

ISSN: 2790-8712

SERVOLAB SCIENCE NEWS

VOLUMEN 1 / N° 2
JULIO-DICIEMBRE, 2022

REVISTA DE INVESTIGACIÓN
PATROCINADA POR:
SERVOLAB OVERSEAS INC

BIOMASA DE LA CASCARILLA:
Desarrollo sustentable
de muchas naciones

BIOMONITOREO DE AGUA:
Biodiversidad, actividades
antrópicas y capacidad de resiliencia

PULVIMETALURGIA:
Una técnica en proyección para
la síntesis de nuevos materiales

AUTOMATIZACIÓN DE MEDICIÓN:
Promoción, desarrollo y aporte
de soluciones innovadoras

DESDE NUESTRO LABORATORIO:
Importancia de la digestión asistida
por microondas en la cuantificación
de oro en muestras geológicas

COOPERACIÓN IND. Y UNIV.:
Una unión importante para
fortalecer la investigación
en Venezuela



ASOCIACIÓN DEL ORO

A FASES MINERALÓGICAS MEDIANTE EXTRADICIÓN ÁCIDA SECUENCIAL EN MUESTRAS GEOLÓGICAS

SERVICIOS DE ANÁLISIS ESPECIALES
DE LABORATORIO
Y ASESORÍAS EN DIVERSAS ÁREAS

SERVOLAB



Contamos con el laboratorio más moderno
para caracterización de materiales en Venezuela.
Operando bajo estándares conocidos
(ASTM, ISO, EPA) y reglas GLP.

RECONOCIMIENTO

NETZSCH
Proven Excellence.

scion
INSTRUMENTS
A Technomic Company

PROTO
KEY DIRECTOR SYSTEMS & SERVICES

Precisa
THE BALANCE OF QUALITY

WACHSMEIER
wachsmeier-bnl ag

ZOPAIR
ZOPAIR

Skyray

FRITSCH

CEM

analytikjena
A. JENAS

HERZOG
Vier praxeos por laboratorio: análisis, preparación, pesaje y almacenamiento

Topcast
Topcast

memmert
Experts in Thermostatics

NCS Germany

Nabertherm
MORE THAN HEAT 1000°C

LabTech

biolab

SELEC
SELEC

OFRECEMOS LOS SIGUIENTES SERVICIOS

- **Servicios analíticos.**
- **Formación.**
- **Demostraciones.**
- **Desarrollo de métodos.**
- **Investigación y desarrollo.**



SERVOLAB

**PONEMOS A SU DISPOSICIÓN
Toda nuestra cartera
de técnicas analíticas
para estudios
de materiales**

Resonancia Magnética
Nuclear de Dominio
Temporal (TD-NMR)

Fluorescencia de
Rayos X (XRF)

Micro Fluorescencia
de Rayos X (μ FRX)

Difracción de
Rayos X (XRD)

Cromatografía
de Gases (GC)

Espectrometría de emisión
óptica (Arco y chispa)
y analizadores de
combustión (CS ONH)

Espectroscopia de
Absorción Atómica (AAS)

Espectroscopia de
Infrarrojo (FT-IR y FT-NIR)

REPRESENTANTE EXCLUSIVO
DE VENTAS Y SERVICIOS

SERVOLAB

+1 (786) 314.71.42

info@servolab-overseas.com

www.servolab-overseas.com

8277 NW 66 TH ST,
MIAMI FLORIDA USA
33166-2721

SERVOLAB SCIENCE NEWS

Revista interdisciplinaria de la empresa Servolab

Revista interdisciplinaria, arbitrada a doble ciego de la empresa Servolab. Este órgano de divulgación científica publica trabajos científicos originales, novedosos, inéditos, concisos, revisiones, comunicaciones, correctos en su estilo y el uso de abreviaturas, símbolos y términos, que contribuyan al avance y difusión de la investigación científica, principalmente en las áreas de ciencias básicas, ciencias de los materiales, ciencias de la salud, farmacia y alimentos. SERVOLAB SCIENCE NEWS publica dos volúmenes anuales sin especificación de números, los artículos son recibidos y arbitrados se van incorporando en su área respectiva en orden de aprobación.

COMITÉ EDITORIAL

EMPRESA SERVOLAB

José Manuel Mago Marcano

Editor jefe

Director jefe, empresa Servolab

William José Velásquez Sanzonetti

Editor adjunto

Escuela de ciencias, núcleo de Sucre, Universidad de Oriente

Josué David Mago Arredondo

Secretario

EDITORES POR ÁREA

Ciencias de los materiales

Blanca Rojas de Gascue

Instituto de Investigaciones Biomédicas
y Ciencias Aplicadas

Química

Euclides José Velazco Rivero

Escuela de ciencias, núcleo de Sucre, Universidad de Oriente

Wendy Rondón

Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas

Biología

Brightdoom Márquez Rojas

Instituto Oceanográfico de Venezuela,
Universidad de Oriente

José Amador Sánchez Carreño

Escuela de humanidades y educación, núcleo de Sucre,
Universidad de Oriente

Física

José Eduardo Rengel Hernández

Escuela de ingeniería, núcleo de Anzoátegui,
Universidad de Oriente

Salud

Yurilis Josefina Fuentes Silva

Escuela de medicina, núcleo de Bolívar,
Universidad de Oriente

Farmacia

Rafael Danilo García Pérez

Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Centro
de Microbiología y Biología Celular, Unidad de
Microscopía Electrónica y Confocal.

Alimentos

Víctor Hugo López López

Consultores Sigma APS, C.A.

Editor Web

José Amador Sánchez Carreño

Escuela de humanidades y educación, núcleo de Sucre,
Universidad de Oriente

COMITÉ CIENTÍFICO ASESOR

Blanca Rojas de Gascue

Universidad de Oriente, Venezuela

Rolando José Tremont

University of Puerto Rico at Humacao, Puerto Rico

Edgar Alexander Márquez Brazón

Universidad del Norte, Barranquilla, Colombia

Militza del Carmen Guzmán Lista

Universidad de Oriente, Venezuela

América Belen Vargas Milano

Universidad de Oriente, Venezuela

María del Valle Valera Maneiro

Universidad de Oriente, Venezuela

José Gregorio Betancourt Villarroel

Universidad Tecnológica del Perú, Perú

Yanet del Valle Antón Marín

Universidad de Oriente, Venezuela

Raquel del Valle Salazar Lugo

Universidad de Oriente, Venezuela

Mairin Josefina Lemus Barrios

Universidad de Oriente, Venezuela

Ney Luiggi Ágreda

Universidad de Oriente, Venezuela

ISSN: 2790-8712

Depósito legal impreso

B0202200008

Depósito legal digital

B0202200007

SERVOLAB

Dirección:

(USA)

19013 NW 30th Street UNIT 100, Doral, FL, 33172

Phone: + 1 786 314 7142

(VENEZUELA)

Zona industrial Los Pinos, Manzana 36 Galpón 30B

Puerto Ordaz, Bolívar

Teléfono: +58 (0) 286 7154303

Servolab Overseas Inc.

Rif: J-411600750

E-mail: ssnews@servolab-overseas.com

www.servolab-overseas.com

<https://servolab-overseas.com/magazine/>

Twitter: @ServolabSN

Instagram @servolabsciencenews

SERVOLAB SCIENCE NEWS

Coordinación y revisión

William José Velásquez Sanzonetti

Coordinación gráfica y diseño

Joaquín Gómez

Redacción

Rauro De La Rosa Castro

Impresión

Editoriales Radoca, C.A.

CARTA EDITORIAL SERVOLAB SCIENCE NEWS

No hay duda alguna que nos encontramos viviendo tiempos desafiantes, hasta hace muy poco la pandemia de la COVID 19 hacia estragos en un país tras otro, y aunque algunos países siguen viviendo situaciones de alto contagio, en su mayoría el mundo trata de encontrar la "normalidad" que vivía hasta inicios de 2020, aun cuando muchos creemos que nuestro planeta jamás será igual y que estamos, de hecho, aprendiendo a vivir con dicha endemia

A pesar de todo lo anterior, nuestro equipo editorial no ha cesado ni por un instante en continuar el trabajo ante la magnífica acogida al primer número de nuestra revista, es un gran honor mirar como una gran cantidad de científicos venezolanos y extranjeros siguen esforzándose por seguir investigando sobre tan disímiles tópicos como **La Biodiversidad en nuestros ríos del llano o El Desarrollo sustentable por el estudio de la Biomasa de la cascarilla de arroz y que decir del Análisis de muestras geológicas asociadas al oro o la Promoción de soluciones innovadoras en estructuras mecánicas complejas, ni hablar de la importancia que conlleva la Industria y la Universidad**, todo esto podrá analizarlo como parte de los artículos arbitrados en la revista

A partir de este segundo número de SERVOLAB SCIENCE NEWS, nos complace presentarles una nueva sección titulada **DESDE NUESTRO LABORATORIO**, ¿En qué consistirá? Esta novedosa sección contendrá artículos dirigidos al público especialista en temas de ciencia y también a aquellos que apenas inician su camino, en particular se basará de investigaciones realizadas en nuestro propio Laboratorio Analítico en especial aquellas que contribuyen a mejorar metodología existente o procedimientos analíticos. El primero **analizará las ventajas del uso de la Digestión Ácida por Microondas especialmente en el campo de análisis de minerales y suelos**. Esperamos que todos disfruten por igual de esta nueva sección.

También sentimos mucho placer de informarles que nuestro equipo Editorial está creciendo con profesionales de la ciencia que cada vez más nos hacen fortalecer la Revista con el objetivo claro de seguir posicionándola como una de las principales de su tipo en Venezuela y el Caribe con la bandera de seguir llevando la ciencia de nuestro país hasta los rincones del mundo. En eso estamos profundamente comprometidos con autores y lectores por igual.

Les enviamos nuestros más cálidos saludos fraternales a todos ustedes que reciben con tanto cariño nuestra revista y nuestro deseo por seguir aportando nuestro granito de arena por el país y por el mundo, ahora que abundan tantas malas noticias, ¡nos encanta decirles...disfruten del segundo número de SERVOLAB SCIENCE NEWS...Que Dios los bendiga siempre!

Ing. José Manuel Mago Marcano

EDITOR EN JEFE

EDITORIAL LETTER SERVOLAB SCIENCE NEWS

There's no doubt that we are living challenging times, until quite recently the COVID 19 pandemic wreaked havoc in a country after another, and although some countries continue to experience high contagion situations, most of the world tries to find the "normality" that lived until the beginning of 2020, even when many of us believe that our planet will never be the same and that we are, in fact, learning to live with this endemic.

Despite all of the above, our editorial team has not stopped for a moment in continuing the work given the magnificent reception of the first issue of our journal, it's a great honor to see how a large number of Venezuelan and foreign scientists continue to strive for research on such dissimilar topics as **Biodiversity in our rivers of the llano or Sustainable Development through the study of Biomass from rice husks and what to say about Analysis of geological samples associated with gold or the Promotion of innovative solutions in complex mechanical structures, not to mention the importance of Industry and the University**, all this can be analyzed as part of the refereed articles in the magazine.

As of this second issue of SERVOLAB SCIENCE NEWS, we are pleased to present a new section entitled FROM OUR LABORATORY, what will it consist of? This new section will contain articles aimed at the public specialized in science issues and also at those who are just beginning their path, in particular it will be based on research carried out in our own Analytical Laboratory, especially those that contribute to improving existing methodology or analytical procedures. The first **will analyze the advantages of using Microwave Acid Digestion especially in the field of mineral and soil analysis**. We hope that everyone enjoys this new section equally.

We are also very pleased to inform you that our Editorial team is growing with science professionals who increasingly make us strengthen the Journal with the clear objective of continuing to position it as one of the main ones of its kind in Venezuela and the Caribbean with the flag of continue taking the science of our country to the corners of the world. In that we are deeply committed to authors and readers alike.

We send our warmest fraternal greetings to all of you who receive our journal with such affection and our desire to continue contributing our grain of sand for the country and the world, now that so much bad news abounds, we love to tell you... enjoy the second issue of SERVOLAB SCIENCE NEWS...May God bless you always!

Eng. Jose Manuel Mago Marcano

CHIEF EDITOR

CARTA EDITORIAL SERVOLAB SCIENCE NEWS

Não há dúvida de que estamos vivendo tempos desafiadores. Até muito recentemente a pandemia da COVID 19 fez estragos num país após o outro, e embora alguns países continuem a viver situações de alto contágio, a maior parte do mundo tenta encontrar «a normalidade» que viveu até o início de 2020, mesmo quando muitos de nós acreditamos que nosso planeta nunca mais será o mesmo e que estamos, de fato, aprendendo a conviver com essa endemia.

Apesar de tudo, nossa equipe editorial não parou por um momento o trabalho, dada a maravilhosa recepção do primeiro número da nossa revista. É uma grande honra ver como um grande número de cientistas venezuelanos e estrangeiros continuam se esforçando por continuar a pesquisar sobre temas tão díspares como **a Biodiversidade nos nossos rios das planícies venezuelanas, o Desenvolvimento Sustentável pelo estudo da Biomassa da casca de arroz, os Análises de amostras geológicas associadas ao ouro, ou da Promoção de soluções inovadoras em estruturas mecânicas complexas, sem esquecer também da importância da Indústria e da Universidade**, tudo isso pode ser analisado como parte dos artigos arbitrados na revista.

A partir desta segunda edição do SERVOLAB SCIENCE NEWS, temos o prazer de apresentar uma nova seção intitulada **DO NOSSO LABORATÓRIO**, em que consistirá? Esta nova seção conterá artigos voltados para o público especializado em questões científicas e também para aqueles que estão iniciando sua trajetória, em particular será baseado em pesquisas realizadas em nosso próprio Laboratório Analítico, especialmente aquelas que contribuam para o aprimoramento da metodologia existente ou procedimentos analíticos. A primeira **analisará as vantagens do uso da Digestão Ácida por Microondas especialmente no campo da análise de minerais e solos**. Esperamos que todos gostem desta nova seção igualmente.

Também temos o prazer de informar que nossa equipe editorial está crescendo com profissionais da ciência que cada vez mais nos fazem fortalecer a Revista com o claro objetivo de continuar a posicioná-la como uma das principais do gênero na Venezuela e no Caribe com a bandeira de continuar levando a ciência do nosso país aos cantos do mundo. Nisso, estamos profundamente comprometidos com autores e leitores.

Enviamos nossas mais cordiais saudações fraternas a todos vocês que recebem nossa revista com tanto carinho, junto com o nosso desejo de continuar contribuindo com nosso grão de areia para o país e para o mundo, agora que tantas notícias ruins abundam, adoramos dizer a você: Aproveite a segunda edição do SERVOLAB SCIENCE NEWS!

Que Deus os abençoe sempre!

Eng. Jose Manuel Mago Marcano

EDITOR CHEFE

CONTENIDO

Servolab Science News Vol. 1 N 2 (2022) ISSN: 2790-8712

EDITORIAL	6
DESDE NUESTRO LABORATORIO (QUÍMICA)	
DETERMINACIÓN DE ORO EN MUESTRAS GEOLÓGICAS MEDIANTE DIGESTIÓN POR MICROONDAS DANIEL VILLARROEL, RICHARD HENRÍQUEZ, DANIEL GONZÁLEZ, EUCLIDES VELAZCO, JOSUÉ MAGO, JOSÉ MAGO.....	9
CIENCIAS BÁSICAS (QUÍMICA)	
ASOCIACIÓN DEL ORO A FASES MINERALÓGICAS MEDIANTE EXTRACCIÓN ÁCIDA SECUENCIAL EN MUESTRAS GEOLÓGICAS DEL ESTADO BOLÍVAR, VENEZUELA RICHARD RAFAEL HENRÍQUEZ TORRES, DANIEL ALEJANDRO GONZÁLEZ ENRÍQUEZ, DANIEL OSCAR VILLARROEL GARCÍA, EUCLIDES JOSÉ VELAZCO RIVERO, JOSUÉ DAVID MAGO ARREDONDO, JOSÉ MANUEL MAGO MARCANO.....	14
CIENCIAS BÁSICAS (QUÍMICA)	
NANOPARTÍCULAS DE SÍLICE BIOGÉNICA: SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y ESTRUCTURAS DE LA BIOMASA PROVENIENTE DE LA CASCARILLA DE ARROZ. REVISIÓN JOSÉ DANIEL OCA RONDÓN, MAIRUBIS LEÓN, ANA CHIRINOS, JUAN CARLOS PEREIRA.....	29
CIENCIAS BÁSICAS (FÍSICA)	
SÍNTESIS POR ALEACIÓN MECÁNICA DE UNA ALEACIÓN ALZNMGCU: CARACTERIZACIÓN CINÉTICA DE LA FASE H _ε MARÍA DEL VALLE VALERA MANEIRO, NEY JOSÉ LUIGGI AGREDA.....	47
CIENCIAS BÁSICAS (BIOLOGÍA)	
BIOMONITOREO DE LA CALIDAD DEL AGUA EN LOS RÍOS DE LOS LLANOS ORIENTALES DE VENEZUELA BRIGHTDOOM MÁRQUEZ-ROJAS, JORGE BARRIOS-MONTILLA.....	59
CIENCIAS BÁSICAS (FÍSICA)	
AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA DE MEDICIÓN DE PARÁMETROS EN UN COMPRESOR CENTRÍFUGO DE PRUEBAS EXPERIMENTAL ARMFIELD FM 12 C.R YORDY GONZÁLEZ RONDÓN.....	76
CIENCIAS BÁSICAS (MATERIALES)	
ASPECTOS FUNDAMENTALES DE LA COOPERACIÓN ENTRE LA INDUSTRIA Y LA UNIVERSIDAD: EJEMPLO DE LA VISIÓN ACTUAL EN VENEZUELA JUAN CARLOS PEREIRA.....	89

DESDE NUESTRO LABORATORIO

CEM

REPORTE DE LABORATORIO
IN-LAB-006/22

DETERMINACIÓN DE ORO
EN MUESTRAS GEOLÓGICAS
MEDIANTE DIGESTIÓN POR MICROONDAS

USO DE LA DIGESTIÓN ASISTIDA
POR MICROONDAS EN LA DETERMINACIÓN
CUANTITATIVA DE ORO EN MUESTRAS GEOLÓGICAS



SERVOLAB

RESUMEN Este reporte presenta el uso de la técnica de digestión asistida por microondas usando el digestor de microondas MARS™ 2 (Fig. 1a) para la posterior determinación cuantitativa de oro. Este método muestra la ventaja de la reducción del lapso de tiempo de digestión de la muestra al emplear microondas. Para la evaluación del método se utilizaron dos materiales de referencia certificados (MRC) OREAS™ 236 y 259. La cuantificación del analítico se determina por espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS) con el uso de un espectrómetro TM: NovAA™ 800F (Fig. 1b). El análisis estadístico a los resultados obtenidos por FAAS muestran que los valores promedios no difieren de los valores reportados en los certificados de los MRC utilizados, para un nivel de significancia del 0,05; por lo que el criterio de aceptación se cumple. Por lo tanto, los resultados son trazables. Todas las mediciones se encuentran dentro del rango del valor de referencia de cada MRC.

Palabras claves: oro, microondas, digestión, material geológico

Laboratory report
in-LAB-006/22

DETERMINATION OF GOLD IN GEOLOGICAL SAMPLES BY MICROWAVE DIGESTION.

USE OF MICROWAVE ASSISTED DIGESTION IN THE QUANTITATIVE DETERMINATION OF GOLD IN GEOLOGICAL SAMPLES

ABSTRACT

This report presents the use of the microwave assisted digestion technique using the MARS™ 2 microwave digester (Fig. 1a) for the subsequent quantitative determination of gold. This method shows the advantage of reduced sample digestion time when using microwaves. Two certified reference materials (CRMs) OREAS™ 239 and 256 were used for method evaluation. Quantification of the analyte is determined by flame atomic absorption spectrometry (FAAS) using a TM: NovAA™ 800F spectrometer (Fig. 1b). The statistical analysis of the results obtained by FAAS showed that the average values did not differ from the values reported in the CRM certificates used, for a significance level of 0.05; Therefore, the acceptance criterion is met. Therefore, the results are traceable. All measurements are within the reference value range of each CRM.

Key words: gold, microwave, digestion, geological material

DANIEL VILLARROEL¹, RICHARD HENRÍQUEZ¹, DANIEL GONZÁLEZ¹, EUCLIDES VELAZCO¹, JOSUÉ MAGO¹, JOSÉ MAGO¹

¹Laboratorio de Ensayos, Servolab Overseas, Inc., Puerto Ordaz, Venezuela.

INTRODUCCIÓN

Los procesos de control de la producción en la industria aurífera requieren una respuesta rápida en los análisis de las muestras enviadas al laboratorio para la cuantificación del Au. Una de las etapas en los ensayos de laboratorio que requiere de una apreciable inversión de tiempo para obtener un resultado en los análisis es la etapa de digestión. Aun cuando existen muchos métodos de digestión, la técnica analítica tradicional utilizada en muchos laboratorios de ensayos es la digestión ácida en envase abierto. Este método puede involucrar lapsos de tiempo que pueden oscilar entre las 2 y 3 horas para que una muestra (mínimo 10 g) complete la digestión y la disolución del oro. Algunos laboratorios siguen la norma ISO-11466:1995 para el proceso de digestión. Este método involucra un elevado costo de consumibles (reactivos químicos) y gran cantidad de horas-hombre para llevar a cabo los análisis, lo que se traduce en un mayor tiempo de respuesta para elaborar un reporte de contenido de Au presente en las muestras a analizar.

En función a lo antes mencionado, es prioritaria la aplicación de un método que permita minimizar el tiempo de respuesta de los reportes de análisis del contenido de Au en muestras geológicas, de tal manera que los procesos de producción en planta se agilicen mucho más.

Este reporte muestra un proceso rápido de digestión de muestras de origen geológico asistido por microondas para



Figura 1. (a) Digestor de microondas MARS™ 2. (b) Espectrómetro de Absorción Atómica TM: NovAA™ 800F

su cuantificación por espectrometría de absorción atómica.

MATERIALES Y MÉTODOS

Instrumentación

Se utilizó un digestor de microondas CEM MARS™ 2 (Fig. 1a) para digerir las muestras. Este equipo está provisto de envases de teflón MARSXpress™, los cuales cuentan con un sistema de ventilación y resellado, que permite liberar los gases generados dentro del recipiente sin



Figura 2. Material de Referencia Certificado OREAS 239 y 256.



Figura 3. Pantalla de selección del método pre-instalado.

Tabla 1. Condiciones instrumentales del método preinstalado “Copper Ore” en el MARS™ 2

Parámetro	Ajuste
Etapas	1
Potencia (W)	290 – 1440
Rampa de tiempo (min)	20:00
Tiempo de mantenimiento (min)	10:00
Temperatura (°C)	200

Tabla 2. Parámetros del Espectrómetro de Absorción Atómica de Llama para la medición de Au.

