura 5.19	Difractogramas de rayos X a partir de polvo 2M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento)	266

Figura 5.20	Difractogramas de rayos X a partir de polvo M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento)	266
Figura 5.21	Distribución del tamaño de poro de las fracciones ET, 40M y 20M, determinada a partir del análisis de micrografías ópticas (n = 300 poros por muestra)	268
Figura 5.22	Distribución del tamaño de poro de las fracciones 2M y M, determinada a partir del análisis de micrografías ópticas (n = 300 poros por muestra)	269
Figura 5.23	Imágenes de las muestras obtenidas a partir de distintas fracciones granulométricas (M, 2M, 20M, 40M y ET) después de tratamientos térmicos con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min	271
Figura 5.24	Ejemplos de piezas elaboradas mediante el método desarrollado en este trabajo, que muestran diferentes geometrías, tamaños y grados de complejidad en el relieve	274
Figura 5.25	Piezas de pequeño formato elaboradas mediante el método desarrollado, mostrando diversidad de formas, tamaños y tonalidades	275
Figura 5.26	Fotografía de la pieza después del tratamiento térmico. Se muestran dos tonalidades obtenidas a partir de polvo de obsidiana con diferente granulometría; los ojos y la nariz presentan una apariencia más clara que el material restante	276
Figura 5.27	Ejemplos de recubrimientos vitrificados de obsidiana reconstituida aplicados sobre soportes cerámicos	276

Índice de tablas

Tabla 1.1	Óxidos mayores obtenidos por XRF para obsidianas del Cerro de las Navajas	15
Tabla 1.2	Elementos traza obtenidos por XRF para obsidianas del Cerro de las Navajas	15
Tabla 1.3	Propiedades típicas de espumas de vidrio comerciales	22
Tabla 3.1	Condiciones de tratamiento térmico empleadas para las variedades de obsidiana V y VP	56
Tabla 3.2	Datos obtenidos y cálculo de la densidad real de la obsidiana tipo V y VP a 20 °C	72
Tabla 3.3	Datos obtenidos y cálculo de la densidad real de la obsidiana tipo V y VP a 25 °C	73
Tabla 3.4	Datos experimentales y parámetros físicos calculados para las probetas de obsidiana tipo V	76
Tabla 3.5	Datos experimentales y parámetros físicos calculados para las probetas de obsidiana tipo VP	76
Tabla 3.6	Resumen estadístico de densidad aparente, porosidad y absorción de agua de la obsidiana V sin tratamiento térmico	81
Tabla 3.7	Resumen estadístico de densidad aparente, porosidad y absorción de agua de la obsidiana VP sin tratamiento térmico	81
Tabla 3.8	Datos obtenidos en el ensayo de compresión de las probetas de obsidiana tipo V	82
Tabla 3.9	Datos obtenidos en el ensayo de compresión de las probetas de obsidiana tipo VP	82
Tabla 3.10	Composición química mayoritaria de las obsidianas V y VP por FRX (% en masa) Tipo	88
Tabla 3.11	Elementos traza de las obsidianas V y VP por FRX Tipo	88
Tabla 3.12	Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño M durante 10 min de mantenimiento	94
Tabla 3.13	Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño M durante 30 min de mantenimiento	96
Tabla 3.14	Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño M durante 60 min de mantenimiento	98

Tabla 3.15	Densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento	100
Tabla 3.16	Porosidad total final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento	101
Tabla 3.17	Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento	102
Tabla 3.18	Expansión volumétrica de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento	103
Tabla 3.19	Relación de aspecto (L/I) de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento	104
Tabla 3.20	Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C durante 10 min de mantenimiento	105
Tabla 3.21	Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C durante 30 min de mantenimiento	106
Tabla 3.22	Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento	106
Tabla 3.23	Correlación de Spearman entre la porosidad inicial total y las variables finales de la obsidiana V de tamaño M tratada entre 950 y 1200 °C	107
Tabla 3.24	Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas con diferentes tiempos de mantenimiento	108
Tabla 3.25	Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas en distintos intervalos de temperatura	108
Tabla 3.26	Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas con diferentes tiempos de mantenimiento	109
Tabla 3.27	Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la relación de aspecto (L/I) de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas en distintos intervalos de temperatura	110
Tabla 3.28	Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño G durante 60 min de mantenimiento	112

Tabla 3.29	Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño C durante 60 min de mantenimiento	114
Tabla 3.30	Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño D durante 60 min de mantenimiento	116
Tabla 3.31	Densidad aparente de muestras de obsidiana V de diferentes tamaños sometidas a tratamientos térmicos durante 60 min de mantenimiento	118
Tabla 3.32	Porosidad total de muestras de obsidiana V de diferentes tamaños sometidas a tratamientos térmicos durante 60 min de mantenimiento	119
Tabla 3.33	Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaños G, M y C sometidas a tratamientos térmicos durante 60 min de mantenimiento	120
Tabla 3.34	Relación L/I de las muestras de obsidiana tipo V de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	121
Tabla 3.35	Resultados físicos de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 min de mantenimiento	137
Tabla 3.36	Tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana VP de tamaño M, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima	139
Tabla 3.37	Densidad aparente de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento	141
Tabla 3.38	Porosidad total de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento	142
Tabla 3.39	Pérdida por ignición de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento	143
Tabla 3.40	Expansión volumétrica relativa de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento	144
Tabla 3.41	Relación L/I de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento	145
Tabla 3.42	Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 min de mantenimiento	146

Tabla 3.43	Matriz de correlación de Spearman para las muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 60 min de mantenimiento	147
Tabla 3.44	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 y 60 min de mantenimiento	148
Tabla 3.45	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana VP de tamaño M, considerando distintos intervalos de temperatura para 10 y 60 min de mantenimiento	149
Tabla 3.46	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la pérdida por ignición de muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 y 60 min de mantenimiento	150
Tabla 3.47	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la relación L/I de muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 y 60 min de mantenimiento	150
Tabla 3.48	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la relación L/I de muestras de obsidiana VP de tamaño M, considerando distintos intervalos de temperatura para 10 y 60 min de mantenimiento	151
Tabla 3.49	Resultados físicos de las muestras de obsidiana VP de tamaño G después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento	154
Tabla 3.50	Resultados físicos de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaño C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento	156
Tabla 3.51	Resultados físicos de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaño D después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento	158
Tabla 3.52	Densidad aparente final de las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M, C y D después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento	160
Tabla 3.53	Porosidad total final de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M, C y D después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento	161
Tabla 3.54	Pérdida por ignición de las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento	162
Tabla 3.55	Relación L/I de las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento	163

Tabla 4.1	Composición en peso de las formulaciones preparadas (base: 100 % en peso de obsidiana)	199
Tabla 4.2	Tratamientos térmicos aplicados a cada formulación	203
Tabla 4.3	Resultados del análisis estadístico (prueba de Kruskal–Wallis) para el intervalo 0.5–2.5 % en peso de AIN	212
Tabla 4.4	Comparación estadística entre muestras V_C y VP_C para diferentes contenidos de AIN mediante la prueba de Dunn	213
Tabla 4.5	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis para las muestras con 1.25 % en peso de AIN sin fundente (obsidiana V)	215
Tabla 4.6	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis para las muestras con 0.5 % en peso de AIN	216
Tabla 4.7	Comparaciones por pares mediante la prueba post hoc de Dunn para las muestras con 0.5 % en peso de AIN	217
Tabla 4.8	Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis para las muestras $V_C C_1_{1100}$ y $V_C C_2_{1100}$	220
Tabla 5.1	Condiciones de molienda empleadas para la obtención de las diferentes fracciones granulométricas	242
Tabla 5.2	Parámetros granulométricos característicos de los polvos de partida	256
Tabla 5.3	Parámetros característicos de la distribución de tamaño de poro	269
Tabla 5.4	Valores de color en el espacio RGB y código hexadecimal de las muestras tratadas durante 10 min	272
Tabla 5.5	Valores de color en el espacio RGB y código hexadecimal de las muestras tratadas durante 30 min	272
Tabla 5.6	Valores de color en el espacio RGB y código hexadecimal de las muestras tratadas durante 60 min	272

Lista de abreviaturas

DRX	Difracción de rayos X
FRX	Fluorescencia de rayos X
TGA	Análisis termogravimétrico
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
TGA/DSC	Análisis termogravimétrico acoplado a calorimetría diferencial de barrido
TGA-MS	Análisis termogravimétrico acoplado a espectrometría de masas
LFA	Análisis de destello láser
SEM	Microscopía electrónica de barrido
EDS	Espectroscopía de dispersión de energía de rayos X
Micro-CT	Microtomografía computarizada de rayos X
RGB	Modelo de color rojo-verde-azul
ROI	Región de interés
HEX	Código hexadecimal de color

Introducción general

La obsidiana es una roca ígnea extrusiva de aspecto vítreo, originada por el rápido proceso de enfriamiento de lavas félsicas durante erupciones de tipo efusivo o explosivo [1]. En estas circunstancias, la organización de los átomos en patrones cristalinos se ve impedida, causando que el magma se convierta en un material amorfo al solidificarse [2]. En términos generales, la obsidiana se caracteriza por una composición rica en SiO_2 , cuyo contenido suele ser superior al 70 % en peso. El Al_2O_3 constituye el segundo óxido mayoritario, con proporciones aproximadas entre 10 y 13 % en peso. La suma de Na_2O y K_2O suele representar alrededor del 10 %, mientras que los óxidos de hierro se encuentran en contenidos cercanos al 3 %. Además, pueden identificarse elementos traza como escandio, lantano, cerio, neodimio y samario [3,4].

Debido a su fractura concoidea y a la capacidad de generar bordes cortantes, la obsidiana ha sido utilizada desde épocas antiguas como materia prima para la elaboración de herramientas de corte, joyería, utensilios domésticos, objetos rituales y otros artefactos [5].

En México, uno de los yacimientos más relevantes se localiza en el Cerro de las Navajas, en el poblado de Nopalillo, Hidalgo. La obsidiana procedente de este sitio se distingue por su tonalidad verde característica, rasgo que la diferencia de otras variedades [6]. Además de su singularidad cromática, este yacimiento posee una notable importancia histórica y minera, ya que su explotación se remonta a épocas prehispánicas y ha sido señalada como una de las más prolongadas del continente [7].

En la actualidad, la obsidiana del Cerro de las Navajas se destina principalmente a la fabricación de artesanías. Una parte importante de la

población de Nopalillo depende económicamente de esta actividad, participando en las distintas etapas del proceso productivo, que incluyen la extracción, el acarreo y la manufactura [8]. Estas artesanías se comercializan a nivel local, regional, nacional e incluso internacional.

Sin embargo, como ocurre en numerosos procesos extractivos y de transformación de materiales, las operaciones de talla y desbaste generan una cantidad considerable de residuos. Aunque la generación de fragmentos es inherente al procesamiento de la obsidiana, su acumulación, junto con la actividad extractiva, contribuye a la degradación del entorno. Como resultado, una fracción significativa del recurso extraído queda sin aprovechamiento y se acumula como residuo.

Esta problemática puede abordarse desde los principios de la economía circular, al considerar los residuos generados durante el procesamiento de la obsidiana como materias primas potenciales para el desarrollo de nuevos materiales. Bajo este enfoque, el aprovechamiento de los fragmentos permitiría reducir su acumulación, diversificar las aplicaciones de esta roca volcánica y promover un uso más eficiente del recurso mineral. De esta manera, la valorización de la obsidiana residual puede articularse con estrategias de desarrollo sostenible y con alternativas tecnológicas de interés para las comunidades vinculadas con su extracción y transformación.

En respuesta a esta problemática, la presente investigación plantea la valorización de la obsidiana del Cerro de las Navajas mediante el desarrollo de rutas de procesamiento orientadas a ampliar sus posibilidades de aplicación. El estudio considera tanto su aprovechamiento en productos ornamentales como su transformación en materiales porosos con propiedades físicas y funcionales de interés. Para ello, se parte del análisis del comportamiento fisicoquímico de esta obsidiana, evaluado a temperatura ambiente y bajo distintos tratamientos térmicos y condiciones de procesamiento.

Diversos estudios han mostrado que los materiales ricos en sílice pueden transformarse en espumas vítreas mediante tratamientos térmicos, dando lugar a materiales altamente porosos con aplicaciones en aislamiento térmico y otras áreas tecnológicas [9–20]. Estas espumas se obtienen generalmente mediante la incorporación de agentes espumantes capaces de liberar gases durante el calentamiento, como carburo de silicio (SiC), sulfatos, nitruros y compuestos carbonosos [21–25]. Durante el calentamiento, los gases liberados quedan retenidos en la matriz vítrea ablandada, favoreciendo el desarrollo de una estructura porosa.

La composición química de la obsidiana del Cerro de las Navajas sugiere su potencial como materia prima para la obtención de espumas vítreas. Su elevado contenido de sílice, junto con la presencia de óxidos alcalinos, permite que la matriz vítrea experimente ablandamiento durante el calentamiento, condición necesaria para la expansión del material y el desarrollo de estructuras porosas.

Además de su posible aprovechamiento mediante agentes espumantes, se ha descrito que algunas obsidianas pueden experimentar expansión volumétrica al calentarse por encima de la temperatura de transición vítrea, debido a la liberación de especies volátiles retenidas en la matriz vítrea. Este comportamiento se relaciona con especies volátiles de origen magmático que quedaron incorporadas en el vidrio durante su solidificación rápida. Al aumentar la temperatura, el vidrio se ablanda y dichas especies pueden pasar a fase gaseosa; si el gas no escapa, la presión interna deforma el material y produce su expansión volumétrica [26–30].

A partir de estos antecedentes, la investigación se organiza en tres líneas experimentales complementarias. La primera analiza muestras monolíticas de obsidiana bajo distintos tratamientos térmicos, con el fin de relacionar sus características químicas, estructurales y microestructurales iniciales con la expansión volumétrica y el desarrollo de porosidad. La segunda estudia la obtención de espumas vítreas a partir de obsidiana en

polvo, mediante agentes espumantes y fundentes, para generar materiales altamente porosos y evaluar la relación entre procesamiento, densidad, porosidad y propiedades funcionales. La tercera plantea la reconstitución de la obsidiana mediante conformado y sinterización de polvos, orientada a obtener piezas consolidadas a partir del material pulverizado, y analizar el efecto del tamaño de partícula y del tratamiento térmico sobre su apariencia, textura y acabado.

El desarrollo de este trabajo responde a dos necesidades principales. La primera es profundizar en el estudio del comportamiento fisicoquímico de la obsidiana del Cerro de las Navajas durante el calentamiento, especialmente en relación con los factores que controlan la expansión volumétrica y las transformaciones microestructurales del material. La segunda es ampliar las rutas de aprovechamiento de los residuos generados durante su extracción y procesamiento, mediante estrategias que permitan transformarlos en materiales con propiedades funcionales o valor estético. De esta manera, la investigación contribuye, por una parte, a la generación de conocimiento científico sobre la relación entre composición, estructura, microestructura y respuesta térmica de la obsidiana; y, por otra, al desarrollo tecnológico de alternativas para su valorización, desde una perspectiva vinculada con la sostenibilidad y la economía circular.

Objetivo general

Estudiar el comportamiento fisicoquímico y térmico de la obsidiana del Cerro de las Navajas bajo distintas condiciones de procesamiento y evaluar su potencial de valorización como materia prima para el desarrollo de nuevos materiales.

Objetivos específicos

1. Caracterizar la obsidiana del Cerro de las Navajas en términos de composición química, estructura, microestructura y propiedades físicas iniciales.
2. Analizar la evolución física y microestructural de la obsidiana en roca durante el calentamiento, considerando la formación de porosidad, la disminución de la densidad aparente y la expansión volumétrica.
3. Evaluar la obtención de espumas vítreas a partir de obsidiana en polvo mediante la incorporación de agentes espumantes y fundentes.
4. Determinar el efecto de la temperatura, el tiempo de mantenimiento y la formulación sobre la densidad, la porosidad y las propiedades funcionales de las espumas vítreas obtenidas.
5. Desarrollar piezas consolidadas a partir de polvo de obsidiana mediante procesos de conformado y sinterización, evaluando el efecto del tamaño de partícula y del tratamiento térmico sobre su apariencia, textura y acabado.

Estructura de la tesis

Para dar cumplimiento a estos objetivos, el trabajo se estructura en seis capítulos. El Capítulo 1 presenta los antecedentes y fundamentos teóricos relacionados con los materiales vítreos, la obsidiana, las espumas vítreas y la consolidación de polvos. El Capítulo 2 describe las técnicas experimentales y los métodos de caracterización empleados durante la investigación.

El Capítulo 3 aborda la caracterización fisicoquímica de la obsidiana del Cerro de las Navajas, tanto en su estado inicial como después de distintos tratamientos térmicos, con énfasis en la generación de porosidad, la disminución de la densidad aparente y los cambios volumétricos asociados. El Capítulo 4 se centra en la valorización de la obsidiana en polvo para la obtención de espumas vítreas altamente porosas, mediante el uso de agentes espumantes y fundentes. El Capítulo 5 plantea la reconstitución de la obsidiana a partir de polvos, mediante procesos de conformado y sinterización, orientada a la obtención de piezas consolidadas con apariencia, textura y acabado ajustables.

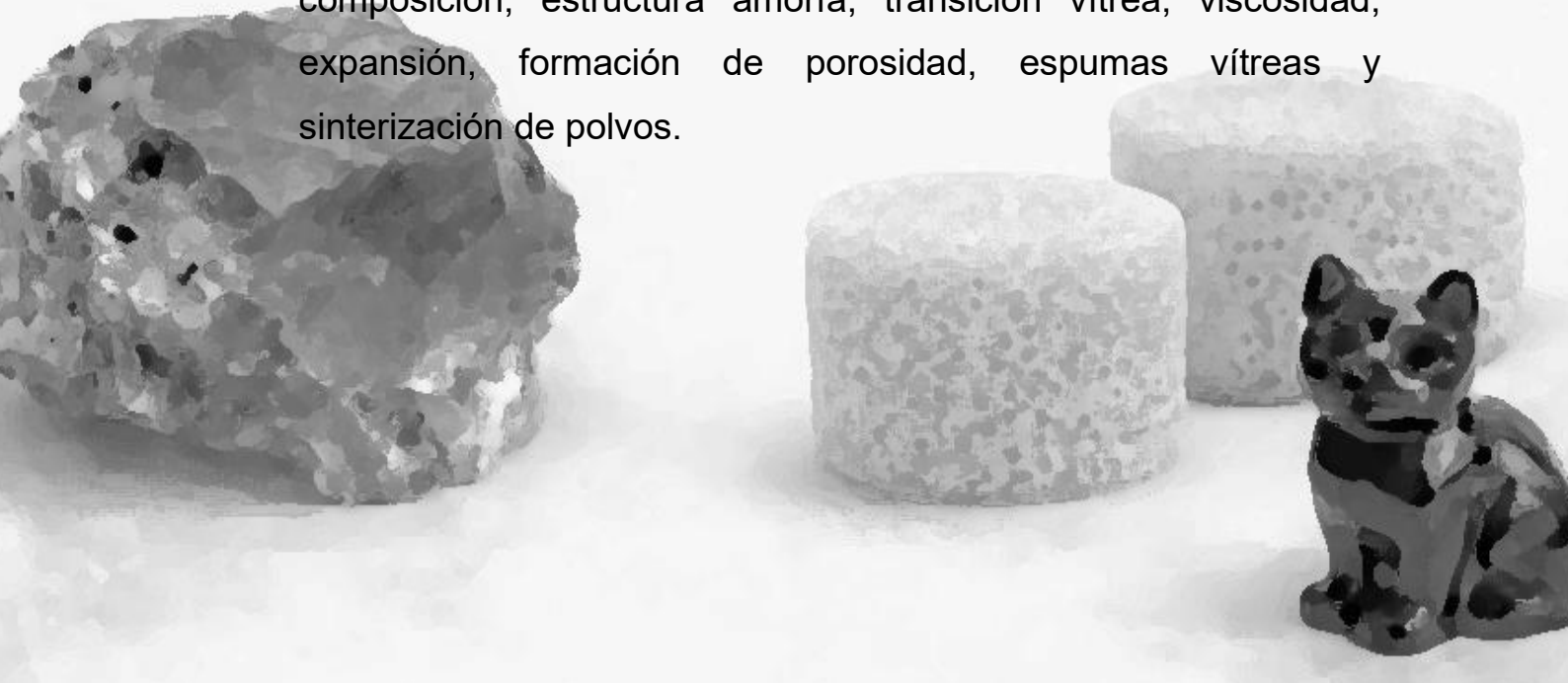
Los capítulos experimentales, correspondientes a los capítulos 3, 4 y 5, se organizan en introducción, materiales y métodos, resultados y discusión, y conclusiones parciales. Finalmente, el Capítulo 6 presenta las conclusiones generales integrando los principales hallazgos del trabajo y las posibles líneas de investigación derivadas.

Capítulo

1

Antecedentes y fundamentos teóricos

En este capítulo se presentan los fundamentos teóricos y antecedentes sobre la obsidiana como vidrio volcánico natural, su comportamiento térmico y su transformación en materiales porosos o piezas consolidadas. Se abordan aspectos de composición, estructura amorfa, transición vítrea, viscosidad, expansión, formación de porosidad, espumas vítreas y sinterización de polvos.



1.1 Estructura y comportamiento térmico de los materiales vítreos

1.1.1 Red vítrea y estructura de los vidrios silicatados

Los vidrios silicatados se caracterizan por la ausencia de periodicidad cristalina de largo alcance. Esto significa que sus unidades estructurales no se repiten de manera regular como en un cristal; sin embargo, la falta de periodicidad no implica ausencia total de orden. A escala local, los vidrios silicatados conservan unidades estructurales definidas, principalmente tetraedros SiO_4 , en los que un átomo de silicio se encuentra coordinado con cuatro átomos de oxígeno [31,32].

En esta red, los tetraedros SiO_4 pueden conectarse entre sí mediante oxígenos puente, estableciendo conexiones Si-O-Si que dan continuidad a la estructura vítrea. La diferencia principal con una estructura cristalina no está en la inexistencia de unidades ordenadas, sino en la manera en que estas unidades se enlazan a mayor escala [31,32]. En un cristal, la disposición atómica presenta repetición periódica; en un vidrio, existe orden de corto alcance alrededor de los átomos formadores de red, pero no una organización periódica extendida. Esta diferencia puede visualizarse mediante la analogía bidimensional propuesta por Zachariasen [31], en la que una red cristalina periódica se compara con una red vítrea no periódica (Figura 1.1).

Esta red puede incorporar otros componentes, pero la conectividad entre tetraedros constituye la base estructural que determina muchas propiedades del vidrio, como su rigidez a temperatura ambiente, su comportamiento frágil y su respuesta frente al calentamiento [31].

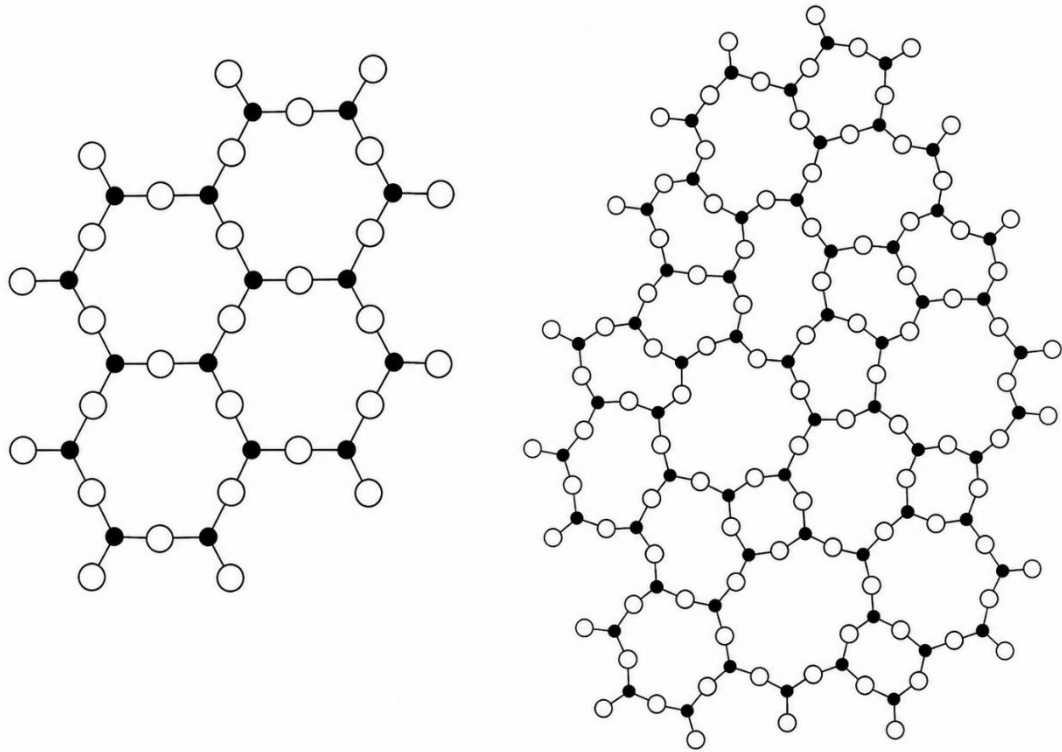


Figura 1.1. Analogía bidimensional para comparar una red cristalina periódica y una red vítrea no periódica. La imagen izquierda corresponde a una red cristalina bidimensional de composición A_2O_3 , mientras que la imagen derecha representa una red vítrea análoga del mismo compuesto. Aunque el esquema no representa directamente la estructura tridimensional de los tetraedros SiO_4 , permite visualizar la pérdida de periodicidad de largo alcance característica de los vidrios. Fuente: Adaptado de [31].

La estructura de los vidrios silicatados suele describirse como una red no periódica, con orden local y ausencia de periodicidad traslacional de largo alcance. Aunque estos materiales carecen de una repetición cristalina extendida, la red silicio-oxígeno conserva unidades estructurales definidas, como los tetraedros SiO_4 . Además, estudios de estructura local, incluyendo EXAFS y dispersión de neutrones con sustitución isotópica, han mostrado que ciertos cationes modificadores, como Ca, también pueden presentar entornos de coordinación relativamente definidos. Por ello, la estructura vítrea no debe entenderse como una distribución completamente caótica de átomos, sino como una red no periódica con organización local dependiente de la composición [32,33].

1.1.2 Papel de los óxidos formadores, intermediarios y modificadores

La composición de un vidrio de óxidos determina la conectividad de su red y, por tanto, sus propiedades físicas y térmicas. En los vidrios silicatados, los componentes suelen clasificarse de acuerdo con su función estructural como óxidos formadores, intermediarios y modificadores de red. Los formadores de red son aquellos capaces de construir una red vítrea continua; entre ellos, el SiO_2 es el componente fundamental de los vidrios silicatados [34–36].

En composiciones ricas en sílice, la elevada proporción de conexiones Si-O-Si favorece una estructura altamente polimerizada, en la que los tetraedros SiO_4 se enlazan en una red tridimensional continua. Esta conectividad estructural se asocia con la rigidez del vidrio a baja temperatura y con viscosidades elevadas durante el calentamiento [31,37].

El Al_2O_3 suele considerarse un óxido intermediario en vidrios silicatados. Esto significa que su función estructural depende de la composición global del vidrio. En presencia de cationes alcalinos o alcalinotérreos, el aluminio puede incorporarse a la red como unidades tetraédricas AlO_4^- , sustituyendo parcialmente al Si en la red de tetraedros. Debido a que el Al^{3+} tiene menor carga que el Si^{4+} , esta sustitución requiere compensación de carga por cationes como Na^+ , K^+ o Ca^{2+} [35,36].

Los óxidos alcalinos, como Na_2O y K_2O , actúan generalmente como modificadores de red. Al incorporarse al vidrio, pueden romper enlaces Si-O-Si y favorecer la formación de oxígenos no puente. A diferencia de los oxígenos puente, que conectan dos tetraedros de SiO_4 o AlO_4 , los oxígenos no puente se enlazan a un solo tetraedro y se asocian con cationes modificadores. La presencia de estos oxígenos reduce la conectividad de la red y modifica propiedades como la viscosidad, la movilidad iónica, la expansión térmica y la respuesta frente al calentamiento [31,32,35,36].

Los óxidos alcalinotérreos, como CaO y MgO , también pueden comportarse como modificadores de red, aunque su efecto depende de su concentración y de la composición del vidrio. Estos cationes tienden a ubicarse en regiones intersticiales de la red silicatada y pueden asociarse con oxígenos no puente o participar en la compensación de carga de unidades aluminosilicatadas. Estudios de estructura local mediante EXAFS y NMR han mostrado que los cationes modificadores no se distribuyen necesariamente de manera completamente aleatoria; pueden presentar entornos locales definidos y cierto grado de orden de corto o medio alcance dentro de la red vítrea [32,33,36,38].

La clasificación de los óxidos como formadores, intermediarios o modificadores no debe entenderse como una división rígida. Un mismo óxido puede desempeñar funciones diferentes según la composición del vidrio, la relación entre cationes y oxígeno, y el grado de polimerización de la red. Por ello, la composición química de un vidrio no solo define sus componentes, sino también la manera en que estos modifican la conectividad estructural y propiedades térmicas como la viscosidad y la respuesta frente al calentamiento [34,36].

1.1.3 Transición vítrea, viscosidad y ablandamiento

La transición vítrea es un fenómeno característico de los materiales amorfos. A diferencia de la fusión de un sólido cristalino, no ocurre a una temperatura única ni implica una transformación abrupta de fase. Se trata de un intervalo térmico en el que el vidrio pasa progresivamente de un estado rígido, de baja movilidad estructural, a un estado con mayor capacidad de relajación y flujo viscoso [39,40]. La temperatura de transición vítrea, T_g , depende de la composición química del vidrio y de la escala temporal del proceso, por lo que puede variar con la velocidad de calentamiento o enfriamiento [41].

Durante la transición vítrea, la viscosidad disminuye de manera significativa. A temperaturas inferiores a T_g , el material conserva una movilidad atómica limitada y se comporta mecánicamente como un sólido rígido. Al aproximarse y superar la región de transición vítrea, la red amorfa adquiere mayor capacidad de relajación y puede experimentar flujo viscoso cuando existen fuerzas internas o externas suficientes [39,42]. Esta disminución de la viscosidad permite procesos como deformación viscosa, cierre de poros, sinterización o cambios dimensionales, especialmente cuando actúan fuerzas capilares, presión aplicada o tensiones internas [43].

La viscosidad es una propiedad clave para describir el comportamiento reológico de los vidrios y líquidos silicatados durante el calentamiento. En líquidos silicatados de composición magmática, esta propiedad depende principalmente de la temperatura, la composición química y el contenido de volátiles, especialmente H_2O . El incremento de temperatura reduce la viscosidad, mientras que una mayor polimerización de la red, expresada por una baja proporción de oxígenos no puente por catión tetraédrico, se asocia con valores de viscosidad más elevados. Por el contrario, la presencia de componentes modificadores de red y de H_2O puede disminuir la conectividad estructural, reducir la viscosidad y aumentar la movilidad del material [44,45].

El cambio de viscosidad con la temperatura no sigue necesariamente una relación lineal ni una dependencia Arrheniana simple [46]. En muchos líquidos silicatados superenfriados y líquidos magmáticos, esta dependencia se representa mediante modelos no Arrhenianos, como la ecuación de Vogel–Fulcher–Tammann, que permite describir la variación de la viscosidad en función de la temperatura y la composición [47]. Esta relación es especialmente relevante en el intervalo de transición y ablandamiento, donde pequeñas variaciones de temperatura pueden producir cambios importantes en la viscosidad y, por tanto, en la respuesta del material durante un tratamiento térmico [48,49].

El ablandamiento térmico de un vidrio no debe interpretarse como una fusión completa, sino como un intervalo en el que la viscosidad disminuye progresivamente y la fase vítrea adquiere mayor capacidad de deformación [50,51]. La magnitud de esta deformación está condicionada por la temperatura alcanzada, el tiempo de permanencia, la composición del vidrio y la presencia de poros, gases o discontinuidades internas [52]. Por ello, la transición vítrea y, especialmente, la evolución de la viscosidad durante el calentamiento son parámetros clave para interpretar procesos de deformación viscosa, expansión volumétrica, formación de porosidad, sinterización de partículas y consolidación de materiales vítreos[53,54] .

1.1.4 Especies volátiles en vidrios volcánicos

Los vidrios volcánicos pueden conservar agua magmática residual relacionada con su historia de desgasificación y, además, incorporar agua secundaria mediante procesos de hidratación posteriores a la deposición [55]. En sistemas silicatados naturales, los componentes volátiles comúnmente considerados incluyen H_2O y CO_2 , además de S, Cl y F en concentraciones variables; su abundancia, solubilidad y comportamiento dependen de la composición del magma, la presión, la temperatura y las condiciones de desgasificación [48,56,57].

El agua disuelta en vidrios y fundidos silicatados no se encuentra necesariamente en una sola forma química. Puede estar presente como agua molecular, $H_2O_{\text{molecular}}$, o como grupos hidroxilo, OH, enlazados a la red silicatada o aluminosilicatada. La relación entre ambas especies suele describirse mediante el equilibrio $H_2O_{\text{molecular}} + O = 2OH$, donde un oxígeno estructural del vidrio participa en la formación de grupos hidroxilo [58]. Esta especiación depende principalmente del contenido total de agua, la temperatura y la composición del vidrio; además, la presión condiciona la solubilidad total de H_2O en el fundido y puede influir en la especiación antes del enfriamiento [59,60]. Por ello, las proporciones relativas de $H_2O_{\text{molecular}}$ y OH pueden variar entre distintos vidrios volcánicos y en función de su historia térmica [61].

En la obsidiana, una fracción de las especies volátiles puede quedar incorporada durante la vitrificación del magma, cuando aún permanece agua magmática no desgasificada en el material. Estas especies pueden encontrarse disueltas en la estructura amorfa, asociadas a grupos hidroxilo o presentes como agua molecular; además, cuando existen vesículas o inclusiones, parte de los volátiles puede quedar relacionada con estas heterogeneidades internas [62]. Los vidrios volcánicos también pueden incorporar agua secundaria por hidratación posterior, especialmente en

superficies expuestas o zonas alteradas. Por ello, es importante distinguir entre volátiles magmáticos conservados en el vidrio y agua incorporada después de la formación del material [55].

1.1.5 Difusión y liberación de volátiles en vidrios volcánicos calentados

Durante el calentamiento de un vidrio volcánico, las especies volátiles retenidas, especialmente H_2O , pueden adquirir mayor movilidad y difundirse a través de la estructura amorfa. Este proceso depende de la temperatura, del tiempo de exposición, de la composición del vidrio, del contenido total de agua, de la especiación entre H_2O molecular y grupos OH, y de la distancia de difusión hacia superficies libres, vesículas o discontinuidades internas [30,63,64]. En vidrios ricos en sílice, la movilidad de los volátiles debe interpretarse junto con la estructura altamente polimerizada de la red silicatada y con la elevada viscosidad de la matriz, factores que condicionan la relajación estructural y la respuesta del material durante el calentamiento. En vidrios riolíticos, se ha descrito que la difusión de OH es mucho menor que la de H_2O molecular, por lo que la pérdida de agua no puede describirse adecuadamente mediante un único coeficiente de difusión para el agua total [65].

Además del H_2O , otros volátiles como CO_2 , especies de azufre, cloro y flúor pueden liberarse durante el calentamiento si se encuentran en formas químicas o sitios estructurales susceptibles de desestabilizarse, difundirse o exsolver bajo las condiciones térmicas aplicadas [57,66]. La evolución de gases durante el tratamiento térmico puede estudiarse mediante técnicas acopladas al análisis térmico, como TG-MS o TG-FTIR, que permiten relacionar los eventos de pérdida de masa con señales asociadas a especies gaseosas específicas. Para determinar el contenido original de volátiles en vidrios volcánicos, en cambio, suelen emplearse técnicas microanalíticas como FTIR o SIMS [67–69].

La temperatura a la que se detecta la liberación de volátiles no es fija, ya que puede depender de la forma química en que las especies se encuentran incorporadas en el vidrio y de su localización dentro del material. En el caso del agua, la pérdida durante el calentamiento puede involucrar humedad superficial, H_2O molecular y grupos OH, cuyas contribuciones pueden aparecer en intervalos térmicos distintos y parcialmente superpuestos [26,70]. También influyen la geometría de la muestra, la superficie expuesta, la conectividad de la porosidad y las distancias de difusión hacia superficies libres o discontinuidades internas. En muestras pulverizadas, la menor distancia de difusión y la mayor superficie específica pueden facilitar la salida de gases [71].

1.1.6 Viscosidad y retención de gases en la formación de porosidad vítrea

La formación de porosidad en materiales vítreos depende de la interacción entre la generación de una fase gaseosa y la respuesta viscosa de la matriz [72]. Cuando la fase vítrea alcanza una ventana de viscosidad adecuada, puede deformarse bajo la acción de presiones internas sin permitir necesariamente el escape inmediato del gas [73]. Si en ese intervalo térmico se generan gases por descomposición de aditivos, reacciones de oxidación-reducción o liberación de especies volátiles, estos pueden quedar retenidos en la matriz y dar lugar a cavidades internas [74–76]. La eficiencia del proceso depende, por tanto, de la sincronización entre la generación de gas, la viscosidad de la fase vítrea y la capacidad del material para estabilizar las burbujas formadas.

La evolución de los poros está determinada por el balance entre la presión del gas, la oposición viscosa de la fase vítrea y la tensión superficial. La presión interna favorece el crecimiento de las burbujas, mientras que la viscosidad de la matriz limita la velocidad de deformación [77]. La tensión superficial, por su parte, tiende a reducir el área de la interfaz gas-vidrio y

favorece la adopción de geometrías más redondeadas [43]. Por ello, la formación de poros no depende únicamente de la cantidad de gas disponible, sino también del intervalo de viscosidad en el que dicho gas se libera, se expande o queda retenido dentro del material [54,78].

Si la viscosidad es demasiado elevada, la matriz vítrea conserva una resistencia suficiente para limitar la deformación, aun cuando exista gas disponible. Por el contrario, si la viscosidad disminuye en exceso, el crecimiento rápido de las burbujas puede favorecer la coalescencia de poros y el colapso de la estructura celular. La formación de una porosidad estable requiere una ventana de viscosidad intermedia, en la que el vidrio tenga movilidad suficiente para deformarse, pero conserve la resistencia necesaria para retener y estabilizar la fase gaseosa dentro de la matriz [78,79].

La microestructura inicial también puede influir en la formación de porosidad. Los poros preexistentes, defectos, interfaces y heterogeneidades internas pueden actuar como sitios preferenciales para la nucleación y el crecimiento de burbujas, al reducir la barrera energética asociada a la formación de una nueva interfaz gas-vidrio [80]. En estos sitios, la exsolución local de gases y la presión interna pueden favorecer la expansión de poros o burbujas preexistentes, así como la generación de nuevos poros [81]. Por ello, la distribución espacial de estos sitios puede condicionar el tamaño, la cantidad y la conectividad de los poros formados durante el tratamiento térmico.

En materiales vítreos en polvo, el proceso es más complejo porque la generación de gases puede coincidir con la sinterización por flujo viscoso [78]. Durante el calentamiento, las partículas tienden a unirse y densificarse por reducción de energía superficial [82]. Si los gases se liberan antes de que exista una estructura suficientemente consolidada, pueden perderse hacia la porosidad abierta del compacto o favorecer la formación de poros abiertos. En cambio, si la sinterización genera una matriz vítrea continua antes o durante la liberación gaseosa, la retención del gas puede favorecer el desarrollo de porosidad interna [72].

1.2 Obsidiana

1.2.1 Obsidiana como vidrio volcánico natural

La obsidiana es un vidrio volcánico natural formado a partir de magmas silícicos que solidifican sin desarrollar una cristalización significativa. Este comportamiento se asocia con la alta viscosidad de los magmas riolíticos y con condiciones de enfriamiento que limitan la movilidad atómica necesaria para formar estructuras cristalinas de largo alcance [6,83]. Como resultado, la obsidiana presenta una estructura predominantemente amorfa, aunque puede contener vesículas, microlitos, nanolitos u otras heterogeneidades dependiendo de su origen y de su historia térmica [2,84].

Desde el punto de vista composicional, la obsidiana pertenece generalmente al campo de los vidrios volcánicos ricos en sílice. En términos generales, contiene más de 70 % en peso de SiO_2 , acompañado por Al_2O_3 y óxidos alcalinos como Na_2O y K_2O , además de óxidos de hierro y otros componentes minoritarios [6,83]. Esta composición favorece una red vítrea altamente polimerizada, en la que los tetraedros de SiO_4 constituyen la unidad estructural principal. La presencia de cationes alcalinos y alcalinotérreos modifica la conectividad de esta red y afecta propiedades como la viscosidad, la temperatura de transición vítrea y la respuesta del material frente al calentamiento [85,86] .

Las propiedades macroscópicas de la obsidiana derivan directamente de su naturaleza vítrea. Su apariencia brillante, su baja cristalinidad visible y su fractura concoidea han favorecido históricamente su uso como material de corte y ornamental. La fractura concoidea permite generar superficies curvas y bordes agudos, rasgo característico de los vidrios y de otros materiales frágiles con estructura homogénea a escala macroscópica [6].

Entre sus propiedades físicas generales, la obsidiana presenta una densidad usualmente situada entre 2.3 y 2.7 g·cm⁻³, dureza de 5–5.5 en la escala de Mohs e índice de refracción aproximado de 1.450–1.550 [86,87]. A temperatura ambiente se comporta como un material rígido y frágil, con fractura concoidea y capacidad para generar bordes cortantes. Aunque puede presentar resistencia a la compresión elevada, su comportamiento mecánico está condicionado por la presencia de defectos, vesículas o heterogeneidades internas [4,5].

1.2.2 Obsidiana del Cerro de las Navajas

El Cerro de las Navajas, localizado en Hidalgo, México, constituye uno de los yacimientos de obsidiana más relevantes por la magnitud de sus depósitos, su singularidad cromática y su prolongada historia de explotación desde época prehispánica [2,88]. La obsidiana procedente de este sitio se distingue por su tonalidad verde, con reflejos dorados observables bajo determinadas condiciones de iluminación. Esta característica la diferencia de otras variedades de obsidiana y ha contribuido a su valor histórico, cultural y artesanal [6].

La obsidiana de este yacimiento presenta una variabilidad macroscópica importante. Se han descrito materiales con tonalidades que van del verde claro al verde oscuro, así como bandas de diferente intensidad cromática y zonas con dominios blanquecinos dispersos en la matriz vítrea. Estas diferencias son importantes no solo desde el punto de vista visual, sino también desde la perspectiva microestructural, ya que pueden relacionarse con variaciones en la vesiculación, la presencia de heterogeneidades cristalinas y la distribución de discontinuidades internas del material [6,89].

Desde el punto de vista químico, los análisis realizados mediante fluorescencia de rayos X indican que la obsidiana del Cerro de las Navajas

presenta una composición rica en SiO_2 , con Al_2O_3 como segundo óxido mayoritario y una fracción alcalina importante asociada a Na_2O y K_2O [6]. También se han identificado óxidos minoritarios de hierro, titanio, manganeso, calcio y magnesio, además de diversos elementos traza. Los intervalos para los óxidos y elementos traza se muestran en las Tablas 1.1 y 1.2.

Tabla 1.1

Óxidos mayores obtenidos por XRF para obsidianas del Cerro de las Navajas

Óxido	Rango aproximado (%)
SiO_2	71.1 – 75.8
TiO_2	0.23 – 0.46
Al_2O_3	10.3 – 12.3
FeO	0.09 – 0.53
Fe_2O_3	1.75 – 2.89
MnO	0.10 – 0.39
MgO	0.00 – 0.07
CaO	0.04 – 0.24
Na_2O	3.73 – 5.45
K_2O	4.12 – 5.84
L.O.I.	0.48 – 4.32

Nota. Elaboración propia a partir de datos contenidos en [6].

Tabla 1.2

Elementos traza obtenidos por XRF para obsidianas del Cerro de las Navajas

Elemento	Rango (ppm)
Ni	4 – 16
V	6 – 14
Co	2 – 8
Nb	50 – 90
Y	89 – 123
Sr	1 – 10
Zr	574 – 1062
Zn	103 – 218
Ba	21 – 199
Rb	116 – 210

Nota. Elaboración propia a partir de datos contenidos en [6].

1.2.3 Antecedentes sobre la expansión térmica de la obsidiana

La expansión térmica de la obsidiana ha sido documentada en muestras de distintas procedencias. Los estudios disponibles relacionan este fenómeno con la desvolatilización durante el calentamiento, la formación de una fase gaseosa y el ablandamiento progresivo del vidrio. Entre los factores que condicionan la expansión se encuentran el contenido de agua, la presencia de microlitos, el tamaño de la muestra, la temperatura y el tiempo de tratamiento [27,28,90].

Bagdassarov y Dingwell [27] estudiaron el espumado de dos obsidianas procedentes de Estados Unidos: Little Glass Buttes, Oregon (LGB), y Little Glass Mountain, California (LGM). Ambas muestras presentaron composiciones ricas en SiO_2 , con 77.70 % en peso para LGB y 74.75 % en peso para LGM, así como contenidos de Al_2O_3 cercanos a 13 % en peso. La diferencia inicial más importante fue microestructural: LGM contenía 5–10 % en volumen de microlitos, mientras que LGB se encontró libre de microlitos. Los autores prepararon cilindros de 8 mm de diámetro y 8 mm de longitud, pulieron sus superficies y los sometieron a tratamientos isotérmicos entre 1200 y 1400 °C, durante tiempos de 2 min a 24 h, seguidos de enfriamiento rápido. La finalidad del estudio fue analizar la cinética de espumado por desvolatilización y evaluar el efecto de los microlitos sobre la generación y liberación de gas.

Los resultados de Bagdassarov y Dingwell mostraron que el calentamiento de obsidianas con agua retenida produce una exsolución intensa de volátiles y la formación de espumas riolíticas. La evolución del volumen de gas se describió mediante la superposición de dos procesos: generación de gas y liberación de gas. Los autores mostraron que las constantes de generación de gas fueron más de diez veces en la obsidiana rica en microlitos que en la obsidiana libre de ellos, lo que indica que los

microlitos pueden actuar como sitios preferenciales de nucleación durante la desvolatilización.

Safaryan et al. [28,90,91] estudiaron la cinética de expansión de obsidianas de Armenia, consideradas dentro del grupo de vidrios volcánicos con bajo contenido de agua. En este trabajo, la obsidiana triturada se clasificó en fracciones de 10–20 mm, 5–10 mm y 2.5–5 mm. Las muestras fueron tratadas térmicamente a 1050, 1100, 1150 y 1200 °C, con tiempos de permanencia de 3, 5, 10 y 20 min. La finalidad del estudio fue determinar la aptitud de la obsidiana como materia prima expandible, evaluando el coeficiente de expansión, la densidad del material expandido y la influencia de la temperatura, el tiempo y el tamaño de partícula.

En ese estudio se mostró que las fracciones de 5–10 mm y de 10–20 mm presentaron los mayores coeficientes de expansión cuando fueron tratadas entre 1100 y 1150 °C durante 3–10 min. Bajo estas condiciones, los autores indicaron que es posible obtener obsidiana expandida con densidades promedio de 200–350 kg·m⁻³. Safaryan et al. también describieron la expansión como un proceso asociado al ablandamiento del vidrio y al aumento de presión de la fase gaseosa. Según los autores, durante el calentamiento disminuye la viscosidad del material y aumenta la presión del gas, lo que permite superar la resistencia viscosa y las fuerzas de tensión superficial. También señalaron que el crecimiento de los poros depende de la cantidad de gas, de su presión y de la resistencia de las paredes internas

La estructura obtenida fue descrita como una masa vítrea porosa con poros mayoritariamente cerrados, separados por paredes internas de espesor irregular. Se determinaron porosidades totales de 85–90 %. Para granos de mayor tamaño se obtuvieron densidades promedio más bajas y porosidades más altas; por ejemplo, fracciones superiores a 40 mm presentaron densidad promedio de 220 kg·m⁻³, porosidad de 89 % y resistencia a compresión de 4.5 MPa, mientras que fracciones de 5–2.5 mm presentaron densidad promedio de 390 kg·m⁻³, porosidad de 80 % y resistencia a compresión de 8.6 MPa.

1.3 Espumas vítreas: fundamentos, materias primas y agentes espumantes

1.3.1 Definición y características generales de las espumas vítreas

Los materiales vítreos de alta porosidad también conocidos como espumas de vidrio comenzaron a producirse en la década de 1930 por Kern y Kitaigorodski [25]. La investigación sobre este material se intensificó durante la Segunda Guerra Mundial, especialmente en los EE. UU., donde se usó como aislante térmico en barcos y submarinos. Las características que posee este material son muy distintivas, incluyendo su ligereza, rigidez y capacidad para resistir la compresión. También es segura desde el punto de vista toxicológico y ofrece resistencia contra roedores, insectos y bacterias [25,92].

Microestructuralmente, las espumas vítreas pueden estar formadas por poros cerrados, poros abiertos o por una red mixta [93]. Esta distinción no es solo descriptiva, ya que el grado de interconexión entre los poros condiciona la entrada de fluidos, la absorción de agua, la permeabilidad, la conductividad térmica y la resistencia mecánica del material. Las estructuras con predominio de poros cerrados suelen ser más favorables para aislamiento térmico y aplicaciones donde se requiere baja absorción de humedad. Por el contrario, una mayor proporción de poros abiertos facilita la penetración de líquidos o gases y puede reducir la continuidad mecánica de las paredes vítreas [94]. Por ello, además de la porosidad total, el tipo de poro, su conectividad, tamaño y distribución deben considerarse como parámetros microestructurales clave en el diseño de espumas vítreas.

Debido a su baja densidad, baja conductividad térmica, incombustibilidad y estabilidad térmica y química, las espumas vítreas se han consolidado como materiales de aislamiento térmico y acústico, especialmente en construcción e instalaciones industriales. En edificación se

emplean en productos para fachadas, cubiertas, pisos, perímetros, muros y techos, mientras que en aplicaciones industriales también se han evaluado para el aislamiento de tuberías [95]. Además, su estructura porosa ha impulsado su estudio en otros campos, como agregados ligeros, filtración, adsorción, soportes catalíticos, desalación, absorción de microondas e inmovilización de metales pesados [93,96].

1.3.2 Materias primas para la obtención de espumas vítreas

Las espumas vítreas se obtienen comúnmente a partir de materias primas ricas en fase vítrea o capaces de formar una fase silicatada durante el tratamiento térmico. La materia prima vítrea se combina con agentes espumantes y, si es necesario, con fundentes o aditivos auxiliares. El agente espumante libera gases durante el calentamiento, mientras que los fundentes ayudan a modificar la viscosidad del material para favorecer la expansión y la retención de la estructura celular [23].

Una de las prácticas utilizadas consiste en emplear residuos de vidrio como matriz principal, debido a su disponibilidad, bajo costo y posibilidad de reblandecimiento a temperaturas inferiores a las requeridas para producir vidrio primario. Baino y Gianchandani [93] señalan que el uso de vidrio reciclado o, en general, vidrio derivado de residuos, resulta atractivo dentro de un enfoque de economía circular porque permite reducir el consumo de energía, recursos y emisiones asociadas con la producción de vidrio nuevo.

En este grupo destacan los residuos de vidrio sódico-cálcico, como botellas, vidrio plano y otros productos comerciales. Souza et al. [97] emplearon botellas de vidrio desechadas como matriz y cáscara de huevo como agente formador de poros.

Además del vidrio reciclado, se han utilizado otros residuos minerales e industriales, como cenizas volantes, escorias, cenizas de incineración, lodos, residuos de pulido y subproductos ricos en óxidos formadores o

modificadores de red. Liu et al. [23] mencionan que las principales materias primas para espumas vítreas incluyen residuos de vidrio, ceniza volante y escoria. Zhang et al. [96] revisaron la preparación de espumas vitrocerámicas a partir de residuos sólidos y consideran materias primas como cenizas de incineración municipal, escorias y otros residuos con potencial de vitrificación o sinterización.

El uso de residuos de construcción y demolición también ha sido evaluado como materia prima para la producción de espumas vítreas. En este sentido, Domínguez et al. [14] desarrollaron espumas de vidrio a partir de ladrillos, azulejos esmaltados y hormigón.

Es así que las materias primas para fabricar espumas vítreas pueden proceder tanto de vidrios reciclados como de residuos minerales o industriales ricos en óxidos formadores de vidrio.

1.3.3 Mecanismos de espumado en materiales vítreos

El espumado en materiales vítreos ocurre cuando una matriz silicatada alcanza un estado de reblandecimiento suficiente para deformarse y, al mismo tiempo, se generan gases dentro del material. En la ruta más común, el vidrio se muele, se mezcla con un agente espumante, se compacta y se somete a tratamiento térmico. Durante el calentamiento, las partículas comienzan a sinterizar, mientras que el agente espumante libera gases que quedan atrapados en la matriz viscosa y originan la estructura celular [98].

El proceso requiere una coincidencia adecuada entre sinterización, generación de gases y viscosidad. Si el gas se libera antes de que las partículas hayan sinterizado, puede escapar sin formar una estructura porosa estable. Si la matriz está demasiado fluida, los poros crecen en exceso, se conectan o colapsan [78]. Por ello, la viscosidad de la matriz es uno de los parámetros centrales del espumado.

La formación de poros depende del tipo de agente espumante. Los carbonatos, como Na_2CO_3 o CaCO_3 , liberan CO_2 por descomposición o reacción con la matriz vítrea [99]. En otros sistemas, el espumado se produce mediante reacciones redox. Los agentes carbonosos pueden reaccionar con oxígeno químicamente enlazado en el vidrio o con óxidos metálicos añadidos, generando CO_2 o CO [98].

Los óxidos de manganeso también pueden participar como fuentes de oxígeno o como agentes oxidantes. En mezclas de vidrio, Mn_3O_4 y carbono, Petersen et al. encontraron que el espumado se inicia por la reacción entre Mn_3O_4 y carbono, y que el gas principal formado es CO_2 [100].

Una vez formados los primeros poros, su evolución depende de la presión interna del gas, la viscosidad de la matriz, la tensión superficial y el tiempo de permanencia. Al aumentar la temperatura o prolongar el tratamiento, los poros pueden crecer, unirse entre sí y transformar una estructura inicialmente cerrada. La cristalización durante el tratamiento térmico también puede modificar el espumado. La formación de fases cristalinas cambia la viscosidad efectiva de la matriz y puede afectar la estabilidad de la espuma, ya sea limitando la expansión o favoreciendo estructuras menos homogéneas [101].

1.3.4 Arquitectura porosa y propiedades de las espumas vítreas

La estructura celular formada durante el espumado condiciona la densidad aparente, la conductividad térmica y la resistencia mecánica de las espumas vítreas. Aunque la porosidad total permite estimar la fracción de vacío del material, este valor no describe por completo su comportamiento, ya que también intervienen el tamaño de poro y su distribución [102].

La densidad aparente, la porosidad, la resistencia a compresión y la conductividad térmica suelen evaluarse de forma conjunta, porque definen el

desempeño tecnológico de la espuma vítrea [103]. Una mayor porosidad reduce la cantidad de fase sólida por unidad de volumen, lo que favorece la obtención de materiales ligeros y de baja conductividad térmica[102]. Sin embargo, la disminución de densidad debe equilibrarse con la resistencia mecánica, ya que una estructura demasiado porosa o con paredes celulares débiles puede reducir la capacidad del material para soportar carga.

La conectividad entre poros también modifica la respuesta funcional de la espuma. Una mayor porosidad abierta puede incrementar la conductividad térmica y favorecer la penetración de agua, lo que limita su uso como aislante en zonas expuestas a humedad [98]. Las espumas con poros pequeños y distribuidos de manera más homogénea pueden presentar menor conductividad térmica y mejor resistencia mecánica que aquellas con poros grandes o mal distribuidos [102].

El diseño de una espuma vítrea no debe orientarse solo a aumentar la porosidad o disminuir la densidad aparente. También debe controlar el tamaño de poro, la distribución celular, la conectividad y la continuidad de las paredes vítreas, de modo que la estructura obtenida sea compatible con la aplicación prevista [23]. En la Tabla 1.3 se resumen las principales características físicas de las espumas vítreas.

Tabla 1.3
Propiedades típicas de espumas de vidrio comerciales

Propiedad	Valor
Porosidad	85–95 %
Resistencia a la compresión	0.4–6 MPa
Resistencia a la flexión	0.3–1 MPa
Módulo de elasticidad en flexión	0.6–1.5 GPa
Coefficiente de expansión térmica	$8.9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
Conductividad térmica	$0.04\text{--}0.08 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Calor específico	$0.84 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Difusividad térmica a 0 °C	$(3.5\text{--}4.9) \times 10^{-7} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$
Pérdida de transmisión de sonido	28 dB/100 mm

Nota. Elaboración propia a partir de [25].

1.4 Consolidación de polvos vítreos por sinterización viscosa

1.4.1 Sinterización por flujo viscoso: efecto del tamaño de partícula en la densificación y la porosidad residual

La sinterización de polvos vítreos ocurre cuando las partículas alcanzan un intervalo térmico en el que la matriz adquiere movilidad suficiente para deformarse por flujo viscoso. En estos materiales, la reducción de energía superficial impulsa el crecimiento de cuellos entre partículas, la contracción del compacto y el aumento progresivo de la densidad relativa [104].

La densificación no depende solo de alcanzar una temperatura elevada; también está controlada por la viscosidad del vidrio, la tensión superficial, el tiempo de permanencia y la evolución de la porosidad durante el calentamiento [105]. El tamaño de partícula modifica la velocidad de densificación, ya que los polvos más finos presentan mayor área superficial específica y mayor número de contactos entre partículas [106].

En polvos vítreos, la cinética de sinterización es más compleja que en los modelos ideales debido a factores como una distribución amplia de tamaño de partícula, la forma irregular de las partículas y un empaquetamiento suelto o anisotrópico. Cuando un material con distribución de tamaño de partícula sinteriza, la densificación ocurre con mayor rapidez en las partículas pequeñas. La estructura de empaquetamiento debe considerarse desde el inicio, porque determina la velocidad inicial de sinterización; además, la porosidad de la etapa final se hereda del empaquetamiento inicial [107].

Durante las primeras etapas de sinterización, los poros se encuentran conectados entre las partículas; conforme avanza la densificación, la red

porosa se contrae y parte de esos poros puede quedar aislada dentro de la matriz vítrea [108]. En vidrios con tendencia a cristalizar, la densificación puede verse limitada si la cristalización ocurre antes de que el flujo viscoso cierre la porosidad [109].

1.4.2 Conformado de polvos vítreos y uso de aglomerantes temporales

El conformado de polvos vítreos es la etapa previa a la sinterización en la que el polvo se transforma en un cuerpo en verde con geometría definida y suficiente estabilidad para ser manipulado, secado y tratado térmicamente [110].

En materiales preparados por sinterización de polvos, esta etapa puede realizarse mediante prensado, moldeo o colado de pastas y suspensiones, dependiendo de la granulometría, la cantidad de líquido, la plasticidad de la mezcla y la complejidad geométrica de la pieza [111]. Los aglomerantes temporales se incorporan para aumentar la cohesión entre partículas y dar resistencia mecánica al cuerpo en verde durante el desmoldeo, el secado y la manipulación previa a la sinterización [112].

Aunque existen distintos tipos de aglomerantes, los sistemas orgánicos como el alcohol polivinílico son frecuentes en el procesamiento de polvos vítreos y vitrocerámicos, porque favorecen la compactación sin permanecer como fase estructural después del tratamiento térmico [113].

La cantidad de aglomerante debe ajustarse con cuidado, ya que este aditivo proporciona cohesión entre partículas y mejora la resistencia de las piezas en verde durante el desmoldeo, la manipulación y el maquinado. Un contenido insuficiente puede reducir la resistencia en verde y comprometer la estabilidad dimensional, mientras que un exceso o una eliminación inadecuada del aglomerante puede favorecer deformaciones, grietas, ampollamiento, poros internos o defectos asociados con el secado y la

descomposición térmica [114,115] . El aglomerante también puede modificar la viscosidad de la mezcla, por lo que influye en el llenado del molde, la homogeneidad del cuerpo en verde y la calidad superficial inicial [111].

Durante el calentamiento, los aglomerantes orgánicos deben eliminarse antes de la etapa de sinterización. Esta eliminación es crítica porque la volatilización o descomposición térmica del aglomerante genera productos gaseosos y especies volátiles que deben evacuarse a través de la estructura porosa de la pieza. Si la velocidad de generación de estos productos supera su velocidad de salida, puede acumularse presión interna y favorecer la formación de defectos, como burbujas, deformaciones, grietas, residuos carbonosos o cambios en la porosidad asociados al desaglomerado [115–117].

El aglomerante temporal debe cumplir dos funciones: proporcionar resistencia suficiente al cuerpo en verde y eliminarse durante el calentamiento sin alterar de forma significativa la composición ni la microestructura final del material sinterizado.

1.4.3 Acabado superficial, textura y conservación del relieve en piezas sinterizadas

El acabado superficial y la conservación de detalles geométricos en piezas sinterizadas dependen del conformado inicial y de las condiciones del tratamiento térmico.

La temperatura de sinterización influye en la definición de los detalles. Cuando la temperatura es insuficiente, la superficie conserva rasgos propios del estado en verde; al aumentar la temperatura, las capas pueden dejar de distinguirse, aunque puede permanecer cierta rugosidad superficial [118].

El acabado superficial también puede depender del tamaño de partícula del material de partida. En sistemas vítreos superficiales, como esmaltes basados en fritas, la disminución del tamaño medio de partícula redujo las temperaturas de sinterización y reblandecimiento, lo que indica una mayor facilidad para desarrollar flujo viscoso durante el calentamiento [119]. En esos sistemas, el tamaño de partícula también se relacionó con la apariencia superficial. Al disminuir el tamaño de partícula, se registró una superficie más lisa, menor rugosidad aparente y mayor reflexión especular, lo que se tradujo en mayor brillo.

El color observado en piezas vítreas o vitrocerámicas sinterizadas no depende únicamente de la composición química o de la presencia de especies cromóforas; también puede modificarse por la interacción de la luz con la microestructura y la superficie del material. En vidrios con porosidad residual o fases dispersas, los poros, las partículas o los cristales pueden actuar como centros de dispersión de la luz, modificando la translucidez, la opacidad, el brillo y la apariencia cromática del cuerpo sinterizado [120].

En superficies vítreas o vitrocerámicas, la rugosidad y el acabado superficial también influyen en la respuesta óptica. Superficies más pulidas tienden a presentar mayor translucidez, mientras que cambios en la topografía superficial pueden modificar la opacidad y el color aparente del material [121].

Capítulo 2

Técnicas experimentales de caracterización

En este capítulo se describen las técnicas de caracterización y la instrumentación empleada, presentando sus especificaciones generales. Las condiciones de ensayo particulares se detallan en el capítulo correspondiente a cada experimento. Las técnicas se agruparon en cuatro áreas principales: caracterización química, estructural y microestructural; análisis térmico; propiedades físicas; y propiedades mecánicas.

2.1 Caracterización química, estructural y microestructural

2.1.1 Fluorescencia de rayos X (FRX)

La fluorescencia de rayos X (FRX) es una técnica analítica utilizada para la determinación elemental en materiales sólidos. Su principio se basa en la interacción de la radiación de rayos X con los átomos del material analizado. Cuando un átomo es irradiado con rayos X, puede producirse la expulsión de un electrón de las capas internas del átomo. Como consecuencia, un electrón de una capa electrónica de mayor energía desciende para ocupar la vacante generada, liberando un fotón de alta energía característico del elemento presente en la muestra [122].

- Instrumentación

Los análisis se realizaron en el Laboratorio Nacional de Geoquímica y Mineralogía (LANGEM) del Instituto de Geología de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), utilizando un espectrómetro secuencial de fluorescencia de rayos X Rigaku ZSX Primus II. La determinación de elementos mayores se realizó mediante análisis cuantitativo empleando perlas fundidas, preparadas a partir de 0.4 g de muestra mezclados con 8 g de fundente compuesto por 50 % $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ y 50 % LiBO_2 .

Para la determinación de elementos traza, las muestras se analizaron en forma de tabletas prensadas, preparadas con 5.6 g de muestra y 1 g de cera como aglutinante. La pérdida por calcinación (LOI) se determinó mediante calentamiento de las muestras a 1000 °C.

2.1.2 Difracción de rayos X (DRX)

La identificación de las fases cristalinas presentes en los materiales estudiados se realizaron mediante difracción de rayos X en polvo (PXRD, por sus siglas en inglés). Esta técnica se basa en la interacción de la radiación de rayos X con los planos cristalográficos del material. Cuando la radiación incidente satisface la condición de interferencia constructiva descrita por la ley de Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$), se generan máximos de difracción cuya posición e intensidad dependen de la estructura cristalina presente [123].

- Instrumentación

Se utilizó un difractómetro Inel Equinox 2000, equipado con radiación monocromática $\text{Co K}\alpha_1$ ($\lambda = 1.789010 \text{ \AA}$), operado a 25 kV y 30 mA, ubicado en el laboratorio de difracción de rayos X del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales (AACTYM) de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. Adicionalmente, algunas mediciones se realizaron utilizando un difractómetro PANalytical X'Pert Pro, equipado con radiación $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.5404 \text{ \AA}$), operado a 45 kV y 40 mA, ubicado en el Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla (ICMS), España.

La identificación de las fases cristalinas se realizó mediante comparación con patrones de referencia empleando las bases de datos ICDD PDF-2 (versión 2003) y COD (Crystallography Open Database), utilizando los programas Match! (versión 4.1, Build 311) y X'Pert HighScore Plus (PANalytical). Las condiciones experimentales específicas empleadas para cada conjunto de muestras se describen en los capítulos correspondientes.

2.1.3 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Esta técnica se basa en la interacción de un haz de electrones de alta energía con la superficie del material, lo que genera diferentes señales electrónicas, principalmente electrones secundarios y electrones retrodispersados, que permiten obtener imágenes con alta resolución espacial. Los electrones secundarios proporcionan información detallada sobre la topografía superficial, mientras que los electrones retrodispersados generan contraste asociado a diferencias en el número atómico medio de los elementos presentes, permitiendo distinguir regiones con distinta composición química. La técnica EDS permite determinar la composición química local mediante la detección de rayos X característicos emitidos por los átomos del material cuando son excitados por el haz de electrones incidente. La energía de estos rayos X es característica de cada elemento químico, lo que permite identificar los elementos presentes y analizar su distribución espacial [124–126].

- Instrumentación

Las observaciones se realizaron utilizando un microscopio electrónico de barrido Hitachi S-4800 SEM-FEG, equipado con un detector de espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (EDS) Bruker XFlash 4010. Los análisis se llevaron a cabo en el ICMS.

2.1.4 Microscopía óptica digital

La microscopía digital permite obtener imágenes ampliadas de la superficie de los materiales mediante sistemas ópticos integrados y captura electrónica de imagen. Estos sistemas combinan óptica convencional, iluminación controlada y cámaras digitales, lo que permite adquirir micrografías con

diferentes aumentos y realizar observaciones detalladas de la morfología superficial [127].

El tamaño de poro se determinó en proyección bidimensional mediante el cálculo del diámetro equivalente a partir del área proyectada (A). El diámetro equivalente (d_{eq}) se calculó de acuerdo con la siguiente expresión:

$$d_{eq} = 2\sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (\text{Ec.1})$$

El factor de circularidad (F_{circ}), permite describir la forma de los poros. Este parámetro toma valores en el intervalo de 0 a 1, siendo igual a 1 para poros perfectamente circulares. El cálculo se realizó mediante la siguiente relación [25]:

$$F_{circ} = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (\text{Ec.2})$$

donde P es el perímetro del poro.

- Instrumentación

Las observaciones se realizaron utilizando un microscopio digital de alta resolución KEYENCE modelo VHX-7000/7000N, el cual integra sistema óptico, iluminación y captura digital de imagen, permitiendo la adquisición de micrografías con alta profundidad de campo y diferentes niveles de aumento para el análisis morfológico de las muestras. Los análisis se llevaron a cabo en la Unidad Central de Laboratorios de la UAEH.

2.1.5 Microscopía confocal

La microscopía confocal es una técnica óptica que permite obtener imágenes de alta resolución mediante la eliminación de la luz procedente de planos fuera de foco. A diferencia de la microscopía convencional de campo amplio, en la cual la radiación proveniente de diferentes profundidades contribuye a la imagen final, en la microscopía confocal la iluminación y la detección se enfocan en un mismo punto del material, limitado por difracción. Este punto se desplaza sobre la muestra para construir la imagen de manera secuencial.

El principio fundamental de esta técnica radica en el uso de aperturas confocales (pinhole), que permiten rechazar la radiación fuera del plano focal, evitando que contribuya a la señal detectada. De esta forma, se reduce el desenfoque característico de la microscopía convencional y se obtiene una mejora significativa en la resolución axial, lo que permite realizar seccionamiento óptico del material.

La formación de la imagen se realiza mediante el escaneo punto a punto de la superficie de la muestra, registrando la intensidad de la señal en cada posición. Este procedimiento permite reconstruir imágenes bidimensionales y, mediante la adquisición de múltiples planos a distintas profundidades, obtener reconstrucciones tridimensionales del material [128].

- Instrumentación

La topografía superficial de las muestras se analizó mediante un microscopio confocal de barrido láser Sensofar S neox 5 (SN 900122020), ubicado en el servicio de Caracterización Tribológica y Mecánica de Superficies del Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla (ICMS). El equipo permite la obtención de mapas tridimensionales de la superficie con alta resolución en altura (eje z).

2.1.6 Microtomografía computarizada de rayos X

La microtomografía computarizada de rayos X (micro-CT) es una técnica de imagen tridimensional basada en rayos X que permite analizar la estructura interna de los materiales con resolución micrométrica o submicrométrica. En los sistemas de micro-CT de laboratorio, la radiación es generada generalmente por un tubo de rayos X con geometría de haz cónico y la muestra se coloca sobre un portamuestras rotatorio. Esta técnica forma parte de los métodos de imagen tridimensional empleados para estudiar la microestructura de los materiales, ya que permite obtener información sobre la forma, el volumen, la distribución espacial y la conectividad de heterogeneidades internas como poros, grietas o distintas fases presentes en el material.

El principio de funcionamiento se basa en la atenuación diferencial de los rayos X al atravesar la muestra. Durante la medición, el haz de rayos X atraviesa el material y la radiación transmitida es registrada por un detector situado en el lado opuesto, generando una proyección bidimensional de atenuación. Al rotar la muestra y adquirir proyecciones desde múltiples ángulos, es posible reconstruir el volumen tridimensional mediante algoritmos de reconstrucción tomográfica. La intensidad transmitida depende del coeficiente de atenuación lineal del material, el cual está relacionado con su densidad, su número atómico y la energía de la radiación incidente. A partir del volumen reconstruido se pueden obtener parámetros estructurales como porosidad, distribución de tamaño de poro, conectividad de poros y variaciones locales de densidad en el interior del material [129].

- Instrumentación

Los análisis se realizaron utilizando un microtomógrafo Xradia Versa 510 en el Laboratorio Universitario de Microtomografía de Rayos X de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), adquiriéndose 1601 proyecciones

para cada escaneo. A partir de estas proyecciones se reconstruyeron volúmenes tridimensionales con un tamaño de píxel de 41.6466 μm . La reconstrucción volumétrica y el análisis de imagen se realizaron mediante el software Dragonfly 3D World (versión 2025.1, Build 2053).

2.1.7 Tamaño de partícula por difracción láser

La distribución de tamaño de partícula se determinó mediante la técnica de difracción láser, la cual se basa en la interacción entre un haz de luz y las partículas presentes en la muestra. Cuando el haz láser incide sobre las partículas, la luz se difracta y dispersa en diferentes direcciones como consecuencia de variaciones en la trayectoria óptica generadas en la superficie de las partículas, produciendo patrones característicos de interferencia.

El ángulo y la intensidad de la luz dispersada están directamente relacionados con el tamaño de partícula: las partículas de mayor tamaño dispersan la luz principalmente en ángulos pequeños (dirección frontal), mientras que las partículas más finas generan patrones de dispersión en un rango angular más amplio. A partir de la distribución angular de la intensidad de la luz detectada, es posible reconstruir matemáticamente la distribución de tamaños de partícula mediante modelos ópticos como las aproximaciones de Fraunhofer o Mie.

El principio fundamental de la técnica asume que el patrón de dispersión medido corresponde a la superposición de la contribución individual de cada partícula, lo que permite, mediante procedimientos de inversión matemática, estimar la distribución de tamaños presente en la muestra [130].

- Instrumentación

La distribución de tamaño de partícula se determinó mediante un analizador de difracción láser (Malvern Panalytical), ubicado en el Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla (ICMS). Las mediciones se realizaron en vía húmeda, utilizando agua destilada como medio de dispersión. Antes del análisis, las suspensiones se sometieron a un baño ultrasónico para favorecer la desaglomeración de las partículas y asegurar una dispersión adecuada.

2.2 Análisis térmico

2.2.1 Análisis TGA-DSC

El análisis térmico simultáneo TGA-DSC consiste en la combinación de un calorímetro diferencial de barrido de flujo de calor con una microbalanza, lo que permite registrar de manera simultánea los efectos térmicos y las variaciones de masa que ocurren durante el calentamiento de una muestra. Para mantener las características de medición, la unidad de detección del DSC y la microbalanza se encuentran mecánicamente separadas dentro del sistema. Además, el montaje simétrico de la muestra y la referencia en tubos independientes permite reducir perturbaciones asociadas al calentamiento, como los efectos de flotación, y facilita la medición de variaciones de masa muy pequeñas. Esta combinación permite obtener simultáneamente datos confiables de TGA y DSC utilizando una única muestra, lo que mejora la correlación entre los cambios de masa y los efectos térmicos que tienen lugar durante diferentes transformaciones térmicas [131].

- Instrumentación

Los análisis TGA-DSC se realizaron utilizando un equipo SDT Q600 V20.9 Build 20 en el Laboratorio de Cristalofísica y Materiales Naturales de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM). Para cada ensayo se emplearon al menos 10 mg de muestra. Las mediciones se llevaron a cabo bajo atmósfera inerte de nitrógeno, aplicando una rampa de calentamiento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ desde temperatura ambiente hasta $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2.2.2 Análisis TGA-MS

El análisis termogravimétrico acoplado a espectrometría de masas (TGA-MS) es una técnica que permite estudiar los procesos de degradación térmica y la evolución de compuestos volátiles durante el calentamiento de un material. El analizador termogravimétrico se conecta a un espectrómetro de masas mediante una interfase que permite transportar los gases liberados durante el experimento hacia el sistema de detección, de modo que los cambios de masa registrados en el análisis termogravimétrico pueden relacionarse directamente con las especies volátiles liberadas.

El sistema emplea un gas de purga que controla la atmósfera en el horno del TGA y transporta los productos liberados hacia el espectrómetro de masas, permitiendo realizar los experimentos en condiciones atmosféricas controladas y registrar los espectros de las especies gaseosas generadas durante el calentamiento. De esta forma, la técnica permite identificar los productos de degradación y determinar la secuencia en la que se liberan durante el proceso térmico del material [132].

- Instrumentación

El análisis TGA-MS se realizó utilizando un analizador térmico METTLER TOLEDO TGA/DSC 1 acoplado a un espectrómetro de masas PFEIFFER VACUUM ThermoStar GSD 320, en la Unidad de Análisis Elemental y Térmico de la Universidad de Málaga. Para cada ensayo se emplearon aproximadamente 5 mg de muestra en un crisol de alúmina. El calentamiento se llevó a cabo desde 30 hasta 900 °C a una velocidad de 10 °C·min⁻¹ bajo atmósfera de nitrógeno. El espectrómetro operó en el rango de 1–200 uma y se conectó a la salida de la termobalanza mediante un capilar de cuarzo mantenido a 200 °C. La adquisición y el tratamiento de los datos se realizaron mediante los programas STARe (versión 15.01) y Quadera (versión 4.5).

2.3 Propiedades físicas

2.3.1 Densidad real, densidad aparente y porosidad

La densidad real corresponde a la masa del material sólido excluyendo el volumen de poros, mientras que la densidad aparente considera el volumen total del material, incluyendo los poros abiertos y cerrados. La porosidad representa la fracción volumétrica de vacíos presentes en el material. Para materiales pétreos, la determinación de estas propiedades se encuentra normalizada en la norma EN 1936:2007 [133].

El procedimiento se fundamenta en el método de Arquímedes, basado en la pesada hidrostática de las probetas. Las muestras se secan previamente hasta alcanzar masa constante y posteriormente se someten a saturación con agua hasta masa constante, con el fin de asegurar la infiltración del líquido en los poros abiertos. La densidad aparente (ρ_b) se calcula utilizando la masa seca (m_d), la masa saturada (m_s), la masa sumergida (m_h) y la densidad del agua (ρ_{rh}), de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\rho_b = \frac{m_d}{m_s - m_h} \times \rho_{rh} \quad (\text{Ec.3})$$

El porcentaje de absorción de agua en masa (p_w) se calcula como:

$$p_w = \frac{m_s - m_d}{m_s} \times 100 \quad (\text{Ec.4})$$

La porosidad abierta, expresada como porcentaje, se determina utilizando la siguiente ecuación:

$$p_o = \frac{m_s - m_d}{m_s - m_h} \times 100 \quad (\text{Ec.5})$$

Para calcular el porcentaje de porosidad total (p_t), se utiliza la densidad real previamente obtenida (ρ_p), de acuerdo con:

$$p_t = \frac{\rho_p - \rho_b}{\rho_p} \times 100 \quad (\text{Ec.6})$$

La porosidad cerrada (p_c) se calcula con:

$$p_c = p_t - p_o \quad (\text{Ec.7})$$

La densidad real de rocas puede estimarse a partir de la densidad de sus partículas siguiendo el mismo principio de Arquímedes. Para ello, el material se reduce a partículas lo suficientemente pequeñas con el fin de eliminar la influencia de la porosidad interna, de modo que la medición corresponde únicamente al volumen sólido del material [134].

La densidad real (ρ_p) se calcula a partir de la masa de la muestra seca y molida (m_e), la masa del picnómetro con agua y muestra (m_1), la masa del picnómetro solo con agua (m_2) y la densidad del agua (ρ_{rh}), utilizando la siguiente ecuación:

$$\rho_p = \frac{m_e}{m_2 + m_e - m_1} \times \rho_{rh} \quad (\text{Ec.8})$$

- Instrumentación

Las mediciones se realizaron empleando balanzas analíticas con resoluciones en el rango de 10^{-4} a 10^{-2} g, en función del tipo de ensayo. Para la determinación de la densidad aparente y la porosidad se utilizaron sistemas de pesada hidrostática, mientras que la densidad real se determinó mediante material pulverizado y el uso de matraces aforados calibrados.

El control de la temperatura durante los ensayos se realizó mediante un termómetro digital. El acondicionamiento de las muestras comprendió el

secado en horno de convección y la eliminación de burbujas en suspensión mediante agitación térmica. Las mediciones se llevaron a cabo en laboratorios de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH) y del Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla (ICMS, CSIC–Universidad de Sevilla), siguiendo la norma EN 1936:2007.

2.3.2 Conductividad térmica

La conductividad térmica es una propiedad física que describe la capacidad para transportar energía en forma de calor cuando existe un gradiente de temperatura. Este parámetro cuantifica la facilidad con la que el calor se transfiere a través de un material y constituye una propiedad intrínseca que depende de su estructura, composición química y microestructura. En términos macroscópicos, el flujo de calor se describe mediante la ley de Fourier, la cual establece que la densidad de flujo térmico es proporcional al gradiente de temperatura presente en el material [135].

Desde el punto de vista microscópico, el transporte de calor en sólidos puede ocurrir a través de diferentes portadores de energía. En los metales, la conducción térmica está dominada principalmente por los electrones libres, mientras que en materiales dieléctricos y semiconductores —como vidrios, cerámicos y muchos materiales amorfos— el transporte de calor se produce principalmente mediante vibraciones de la red atómica. En materiales cristalinos estas vibraciones colectivas se describen como fonones, cuya propagación y dispersión controlan la eficiencia con la que el calor se transmite a través del sólido [136].

- Instrumentación

La conductividad térmica se determinó mediante un analizador TCi (C-Therm Technologies), basado en el método Modified Transient Plane Source (MTPS), mediante la aplicación de pulsos de calor transitorios a través de un

sensor plano en contacto con la superficie de la muestra, registrando la respuesta térmica del material y permitiendo calcular el coeficiente de conductividad térmica. Las mediciones se realizaron en la Sección de Análisis Térmico de la Universidad de Zaragoza.

2.3.3 Conductividad térmica por análisis de destello láser (LFA)

La conductividad térmica (λ) puede determinarse indirectamente a partir de la difusividad térmica (α), la capacidad calorífica específica (C_p) y la densidad aparente (ρ). En este procedimiento, la difusividad térmica se obtiene mediante análisis de destello láser, técnica en la que se aplica un pulso de energía sobre una cara de la muestra y se registra la respuesta térmica en la cara opuesta. A partir de la evolución temporal de la señal se calcula la difusividad térmica del material [137]. La capacidad calorífica específica se determina por calorimetría diferencial de barrido, mientras que la densidad aparente se obtiene a partir de la masa y del volumen geométrico de la muestra. De esta forma, la conductividad térmica se calcula mediante la siguiente relación:

$$\lambda = \rho C_p \alpha \quad (\text{Ec.9})$$

- Instrumentación

La difusividad térmica se determinó en un equipo Linseis Flash. Para cada muestra se efectuaron tres mediciones, indicándose el valor promedio. La capacidad calorífica específica se obtuvo en un equipo DSC Q20 de TA Instruments. Estos ensayos se realizaron en el Servicio General de Investigación de Caracterización Funcional del Centro de Investigación, Tecnología e Innovación de la Universidad de Sevilla, España. Las condiciones experimentales particulares empleadas para cada conjunto de muestras se describen en el capítulo correspondiente.

2.4 Propiedades mecánicas

2.4.1 Resistencia a la compresión uniaxial

La resistencia a la compresión uniaxial es una propiedad mecánica que permite evaluar la capacidad de un material para soportar esfuerzos compresivos sin fallar estructuralmente. En este ensayo, una probeta se somete a una carga de compresión aplicada perpendicularmente a una de sus caras hasta alcanzar la carga máxima soportada por el material. La resistencia a compresión se determina a partir de la relación entre la carga máxima aplicada (W) y el área de la sección transversal de la probeta (A), de acuerdo con la expresión:

$$C = \frac{W}{A} \quad (\text{Ec.10})$$

donde C es la resistencia a compresión, W corresponde a la carga máxima registrada durante el ensayo y A es el área de la sección transversal de la probeta.

- Instrumentación

Los ensayos de compresión uniaxial se realizaron siguiendo los lineamientos establecidos en la norma ASTM C170/C170M-17. Para la realización de los ensayos se emplearon máquinas universales de ensayo Instron, utilizándose los equipos Instron modelo 8802, ubicado en el Laboratorio de Materiales Cerámicos del AACTYM de la UAEH, y Instron MicroTester 5548, ubicado en el Laboratorio de Caracterización Tisular de la Universidad de Zaragoza. El Instron 8802, equipado con celdas de carga de mayor capacidad, se empleó en los ensayos que requirieron la aplicación de cargas elevadas, mientras que el Instron MicroTester 5548, equipado con una célula de carga de 1 kN, se utilizó para ensayos que demandaron mayor sensibilidad en mediciones a bajas cargas, realizándose las pruebas a temperatura ambiente.



Capítulo 3

Caracterización fisicoquímica y comportamiento térmico de la obsidiana

Este capítulo aborda la caracterización fisicoquímica de la obsidiana del Cerro de las Navajas y los cambios que experimenta durante el calentamiento controlado, con atención particular a la formación de porosidad y a la expansión volumétrica del material.



Introducción

La obsidiana es un vidrio volcánico natural que se origina por el enfriamiento rápido de magmas ricos en sílice, lo que inhibe la cristalización y da lugar a una estructura amorfa [2,84]. Su composición se caracteriza por un alto contenido de SiO_2 , acompañado principalmente por óxidos alcalinos y alúmina, además de otros óxidos minoritarios, como los de hierro [1,6,84,138,139]. Sus propiedades macroscópicas, como la apariencia vítrea, la coloración y la fractura concoidea, han favorecido su uso histórico en la fabricación de objetos ornamentales, herramientas de corte y armas [140–142].

El Cerro de las Navajas, en Hidalgo, constituye uno de los yacimientos de obsidiana más importantes en el mundo, tanto por la magnitud de sus depósitos como por su prolongada historia de explotación desde época prehispánica [7,143,144]. Aunque esta obsidiana ha sido estudiada en relación con su composición, cristalinidad y rasgos asociados a su coloración y vesiculación [2,6,144–147], aún falta estudiar su comportamiento bajo condiciones distintas a su estado natural, entre ellas el calentamiento controlado.

En algunas investigaciones realizadas en otras obsidianas se ha observado que el calentamiento por encima de su temperatura de transición vítrea puede producir expansión volumétrica asociada con la liberación de especies volátiles retenidas en la matriz [26–30]. No obstante, la liberación de volátiles no basta por sí sola para explicar este proceso. La expansión también depende de la viscosidad de la matriz, de la presencia de poros o defectos previos y de la distribución de heterogeneidades internas, ya que estos factores condicionan la nucleación, el crecimiento de poros y la estabilidad de la estructura formada durante el calentamiento [27,86,148–153]. Por ello, para comprender la respuesta de la obsidiana frente al calentamiento resulta necesario considerar tanto sus características fisicoquímicas iniciales como las condiciones del procesamiento térmico.

Este capítulo se centra en dos variedades de obsidiana del Cerro de las Navajas con rasgos iniciales contrastantes: una obsidiana verde, apreciada por su coloración y sin cristalizaciones superficiales visibles, y una obsidiana de tonalidad más oscura, con dominios blanquecinos dispersos en la matriz vítrea, asociados a heterogeneidades cristalinas. A partir de estas diferencias, se presenta su caracterización fisicoquímica y se analiza su respuesta bajo tratamientos térmicos controlados, con el fin de evaluar cómo la condición inicial del material influye en la formación de porosidad interna, la expansión volumétrica y la estabilidad geométrica durante el calentamiento.

Para ello, se determinaron la densidad real y aparente, la porosidad total, abierta y cerrada, y la resistencia a compresión en estado inicial. También se evaluaron la composición química mediante fluorescencia de rayos X, la naturaleza estructural mediante difracción de rayos X y la respuesta térmica mediante análisis termogravimétrico y calorimétrico. Los cambios estructurales y microestructurales asociados al calentamiento se examinaron mediante microscopía óptica, análisis de gases desprendidos y microtomografía computarizada de rayos X, así como su conductividad térmica.

También se evaluó la respuesta de la obsidiana bajo distintas condiciones de procesamiento, considerando cambios en la temperatura, el tiempo de mantenimiento y el tamaño de la muestra, incluida su reducción hasta polvo. Con ello se analizó el papel de la continuidad de la matriz vítrea y de la modificación física previa al calentamiento.