Parámetro	Ajuste
Analito	Au
Llama	Acetileno/Aire
Longitud de onda (nm)	242,8
Corriente de la lámpara (mA)	5
Slit (nm)	1,2
Corrección de fondo	Lámpara de deuterio
Flujo de aspiración (ml/min)	5
Tiempo de integración (s)	10
Numero de integraciones (N°)	3

perjuicio de la muestra durante la digestión y que previene la generación de altas presiones dentro del envase sellado. Éstos se ubican en una placa giratoria de 16 posiciones, la cual se coloca dentro del equipo para la digestión.

Preparación de la muestra

Para la aplicación del método se emplearon materiales de referencia certificados (MRC) OREAS 239 y 256 (Fig. 2). Se utilizó el método pre-instalado «Copper ore» del MARS™ 2 en la opción «One touch™ methods» (Fig. 3), que comprendían las siguientes condiciones de preparación de muestra: 0,5 g de muestra y 10 mL de agua regia (3:1 de HCl:HNO₃). Se pesaron muestras por duplicado de cada MRC y se sometieron al ataque con agua regia en los envases de teflón del digestor, para lo cual se esperó alrededor de 15 minutos de pre-digestión antes de cerrar los envases.

Los envases se colocaron en la placa giratoria y ubicados en el MARS™ 2. Se activó el método pre-instalado «Copper ore™» para iniciar el proceso de digestión. Las condiciones instrumentales del método se muestran en la Tabla 1. Las muestras digeridas fueron filtradas, se les agregó 10 mL de NaCl 6 mol/L y extraídas con 5 mL de una solución de aliquat al 1% en diisobutilcetona, DIBK (Servolab 2021).

Análisis

El contenido de Au se determinó por espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS) con un equipo Analytikjena NovAA TM 800F (Fig. 1b). Las condiciones

instrumentales del espectrómetro se listan en la Tabla 2. Los resultados obtenidos por FAAS (curva de calibración mediante un ajuste lineal) fueron sometidos a un análisis estadístico mediante la prueba t-student, según la guía Eurolab (Eurolab 2007).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Fig. 4 se muestran los gráficos de temperatura y potencia obtenidos del digestor de microondas MARS™ 2 para el método aplicado, lo que permite monitorear, en tiempo real, la evolución de ambos parámetros en el equipo durante la digestión. Todo el proceso de digestión se llevó a cabo en un lapso de tiempo de 30 minutos, que es mucho más corto que el lapso de 1 a 2 horas mínimas en una digestión ácida en envase abierto.

Para el análisis estadístico de los resultados obtenidos por FAAS para los MRC OREAS™ 239 y 256 (Tablas 3 y 4), el criterio de aceptabilidad es de $t_{\text{calc}} < t_{\text{crit}}$. En ambos casos se cumple este criterio, los valores promedios no difieren estadísticamente de los valores reportados en los certificados de los materiales de referencia utilizados, para un nivel de significancia del 0,05; por lo que se cumple el criterio de aceptación. Por lo tanto, los resultados son trazables al MRC. Los gráficos de cajas (Fig. 5 y 6) muestran que todas las mediciones se encuentran dentro del rango del valor de referencia de cada MRC, por lo que no existen valores atípicos en los mismos. Finalmente, se obtiene que la incertidumbre estándar combinada para el MRC OREAS TM 239 y 256 es de 8,18% y 6,01%, respectivamente.

Tabla 3. Resultados obtenidos por FAAS y análisis estadístico para el MRC OREAS™ 239

Nº muestra	Concentración de Au
1	3,23
2	3,20
3	3,37
4	3,27
5	3,31
6	3,13
7	3,24
8	3,09
9	2,94
10	2,74
número de muestras	10
Promedio, \bar{X}	3,15
Sesgo	-0,26
% relativo del sesgo	-7,57
% Recuperación	92,43
Desviación estándar, s	0,19
Desviación estándar relativa, s_r	5,54%
Desviación estándar del MRC, u_{MRC}	0,162
Concentración MRC	3,41
t -student calculado, t_{calc}	1,49
t -student crítico, t_{crit}	2,26
Incertidumbre de la trazabilidad, u_{traz}	5,16%
Incertidumbre estándar combinada, u_{comb}	8,18%

Tabla 4. Resultados obtenidos por FAAS y análisis estadístico para el MRC OREAS TM 256

Nº muestra	Concentración de Au
1	7,44
2	7,18
3	7,13
4	6,84
5	6,93
6	7,12
7	6,72
8	7,38
9	7,21
número de muestras	9
Promedio, \bar{X}	7,11
sesgo	-0,43
% relativo del sesgo	-5,76
% Recuperación	94,24
Desviación estándar, s	0,24
Desviación estándar relativa, s_r	3,16 %
Desviación estándar del MRC, u_{MRC}	0,304
Concentración MRC	7,54
t -student calculado, t_{calc}	1,38
t -student crítico, t_{crit}	2,31
Incertidumbre de la trazabilidad, u_{traz}	4,27%
Incertidumbre estándar combinada, u_{comb}	6,01%

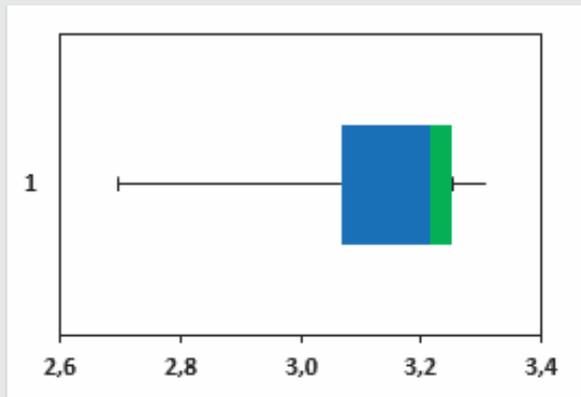


Figura 5. Gráfico de caja para el MRC OREAS™ 239

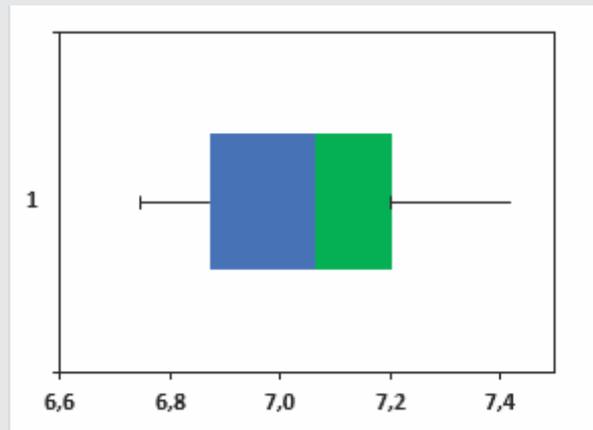


Figura 6. Gráfico de caja para el MRC OREAS™ 256.

CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos demuestran que la digestión asistida por microondas permite obtener resultados confiables en la cuantificación de Au en muestras geológicas minimizando parámetros, tales como el consumo de reactivos y el tiempo de respuesta; los cuales resultan elevados para una digestión ácida en envase abierto. Esto hace que la digestión asistida por microondas sea una excelente alternativa como método de laboratorio para los controles de los procesos industriales en la minería extractiva del Au. Este método está en concordancia con la norma ISO 14869-3:2017.

Ya que el método utiliza una cantidad de muestra de 0,5 g, el límite de detección está por el orden de 2 g/t. Esto da como resultado que esta técnica de digestión es aplicable para tenores de Au superiores a este límite.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Eurolab 2007. Technical report No. 1. Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation. EUROLAB Technical Secretariat. Paris.

ISO 11466:1995. Soil quality-Extraction of trace elements soluble in aqua regia.

ISO 14869-3:2017. Soil quality-Dissolution for the determination of total element content-Part 3: Dissolution with hydrofluoric, hydrochloric and nitric acids using pressurised microwave technique.

Servolab 2021. Determinación de oro en muestras geológicas por extracción con DIBK y medición por espectrometría de absorción atómica. Informe de validación. Servolab Overseas, Puerto Ordaz, Venezuela.

PROTO

DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X AXRD BENCHOP



El AXRD BENCHTOP permite realizar estudios extremadamente rápidos, desde barridos de baja resolución en 3 minutos, hasta barridos de alta resolución en 15-30 minutos.

El AXRD BENCHTOP es un instrumento de calidad en el laboratorio, que impresiona con su calidad y su velocidad de obtención de datos que hasta ahora solo se había visto en sistemas de potencia completa.

Debido a su versatilidad se puede obtener un análisis cualitativo y preciso de la estructura cristalina de muestras en polvo.

Es el equipo adecuado para catalizadores, dióxido de titanio, cemento, farmacia, minería, otras industrias manufactureras e investigación y desarrollo.

ACCESORIOS



Cámara de temperatura variable: permite calentar la muestra hasta 500°C en diferentes atmósferas tales como aire, nitrógeno (N) o Argón (Ar).



Porta muestras de presión variable: para investigación sobre interacciones solido-gas en un rango de presiones desde -3 atm. (Vacío) hasta 30 atm. (440 psi).



Porta muestra giratoria: rotador de muestra de velocidad variable para mejorar la representatividad de la muestra.



Cambiador de muestra: nuestro cambiador de muestra automático de seis posiciones, permite una operación desatendida del difractómetro.

HERZOG

HSM: MOLINO MANUAL

El estándar para la molienda manual del material de muestras



**Eficiencia y fiabilidad
para satisfacer los
requisitos más exigentes
de su laboratorio**



Materiales

Distintos materiales, harina cruda, clínker, cemento, escoria, menas, materiales de óxido, aleaciones ferrosas (tamaño del grano de alimentación: máx. 5 mm)

VENTAJAS

- Molino de disco vibratorio manual modelo HSM.
- Máxima flexibilidad.
- Gran ergonomía y operatividad.
- Propiedades de servicio mejoradas.

ASOCIACIÓN DEL ORO A FASES MINERALÓGICAS MEDIANTE EXTRACCIÓN ÁCIDA SECUENCIAL EN MUESTRAS GEOLÓGICAS DEL ESTADO BOLÍVAR, VENEZUELA

(ASSOCIATION OF GOLD TO MINERALOGICAL PHASES BY SEQUENTIAL ACID EXTRACTION IN GEOLOGICAL SAMPLES FROM BOLIVAR STATE, VENEZUELA)

RICHARD RAFAEL HENRÍQUEZ TORRES¹, DANIEL ALEJANDRO GONZÁLEZ ENRÍQUEZ¹, DANIEL OSCAR VILLARROEL GARCÍA¹, EUCLIDES JOSÉ VELAZCO RIVERO¹, JOSUÉ DAVID MAGO ARREDONDO¹, JOSÉ MANUEL MAGO MARCANO¹

¹Laboratorio de ensayos, Servolab Overseas, Inc.

Correo electrónico: laboratorio@servolab.com.ve

RESUMEN

Se estableció una asociación mineralógica del oro (Au) en tres (3) muestras geológicas provenientes de la zona sureste del estado Bolívar, Venezuela, mediante un proceso de digestión ácida secuencial en envase abierto con ácido clorhídrico (HCl) 1,00 mol/L; ácido nítrico (HNO₃) concentrado y agua regia (HCl: HNO₃ 3:1). Por espectrometría de absorción atómica con llama (FAAS) se estimó el porcentaje de recuperación del Au en cada fracción extraída. La fracción de HCl no mostró presencia de Au; mientras que en la fracción de HNO₃ la recuperación estuvo en el orden del 12,38% para la zona 1; 0,87% para la zona 2 y 4,00% para la zona 3. A través de la identificación de las fases mineralógicas por difracción de rayos X (XRD) de las muestras originales se estableció que aproximadamente el 50,00% de las muestras correspondían a ferrodolomita. Del análisis de los residuos sólidos obtenidos de cada digestión se determinó que este mineral junto la calcita reaccionan con el HCl (presente en la zona 3) y con el HNO₃ reaccionan la pirita y la clorita-serpentina; permaneciendo sin reaccionar los silicatos: cuarzo, albita, muscovita, microclina y ortoclasa, los cuales, como se esperaba, tampoco reaccionaron en agua regia. Por microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS) se pudo establecer la distribución de los minerales en las muestras en estudio y se correlacionaron con los resultados por XRD. Los estudios llevados a cabo establecieron que la mayor parte del Au en las zonas estudiadas se encuentran, en su mayoría, asociados a las fases de los silicatos.

Palabras claves: Oro, extracción secuencial, digestión ácida

ABSTRACT

It was established a mineralogical association of gold (Au) in three (3) geological samples from the southeast zone of Bolívar state, Venezuela, by means of sequential acid digestion process in open vessel with 1.00 mol/L hydrochloric acid HCl; concentrate nitric acid (HNO₃) and aqua regia (HCl: HNO₃ 3:1). The percentage of recovery of Au in every extracted

fraction was estimated by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). The HCl fraction did not show presence of Au; while in the HNO₃ fraction the recovery was in order of 12.38% for the zone 1; 0.87% for the zone 2 and 4.00% for the zone 3. By means of X-ray Diffraction (XRD) identification of the original samples was established that around 50.00% of the samples is ferrodolomite; while the analysis of solid residues of every digestion determined that in the HCl fraction this mineral and calcite (from zone 3) were dissolved and in the HNO₃ fraction pyrite and chlorite-serpentine were dissolved; while the silicate phases remained undissolved: quartz, albite, muscovite, microcline and orthoclase. By Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-ray Energy Dispersion Spectroscopy (EDS) was established the mineral distribution in the samples and they could correlate with the results by XRD. The research carried out established that most of the Au in the studied zones is found mostly associated with the silicate phases.

Key words: Gold, sequential extraction, acid digestion

INTRODUCCIÓN

La historia de la humanidad ha estado ligada a la extracción de oro como una actividad comercial en permanente crecimiento, especialmente relacionada al uso de dicho metal en joyería por su durabilidad, resistencia, color y por el valor económico que éste implica. Los procesos de extracción actuales van de la mano con diversas técnicas analíticas y ensayos de laboratorio que se utilizan para determinar el tenor de oro en los diversos materiales geológicos colectados durante las actividades de muestreo de las potenciales vetas del preciado metal, a fin de establecer si la zona en estudio es económicamente explotable. Muchas de estas técnicas incluyen la espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS); espectrometría de absorción atómica con horno de grafito (GFAAS), espectrometría de absorción atómica con atomización electrotermal (ETAAS) o espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICPOES) (MEDVEI *ET AL.* 2004; NOMNGONGO *ET AL.* 2018). Sin embargo, conocer el tipo de mineral que esté asociado al oro (Au) en una muestra geológica puede ser útil a la hora de evaluar la existencia de este metal en una determinada zona de exploración y su posible explotación. Una buena manera de establecer esta asociación es llevar a cabo una digestión

secuencial del material geológico en estudio. La extracción secuencial se aplica, con frecuencia, para obtener información sobre el fraccionamiento de metales pesados en las diferentes fases que conforman una muestra sólida. Estas fases o redes están clasificadas como la fase carbonato, las fases de óxido de hierro y manganeso, la fase orgánica y la fracción extraíble con ácidos fuertes; cada una extraída con un determinado reactivo, solvente o mezcla de solventes. En el ámbito geológico, es un procedimiento que es un buen indicativo para ofrecer información sobre los riesgos de contaminación ambiental que éstos ocasionan en rocas, suelos, sedimentos, aguas, etc. (OKORO *ET AL.* 2012).

Existen diversas metodologías para llevar a cabo una extracción secuencial y que son aplicables a la determinación de muchos metales pesados en materiales geológicos, tales como las metodologías desarrolladas por Tessier en (1979), Sposito en 1989 o Gomes *et al.* en 1997 (VILAR *ET AL.* 2003). Cabe destacar, que muchos métodos de digestión de muestras geológicas se utilizan combinados con métodos de preconcentración, especialmente en la determinación de Au, el cual, con frecuencia, se encuentra en niveles de trazas y hasta ultratrazas, lo que dificulta su cuantificación, si se utilizan técnicas analíticas como espectrome-

tría absorción atómica (LIU ET AL. 2019, LIU ET AL. 2020). TERASHIMA & TANIGUCHI (2000) describieron un método de extracción secuencial de Au en materiales de referencia, seguida de la preconcentración de Au en cada fracción extraída con metil isobutil cetona (MIBK) y la posterior determinación por espectrometría de absorción atómica con horno de grafito. Este método comprendió cinco (5) pasos que incluyeron extracciones con soluciones de cloruro de amonio (NH_4Cl) (fracción intercambiable), HCl/ioduro de potasio (HCl/KI) a temperatura ambiente (fracción amorfa); HCl/KI a 115°C (fracción metálica); HCl/ HNO_3 3/1 (fracción soluble en agua regia) y HCl/ HNO_3 /ácido fluorhídrico (HF) (HCl/ HNO_3 /HF) 3/1/4 (fracción residual). De los materiales de referencia estudiados, los de origen volcánico (extrusiva, de textura vítrea o piroclástica) presentaron mayores contenidos de Au en las fracciones soluble en agua regia y residual; mientras que los de origen plutónico (intrusiva, de textura pegmatítica, entre otras) presentaron mayores contenidos de Au en las fracciones amorfa y metálica. La fracción intercambiable presentó bajos contenidos de Au en ambos tipos de materiales.

La digestión ácida secuencial resulta una manera simple de establecer una asociación mineralógica de los metales, ya que permite establecer grupos de minerales según su reacción en un determinado ácido. Entre los más utilizados están el HCl, HNO_3 , HClO_4 , (HClO_4 , HF) y ácido sulfúrico (H_2SO_4) o por combinación de dos más de ellos (BALARAM & SUBRAMANYAM 2022). El HCl, a pesar de ser un ácido fuerte, resulta ser un agente de reducción débil (HU & QI 2014). Es un excelente ácido para reaccionar con carbonatos, fosfatos, muchos metales y óxidos de metales. Por otro lado, el HNO_3 concentrado es mejor agente oxidante y apropiado para reaccionar con la materia orgánica, y en caliente y concentrado es apropiado para reaccionar con elementos trazas en muchos materiales, los cuales se

solubilizan en medio acuoso, siendo especialmente utilizado para descomponer carbonatos y sulfuros en materiales geológicos. Mientras que el agua regia, que una mezcla de HCl y HNO_3 concentrados en una proporción 3:1, resulta ser un agente oxidante mucho más fuerte que el HNO_3 solo; siendo utilizado para descomponer metales, concentrados, aleaciones, sulfuros y, si se combina con ácido fluorhídrico, HF, es capaz de disolver gran variedad de silicatos (Hu & Qi 2014). Sin embargo, el agua regia por sí solo no puede disolver ciertos minerales, tales como casiterita (SnO_2), barita (BaSO_4), cromita (FeCr_2O_4) o sus variantes con aluminio (Al) o magnesio (Mg), gahnita (ZnAl_2O_4), ilmenita (FeTiO_3), rutilo (TiO_2), titanita o esfena (CaTiSiO_5), monacita ($\text{Ce,La,Y,Th}(\text{PO}_4)_3$), circón (ZrSiO_4) o el granate ($\text{Ca,Fe,Mg,Mn}_3(\text{Al,Fe,Mn,Cr,Ti,V})_2(\text{SiO}_4)_3$) (BALARAM & SUBRAMANYAM 2022), además de muchos silicatos.

El presente trabajo tuvo como objetivo establecer la asociación mineralógica del Au en muestras geológicas provenientes de la zona sureste del estado Bolívar, Venezuela mediante digestión ácida secuencial, preconcentración con DIBK (Diisobutilcetona), evaluando la presencia de Au en las fracciones extraídas mediante espectrometría de absorción atómica con llama y su vinculación con las fases minerales mediante difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de dispersión de energía de rayos X.

MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales y reactivos

Fueron utilizadas muestras geológicas (arenas) colectadas en 3 áreas de la zona sureste del estado Bolívar, Venezuela, las cuales se identificaron como sector 1, sector 2 y sector 3. Para la preparación de la curva de calibración se utilizó un estándar *Spectro Pure* de Au para

absorción atómica (AA) de 1000 mg/L de Au en 3% HCl. Todo el material de vidrio de medición fue previamente verificada su calibración antes de su uso.

Preparación de las muestras

Las muestras fueron secadas en una estufa *Memmert* a 105,0°C por 12 horas. Una vez secadas, fueron sometidas a cuarteo manual y las porciones de muestras representativas fueron pulverizadas, mediante una pulverizadora *Labtech Essa* con capacidad de 1 kg.

Tratamiento de digestión de las muestras

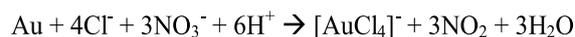
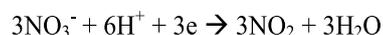
Digestión secuencial: Se pesaron 10,000 g de las muestras, por triplicado, de cada zona en estudio, y se colocaron en vasos de precipitados de 250 mL. A cada una de las muestras se les agregó 80 mL de una solución de HCl 1,00 mol/L y digeridas a temperatura ambiente durante 12 horas. Una vez completado el tiempo de digestión, las muestras fueron filtradas por gravedad a través de papel de filtro Whatman N° 42, sometiendo el residuo a lavados con agua destilada a temperatura ambiente. El filtrado y los lavados se llevaron a balones aforados de 100 mL y se reservaron (sin completar el aforo) para su posterior tratamiento y lectura por FAAS.

El papel de filtro junto con el residuo sólido obtenido de la digestión con HCl de las muestras fueron colocados en vasos de precipitados de 250 mL rotulados y sometidos a digestión con 20,00 mL de HNO₃ concentrado (65% m/v) sobre una plancha de calentamiento a 80°C durante 2 horas. Una vez completado el tiempo de digestión, las muestras fueron filtradas a través de papel de filtro Whatman N° 42, sometiendo el residuo a lavados con agua destilada a temperatura ambiente. El filtrado y los lavados se llevaron a balones aforados de 100 mL y se completaron con agua destilada hasta la marca de aforo y se reservaron para su pos-

terior tratamiento y lectura por FAAS.

Digestión con HCl: Se pesaron 10,000 g de muestra de cada zona en estudio y se colocaron en vasos de precipitados de 250 mL. Fueron agregados 80 mL de una solución de HCl al 10% y permitidos digerir a temperatura ambiente durante 12 horas. Una vez completado el tiempo de digestión, las muestras fueron filtradas por gravedad a través de papel de filtro Whatman N° 42, sometiendo el residuo a lavados con HCl al 10% a temperatura ambiente. El residuo sólido se recuperó, fue secado a 105,0°C por 1 hora y se reservó para el análisis por difracción de rayos X.