La finalidad del capítulo es identificar los factores que controlan el comportamiento fisicoquímico y microestructural de la obsidiana del Cerro de las Navajas durante el calentamiento, y precisar cómo la composición, la porosidad inicial, la continuidad de la matriz vítrea, el tamaño de muestra y la presencia de heterogeneidades internas condicionan los cambios observados. Con ello se busca aportar una base experimental para comprender la evolución de estas obsidianas y establecer fundamentos para su aprovechamiento en rutas de transformación orientadas a aplicaciones funcionales, estéticas y tecnológicas.

3.1 Materiales y métodos

3.1.1 Material de estudio y preparación de muestras

- Obtención de materiales

La obsidiana utilizada en este estudio se obtuvo del Cerro de las Navajas (20°5'8.00" N, 98°33'7.00" O), en la mina Nopalillo, ubicada en la comunidad de Nopalillo, municipio de Epazoyucan, Hidalgo, México (Figura 3.1).

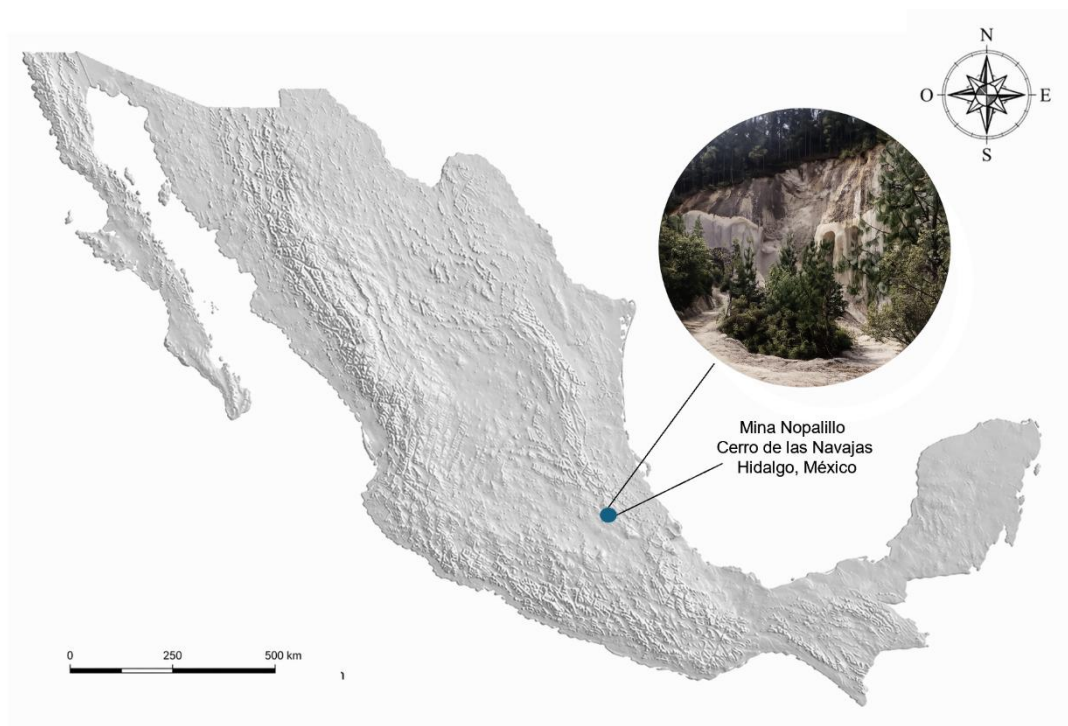


Figura 3.1. Ubicación del sitio de extracción de la obsidiana empleada en este estudio, en el Cerro de las Navajas, mina Nopalillo, Hidalgo, México

Dado que este yacimiento presenta obsidianas con marcada variación macroscópica, para este trabajo se seleccionaron y clasificaron dos tipos de roca con base en sus características visibles, por representar dos condiciones contrastantes dentro de la variabilidad del depósito. La elección de estas dos variedades permitió abordar el estudio a partir de materiales con rasgos iniciales claramente diferenciados y servir como base para interpretar,

posibles comportamientos intermedios dentro del yacimiento. El primer tipo corresponde a una obsidiana con franjas de color verde brillante, fácilmente observables al exponer la roca a la luz, y sin cristalizaciones visibles en su superficie. Esta variedad se identificó con la nomenclatura V. La Figura 3.2a muestra una imagen representativa de este material.

El segundo tipo corresponde a una obsidiana de tonalidad más oscura, sin franjas verdes brillantes claramente observables bajo la luz, y con dominios de cristalización visibles en la matriz. Esta variedad se identificó con la nomenclatura VP. La Figura 3.2b muestra una imagen representativa de este material.

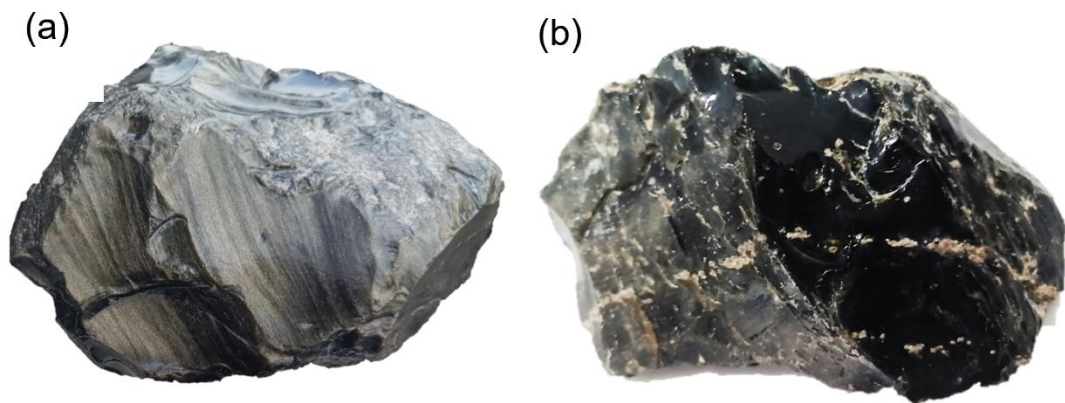


Figura 3.2. Aspecto macroscópico de las variedades de obsidiana estudiadas: (a) obsidiana tipo V y (b) obsidiana tipo VP.

- Preparación de las muestras

Las rocas de obsidiana se cortaron con disco de diamante para obtener muestras cúbicas de tres tamaños: 20 ± 1 mm, 11 ± 1 mm y 6 ± 1 mm de arista. Las muestras obtenidas a partir de la roca tipo V se identificaron mediante la nomenclatura $V_{\alpha,n,T,t}$ donde α corresponde al tamaño de la muestra, siendo G para 20 ± 1 mm, M para 11 ± 1 mm y C para 6 ± 1 mm; n indica el número de muestra; T, la temperatura máxima de tratamiento; y t, el

tiempo de mantenimiento a dicha temperatura. De manera análoga, las muestras obtenidas a partir de la roca tipo VP se identificaron como $VP_{\alpha,n,T,t}$ donde α , n , T y t tienen el mismo significado que para las rocas tipo V.

A manera de ejemplo de la nomenclatura utilizada, la clave $VP_{G,2,1000,60}$ corresponde a una muestra elaborada con obsidiana tipo VP, de tamaño G (20 ± 1 mm), identificada con el número 2 y sometida a un tratamiento térmico de $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 60 min.

Además, se prepararon muestras cilíndricas a partir de polvo de obsidiana, con un diámetro de 10 mm y una altura de 14 ± 2 mm. En este caso se mantuvo la misma nomenclatura, tomando $\alpha = D$. Así, las muestras obtenidas a partir de polvo de la roca tipo V se identificaron como $V_{D,n,T,t}$ mientras que las obtenidas a partir de polvo de la roca tipo VP se identificaron como $VP_{D,n,T,t}$.

Para la preparación de estas muestras, la roca se fragmentó previamente con un mazo metálico y posteriormente se molió en un mortero de ágata eléctrico (FRITSCH PULVERISETTE 2) durante 20 min a 80 rpm. El polvo resultante se tamizó mediante una malla de $106\text{ }\mu\text{m}$ (Figura 3.3).



Figura 3.3. Equipo utilizado para la molienda. A la izquierda, molino de mortero de ágata eléctrico FRITSCH PULVERISETTE 2. A la derecha, polvo obtenido después del proceso de molienda.

Para el conformado en verde, se añadió agua destilada al polvo de obsidiana en una proporción de 20 % en masa. Posteriormente, se compactaron 1.5 g de la mezcla en un dado metálico mediante prensado hidráulico a 1000 kg durante 30 s (Figura 3.4).



Figura 3.4. Prensa hidráulica (izquierda) y dado metálico (derecha) usados para el conformado de muestras cilíndricas a partir de polvo de obsidiana.

En la Figura 3.5 se observan las muestras preparadas para los tratamientos térmicos, organizadas según el tipo de roca y el tamaño.



Figura 3.5. Muestras preparadas para los tratamientos térmicos de las variedades V y VP: (a) obsidiana tipo V y (b) obsidiana tipo VP. En ambos casos, las muestras se ordenan de izquierda a derecha como D, C, M y G.

3.1.2 Tratamientos térmicos

La evaluación de las muestras de tamaño M se planteó como una etapa inicial destinada a estudiar con mayor detalle la influencia del tiempo de mantenimiento sobre la respuesta térmica del material. Con base en esos resultados se establecieron las condiciones de tratamiento para los demás tamaños, de manera que el efecto del tamaño de muestra pudiera analizarse posteriormente bajo una condición térmica única y comparable. Para cada ciclo térmico de la variedad V se utilizaron cuatro muestras de los tipos V_C , V_M y V_G , y tres muestras del tipo V_D . En la variedad VP se utilizaron cinco muestras de los tipos VP_C , VP_M y VP_G , y tres muestras del tipo VP_D . En todos los casos, las muestras no se reutilizaron entre tratamientos. Esta diferencia en la replicación respondió al interés de representar con mayor robustez la variabilidad de la variedad VP, que presenta una heterogeneidad macroscópica mayor asociada a la presencia de dominios cristalinos visibles en la matriz.

Las muestras se sometieron a tratamientos térmicos a 850, 900, 950, 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 °C en un horno eléctrico Thermolyne Thermo Scientific F6010, en atmósfera de aire, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min (Figura 3.6). Una vez concluido el ciclo de calentamiento, el enfriamiento se controló desde 1200 hasta 1000 °C a 7 °C/min y desde 1000 hasta 850 °C a 5 °C/min; por debajo de 850 °C, las muestras se dejaron enfriar dentro del horno hasta alcanzar la temperatura ambiente.

En ambas variedades, las muestras de tamaño M se utilizaron como serie principal para evaluar el efecto del tiempo de mantenimiento. En la obsidiana V se aplicaron tiempos de 10, 30 y 60 min, mientras que en la obsidiana VP se emplearon 10 y 60 min. En la variedad VP no se incluyó el tiempo intermedio de 30 min, debido a que esta obsidiana presenta una variable adicional asociado a los dominios blanquecinos dispersos en la matriz vítrea. Esta característica puede aumentar la dispersión en la respuesta del material durante el tratamiento térmico. Por ello, se trabajó con dos tiempos

suficientemente separados, 10 y 60 min, con el propósito de reducir la posibilidad de atribuir al tiempo de mantenimiento variaciones originadas principalmente por la heterogeneidad microestructural de la obsidiana VP. Por ello, se trabajó con dos tiempos suficientemente separados, 10 y 60 min, para observar con mayor claridad el efecto del tiempo de mantenimiento sobre una respuesta térmica más compleja. La Tabla 3.1 resume las condiciones de tratamiento térmico aplicadas. Durante los tratamientos térmicos, las muestras se colocaron sobre un sustrato de polvo de alúmina dentro de un recipiente del mismo material, con el fin de evitar su adhesión a la base durante el tratamiento térmico.



Figura 3.6. Horno eléctrico Thermolyne Thermo Scientific F6010 utilizado para los tratamientos térmicos de las muestras.

Tabla 3.1

Condiciones de tratamiento térmico empleadas para las variedades de obsidiana V y VP

Variedad	Muestra	Tamaño	Tiempo de mantenimiento	Número de muestras
V	V _M	Cubo, 11 ± 1 mm	10, 30 y 60 min	4
V	V _C	Cubo, 6 ± 1 mm	60 min	4
V	V _G	Cubo, 20 ± 1 mm	60 min	4
V	V _D	Cilindro de polvo compactado	60 min	3
VP	VP _M	Cubo, 11 ± 1 mm	10 y 60 min	5
VP	VP _C	Cubo, 6 ± 1 mm	60 min	5
VP	VP _G	Cubo, 20 ± 1 mm	60 min	5
VP	VP _D	Cilindro de polvo compactado	60 min	3

Nota. Para todas las muestras se evaluaron temperaturas de 850 a 1200 °C, en intervalos de 50 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en atmósfera de aire. El enfriamiento se controló de 1200 a 1000 °C a 7 °C/min y de 1000 a 850 °C a 5 °C/min.

3.1.3 Caracterización física

3.1.3.1 Densidad real

La densidad real de la roca de obsidiana se determinó mediante la norma europea EN 1936:2007 (métodos de ensayo para piedra natural determinación de la densidad real y aparente y de la porosidad abierta y total) [133], esta norma parte del principio de que la densidad real de una roca puede determinarse midiendo la densidad de sus partículas en tamaños lo suficientemente pequeños como para no contener porosidad [134].

Para realizar la medición de la densidad real se seleccionaron diez rocas de la obsidiana tipo V y tipo VP. Las rocas fueron lavadas superficialmente con agua utilizando un cepillo de cerdas plásticas para remover partículas adheridas, posteriormente fueron fracturadas usando un martillo metálico hasta obtener fragmentos de roca de aproximadamente 1 cm en su longitud mayor. En el caso de la obsidiana VP, se seleccionaron solo fragmentos procedentes de la zona oscura, excluyendo las regiones blanquecinas presentes en la matriz. Esta selección permitió determinar la

densidad real de la matriz vítrea oscura, evitando la contribución de dominios cristalinos minoritarios que no corresponden a la fase vítrea principal.

Los fragmentos de rocas se pulverizaron mediante un mortero de ágata eléctrico de la marca FRITSCH modelo PULVERISETTE 2 con un tiempo de molienda de 20 minutos. El polvo obtenido se pasó por un tamiz de abertura 0.053 mm. La Figura 3.7 muestra el proceso de preparación del polvo.

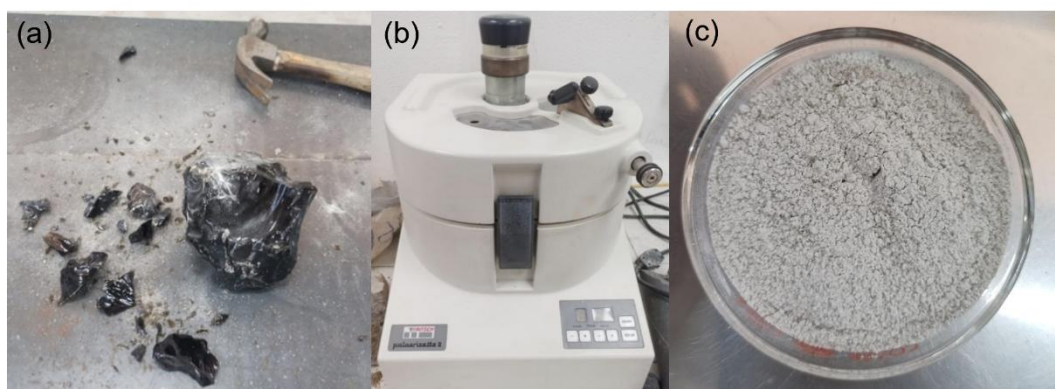


Figura 3.7. Etapas de preparación del polvo de obsidiana: (a) fragmentación inicial de la roca, (b) molienda en mortero de ágata eléctrico FRITSCH PULVERISETTE 2 y (c) polvo de obsidiana obtenido después del tamizado.

El polvo se utilizó para determinar la densidad real de la obsidiana mediante el principio de Arquímedes. El instrumental y equipo utilizado fue: pipeta de vidrio, matraz aforado de 50 mL previa calibración de su volumen mediante agua destilada a la temperatura de ensayo (V_{pt}), una balanza analítica con precisión de 0.001 g, un termómetro digital con precisión de 0.1 °C, un termoagitador y un horno de convección.

El polvo se calentó a una temperatura de 110 ± 5 °C en el horno de convección hasta alcanzar la masa constante, es decir cuando la diferencia entre dos pesadas consecutivas cada 24 horas no fue superior al 0.1%. Se registró la masa del matraz seco (M_p) y se introdujo 10.400 ± 0.050 g de polvo de obsidiana en el matraz registrando la masa total del matraz con el polvo de

obsidiana (M_{ps}). Se agregó agua destilada hasta llegar a un tercio de la capacidad volumétrica del matraz, se agitó de manera manual hasta que se formó una suspensión. Para eliminar las burbujas de aire atrapadas se procedió a calentar la suspensión a 80 °C y a mantener la agitación (400rpm) durante 2 horas. La Figura 3.8 muestra el procedimiento de calentamiento y agitación de la suspensión.

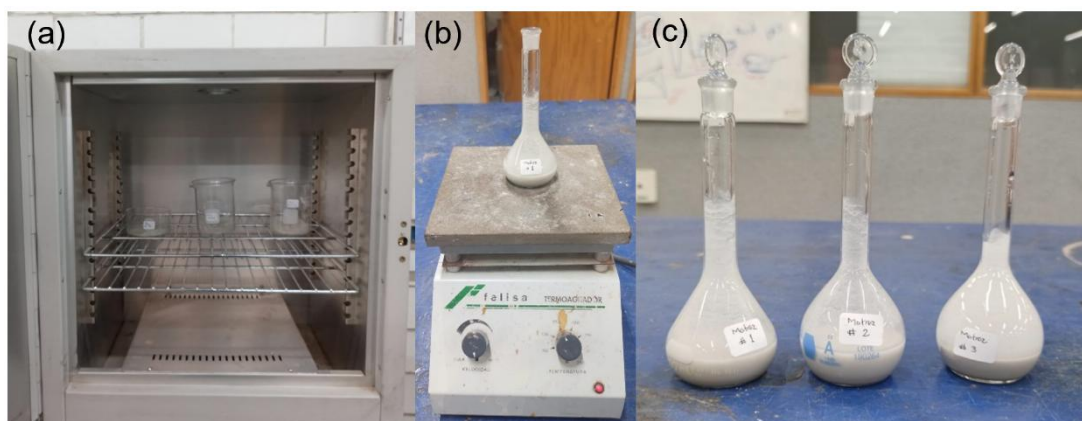


Figura 3.8. Etapas del procedimiento para la determinación de la densidad real de la obsidiana: (a) horno de convección utilizado para el secado del polvo, (b) suspensión calentada y agitada con el termoagitador y (c) matraces aforados con la suspensión de polvo de obsidiana.

Pasadas las dos horas, se retiró del termoagitador y se dejó enfriar hasta alcanzar el equilibrio térmico con la temperatura ambiente. Se agregó agua destilada hasta la línea de enrase del matraz y se dejó reposar la suspensión por 48 horas a temperatura ambiente. Posteriormente se enrasó el matraz con agua destilada y se registró la masa total del matraz con la suspensión (M_{pws}) a dos temperaturas 20 °C y 25 °C, para ajustar a la temperatura objetivo se introdujo el matraz en agua fría. El análisis se realizó por triplicado para ambos tipos de polvo V y VP. La Figura 3.9 muestra el proceso de pesado y ajuste a la temperatura objetivo.



Figura 3.9. Procedimiento de control de temperatura y registro de masa durante la medición de densidad real: A la izquierda, los matraces aforados sumergidos en agua para ajustar la temperatura de la suspensión a 20 y 25 °C. A la derecha, el registro de la masa del matraz con la suspensión a la temperatura de ensayo.

La densidad real se calculó mediante la siguiente expresión, basada en el principio de Arquímedes y conforme a la norma EN 1936:2007 [133]:

$$\rho_{p,t} = \frac{(M_{ps} - M_p)\rho_{w,t}}{M_w - M_{pws,t} + M_{ps}} \quad (\text{Ec. 10})$$

Donde:

$\rho_{p,t}$ = la densidad real del polvo de obsidiana a la temperatura de ensayo

M_{ps} = la masa del matraz aforado con los polvos

M_p = la masa del matraz aforado

$\rho_{w,t}$ = la densidad del agua destilada a la temperatura de ensayo

M_w = la masa del agua destilada

$M_{pws,t}$ = la masa del matraz aforado con agua destilada y polvos de obsidiana

M_s = la masa del polvo de obsidiana

3.1.3.2 Densidad aparente, absorción de agua y porosidad

La densidad aparente de la roca de obsidiana se determinó mediante la norma europea EN 1936:2007 (métodos de ensayo para piedra natural determinación de la densidad real y aparente y de la porosidad abierta y total) [133].

Se fabricaron 6 probetas cúbicas de 55 ± 5 mm por cada tipo de roca (V y VP). Las rocas fueron cortadas con disco de diamante. La Figura 3.10 muestra las probetas fabricadas para cada tipo de roca de obsidiana.

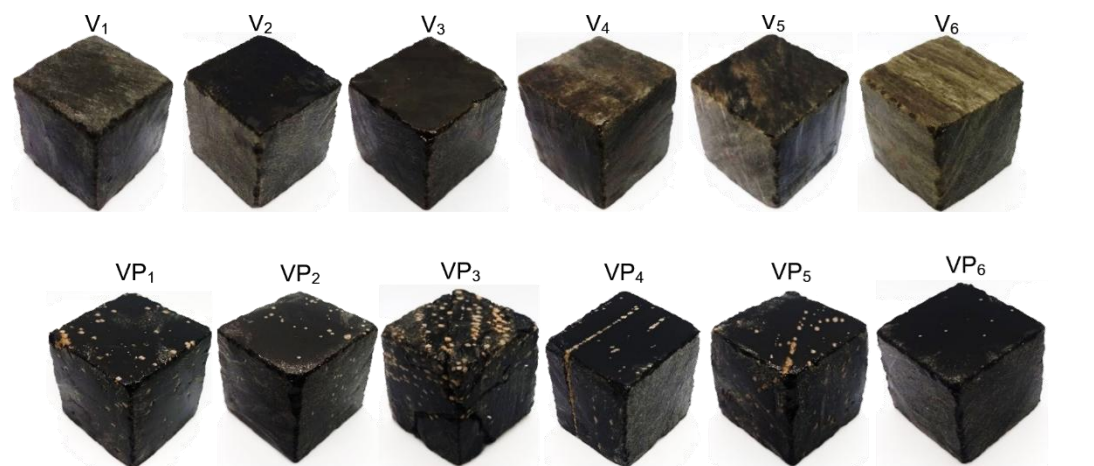


Figura 3.10. Probetas empleadas para la determinación de la densidad aparente, absorción de agua y porosidad en las variedades de obsidiana V y VP. El subíndice indica el número de probeta dentro de cada variedad.

El instrumental y equipo utilizado consistió en una balanza analítica con precisión de 0.01 g; un termómetro digital, con una precisión de 0.1 °C; un calibrador vernier digital, con una precisión de 0.1 mm; un horno de convección; y un recipiente con canastillas para la medición del peso sumergido.

Las probetas se secaron en el horno de convección a 70 ± 5 °C hasta masa constante, definida como una diferencia menor a 0.1 % entre dos pesadas consecutivas realizadas cada 24 h. Después del secado, las

probetas se colocaron en un desecador hasta alcanzar el equilibrio térmico con la temperatura ambiente; posteriormente, se registró la masa seca de cada probeta (m_d). A continuación, las probetas se sumergieron en un recipiente con agua destilada durante cinco días, tras lo cual se realizaron pesadas consecutivas cada 24 h hasta alcanzar masa constante en condición saturada. Una vez alcanzada esta condición, se registraron dos masas: la masa bajo el agua (m_h) y la masa saturada (m_s). Para la determinación de m_s , la probeta se secó superficialmente con un paño húmedo y se registró su masa con ayuda de la balanza. En la Figura 3.11 se muestran las probetas sumergidas en agua destilada y su pesado posterior para la determinación de la masa saturada (m_s).

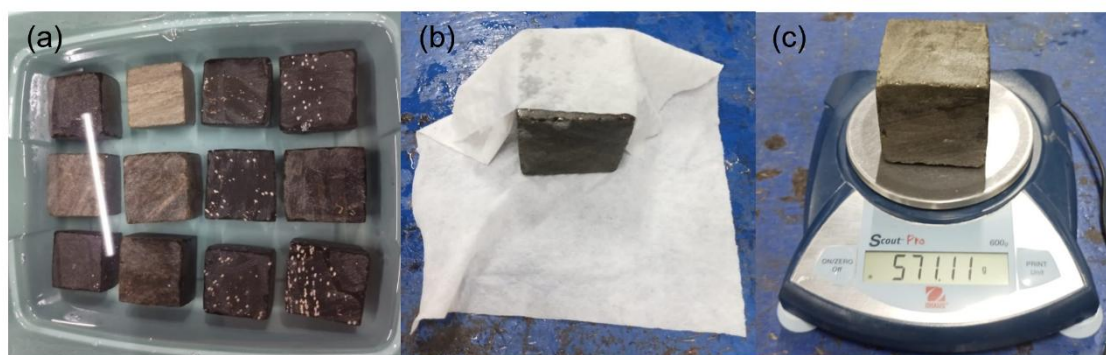


Figura 3.11. Procedimiento de saturación y pesada de las probetas: (a) inmersión en agua destilada, (b) secado superficial con paño húmedo y (c) pesada en condición saturada.

Para la medición de m_h se empleó la canastilla sujeta a la balanza y sumergida en el agua. La temperatura de medición fue de 22.5 ± 0.2 °C. En la figura 3.12 se muestra la probeta durante el proceso medición de la masa bajo el agua.



Figura 3.12. Determinación de la masa sumergida (m_h) de las probetas durante el ensayo de densidad aparente y porosidad.

La densidad aparente se calculó de acuerdo con la Ecuación 3 de la Sección 2.3.1 del Capítulo 2, conforme a la norma EN 1936:2007 [133]. Asimismo, el porcentaje de absorción de agua, la porosidad abierta, la porosidad total y la porosidad cerrada se determinaron mediante las Ecuaciones 4 a 7 de la misma sección.

Para determinar la densidad aparente y la porosidad de las muestras tratadas térmicamente, se registraron sus dimensiones y sus masas antes y después del tratamiento térmico. Previo a cada medición, las muestras se secaron en un horno de convección, a 130 °C durante 24 h. Después del secado, las muestras se colocaron en un desecador con gel de sílice hasta alcanzar la temperatura ambiente; posteriormente, se registraron sus dimensiones y su masa seca (m_d).

Para la determinación por inmersión, las muestras de tamaño C, M y G se sumergieron en agua durante al menos 72 h. Transcurrido este periodo, se registró la temperatura del ensayo, la masa saturada (m_s) y la masa sumergida (m_h). Las masas de las muestras de tamaño G y M se determinaron con una balanza con una precisión de 0.001 g, mientras que las muestras de tamaño

C y D se midieron con una balanza analítica con una precisión de 0.0001 g. El procedimiento de medición fue análogo al utilizado para el cálculo de la densidad aparente de la roca de obsidiana descrito en la Sección 2.3.1 del Capítulo 2. En la Figura 3.13 se muestra el equipo empleado para la medición de la densidad aparente.



Figura 3.13. Balanza analítica OHAUS Pioneer PX224 y kit empleado para la determinación de la densidad de las muestras tratadas térmicamente.

3.1.3.3 Pérdida por ignición, expansión volumétrica y relación de aspecto

Después de los tratamientos térmicos se calcularon la pérdida por ignición, la expansión volumétrica y la relación de aspecto de las muestras. Estos parámetros se emplearon para cuantificar la pérdida de masa, el cambio volumétrico asociado a la expansión y la modificación geométrica de las probetas después del calentamiento.

La pérdida por ignición se determinó únicamente entre 850 y 1100 °C, utilizando las masas secas registradas durante el procedimiento descrito en la Sección 3.1.3.2. Por encima de 1100 °C, la menor viscosidad alcanzada por la obsidiana dificultó la separación completa de las muestras respecto al soporte de alúmina empleado durante el tratamiento térmico, lo que podía

introducir incertidumbre en la medición de masa. Por esta razón, el cálculo de pérdida por ignición se limitó al intervalo donde la recuperación de las muestras fue más confiable. La pérdida por ignición se calculó a partir de la masa seca inicial de la muestra, m_d , y la masa seca después del tratamiento térmico, m_{dT} , mediante la siguiente expresión:

$$m_{ig} = \frac{m_d - m_{dT}}{m_d} \times 100 \quad (\text{Ec. 11})$$

donde m_{ig} corresponde a la pérdida por ignición expresada en porcentaje.

La expansión volumétrica se determinó a partir de la densidad aparente inicial, ρ_{bi} , y la densidad aparente final después del tratamiento térmico, ρ_{bf} , de acuerdo con la expresión:

$$\text{exp} = \left(\frac{\rho_{bi}}{\rho_{bf}} - 1 \right) \times 100 \quad (\text{Ec. 12})$$

donde exp corresponde al porcentaje de expansión volumétrica de la muestra.

Asimismo, se calculó la relación de aspecto para evaluar la modificación geométrica de las probetas después del tratamiento térmico. Para ello, se midieron las dimensiones finales de cada muestra en sus tres ejes principales, x, y y z. A partir de estas mediciones, se tomó como L la dimensión mayor y como l la dimensión menor registradas después del calentamiento:

$$R_a = \frac{L}{l} \quad (\text{Ec. 13})$$

donde R_a corresponde a la relación de aspecto de la muestra.

Valores cercanos a 1 indican una geometría más regular, por lo que el incremento de R_a se interpretó como una mayor deformación anisotrópica después del tratamiento térmico.

3.1.3.4 Resistencia a la compresión uniaxial

La resistencia a compresión uniaxial de las rocas de obsidiana V y VP sin tratamiento térmico se evaluó mediante la norma ASTM C170/C170M – 17 (Compressive Strength of Dimension Stone) [154]. Se evaluaron 5 probetas cúbicas de 58 ± 5 mm para cada tipo de roca. Las rocas fueron cortadas con disco de diamante en todas sus caras. Las superficies de contacto se rectificaron primero con un lijado mecánico usando una pulidora Metkon FORCIPOL 300-1V a 600 RPM y posteriormente un lijado manual, se usó un vidrio plano de 6 mm como respaldo. La lija usada fue al agua de carburo de silicio grano 80. Las caras de contacto se rectificaron con una tolerancia de ± 0.1 mm, empleando una escuadra y vernier para el registro de las medidas. La Figura 3.14 muestra el equipo empleado para el proceso de rectificación de las caras.



Figura 3.14. Preparación de las probetas para el ensayo de compresión uniaxial: a la izquierda, rectificación mecánica de las superficies en una pulidora Metkon FORCIPOL 300-1 V; a la derecha, verificación de la geometría de la probeta después del acondicionamiento superficial.

Las probetas se secaron en un horno de convección a $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 48 h antes del ensayo. La resistencia a la compresión uniaxial se determinó

utilizando una máquina universal Instron 8802, con una velocidad de carga de 0.25 MPa/s. La resistencia se obtuvo a partir de la carga máxima registrada y del área de la sección transversal de la probeta, conforme a la Ecuación 10 de la Sección 2.4.1 del Capítulo 2.

En las muestras tratadas térmicamente, la resistencia a compresión se evaluó en probetas de 30 × 30 × 25 mm, aplicando la carga sobre la cara de 30 × 30 mm. Se ensayaron tres probetas por condición a temperatura ambiente, en un equipo Instron MicroTester 5548, bajo control por desplazamiento, con una velocidad de cruceta de 0.0025 mm·s⁻¹ y una celda de carga de 1 kN. La resistencia se calculó a partir de la carga máxima y del área de carga, conforme a la Ecuación 10. El comportamiento mecánico se analizó con referencia a la norma UNE-EN 826:2013 para materiales aislantes térmicos en edificación [155].

3.1.4 Caracterización estructural y química

3.1.4.1 Difracción de rayos X

En la variedad VP, el análisis se efectuó diferenciando dos regiones del material (Figura 3.15): la zona oscura, correspondiente a la matriz vítrea, y las zonas blanquecinas, asociadas a dominios cristalinos. La variedad V y la zona oscura de la variedad VP se analizaron en un difractómetro Inel Equinox 2000, cuyas especificaciones se describen en la Sección 2.1.2 del Capítulo 2. Los polvos se obtuvieron mediante molienda manual en mortero de ágata y los difractogramas se registraron en el intervalo de 10°–100° (2θ), y un tiempo de medición de 15 min. En ambos casos se analizaron muestras antes y después de los tratamientos térmicos. La identificación de fases se realizó con el programa Match!, utilizando la base de datos ICDD PDF-2 (2003).

Las zonas blanquecinas de la variedad VP se analizaron por separado en un difractómetro PANalytical X'Pert Pro, también descrito en la Sección 2.1.2 del

Capítulo 2. Para ello se seleccionaron 30 fragmentos procedentes de cinco rocas, los cuales se pulverizaron y homogeneizaron previamente en mortero de ágata. Los difractogramas se registraron en el intervalo de 5° – 110° (2θ), con un paso de 0.05° y un tiempo de conteo de 1 s por paso. La identificación de fases se realizó con el programa X'Pert HighScore Plus.



Figura 3.15. Regiones macroscópicas identificadas en la obsidiana tipo VP: zona oscura (matriz vítrea) y zonas blanquecinas (dominios cristalinos).

3.1.4.2 Fluorescencia de rayos X

La composición química de las variedades V y VP se determinó mediante fluorescencia de rayos X en un espectrómetro secuencial Rigaku ZSX Primus II descrito en la Sección 2.1.1 del Capítulo 2. En la variedad V, para el análisis químico se pulverizaron 10 g de roca en mortero de ágata. En la variedad VP, el análisis se realizó a partir de fragmentos representativos de la zona oscura de la roca, excluyendo las regiones blanquecinas, con el fin de obtener una composición representativa de la matriz vítrea. Para ello, se pulverizaron 10 g de muestra en mortero de ágata. En ambos casos, los elementos mayores se determinaron mediante el método de perla fundida, los elementos traza mediante tabletas prensadas, y la pérdida por calcinación (LOI) se evaluó a 1000°C . Las especificaciones generales del equipo y condiciones de preparación de perlas fundidas y tabletas prensadas se describen en la Sección 2.1.1 del Capítulo 2.

3.1.5 Análisis térmico

3.1.5.1 Análisis simultáneo termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido (TGA/DSC)

Los análisis simultáneos TGA/DSC se realizaron en el equipo SDT Q600 V20.9 Build 20, cuyas especificaciones se describen en la Sección 2.2.1 del Capítulo 2. En la variedad V, el análisis se efectuó en dos condiciones: fragmentos de aproximadamente 3 mm de lado y polvo obtenido por molienda en mortero de ágata. En la variedad VP, para este análisis se aisló la zona oscura de la roca, correspondiente a la matriz vítrea, con el fin de estudiar la respuesta térmica intrínseca de la fase amorfa. Las muestras se prepararon en forma de polvo mediante molienda manual en mortero de ágata hasta obtener un material fino y homogéneo.

3.1.5.2 Análisis termogravimétrico acoplado a espectrometría de masas (TGA-MS)

El análisis TGA-MS se realizó en un analizador térmico METTLER TOLEDO TGA/DSC 1 acoplado a un espectrómetro de masas PFEIFFER VACUUM ThermoStar GSD 320, cuyas especificaciones generales se presentan en la Sección 2.2.2 del Capítulo 2. El análisis se efectuó en ambas obsidianas V y VP. En la variedad VP se seleccionó la zona oscura de la roca, correspondiente a la matriz vítrea y fase mayoritaria del material, con el fin de evaluar las especies gaseosas liberadas durante el calentamiento. En ambos casos, las muestras se prepararon en forma de polvo mediante molienda manual en mortero de ágata.

3.1.6 Caracterización microestructural

3.1.6.1 Microscopía óptica

En la variedad V, la forma y el tamaño de las vesículas presentes antes de los tratamientos térmicos se analizaron con un microscopio digital KEYENCE VHX-7000/7000N. Después de los tratamientos térmicos, las porosidades desarrolladas se examinaron mediante una lente macro Apexel MS002 acoplada a un teléfono CUBOT P80. Para la calibración de las mediciones se utilizó una escala micrométrica, y el análisis de imagen se realizó con ImageJ, midiendo 300 poros por muestra. El tamaño de poro se determinó a partir del diámetro equivalente siguiendo la Ecuación 1, y la forma se evaluó mediante el factor de circularidad de acuerdo con la Ecuación 2. Ambas descritas en la Sección 2.4.1 del Capítulo 2.

En la variedad VP, la microscopía óptica se empleó para comparar el aspecto de las zonas blanquecinas antes y después de los tratamientos térmicos. De manera complementaria, la zona oscura se examinó con el fin de identificar la presencia de poros y caracterizar su morfología previa al tratamiento. Las observaciones de las bandas blanquecinas antes del tratamiento térmico se realizaron con el microscopio digital KEYENCE VHX-7000/7000N. Las muestras tratadas térmicamente se observaron con la lente macro Apexel MS002 acoplada al CUBOT P80, calibrada con una escala micrométrica. El mismo procedimiento se utilizó para la observación de la zona oscura.

3.1.6.2 Microtomografía computarizada de rayos X

La microtomografía computarizada (micro-CT) de rayos X se realizó en la variedad VP, empleando un microtomógrafo Xradia Versa 510, cuyas

especificaciones se describen en la Sección 2.1.6 del Capítulo 2. Con el fin de homogeneizar la comparación entre muestras tratadas a distintas temperaturas, se definió un volumen de interés prismático de 25 mm × 25 mm × 30 mm. A partir de los poros identificados dentro de ese volumen se determinaron el diámetro esférico equivalente y el factor de esfericidad mediante las funciones correspondientes del programa.

3.1.7 Conductividad térmica

La conductividad térmica de las muestras tratadas térmicamente se determinó conforme a la Sección 2.3.3 del Capítulo 2, a partir de la difusividad térmica (α), la capacidad calorífica específica (C_p) y la densidad aparente (ρ), de acuerdo con la Ecuación 9. La difusividad térmica se midió mediante análisis de destello láser (LFA, por sus siglas en inglés) a 31 °C, realizando tres mediciones por muestra y empleando el valor promedio. La capacidad calorífica específica se obtuvo bajo condiciones equivalentes.

3.1.8 Análisis estadístico

Dado que no se asumió una distribución probabilística específica para los datos experimentales, el análisis estadístico se realizó mediante métodos no paramétricos. El procesamiento de los datos y los análisis se llevaron a cabo con el programa OriginPro 2025 (OriginLab Corporation, Northampton, MA, USA), empleando un nivel de significancia de $\alpha = 0.05$. Los intervalos de confianza al 95 % se estimaron mediante un método basado en percentiles a partir de los datos ordenados. Las diferencias entre grupos se evaluaron mediante la prueba de Kruskal–Wallis. En la variedad V, esta prueba se aplicó para comparar las muestras sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C y a tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min; en la variedad VP, se aplicó para comparar las muestras tratadas en el mismo intervalo de

temperatura y con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min. Asimismo, las relaciones entre variables experimentales, como la temperatura de tratamiento, la porosidad inicial, la densidad final, la expansión y la pérdida de masa por ignición, se analizaron mediante el coeficiente de correlación de rangos de Spearman, con el fin de evaluar dependencias monótonas sin asumir relaciones lineales.

3.2 Resultados y discusión

3.2.1 Caracterización física y mecánica de las obsidianas sin tratamiento térmico

3.2.1.1 Densidad real

Los datos obtenidos para el cálculo de la densidad real de la obsidiana tipo V y VP a 20 °C ($\rho_{p,20\text{ °C}}$) se resume en la Tabla 3.2 y su análisis estadístico en la Figura 3.16. Los datos y cálculo de la densidad real de la roca tipo V y VP a 25 °C ($\rho_{p,25\text{ °C}}$) se muestran en la Tabla 3.3 y su análisis estadístico en la Figura 3.17.

Tabla 3.2

Datos obtenidos y cálculo de la densidad real de la obsidiana tipo V y VP a 20 °C

Parámetro	Muestra V ₁	Muestra V ₂	Muestra V ₃	Muestra VP ₁	Muestra VP ₂	Muestra VP ₃
M_{ps} (g)	47.923	50.904	43.892	46.195	50.782	54.972
M_p (g)	37.482	40.478	33.468	35.699	40.360	44.515
$\rho_{w,20\text{ °C}}$ (g cm ⁻³)	0.99821	0.99821	0.99821	0.99821	0.99821	0.99821
M_w (g)	49.807	49.878	49.855	49.880	49.859	49.804
M_{pws,20 °C} (g)	93.331	96.391	89.364	91.664	96.268	100.384
$\rho_{p,20\text{ °C}}$ (g cm ⁻³)	2.3692	2.3702	2.3740	2.3752	2.3789	2.3766

Nota. M_{ps}=la masa del matraz aforado con los polvos, M_p=la masa del matraz aforado, $\rho_{w,20\text{ °C}}$ =la densidad del agua destilada a la temperatura de ensayo, M_w=la masa del agua destilada, M_{pws,20 °C} =la masa del matraz aforado con agua destilada y polvos de obsidiana. $\rho_{p,20\text{ °C}}$ = la densidad real del polvo de obsidiana a la temperatura de ensayo.

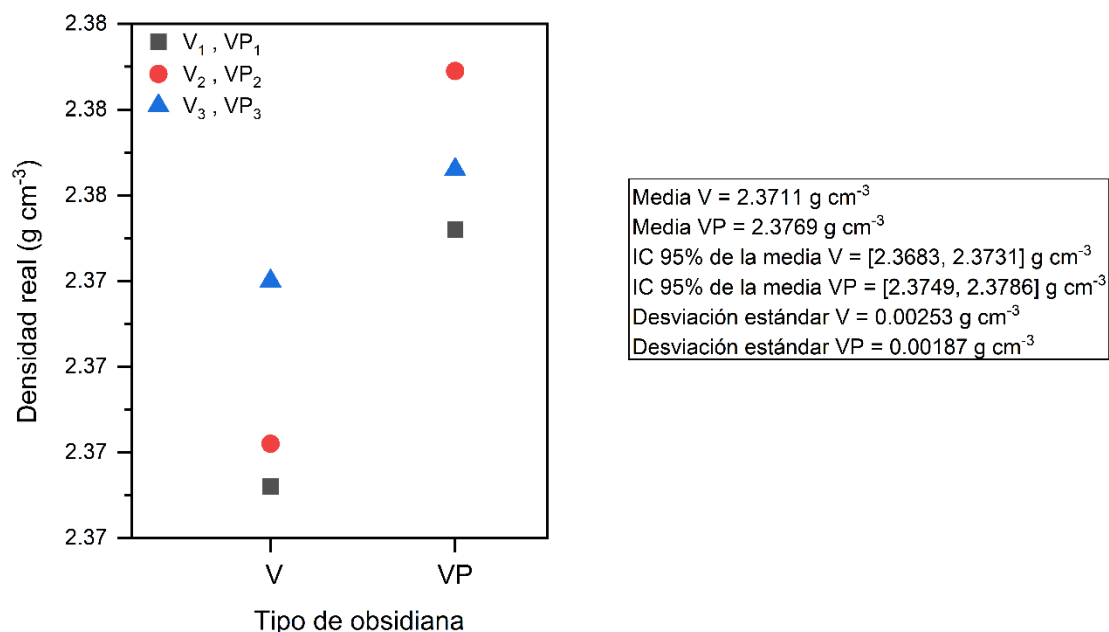


Figura 3.16. Densidades reales de las obsidianas tipo V y VP calculadas para tres muestras de cada variedad a 20 °C.

Tabla 3.3

Datos obtenidos y cálculo de la densidad real de la obsidiana tipo V y VP a 25 °C

Parámetro	Muestra V ₁	Muestra V ₂	Muestra V ₃	Muestra VP ₁	Muestra VP ₂	Muestra VP ₃
M _{ps} (g)	47.923	50.904	43.892	46.195	50.782	54.972
M _p (g)	37.482	40.478	33.468	35.699	40.36	44.515
ρ _{w,25 °C} (g cm ⁻³)	0.99705	0.99705	0.99705	0.99705	0.99705	0.99705
M _w (g)	49.763	49.833	49.817	49.850	49.807	49.754
M _{pws,25 °C} (g)	93.282	96.341	89.315	91.622	96.219	100.335
ρ _{p,25 °C} (g cm ⁻³)	2.3638	2.3647	2.3653	2.3660	2.3778	2.3744

Nota. M_{ps} = la masa del matraz aforado con los polvos, M_p = la masa del matraz aforado, ρ_{w,25 °C} = la densidad del agua destilada a la temperatura de ensayo, M_w = la masa del agua destilada, M_{pws,25 °C} = la masa del matraz aforado con agua destilada y polvos de obsidiana. ρ_{p,25 °C} = la densidad real del polvo de obsidiana a la temperatura de ensayo.

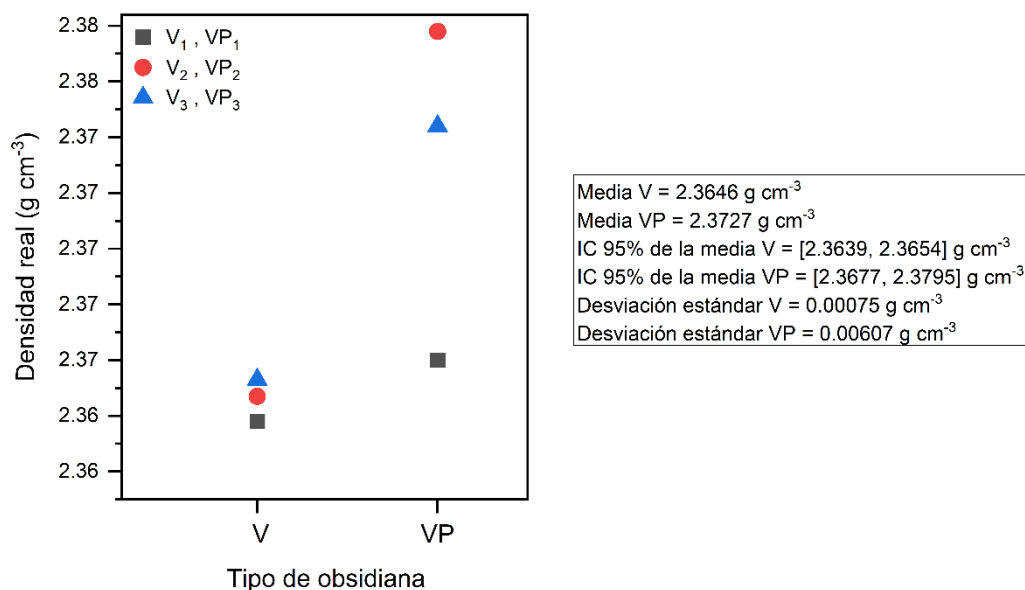


Figura 3.17. Densidades reales de las obsidianas tipo V y VP calculadas para tres muestras de cada variedad a 25 °C.

El intervalo de la densidad real para la obsidiana V se ubicó entre 2.3683 y 2.3731 g cm^{-3} a 20 °C, y entre 2.3639 y 2.3654 g cm^{-3} a 25 °C. En la obsidiana VP, los valores fueron de 2.3749 a 2.3786 g cm^{-3} a 20 °C, y de 2.3677 a 2.3795 g cm^{-3} a 25 °C. La variación entre las mediciones realizadas a 20 y 25 °C fue reducida y se consideró dentro de la incertidumbre propia del procedimiento de medición, sin asociarse con una modificación física del material. Para fines de este trabajo, y considerando que la expansión esperada para obsidianas dentro de este intervalo de temperatura es cercana a 0.003 % [148], la densidad real se tomó como el promedio de las mediciones realizadas a ambas temperaturas, siendo entonces la densidad real: V a 20°C-25°C de 2.3679 g cm^{-3} , y VP a 20°C-25°C de 2.3748 g cm^{-3} .

La diferencia entre las densidades reales promedio de V y VP fue de 0.0069 g cm^{-3} , equivalente a 0.29 % respecto al valor de la obsidiana V. Esta variación es muy reducida, por lo que ambas variedades pueden considerarse prácticamente equivalentes en términos de densidad real. Esto indica que,

pese a sus diferencias macroscópicas en coloración y brillo, la densidad real de la fase vítrea principal permanece muy similar.

Los valores obtenidos se encuentran dentro de los rangos documentados para obsidianas y otros vidrios naturales. En [156] se indicó una densidad de $2.394 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ para una obsidiana de Real del Monte, Hidalgo, aunque sin detallar la metodología ni distinguir entre densidad real y densidad aparente. Por su parte, en [87] indicaron valores de densidad entre 2.22 y $2.42 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ para obsidianas de California, Nevada y Oregón. Esta comparación debe tomarse con cautela, ya que varios estudios sobre obsidianas indican únicamente “densidad” sin especificar si corresponde a la densidad real o a la densidad aparente. La distinción es importante, porque la densidad real excluye el volumen asociado a la porosidad, mientras que la densidad aparente incorpora el volumen total de la muestra. En este trabajo, la densidad real constituye un parámetro necesario para calcular la porosidad total y para interpretar con mayor precisión la relación entre estructura interna y comportamiento macroscópico de las obsidianas estudiadas.

3.2.1.2 Densidad aparente y porosidad de la obsidiana sin tratamiento térmico

Las Tablas 3.4 y 3.5 resumen, respectivamente, los valores experimentales y los parámetros físicos calculados para las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico: densidad aparente, porosidad total, porosidad cerrada, porosidad abierta y absorción de agua en masa.

Tabla 3.4

Datos experimentales y parámetros físicos calculados para las probetas de obsidiana tipo V

Parámetro	V ₁	V ₂	V ₃	V ₄	V ₅	V ₆
m _d (g)	554.47	481.94	480.44	570.85	556.14	382.11
m _s (g)	554.59	482.03	480.5	571.03	556.28	382.22
m _h (g)	319.34	276.04	276.74	321.78	308.34	212.50
ρ _{rh} (g cm ⁻³)	0.99717	0.99717	0.99717	0.99717	0.99717	0.99717
ρ _b (g cm ⁻³)	2.3503	2.3330	2.3512	2.2838	2.2367	2.2450
ρ _{p,20°-25 °C} (g cm ⁻³)	2.3679	2.3679	2.3679	2.3679	2.3679	2.3679
p _t (%)	0.74	1.47	0.71	3.55	5.54	5.19
p _o (%)	0.05	0.04	0.03	0.07	0.06	0.07
p _c (%)	0.69	1.43	0.68	3.48	5.48	5.12
p _w (%)	0.02	0.02	0.01	0.03	0.03	0.03

Tabla 3.5

Datos experimentales y parámetros físicos calculados para las probetas de obsidiana tipo VP

Parámetro	VP ₁	VP ₂	VP ₃	VP ₄	VP ₅	VP ₆
m _d (g)	555.08	566.42	541.47	429.04	462.83	382.96
m _s (g)	555.35	566.58	542.59	429.59	463.34	383.04
m _h (g)	319.96	327.07	312.54	247.29	266.73	221.38
ρ _{rh} (g/cm ³)	0.99717	0.99717	0.99717	0.99717	0.99717	0.99717
ρ _b (g/cm ³)	2.3515	2.3582	2.3470	2.3468	2.3474	2.3622
ρ _{p,20°-25 °C} (g/cm ³)	2.3748	2.3748	2.3748	2.3748	2.3748	2.3748
p _t (%)	0.98	0.70	1.17	1.18	1.15	0.53
p _o (%)	0.11	0.07	0.49	0.30	0.26	0.05
p _c (%)	0.87	0.63	0.68	0.88	0.89	0.48
p _w (%)	0.05	0.03	0.21	0.13	0.11	0.02

Nota para las Tablas 3.4 y 3.5. El subíndice 1-6 identifica cada probeta. m_d= la masa de la probeta seca, m_s = la masa de la probeta saturada, ρ_{rh}=la densidad del agua destilada a la temperatura de ensayo, ρ_b = la densidad aparente de la probeta a la temperatura de ensayo, ρ_{p,20°-25 °C} = la densidad real del polvo de obsidiana a la temperatura de ensayo, p_t = es la porosidad total de la probeta, en porcentaje, p_o = la porosidad abierta de la probeta, p_c = la porosidad cerrada de la probeta, p_w = absorción de agua en porcentaje de la masa.

Las Figuras 3.18 y 3.19 muestran la densidad aparente y la porosidad total, respectivamente, de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. En ambos casos, los recuadros laterales presentan el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

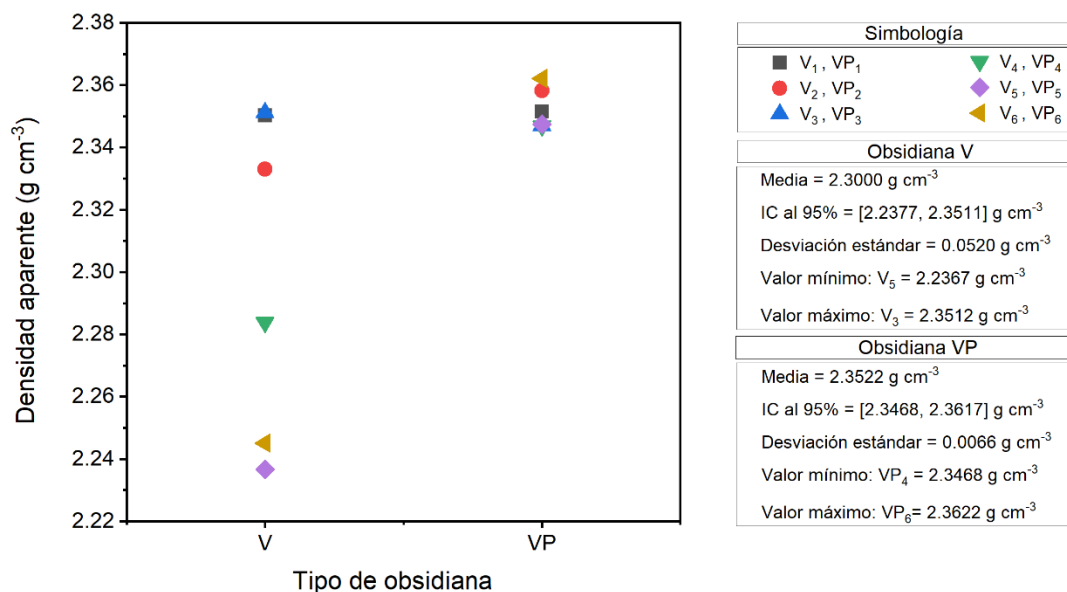


Figura 3.18. Densidad aparente de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

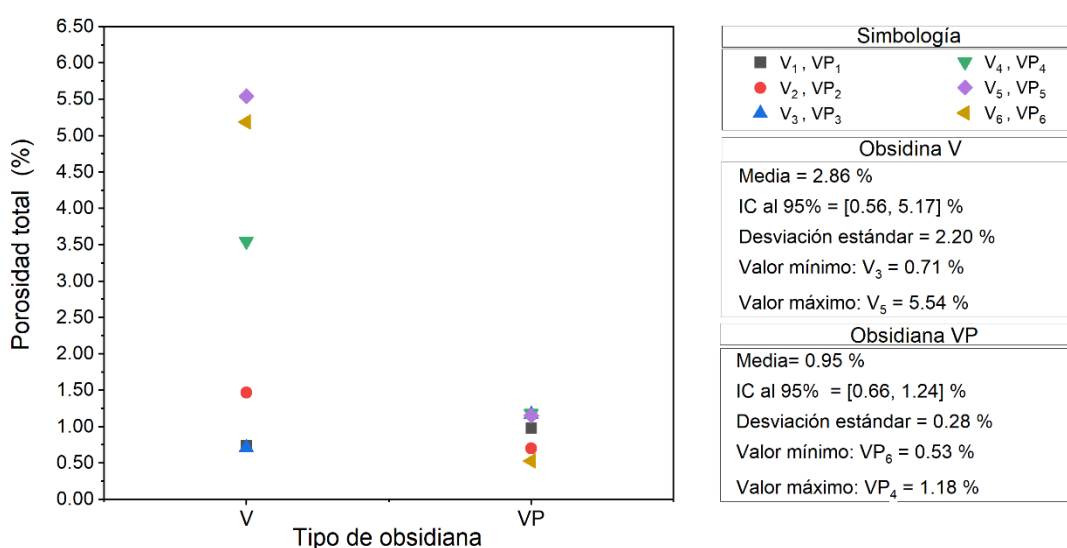


Figura 3.19. Porosidad total de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

Las Figuras 3.20 y 3.21 muestran la porosidad cerrada y la porosidad abierta, respectivamente, de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. En ambos casos, los recuadros laterales presentan el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

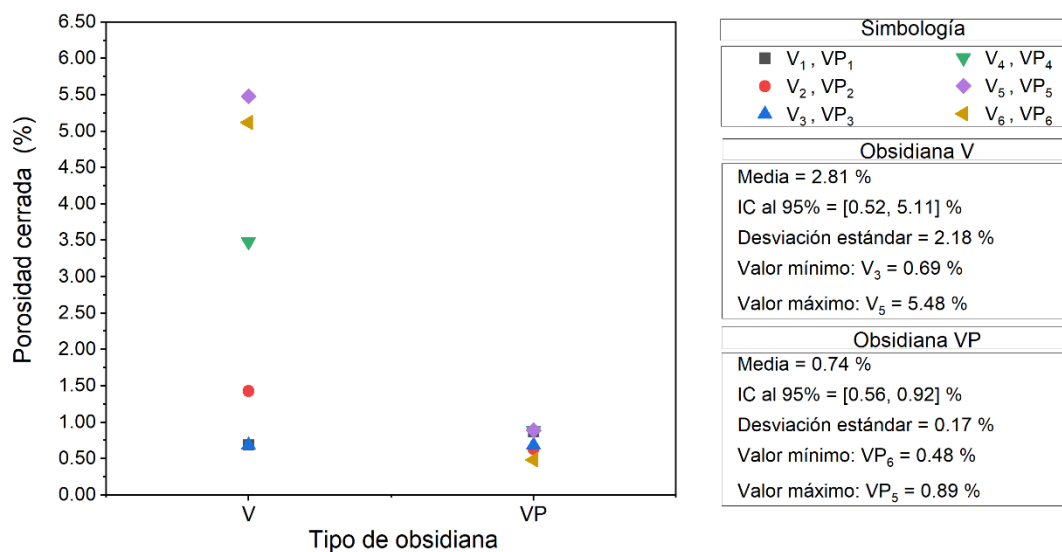


Figura 3.20. Porosidad cerrada de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

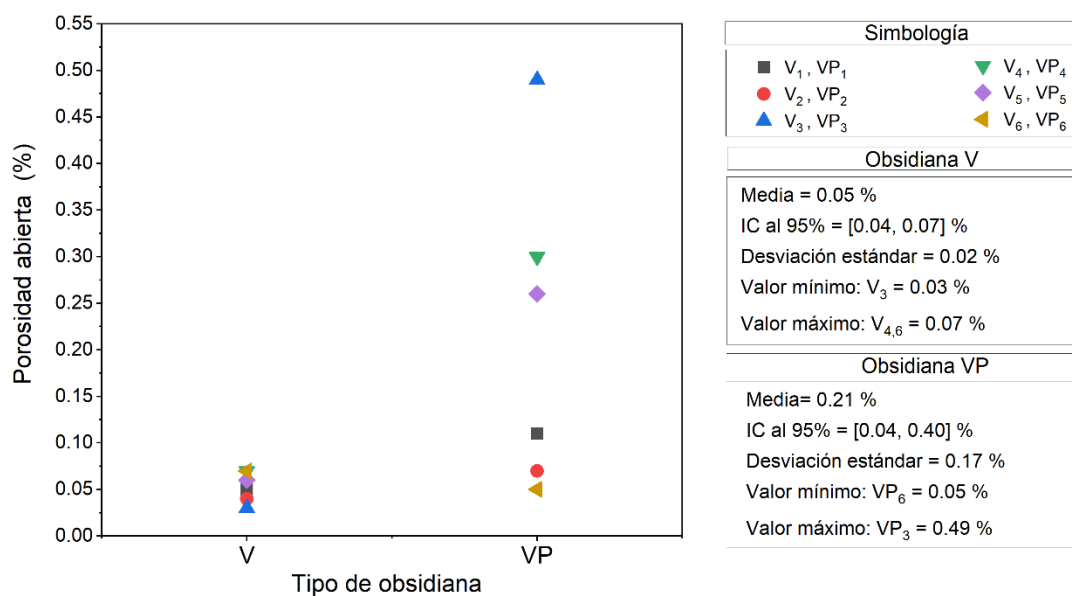


Figura 3.21. Porosidad abierta de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

La Figura 3.22 muestra la absorción de agua en masa de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. El recuadro lateral presenta el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

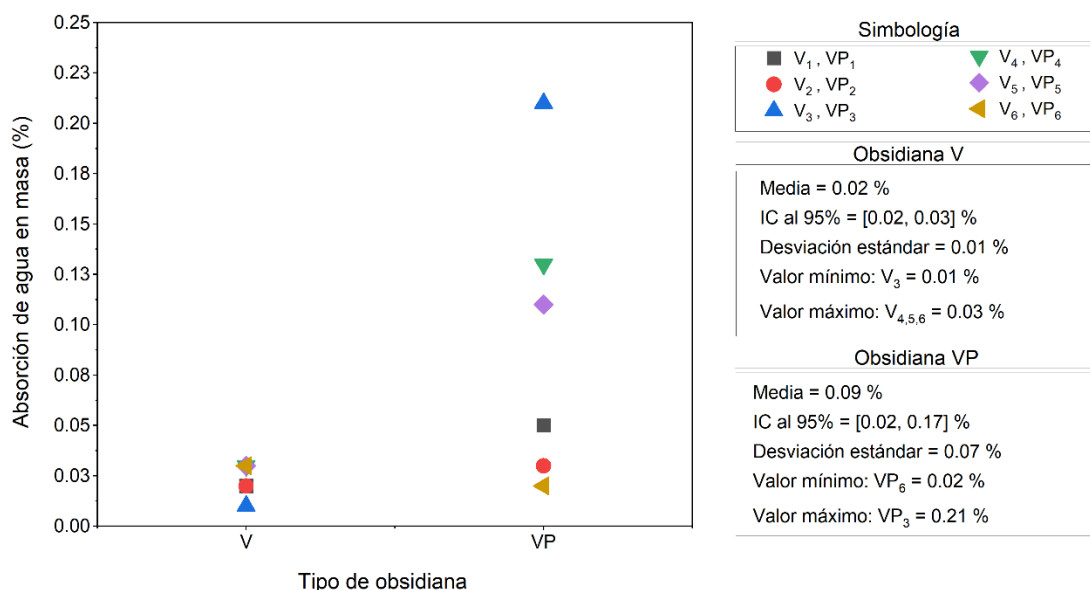


Figura 3.22. Absorción de agua en masa de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

La obsidiana tipo V presentó una densidad aparente promedio de $2.3000 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, con un intervalo de confianza al 95 % de $[2.2377, 2.3511] \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ y una desviación estándar de $0.0520 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Para la obsidiana tipo VP, la densidad aparente promedio fue de $2.3522 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, con un intervalo de confianza al 95 % de $[2.3468, 2.3617] \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ y una desviación estándar de $0.0066 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ (Figura 3.18). La comparación entre ambas variantes muestra que la obsidiana V tiene una densidad aparente menor que la VP y una variabilidad más amplia entre probetas.

La diferencia en densidad aparente entre ambas variantes se refleja en la porosidad total calculada. La obsidiana V presentó una porosidad total promedio de 2.86 %, en un intervalo de 0.56 % y 5.17 %, mientras que la VP alcanzó un promedio de 0.95 %, con un intervalo entre 0.66 % y 1.24 % (Figura 3.19).

En la obsidiana V, la porosidad total estuvo constituida principalmente por porosidad cerrada. El valor promedio de porosidad cerrada fue de 2.81 %,

mientras que la porosidad abierta fue de 0.05 % (Figuras 3.20 y 3.21). Esta tendencia coincide con lo documentado previamente para obsidiana verde del Cerro de las Navajas, donde se determinó una porosidad cerrada de 2.2 % en volumen mediante microtomografía de rayos X y una porosidad abierta de 0.14 % mediante porosimetría de mercurio [6].

La obsidiana VP presentó una porosidad total menor; sin embargo, su porosidad abierta fue superior a la de la obsidiana V. En esta variante, la porosidad abierta promedio fue de 0.21 % (Figura 3.21). Esta diferencia se asocia con la presencia de dominios cristalinos dispersos en la matriz vítrea. Dichas heterogeneidades generan discontinuidades locales entre las fases cristalinas y la matriz amorfa, lo que puede favorecer microespacios accesibles al agua durante el ensayo de inmersión. Por esta razón, la VP no presenta mayor porosidad total, pero sí una cantidad mayor de porosidad abierta.

La absorción de agua en masa fue coherente con la porosidad abierta, ya que ambos parámetros derivan de la ganancia de masa durante la saturación. La obsidiana V presentó una absorción promedio de 0.02 %, mientras que la VP alcanzó 0.09 % (Figura 3.22). Aunque ambos valores son muy bajos, la mayor absorción de la VP corresponde a su mayor porosidad abierta y puede relacionarse con las discontinuidades asociadas a sus dominios cristalinos externos.

Antes del tratamiento térmico, las dos variedades presentan diferencias físicas claras. La obsidiana V mostró menor densidad aparente y mayor porosidad total, con predominio de porosidad cerrada. La obsidiana VP, por su parte, fue más densa y menos porosa en términos globales. Aunque presentó una porosidad abierta ligeramente mayor que la V, sus valores fueron reducidos respecto a la porosidad total, por lo que este rasgo debe considerarse secundario frente a la diferencia principal entre ambas variedades: la densidad aparente y el grado de porosidad global.

Las Tablas 3.6 y 3.7 resumen los valores estadísticos de densidad aparente, porosidad total, porosidad cerrada, porosidad abierta y absorción de agua en masa de las obsidiana V y VP sin tratamiento térmico. Estos parámetros permiten comparar el estado físico inicial de ambas variedades antes de evaluar los cambios inducidos por el calentamiento.

Tabla 3.6

Resumen estadístico de densidad aparente, porosidad y absorción de agua de la obsidiana V sin tratamiento térmico

Parámetro	Media	IC al 95 %	Desviación estándar
Densidad aparente ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	2.3000	[2.2377, 2.3511]	0.0520
Porosidad total (%)	2.86	[0.56, 5.17]	2.20
Porosidad cerrada (%)	2.81	[0.52, 5.11]	2.18
Porosidad abierta (%)	0.05	[0.04, 0.07]	0.02
Absorción de agua en masa (%)	0.02	[0.02, 0.03]	0.01

Tabla 3.7

Resumen estadístico de densidad aparente, porosidad y absorción de agua de la obsidiana VP sin tratamiento térmico

Parámetro	Media	IC al 95 %	Desviación estándar
Densidad aparente ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	2.3522	[2.3468, 2.3617]	0.0066
Porosidad total (%)	0.95	[0.66, 1.24]	0.28
Porosidad cerrada (%)	0.74	[0.56, 0.92]	0.17
Porosidad abierta (%)	0.21	[0.04, 0.40]	0.17
Absorción de agua en masa (%)	0.09	[0.02, 0.17]	0.07

Nota para las Tablas 3.6 y 3.7. IC al 95 % = intervalo de confianza al 95 %, estimado mediante percentiles. Valores obtenidos conforme a la norma EN 1936:2007 [133].

3.2.1.3 Resistencia a la compresión de la obsidiana

Los datos obtenidos en el ensayo de compresión de las probetas de obsidiana V y VP se resumen en las Tablas 3.8 y 3.9, respectivamente. En cada caso se muestra el área de carga, la altura de la probeta, la densidad aparente previamente determinada, la carga máxima aplicada y la resistencia a compresión calculada. La Figura 3.23 presenta la resistencia a compresión de las probetas de obsidiana tipo V y VP sin tratamiento térmico. Los recuadros laterales recogen el resumen estadístico correspondiente a cada variante.

Tabla 3.8

Datos obtenidos en el ensayo de compresión de las probetas de obsidiana tipo V

Parámetro	V ₁	V ₂	V ₃	V ₄	V ₅
Área (mm ²)	3095	3435	3906	3887	3013
Altura (mm)	60.8	56.5	61.7	60.9	54.3
Densidad aparente (g/cm ³)	2.3330	2.3512	2.2838	2.2367	2.2450
Carga aplicada (KN)	200	235	223	232	195
Resistencia a la compresión (MPa)	65	68	57	60	65

Tabla 3.9

Datos obtenidos en el ensayo de compresión de las probetas de obsidiana tipo VP

Parámetro	VP ₁	VP ₂	VP ₃	VP ₄	VP ₅
Área (mm ²)	3742	2879	3175	2854	3114
Altura (mm)	60.2	57.5	56.8	51.3	56.7
Densidad aparente (g/cm ³)	2.3582	2.3468	2.3474	2.3622	2.3497
Carga aplicada (KN)	194	213	103	202	192
Resistencia a la compresión (MPa)	52	74	32	71	62

Nota para las Tablas 3.8 y 3.9. Los ensayos se realizaron con una velocidad de carga de 0.25 MPa·s⁻¹. Las densidades aparentes corresponden a los valores determinados previamente para cada probeta.

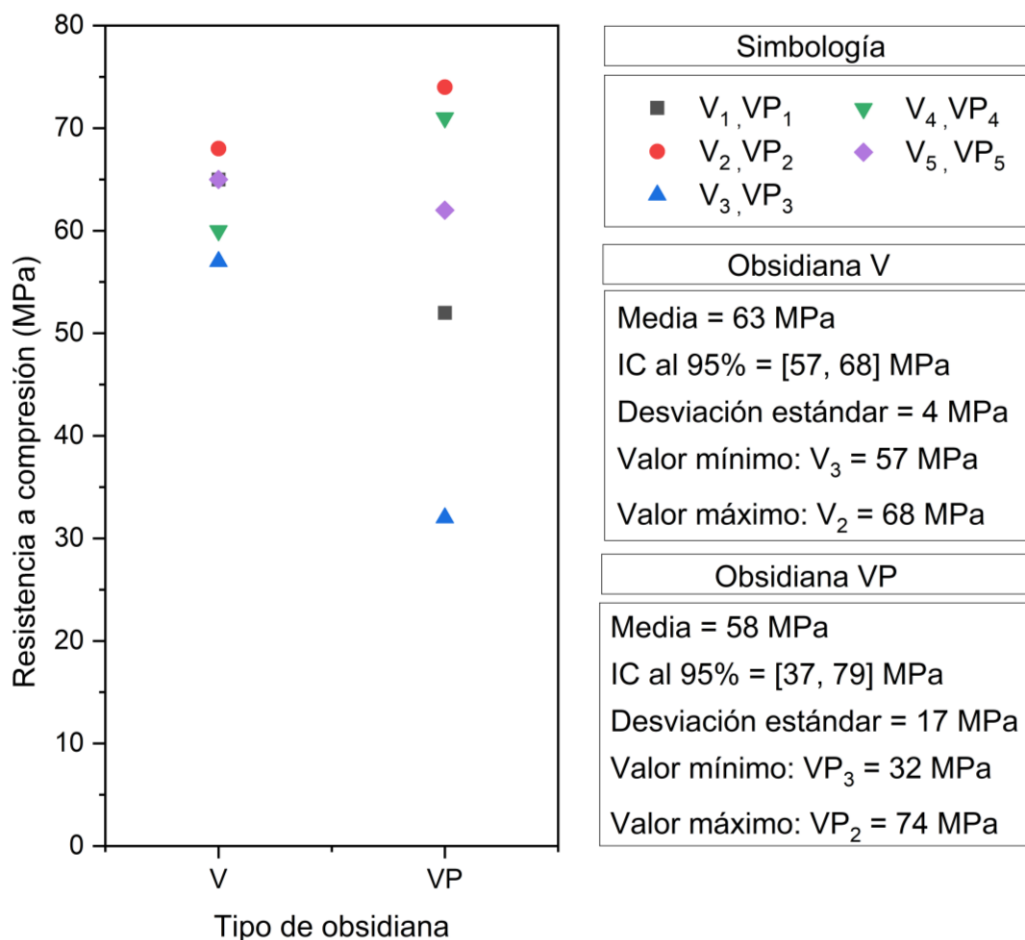


Figura 3.23. Resistencia a compresión de las probetas de obsidiana V y VP sin tratamiento térmico. A la derecha se muestra el resumen estadístico correspondiente a cada variedad.

La resistencia a compresión de la obsidiana tipo V fue de 63 MPa, con un intervalo de confianza al 95 % de [57, 68] MPa y una desviación estándar de 4 MPa. Para la obsidiana tipo VP se obtuvo una resistencia promedio de 58 MPa, con un intervalo de confianza al 95 % de [37, 79] MPa y una desviación estándar de 17 MPa. Los valores medios son cercanos; sin embargo, la diferencia entre ambas variantes se observa principalmente en la dispersión de los datos. La obsidiana V presentó un comportamiento más uniforme, mientras que la VP mostró una variabilidad mucho mayor entre probetas.

En la obsidiana V, las resistencias individuales se mantuvieron entre 57 y 68 MPa. Aunque esta variante presentó mayor porosidad total inicial, dicha porosidad fue predominantemente cerrada y no se observaron dominios cristalinos macroscópicos como los identificados en la VP. Por ello, la porosidad total no explica por sí sola la respuesta mecánica; también debe considerarse la naturaleza de los defectos presentes y su distribución dentro de la matriz vítrea.

En la obsidiana VP, las resistencias individuales variaron entre 32 y 74 MPa. Esta mayor dispersión se atribuye a la presencia de regiones blanquecinas asociadas a dominios cristalinos, las cuales actúan como discontinuidades microestructurales dentro de la matriz vítrea. Estas discontinuidades pueden favorecer la concentración local de esfuerzos durante la carga compresiva y generar diferencias importantes en la resistencia final de cada probeta, dependiendo de su tamaño, distribución y posición respecto a la zona de carga.

Las resistencias obtenidas son inferiores a las descritas para obsidianas libres de defectos volumétricos, las cuales pueden alcanzar valores superiores a 300 MPa [86,157]. Esta diferencia se relaciona con la presencia de vesículas, poros y, en el caso de la VP, dominios cristalinos que interrumpen la continuidad de la matriz vítrea. Durante los ensayos, la falla observada fue de carácter frágil, con separación abrupta de la probeta y formación de superficies de fractura definidas, como se muestra en la Figura 3.24. Este comportamiento corresponde a la naturaleza vítrea de la obsidiana y a la respuesta esperada de un material silicatado amorfo sometido a compresión hasta la fractura [158].



Figura 3.24. Fractura frágil en probetas de obsidiana después del ensayo de compresión.

3.2.2 Caracterización estructural y química de las obsidianas sin tratamiento térmico

Los difractogramas de las obsidianas V y VP sin tratamiento térmico muestran un halo amplio característico de materiales amorfos ricos en sílice, sin reflexiones cristalinas definidas en la matriz vítrea analizada (Figura 3.25). Este comportamiento corresponde a la naturaleza vítrea de la obsidiana y coincide con estudios previos sobre obsidianas del Cerro de las Navajas, en los que se ha descrito un patrón amorfo, en algunos casos acompañado por cuarzo micrométrico [6,145,159]. También se ha señalado que algunas obsidianas pueden contener nanocristales dentro de la matriz amorfa [84], aunque su detección por difracción convencional puede ser limitada cuando se encuentran en baja proporción o presentan tamaños muy pequeños.

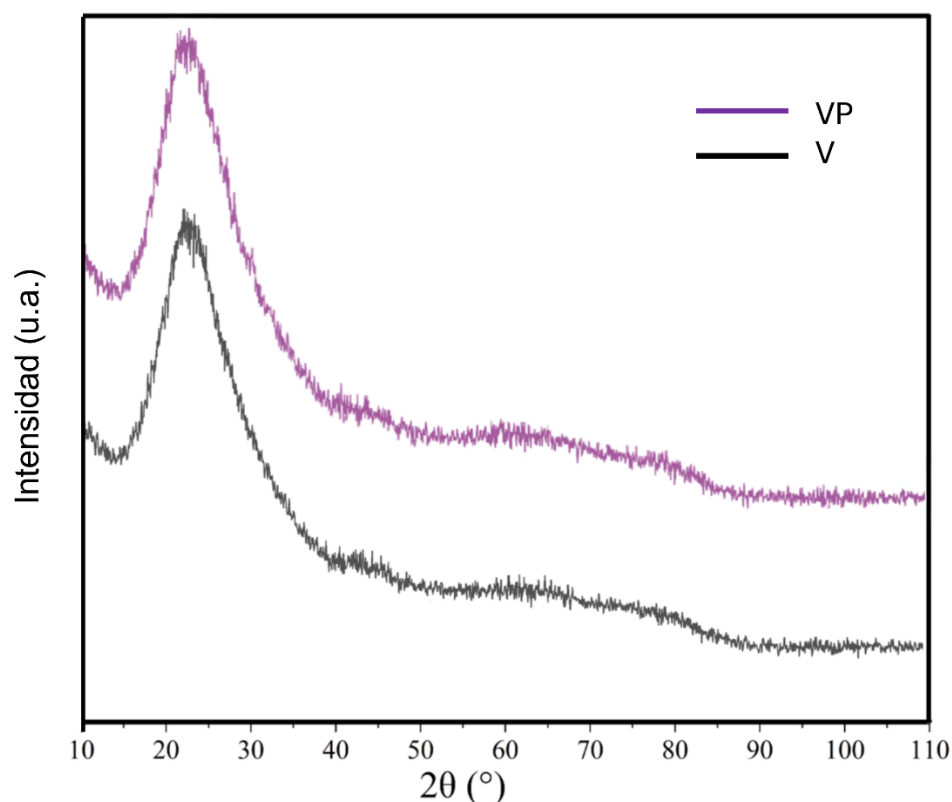


Figura 3.25. Difractogramas de rayos X de las obsidianas V y VP sin tratamiento térmico. Ambos patrones muestran el halo amorfo característico de una matriz vítrea; la señal de VP corresponde a la región oscura de la muestra.

El polvo obtenido a partir de las regiones blanquecinas de la obsidiana VP mostró reflexiones correspondientes a albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) y cristobalita (SiO_2) (Figura 3.26). Esto confirma que las zonas blanquecinas observadas macroscópicamente son dominios cristalinos dispersos dentro de la matriz vítrea.

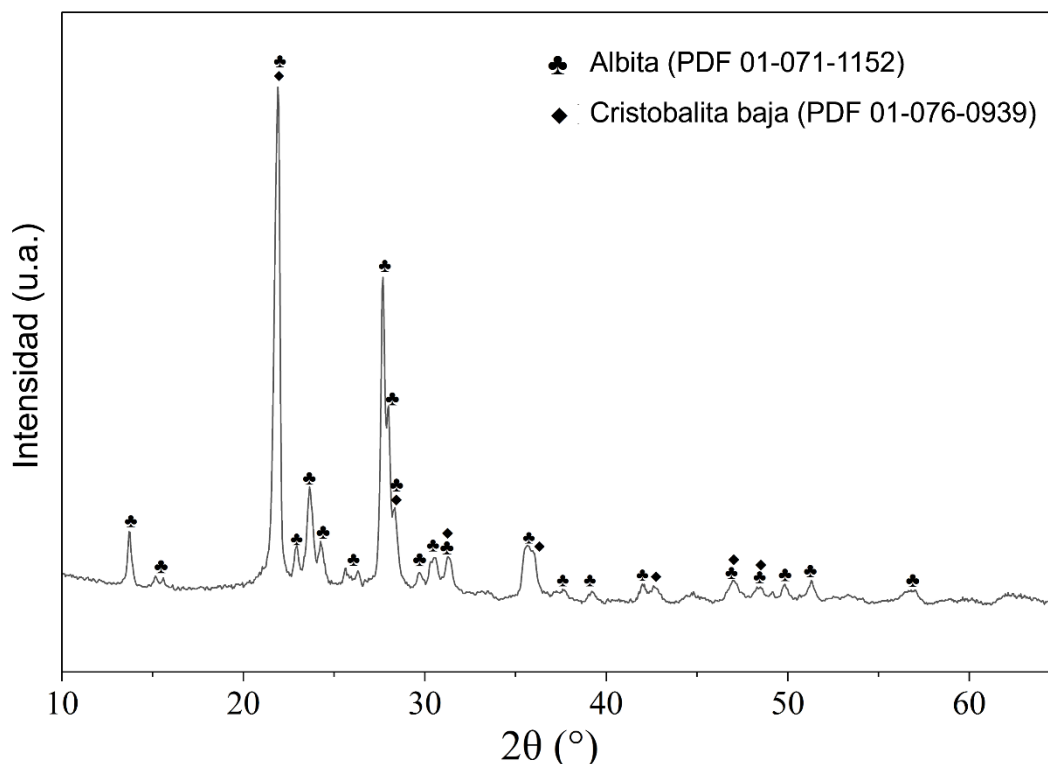


Figura 3.26. Difractograma de rayos X del polvo obtenido a partir de las regiones blanquecinas de la obsidiana VP. Se identifican reflexiones correspondientes a albita y cristobalita baja.

La presencia de albita y cristobalita en la obsidiana VP tiene respaldo en estudios previos realizados en otros yacimientos de obsidiana, donde se han documentado esferulitas formadas por cristobalita asociada con feldespatos, incluyendo plagioclasas de composición predominantemente albítica [160]. También se han descrito esferulitas con presencia menor de óxidos Fe–Ti [161].

La comparación entre V y VP muestra que ambas variantes comparten una matriz vítrea dominante, pero difieren en la presencia de dominios cristalinos localizados. La V se comporta, desde el punto de vista de DRX,

como una matriz amorfa sin fases cristalinas detectables. La VP, por su parte, presenta una matriz oscura amorfa acompañada por regiones blanquecinas cristalinas compuestas principalmente por albita y cristobalita.

El análisis por fluorescencia de rayos X mostró que las obsidianas V y VP presentan composiciones químicas mayoritarias muy próximas (Tabla 3.10). En ambas variantes domina el SiO_2 , seguido por Al_2O_3 , Na_2O , K_2O y Fe_2O_3 . Las diferencias entre ambas muestras son mínimas, especialmente en los óxidos mayoritarios, lo que confirma que las dos variantes comparten una composición química de base muy semejante.

Los elementos traza también presentan valores cercanos entre ambas obsidianas (Tabla 3.11). La diferencia más marcada se presentó en Cr, con valores en V (< 3 ppm) y 67 ppm en VP. Esta variación puntual no modifica la similitud química general entre ambas obsidianas.

Tabla 3.10

Composición química mayoritaria de las obsidianas V y VP por FRX (% en masa)

Tipo	SiO_2	TiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	P_2O_5	LOI	Total
V	75.67	0.193	11.192	2.377	0.148	0.107	0.138	4.983	4.367	0.005	0.580	99.760
VP	75.68	0.195	11.216	2.386	0.148	0.146	0.152	4.997	4.369	0.004	0.45	99.743

Nota. Valores expresados en porcentaje en masa (%). LOI: pérdida por ignición a 1000 °C.

Tabla 3.11

Elementos traza de las obsidianas V y VP por FRX

Tipo	Rb	Sr	Ba	Y	Zr	Nb	V	Cr	Co	Ni	Cu	Zn	Th	Pb
V	198	<2	<11	131	1003	108	<3	<3	<4	7	4	222	21	37
VP	196	<2	<11	127	959	103	4	67	<4	7	4	222	22	36

Nota. Los valores se indican en partes por millón (ppm).

3.2.3 Análisis TGA-DSC y TGA-MS de las obsidianas V y VP

El estado físico de la muestra influyó de manera importante en la pérdida de masa. La obsidiana V en polvo presentó una pérdida total de 11.8 %, mientras que la roca en fragmentos registró una pérdida acumulada de 1.3 % (Figuras 3.27 y 3.28). La pulverización favoreció la liberación de especies volátiles durante el calentamiento. En los fragmentos, la menor pérdida de masa y la

liberación abrupta observada entre 1010 y 1300 °C indican que parte de los gases permaneció retenida en la matriz vítrea hasta temperaturas elevadas, cuando la disminución de la viscosidad permitió su salida (Figura 3.28). Aun así, la transición vítrea se mantuvo en un intervalo similar, con valores de aproximadamente 650 °C para el polvo y 645 °C para los fragmentos.

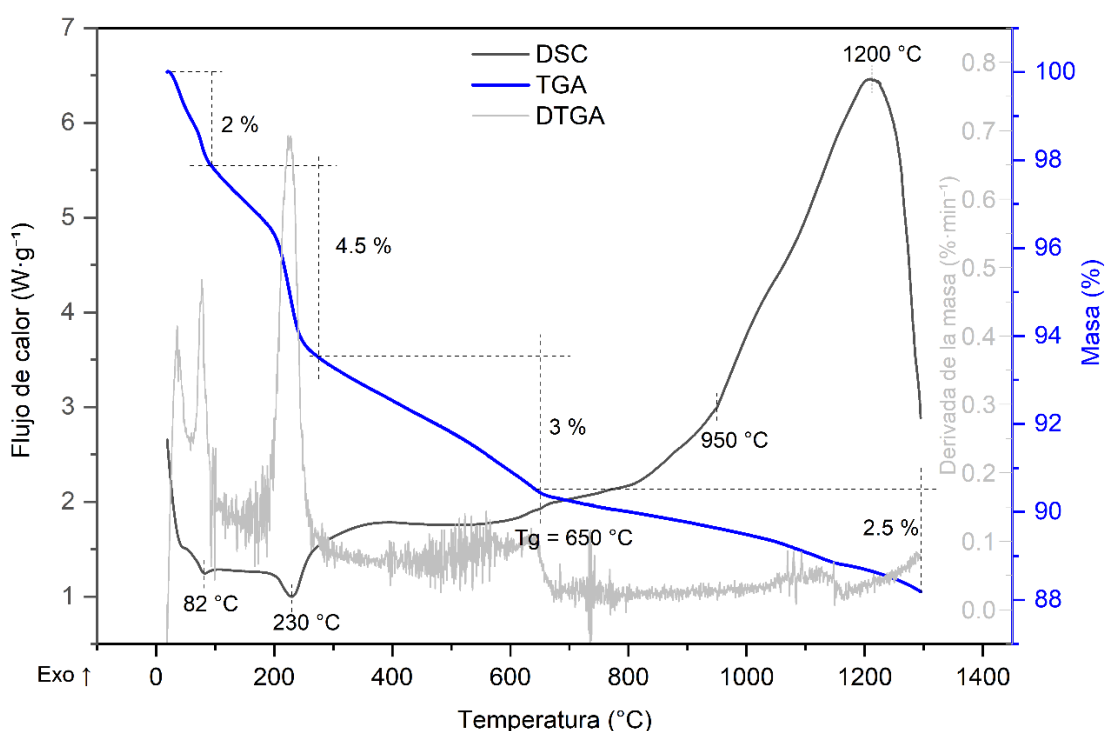


Figura 3.27. Curvas TGA/DSC y DTGA del polvo de obsidiana V durante el calentamiento. DTGA corresponde a la derivada de la curva termogravimétrica. Se muestran los principales eventos térmicos, la transición vítrea (T_g) y los intervalos de pérdida de masa registrados durante el calentamiento. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

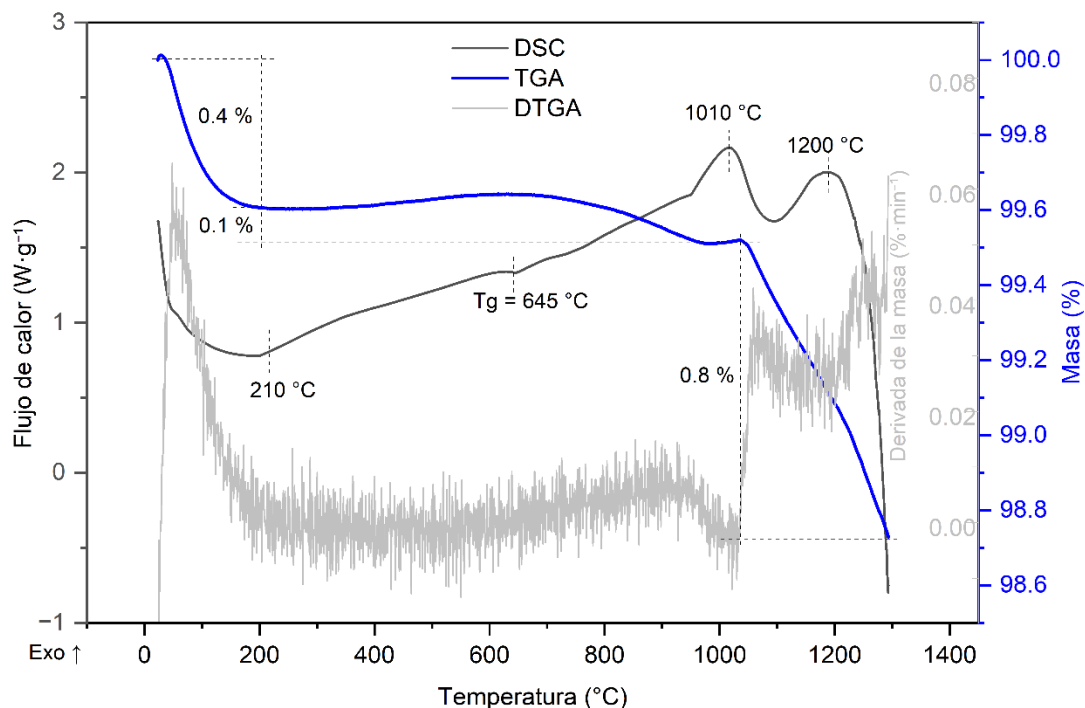


Figura 3.28. Curvas TGA/DSC y DTGA de fragmentos de obsidiana V durante el calentamiento. DTGA corresponde a la derivada de la curva termogravimétrica. Se muestran la transición vítrea (T_g), los principales eventos térmicos y los intervalos de pérdida de masa registrados durante el calentamiento. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

Para el polvo de obsidiana V, la pérdida de masa ocurrió en varias etapas (Figura 3.27). A baja temperatura se registró una primera pérdida asociada con la evaporación de agua físicamente adsorbida. Posteriormente, alrededor de 230 °C, se observó un evento endotérmico acompañado de pérdida de masa, atribuido a la liberación de agua molecular débilmente retenida en poros. Eventos similares han sido descritos en rocas riolíticas como la perlita [163,164].