Digestión con agua regia: Se pesaron 10,000 g de las muestras de cada zona en estudio y se colocaron en vasos de precipitados de 250 mL. Se agregaron 30 mL de agua regia (HCl:HNO₃ 3:1) y se sometieron a calentamiento a 80°C. Durante el proceso de digestión se agitó periódicamente la mezcla hasta que todo el óxido nitroso fuera expulsado y el volumen de la mezcla se redujera a 50 mL. En este punto, la mezcla debía presentar una apariencia pastosa, evitándose la sequedad. A la mezcla se le añadió, cuidadosamente, 20 mL de HCl al 10%, removiendo con una varilla de vidrio, para asegurar la formación del complejo áurico, según la reacción:



Se continuó la digestión hasta que el volumen de la mezcla descendiera a 50 mL aproximadamente. Las mezclas (a temperatura ambiente) fueron filtradas por gravedad a través de papel de filtro Whatman N° 42, lavando el residuo con HCl al 10% a temperatura ambiente. El filtrado y los lavados se llevaron a balones aforados de 100 mL, se completó el aforo

con agua destilada y se reservaron para su posterior tratamiento y lectura por FAAS.

Extracción con DIBK

De cada una de las soluciones obtenidas de las digestiones con HCl se realizó la extracción utilizando el volumen total colectado en la filtración; mientras que de las soluciones obtenidas de las digestiones con HNO₃ y con agua regia se tomaron 50 mL de cada una y se colocaron en balones aforados de 250 mL. A todas las soluciones se añadieron 10 mL de cloruro de sodio (NaCl), 6 mol/L y 5 mL de solución de Aliquat 336 al 1% en DIBK. Las soluciones se agitaron por espacio de 5 minutos y, luego, la fase orgánica se llevó hasta el cuello del balón con agua destilada. Se les permitió reposar hasta la completa separación de la fase orgánica de la fase acuosa.

Curva de calibración

Una solución madre de 100 mg/L de Au fue preparada disolviendo con agua destilada 10 mL de una solución patrón de Au de 1000 mg/L en un balón aforado de 100 mL. A partir de esta solución se prepararon soluciones patrones de 100 mL con concentraciones de 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10 mg/L. Posteriormente, 5 mL de cada uno de los patrones se colocaron en balones aforados de 250 mL y se realizó la extracción con DIBK de la misma forma descrita anteriormente.

Análisis por espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS)

La fase orgánica de DIBK se aspiró en un espectrómetro de absorción atómica de llama modelo NovAA 800F, marca AnalytikJena. Las condiciones de medida del equipo se muestran en la **tabla 1**.

Análisis por difracción de rayos X (XRD)

Cada una de las muestras (original, residuos

Tabla 1. Parámetros del espectrómetro de absorción atómica para la medición de Au.

Parámetro	Analito
	Au
Llama	Acetileno/Aire
Longitud de onda (nm)	242,80
Corriente de la lámpara (mA)	5,00
Slit (nm)	1,20
Corrección de fondo	Lámpara de deuterio
Flujo de aspiración (ml/min)	5,00
Tiempo de integración (s)	10,00
Numero de integraciones (N°)	3,00

de las digestiones con HCl, HNO₃ y agua regia) fueron compactadas en portamuestras de 2,50 cm de diámetro. Las muestras sólidas fueron analizadas en un difractómetro Bruker D2 Phaser, con radiación de cobre (Cu) y filtro de níquel (Ni), en un rango de 7,00° a 120,00° 2 θ , con un tamaño de paso de 0,02° 2 θ y un tiempo de 1,00 segundo por paso. Los difractogramas obtenidos fueron analizados con Diffrac.EVA para la identificación y cuantificación de fases cristalinas, empleando la base de datos PDF-2 2014 del ICDD.

Análisis por microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (SEM-EDS)

Se fijaron porciones de las muestras sólidas (original y residuos de las digestiones con HCl y HNO₃) de cada sector en un portamuestra de Al (H) con el uso de pintura de carbón. Las muestras fueron analizadas en un espectrómetro de dispersión de energía de rayos X OXFORD acoplado a un microscopio electrónico de barrido HITACHI modelo TM4000 Plus II, operado con un voltaje de aceleración de 15 kV.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS)

Al realizar la digestión ácida secuencial sim-

ple con HCl y HNO₃ se buscó establecer las fases mineralógicas asociadas al Au. Los análisis por FASS fueron realizados con la intención de verificar la presencia de Au en las fracciones de las digestiones secuenciales con HCl y con HNO₃ y obtener los porcentajes de recuperación de Au; mientras que la digestión con agua regia obtenidas de las muestras de cada zona en estudio permitió obtener el tenor total de Au.

Tabla 2. Resultados de los porcentajes de recuperación de oro determinado por FAAS.

Tenor de oro	Sector		
	1	2	3
Tenor total de Au (g/t) (Au extraído con agua regia)	42,23	73,30	93,95
Recuperación de Au con HCl (%)	0,00	0,00	0,00
Recuperación de Au con HNO ₃ g/t (%)	5,24 (12,38)	0,64 (0,87)	1,25 (4,00)

La **tabla 2** muestra los resultados obtenidos por FAAS. En dicha tabla se puede apreciar que en la digestión secuencial con HCl no se detectó Au por FAAS, lo que evidencia que las fases mineralógicas que se solubilizan en este ácido no se encuentran asociadas al Au. Por otro lado, se obtuvieron variados porcentajes de recuperación de Au en la digestión secuencial con HNO₃. El mayor porcentaje de recuperación de Au se obtuvo para la muestra del sector 1; mientras que el sector 2 presentó el más bajo porcentaje de recuperación. Los resultados muestran que las fases mineralógicas que reaccionan con HNO₃ presentan un significativo porcentaje de Au asociado a ellas; mientras que el mayor contenido de Au se encuentra más asociado a los minerales que permanecen sin disolver en la fracción sólida recuperada (principalmente silicatos). Esto es significativamente más evidente en la muestra del sector 2, en la cual el porcentaje de recupe-

ración de Au estuvo por debajo del 1,00%.

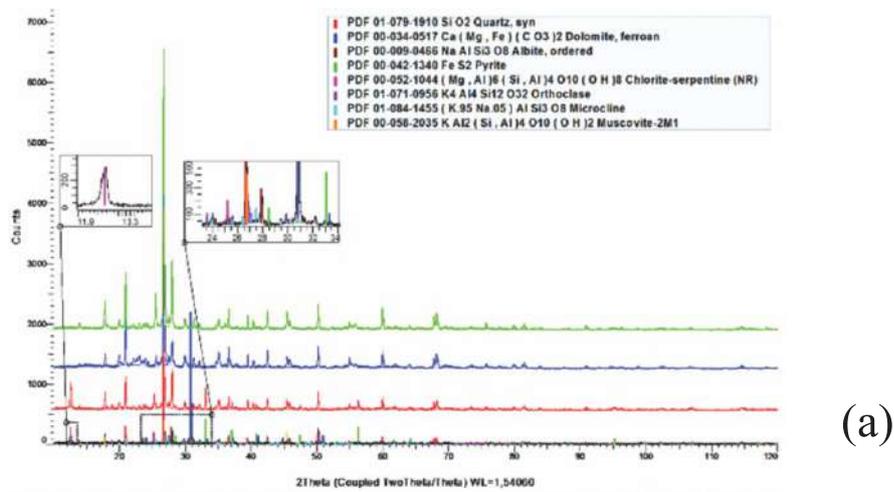
Difracción de rayos X (XRD)

Por XRD pudo determinarse que las fases identificadas en todas las muestras geológicas originales presentan una similitud en la composición mineralógica (**Fig. 1**). Las fases mineralógicas identificadas son presentadas en la **tabla 3**; mientras que el análisis semicuantitativo realizado a los difractogramas es presentado en la **tabla 4**.

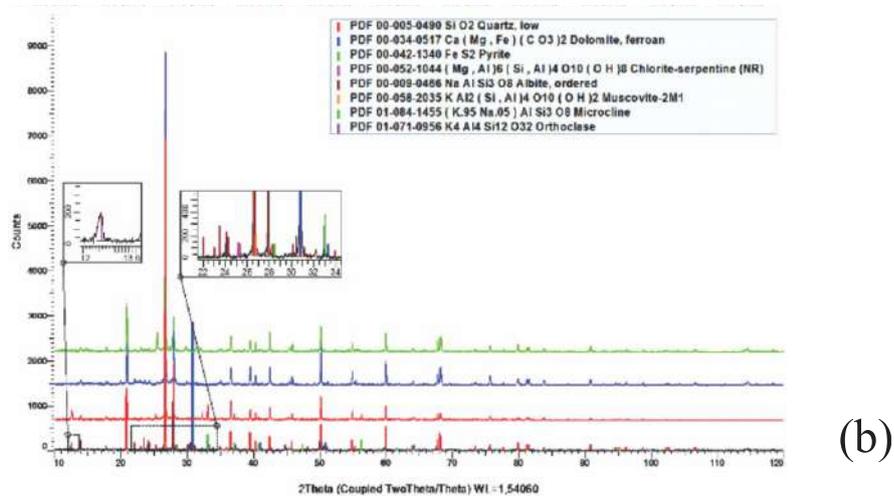
El análisis semicuantitativo de las fases mineralógicas detectadas por XRD indican que alrededor del 50,00% de las muestras de cada sector corresponden a la ferrodolomita; con un significativo porcentaje de pirita y una baja presencia de calcita en el sector 3. El resto de las fases identificadas corresponden a silicatos de variada labilidad.

El análisis por XRD del residuo sólido obtenido al digerir con HCl revela que las fases mineralógicas que reaccionaron con este ácido corresponden a la ferrodolomita en las muestras de los tres sectores y a la calcita del sector 3. La ferrodolomita y la calcita, como compuestos carbonaceos, reaccionan con HCl. Relacionando este resultado con lo obtenido por FAAS se comprueba que estas fases mineralógicas no se asocian al Au, al no detectarse este metal por esta técnica.

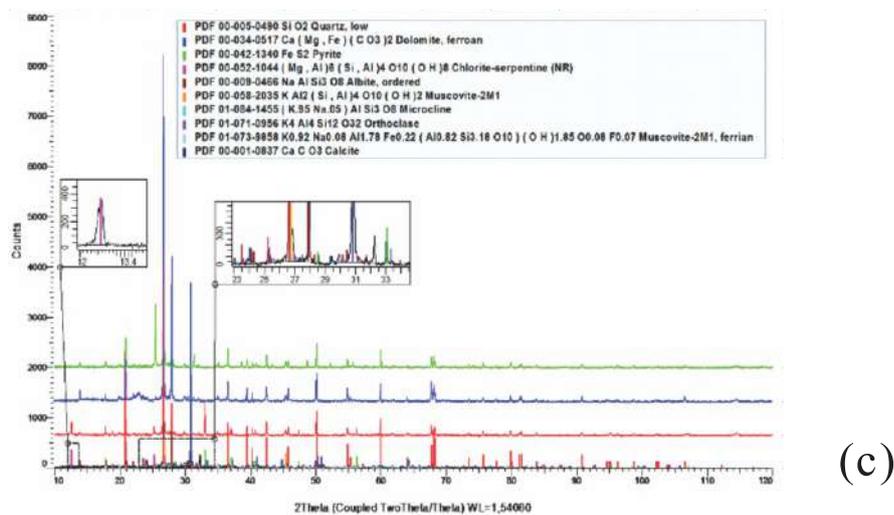
El análisis por XRD del residuo obtenido al digerir con HNO₃ muestra que las fases mineralógicas que se disolvieron con dicho ácido corresponden a la pirita y a la clorita-serpentina. La detección de Au por AA digerido con este ácido revela que un significativo porcentaje de Au está asociado a estas fases minerales en las muestras de los sectores 1 y 3. Es lógico este resultado, en virtud de que la pirita es un mineral que, con frecuencia, se encuentra asociado al Au (LARGE & MASLENNIKOV 2020). Este tipo de Au es deno-



(a)



(b)



(c)

Figura 1: Difractograma con su respectiva identificación de muestras de arenas del: (a) sector 1, (b) sector 2, (c) sector 3 (■) muestra original, (■) residuo resultante de la digestión con HCl, (■) residuo resultante de la digestión con HNO₃ (■) residuo resultante de la digestión con agua regia).

Tabla 3. Fases mineralógicas identificadas por XRD de los variantes de arena.

Mineral	Fórmula química	Sector		
		1	2	3
Cuarzo	SiO ₂	X	X	X
Ferrodolomita	Ca(Mg,Fe)(CO ₃) ₂	X	X	X
Pirita	FeS ₂	X	X	X
Clorita-serpentina	(Mg,Al) ₆ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₈	X	X	X
Albita, ordenada	NaAlSi ₃ O ₈	X	X	X
Moscovita-2M1	KAl ₂ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₂	X	X	X
Microclina	(K _{0,95} Na _{0,05})AlSi ₃ O ₈	X	X	X
Ortoclasea	K ₄ Al ₄ Si ₁₂ O ₃₂	X	X	X
Ferromoscovita-2M1	K _{0,92} Na _{0,08} Al _{1,78} Fe _{0,22} (Al _{0,82} Si _{3,18} O ₁₀)(OH) _{1,85} O _{0,08} F _{0,07}	X	X	X
Calcita	CaCO ₃	-	-	X

Tabla 4. Análisis semicuantitativo de las fases cristalográficas identificadas por XRD de las muestras originales y los residuos resultantes después de las digestiones con HCl, HNO₃ y agua regia de las muestras de arenas de los tres sectores en estudio.

Mineral	Muestra original (%)			Residuo resultante después de la digestión con HCl (%)			Residuo resultante después de la digestión con HNO ₃ (%)			Residuo producto de la digestión con agua regia (%)		
	Sector			Sector			Sector			Sector		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Cuarzo	11,10	19,00	24,90	30,10	50,70	30,00	44,90	63,70	38,00	39,40	58,50	45,10
Ferrodolomita	50,90	56,30	49,70	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Albita	3,00	10,00	4,60	15,80	19,40	11,40	10,70	17,20	33,40	14,20	14,20	20,70
Moscovita-2M1	12,40	3,40	7,50	16,80	7,10	14,80	12,90	6,40	17,80	26,10	10,20	15,20
Pirita	5,90	4,30	2,80	7,40	7,00	16,60	-	-	-	-	-	-
Clorita-serpentina	6,10	3,30	4,60	10,40	7,50	9,70	-	-	-	-	-	-
Microclina	3,10	1,40	1,40	4,90	2,70	4,20	7,20	4,20	5,10	5,90	6,00	5,10
Ortoclasea	2,60	1,20	1,30	4,90	2,50	4,90	5,50	2,40	2,60	5,60	4,90	5,20
Ferromoscovita-2M1	4,70	1,10	2,20	9,80	3,00	8,30	18,80	6,20	3,10	8,90	6,10	8,70
Calcita	-	-	1,00	-	-	-	-	-	-	-	-	-

minado «oro invisible», ya que se encuentra en forma de partículas no estructurales en escala sub-microscópicas con tamaños de 0,10 a 0,01 micrones o como nanopartículas en el rango de aproximadamente 1,00 a 10,00 nm de Au(0) o aleado con otros metales trazas, alojados dentro de minerales tales como los sulfuros; o enlazadas estructuralmente, formando soluciones sólidas o estados isomórficos

(LARGE & MASLENNIKOV 2020, MORISHITA ET AL. 2019). El bajo contenido de recuperación de Au en la muestra del sector 2, obtenido por FAAS, sugiere que el mayor tenor de Au se encuentra asociado a los silicatos no disueltos en HNO₃, posiblemente formando inclusiones de nanopartículas o soluciones sólidas en estos silicatos no disueltos.

Microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (SEM-EDS)

El análisis por SEM-EDS buscó compaginar los resultados obtenidos por XRD y comprobar la distribución elemental dentro de las muestras de los 3 sectores estudiados y la evolución de esta distribución en las muestras originales y a lo largo de las digestiones por su comparación con los residuos sólidos obtenidos de las digestiones secuenciales con HCl y HNO₃. La **Fig. 2** muestra la imagen de SEM obtenida con el detector de electrones retrodispersados (BSE) y el análisis de mapeo por EDS realizado a dicha imagen (general y por elementos) para el sector 1. El análisis por SEM-EDS no revela presencia de Au en las muestras en estudio, lo que hace suponer que

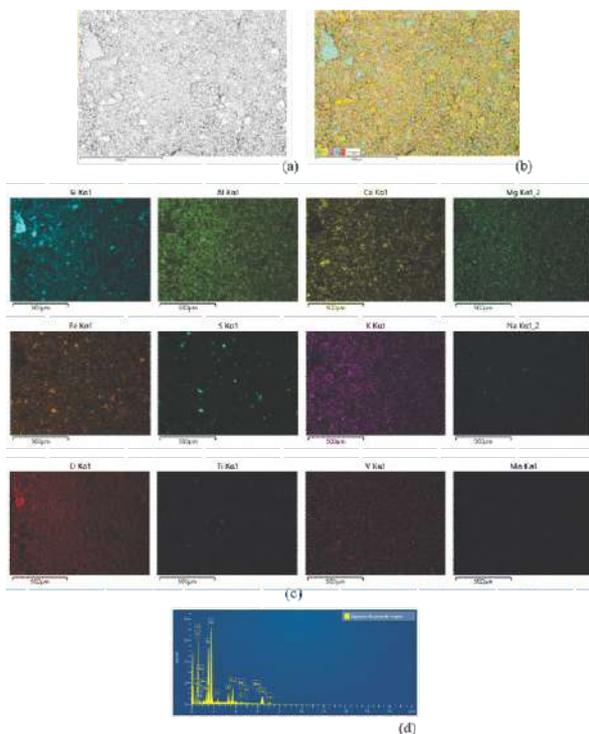


Figura 2. SEM y EDS de la muestra de arena sin digestión de arena del sector 1: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas.

los niveles en los que se encuentra el Au en las muestras (en el rango de mg/L para FAAS) no lo hace indetectable por esta técnica, la cual detecta en el rango de porcentaje.

También se puede asumir que todo el Au presente en ella debe estar en la forma de «oro invisible», el cual es indetectable por métodos de microscopía óptica y electrónica (POKROVSKI ET AL. 2019).

En los mapeos individuales por elemento puede observarse la distribución del calcio (Ca) y magnesio (Mg) asociados principalmente a la ferrodolomita; mientras que el mapeo de azufre (S) revela la distribución heterogénea de la pirita en dicha muestra. Adicionalmente, por EDS, se detectaron elementos que no fueron detectados en ninguna fase mineralógica identificada por XRD, tales como el titanio (Ti), vanadio (V) y Mn, los cuales se encuentran en niveles por debajo de 0,20% en masa. Es de suponerse que estos elementos se encuentran en fases mineralógicas presentes en la muestra en niveles por debajo del 1,00% en masa. Estos bajos niveles de concentración no son detectables por XRD.

La **Fig. 3** muestra el análisis por EDS realizado al residuo sólido obtenido de la digestión secuencial con HCl de la muestra de arena del sector 1. La identificación de hierro (Fe) y S evidencian nuevamente la presencia de la pirita en este residuo. Las bajas concentraciones de Ca detectadas pueden atribuirse a un remanente de ferrodolomita no disuelto en el HCl. Este elemento Ca desaparece en el residuo sólido obtenido de la digestión con HNO₃ de la muestra de arena del sector 1 (**Fig. 4**). En todos los sólidos analizados (muestra original y residuos de las digestiones con HCl y HNO₃) se presenta una distribución homogénea de silicio (Si), Al y potasio (K), indicativos de las fases mineralógicas moscovita, microclina, ortoclasa y ferromoscovita que no se solubilizan en HCl ni en HNO₃; mientras que

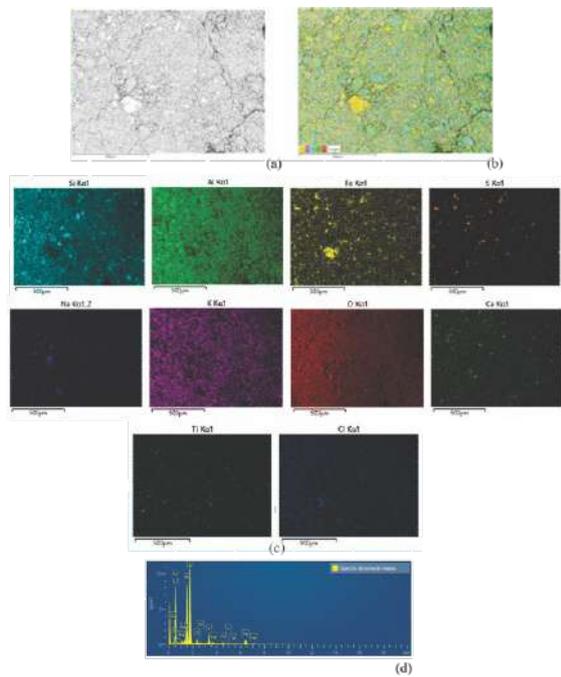


Figura 3. SEM y EDS del residuo resultante de la digestión con HCl 1 mol/l de la muestra de arena del sector 1: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas

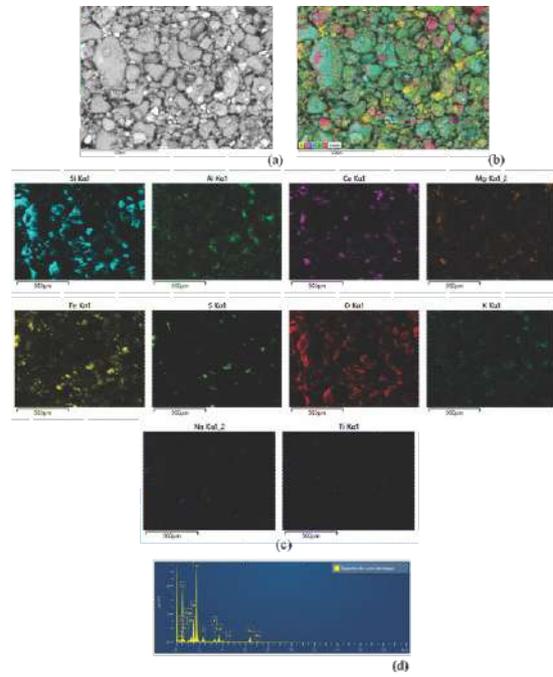


Figura 5. SEM y EDS de la muestra de arena sin digestión del sector 2: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas

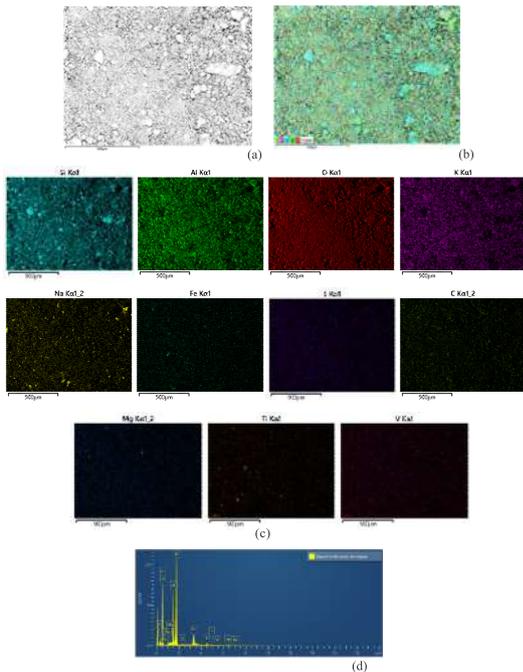


Figura 4. SEM y EDS del residuo resultante de la digestión con HNO₃ concentrado de la muestra de arena del sector 1: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas.

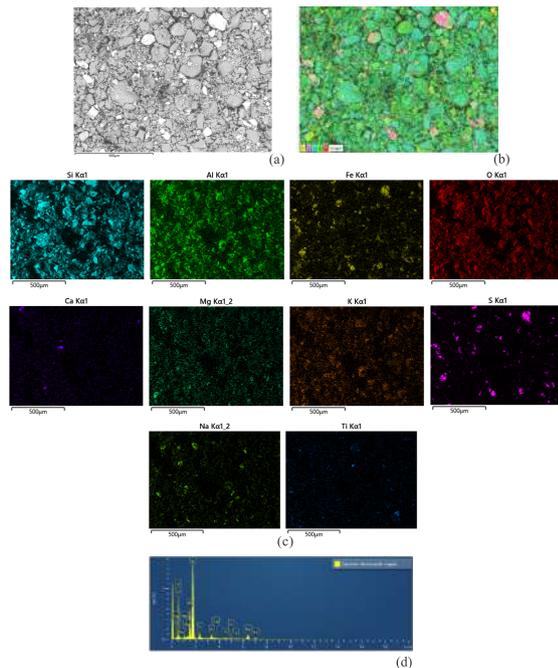


Figura 6. SEM y EDS del residuo resultante de la digestión con HCl 1 mol/l de la muestra de arena del sector 2: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas

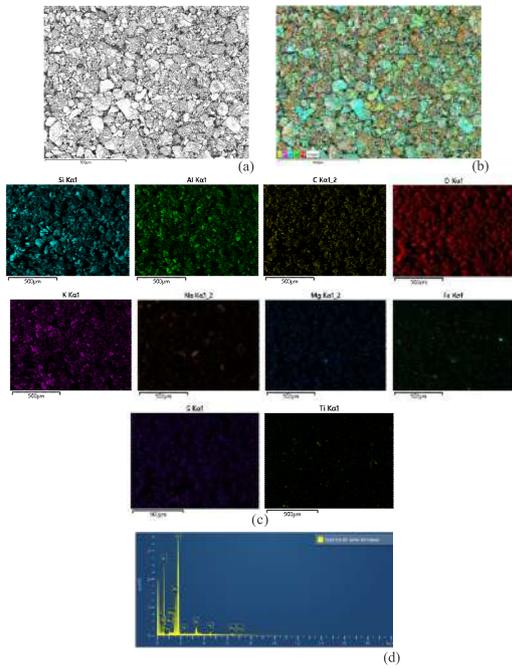


Figura 7. SEM y EDS del residuo de la muestra de arena digerida con HNO_3 concentrado del sector 1: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas.

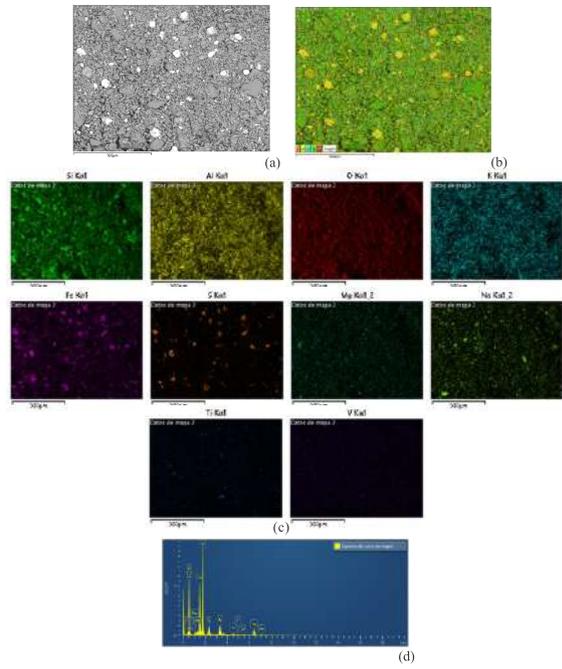


Figura 9. SEM y EDS de la muestra de arena sin digerir con HCl 1 mol/l del sector 2: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas.

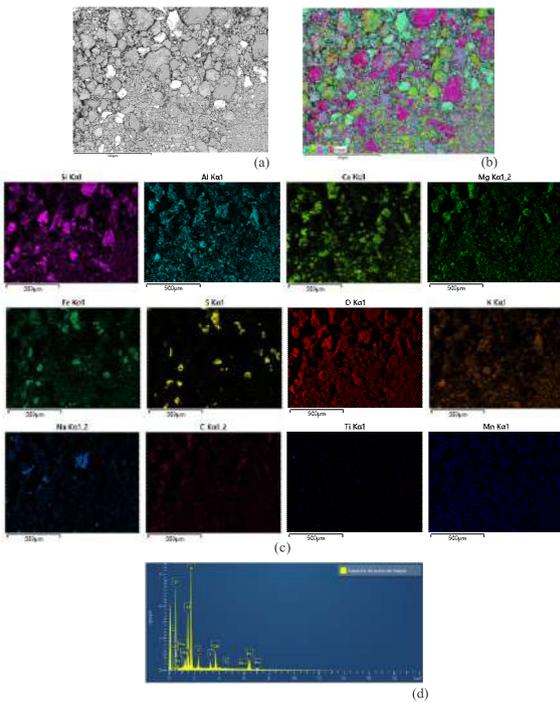


Figura 8. SEM y EDS de la muestra de arena sin digerir del sector 3: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas.

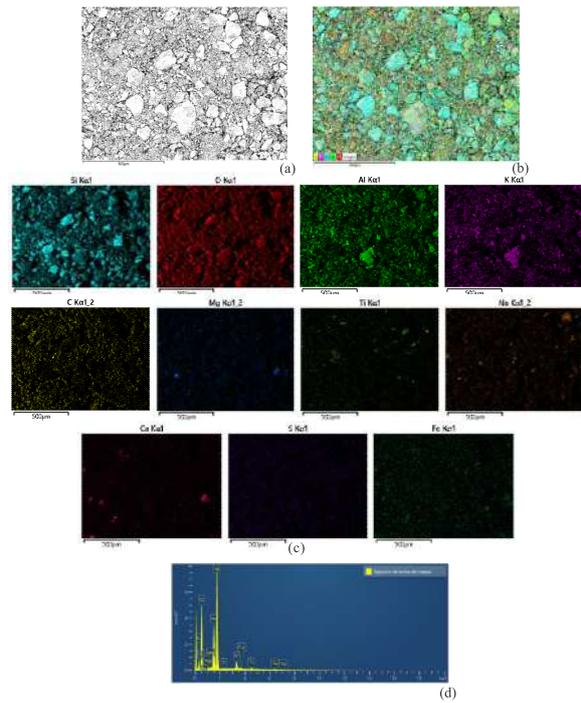


Figura 10. SEM y EDS de la muestra de arena digerida con HNO_3 concentrado del sector 3: (a) Imagen de BSE; (b) imagen por mapeo de EDS, (c) imágenes de mapeos individuales y (d) espectro de suma de mapas.

la distribución de sodio (Na) se atribuye a la presencia de la albita. Similar comportamiento se observa en los mapeos para las muestras analizadas para el sector 2 (Figs. 5-7) y el sector 3 (Figs. 8-10).

Tabla 5. Porcentajes de elementos detectados en los espectros de suma de mapas obtenidos por EDS para las muestras originales y los residuos obtenidos en las digestiones con HCl y HNO₃ de arenas de las tres zonas en estudio.

Elemento	Muestra original (%)			Residuo de la digestión con HCl (%)			Residuo de la digestión con HNO ₃ (%)		
	Sector			Sector			Sector		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
O	43,60	44,80	41,20	43,10	41,50	40,60	44,70	44,5	43,80
Si	18,00	25,60	16,90	23,80	30,10	26,30	21,00	17,5	19,60
C	-	-	9,40	-	-	-	16,70	27,1	23,60
Al	12,10	7,60	8,50	15,20	10,00	12,70	10,70	7,50	7,60
Fe	10,80	11,50	11,0	7,90	10,20	10,30	0,90	0,90	0,80
Ca	6,90	4,60	5,30	0,40	0,20	-	-	-	0,20
K	3,60	1,40	2,30	4,50	2,40	4,40	4,00	2,10	2,60
Mg	2,10	1,50	1,60	0,90	0,60	0,70	0,20	0,20	0,30
S	1,10	2,10	2,50	1,80	3,20	2,90	0,10	0,10	0,10
Na	0,70	0,50	0,70	1,00	0,90	0,90	0,70	0,60	0,50
Ti	0,60	0,40	0,40	1,00	0,90	1,10	1,00	0,80	0,80
Ba	0,20	-	-	-	-	-	-	-	-
Mn	0,20	-	0,10	-	-	-	-	-	-
V	0,10	-	-	0,10	0,10	0,10	0,10	-	-
Cl	-	-	-	0,30	-	-	-	-	-

En la **tabla 5** se observan los diferentes elementos detectados por EDS obtenidos de los espectros de suma de mapas. El grupo principal de elementos corresponden con las composiciones químicas de las diversas fases mineralógicas detectadas por XRD. El grupo de elementos minoritarios detectados por EDS (Ti, Ba (Bario), Mn y V) pueden deberse a fases mineralógicas que se encuentran por debajo del 1% en masa de las muestras y que no pueden ser detectadas por XRD. De estos, el Ti permanece poco alterado durante la digestión secuencial, lo que sugiere que puede tratarse posiblemente de ilmenita en muy baja concentración indetectable por XRD. El cloro (Cl) detectado en el residuo de

la digestión con HCl de la muestra de arena de la zona 1 puede deberse a algún compuesto con cloruro formado como cloruro de calcio, cloruro de magnesio o cloruro férrico (CaCl₂, MgCl₂ o FeCl₃) durante la digestión, al reaccionar el HCl con la ferrodolomita y que no terminó de removerse del residuo sólido durante los lavados. El carbono (C), que se puede encontrar en la muestra en estado elemental en forma de sus diferentes variantes alotrópicas, y detectado en los residuos sólidos obtenidos del proceso de digestión con HNO₃, posiblemente, se debe a la celulosa del papel de filtro descompuesta por el HNO₃ junto con el residuo sólido proveniente del proceso de digestión con HCl.

CONCLUSIONES

A través de la investigación llevada a cabo, se concluye que:

Por las técnicas de XRD y SEM-EDS en los residuos de la digestión con HCl se disolvieron las fases carbonatos, referidos a la ferrodolomita y calcita; mientras que con el HNO₃ se disolvieron las fases de piritita y clorita-serpentina.

El Au no se encuentra asociado a las fases mineralógicas que se disuelven con el HCl; mientras que con el HNO₃ se obtuvo menos del 12,00% de recuperación del Au, la cual se asocia a las fases de piritita y clorita-serpentina presentes en las muestras.

El mayor porcentaje de Au se encuentra en las fases de los silicatos que representan el residuo de la extracción ácida secuencial final, por lo que se sugiere digerir este residuo con HF como una tercera etapa de la extracción para determinar la concentración de Au presente en los silicatos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la junta directiva de

la empresa Servolab, C.A., por permitir la realización de esta investigación en sus instalaciones.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BALARAM V. & SUBRAMANYAM K.S.V. 2022. Sample preparation for geochemical analysis: Strategies and significance. *RSC Adv.* 1: 100010. <https://doi.org/10.1016/j.sampre.2022.100010>.
- HU Z. & QI L. 2014. Sample Digestion Methods. En *Treatise on Geochemistry*, 87-109. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-095975-7.01406-6>.
- LARGE R. R. & MASLENNIKOV V.V. 2020. Invisible gold paragenesis and geochemistry in pyrite from orogenic and sediment-hosted gold deposits. *Minerals.* 10(4): 339. <https://doi.org/10.3390/min10040339>.
- LIU Y., WAN B. & XUE D. 2019. Sample digestion and combined preconcentration methods for the determination of ultra-low gold levels in rocks. *Molecules.* 24(9): 1778. <http://dx.doi.org/10.3390/molecules24091778>.
- LIU Y., WANG Z., XUE D., YANG Y., LI W., CHENG H., PATTEN C. & WAN B. 2020. An improved analytical protocol for the determination of sub-nanogram gold in 1-2 g rock samples using GFAAS after polyurethane foam pretreatment. *At. Spectrosc. Atomic Spectroscopy.* 41(3): 131-140. DOI:10.46770/AS.2020.03.006
- MEDVEI J., BUJDOŠ M., MATUŠ P. & KUBOVÁ J. 2004. Determination of trace amounts of gold in acid-attacked environmental samples by atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization after preconcentration. *Anal. Bioanal. Chem.* 379(1): 60-65. <https://doi.org/10.1007/s00216-004-2538-9>.
- MORISHITA Y., HAMMOND N.Q., MOMII K., KONAGAYA R., SANO Y., TAKAHATA N. & UENO H. 2019. Invisible gold in pyrite from epithermal, banded-iron-formation-hosted, and sedimentary gold deposits: Evidence of hydrothermal influence. *Minerals.* 9(7): 447. <https://doi.org/10.3390/min9070447>.
- NOMINGONGO P. N., MATONG J. M. & MUNONDE T. S. 2018. Trace metals in soils. *Rec. Adv. Trace Elem.* 161-175. <https://doi.org/10.1002/9781119133780.ch8>.
- OKORO H. K., FATOKI O. S., ADEKOLA F. A., XIMBA B. J. & SNYMAN R. G. 2012. A review of sequential extraction procedures for heavy metals speciation in soil and sediments. *Sci. Rep.* 1: 181. <https://doi.org/10.4172/scientificreports.181>.
- POKROVSKI G. S., KOKH M. A., PROUX O., HAZEMANN J. L., BAZARKINA E. F., TESTEMALE D., ESCODA C., BOIRON M. C., BLANCHARD M., AIGOUY T., GOU, S., DE PARSEVAL P. & THIBAUT M. 2019. The nature and partitioning of invisible gold in the pyrite-fluid system, *Ore Geol. Rev.* 109: 545 - 563. <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2019.04.024>.
- TERASHIMA S. & TANIGUCHI M. 2000. Fractional determination of gold in twenty-six geological reference materials by sequential extraction with graphite furnace atomic absorption spectrometry. *Geostand. Geoanal. Res.* 24(1): 7-17. <https://doi.org/10.1111/j.1751-908x.2000.tb00582.x>.
- VILAR S., GUTIERREZ A., ANTEZANA J., CARRAL P. Y. ÁLVAREZ, A. 2003. Estudio comparativo de diferentes métodos de extracción secuencial para metales pesados en suelos. *Bol. Geol. Min.* 114(4): 453-461. Disponible en: https://www.igme.es/boletin/2003/114_4_2003/ARTICULO%207.pdf



VARIO LAB II

Es uno de los espectrómetros más potentes de su clase, establece un estándar único en términos de precisión y flexibilidad, ya que se ha mejorado continuamente para satisfacer las necesidades actuales de análisis de metales.

El más competitivo en términos de flexibilidad en lo que respecta al tamaño y la forma de la muestra.

CARACTERÍSTICAS

- Máxima exactitud y precisión de análisis.
- Límites de detección bajos.
- Espectrómetro de laboratorio robusto.
- Sonda de chispa externa para muestras de gran tamaño.

EN SUS 2 MODELOS

- Fotomultiplicador: para una alta sensibilidad.
- CCD: flexible, recomendado para aplicaciones de bases múltiples

NANOPARTÍCULAS DE SÍLICE BIOGÉNICA: SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y ESTRUCTURAS DE LA BIOMASA PROVENIENTE DE LA CASCARILLA DE ARROZ. REVISIÓN

(BIOGENIC SILICA NANOPARTICLES: SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND FRAMEWORKS FROM RICE HUSK BIOMASS. REVIEW)

JOSÉ DANIEL OCA RONDON¹, MAIRUBIS LEÓN¹, ANA CHIRINOS¹, JUAN CARLOS PEREIRA^{1*}

¹Laboratorio PHD, Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología, Universidad de Carabobo

jcpereir@uc.edu.ve

RESUMEN

El uso de biomasa vegetal para producir nanomateriales ha captado la atención de los investigadores en las últimas décadas y ha abarcado aspectos científicos, económicos, sociales y ambientales impulsando el desarrollo sustentable de muchas naciones. Entre la variedad de los residuos agrícolas o biomasas disponibles, la cascarilla de arroz ocupa un lugar privilegiado no solo por la cantidad de toneladas por año producida a nivel mundial, sino por las características que ésta presenta asociada a sus propiedades químicas para la producción de materiales de sílice mesoporosa. La producción de estos materiales depende en gran parte de los tratamientos físicos y químicos empleados y las reacciones involucradas en el proceso, tales como los tratamientos térmicos y de reducción. En este artículo se realiza una revisión sobre el procesamiento de la cascarilla de arroz para la producción de nanomateriales mesoporosos a base de sílice. También, se aborda el método térmico horno/reactor (pirólisis) de procesamiento de nanopartículas de sílice (SiO₂) a partir de las cenizas de la cascarilla de arroz, analizando la influencia que tienen los factores físicos, químicos y térmicos en la producción de este tipo de material.

Palabras Clave: cascarilla de arroz, nanopartículas de sílice, biomasa vegetal, tratamientos fisicoquímicos, sílice mesoporosa

ABSTRACT

The use of plant biomass to produce nanomaterials has captured the attention of researchers in recent decades and has encompassed scientific, economic, social and environmental aspects, promoting the sustainable development of many nations. Among the variety of agricultural residues or biomass available, rice husk occupies a privileged place not only because of the number of tons per year produced worldwide, but also because of the characteristics that it presents associated with its chemical properties for the production of building materials mesoporous silica. The production of these materials depends largely on the physical and chemical treatments used and the reactions involved in the process such as thermal and reduction treatments. This article reviews the processing of rice husks for the production of silica-based mesoporous nanomaterials. Also, the furnace/reactor thermal

method (pyrolysis) of processing silica nanoparticles (SiO₂) from rice husk ashes is addressed, analyzing the influence of physical, chemical and thermal factors in the production of this material type.

Keywords: Rice husk, silica nanoparticles, plant biomass, physicochemical treatments, mesoporous silica.

INTRODUCCIÓN

La naturaleza, es una fuente principal de elementos inorgánicos (calcio, silicio, carbono y oxígeno) producidos por organismos y plantas, por lo que muchos estudios se enfocan en sustituir los elementos contaminantes de los procesos industriales, por fuentes renovables y ecológicas como la biomasa, siendo considerada esta la materia prima por excelencia de la síntesis verde (CHODIMELLA 2020). En este contexto, las plantas y los desechos agrícolas (biomasa) se han convertido en foco de estudio de muchos investigadores para la síntesis de nanomateriales, debido a que estos están presentes en grandes cantidades como desechos en el medio ambiente (LIU *ET AL.* 2020).

Las plantas de arroz acumulan grandes cantidades sílice amorfa conocidas como ópalos de plantas en la superficie y en el interior de las hojas, tallos y cáscaras (CURRIE Y PERRY 2007; NEETHIRAJAN *ET AL.* 2009). Los procesos de la formación de las biosílices se atribuyen por lo general a la policondensación del ácido ortosilícico en los organismos bajo condiciones de presión y temperatura ambiente (NAKAMURA *ET AL.* 2021); esto indica que de acuerdo a la ubicación geográfica y parámetros locales (presión y temperatura), la composición de la biomasa puede cambiar (CHODIMELLA 2020). En las plantas de arroz el proceso de silificación se lleva a cabo a través de la transpiración y generalmente está controlado por la materia orgánica, incluida las proteínas que se encuentran en las paredes celulares de la planta (GUERRIERO *ET AL.* 2016).

La celulosa, es el componente principal de la cascarilla de arroz; esta contiene cadenas de glucosa unidas de por enlaces α -1,4 (ROSALES-CALDERÓN Y ARANTES 2019). Las cadenas paralelas de celulosa forman regiones altamente ordenadas y cristalinas, que están intercaladas por regiones desordenadas y amorfas (BÉGUIN Y AUBERT 1994; MA *ET AL.* 2021). Las regiones amorfas se hidrolizan preferencialmente con ácidos, mientras que las regiones cristalinas son resistentes al ácido (BRINCHI *ET AL.* 2013). Las investigaciones realizadas sobre las estructuras de sílice provenientes de la cascarilla de arroz han demostrado que las mismas son menos complicadas y visualmente menos atractivas en comparación con las obtenidas de otras diatomeas, sin embargo, la gran cantidad de biomasa de cascarilla de arroz con un promedio mundial de cosecha de este rubro esta entre 500,00 y 650,00 millones de toneladas por año, ofrecen una gran oportunidad para la producción de sílice nanoestructurada para aplicaciones industriales (WANG *ET AL.* 2012; SOLTANI *ET AL.* 2015).

En esta publicación se revisa la información desde los desarrollos más antiguos hasta los más recientes en referencia a los métodos para producir nanomateriales de silicio a partir de la biomasa proveniente de la cascarilla de arroz. En consecuencia, este artículo tiene como objetivo principal discutir el efecto de los pretratamientos, los tratamientos térmicos y los diversos procedimientos existentes en la síntesis y características morfológicas de las nanopartículas de silicio (SiO₂).

Estructura de la biomasa vegetal

La biomasa lignocelulósica, por su capacidad de producir una variedad de combustibles y productos químicos se ha convertido en el foco de estudio de la comunidad científica en las últimas dos décadas (CHODIMELLA 2020). La estructura fundamental de esta biomasa contiene materiales de celulosa, hemicelulosa y lignina, ver **Figura 1**. La celulosa es un

aceites terpénicos y materia orgánica (N, P, K, etc.,) y la presencia de todos estos componentes en la estructura de la biomasa dependerá del tipo de esta y de su ubicación de origen (CHODIMELLA 2020; MA ET AL. 2021).