Al continuar el calentamiento, alrededor de 650 °C se detectó un cambio en la línea base de la curva DSC, asociado con la transición vítrea (T_g). Este valor es inferior al documentado para obsidias de Artén, Armenia (750 °C) [148], y para obsidias negras del Monte St. Helens, en el norte de California (690 °C) [87]. La menor temperatura de transición vítrea puede

relacionarse con un mayor contenido de agua disuelta en la red silicatada. En vidrios riolíticos, el agua puede incorporarse principalmente como grupos OH, los cuales rompen enlaces Si–O, reducen la conectividad de la red y disminuyen tanto la viscosidad como la temperatura de transición vítrea [30,165,166].

Entre 950 y 1300 °C, el polvo de obsidiana V presentó un pico exotérmico centrado alrededor de 1200 °C, posiblemente asociado a procesos de nucleación y crecimiento de fases cristalinas (Figura 3.27). De la pérdida total de masa, 6.5 % correspondió a agua molecular interna y superficial. Una pérdida adicional de 3.0 %, registrada entre 250 y 650 °C, se atribuyó a agua volátil en forma de grupos OH y agua molecular atrapada en poros internos [163,164], además a especies que contienen CO₂ y Cl₂, esto de acuerdo con las señales detectadas en el análisis TGA-MS donde se detectó m/z = 44 y m/z = 70 (Figura 3.29). La pérdida restante, cercana a 2.5 % a temperaturas superiores, se relacionó con volátiles magmáticos como OH, CO₂ y especies halogenadas [167,168].

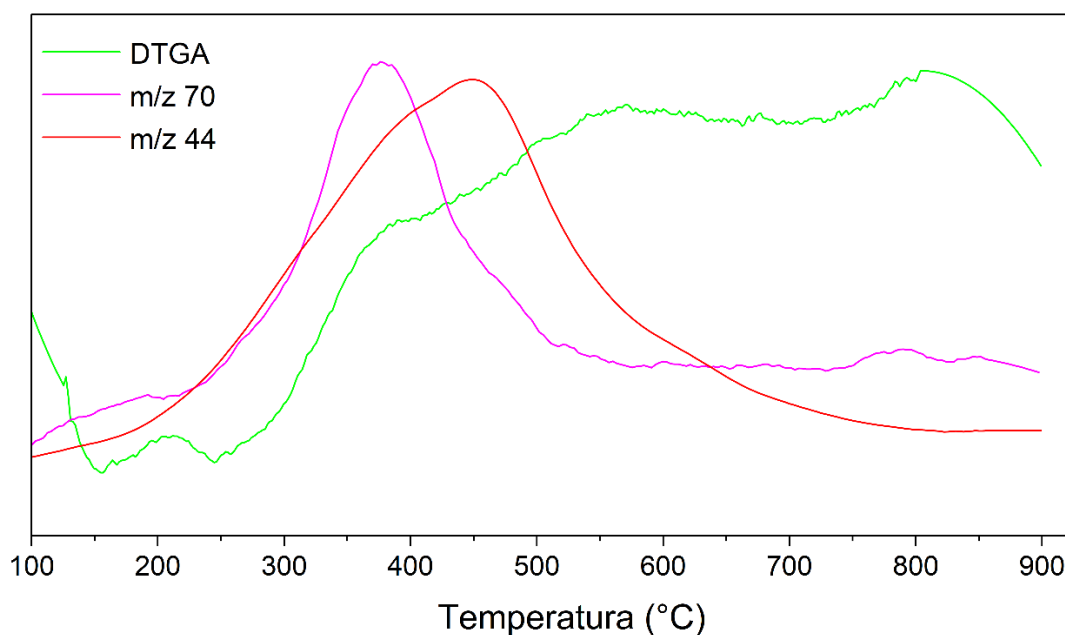


Figura 3.29. Señales TGA-MS del polvo de obsidiana V durante el calentamiento. Se muestran la curva DTGA y las señales de espectrometría de masas correspondientes a m/z 44 y m/z 70, asociadas con la evolución de especies gaseosas detectadas durante el análisis.

En la obsidiana VP, la pérdida de masa total fue de 4.8 %, distribuida en diferentes etapas (Figura 3.30). Por debajo de 200 °C se registró una pérdida inicial de 1.68 %, asociada con la eliminación de agua físicamente adsorbida. Entre 200 y 400 °C se observó una pérdida adicional de aproximadamente 0.61 %, atribuida a la liberación gradual de agua molecular retenida con mayor fuerza [163]. El análisis TGA-MS identificó las señales $m/z = 44$, atribuida a CO_2 , la cual tiene su pico máximo de intensidad entre 350 y 550 °C, mientras que la señal $m/z = 70$, asociada con especies que contienen cloro, se registró entre 300 y 450 °C (Figura 3.31). La presencia de cloro en obsidianas del Cerro de las Navajas ha sido documentada previamente con contenidos inferiores a 0.5 %, determinados mediante PIXE, EPMA y NAA [2,145,169].

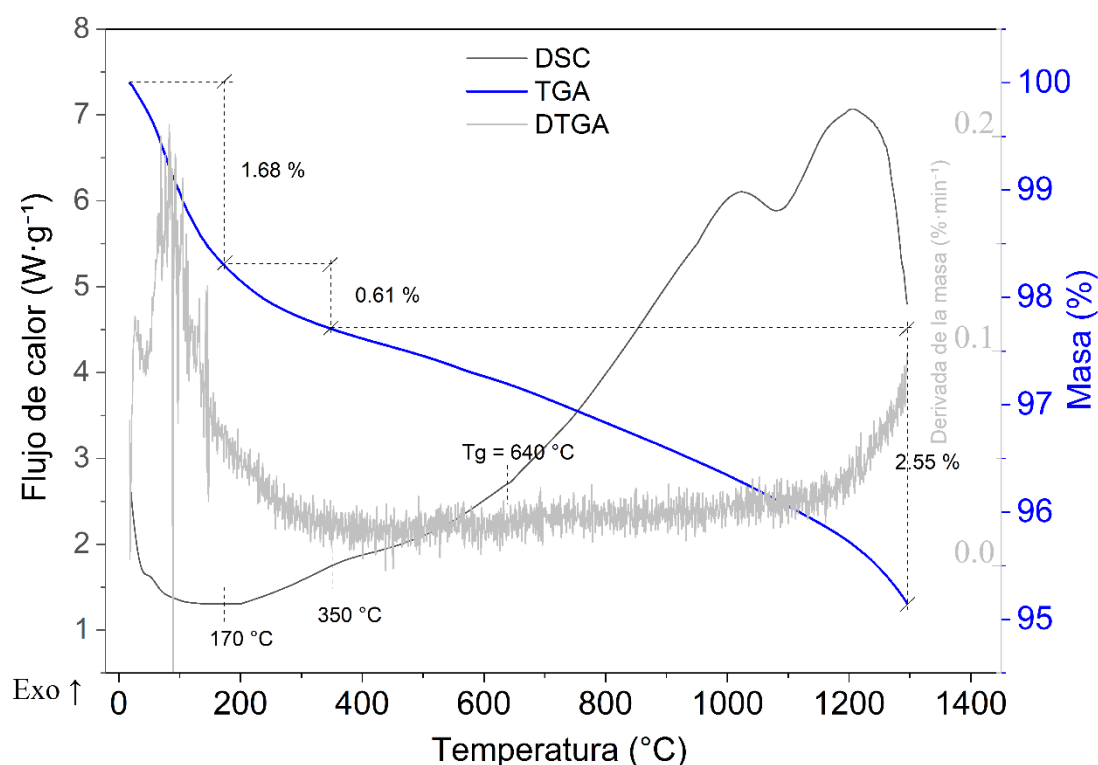


Figura 3.30. Curvas TGA/DSC y DTGA del polvo de obsidiana VP durante el calentamiento. DTGA corresponde a la derivada de la curva termogravimétrica. Se indican los principales eventos térmicos, la transición vítrea (T_g) y los intervalos de pérdida de masa.

La curva DSC de la obsidiana VP mostró un cambio ligero en la línea base alrededor de 640 °C, identificado como la transición vítrea (T_g) (Figura

3.30). Este valor es muy próximo al observado en la obsidiana V y también se encuentra por debajo de los valores documentados para las obsidias de Armenia y del norte de California [87,148]. La cercanía entre las temperaturas de transición vítrea de V y VP puede relacionarse con la composición química mayoritaria semejante de ambas matrices vítreas (Tabla 3.10, Sección 3.2.2), donde predominan SiO_2 , Al_2O_3 y óxidos alcalinos.

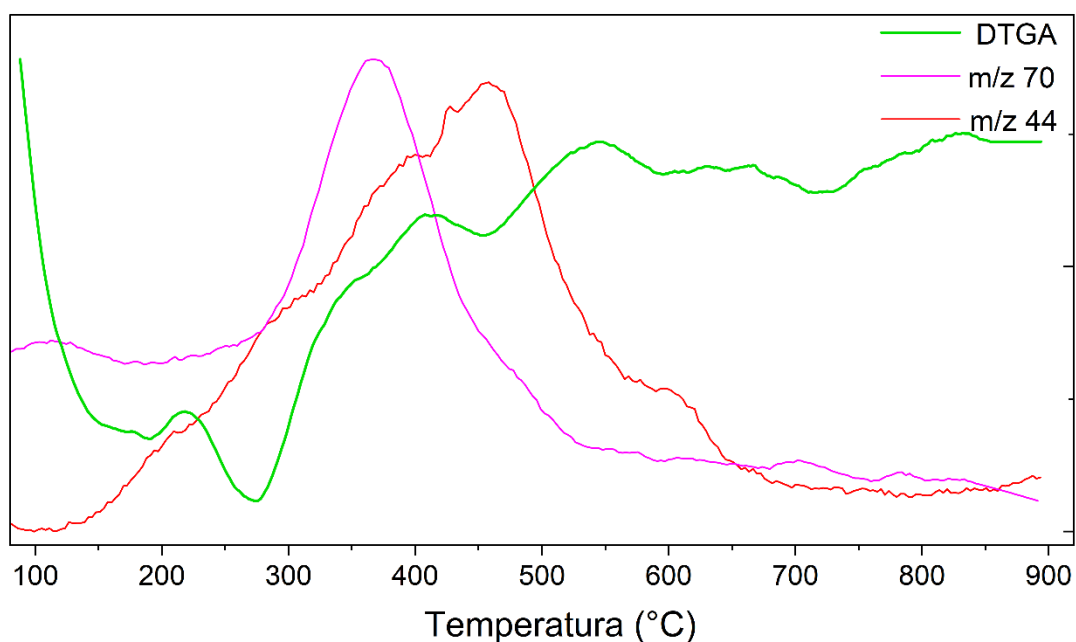


Figura 3.31 Curva DTGA y señales de espectrometría de masas correspondientes a m/z 44 y m/z 70 durante el calentamiento de la obsidiana VP. Las señales se presentan en escala relativa para facilitar la comparación de los intervalos térmicos asociados con la pérdida de masa y la evolución de especies gaseosas detectadas por MS.

Las pérdidas de masa registradas a temperaturas más altas se asociaron con grupos OH fuertemente ligados a la red vítrea [162,167,168]. Al excluir la pérdida inicial atribuida al agua físicamente adsorbida o débilmente retenida, la obsidiana VP presentó una pérdida menor que la V, con valores aproximados de 3.0 % y 5.5 %, respectivamente. Aunque ambas obsidias presentan transiciones vítreas cercanas, difieren en la cantidad de especies volátiles liberadas durante el calentamiento. El análisis TGA-MS detectó señales del mismo tipo en ambas variedades; por tanto, la diferencia principal entre V y VP no radica en la naturaleza de las especies identificadas, sino en la magnitud de la pérdida de masa registrada durante el calentamiento.

3.2.4 Evolución de la obsidiana V durante los tratamientos térmicos

3.2.4.1 Evolución física macroscópica de la obsidiana V de tamaño M

En la Tabla 3.12 se presentan los resultados obtenidos para las muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos durante 10 min de permanencia a la temperatura objetivo.

Tabla 3.12

Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño M durante 10 min de mantenimiento

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final (g·cm ⁻³)	Porosidad total final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/I
V _{M,1} , 850,10	2.351	0.73	2.31	2.6	2	0.04	1.07
V _{M,2} , 850,10	2.331	1.57	2.23	5.9	5	0.04	1.12
V _{M,3} , 850,10	2.332	1.53	2.09	11.5	11	0.08	1.10
V _{M,4} , 850,10	2.327	1.75	2.24	5.4	4	0.03	1.07
V _{M,1} , 900,10	2.331	1.58	1.98	16.5	18	0.04	1.14
V _{M,2} , 900,10	2.338	1.26	1.97	16.9	19	0.04	1.04
V _{M,3} , 900,10	2.306	2.62	0.91	61.6	154	0.08	1.01
V _{M,4} , 900,10	2.323	1.90	1.76	25.6	32	0.04	1.07
V _{M,1} , 950,10	2.346	0.92	1.12	52.7	109	0.11	1.28
V _{M,2} , 950,10	2.344	1.00	0.58	75.5	304	0.16	1.22
V _{M,3} , 950,10	2.352	0.69	0.91	61.5	158	0.12	1.21
V _{M,4} , 950,10	2.314	2.30	0.37	84.5	529	0.23	1.78
V _{M,1} , 1000,10	2.346	0.90	0.55	76.8	327	0.16	1.08
V _{M,2} , 1000,10	2.326	1.76	0.49	79.2	372	0.20	1.46
V _{M,3} , 1000,10	2.346	0.92	0.54	77.4	338	0.20	1.16
V _{M,4} , 1000,10	2.314	2.28	0.38	83.8	505	0.24	1.66
V _{M,1} , 1050,10	2.318	2.11	0.51	78.6	358	0.27	1.64
V _{M,2} , 1050,10	2.355	0.54	0.61	74.1	285	0.15	1.49
V _{M,3} , 1050,10	2.310	2.44	0.48	79.9	386	0.35	1.81
V _{M,4} , 1050,10	2.296	3.03	0.36	84.8	537	0.43	1.75
V _{M,1} , 1100,10	2.344	1.01	0.52	78.2	353	0.23	1.22
V _{M,2} , 1100,10	2.340	1.18	0.47	80.0	394	0.26	1.21
V _{M,3} , 1100,10	2.343	1.03	0.52	78.2	355	0.27	1.42
V _{M,4} , 1100,10	2.328	1.71	0.40	83.3	488	0.25	1.88
V _{M,1} , 1150,10	2.334	1.42	0.52	77.9	346	NA	1.67
V _{M,2} , 1150,10	2.328	1.68	0.53	77.5	336	NA	1.73
V _{M,3} , 1150,10	2.327	1.72	0.51	78.5	358	NA	2.00
V _{M,4} , 1150,10	2.317	2.17	0.39	83.4	491	NA	2.63
V _{M,1} , 1200,10	2.348	0.84	0.51	78.6	363	NA	1.71
V _{M,2} , 1200,10	2.326	1.75	0.45	80.8	413	NA	2.54
V _{M,3} , 1200,10	2.327	1.71	0.48	79.8	386	NA	2.33
V _{M,4} , 1200,10	2.314	2.28	0.36	84.8	542	NA	2.91

Nota. V = obsidiana verde; M = tamaño de muestra; el número consecutivo identifica la probeta; los dos últimos valores indican temperatura máxima y tiempo de permanencia. L/I = relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. Rampa: 10 °C/min. NA = no determinado.

En la Tabla 3.13 se presentan los valores de densidad inicial, porosidad inicial total, densidad final, porosidad total final, expansión volumétrica, pérdida por ignición y relación L/I obtenidos para las muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas durante 30 min de permanencia a la temperatura máxima.

Tabla 3.13

Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño M durante 30 min de mantenimiento

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final total (g·cm ⁻³)	Porosidad final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/I
V _{M,1} , 850,30	2.355	0.53	2.26	4.4	4	0.08	1.05
V _{M,2} , 850,30	2.353	0.62	2.24	5.2	5	0.04	1.00
V _{M,3} , 850,30	2.322	1.94	1.74	26.3	33	0.08	1.12
V _{M,4} , 850,30	2.318	2.10	2.12	10.3	9	0.03	1.11
V _{M,1} , 900,30	2.318	2.11	0.85	64.0	172	0.11	1.05
V _{M,2} , 900,30	2.343	1.04	1.64	30.7	43	0.04	1.08
V _{M,3} , 900,30	2.346	0.94	1.45	38.6	61	0.04	1.07
V _{M,4} , 900,30	2.320	2.03	0.64	72.9	262	0.12	1.48
V _{M,1} , 950,30	2.334	1.43	0.57	75.8	307	0.22	1.24
V _{M,2} , 950,30	2.323	1.92	0.49	79.3	374	0.25	1.31
V _{M,3} , 950,30	2.310	2.45	0.48	79.9	385	0.23	1.40
V _{M,4} , 950,30	2.313	2.32	0.39	83.7	497	0.27	1.58
V _{M,1} , 1000,30	2.343	1.06	0.61	74.1	282	0.14	1.57
V _{M,2} , 1000,30	2.349	0.81	0.49	79.2	376	0.20	1.46
V _{M,3} , 1000,30	2.326	1.78	0.52	78.0	346	0.20	1.19
V _{M,4} , 1000,30	2.317	2.16	0.42	82.3	452	0.23	2.02
V _{M,1} , 1050,30	2.333	1.48	0.52	77.9	346	0.19	1.60
V _{M,2} , 1050,30	2.325	1.82	0.50	79.0	369	0.24	1.49
V _{M,3} , 1050,30	2.321	1.97	0.51	78.6	357	0.24	1.67
V _{M,4} , 1050,30	2.312	2.38	0.42	82.4	456	0.25	1.99
V _{M,1} , 1100,30	2.330	1.61	0.53	77.8	342	0.19	1.37
V _{M,2} , 1100,30	2.327	1.74	0.52	78.1	348	0.18	1.93
V _{M,3} , 1100,30	2.347	0.87	0.52	77.9	349	0.27	1.34
V _{M,4} , 1100,30	2.317	2.13	0.45	81.1	419	0.26	2.35
V _{M,1} , 1150,30	2.339	1.24	0.52	78.1	352	NA	2.19
V _{M,2} , 1150,30	2.330	1.61	0.51	78.4	356	NA	2.33
V _{M,3} , 1150,30	2.343	1.04	0.52	78.2	354	NA	1.87
V _{M,4} , 1150,30	2.295	3.08	0.40	83.1	473	NA	1.81
V _{M,1} , 1200,30	2.325	1.83	0.52	78.0	346	NA	2.13
V _{M,2} , 1200,30	2.317	2.17	0.45	81.2	420	NA	2.03
V _{M,3} , 1200,30	2.319	2.07	0.48	79.8	385	NA	2.15
V _{M,4} , 1200,30	2.306	2.62	0.51	78.5	353	NA	2.77

Nota. V = obsidiana verde; M = tamaño de muestra; el número consecutivo identifica la probeta; los dos últimos valores indican temperatura máxima y tiempo de permanencia. L/I = relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. Rampa: 10 °C/min. NA = no determinado.

La Figura 3.33 muestra la evolución macroscópica de las muestras de obsidiana V de tamaño M después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 30 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Se observa un aumento progresivo de las dimensiones conforme incrementa la temperatura. Las muestras conservan una geometría prismática hasta aproximadamente 1100 °C; a 1150 y 1200 °C se aprecia una pérdida de regularidad geométrica, con bordes más redondeados. Además, se observa un crecimiento preferencial en dirección perpendicular a las bandas de tonalidades presentes en la obsidiana.

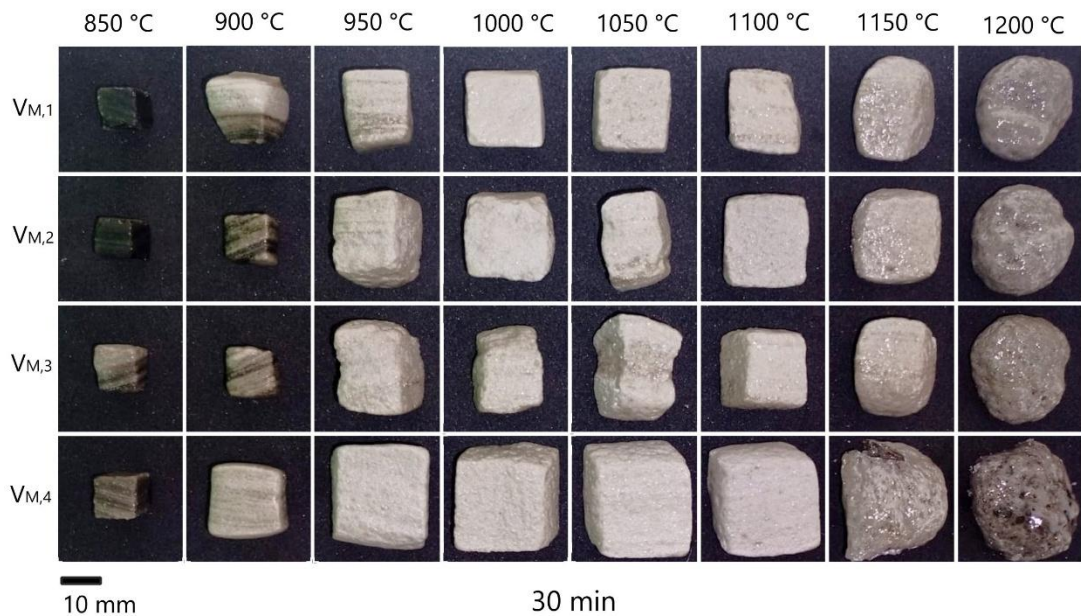


Figura 3.33. Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 30 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

En la Tabla 3.14 se presentan los valores de densidad inicial, porosidad inicial total, densidad final, porosidad total final, expansión volumétrica, pérdida por ignición y relación L/l obtenidos para las muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Tabla 3.14

Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño M durante 60 min de mantenimiento

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final total (g·cm ⁻³)	Porosidad final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/l
V _{M,1} , 850,60	2.345	0.96	2.20	7.0	7	0.04	1.00
V _{M,2} , 850,60	2.343	1.06	2.18	7.7	7	0.04	1.00
V _{M,3} , 850,60	2.337	1.31	1.75	26.0	33	0.04	1.20
V _{M,4} , 850,60	2.319	2.08	2.06	13.2	13	0.03	1.08
V _{M,1} , 900,60	2.341	1.13	1.40	40.9	67	0.03	1.17
V _{M,2} , 900,60	2.335	1.39	0.64	72.8	262	0.20	1.42
V _{M,3} , 900,60	2.347	0.87	0.92	61.2	156	0.13	1.39
V _{M,4} , 900,60	2.331	1.58	0.58	75.3	299	0.15	1.23
V _{M,1} , 950,60	2.344	1.02	0.54	77.3	336	0.14	1.33
V _{M,2} , 950,60	2.353	0.65	0.53	77.5	342	0.13	1.27
V _{M,3} , 950,60	2.332	1.53	0.52	77.9	346	0.19	1.44
V _{M,4} , 950,60	2.314	2.28	0.45	80.8	409	0.23	1.36
V _{M,1} , 1000,60	2.335	1.39	0.52	78.2	351	0.20	1.58
V _{M,2} , 1000,60	2.335	1.39	0.50	78.7	364	0.22	1.29
V _{M,3} , 1000,60	2.339	1.22	0.60	74.8	292	0.16	1.49
V _{M,4} , 1000,60	2.320	2.01	0.42	82.4	456	0.24	1.68
V _{M,1} , 1050,60	2.346	0.91	0.51	78.3	356	0.19	1.25
V _{M,2} , 1050,60	2.333	1.46	0.51	78.3	354	0.26	1.56
V _{M,3} , 1050,60	2.334	1.45	0.52	78.1	350	0.23	1.50
V _{M,4} , 1050,60	2.319	2.08	0.40	82.9	473	0.28	2.23
V _{M,1} , 1100,60	2.355	0.57	0.57	76.0	314	0.21	1.77
V _{M,2} , 1100,60	2.351	0.73	0.54	77.0	332	0.26	1.40
V _{M,3} , 1100,60	2.336	1.33	0.52	78.2	353	0.23	1.93
V _{M,4} , 1100,60	2.322	1.94	0.40	83.1	482	0.32	2.45
V _{M,1} , 1150,60	2.347	0.88	0.51	78.5	362	NA	2.23
V _{M,2} , 1150,60	2.347	0.89	0.52	78.2	354	NA	1.51
V _{M,3} , 1150,60	2.339	1.20	0.49	79.4	381	NA	2.28
V _{M,4} , 1150,60	2.308	2.51	0.43	81.6	431	NA	2.6
V _{M,1} , 1200,60	2.332	1.50	0.50	79.1	371	NA	2.54
V _{M,2} , 1200,60	2.323	1.88	0.49	79.4	377	NA	2.63
V _{M,3} , 1200,60	2.336	1.36	0.47	80.2	397	NA	2.65
V _{M,4} , 1200,60	2.324	1.86	0.45	81.1	419	NA	2.8

Nota. V = obsidiana verde; M = tamaño de muestra; el número consecutivo identifica la probeta; los dos últimos valores indican temperatura máxima y tiempo de permanencia. L/l = relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. Rampa: 10 °C/min. NA = no determinado.

La Figura 3.34 muestra la evolución macroscópica de las muestras de obsidiana V de tamaño M después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Se observa un aumento progresivo de las dimensiones conforme incrementa la temperatura. Las muestras conservan una geometría prismática hasta aproximadamente 1100 °C; a 1150 y 1200 °C se aprecia una pérdida de regularidad geométrica, con bordes más redondeados. Además, se observa un crecimiento preferencial en dirección perpendicular a las bandas de tonalidad presentes en la obsidiana.

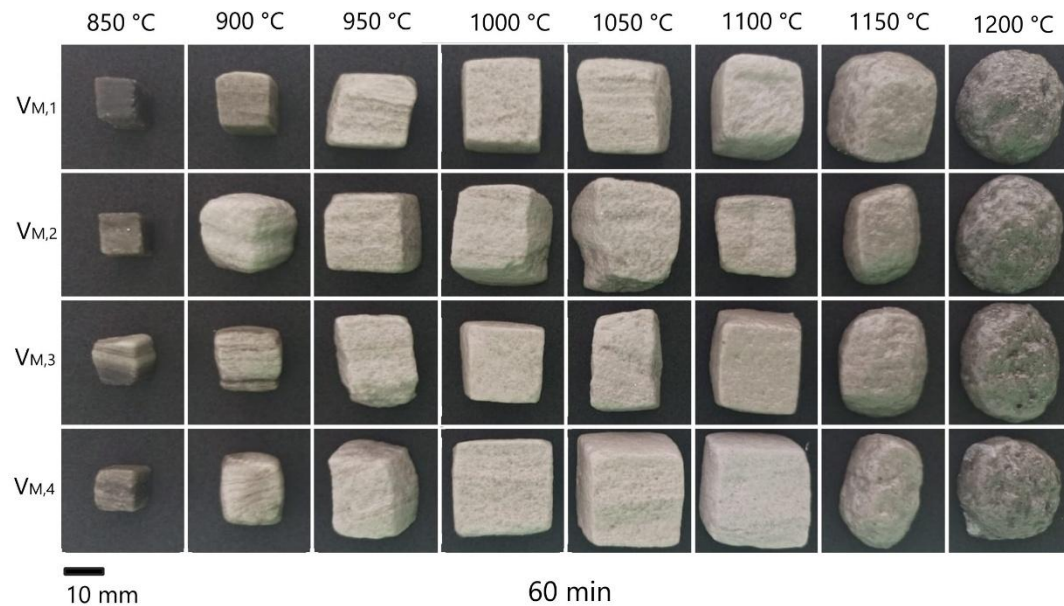


Figura 3.34. Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.15 y la Figura 3.35 resumen la evolución de la densidad aparente final en las muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Tabla 3.15

Densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento

Temperatura	10 min (g·cm ⁻³)		30 min (g·cm ⁻³)		60 min (g·cm ⁻³)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	2.20	[2.10, 2.30]	2.10	[1.70, 2.30]	2.00	[1.80, 2.20]
900 °C	1.70	[0.91, 2.00]	1.10	[0.64, 1.60]	0.89	[0.58, 1.40]
950 °C	0.75	[0.37, 1.10]	0.48	[0.39, 0.57]	0.51	[0.45, 0.54]
1000 °C	0.49	[0.38, 0.55]	0.51	[0.42, 0.61]	0.51	[0.42, 0.60]
1050 °C	0.49	[0.36, 0.61]	0.49	[0.42, 0.52]	0.49	[0.40, 0.52]
1100 °C	0.48	[0.40, 0.52]	0.51	[0.45, 0.53]	0.51	[0.40, 0.57]
1150 °C	0.49	[0.39, 0.53]	0.49	[0.40, 0.52]	0.49	[0.43, 0.52]
1200 °C	0.45	[0.36, 0.51]	0.49	[0.45, 0.52]	0.48	[0.45, 0.50]

Nota. Los valores corresponden a la densidad aparente final, expresada en g·cm⁻³. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos fueron estimados mediante percentiles.

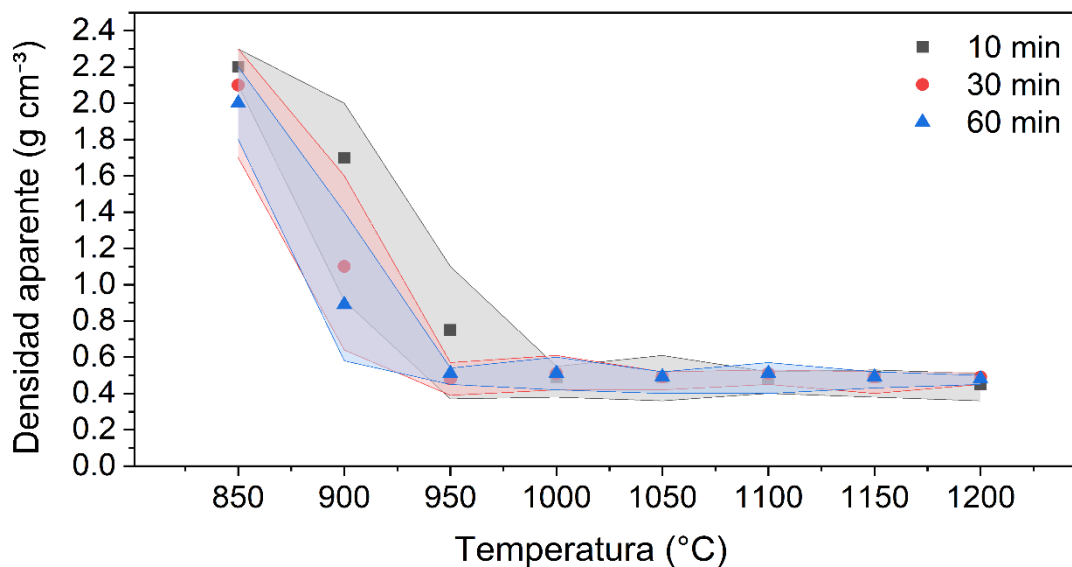


Figura 3.35. Densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.16 y la Figura 3.36 resumen la evolución de la porosidad total final en las muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Tabla 3.16

Porosidad total final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento

Temperatura	10 min (%)		30 min (%)		60 min (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	6.35	[2.6, 11.5]	11.6	[4.2, 26.3]	13.5	[7.0, 26.0]
900 °C	30.2	[16.5, 61.6]	51.6	[30.7, 72.9]	62.6	[40.9, 75.3]
950 °C	68.6	[52.7, 84.5]	79.7	[75.8, 83.7]	78.4	[77.3, 80.8]
1000 °C	79.3	[76.8, 83.8]	78.4	[74.1, 82.3]	78.5	[74.8, 82.4]
1050 °C	79.4	[74.1, 84.8]	79.5	[77.9, 82.4]	79.4	[78.1, 82.9]
1100 °C	79.9	[78.2, 83.3]	79.5	[77.9, 82.4]	78.6	[76.0, 83.1]
1150 °C	79.3	[77.5, 83.4]	79.5	[78.1, 83.1]	79.4	[78.2, 81.6]
1200 °C	81.0	[78.6, 84.8]	79.4	[78.0, 81.2]	80.0	[79.1, 81.1]

Nota. Los valores corresponden a la porosidad total final, expresada en porcentaje. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al 95 %, estimados mediante percentiles.

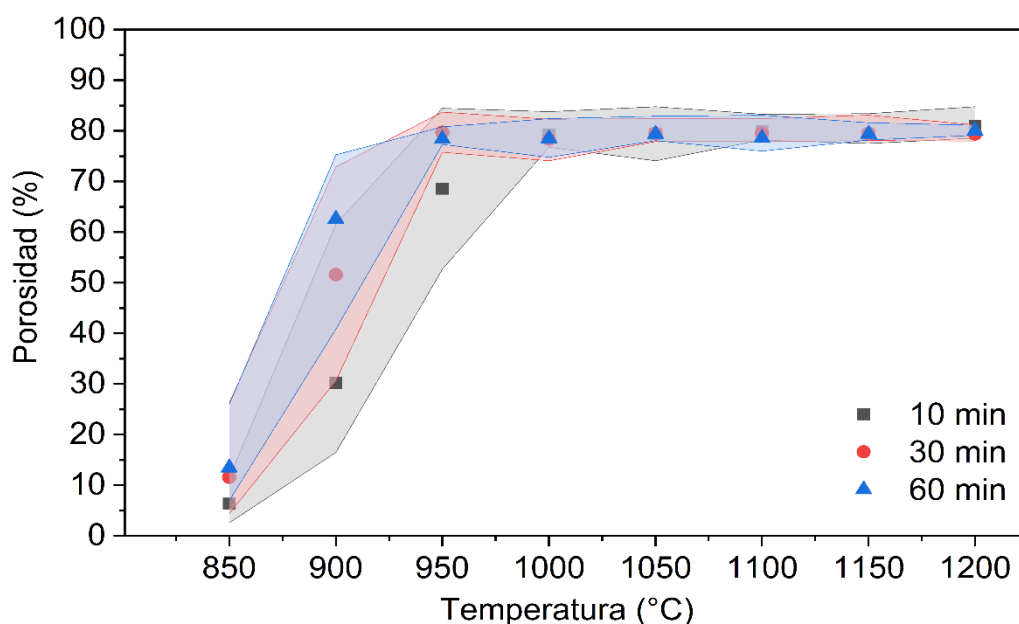


Figura 3.36. Porosidad total final de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.17 y la Figura 3.37 muestran la pérdida por ignición de las muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1100 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Tabla 3.17

Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento

Muestra	10 min (%)		30 min (%)		60 min (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	0.05	[0.03, 0.08]	0.06	[0.03, 0.08]	0.04	[0.03, 0.04]
900 °C	0.05	[0.04, 0.08]	0.08	[0.04, 0.12]	0.13	[0.03, 0.20]
950 °C	0.16	[0.11, 0.23]	0.24	[0.22, 0.27]	0.17	[0.13, 0.23]
1000 °C	0.20	[0.16, 0.24]	0.19	[0.14, 0.23]	0.21	[0.16, 0.24]
1050 °C	0.30	[0.15, 0.43]	0.23	[0.19, 0.25]	0.24	[0.19, 0.28]
1100 °C	0.25	[0.23, 0.27]	0.23	[0.18, 0.27]	0.26	[0.21, 0.32]

Nota. Los valores corresponden a pérdida por ignición, expresada en porcentaje. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al 95 %, estimados mediante percentiles.

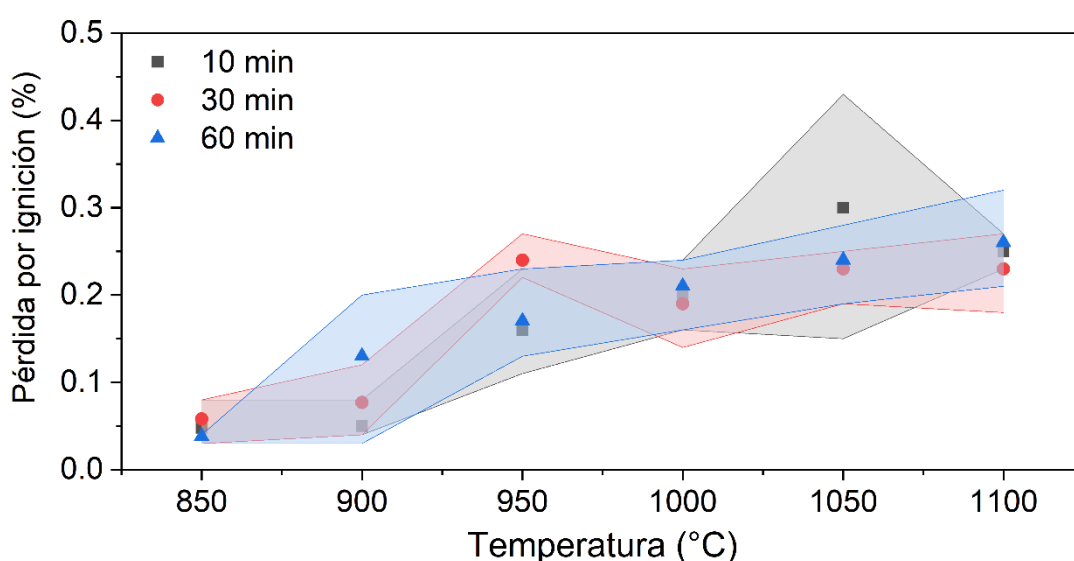


Figura 3.37. Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.18 y la Figura 3.38 muestran la expansión volumétrica de las muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Tabla 3.18

Expansión volumétrica de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento

Muestra	10 min (%)		30 min (%)		60 min (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	6	[2, 11]	13	[4, 33]	15	[7, 33]
900 °C	56	[18, 154]	135	[43, 262]	196	[67, 299]
950 °C	275	[109, 529]	391	[307, 497]	358	[336, 409]
1000 °C	386	[327, 505]	364	[282, 452]	366	[292, 456]
1050 °C	392	[285, 537]	382	[346, 456]	383	[350, 473]
1100 °C	398	[353, 488]	365	[342, 419]	370	[314, 482]
1150 °C	383	[336, 491]	384	[352, 473]	382	[354, 431]
1200 °C	426	[363, 542]	376	[346, 420]	391	[371, 419]

Nota. Los valores corresponden a la expansión volumétrica, expresada en porcentaje. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al 95 %, estimados mediante percentiles.

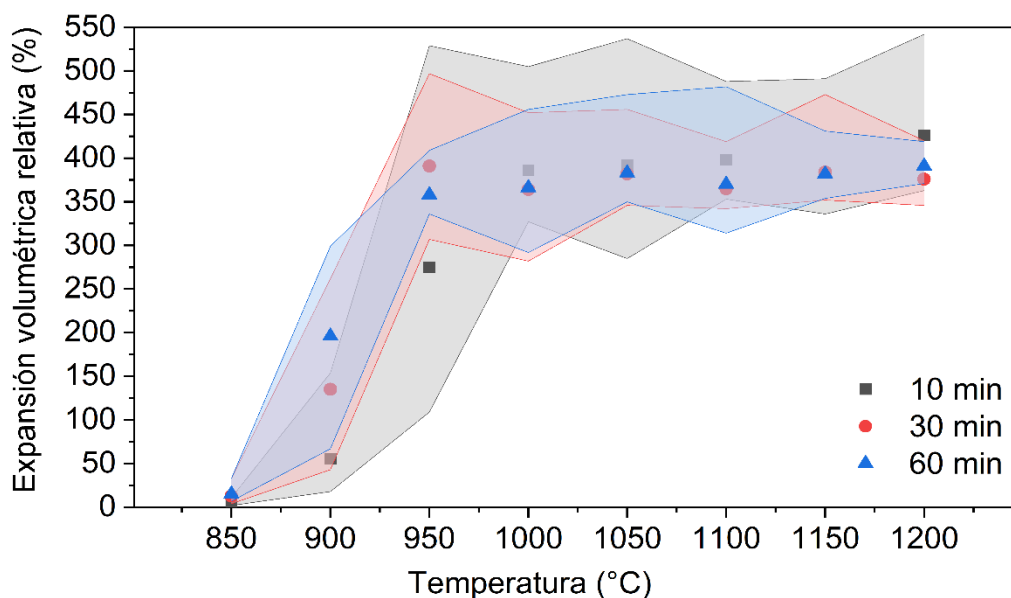


Figura 3.38. Expansión volumétrica relativa de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.19 y la Figura 3.39 muestran la relación de aspecto (L/l) de las muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Tabla 3.19 Relación de aspecto (L/l) de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos con diferentes tiempos de mantenimiento

Temperatura	10 min		30 min		60 min	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	1.1	[1.0,1.1]	1.1	[1.0,1.1]	1.1	[1.0,1.2]
900 °C	1.1	[1.0,1.2]	1.2	[1.1,1.5]	1.3	[1.2,1.4]
950 °C	1.3	[1.2,1.4]	1.4	[1.2,1.6]	1.4	[1.3,1.4]
1000 °C	1.3	[1.1,1.7]	1.6	[1.2,2.0]	1.5	[1.3,1.7]
1050 °C	1.8	[1.5,2.2]	1.7	[1.5,2.0]	1.6	[1.3,2.2]
1100 °C	1.6	[1.2,2.5]	1.7	[1.3,2.4]	1.9	[1.4,2.5]
1150 °C	2	[1.7,2.6]	2.1	[1.8,2.3]	2.2	[1.5,2.6]
1200 °C	2.3	[1.7,2.8]	2.3	[2.0, 2.8]	2.7	[2.5,2.8]

Nota. La relación de aspecto (L/l) corresponde al cociente entre la dimensión mayor y la dimensión menor de la muestra después del tratamiento térmico; por tanto, es un parámetro adimensional. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al 95 %, estimados mediante percentiles.

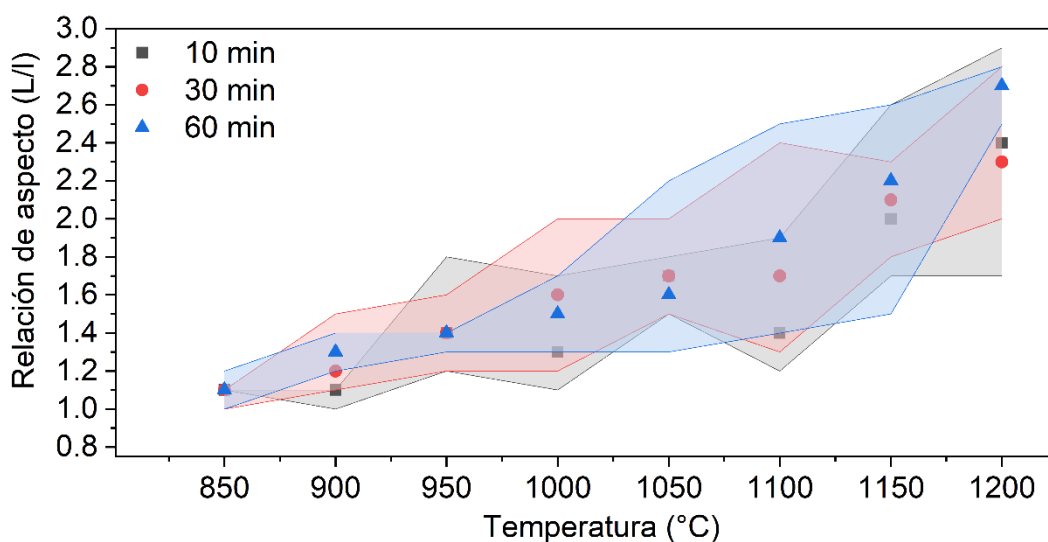


Figura 3.39. Relación de aspecto (L/l) de muestras de obsidiana V de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

• Análisis de correlación de Spearman

Dado que no se asumió normalidad en los datos, se utilizó el coeficiente de correlación de Spearman para evaluar asociaciones monótonas entre las variables registradas durante los tratamientos térmicos. El análisis se realizó por separado para los tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min, con el propósito de identificar la relación entre temperatura, densidad inicial, porosidad inicial, densidad final, porosidad total final, expansión volumétrica, pérdida por ignición y relación de aspecto L/I.

Las Tablas 3.20, 3.21 y 3.22 muestran las matrices de correlación correspondientes a los tratamientos con 10, 30 y 60 min de mantenimiento, respectivamente. Las correlaciones entre variables calculadas a partir de una misma magnitud, como densidad final, porosidad total final y expansión volumétrica, se omitieron para evitar interpretaciones redundantes.

Tabla 3.20

Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C durante 10 min de mantenimiento

Parámetro	Temp.	Densidad inicial	Porosidad inicial total	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición	Relación L/I
Temp.	-	-	-	-0.73	0.72	0.73	0.88	0.82
Densidad inicial	-	-	-	0.53	-0.53	-0.51	-0.28	-0.39
Porosidad inicial total	-	-	-	-0.52	0.52	0.50	0.28	0.37
Densidad final	-0.73	0.53	-0.52	-	-	-	-0.92	-0.83
Porosidad total final	0.72	-0.53	0.52	-	-	-	0.92	0.82
Expansión	0.73	-0.51	0.50	-	-	-	0.92	0.83
Pérdida por ignición	0.88	-0.28	0.28	-0.92	0.92	0.92	-	0.81
Relación L/I	0.82	-0.39	0.37	-0.83	0.82	0.83	0.81	-

Nota. Temp.: temperatura. Los valores corresponden al coeficiente de correlación de Spearman. Los guiones indican correlaciones omitidas por redundancia entre variables derivadas o por duplicidad en la matriz. Para pérdida por ignición, las correlaciones se calcularon solo con los datos disponibles entre 850 y 1100 °C.

Tabla 3.21

Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C durante 30 min de mantenimiento

Parámetro	Temp.	Densidad inicial	Porosidad inicial total	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición	Relación L/I
Temp.	-	-	-	-0.57	0.57	0.57	0.67	0.85
Densidad inicial	-	-	-	0.62	-0.62	-0.59	-0.40	-0.43
Porosidad inicial total	-	-	-	-0.62	0.62	0.58	0.41	0.43
Densidad final	-0.57	0.62	-0.62	-	-	-	-0.88	-0.67
Porosidad total final	0.57	-0.62	0.62	-	-	-	0.87	0.68
Expansión	0.57	-0.59	0.58	-	-	-	0.89	0.67
Pérdida por ignición	0.67	-0.40	0.41	-0.88	0.87	0.89	-	0.66
Relación L/I	0.85	-0.43	0.43	-0.67	0.68	0.67	0.66	-

Nota. Temp.: temperatura. Los valores corresponden al coeficiente de correlación de Spearman. Los guiones indican correlaciones omitidas por redundancia entre variables derivadas o por duplicidad en la matriz. Para pérdida por ignición, las correlaciones se calcularon solo con los datos disponibles entre 850 y 1100 °C.

Tabla 3.22

Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento

Parámetro	Temp.	Densidad inicial	Porosidad inicial total	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición	Relación L/I
Temp.	-	-	-	-0.71	0.73	0.73	0.83	0.89
Densidad inicial	-	-	-	0.54	-0.52	-0.51	-0.37	-0.32
Porosidad inicial total	-	-	-	-0.54	0.53	0.51	0.37	0.32
Densidad final	-0.71	0.54	-0.54	-	-	-	-0.84	-0.76
Porosidad total final	0.73	-0.52	0.53	-	-	-	0.83	0.77
Expansión	0.73	-0.51	0.51	-	-	-	0.83	0.77
Pérdida por ignición	0.83	-0.37	0.37	-0.84	0.83	0.83	-	0.82
Relación L/I	0.89	-0.32	0.32	-0.76	0.77	0.77	0.82	-

Nota. Temp.: temperatura. Los valores corresponden al coeficiente de correlación de Spearman. Los guiones indican correlaciones omitidas por redundancia entre variables derivadas o por duplicidad en la matriz. Para pérdida por ignición, las correlaciones se calcularon solo con los datos disponibles entre 850 y 1100 °C.

Para evaluar la influencia de la porosidad inicial durante la etapa de mayor expansión de la obsidiana V, se realizó un análisis adicional de correlación de Spearman considerando solo el intervalo de 950 a 1200 °C. Se excluyeron las temperaturas de menor expansión y el análisis se efectuó para 10, 30 y 60 min de mantenimiento. Los resultados se presentan en la Tabla 3.23.

Tabla 3.23

Correlación de Spearman entre la porosidad inicial total y las variables finales de la obsidiana V de tamaño M tratada entre 950 y 1200 °C

Parámetro	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición
Porosidad inicial total (10 min)	-0.85	0.84	0.82	0.81
Porosidad inicial total (30 min)	-0.74	0.75	0.67	0.48
Porosidad inicial total (60 min)	-0.77	0.75	0.73	0.57

Nota. Los valores corresponden al coeficiente de correlación de Spearman calculado entre la porosidad inicial total y cada variable final. Para la pérdida por ignición, las correlaciones se calcularon solo con los datos disponibles entre 950 y 1100 °C.

- **Análisis estadístico de la densidad aparente final, pérdida por ignición y relación de aspecto (L/I)**

Para evaluar el efecto del tiempo de mantenimiento sobre las variables físicas de la obsidiana V de tamaño M, se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal-Wallis, comparando los tiempos de 10, 30 y 60 min para cada temperatura de tratamiento. La Tabla 3.24 muestra los resultados correspondientes a la densidad aparente final.

Tabla 3.24

Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas con diferentes tiempos de mantenimiento

	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C	2.33	0.31	No existe diferencia
900 °C	4.64	0.10	No existe diferencia
950 °C	2.00	0.37	No existe diferencia
1000 °C	0.07	0.97	No existe diferencia
1050 °C	0.09	0.96	No existe diferencia
1100 °C	1.53	0.47	No existe diferencia
1150 °C	0.39	0.82	No existe diferencia
1200 °C	1.22	0.54	No existe diferencia

Nota. Los valores corresponden a la prueba de Kruskal-Wallis aplicada con un nivel de significancia de 0.05. En todas las temperaturas evaluadas, $p > 0.05$; por lo tanto, no se identificaron diferencias estadísticamente significativas entre los tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Para evaluar el efecto de la temperatura sobre la densidad aparente final, se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal-Wallis dentro de cada tiempo de mantenimiento. El análisis se realizó para los intervalos de temperatura indicados en la Tabla 3.25, considerando por separado los tratamientos de 10, 30 y 60 min. La tabla muestra los valores de chi cuadrada (χ^2), el valor p y la conclusión estadística correspondiente.

Tabla 3.25

Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas en distintos intervalos de temperatura

	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C-1200 °C (10 min)	19.99	0.006	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (10 min)	12.75	0.047	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (10 min)	4.29	0.51	No existe diferencia
850 °C-1200 °C (30 min)	19.02	0.008	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (30 min)	11.41	0.077	No existe diferencia
850 °C-1200 °C (60 min)	19.95	0.006	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (60 min)	12.67	0.049	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (60 min)	4.12	0.53	No existe diferencia

Nota. Los valores corresponden a la prueba de Kruskal-Wallis aplicada con un nivel de significancia de 0.05. Se consideró diferencia estadísticamente significativa cuando $p < 0.05$.

No fue necesario realizar una prueba estadística independiente para la porosidad total final, debido a que esta variable se calculó a partir de la densidad real y la densidad aparente de las muestras. Al tratarse de una variable derivada de la densidad aparente, las diferencias estadísticas siguen la misma tendencia que las observadas para la densidad.

De manera análoga, se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal-Wallis para evaluar si existen diferencias estadísticamente significativas en la pérdida por ignición entre los tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min, para cada temperatura de tratamiento. La Tabla 3.26 muestra los valores de chi cuadrada (χ^2), el valor p y la conclusión estadística correspondiente.

Tabla 3.26

Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas con diferentes tiempos de mantenimiento.

	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C	0.92	0.63	No existe diferencia
900 °C	2.36	0.31	No existe diferencia
950 °C	5.19	0.075	No existe diferencia
1000 °C	0.38	0.83	No existe diferencia
1050 °C	1.58	0.45	No existe diferencia
1100 °C	0.62	0.73	No existe diferencia

Nota. Los valores corresponden a la prueba de Kruskal-Wallis aplicada con un nivel de significancia de 0.05. En todas las temperaturas evaluadas, $p > 0.05$; por lo tanto, no se identificaron diferencias estadísticamente significativas en la pérdida por ignición entre los tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Para evaluar el efecto de la temperatura sobre la relación de aspecto (L/I), se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal-Wallis dentro de cada tiempo de mantenimiento. El análisis se realizó para los intervalos de temperatura indicados en la Tabla 3.27, considerando por separado los tratamientos de 10, 30 y 60 min. La tabla muestra los valores de chi cuadrada (χ^2), el valor p y la conclusión estadística correspondiente.

Tabla 3.27

Prueba de Kruskal-Wallis aplicada a la relación de aspecto (L/I) de muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas en distintos intervalos de temperatura.

	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C-1200 °C (10 min)	24.29	0.001	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (10 min)	19.29	0.004	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (10 min)	12.95	0.024	Existe diferencia
1000 °C-1200 °C (10 min)	11.44	0.02	Existe diferencia
1050 °C-1200 °C (10 min)	0.47	0.79	No existe diferencia
850 °C-1200 °C (30 min)	22.92	0.002	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (30 min)	17.35	0.008	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (30 min)	12.38	0.03	Existe diferencia
1000 °C-1200 °C (30 min)	8.19	0.09	No existe diferencia
850 °C-1200 °C (60 min)	24.98	7.65×10^{-4}	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (60 min)	19.43	0.004	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (60 min)	15.77	0.008	Existe diferencia
1000 °C-1200 °C (60 min)	11.86	0.02	Existe diferencia
1050 °C-1200 °C (60 min)	9.58	0.02	Existe diferencia
1100 °C-1200 °C (60 min)	6.96	0.031	Existe diferencia
1150 °C y 1200 °C (60 min)	4.08	0.04	Existe diferencia

Nota. Los valores corresponden a la prueba de Kruskal-Wallis aplicada con un nivel de significancia de 0.05. Se consideró diferencia estadísticamente significativa cuando $p < 0.05$.

En las muestras V_M , los tratamientos térmicos produjeron cambios físicos asociados con la disminución de la densidad aparente, el incremento de la porosidad total y el aumento de la expansión volumétrica. La prueba de Kruskal-Wallis no mostró diferencias significativas entre las densidades obtenidas a una misma temperatura para los tres tiempos de mantenimiento evaluados, 10, 30 y 60 min (Tabla 3.24).

Dentro del intervalo de 950 a 1200 °C tampoco se observaron diferencias significativas en la densidad aparente para ninguno de los tiempos de mantenimiento (Tabla 3.25). Sin embargo, a 950 °C se registró una mayor dispersión en las muestras tratadas durante 10 min, con densidades entre 0.37 y 1.10 g·cm⁻³ (Figura 3.35). Para 30 y 60 min, los intervalos fueron más estrechos, de 0.39–0.57 g·cm⁻³ y 0.45–0.54 g·cm⁻³, respectivamente (Figura 3.35). Por encima de 1000 °C, la dispersión de los datos fue más homogénea, con densidades entre 0.36 y 0.61 g·cm⁻³ y un valor promedio de 0.49 g·cm⁻³.

La porosidad total final se ubicó entre 74.1 y 84.8 %, con un valor promedio de 79.4 % (Figura 3.36). Esta porosidad fue predominantemente cerrada, cercana al 99 %, sin diferencias significativas entre los tres tiempos de mantenimiento a partir de 950 °C (Tabla 3.25). En el mismo intervalo, la expansión volumétrica promedio fue cercana a 375 %, (Figura 3.38) mientras que la pérdida por ignición mostró una tendencia creciente con la temperatura (Figura 3.37). Las muestras V_M alcanzaron una región de estabilidad a partir de 950 °C, caracterizada por baja densidad aparente, alta porosidad total y expansión volumétrica elevada (Figuras 3.35, 3.36 y 3.38).

El análisis de correlación de Spearman mostró asociaciones claras (Tablas 3.20, 3.21 y 3.22), la densidad final presentó una correlación negativa alta con la pérdida por ignición, mientras que la porosidad inicial se relacionó negativamente con la densidad final y positivamente con la pérdida por ignición. La mayor expansión de las muestras con mayor porosidad inicial puede estar asociada a una mayor cantidad de especies volátiles disueltas en la matriz vítrea. Sin embargo, a su vez una mayor porosidad inicial puede implicar un mayor número de poros preexistentes que actúan como sitios preferenciales de nucleación o crecimiento de la porosidad [27,81].

En este caso, los gases liberados desde la matriz se distribuyen entre un mayor número de poros, reduciendo la presión efectiva por poro y limitando su crecimiento individual. Por ello, la porosidad inicial podría tener un efecto doble: favorecer la disponibilidad de gas para la expansión, pero también reducir la presión efectiva necesaria para el crecimiento de los poros. Esto cobra especial importancia al variar el tamaño de la muestra. El efecto del tamaño de muestra se analiza en el siguiente apartado, mediante la comparación entre las muestras V_C , V_M , V_G y V_D .

3.2.4.2 Efecto del tamaño de muestra en la expansión de la obsidiana V

Después de analizar las muestras de tamaño M, se evaluó el efecto del tamaño de muestra en la respuesta térmica de la obsidiana V. La Tabla 3.28 presenta los resultados obtenidos para las muestras de tamaño G tratadas entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento.

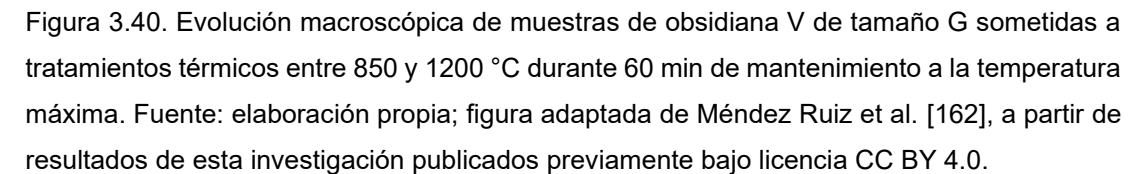
Tabla 3.28

Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño G durante 60 min de mantenimiento

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final (g·cm ⁻³)	Porosidad total final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/I
V _{G,1, 850,60}	2.271	4.08	2.17	8.4	5	0.01	1.10
V _{G,2, 850,60}	2.273	4.03	2.12	10.5	7	0.03	1.05
V _{G,3, 850,60}	2.321	1.99	2.23	5.9	4	0.01	1.10
V _{G,4, 850,60}	2.277	3.85	1.99	16.0	14	0.03	1.15
V _{G,1, 900,60}	2.329	1.64	2.03	14.2	15	0.02	1.10
V _{G,2, 900,60}	2.275	3.92	1.70	28.4	34	0.03	1.14
V _{G,3, 900,60}	2.292	3.22	1.81	23.7	27	0.03	1.14
V _{G,4, 900,60}	2.289	3.35	1.63	31.0	40	0.03	1.09
V _{G,1, 950,60}	2.289	3.35	0.93	60.9	147	0.07	1.15
V _{G,2, 950,60}	2.291	3.24	0.90	62.2	156	0.08	1.20
V _{G,3, 950,60}	2.255	4.75	0.90	62.2	152	0.08	1.19
V _{G,4, 950,60}	2.294	3.14	0.93	60.7	146	0.08	1.25
V _{G,1, 1000,60}	2.255	4.77	0.77	67.6	194	0.10	1.40
V _{G,2, 1000,60}	2.326	1.76	0.75	68.5	212	0.10	1.15
V _{G,3, 1000,60}	2.316	2.21	0.75	68.3	209	0.09	1.15
V _{G,4, 1000,60}	2.289	3.33	0.78	67.1	194	0.10	1.30
V _{G,1, 1050,60}	2.277	3.84	0.71	69.9	219	0.10	1.14
V _{G,2, 1050,60}	2.279	3.74	0.73	69.1	211	0.08	1.30
V _{G,3, 1050,60}	2.330	1.62	0.72	69.6	223	0.09	1.41
V _{G,4, 1050,60}	2.286	3.48	0.69	70.7	229	0.13	1.44
V _{G,1, 1100,60}	2.254	4.82	0.64	72.9	252	0.12	1.74
V _{G,2, 1100,60}	2.258	4.64	0.60	74.8	278	0.11	1.87
V _{G,3, 1100,60}	2.331	1.56	0.64	72.8	262	0.11	1.52
V _{G,4, 1100,60}	2.292	3.19	0.63	73.4	264	0.15	2.25
V _{G,1, 1150,60}	2.321	1.99	0.55	76.7	321	NA	3.06
V _{G,2, 1150,60}	2.336	1.35	0.55	76.8	325	NA	3.06
V _{G,3, 1150,60}	2.271	4.09	0.56	76.4	307	NA	3.44
V _{G,4, 1150,60}	2.307	2.55	0.57	75.9	305	NA	4.23
V _{G,1, 1200,60}	2.268	4.24	0.51	78.5	345	NA	5.67
V _{G,2, 1200,60}	2.250	4.96	0.51	78.5	341	NA	6.00
V _{G,3, 1200,60}	2.271	4.10	0.53	77.8	332	NA	5.17
V _{G,4, 1200,60}	2.297	3.01	0.54	77.1	323	NA	5.08

Nota. V: obsidiana verde; G: tamaño de muestra; el número consecutivo identifica la probeta; el tercer valor, la temperatura máxima; y el último, el tiempo de mantenimiento. L/I: relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. Rampa de calentamiento: 10 °C/min. NA: valor no determinado.

850 °C 900 °C 950 °C 1000 °C 1050 °C 1100 °C 1150 °C 1200 °C



La Tabla 3.29 resume la densidad, porosidad, expansión, pérdida por ignición y relación L/l de las muestras de obsidiana V de tamaño C tratadas entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento.

Tabla 3.29

Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño C durante 60 min de mantenimiento.

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final total (g·cm ⁻³)	Porosidad final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/l
V _{C,1} , 850,60	2.294	3.13	2.176	8.1	5	0.05	1.08
V _{C,2} , 850,60	2.224	6.08	2.034	14.1	9	0.06	1.18
V _{C,3} , 850,60	2.248	5.08	2.049	13.5	10	0.10	1.36
V _{C,4} , 850,60	2.285	3.49	2.058	13.1	11	0.06	1.18
V _{C,1} , 900,60	2.261	4.51	1.859	21.5	22	0.04	1.27
V _{C,2} , 900,60	2.248	5.05	1.624	31.4	38	0.08	1.36
V _{C,3} , 900,60	2.272	4.07	1.602	32.3	42	0.12	1.15
V _{C,4} , 900,60	2.286	3.45	1.750	26.1	31	0.10	1.00
V _{C,1} , 950,60	2.262	4.48	0.933	60.6	143	0.09	1.20
V _{C,2} , 950,60	2.290	3.27	1.020	56.9	125	0.07	1.31
V _{C,3} , 950,60	2.249	5.04	0.991	58.1	127	0.09	1.50
V _{C,4} , 950,60	2.291	3.23	1.011	57.3	127	0.09	1.42
V _{C,1} , 1000,60	2.232	5.74	0.861	63.6	159	0.09	1.43
V _{C,2} , 1000,60	2.283	3.60	0.859	63.7	166	0.08	1.29
V _{C,3} , 1000,60	2.227	5.95	0.799	66.3	179	0.18	1.57
V _{C,4} , 1000,60	2.266	4.28	0.866	63.4	162	0.23	1.50
V _{C,1} , 1050,60	2.286	3.45	0.851	64.0	169	0.07	1.29
V _{C,2} , 1050,60	2.313	2.32	0.855	63.9	171	0.04	1.43
V _{C,3} , 1050,60	2.299	2.91	0.839	64.6	174	0.13	1.43
V _{C,4} , 1050,60	2.280	3.71	0.824	65.2	177	0.23	1.43
V _{C,1} , 1100,60	2.283	3.59	0.802	66.1	185	0.20	1.43
V _{C,2} , 1100,60	2.324	1.84	0.821	65.3	183	0.16	1.36
V _{C,3} , 1100,60	2.268	4.21	0.783	66.9	190	0.12	1.33
V _{C,4} , 1100,60	2.282	3.62	0.778	67.1	193	0.25	1.43
V _{C,1} , 1150,60	2.266	4.30	0.742	68.7	205	NA	1.75
V _{C,2} , 1150,60	2.254	4.82	0.737	68.9	206	NA	1.86
V _{C,3} , 1150,30	2.251	4.93	0.732	69.1	208	NA	1.86
V _{C,4} , 1150,60	2.299	2.92	0.744	68.6	209	NA	1.57
V _{C,1} , 1200,60	2.296	3.03	0.724	69.4	217	NA	2.25
V _{C,2} , 1200,60	2.282	3.63	0.737	68.9	210	NA	2.17
V _{C,3} , 1200,60	2.271	4.07	0.697	70.6	226	NA	2.00
V _{C,4} , 1200,60	2.254	4.82	0.775	67.3	191	NA	1.67

Nota. V: obsidiana verde; C: tamaño de muestra; el número consecutivo identifica la probeta; el tercer valor, la temperatura máxima; y el último, el tiempo de mantenimiento. L/l: relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. Rampa de calentamiento: 10 °C/min. NA: valor no determinado.

La Tabla 3.30 resume la densidad final y la porosidad total final de las muestras de obsidiana V de tamaño D tratadas entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento. En estas muestras no se determinaron la densidad inicial, la porosidad inicial total, la expansión volumétrica, la pérdida por ignición ni la relación L/I, debido a que corresponden a material particulado.

Tabla 3.30

Resultados de los tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana V de tamaño D durante 60 min de mantenimiento.

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final total (g·cm ⁻³)	Porosidad final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/I
V _{D,1} , 850,60	NA	NA	1.55	34.50	NA	NA	NA
V _{D,2} , 850,60	NA	NA	1.57	33.65	NA	NA	NA
V _{D,3} , 850,60	NA	NA	1.41	40.40	NA	NA	NA
V _{D,1} , 900,60	NA	NA	1.98	16.50	NA	NA	NA
V _{D,2} , 900,60	NA	NA	1.93	18.39	NA	NA	NA
V _{D,3} , 900,60	NA	NA	1.93	18.52	NA	NA	NA
V _{D,1} , 950,60	NA	NA	2.22	6.15	NA	NA	NA
V _{D,2} , 950,60	NA	NA	2.22	6.07	NA	NA	NA
V _{D,3} , 950,60	NA	NA	2.22	6.31	NA	NA	NA
V _{D,1} , 1000,60	NA	NA	2.25	5.03	NA	NA	NA
V _{D,2} , 1000,60	NA	NA	2.27	4.03	NA	NA	NA
V _{D,3} , 1000,60	NA	NA	2.25	4.81	NA	NA	NA
V _{D,1} , 1050,60	NA	NA	2.26	4.52	NA	NA	NA
V _{D,2} , 1050,60	NA	NA	2.25	5.19	NA	NA	NA
V _{D,3} , 1050,60	NA	NA	2.26	4.74	NA	NA	NA
V _{D,1} , 1100,60	NA	NA	2.25	5.19	NA	NA	NA
V _{D,2} , 1100,60	NA	NA	2.26	4.64	NA	NA	NA
V _{D,3} , 1100,60	NA	NA	2.26	4.60	NA	NA	NA
V _{D,1} , 1150,60	NA	NA	2.24	5.41	NA	NA	NA
V _{D,2} , 1150,60	NA	NA	2.24	5.20	NA	NA	NA
V _{D,3} , 1150,60	NA	NA	2.24	5.46	NA	NA	NA
V _{D,1} , 1200,60	NA	NA	2.24	5.54	NA	NA	NA
V _{D,2} , 1200,60	NA	NA	2.22	6.11	NA	NA	NA
V _{D,3} , 1200,60	NA	NA	2.20	7.16	NA	NA	NA

Nota. V: obsidiana verde; D: tamaño de muestra; el número consecutivo identifica la muestra; el tercer valor, la temperatura máxima; y el último, el tiempo de mantenimiento. La rampa de calentamiento fue de 10 °C/min. NA: valor no determinado.

La Figura 3.42 muestra, mediante fotografías, los cambios físicos producidos en la obsidiana V de tamaño D después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Conforme aumenta la temperatura, las muestras presentan una pérdida progresiva de su forma, adquiriendo una morfología cada vez más esférica. A diferencia de las muestras de tamaño C, M y G, en las muestras D no se observa una expansión volumétrica. Por el contrario, el tratamiento térmico parece favorecer la pérdida de forma y una mayor compactación de la pieza.

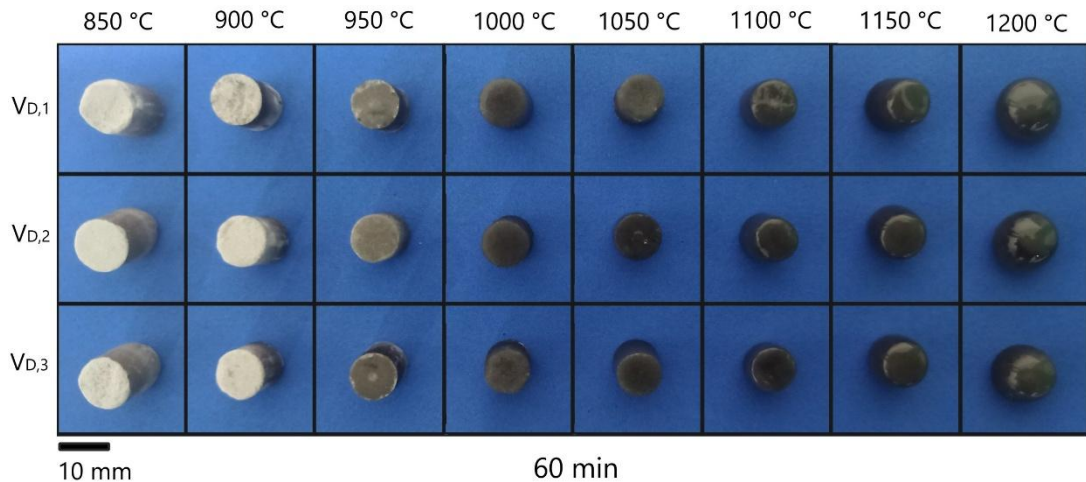


Figura 3.42. Evolución macroscópica de muestras de obsidiana V de tamaño D sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.31 y la Figura 3.43 resumen la densidad aparente de las muestras de obsidiana V de tamaños G, M, C y D después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Tabla 3.31

Densidad aparente de muestras de obsidiana V de diferentes tamaños sometidas a tratamientos térmicos durante 60 min de mantenimiento.

Temp.	V_G (g·cm ⁻³)		V_M (g·cm ⁻³)		V_C (g·cm ⁻³)		V_D (g·cm ⁻³)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	2.10	[2.00, 2.20]	2.00	[1.80, 2.20]	2.10	[2.00, 2.20]	1.5	[1.4, 1.6]
900 °C	1.80	[1.60, 2.00]	0.89	[0.58, 1.40]	1.70	[1.60, 1.90]	1.9	[1.9, 2.0]
950 °C	0.91	[0.90, 0.93]	0.51	[0.45, 0.54]	0.99	[0.93, 1.00]	2.2	[2.2, 2.2]
1000 °C	0.76	[0.75, 0.78]	0.51	[0.42, 0.60]	0.85	[0.80, 0.87]	2.2	[2.2, 2.2]
1050 °C	0.72	[0.69, 0.73]	0.49	[0.40, 0.52]	0.84	[0.82, 0.86]	2.2	[2.2, 2.2]
1100 °C	0.63	[0.60, 0.64]	0.51	[0.40, 0.57]	0.80	[0.78, 0.82]	2.2	[2.2, 2.2]
1150 °C	0.56	[0.55, 0.57]	0.49	[0.43, 0.52]	0.74	[0.73, 0.74]	2.2	[2.2, 2.2]
1200 °C	0.52	[0.51, 0.54]	0.48	[0.45, 0.50]	0.73	[0.70, 0.78]	2.2	[2.2, 2.2]

Nota. Los valores corresponden a la densidad aparente final, expresada en g·cm⁻³. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al 95 %, estimados mediante percentiles.

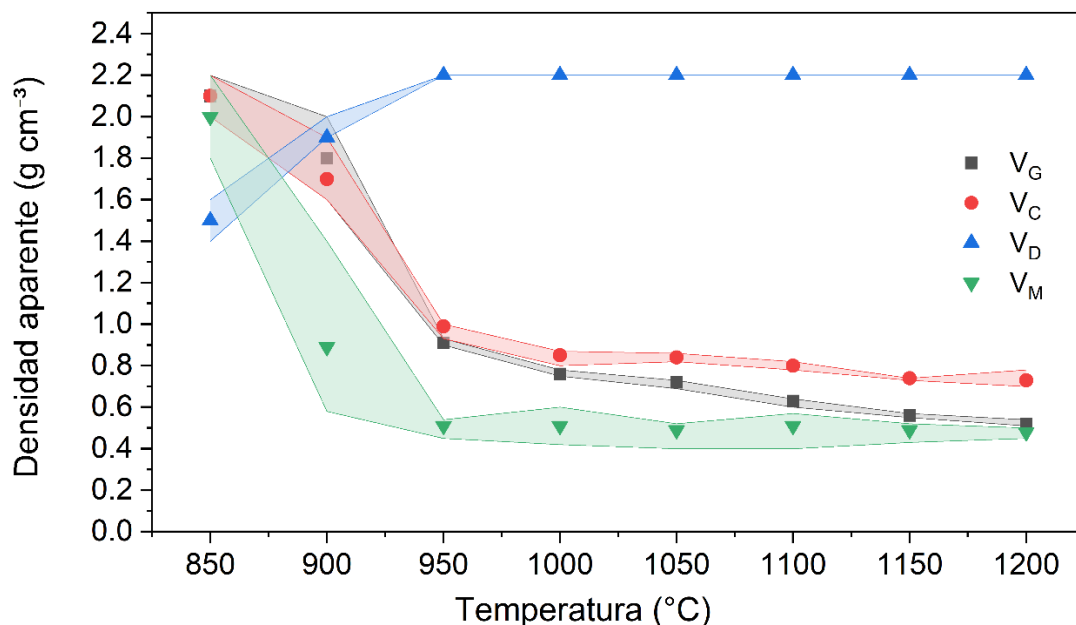


Figura 3.43. Densidad aparente de la obsidiana V de tamaños G, M, C y D sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.32 y la Figura 3.44 resumen la variación de la porosidad total de las muestras de obsidiana V de tamaños G, M, C y D tratadas entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Tabla 3.32

Porosidad total de muestras de obsidiana V de diferentes tamaños sometidas a tratamientos térmicos durante 60 min de mantenimiento

Temp.	V _G (%)		V _M (%)		V _C (%)		V _D (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	10.2	[5.9, 16]	13.5	[7.0, 26.0]	12.2	[8.1, 1.19]	36.2	[33.7, 40.4]
900 °C	24.3	[14.2, 31]	62.6	[40.9, 75.3]	27.8	[21.5, 32.3]	17.8	[16.5, 18.5]
950 °C	61.5	[60.7, 62.2]	78.4	[77.3, 80.8]	58.2	[56.9, 60.6]	6.2	[6.0, 6.3]
1000 °C	67.9	[67.1, 68.5]	78.5	[74.8, 82.4]	64.3	[63.4, 66.3]	4.6	[4.0, 5.0]
1050 °C	69.8	[69.1, 70.7]	79.4	[78.1, 82.9]	64.4	[63.9, 65.2]	4.8	[4.5, 5.2]
1100 °C	73.5	[72.8, 74.8]	78.6	[76.0, 83.1]	66.4	[65.3, 67.1]	4.8	[4.6, 5.2]
1150 °C	76.5	[75.9, 76.8]	79.4	[78.2, 81.6]	68.8	[68.6, 69.1]	5.3	[5.2, 5.5]
1200 °C	78	[77.1, 78.5]	80	[79.1, 81.1]	69.1	[67.3, 70.6]	6.3	[5.5, 7.2]

Nota. Los valores corresponden a la porosidad total final, expresada en porcentaje. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al 95 %, estimados mediante percentiles.

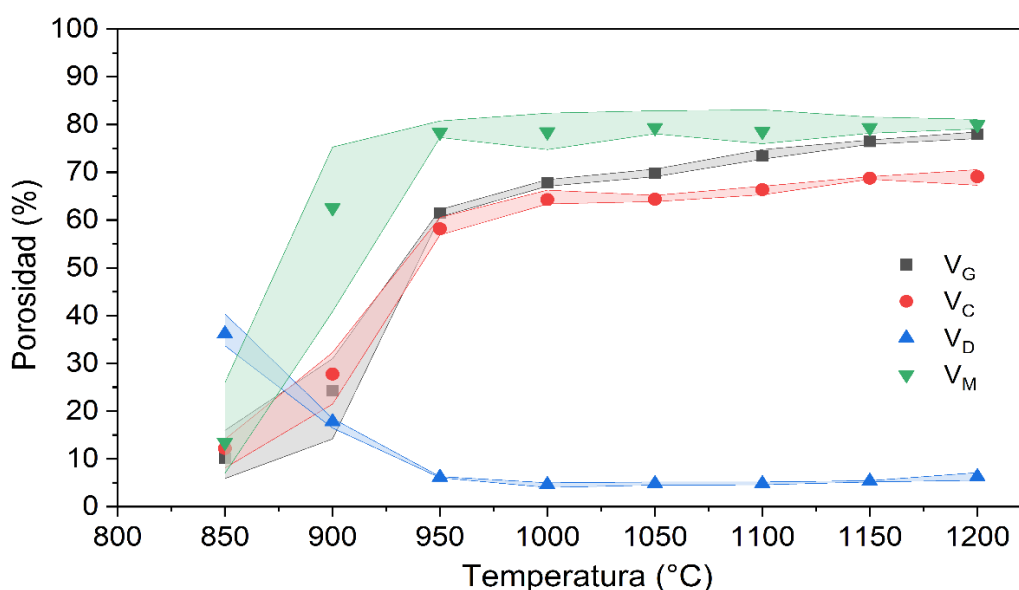


Figura 3.44. Porosidad total final de muestras de obsidiana V de tamaños G, M, C y D sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Tabla 3.33 y la Figura 3.45 resumen la pérdida por ignición de las muestras de obsidiana V de tamaños G, M y C tratadas entre 850 y 1100 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Tabla 3.33. Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaños G, M y C sometidas a tratamientos térmicos durante 60 min de mantenimiento.

Temperatura	V _G (%)		V _M (%)		V _C (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	0.02	[0.01, 0.03]	0.04	[0.03, 0.04]	0.07	[0.05, 0.10]
900 °C	0.03	[0.02, 0.03]	0.13	[0.03, 0.20]	0.09	[0.04, 0.12]
950 °C	0.08	[0.07, 0.08]	0.17	[0.13, 0.23]	0.09	[0.07, 0.09]
1000 °C	0.10	[0.09, 0.10]	0.21	[0.16, 0.24]	0.15	[0.08, 0.23]
1050 °C	0.10	[0.08, 0.13]	0.24	[0.19, 0.28]	0.12	[0.04, 0.23]
1100 °C	0.13	[0.11, 0.15]	0.26	[0.21, 0.32]	0.18	[0.12, 0.25]

Nota. Los valores corresponden a pérdida por ignición, expresada en porcentaje. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al 95 %, estimados mediante percentiles.

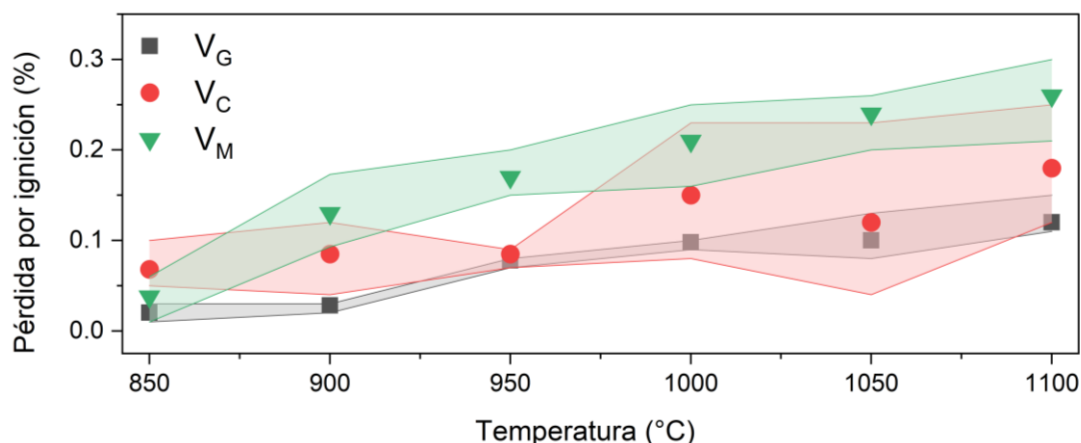


Figura 3.45. Pérdida por ignición de muestras de obsidiana V de tamaños G, M y C sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Las zonas sombreadas representan los intervalos estimados mediante percentiles 2.5–97.5 %.

En la Tabla 3.34 se resumen los valores promedio de la relación L/I obtenidos en las muestras de obsidiana tipo V de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. En la Figura 3.46 se compara la relación L/I obtenida para cada tamaño de muestra y temperatura de tratamiento.

Tabla 3.34

Relación L/I de las muestras de obsidiana tipo V de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Temp.	V _G (%)		V _M (%)		V _C (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	1.1	[1.1, 1.2]	1.1	[1.0, 1.2]	1.2	[1.1, 1.4]
900 °C	1.1	[1.1, 1.1]	1.3	[1.2, 1.4]	1.2	[1.0, 1.4]
950 °C	1.2	[1.2, 1.3]	1.4	[1.3, 1.4]	1.4	[1.2, 1.5]
1000 °C	1.3	[1.2, 1.4]	1.5	[1.3, 1.7]	1.4	[1.3, 1.6]
1050 °C	1.3	[1.1, 1.4]	1.6	[1.3, 2.2]	1.4	[1.3, 1.4]
1100 °C	1.8	[1.5, 2.3]	1.9	[1.4, 2.5]	1.4	[1.3, 1.4]
1150 °C	3.4	[3.1, 4.2]	2.2	[1.5, 2.6]	1.8	[1.6, 1.9]
1200 °C	5.5	[5.1, 6.0]	2.7	[2.5, 2.8]	2.0	[1.7, 2.3]

Nota. Temp. = temperatura de tratamiento. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al rango 2.5–97.5 %. L/I corresponde a la relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico.

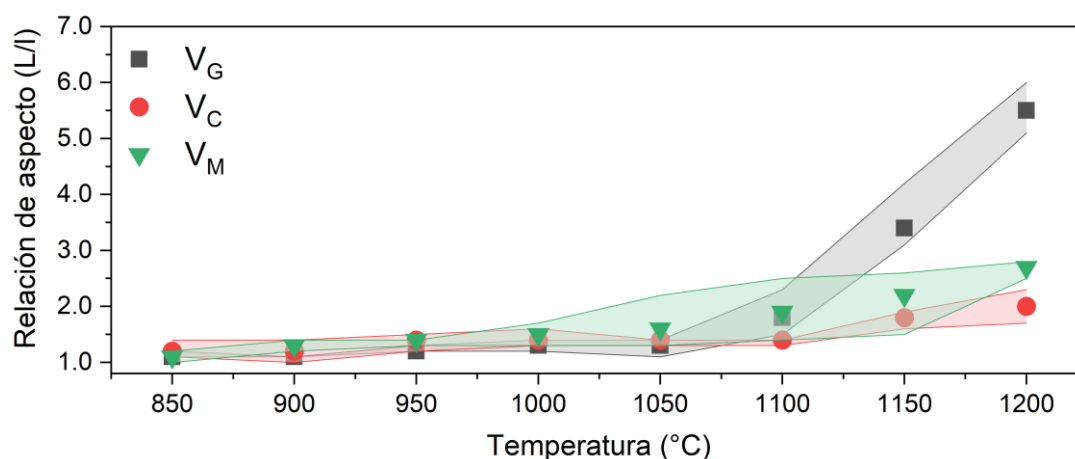


Figura 3.46. Comparación de la relación L/I obtenida en muestras de obsidiana tipo V de tamaños G, M y C después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

La comparación entre las muestras V_G, V_M, V_C y V_D mostró que el tamaño de muestra modificó de manera importante la respuesta física de la obsidiana V

durante los tratamientos térmicos (Figura 3.43, 3.44 y 3.46). En las muestras V_G , a diferencia de lo observado en las muestras V_M , no se alcanzó una estabilización de la densidad dentro del intervalo de 950 a 1200 °C después de 60 min de mantenimiento (Figura 3.43). En su lugar, la densidad mostró una tendencia decreciente conforme aumentó la temperatura, con valores de 0.51–0.54 g·cm⁻³ a 1200 °C (Tabla 3.31). En ese mismo intervalo, la porosidad total se ubicó entre 77.1 y 78.5 % (Tabla 3.32) sin evidenciar una reducción asociada a procesos dominantes de coalescencia o colapso de poros [100,170,171]

El comportamiento de las muestras V_G puede relacionarse principalmente con la mayor carga asociada al propio peso del material. Al aumentar el volumen de la muestra, aumenta la matriz vítrea que debe deformarse durante el crecimiento de los poros. Por ello, aunque se genere presión interna durante el calentamiento, esta debe superar una resistencia efectiva mayor, lo que limita la expansión volumétrica respecto a las muestras V_M y evita que se alcance una región de estabilidad similar dentro del intervalo evaluado.

Esta interpretación se refleja en la evolución de la relación L/I (Tabla 3.34 y Figura 3.46). A partir de 1150 °C, y especialmente a 1200 °C, las muestras de mayor volumen presentaron una deformación geométrica más marcada: V_G mostró los valores más altos, seguida por V_M y V_C . Dado que las condiciones de tratamiento térmico se mantuvieron constantes, las diferencias observadas pueden atribuirse principalmente al mayor volumen de material vítreo en las muestras de mayor tamaño. Bajo estas condiciones, la mayor masa de la pieza favorece la deformación por efecto gravitacional, especialmente cuando la viscosidad de la fase vítrea disminuye a temperaturas elevadas.

En las muestras V_C , las menores densidades se obtuvieron a 1150 y 1200 °C, con valores de 0.73–0.74 g·cm⁻³ y 0.70–0.78 g·cm⁻³, respectivamente (Tabla 3.31 y Figura 3.43). En este intervalo, los valores

tendieron a estabilizarse. La porosidad promedio fue cercana a 69 %, menor que la observada en las muestras V_M y V_G (Tabla 3.32). Esta diferencia estaría relacionada con la menor longitud de difusión asociada al tamaño reducido de las muestras V_C , lo que favorece la liberación temprana del contenido volátil antes de alcanzar las temperaturas requeridas para inducir la expansión de la matriz vítrea [26].

En los procesos de transporte térmico y de masa, ambos son dependientes del tamaño de muestra. De acuerdo con el número de Fourier [172], $Fo = a\tau/L^2$, la difusión térmica en un sólido ocurre sobre una distancia característica L , donde a es la difusividad térmica y τ el tiempo requerido para homogeneizar la temperatura interna. Un razonamiento análogo aplica para el transporte de especies volátiles, descrito mediante el número de Fourier de masa [172], $Fo_D = D\tau/L^2$, donde D representa la difusividad de las especies gaseosas en la matriz vítrea. En ambos casos, el tiempo requerido para homogeneizar la temperatura interna o para que los volátiles difundan desde el interior hacia la superficie es proporcional al cuadrado de la dimensión de la muestra ($\tau \propto L^2$). Por ello, una muestra con el doble de tamaño requiere cuatro veces más tiempo para la propagación de calor o para la salida de especies volátiles.

Este principio también explica el comportamiento observado en las muestras V_D , las cuales se densificaron conforme aumentó la temperatura y se estabilizaron alrededor de $2.2 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a partir de $950 \text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 3.43). En estas muestras, y debido a su composición a base de polvos, la distancia promedio que deben recorrer los volátiles desde el núcleo de una partícula hasta la superficie es de aproximadamente 0.053 mm , mientras que en las muestras V_M es cercana a 5.5 mm , es decir, una trayectoria 100 veces menor. Para un volumen equivalente, las muestras V_D estarían constituidas por más de 2.2×10^6 partículas, cada una con un área superficial de 0.035 mm^2 , mientras que una muestra V_M presenta un área superficial de 726 mm^2 . En

consecuencia, el área superficial total de las muestras V_D , cercana a 7.8×10^4 mm², es 100 veces mayor.

La combinación de alta área superficial y corta distancia de difusión facilita la salida de gases hacia el exterior, sin acumular presión interna suficiente para inducir la nucleación y el crecimiento de burbujas. Por esta razón, las muestras V_D tendieron a densificarse en lugar de expandirse. En las muestras de mayor tamaño, como V_M y V_G , las trayectorias de difusión más largas dificultan la salida de volátiles, por lo que una fracción importante del contenido gaseoso permanece retenida dentro de la matriz.

Los resultados TGA-DSC permiten explicar esta diferencia desde el comportamiento térmico de la obsidiana (Figura 3.27, Sección 3.2.3). Por debajo de 650 °C, la mayor parte del contenido volátil de las muestras V_D se libera cuando el material aún no se ha densificado. En este intervalo, la porosidad abierta facilita la salida de gases e impide su retención dentro de la matriz vítrea. En las muestras compactas V_C , V_M y V_G , la estructura restringe las rutas de escape y favorece la retención temporal de gases, permitiendo el desarrollo de presiones internas que inducen la expansión a temperaturas más altas.

Entre 900 y 950 °C se registró una disminución abrupta de la densidad en las muestras V_C , V_M y V_G (Figura 3.43). En este intervalo, el incremento de temperatura reduce simultáneamente la viscosidad y la tensión superficial de la matriz vítrea, mientras favorece la difusión de gases desde la matriz hacia vesículas o centros de nucleación. El desequilibrio entre la presión interna del gas y la resistencia viscosa impulsa el crecimiento de burbujas y la expansión, lo que explica la máxima expansión observada en este intervalo [81,151,152,173,174]. En las muestras V_D , compuestas por polvo, se observó el comportamiento opuesto: el material se densificó, alcanzando densidades cercanas a $2.2 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ (Tabla 3.31).

De acuerdo con el análisis TGA-DSC (Figura 3.27, Sección 3.2.3), dentro del intervalo de 950 a 1200 °C todavía se registró en el polvo una pérdida adicional de volátiles cercana a 1 %, en comparación con casi 9 % liberado por debajo de 950 °C. Esta fracción gaseosa, baja en comparación con la liberada a temperaturas menores, se distribuye entre múltiples cavidades internas y, junto con la resistencia viscosa del vidrio, resulta insuficiente para generar la presión interna necesaria para lograr el crecimiento de burbujas.

La expansión de la obsidiana V no depende únicamente de la temperatura. También está condicionada por la liberación y retención de volátiles, así como por la resistencia viscosa de la matriz vítrea. Al aumentar el tamaño de muestra, las trayectorias de difusión son más largas y los gases quedan retenidos por más tiempo; sin embargo, también aumenta el volumen de material que debe deformarse durante el crecimiento de la porosidad. Por ello, la expansión ocurre cuando la presión interna generada por los gases retenidos es suficiente para vencer la resistencia al flujo viscoso de la matriz vítrea ablandada y el esfuerzo compresivo asociado al peso propio del material.

3.2.4.3 Caracterización estructural de la obsidiana V después de los tratamientos térmicos

El análisis por difracción de rayos X se realizó en muestras de obsidiana V_M tratadas a las temperaturas donde se obtuvo la mayor expansión volumétrica: 950, 1000, 1050, 1100 y 1200 °C. En estas condiciones no se observaron diferencias significativas en la densidad aparente al comparar los tiempos de permanencia de 10, 30 y 60 min (Tabla 3.25). Por esta razón, para la caracterización estructural se seleccionaron las muestras tratadas durante 60 min, ya que en materiales vítreos los tiempos prolongados de permanencia pueden favorecer procesos de cristalización [175,176].

Los difractogramas de las muestras tratadas térmicamente conservaron el halo amplio característico de materiales amorfos ricos en sílice (Figura 3.47). No se identificaron reflexiones definidas asociadas con la formación de fases cristalinas en ninguna de las temperaturas evaluadas. Por tanto, la obsidiana V mantuvo una estructura predominantemente amorfa después de los tratamientos térmicos, incluso bajo una permanencia de 60 min.

La ausencia de reflexiones cristalinas definidas indica que los tratamientos térmicos no promovieron una cristalización detectable por difracción de rayos X dentro del intervalo térmico estudiado. Por ello, la expansión volumétrica observada debe interpretarse principalmente como consecuencia del ablandamiento progresivo de la matriz vítrea y de la generación, redistribución y retención de gases en el interior del material, sin que la formación de nuevas fases cristalinas constituya el mecanismo dominante.

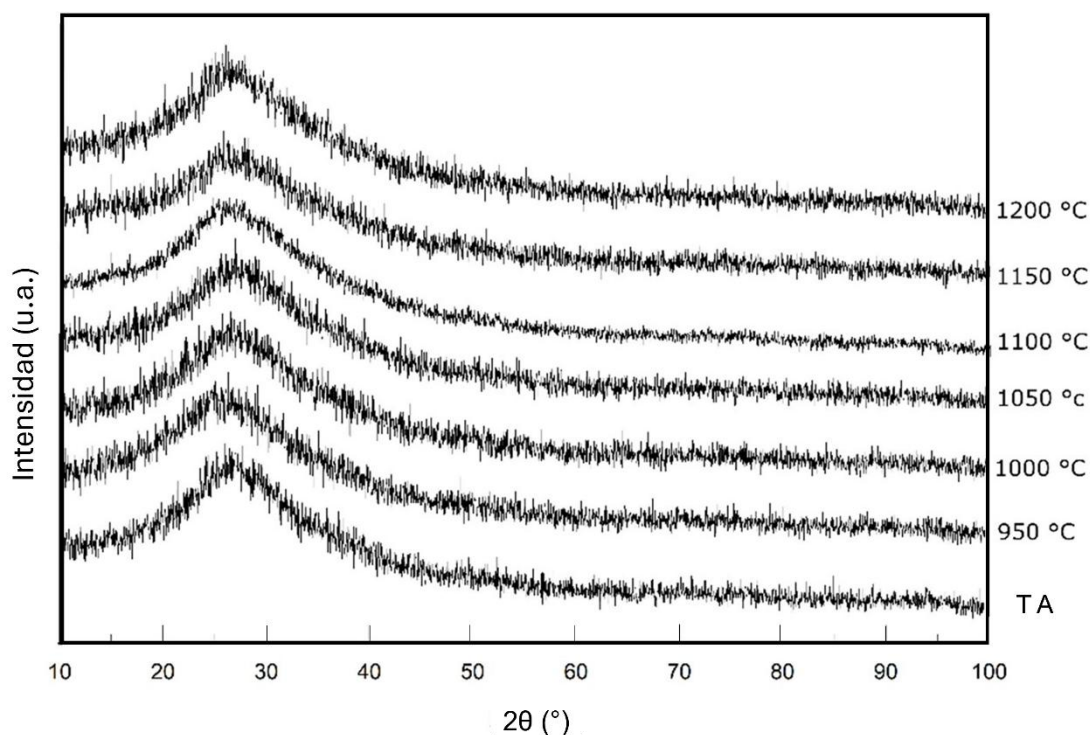


Figura 3.47. Difractogramas de rayos X de la obsidiana V sin tratamiento térmico y después de tratamientos térmicos entre 950 y 1200 °C durante 60 min. Los patrones conservan el halo amplio característico de una matriz vítrea amorfa, sin reflexiones cristalinas definidas dentro del intervalo angular analizado. TA: temperatura ambiente. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

3.2.4.4 Evolución microestructural de la porosidad en la obsidiana V

La evolución microestructural de la obsidiana V se analizó a partir de la morfología, distribución y tamaño de los poros formados durante los tratamientos térmicos. Esta sección permite complementar los resultados macroscópicos descritos previamente, ya que la disminución de la densidad aparente y el aumento de la porosidad total se explican por el desarrollo progresivo de poros dentro de la matriz vítrea, incluyendo su crecimiento y, en algunos casos, su posible unión por coalescencia.

Las obsidiana V antes de los tratamientos térmicos presentan franjas con vesículas alineadas y alargadas. Las zonas de tonalidad más clara muestran una mayor concentración de vesículas, mientras que las franjas oscuras presentan una menor cantidad. La Figura 3.48 muestra la distribución de las vesículas en las distintas franjas de la obsidiana V antes del tratamiento térmico. Las micrografías obtenidas a distintos aumentos confirman la morfología acicular de las vesículas iniciales (Figuras 3.49 y 3.50).

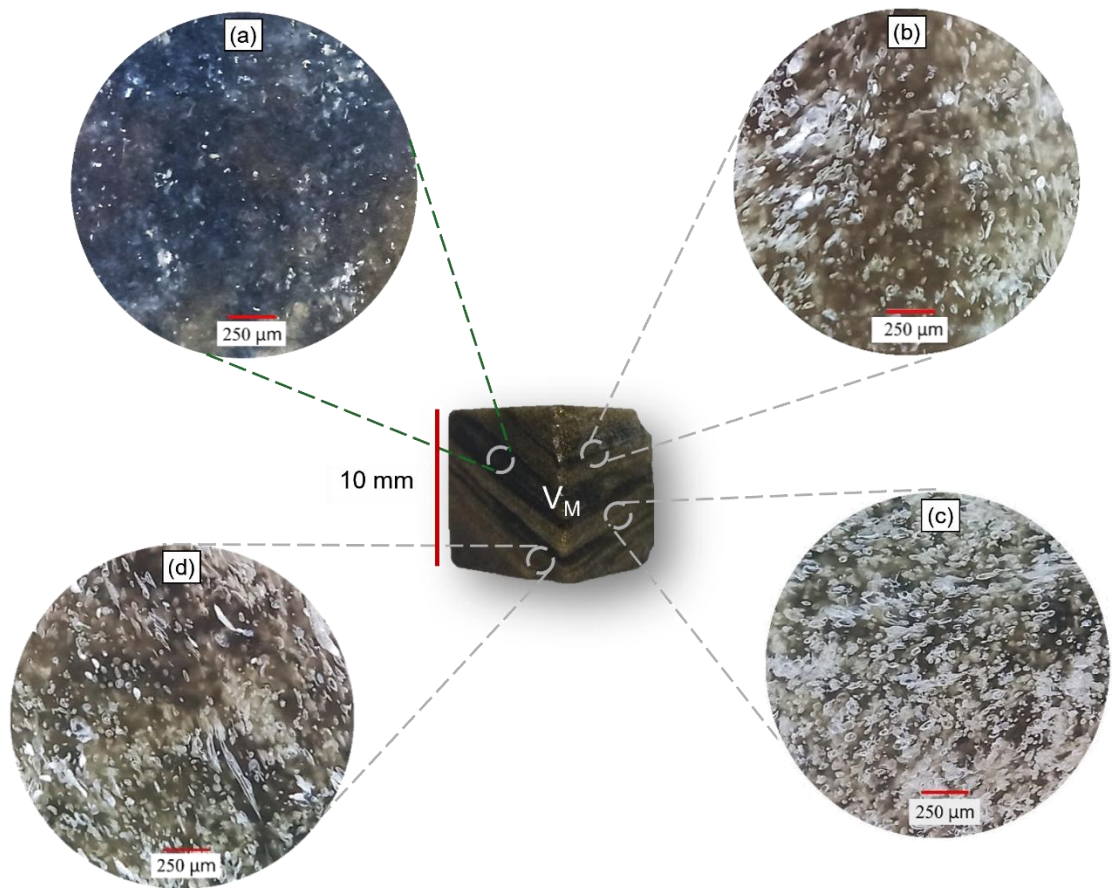


Figura 3.47. Obsidiana V cúbica de tamaño M sin tratamiento térmico. (a) Franja oscura con baja concentración de vesículas. (b) y (c) Franja claro-oscuro con vesículas alargadas y orientación preferencial. (d) Franja clara con mayor concentración de vesículas alineadas. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

En las Figuras 3.49 y 3.50 se observan vesículas alargadas de morfología acicular, con orientación preferencial. Esta geometría se relaciona con procesos de deformación durante el flujo magmático, asociados con cambios de presión y aumento de la viscosidad del magma, siguiendo una dirección preferencial de flujo [86].

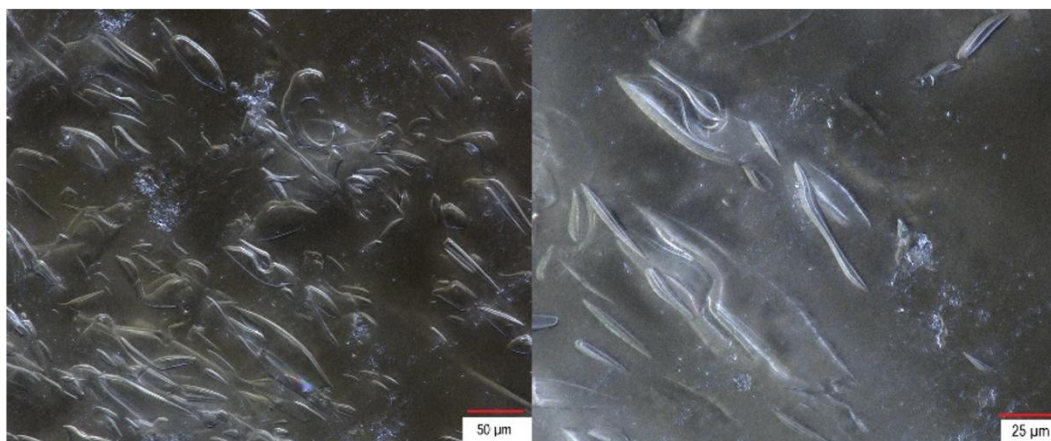


Figura 3.49. Vesículas aciculares con orientación preferencial en la obsidiana V sin tratamiento térmico, observadas mediante microscopía óptica. Izquierda: distribución de vesículas alargadas en la matriz vítrea. Derecha: detalle de vesículas aciculares observadas a mayor aumento. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

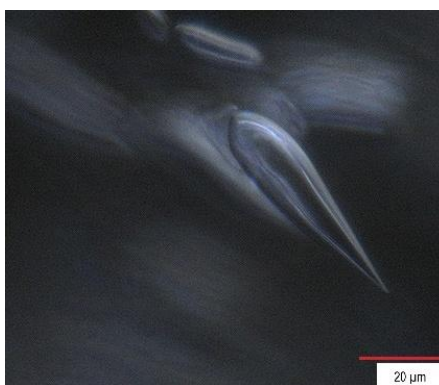


Figura 3.50. Detalle de una vesícula acicular en la obsidiana V sin tratamiento térmico, observada mediante microscopía óptica. La morfología alargada y terminada en punta evidencia la orientación preferencial de las vesículas dentro de la matriz vítrea. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La distribución del tamaño de poro y el factor de circularidad de las vesículas presentes en la obsidiana V se muestran en la Figura 3.51. El tamaño de poro se determinó mediante el diámetro equivalente, calculado a partir de la Ecuación 1 de la Sección 2.1.4. El factor de circularidad se calculó con la Ecuación 2 de la Sección 2.1.4; este parámetro toma valores entre 0 y 1, donde 1 corresponde a una geometría perfectamente circular.

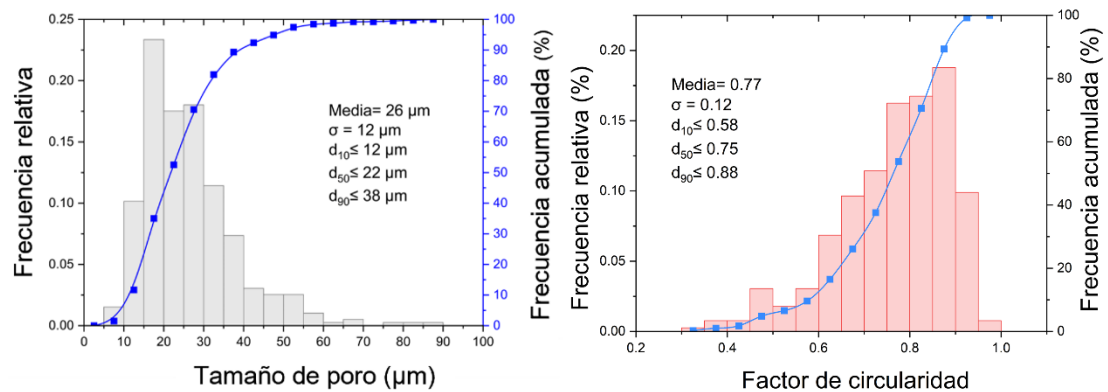


Figura 3.51. Distribución del tamaño de poro y del factor de circularidad de las vesículas presentes en la obsidiana V sin tratamiento térmico. Izquierda: frecuencia relativa y acumulada del diámetro equivalente de poro. Derecha: frecuencia relativa y acumulada del factor de circularidad. Los valores d_{10} , d_{50} y d_{90} representan los diámetros o factores por debajo de los cuales se encuentra el 10, 50 y 90 % de los datos, respectivamente. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Figura 3.52 muestra la evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 900 y 1000 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Para cada temperatura se presenta la imagen obtenida por microscopía óptica, la distribución del tamaño de poro y la distribución del factor de circularidad.

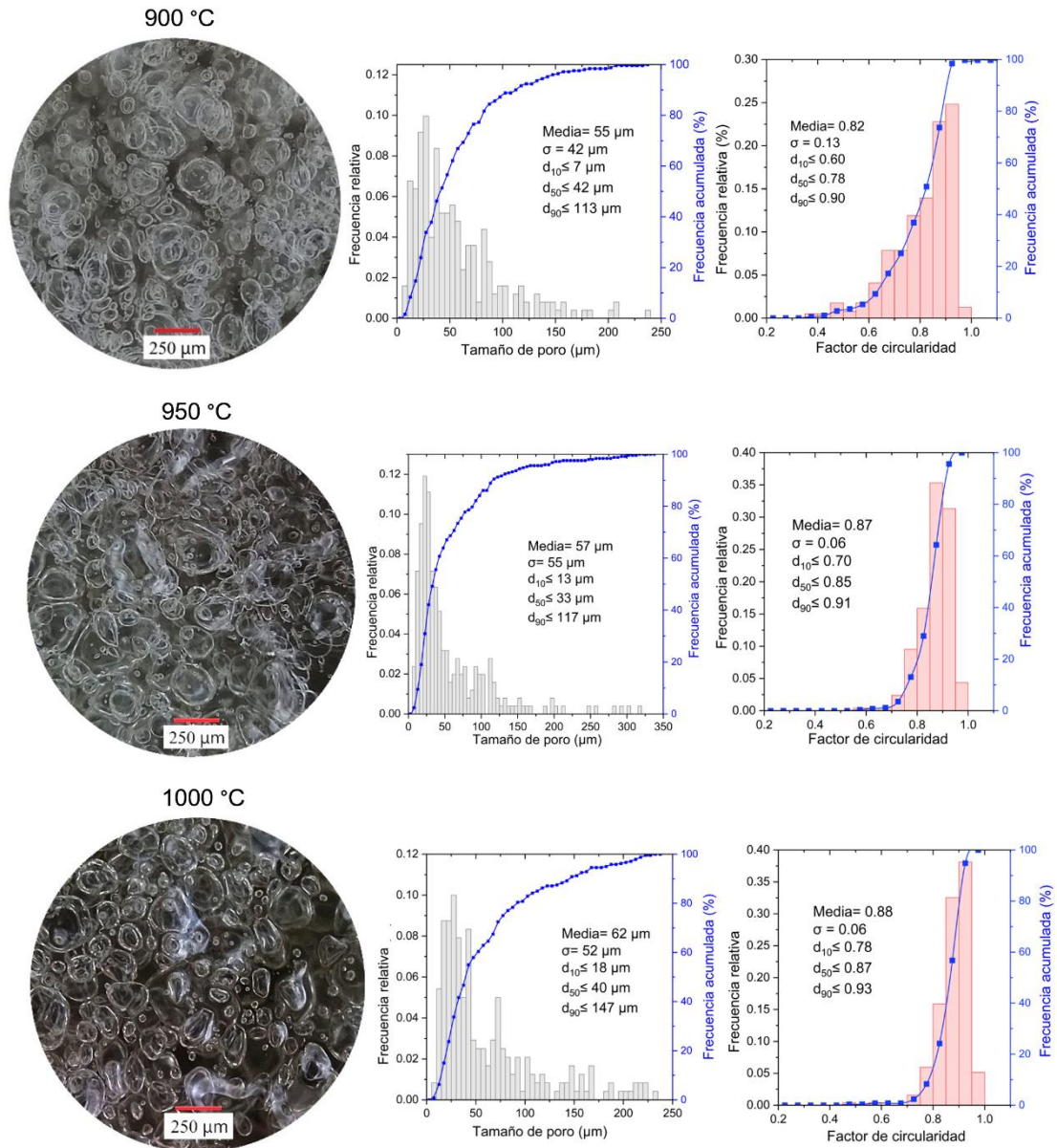


Figura 3.52. Evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas a 900, 950 y 1000 °C durante 60 min de mantenimiento. En cada fila se muestra, de izquierda a derecha, la micrografía óptica, la distribución del tamaño de poro y la distribución del factor de circularidad. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Figura 3.53 muestra la evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas entre 1050 y 1150 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Para cada temperatura se presenta la micrografía óptica, la distribución del tamaño de poro y la distribución del factor de circularidad.

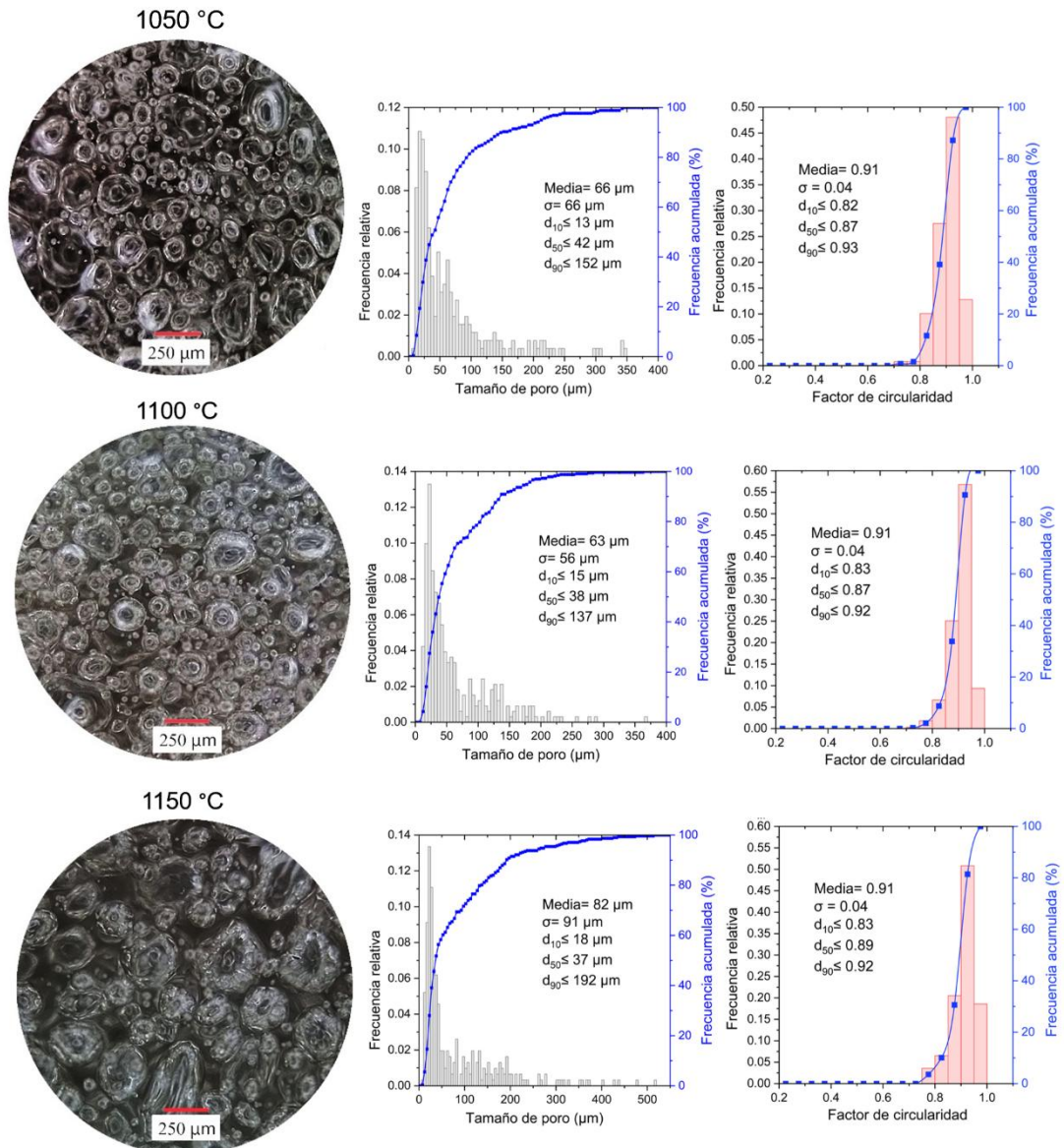


Figura 3.53. Evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas a 1050, 1100 y 1150 °C durante 60 min de mantenimiento. En cada fila se muestra, de izquierda a derecha, la micrografía óptica, la distribución del tamaño de poro y la distribución del factor de circularidad. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [50], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Figura 3.54 muestra la evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas a 1200 °C durante 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Se presenta la micrografía óptica, la distribución del tamaño de poro y la distribución del factor de circularidad.

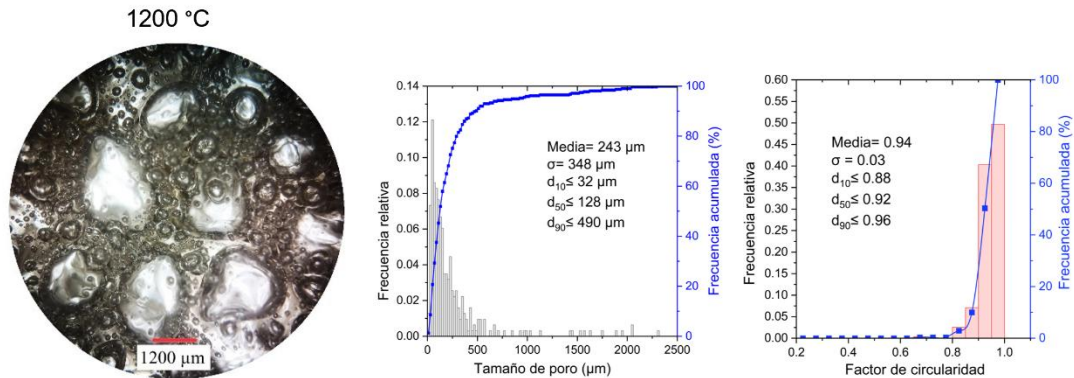


Figura 3.54. Evolución microestructural de la porosidad en muestras de obsidiana V de tamaño M tratadas a 1200 °C durante 60 min de mantenimiento. De izquierda a derecha se muestra la micrografía óptica, la distribución del tamaño de poro y la distribución del factor de circularidad. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

La Figura 3.55 resume la evolución del tamaño medio de poro y del factor de circularidad de la obsidiana V de tamaño M tratada entre 900 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

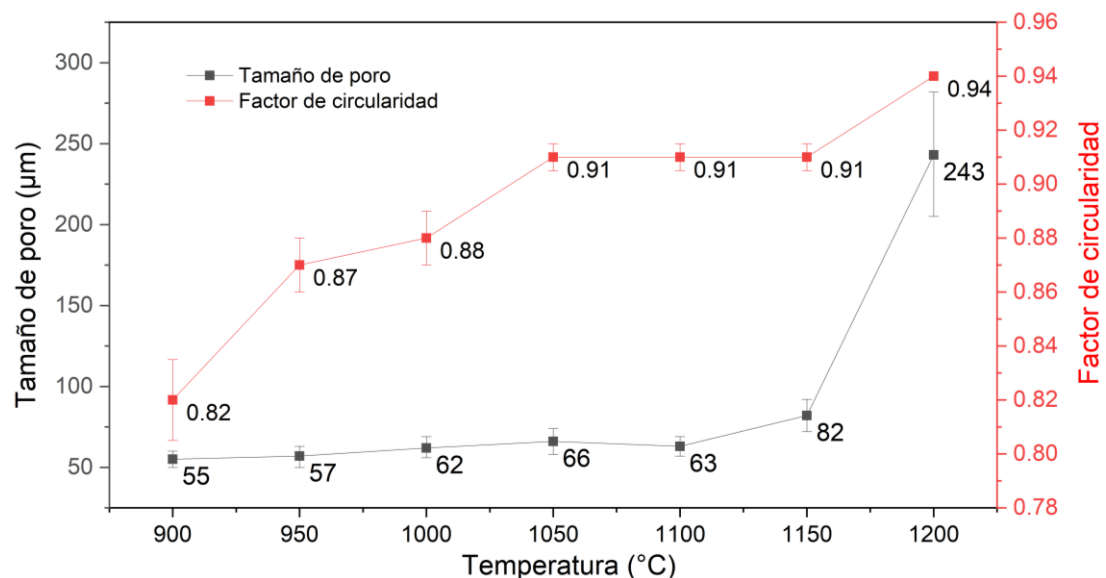


Figura 3.55. Variación del tamaño medio de poro y del factor de circularidad en la obsidiana V de tamaño M en función de la temperatura de tratamiento.

Como se describió previamente, la obsidiana V presenta franjas de tonalidad clara asociadas con la alineación y concentración local de vesículas dentro de la matriz vítrea. Durante el tratamiento térmico, la expansión ocurre preferentemente en dirección perpendicular al alineamiento de estas vesículas. La Figura 3.56 esquematiza esta expansión anisotrópica, en la que las vesículas inicialmente alargadas evolucionan hacia porosidades de mayor tamaño, generando un incremento dimensional más marcado en una dirección específica.

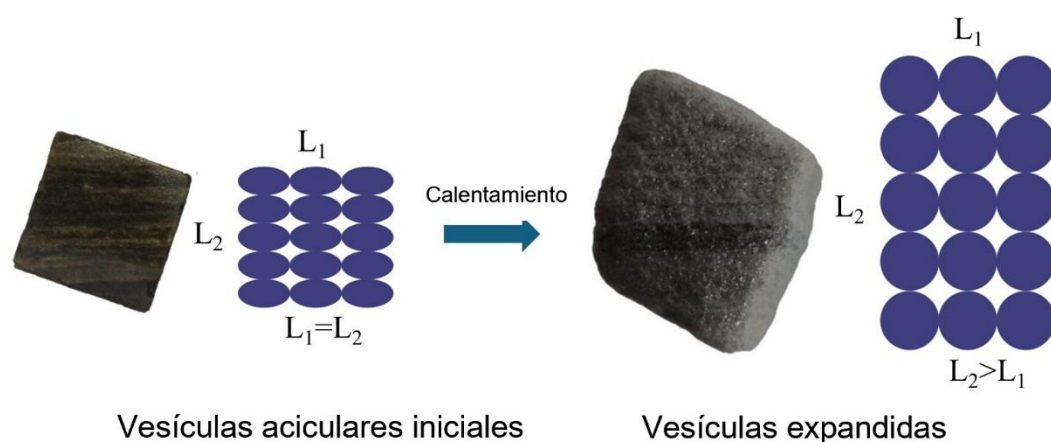


Figura 3.56. Esquema de la expansión preferencial de la obsidiana V durante el tratamiento térmico. Las vesículas aciculares iniciales, alineadas dentro de la matriz vítrea, evolucionan hacia porosidades más esféricas, modificando la relación de aspecto y produciendo un crecimiento mayor en dirección perpendicular al alineamiento inicial. Fuente: elaboración propia; figura adaptada de Méndez Ruiz et al. [162], a partir de resultados de esta investigación publicados previamente bajo licencia CC BY 4.0.

En la obsidiana V sin tratamiento térmico, la distribución de tamaño de poro mostró un valor promedio de 26 μm , con un factor de circularidad promedio de 0.77 (Figura 3.51). Después de los tratamientos térmicos aplicados a las muestras V_M durante 60 min, el tamaño de poro presentó un comportamiento relativamente estable entre 900 y 1100 $^{\circ}\text{C}$, con valores promedio en el intervalo de 55–63 μm (Figuras 3.52 y 3.53). A 1150 $^{\circ}\text{C}$ se observó un aumento moderado, hasta 82 μm (Figura 3.53), mientras que a

1200 °C el tamaño promedio aumentó de forma marcada hasta 243 μm (Figura 3.54).

El incremento abrupto del tamaño medio de poro entre 1150 y 1200 °C (Figura 3.55) se asocia con el inicio de la coalescencia. Al aumentar la temperatura, la disminución de la viscosidad de la matriz vítrea facilita la deformación de las paredes que separan poros vecinos, favoreciendo su unión y la formación de poros de mayor tamaño. Esta evolución indica que, a temperaturas ligeramente superiores, podría iniciarse el colapso del material expandido [151,177].

El factor de circularidad aumentó progresivamente con la temperatura y tendió a aproximarse a 1. Este cambio muestra que los poros adoptaron geometrías cada vez más esféricas durante el calentamiento. Esta evolución se atribuye a la disminución de la viscosidad de la matriz vítrea, que facilita la reorganización de la interfase gas-vidrio por efecto de la tensión superficial y favorece una geometría esférica, correspondiente a una configuración de mínima energía superficial [178].

Durante los tratamientos térmicos, las muestras parecieron expandirse preferentemente en dirección perpendicular al alineamiento de las vesículas iniciales (Figura 3.56). Este efecto corresponde a un ajuste de la relación de aspecto producido por dos procesos simultáneos: la formación de nuevos poros de geometría esferoidal y la transformación progresiva de las vesículas aciculares iniciales hacia poros más redondeados. Aunque a escala macroscópica se observa una expansión preferencial, el crecimiento individual de los poros ocurre de manera uniforme en todas las direcciones.

3.2.4.5 Conductividad térmica de la obsidiana V expandida

La conductividad térmica se evaluó en una muestra de obsidiana V expandida, seleccionada a partir de los resultados de densidad aparente obtenidos entre 950 y 1200 °C. En este intervalo, las muestras V_M mostraron valores de densidad relativamente estables; por ello, se eligió la muestra tratada a 1050 °C durante 10 min, cuya densidad aparente inicial fue de $0.36 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, al encontrarse entre los valores más bajos registrados.

Para realizar el ensayo fue necesario ajustar geométricamente la muestra. Después de este acondicionamiento, la densidad aparente disminuyó a $0.30 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Esta reducción puede atribuirse a la eliminación de la capa superficial compacta formada durante la expansión térmica. En las regiones cercanas a la superficie, una fracción del gas liberado puede escapar antes de quedar retenida por la matriz vítrea, lo que limita la expansión local y favorece la formación de una zona más densa [179]. Al recortar la muestra para obtener la geometría requerida, esta capa externa fue removida parcialmente, dejando expuesto un núcleo con mayor grado de porosidad.

Los valores experimentales obtenidos fueron una difusividad térmica de $\alpha = 0.00560 \text{ cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ y una capacidad calorífica específica de $C_p = 1.6670 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, medidos a 31 °C. A partir de estos parámetros y de la densidad aparente ajustada, empleando la Ecuación 9 (Sección 2.3.3 Capítulo 2) la conductividad térmica calculada fue de $\lambda = 0.28 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Este valor se encuentra dentro del intervalo descrito para obsidianas armenias expandidas, cuyas conductividades térmicas varían entre 0.11 y $0.44 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ para densidades de 200 a $1000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ [28,180].

3.2.5 Evolución de la obsidiana VP durante los tratamientos térmicos

3.2.5.1 Evolución física macroscópica de la obsidiana VP de tamaño M

En la Tabla 3.35 se presentan los resultados obtenidos después de someter las muestras de obsidiana VP de tamaño M a tratamientos térmicos con 10 min de permanencia a la temperatura máxima.

Tabla 3.35

Resultados físicos de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 min de mantenimiento

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final (g·cm ⁻³)	Porosidad total final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/l
VP _{M,1, 850,10}	2.348	1.12	2.29	3.4	2	0.07	1.00
VP _{M,2, 850,10}	2.367	0.31	2.34	1.5	1	0.04	1.00
VP _{M,3, 850,10}	2.365	0.40	2.34	1.5	1	0.04	1.00
VP _{M,4, 850,10}	2.354	0.87	2.34	1.4	1	0.02	1.00
VP _{M,5, 850,10}	2.352	0.94	2.34	1.4	1	0.02	1.00
VP _{M,1, 900,10}	2.318	2.38	2.07	12.8	12	0.08	1.00
VP _{M,2, 900,10}	2.351	1.00	1.97	17.0	19	0.04	1.00
VP _{M,3, 900,10}	2.355	0.85	2.30	3.2	2	0.04	1.00
VP _{M,4, 900,10}	2.353	0.90	2.32	2.2	1	0.03	1.00
VP _{M,5, 900,10}	2.353	0.90	2.33	1.8	1	0.01	1.00
VP _{M,1, 950,10}	2.370	0.19	2.19	7.9	8	0.04	1.05
VP _{M,2, 950,10}	2.367	0.32	2.07	13.0	15	0.04	1.00
VP _{M,3, 950,10}	2.342	1.40	2.06	13.3	14	0.12	1.00
VP _{M,4, 950,10}	2.355	0.84	1.77	25.6	33	0.06	1.09
VP _{M,5, 950,10}	2.354	0.88	1.82	23.6	30	0.02	1.05
VP _{M,1, 1000,10}	2.359	0.68	0.63	73.4	274	0.16	1.00
VP _{M,2, 1000,10}	2.364	0.47	0.42	82.1	457	0.24	1.13
VP _{M,3, 1000,10}	2.314	2.57	0.64	73.1	262	0.12	1.07
VP _{M,4, 1000,10}	2.356	0.81	0.56	76.3	319	0.15	1.13
VP _{M,5, 1000,10}	2.356	0.81	0.43	82.0	450	0.19	1.06
VP _{M,1, 1050,10}	2.354	0.86	0.49	79.2	376	0.18	1.06
VP _{M,2, 1050,10}	2.335	1.68	0.76	67.9	206	0.14	1.14
VP _{M,3, 1050,10}	2.354	0.86	0.50	79.1	374	0.19	1.00
VP _{M,4, 1050,10}	2.353	0.92	0.45	81.1	425	0.20	1.21
VP _{M,5, 1050,10}	2.353	0.93	0.41	82.8	476	0.20	1.06
VP _{M,1, 1100,10}	2.358	0.73	0.41	82.7	475	0.26	1.06
VP _{M,2, 1100,10}	2.355	0.85	0.41	82.8	477	0.27	1.03
VP _{M,3, 1100,10}	2.362	0.52	0.50	79.1	375	0.19	1.09
VP _{M,4, 1100,10}	2.355	0.84	0.38	83.9	516	0.24	1.08
VP _{M,5, 1100,10}	2.356	0.81	0.37	84.4	538	0.26	1.05
VP _{M,1, 1150,10}	2.337	1.59	0.74	68.7	214	NA	1.00
VP _{M,2, 1150,10}	2.361	0.56	0.51	78.6	364	NA	1.13
VP _{M,3, 1150,10}	2.359	0.65	0.51	78.4	360	NA	1.13
VP _{M,4, 1150,10}	2.353	0.92	0.43	81.7	442	NA	1.18
VP _{M,5, 1150,10}	2.357	0.74	0.45	81.3	429	NA	1.05
VP _{M,1, 1200,10}	2.326	2.06	1.03	56.5	125	NA	1.36
VP _{M,2, 1200,10}	2.363	0.50	0.54	77.3	339	NA	1.27
VP _{M,3, 1200,10}	2.369	0.25	0.54	77.4	341	NA	1.13
VP _{M,4, 1200,10}	2.354	0.86	0.39	83.5	501	NA	1.24
VP _{M,5, 1200,10}	2.355	0.82	0.38	84.1	526	NA	1.17

Nota. La nomenclatura VP α ,n,T,t indica tamaño de muestra, número de muestra, temperatura máxima y tiempo de permanencia. L/l corresponde a la relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. NA: no determinado.



En la Tabla 3.36 se presentan los resultados obtenidos después de someter las muestras de obsidiana VP de tamaño M a tratamientos térmicos con 60 min de permanencia a la temperatura máxima.

Tabla 3.36

Tratamientos térmicos aplicados a muestras de obsidiana VP de tamaño M, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Muestra	Densidad inicial (g·cm ⁻³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final (g·cm ⁻³)	Porosidad total final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/I
VP _{M,1} , 850,60	2.332	1.81	2.12	10.8	10	0.04	1.00
VP _{M,2} , 850,60	2.331	1.83	2.28	4.2	2	0.04	1.11
VP _{M,3} , 850,60	2.361	0.57	2.35	1.0	0	0.04	1.05
VP _{M,4} , 850,60	2.349	1.09	2.34	1.4	0	0.02	1.00
VP _{M,5} , 850,60	2.351	1.00	2.34	1.4	1	0.03	1.00
VP _{M,1} , 900,60	2.362	0.52	2.18	8.3	9	0.07	1.05
VP _{M,2} , 900,60	2.334	1.71	1.44	39.4	62	0.07	1.18
VP _{M,3} , 900,60	2.346	1.23	1.86	21.5	26	0.07	1.09
VP _{M,4} , 900,60	2.350	1.05	2.30	3.1	2	0.05	1.00
VP _{M,5} , 900,60	2.322	2.20	1.98	16.7	17	0.07	1.20
VP _{M,1} , 950,60	2.330	1.88	1.00	58.1	134	0.10	1.33
VP _{M,2} , 950,60	2.334	1.72	0.86	63.8	171	0.13	1.33
VP _{M,3} , 950,60	2.358	0.69	0.53	77.5	341	0.15	1.18
VP _{M,4} , 950,60	2.346	1.23	2.18	8.4	8	0.04	1.00
VP _{M,5} , 950,60	2.353	0.91	0.45	81.1	425	0.23	1.00
VP _{M,1} , 1000,60	2.367	0.35	0.50	78.9	373	0.27	1.12
VP _{M,2} , 1000,60	2.366	0.36	0.50	78.9	371	0.22	1.18
VP _{M,3} , 1000,60	2.335	1.69	0.99	58.3	136	0.13	1.39
VP _{M,4} , 1000,60	2.313	2.62	1.30	45.1	77	0.14	1.17
VP _{M,5} , 1000,60	2.351	0.98	0.45	81.0	422	0.19	1.08
VP _{M,1} , 1050,60	2.326	2.04	0.76	67.8	205	0.36	1.14
VP _{M,2} , 1050,60	2.362	0.54	0.51	78.6	364	0.21	1.38
VP _{M,3} , 1050,60	2.362	0.53	0.51	78.7	367	0.19	1.08
VP _{M,4} , 1050,60	2.355	0.84	0.49	79.4	383	0.22	1.06
VP _{M,5} , 1050,60	2.352	0.94	0.44	81.3	429	0.23	1.19
VP _{M,1} , 1100,60	2.334	1.73	0.81	65.8	187	0.13	1.30
VP _{M,2} , 1100,60	2.362	0.54	0.52	78.0	353	0.19	1.25
VP _{M,3} , 1100,60	2.361	0.58	0.52	78.3	357	0.21	1.38
VP _{M,4} , 1100,60	2.321	2.25	0.70	70.6	232	0.24	1.03
VP _{M,5} , 1100,60	2.352	0.97	0.41	82.8	476	0.31	1.00
VP _{M,1} , 1150,60	2.325	2.11	0.72	69.5	221	NA	1.81
VP _{M,2} , 1150,60	2.359	0.68	0.54	77.2	336	NA	1.00
VP _{M,3} , 1150,60	2.359	0.66	0.57	76.2	317	NA	1.12
VP _{M,4} , 1150,60	2.352	0.94	0.41	82.9	480	NA	1.58
VP _{M,5} , 1150,60	2.344	1.32	0.65	72.8	263	NA	1.27
VP _{M,1} , 1200,60	2.351	0.99	0.57	76.0	313	NA	1.92
VP _{M,2} , 1200,60	2.353	0.94	0.55	77.0	331	NA	2.36
VP _{M,3} , 1200,60	2.351	1.00	0.56	76.3	318	NA	2.50
VP _{M,4} , 1200,60	2.317	2.44	0.86	63.9	170	NA	2.44
VP _{M,5} , 1200,60	2.354	0.89	0.47	80.1	398	NA	2.15

Nota. La nomenclatura VP α ,n,T,t indica tamaño de muestra, número de muestra, temperatura máxima y tiempo de permanencia. L/I corresponde a la relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. NA: no determinado.

En la Figura 3.58 se muestran los cambios físicos producidos en la obsidiana VP como resultado de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Se observa un incremento progresivo en las dimensiones de las muestras conforme aumenta la temperatura. En general, las muestras conservan una geometría prismática definida hasta 1150 °C, mientras que a 1200 °C se aprecia una tendencia hacia morfologías esférica. La expansión ocurrió de manera relativamente uniforme en los tres ejes, aunque con diferencias entre probetas asociadas a la heterogeneidad inicial del material.

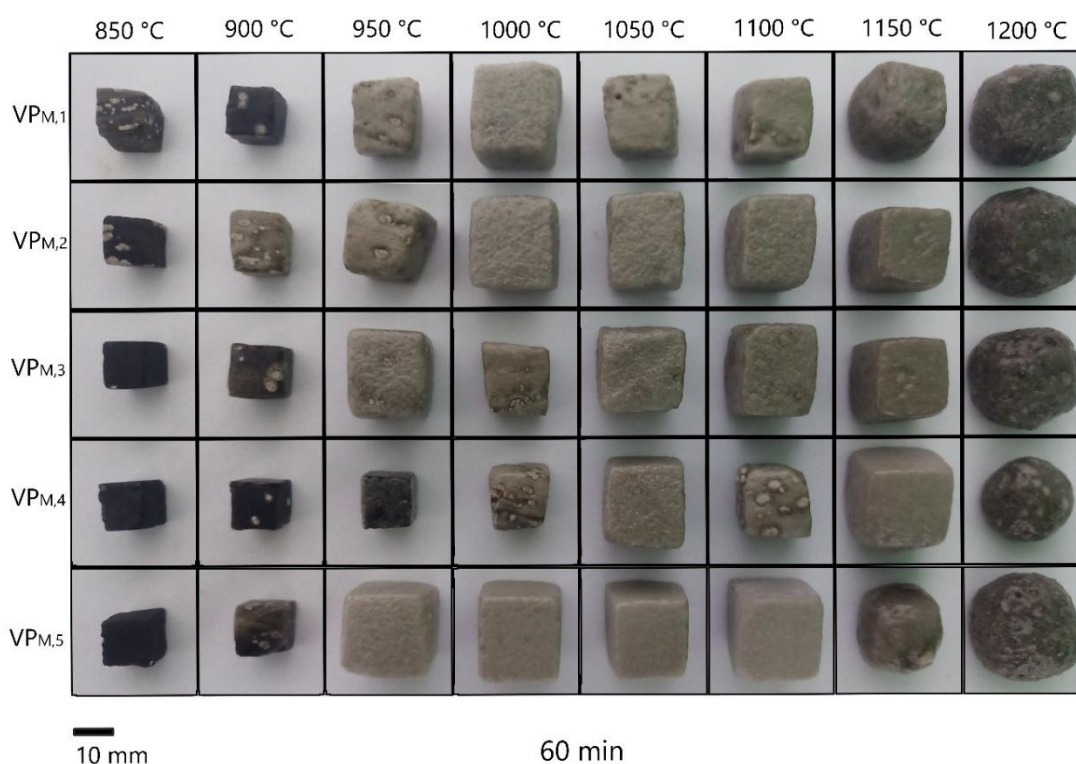


Figura 3.58. Evolución macroscópica de muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.37 se resumen las densidades aparentes finales obtenidas en las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima. En la Figura 3.59 se comparan las densidades obtenidas para cada temperatura y tiempo de mantenimiento.

Tabla 3.37

Densidad aparente de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	10 min (g·cm ⁻³)		60 min (g·cm ⁻³)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	2.30	[2.30, 2.30]	2.30	[2.10, 2.40]
900 °C	2.20	[2.00, 2.30]	2.00	[1.40, 2.30]
950 °C	2.00	[1.80, 2.20]	1.00	[0.45, 2.20]
1000 °C	0.54	[0.42, 0.64]	0.75	[0.45, 1.30]
1050 °C	0.52	[0.41, 0.76]	0.54	[0.44, 0.76]
1100 °C	0.41	[0.37, 0.50]	0.59	[0.41, 0.81]
1150 °C	0.53	[0.43, 0.74]	0.58	[0.41, 0.72]
1200 °C	0.58	[0.38, 1.00]	0.60	[0.47, 0.86]

Nota. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos de confianza al 95 % se estimaron con base en percentiles.

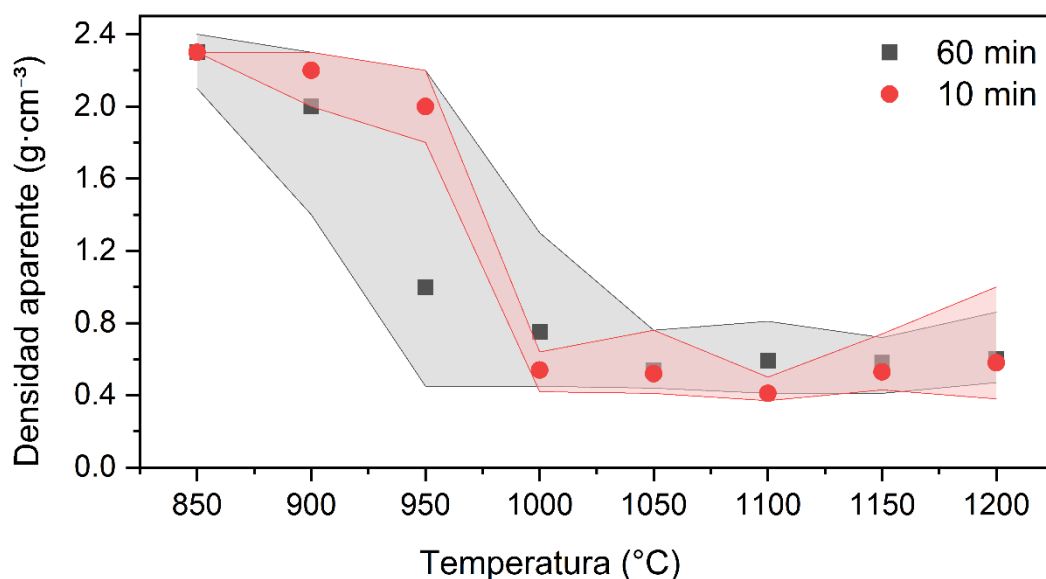


Figura 3.59. Comparación de las densidades aparentes obtenidas en muestras de obsidiana VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.38 se resumen los porcentajes promedio de porosidad total obtenidos en las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima. En la Figura 3.60 se comparan los valores de porosidad total obtenidos para cada temperatura y tiempo de mantenimiento.

Tabla 3.38

Porosidad total de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	10 min (%)		60 min (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	1.8	[1.4, 3.4]	3.8	[1.0, 10.8]
900 °C	7.4	[1.8, 17.0]	17.8	[3.1, 39.4]
950 °C	16.7	[7.9, 25.6]	57.8	[8.4, 81.1]
1000 °C	77.4	[73.1, 82.1]	68.4	[45.1, 81.0]
1050 °C	78.0	[67.9, 82.8]	77.2	[67.8, 81.3]
1100 °C	82.6	[79.1, 84.4]	75.1	[65.8, 82.8]
1150 °C	77.7	[68.7, 81.7]	75.7	[69.5, 82.9]
1200 °C	75.8	[75.8, 56.5]	74.7	[63.9, 80.1]

Nota. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden a los valores obtenidos mediante el análisis estadístico basado en percentiles.

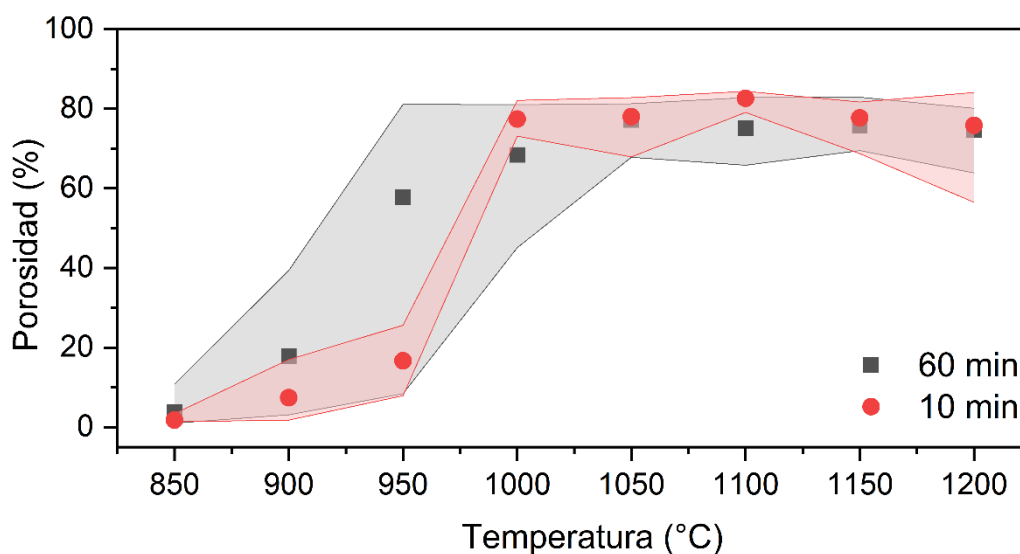


Figura 3.60. Comparación de la porosidad total obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.39 se resumen los porcentajes promedio de pérdida por ignición obtenidos en las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1100 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima. En la Figura 3.61 se comparan las pérdidas por ignición obtenidas para cada temperatura y tiempo de mantenimiento.

Tabla 3.39

Pérdida por ignición de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento.

Temperatura	10 min (%)		60 min (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	0.04	[0.02, 0.07]	0.04	[0.02, 0.04]
900 °C	0.04	[0.01, 0.08]	0.07	[0.05, 0.07]
950 °C	0.06	[0.02, 0.12]	0.13	[0.04, 0.23]
1000 °C	0.17	[0.12, 0.24]	0.19	[0.13, 0.27]
1050 °C	0.18	[0.14, 0.20]	0.24	[0.19, 0.36]
1100 °C	0.24	[0.19, 0.27]	0.22	[0.13, 0.31]

Nota. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al análisis estadístico basado en percentiles.

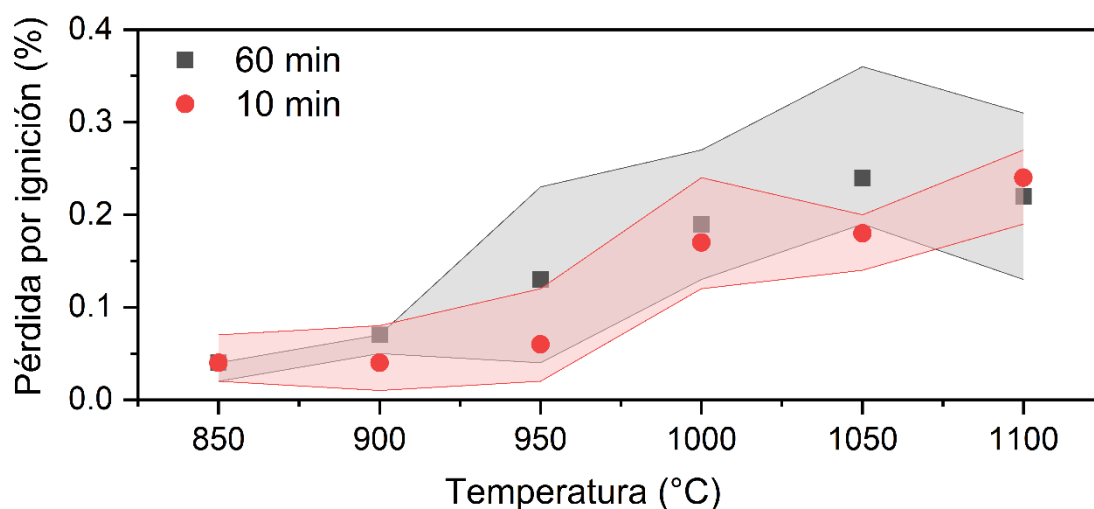


Figura 3.61. Comparación de la pérdida por ignición obtenida en muestras de obsidiana VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.40 se resumen los porcentajes promedio de expansión volumétrica relativa obtenidos en las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima. En la Figura 3.62 se comparan los porcentajes de expansión volumétrica relativa obtenidos para cada temperatura y tiempo de mantenimiento.

Tabla 3.40

Expansión volumétrica relativa de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	10 min (%)		60 min (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	1	[1, 2]	3	[0, 10]
900 °C	7	[1, 19]	23	[2, 62]
950 °C	62	[8, 136]	216	[8, 425]
1000 °C	352	[262, 457]	276	[77, 422]
1050 °C	371	[206, 476]	350	[205, 429]
1100 °C	476	[375, 538]	321	[187, 476]
1150 °C	362	[214, 442]	323	[221, 480]
1200 °C	366	[125, 526]	306	[170, 398]

Nota. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al análisis estadístico basado en percentiles.

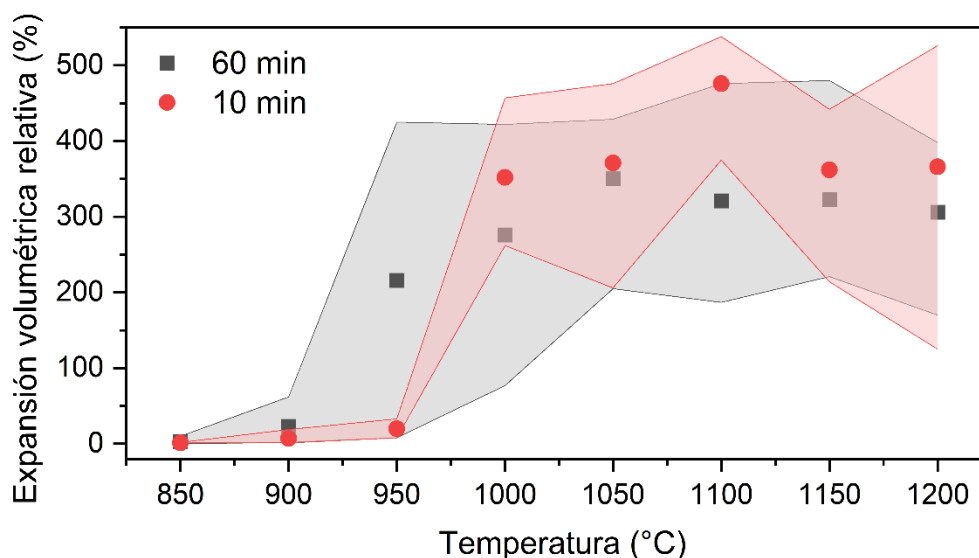


Figura 3.62. Comparación de la expansión volumétrica relativa obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de permanencia de 10 y 60 min a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.41 se resumen los valores promedio de la relación L/I obtenidos en las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con tiempos de permanencia de 10 y 60 min a la temperatura máxima. En la Figura 3.63 se comparan los valores de la relación L/I obtenidos para cada temperatura y tiempo de mantenimiento.

Tabla 3.41

Relación L/I de las muestras de obsidiana VP de tamaño M después de los tratamientos térmicos con 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	10 min		60 min	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	1.0	[1.0,1.0]	1.0	[1.0, 1.1]
900 °C	1.0	[1.0,1.0]	1.1	[1.0, 1.2]
950 °C	1.0	[1.0,1.1]	1.2	[1.0, 1.3]
1000 °C	1.1	[1.0,1.1]	1.2	[1.1, 1.4]
1050 °C	1.1	[1.0,1.2]	1.2	[1.1, 1.4]
1100 °C	1.1	[1.0,1.1]	1.2	[1.0, 1.4]
1150 °C	1.1	[1.0,1.2]	1.4	[1.0, 1.8]
1200 °C	1.2	[1.1,1.4]	2.3	[1.9, 2.5]

Nota. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al análisis estadístico basado en percentiles.

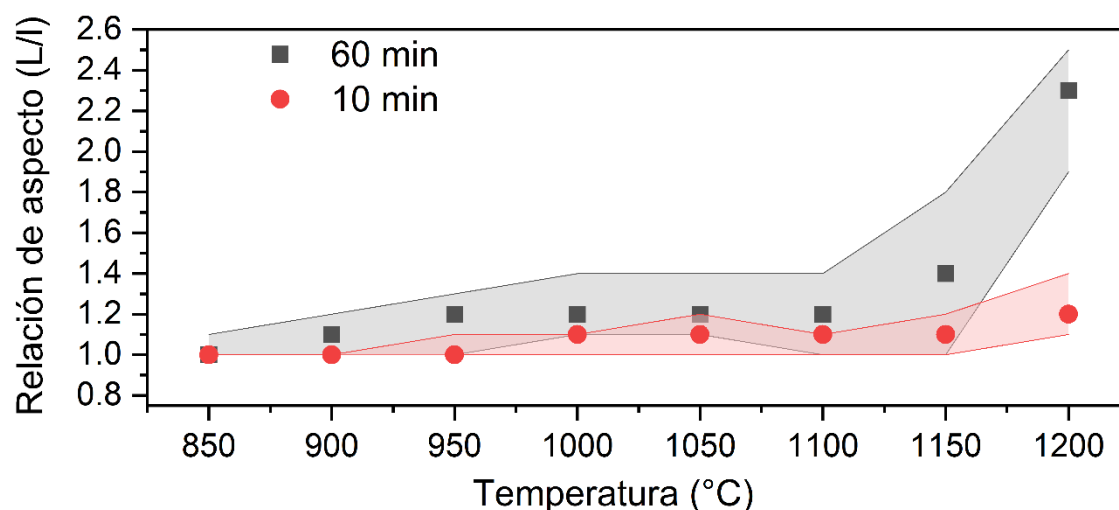


Figura 3.63. Comparación de la relación L/I obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaño M después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima.

- **Análisis de correlación de Spearman**

Dado que no se asumió una distribución normal para los datos experimentales, se empleó el coeficiente de correlación de Spearman para evaluar las relaciones monótonas entre las variables obtenidas después de los tratamientos térmicos. Este análisis permitió identificar la asociación entre la temperatura de tratamiento, la densidad final, la porosidad total final, la expansión volumétrica relativa, la pérdida por ignición y la relación L/I.

La Tabla 3.42 muestra la matriz de correlación correspondiente a las muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 min de permanencia a la temperatura máxima, mientras que la Tabla 3.43 presenta la matriz correspondiente a las muestras tratadas durante 60 min.

Tabla 3.42

Matriz de correlación de Spearman para muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 min de mantenimiento

Parámetro	Temp.	Densidad inicial	Porosidad inicial total	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición	Relación L/I
Temp.	-	-	-	-0.76	0.76	0.76	0.86	0.73
Densidad inicial	-	-	-	-0.14	0.15	0.16	0.16	0.11
Porosidad inicial total	-	-	-	0.14	-0.15	-0.16	-0.15	-0.11
Densidad final	-0.76	-0.14	0.14	-	-	-	-0.92	-0.60
Porosidad total final	0.76	0.16	-0.15	-	-	-	0.92	0.60
Expansión	0.76	0.17	-0.16	-	-	-	0.92	0.60
Pérdida por ignición	0.87	0.16	-0.15	-0.92	0.92	0.92	-	0.57
Relación L/I	0.74	0.11	-0.11	-0.60	0.60	0.60	0.57	-

Nota. Las correlaciones entre densidad final, porosidad total final y expansión volumétrica relativa no se indican por tratarse de variables matemáticamente relacionadas. Para pérdida por ignición, las correlaciones se calcularon solo con los datos disponibles entre 850 y 1100 °C.

Tabla 3.43

Matriz de correlación de Spearman para las muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 60 min de mantenimiento

Parámetro	Temp.	Densidad inicial	Porosidad inicial total	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición	Relación L/I
Temp.	-	-	-	-0.60	0.61	0.60	0.81	0.60
Densidad inicial	-	-	-	-0.49	0.48	0.49	0.27	-0.10
Porosidad inicial total	-	-	-	0.49	-0.48	-0.49	-0.26	0.11
Densidad final	-0.60	-0.49	0.49	-	-	-	-0.89	-0.25
Porosidad total final	0.61	0.48	-0.48	-	-	-	0.89	0.25
Expansión	0.60	0.49	-0.49	-	-	-	0.90	0.25
Pérdida por ignición	0.81	0.27	-0.26	-0.89	0.89	0.90	-	0.24
Relación L/I	0.60	-0.10	0.11	-0.25	0.25	0.25	0.24	-

Nota. Temp.: temperatura. Los valores corresponden al coeficiente de correlación de Spearman. Los guiones indican correlaciones omitidas por redundancia entre variables derivadas o por duplicidad en la matriz. Para pérdida por ignición, las correlaciones se calcularon solo con los datos disponibles entre 850 y 1100 °C

- **Análisis estadístico de la densidad aparente final, pérdida por ignición y relación de aspecto**

Para evaluar el efecto del tiempo de mantenimiento sobre las propiedades físicas de las muestras de obsidiana VP de tamaño M, se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal–Wallis a la densidad aparente final, la pérdida por ignición y la relación L/I. El análisis se realizó de manera independiente para cada temperatura de tratamiento, comparando los tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min a la temperatura máxima, con un nivel de significancia de $\alpha = 0.05$.

Tabla 3.44

Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C	0.12	0.72	No existe diferencia
900 °C	2.15	0.14	No existe diferencia
950 °C	3.15	0.08	No existe diferencia
1000 °C	0.54	0.46	No existe diferencia
1050 °C	0.54	0.46	No existe diferencia
1100 °C	4.96	0.03	Existe diferencia
1150 °C	0.54	0.46	No existe diferencia
1200 °C	1.33	0.25	No existe diferencia

Nota. Los valores de χ^2 y p corresponden a la comparación entre los tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min para cada temperatura. Con $\alpha = 0.05$, solo se observó una diferencia estadísticamente significativa a 1100 °C. Sin embargo, los intervalos de densidad para ambas series se solapan parcialmente ([0.37, 0.50] y [0.41, 0.81] g·cm⁻³), y esta diferencia no se repite en las temperaturas inferiores ni superiores. Por ello, este resultado se interpreta como una diferencia puntual, probablemente asociada a diferencias microestructurales iniciales entre las muestras comparadas, más que a una separación clara entre los tiempos de permanencia.

Se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal–Wallis para evaluar si existían diferencias estadísticamente significativas entre las densidades aparentes finales obtenidas en distintos intervalos de temperatura, para cada tiempo de mantenimiento estudiado en las muestras de obsidiana VP de

tamaño M. El análisis se realizó por separado para las series de 10 y 60 min, con un nivel de significancia de $\alpha = 0.05$. Los valores de chi cuadrada (χ^2) y valor p se muestran en la Tabla 3.45.

Tabla 3.45

Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la densidad aparente final de muestras de obsidiana VP de tamaño M, considerando distintos intervalos de temperatura para 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C-1200 °C (10 min)	32.22	0.0001	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (10 min)	24.23	0.0005	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (10 min)	16.36	0.006	Existe diferencia
1000 °C-1200 °C (10 min)	6.07	0.194	No existe diferencia
850 °C-1200 °C (60 min)	23.14	0.002	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (60 min)	14.04	0.029	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (60 min)	3.15	0.68	No existe diferencia

Nota. Con $\alpha = 0.05$, la serie de 10 min dejó de mostrar diferencias significativas a partir del intervalo 1000–1200 °C, mientras que la serie de 60 min dejó de mostrar diferencias significativas a partir del intervalo 950–1200 °C

No fue necesario realizar una prueba estadística independiente para la porosidad total, debido a que esta variable se calculó a partir de la densidad real y la densidad aparente de las muestras. Al tratarse de una variable derivada de la densidad aparente, las diferencias estadísticas siguen la misma tendencia que las observadas para la densidad.

De manera análoga, se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal–Wallis para comparar la pérdida por ignición obtenida en las muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 y 60 min de mantenimiento. El análisis se realizó de manera independiente para cada temperatura entre 850 y 1100 °C, ya que la pérdida por ignición no fue determinada para 1150 y 1200 °C. La Tabla 3.46 muestra los valores de χ^2 y p obtenidos.

Tabla 3.46

Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la pérdida por ignición de muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C	0.013	0.91	No existe diferencia
900 °C	2.63	0.10	No existe diferencia
950 °C	3.23	0.07	No existe diferencia
1000 °C	0.18	0.68	No existe diferencia
1050 °C	4.42	0.05	No existe diferencia
1100 °C	0.90	0.34	No existe diferencia

Nota. Los valores de χ^2 y p corresponden a la comparación entre los tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min para cada temperatura. Con $\alpha = 0.05$, no se observaron diferencias estadísticamente significativas en la pérdida por ignición entre ambos tiempos de mantenimiento.

Para evaluar si existían diferencias estadísticamente significativas en la relación L/I entre los tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min, se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal–Wallis de manera independiente para cada temperatura de tratamiento. La Tabla 3.47 muestra los valores de χ^2 y p obtenidos.

Tabla 3.47

Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la relación L/I de muestras de obsidiana VP de tamaño M tratadas con 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C	2.22	0.14	No existe diferencia
900 °C	5.54	0.02	No existe diferencia
950 °C	0.95	0.33	No existe diferencia
1000 °C	3.17	0.07	No existe diferencia
1050 °C	1.13	0.29	No existe diferencia
1100 °C	0.40	0.53	No existe diferencia
1150 °C	1.10	0.29	No existe diferencia
1200 °C	6.82	0.009	Existe diferencia

Nota. Los valores de χ^2 y p corresponden a la comparación entre los tiempos de mantenimiento de 10 y 60 min para cada temperatura. Con $\alpha = 0.05$, no se observaron diferencias estadísticamente significativas en la pérdida por ignición entre ambos tiempos de mantenimiento.

Se aplicó la prueba no paramétrica de Kruskal–Wallis para evaluar si existían diferencias estadísticamente significativas en la relación L/I de las muestras de obsidiana VP de tamaño M, considerando distintos intervalos de temperatura para cada tiempo de mantenimiento. El análisis se realizó por separado para las series de 10 y 60 min, con un nivel de significancia de $\alpha = 0.05$. La Tabla 3.48 muestra los valores de chi cuadrada (χ^2) y el valor p obtenidos para cada intervalo evaluado.

Tabla 3.48

Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis aplicada a la relación L/I de muestras de obsidiana VP de tamaño M, considerando distintos intervalos de temperatura para 10 y 60 min de mantenimiento

Temperatura	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
850 °C-1200 °C (10 min)	24.83	0.0008	Existe diferencia
900 °C-1200 °C (10 min)	19.07	0.004	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (10 min)	12.48	0.03	Existe diferencia
1000 °C-1200 °C (10 min)	9.40	0.05	No existe diferencia
850 °C-1200 °C (60 min)	18.66	0.009	Existe diferencia
850 °C-1100 °C (60 min)	6.36	0.27	No existen diferencias
850 °C-1150 °C (60 min)	7.50	0.28	No existen diferencias
900 °C-1200 °C (60 min)	14.07	0.03	Existe diferencia
950 °C-1200 °C (60 min)	12.77	0.03	Existe diferencia
1000 °C-1200 °C (60 min)	12.05	0.02	Existe diferencia
1050 °C-1200 °C (60 min)	9.58	0.02	Existe diferencia
1100 °C-1200 °C (60 min)	9.57	0.008	Existe diferencia
1150 °C y 1200 °C (60 min)	6.82	0.009	Existe diferencia

Nota. Los valores de χ^2 y p corresponden a la comparación de la relación L/I dentro de cada intervalo de temperatura evaluado. Con $\alpha = 0.05$, en la serie de 10 min las diferencias dejan de ser significativas al considerar el intervalo 1000–1200 °C. En la serie de 60 min, no se observaron diferencias significativas hasta 1150 °C; las diferencias aparecen cuando se incluye 1200 °C, lo que indica una modificación geométrica más marcada a esa temperatura.

Los resultados obtenidos en las muestras VP_M muestran que la respuesta expansiva de la obsidiana VP dependió de la temperatura y del tiempo de mantenimiento. Para 60 min de mantenimiento, se identificó una zona crítica entre 900 y 950 °C, donde comenzó la disminución marcada de la densidad aparente y el incremento de la porosidad total (Figuras 3.59 y 3.60). A partir de 950 °C, las densidades tendieron a estabilizarse dentro del intervalo 950–1200 °C, con valores mínimos cercanos a 0.41 g·cm⁻³ y porosidades de hasta 82 % (Tablas 3.37 y 3.38). En cambio, para 10 min de mantenimiento, la región de estabilización se alcanzó a partir de 1000 °C, con densidades mínimas cercanas a 0.37 g·cm⁻³ y porosidades máximas de 84 %.

La diferencia observada a 950 °C entre 10 y 60 min indica que un mantenimiento de 10 min todavía no es suficiente para alcanzar el mismo nivel de expansión registrado con 60 min (Figuras 3.57 y 3.58). El mayor tiempo de mantenimiento favorece una condición térmica más homogénea dentro de la muestra y permite un desarrollo más efectivo de la fase gaseosa. Una vez alcanzado el intervalo de estabilización, la expansión volumétrica queda limitada por el balance entre presión interna del gas, viscosidad de la matriz vítrea y tensión superficial [81,151,152,173]. A temperaturas superiores, la coalescencia de poros y el colapso de la estructura celular podrían conducir a la densificación del material [181,182].

La dispersión de los valores de densidad y porosidad dentro del intervalo de estabilidad puede atribuirse a la heterogeneidad propia de la obsidiana VP como son la porosidad inicial e inclusiones cristalinas (Figuras 3.59 y 3.60). Las regiones cristalizadas (Figura 3.26, Sección 3.2.2) no participan directamente en el proceso de expansión como se discutirá más adelante en la Sección 3.2.5.4, *Evolución microestructural de la porosidad en la obsidiana VP* y la cantidad de porosidad inicial actúa como sitios preferenciales de nucleación o crecimiento de la porosidad [27,81].

. El análisis de correlación de Spearman para las muestras tratadas a 60 minutos, mostró una relación negativa entre la porosidad inicial y la

porosidad final (Tabla 3.43). Esta relación debe interpretarse considerando que una mayor porosidad inicial puede estar acompañada por una mayor presencia de zonas de cristalización, visibles en la superficie y continuas hacia el interior de la muestra. Por lo tanto, ambos factores no deben analizarse como efectos completamente independientes. Por un lado, un mayor número de poros preexistentes distribuye los gases liberados durante el calentamiento entre más poros, reduciendo la presión efectiva por poro y limitando su crecimiento, como se discutió para las muestras V_G (Sección 3.2.4.2). Por otro lado, las zonas de cristalización no participan directamente en la expansión de la matriz vítrea, por lo que reducen la fracción efectiva de material capaz de expandirse. Este efecto adquiere mayor relevancia en las muestras de mayor tamaño, como las VP_G , donde el incremento del peso propio aumenta la resistencia que debe superar la presión interna del gas para promover el crecimiento de los poros.

La pérdida por ignición aumentó con la temperatura (Figura 3.61) lo que indica una liberación progresiva de especies volátiles durante el calentamiento. Aunque una mayor liberación de volátiles podría favorecer la salida de gases y, eventualmente, la densificación, dentro del intervalo evaluado la matriz vítrea mantuvo suficiente capacidad para retener parte de esa fase gaseosa y permitir el desarrollo de porosidad.

La relación L/I mostró mayor sensibilidad a temperaturas elevadas. Entre 1150 y 1200 °C, su incremento fue más marcado, especialmente a 60 min de mantenimiento (Figura 3.63), reflejándose en una pérdida de estabilidad geométrica asociada al ablandamiento de la matriz vítrea. Para las muestras VP_M , el intervalo de 950–1100 °C representa la condición más favorable para obtener baja densidad y alta porosidad sin deformación geométrica pronunciada. La expansión volumétrica de las muestras VP depende no solo de la temperatura y el tiempo de mantenimiento, sino también de la porosidad inicial y de la distribución de las zonas de cristalización.

3.2.5.2 Efecto del tamaño de muestra en la expansión de la obsidiana VP

En la Tabla 3.49 se presentan los resultados obtenidos después de someter las muestras de obsidiana VP de tamaño G a tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Tabla 3.49

Resultados físicos de las muestras de obsidiana VP de tamaño G después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento

Muestra	Densidad inicial	Porosidad inicial total	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición	Relación L/I
VP _{G,1} , 850,60	2.358	0.72	2.35	1.0	0	0.01	1.00
VP _{G,2} , 850,60	2.351	1.00	2.34	1.4	0	0.03	1.00
VP _{G,3} , 850,60	2.349	1.07	2.34	1.4	0	0.01	1.00
VP _{G,4} , 850,60	2.358	0.69	2.34	1.3	1	0.00	1.00
VP _{G,5} , 850,60	2.360	0.64	2.34	1.3	1	0.01	1.00
VP _{G,1} , 900,60	2.359	0.66	1.24	47.9	91	0.04	1.25
VP _{G,2} , 900,60	2.360	0.63	1.53	35.7	55	0.03	1.09
VP _{G,3} , 900,60	2.350	1.04	2.10	11.7	12	0.02	1.10
VP _{G,4} , 900,60	2.358	0.69	1.73	27.3	37	0.02	1.00
VP _{G,5} , 900,60	2.357	0.75	2.10	11.5	12	0.03	1.00
VP _{G,1} , 950,60	2.358	0.70	0.36	84.9	556	0.23	1.19
VP _{G,2} , 950,60	2.360	0.63	0.38	83.8	513	0.21	1.00
VP _{G,3} , 950,60	2.360	0.62	0.36	84.7	551	0.23	1.11
VP _{G,4} , 950,60	2.357	0.75	0.51	78.5	361	0.15	1.06
VP _{G,5} , 950,60	2.357	0.74	0.76	67.8	208	0.13	1.11
VP _{G,1} , 1000,60	2.359	0.65	0.35	85.3	577	0.23	1.19
VP _{G,2} , 1000,60	2.347	1.16	0.59	75.3	300	0.13	1.19
VP _{G,3} , 1000,60	2.360	0.61	0.34	85.8	601	0.24	1.11
VP _{G,4} , 1000,60	2.360	0.64	0.39	83.7	511	0.23	1.15
VP _{G,5} , 1000,60	2.357	0.73	0.57	75.8	311	0.14	1.00
VP _{G,1} , 1050,60	2.361	0.57	0.33	86.0	610	0.24	1.13
VP _{G,2} , 1050,60	2.360	0.61	0.34	85.7	597	0.24	1.16
VP _{G,3} , 1050,60	2.357	0.73	0.32	86.5	637	0.26	1.19
VP _{G,4} , 1050,60	2.362	0.53	0.48	79.6	388	0.19	1.17
VP _{G,5} , 1050,60	2.363	0.51	0.49	79.4	383	0.17	1.10
VP _{G,1} , 1100,60	2.356	0.78	0.32	86.5	635	0.28	1.34
VP _{G,2} , 1100,60	2.346	1.20	0.52	78.2	353	0.13	1.16
VP _{G,3} , 1100,60	2.357	0.73	0.45	81.2	427	0.21	1.23
VP _{G,4} , 1100,60	2.363	0.48	0.47	80.2	403	0.20	1.16
VP _{G,5} , 1100,60	2.363	0.50	0.45	81.0	425	0.21	1.13
VP _{G,1} , 1150,60	2.359	0.68	0.33	86.1	612	NA	1.23
VP _{G,2} , 1150,60	2.337	1.58	0.60	74.7	289	NA	1.77
VP _{G,3} , 1150,60	2.355	0.83	0.33	86.3	625	NA	1.45
VP _{G,4} , 1150,60	2.362	0.56	0.43	81.8	446	NA	1.80
VP _{G,5} , 1150,60	2.362	0.56	0.50	79.1	377	NA	1.50
VP _{G,1} , 1200,60	2.358	0.73	0.36	84.9	559	NA	1.90
VP _{G,2} , 1200,60	2.359	0.65	0.35	85.2	572	NA	2.28
VP _{G,3} , 1200,60	2.358	0.70	0.37	84.3	534	NA	2.54
VP _{G,4} , 1200,60	2.365	0.41	0.48	79.9	396	NA	3.73
VP _{G,5} , 1200,60	2.364	0.44	0.44	81.5	439	NA	4.13

Nota. La nomenclatura VP α ,n,T,t indica tamaño de muestra, número de muestra, temperatura máxima y tiempo de mantenimiento. L/I corresponde a la relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. NA: no determinado.

En la Figura 3.64 se muestran los cambios físicos producidos en la obsidiana VP de tamaño G como resultado de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. A 850 °C, las muestras conservaron dimensiones cercanas a las iniciales. A partir de 900 °C se observó el inicio de la expansión, aunque con diferencias entre muestras. Entre 950 y 1150 °C, las muestras desarrollaron una expansión marcada y conservaron, en general, una geometría prismática. A 1200 °C, el redondeamiento de las aristas y el aumento de la relación L/l evidenciaron una deformación geométrica más pronunciada.

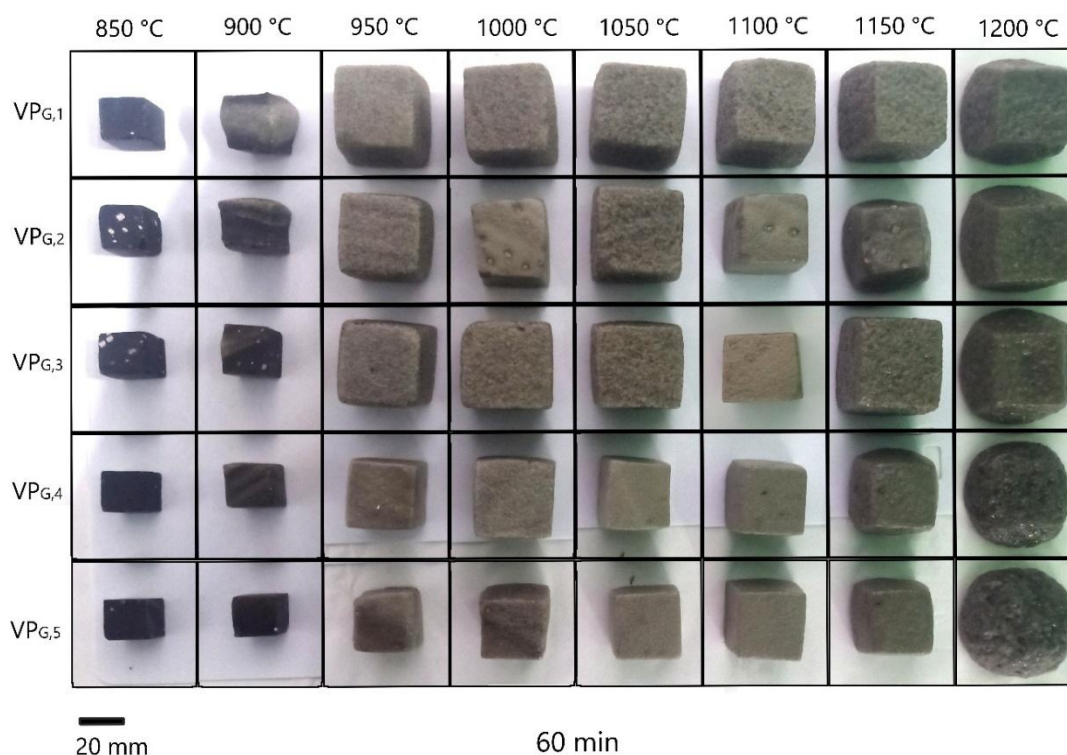


Figura 3.64. Evolución macroscópica de muestras de obsidiana VP de tamaño G sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.50 se presentan los resultados obtenidos después de someter las muestras de obsidiana tipo VP de tamaño C a tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Tabla 3.50

Resultados físicos de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaño C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento.