Cascarilla de arroz

La cascarilla de arroz contiene sustancias orgánicas y alrededor de un 20,00% de material

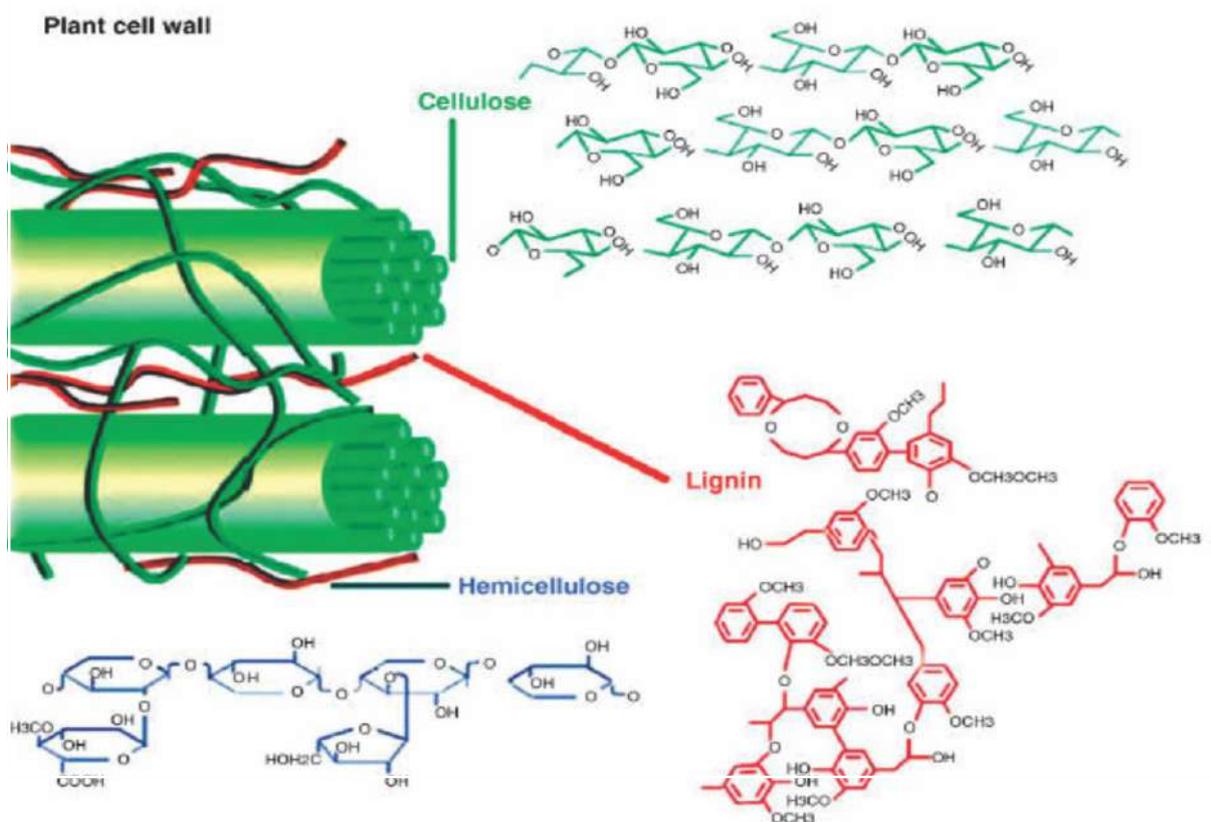


Figura 1. Estructura de la biomasa lignocelulósica. Tomado de CHODIMELLA (2020)

polímero de glucosa que se une entre sí a través de enlaces glucosídicos α -(1,4); la hemicelulosa, es una cadena de azúcares C5 y C6 denominadas: glucosa, manosa, xilosa, arabinosa, galactosa, ácido glucorónico y lignina (BÉGUIN Y AUBERT 1994). La lignina, presenta una estructura rígida que es capaz de sostener juntas a la celulosa y hemicelulosa, asimismo, dentro de la estructura de la biomasa se pueden encontrar otros componentes como

inorgánico. Los principales componentes elementales de esta biomasa son: carbono (C) 37,05% peso, 8,80% peso de hidrógeno (H), 11,06% peso de nitrógeno (N), 9,01% peso de silicio (Si) y 35,03% de oxígeno (O₂). En esta biomasa la celulosa está presente en un 34,40%, hemicelulosa 24,30%, lignina 19,20%, ceniza 18,85% y otras sustancias 3,25%. Los componentes monoméricos de la hemicelulosa conocidos como monosacáridos

constituye un recurso elemental para la producción a gran escala de materias primas como la xilosa, carbón activado y el dióxido de silicio, que se polariza, debido a un efecto electromérico (PATEL *ET AL.* 1987) como se muestra en la **Figura 2**.

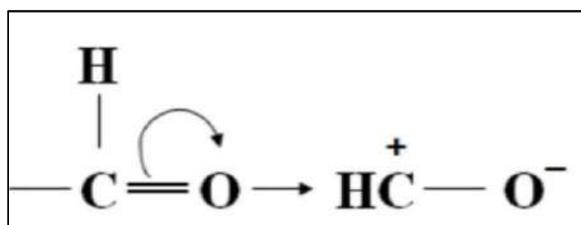


Figura 2. Efecto electromérico en componentes de hemicelulosa. Tomado de SOLTANI *ET AL.* (2015)

Este mecanismo de reacción mostrado en la **Figura 2**, ocurre solamente bajo la influencia de un reactivo de ataque. Esto evidencia que en la cascarilla de arroz además del dióxido de silicio (SiO_2) libre, existe un porcentaje de silicio que se encuentra enlazado con monosacáridos (PATEL *ET AL.* 1987). La celulosa, como se hizo referencia anteriormente, es el componente principal de esta biomasa y al ser ésta un polisacárido no parece poseer propiedades de enlaces considerables. La lignina, que existe con la celulosa, es principalmente inerte por lo que tampoco se espera que esta tenga propiedades de establecer enlaces de unión (UZUNOVA *ET AL.* 2010), la posible unión del silicio con cuatro moléculas de monosacáridos se muestra en la **Figura 3**

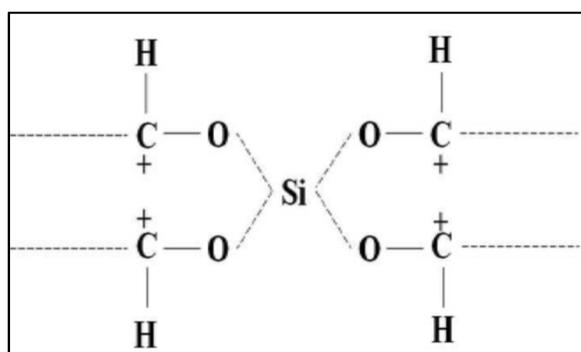


Figura 3. Posible unión de silicio con carbohidratos en cascarilla de arroz. Tomado de SOLTANI *ET AL.* (2015)

Las investigaciones realizadas en las últimas décadas especialmente la de JOHAR *ET AL.* (2012), han reportado que las fibras y los cristales de celulosa se pueden extraer de la cascarilla de arroz; específicamente estos autores en su trabajo de investigación purificaron la celulosa eliminando la lignina y las hemicelulosas de las fibras de la biomasa con una solución alcalina. El proceso de blanqueo lo completaron con la adición de una solución amortiguadora o buffer de ácido acético, clorito acuoso y agua destilada, para luego realizar una hidrólisis ácida con ácido sulfúrico. Los nanocristales de celulosa obtenidos luego de aplicar la metodología mostraron un tamaño que oscilaba en un rango entre 10,00-20,00 nanómetros respectivamente.

En la **Figura 4** se muestran las estructuras típicas de la cascarilla de arroz después de cada paso del experimento.

Sílica Mesoporosa

Los silicatos mesoporosos M41S fueron sintetizados por primera vez en 1992 por un grupo de científicos en USA y Japón, los primeros estudios realizados a las mismas arrojaron resultados que los perfilaron hasta hoy en día como materiales prometedores para la elaboración de plantillas de materiales en el régimen de tamaños manométricos, esto como resultado del tamaño del poro que estos poseen y que puede variar entre 2,00 y 10,00 nanómetros. La estructura de estos compuestos está fabricada de especies tetraédricas Q^4 (SiO_4) en una matriz unidimensional de nanotubos en forma de panel; dentro de los poros Q^3 los grupos ($\text{O}_3\text{-SiOH}$) proporcionan al material propiedades ácidas débiles y actúan como sitios activos donde se realiza una mayor funcionalización de la pared del poro. La familia M41S se ha clasificado en cuatro grupos principales: (i) MCM-41 con una matriz hexagonal de poros unidireccionales y no interconectados; (ii) MCM-48 con una estruc-

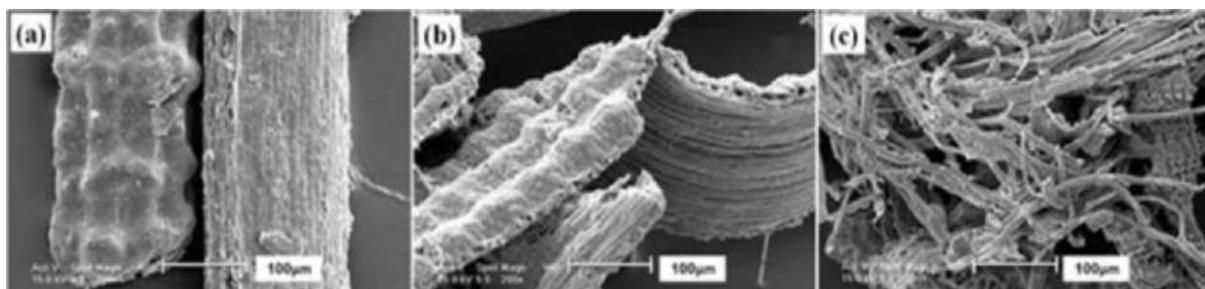


Figura 4. Micrografía electrónica de barrido de (a) Fibras de cáscara de arroz sin tratar, (b) fibras de cáscara de arroz con álcali y (c) fibras de cascarilla de arroz blanqueada. Tomado de JOHAR ET AL. (2012).

tura tridimensional de poros cúbicos; (iii) MCM-50 con una estructura laminar inestable y; (iv) barras desordenadas (BHATTACHARYYA ET AL. 2006).

La Silica MCM-41, es un material mesoporoso de matriz hexagonal con poros grandes y una distribución de tamaño de poro controlada estrecha, presenta un área de superficie alta, sin embargo, este carece de sitios activos, debido a su composición química inherente por lo que es necesario modificarlo para que este material presente un mejor desempeño como adsorbente y catalizador, aprovechando los iones metálicos rutenio (Ru), hierro (Fe), niobio (Nb), vanadio(V), molibdeno(Mo), aluminio (Al), cobalto (Co), zirconio (Zr) y titanio (Ti) que este material tiene en su composición (GALLO ET AL. 2004; KUMAR ET AL. 2004; WU ET AL. 2005). Los métodos de síntesis de este material se enfocan en el control de la porosidad y la forma del mismo, empleando surfactantes iónicos, neutrales y/o sin ningún surfactante (WU ET AL. 2005).

En los últimos años los investigadores han desarrollado nuevas técnicas para la preparación de materiales mesoporosos; esto se traduce en la creación de nuevos materiales como «Santa Bárbara Amorphous» (SBA), sílice mesoporosa hexagonal (HMS), material Michigan State University (MSU), KIT, metales soportados sobre materiales mesoporosos (COK), con tamaños de poroso variables y algunos de ellos

interconectados por canales y jaulas como es el caso del material mesoporoso Santa Bárbara Amorphous (SOLTANI ET AL. 2015).

Síntesis de sílice mesoporosa a partir de la cascarilla de arroz

Una síntesis típica de materiales de sílice mesoporosa, requiere un mínimo de cuatro reactivos: un solvente (agua y/o etanol), un precursor de sílice (ortosilicato de tetraetilo (TEOS), ortosilicato de tetrametilo (TMOS), ortosilicato de tetrabutilo (TBOS)), un surfactante iónico (aniónico o catiónico) o un surfactante neutro (no cargado) y un catalizador. Dependiendo de la metodología de síntesis la reacción podría ocurrir en un medio ácido o básico con diferentes proporciones sílice-surfactante. La mezcla se agita, se deja en reposo a temperatura ambiente o se calienta a 100,00°C y se coloca en un autoclave estático durante varias horas. La plantilla del tensoactivo se elimina por calcinación (WU ET AL. 2005). Desde que aumentó el interés científico de la comunidad de investigadores hacia este material mesoporoso, por las excelentes propiedades que presentan como material adsorbente y catalizador, han surgido nuevas y novedosas rutas de síntesis que van desde el no uso de surfactantes (PANG ET AL. 2000) y el uso de la preparación asistida por microondas que presenta ventajas significativas ante los métodos de hidrotermales convencionales por la disminución de los tiempos de reacción y el

calentamiento homogéneo en la misma que proporciona un mejor control de la textura y morfología del material mesoporoso MCM-41 (PARK *ET AL.* 1998; WU *ET AL.* 2005).

nizas grises con bajo contenido de carbono, ceniza color rosa o blanco sin contenido de carbón. Esto ocurre por el uso de diferentes

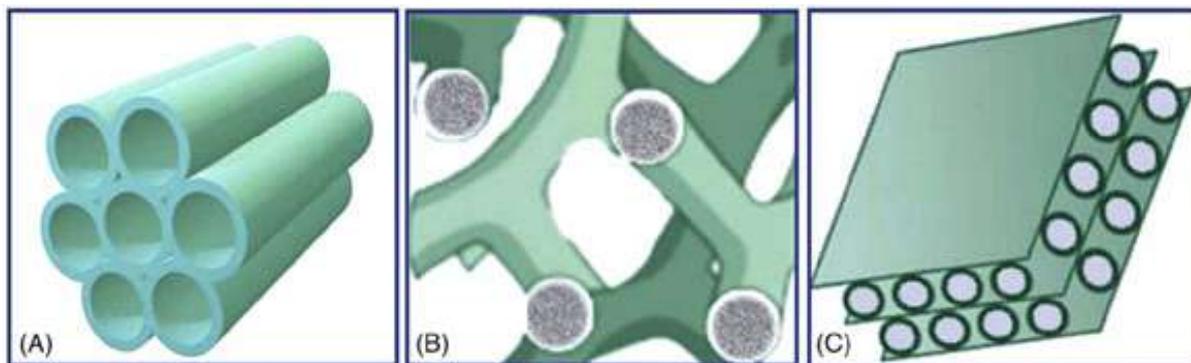


Figura 5. Estructura de materiales mesoporosos (a) MCM-41, (b) MCM-48 y (c) MCM 50. Tomado de CHODIMELLA (2020).

La síntesis verde de los materiales de sílica mesoporosa, a partir de biomasa, como la cascarilla de arroz que son una fuente rica en sílice con un contenido de hasta 65,00% de la misma, ha tomado mucho auge últimamente, debido que ésta busca reducir las emisiones de CO₂ las sales inorgánicas que se generan como subproductos de la síntesis típica a escala industrial de este material que atenta contra los principios del desarrollo sustentable (CHODIMELLA 2020). La biomineralización de la sílice en diversos sistemas biológicos ha motivado a la realización de muchos estudios, para buscar las mejores técnicas de obtención de la sílice biogénica y a partir de biomasa y organismos vivos, especialmente en las diatomeas (BOSE *ET AL.* 2020). La ceniza de la cascarilla de arroz es generada durante la quema de la cáscara de arroz para generar energía, lo cual convierte a este material en una fuente de materia prima económicamente viable para la generación de geles y polvos de silicio (KAMATH Y PROCTOR 1998).

Dependiendo de la combustión y de la composición de cáscara de arroz, la ceniza de la misma puede tener diferentes colores, que podrían ser carbón con alto contenido de carbono, ce-

temperaturas de tratamiento, procesos de pre y post purificación con diferentes agentes tales como ácidos y bases, que permiten la obtención de diferentes estructuras con diferentes grados de pureza (SOLTANI *ET AL.* 2015).

En la mayoría de los procesos de obtención de materiales de sílica mesoporosa, a partir de la cáscara de arroz, los hornos juegan un papel muy importante. Los procesos de combustión de esta biomasa se pueden clasificar: (i) controlada y (ii) no controlada; siendo la combustión controlada la más idónea cuando se procesa esta biomasa a escala industrial (BAPAT 2012). En la **Figura 6** se muestra la clasificación térmica para cada tipo de combustión en la producción de la cascarilla de arroz.

La obtención de la sílica amorfa ocurre cuando se aplica el proceso de calcinación en aire estático a temperaturas inferiores a 800,00°C, mientras que la sílice cristalina se produce a temperaturas superiores a los 900,00°C (CHANDRASEKHAR *ET AL.* 2006). Los tipos de hornos que trabajan bajo el esquema de combustión controlada son los ideales para obtener cenizas de la cascarilla de arroz activada y de alta pureza; estos hornos pueden ser: horno

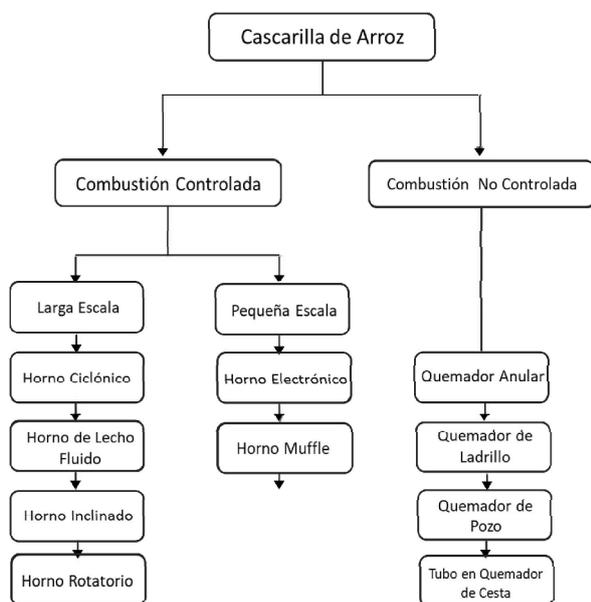


Figura 6. Producción de cenizas de cáscara de arroz por tratamiento térmico. Tomado de BAPAT (2012)

ciclónico, horno de lecho fluidizado, horno rotatorio y horno de parrilla inclinada (BAPAT 2012).

Caracterización de materiales de sílice mesoporosa

Las caracterizaciones que se le realizan al material de sílice mesoporoso se hacen en dos etapas: una posterior a su síntesis y la otra después de su modificación morfológica y/o funcionalización con otros grupos orgánicos e inorgánicos para potenciar su rendimiento; esto dependerá de la aplicación que se le vaya a dar al material. Por lo general, las técnicas de caracterización morfológica que se le realizan a este tipo de material son las siguientes: Espectroscopia infrarroja (FT-IR), microscopía electrónica de barrido (SEM), Difracción de rayos X (XRD), área superficial del material (BET) y análisis termogravimétrico (TGA). Esta sección se enfoca en las técnicas de caracterización de las cáscaras de arroz para entender completamente las relaciones estructura-propiedad.

Espectrometría infrarrojo por transformada de Fourier

FT-IR es una técnica de caracterización empleada para identificar la estructura química de grupos funcionales presentes en la biomasa o en las nanopartículas en un rango de 4000,00 a 400,00 cm^{-1} , con una resolución de 4 cm^{-1} . En esta técnica, se hace incidir luz infrarroja en una muestra que absorbe la onda infrarroja de acuerdo al comportamiento de sus enlaces químicos y estructura molecular, generando un espectro que proporciona información de los grupos químicos presentes en la muestra. En este caso, específicamente partiendo de un proceso por pirólisis controlada para obtener la sílice de la biomasa tal como se muestra en la **Figura 7**; el espectro de transmitancia muestra la formación de los grupos siloxanos Si-O-Si por las vibraciones de estiramiento asimétrico en una banda 1044,00 y 1100,00 cm^{-1} (HOSSAIN ET AL. 2019). Las vibraciones simétricas de inflexión y estiramiento de los enlaces Si-O se encuentran entre las bandas 438,00-475,00 cm^{-1} y 796,00-900,00 cm^{-1} , respectivamente (COSTA Y PARANHOS 2018). Para los enlaces de los grupos silanol Si-OH y H-O-H la vibración de estiramiento en la superficie de la sílice se encuentra en la banda 2500,00-3800,00 cm^{-1} . Mientras que los enlace Si-H se encuentran en la banda 2100,00 cm^{-1} aproximadamente (MA ET AL. 2012; SARIKAYA ET AL. 2016; AKHAYERE ET AL. 2019; SETYAWAN ET AL. 2019). Cuando la sílice es de carácter cristalino, se visualiza a 621,00 cm^{-1} (LEE ET AL. 2013).

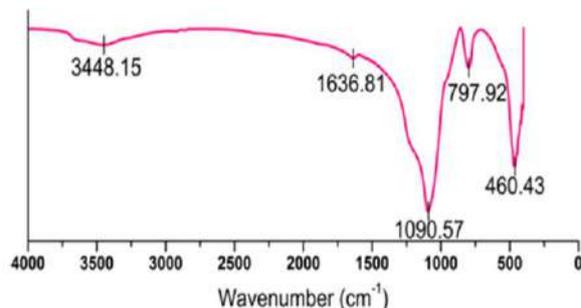


Figura 7. Espectro FT-IR por transmitancia de nanopartículas de SiO₂.

Área superficial y porosidad

La capacidad de adsorción es un proceso por el cual los átomos en la superficie de un sólido, atraen y retienen moléculas de otros compuestos. Estas fuerzas de atracción son conocidas como Fuerzas de Van Der Waals. Por lo tanto, al ser un fenómeno que ocurre en la superficie, mientras mayor sea el área superficial disponible en un sólido, se comportará como un mejor adsorbente (ENSUNCHO-MUÑOZ Y CARRIAZO 2014). Las nanopartículas de sílice poseen alta área superficial y volumen de poros que les proporciona buena capacidad de adsorción (JIN *ET AL.* 2009). Es por ello, que se emplean las isotermas de adsorción por la teoría BET (BRUNAUER *ET AL.* 1969), para determinar por medio de una relación de equilibrio, que demuestre como se distribuye el adsorbato (gas nitrógeno), en los poros de la sílice. Los resultados de las isotermas BET demuestran que la media del diámetro de poro de la sílice lixiviada con ácido es de ~5,60 nm y la sílice sin lixiviar es de 7,00 nm, lo que indica que principalmente mesoporosos (**Tabla 1**).

la muestra; posteriormente se mide el ángulo formado entre las direcciones del haz emitido y recibido. Los rayos difractados, están íntimamente relacionados con la naturaleza de los átomos y existen patrones ya definidos para su identificación. En el caso de la sílice que se obtiene de la calcinación de la cáscara de arroz es amorfa y tiene corta distancia en la orientación de los átomos (RUFAL *ET AL.* 2012), que podría transformarse en sílice cristalina si aumenta la temperatura a partir de 850,00°C y se prolonga el tiempo de combustión (ONOJAH *ET AL.* 2012), lo que podría volverse pegajosa y las partículas pueden aglomerarse siendo una condición indeseable. Con respecto a la técnica, el pico ancho y poco nítido para un ángulo de 20,00-22,00° (en 2 θ) demuestra que la sílice tiene carácter amorfo (YALCIN Y SEVINC 2001; MOR *ET AL.* 2017). En base a otros estudios, también se obtienen picos estrechos y agudos a 19,00°, 22,00°, 26,00°, 31,00° y 33,00°, que se atribuyen a la cristobalita, trimidita y cuarzo como polimorfismos de sílice cristalina (FERNANDES *ET AL.* 2016; BANGWAR *ET AL.* 2017).