Muestra	Densidad inicial	Porosidad inicial total	Densidad final	Porosidad total final	Expansión	Pérdida por ignición	Relación L/l
VP _{C,1, 850,60}	2.353	0.91%	2.33	1.8	1	0.05	1.00
VP _{C,2, 850,60}	2.351	0.99%	2.33	2.1	1	0.02	1.00
VP _{C,3, 850,60}	2.351	1.01%	2.33	2.1	1	0.04	1.00
VP _{C,4, 850,60}	2.356	0.78%	2.33	1.7	1	0.06	1.00
VP _{C,5, 850,60}	2.353	0.92%	2.34	1.6	1	0.04	1.00
VP _{C,1, 900,60}	2.368	0.30%	2.28	4.0	4	0.02	1.00
VP _{C,2, 900,60}	2.364	0.47%	2.26	4.7	4	0.02	1.00
VP _{C,3, 900,60}	2.347	1.19%	2.12	10.7	11	0.04	1.20
VP _{C,4, 900,60}	2.353	0.94%	1.67	29.7	41	0.06	1.08
VP _{C,5, 900,60}	2.349	1.07%	2.10	11.5	12	0.09	1.00
VP _{C,1, 950,60}	2.367	0.34%	0.66	72.2	258	0.18	1.13
VP _{C,2, 950,60}	2.367	0.33%	0.65	72.8	267	0.18	1.19
VP _{C,3, 950,60}	2.367	0.34%	0.63	73.6	278	0.11	1.11
VP _{C,4, 950,60}	2.351	1.02%	0.48	79.7	388	0.25	1.00
VP _{C,5, 950,60}	2.359	0.65%	0.66	72.1	256	0.18	1.00
VP _{C,1, 1000,60}	2.367	0.33%	0.54	77.2	337	0.21	1.11
VP _{C,2, 1000,60}	2.356	0.81%	0.56	76.6	324	0.20	1.25
VP _{C,3, 1000,60}	2.362	0.54%	0.61	74.4	289	0.20	1.11
VP _{C,4, 1000,60}	2.351	1.01%	0.48	79.6	385	0.28	1.00
VP _{C,5, 1000,60}	2.347	1.18%	0.56	76.4	319	0.24	1.13
VP _{C,1, 1050,60}	2.357	0.74%	0.59	75.2	301	0.19	1.11
VP _{C,2, 1050,60}	2.357	0.75%	0.59	75.2	301	0.22	1.12
VP _{C,3, 1050,60}	2.356	0.78%	0.61	74.4	288	0.20	1.12
VP _{C,4, 1050,60}	2.348	1.12%	0.56	76.5	321	0.27	1.25
VP _{C,5, 1050,60}	2.346	1.23%	0.61	74.4	286	0.29	1.13
VP _{C,1, 1100,60}	2.352	0.95%	0.64	72.9	265	0.14	1.11
VP _{C,2, 1100,60}	2.348	1.14%	0.63	73.5	273	0.20	1.11
VP _{C,3, 1100,60}	2.355	0.84%	0.63	73.5	274	0.24	1.13
VP _{C,4, 1100,60}	2.354	0.86%	0.55	77.0	332	0.30	1.00
VP _{C,5, 1100,60}	2.349	1.10%	0.57	75.8	309	0.29	1.06
VP _{C,1, 1150,60}	2.338	1.53%	0.80	66.3	192	NA	1.00
VP _{C,2, 1150,60}	2.335	1.70%	0.75	68.3	210	NA	1.13
VP _{C,3, 1150,60}	2.339	1.51%	0.72	69.5	223	NA	1.13
VP _{C,4, 1150,60}	2.354	0.89%	0.80	66.5	196	NA	1.18
VP _{C,5, 1150,60}	2.359	0.68%	0.74	68.6	217	NA	1.20
VP _{C,1, 1200,60}	2.357	0.77%	0.71	70.3	234	NA	1.57
VP _{C,2, 1200,60}	2.354	0.88%	0.70	70.4	235	NA	1.57
VP _{C,3, 1200,60}	2.355	0.82%	0.67	71.8	252	NA	1.57
VP _{C,4, 1200,60}	2.347	1.16%	0.61	74.5	288	NA	1.71
VP _{C,5, 1200,60}	2.354	0.88%	0.70	70.5	236	NA	1.83

Nota. La nomenclatura VP α ,n,T,t indica tamaño de muestra, número de muestra, temperatura máxima y tiempo de mantenimiento. L/l corresponde a la relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico. NA: no determinado.

En la Figura 3.65 se muestran los cambios físicos producidos en la obsidiana tipo VP de tamaño C como resultado de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. A 850 °C, las muestras conservaron dimensiones cercanas a las iniciales. A 900 °C se observó el inicio de cambios volumétricos en algunas muestras, mientras que a partir de 950 °C la expansión fue evidente en toda la serie. Entre 950 y 1150 °C, las muestras conservaron en general una geometría prismática. A 1200 °C, las muestras tendieron a ser más esféricas.

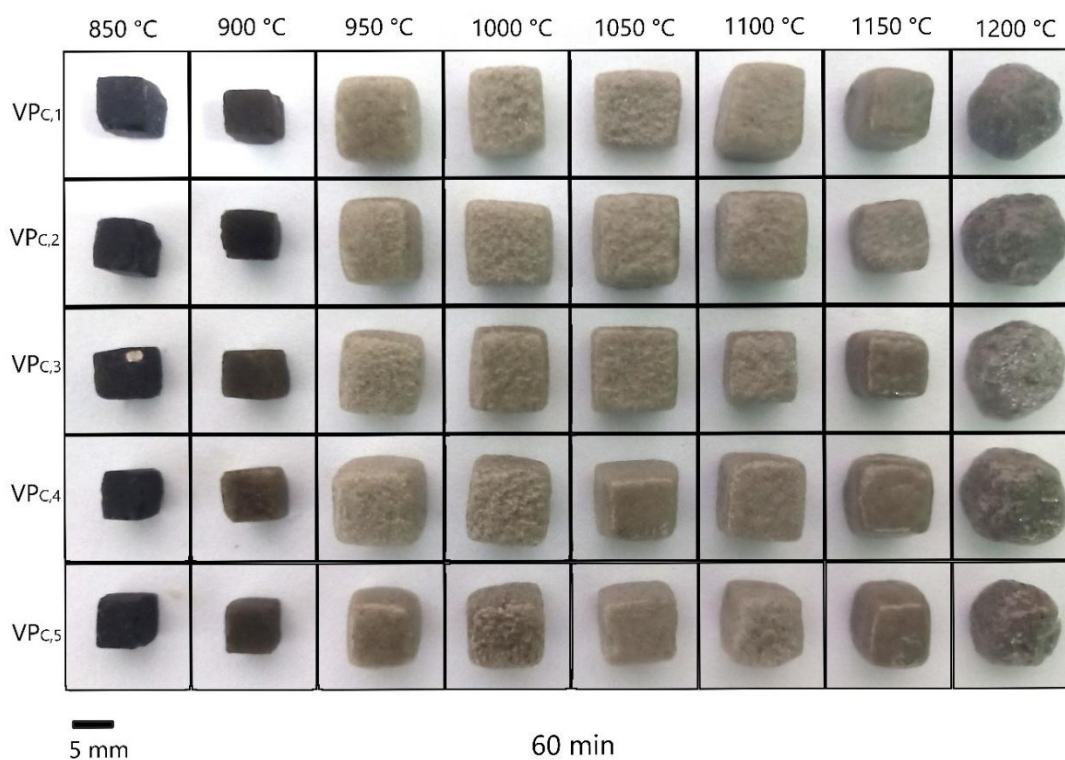


Figura 3.65. Evolución macroscópica de muestras de obsidiana VP de tamaño C sometidas a tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.51 se presentan los resultados obtenidos después de someter las muestras de obsidiana VP de tamaño D a tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. Estas muestras fueron obtenidas a partir de polvo compactado, por lo que no se indica densidad inicial, porosidad inicial, expansión volumétrica relativa, pérdida por ignición ni relación L/I.

Tabla 3.51

Resultados físicos de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaño D después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento

	Densidad inicial (g/cm ³)	Porosidad inicial total (%)	Densidad final (g/cm ³)	Porosidad total final (%)	Expansión (%)	Pérdida por ignición (%)	Relación L/I
VP _{C,1} , 850,60	NA	NA	1.75	26.4	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 850,60	NA	NA	1.56	34.3	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 850,60	NA	NA	1.53	35.7	NA	NA	NA
VP _{C,1} , 900,60	NA	NA	1.94	18.4	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 900,60	NA	NA	1.83	22.9	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 900,60	NA	NA	1.86	21.5	NA	NA	NA
VP _{C,1} , 950,60	NA	NA	2.16	8.9	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 950,60	NA	NA	2.21	7.1	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 950,60	NA	NA	2.18	8.3	NA	NA	NA
VP _{C,1} , 1000,60	NA	NA	2.29	3.6	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 1000,60	NA	NA	2.28	4.1	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 1000,60	NA	NA	2.27	4.4	NA	NA	NA
VP _{C,1} , 1050,60	NA	NA	2.26	4.8	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 1050,60	NA	NA	2.25	5.1	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 1050,60	NA	NA	2.26	4.6	NA	NA	NA
VP _{C,1} , 1100,60	NA	NA	2.26	5.0	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 1100,60	NA	NA	2.26	4.9	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 1100,60	NA	NA	2.25	5.3	NA	NA	NA
VP _{C,1} , 1150,60	NA	NA	2.24	5.8	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 1150,60	NA	NA	2.22	6.4	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 1150,60	NA	NA	2.24	5.7	NA	NA	NA
VP _{C,1} , 1200,60	NA	NA	2.24	5.8	NA	NA	NA
VP _{C,2} , 1200,60	NA	NA	2.22	6.4	NA	NA	NA
VP _{C,3} , 1200,60	NA	NA	2.24	5.7	NA	NA	NA

Nota. La nomenclatura VPD,n,T,t indica muestra de obsidiana VP obtenida a partir de polvo compactado, número de muestra, temperatura máxima y tiempo de mantenimiento. NA: no determinado.

En la Tabla 3.52 se resumen las densidades aparentes obtenidas en las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M, C y D después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. En la Figura 3.67 se comparan las densidades aparentes obtenidas para cada tamaño de muestra y temperatura de tratamiento.

Tabla 3.52

Densidad aparente final de las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M, C y D después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento

Temp.	VP _G (g·cm ⁻³)		VP _M (g·cm ⁻³)		VP _C (g·cm ⁻³)		VP _D (g·cm ⁻³)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	2.34	[2.34, 2.35]	2.29	[2.12, 2.35]	2.33	[2.33, 2.34]	1.61	[1.53, 1.75]
900 °C	1.74	[1.24, 2.10]	1.95	[1.44, 2.30]	2.09	[1.67, 2.28]	1.88	[1.83, 1.94]
950 °C	0.47	[0.36, 0.76]	1.00	[0.45, 2.18]	0.62	[0.48, 0.66]	2.18	[2.16, 2.21]
1000 °C	0.45	[0.34, 0.59]	0.75	[0.45, 1.30]	0.55	[0.48, 0.61]	2.28	[2.27, 2.29]
1050 °C	0.39	[0.32, 0.49]	0.54	[0.44, 0.76]	0.59	[0.56, 0.61]	2.26	[2.25, 2.26]
1100 °C	0.44	[0.32, 0.52]	0.59	[0.41, 0.81]	0.60	[0.55, 0.64]	2.26	[2.25, 2.26]
1150 °C	0.44	[0.33, 0.60]	0.58	[0.41, 0.72]	0.76	[0.72, 0.80]	2.23	[2.22, 2.24]
1200 °C	0.40	[0.35, 0.48]	0.60	[0.47, 0.86]	0.68	[0.61, 0.71]	2.23	[2.22, 2.24]

Nota. Temp. = temperatura de tratamiento. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al análisis estadístico basado en percentiles.

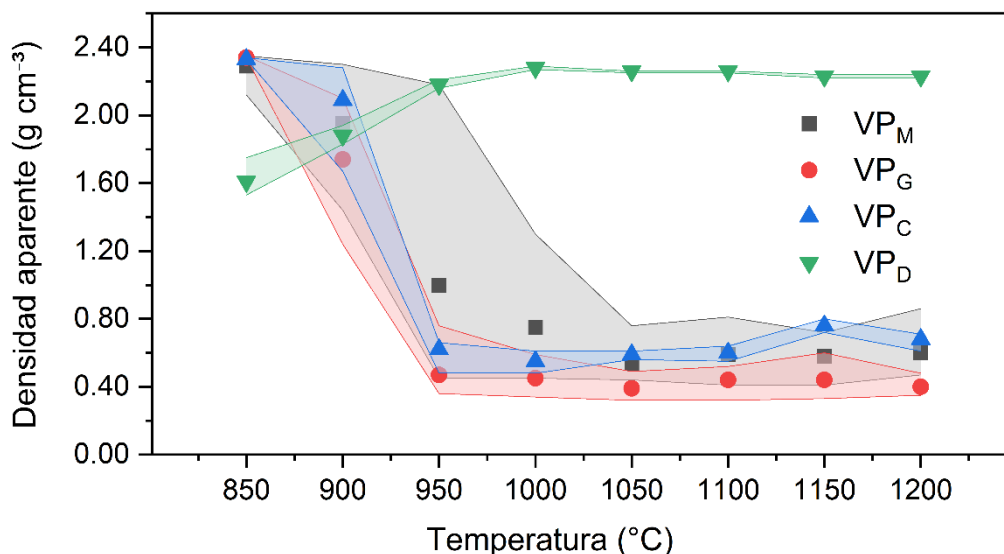


Figura 3.67. Comparación de la densidad aparente final obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M, C y D después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.53 se resumen los porcentajes promedio de porosidad total final obtenidos en las muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M, C y D después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. En la Figura 3.68 se comparan los valores de porosidad total final obtenidos para cada tamaño de muestra y temperatura de tratamiento.

Tabla 3.53

Porosidad total final de las muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M, C y D después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento

Temp.	VP _G (%)		VP _M (%)		VP _C (%)		VP _D (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	1.28	[1.0, 1.4]	3.8	[1.0, 10.8]	1.9	[1.6, 2.1]	32.1	[26.4, 35.7]
900 °C	26.8	[11.5, 47.9]	17.8	[3.1, 39.4]	12.1	[4.0, 29.7]	20.9	[18.4, 22.9]
950 °C	79.9	[67.8, 84.9]	57.8	[8.4, 81.1]	74.1	[72.1, 79.7]	8.1	[7.1, 8.9]
1000 °C	81.2	[75.3, 85.8]	68.4	[45.1, 81.0]	76.8	[74.4, 79.6]	4.0	[3.6, 4.4]
1050 °C	83.4	[79.4, 86.5]	77.2	[67.8, 81.3]	75.1	[74.4, 76.5]	4.8	[4.6, 5.1]
1100 °C	81.4	[78.2, 86.5]	75.1	[65.8, 82.8]	74.5	[72.9, 77.0]	5.1	[4.9, 5.3]
1150 °C	81.6	[74.7, 86.3]	75.7	[69.5, 82.9]	67.8	[66.3, 69.5]	6.0	[5.7, 6.4]
1200 °C	83.2	[79.9, 85.2]	74.7	[63.9, 80.1]	71.5	[70.3, 74.5]	6.0	[5.7, 6.4]

Nota. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al análisis estadístico basado en percentiles.

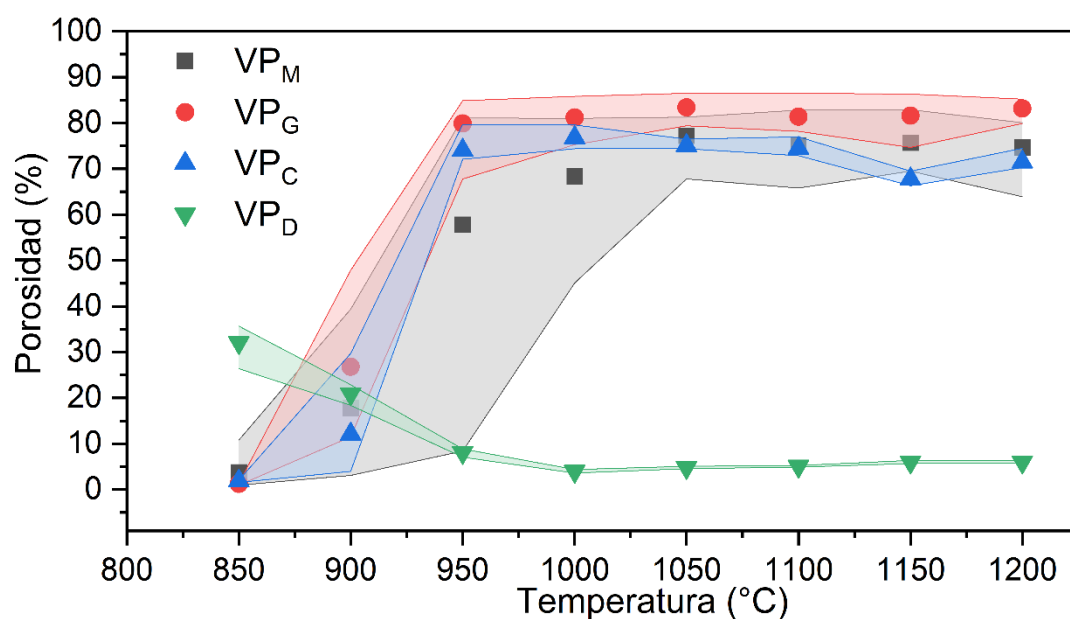


Figura 3.68. Comparación de la porosidad total obtenida en muestras de obsidiana VP de tamaños G, M, C y D después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.54 se resumen los porcentajes promedio de pérdida por ignición obtenidos en las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1100 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. En la Figura 3.69 se comparan los valores de pérdida por ignición obtenidos para cada tamaño de muestra y temperatura de tratamiento.

Tabla 3.54

Pérdida por ignición de las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento

Temp.	VP _G (%)		VP _M (%)		VP _C (%)	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	0.01	[0.00, 0.01]	0.03	[0.02, 0.04]	0.04	[0.02, 0.06]
900 °C	0.03	[0.02, 0.04]	0.07	[0.06, 0.08]	0.05	[0.02, 0.09]
950 °C	0.19	[0.13, 0.23]	0.13	[0.04, 0.23]	0.18	[0.11, 0.25]
1000 °C	0.19	[0.13, 0.24]	0.19	[0.13, 0.27]	0.23	[0.20, 0.28]
1050 °C	0.22	[0.17, 0.26]	0.24	[0.19, 0.36]	0.23	[0.19, 0.29]
1100 °C	0.21	[0.13, 0.28]	0.22	[0.13, 0.31]	0.23	[0.14, 0.30]

Nota. Temp. = temperatura de tratamiento. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al análisis estadístico basado en percentiles. L/l corresponde a la relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico.

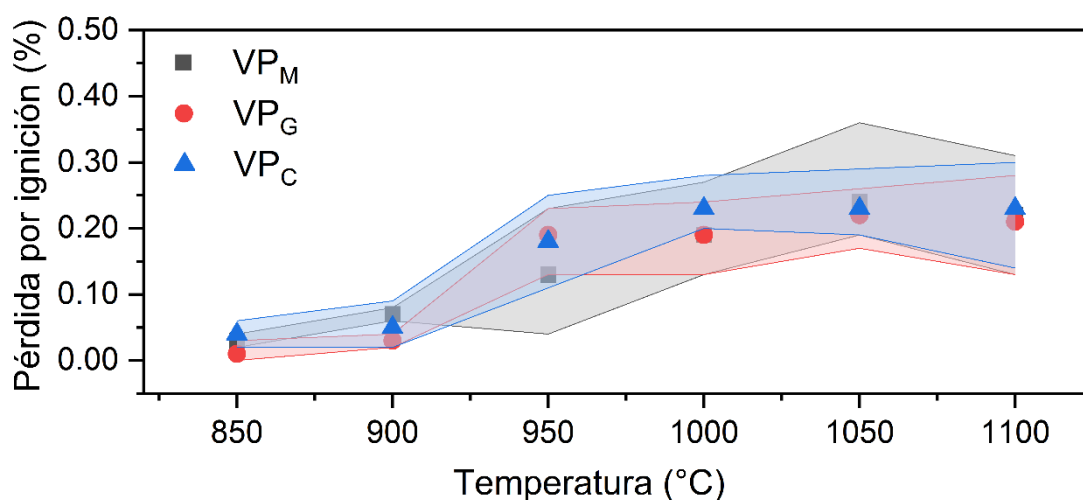


Figura 3.69. Comparación de la pérdida por ignición obtenida en muestras de obsidiana VP de tamaños G, M y C después de tratamientos térmicos entre 850 y 1100 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

En la Tabla 3.55 se resumen los valores promedio de la relación L/I obtenidos en las muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos realizados entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima. En la Figura 3.70 se compara la relación L/I obtenida para cada tamaño de muestra y temperatura de tratamiento.

Tabla 3.55

Relación L/I de las muestras de obsidiana VP de tamaños G, M y C después de los tratamientos térmicos con 60 min de mantenimiento

Temp.	VP _G		VP _M		VP _C	
	Media	Intervalo	Media	Intervalo	Media	Intervalo
850 °C	1.0	[1.0, 1.0]	1.0	[1.0, 1.1]	1.0	[1.0, 1.0]
900 °C	1.1	[1.0, 1.3]	1.1	[1.0, 1.2]	1.1	[1.0, 1.2]
950 °C	1.1	[1.0, 1.2]	1.2	[1.0, 1.3]	1.1	[1.0, 1.2]
1000 °C	1.1	[1.0, 1.2]	1.2	[1.1, 1.4]	1.1	[1.0, 1.3]
1050 °C	1.2	[1.1, 1.2]	1.2	[1.1, 1.4]	1.1	[1.1, 1.3]
1100 °C	1.2	[1.1, 1.3]	1.2	[1.0, 1.4]	1.1	[1.0, 1.1]
1150 °C	1.6	[1.2, 1.8]	1.4	[1.0, 1.8]	1.1	[1.0, 1.2]
1200 °C	2.9	[1.9, 4.1]	2.3	[1.9, 2.5]	1.7	[1.6, 1.8]

Nota. Temp. = temperatura de tratamiento. Para todas las muestras se utilizó una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Los intervalos corresponden al análisis estadístico basado en percentiles. L/I corresponde a la relación entre la dimensión mayor y menor después del tratamiento térmico.

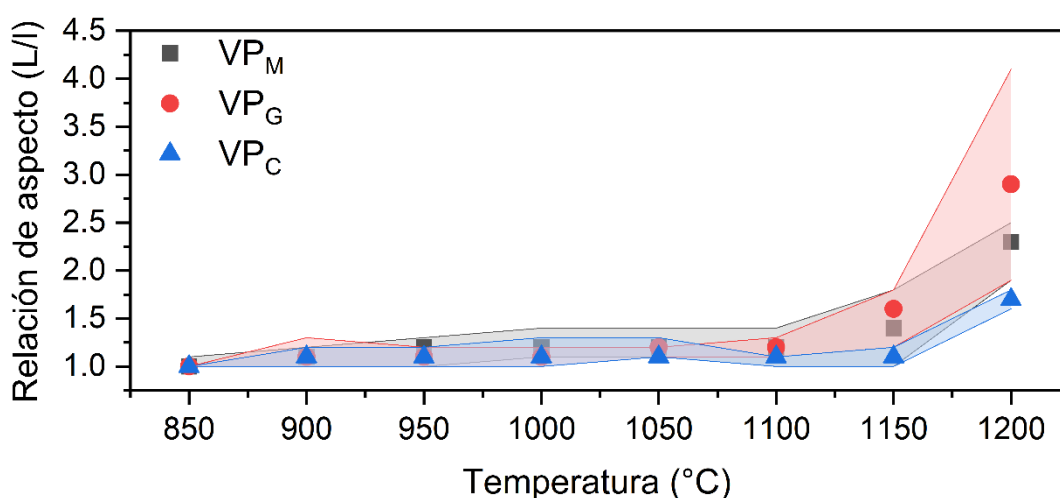


Figura 3.70. Comparación de la relación L/I obtenida en muestras de obsidiana tipo VP de tamaños G, M y C después de tratamientos térmicos entre 850 y 1200 °C, con 60 min de mantenimiento a la temperatura máxima.

Los resultados obtenidos al comparar las muestras VP_G , VP_M , VP_C y VP_D muestran que el tamaño de muestra modificó de manera importante la respuesta térmica de la obsidiana VP. Las muestras VP_G presentaron una región de estabilidad dentro del intervalo de 950 a 1200 °C (Figura 3.67), con densidades entre 0.32 y 0.76 g·cm⁻³ y porosidades totales entre 67.8 y 86.5 % (Tablas 3.52 y 3.53). Además, la porosidad generada fue mayoritariamente cerrada, cercana al 99 %.

En comparación con las muestras VP_M , las VP_G alcanzaron densidades aparentes más bajas después de 60 min de mantenimiento dentro del intervalo de 950 a 1200 °C. La densidad mínima de las muestras VP_G fue de 0.32 g·cm⁻³, mientras que la mínima registrada en las muestras VP_M fue de 0.41 g·cm⁻³. Esta diferencia se interpreta a partir de la microestructura inicial de las muestras. En las series VP_M y VP_G se observa que las muestras con mayor presencia aparente de zonas de cristalización desarrollaron una expansión macroscópica menor, como puede apreciarse de manera general en las Figuras 3.58 y 3.64; un ejemplo claro corresponde a algunas muestras VP_{M4} tratadas a 1000 y 1100 °C. Como se verá en la Sección 3.2.5.4, *Evolución microestructural de la porosidad en la obsidiana VP*, estas zonas no participan directamente en la expansión de la matriz vítrea, por lo que reducen la fracción efectiva de material capaz de expandirse.

Además, en las muestras VP_G , aquellas con menor porosidad inicial desarrollaron una expansión más efectiva, mientras que las muestras con mayor porosidad inicial tendieron a expandirse menos. Este comportamiento sigue el mismo principio descrito para las V_G en la Sección 3.2.4.2: un mayor número de poros preexistentes favorece la distribución de los gases liberados entre más poros, reduce la presión efectiva por poro y limita su crecimiento. Por lo tanto, la mayor presencia de zonas de cristalización y una porosidad inicial elevada limitan la expansión y favorecen densidades finales más altas.

La relación L/I también mostró una dependencia clara con el tamaño de muestra. El incremento de esta relación fue más pronunciado en las muestras

VP_G, especialmente dentro del intervalo de 1150–1200 °C (Figura 3.70). Este comportamiento se relaciona a que la mayor masa del material favoreció una mayor deformación inducida por su propio peso, conduciendo a una pérdida progresiva de estabilidad geométrica con el aumento de la temperatura.

Las muestras VP_C mostraron una capacidad de expansión menor que las VP_G y no alcanzaron densidades tan bajas como las observadas en VP_G y VP_M (Tabla 3.52). Su límite inferior de densidad fue de 0.48 g·cm⁻³, mientras que las muestras VP_M y VP_G alcanzaron valores mínimos de 0.41 y 0.32 g·cm⁻³, respectivamente. Esta diferencia puede relacionarse con el menor tamaño de muestra, ya que favorece la salida de especies volátiles hacia el exterior debido a trayectorias de difusión más cortas [172].

Las muestras VP_D no presentaron expansión volumétrica, sino densificación con el aumento de la temperatura (Tabla 3.52). En estas muestras se identificó una zona crítica entre 850 y 950 °C, asociada al inicio del reblandecimiento, seguida de una región de estabilidad de densidad entre 950 y 1200 °C (Figura 3.67). La ausencia de expansión se atribuye a la condición inicial del material pulverizado, que dificulta la retención de los gases liberados durante el calentamiento e impide la acumulación de una presión interna suficiente para favorecer el crecimiento de burbujas. Este comportamiento responde al mismo principio descrito para V_D en la Sección 3.2.4.2.

Las muestras VP_G, VP_M y VP_C conservaron la capacidad de expansión debido a la continuidad de la matriz vítrea, mientras que las VP_D perdieron esta capacidad como consecuencia de la molienda. La porosidad fue mayor en VP_G y VP_M que en VP_C (Figura 3.68); sin embargo, las VP_G también presentaron la mayor deformación geométrica a temperaturas elevadas. Esto indica que el tamaño de muestra influye tanto en la capacidad de expansión como en la estabilidad geométrica de la matriz vítrea ablandada.

3.2.5.3 Caracterización estructural de la obsidiana VP después de los tratamientos térmicos

El análisis por difracción de rayos X se realizó en la matriz oscura de muestras VP_G tratadas a 950, 1000, 1050, 1100, 1150 y 1200 °C, donde se obtuvo la mayor expansión volumétrica. Los difractogramas conservaron el halo amplio característico de materiales amorfos ricos en sílice, sin reflexiones definidas asociadas con la formación de fases cristalinas (Figura 3.71). Esto indica que la matriz oscura de la obsidiana VP mantuvo una estructura predominantemente amorfa después de 60 min de tratamiento térmico. La conservación del carácter amorfo de la matriz vítrea es relevante porque permitió una movilidad viscosa durante el calentamiento, sin rigidizarse por la formación de una red cristalina [104]. Bajo estas condiciones, la matriz pudo deformarse y permitir el crecimiento de poros.

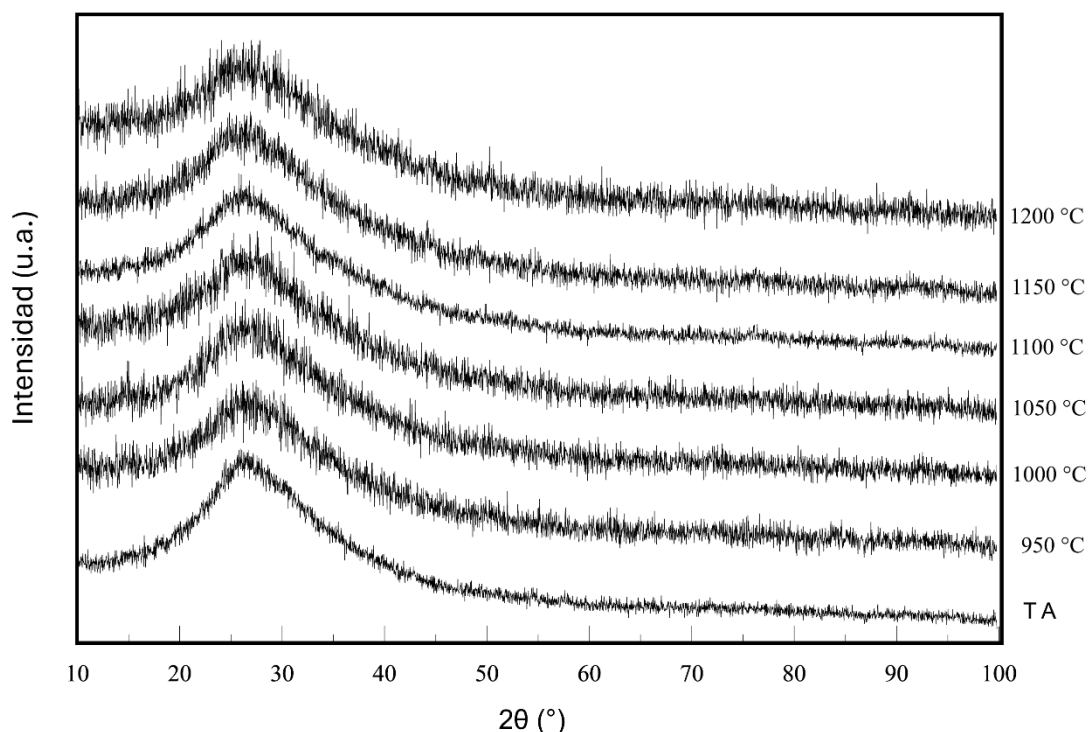


Figura 3.71. Difractogramas de la matriz oscura de muestras VP_G sin tratamiento térmico, registrada a temperatura ambiente (TA), y tratadas entre 950 y 1200 °C durante 60 min. Los patrones conservan el halo amorfo característico de materiales ricos en sílice, sin reflexiones definidas asociadas con fases cristalinas.

3.2.5.4 Evolución microestructural de la porosidad en la obsidiana VP

La Figura 3.72 muestra micrografías ópticas de la matriz vítrea de la obsidiana VP antes del tratamiento térmico. Se observan vesículas aciculares localizadas, algunas parcialmente alineadas, concentradas en regiones específicas de la matriz. Por tanto, más que una distribución homogénea de porosidad, la imagen revela zonas puntuales de concentración de poros. Esta condición ayuda a interpretar el desarrollo posterior de la porosidad, ya que los poros preexistentes pueden actuar como sitios preferenciales para la incorporación de gases y el crecimiento de poros durante el calentamiento [27,81].



Figura 3.72. Micrografías ópticas de la matriz vítrea de la obsidiana VP sin tratamiento térmico, donde se observan vesículas aciculares localizadas y parcialmente alineadas.

Para analizar la evolución microestructural durante el tratamiento térmico, se seleccionaron muestras VP_G, ya que en esta serie se alcanzaron los mayores niveles de porosidad total. Las Figuras 3.73–3.76 muestran las imágenes 3D, las secciones 2D en los planos XY y XZ, y las distribuciones de tamaño de poro y esfericidad obtenidas por micro-CT entre 900 y 1200 °C.

A 900 °C (Figura 3.73), la micro-CT muestra regiones localizadas de porosidad alternadas con zonas de menor densidad de poros. Los poros se encuentran aislados, con una esfericidad media de 0.88. La distribución de tamaño de poro presenta un valor medio de 266 μm .

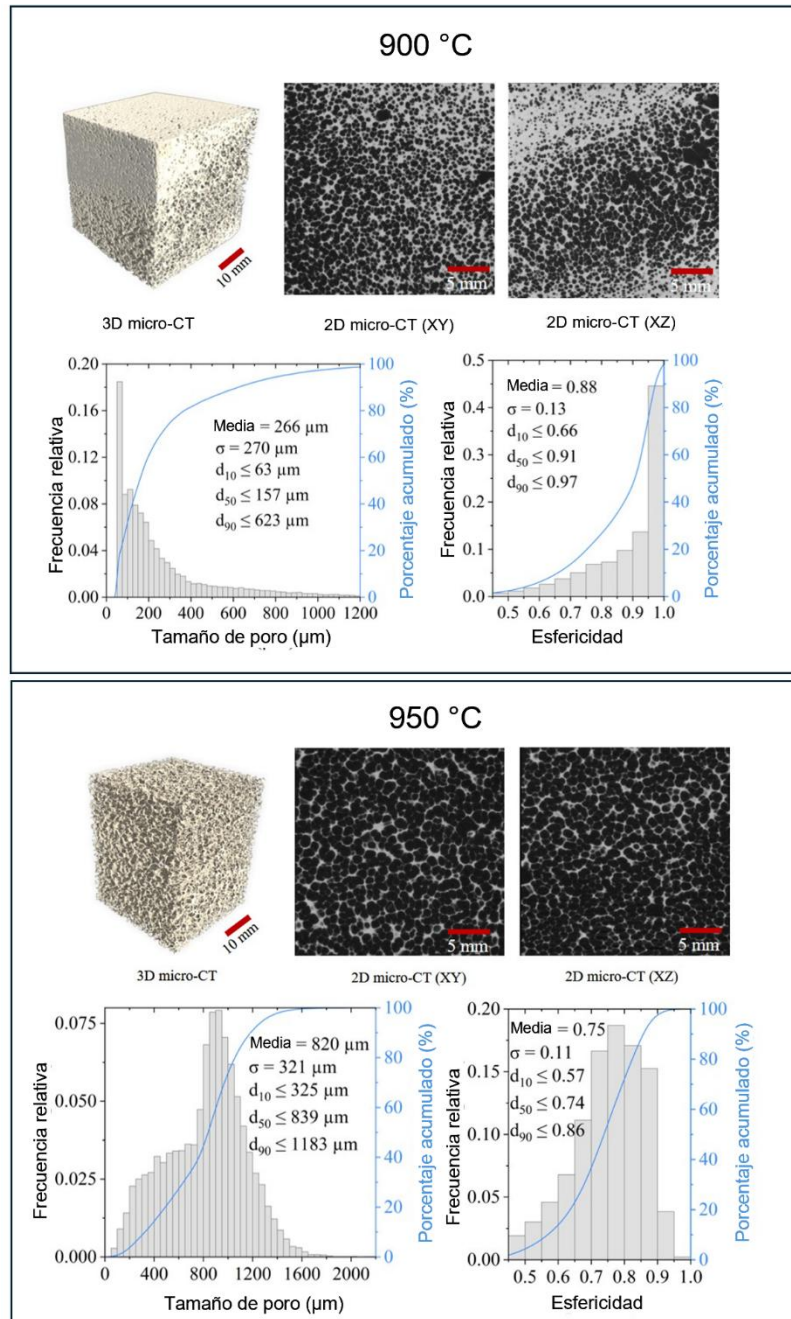


Figura 3.73. Reconstrucciones 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de muestras de obsidiana VP tratadas a 900 y 950 °C.

A 950 °C se observa un aumento marcado de la porosidad respecto a 900 °C. Las secciones 2D en los planos XY y XZ muestran que los poros se distribuyen de forma más homogénea en el volumen analizado. Los poros permanecen aislados, sin interconexión apreciable. La esfericidad media disminuye a aproximadamente 0.75, lo que se atribuye a interacciones geométricas entre poros adyacentes conforme aumenta su tamaño y disminuye la distancia entre ellos. El tamaño medio de poro aumenta hasta 820 μm , con una desviación estándar de 321 μm y un valor d_{90} de 1183 μm .

Por encima de 950 °C, la microestructura porosa mantiene un comportamiento similar hasta 1150 °C (Figuras 3.74 y 3.75). En este intervalo, las distribuciones de tamaño de poro presentan valores cercanos y el tamaño medio permanece dentro de un intervalo estrecho, aproximadamente entre 820 y 886 μm , sin una tendencia clara con el aumento de la temperatura. Las imágenes de micro-CT muestran poros predominantemente aislados y redondeados, sin evidencia de coalescencia generalizada ni cambios cualitativos en la conectividad. La esfericidad media se mantiene entre 0.75 y 0.82.

A 1200 °C se observa un cambio microestructural claro respecto al intervalo de 950–1150 °C (Figura 3.76). Las secciones 2D en los planos XY y XZ muestran crecimiento pronunciado de poros asociado con procesos de coalescencia, lo que da lugar a poros de mayor tamaño y morfología más irregular. Estas características son más evidentes en el plano XZ y aumentan hacia la parte inferior de la muestra. Este gradiente se asocia con la mayor carga soportada por las capas inferiores debido al peso propio del material, lo que favorece el flujo viscoso y la coalescencia local [183]. El tamaño medio de poro aumenta hasta 1127 μm , con una desviación estándar de 718 μm y un valor d_{90} de 1843 μm . La esfericidad media permanece con un valor aproximado de 0.78.

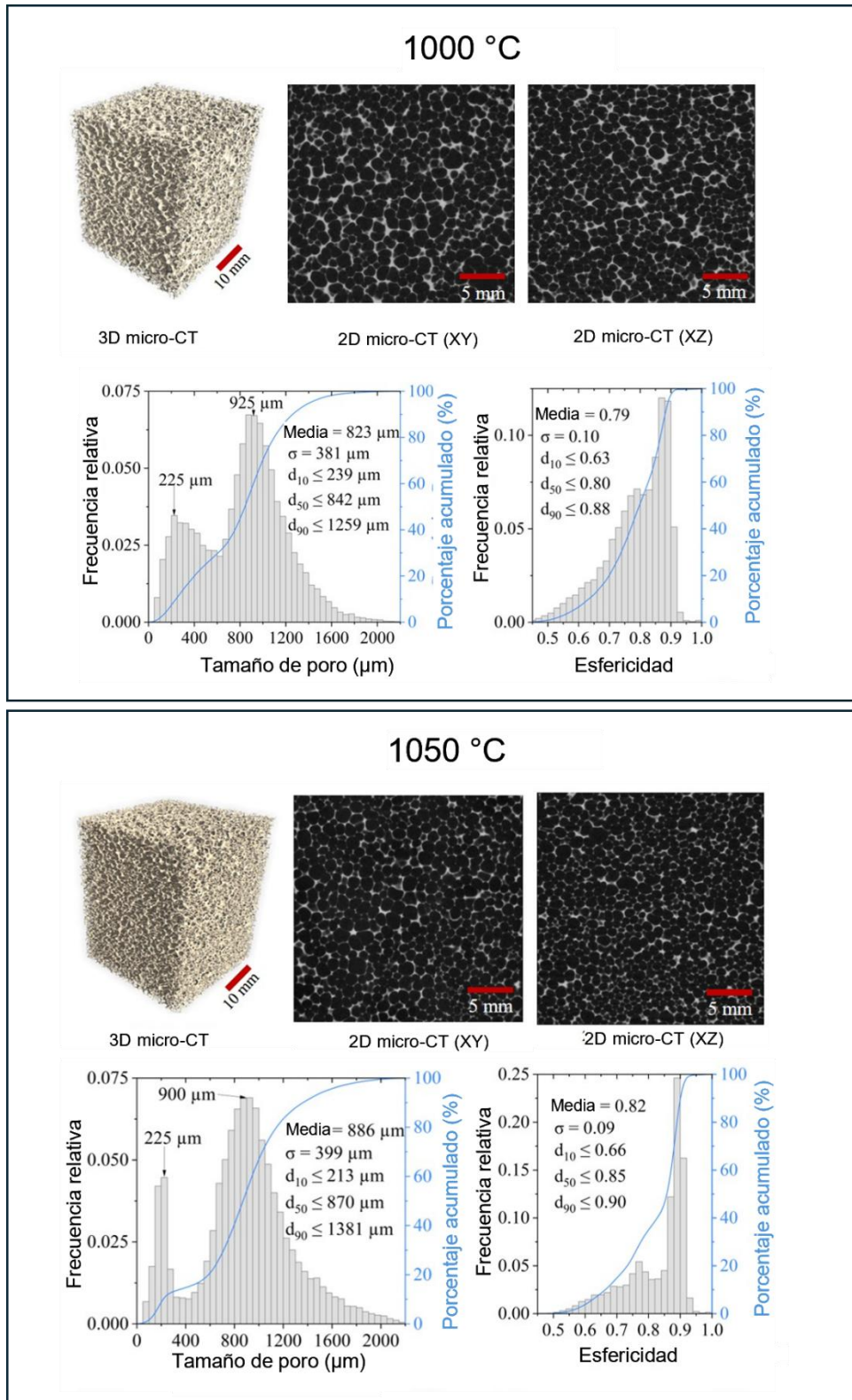


Figura 3.74. Reconstrucciones 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de muestras de obsidiana VP tratadas a 1000 y 1050 °C. La línea azul indica el porcentaje acumulado y las barras grises la frecuencia relativa.

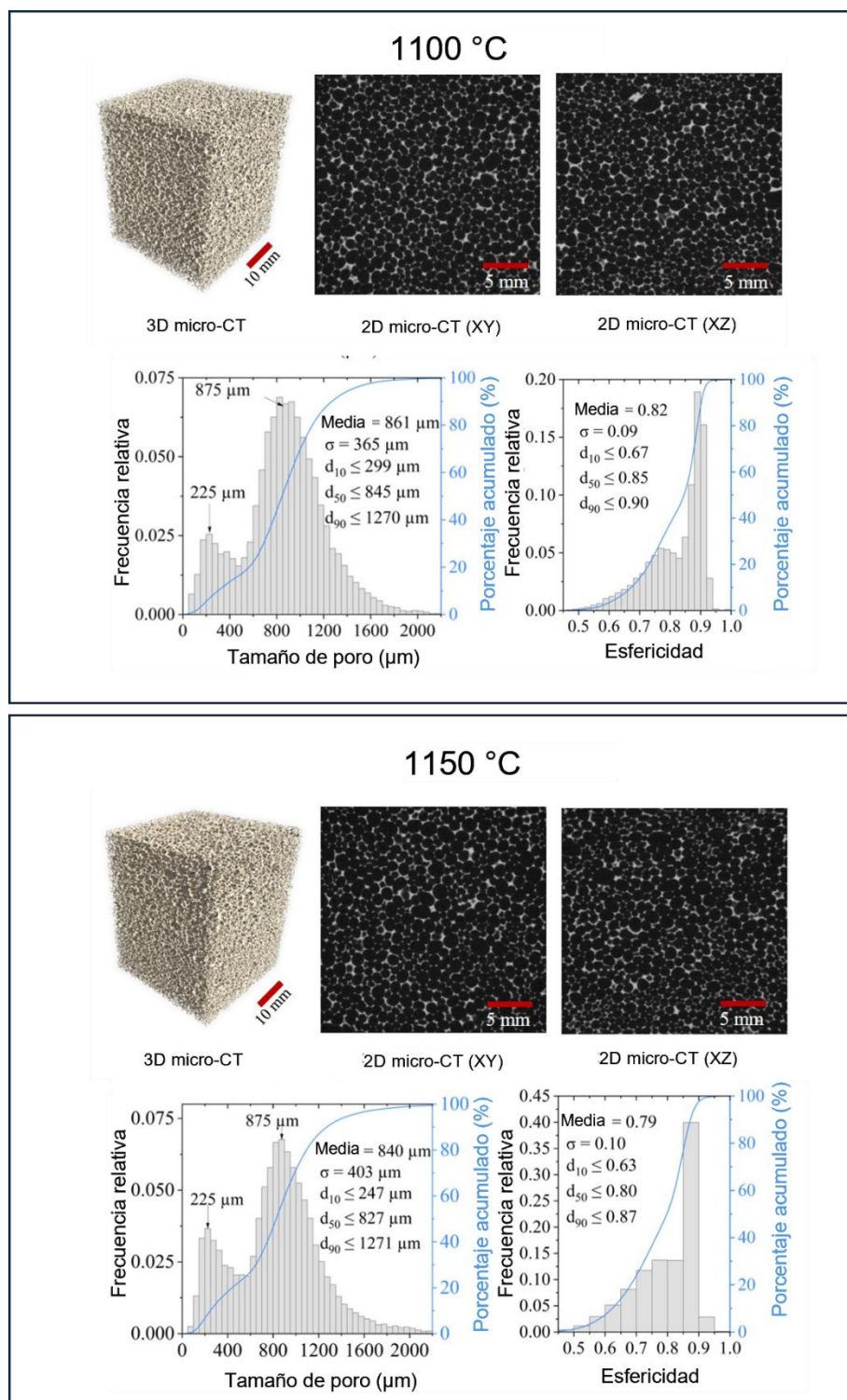


Figura 3.75. Reconstrucciones 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de muestras de obsidiana VP tratadas a 1100 y 1150 °C. La línea azul indica el porcentaje acumulado y las barras grises la frecuencia relativa.

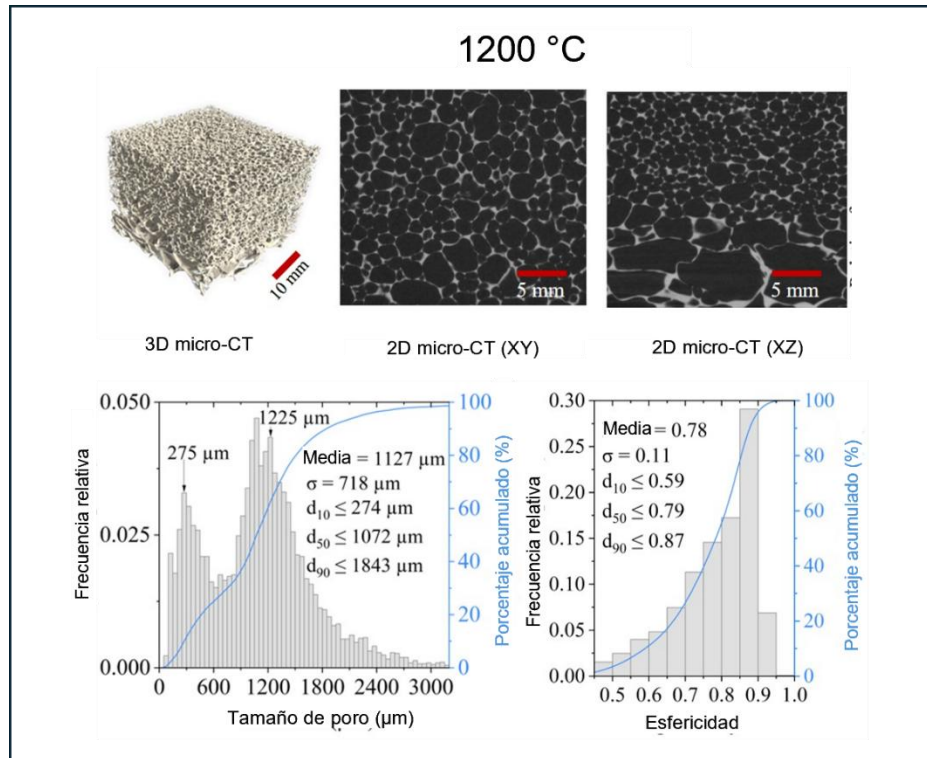


Figura 3.76. Reconstrucción 3D, secciones 2D (XY y XZ), y distribuciones de tamaño de poro y esfericidad de la muestra de obsidiana VP tratada a 1200 °C. La línea azul indica el porcentaje acumulado y las barras grises la frecuencia relativa. Barras de escala: 10 mm en 3D y 5 mm en 2D.

Aunque la densidad aparente y la porosidad total a 1200 °C permanecen dentro del mismo intervalo observado entre 950 y 1150 °C, la morfología de la porosidad se modifica a esta temperatura. La microestructura presenta deformación viscosa y coalescencia local de poros, con redistribución de la porosidad y aparición de poros grandes, sin implicar un aumento de la porosidad total ni una densificación del material. La Figura 3.77 resume estas tendencias mediante la evolución del tamaño medio de poro y de la esfericidad en función de la temperatura.

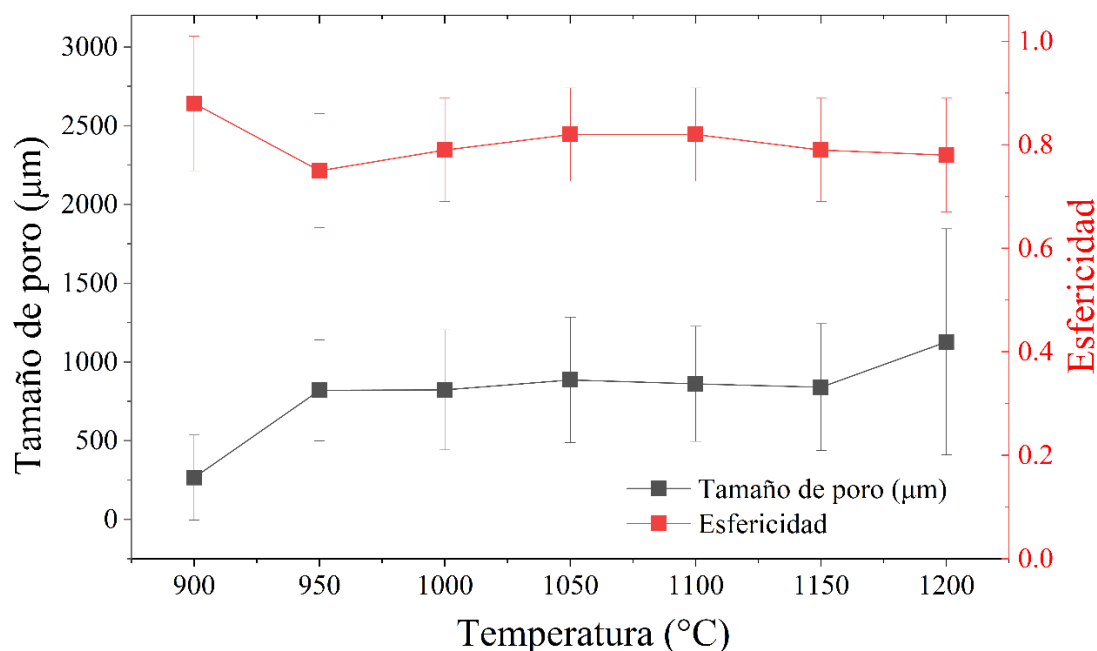


Figura 3.77. Evolución del tamaño medio de poro y de la esfericidad en muestras de obsidiana VP tratadas entre 900 y 1200 °C.

La evolución microestructural de la obsidiana VP no se limita a la porosidad formada en la matriz vítrea; también incluye el comportamiento de las regiones blanquecinas dispersas en el material. La Figura 3.78 muestra la evolución morfológica de una de estas regiones, identificada previamente por difracción de rayos X como una asociación de feldespatos sódico —albita— y cristobalita (Figura 3.26, Sección 3.2.2). Entre temperatura ambiente y 950 °C, este material cristalino no presenta cambios apreciables: conserva su forma y apariencia originales, sin evidencia de expansión ni de generación de poros asociada a esta fase.

A 1000 °C, algunas regiones comienzan a mostrar cambios de apariencia. Este comportamiento se vuelve más evidente a 1050 °C, donde los dominios previamente cristalinos adquieren un aspecto más homogéneo y translúcido. Esta apariencia no se atribuye a la fusión directa de la cristobalita, cuya temperatura de fusión es considerablemente mayor [184], sino a la fusión de la albita [185–188], dentro de la cual la cristobalita se disuelve progresivamente. La disolución de cristobalita en líquidos silicatados ricos en álcalis se ha descrito como un proceso activado por la formación de una fase

líquida y que, después de una etapa inicial de reacción interfacial, pasa a estar controlado por difusión, generalmente por encima de 1000 °C [184].

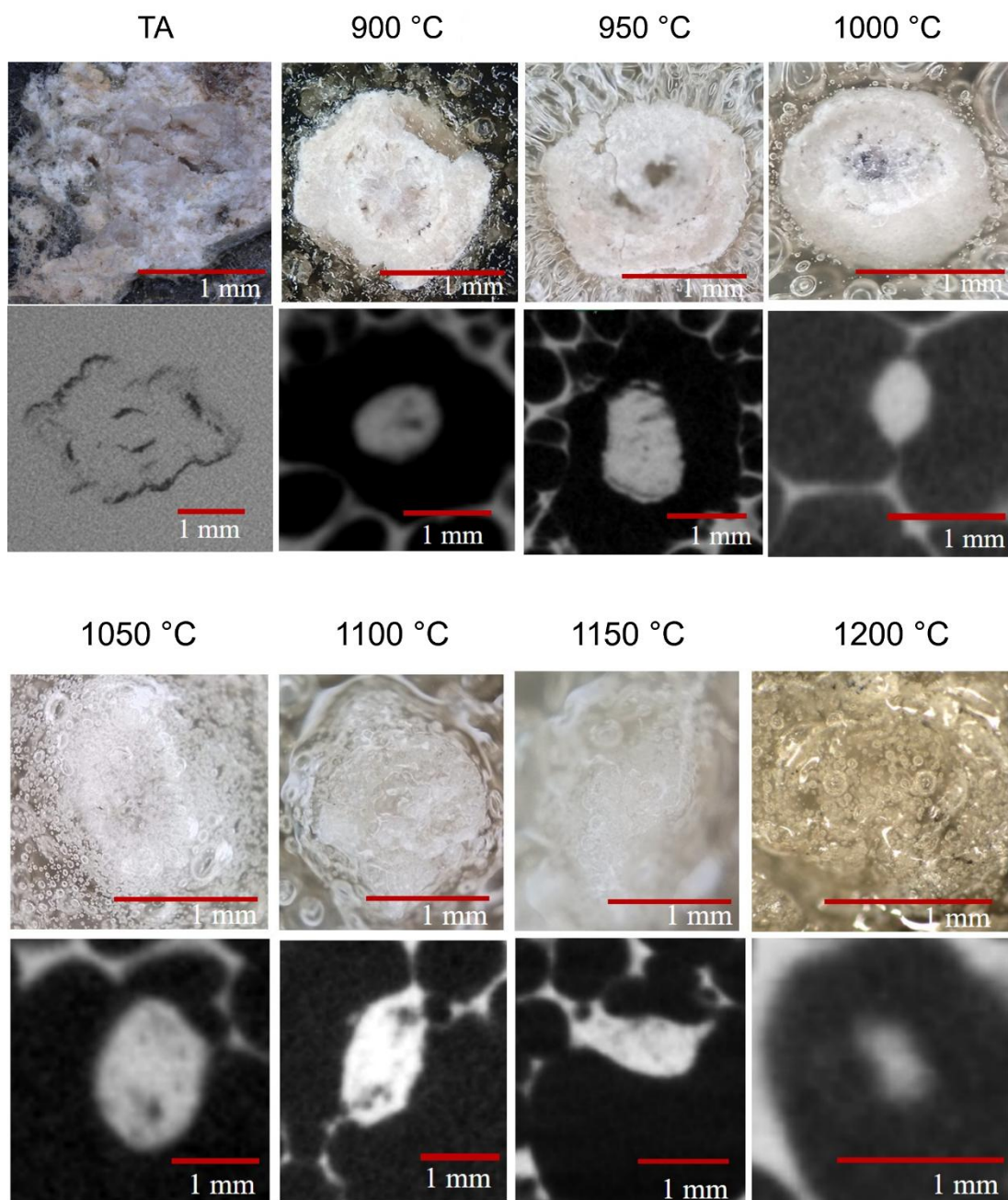


Figura 3.78. Evolución morfológica de una región blanquecina de la obsidiana VP entre temperatura ambiente (TA) y 1200 °C. Las imágenes superiores de cada temperatura corresponden a microscopía óptica y las inferiores a secciones 2D obtenidas por micro-CT. Aunque las regiones analizadas son distintas, en ambas se observaron cambios morfológicos análogos durante el tratamiento térmico.

Entre 1050 y 1200 °C aparecen pequeños poros internos dentro de esta fase; sin embargo, su volumen no experimenta una expansión significativa. Esto indica que dicha fase no participa directamente en el proceso de expansión, a diferencia de la matriz amorfa circundante. Las imágenes de micro-CT muestran que, desde las temperaturas en las que se desarrolla la porosidad en la matriz de obsidiana, aproximadamente 900 °C, se forman poros de mayor tamaño alrededor del material cristalino. Por tanto, los cristales actúan como sitios preferenciales para la nucleación heterogénea de poros grandes.

3.2.5.5 Conductividad térmica de la obsidiana VP expandida

La conductividad térmica se evaluó en una muestra VP_G tratada a 1100 °C. Esta condición se seleccionó porque, dentro del intervalo de 950 a 1150 °C, la densidad aparente, el tamaño de poro y la distribución de la porosidad determinados por micro-CT permanecieron prácticamente constantes.

Para realizar el ensayo fue necesario ajustar geométricamente la muestra. Después de este acondicionamiento, la densidad aparente fue de 0.29 g·cm⁻³, menor que el valor medido antes del corte, cercano a 0.37 g·cm⁻³. Esta diferencia se atribuye a la eliminación de la capa superficial más densa formada durante la expansión; por ello, la densidad empleada para el cálculo de la conductividad térmica corresponde al volumen interno más poroso del material.

Para la muestra VP tratada a 1100 °C, los valores empleados fueron 0.29 g·cm⁻³ para la densidad aparente, 1.7750 J·g⁻¹·K⁻¹ para la capacidad calorífica específica y 0.00656 cm²·s⁻¹ para la difusividad térmica, medidos a 31 °C. Con estos valores y empleando la Ecuación 9 (Sección 2.3.3 del Capítulo 2) se obtuvo una conductividad térmica de 0.3380 W·m⁻¹·K⁻¹.

3.2.5.6 Resistencia a compresión de la obsidiana VP expandida

La resistencia a compresión se evaluó en muestras de obsidiana VP_G expandida dentro de la región de estabilidad de densidad. Antes del ensayo fue necesario regularizar las superficies de carga, por lo que las densidades aparentes disminuyeron después del ajuste geométrico. Las muestras ensayadas presentaron densidades de 0.23, 0.26 y 0.27 g·cm⁻³.

La Figura 3.79 muestra las curvas esfuerzo-deformación obtenidas durante el ensayo de compresión. Las tres muestras presentaron una respuesta característica de materiales celulares frágiles, con una región inicial aproximadamente lineal a bajas deformaciones, seguida por una etapa de colapso progresivo de la red porosa [189,190]. La resistencia a compresión evaluada al 10 % de deformación [155] fue de 0.55, 0.42 y 0.31 MPa para las muestras con densidades de 0.23, 0.26 y 0.27 g·cm⁻³, respectivamente.

Aunque las densidades aparentes se ubicaron dentro de un intervalo estrecho, la resistencia al 10 % de deformación presentó una variación apreciable, entre 0.31 y 0.55 MPa. Esta variación se relaciona más con heterogeneidades microestructurales locales que con pequeñas diferencias en la densidad aparente.

Después del primer máximo de esfuerzo, las curvas presentaron fluctuaciones asociadas al colapso localizado y progresivo de las paredes vítreas, así como a la redistribución de carga dentro de la red porosa. La ausencia de un colapso único y abrupto corresponde a un mecanismo de falla gradual, propio de una microestructura dominada por poros [189].

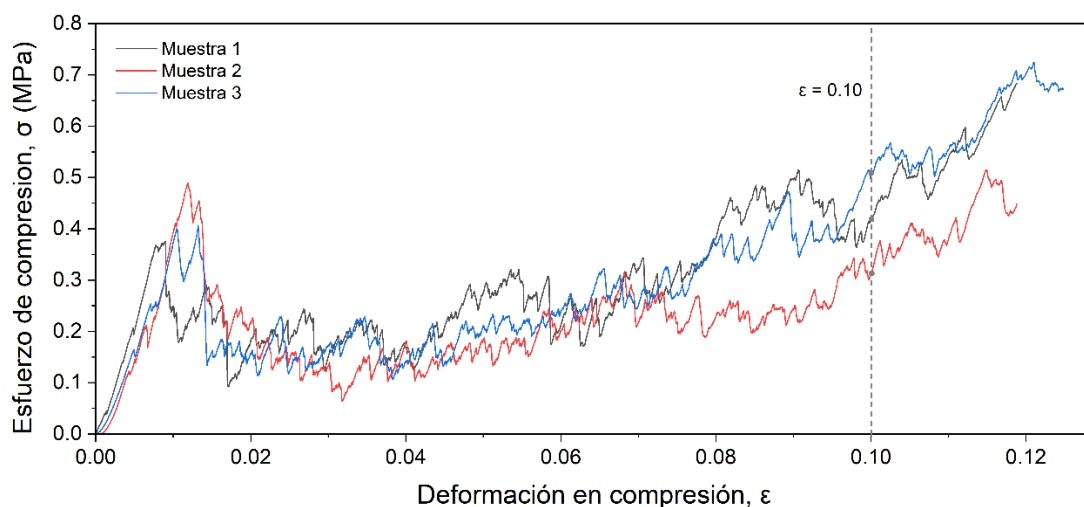


Figura 3.79. Curvas esfuerzo-deformación en compresión de tres muestras de espuma de obsidiana. La línea vertical discontinua indica $\varepsilon = 0.10$, valor empleado para determinar $\sigma_{10\%}$. Las muestras 1 ($VP_{G,3, 1050,60}$), 2 ($VP_{G,2, 1050,60}$) y 3 ($VP_{G,3, 1050,60}$) presentaron densidades aparentes de 0.26, 0.27 y 0.23 $g \cdot cm^{-3}$, y valores de $\sigma_{10\%}$ de 0.42, 0.31 y 0.55 MPa, respectivamente.

3.2.6 Comparación general entre las obsidiana V y VP durante los tratamientos térmicos

Las dos variedades de obsidiana presentan una composición química mayoritaria muy semejante, con contenidos próximos de SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O , K_2O y Fe_2O_3 . También mostraron temperaturas de transición vítrea cercanas. Además, en ambas variedades, la matriz vítrea conservó su carácter amorfo después del tratamiento térmico. Sin embargo, sus diferencias microestructurales iniciales condujeron a comportamientos expansivos diferentes.

La reducción de la densidad durante los tratamientos térmicos tuvo una marcada diferencia en las temperaturas inferiores. En la obsidiana V, la reducción de densidad comenzó a notarse desde 900 °C: con 10 min de mantenimiento (Figura 3.80), las muestras V_M disminuyeron de 2.20 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a 850 °C a 1.70 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a 900 °C, con un intervalo de 0.91–2.00 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$; con 60 min (Figura 3.81), la disminución fue más marcada, alcanzando 0.89 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a 900 °C, con un intervalo de 0.58–1.40 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$.

En la obsidiana VP, las muestras VP_M conservaron densidades más altas en ese mismo intervalo térmico: a 900 °C se registraron valores promedio de 2.20 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ con 10 min y 2.00 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ con 60 min, con intervalos de 2.00–2.30 y 1.40–2.30 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, respectivamente. Por lo que la obsidiana V tuvo un desarrollo más marcado de la porosidad a menor temperatura que la VP.

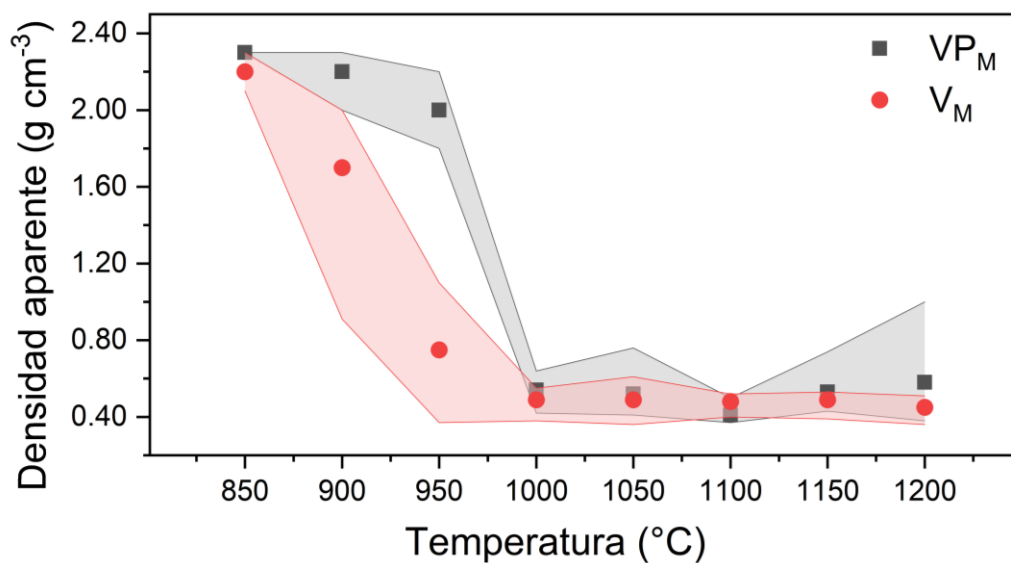


Figura 3.80. Comparación entre las densidades aparentes de V_M y VP_M después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 10 min.

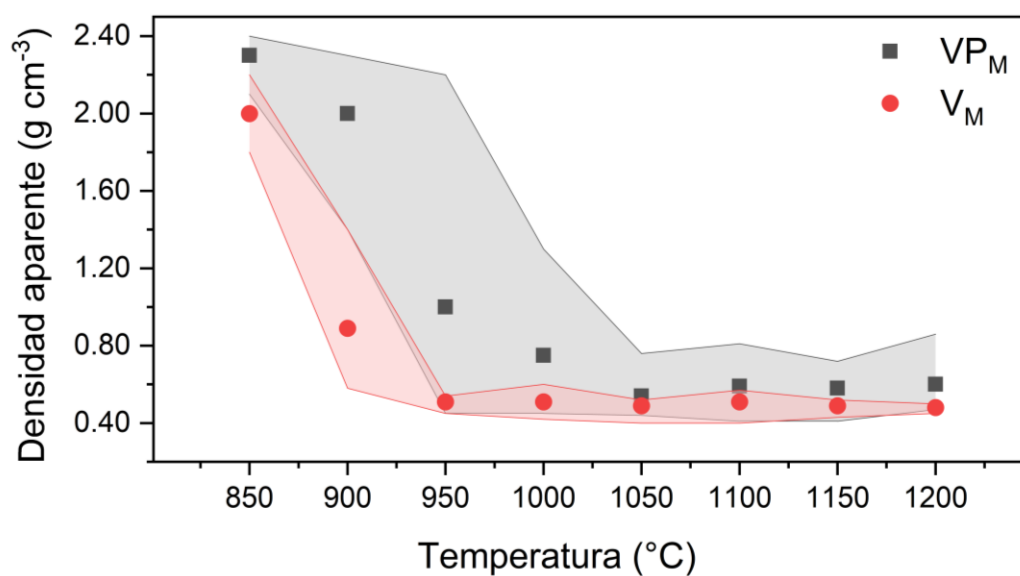


Figura 3.81. Comparación entre las densidades aparentes de V_M y VP_M después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min.

A partir de 950 °C, las diferencias entre ambas variedades dependieron con mayor claridad del tiempo de mantenimiento. Con 10 min, las V_M ya mostraron una región de baja densidad, con $0.75 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ e intervalo de $0.37\text{--}1.10 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, mientras que las VP_M aún conservaron densidades elevadas, alrededor de $2.00 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ e intervalo de $1.80\text{--}2.20 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ (Figura 3.80). En cambio, con 60 min, las V_M alcanzaron $0.51 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a 950 °C, con un intervalo estrecho de $0.45\text{--}0.54 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, mientras que las VP_M presentaron una media mayor, $1.00 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, pero con un intervalo amplio de $0.45\text{--}2.20 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ (Figura 3.81). Por lo tanto, aunque la VP mostró mayor dispersión, sus valores mínimos de densidad ya coincidieron con los de la V desde 950 °C cuando el tiempo de mantenimiento fue suficiente (60 min).

Esta comparación muestra que la obsidiana V desarrolla porosidad a temperaturas más bajas, cuando la temperatura es inferior a 950 °C, mientras que la obsidiana VP requiere superar 950 °C para alcanzar valores mínimos de densidad similar a la V, aunque con un mayor tiempo de mantenimiento entre 950 y 1000 °C (superior a 10 min). En la serie de 10 min, la región de baja densidad en VP se estableció desde 1000 °C, donde su intervalo de densidad fue de $0.42\text{--}0.64 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, similar con el intervalo de $0.38\text{--}0.55 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ registrado para V. En la serie de 60 min, ambas variedades compartieron valores mínimos desde 950 °C, aunque la VP mantuvo una dispersión más amplia, atribuible a su mayor heterogeneidad inicial como son los puntos de cristalización los cuales no participan en los procesos expansivos.

Por ello se puede concluir que la obsidiana V inicia la disminución de densidad a temperaturas más bajas que la VP; sin embargo, cuando el tiempo de mantenimiento es suficiente, ambas variedades pueden alcanzar valores mínimos de densidad comparables desde 950 °C. Esta diferencia podría deberse a que V presentan mayor porosidad inicial por lo tanto mayor facilidad para iniciar la nucleación [81].

En las muestras de tamaño G, tratadas durante 60 min, la comparación entre ambas variedades mostró un comportamiento distinto al observado en las muestras de tamaño M. Las muestras V_G sí redujeron su densidad aparente durante el tratamiento térmico; sin embargo, no alcanzaron una región de baja densidad como las VP_G (Figura 3.82). En la obsidiana V, la densidad aparente disminuyó de $2.10 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, con un intervalo de $2.00\text{--}2.20 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a $850 \text{ }^\circ\text{C}$, hasta $0.52 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, con un intervalo de $0.51\text{--}0.54 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a $1200 \text{ }^\circ\text{C}$. En cambio, las muestras VP_G desarrollaron una región de baja densidad desde $950 \text{ }^\circ\text{C}$, con valores entre 0.36 y $0.76 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, y mantuvieron densidades bajas hasta $1200 \text{ }^\circ\text{C}$, dentro de un intervalo general de $0.32\text{--}0.76 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$.

Para el tamaño G, la variedad VP alcanzó una expansión más efectiva que la V dentro del intervalo $950\text{--}1200 \text{ }^\circ\text{C}$. Por su parte, las V_G tendieron a aproximarse a las VP_G conforme aumentó la temperatura. No obstante, incluso a $1200 \text{ }^\circ\text{C}$, las V_G conservaron densidades superiores, con un intervalo de $0.51\text{--}0.54 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ frente a $0.35\text{--}0.48 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ en las VP_G .

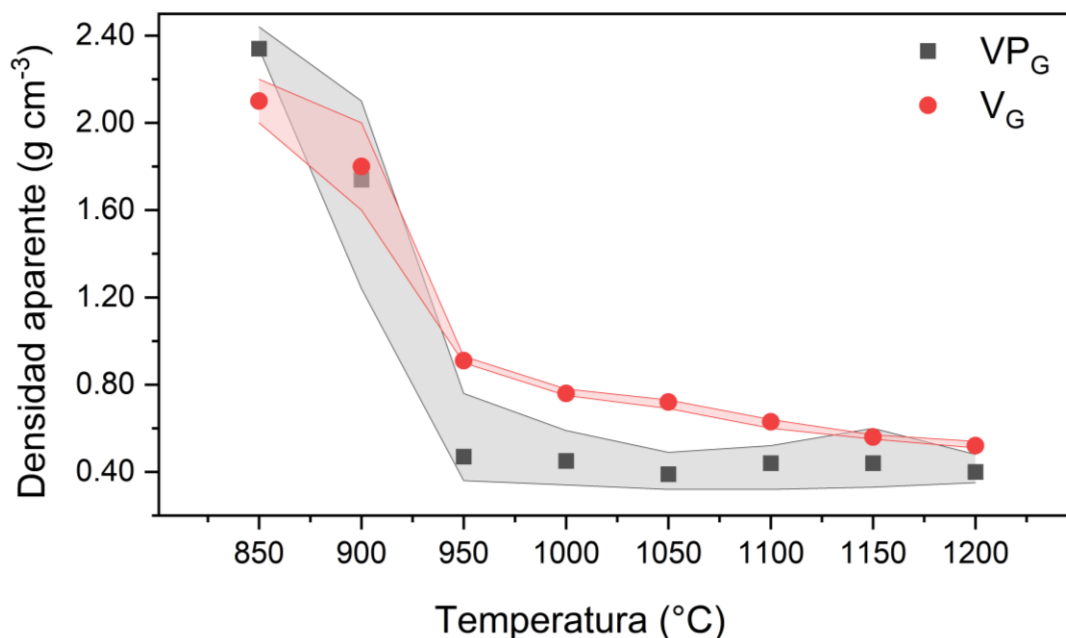


Figura 3.82. Comparación entre las densidades aparentes de V_G y VP_G después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min.

Como se discutió en la Sección 3.2.4.2 para la obsidiana V, el tamaño de muestra modifica la expansión porque, al aumentar el volumen de la pieza, también aumenta la masa de material que debe ser desplazada durante el crecimiento de los poros. Este efecto se acentúa en la variedad V debido a su mayor porosidad inicial: los gases liberados durante el calentamiento pueden distribuirse entre un mayor número de poros preexistentes, lo que reduce la presión interna efectiva en cada poro y limita su crecimiento individual. Por ello, en las muestras V_G la densidad aparente no alcanzó una región de baja densidad tan definida como la observada en las VP_G . En la variedad VP, la menor cantidad de poros iniciales permite que la fase gaseosa se concentre en menos sitios de crecimiento, favoreciendo presiones locales más altas y una expansión efectiva incluso en las muestras de mayor tamaño.

La pérdida por ignición complementa esta comparación. Hasta 900 °C, ambas variedades mostraron una liberación baja y similar; sin embargo, a partir de 950 °C, la VP_G presentó una pérdida por ignición mayor que la V_G (Figura 3.83).

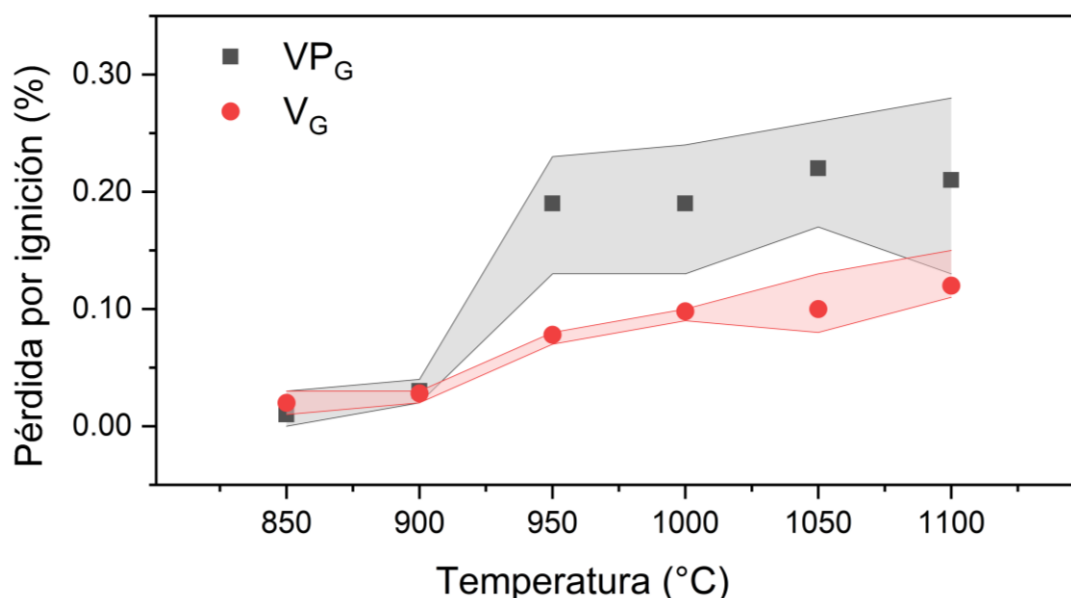


Figura 3.83. Comparación entre la pérdida por ignición de V_G y VP_G después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min.

Esto indica que, durante el intervalo de expansión, la salida de especies volátiles fue mayor en la VP. En la V, la menor pérdida por ignición sugiere una mayor retención de volátiles. Como se discutió en la Sección 3.2.4.2, la presión interna ejercida por los compuestos volátiles y favorecer su salida hacia el exterior sería menor, lo que concuerda a su vez con la menor densidad aparente mostradas en las en las V_G .

La comparación con las muestras de tamaño M tratadas durante 60 min permite precisar el efecto del tamaño de muestra. En este caso, la pérdida por ignición fue similar entre V y VP dentro del intervalo de expansión, al igual que la densidad aparente, que alcanzó valores mínimos similares a partir de 950 °C (Figura 3.84). Cuando el tamaño de muestra fue menor, ambas variedades pueden liberar cantidades comparables de especies volátiles y alcanzar una expansión efectiva. La diferencia se observa principalmente a 900 °C: la VP presentó menor pérdida por ignición y conservó una mayor densidad aparente que la V, lo que indica que, a esa temperatura, la nucleación y crecimiento de poros aún no fue efectiva para producir una reducción marcada de densidad en la VP. En cambio, la V ya mostraba una disminución evidente de la densidad, reflejado a su vez por la mayor pérdida de compuestos volátiles al exterior.

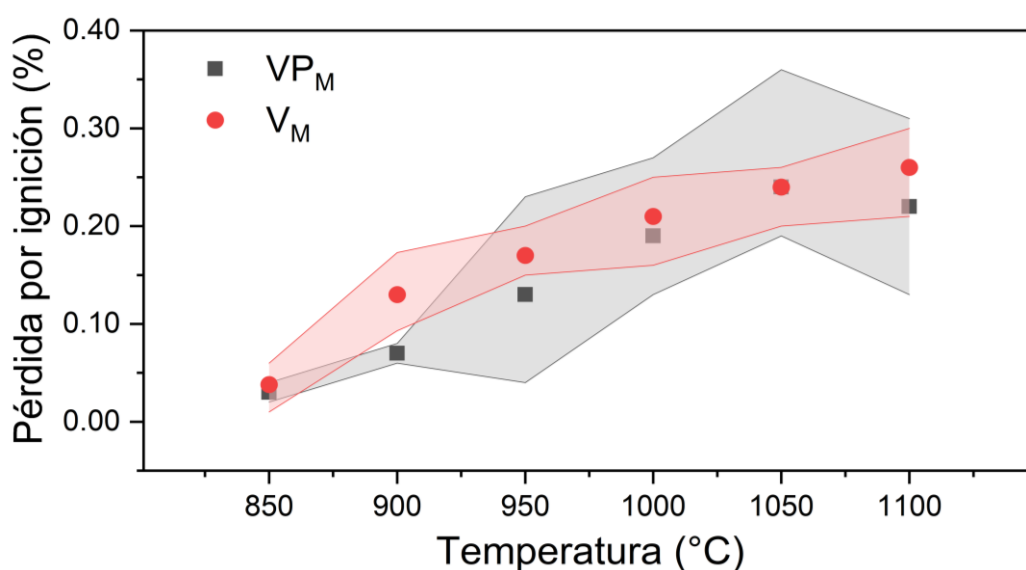


Figura 3.84. Comparación entre la pérdida por ignición de V_M y VP_M después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min.

La diferencia microestructural también se reflejó en la forma de expansión preferencial. En las V_M la relación L/I fue mayor que en las VP_M en casi todo el intervalo evaluado con 60 min de mantenimiento. Entre 950 y 1100 °C, la diferencia fue más clara: las V_M presentaron valores de 1.4–1.2.5, mientras que las VP_M se mantuvieron alrededor de 1.2. La obsidiana V tiende a expandir con una mayor modificación geométrica que la obsidiana VP. En la obsidiana V, la presencia de vesículas aciculares alineadas favoreció una expansión perpendicular a esa alineación (Figura 3.85). En la VP, la porosidad inicial se concentró en zonas puntuales y no mostró una alineación dominante; por ello, la expansión fue más uniforme en los tres ejes, aunque con variaciones entre muestras asociadas a la distribución de los dominios blanquecinos cristalinos.



Figura 3.85. Diferencia de expansión macroscópica entre V y VP expandida. A la izquierda muestra V; se observa una expansión preferencial perpendicular al flujo de las vesículas preexistentes. A la derecha muestra VP; la expansión fue más uniforme en sus tres ejes.

La comparación entre las muestras V_C y VP_C también mostró diferencias en la densidad aparente, principalmente dentro del intervalo de 950 a 1100 °C (Figura 3.86). En este intervalo, las VP_C alcanzaron densidades menores que las V_C , lo que puede relacionarse con la porosidad inicial de ambas variedades. En las V_C , la mayor cantidad de poros preexistentes favorece la distribución de los gases liberados entre más poros, reduciendo la presión efectiva por poro. Por ello, a temperaturas menores, cuando la matriz conserva una viscosidad más alta, la presión interna resulta menos efectiva

para promover el crecimiento de los poros y la disminución de densidad es menos marcada.

En las VP_C , la menor porosidad inicial concentra la fase gaseosa en un número menor de poros, generando una presión interna más alta y una reducción más pronunciada de la densidad desde 950 °C. Al aumentar la temperatura por encima de 1100 °C, la disminución de la viscosidad facilita la salida parcial de los gases hacia el exterior, efecto que puede ser más marcado en las VP_C debido a la mayor presión interna acumulada. En cambio, en las V_C , la menor presión efectiva por poro permite que la expansión continúe conforme disminuye la viscosidad, con una pérdida de gas menos abrupta. Por esta razón, a temperaturas superiores las densidades de V_C y VP_C tienden a aproximarse.

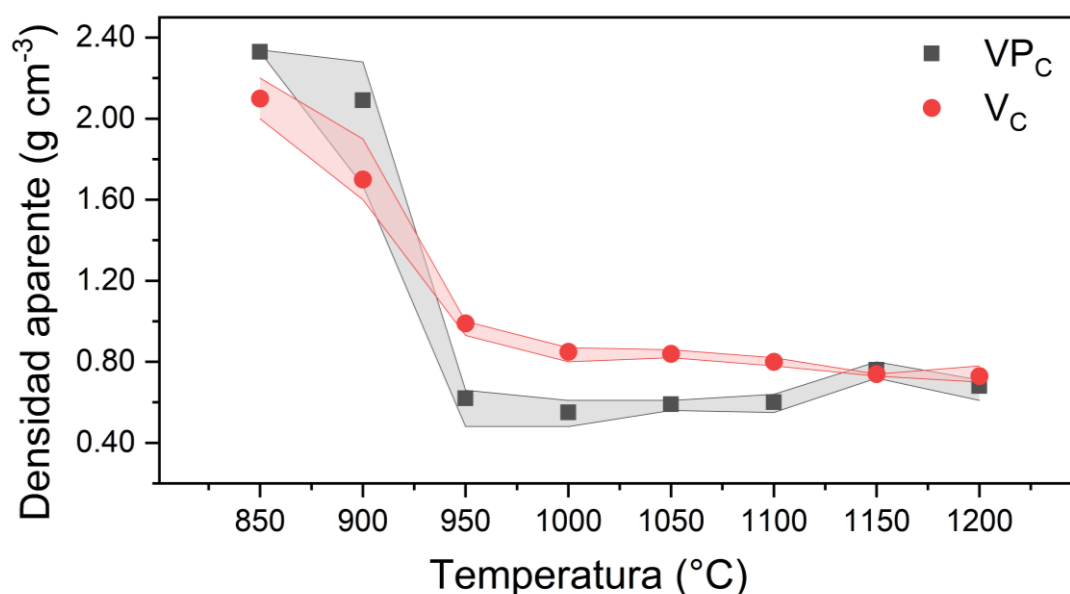


Figura 3.86. Comparación entre la densidad aparente de V_C y VP_C después del tratamiento térmico, con un tiempo de mantenimiento de 60 min.

El tamaño de porosidad después de los tratamientos térmicos también fue distinto. A 60 minutos, en la obsidiana V , el tamaño medio de poro se mantuvo entre 55 y 63 μm entre 900 y 1100 °C, aumentó a 82 μm a 1150 °C y llegó a 243 μm a 1200 °C. En la VP , el cambio fue mucho más marcado: a 900 °C el tamaño medio fue de 266 μm , a 950 °C aumentó a 820 μm , y entre

950 y 1150 °C se mantuvo entre 820 y 886 μm . A 1200 °C alcanzó 1127 μm , con evidencia de coalescencia local. Así, la V desarrolló una población de poros de menor tamaño, mientras que la VP desarrolló poros de mayor tamaño desde el inicio de la región de expansión.

Esta diferencia marcada en el tamaño medio de poro no produjo una variación proporcional en la conductividad térmica. La obsidiana V expandida presentó una conductividad de $0.28 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, mientras que la obsidiana VP alcanzó $0.33 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, con densidades aparentes similares, cercanas a $0.30 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Por lo tanto, la conductividad térmica estuvo más influenciada por la porosidad global que por el tamaño medio de poro.

No obstante, esta diferencia en el tamaño medio de poro sí puede tener mayor impacto en el comportamiento mecánico. Aunque en este trabajo solo la obsidiana VP expandida fue sometida a ensayos de compresión, el aumento del tamaño de poro suele afectar negativamente la resistencia mecánica de materiales celulares, al favorecer una distribución menos homogénea de esfuerzos y paredes más susceptibles al colapso local [191]. Por ello, a densidades aparentes equivalentes, sería esperable que la obsidiana V expandida presentara una resistencia a compresión mayor que la VP, debido a su menor tamaño medio de poro.

Las muestras V_D y VP_D siguieron un comportamiento similar de densificación sin presentar expansión. Esta densificación máxima se logró a partir de 950 °C. Se puede concluir que, ambas obsidianas comparten una misma zona de expansión efectiva y de densificación entre 950 y 1200 °C.

Comparando estos resultados con los obtenidos por Safaryan et al. [28], para obsidianas de Armenia, mostraron un intervalo de expansión entre 1050 y 1150 °C, alcanzando densidades de $0.20\text{--}0.35 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, en fragmentos de 5 a 20 mm tratados durante 3–10 min. Por su parte, las muestras de obsidiana del Cerro de las Navajas también alcanzaron densidades bajas, particularmente en las muestras VP de mayor tamaño. Sin embargo, la

expansión comenzó desde temperaturas menores, alrededor de 950 °C, y se mantuvo dentro de una región de estabilidad hasta 1200 °C.

Por otra parte, Bagdassarov y Dingwell [27] estudiaron la expansión de dos obsidias riolíticas procedentes de Little Glass Buttes, Oregon, y Little Glass Mountain, California, bajo tratamientos térmicos entre 1200 y 1400 °C. Aunque esas temperaturas son superiores a las empleadas en el presente trabajo y el objetivo de su estudio fue distinto, sus resultados permiten comparar de manera aproximada su comportamiento expansivo con la obsidiana del Cerro de las Navajas. Los autores encontraron que la obsidiana rica en microlitos tuvo una nucleación más rápida y una expansión más intensa, mientras que la obsidiana libre de microlitos requirió temperaturas mayores o tiempos más prolongados para desarrollar una expansión apreciable. En su estudio, las muestras con microlitos alcanzaron porosidades cercanas al 70 %, mientras que las muestras sin microlitos permanecieron alrededor del 40 %.

La comparación directa con otros trabajos aún es limitada, debido a que existen pocos estudios sistemáticos sobre la expansión térmica de obsidias naturales. Hasta donde se revisó, no se encontraron más investigaciones con un diseño experimental suficientemente detallado para comparar el efecto de la temperatura, el tiempo de mantenimiento, el tamaño de muestra y la microestructura inicial sobre la expansión.

Para facilitar la comprensión comparativa entre V y VP, en las Figuras 3.87 y 3.88 se resumen los principales parámetros evaluados antes y después de los tratamientos térmicos.

Parámetro	Obsidiana V	Obsidiana VP	Interpretación comparativa
Aspecto macroscópico	Obsidiana con franjas verdes brillantes, sin cristalizaciones visibles en superficie.	Obsidiana oscura, con dominios cristalinos dispersos en la matriz.	Contrastante macroscópicamente
Densidad real	2.3679 g·cm ⁻³	2.3748 g·cm ⁻³	La densidad real es prácticamente equivalente
Densidad aparente	2.3000 g·cm ⁻³ IC 95 %: [2.2377, 2.3511]	2.3522 g·cm ⁻³ IC 95 %: [2.3468, 2.3617]	La dispersión de valores es mayor en la V
Porosidad total	2.86 % C 95 %: [0.56, 5.17]	0.95 % IC 95 %: [0.66, 1.24]	Existe una marcada diferencia en la porosidad total
Porosidad cerrada	2.81 % IC 95 %: [0.52, 5.11]	0.74 % IC 95 %: [0.56, 0.92]	En ambas variedades predomina la porosidad cerrada
Porosidad abierta	0.05 % IC 95 %: [0.04, 0.07]	0.21 % IC 95 %: [0.04, 0.40]	La porosidad abierta es muy baja en ambas; VP muestra valores ligeramente mayores debido a las zonas cristalinas que generan discontinuidades y a su vez vacíos
Absorción de agua	0.02 % IC 95 %: [0.02, 0.03]	0.09 % IC 95 %: [0.02, 0.17]	Ambas variedades presentan muy baja absorción, ligeramente superior en VP debido a los espacios entre dominios cristalinos.
Resistencia a compresión	63 MPa IC 95 %: [57, 68]	58 MPa IC 95 %: [34, 74]	Los valores medios son cercanos, pero la V mostró menos dispersión. Los dominios cristalinos en VP generaron mayor variabilidad en la resistencia
Naturaleza estructural por DRX	Matriz amorfa, sin fases cristalinas detectables	Matriz amorfa con dominios cristalinos de albita y cristobalita en las regiones blanquecinas	La diferencia estructural principal está en los dominios cristalinos de VP, no en la matriz vítrea
Composición química mayoritaria por FRX	SiO ₂ : 75.67 %; Al ₂ O ₃ : 11.192 %; Na ₂ O: 4.983 %; K ₂ O: 4.367 %; Fe ₂ O ₃ : 2.377 %	SiO ₂ : 75.68 %; Al ₂ O ₃ : 11.216 %; Na ₂ O: 4.997 %; K ₂ O: 4.369 %; Fe ₂ O ₃ : 2.386 %	La composición mayoritaria es muy similar
Transición vítrea, Tg	650 °C	640 °C	Ambas matrices presentan temperaturas de transición vítrea próximas, coherentes con su composición química semejante
Pérdida de masa por TGA después de 250 °C	Polvo: ≈ 5.5 %	Polvo: ≈ 3.0 %	La obsidiana V presentó más cantidad de volátiles
Especies gaseosas detectadas por TGA-MS	Señales asociadas con especies que contienen CO ₂ y Cl ₂	Señales asociadas con especies que contienen CO ₂ y Cl ₂	Esto confirma la existencia de CO ₂ y Cl ₂ , pero no descarta la existencia de otras especies como H ₂ O
Microestructura inicial de porosidad	Vesículas aciculares alineadas y distribuidas en la matriz	Vesículas aciculares localizadas, alineadas y concentradas en zonas específicas	Aunque en menor cantidad, las vesículas en VP presentan una morfología similar a V

Figura 3.87. Comparación de resultados obtenidos antes de los tratamientos térmicos en las obsidianas V y VP

Parámetro	Obsidiana V	Obsidiana VP	Interpretación comparativa
Inicio de la expansión efectiva	950 °C.	950 °C	Se desarrollan porosidades altas a la misma temperatura, pero VP requiere mayor tiempo de mantenimiento
Región de estabilidad de densidad	Entre 950 y 1200 °C	Entre 950 y 1200 °C	Comparten el mismo rango estable de desarrollo de máxima expansión
Densidad mínima alcanzada	0.36 g·cm ⁻³ tamaño M	0.32 g·cm ⁻³ tamaño G	Difieren en el tamaño donde se alcanzaron las mínimas densidades
Densidad entre 950 y 1200 °C	V _G : 0.51–0.93 g·cm ⁻³ ; V _M : 0.40–0.60 g·cm ⁻³ ; V _C : 0.70–1.00 g·cm ⁻³ ; V _D : 2.2 g·cm ⁻³	VP _G : 0.32–0.76 g·cm ⁻³ ; VP _M : 0.41–2.30 g·cm ⁻³ ; VP _C : 0.48–0.80 g·cm ⁻³ ; VP _D : 2.2 g·cm ⁻³	La mayor diferencia en el comportamiento de las densidades se observó en el tamaño G
Porosidad entre 950 y 1200 °C	V _G : 60.7–78.5 %; V _M : 77.3–83.1 %; V _C : 56.9–70.6 %;	VP _G : 67.8–86.5 %; VP _M : 84–82.9 %; VP _C : 66.3–79.7 %;	Cerrada y cercana a 99 % en ambos casos
Tipo de expansión macroscópica	Preferencial, perpendicular al alineamiento de las vesículas iniciales	Uniforme en los tres ejes, aunque con variaciones entre probetas por la heterogeneidad inicial	Diferencias macroscópicas apreciables
Estabilidad geométrica	Hasta 1100 °C	Hasta 1150 °C	La VP tiende a deformarse menos que la V en las temperaturas superiores
Tamaño medio de poro	900 °C: 55 µm 950–1150 °C: 57–82 µm; 1200 °C: 243 µm.	900 °C: 266 µm; 950–1150 °C: 820–886 µm; 1200 °C: 1127 µm.	La diferencia fue mayor a diez veces el diámetro medio
Conductividad térmica	0.28 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ , densidad ≈ 0.30 g·cm ⁻³	0.33 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ , densidad ≈ 0.29 g·cm ⁻³	Densidades obtenidas después del ajuste geométrico. La porosidad global influyó más que el tamaño medio de poro
Resistencia a compresión después del tratamiento	No determinada	0.31–0.55 MPa al 10 % de deformación, para densidades de 0.23–0.27 g·cm ⁻³ .	Es de esperarse que, por el tamaño de poro inferior en V, su resistencia mecánica sea más alta que en VP
Densidad de las muestras de polvo compactado	2.2 g·cm ⁻³ .	2.2 g·cm ⁻³ .	La alta superficie específica y las trayectorias cortas de difusión permitieron la salida temprana de gases sin promover la expansión
Carácter estructural después del tratamiento	Amorfo	La matriz conserva su carácter amorfo; los dominios cristalinos no expanden, pero sufren alteraciones en su aspecto a partir de 1000 °C	La expansión ocurre sin cristalización generalizada de la matriz vítrea. Aunque es esperable tener micro o nano cristales

Figura 3.88. Comparación de resultados obtenidos después de los tratamientos térmicos en las obsidianas V y VP

Conclusiones parciales

La caracterización inicial permitió establecer que las obsidias V y VP del Cerro de las Navajas presentan matrices vítreas de composición química mayoritaria semejante, dominadas por SiO_2 , Al_2O_3 y óxidos alcalinos. Esta similitud se reflejó en densidades reales muy próximas y en temperaturas de transición vítrea cercanas. Sin embargo, las diferencias macroscópicas entre ambas variedades sí tuvieron correspondencia con diferencias físicas y microestructurales relevantes: la V presentó menor densidad aparente y mayor porosidad total inicial, mientras que la VP mostró una matriz más densa, menos porosa y con dominios blanquecinos cristalinos dispersos.

Los tratamientos térmicos demostraron que ambas variedades pueden desarrollar expansión volumétrica y alta porosidad al calentarse por encima de su temperatura de transición vítrea. La expansión se asoció con la liberación de especies volátiles y con la capacidad de la matriz vítrea para deformarse y retener parcialmente la fase gaseosa. En ambas obsidias, la matriz conservó su carácter amorfo después del tratamiento térmico, lo que permitió el crecimiento de poros sin rigidización por cristalización generalizada.

La evolución física no dependió solo de la cantidad de volátiles liberados. La porosidad inicial, el número de poros preexistentes, la continuidad de la matriz vítrea y el tamaño de muestra tuvieron un papel decisivo. La obsidiana V, con mayor porosidad inicial, comenzó a expandir a menor temperatura y desarrolló poros de menor tamaño. La obsidiana VP, aunque liberó menor cantidad de volátiles, alcanzó una expansión efectiva incluso en las muestras grandes, debido a su menor número de poros iniciales y a la concentración del gas en menos sitios de crecimiento.

El tamaño de muestra modificó la respuesta durante el calentamiento. Las muestras de tamaño intermedio permitieron identificar con mayor claridad la región de baja densidad, mientras que las muestras grandes evidenciaron diferencias importantes entre ambas variedades. Las muestras preparadas a partir de polvo compactado no expandieron en ninguna de las dos obsidianas, lo que indica que la continuidad de la matriz vítrea es necesaria para acumular presión interna y permitir el crecimiento de poros.

En la obsidiana VP, los dominios blanquecinos identificados como fases cristalinas de albita y cristobalita no participaron directamente en la expansión volumétrica. Su efecto fue local, al favorecer la formación de poros de mayor tamaño alrededor de estas regiones. La matriz vítrea oscura fue la fase responsable de la deformación viscosa y del desarrollo de la porosidad.

Las propiedades medidas en las muestras expandidas indican que la obsidiana tratada térmicamente puede transformarse en un material vítreo poroso de baja densidad. Esta combinación de propiedades permite considerar a la obsidiana expandida como un material de interés tecnológico para aplicaciones de aislamiento térmico y acústico, o como componente vítreo porosos donde no se requieran funciones estructurales de alta carga.

A partir de estos resultados, se concluye que el comportamiento de la obsidiana del Cerro de las Navajas durante el calentamiento está controlado por la interacción entre volátiles, viscosidad, porosidad inicial, tamaño de muestra, continuidad de la matriz vítrea y heterogeneidades internas. Esta relación explica porque dos variedades con composición mayoritaria semejante desarrollan respuestas distintas durante la expansión, y confirma que la obsidiana puede transformarse mediante calentamiento controlado en materiales porosos con aplicaciones funcionales y tecnológicas.

Capítulo

4

Obtención de espumas vítreas a partir de polvo de obsidiana

En este capítulo se analiza la valorización de la obsidiana en forma de polvo mediante la obtención de espumas vítreas. Se estudia el efecto del agente espumante, del fundente y de las condiciones térmicas sobre la expansión, la microestructura y las propiedades del material obtenido.





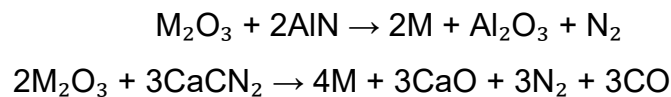
Introducción

La obsidiana, debido a su naturaleza vítrea y a su alto contenido de sílice, constituye una materia prima con potencial para la obtención de materiales porosos mediante tratamientos térmicos. Como se demostró en el Capítulo 3, la obsidiana del Cerro de las Navajas tiene la capacidad de expandirse y formar espumas vítreas al llegar a cierto rango de temperatura; sin embargo, este comportamiento se pierde al reducir el tamaño de partícula, lo que limita su aprovechamiento en la producción de espumas de vidrio a partir del polvo de obsidiana.

Esta limitación resulta particularmente relevante considerando que los procesos de extracción y transformación generan una cantidad significativa de residuos en forma de fragmentos y partículas finas, los cuales actualmente no son aprovechados. La pérdida de la capacidad de expansión en estos materiales impide su uso directo, lo que plantea la necesidad de desarrollar estrategias que permitan inducir nuevamente este comportamiento.

En los últimos años, la valorización de materias primas naturales y residuos minerales ha adquirido una importancia creciente como estrategia para reducir el impacto ambiental asociado con la extracción de recursos y la generación de desechos [192–195]. En este marco, los vidrios volcánicos pueden emplearse como materias primas para la producción de espumas vítreas debido a su elevado contenido de sílice [63,70,196].

En sistemas vítreos, la obtención de materiales porosos a partir de polvos se ha abordado mediante la incorporación de agentes espumantes y modificadores de la viscosidad [14,197–199]. Entre los agentes espumantes, el nitruro de aluminio (AlN) y la cianamida cálcica (CaCN₂) han demostrado ser eficaces en materiales ricos en sílice, debido a su capacidad para generar gases durante el calentamiento a través de reacciones de descomposición térmica y procesos redox [14,200,201]. De forma general, la generación de N₂ puede representarse mediante las siguientes reacciones redox:



Además, el uso de fundentes constituye una estrategia para ajustar la viscosidad del vidrio durante el tratamiento térmico [99,202,203]. En la industria del vidrio, compuestos alcalinos como el carbonato de sodio se emplean comúnmente como modificadores de red, ya que su incorporación altera la red de tetraedros de silicato y reduce la viscosidad del vidrio a alta temperatura [204]. Adicionalmente, el carbonato de sodio, durante su descomposición térmica, genera dióxido de carbono ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{Na}_2\text{O} + \text{CO}_2$), lo contribuye a la generación de gas durante el proceso de espumado [205]

La expansión del material vítreo depende del equilibrio entre la presión interna generada por los gases y la resistencia viscosa de la matriz, por lo que la composición y las condiciones térmicas determinan el desarrollo de la estructura porosa [78,206,207]. Así, la combinación de agentes espumantes y fundentes permite inducir la expansión del material y controlar la evolución de su microestructura.

En este capítulo se estudia la obtención de espumas de vidrio a partir de obsidiana en forma de polvo, evaluando el efecto de la composición y las condiciones de tratamiento térmico sobre el comportamiento expansivo del material, así como la evolución de su estructura y microestructura y su relación con las propiedades físicas.

4.1 Materiales y métodos

4.1.1 Obtención de los materiales

Como se indicó previamente, en la Sección 3.1.1 del Capítulo 3 se describieron ampliamente la procedencia, las características macroscópicas y los rasgos distintivos de las dos obsidianas empleadas en esta investigación: V (Fig. 4.1a) y VP (Fig. 4.1b).

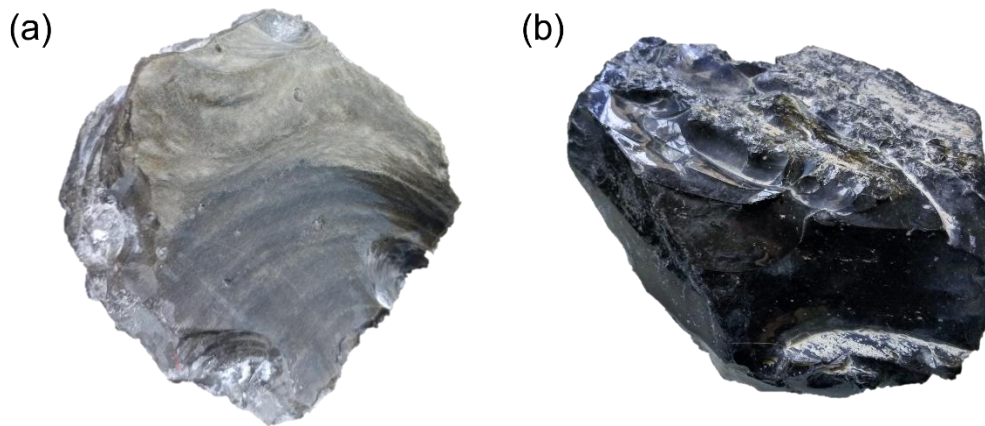


Fig. 4.1. Apariencia macroscópica de las obsidianas utilizadas como materia prima: (a) obsidiana tipo V y (b) obsidiana tipo VP, ambas procedentes del Cerro de las Navajas, Hidalgo, México.

Las rocas se trituraron por separado hasta obtener fragmentos de aproximadamente 1 cm, los cuales fueron posteriormente sometidos a molienda en un molino planetario RETSCH PM100 a 400 rpm durante 20 min. La molienda se realizó en seco, empleando un recipiente y bolas de molienda de circonita, con una masa total de bolas de 147 g y una carga de material de 160 g, manteniendo constante la relación bola/polvo. El polvo obtenido se tamizó mediante un tamiz con apertura nominal de 100 μm , obteniéndose las fracciones correspondientes a la obsidiana verde (V) y oscura (VP). El equipo para la molienda y el polvo tamizado se ilustran en la Figura 4.2a y Figura 4.2b, respectivamente.



Figura 4.2. Equipos utilizados en la preparación del material: (a) molino planetario RETSCH PM100 empleado para la molienda y (b) tamiz N° 100 utilizado para el cribado de los polvos.

Los agentes espumantes se emplearon directamente en forma de polvo, sin requerir un tratamiento adicional de reducción de tamaño de partícula. Como agentes espumantes se utilizaron nitruro de aluminio (AlN , $\geq 98\%$, Sigma-Aldrich) y cianamida cálcica (CaCN_2 , grado técnico, Sigma-Aldrich), seleccionados por su capacidad de generar especies gaseosas a alta temperatura en presencia de óxidos metálicos [14]. Como aditivo fundente se empleó carbonato de sodio (Na_2CO_3 , $\geq 98\%$, Alfa Aesar).

4.1.2 Preparación de formulaciones y conformado de muestras

A partir de los polvos de obsidiana (V y VP), se diseñaron distintas formulaciones con el objetivo de evaluar la influencia de los agentes espumantes (AlN y CaCN_2) y del aditivo fundente (Na_2CO_3) sobre el comportamiento de expansión del material.

Las composiciones se definieron considerando un amplio intervalo de concentraciones de agente espumante, con el propósito de identificar las condiciones que favorecen la generación y estabilización de la estructura porosa. Las formulaciones preparadas se presentan en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1. Composición en peso de las formulaciones preparadas (base: 100 % en peso de obsidiana).

Serie	Muestra	Na_2CO_3 (% en peso)	AlN (% en peso)	CaCN_2 (% en peso)
A	A1	-	-	2.5
	A2	-	-	5
	A3	-	-	10
	A4	-	-	20
B	B1	-	0.25	-
	B2	-	0.5	-
	B3	-	0.75	-
	B4	-	1.25	-
	B5	-	2.5	-
	B6	-	5	-
	B7	-	10	-
C	C1	2.5	1.25	-
	C2	5	1.25	-

Nota. Los porcentajes en peso se expresan respecto a la masa de obsidiana empleada como matriz vítrea (base: 100 % en peso de obsidiana). El símbolo “-” indica la ausencia del componente en la formulación correspondiente.

Las mezclas se prepararon mediante la incorporación de los aditivos al polvo de obsidiana, seguida de una homogenización manual en un mortero de ágata durante 1 min. Posteriormente, el material se conformó en pastillas

cilíndricas mediante prensado uniaxial, empleando una prensa hidráulica y un troquel de acero (Figura 4.3a y Figura 4.3b).

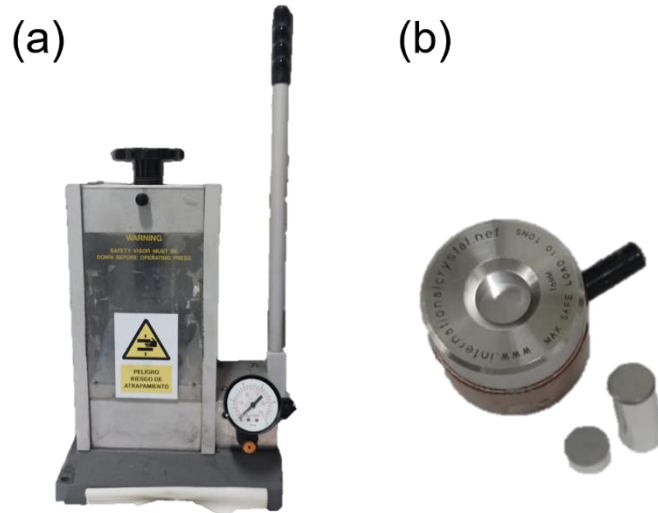


Figura 4.3. Equipos utilizados para el conformado de las muestras: (a) prensa hidráulica y (b) troquel de acero.

En una primera etapa, se prepararon muestras con un diámetro de 16 mm y una altura de 5 mm (nomenclatura C), aplicando una presión de 240 MPa durante 30 s. Con base en los resultados obtenidos para estas muestras iniciales, se seleccionaron aquellas formulaciones que presentaron los menores valores de densidad aparente dentro de cada serie. Estas formulaciones se emplearon para analizar el efecto del tamaño de muestra y de la presión de compactación, mediante la preparación de pastillas de mayor tamaño, con un diámetro de 25 mm y una altura de 10 mm (nomenclatura G), compactadas a 20 y 240 MPa durante 30 s. Las dimensiones de las muestras preparadas se ilustran en la Figura 4.4.



Figura 4.4. Muestras conformadas con diferentes dimensiones. Las muestras de menor tamaño corresponden al grupo C (16 mm de diámetro), mientras que las de mayor tamaño pertenecen al grupo G (25 mm de diámetro).

4.1.3 Tratamiento térmico

Las muestras conformadas se sometieron a tratamientos térmicos en un horno mufla eléctrico, en atmósfera de aire, empleando un programa térmico controlado con una velocidad de calentamiento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ hasta la temperatura máxima (Figura 4.5).



Figura 4.5. Horno mufla eléctrico empleado para el tratamiento térmico de las muestras.

La selección del intervalo térmico se estableció a partir de las propiedades fisicoquímicas determinadas en el Capítulo 3. En particular, los análisis térmicos evidenciaron que la transición vítrea del material se localiza alrededor de 650 °C, lo que marca el inicio del incremento en la movilidad de la fase vítrea. Asimismo, se observó que entre 1000 y 1200 °C tuvo lugar tanto la expansión de las muestras monolíticas como la densificación de las muestras a partir de polvo.

Este intervalo corresponde a una región en la que la viscosidad del material es suficientemente baja para permitir procesos de deformación viscosa, favoreciendo la nucleación y el crecimiento de poros en muestras monolíticas, o la consolidación y densificación en muestras pulverizados, según el procesamiento empleado. Por ello, dicho rango se seleccionó como región de análisis.

Este intervalo corresponde a la región en la que el material presenta una viscosidad suficientemente baja para permitir la nucleación y crecimiento de poros, manteniendo al mismo tiempo la estabilidad estructural frente al colapso.

En una primera etapa, las muestras se trataron térmicamente dentro de este intervalo, con un tiempo de mantenimiento de 30 min a la temperatura máxima para todas las condiciones evaluadas. Los tratamientos aplicados a cada formulación se resumen en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Tratamientos térmicos aplicados a cada formulación.

Serie	Muestra	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
A	A1	✓	✓	✓	✓	-
	A2	✓	✓	✓	✓	✓
	A3	✓	✓	✓	✓	✓
	A4	-	-	-	-	✓
B	B1	-	-	✓	-	-
	B2	-	-	✓	-	-
	B3	-	-	✓	-	-
	B4	-	-	✓	-	-
	B5	✓	✓	✓	✓	-
	B6	✓	✓	✓	✓	-
	B7	✓	✓	✓	✓	-
C	C1	-	-	✓	-	-
	C2	-	-	✓	-	-

Nota. El símbolo “✓” indica que el tratamiento térmico fue aplicado, mientras que “-” indica que no se evaluó. Todos los ensayos se realizaron en atmósfera de aire, con una velocidad de calentamiento de 10 °C·min⁻¹ y un tiempo de mantenimiento de 30 min a la temperatura máxima. La identificación de las formulaciones se presenta en la Tabla 4.1.

A partir de esta evaluación inicial, se seleccionaron las formulaciones y condiciones térmicas que condujeron a los mayores valores de porosidad. Con base en esta selección, se llevaron a cabo ensayos adicionales variando el tiempo de mantenimiento a la temperatura máxima (10, 30, 60, 90 y 360 min), con el fin de analizar la evolución microestructural y su relación con las propiedades físicas del material.

Tras el tratamiento térmico, las muestras se enfriaron en el interior del horno hasta alcanzar la temperatura ambiente. Cada condición experimental se evaluó por triplicado.

Para la identificación de las muestras, se empleó la nomenclatura OzFi_T_t, donde O indica el tipo de obsidiana (V: obsidiana verde brillante; VP: obsidiana oscura), Z corresponde al tamaño de la muestra (C o G), Fi representa la formulación (A₁–A₄, B₁–B₇ y C₁–C₂), T la temperatura máxima de tratamiento (°C) y t el tiempo de mantenimiento (min).

A modo de ejemplo, el código $V_G B_5_{1100_90}$ corresponde a una muestra obtenida a partir de obsidiana verde (V), de tamaño G, con formulación B_5 , tratada térmicamente a 1100 °C durante 90 min. La Figura 4.6 presenta un esquema del procedimiento experimental descrito.

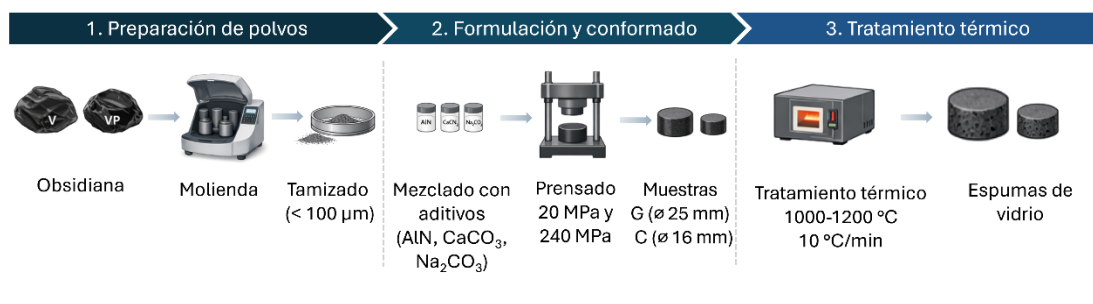


Figura 4.6. Esquema del procedimiento experimental seguido para la obtención de espumas de obsidiana.

4.1.4 Difracción de rayos X (DRX)

Se analizaron los polvos de obsidiana (V y VP), así como muestras representativas obtenidas después del tratamiento térmico, seleccionadas en función de sus menores valores de densidad aparente. Las muestras se pulverizaron manualmente en un mortero de ágata con el fin de garantizar una adecuada homogeneidad y minimizar efectos de orientación preferencial.

Los análisis se llevaron a cabo empleando el difractómetro PANalytical X'Pert PRO, descrito en la Sección 2.1.2, equipado con radiación $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.5404 \text{ \AA}$), operado a 45 kV y 40 mA.

Los patrones de difracción se registraron en un intervalo angular de 5° a 110° (2θ), con un paso de 0.05° y un tiempo de conteo de 1 s por paso. La identificación de las fases cristalinas se realizó mediante comparación con la base de datos ICDD PDF-2, utilizando el software X'Pert HighScore Plus (PANalytical).

4.1.5 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El análisis mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) se empleó para evaluar la microestructura superficial y la distribución elemental en las muestras tratadas térmicamente. Los análisis se realizaron utilizando el equipo descrito en la Sección 2.1.3.

El análisis por EDS se utilizó con fines cualitativos y semi-cuantitativos mediante la adquisición de espectros y mapas elementales, con el fin de analizar la distribución espacial de los elementos asociados a la matriz vítrea y a los aditivos incorporados tras el tratamiento térmico. Las muestras analizadas correspondieron a aquellas que presentaron los menores valores de densidad aparente dentro de cada serie experimental, de acuerdo con las condiciones térmicas indicadas en la Tabla 4.2.

Previamente al análisis, las muestras tratadas térmicamente se seccionaron transversalmente mediante una cortadora metalográfica equipada con disco de diamante de 150 mm de diámetro. El corte se realizó a 2100 rpm bajo enfriamiento continuo con agua, con el fin de reducir la generación de calor y la acumulación de residuos durante el proceso.

Las secciones obtenidas se limpiaron con etanol y se secaron antes del análisis. Posteriormente, las muestras se recubrieron con una película conductora de oro mediante sputtering. El procedimiento de seccionado de las muestras para su análisis microestructural se ilustra en la Figura 4.7.

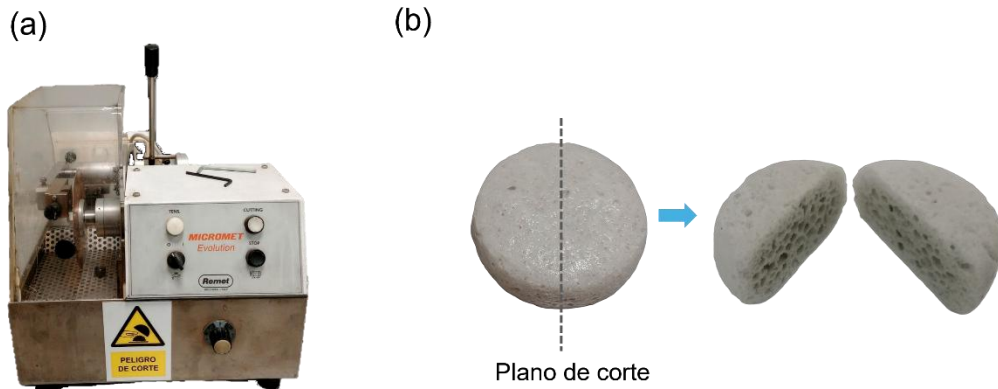


Figura 4.7. Preparación de muestras para el análisis microestructural: (a) cortadora metalográfica empleada para el seccionado y (b) esquema del plano de corte y superficie interna obtenida tras el seccionado.

4.1.6 Determinación de densidad aparente y porosidad

La densidad aparente y la porosidad de las muestras tratadas térmicamente se determinaron mediante el método de Arquímedes, de acuerdo con la norma UNE-EN 1936:2007, siguiendo el procedimiento descrito en la Sección 2.3.1.

Las muestras se sumergieron en agua destilada durante 5 días para asegurar su completa saturación. Posteriormente, se registraron la masa saturada (m_s) y la masa de la muestra sumergida (m_h). La masa seca (m_d) se obtuvo previamente tras secado hasta masa constante. Las mediciones se realizaron a una temperatura de 22.5 ± 0.2 °C.

Para cada condición experimental se analizaron tres muestras independientes ($n = 3$). Los resultados se expresan como el valor central acompañado de su intervalo de confianza del 95 %, estimado mediante percentiles.

4.1.7 Microscopía óptica

El análisis mediante microscopía óptica se realizó con el fin de caracterizar la microestructura del material expandido, en particular la presencia de poros, su tamaño aparente y su distribución en sección transversal. Las muestras se seccionaron transversalmente siguiendo el mismo procedimiento descrito en la Sección 4.1.5, y las superficies internas expuestas fueron analizadas.

Las observaciones se realizaron utilizando una lente macro Apexel MS002 acoplada a un dispositivo móvil. Para la calibración se empleó una escala micrométrica, lo que permitió la conversión de píxeles a unidades métricas. Las imágenes obtenidas se procesaron utilizando el software ImageJ (NIH). El tamaño de poro se determinó en proyección bidimensional mediante el cálculo del diámetro equivalente a partir del área proyectada, de acuerdo con la (Ec. 1) descrita en la Sección 2.1.4. Para cada condición experimental se analizaron al menos 300 poros identificados en las imágenes adquiridas.

4.1.8 Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó empleando métodos no paramétricos con el fin de evaluar posibles diferencias entre las condiciones experimentales sin asumir una distribución específica de los datos.

El procesamiento de los datos y los análisis estadísticos se llevaron a cabo utilizando el software OriginPro 2025 (OriginLab Corporation, Northampton, MA, USA), estableciendo un nivel de significancia de $\alpha = 0.05$. Los intervalos de confianza (95 %) se estimaron mediante un enfoque basado en percentiles.

Las diferencias entre grupos experimentales se evaluaron mediante la prueba no paramétrica de Kruskal–Wallis y, cuando fue necesario realizar comparaciones por pares, se aplicó la prueba post hoc de Dunn.

4.2 Resultados y discusión

4.2.1 Influencia de la composición y estructura inicial de la obsidiana

Las obsidianas V y VP presentan composiciones químicas muy similares, mayoritariamente SiO_2 (~75 % en peso), Al_2O_3 (~11 % en peso) y óxidos alcalinos ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$, ~9 % en peso), con contenidos menores de Fe_2O_3 (~2.4 % en peso), como se muestra en la Tabla X.X del Capítulo 3.

En particular, el contenido de Fe_2O_3 resulta relevante debido a la posible participación del hierro disuelto en la matriz vítrea en procesos redox durante el tratamiento térmico, lo que puede influir en la generación de especies gaseosas en presencia de los agentes espumantes.

Por otra parte, los patrones de difracción de rayos X del material inicial, que evidencian la ausencia de fases cristalinas y la presencia de un halo amorfo característico, se presentan en la Figura X.X del Capítulo 3.

4.2.2 Influencia del agente espumante en el comportamiento expansivo durante el tratamiento térmico

Las densidades aparentes de las muestras V_C y VP_C , empleando cianamida cálcica (CaCN_2) y nitruro de aluminio (AlN) como agentes espumantes, tratadas en el intervalo de temperatura de 1000–1200 °C durante 30 min, se presentan en la Figura 4.8 para las formulaciones con CaCN_2 y en la Figura 4.9 para las formulaciones con AlN .

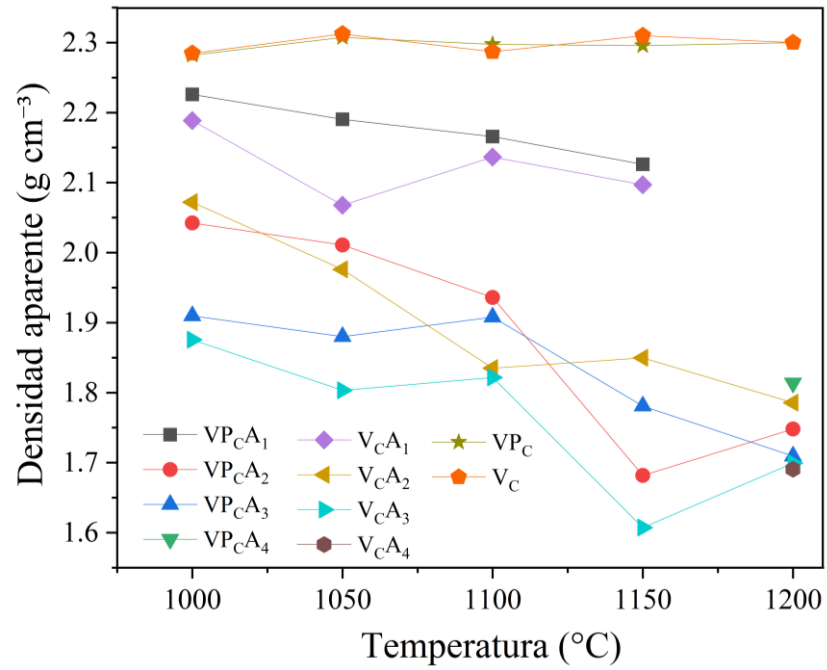


Figura 4.8. Densidad aparente en función de la temperatura para muestras de obsidiana verde (V) y oscura (VP) con cianamida cálcica (A₁–A₄). Se incluyen referencias sin aditivos (V_C, VP_C). Tratamiento: 30 min a la temperatura máxima.

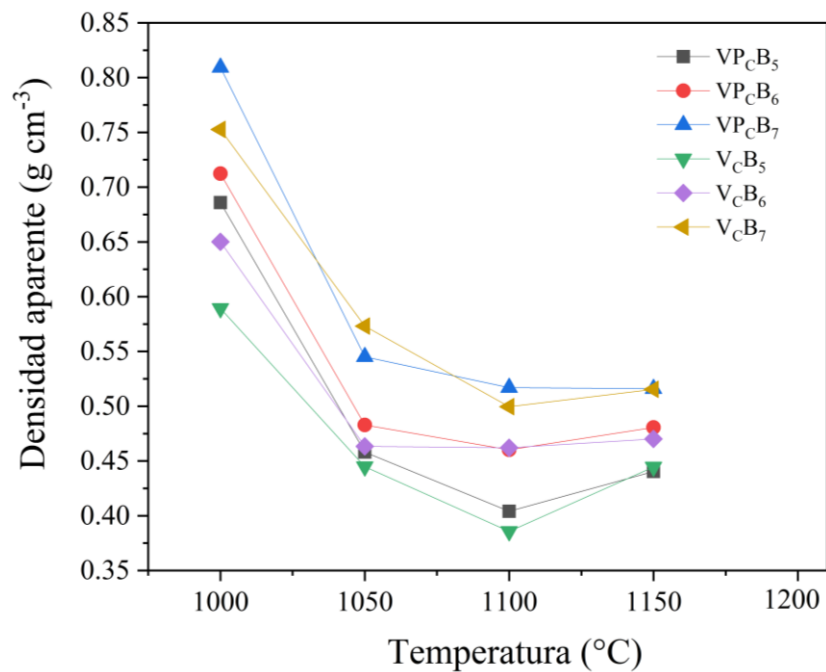
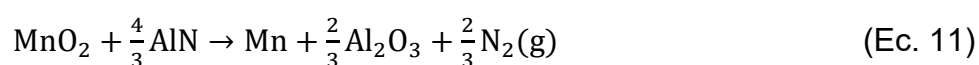
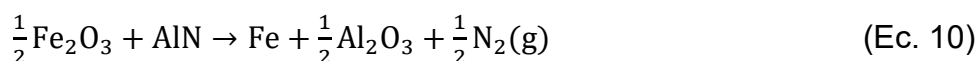


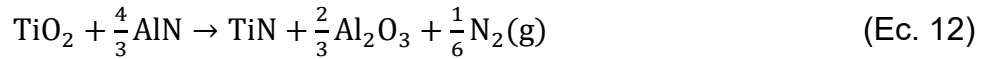
Figura 4.9. Densidad aparente en función de la temperatura para muestras V y VP con nitrato de aluminio (B₅–B₇). Tratamiento: 30 min a la temperatura máxima.

El comportamiento expansivo difiere significativamente en función del agente espumante empleado. En el caso de CaCN_2 (A_1 – A_4), la expansión es limitada en todo el intervalo térmico considerado, con densidades aparentes que no disminuyen por debajo de $1.6 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, independientemente del contenido de agente espumante empleado (2.5, 5, 10 y 20 % en peso). Por tanto, el incremento tanto de la temperatura como del contenido de CaCN_2 no conduce a una reducción efectiva de la densidad de la muestra.

En contraste, el uso de AlN (B_5 – B_7) conduce a una reducción significativa de la densidad a partir de 1050°C , alcanzando sus valores mínimos a 1100°C , independientemente de la serie de muestras (V_C o VP_C). Este comportamiento sugiere que, en torno a esta temperatura, la viscosidad de la matriz vítrea permite la expansión y la retención del N_2 liberado durante la reacción redox [14]. Asimismo, se observa que el incremento del contenido de AlN por encima de 2.5 % en peso resulta desfavorable, ya que conduce a un aumento de la densidad aparente.

Para interpretar este comportamiento, se realizó un análisis estequiométrico con el fin de estimar la cantidad teórica máxima de AlN necesaria para reaccionar con los óxidos presentes en la matriz vítrea durante el tratamiento térmico. Además del hierro, la composición química indica la presencia de pequeñas cantidades de MnO_2 y TiO_2 para ambas obsidianas, los cuales pueden participar en reacciones redox durante el calentamiento. En la literatura se han propuesto las siguientes reacciones estequiométricas idealizadas entre el AlN y algunos óxidos de metales de transición [208]:





Considerando los contenidos de óxidos determinados mediante FRX (≈ 2.4 % en peso de Fe_2O_3 , ≈ 0.15 % en peso de MnO_2 y ≈ 0.2 % en peso de TiO_2), el consumo teórico máximo de AlN, bajo un escenario de conversión estequiométrica completa de estos óxidos, se estimó en 1.4 % en peso del material.

No obstante, el análisis de la generación teórica de gas indica que el Fe_2O_3 domina claramente la liberación potencial de N_2 , contribuyendo aproximadamente con el 91 % del nitrógeno total que podría generarse mediante estas reacciones. Por lo tanto, la generación de N_2 durante el tratamiento térmico está principalmente controlada por la reducción del hierro presente en la matriz vítrea.

Aunque no se determinaron los contenidos de Fe^{2+} y Fe^{3+} para las obsidianas V y VP, el contenido total de hierro, expresado como equivalente de Fe_2O_3 , es cercano al 2.4 % en peso. Con base en este valor, se consideraron dos escenarios límite desde el punto de vista del consumo del agente espumante, considerando únicamente el óxido de hierro: (i) la reducción parcial de Fe^{3+} a Fe^{2+} y (ii) la reducción completa a hierro metálico (Fe^0). El cálculo estequiométrico indica que, bajo estos escenarios, la cantidad de AlN requerida se encuentra en el intervalo aproximado de 0.41 % a 1.23 % en peso.

Las densidades aparentes obtenidas experimentalmente al variar el contenido de AlN entre 0.25 y 10 % en peso en ambas series de muestras (V_C y VP_C), tratadas a 1100 °C durante 30 min ($n = 3$), se presentan en la Figura 4.10, mientras que la evolución macroscópica de las muestras se muestra en la Figura 4.11.

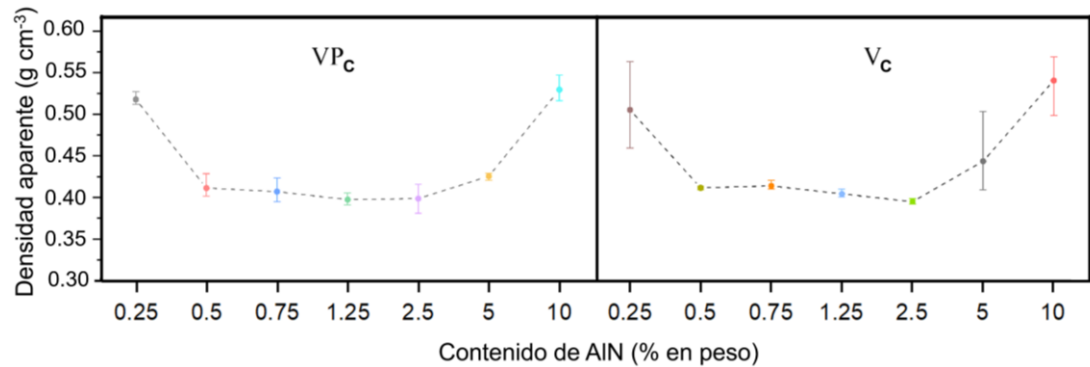


Figura 4.10. Densidad aparente de las muestras VP_c y V_c en función del contenido de AIN (0.25–10 % en peso) tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 30 min.

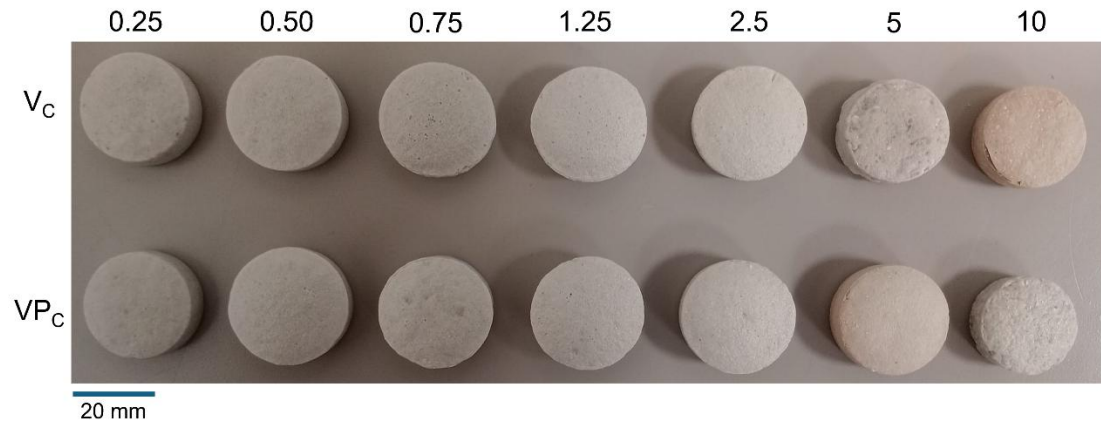


Figura 4.11. Evolución macroscópica de las muestras VP_c y V_c en función del contenido de AIN (0.25–10 % en peso) tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 30 min.

En el intervalo experimental comprendido entre 0.5 y 2.5 % en peso de AIN (Figura 4.10), el análisis estadístico Kruskal–Wallis no mostró variaciones significativas en la densidad aparente, manteniéndose los valores dentro de la dispersión experimental (Tabla 4.3).

Tabla 4.3. Resultados del análisis estadístico (prueba de Kruskal–Wallis) para el intervalo 0.5–2.5 % en peso de AIN

% de AIN	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
0.5-2.5 (V_c)	7.66	0.053	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
0.5-2.5 (VP_c)	1.97	0.577	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas

Nota. Nivel de significancia $\alpha = 0.05$.

Las densidades mínimas se alcanzaron ya con un contenido de 0.5 % en peso de AIN. Este resultado muestra que la reducción de los óxidos presentes en la matriz vítrea es parcial; es decir, no todo el óxido presente se reduce ni progresa hasta el estado metálico.

Asimismo, no se observaron diferencias estadísticamente significativas en el comportamiento de las muestras preparadas con las dos variedades de obsidiana (V_C y VP_C), como se muestra en la Tabla 4.4, lo que indica que el comportamiento expansivo está principalmente gobernado por la composición de óxidos mayoritarios particularmente por los óxidos de hierro.

Tabla 4.4. Comparación estadística entre muestras V_C y VP_C para diferentes contenidos de AIN mediante la prueba de Dunn.

Comparación (V_C vs VP_C)	Z	p-valor	Conclusión
0.25 %	0.17	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
0.5 %	-0.20	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
0.75 %	-0.63	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
1.25 %	-0.53	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
2.5 %	0.57	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
5 %	0.33	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
10 %	-0.07	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas

Nota. Comparaciones por pares realizadas mediante la prueba post hoc de Dunn tras Kruskal–Wallis, con un nivel de significancia $\alpha = 0.05$.

Considerando tanto las observaciones experimentales como los límites estequiométricos, se seleccionaron contenidos de AIN de 0.5 y 1.25 % en peso para su evaluación bajo otras condiciones de procesamiento en etapas posteriores del estudio. Aunque los resultados experimentales indican que 0.5 % en peso es suficiente para alcanzar la máxima expansión, la selección de estos dos valores permite analizar el comportamiento en función del contenido de agente espumante en etapas posteriores.

El valor inferior corresponde aproximadamente a la cantidad mínima teórica requerida para la reducción de Fe^{3+} a Fe^{2+} , mientras que el valor superior se aproxima al límite estequiométrico asociado a la reducción hasta hierro metálico.

Dado el comportamiento equivalente observado para las variedades V y VP, los experimentos posteriores se realizaron únicamente utilizando obsidiana V, considerándose los resultados representativos para ambas obsidianas. La variación de la densidad aparente en función del tiempo de mantenimiento (10, 30, 60 y 360 min) a 1100 °C para muestras V_C preparadas con 0.5 y 1.25 % en peso de AlN se presenta en la Figura 4.12. La evolución macroscópica correspondiente a estos tratamientos térmicos se muestra en la Figura 4.13, donde se observan los cambios en volumen y morfología externa de las muestras en función del tiempo de mantenimiento.

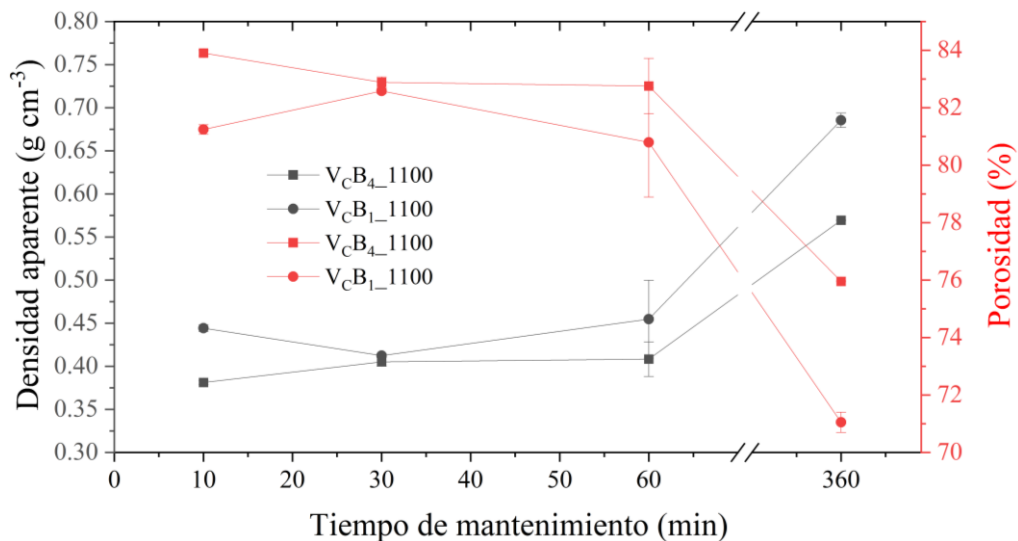


Figura 4.12. Variación de la densidad aparente (eje izquierdo) y la porosidad total (eje derecho) en función del tiempo de mantenimiento (10–360 min) a 1100 °C para muestras V_C con diferentes contenidos de AlN: B1 (0.5 % en peso) y B4 (1.25 % en peso).

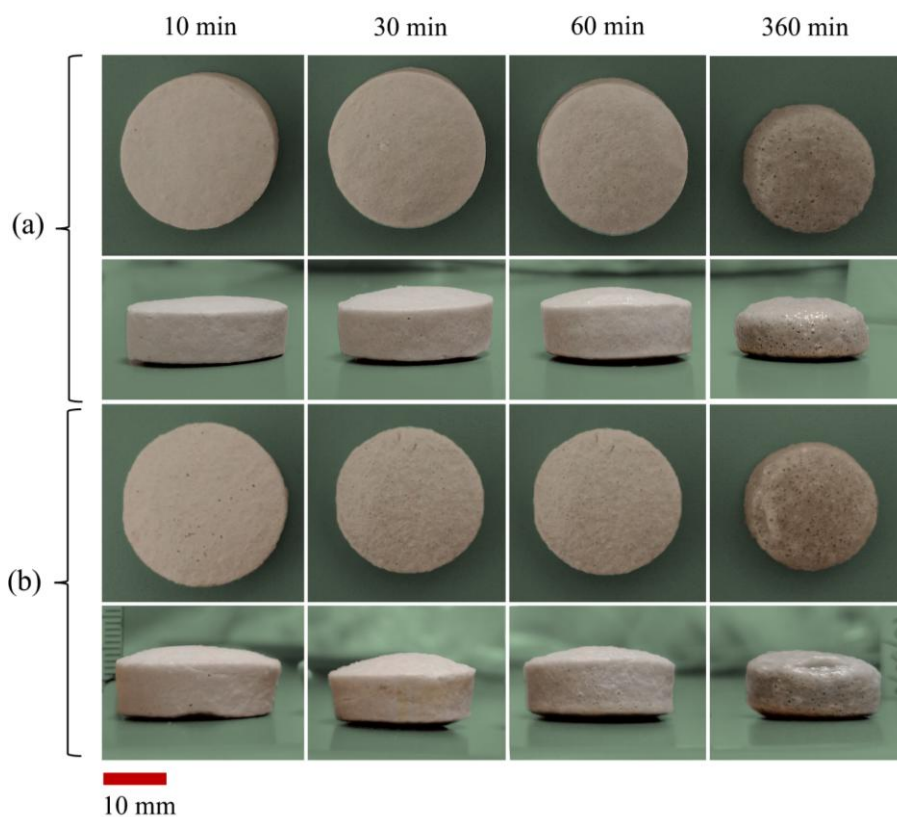


Figura 4.13. Evolución macroscópica de las muestras tratadas a 1100 °C para distintos tiempos de mantenimiento (10, 30, 60 y 360 min): (a) VcB₁_1100 (0.5 % en peso de AlN) y (b) VcB₄_1100 (1.25 % en peso de AlN). En cada caso, la fila superior corresponde a la vista superior y la inferior a la vista lateral.

Cuando se empleó 1.25 % en peso de AlN, no se observaron diferencias estadísticamente significativas en el intervalo entre 10 y 60 min (Tabla 4.5), manteniéndose la densidad aparente prácticamente constante, con un valor medio cercano a 0.38 g·cm⁻³ y una porosidad total de ≈ 83 %, de la cual el 99 % correspondió a porosidad cerrada.

Tabla 4.5. Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis para las muestras con 1.25 % en peso de AlN sin fundente (obsidiana V)

	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
10, 30, 60, 360 min	9.46	0.02	Se detectaron diferencias estadísticamente significativas
10, 30, 60 min	5.6	0.06	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas

Nota. Nivel de significancia $\alpha = 0.05$.

Este comportamiento define una amplia ventana de estabilidad para la máxima expansión, que se extiende entre 10 y 60 min. A 360 min, el proceso de densificación se vuelve evidente, con una disminución de la porosidad total hasta valores medios cercanos al 76 % (Figura 4.12). Estos resultados indican que un tiempo de mantenimiento de 10 min es suficiente para alcanzar la máxima expansión, mientras que tiempos más prolongados favorecen la liberación progresiva de los gases atrapados y el colapso parcial de la estructura porosa [183].

Por otro lado, las muestras preparadas con 0.5 % en peso de AIN mostraron una evolución temporal distinta. El análisis de Kruskal–Wallis reveló diferencias estadísticamente significativas al considerar el intervalo completo entre 10 y 360 min (Tabla 4.6). Para el subconjunto entre 10, 30 y 60 min no se detectaron diferencias estadísticamente significativas al 95 % de confianza ($p = 0.06$), aunque el valor fue próximo al umbral de significancia. Con el fin de explorar la contribución de cada intervalo, se aplicó la prueba post hoc de Dunn, la cual mostró que la comparación entre 10 y 30 min presentó el menor valor de p ($p = 0.076$), significativo al 90 % de confianza, mientras que las comparaciones 10 vs 60 y 30 vs 60 no mostraron diferencias significativas. Estos resultados sugieren que el principal cambio ocurre entre 10 y 30 min, por lo que 10 min no sería suficiente para alcanzar la máxima porosidad, la cual se establece a partir de 30 min.

Tabla 4.6. Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis para las muestras con 0.5 % en peso de AIN

	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
10, 30, 60, 360 min	9.46	0.02	Se detectaron diferencias estadísticamente significativas
10, 30, 60 min	5.6	0.06	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas

Nota. Nivel de significancia $\alpha = 0.05$.

Tabla 4.7. Comparaciones por pares mediante la prueba post hoc de Dunn para las muestras con 0.5 % en peso de AIN

	Z	Valor p	Conclusión 90 % de confianza	Conclusión 95 % de confianza
10 vs 30	2.23607	0.076	Se detectaron diferencias estadísticamente significativas	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
10 vs 60	0.44721	1	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas
30 vs 60	-1.7889	0.22091	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas	No se detectaron diferencias estadísticamente significativas

Nota. La comparación 10 vs 30 mostró el menor valor de p, evidenciando una tendencia al cambio dentro del intervalo 10–60 min.

Una vez alcanzado este estado de mínima densidad, la variación con el tiempo fue mayor en comparación a las muestras con 1.25 % en peso de AIN (Figura 4.12), lo que refleja una ventana de estabilidad más estrecha. A 60 min se observa un incremento en la dispersión con tendencia a la densificación, fenómeno que se vuelve claramente evidente a 360 min. En todos los casos, la porosidad cerrada se mantiene alrededor del 99 %.

Aunque ambos contenidos de AIN conducen a valores similares de porosidad máxima, las diferencias observadas están principalmente relacionadas con la velocidad de desarrollo de la estructura porosa y su estabilidad durante el tratamiento térmico. Las muestras con 1.25 % en peso de AIN alcanzan la máxima porosidad en tiempos más cortos y mantienen valores de densidad más estables en un intervalo de tiempo más amplio, mientras que las muestras con 0.5 % en peso requieren tiempos mayores y presentan una estabilidad más limitada. Estos resultados mostraron que una mayor disponibilidad del agente espumante favoreció tanto el desarrollo temprano de la porosidad como una mayor tolerancia a variaciones en el tiempo de mantenimiento.

El contenido de 0.5 % en peso de AlN es muy cercano a la cantidad teórica mínima requerida para la reducción parcial del hierro en la matriz vítrea, específicamente de Fe^{3+} a Fe^{2+} (≈ 0.41 % en peso), lo que limitó la generación de N_2 y retrasó el desarrollo de la estructura porosa. Por otro lado, el uso de 1.25 % en peso de AlN aseguró una cantidad suficiente de agente espumante para reaccionar con el hierro disponible, favoreciendo una liberación más rápida de gas y una ventana de estabilidad más amplia de la estructura expandida. Para tiempos prolongados (≥ 60 min), el exceso de AlN puede oxidarse progresivamente utilizando el oxígeno atrapado tras el cierre viscoso de la matriz [209,210], lo que conduce a una mayor incorporación de aluminio en la red vítrea y a un aumento de la viscosidad [211,212], retardando el colapso de la estructura porosa. En las muestras con 0.5 % en peso de AlN, este efecto es menos pronunciado, lo que favorece una densificación más rápida a tiempos largos.

4.2.3 Influencia del fundente en el comportamiento expansivo durante el tratamiento térmico

Se evaluó el efecto de la incorporación del agente fundente Na_2CO_3 en contenidos de 2.5 y 5 % en peso, en combinación con 1.25 % en peso de AlN, después de los tratamientos térmicos a 1100 °C y distintos tiempos de mantenimiento (10, 30, 60 y 90 min). Los resultados obtenidos se presentan en la Figura 4.14, mientras que la evolución macroscópica correspondiente a estas condiciones se muestra en la Figura 4.15, donde se observaron las variaciones volumétricas y los cambios morfológicos asociados a la incorporación del fundente y al tiempo de mantenimiento. Para ambas concentraciones de fundente (2.5 % y 5 %), la mayor disminución de densidad ocurrió entre 10 y 30 min

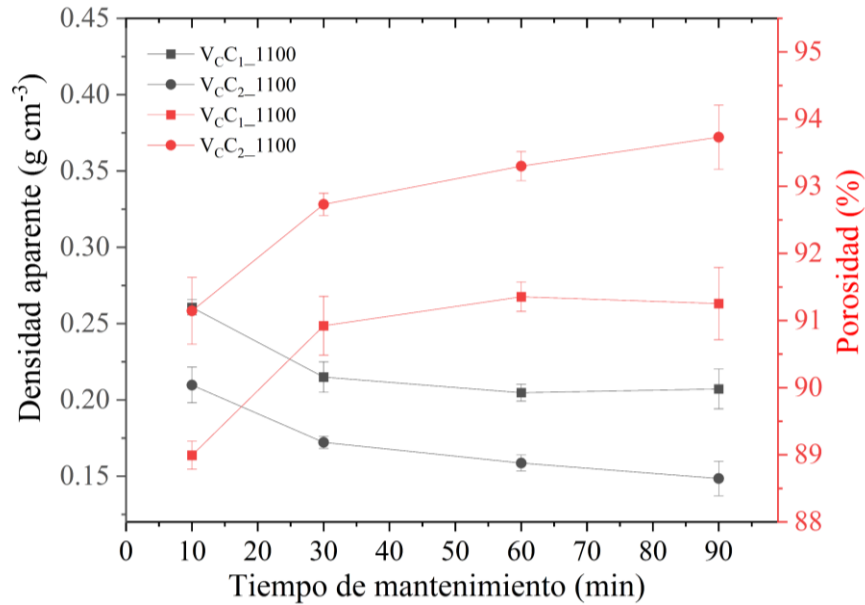


Figura 4.14. Variación de la densidad aparente (eje izquierdo) y la porosidad total (eje derecho) en función del tiempo de mantenimiento (10–90 min) a 1100 °C para muestras preparadas con 1.25 % en peso de AlN y diferentes contenidos de Na_2CO_3 : C₁ (2.5 % en peso) y C₂ (5 % en peso).

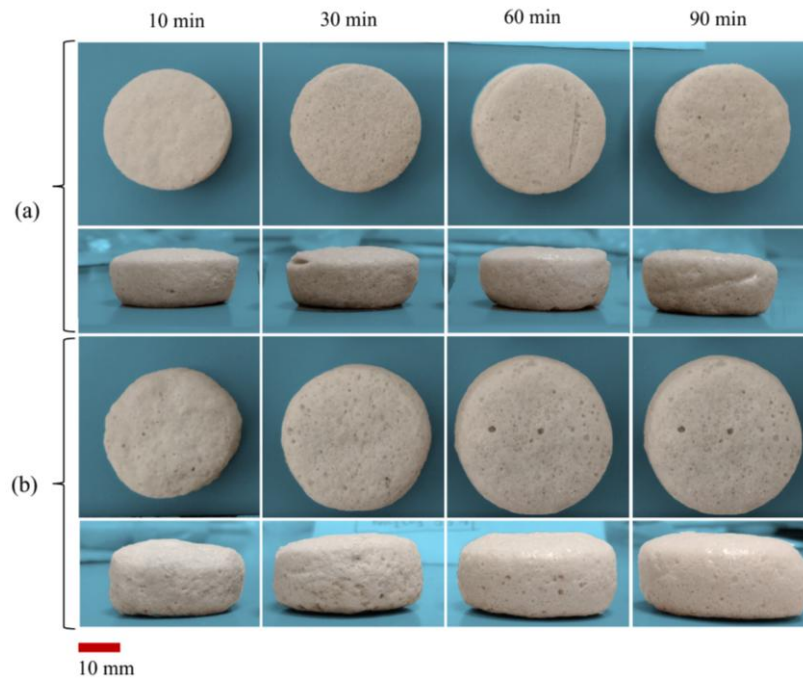


Figura 4.15. Evolución macroscópica de las muestras tratadas a 1100 °C para diferentes tiempos de mantenimiento (10, 30, 60 y 90 min): (a) $V_{C_1}_{1100}$, preparadas con 1.25 % en peso de AlN y 2.5 % en peso de Na_2CO_3 ; (b) $V_{C_2}_{1100}$, preparadas con 1.25 % en peso de AlN y 5 % en peso de Na_2CO_3 . En cada caso, la fila superior corresponde a la vista superior y la inferior a la vista lateral.

Con 2.5 % en peso de Na_2CO_3 , la porosidad total fue menor que la obtenida con 5 %, y se estableció un intervalo de estabilidad de la densidad entre 30 y 90 min, dentro del cual no se detectaron diferencias estadísticamente significativas (Tabla 4.8), con una porosidad total de 91 % y una densidad de $0.20 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Bajo estas condiciones, la fracción de porosidad cerrada disminuyó progresivamente con el tiempo de mantenimiento, desde 95 % a 10 min hasta 87 % a 90 min (Figura 4.16).

Tabla 4.8. Resultados de la prueba de Kruskal–Wallis para las muestras VcC_1_{1100} y VcC_2_{1100}

Tiempo de mantenimiento (min)	χ^2	Valor p	Conclusión 95 % de confianza
30-90 (VcC_1_{1100})	1.69	0.43	No se detectan diferencias estadísticamente significativas
30-90 (VcC_2_{1100})	5.96	0.51	No se detectan diferencias estadísticamente significativas

Nota. Nivel de significancia $\alpha = 0.05$.

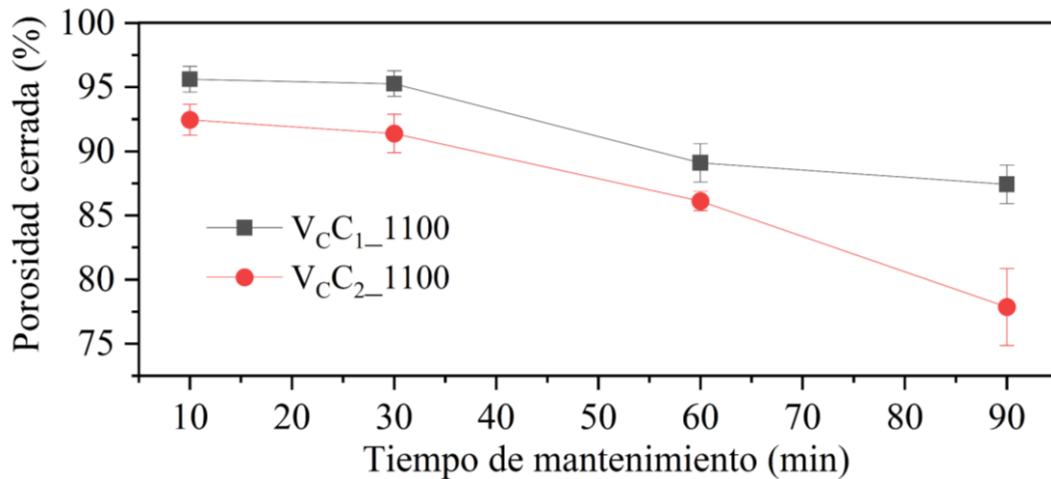


Figura 4.16. Variación de la porosidad cerrada en función del tiempo de mantenimiento (10–90 min) a 1100 °C para muestras con 1.25 % en peso de AlN y 2.5 % en peso de Na_2CO_3 (VcC_1_{1100}) o 5 % en peso de Na_2CO_3 (VcC_2_{1100}).

Con 5 % en peso de Na_2CO_3 , las máximas porosidades totales también se alcanzaron en el intervalo de 30 a 90 min, sin diferencias estadísticamente significativas (Tabla 4.8), con un ligero incremento adicional a 90 min, alcanzando 94 % y una densidad de $0.16 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. En este caso, la porosidad

cerrada mostró una disminución más pronunciada con el tiempo de mantenimiento, descendiendo de 93 % a 10 min hasta 78 % a 90 min (Figura 4.16).

La disminución de la fracción de porosidad cerrada con el incremento del tiempo de mantenimiento se atribuyó al adelgazamiento progresivo y a la eventual ruptura de las paredes vítreas que separaban burbujas adyacentes. A tiempos prolongados a alta temperatura, la menor viscosidad del vidrio favoreció el flujo viscoso y la coalescencia de burbujas, lo que facilitó la interconexión de poros previamente aislados. Como resultado, parte de la porosidad cerrada se transformó gradualmente en porosidad abierta [183].

La mayor porosidad total observada en presencia de Na_2CO_3 indicó que la disminución de la viscosidad de la fase vítrea favoreció una mayor expansión. Adicionalmente, la descomposición del fundente pudo contribuir al proceso expansivo mediante la generación de CO_2 [99].

4.2.4. Distribución de tamaño de poro y tamaño medio de poro

La distribución de tamaño de poro para las muestras VcB_4 preparadas con 1.25 % en peso de AlN y tratadas a 1100 °C durante 10, 30, 60 y 360 min se muestra en la Figura 4.17. Entre 10 y 60 min, el tamaño medio de poro se mantuvo dentro del intervalo de 61–68 μm . A 360 min se observó un incremento significativo en el tamaño medio de poro, alcanzando 136 μm y acompañado de una mayor dispersión en la distribución de tamaños. Este comportamiento coincidió con un aumento de la densidad aparente hasta $\approx 0.57 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. La combinación de un mayor tamaño de poro y una densidad más alta indicó la ocurrencia de coalescencia de burbujas y el colapso parcial de la estructura porosa a tiempos prolongados de mantenimiento.

Bajo estas condiciones, el adelgazamiento y la ruptura de las paredes intercelulares favorecieron la formación de poros de mayor tamaño y la pérdida parcial de gas desde el interior del sistema celular hacia el exterior. Al mismo tiempo, la ruptura de estas paredes promovió la interconexión de poros previamente aislados, contribuyendo a la reducción progresiva de la fracción de porosidad cerrada observada a tiempos prolongados. Este proceso también se asoció con el drenaje y la reorganización de la fase vítrea, lo que finalmente condujo a un incremento en la densidad aparente del material [181–183].

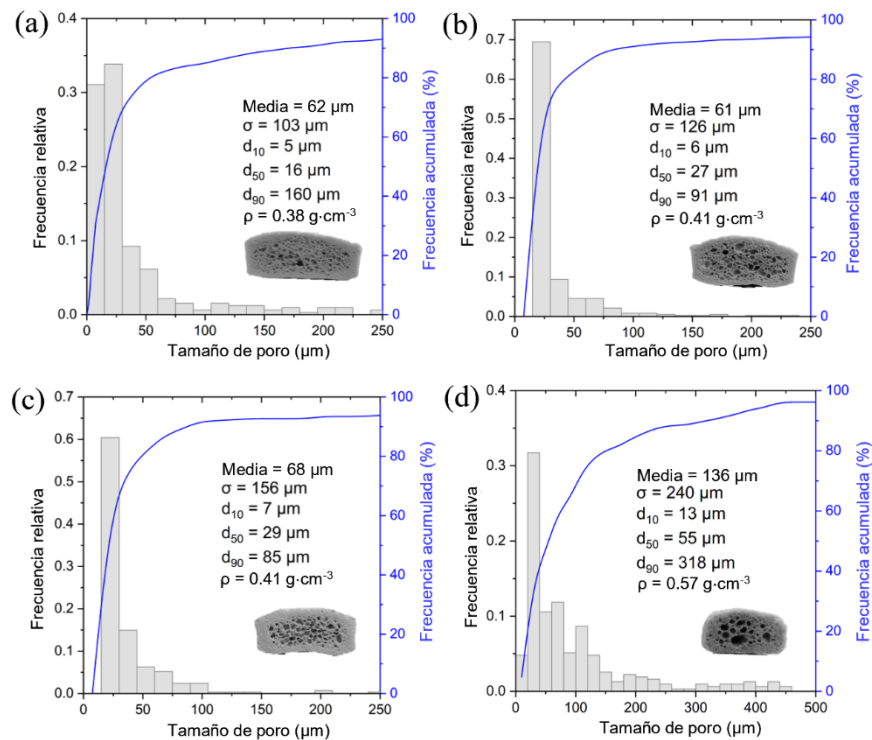


Figura 4.17. Distribuciones de tamaño de poro (diámetro equivalente) de las muestras VCB₄_1100 con 1.25 % en peso de AlN para diferentes tiempos de mantenimiento: (a) 10 min, (b) 30 min, (c) 60 min y (d) 360 min. Los parámetros estadísticos mostrados en cada panel corresponden al tamaño medio de poro, la desviación estándar (σ), los diámetros característicos (d_{10} , d_{50} y d_{90}) y la densidad aparente (ρ). Nótese que el eje de tamaño de poro en el panel (d) se muestra en una escala diferente para acomodar los mayores tamaños de poro obtenidos a tiempos prolongados de mantenimiento.

La distribución de tamaño de poro para las muestras V_cC₂ preparadas con 1.25 % en peso de AlN y 5 % en peso de Na₂CO₃, tratadas a 1100 °C durante 10, 30, 60 y 90 min, se presenta en la Figura 4.18. El tamaño medio de poro se mantuvo dentro de un intervalo relativamente estrecho (166–247 μm) a lo largo del periodo estudiado. Sin embargo, la dispersión de la distribución aumentó progresivamente con el tiempo de mantenimiento, particularmente a 60 y 90 min.

A 90 min, la densidad aparente mostró solo una ligera variación, no significativa, en comparación con 60 minutos. Por ello, aunque a tiempos prolongados se observó una mayor heterogeneidad en la distribución de tamaños, esto no se tradujo en cambios significativos en la densidad aparente del material dentro del intervalo evaluado.

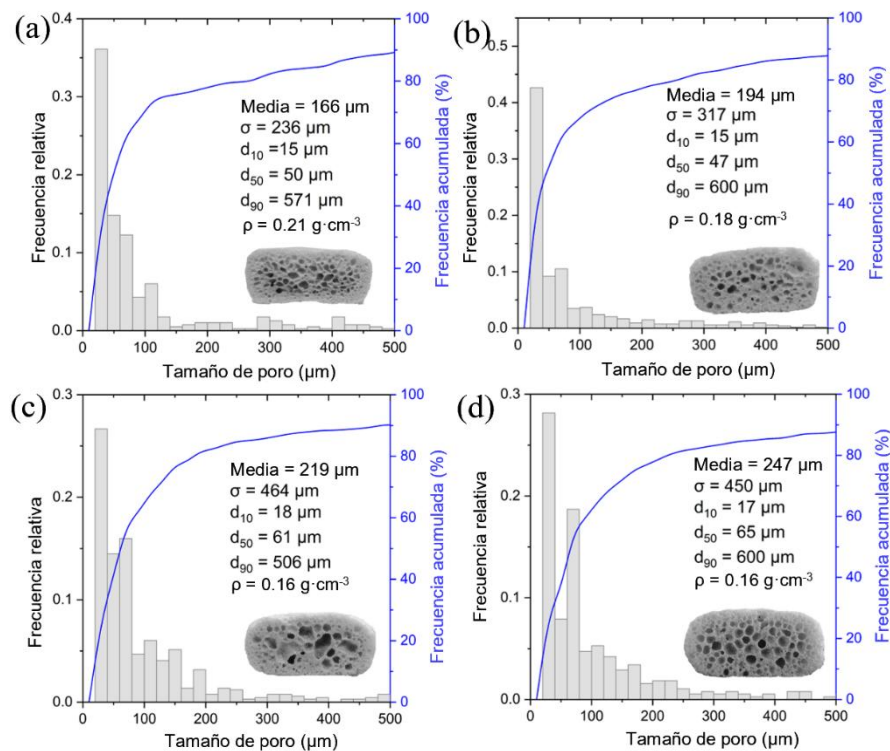


Figura 4.18. Distribuciones de tamaño de poro (diámetro equivalente) de las muestras V_cC₂_1100 con 1.25 % en peso de AlN y 5 % en peso de Na₂CO₃ para diferentes tiempos de mantenimiento: (a) 10 min, (b) 30 min, (c) 60 min y (d) 90 min. Los parámetros estadísticos mostrados en cada panel corresponden al tamaño medio de poro, la desviación estándar (σ), los diámetros característicos (d_{10} , d_{50} y d_{90}) y la densidad aparente (ρ).

4.2.5 Influencia del tamaño de muestra en la densidad aparente

El efecto del tamaño de muestra se evaluó para las formulaciones que previamente alcanzaron la menor densidad aparente en cada sistema ($V_{cB_4_1100_10}$ y $V_{cC_2_1100_90}$). Para la formulación $V_{cB_4_1100_10}$, se observó una disminución de la densidad aparente al incrementar el tamaño de muestra de C a G. Las muestras de tamaño C presentaron una densidad promedio de $0.38 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, mientras que las de tamaño G alcanzaron una densidad de $0.30 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, correspondiente a una porosidad total de 88 %, de la cual más del 99 % correspondió a porosidad cerrada.

El análisis de la sección transversal permitió distinguir dos regiones claramente diferenciadas (Figura 4.19a): una región exterior (RE) y una región interna (RI), correspondiente al núcleo celular. La contribución relativa de la región exterior varió con el tamaño de muestra, superando el 30 % del área transversal en las muestras C y sin exceder el 12 % en las muestras G. Después de la regularización geométrica de las muestras G y la eliminación de la región exterior (RE), la densidad promedio disminuyó hasta $\approx 0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, mientras que la porosidad total alcanzó aproximadamente 91 %, de la cual el 92 % correspondió a porosidad cerrada. Este resultado confirmó el carácter más denso de la región exterior eliminada.

También se observaron diferencias significativas en el tamaño medio de poro entre las muestras C ($62 \text{ }\mu\text{m}$) (Figura 4.17a) y G ($165 \text{ }\mu\text{m}$) (Figura 4.20a). Sin embargo, la variación en densidad se asoció principalmente con la diferente contribución geométrica de las dos regiones identificadas en la sección transversal. En particular, la mayor proporción de la región exterior (RE), de mayor densidad, en las muestras C contribuyó de forma más marcada a la diferencia de densidad aparente observada entre ambos tamaños de muestra.

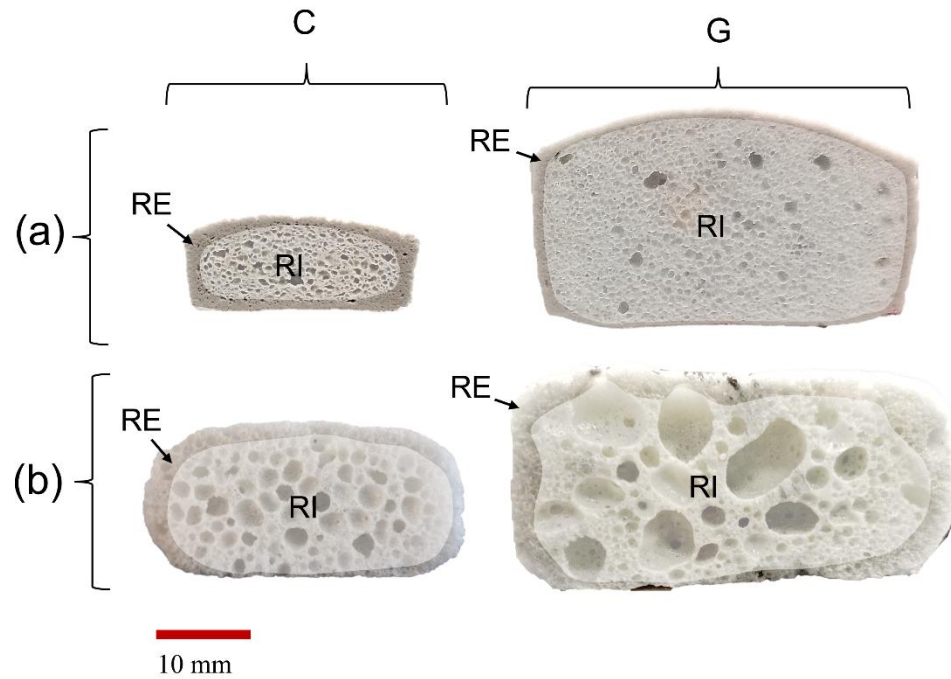


Figura 4.19. Secciones transversales representativas de muestras tratadas a 1100 °C: (a) 1.25 % en peso de AIN con un tiempo de mantenimiento de 10 min; (b) 1.25 % en peso de AIN + 5 % en peso de Na₂CO₃ con un tiempo de mantenimiento de 90 min. C y G corresponden a los diferentes tamaños de muestra evaluados. Se distinguieron dos regiones: la región exterior (RE), correspondiente a la corteza superficial, y la región interna (RI), correspondiente al núcleo celular, caracterizado por tamaños aparentes de poro mayores en comparación con la región exterior.

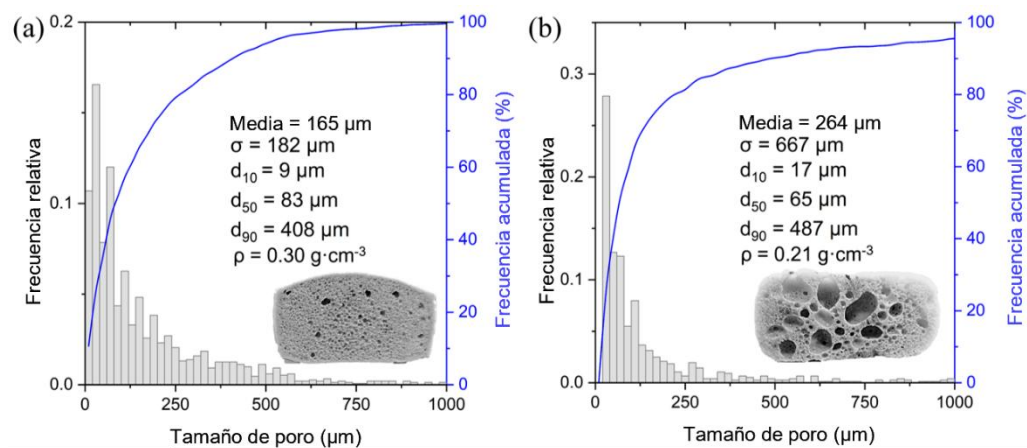


Figura 4.20. Distribuciones de tamaño de poro (diámetro equivalente) de muestras de tamaño G bajo las condiciones que condujeron a la menor densidad aparente en cada sistema: (a) VGB₄_1100_10 y (b) VGc₂_1100_90. Los parámetros estadísticos mostrados en cada panel corresponden al tamaño medio de poro, la desviación estándar (σ), los diámetros característicos (d_{10} , d_{50} y d_{90}) y la densidad aparente (ρ).

En las muestras con 1.25 % en peso de AlN y 5 % en peso de Na₂CO₃, la menor densidad aparente se alcanzó para la formulación V_CC₂_1100_90. Bajo estas condiciones, la influencia del tamaño de muestra también se reflejó en la densidad aparente, aumentando de 0.16 g·cm⁻³ para las muestras C hasta 0.21 g·cm⁻³ para las muestras G.

Después de la regularización geométrica, la densidad promedio de la región interna (RI) (Figura 4.19b) no mostró variaciones significativas con respecto a la densidad registrada antes de la eliminación de la región exterior (RE), lo que indicó que la contribución de la región superficial fue menos decisiva en este sistema. Sin embargo, la dispersión del tamaño de poro presentó cambios significativos al pasar de C a G, aumentando de 450 μm (Figura 4.18d) a 667 μm (Figura 4.20b).

Por ello, a diferencia de las muestras V_CB₄_1100_10, la variación de densidad observada entre los tamaños C y G no estuvo dominada por la contribución geométrica de la región exterior, sino que ocurrió simultáneamente con un incremento marcado en el tamaño característico de poro. En las muestras de mayor tamaño (G), se observaron poros significativamente mayores, lo que sugirió que el crecimiento y la coalescencia de burbujas ocurrieron con mayor facilidad en volúmenes más grandes de material viscoso, modificando simultáneamente la densidad aparente.

La incorporación de Na₂O en la red vítrea redujo la viscosidad de la fase vítrea y disminuyó la tensión superficial, lo que favoreció la movilidad de las paredes vítreas durante el espumado y la estabilización de las burbujas [100,170,171,213]. Bajo estas condiciones, el crecimiento y la coalescencia de poros se facilitaron, lo que se reflejó en el incremento del tamaño característico de poro en las muestras con fundente.

4.2.6 Efecto de la presión de compactación en muestras de diferente tamaño

La evaluación de la presión de compactación y del tamaño de muestra se realizó sobre las formulaciones que previamente habían presentado la menor densidad aparente en cada sistema ($V_{CB_4_1100_10}$, $V_{GB_4_1100_10}$, $V_{CC_2_1100_90}$ y $V_{GC_2_1100_90}$) y se analizaron para muestras de tamaño C y G. La reducción de la presión de consolidación de 240 MPa a 20 MPa no produjo cambios significativos en la densidad del material después del tratamiento térmico.

Para las muestras consolidadas a 20 MPa, las condiciones $V_{CB_4_1100_10}$ y $V_{GB_4_1100_10}$ presentaron densidades promedio de $0.38 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ y $0.30 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, respectivamente. A su vez, las muestras $V_{CC_2_1100_90}$ y $V_{GC_2_1100_90}$ mostraron densidades promedio de $0.16 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ y $0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, respectivamente. Cuando estos valores se compararon con los obtenidos a 240 MPa, no se observaron diferencias de densidad para una misma formulación y tamaño de muestra.

4.2.7 Difracción de rayos X de las muestras tratadas térmicamente

La Figura 4.21 muestra los difractogramas de rayos X correspondientes a las muestras preparadas bajo las condiciones óptimas que produjeron las menores densidades aparentes: $V_{CB_4_1100_10}$ y $V_{CC_2_1100_90}$. En ambos casos, los patrones de difracción estuvieron dominados por un halo amorfo amplio, característico de una matriz vítrea, lo que indicó que el material permaneció predominantemente amorfo después del tratamiento térmico. No obstante, se observaron señales débiles superpuestas al fondo amorfo, lo que evidenció la presencia de una fracción cristalina minoritaria.

Las señales de difracción fueron más definidas en las muestras $V_{CC_2_1100_90}$, mientras que en las muestras $V_{CB_4_1100_10}$ estas resultaron

muy débiles, lo que sugirió una cristalinidad aún más limitada. Considerando la adición de AlN como agente espumante y Na_2CO_3 como fundente, las señales observadas pudieron asociarse con la formación de fases ricas en Al–O y/o fases aluminosilicatadas generadas durante la oxidación del AlN. En particular, algunas reflexiones parecieron ser consistentes con corindón (Al_2O_3); sin embargo, debido a la baja intensidad de los picos y al carácter predominantemente amorfo del material, no fue posible establecer una identificación definitiva de fases.

La obsidiana empleada contiene hierro disuelto, el cual se redujo durante el tratamiento térmico y participó en el proceso redox responsable de la liberación de N_2 [14]. Por ello, no se descartó la formación de óxidos de hierro y/o fases mixtas Fe–Al–O en fracciones minoritarias; sin embargo, la identificación inequívoca de estas fases mediante DRX estuvo limitada por la naturaleza predominantemente amorfa del material.

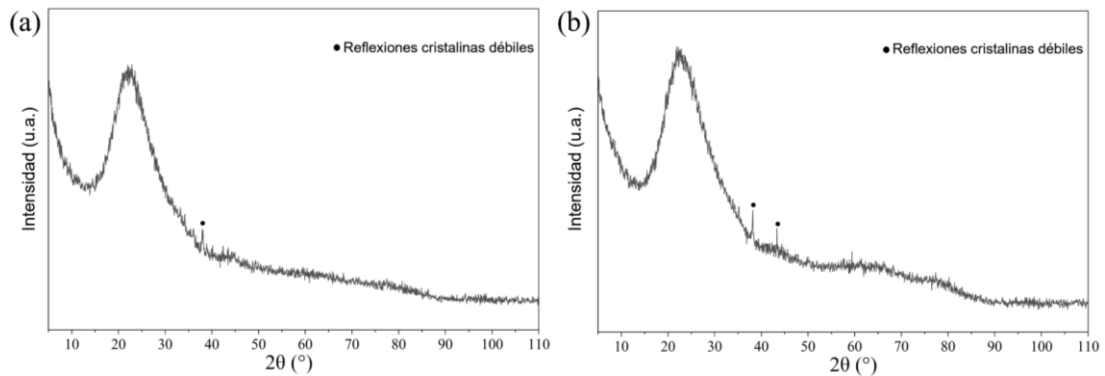


Figura 4.21. Patrones de difracción de rayos X de las muestras (a) VcB₄_1100_10 y (b) VcC₂_1100_90. En ambos casos, los patrones estuvieron dominados por un halo amorfo amplio característico de una matriz vítrea, con reflexiones cristalinas débiles superpuestas al fondo amorfo.