Tabla 1. Área superficial BET para sílice sin lixiviar, sílice lixiviada con ácido clorhídrico y lixiviada con ácido sulfúrico. Tomado de BAKAR *ET AL.* (2016)

Muestra	Área superficial BET m ² /g	Volumen de poro total cm ³ /g	Promedio diámetro de poro (4V/A) por BET, nm
Sílice sin lixiviar a 600,00 °C	116,00	0,23	7,84
Sílice lixiviación con ácido clorhídrico a 600,00 °C	218,00	0,32	5,56
Sílice lixiviación con ácido sulfúrico a 600,00 °C	208,00	0,31	5,68

Difracción de rayos X

Es una técnica analítica que se emplea para identificar el grado de cristalinidad, composición química, tamaño de los cristales y la deformación y orientación preferida entre otros. Se obtiene emitiendo un haz de rayos X hacia

El principal componente es el SiO₂, alrededor del 83,00-90,00 % (ZARIB *ET AL.* 2019); sin embargo, pueden registrarse otros óxidos como impurezas, como óxido de aluminio en un pico de 2,00 θ alrededor de 17,00°, así como óxido de hierro, óxido de potasio y óxido de calcio en picos alrededor de 32,00°, 45,00° y 57,00°,

respectivamente (MULJANI ET AL. 2014). Por otro lado, se ha determinado que cuando incrementa el tiempo de molienda aplicado a una muestra, los picos en ángulos altos, tienden a desaparecer como ejemplo los planos (113) y (212), mientras que el plano predominante (101) se mantiene en todas las muestras. Esto indica que la cristalinidad de la sílice se reduce de acuerdo al tiempo de molienda y en consecuencia su tamaño, como se observa en la **Figura 8** (HINCAPIÉ ET AL. 2018).

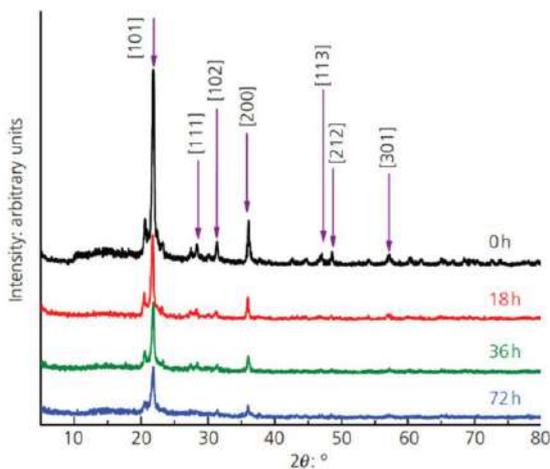


Figura 8. Patrones XRD de nanopartículas de SiO₂ a diferentes tiempos de molienda. Tomado de HINCAPIÉ ET AL. (2018).

Microscopía electrónica de barrido

Las micrografías SEM son muy útiles y es una técnica muy empleada que permite obtener una distribución de tamaño de las partículas que por lo general se encuentra en rangos entre 20,00 nm y 500,00 micrones. Por otro lado, se pueden revelar las diferentes morfologías y cavidades que están presentes en la sílice. Adicionalmente, en la **Figura 9**, se observa el comportamiento de aglomeraciones, ya que las nanopartículas de sílice poseen alta área superficial y volumen de poros (JIN ET AL. 2009) que les atribuye una fuerte fuerza de cohesión entre ellas, comparada con la fuerza

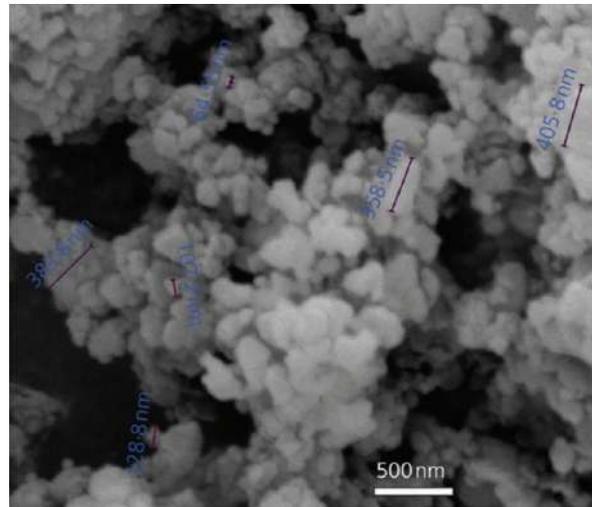


Figura 9. Micrografía SEM a 80000X de la ceniza de la cáscara de arroz lixiviada con ácido nítrico y con 72,00 horas de molienda con molino de bolas. Tomado de HINCAPIÉ ET AL. (2018).

gravitacional y como consecuencia, tienden a aglomerarse (MIN ET AL. 2008; HOSSAIN ET AL. 2019). Las cavidades o poros en la superficie de la sílice, son variables importantes para el desempeño en los procesos de adsorción (FENG ET AL. 2020).

Análisis térmico-termogravimétrico

Es una técnica que se implementa para evaluar la estabilidad térmica que posee la nanopartícula de sílice; es decir, permitirá obtener los rangos de descomposición térmica de la materia. En la **Figura 10** la línea de color rojo describe la pérdida de masa en función de la temperatura (TGA), mientras que la línea azul representa el diagrama termogravimétrico derivativo (DTA). Se aprecia una rápida disminución del peso DTA (azul) en el primer tramo de la curva que va desde temperatura ambiente hasta 130,00°C, correspondiente a la liberación de agua absorbida físicamente en los poros de la superficie de la sílice (PANDEY ET AL. 2014) u otros compuestos volátiles, es decir que ocurre la deshidratación de la muestra que representa aproximadamente entre 1,00 y 5,00% de masa. En el segundo tramo ocurre la

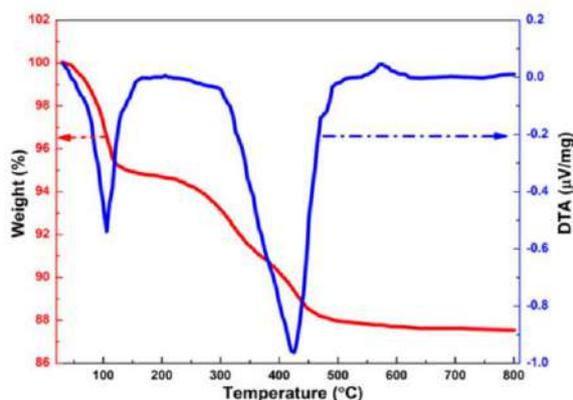


Figura 10. Diferencial térmico-termogravimétrico (DTA-TGA) análisis de nanopartículas de sílice. Tomado de HOSSAIN *ET AL.* (2019)

descomposición térmica de la hemicelulosa y celulosa como los principales componentes orgánicos de la cascara de arroz ya que se descomponen entre 150,00-350,00°C y 275,00-350,00°C respectivamente, (LIU *ET AL.* 2007) y son liberados en forma de gases, y representan alrededor del 48,00% de la masa. El tercer tramo entre 370,00°C y 600,00°C se conoce como la zona de pirolisis pasiva por la descomposición de la lignina que representa aproximadamente el 26,00-30,00% en pérdida de masa (LIOU 2004; BAKAR *ET AL.* 2016). El residuo obtenido después de los 600,00°C, es la ceniza de la cascara de arroz (sílice) y representa aproximadamente entre 16,00-22,00% de masa.

Efecto de la temperatura sobre la estructura de la sílice obtenido a partir de la cascara de arroz

YALCIN Y SEVINC (2001), demostraron en su trabajo titulado «Estudios sobre sílice obtenido a partir de la cascara de arroz» que la densidad y el contenido de sílice aumentan al aumentar la temperatura. También, indicaron que un aumento de la presión parcial de oxígeno ayudó a reducir el porcentaje de carbono, aumentando el porcentaje de SiO₂ a 98,32%. En este estudio los investigadores realizaron me-

Tabla 2. Densidad y contenido de sílice de cascara de arroz calcinada. Tomado de YALCIN Y SEVINC (2001)

Temperatura (°C)	Densidad g/cm ³	SiO ₂ (% peso)
Cáscara de arroz sin tratar	0,559	25,81
500,00	1,825	83,66
600,00	1,923	91,50
700,00	1,938	91,85
800,00	1,960	92,90

diciones de densidad, contenido de sílice de la cascara de arroz sin tratar y calcinada a 500,00°C, 600,00°C, 700,00°C, 800,00°C durante 4 horas, los resultados de estas mediciones se muestran en la **tabla 2**.

En la **Figura 11**, los autores PROCTOR Y PALANIAPPAN (1990) en su trabajo de investigación titulado «Adsorción de ácidos grasos libres de aceite de soya por cenizas de cascara de arroz» muestran estructuras de cascara de arroz extraídas a diferentes temperaturas de incineración. La **Figura 11(a)** muestra la estructura porosa de la superficie absorbente y muestra la estructura de la mazorca de maíz incinerada a 300,00°C. Las **Figuras 11 (b) y (c)** muestran las estructuras de ceniza de la cascara de arroz incineradas a 500,00°C y 700,00°C respectivamente; en estas imágenes se pueden observar, específicamente en la **Figura 11(b)**, que las paredes celulares alrededor de los poros se fracturan y alargan al calentarse y los esqueletos reticulados algo ordenados quedan expuestos debido a la quema de materiales menos densos. La **Figura 11(c)**, correspondiente a la ceniza de la cascara de arroz a 700,00°C, exhibió una estructura interna menos fracturada y paredes celulares más gruesas, dando menos poros que la muestra incinerada a 500,00°C. El calentamiento a 900,00°C (**Figura 11(d)**) presentó una apariencia vidriosa con poros pequeños y suaves con

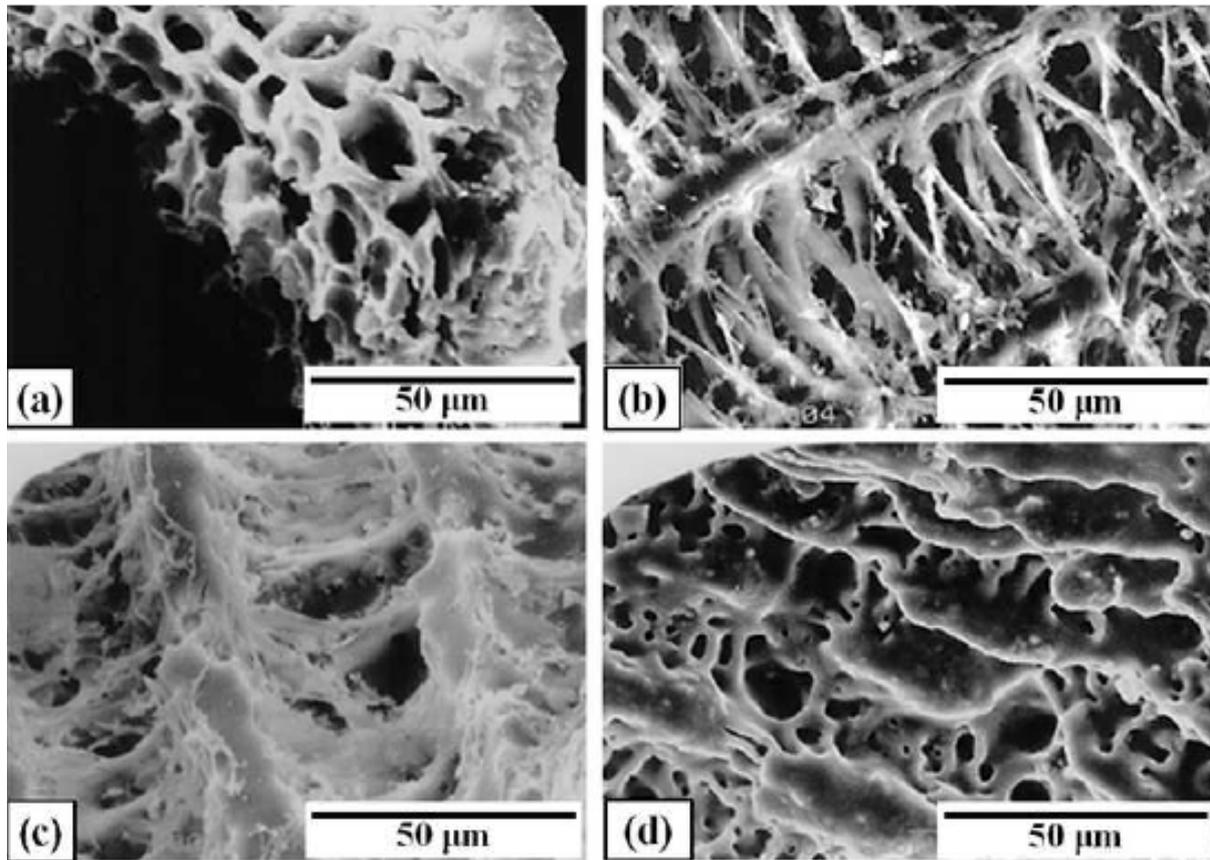


Figura 11. Micrografía SEM de la ceniza de la cáscara de arroz (a) ceniza de la cascarilla de arroz a 300,00°C, (b) ceniza de la cascarilla de arroz a 500,00°C, (c) ceniza de la cascarilla de arroz a 700,00°C y (d) ceniza de la cascarilla de arroz a 900,00°C. Tomado de PROCTOR Y PALANIAPPAN, (1990).

estructuras internas que parecen estar más fusionadas; este comportamiento de la muestra incinerada a 900,00°C muestra la formación de estructuras de sílice mesoporoso cristalino tal como lo refleja CHANDRASEKHAR ET AL. (2006).

La investigación de SARANGI ET AL. (2009) sobre el efecto de la temperatura en la morfología y transformaciones de la fase de la sílice nanocristalina obtenidas de la cascarilla de arroz, reportó la variación del tamaño cristalino de estos materiales calcinados en función de la temperatura. Estos resultados les permitieron a los investigadores establecer dos regiones: La primera de él para temperaturas comprendidas entre 500,00°C y 700,00°C en la que el tamaño de los cristalitas crece lentamente con

el incremento de la temperatura. La segunda región es para temperaturas superiores a 700,00°C donde los efectos de la agregación juegan un papel muy importante, debido a que gracias este mecanismo se produce un crecimiento significativo en el tamaño de los cristales. Estos procesos de agregación son producidos por la condensación de los grupos silanol (Si-OH) para temperaturas superiores a los 700,00°C hasta los 1100,00°C.

CONCLUSIONES

La cascarilla de arroz se ha convertido en una importante fuente de materiales a base de silicio y carbono. Esta investigación mostró como la conversión de la cascarilla de arroz, empleando métodos de síntesis verde, contribuye como

parte de la solución de eliminación de residuos y subproductos en referencia a los métodos típicos y/o tradicionales de generación de materiales mesoporosos de silicio a través de precursores orgánicos. Asimismo, propicia un aumento en la disponibilidad de materiales de bajo costo a la hora de elaborar materiales a base de silicio, además de generar conocimientos a través de las investigaciones científico-tecnológicas que le proporciona un valor agregado a la síntesis y obtenciones de materiales de sílica mesoporosa en las múltiples áreas del conocimiento ciencias de los materiales en donde son utilizados en la actualidad.

En el marco de los objetivos planteados en esta revisión se pueden extraer las siguientes conclusiones más relevantes:

- La biomasa lignocelulósica dentro de su estructura fundamental contiene materiales de celulosa, hemicelulosa y lignina.

- La cascarilla de arroz está compuesta por celulosa en un 34,40%, hemicelulosa en 24,30%, lignina en 19,20%, ceniza en 18,85% y otras sustancias en 3,25%.

- Los métodos de síntesis de los materiales de sílica mesoporosa se enfocan en el control de la porosidad y la forma de los mismos, empleando surfactantes iónicos, neutrales y/o sin ningún surfactante.

- Los métodos de caracterización morfológica de los materiales de sílica mesoporosa más empleados son (SEM), (XRD), (TGA), (FT-IR) y (BET).

- La estructura, propiedades y pureza de la sílice obtenida a partir de la cascarilla de arroz son muy sensibles a los métodos de extracción empleados.

- Dependiendo de la temperatura seleccionada o de los tratamientos químicos empleados los productos pueden variar desde amorfos a dife-

rentes fases cristalinas

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AKHAYERE E., KAVAZ D. & VASEASHTA A. 2019. Synthesizing nano silica nanoparticles from barley grain waste: effect of temperature on mechanical properties. *Pol. J. Environ. Stud.* 28: 2513-2521. doi:10.15244/pjoes/91078
- BAKAR R. A., YAHYA R. & GAN S. N. 2016. Production of high purity amorphous silica from rice husk. *Procedia Chem.* 19: 189-1985. doi:10.1016/j.proche.2016.03.092
- BANGWAR D., SAAND A., KEERIO M., SOOMRO M. & BHATTI N. 2017. Development of an amorphous silica from rice husk waste. *Eng. Technol. Appl. Sci. Res.* 7: 2184-2188. doi:10.5281/zenodo.1118285
- BAPAT J. 2012. *Mineral Admixtures in cement and concrete*. CRC Press 6976. 1994.tb00033.x
- BHATTACHARYYA S., LELONG G. & SABOUNGI M.L. 2006. Recent progress in the synthesis and selected applications of MCM-41: a short review. *J. Exp. Nanosci.* 1(3): 375-395. doi:10.1080/17458080600812757
- BOSE R., SAHA R., CHATTOPADHYAY S. & PAL R. 2020. Utilization of nanoporous biosilica of diatoms as a potential source material for fabrication of nanoelectronic device and their characterization. *J. Appl. Phycol.* 32(5): 3041-3049. doi:10.1007/s10811-020-02134-z
- BRINCHI L., COTANA F., FORTUNATI E. & KENNY J. M. 2013. Production of nanocrystalline cellulose from lignocellulosic biomass: Technology and applications. *Carbohydr. Polym.* 94(1): 154-169. doi:10.1016/j.carbpol.2013.01.033

- BRUNAUER S., SCALNY J. & BODOR E. 1969. Adsorption on nonporous solids. *J. Colloid Interface Sci.* 30(4): 546-552.
- CHANDRASEKHAR S., PRAMADA P. N. & MAJEED J. 2006. Effect of calcination temperature and heating rate on the optical properties and reactivity of rice husk ash. *J. Mat. Sci.* 41(23): 7926-7933. doi:10.1007/S10853-006-0859-0
- CHODIMELLA V. P. 2020. *Mesoporous silica-related catalysts for biomass valorization. Advanced Functional Solid Catalysts for Biomass Valorization.* In C.M. Hussain, & P. Sudarsanam (Eds.), *Advanced functional solid catalysts for biomass valorization* (pp. 161-185). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-820236-4.00007-6>
- COSTA J. & PARANHOS C. 2018. Systematic evaluation of amorphous silica production from rice husk ashes. *J. Clean Prod.* 192: 688-697.
- CURRIE H. A. & PERRY C. C. 2007. Silica in plants: Biological, biochemical and chemical studies. *Ann. Bot.* 100: 1383-1389.
- ENSUNCHO-MUÑOZ A. & CARRIAZO J. 2014. Characterization of the carbonaceous materials obtained from different agro-industrial wastes A.E. *Environ. Technol.* 36(5): 547-555. doi:10.1080/09593330.2014.952679
- FENG E. A. 2020. Activadores y carbón activado a base de biomasa: preparación de carbón activado de mazorca de maíz mediante activación química con líquidos de pirólisis de biomasa. *ACS Omega.* 5 (37): 24064-24072.
- FERNANDES I., CALHEIRO D., KIELING A., MORAES C., ROCHA T. & BREHM F. 2016. Characterization of rice husk ash produced using different biomass combustion techniques for energy. *Fuel.* 165: 351-359. doi:10.1016/j.fuel.2015.10.086
- GALLO J., PAULINO I. & SCHUCHARDT U. 2004. Cyclooctene epoxidation using Nb-MCM-41 and Ti-MCM-41 synthesized at room temperature. *Appl. Catal. A: Gen.* 266(2): 223-227. doi:10.1016/j.apcata.2004.02.010
- GUERRIERO G., HAUSMAN J. F. & LEGAY S. 2016. Silicon and the plant extracellular matrix. *Front. Plant Sci.* 7: 1-8.
- HINCAPIÉ D., PINEDA P. & ROSALES A. 2018. Synthesis and characterization of submicron silica particles from rice husk. *Green Mater.* 6: 15-22. doi:10.1680/jgrma.17.00019
- HOSSAIN S., MATHUR L., BHARDWAJ A. & ROY P. 2019. A facile route for the preparation of silica foams using rice husk ash. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 16: 1069-1077.
- JIN Y., LI A., HAZELTON S., LIANG S., JOHN C., SELID P. & ZHAO J. 2009. Amorphous silica nanohybrids: synthesis, properties and applications. *Coord. Chem. Rev.* 253: 2998-3014. doi:10.1016/j.ccr.2009.06.005
- JOHAR N., AHMAD I. & DUFRESNE A. 2012. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Ind. Crops Prod.* 37(1): 93-99. doi:10.1016/j.indcrop.2011.12.016
- KAMATH S. R. & PROCTOR A. 1998. Silica gel from rice hull ash: Preparation and characterization. *Cereal Chem. J.* 75(4): 484-487. doi:10.1094/cchem.1998.75.4.484
- KOWALCHUK C. M., SCHMID G., MEYER-ZAIKA W. & HUANG, Y. 2004. Preparation, characterization, and condensation of copper tellurolate clusters in the pores

- of periodic mesoporous silica MCM-41. *Inorg. Chem.* 43(1): 173-180. doi:10.1021/ic0300868
- KUMAR N., MÄKI-ARVELA P., HAJEK J., SALMI T., MURZIN D. Y., HEIKKILÄ T. & VÄYRYNEN J. 2004. Physico-chemical and catalytic properties of Ru-MCM-41 mesoporous molecular sieve catalyst: influence of Ru modification methods. *Microporous Mesoporous Mat.* 69: 173-179. doi:10.1016/j.micromeso.2004.02.008
- LEE T., OTHMAN R. & YEOH F. 2013. Development of photoluminescent glass derived from rice husk. *Biomass Bioenergy.* 59: 1-13. doi:10.1016/j.biombioe.2013.08.028
- LIU T. 2004. Evolution of chemistry and morphology during the carbonization and combustion of rice husk. *Carbon.* 42(4): 785-794.
- LIU K., FENG Q., YANG Y., ZHANG G., OU L. & LU Y. 2007. Preparation and characterization of amorphous silica nanowires from natural chrysotile. *J. Non Cryst. Solids.* 353: 1534-1539.
- LIU Q., LI Y., CHEN H., LU J., YU G., MÖSLANG M. & ZHOU Y. 2020. Superior adsorption capacity of functionalised straw adsorbent for dyes and heavy-metal ions. *J. Hazard. Mater.* 15: 382. (121040).
- LUAN Z., CHENG C. F., ZHOU W. & KLINOWSKI J. 1995. Mesopore molecular sieve MCM-41 containing framework aluminum. *J. Phys. Chem.* 99: 1018-1024.
- MA L., LIU L., LIU X., LI Y., FENG Y., TIAN Y. & WANG, X. 2021. Acid hydrolysis to provide the potential for rice husk derived C/SiO₂ composites for lithium ion batteries. *J. Electron. Mater.* 50(8): 4426-4432. doi:10.1007/s11664-021-08965-x
- MA X., ZHOU B., GAO W., QU Y., WANG L. & WANG Z. 2012. A recyclable method for production of pure silica from rice hull ash. *Powder Technol.* 217: 497-501. doi:10.1016/j.powtec.2011.11.009
- MIN Y., AKBULUT M., KRISTIANSEN K., GOLAN Y. & ISRAELACHVILI J. 2008. The role of interparticle and external forces in nanoparticle assembly. *Nat. Mater.* 7: 527-538.
- MOR S., MANCHANDA C., KANSAL S. & RAVINDRA K. 2017. Nanosilica extraction from processed agricultural residue using green technology. *J. Clean. Prod.* 143: 1284-1290.
- MULJANI S., SETYAWAN H., WIBAWA G. & ALTWAY A. 2014. A facile method for the production of high-surface-area mesoporous silica gels from geothermal sludge. *Adv. Powder Technol.* 25: 1593-1599. doi:10.1016/j.apt.2014.05.012
- NAKAMURA E., OZAKI N., OAKI Y. & IMAI H. 2021. Cellulose intrafibrillar mineralization of biological silica in a rice plant. *Sci. Rep.* 11(1): 7886. doi:10.1038/s41598-021-87144-87148.
- NEETHIRAJAN S., GORDON R. & WANG L. 2009. Potential of silica bodies (phytoliths) for nanotechnology. *Trends Biotechnol.* 27: 461-467.
- ONOJAH A., AMAH A. & ECHI I. 2012. Polymorphs of crystalline silica from rice husk ash. *J. Basic Phys. Res.* 3: 73-75.
- PANDEY S., MEWADA A., THAKUR M., & PILLAI S. 2014. Synthesis of mesoporous silica oxide/C-dot complex (meso-SiO₂/C-dots) using pyrolysed rice husk its application in bioimaging. *RSC Adv.* 4(20): 1174-1179.
- PANG J.B., QIU K. Y., WEI Y., LEI X. J. & LIU Z. F. 2000. A facile preparation of transparent and monolithic mesoporous

- silica materials. *Chem. Commun.* 6: 477-478. doi:10.1039/a909420b
- PARK S. E., KIM D. S., CHANG J. S. & KIM W. Y. 1998. Synthesis of MCM-41 using microwave heating with ethylene glycol. *Catal. Today.* 44(1-4): 301-308. doi:10.1016/s0920-5861(98)00203-x
- PATEL M., KARERA A. & PRASANNA P. 1987. Effect of thermal and chemical treatments on carbon and silica contents in rice husk. *J. Mat. Sci.* 22(7): 2457-2464. doi:10.1007/bf01082130
- PROCTOR A. & PALANIAPPAN S. 1990. Adsorption of soy oil free fatty acids by rice hull ash. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 67(1): 15-17. doi:10.1007/BF02631381
- ROSALES-CALDERON O. & ARANTES V. 2019. A review on commercial scale high value products that can be produced alongside cellulosic ethanol. *Biotech. Biofuels.* 12(1): 240. doi: 10.1186/s13068-019-1529-1. PMID: 31624502; PMCID: PMC6781352
- RUFAI I., UCHE O. & OGORK E. N. 2012. Biosilica from rice husk ash as a new engineering raw material in Nigeria. *Natl. Eng. Conf. Exhib. Annu. Gen. Meet.* 1-20.
- SARANGI M., BHATTACHARYYA S. & BEHERA R. C. 2009. Effect of temperature on morphology and phase transformations of nanocrystalline silica obtained from rice husk. *Phase Transit.* 82(5): 377-386. doi:10.1080/01411590902978502
- SARIKAYA M., DEPCI T., AYDOGMUS R., YUCEL A. & KIZILKAYA N. 2016. Production of nanoamorphous SiO₂ from Malatya pyrophyllite. *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.* 44: 1-5. doi:10.1088/1755-1315/44/5/052004
- SETYAWAN N. & HOERUDIN-WULANAWATI A. 2019. Simple extraction of silica nanoparticles from rice husk using technical grade solvent: effect of volume and concentration. *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.* 309: 1-8. doi:10.1088/1755-1315/309/1/012032.
- SOLTANI N., BAHRAMI A., PECH-CANUL M. I. & GONZÁLEZ L. A. 2015. Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials. *Chem. Eng. J.* 264: 899-935. doi:10.1016/j.cej.2014.11.056
- SUTRA P., FAJULA F., BRUNEL D., LENTZ P., DAELEN G. & NAGY J. B. 1999. Characterisation of alkali ions in the Y-type zeolites by multi MAS NMR studies. *Colloids Surf.* 158(21): 21-28.
- UZUNOVA S., UZUNOV I., VASSILEV S., ALEXANDROVA A., STAYKOV S. & ANGELOVA D. 2010. Preparation of low-ash-content porous carbonaceous material from rice husks. *Bulg. Chem. Commun.* 42(2): 130-137.
- WANG W., MARTIN J. C., FAN X., HAN A., LUO Z. & SUN L. 2012. Silica nanoparticles and frameworks from rice husk biomass. *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 4(2): 977-981. doi:10.1021/am201619u
- WU Z., WANG Y. & ZHU J. 2005. Direct synthesis of Cu-modified MCM-41 functional materials. *Stud. Surf. Sci. Catal.* 156: 139-146.
- YALÇIN N. & SEVINÇ V. 2001. Studies on silica obtained from rice husk. *Ceram. Int.* 27(2): 219-224. doi:10.1016/S0272-8842(00)00068-7
- ZARIB N., ABDULLAH S. & JAMIL N. 2019. Extraction of silica from rice husk via acid leaching treatment. *Eur. Proc. Soc. Behav. Sci.* 62:175-18

analytikjena

A Endress+Hauser Company

Espectrofotómetro UV-VIS Doble Haz **SPECORD 250 PLUS**



SPECORD® PLUS es sinónimo de fiabilidad, facilidad de uso y flexibilidad para una analítica de UV-VIS precisa, sencilla y amplia

- **Fácil de usar:** software intuitivo, gran cámara de muestra, fácil intercambio de accesorios y lámparas.
- **Versátil y flexible:** amplia gama de accesorios para muestras líquidas, gaseosas, sólidas y en polvo.
- **Potente y fiable –** óptica de alta precisión para un análisis preciso también para muestras turbias y de baja concentración.
- **Cumple con las farmacopeas:** hardware y software totalmente compatibles con las farmacopeas, módulo de software especial para FDA 21 CFR Parte 11, Ph. Eur. y USP disponibles.

SÍNTESIS POR ALEACIÓN MECÁNICA DE UNA ALEACIÓN AlZnMgCu: CARACTERIZACIÓN CINÉTICA DE LA FASE η'

(SYNTHESIS BY MECHANICAL ALLOYING OF AN ALLOY AlZnMgCu: KINETIC CHARACTERIZATION OF THE η' PHASES

MARÍA DEL VALLE VALERA MANEIRO¹, NEY JOSÉ LUIGGI AGREDA¹

¹Grupo Física de Metales, Dpto. de Física, Núcleo de Sucre-Universidad de Oriente. Cumaná,
Venezuela
mvalera05@gmail.com, nluiggi51@gmail.com

RESUMEN

La síntesis de aleaciones de Aluminio (Al) habitualmente se realiza por fundición de los elementos aleantes, siendo la temperatura y tratamientos posteriores los responsables de la microestructura final de la aleación. Sin embargo, el amalgamiento en frío de los aleantes, en forma de polvo asistidos mecánicamente, ha revelado microestructuras diferentes y una mayor solubilidad entre los elementos constituyentes. Bajo esta premisa, se ha sintetizado una aleación Al-Zinc(Zn)-Magnesio(Mg)-Cobre(Cu) por aleación mecánica con proporciones similares a las de la aleación comercial AA7075 e identificado en su microestructura la presencia de las fases η' y los posibles mecanismos de su formación. Un estudio cinético basado en el análisis de termogramas obtenidos por calorimetría diferencial de barrido, aislando cada fase precipitada y separándolas mediante deconvolución en reacciones simples que se asocian los mecanismos responsables de dicha reacción ha sido realizado. En este análisis, para obtener el triplete cinético, fueron utilizados funciones de transferencia asimétricas de Weibull y el esquema de Sestak-Berggren (SB). Los resultados se comparan con los obtenidos en una aleación comercial AA7075 tratada térmicamente similar a la aleación mecánica preparada en este trabajo. La energía de activación (Q) para la precipitación de la fase η' de $(77,00 \pm 3,00)$ kJ/mol, obtenida por la aplicación del método descrito en este trabajo, coincide con la reportada por otros autores y es consecuencia de la difusión del Mg y Zn presentes en la aleación regulada por mecanismos de recristalización y difusión de juntas de granos.

Palabras clave: Aleación mecánica, AlZnMgCu, DRX, DSC, Energía de activación.

ABSTRACT

The synthesis of aluminium (Al) alloys is usually carried out by melting the alloying elements, being the temperature and subsequent treatments responsible for the final microstructure of the alloy. However, the cold amalgamation of the alloys, in the form of mechanically assisted powder, has revealed different microstructures and a greater solubility between the constituent elements. Under this premise, it was synthesized an Al-Zinc(Zn)-Magnesio(Mg)-Cobre(Cu) alloy by mechanical alloying with proportions similar to those of the commercial alloy AA7075 and identified in its microstructure the presence of the

phases and the possible mechanisms of their formation. A kinetic study based on the analysis of thermograms obtained by differential scanning calorimetry, isolating each precipitated phase and separating them by deconvolution in simple reactions that we associate to the mechanisms responsible for this reaction has been carried out. In this analysis, asymmetric Weibull transfer functions and the Sestak-Berggren (SB) scheme were used to obtain the kinetic triplet. Results are compared with those obtained on a commercial heat-treated AA7075 alloy similar to mechanical alloy prepared in this research. The activation energy (Q) for η' phase precipitation of $(77,00 \pm 3,00)$ kJ/mol, obtained by applying the method described in this work, agrees with that reported by other authors and is a consequence of the diffusion of Mg and Zn present in the alloy regulated by recrystallization and grain-joint diffusion mechanisms.

Keywords: Mechanical Alloy, AlZnMgCu, XRD, DSC, Activation Energy.

INTRODUCCIÓN

La aleación mecánica es una técnica de síntesis físico-mecánica que involucra la mezcla, deformación, fractura y soldadura de partículas de manera cíclica (SURYANARAYANA 2004), donde las partículas de polvos atrapadas entre bolas y entre bolas-superficie del vial son deformadas plásticamente de forma continua (ASM INTERNATIONAL 1998). Al comienzo de la molienda se genera una mezcla inestable, introduciéndose con el tiempo de molienda defectos que reducen la cristalinidad de los polvos precursores hasta la amorfización total, para luego formar una nueva cristalinidad y una nueva aleación. Además de su fácil puesta a punto, esta técnica ofrece primacías en la síntesis de nuevos materiales como lo son el incremento de la solubilidad de los elementos aleantes, la aleación de elementos con notables diferencias en sus temperaturas de fusión y la consecución de estructuras nanométricas.

La literatura reporta recientes aplicaciones de esta técnica de síntesis a diferentes aleaciones. SURYANARAYANA (2019) señala su alcance en la síntesis de nuevos materiales. KUMAR *ET AL.* (2018) preparan materiales compuestos a partir de aleaciones de aluminio molida con estructuras nanométricas de Y_2O_3 y TiO_2 ; mientras NOVACK *ET AL.* (2019) lograron sintetizar aleaciones de Hierro-Al-Silicio (Fe,Al-Si) evidenciando las fases presentes en la respectiva

aleación comercial preparada por fusión.

Igualmente, en el grupo de física de metales (GFM) de la Universidad de Oriente se ha logrado sintetizar, por esta técnica, aleaciones de difícil producción por métodos tradicionales como lo son las aleaciones In-Mg (LUIGGI *ET AL.* 2019), Al-Si (VELÁSQUEZ Y LUIGGI 2020, 2022) y Mg-Ti (GONZÁLEZ Y LUIGGI 2021; GONZÁLEZ Y LUIGGI 2022), las dos últimas de componentes de elevada insolubilidad. En el presente trabajo se sintetizó una aleación cuaternaria Al-Zn-Mg-Cu (Cobre) equivalente en proporciones a la aleación comercial AA7075, ya caracterizada en el GFM por diferentes técnicas (VALERA *ET AL.* 2013a; VALERA *ET AL.* 2013b; VALERA Y LUIGGI 2016; VALERA 2017; LUIGGI Y VALERA 2017a; LUIGGI Y VALERA 2017b). Las fases de la aleación sintetizada fueron caracterizadas mediante un estudio cinético novedoso a partir de las curvas obtenidas por calorimetría diferencial de barrido.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para la obtención de la aleación mecánica se utilizaron polvos comerciales de Al (99,90%), Mg (98,00%), Zn (98,00%) y Cu (99,90%) con un tamaño promedio de 200,00 μ m. Estos polvos se mezclaron durante 1,00 h, con las composiciones químicas apropiadas, para obtener compuestos sintetizados similares a la aleación

comercial AA7075 (5,60% en peso Zn – 2,50% en peso Mg – 1,60% en peso Cu). La molienda se preparó en un molino de tipo planetario marca FRITSCH, modelo PULVERISETTE 7 *premium line* (**Fig. 1**) con bolas y viales de acero. El cociente de masa bola–polvo fue de 40:5, iniciándose la molienda con 5,00 g de muestra en todos los casos. El vial se selló en atmósfera de Argón (Ar) y fue cerrado herméticamente para prevenir la oxidación. Los viales fueron procesados en el molino por diferentes tiempos: 1,00, 5,00, 7,00, 10,00, 20,00, 30,00, 40,00 y 50,00 h.



Fig. 1. Molino Planetario micro mill PULVERISETTE 7.

La molienda se efectuó por ciclos repetidos de 1,00 h, con descanso de 15,00 min. Una vez culminada la molienda (aleación mecánica) se procedió a adaptar los polvos molidos a los porta-muestras para los estudios de rayos X y calorimetría. En casos muy puntuales un tratamiento de sinterización de polvos fue realizado a 320,00°C.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Difracción de rayos X (DRX)

La secuencia de cambio de la granulometría, amorfización y formación de fases de equilibrio de los polvos durante la síntesis fue se-

guida por rayos X, lo cual indicó cuando una nueva aleación de AlZnMgCu es formada. El estudio de DRX fue realizado utilizando radiación Cu–K_a ($\lambda = 0,1542$ nm) en un difractómetro de rayos X PANalytical, modelo X ϕ Pert³ Powder.

La **Fig. 2** muestra los patrones de DRX de las muestras molidas durante diferentes tiempos de molienda desde 1,00 h hasta 50,00 h. Esta secuencia se manifiesta mediante la variación en magnitud y amplitud de los picos asociados a los metales puros, desaparición de reflexiones de planos propios de dichos metales y aparición de nuevos planos. En la medida que aumentan los tiempos de molienda hasta 10,00 h se produce de manera progresiva un ensanchamiento y disminución de la intensidad de los picos. A partir de 40,00 h de molienda se consolida la aleación AlZnMgCu. Puede notarse que en dicho difractograma se observa un ligero desplazamiento de los planos de reflexión respecto al Al, y un aumento de intensidad en los picos característicos de la nueva aleación, como consecuencias de haber superado la etapa de amorfización y los nuevos picos no corresponden al Al puro.

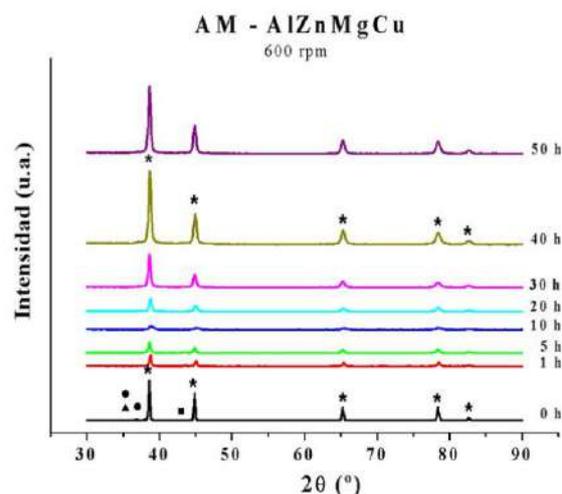


Fig. 2. DRX mostrando la evolución cristalina para diferentes tiempos de molienda. A 10,00 h se logra la amorfización y a partir de 40,00 h se consolida la aleación. *Al, ●Zn, ▲Mg, ■Cu.

Para determinar el tamaño promedio de la partícula (Φ) se utilizó la fórmula de Scherrer:

$$\Phi = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

donde β es el ancho angular medio del pico, λ es la longitud de onda del equipo ($\lambda = 0,1542$ nm) y θ es el ángulo de difracción.

En la **Fig. 3** se muestra la variación del tamaño de grano de los polvos cuando se aumenta el tiempo de molienda (t), la cual sigue un comportamiento definido por la relación:

$$\Phi = \Phi_0 + \Phi_1 t + \Phi_2 t^2 + \Phi_3 t^3 \quad (2)$$

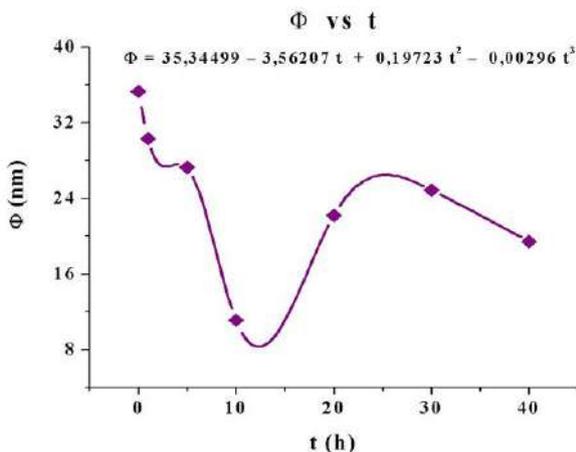


Fig. 3. Variación del tamaño de grano en la medida que aumenta el tiempo de molienda. La talla mínima obtenida es de 11,11 nm (10,00 h de molienda).

En la **Fig. 4** se muestran patrones comparativos de la muestra a 0,00 h (mezcla), de la muestra molida a 40,00 h (AM–AlZnMgCu), la misma aleación sinterizada a 320,00°C por 1,00 h, y el patrón de difracción de la aleación comercial AA7075, donde se aprecia la diferencia entre los diferentes estados microestructurales de la muestra. Un desplazamiento ligero de los planos del Al en cada caso es detectado, producto de la molienda en la aleación consolidada, del efecto de la temperatura y en la

compactación en la muestra sinterizada y debido a la presencia de otras impurezas en la aleación comercial no presentes en la aleación mecánica. Mediante el programa *X'Pert High Score 2003* se identificaron las posibles fases que están presentes en la aleación sinterizada, dando como resultado AlCu, Al₇Cu₃Mg₆ y MgZn.

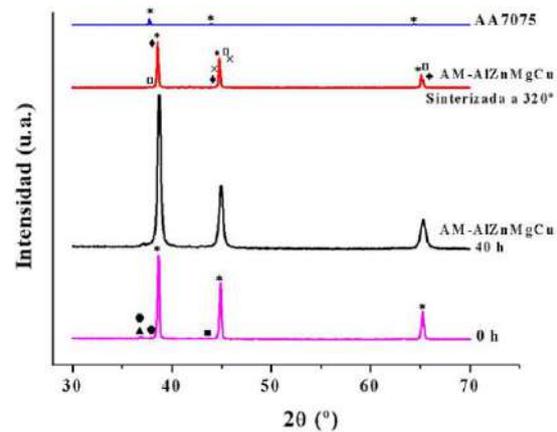


Fig. 4. Difractograma de las aleaciones 0,00 h, AM–AlZnMgCu 40,00 h y AM–AlZnMgCu sinterizada por 1,00 h. *Al, • Zn, ▲ Mg, ■ Cu, ◆ MgZn, × AlCu, Al₇Cu₃Mg₆.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La aleación mecánica consolidada es sometida a un estudio calorimétrico, para ello se usó un calorímetro DSC 7 marca Perkin–Elmer TAC 7/DX, con muestras de 30,00 mg en viales de Al, utilizando un vial de Al puro como referencia. El estudio se realizó a diferentes razones de calentamiento entre la temperatura ambiente y 600,00°C.

En la **Fig. 5** se muestra el flujo de calor en función de la temperatura a razones de calentamiento (Q) de 5,00, 10,00, 20,00, 50,00, 75,00, y 100,00 °C/min para una aleación mecánica de 40,00 h AM–AlZnMgCu. En esta gráfica se observa la presencia de diferentes reacciones exotérmicas y endotérmicas, lo que implica que más de un mecanismo de reacción se puede

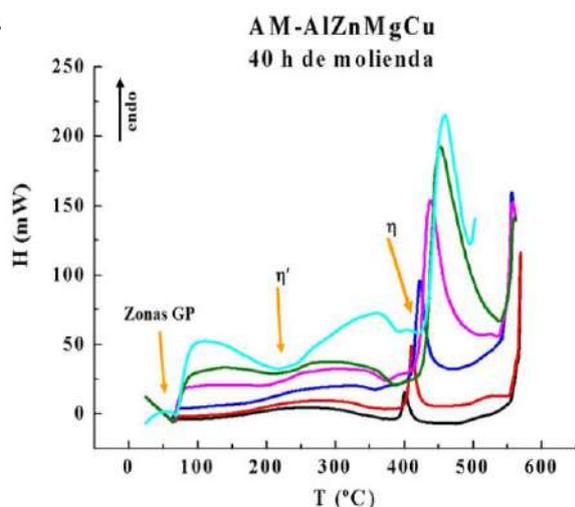


Fig. 5. Flujo de calor en función de la temperatura de una muestra AM-AlZnMgCu para diferentes Θ : ■ 5,00°C/min, ■ 10,00°C/min, ■ 20,00°C/min, ■ 50,00°C/min, ■ 75,00°C/min, ■ 100,00°C/min.

Las medidas de DSC confirmaron la secuencia de precipitación (α SS \rightarrow zonas de GP \rightarrow η' \rightarrow η) para muestras obtenidas por aleación mecánica Al-Zn-Mg-Cu, también evidenciadas en la aleación comercial AA7075 (VALERA Y LUIGGI 2016; LUIGGI Y VALERA 2017). Se observan tres grandes reacciones exotérmicas correspondientes a la precipitación de zonas GP ($T < 100,00^\circ\text{C}$), fase η' ($T < 250,00^\circ\text{C}$) y fase η ($T > 400,00^\circ\text{C}$) y una reacción endotérmica asociada a la disolución de la fase estable η ($T > 450,00^\circ\text{C}$). Estas reacciones son debidamente señaladas en la figura, y observándose su desplazamiento hacia las altas temperaturas en la medida que la razón de calentamiento se incrementa, lo cual es indicativo de que las mismas ocurren por difusión.