4.2.8 Distribución elemental determinada por MEB–EDS

Para las muestras VcB₄_1100_10, el análisis composicional por EDS indicó una composición aproximada de SiO₂ (71.45 % en peso), Al₂O₃ (14.35 % en peso), Na₂O (6.40 % en peso), K₂O (5.20 % en peso) y Fe₂O₃ (2.60 % en peso). Para las muestras VcC₂_1100_90, la composición estimada fue SiO₂ (70.12 % en peso), Al₂O₃ (13.56 % en peso), Na₂O (9.70 % en peso), K₂O (4.29 % en peso) y Fe₂O₃ (2.34 % en peso).

En ambos sistemas, los mapas EDS mostraron una distribución homogénea de Al, Si, Na, K y Fe en la matriz vítrea, sin evidencia de segregación elemental (Figuras 4.22 y 4.23). La ausencia de segregación elemental detectable por MEB–EDS, junto con la presencia de reflexiones débiles superpuestas a un halo amorfo, indicó que, en caso de existir fases cristalinas, estas se encontraron en fracciones muy bajas o finamente dispersas dentro de la matriz vítrea.

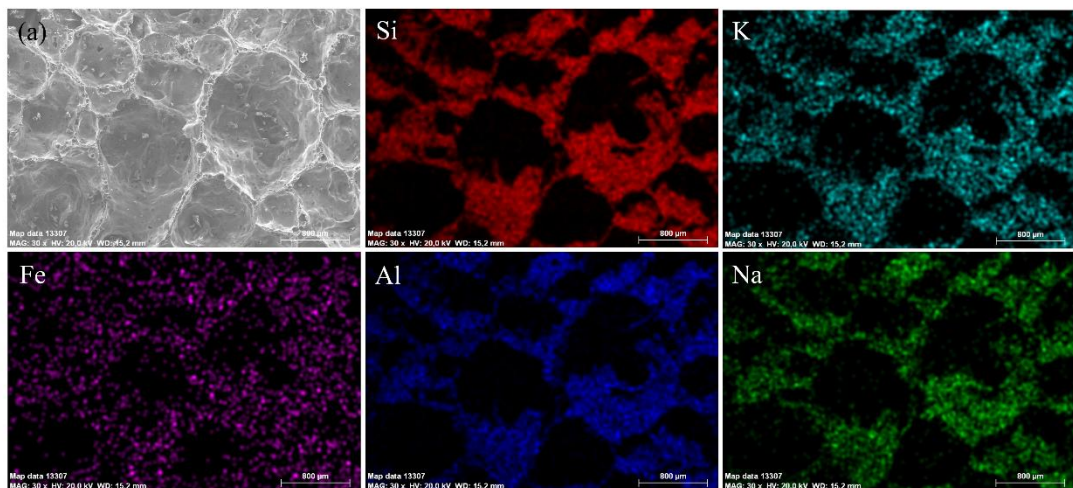


Figura 4.22. Micrografía obtenida por MEB y mapas de distribución elemental obtenidos por MEB–EDS de la muestra VcB₄_1100_10. (a) Micrografía MEB y mapas de distribución elemental de Si, K, Fe, Al y Na obtenidos a partir de la misma región analizada.

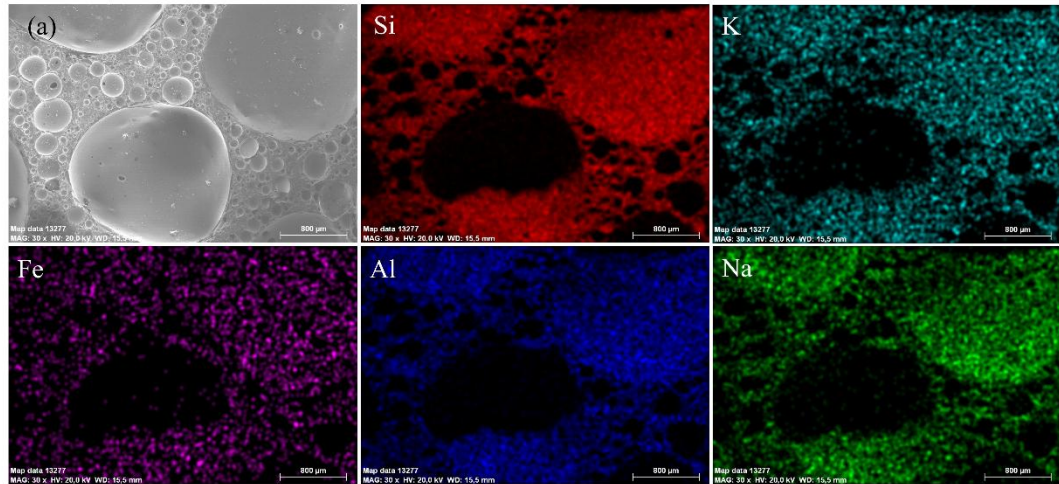


Figura 4.23. Micrografía obtenida por MEB y mapas de distribución elemental obtenidos por MEB–EDS de la muestra $V_G C_2_{1100_90}$. (a) Micrografía MEB y mapas de distribución elemental de Si, K, Fe, Al y Na obtenidos a partir de la misma región analizada.

4.2.9 Conductividad térmica

La conductividad térmica se evaluó en muestras de tamaño G correspondientes a $V_G B_4_{1100_10}$ y $V_G C_2_{1100_90}$, condiciones bajo las cuales se alcanzaron las menores densidades en cada serie de muestras. Las mediciones se realizaron después de la regularización geométrica necesaria para llevar a cabo el análisis, considerando exclusivamente la región interna (RI) del material. En la Figura 4.24 se muestra el aspecto de las muestras representativas después de la regularización geométrica: (a) $V_G C_2_{1100_90}$, correspondiente al sistema con fundente, y (b) $V_G B_4_{1100_10}$, correspondiente al sistema sin fundente.



Figura 4.24. Aspecto macroscópico de las muestras de tamaño G empleadas para la evaluación de la conductividad térmica después de la regularización geométrica: (a) $V_G C_2_{1100_90}$, ubicada a la izquierda, y (b) $V_G B_4_{1100_10}$, ubicada a la derecha. En ambos casos, la medición se realizó considerando exclusivamente la región interna (RI) del material.

Para $V_G B_4_{1100_10}$, se obtuvo un valor medio de $0.059 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, mientras que $V_G C_2_{1100_90}$ presentó un valor medio de $0.066 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Ambos sistemas mostraron conductividades térmicas similares y densidades aparentes también semejantes ($\approx 0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$). Aunque $V_G C_2_{1100_90}$ presentó un tamaño medio de poro considerablemente mayor ($264 \mu\text{m}$) en comparación con $V_G B_4_{1100_10}$ ($165 \mu\text{m}$), esta diferencia microestructural no produjo una variación apreciable en la conductividad térmica.

Esto indicó que la conductividad térmica estuvo dominada por la fracción volumétrica total de porosidad más que por el tamaño característico de poro, lo cual fue consistente con lo descrito en [101]. Los valores de conductividad térmica obtenidos fueron muy cercanos a los establecidos para vidrio celular grado 24 empleado como aislante térmico, de acuerdo con ASTM C552 [214].

4.2.10 Resistencia a compresión

La resistencia a compresión se evaluó al 10 % de deformación ingenieril, de acuerdo con el criterio indicado en [155]. Los ensayos se realizaron sobre muestras regularizadas con una densidad promedio de $0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Las muestras $V_GB_4_1100_10$ presentaron una resistencia promedio de $1.24 \pm 0.06 \text{ MPa}$ (Figura 4.25). Por otro lado, las muestras $V_GC_2_1100_90$ exhibieron una resistencia significativamente menor, con un valor promedio de $0.29 \pm 0.07 \text{ MPa}$, además de una mayor dispersión en la respuesta mecánica (Figura 4.26).

Aunque ambos materiales se evaluaron a densidades similares, la diferencia en resistencia se correlacionó con el tamaño característico de poro. Las muestras $V_GB_4_1100_10$, sin fundente, presentaron un diámetro medio de poro de $165 \text{ }\mu\text{m}$, mientras que en las muestras $V_GC_2_1100_90$, con fundente, el tamaño medio alcanzó $264 \text{ }\mu\text{m}$. Además, la dispersión del tamaño de poro fue significativamente mayor en $V_GC_2_1100_90$ ($667 \text{ }\mu\text{m}$) en comparación con $V_GB_4_1100_10$ ($182 \text{ }\mu\text{m}$).

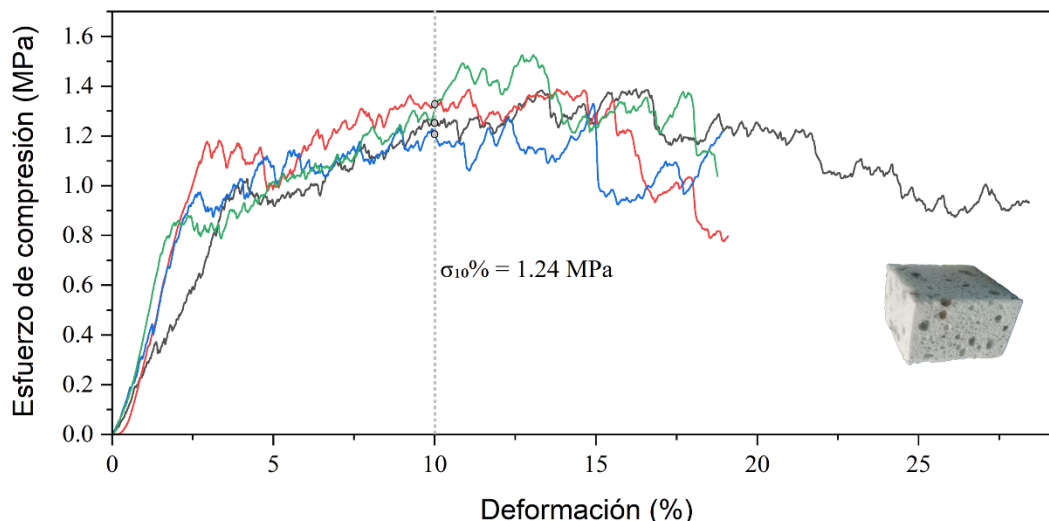


Figura 4.25. Curvas de esfuerzo–deformación a compresión de cuatro probetas independientes $V_GB_4_1100_10$ ($\rho \approx 0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$). El esfuerzo a compresión al 10 % de deformación ($\sigma_{10\%}$) se utilizó como criterio de comparación y presentó un valor de $1.24 \pm 0.06 \text{ MPa}$ ($n = 4$). La imagen insertada corresponde a una probeta representativa empleada en el ensayo.

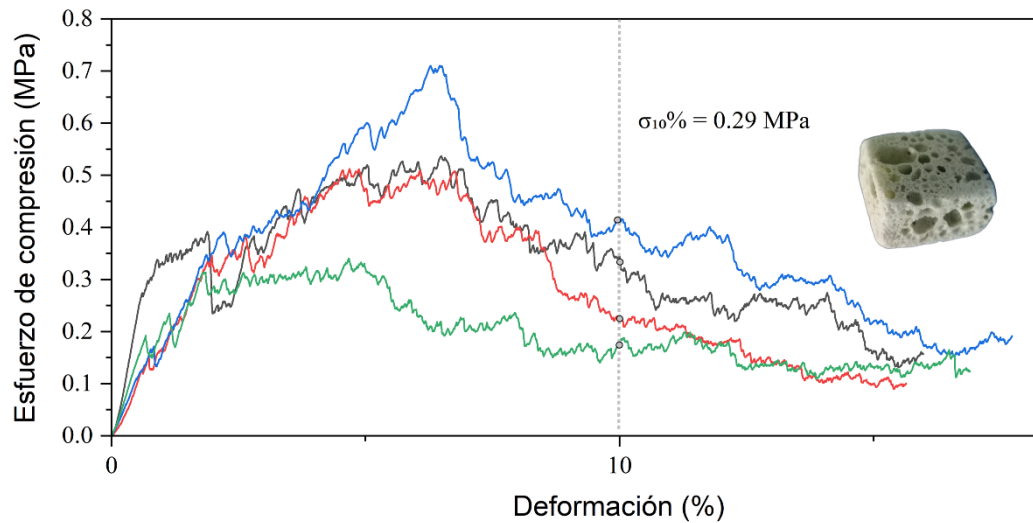


Figura 4.26. Curvas de esfuerzo–deformación a compresión de cuatro probetas independientes $V_G C_2_{1100_90}$ ($\rho \approx 0.21 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$). El esfuerzo al 10 % de deformación ($\sigma_{10\%}$) presentó un valor de $0.29 \pm 0.07 \text{ MPa}$ ($n = 4$). La imagen insertada corresponde a una probeta representativa empleada en el ensayo.

Estos resultados indicaron que la resistencia mecánica estuvo fuertemente influenciada por la escala microestructural y no únicamente por la fracción total de porosidad. A igual densidad, el incremento en el tamaño celular hace que la carga se transmita a través de un menor número de paredes portantes y favorece una mayor concentración local de esfuerzos, lo que disminuye la capacidad portante del material [215,216].

Considerando sus propiedades mecánicas y térmicas, la formulación $V_G B_4_{1100_10}$ pudo situarse dentro del intervalo de desempeño correspondiente a los grados 16 y 24 de vidrio celular, de acuerdo con ASTM C552 [214].

Conclusiones parciales

Se demostró que los polvos derivados de las obsidianas V y VP pueden emplearse para la obtención de espumas vítreas altamente porosas (> 90 %) mediante tratamientos térmicos controlados utilizando AlN como agente espumante, siendo 1100 °C la temperatura óptima para el desarrollo de la expansión. Las espumas obtenidas conservaron una matriz predominantemente amorfa, con una distribución homogénea de los elementos químicos en la fase vítrea.

La incorporación de Na₂CO₃ como fundente, junto con AlN, modificó la microestructura al incrementar el tamaño característico de poro y reducir la fracción de porosidad cerrada, la cual disminuyó de aproximadamente 99 % en las muestras con solo AlN a cerca de 90 % en aquellas con AlN–Na₂CO₃.

En ambas formulaciones fue posible alcanzar densidades aparentes mínimas similares mediante el control de la temperatura máxima, el tiempo de mantenimiento y el tamaño de muestra. No obstante, la presencia del fundente promovió la formación de poros de mayor tamaño, lo que se reflejó en una disminución de la resistencia mecánica. Asimismo, la reducción de la presión de compactación no produjo cambios apreciables en la respuesta expansiva del material.

La conductividad térmica no presentó diferencias significativas entre muestras con densidades aparentes similares, aun cuando mostraron diferentes tamaños de poro, lo que indicó que esta propiedad estuvo controlada principalmente por la fracción volumétrica total de porosidad.

Contenidos bajos de AlN (0.5 % en peso) fueron suficientes para inducir una expansión comparable a la obtenida con 1.25 % en peso. Sin embargo, el uso de 1.25 % en peso favoreció un desarrollo más temprano de la

porosidad y una ventana de estabilidad más amplia de la estructura celular. Por otro lado, contenidos elevados de AlN ($> 2.5\%$ en peso) condujeron a una disminución de la porosidad total, lo que indicó un intervalo óptimo de agente espumante para maximizar la expansión.

Los resultados sugieren que la metodología desarrollada podría extenderse a otras obsidianas con composiciones similares en sus óxidos mayoritarios, incluso cuando no procedan del Cerro de las Navajas, siempre que sus composiciones se mantengan dentro de intervalos similares.

Por otro lado, la cianamida cálcica no mostró una respuesta espumante efectiva en el intervalo de $1000\text{--}1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, por lo que no resultó adecuada para la producción de espumas vítreas de obsidiana bajo las condiciones evaluadas. No obstante, su posible aplicación bajo otras condiciones de temperatura o en combinación con aditivos fundentes constituye una línea de estudio que podría explorarse en trabajos futuros.

La combinación de baja conductividad térmica, elevada fracción de porosidad cerrada y propiedades mecánicas adecuadas indicó que estas espumas vítreas de obsidiana constituyen materiales prometedores para aplicaciones de aislamiento térmico y acústico. Asimismo, su naturaleza inerte, resistencia al deterioro biológico, ausencia de combustibilidad y elevada temperatura de reblandecimiento, inherentes a su naturaleza vítrea, amplían su potencial de aplicación en entornos de alta exigencia térmica. Todo ello representa una ruta viable para la valorización de residuos de obsidiana en el desarrollo de materiales aislantes sostenibles.

Capítulo

5

Desarrollo de piezas de obsidiana reconstituida

En este capítulo se estudia la fabricación de piezas de obsidiana reconstituida a partir de residuos pulverizados, mediante molienda mecánica, conformado en verde y densificación térmica. Se busca determinar su potencial para aplicaciones estéticas, como elementos decorativos, joyería y objetos funcionales.



Introducción

En el capítulo 3 se demostró que la reducción de la obsidiana a polvo modifica de manera significativa su respuesta frente a los tratamientos térmicos, suprimiendo la capacidad natural de expansión observada en la roca. Mientras que en el capítulo 4 se añadían aditivos expansionantes para obtener estructuras altamente porosas, en el presente capítulo se plantea una estrategia orientada a aprovechar la ausencia de expansión del polvo de obsidiana como una ventaja para la fabricación de piezas densificadas mediante sinterización por flujo viscoso [109], sin el empleo de aditivos químicos adicionales.

Bajo este enfoque, se desarrolló una ruta de procesamiento basada en molienda mecánica, conformado en verde y posterior densificación por tratamiento térmico. El propósito fue obtener piezas de obsidiana reconstituida con formas predeterminadas desde la etapa de conformado, conservadas tras la consolidación térmica sin requerir procesamiento posterior, mediante una ruta de fabricación optimizada y que permite variaciones en el acabado final. Esta estrategia permite transformar residuos de obsidiana en objetos con potencial para aplicaciones estéticas y funcionales. Particularmente, se consideró el aprovechamiento de los residuos generados durante la talla y el desbaste de la roca, los cuales habitualmente no son reutilizados debido al pequeño tamaño de las fracciones producidas.

Un aspecto central de este estudio consistió en evaluar el efecto del tamaño de partícula inicial sobre las propiedades finales del material consolidado. Para ello, se generaron diferentes fracciones granulométricas mediante molienda, analizando su influencia sobre la densificación, la conservación del relieve, la evolución de la porosidad superficial y la coloración final de las piezas.

Con base en lo anterior, el objetivo del capítulo fue desarrollar y evaluar una ruta para la fabricación de piezas de obsidiana a partir de polvo, mediante procesamiento físico y densificación térmica, relacionando la temperatura, el tiempo de mantenimiento y el tamaño de partícula con la evolución estructural y microestructural, así como con las propiedades estéticas finales del material.

5.1 Materiales y métodos

5.1.1 Selección del material de partida y obtención de polvos

Los polvos se obtuvieron a partir de la obsidiana identificada en el capítulo 3 como VP. Esta variedad se seleccionó por presentar el menor valor comercial. Su empleo respondió a una estrategia de aprovechamiento de material residual, ya que la presencia de impurezas en la matriz provoca que con frecuencia sea descartada desde las etapas iniciales de extracción. Durante la obtención de obsidiana verde (V) libre de impurezas visibles, esta variedad se genera de manera simultánea como subproducto de la excavación.

Las pruebas preliminares mostraron que las variedades VP y V presentan un comportamiento análogo durante la molienda, el conformado y el tratamiento térmico. Asimismo, la similitud fisicoquímica identificada en el Capítulo 3 justificó que el estudio sistemático se realizara únicamente con la obsidiana VP, por su mayor pertinencia desde la perspectiva del aprovechamiento y la valorización del material residual. Con base en estas observaciones, los resultados obtenidos para VP pueden considerarse extensibles a la variedad V.

Para la preparación de los polvos se utilizaron fragmentos de obsidiana obtenidos por fractura de la roca con martillo metálico. Posteriormente, el material se sometió a molienda en el molino planetario RETSCH PM100, descrito en el Capítulo 4, Sección 4.1.1. Las condiciones empleadas para obtener los diferentes tamaños de partícula se resumen en la Tabla 5.1. En

las moliendas en seco se procesaron 150 g por lote, mientras que la molienda húmeda se realizó en dos tandas consecutivas de 75 g, manteniendo constante la carga de bolas en cada molienda. La relación bolas/polvo fue de 2:1 cuando se consideró únicamente la masa de obsidiana; sin embargo, la relación con la masa total de la suspensión polvo-etanol se mantuvo 1:1. El cribado posterior se llevó a cabo para controlar el límite superior del tamaño de partícula.

Tabla 5.1. Condiciones de molienda empleadas para la obtención de las diferentes fracciones granulométricas

Código	Medio de molienda	Tiempo (min)	Velocidad (rpm)	Relación bolas/polvo	Cribado posterior
M	Seco	3	150	1:1	400 μm
2M	Seco	2	400	1:1	200 μm
20M	Seco	20	400	1:1	200 μm
40M	Seco	40	400	1:1	200 μm
ET	Húmedo (Etanol 1:1 en masa)	40	400	2:1	Sedimentación gravitacional (1:10, 30 s, recuperación del sobrenadante)

Nota. ET corresponde a la fracción obtenida por molienda húmeda en etanol, seguida de una etapa de sedimentación gravitacional a partir de una dilución 1:10 durante 30 s, recuperando el sobrenadante y eliminando la fracción más gruesa.

Para la fracción obtenida por molienda húmeda, la suspensión se diluyó adicionalmente con etanol hasta una relación 1:10 y se dejó en reposo durante 30 s para favorecer la sedimentación de las partículas de mayor tamaño. Posteriormente, se recuperó la fracción suspendida (sobrenadante) mediante vaciado cuidadoso, descartando la fracción sedimentada más gruesa. Para la eliminación del etanol se calentó la suspensión a 70 °C en un horno de secado por convección hasta lograr su completa evaporación.

5.1.2 Determinación del tamaño de partícula del polvo de partida

La distribución de tamaño de partícula de los polvos de partida se determinó mediante difracción láser, utilizando un analizador de difracción láser Malvern Panalytical. Las mediciones se realizaron en vía húmeda, dispersando las muestras en agua destilada. Previamente al análisis, las suspensiones se sometieron a un baño ultrasónico durante 2 min, con el fin de favorecer la desaglomeración de las partículas y asegurar una dispersión adecuada.

Para cada tipo de polvo se realizaron tres mediciones independientes, registrándose el valor promedio. A partir de estas distribuciones se tomaron como referencia los parámetros granulométricos característicos de cada polvo, los cuales se emplearon para analizar su influencia sobre la densificación, la conservación del relieve, la evolución microestructural y la coloración final de las piezas.

5.1.3 Preparación del aglomerante y conformado de muestras

Con el fin de proporcionar cohesión temporal a los polvos durante la etapa de conformado, se preparó un aglomerante orgánico temporal a partir de almidón de maíz comercial de grado alimentario y agua. Su elección respondió al bajo costo, la fácil disponibilidad, la baja toxicidad y el reducido impacto ambiental de sus componentes, así como a su descomposición durante el tratamiento térmico sin dejar residuos sólidos que alteraran la composición final de la obsidiana reconstituida [217,218]. La preparación del aglomerante se realizó en dos etapas. Inicialmente, el almidón se dispersó en agua destilada a temperatura ambiente con una relación en masa de una parte de almidón por tres partes de agua para evitar la formación de grumos. Posteriormente, esta dispersión se añadió a agua previamente calentada a 80 °C, manteniendo agitación continua hasta obtener una mezcla homogénea.

Se evaluaron diferentes relaciones finales almidón/agua destilada en peso (1:8, 1:16 y 1:32) con el propósito de identificar la condición más adecuada para el moldeo. Para esta experimentación se empleó el polvo 20M como material de partida en una relación aglomerante/polvo de 1:1 en masa. Las relaciones 1:16 y 1:32 permitieron obtener mezclas con fluidez adecuada durante el llenado del molde y con suficiente integridad después del secado y el desmoldeo. Entre ambas, se seleccionó la relación 1:32 por requerir una menor cantidad de almidón sin afectar la estabilidad de la pieza en verde. La relación 1:8 se descartó debido a su elevada viscosidad, ya que dificultaba el ajuste posterior de la proporción aglomerante/polvo necesario para obtener mezclas con la fluidez requerida (Figura 5.1).



Figura 5.1. Pieza obtenida a partir de polvo de obsidiana y aglomerante con relación almidón/agua 1:8. La alta viscosidad de la mezcla favoreció la retención de burbujas y dificultó la reproducción de los detalles más finos del molde.

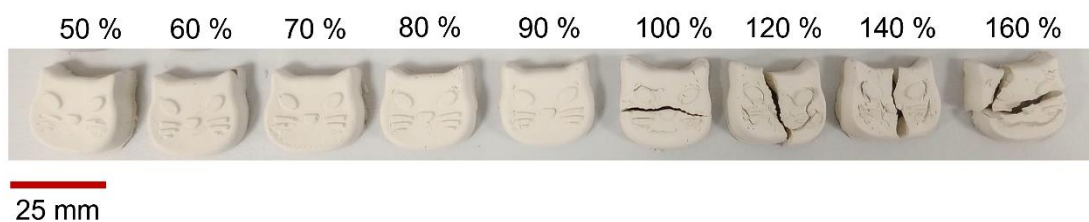
Una vez seleccionada la relación almidón/agua 1:32, se evaluó la cantidad de este aglomerante incorporada al polvo de obsidiana. Para ello, se prepararon mezclas con contenidos de aglomerante equivalentes a 50, 60, 70, 80, 90, 100, 120, 140 y 160 % respecto a la masa del polvo, con el propósito de determinar la proporción más adecuada para obtener piezas con estabilidad geométrica después del secado y del tratamiento térmico. Los contenidos inferiores a 50 % se descartaron, ya que no proporcionaban suficiente fluidez ni trabajabilidad para lograr un mezclado homogéneo y un llenado adecuado del molde. Se utilizó un molde flexible con geometría de cara de gato (Figura 5.2), cuyos relieves y detalles superficiales permitieron valorar la fidelidad geométrica de las piezas obtenidas.



10 mm

Figura 5.2. Moldes flexibles con geometría de cara de gato utilizados para evaluar la fidelidad geométrica del proceso de conformado, mediante la reproducción de relieves y detalles superficiales.

Se observó que las formulaciones comprendidas entre 50 y 100 % permitieron obtener piezas con buen comportamiento durante el moldeo y adecuada integridad posterior. En cambio, contenidos superiores a 100 % provocaron una contracción excesiva, generando rotura de las piezas (Figura 5.3). A partir de en estos resultados, se seleccionó la formulación con 50 %, ya que permitió una adecuada trabajabilidad durante el conformado utilizando la menor cantidad de suspensión posible dentro del intervalo útil. Dado que la mayor fracción de esta suspensión corresponde a agua, esta condición también reduce la cantidad de líquido incorporado al polvo, lo que favorece una menor retracción durante el secado y disminuye el riesgo de deformación o fractura de las piezas, al mismo tiempo que se disminuye el tiempo de secado.



25 mm

Figura 5.3. Efecto del contenido en masa del aglomerante 1:32, referido a la masa de polvo de obsidiana, sobre la integridad de las piezas conformadas en verde. Al incrementar el contenido de aglomerante por encima de 100 % se observa la aparición progresiva de grietas y, posteriormente, fractura.

Con la formulación seleccionada (50 % de suspensión aglomerante 1:32 respecto al polvo), se prepararon tres muestras por triplicado correspondientes a cada fracción granulométrica. Para la preparación de cada

pieza, el polvo de obsidiana se colocó en un vaso de precipitados, incorporando posteriormente la cantidad correspondiente de aglomerante. La mezcla se homogenizó manualmente durante 2 min con ayuda de una espátula, hasta obtener una pasta uniforme.

Posteriormente, la mezcla se vertió dentro del molde y se realizó una punción cuidadosa con un alambre fino para favorecer la liberación de burbujas atrapadas. Finalmente, el molde se enrasó completamente. El proceso descrito se muestra en la Figura 5.4.

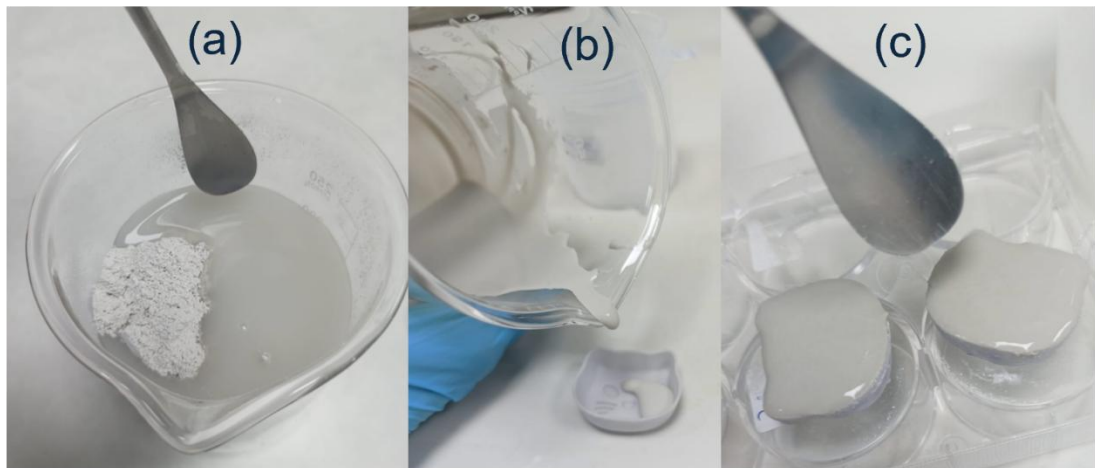


Figura 5.4. Fabricación de las muestras en verde: (a) mezclado del aglomerante con el polvo de obsidiana; (b) vertido de la suspensión en el molde; (c) enrase final del molde.

Las muestras se dejaron secar a temperatura ambiente durante 72 h, con el fin de favorecer la eliminación gradual del agua incorporada por el aglomerante y evitar tensiones asociadas a un secado demasiado rápido. Una vez transcurrido este tiempo, se procedió al desmoldeo, obteniéndose las piezas en verde por triplicado para cada granulometría y condición de tratamiento térmico (Figura 5.5).

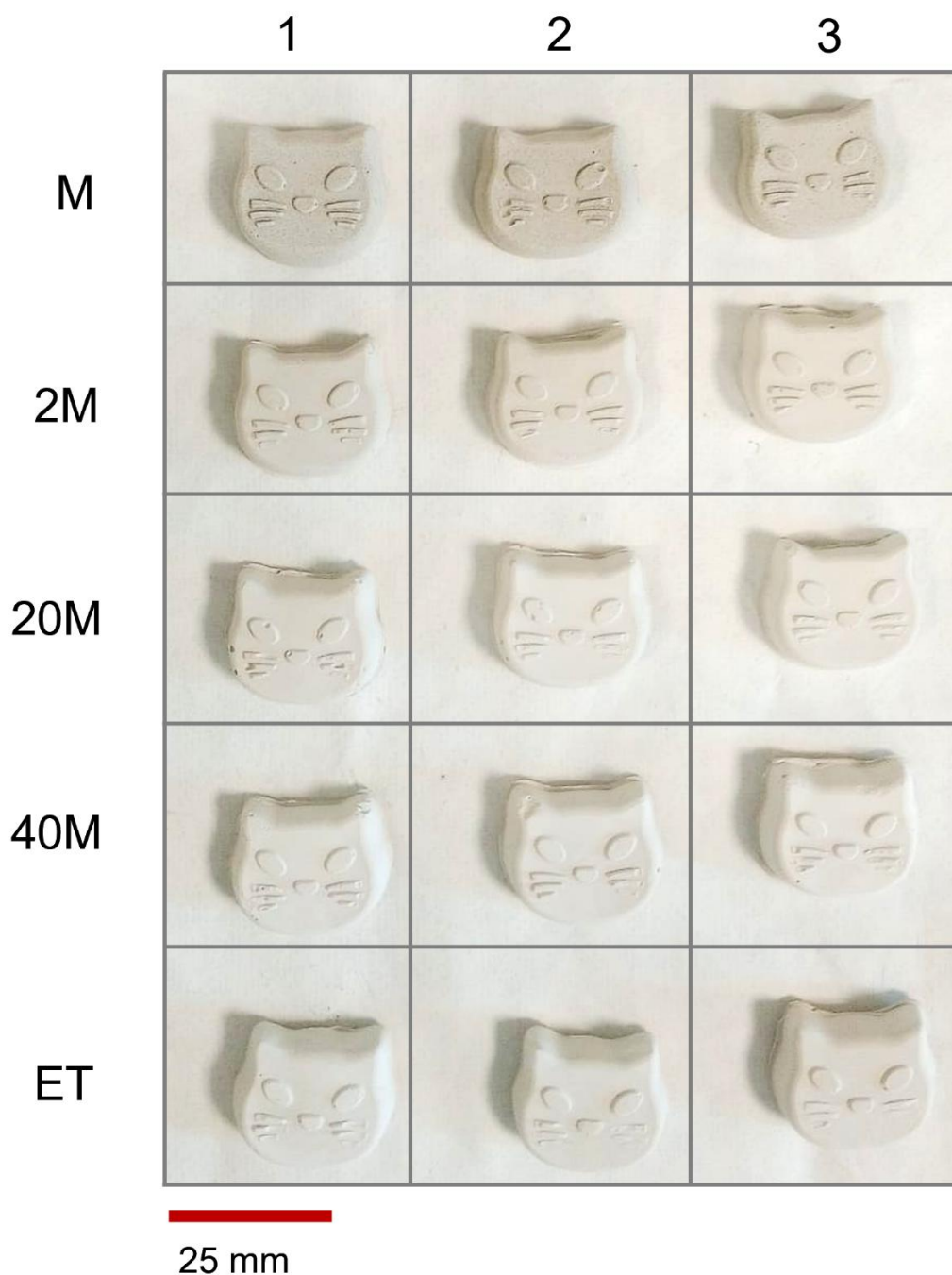


Figura 5.5. Piezas en verde a partir del polvo de obsidiana obtenidas tras el secado y desmoldeo. Los códigos M, 2M, 20M, 40M y ET corresponden a las fracciones de polvo obtenidas bajo las condiciones de molienda descritas en la Tabla 5.1, mientras que los números 1, 2 y 3 representan las réplicas de cada condición experimental.

5.1.4 Tratamiento térmico

Las piezas en verde fueron sometidas a tratamiento térmico con el propósito de inducir la sinterización por flujo viscoso [109,219], favoreciendo la densificación de la obsidiana reconstituida y la conservación de la geometría impuesta por el molde.

El tratamiento se realizó en un horno mufla eléctrico, en atmósfera de aire, mediante un programa de calentamiento a una velocidad de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. La selección de la temperatura de trabajo se basó, por una parte, en los resultados obtenidos en los Capítulos 3 y 4, donde se observó que en el intervalo de 1000 a 1200 $^{\circ}\text{C}$ la obsidiana adquiere suficiente movilidad viscosa por efecto del reblandecimiento del vidrio, lo que favorece los procesos de densificación. Además, se realizaron pruebas térmicas exploratorias iniciales, cuya discusión se presenta en la Sección 5.2.1, con el fin de definir el mejor comportamiento entre acabado superficial y conservación del detalle visual. A partir de esta evaluación, se seleccionó una temperatura de 1100 $^{\circ}\text{C}$.

Para evaluar el efecto del tiempo de permanencia sobre las propiedades finales, las piezas se sometieron a tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min a 1100 $^{\circ}\text{C}$. Finalizado el tiempo correspondiente, la temperatura se incrementó hasta 1150 $^{\circ}\text{C}$ únicamente como etapa de acabado superficial final, con el fin de reducir la rugosidad superficial y mejorar el acabado final de la pieza, sin afectar su definición geométrica. Una vez alcanzada esta temperatura, el horno se apagó sin aplicar tiempo adicional de mantenimiento. Las piezas se enfriaron dentro del horno hasta la temperatura ambiente.

Para garantizar la identificación experimental, las muestras se identificaron mediante una nomenclatura alfanumérica estructurada en tres segmentos, con el formato siguiente:

[Tipo de polvo]-[Temperatura de mantenimiento]-[Tiempo de mantenimiento]

donde el primer segmento corresponde al código asignado al tipo de polvo, definido previamente en la Tabla 5.1; el segundo segmento indica la temperatura del tratamiento térmico en °C a la cual se realizó la etapa de mantenimiento; y el tercer segmento representa el tiempo de permanencia, expresado en minutos.

Así, por ejemplo, el código M-1100-10 identifica una pieza elaborada con el tipo de polvo M, sometida a un tratamiento térmico con mantenimiento a 1100 °C durante 10 min. De manera análoga, los códigos correspondientes a 30 y 60 min se expresaron sustituyendo únicamente el último segmento por 30 o 60, respectivamente.

A manera de síntesis metodológica, la Figura 5.6 muestra esquemáticamente el proceso general seguido para la obtención de las piezas de obsidiana reconstituida, desde la preparación de los polvos hasta el tratamiento térmico final.



Figura 5.6. Esquema general de la ruta de fabricación de piezas de obsidiana reconstituida, desde la preparación de polvos y el conformado en verde hasta el tratamiento térmico final por sinterización por flujo viscoso.

5.1.5 Difracción de rayos X (DRX)

Con el propósito de evaluar el estado estructural de la obsidiana antes y después del tratamiento térmico, las muestras fueron analizadas mediante la difracción de rayos X en polvo (DRX).

Los polvos obtenidos bajo las diferentes condiciones de molienda descritas en la Tabla 5.1 (M, 2M, 20M, 40M y ET) fueron analizados. Las piezas tratadas térmicamente fueron pulverizadas manualmente en un mortero de ágata.

Los análisis se realizaron utilizando el difractómetro PANalytical X'Pert descrito en el Capítulo 2, Sección 2.1.2. Los patrones de difracción se registraron en un intervalo angular de 5° a 110° (2θ), con un paso de 0.05° y un tiempo de conteo de 1 s por paso. La identificación de las fases cristalinas se realizó mediante comparación con la base de datos ICDD PDF-2, utilizando el software X'Pert HighScore Plus (PANalytical).

5.1.6 Determinación de densidad aparente

La densidad aparente de las piezas tratadas térmicamente se determinó mediante el método de Arquímedes, siguiendo el procedimiento descrito en el Capítulo 2, Sección 2.3.1.

Las mediciones se realizaron a temperatura ambiente, considerando la densidad del agua a la temperatura de ensayo. La densidad aparente y la porosidad se calcularon empleando las Ecuaciones 3 y 6 de la Sección 2.3.1 del Capítulo 2. Para cada condición experimental se analizaron tres muestras independientes ($n = 3$).

5.1.7 Microscopía confocal

La microscopía óptica confocal se empleó para medir el perfil de altura del relieve superficial de las piezas tratadas térmicamente. Como región de referencia se seleccionó el relieve del ojo del molde de gato, trazando una línea desde la parte superior sobresaliente del ojo hasta la base donde emerge el relieve (Figura 5.7). A partir de este perfil se determinó la altura del relieve, con el propósito de evaluar su modificación en función del tiempo de mantenimiento térmico (10, 30 y 60 min).

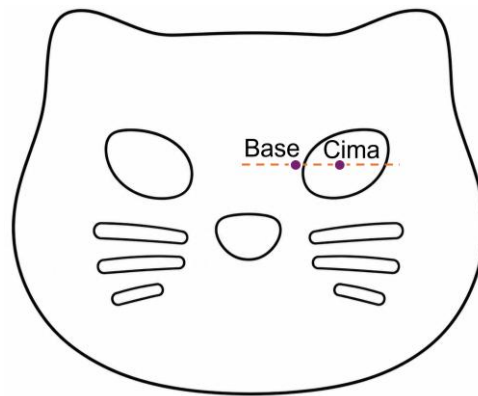


Figura 5.7. Esquema que muestra mediante una línea punteada la zona donde se obtuvo el perfil de altura. Los puntos marcan el lugar de medición para determinar la diferencia de altura entre la base y cima.

Las mediciones se realizaron utilizando el microscopio confocal descrito en el Capítulo 2, Sección 2.1.5. Para cada condición experimental se analizó la misma región geométrica de la pieza, permitiendo comparar la conservación del relieve después del tratamiento térmico.

5.1.8 Microscopía óptica y análisis de poros

La microscopía óptica digital se empleó para analizar la distribución y el tamaño de los poros después de los tratamientos térmicos. Las observaciones se realizaron sobre la superficie de las piezas, específicamente en la cara superior que presenta el relieve generado durante el proceso, ya que esta región está directamente relacionada con el acabado final de la pieza. Las observaciones se realizaron utilizando una lente macro Apexel MS002, acoplada a un dispositivo móvil. Para la calibración se empleó una escala micrométrica, lo que permitió la conversión de píxeles a unidades métricas. Posteriormente, las micrografías se procesaron mediante ImageJ (NIH) para identificar los poros y determinar su tamaño en proyección bidimensional.

El tamaño característico de poro se determinó mediante el cálculo del diámetro equivalente, utilizando la Ecuación 1 descrita en la Sección 2.1.4 del Capítulo 2. Adicionalmente, se construyeron las distribuciones de tamaño de poro para comparar la evolución microestructural en función del tamaño de partícula del polvo utilizado para el conformado (M, 2M, 20M, 40M y ET).

Para cada condición experimental se analizaron al menos 300 poros, a partir de imágenes adquiridas sobre la cara superior de las piezas.

5.1.9 Evaluación de la coloración relativa

La coloración superficial de las muestras se evaluó de manera relativa a partir de imágenes obtenidas con un escáner de cama plana en modo color, con una resolución de 600 dpi. Durante la adquisición, las piezas se colocaron directamente sobre el vidrio del equipo empleando un fondo gris uniforme, el cual se mantuvo constante en todas las condiciones experimentales.

La evaluación se llevó a cabo después de los tratamientos térmicos, considerando cada tipo de polvo utilizado y los tres tiempos de mantenimiento (10, 30 y 60 min). Por cada condición experimental se analizaron tres muestras.

Para asegurar la comparabilidad entre especímenes, el análisis del color se efectuó siempre sobre una región superficial de interés fija ubicada en la zona central superior, entre los relieves oculares, como se muestra en la Figura 5.8. A partir de esta región se extrajeron los valores de color en formato RGB y su correspondiente código hexadecimal (HEX) utilizando la herramienta de selección e identificación de color de Microsoft PowerPoint. En este sistema, valores más altos representan tonalidades más claras y valores más bajos un mayor grado de oscurecimiento.

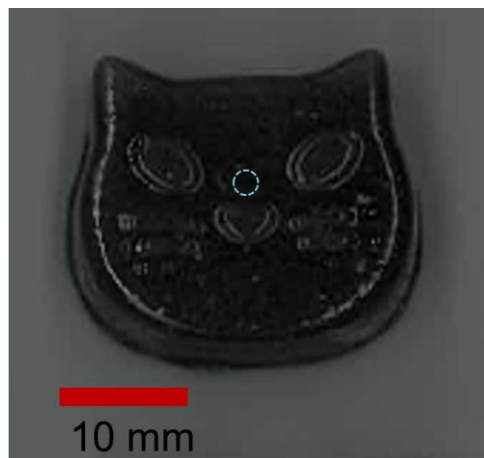


Figura 5.8. Ubicación de la región superficial de interés (ROI, por sus siglas en inglés: *Region of Interest*) empleada para la extracción de los valores RGB y HEX. El círculo azul segmentado delimita la zona puntual utilizada para la evaluación relativa del color superficial.

5.2 Resultados y discusión

5.2.1 Ensayos exploratorios para la selección de la temperatura de tratamiento

Para esta experimentación se empleó el polvo 20M como material de partida en una relación aglomerante/polvo de 1:1 en masa. La temperatura de 1100 °C se seleccionó a partir de ensayos térmicos exploratorios realizados a 1000, 1050, 1100 y 1150 °C (Figura 5.9), manteniendo constante el tiempo de tratamiento en 30 min. En las piezas analizadas, el incremento de la temperatura produce dos efectos simultáneos: por una parte, favorece el desarrollo de una apariencia vítrea más próxima a la de la roca de obsidiana; por otra, intensifica la pérdida de definición geométrica en relieves y contornos debido a la disminución de la viscosidad vítrea. Dentro del intervalo evaluado, 1100 °C fue la condición más adecuada, ya que permitió un equilibrio satisfactorio entre el acabado superficial y la conservación de los detalles visuales.

Esta condición constituye una base útil para orientar el análisis en piezas de otras geometrías y tamaños, aunque en tales casos puedan requerirse ajustes de temperatura y tiempo de acuerdo con las características particulares de cada configuración. Trabajar a 1100 °C permitió además fijar una condición de referencia para estudiar la influencia del tiempo de mantenimiento, variable importante para favorecer la homogeneización

térmica del volumen. En piezas de mayor tamaño, además, temperaturas más altas pueden generar gradientes térmicos más amplios y afectar la definición geométrica. Por esta razón, la estrategia adoptada consistió en utilizar 1100 °C como temperatura de procesamiento y reservar 1150 °C únicamente como condición de acabado final para mejorar la apariencia superficial, sin tiempo de mantenimiento, y evitar así una pérdida adicional de detalle.



Figura 5.9. Imágenes de las piezas obtenidas tras tratamientos térmicos exploratorios. De izquierda a derecha: 1000, 1050, 1100 y 1150 °C durante 30 min, utilizadas para la selección de la temperatura de trabajo.

5.2.2 Distribución del tamaño de partícula de los polvos de partida

Las Figuras 5.10–5.12 muestran las distribuciones volumétricas del tamaño de partícula correspondientes a los diferentes polvos empleados en la fabricación de las piezas de obsidiana reconstituida. En todos los casos se observaron distribuciones multimodales, con variaciones en la posición de los máximos y en el rango de tamaños, lo que confirma que la molienda permitió obtener fracciones bien diferenciadas.

Los parámetros granulométricos obtenidos mediante difracción láser se resumen en la Tabla 5.2. Los resultados confirmaron una progresión clara en el tamaño medio volumétrico $D[4,3]$, el cual aumentó desde $0.96 \pm 0.08 \mu\text{m}$ para ET hasta $119.84 \pm 10.96 \mu\text{m}$ para M, siguiendo la secuencia $\text{ET} < 40\text{M} < 20\text{M} < 2\text{M} < \text{M}$.

Aunque las distribuciones correspondientes a 40M y 20M presentaron un perfil similar, con tamaños medios de $9.46 \pm 0.95 \mu\text{m}$ y $12.47 \pm 1.70 \mu\text{m}$, respectivamente, se observó un incremento en $D(v,0.5)$, que pasó de $3.31 \pm 0.47 \mu\text{m}$ a $6.12 \pm 1.19 \mu\text{m}$.

Por otra parte, las fracciones 2M y M presentaron distribuciones más amplias hacia diámetros mayores, alcanzando valores de $D(v,0.9)$ de $100.45 \pm 4.92 \mu\text{m}$ y $271.52 \pm 39.34 \mu\text{m}$, respectivamente. Estas diferencias en la distribución del tamaño de partícula constituyen la base para analizar la evolución estructural y microestructural, así como su impacto en la respuesta macroscópica del material (coloración, densificación y relieve) tras el tratamiento térmico.

Tabla 5.2. Parámetros granulométricos característicos de los polvos de partida

Código	$D[4,3] (\mu\text{m})$	$D(v,0.1) (\mu\text{m})$	$D(v,0.5) (\mu\text{m})$	$D(v,0.9) (\mu\text{m})$
ET	0.96 ± 0.08	0.26 ± 0.00	0.46 ± 0.02	2.56 ± 0.20
40M	9.46 ± 0.95	0.52 ± 0.06	3.31 ± 0.47	25.99 ± 1.54
20M	12.47 ± 1.70	0.78 ± 0.07	6.12 ± 1.19	32.19 ± 4.82
2M	40.79 ± 2.05	1.65 ± 0.08	27.24 ± 1.64	100.45 ± 4.92
M	119.84 ± 10.96	4.89 ± 2.18	92.46 ± 11.96	271.52 ± 39.34

Nota: Los valores se indican como promedio $\pm$ desviación estándar de tres mediciones independientes. $D[4,3]$ corresponde al diámetro medio volumétrico, mientras que $D(v,0.1)$, $D(v,0.5)$ y $D(v,0.9)$ representan los diámetros por debajo de los cuales se encuentra el 10, 50 y 90 % del volumen acumulado de partículas, respectivamente.

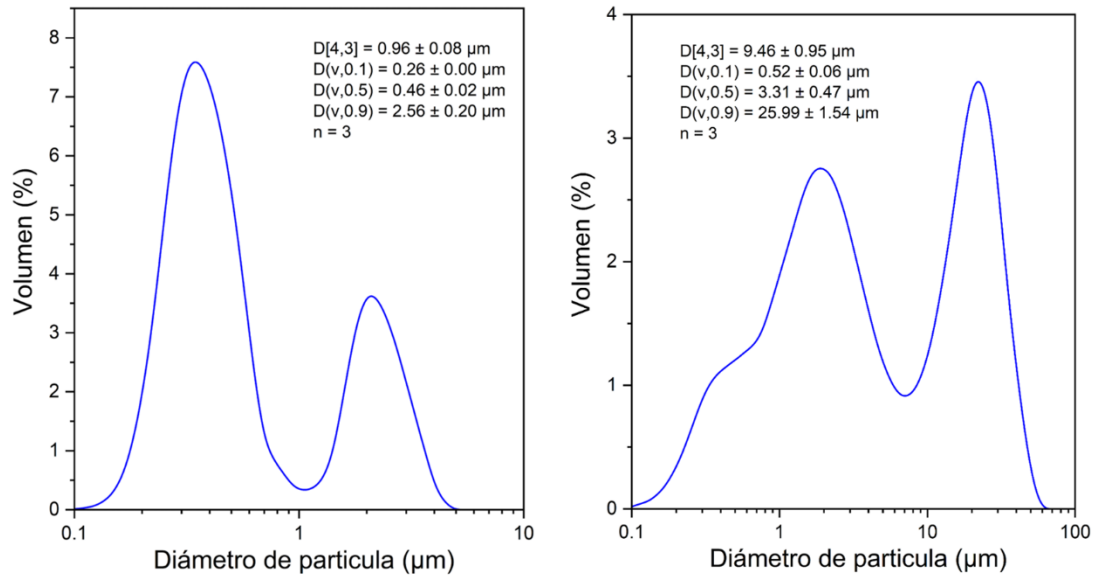


Figura 5.10. Distribuciones volumétricas del tamaño de partícula correspondientes a los polvos ET (izquierda) y 40M (derecha), que representan las fracciones de menor tamaño obtenidas en el proceso de molienda.

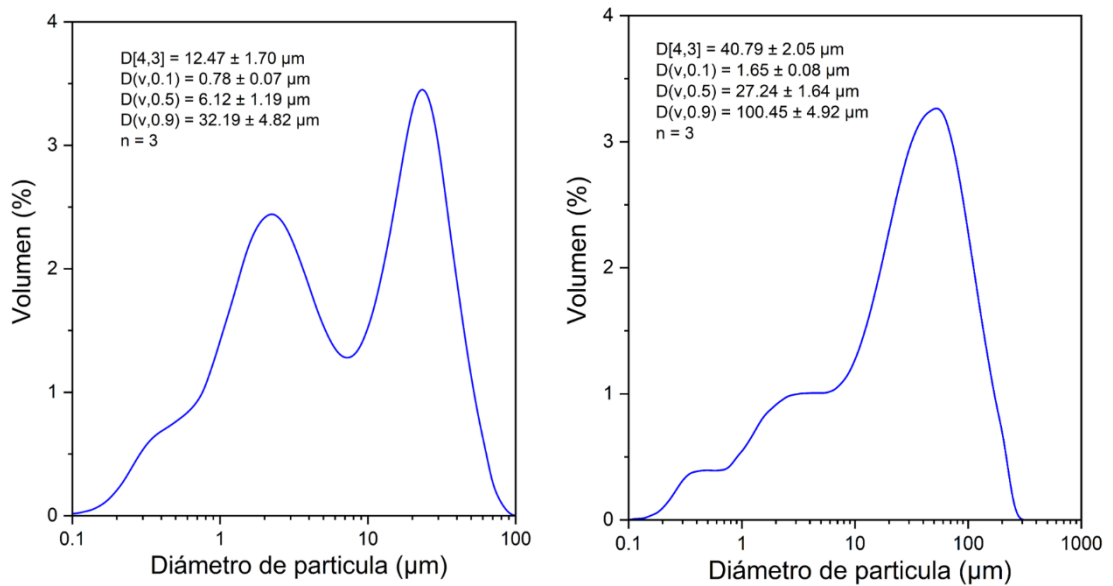


Figura 5.11. Distribuciones volumétricas del tamaño de partícula correspondientes a los polvos 20M (izquierda) y 2M (derecha).

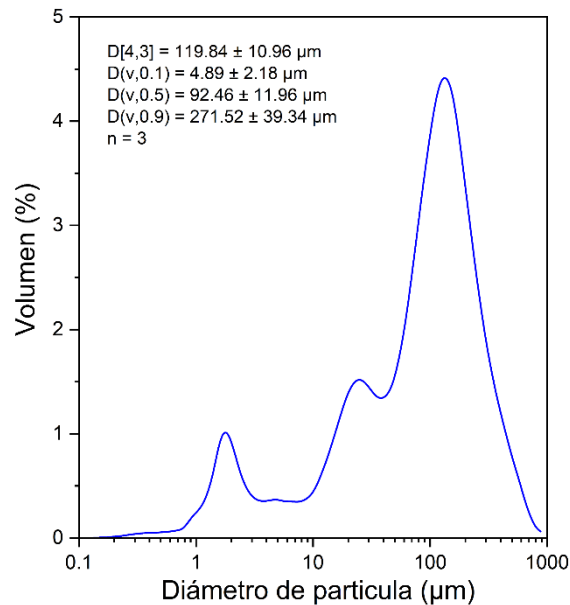


Figura 5.12. Distribución volumétrica del tamaño de partícula correspondiente al polvo M, asociado a la fracción de mayor tamaño de partícula utilizada en este estudio.

5.2.3 Influencia del tamaño de partícula en la densificación

La variación de la densidad aparente con el tiempo de mantenimiento para las diferentes fracciones granulométricas se muestra en la Figura 5.13. La densidad aparente presentó incrementos mínimos entre 10, 30 y 60 min de tiempo de mantenimiento para las fracciones M, 2M y 20M, manteniéndose dentro de un intervalo estrecho ($\approx 2.24\text{--}2.26 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$). La fracción 40M también se ubicó en ese intervalo, aunque entre 30 y 60 min se produjo un incremento de mayor magnitud. Este comportamiento puede relacionarse con su menor tamaño de partícula respecto de M, 2M y 20M. En polvos finos, desde el estado inicial, las fuerzas atractivas entre partículas (adhesión y van der Waals) adquieren mayor relevancia frente a los efectos gravitacionales, lo que da lugar a configuraciones de empaquetamiento menos eficientes y, en consecuencia, a una mayor porosidad inicial [220]. Bajo estas condiciones, se requieren tiempos de mantenimiento más prolongados para que se produzca un aumento apreciable de la densidad [221].

Las muestras ET exhibieron un comportamiento más acentuado bajo este mismo esquema: en todo el intervalo evaluado registró las menores densidades aparentes y, al mismo tiempo, el aumento más marcado entre 30 y 60 min. Este resultado es coherente con su tamaño de partícula significativamente menor ($D[4,3] \approx 0.96 \mu\text{m}$), lo que incrementa la influencia de las fuerzas cohesivas entre partículas [220], conduce a configuraciones iniciales con menor eficiencia de empaquetamiento y, a la necesidad de tiempos de mantenimiento más prolongados para que el aumento de la densidad se haga evidente [221]. Por ello, aunque la densidad aumenta con el tiempo, la muestra ET se aproxima a los valores alcanzados por las fracciones de mayor tamaño de partícula, sin llegar a igualarlos en el intervalo evaluado.

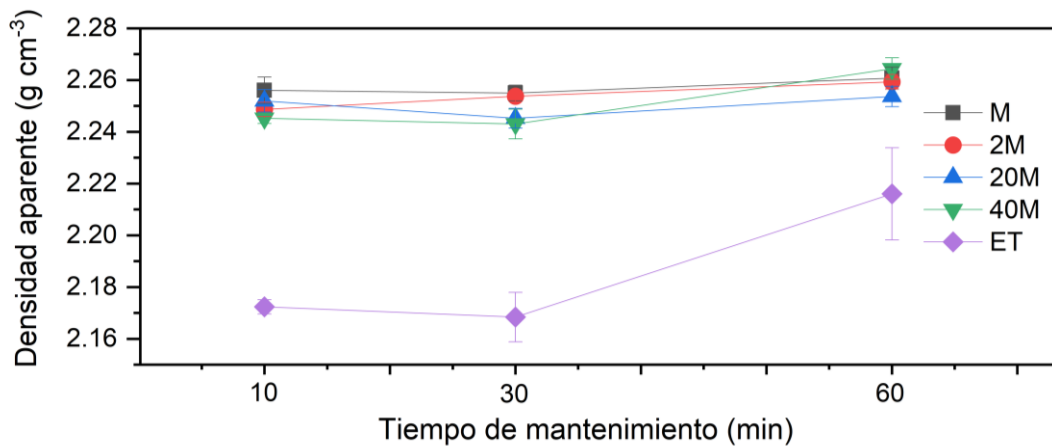


Figura 5.13. Variación de la densidad aparente en función del tiempo de mantenimiento para las diferentes fracciones granulométricas. La designación de las muestras (M, 2M, 20M, 40M y ET) corresponde a distintas fracciones granulométricas, definidas a partir de las condiciones de procesamiento descritas en la Tabla 5.1.

5.2.4 Evolución del perfil superficial con el tiempo de mantenimiento

La evolución del perfil superficial se analizó en las fracciones ET y M, seleccionadas por representar los extremos granulométricos del estudio: el polvo de menor tamaño de partícula y el polvo de mayor tamaño de partícula, respectivamente. Esta comparación permitió evaluar con mayor claridad la influencia de la granulometría inicial sobre la conservación del relieve durante el mantenimiento térmico.

Las Figuras 5.14 y 5.15 muestran que, en ambas fracciones, el relieve se conserva con cambios reducidos entre 10 y 30 min de tratamiento a 1100 °C. En este intervalo, la altura relativa del relieve varía poco, por lo que la definición superficial de las piezas se mantiene de manera aceptable. Por lo que, bajo las condiciones evaluadas, tiempos de mantenimiento de hasta 30 min permiten lograr la consolidación térmica sin una pérdida importante de detalle.

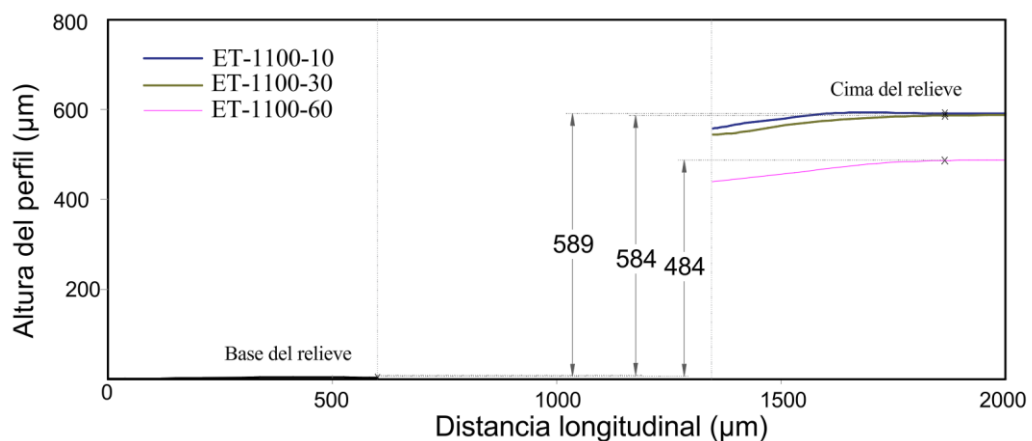


Figura 5.14. Evolución del perfil superficial de la fracción ET después del tratamiento térmico a 1100 °C con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. Las cotas indican la altura relativa del relieve respecto a la base seleccionada como referencia.

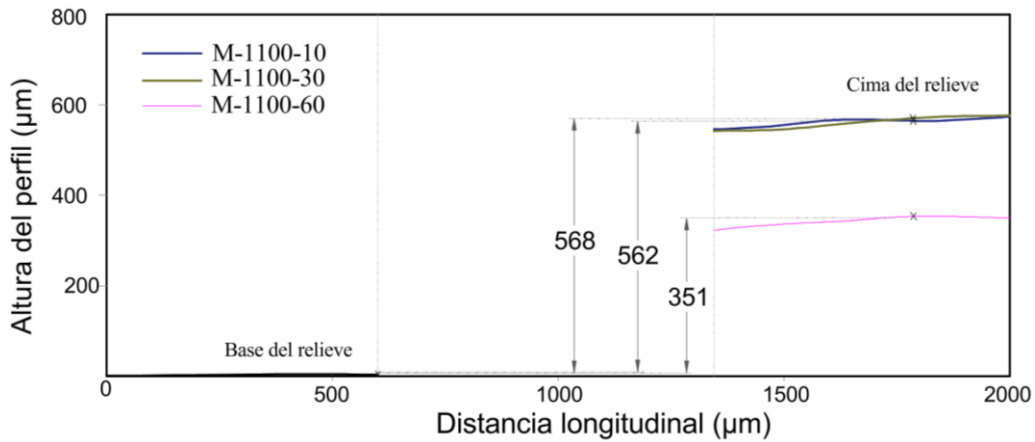


Figura 5.15. Evolución del perfil superficial de la fracción M después del tratamiento térmico a 1100 °C con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. Las cotas indican la altura relativa del relieve respecto a la base seleccionada como referencia.

Al prolongar el mantenimiento hasta 60 min, la reducción del relieve se vuelve evidente en ambas fracciones, aunque con distinta magnitud. La fracción ET conserva una mayor proporción de la altura registrada a tiempos cortos, mientras que en M la disminución es más pronunciada. Esta diferencia muestra que el polvo de mayor tamaño de partícula fue más susceptible a perder definición superficial durante tratamientos prolongados.

La mejor conservación del relieve en las piezas elaboradas con la fracción ET podría estar relacionada con dos factores complementarios: la escala más fina de la porosidad y una densificación más lenta bajo las condiciones evaluadas (Figura 5.13). Aunque esta fracción presentó menor densidad aparente, la caracterización morfológica mostró poros de menor tamaño que en las piezas elaboradas con la fracción M. Además, la densidad de ET continuó aumentando hasta 60 min sin alcanzar los valores registrados en M, lo que sugiere que su consolidación térmica fue menos avanzada.

Esta condición pudo limitar el suavizado del relieve, ya que la contracción y el redondeamiento asociados al flujo viscoso de la matriz vítrea ocurrieron de manera más gradual y a una escala más fina. En cambio, la

fracción M presentó mayor densidad aparente y poros de mayor tamaño; por ello, la reducción de vacíos y el suavizado de aristas durante el tratamiento térmico pudieron manifestarse a una escala mayor, favoreciendo una pérdida más marcada de definición y altura.

En la sinterización de vidrios, la densificación depende de la viscosidad, la energía superficial, la distribución de tamaño de partícula y el empaquetamiento inicial [219]; por ello, las diferencias granulométricas pueden modificar tanto la contracción como la conservación de los detalles. En piezas conformadas a partir de polvos, las fracciones más finas pueden ocupar con mayor uniformidad las zonas estrechas del relieve y favorecer una mejor reproducción de los detalles del molde. Los polvos más gruesos, por el contrario, tienden a generar discontinuidades interparticulares de mayor tamaño, lo que reduce la precisión geométrica de la pieza sinterizada [222].

El tiempo de mantenimiento afecta directamente la conservación del relieve, pero su efecto también depende del tamaño de partícula inicial. El tratamiento a 1100 °C durante 30 min representa una condición adecuada para conservar la definición superficial para ambos tamaños de partícula.

5.2.5 Caracterización estructural del material

Los difractogramas de rayos X correspondientes a las distintas fracciones granulométricas (M, 2M, 20M, 40M y ET), tanto en estado inicial como después del tratamiento térmico a 30 min de mantenimiento, se presentan en las Figuras 5.16–5.20. Esta condición se seleccionó para el análisis estructural al considerarse un tiempo de mantenimiento adecuado que permite preservar la definición geométrica y los detalles del molde en las piezas de obsidiana reconstituida, manteniendo un buen nivel de acabado superficial y evitando el uso de tiempos de tratamiento más prolongados que no aportan beneficios adicionales en términos de calidad final.

Si bien en la roca de obsidiana utilizada se identificó la presencia de dominios cristalinos asociados a albita y cristobalita, como se describió en el Capítulo 3, estas fases son muy minoritarias respecto de la fase amorfa. Por ello, en el material pulverizado su contribución no fue suficiente para generar señales detectables en los difractogramas. Estos mostraron únicamente un halo característico de materiales con estructura amorfa, sin picos definidos atribuibles a fases cristalinas.

Tras el tratamiento térmico, no se observa la aparición de nuevas señales que puedan atribuirse a la formación de fases cristalinas dentro del límite de detección del equipo. Este resultado indica que el material conserva su naturaleza vítrea independientemente del tamaño de partícula inicial.

Este comportamiento amorfo además puede interpretarse considerando la respuesta de la albita a temperaturas cercanas a su intervalo de fusión ($\sim 1100\text{--}1150\text{ }^{\circ}\text{C}$), donde experimenta una transformación progresiva hacia una fase líquida silicatada que, tras el enfriamiento, se integra a la matriz vítrea [185]. En cuanto a la cristobalita, el tratamiento térmico favorece su posible disolución parcial en la fase silicatada, lo que dificulta aún más su identificación difractométrica después del tratamiento térmico [184].

A diferencia de materiales en los que ocurre cristalización, donde el aumento progresivo de la rigidez limita la deformación [104,109], el mantenimiento de la estructura vítrea permite la continuidad del flujo viscoso y la redistribución de la red silicatada bajo la acción de la temperatura. La evolución del material puede interpretarse principalmente en términos de su comportamiento reológico, sin la interferencia de transformaciones de fase que restrinjan la deformación.

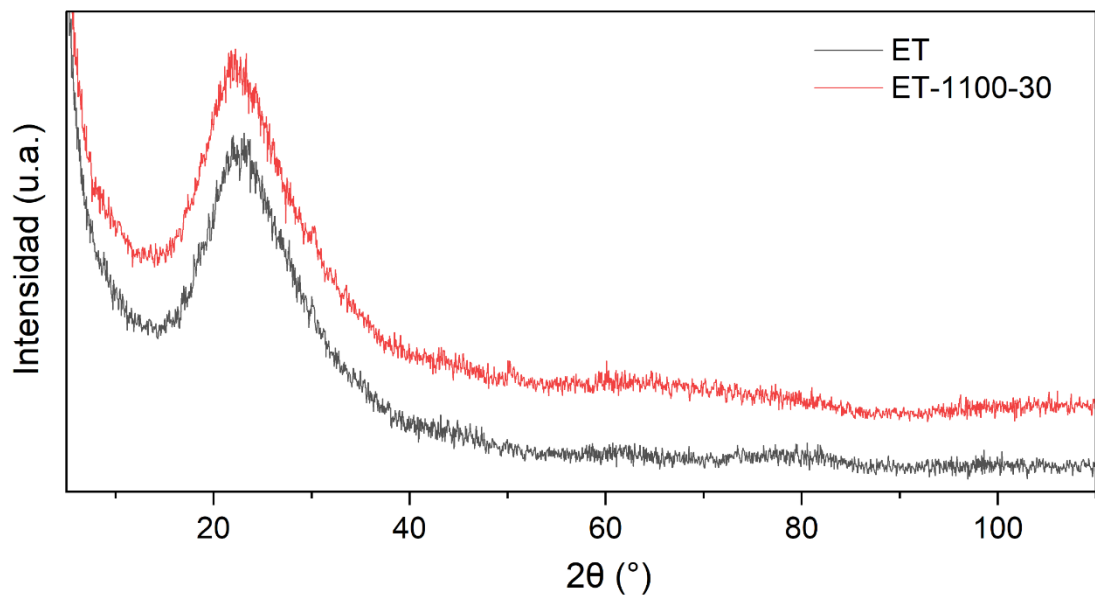


Figura 5.16. Diffractogramas de rayos X a partir de polvo ET en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento).

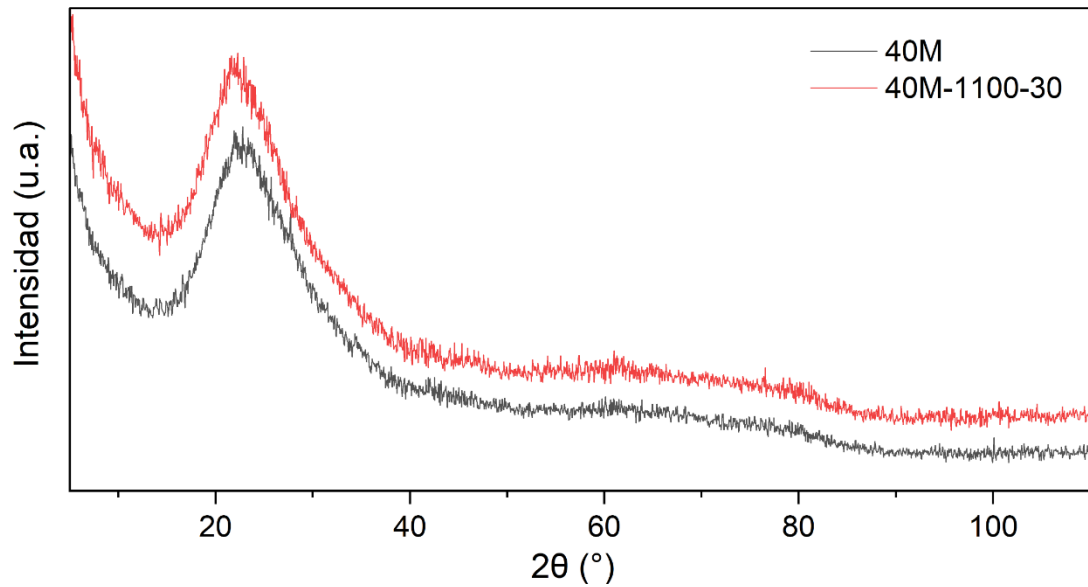


Figura 5.17. Difractogramas de rayos X a partir de polvo 40M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento).

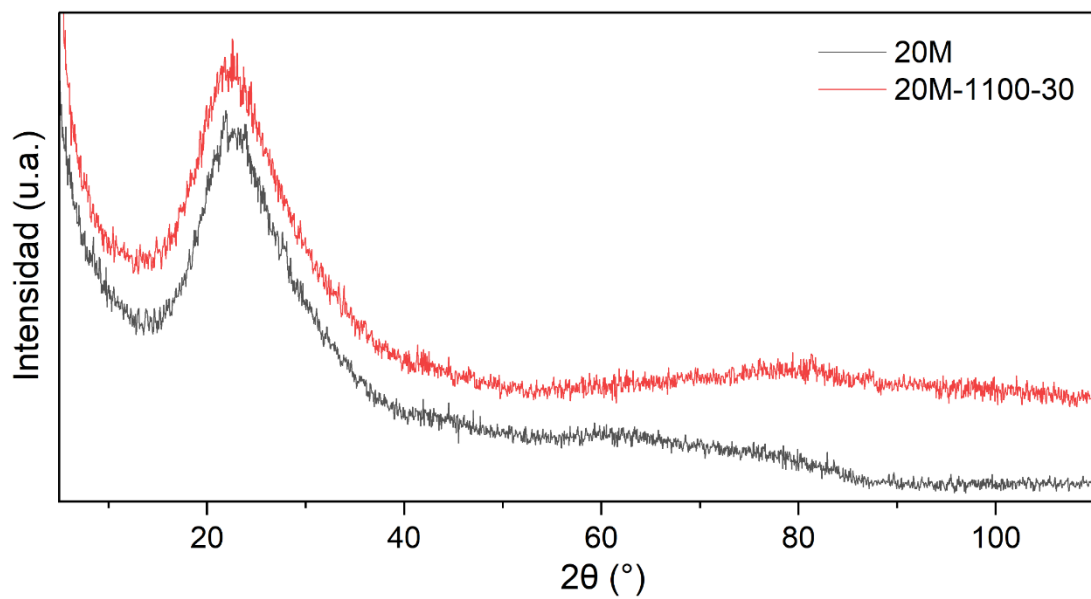


Figura 5.18. Difractogramas de rayos X a partir de polvo 20M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento).

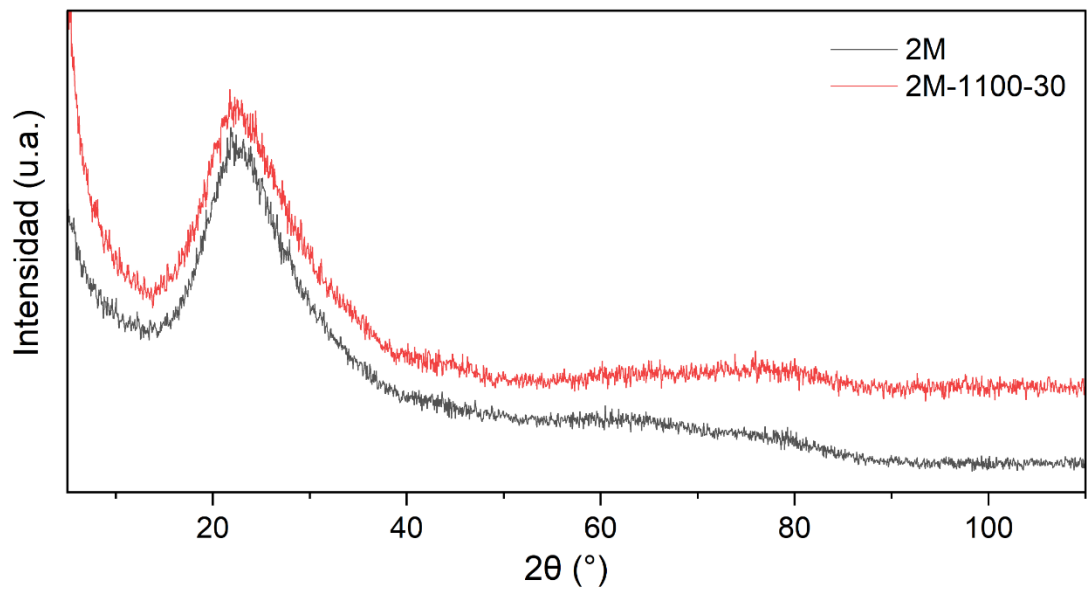


Figura 5.19. Difractogramas de rayos X a partir de polvo 2M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento).

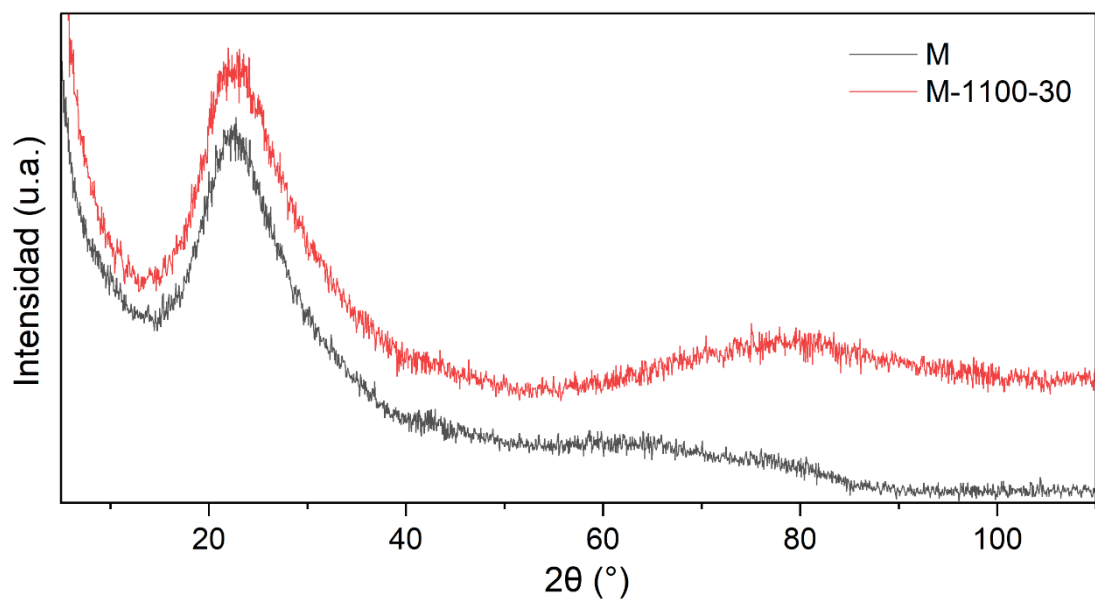


Figura 5.20. Difractogramas de rayos X a partir de polvo M en estado inicial y después del tratamiento térmico (1100 °C, 30 min; acabado final a 1150 °C sin mantenimiento).

5.2.6 Distribución y tamaño de poro

El análisis se realizó en las muestras con 30 min de tiempo de mantenimiento, condición previamente definida por permitir preservar la definición geométrica del material. La distribución del tamaño de poro después del sinterizado presenta una dependencia directa con el tamaño de partícula inicial. En los polvos ET, 40M, 20M, 2M y M (Figuras 5.21 y 5.22), el tamaño medio de poro (μ) aumenta progresivamente conforme lo hace el tamaño de partícula, pasando de 13 μm en ET a 19 μm en 40M, 22 μm en 20M, 27 μm en 2M y 38 μm en M (Tabla 5.3).

Este comportamiento se explica a partir de la escala de los vacíos generados durante el empaquetamiento de las partículas. En [223] se establece que la reducción del tamaño de partícula disminuye el tamaño de los poros originados por el empaquetamiento, lo cual se relaciona con que partículas más pequeñas generan intersticios de menor tamaño, mientras que partículas más grandes dan lugar a vacíos de mayor tamaño. Después del sinterizado, la densificación del material no elimina esta relación, de modo que el tamaño de poro final permanece ligado al tamaño de los vacíos definidos por el tamaño de partícula inicial.

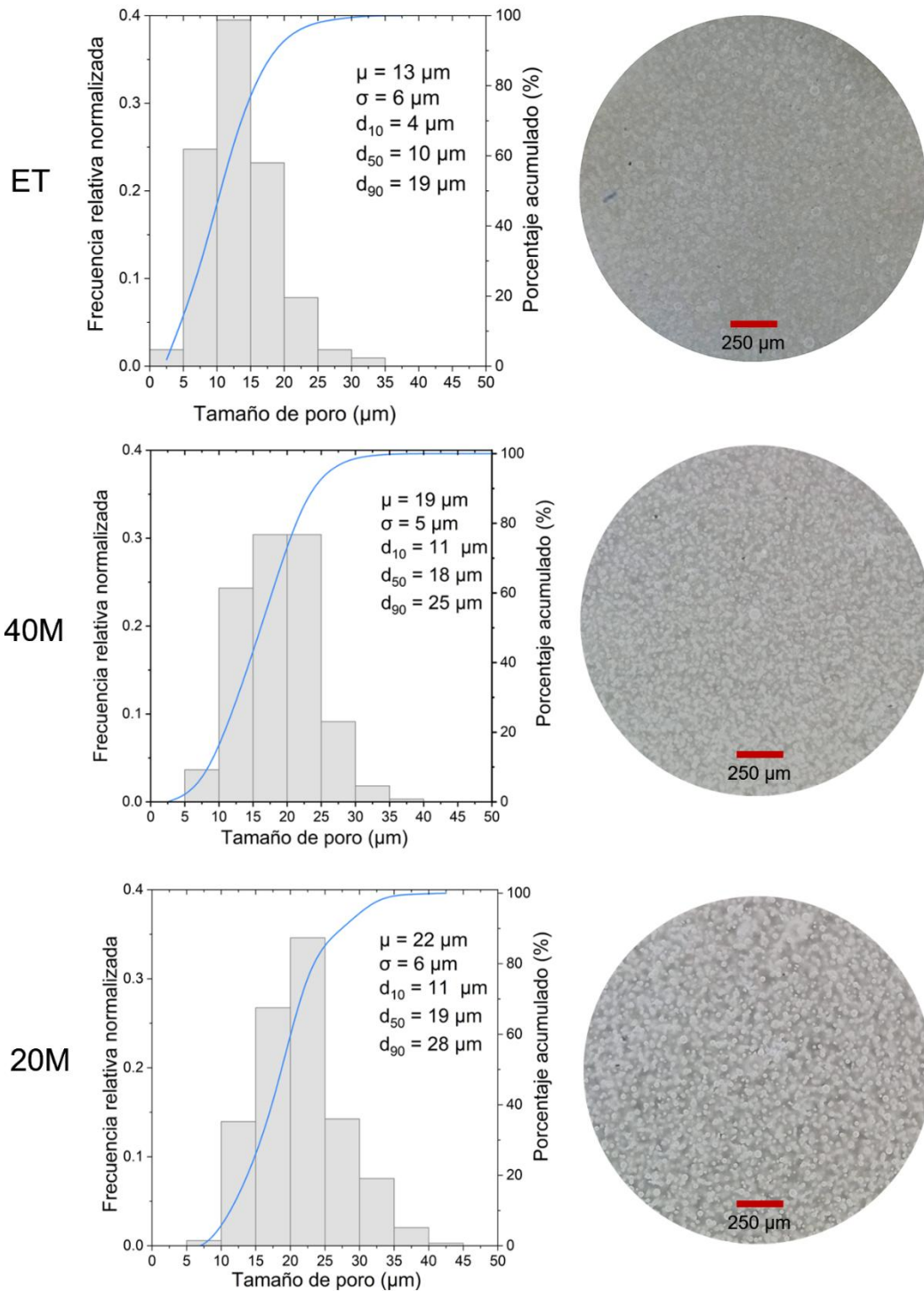


Figura 21. Distribución del tamaño de poro de las fracciones ET, 40M y 20M, determinada a partir del análisis de micrografías ópticas ($n = 300$ poros por muestra). Los histogramas muestran la frecuencia relativa normalizada y la línea azul la distribución acumulada. Las micrografías muestran las regiones de las cuales se obtuvo la distribución de tamaño de poro.

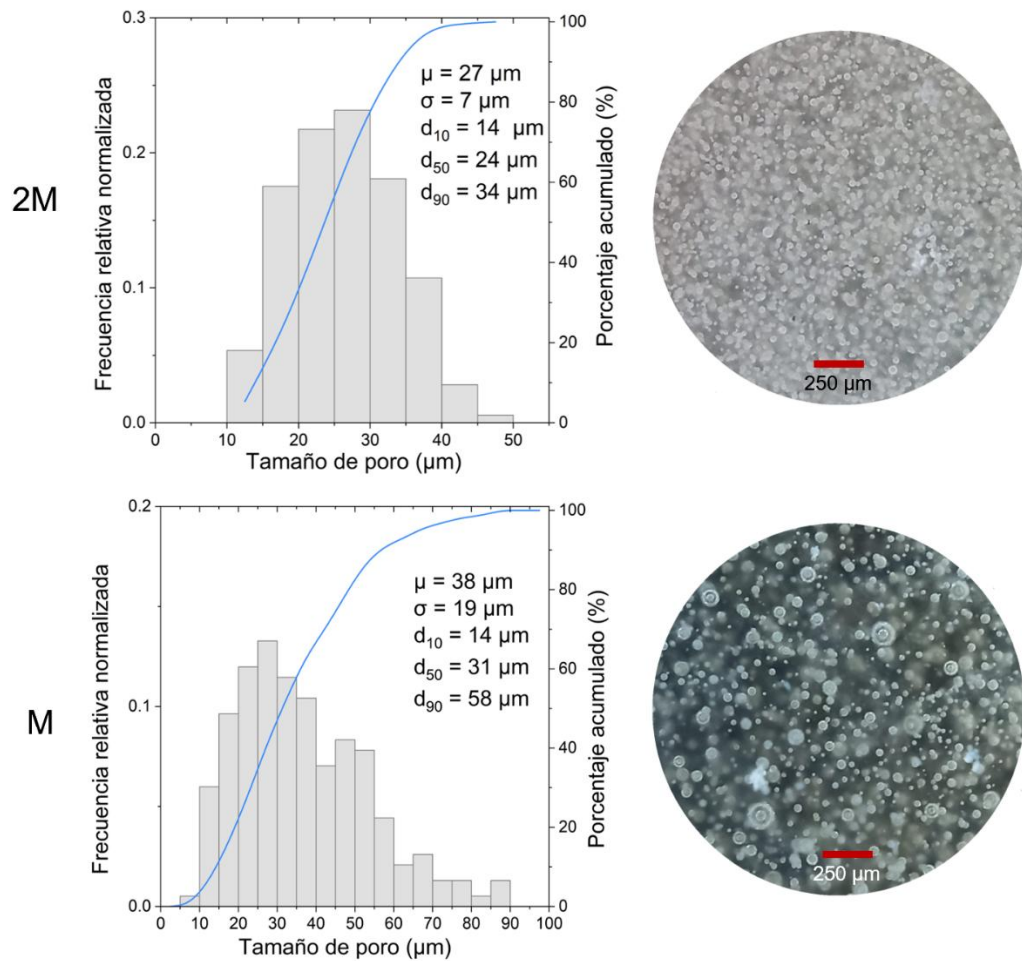


Figura 22. Distribución del tamaño de poro de las fracciones 2M y M, determinada a partir del análisis de micrografías ópticas ($n = 300$ poros por muestra). Los histogramas muestran la frecuencia relativa normalizada y la línea azul la distribución acumulada. Las micrografías muestran las regiones de las cuales se obtuvo la distribución de tamaño de poro. La escala del eje de tamaño de poro en la muestra M se ajustó para facilitar la visualización, debido a la presencia de poros de mayor tamaño.

Tabla 5.3. Parámetros característicos de la distribución de tamaño de poro

Muestra	μ (μm)	σ (μm)	d_{10} (μm)	d_{50} (μm)	d_{90} (μm)
ET	13	6	4	10	19
40M	19	5	11	18	25
20M	22	6	11	19	28
2M	27	7	14	24	34
M	38	19	14	31	58

Nota: Valores obtenidos a partir del análisis de micrografías ópticas en muestras sinterizadas con 30 min de tiempo de mantenimiento. μ corresponde al diámetro medio de poro, σ a la desviación estándar, y d_{10} , d_{50} y d_{90} indican los percentiles 10, 50 y 90 de la distribución, respectivamente.

5.2.7 Análisis del color

En la Figura 5.23 se presentan las imágenes de las muestras después de los tratamientos térmicos con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min. La inspección visual muestra una evolución del color en función de la granulometría inicial, mientras que las diferencias asociadas al tiempo de mantenimiento son menos marcadas. Aunque el matiz general se mantiene, el incremento del tiempo de mantenimiento da lugar a reflejos más intensos en los contornos de la figura y en los relieves; este efecto ya se aprecia a 30 min y se acentúa a 60 min. Esta variación puede relacionarse con la pérdida gradual de definición geométrica, tal como se mostró en la Sección 5.2.4. El mayor tiempo de tratamiento favorece el flujo viscoso bajo la acción de la gravedad, lo que redondea los contornos y disminuye la altura de los relieves. Esto modifica la forma en que la luz se refleja en esas zonas.

Los datos de color en el espacio RGB muestran, para los tres tiempos de mantenimiento evaluados (10, 30 y 60 min) (Tabla 5.4-5.6), que la variación principal corresponde a un aumento de la claridad al disminuir el tamaño de partícula inicial. Las muestras M y 2M se mantienen dentro de un intervalo muy oscuro, en el que la identificación del tono resulta poco definida. A partir de 20M, los tres componentes RGB aumentan de manera proporcional y conservan relaciones relativas semejantes, lo que indica que el tono general permanece dentro de una misma familia cromática y que la diferencia dominante entre las muestras radica en la luminosidad. La serie evoluciona desde apariencias muy oscuras hacia apariencias progresivamente más claras, sin un cambio marcado de matiz (Figura 5.23).

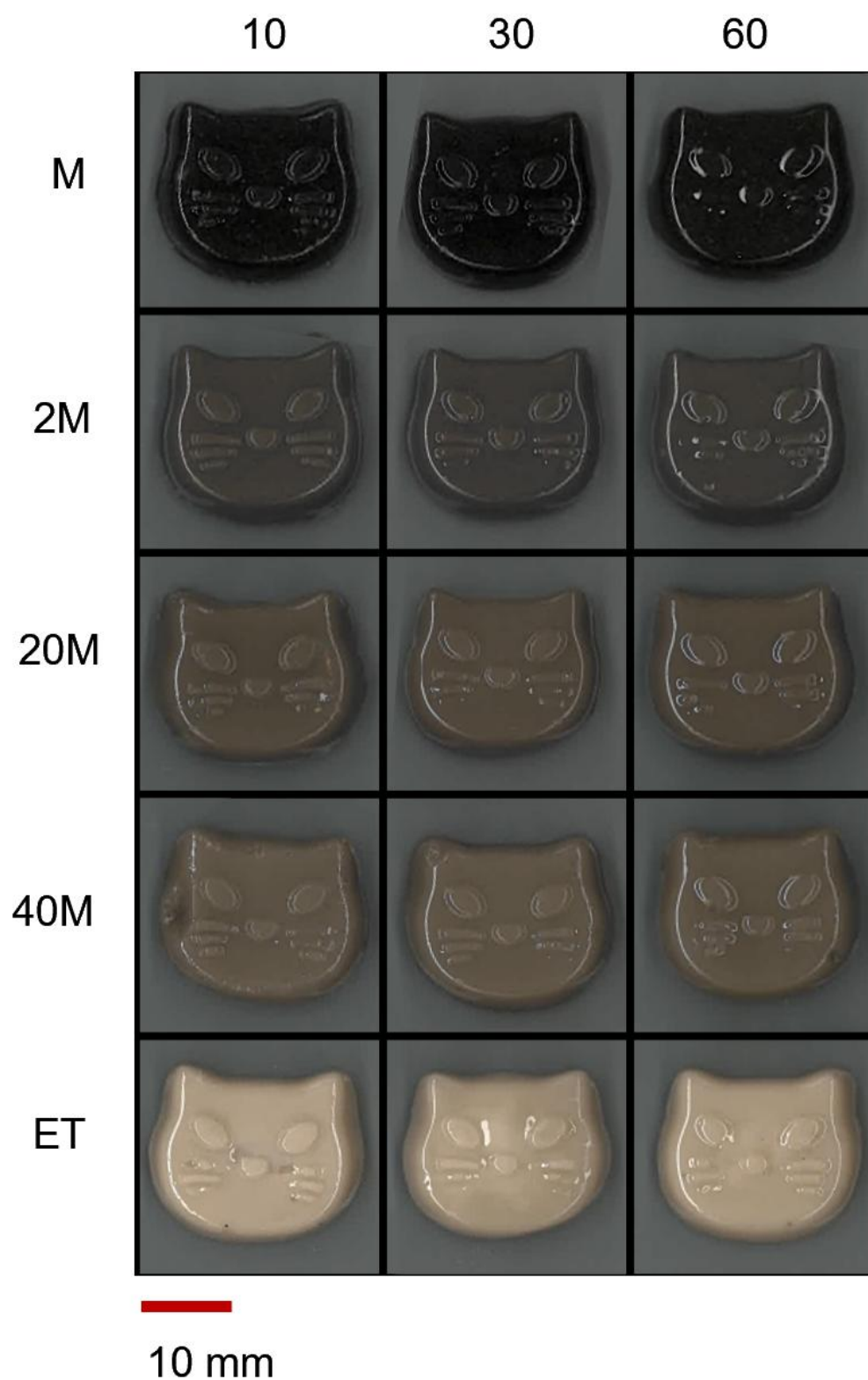


Figura 5.23. Imágenes de las muestras obtenidas a partir de distintas fracciones granulométricas (M, 2M, 20M, 40M y ET) después de tratamientos térmicos con tiempos de mantenimiento de 10, 30 y 60 min.

Tabla 5.4. Valores de color en el espacio RGB y código hexadecimal de las muestras tratadas durante 10 min.

Muestra	Rojo	Verde	Azul	Hex
M	14	14	12	#0E0E0C
2M	58	57	53	#3A3935
20M	73	64	54	#494036
40M	91	81	69	#5B5145
ET	180	161	137	#B4A189

Tabla 5.5. Valores de color en el espacio RGB y código hexadecimal de las muestras tratadas durante 30 min.

Muestra	Rojo	Verde	Azul	Hex
M	14	14	13	#0E0E0D
2M	58	56	53	#3A3835
20M	80	71	60	#50473C
40M	92	82	68	#5C5244
ET	181	162	138	#B5A28A

Tabla 5.6. Valores de color en el espacio RGB y código hexadecimal de las muestras tratadas durante 60 min.

Muestra	Rojo	Verde	Azul	Hex
M	15	15	13	#0F0F0D
2M	61	58	53	#3D3A35
20M	74	66	54	#4A4236
40M	87	77	63	#574D3F
ET	173	154	129	#AD9A81

En cada tiempo de mantenimiento, las muestras mantienen el mismo orden en la magnitud de los valores RGB ($M < 2M < 20M < 40M < ET$). Esto muestra que la respuesta cromática tras los tratamientos térmicos estuvo determinada principalmente por la granulometría inicial de los polvos, mientras que el tiempo de mantenimiento tuvo una influencia menor, ya que las variaciones entre 10, 30 y 60 min no produjeron diferencias relevantes.

Esta evolución puede interpretarse a partir de cambios en la reflectancia difusa asociados a la microestructura, particularmente a la porosidad remanente después de la densificación. Aunque la química del material participa en la coloración mediante procesos de absorción [224], la apariencia final también depende de la forma en que la luz es dispersada por la microestructura [225]. Así, una apariencia más clara no exige

necesariamente cambios en la composición química, sino un mayor retorno de la luz visible por efecto de la dispersión.

Las muestras obtenidas a partir de polvos más finos, que después del tratamiento desarrollaron poros de menor tamaño, pueden interpretarse como microestructuras más eficientes para dispersar la radiación visible. Esta interpretación se apoya además en los datos de densidad aparente. Las fracciones M, 2M y 20M presentan variaciones mínimas entre 10, 30 y 60 min y se mantienen dentro de un intervalo estrecho ($2.24\text{--}2.26\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$). La fracción 40M también se sitúa en ese intervalo, aunque entre 30 y 60 min muestra un aumento mayor. Entre M y 40M, la porosidad global remanente es similar, de modo que la diferencia cromática observada en ese grupo no puede atribuirse principalmente a cambios en la porosidad total, sino a la escala característica de la porosidad. Se ha mostrado que el tamaño de poro afecta de forma importante la apariencia visual, mientras que la concentración de poros y el espesor inciden sobre todo en la opacidad [225]. Del mismo modo, se ha descrito que, en materiales con espesor y porosidad semejantes, la reflectancia visible aumenta al disminuir el tamaño característico del poro [226].

En la fracción ET, aunque la densidad aparente se mantuvo por debajo de la de las demás muestras, las variaciones registradas entre 10, 30 y 60 min no se tradujo en cambios cromáticos apreciables. Esto indica que, aun cuando la porosidad global fue mayor, su variación dentro del intervalo estudiado no controló la apariencia óptica. La mayor claridad de esta fracción sigue asociándose principalmente a una porosidad de menor tamaño.

De forma opuesta, las muestras obtenidas a partir de partículas más gruesas, que dieron lugar a poros de mayor tamaño, pueden interpretarse como microestructuras menos eficientes para dispersar y devolver la luz visible, lo que explica su apariencia más oscura. Esto se refleja en las muestras M y 2M, cuyos canales RGB permanecen en niveles bajos y relativamente próximos entre sí. A partir de 20M se empiezan a observar

diferencias moderadas entre los valores de los canales RGB; sin embargo, conforme disminuye el tamaño de partícula, los tres canales aumentan de manera conjunta, conservando una proporción similar a la observada inicialmente en 20M. Por ello, la variación visual entre 20M, 40M y ET se atribuye principalmente al aumento de la luminosidad aparente, más que a una modificación marcada del tono.

5.2.8 Prototipos adicionales obtenidos mediante el método desarrollado

Además de las piezas analizadas en las secciones anteriores, se elaboraron prototipos con distintas geometrías, tamaños y acabados (Figuras 5.24 y 5.25). Estos resultados muestran que el método desarrollado puede adaptarse a la fabricación de objetos diversos y que no se limita a una sola forma o escala, aunque su aplicación a cada configuración requiere un control adecuado de las variables de procesamiento. Las piezas conservaron la geometría predefinida y, tras el tratamiento térmico, adquirieron una apariencia vítrea. Esto respalda el potencial del método para la obtención de objetos ornamentales, decorativos, de joyería y funcionales.



Figura 5.24. Ejemplos de piezas elaboradas mediante el método desarrollado en este trabajo, que muestran diferentes geometrías, tamaños y grados de complejidad en el relieve.



Figura 5.25. Piezas de pequeño formato elaboradas mediante el método desarrollado, mostrando diversidad de formas, tamaños y tonalidades.

La apariencia final también puede modificarse dentro de una misma pieza. En el prototipo del gato (Figura 5.26), por ejemplo, los ojos claros se obtuvieron mediante la aplicación localizada de material preparado con una fracción de polvo más fina que la empleada en el cuerpo principal. De esta manera fue posible generar contraste visual dentro de la misma composición, sin recurrir a esmaltes convencionales ni a materiales ajenos al material estudiado.



10 mm

Figura 5.26. Fotografía de la pieza después del tratamiento térmico. Se muestran dos tonalidades obtenidas a partir de polvo de obsidiana con diferente granulometría; los ojos y la nariz presentan una apariencia más clara que el material restante.

También se exploró la aplicación del material como recubrimiento vitrificado sobre cerámica (Figura 5.27). Esta posibilidad abre una vía adicional de uso en piezas funcionales y decorativas, como mosaicos o azulejos, permitiendo modificar la apariencia final a partir de la granulometría del polvo y de las condiciones del tratamiento térmico.



20 mm

Figura 5.27. Ejemplos de recubrimientos vitrificados de obsidiana reconstituida aplicados sobre soportes cerámicos.

La elaboración de piezas con distintos tamaños, geometrías o espesores, así como de recubrimientos sobre soporte, exige un control cuidadoso de varias

variables del proceso. Entre ellas se encuentran la viscosidad de la suspensión, la cantidad de aglomerante, la eliminación de burbujas y las condiciones del tratamiento térmico. En los polvos más finos, la suspensión tendió a volverse más espesa, por lo que fue necesario ajustar la relación aglomerante/polvo entre 50 y 100 % para conservar una fluidez adecuada durante el vertido de piezas de mayor tamaño. Cuando la mezcla no fluye suficientemente, las burbujas quedan atrapadas con mayor facilidad y afectan la calidad de la pieza en verde y del acabado final. Asimismo, cambios en el tamaño de la pieza hace necesario ajustar la rampa de calentamiento para favorecer una evolución más homogénea y minimizar el riesgo de defectos o fracturas.

Conclusiones parciales

En este capítulo se desarrolló una ruta para la fabricación de piezas de obsidiana reconstituida a partir de residuos pulverizados, basada en molienda, conformado en verde y consolidación térmica, sin recurrir a aditivos químicos adicionales. Esta estrategia permitió obtener piezas con formas predefinidas, conservadas después del tratamiento térmico, y con una apariencia vítrea adecuada para aplicaciones estéticas o funcionales. De esta manera, los residuos generados durante la extracción y talla de la obsidiana pueden aprovecharse en la elaboración de objetos ornamentales, decorativos, de joyería y de diseño funcional.

Las pruebas exploratorias mostraron que 1100 °C fue la condición más adecuada para el estudio, ya que permitió mantener de manera aceptable la definición del relieve y, al mismo tiempo, desarrollar una apariencia más cercana a la de la roca de obsidiana. A partir de esa temperatura fue posible evaluar con claridad el efecto del tamaño de partícula y del tiempo de mantenimiento sobre la evolución de las piezas. El parámetro que más influyó en la respuesta final fue el tamaño de partícula del polvo de partida. Los polvos más finos dieron lugar a poros de menor tamaño y a piezas más claras, mientras que los polvos más gruesos produjeron poros más grandes y piezas más oscuras. En las fracciones comprendidas entre M y 40M, las densidades aparentes fueron muy semejantes, por lo que la diferencia de color entre ellas no puede atribuirse principalmente a cambios importantes en la porosidad

total, sino al tamaño de poro desarrollado durante el tratamiento. La fracción ET siguió la misma tendencia general: aunque presentó menor densidad aparente, su mayor claridad se relacionó a un menor tamaño de poro.

El tamaño de poro también influyó en la conservación del relieve. Las piezas elaboradas con polvos más finos conservaron mejor los detalles, debido a que la porosidad se desarrolló en una escala más fina y el suavizado superficial fue menos evidente. En cambio, las piezas obtenidas con polvos más gruesos presentaron poros de mayor tamaño y una pérdida más marcada de definición y altura del relieve, al prolongar el tiempo de mantenimiento. Bajo las condiciones evaluadas, 30 min de mantenimiento resultó adecuado para consolidar las piezas sin intensificar de forma marcada el redondeamiento y la pérdida de detalle superficial.

Los prototipos adicionales mostraron que el método puede extenderse a piezas con distintas geometrías, tamaños y grados de complejidad del relieve. También fue posible generar contrastes visuales localizados dentro de una misma pieza mediante el uso de polvo con diferente granulometría, así como explorar su aplicación como recubrimiento vitrificado sobre cerámica. Estos resultados abren una vía clara para ampliar el uso de la obsidiana reconstituida en objetos de valor estético, aunque su traslado a otras geometrías o escalas exige cuidar con precisión la viscosidad de la suspensión, la cantidad de aglomerante, la eliminación de burbujas y las condiciones del tratamiento térmico. En este capítulo se demostró que los fragmentos de obsidiana pueden dejar de ser un residuo sin valor y convertirse en una materia prima capaz de dar lugar a piezas densificadas, visualmente atractivas y técnicamente reproducibles

Capítulo

6

Conclusiones generales y perspectivas

Este capítulo se organiza en tres secciones: conclusiones generales, limitaciones del estudio y perspectivas futuras. La primera sintetiza los principales aportes obtenidos durante la investigación; la segunda delimita sus alcances y restricciones; y la tercera plantea posibles líneas de continuidad derivadas de los resultados alcanzados.



6.1 Conclusiones generales

La presente investigación permitió estudiar de manera sistemática el comportamiento fisicoquímico y térmico de la obsidiana del Cerro de las Navajas bajo distintas condiciones de procesamiento. Si bien esta roca ha sido reconocida por su importancia histórica, cultural y artesanal, su respuesta frente al calentamiento controlado no había sido analizada con el nivel de detalle abordado en este trabajo. A partir de la caracterización inicial, los tratamientos térmicos y las rutas de transformación desarrolladas, se cumplió el objetivo de evaluar su potencial de valorización como materia prima para nuevos materiales.

El estudio permitió demostrar que la naturaleza vítrea, la composición química y la microestructura de la obsidiana del Cerro de las Navajas, son cualidades que le confieren una respuesta térmica aprovechable. Entre los principales aportes de la tesis se encuentra haber estudiado y demostrado los mecanismos que condicionan la expansión de esta obsidiana cuando es sometida a tratamientos térmicos adecuados, lo que permitió reconocer una primera forma de aprovechamiento: el uso directo de la roca monolítica como material capaz de generar porosidad a partir de sus propias características internas. Con ello se estableció una relación directa entre estructura, microestructura, procesamiento y comportamiento final del material.

La investigación también permitió establecer que la expansión no depende solo de la composición química. Aunque las obsidianas estudiadas presentan una base composicional semejante, su respuesta térmica varió de acuerdo con sus características microestructurales iniciales. La porosidad preexistente y la presencia de heterogeneidades internas condicionaron la

forma en que el material desarrolló su expansión durante el calentamiento. Esto permitió comprender que el comportamiento expansivo de la obsidiana está fuertemente condicionado por la interacción entre la estructura vítrea, la microestructura inicial y las condiciones de procesamiento.

También se encontró que la reducción de la obsidiana a polvo modifica de manera significativa su respuesta frente al calentamiento. La pérdida de continuidad de la matriz vítrea impide que el material conserve la expansión natural observada en la roca monolítica y favorece, en cambio, su densificación durante el tratamiento térmico. Este resultado fue decisivo, porque permitió reconocer dos comportamientos contrastantes, pero aprovechables, de un mismo material: la expansión de la roca cuando conserva su integridad y la consolidación del polvo cuando dicha continuidad se interrumpe. A partir de esta diferencia fue posible orientar el aprovechamiento de la obsidiana hacia rutas de transformación distintas, tanto para la generación de porosidad como para la obtención de piezas densificadas.

Se definieron tres formas de aprovechamiento. La primera consistió en el uso directo de la roca monolítica, cuya matriz vítrea permitió generar porosidad sin aditivos químicos bajo tratamientos térmicos adecuados. La segunda se orientó a la obtención de espumas vítreas a partir de polvo de obsidiana, mediante formulaciones capaces de restituir o inducir la expansión perdida después de la molienda. La tercera correspondió a la fabricación de obsidiana reconstituida, donde la ausencia de expansión del polvo se aprovechó para consolidar piezas estéticas, ornamentales y funcionales mediante densificación térmica. Esta ruta permitió controlar los parámetros de procesamiento que inciden en la apariencia y el acabado final del material, ya sea para obtener piezas con rasgos visuales cercanos a los de la roca de partida o para generar variaciones deliberadas en su coloración y textura superficial.

Estas tres formas de transformación mostraron que la obsidiana del Cerro de las Navajas posee una versatilidad mayor a la que tradicionalmente se le ha atribuido. De esta manera, el comportamiento térmico de la obsidiana dejó de ser solo un fenómeno de estudio y se convirtió en la base para desarrollar rutas de valorización diferenciadas.

El trabajo permitió pasar del conocimiento del material a su aprovechamiento tecnológico. Esta relación entre conocimiento científico y aplicación tecnológica constituye uno de los aportes centrales de la tesis, ya que demuestra que las propiedades de la obsidiana pueden controlarse mediante el control de su microestructura, su forma física y sus condiciones térmicas.

La investigación también cumplió una función importante desde el punto de vista de la valorización de fragmentos de obsidiana. Durante la extracción, talla y desbaste de la roca se generan materiales que con frecuencia quedan fuera de los usos artesanales convencionales. En este trabajo se demostró que dichos fragmentos pueden reincorporarse como materia prima para obtener materiales porosos, espumas vítreas o piezas reconstituidas. Esto amplía las posibilidades de aprovechamiento de la roca y reduce la dependencia de su uso exclusivo como material ornamental tallado.

El aprovechamiento de la obsidiana residual es de importancia ambiental, económica y social. En el plano ambiental, el aprovechamiento de los fragmentos producidos durante la extracción y procesamiento de la roca contribuye a disminuir la acumulación de residuos. En el plano económico, la generación de nuevas rutas de transformación permite diversificar los productos derivados de la obsidiana y ampliar sus posibles salidas productivas. En el plano social, la investigación reconoce el valor de una actividad que sostiene a familias y comunidades vinculadas con la extracción, manufactura y comercialización de esta roca.

La dimensión social de este trabajo es especialmente relevante. La obsidiana del Cerro de las Navajas no es únicamente un recurso geológico; forma parte de la identidad de Nopalillo y de una tradición productiva que se ha conservado durante generaciones. Alrededor de esta roca se han desarrollado oficios, saberes, prácticas comerciales, vínculos familiares y una cultura propia. Por ello, su valorización no solo representa una alternativa técnica, sino también una forma de visibilizar y dignificar una actividad con profundo arraigo histórico y social.

La tesis permitió acercar la ciencia de materiales a una problemática territorial concreta. La transformación de fragmentos de obsidiana en nuevos materiales mostró que la investigación científica puede dialogar con actividades productivas tradicionales y aportar herramientas para fortalecerlas. La valorización de esta roca no implica desplazar su valor artesanal, sino ampliar sus posibilidades de uso mediante procesos que respetan su origen, su identidad y su importancia cultural.

De esta manera, la investigación atendió dos necesidades complementarias. Por una parte, cubrió una carencia científica relacionada con el comportamiento térmico de la obsidiana del Cerro de las Navajas. Por otra, respondió a una necesidad tecnológica y social asociada con el aprovechamiento de los fragmentos generados durante su extracción y transformación. Esta relación permitió demostrar que una roca históricamente apreciada por su belleza y utilidad puede adquirir nuevas funciones en el presente.

La obsidiana tuvo un papel fundamental en el desarrollo de las antiguas sociedades mesoamericanas y los resultados obtenidos en esta investigación demostraron que posee cualidades capaces de satisfacer las demandas de la sociedad contemporáneas. A través de su estudio, fue posible identificar propiedades que permanecían poco exploradas y transformarlas en alternativas materiales con sentido científico, tecnológico, ambiental y social.

6.2 General conclusions

The present research systematically examined the physicochemical and thermal behavior of Cerro de las Navajas obsidian under different processing conditions. Although this rock has long been recognized for its historical, cultural, and artisanal importance, its response to controlled heating had not previously been analyzed with the level of detail addressed in this work. Through the initial characterization, the thermal treatments, and the transformation routes developed, the objective of evaluating its valorization potential as a raw material for new materials was achieved.

The study showed that the glassy nature, chemical composition, and microstructure of Cerro de las Navajas obsidian are features that give rise to a thermally exploitable response. One of the main contributions of this thesis was the study and demonstration of the mechanisms that govern the expansion of this obsidian when subjected to suitable thermal treatments. This allowed a first route of utilization to be identified: the direct use of the monolithic rock as a material capable of generating porosity from its own internal characteristics. Thus, a direct relationship was established between structure, microstructure, processing, and the final behavior of the material.

The research also established that expansion does not depend solely on chemical composition. Although the obsidian varieties studied had a similar compositional basis, their thermal response varied according to their initial microstructural characteristics. Pre-existing porosity and the presence of internal heterogeneities affected the way in which the material developed expansion during heating. These results showed that the expansive behavior of obsidian is strongly governed by the interaction between the glassy structure, the initial microstructure, and the processing conditions.

It was also found that reducing the obsidian to powder significantly modifies its response to heating. The loss of continuity of the glassy matrix prevents the material from preserving the natural expansion observed in the monolithic rock and instead promotes densification during thermal treatment. This result was decisive because it revealed two contrasting but exploitable behaviors of the same material: the expansion of the rock when its integrity is preserved, and the consolidation of the powder when such continuity is interrupted. Based on this difference, the use of obsidian could be directed toward distinct transformation routes, both for the generation of porosity and for the production of densified pieces.

Three forms of utilization were defined. The first consisted of the direct use of the monolithic rock, whose glassy matrix allowed porosity to be generated without chemical additives under suitable thermal treatments. The second was aimed at obtaining glass foams from obsidian powder through formulations capable of restoring or inducing the expansion lost after grinding. The third corresponded to the fabrication of reconstituted obsidian, in which the lack of expansion in the powder was exploited to consolidate aesthetic, ornamental, and functional pieces through thermal densification. This route made it possible to control the processing parameters that affect the appearance and final finish of the material, either to obtain pieces with visual features close to those of the starting rock or to generate deliberate variations in color and surface texture.

These three forms of transformation showed that Cerro de las Navajas obsidian possesses greater versatility than has traditionally been attributed to it. Thus, the thermal behavior of obsidian ceased to be only a phenomenon of scientific study and became the basis for developing differentiated valorization routes.

This work enabled the transition from knowledge of the material to its technological use. This relationship between scientific understanding and technological application constitutes one of the central contributions of the

thesis, as it demonstrates that the properties of obsidian can be controlled through its microstructure, physical state, and thermal processing conditions.

The research also made an important contribution from the perspective of valorizing obsidian fragments. During the extraction, carving, and roughing of the rock, fragments are generated that often fall outside conventional artisanal uses. This work demonstrated that such fragments can be reincorporated as raw material to obtain porous materials, glass foams, or reconstituted pieces. This expands the possibilities for using the rock and reduces dependence on its exclusive use as a carved ornamental material.

The use of residual obsidian is of environmental, economic, and social importance. From an environmental perspective, the incorporation of fragments produced during the extraction and processing of the rock contributes to reducing waste accumulation. From an economic perspective, the development of new transformation routes makes it possible to diversify obsidian-derived products and broaden their potential productive applications. From a social perspective, the research recognizes the value of an activity that supports families and communities linked to the extraction, manufacture, and commercialization of this rock.

The social dimension of this work is especially relevant. Cerro de las Navajas obsidian is not merely a geological resource; it forms part of the identity of Nopalillo and of a productive tradition that has been preserved for generations. Around this rock, trades, knowledge, commercial practices, family ties, and a distinct culture have developed. For this reason, its valorization represents not only a technical alternative, but also a way of making visible and dignifying an activity with deep historical and social roots.

The thesis brought materials science closer to a specific territorial problem. The transformation of obsidian fragments into new materials showed that scientific research can engage with traditional productive activities and provide tools to strengthen them. The valorization of this rock does not imply

displacing its artisanal value, but rather expanding its possibilities of use through processes that respect its origin, identity, and cultural importance.

The research therefore addressed two complementary needs. On the one hand, it filled a scientific gap related to the thermal behavior of Cerro de las Navajas obsidian. On the other hand, it responded to a technological and social need associated with the use of fragments generated during its extraction and transformation. This relationship demonstrated that a rock historically appreciated for its beauty and usefulness can acquire new functions in the present.

Obsidian played a fundamental role in the development of ancient Mesoamerican societies, and the results obtained in this research demonstrated that it possesses qualities capable of meeting the needs of contemporary society. Through its study, properties that had remained little explored were identified and transformed into material alternatives with scientific, technological, environmental, and social significance.

6.3 Limitaciones del estudio

Si bien esta investigación permitió avanzar en el entendimiento del comportamiento de la obsidiana del Cerro de las Navajas bajo tratamientos térmicos, su alcance estuvo condicionado por la amplia diversidad macroscópica del material presente en el yacimiento. Las diferencias de coloración, textura, vesiculación, densidad y presencia de regiones cristalinas impidieron estudiar todas las variantes con los recursos, equipos y tiempo disponibles. Por ello, los resultados obtenidos representan condiciones contrastantes, pero no cubren toda la variabilidad de la obsidiana del Cerro de las Navajas.

La caracterización a alta temperatura presentó limitaciones instrumentales. No se contó con técnicas que permitieran observar directamente la formación de poros durante el calentamiento ni medir de forma directa la viscosidad o el punto de reblandecimiento de la obsidiana. Debido a la naturaleza expansiva del material, la formación de poros en las muestras dificulta el uso de métodos convencionales de medición. Por esta razón, la relación entre transición vítrea, reblandecimiento, viscosidad y expansión se interpretó a partir del comportamiento físico observado.

El análisis de las regiones cristalinas también estuvo limitado por la heterogeneidad natural de la roca. Aunque fue posible reconocer su presencia y relacionarla con diferencias en la respuesta térmica, no se controló con precisión su cantidad, tamaño y distribución en cada muestra.

La caracterización de especies volátiles se realizó únicamente a partir de polvo de obsidiana, debido a las condiciones de operación del equipo

disponible. Sin embargo, resulta relevante estudiar también fragmentos de mayor tamaño, analizando los gases atrapados en los poros preexistentes. Este análisis requeriría equipos de alta temperatura acoplados a sistemas de detección de gases, capaces de trabajar con muestras monolíticas y no solo con material pulverizado.

Otra limitación del estudio fue la imposibilidad de evaluar enfriamientos rápidos. Aunque se trabajó con enfriamientos lentos o moderados, no se contó con un sistema capaz de aplicar descensos bruscos de temperatura a tasas altas y controladas. Esta variable puede modificar la conservación de la estructura porosa formada a alta temperatura, ya que un enfriamiento rápido podría inmovilizar la matriz vítrea antes de una contracción significativa, pero también generar gradientes térmicos, esfuerzos internos, fisuración o colapso local de la porosidad. Por ello, los resultados obtenidos no permiten determinar cómo tasas de enfriamiento más elevadas afectarían la estabilidad geométrica y microestructural de las muestras expandidas.

6.4 Perspectivas futuras

Una línea relevante de continuidad consiste en profundizar en la estructura vítrea de la obsidiana mediante técnicas sensibles al orden local, como la función de distribución de pares (PDF, Pair Distribution Function). Si bien los difractogramas de rayos X no evidenciaron cambios estructurales después de los tratamientos térmicos, no puede descartarse la existencia de modificaciones locales en la matriz vítrea. El análisis mediante PDF permitiría evaluar variaciones en las distancias interatómicas, el orden de corto alcance, así como posibles reorganizaciones estructurales no detectables por DRX convencional. Esta aproximación aportaría información más detallada sobre la estabilidad de la fase amorfa durante el calentamiento y su relación con la expansión, la viscosidad y la retención de volátiles.

También sería necesario realizar un estudio más específico de las zonas de cristalización presentes en la obsidiana. Aunque en este trabajo se identificó su influencia sobre la expansión, su papel requiere una caracterización más profunda, tanto en estado inicial como después de los tratamientos térmicos. En particular, sería relevante evaluar a detalle su composición, distribución, y evolución con la temperatura. Esto permitiría comprender mejor los factores que favorecen su formación y crecimiento en la obsidiana, así como su posible relación con la composición química local, la microestructura preexistente y las diferencias observadas entre distintas variedades del material.

Otra línea de trabajo consiste en ampliar el intervalo térmico por encima de 1200 °C. Los tratamientos realizados en esta tesis permitieron identificar la región de expansión y la pérdida progresiva de estabilidad geométrica a

temperaturas elevadas; sin embargo, no se evaluó la respuesta del material a temperaturas superiores de 1200 °C. Estudiar ese intervalo permitiría analizar posibles cambios asociados con mayor deformación viscosa, colapso de poros, coalescencia, cristalización, pérdida de estabilidad geométrica o modificaciones adicionales de la matriz vítrea.

Asimismo, sería conveniente diversificar los tamaños de muestra y evaluar geometrías distintas. Una mayor cantidad de tamaños permitiría construir un modelo matemático más preciso para relacionar el tamaño de muestra, la porosidad inicial, la presión interna del gas y la expansión volumétrica. Esta línea de trabajo contribuiría a refinar la descripción del comportamiento expansivo de la obsidiana y a fortalecer su proyección hacia modelos predictivos aplicables a diferentes escalas y configuraciones geométricas.

En el caso de las espumas obtenidas a partir de polvo, una línea futura consiste en evaluar nuevos agentes espumantes y fundentes, así como mezclas entre ellos, para ampliar las posibilidades de formulación. Esto permitiría comparar el efecto de distintos aditivos y combinaciones sobre la densidad, la porosidad, la distribución de tamaño de poro, la resistencia mecánica y la conductividad térmica, además de identificar sus ventajas y limitaciones. También sería pertinente estudiar distintas rampas de calentamiento y enfriamiento, debido a su posible influencia sobre la expansión, la estabilidad dimensional y la estructura porosa final. Además, en una etapa posterior, sería relevante evaluar la fabricación de estas espumas a escala piloto o preindustrial, con el fin de analizar la viabilidad del proceso en condiciones más cercanas a una producción de mayor escala.

Para las piezas de obsidiana reconstituida, una línea futura consiste en explorar geometrías tridimensionales más complejas y de mayor tamaño, mediante rutas de conformado más versátiles. En este sentido, sería pertinente evaluar procesos de fabricación aditiva, como la impresión 3D por extrusión, ya que esta técnica podría ampliar las posibilidades de diseño

geométrico y permitir la obtención de piezas con formas más elaboradas. Además, el polvo de obsidiana podría explorarse en otras aplicaciones basadas en su conformado y consolidación térmica. Su composición rica en sílice y su naturaleza vítrea permiten considerarlo como una materia prima potencial para el desarrollo de superficies, recubrimientos o piezas funcionales con distintos acabados y requerimientos de desempeño.

Referencias

- [1] Cowes DA, Salgán ML, Mieza JI, Gómez MP. Técnicas de ultrasonido para la caracterización de vidrios volcánicos. *Tecnura* 2019;23:27–37. <https://doi.org/10.14483/22487638.14928>.
- [2] Donato P, Donato S, Barba L, Crisci GM, Crocco MC, Davoli M, et al. Influence of Chemical Composition and Microvesiculation on the Chromatic Features of the Obsidian of Sierra de las Navajas (Hidalgo, Mexico). *Minerals* 2022;12:177. <https://doi.org/10.3390/min12020177>.
- [3] Acosta Ochoa G, García Gómez VH. La importancia de la obsidiana de Otumba durante el período Arcaico en la Cuenca de México: Un análisis mediante pXRF. *Latin American Antiquity* 2022;33:773–90. <https://doi.org/10.1017/laq.2022.17>.
- [4] Pérez AE, Sacchi M, Lucero G, Giesso M. Análisis de obsidianas a partir de técnicas no destructivas: Registro occidental cordillerano de obsidiana del grupo químico CP-LL1 en contextos alfareros tempranos del área centro sur de Chile. *Latin American Antiquity* 2023;34:314–28. <https://doi.org/10.1017/laq.2022.23>.
- [5] Glascock MD, Braswell GE, Cobean RH. A Systematic Approach to Obsidian Source Characterization. *Archaeological Obsidian Studies*, Boston, MA: Springer US; 1998, p. 15–65. https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9276-8_2.
- [6] Donato P, Barba L, De Rosa R, Niceforo G, Pastrana A, Donato S, et al. Green, grey and black: A comparative study of Sierra de las Navajas (Mexico) and Lipari (Italy) obsidians. *Quaternary International* 2018;467:369–90. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2017.11.021>.
- [7] Cruz-Pérez MA, Canet C, Pastrana A, Domínguez-Peláez S, Morelos-Rodríguez L, Carcavilla L, et al. Green and Golden Obsidian of “Cerro de Las Navajas”, Hidalgo (Mexico): Geoarchaeological Heritage That Deserves International Recognition. *Geoheritage* 2021;13:92. <https://doi.org/10.1007/s12371-021-00610-7>.
- [8] Montiel Y. Artesanía con Obsidiana. *Cultura Hidalgo* 2023. <https://memoria.culturahidalgo.gob.mx/patrimonio-inmaterial/artesania-con-obsidiana/> (accessed March 12, 2026).

- [9] Sormunen P, Kärki T. Recycled construction and demolition waste as a possible source of materials for composite manufacturing. *Journal of Building Engineering* 2019;24:100742. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2019.100742>.
- [10] Silva-Urrego Y, Delvasto-Arjona S. Uso de residuos de construcción y demolición como material cementicio suplementario y agregado grueso reciclado en concretos autocompactantes. *Informador Técnico* 2020;85. <https://doi.org/10.23850/22565035.2502>.
- [11] Valverde Fernández S. Caracterización físico-mecánica del hormigón estructural fabricado con áridos reciclados: comparativa experimental con sustitución de áridos finos y gruesos = Physical-mechanical characterization of the structural concrete made with recycled aggregates: experimental comparative with substitution of fine and coarse aggregates. *Anales de Edificación* 2017;3:24. <https://doi.org/10.20868/ade.2017.3532>.
- [12] Pastrana-Ayala J, Silva-Urrego Y, Adrada-Molano J, Delvasto-Arjona S. PROPIEDADES FÍSICO-MECÁNICAS DE CONCRETOS AUTOCOMPACTANTES PRODUCIDOS CON POLVO DE RESIDUO DE CONCRETO. *Informador Técnico* 2019. <https://doi.org/10.23850/22565035.2170>.
- [13] Janani R, Kaveri V. A critical literature review on reuse and recycling of construction waste in construction industry. *Mater Today Proc* 2021;37:3077–81. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.015>.
- [14] Domínguez A, Domínguez MI, Ivanova S, Centeno MA, Odriozola JA. Recycling of construction and demolition waste generated by building infrastructure for the production of glassy materials. *Ceram Int* 2016;42:15217–23. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.06.157>.
- [15] Monich PR, Romero AR, Höllen D, Bernardo E. Porous glass-ceramics from alkali activation and sinter-crystallization of mixtures of waste glass and residues from plasma processing of municipal solid waste. *J Clean Prod* 2018;188:871–8. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.03.167>.
- [16] Rincon Romero A, Salvo M, Bernardo E. Up-cycling of vitrified bottom ash from MSWI into glass-ceramic foams by means of ‘inorganic gel casting’ and sinter-crystallization. *Constr Build Mater* 2018;192:133–40. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.135>.
- [17] Ogundairo TO, Adegoke DD, Akinwumi II, Olofinnade OM. Sustainable use of recycled waste glass as an alternative material for building construction – A review. *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* 2019;640:012073. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/640/1/012073>.

- [18] Zhang J, Liu B, Zhao S, Shen H, Liu J, Zhang S. Preparation and characterization of glass ceramic foams based on municipal solid waste incineration ashes using secondary aluminum ash as foaming agent. *Constr Build Mater* 2020;262:120781. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120781>.
- [19] Qaidi S, Najm HM, Abed SM, Özkılıç YO, Al Dughaisi H, Alostta M, et al. Concrete Containing Waste Glass as an Environmentally Friendly Aggregate: A Review on Fresh and Mechanical Characteristics. *Materials* 2022;15:6222. <https://doi.org/10.3390/ma15186222>.
- [20] Karamanov A, Karamanova E, Avdeev G, Piroeva I. Structure and phase composition of ceramics based on pre-treated municipal incinerator bottom ash. *Open Ceramics* 2023;16:100437. <https://doi.org/10.1016/j.oceram.2023.100437>.
- [21] Tramontin Souza M, Onghero L, Batista Passos A, Simão L, Honorato Piva R, Longuini Repette W, et al. Sustainable glass foams produced with stone waste as a pore-forming agent: Assessing the role of heating rate in foamability and glass foams recyclability. *J Clean Prod* 2022;338:130596. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.130596>.
- [22] Zhang J, Liu B, Zhao S, Shen H, Liu J, Zhang S. Preparation and characterization of glass ceramic foams based on municipal solid waste incineration ashes using secondary aluminum ash as foaming agent. *Constr Build Mater* 2020;262:120781. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120781>.
- [23] Liu Y, Xie J, Hao P, Shi Y, Xu Y, Ding X. Study on Factors Affecting Properties of Foam Glass Made from Waste Glass. *J Renew Mater* 2021;9:237–53. <https://doi.org/10.32604/jrm.2021.012228>.
- [24] da Silva RC, Puglieri FN, de Genaro Chiroli DM, Bartmeyer GA, Kubaski ET, Tebcherani SM. Recycling of glass waste into foam glass boards: A comparison of cradle-to-gate life cycles of boards with different foaming agents. *Science of The Total Environment* 2021;771:145276. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145276>.
- [25] Michael Scheffler PC. Cellular Ceramics Structure, Manufacturing, Properties and Applications. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim; 2005.
- [26] Giachetti T, Gonnermann HM, Gardner JE, Shea T, Gouldstone A. Discriminating secondary from magmatic water in rhyolitic matrix-glass of volcanic pyroclasts using thermogravimetric analysis. *Geochim Cosmochim Acta* 2015;148:457–76. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2014.10.017>.

- [27] Bagdassarov NS, Dingwell DB. Deformation of foamed rhyolites under internal and external stresses: an experimental investigation. *Bull Volcanol* 1993;55:147–54. <https://doi.org/10.1007/BF00301512>.
- [28] Safaryan A, Sarkisyan T, Paytyan T, Baghdagyulyan A. Obsidian expansion kinetics. *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* 2020;918:012103. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/918/1/012103>.
- [29] Safaryan A, Sargsyan T, Kalantaryan M, Melyan H. Ultralight large grain porous material - expanded obsidian. *E3S Web of Conferences* 2019;97:02038. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/20199702038>.
- [30] Zhang Y. H₂O in rhyolitic glasses and melts: Measurement, speciation, solubility, and diffusion. *Reviews of Geophysics* 1999;37:493–516. <https://doi.org/10.1029/1999RG900012>.
- [31] Zachariasen WH. THE ATOMIC ARRANGEMENT IN GLASS. *J Am Chem Soc* 1932;54:3841–51. <https://doi.org/10.1021/ja01349a006>.
- [32] Greaves GN, Fontaine A, Lagarde P, Raoux D, Gurman SJ. Local structure of silicate glasses. *Nature* 1981;293:611–6. <https://doi.org/10.1038/293611a0>.
- [33] Eckersley MC, Gaskell PH, Barnes AC, Chieux P. Structural ordering in a calcium silicate glass. *Nature* 1988;335:525–7. <https://doi.org/10.1038/335525a0>.
- [34] Sun K. FUNDAMENTAL CONDITION OF GLASS FORMATION*. *Journal of the American Ceramic Society* 1947;30:277–81. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1947.tb19654.x>.
- [35] Hashimoto H, Onodera Y, Tahara S, Kohara S, Yazawa K, Segawa H, et al. Structure of alumina glass. *Sci Rep* 2022;12:516. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-04455-6>.
- [36] Stebbins JF, Xu Z. NMR evidence for excess non-bridging oxygen in an aluminosilicate glass. *Nature* 1997;390:60–2. <https://doi.org/10.1038/36312>.
- [37] Wang Y, Sakamaki T, Skinner LB, Jing Z, Yu T, Kono Y, et al. Atomistic insight into viscosity and density of silicate melts under pressure. *Nat Commun* 2014;5:3241. <https://doi.org/10.1038/ncomms4241>.
- [38] Kelsey KE, Allwardt JR, Stebbins JF. Ca–Mg mixing in aluminosilicate glasses: An investigation using ¹⁷O MAS and ³QMAS and ²⁷Al MAS NMR. *J Non Cryst Solids* 2008;354:4644–53. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2008.05.049>.

- [39] Novikov VN, Sokolov AP. Temperature Dependence of Structural Relaxation in Glass-Forming Liquids and Polymers. *Entropy* 2022;24:1101. <https://doi.org/10.3390/e24081101>.
- [40] Schmelzer JWP, Tropin T V. Dependence of the width of the glass transition interval on cooling and heating rates. *J Chem Phys* 2013;138. <https://doi.org/10.1063/1.4775802>.
- [41] Moynihan CT, Easteal AJ, Wilder J, Tucker J. Dependence of the glass transition temperature on heating and cooling rate. *J Phys Chem* 1974;78:2673–7. <https://doi.org/10.1021/j100619a008>.
- [42] glass-transition temperature. The IUPAC Compendium of Chemical Terminology, Research Triangle Park, NC: International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC); 2014. <https://doi.org/10.1351/goldbook.G02641>.
- [43] Kuiken HK. Viscous sintering: the surface-tension-driven flow of a liquid form under the influence of curvature gradients at its surface. *J Fluid Mech* 1990;214:503–15. <https://doi.org/10.1017/S0022112090000234>.
- [44] Hui H, Zhang Y. Toward a general viscosity equation for natural anhydrous and hydrous silicate melts. *Geochim Cosmochim Acta* 2007;71:403–16. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2006.09.003>.
- [45] Baasner A, Schmidt BC, Webb SL. The effect of chlorine, fluorine and water on the viscosity of aluminosilicate melts. *Chem Geol* 2013;357:134–49. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2013.08.020>.
- [46] Kondratiev A, Khvan AV. Analysis of viscosity equations relevant to silicate melts and glasses. *J Non Cryst Solids* 2016;432:366–83. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2015.10.033>.
- [47] Kondratiev A, Khvan AV. Analysis of viscosity equations relevant to silicate melts and glasses. *J Non Cryst Solids* 2016;432:366–83. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2015.10.033>.
- [48] Giordano D, Russell JK, Dingwell DB. Viscosity of magmatic liquids: A model. *Earth Planet Sci Lett* 2008;271:123–34. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2008.03.038>.
- [49] Prado MO, Benedetto FE. Assigning Viscosity Values in the Glass Softening Temperature Range. *Materials* 2023;16:1596. <https://doi.org/10.3390/ma16041596>.
- [50] Viscosity of Glass Forming Melts. Introduction to Glass Science and Technology, The Royal Society of Chemistry; 2020, p. 115–42. <https://doi.org/10.1039/BK9781839161414-00115>.

- [51] Prado MO, Benedetto FE. Assigning Viscosity Values in the Glass Softening Temperature Range. *Materials* 2023;16:1596. <https://doi.org/10.3390/ma16041596>.
- [52] Test Method for Softening Point of Glass 2024. <https://doi.org/10.1520/C0338-24>.
- [53] Wadsworth FB, Vasseur J, Llewellyn EW, Schaubroth J, Dobson KJ, Scheu B, et al. Sintering of viscous droplets under surface tension. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 2016;472:20150780. <https://doi.org/10.1098/rspa.2015.0780>.
- [54] Gardner JE, Hilton M, Carroll MR. Bubble growth in highly viscous silicate melts during continuous decompression from high pressure. *Geochim Cosmochim Acta* 2000;64:1473–83. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(99\)00436-6](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(99)00436-6).
- [55] Seligman AN, Bindeman IN, Watkins JM, Ross AM. Water in volcanic glass: From volcanic degassing to secondary hydration. *Geochim Cosmochim Acta* 2016;191:216–38. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2016.07.010>.
- [56] Tamic N, Behrens H, Holtz F. The solubility of H₂O and CO₂ in rhyolitic melts in equilibrium with a mixed CO₂–H₂O fluid phase. *Chem Geol* 2001;174:333–47. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(00\)00324-7](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(00)00324-7).
- [57] Lowenstern JB. A review of the contrasting behavior of two magmatic volatiles: chlorine and carbon dioxide. *J Geochem Explor* 2000;69–70:287–90. [https://doi.org/10.1016/S0375-6742\(00\)00075-3](https://doi.org/10.1016/S0375-6742(00)00075-3).
- [58] Stolper E. The speciation of water in silicate melts. *Geochim Cosmochim Acta* 1982;46:2609–20. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(82\)90381-7](https://doi.org/10.1016/0016-7037(82)90381-7).
- [59] Silver L, Stolper E. A Thermodynamic Model for Hydrous Silicate Melts. *J Geol* 1985;93:161–77. <https://doi.org/10.1086/628938>.
- [60] McMillan PF, Jakobsson S, Holloway JR, Silver LA. A note on the Raman spectra of water-bearing albite glasses. *Geochim Cosmochim Acta* 1983;47:1937–43. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(83\)90211-9](https://doi.org/10.1016/0016-7037(83)90211-9).
- [61] Silver LA, Ihinger PD, Stolper E. The influence of bulk composition on the speciation of water in silicate glasses. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 1990;104:142–62. <https://doi.org/10.1007/BF00306439>.
- [62] McIntosh IM, Llewellyn EW, Humphreys MCS, Nichols ARL, Burgisser A, Schipper CI, et al. Distribution of dissolved water in magmatic glass records growth and resorption of bubbles. *Earth Planet Sci Lett* 2014;401:1–11. <https://doi.org/10.1016/j.epsl.2014.05.037>.

- [63] Friedman I, Long W. Volcanic glasses, their origins and alteration processes. *J Non Cryst Solids* 1984;67:127–33. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(84\)90144-3](https://doi.org/10.1016/0022-3093(84)90144-3).
- [64] Zhang Y, Ni H. Diffusion of H, C, and O Components in Silicate Melts. *Rev Mineral Geochem* 2010;72:171–225. <https://doi.org/10.2138/rmg.2010.72.5>.
- [65] Zhang Y, Stolper EM, Wasserburg GJ. Diffusion of water in rhyolitic glasses. *Geochim Cosmochim Acta* 1991;55:441–56. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(91\)90003-N](https://doi.org/10.1016/0016-7037(91)90003-N).
- [66] Wallace PJ, Plank T, Edmonds M, Hauri EH. Volatiles in Magmas. *The Encyclopedia of Volcanoes*, Elsevier; 2015, p. 163–83. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385938-9.00007-9>.
- [67] Mullens J. EGA - Evolved Gas Analysis, 1998, p. 509–46. [https://doi.org/10.1016/S1573-4374\(98\)80015-0](https://doi.org/10.1016/S1573-4374(98)80015-0).
- [68] Hauri E, Wang J, Dixon JE, King PL, Mandeville C, Newman S. SIMS analysis of volatiles in silicate glasses. *Chem Geol* 2002;183:99–114. [https://doi.org/10.1016/S0009-2541\(01\)00375-8](https://doi.org/10.1016/S0009-2541(01)00375-8).
- [69] Pitkänen I, Huttunen J, Halttunen H, Vesterinen R. Evolved Gas Analysis of Some Solid Fuels by TG-FTIR. *J Therm Anal Calorim* 1999;56:1253–9. <https://doi.org/10.1023/A:1010185818746>.
- [70] Angelopoulos PM, Manic N, Jankovic B, Taxiarchou M. Thermal decomposition of volcanic glass (rhyolite): Kinetic deconvolution of dehydration and dehydroxylation process. *Thermochim Acta* 2022;707:179082. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2021.179082>.
- [71] Frisch MA, Giess EA. Thermal Desorption Kinetics of Water from Glass Powders Studied by Knudsen Effusion Mass Spectroscopy. *Materials Chemistry at High Temperatures*, Totowa, NJ: Humana Press; 1990, p. 175–85. https://doi.org/10.1007/978-1-4612-0481-7_13.
- [72] König J, Petersen RR, Yue Y, Suvorov D. Gas-releasing reactions in foam-glass formation using carbon and Mn_xO_y as the foaming agents. *Ceram Int* 2017;43:4638–46. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.12.133>.
- [73] Petersen RR, König J, Yue Y. The viscosity window of the silicate glass foam production. *J Non Cryst Solids* 2017;456:49–54. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrsol.2016.10.041>.
- [74] König J, Petersen RR, Yue Y, Suvorov D. Gas-releasing reactions in foam-glass formation using carbon and Mn_xO_y as the foaming agents. *Ceram Int* 2017;43:4638–46. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.12.133>.

- [75] Ioana A, Paunescu L, Constantin N, Pollifroni M, Deonise D, Petcu FS. Glass Foam from Flat Glass Waste Produced by the Microwave Irradiation Technique. *Micromachines* (Basel) 2022;13:550. <https://doi.org/10.3390/mi13040550>.
- [76] Fedorov AG, Pilon L. Glass foams: formation, transport properties, and heat, mass, and radiation transfer. *J Non Cryst Solids* 2002;311:154–73. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(02\)01376-5](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(02)01376-5).
- [77] Kanchika S, Wakai F. Surface tension-pressure superposition principle for anisotropic shrinkage of an ellipsoidal pore in viscous sintering. *J Eur Ceram Soc* 2018;38:4283–9. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.05.015>.
- [78] Petersen RR, König J, Yue Y. The viscosity window of the silicate glass foam production. *J Non Cryst Solids* 2017;456:49–54. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2016.10.041>.
- [79] Proussevitch AA, Sahagian DL, Kutolin VA. Stability of foams in silicate melts. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 1993;59:161–78. [https://doi.org/10.1016/0377-0273\(93\)90084-5](https://doi.org/10.1016/0377-0273(93)90084-5).
- [80] Dubosq R, Schneider DA, Zhou X, Gault B, Langelier B, Pleše P. Bubbles and atom clusters in rock melts: A chicken and egg problem. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 2022;428:107574. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2022.107574>.
- [81] Hurwitz S, Navon O. Bubble nucleation in rhyolitic melts: Experiments at high pressure, temperature, and water content. *Earth Planet Sci Lett* 1994;122:267–80. [https://doi.org/10.1016/0012-821X\(94\)90001-9](https://doi.org/10.1016/0012-821X(94)90001-9).
- [82] Zhou Y, Zhang J, Chen Y, Liu S. On the isothermal sintering behavior and transparency of glass powders. *J Non Cryst Solids* 2021;571:121024. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2021.121024>.
- [83] Cann JR, Renfrew C. The Characterization of Obsidian and its application to the Mediterranean Region. *Proceedings of the Prehistoric Society* 1964;30:111–33. <https://doi.org/10.1017/S0079497X00015097>.
- [84] Kennedy E, Sari B, Scott MC. Chemical and Structural Alterations in the Amorphous Structure of Obsidian due to Nanolites. *Microscopy and Microanalysis* 2022;28:289–95. <https://doi.org/10.1017/S1431927621013957>.
- [85] Cassetta M, Di Genova D, Zanatta M, Boffa Ballaran T, Kurnosov A, Giarola M, et al. Estimating the viscosity of volcanic melts from the vibrational properties of their parental glasses. *Sci Rep* 2021;11. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-92407-5>.

- [86] Tuffen H, Flude S, Berlo K, Wadsworth F, Castro J. Obsidian. *Encyclopedia of Geology*, Elsevier; 2021, p. 196–208. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409548-9.12527-8>.
- [87] Ericson JE, Makishima A, Mackenzie JD, Berger R. Chemical and physical properties of obsidian: a naturally occurring glass. *J Non Cryst Solids* 1975;17:129–42. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(75\)90120-9](https://doi.org/10.1016/0022-3093(75)90120-9).
- [88] López-Velarde GA, Vidal-Solano JR, Pastrana A. Geo-Identity of the Most Exploited Underground Obsidian Deposit in Mesoamerica: Cartography, Petrography, and Geochemistry of the Sierra de las Navajas, Hidalgo, Mexico. *Minerals* 2025;15:629. <https://doi.org/10.3390/min15060629>.
- [89] Cruz-Pérez MA, Canet C, Pastrana A, Domínguez-Peláez S, Morelos-Rodríguez L, Carcavilla L, et al. Green and Golden Obsidian of “Cerro de Las Navajas”, Hidalgo (Mexico): Geoarchaeological Heritage That Deserves International Recognition. *Geoheritage* 2021;13:92. <https://doi.org/10.1007/s12371-021-00610-7>.
- [90] Safaryan A, Sarkisyan T, Paytyan T, Kalantaryan M, Baghdagyulyan A. Expanded obsidian as a soil aerator, its porosity, physical and mechanical characteristics. *E3S Web of Conferences* 2020;175:09019. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202017509019>.
- [91] Safaryan A, Sarkisyan T, Paytyan T, Baghdagyulyan A. The origin and bloating of the obsidian. *E3S Web of Conferences* 2020;175:12020. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202017512020>.
- [92] Ishizaki K, Komarneni S, Nanko M. *Porous Materials*. vol. 4. Boston, MA: Springer US; 1998. <https://doi.org/10.1007/978-1-4615-5811-8>.
- [93] Baino F, Kumar Gianchandani P. Porous Glass for Thermal Insulation in Buildings with a Focus on Sustainable Materials and Technologies: Overview and Challenges. *Ceramics* 2025;8:28. <https://doi.org/10.3390/ceramics8010028>.
- [94] König J, Lopez-Gil A, Cimavilla-Roman P, Rodriguez-Perez MA, Petersen RR, Østergaard MB, et al. Synthesis and properties of open- and closed-porous foamed glass with a low density. *Constr Build Mater* 2020;247:118574. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118574>.
- [95] Apkaryan AS, Kudryakov AI. Thermal insulation of pipelines by foamed glass-ceramic. *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* 2015;71:012004. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/71/1/012004>.
- [96] Zhang J, Liu B, Zhang S. A review of glass ceramic foams prepared from solid wastes: Processing, heavy-metal solidification and volatilization, applications.

Science of The Total Environment 2021;781:146727.
<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146727>.

- [97] Souza MT, Maia BGO, Teixeira LB, de Oliveira KG, Teixeira AHB, Novaes de Oliveira AP. Glass foams produced from glass bottles and eggshell wastes. *Process Safety and Environmental Protection* 2017;111:60–4. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2017.06.011>.
- [98] Smiljanić S, Hribar U, Spreitzer M, König J. Water-Glass-Assisted Foaming in Foamed Glass Production. *Ceramics* 2023;6:1646–54. <https://doi.org/10.3390/ceramics6030101>.
- [99] Petersen RR, König J, Smedskjaer MM, Yue Y. Effect of Na₂CO₃ as foaming agent on dynamics and structure of foam glass melts. *J Non Cryst Solids* 2014;400:1–5. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2014.04.029>.
- [100] Petersen RR, König J, Iversen N, Østergaard MB, Yue Y. The foaming mechanism of glass foams prepared from the mixture of Mn₃O₄, carbon and CRT panel glass. *Ceram Int* 2021;47:2839–47. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.09.138>.
- [101] Petersen RR, König J, Yue Y. The mechanism of foaming and thermal conductivity of glasses foamed with MnO₂. *J Non Cryst Solids* 2015;425:74–82. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2015.05.030>.
- [102] Arriagada C, Navarrete I, Lopez M. Understanding the effect of porosity on the mechanical and thermal performance of glass foam lightweight aggregates and the influence of production factors. *Constr Build Mater* 2019;228:116746. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116746>.
- [103] da Silva Fernandes FA, de Oliveira Costa D do S, Rossignolo JA. Influence of Sintering on Thermal, Mechanical and Technological Properties of Glass Foams Produced from Agro-Industrial Residues. *Materials* 2022;15:6669. <https://doi.org/10.3390/ma15196669>.
- [104] Oscar Prado M, Dutra Zanotto E. Glass sintering with concurrent crystallization. 2002.
- [105] Oscar Prado M, Dutra Zanotto E, Müller R. Model for sintering polydispersed glass particles. *J Non Cryst Solids* 2001;279:169–78. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(00\)00399-9](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(00)00399-9).
- [106] Amorós JL, Blasco E, Feliu C, Moreno A. Densification of irregular polydispersed glass particles described as a complex relaxation process. *Open Ceramics* 2022;9:100205. <https://doi.org/10.1016/j.oceram.2021.100205>.

- [107] Prado MO, Zanotto ED, Fredericci C. Sintering polydispersed spherical glass particles. *J Mater Res* 2003;18:1347–54. <https://doi.org/10.1557/JMR.2003.0185>.
- [108] Vasseur J, Wadsworth FB, Lavallée Y, Dingwell DB. Dehydration-driven mass loss from packs of sintering hydrous silicate glass particles. *Journal of the American Ceramic Society* 2023;106:4643–53. <https://doi.org/10.1111/jace.19120>.
- [109] Prado MO, Nascimento MLF, Zanotto ED. On the sinterability of crystallizing glass powders. *J Non Cryst Solids* 2008;354:4589–97. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2008.06.006>.
- [110] Li N, Shen HH, Zhang WJ, Liu SQ. Preparation of Sintered Glass-Ceramics: A Comparison of Different Binders. *Applied Mechanics and Materials* 2014;563:123–6. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.563.123>.
- [111] Andreola F, Lancellotti I, Sergi R, Cannillo V, Barbieri L. Comparison of Three Manufacturing Techniques for Sustainable Porous Clay Ceramics. *Materials* 2020;14:167. <https://doi.org/10.3390/ma14010167>.
- [112] Kumar A, Mohanta K, Kumar D, Parkash O. Green properties of dry-pressed alumina compacts fabricated using sucrose as binder. *Ceram Int* 2014;40:6271–7. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.11.085>.
- [113] Erol M, Küçükbayrak S, Ersoy-Meriçboyu A. The influence of the binder on the properties of sintered glass-ceramics produced from industrial wastes. *Ceram Int* 2009;35:2609–17. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.02.028>.
- [114] Taktak R, Baklouti S, Bouaziz J. Effect of binders on microstructural and mechanical properties of sintered alumina. *Mater Charact* 2011;62:912–6. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.06.011>.
- [115] Tseng WJ, Hsu C-K. Cracking defect and porosity evolution during thermal debinding in ceramic injection moldings. *Ceram Int* 1999;25:461–6. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(98\)00061-3](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(98)00061-3).
- [116] Xianfeng Y, Hehan X, Qinglong H, Zhe Z, Xiewen X, Li Z, et al. Study of thermal degradation mechanism of binders for ceramic injection molding by TGA-FTIR. *Ceram Int* 2019;45:10707–17. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.142>.
- [117] Lewis JA. BINDER REMOVAL FROM CERAMICS. *Annual Review of Materials Science* 1997;27:147–73. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.27.1.147>.
- [118] Bezek L, Lee K-S. Effect of sintering temperature on feature resolution and flexural strength of ceramics fabricated through vat photopolymerization

- additive manufacturing. *Rapid Prototyp J* 2024;30:260–75. <https://doi.org/10.1108/RPJ-04-2024-0166>.
- [119] Yıldız B. Effect of particle size distribution on the properties of celsian based glazes. *Journal of the Australian Ceramic Society* 2024;60:1495–504. <https://doi.org/10.1007/s41779-024-01058-y>.
- [120] Kim S, Kim H. Optical properties of phosphor-in-glass through modification of pore properties for LED packaging. *Opt Mater (Amst)* 2018;75:814–20. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2017.12.003>.
- [121] Porojan L, Vasiliu R-D, Bîrdeanu M-I, Porojan S-D. Surface Characterization and Optical Properties of Reinforced Dental Glass-Ceramics Related to Artificial Aging. *Molecules* 2020;25:3407. <https://doi.org/10.3390/molecules25153407>.
- [122] Lancaster ST, Sahlin E, Oelze M, Ostermann M, Vogl J, Laperche V, et al. Evaluation of X-ray fluorescence for analysing critical elements in three electronic waste matrices: A comprehensive comparison of analytical techniques. *Waste Management* 2024;190:496–505. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2024.10.015>.
- [123] Pope CG. X-Ray Diffraction and the Bragg Equation. *J Chem Educ* 1997;74:129. <https://doi.org/10.1021/ed074p129>.
- [124] Koga D, Kusumi S, Shibata M, Watanabe T. Applications of Scanning Electron Microscopy Using Secondary and Backscattered Electron Signals in Neural Structure. *Front Neuroanat* 2021;15. <https://doi.org/10.3389/fnana.2021.759804>.
- [125] Joy DC. Scanning electron microscopy for materials characterization. *Curr Opin Solid State Mater Sci* 1997;2:465–8. [https://doi.org/10.1016/S1359-0286\(97\)80091-5](https://doi.org/10.1016/S1359-0286(97)80091-5).
- [126] Tromp RM. Energy-dispersive X-ray spectroscopy in a low energy electron microscope. *Ultramicroscopy* 2024;259:113935. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2024.113935>.
- [127] Prasad RD. A critical review on optical microscopic techniques for analysis of biomaterials and nanomaterials. *Engineering and Applied Science Letters* 2025;8:96–120. <https://doi.org/10.30538/psrp-easl2025.0114>.
- [128] Elliott AD. Confocal Microscopy: Principles and Modern Practices. *Curr Protoc Cytom* 2020;92. <https://doi.org/10.1002/cpcy.68>.

- [129] Vásárhelyi L, Kónya Z, Kukovecz Á, Vajtai R. Microcomputed tomography–based characterization of advanced materials: a review. *Mater Today Adv* 2020;8:100084. <https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2020.100084>.
- [130] Dapkunas SJ, Jillavenkatesa A. NIST recommended practice guide : Particle Size Characterization. Gaithersburg, MD: 2001. <https://doi.org/10.6028/NBS.SP.960-1>.
- [131] Le Parlouër P. Simultaneous TG-DSC: a new technique for thermal analysis. *Thermochim Acta* 1987;121:307–22. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(87\)80181-8](https://doi.org/10.1016/0040-6031(87)80181-8).
- [132] Zitomer Fred. Thermogravimetric-mass spectrometric analysis. *Anal Chem* 1968;40:1091–5. <https://doi.org/10.1021/ac60263a045>.
- [133] AENOR. UNE-EN 1936:2007 Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación de la densidad real y aparente y de la porosidad abierta y total. Madrid: 2007.
- [134] Anicua Sánchez R, Gutiérrez Castorena Ma del C, Sánchez García P, Ortiz Solorio C, Volke Halle VH, Rubiños Panta JE. TAMAÑO DE PARTÍCULA Y RELACIÓN MICROMORFOLÓGICA EN PROPIEDADES FÍSICAS DE PERLITA Y ZEOLITA. *Agricultura Técnica En México* 2009;35:147–56.
- [135] Tritt TM. Thermal conductivity : theory, properties, and applications. Kluwer Academic/Plenum Publishers; 2004.
- [136] Zhou W, Cheng Y, Chen K, Xie G, Wang T, Zhang G. Thermal Conductivity of Amorphous Materials. *Adv Funct Mater* 2020;30. <https://doi.org/10.1002/adfm.201903829>.
- [137] Sundar R, Sudha C. Thermal Transport and Thermal Diffusivity by Laser Flash Technique: A Review. *Int J Thermophys* 2025;46. <https://doi.org/10.1007/s10765-024-03479-0>.
- [138] La Monica M, Rotolo SG, Foresta Martin F. Petrographic and spectroscopic (FT-IR) study of Western Mediterranean obsidians geological sources and of a lithic collection from Ustica Island (Sicily). *Annals of Geophysics* 2019;62:VO13. <https://doi.org/10.4401/ag-8058>.
- [139] Mameli V, Musinu A, Niznansky D, Peddis D, Ennas G, Ardu A, et al. Much More Than a Glass: The Complex Magnetic and Microstructural Properties of Obsidian. *The Journal of Physical Chemistry C* 2016;120:27635–45. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.6b08387>.
- [140] Stevenson CM, Rogers AK, Glascock MD. Variability in obsidian structural water content and its importance in the hydration dating of cultural artifacts. *J*

Archaeol Sci Rep 2019;23:231–42.
<https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2018.10.032>.

- [141] Matadamas-Gomora D, Nesbitt J, Aguilar Tapia R, López Luján L, Sjö Dahl J, Murakami T, et al. Compositional analysis of obsidian artifacts from the Templo Mayor of Tenochtitlan, capital of the Mexica (Aztec) Empire. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 2025;122.
<https://doi.org/10.1073/pnas.2500095122>.
- [142] Braswell GE, Clark JE, Aoyama K, McKillop HI, Glascock MD. Determining the Geological Provenance of Obsidian Artifacts from the Maya Region: A Test of the Efficacy of Visual Sourcing. *Latin American Antiquity* 2000;11:269–82.
<https://doi.org/10.2307/972178>.
- [143] Ponomarenko AL. The Pachuca obsidian source, Hidalgo, Mexico: A geoarchaeological perspective. *Geoarchaeology* 2004;19:71–91.
<https://doi.org/10.1002/gea.10104>.
- [144] Argote-Espino D, Solé J, López-García P, Sterpone O. Obsidian Subsource Identification in the Sierra de Pachuca and Otumba Volcanic Regions, Central Mexico, by ICP-MS and DBSCAN Statistical Analysis. *Geoarchaeology* 2012;27:48–62. <https://doi.org/10.1002/gea.21389>.
- [145] Tenorio D, Cabral A, Bosch P, Jiménez-Reyes M, Bulbulian S. Differences in Coloured Obsidians From Sierra de Pachuca, Mexico. *J Archaeol Sci* 1998;25:229–34. <https://doi.org/10.1006/jasc.1997.0236>.
- [146] Ponomarenko AL. The Pachuca obsidian source, Hidalgo, Mexico: A geoarchaeological perspective. *Geoarchaeology* 2004;19:71–91.
<https://doi.org/10.1002/gea.10104>.
- [147] Urrutia-Fucugauchi J. Preliminary results of a rock-magnetic study of obsidians from central Mexico. *Geofísica Internacional* 1999;38:83–94.
<https://doi.org/10.22201/igeof.00167169p.1999.38.2.385>.
- [148] Aghamalyan NR, Kafadaryan YA, Nersisyan MN, Smbatyan HA, Bagramyan V V., Kohút M, et al. Fundamental Physical Properties of Translucent Obsidian from the Arteni Deposit (Armenia). *Journal of Contemporary Physics (Armenian Academy of Sciences)* 2019;54:368–75.
<https://doi.org/10.3103/S1068337219040066>.
- [149] Sharps MC, Martínez MM, Brandl M, Lam T, Vicenzi EP. A dual beam SEM-based EDS and micro-XRF method for the analysis of large-scale Mesoamerican obsidian tablets. *J Archaeol Sci Rep* 2021;35:102781.
<https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102781>.

- [150] Acquafredda P, Micheletti F, Muntoni IM, Pallara M, Tykot RH. Petroarchaeometric Data on Antiparos Obsidian (Greece) for Provenance Study by SEM-EDS and XRF. *Open Archaeology* 2019;5:18–30. <https://doi.org/10.1515/opar-2019-0003>.
- [151] Savić V, Topalović V, Nikolić J, Jevtić S, Manić N, Komatina M, et al. Foam glasses made from green bottle glass and sugar beet factory lime as a foaming agent. *Heliyon* 2023;9:e17664. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e17664>.
- [152] Hajimirza S, Gonnermann HM, Gardner JE. Reconciling bubble nucleation in explosive eruptions with geospeedometers. *Nat Commun* 2021;12:283. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-20541-1>.
- [153] Llewellyn EW, Wadsworth FB, Sullivan P, Coumans JP, Dobson KJ, Humphreys MCS, et al. Obsidian forms by slow cooling. *Nature Communications* 2026;17. <https://doi.org/10.1038/s41467-026-70110-1>.
- [154] ASTM International. C170/C170M – 17 Standard Test Method for Compressive Strength of Dimension Stone. West Conshohocken: 2017.
- [155] AENOR. UNE-EN 826:2013. Productos aislantes térmicos para aplicaciones en la edificación. Determinación del comportamiento a compresión. Madrid: 2013.
- [156] C.E. TILLEY. Density, refractivity, and composition relations of some natural glasses. *THE MINERALOGICAL MAGAZINE* 1922.
- [157] DOMANSKI M, WEBB JA, BOLAND J. MECHANICAL PROPERTIES OF STONE ARTEFACT MATERIALS AND THE EFFECT OF HEAT TREATMENT*. *Archaeometry* 1994;36:177–208. <https://doi.org/10.1111/j.1475-4754.1994.tb00963.x>.
- [158] Bouchaud É. Is glass brittle at all scales? *C R Phys* 2014;15:527–35. <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2014.06.002>.
- [159] Zaluzec NJ, Nicolopoulos S, Arenas-Alatorre J. Microstructural Characterization of Hidalgo/Pachuca Obsidian using Analytical Electron Microscopy. *Microscopy and Microanalysis* 2018;24:2132–3. <https://doi.org/10.1017/S1431927618011145>.
- [160] Bullock LA, Gertisser R, O'Driscoll B. Spherulite formation in obsidian lavas in the Aeolian Islands, Italy. *Periodico Di Mineralogia* 2017;86:37–54.
- [161] Watkins J, Manga M, Huber C, Martin M. Diffusion-controlled spherulite growth in obsidian inferred from H₂O concentration profiles. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 2009;157:163–72. <https://doi.org/10.1007/s00410-008-0327-8>.

- [162] Méndez Ruiz RH, Domínguez Leal MI, Centeno Gallego MÁ, Legorreta García F, Zúñiga Estrada EA, Juárez Tapia JC, et al. Physicochemical characterization and expansive-porous evolution of green obsidian from cerro de las navajas under controlled thermal treatments. *Journal of Materials Research and Technology* 2025;39:6486–99. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.11.007>.
- [163] Roulia M, Chassapis K, Kapoutsis JA, Kamitsos EI, Savvidis T. Influence of thermal treatment on the water release and the glassy structure of perlite. *J Mater Sci* 2006;41:5870–81. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0325-z>.
- [164] Varga P, Uhlík P, Lexa J, Šurka J, Bizovská V, Hudec P, et al. The influence of porosity on the release of water from perlite glass by thermal treatment. *Monatshefte Für Chemie - Chemical Monthly* 2019;150:1025–40. <https://doi.org/10.1007/s00706-019-02410-w>.
- [165] Shaw HR. Obsidian-H₂O viscosities at 1000 and 2000 bars in the temperature range 700° to 900°C. *J Geophys Res* 1963;68:6337–43. <https://doi.org/10.1029/JZ068i023p06337>.
- [166] Plotnichenko VG, Sokolov VO, Dianov EM. Hydroxyl groups in high-purity silica glass. *Inorganic Materials* 2000;36:404–10. <https://doi.org/10.1007/BF02758091>.
- [167] Denton JS, Tuffen H, Gilbert JS, Odling N. The hydration and alteration of perlite and rhyolite. *J Geol Soc London* 2009;166:895–904. <https://doi.org/10.1144/0016-76492008-007>.
- [168] Denton JS, Tuffen H, Gilbert JS. Variations in hydration within perlitised rhyolitic lavas—evidence from Torfajökull, Iceland. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 2012;223–224:64–73. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2012.02.005>.
- [169] Cobean RH, Vogt JR, Glascock MD, Stocker TL. High-Precision Trace-Element Characterization of Major Mesoamerican Obsidian Sources and Further Analyses of Artifacts from San Lorenzo Tenochtitlan, Mexico. *Latin American Antiquity* 1991;2:69–91. <https://doi.org/10.2307/971896>.
- [170] Petersen RR, König J, Yue Y. The mechanism of foaming and thermal conductivity of glasses foamed with MnO₂. *J Non Cryst Solids* 2015;425:74–82. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrsol.2015.05.030>.
- [171] Méar FO, Podor R, Lautru J, Genty S, Lebullenger R. Effect of the process atmosphere on glass foam synthesis: A high-temperature environmental scanning electron microscopy (HT-ESEM) study. *Ceram Int* 2021;47:26042–9. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.06.010>.

- [172] Kuneš J. Thermomechanics. Dimensionless Physical Quantities in Science and Engineering, Elsevier; 2012, p. 173–283. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-416013-2.00005-1>.
- [173] Gardner JE, Ketcham RA, Moore G. Surface tension of hydrous silicate melts: Constraints on the impact of melt composition. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 2013;267:68–74. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2013.09.007>.
- [174] Gardner JE, Wadsworth FB, Carley TL, Llewellyn EW, Kusumaatmaja H, Sahagian D. Bubble Formation in Magma. *Annu Rev Earth Planet Sci* 2023;51:131–54. <https://doi.org/10.1146/annurev-earth-031621-080308>.
- [175] Singarapu B, Galusek D, Durán A, Pascual MJ. Glass-Ceramics Processed by Spark Plasma Sintering (SPS) for Optical Applications. *Applied Sciences* 2020;10:2791. <https://doi.org/10.3390/app10082791>.
- [176] Karamanov A. Glass Ceramic with Improved Structure and Properties Made with Wastes from FeNi Production. *Applied Sciences* 2023;13:6206. <https://doi.org/10.3390/app13106206>.
- [177] Chen C, Feng K, Zhou Y, Zhou H. Effect of sintering temperature on the microstructure and properties of foamed glass-ceramics prepared from high-titanium blast furnace slag and waste glass. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials* 2017;24:931–6. <https://doi.org/10.1007/s12613-017-1480-8>.
- [178] Kędzia O, Lubas M, Dudek A, Jasiński J. Preparation and characterisation of novel foamed porous glass-ceramics on the basis of bioglass 45S5. *Sci Rep* 2024;14:30297. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-82224-x>.
- [179] Shinagawa K, Oyashiki Y. Influence of Process Parameters on Expansion Behavior of Foaming Glass. *Key Eng Mater* 2004;274–276:1107–12. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.274-276.1107>.
- [180] Paytyan T, Sargsyan T, Kalantaryan M. Expanded obsidian as composite material for light concretes. *E3S Web of Conferences* 2023;376:03014. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202337603014>.
- [181] Cozzarini L, De Lorenzi L, Barago N, Sbaizero O, Bevilacqua P. Expanded Glass for Thermal and Acoustic Insulation from Recycled Post-Consumer Glass and Textile Industry Process Waste. *Materials* 2023;16:1721. <https://doi.org/10.3390/ma16041721>.
- [182] Sedlačík M, Nguyen M, Opravil T, Sokolář R. Preparation and Characterization of Glass-Ceramic Foam from Clay-Rich Waste Diatomaceous Earth. *Materials* 2022;15:1384. <https://doi.org/10.3390/ma15041384>.

- [183] Fedorov AG, Pilon L. Glass foams: formation, transport properties, and heat, mass, and radiation transfer. *J Non Cryst Solids* 2002;311:154–73. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(02\)01376-5](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(02)01376-5).
- [184] Kashcheev ID, Blaginina LA, Mikhailova NA, Pavlova IA, Tolkacheva AS. Dissolution of cristobalite in granodiorite and felsite melts. *Glass and Ceramics* 2009;66:70–3. <https://doi.org/10.1007/s10717-009-9127-5>.
- [185] Navrotsky A, Capobianco C, Stebbins J. Some Thermodynamic and Experimental Constraints on the Melting of Albite at Atmospheric and High Pressure. *J Geol* 1982;90:679–98. <https://doi.org/10.1086/628724>.
- [186] Johnson LA, McCauley RA. The thermal behavior of albite as observed by DTA. *Thermochim Acta* 2005;437:134–9. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2005.06.039>.
- [187] Anovitz LM, Blencoe JG. Dry melting of high albite. *American Mineralogist* 1999;84:1830–42. <https://doi.org/10.2138/am-1999-11-1210>.
- [188] Greenwood JP, Hess PC. Congruent melting kinetics of albite: Theory and experiment. *J Geophys Res Solid Earth* 1998;103:29815–28. <https://doi.org/10.1029/98JB02300>.
- [189] Tulyaganov DU, Fernandes HR, Agathopoulos S, Ferreira JMF. Preparation and characterization of high compressive strength foams from sheet glass. *Journal of Porous Materials* 2006;13:133–9. <https://doi.org/10.1007/s10934-006-7014-9>.
- [190] de Sousa E, Rambo CR, Hotza D, Oliveira APN de, Fey T, Greil P. Microstructure and properties of LZSA glass-ceramic foams. *Materials Science and Engineering: A* 2008;476:89–97. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.05.098>.
- [191] Barbosa ARJ, Lopes AAS, Sequeira SIH, Oliveira JP, Davarpanah A, Mohseni F, et al. Effect of processing conditions on the properties of recycled cathode ray tube glass foams. *Journal of Porous Materials* 2016;23:1663–9. <https://doi.org/10.1007/s10934-016-0227-7>.
- [192] Gil A. Challenges on waste-to-energy for the valorization of industrial wastes: Electricity, heat and cold, bioliquids and biofuels. *Environ Nanotechnol Monit Manag* 2022;17:100615. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2021.100615>.
- [193] Peng X, Jiang Y, Chen Z, Osman AI, Farghali M, Rooney DW, et al. Recycling municipal, agricultural and industrial waste into energy, fertilizers, food and construction materials, and economic feasibility: a review. *Environ Chem Lett* 2023;21:765–801. <https://doi.org/10.1007/s10311-022-01551-5>.

- [194] Fernando Y, Tseng M-L, Aziz N, Ikhsan RB, Wahyuni-TD IS. Waste-to-energy supply chain management on circular economy capability: An empirical study. *Sustain Prod Consum* 2022;31:26–38. <https://doi.org/10.1016/j.spc.2022.01.032>.
- [195] Marchiori L, Morais MV, Sátiro J, Albuquerque A, Pais LA, Cavaleiro V. Valorization of industrial wastes as alternative liner materials: toxicity assessment. *J Mater Cycles Waste Manag* 2026. <https://doi.org/10.1007/s10163-026-02518-2>.
- [196] Wang W, Noguchi T, Tomoyose A, Zhang Y, Maruyama I. Influence of volcanic glass powder on alkali-silica reaction expansion in alkali-activated slag mortars. *Cem Concr Compos* 2024;152:105665. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2024.105665>.
- [197] Bai J, Yang X, Xu S, Jing W, Yang J. Preparation of foam glass from waste glass and fly ash. *Mater Lett* 2014;136:52–4. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2014.07.028>.
- [198] König J, Petersen RR, Yue Y. Influence of the glass–calcium carbonate mixture’s characteristics on the foaming process and the properties of the foam glass. *J Eur Ceram Soc* 2014;34:1591–8. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.12.020>.
- [199] Attila Y, Güden M, Taşdemirci A. Foam glass processing using a polishing glass powder residue. *Ceram Int* 2013;39:5869–77. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.12.104>.
- [200] Benzerga R, Laur V, Lebullenger R, Gendre L Le, Genty S, Sharaiha A, et al. Waste-glass recycling: A step toward microwave applications. *Mater Res Bull* 2015;67:261–5. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2014.07.037>.
- [201] Li X, Li X, Zhang J, Meng Q, Yu W, Ma Z, et al. Design and performance of foamed ceramics with ultra–low permittivity and thermal conductivity. *Mater Chem Phys* 2025;339:130720. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2025.130720>.
- [202] Niu Y-H, Fan X-Y, Ren D, Wang W, Li Y, Yang Z, et al. Effect of Na₂CO₃ content on thermal properties of foam-glass ceramics prepared from smelting slag. *Mater Chem Phys* 2020;256:123610. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123610>.
- [203] Liao Y-C, Huang C-Y. Glass foam from the mixture of reservoir sediment and Na₂CO₃. *Ceram Int* 2012;38:4415–20. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.01.080>.

- [204] Zhang Z, Liang L, Zhang L, Wang Z, Xi J, Chen J, et al. A Review on the Impact of Additives in Novel Glass Materials. *Journal of Sustainable Metallurgy* 2025;11:710–34. <https://doi.org/10.1007/s40831-025-01055-w>.
- [205] Siriwardane R V., Poston JA, Robinson C, Simonyi T. Effect of Additives on Decomposition of Sodium Carbonate: Precombustion CO₂ Capture Sorbent Regeneration. *Energy & Fuels* 2011;25:1284–93. <https://doi.org/10.1021/ef101486m>.
- [206] Liu Y, Xie J, Hao P, Shi Y, Xu Y, Ding X. Study on Factors Affecting Properties of Foam Glass Made from Waste Glass. *J Renew Mater* 2021;9:237–53. <https://doi.org/10.32604/jrm.2021.012228>.
- [207] da Silva RC, Puglieri FN, de Genaro Chiroli DM, Bartmeyer GA, Kubaski ET, Tebcherani SM. Recycling of glass waste into foam glass boards: A comparison of cradle-to-gate life cycles of boards with different foaming agents. *Science of The Total Environment* 2021;771:145276. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145276>.
- [208] Turmel JM, Verdier P, Laurent Y, Odriozola JA. Le verre azoté, milieu réactionnel: I. Application à la réduction d'oxydes métalliques. *Silicates Industriels* 1999;64:87–93.
- [209] Yeh C-T, Tuan W-H. Oxidation mechanism of aluminum nitride revisited. *Journal of Advanced Ceramics* 2017;6:27–32. <https://doi.org/10.1007/s40145-016-0213-1>.
- [210] Hou X, Chou K-C, Zhong X, Seetharaman S. Oxidation kinetics of aluminum nitride at different oxidizing atmosphere. *J Alloys Compd* 2008;465:90–6. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.10.066>.
- [211] Kim G-H, Sohn I. Effect of Al₂O₃ on the viscosity and structure of calcium silicate-based melts containing Na₂O and CaF₂. *J Non Cryst Solids* 2012;358:1530–7. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2012.04.009>.
- [212] Giuliani G, Calabrò L, Stopponi V, Bondar D, Abeykoon S, Romano C, et al. Aluminum control on viscosity and structure of haplogranitic melts: Implications for rhyolitic melt viscosity determination. *Chem Geol* 2025;698:123127. <https://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2025.123127>.
- [213] Zhuogang P, Xiangdong X, Qingguo X, Jingsong W, Haibin Z. Influence of Na₂O on the thermodynamics properties, viscosity, and structure of CaO–SiO₂–MgO–Al₂O₃–BaO–Na₂O slag. *Ceram Int* 2022;48:23357–64. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.04.325>.
- [214] ASTM International. Specification for Cellular Glass Thermal Insulation. West Conshohocken, PA: 2014. <https://doi.org/10.1520/C0552-14>.

- [215] Lei Y, Li K, Dou M, Liu L, Feng Y, Feng C. Towards optimized pore structure to balance the thermal-mechanical performance of foamed ceramic. *Case Studies in Construction Materials* 2022;16:e01072. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2022.e01072>.
- [216] Kim E, Kim K, Song O. Properties of foamed glass upon addition of nanocarbon and sintering temperatures. *Journal of Asian Ceramic Societies* 2020;8:123–9. <https://doi.org/10.1080/21870764.2020.1712798>.
- [217] Gregorová E, Pabst W, Bohačenko I. Characterization of different starch types for their application in ceramic processing. *J Eur Ceram Soc* 2006;26:1301–9. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.02.015>.
- [218] Khattab RM, Wahsh MMS, Khalil NM. Preparation and characterization of porous alumina ceramics through starch consolidation casting technique. *Ceram Int* 2012;38:4723–8. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.02.057>.
- [219] Talimian A, Wondraczek L, Galusek D. Densification of glass powder studied by master sintering curve and master kinetic curve methods. *Int J Appl Glass Sci* 2021;12:541–50. <https://doi.org/10.1111/ijag.16232>.
- [220] Parteli EJR, Schmidt J, Blümel C, Wirth KE, Peukert W, Pöschel T. Attractive particle interaction forces and packing density of fine glass powders. *Sci Rep* 2014;4. <https://doi.org/10.1038/srep06227>.
- [221] Jordanov NB, Tatchev D, Karamanova E, Karamanov A. Influence of the pressure of compacted glass powders on the final structure of sintered glass-ceramics. *Heliyon* 2024;10. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e39237>.
- [222] Piotter V, Beck MB, Ritzhaupt-Kleissl H-J, Ruh A, Haußelt J. Recent developments in micro ceramic injection molding. *International Journal of Materials Research* 2008;99:1157–62. <https://doi.org/10.3139/146.101737>.
- [223] Yan W, Li N, Tong J, Liu G, Xu J. Effect of particle size on the pore characterization and strength of porous cordierite-mullite ceramics prepared by a pore-forming in-situ technique. *Science of Sintering* 2013;45:165–72. <https://doi.org/10.2298/SOS1302165Y>.
- [224] Acharya S, Pashov D, Weber C, van Schilfgaarde M, Lichtenstein AI, Katsnelson MI. A theory for colors of strongly correlated electronic systems. *Nat Commun* 2023;14. <https://doi.org/10.1038/s41467-023-41314-6>.
- [225] Genty-Vincent A, Van Song TP, Andraud C, Menu M. Four-flux model of the light scattering in porous varnish and paint layers: towards understanding the visual appearance of altered blanched easel oil paintings. *Appl Phys A Mater Sci Process* 2017;123. <https://doi.org/10.1007/s00339-017-1092-1>.

- [226] Zhu FL, Feng QQ. Pore feature size influence on optical-infrared properties of porous polyamide film. *Mater Lett* 2023;346. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.134525>.