Análisis cinético de la fase η' presente en una aleación Al-Zn-Mg-Cu obtenida por aleación mecánica

Cada reacción particular, aislada, es la representación experimental global de la reacción, y por ser esta una aleación multi-componente se deben separar los diferentes mecanismos asociados a dicha representación experimen-

tal. Esto se hace separando o deconvolucionando la señal original en reacciones particulares mediante una función de transferencia. El número de funciones a utilizar es fijado por el coeficiente de correlación, en este caso fue prefijado un valor de $R^2 > 0,99$. Fue utilizado el software PeakFit para tal fin. Se chequearon diferentes funciones de transferencia seleccionando la función asimétrica de Weibull como modelo de transferencia, ya que solo se requieren dos módulos de dichas funciones para reproducir la cinética experimental, reduciendo el análisis a la deconvolución de la cinética experimental utilizando dos funciones de Weibull.

Para el estudio teórico de la cinética se recurre al modelo cinético de Sestak-Bergreen (SB) (LUIGGI Y VALERA 2017), con la cual se tendría acceso al triplete cinético característico de la reacción. Este modelo combina dos funciones variables dependiente de la fracción transformada α , una decreciente y otra creciente, cuya forma funcional es modulada por los exponentes n y m , cuyo ajuste a los datos experimentales permite predecir la clase de mecanismo físico responsable de la reacción. La función cinética participante en la ecuación de la velocidad de reacción:

$$\frac{d\alpha}{dt} = -k(T)F(\alpha) \quad (3)$$

está definida por:

$$F(\alpha) = F_0(1 - \alpha)^n \alpha^m \quad (4)$$

donde F_0 es una constante. La versatilidad de esta función cinética se debe a su composición matemática, ya que al estar compuesta por dos funciones de α , una decreciente y otra creciente, puede cubrir un amplio espectro de los procesos cinéticos reportados en la literatura (VALERA 2017).

En la tabla 3 se muestran los resultados de la aplicación de las ecuaciones 3 y 4.

A continuación se presentan los resultados de la deconvolución de la cinética para la fase η' .

(a) Deconvolución de los datos experimentales para la fase η' usando funciones de Weibull

En la **Fig. 6** se muestra la variación del flujo de calor en función de la temperatura a diferentes razones de calentamiento, correspondiente a la precipitación de la fase η' , aislada de la gráfica original (**Fig. 5**). En ella se observa claramente el proceso difusivo presente en la aleación en la medida que se aumenta la razón de calentamiento. Además, es remarcable la baja temperatura a la cual comienza a precipitar la fase bajo estudio.

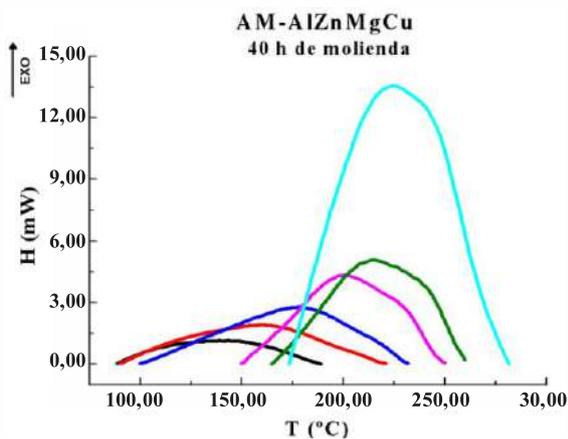
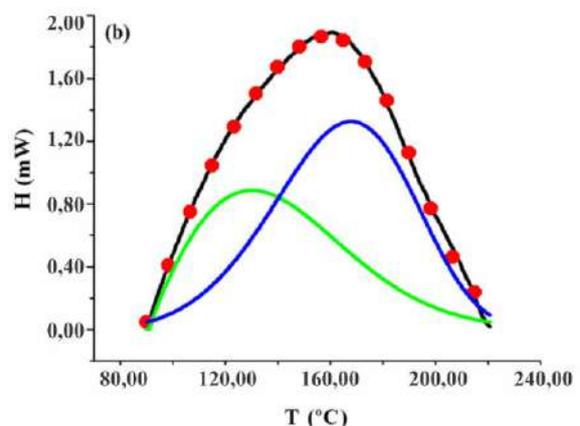
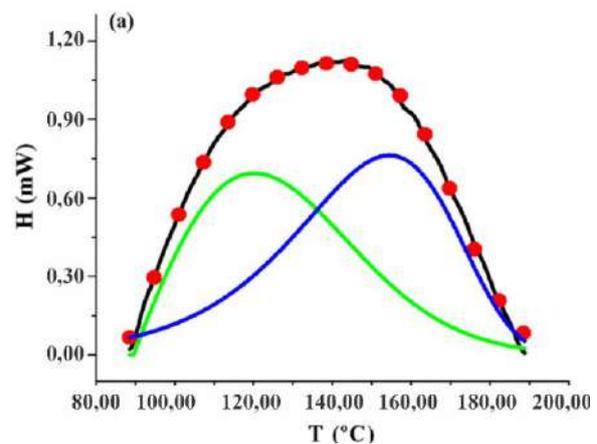


Fig. 6. Flujo de calor en función de la temperatura mostrando la precipitación de la fase η' extraída de la Fig. 5, a diferentes razones de calentamiento Θ : ■ 5,00°C/min, ■ 10,00°C/min, ■ 20,00°C/min, ■ 50,00°C/min, ■ 75,00°C/min, ■ 100,00°C/min.

En las **Figs. 7 (a-f)** se muestran los resultados de la deconvolución del flujo de calor medido a razón de 5,00, 10,00, 20,00, 50,00, 75,00 y 100,00 °C/min, respectivamente. Se pueden observar en estas figuras la deconvolución de la cinética medida en dos reacciones, indicativo de la participación de dos mecanismos de reacción, típico de reacciones en sistemas multi-componente. Puede notarse la buena re-

producción de los datos experimentales y el comportamiento asimétrico de las reacciones particulares relacionadas a diferentes mecanismos. Cabe destacar que en la **Fig. 7 (d-f)** se visualiza un cambio en la predominancia del primer mecanismo de reacción sobre el segundo, por lo que se asume que la supremacía entre los mecanismos presentes en el desarrollo de la fase η' no obedecen a un patrón, sólo dependen de la velocidad de calentamiento aplicado. Los diferentes parámetros asociados a esta deconvolución se muestran en las **Tablas 1-3**. En la **Tabla 3** se observa la dependencia de la energía de activación sobre la razón de calentamiento, la cual muestra generalmente valores coincidentes dentro de cierto rango.



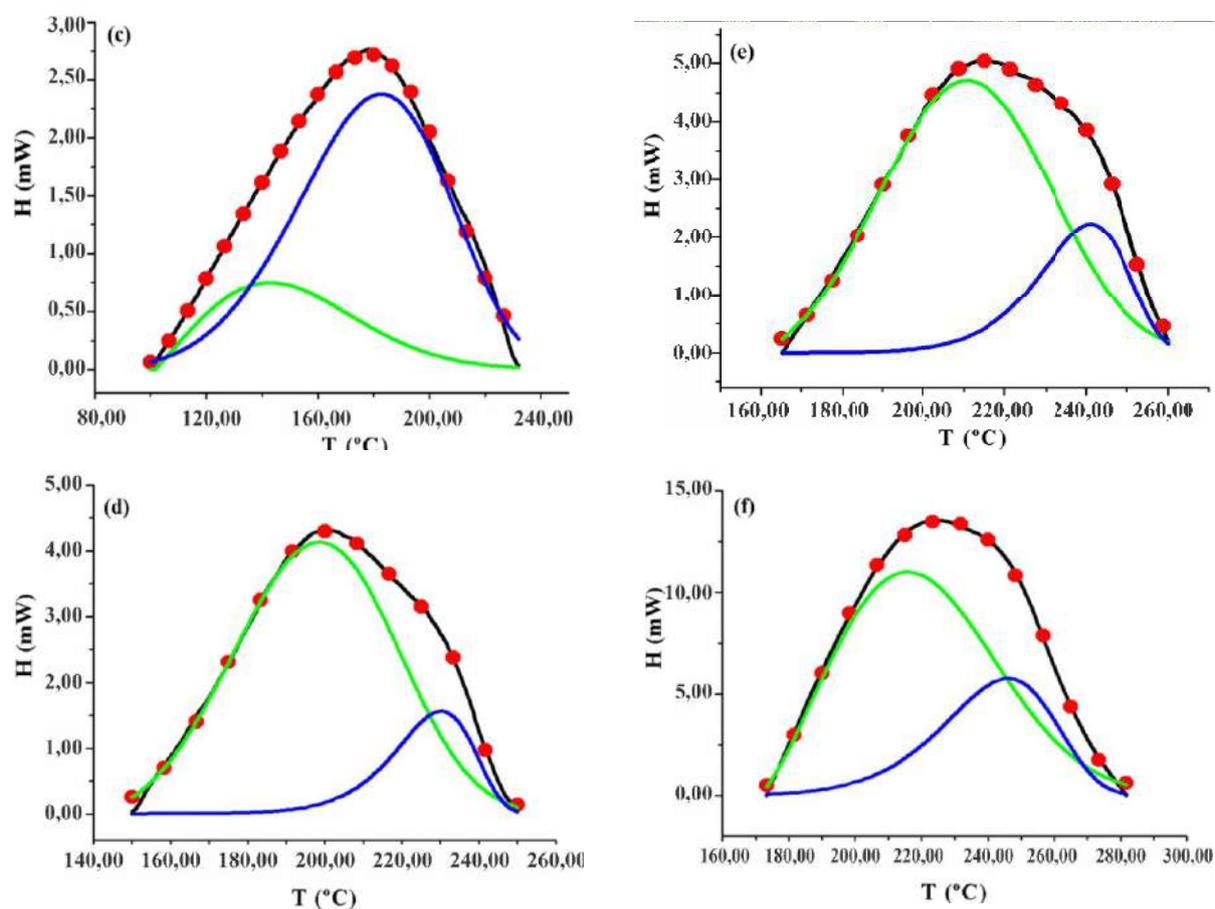


Fig. 7. Depresión correspondiente a la precipitación de la fase η' en la gráfica H vs T de la AM-AlZnMgCu a diferentes Θ , deconvolucionada usando funciones de Weibull. (a) 5,00 °C/min, (b) 10,00 °C/min, (c) 20,00 °C/min, (d) 50,00 °C/min, (e) 75,00 °C/min, (f) 100 °C/min. ■ experimental, ● teórico, ■ 1^{ra} reacción, ■ 2^{da} reacción.

Tabla 1. Parámetros de ajuste producto de la deconvolución para una aleación AM-AA7075 (fase η).

Θ (°C/min)	Pico	R^2	R^2 (Pearson's)	Error cuadrático medio	Valor F	Área	%A	Centro	Momento 2
5	1	0,998	0,998	0,01	90873,50	36,02	46,68	128,08	397,05
	2					41,13	53,32	146,11	438,54
	Total					77,15	100,00	-	-
10	1	0,998	0,999	0,02	56075,74	62,76	41,34	141,93	732,18
	2					89,04	58,66	163,01	654,45
	Total					151,80	100,00	-	-
20	1	0,996	0,996	0,06	12707,01	48,25	22,91	151,49	620,35
	2					162,35	77,09	177,15	671,44
	Total					210,60	100,00	-	-
50	1	0,999	0,999	0,05	13637,61	213,49	83,5026806	197,745	374,93
	2					42,18	16,4973194	225,25	146,25
	Total					255,67	100,00	-	-
75	1	0,999	0,998	0,07	7000,11	236,91	78,93	210,87	351,87
	2					63,25	21,07	236,25	154,22
	Total					300,16	100,00	-	-
100	1	0,999	0,999	0,16	8356,20	648,11	72,14	220,58	480,62
	2					250,30	27,86	239,72	329,11
	Total					898,42	100,00	-	-

Tabla 2. Parámetros de las funciones de Weibull y valores propios de cada pico deconvolucionado para AM-AA7075 (fase η).

Θ (°C/min)	Pico	Weibull				Valores medidos				
		W_0	W_1	W_2	W_3	Amplitud	FWHM	Asym50	FW Base	Asym10
5	1	0,69	120,22	44,02	1,97	0,69	50,40	1,38	93,17	1,94
	2	0,76	154,50	713,54	35,95	0,76	48,94	0,69	105,30	0,51
10	1	0,89	130,15	58,50	1,88	0,89	68,71	1,44	127,38	2,11
	2	1,32	167,96	126,80	5,02	1,32	63,58	0,84	125,84	0,76
20	1	0,75	142,78	56,67	2,07	0,75	62,87	1,31	116,03	1,77
	2	2,38	182,80	131,60	5,13	2,38	64,63	0,84	128,14	0,76
50	1	4,13	198,60	72,28	3,65	4,13	49,58	0,93	95,24	0,93
	2	1,57	230,24	257,76	25,99	1,57	24,52	0,70	52,46	0,53
75	1	4,71	210,83	64,08	3,29	4,71	48,45	0,97	92,13	1,01
	2	2,22	241,13	173,95	16,60	2,22	26,03	0,72	55,07	0,55
100	1	10,98	215,72	57,00	2,36	10,98	57,40	1,17	106,24	1,44
	2	5,76	246,00	178,45	11,12	5,76	40,09	0,74	83,53	0,59

Tabla 3. Parámetros cinéticos de Sestak-Bergreen para la aleación mecánica Al-Zn-Mg-Cu para cada reacción exotérmica (fase η).

Θ (°C/min)	Picos	Parámetros Cinéticos					
		n	m	Q (kJ/mol)	A_0	R^2	D_H
5	1	1,42	0,00	63,74	2204353,00	0,997	35,76
	2	0,88	0,00	66,04	1034449,10	0,9999	39,72
10	1	1,32	0,00	44,88	1664,73	0,996	62,05
	2	0,77	0,58	16,42	0,350	0,9999	87,99
20	1	0,84	0,49	4,70	7,312E-03	0,9997	48,07
	2	0,74	0,58	17,08	0,17	0,999	159,73
50	1	0,85	0,54	25,65	0,49	0,9999	311,67
	2	0,95	0,11	180,22	9,966E+15	0,9999	42,12
75	1	0,81	0,58	17,87	5,967E-02	0,9998	234,90
	2	0,80	0,51	96,23	7762298,00	0,9999	62,90
100	1	1,33	0,00	90,12	1537758,30	0,9966	642,40
	2	0,92	0,29	93,25	1511397,40	0,9999	249,43

Isoconversión aplicada a cada una de las reacciones presentes en la curva relacionada a la fase η' .

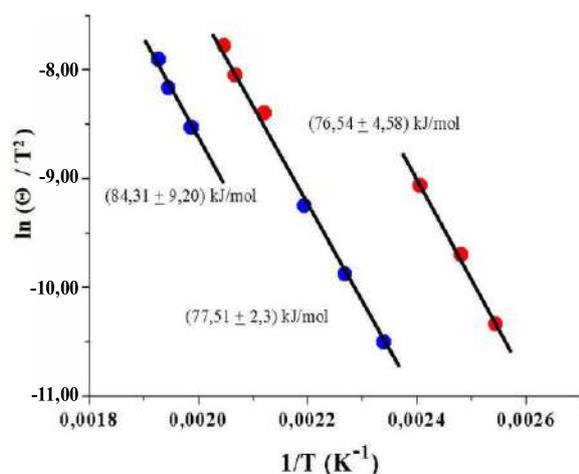
En la **Tabla 4** se resumen los datos necesarios para la isoconversión de las dos reacciones

evidenciadas experimentalmente.

En la **Fig. 8** se muestra el gráfico de Arrhenius correspondiente a las reacciones previamente deconvolucionadas y utilizando $N = 2$, en el planteamiento de isoconversión de Luiggi

Tabla 4. Temperatura del pico en cada una de las reacciones deconvolucionadas (fase h').

Θ (°C/min)	T máxima (°C) 1ra Reacción	T máxima (°C) 2da Reacción
5,00	120,22	154,50
10,00	130,15	167,96
20,00	142,78	182,80
50,00	198,60	230,24
75,00	210,83	241,13
100,00	215,72	246,00

**Fig. 8.** Gráfico de Kissinger para las dos reacciones deconvolucionadas de la fase η' ● 1ª Reacción, ● 2ª Reacción.

(LUIGGI 2003). Esta gráfica refleja, en principio, dependientes de la velocidad de reacción, la existencia de diferentes mecanismos participantes durante la formación de la fase h'. Sin embargo, estos valores se pueden acopiar como un valor único considerando los respectivos errores de medida, lo que asigna a la primera reacción un valor de $Q = (77,00 \pm 3,00)$ kJ/mol y a la segunda un valor de $Q = (81,00 \pm 6,00)$ kJ/mol. Puede sugerirse que estos resultados para ambas reacciones pudieran validar los resultados obtenidos por otros autores donde un solo mecanismo es reportado; sin embargo, resulta interesante la coincidencia mostrada en la primera etapa de la segunda reac-

ción y la segunda de la primera, indicativo de un mismo mecanismo para esas etapas.

Para el análisis e interpretación final de los resultados, se deben tener presentes los datos relacionados con la dinámica de átomos y defectos en una matriz de Al reportada en la literatura (Tablas 5, 6). Con esta información se pueden inferir los diferentes procesos a los cuales pueden corresponder todas estas reacciones presentes en la aleación AM-AlZnMgCu. Con la intención de hacer un estudio comparativo de los resultados obtenidos, en la Fig. 9 se graficaron Q vs F de las fases η' dada en la Tabla 3, donde se indican los valores teóricos dados por otros investigadores (Tablas 5, 6) referente a las energías de difusión y activación de los diferentes mecanismos de reacción encontrados en aleación AA7075.

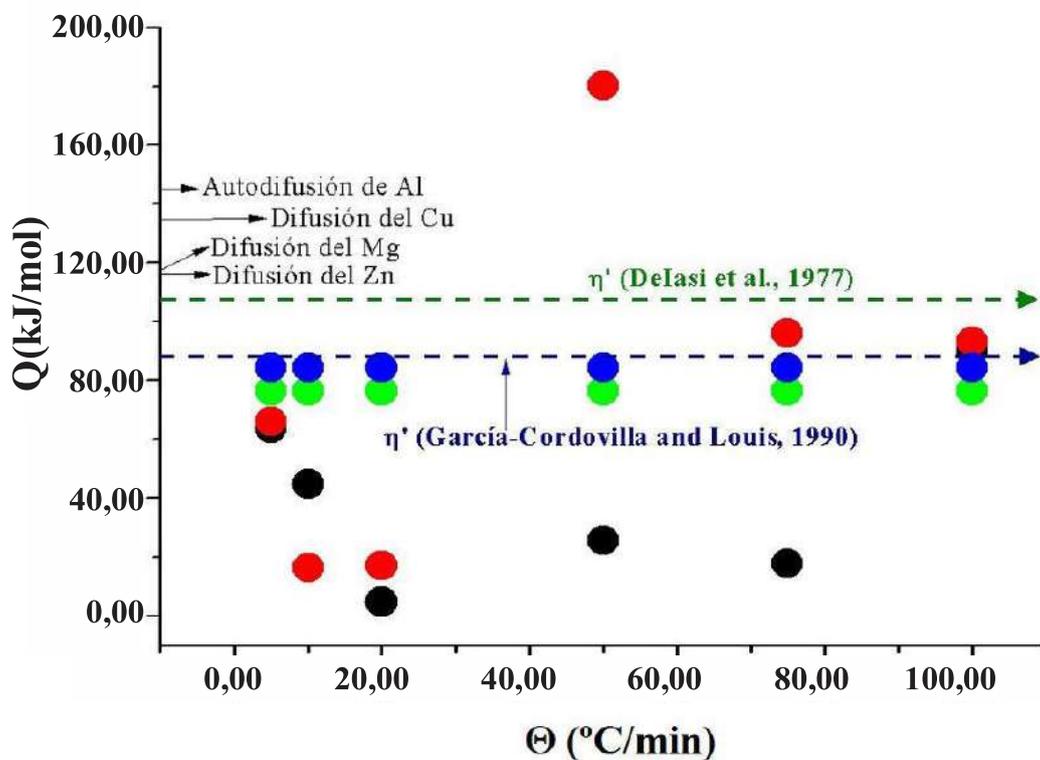
En la Fig. 9 se observa que los valores de Q , obtenidos para el primer pico de la Fig. 5 y deducido en este trabajo por el método de isoconversión, coinciden con el valor de la energía de activación calculado por GARCÍA-CORDOVILLA ET AL. (1990) para la fase η' (76,00-84,00) kJ/mol. La Tabla 6 permite asociar a esta reacción la combinación de numerosos mecanismos donde, además de los procesos de difusión de los aleantes, intervienen los mecanismos de recristalización ya que la aleación mecánica preparada en este trabajo presenta

Tabla 5. Valores teóricos de la energía de difusión dado en la literatura.

Dinámica de átomos y defectos	Energía de Difusión (kJ/mol)	Referencia
Al → Al	145,28	Zhiwei, 2005
Zn → Al	116,70	Ullmaier, 1991 Zhiwei, 2005
Mg → Al	118,00	Fujikawa and Takada, 1997
Cu → Al	122,00–135,00	Mantina <i>et al.</i> , 2009
Juntas de granos	84,00	Doherty <i>et al.</i> , 1997
Recristalización en Al y sus aleaciones	136,00	Tanaka, 1999
	96,20	Koken, 1989
	33,00–80,00	Puchi-Cabrera <i>et al.</i> , 2003

Tabla 6. Valores teóricos de la energía de difusión dado en la literatura.

Fases	Q (kJ/mol)	Referencia
Zona GP	127,32	Rojas <i>et al.</i> , 2011
	111,92	Jena, 1989
η'	86,10–107,60	García-Cordovilla <i>et al.</i> , 1990
η	50,83–66,57	DeIasi <i>et al.</i> , 1977

**Fig. 9.** Energía de activación Q vs razón de calentamiento Θ de la aleación mecánica Al-Zn-Mg-Cu para la fase η' . ●Primera reacción SB, ●Segunda reacción SB, ●Primera reacción isoconversión, ●Segunda reacción isoconversión. La flecha punteada y sólida representa el valor teórico de Q para la fase η' , respectivamente, dado en la literatura especializada.

una elevada cantidad de defectos generados durante la síntesis. Cabe destacar que tanto DEIASI *ET AL.* (1977) como GARCÍA-CORDOVILLA *ET AL.* (1990) evaluaron Q tomando completamente el pico asociado a la precipitaciones de las fases η' y h ; en cambio en este trabajo las diferentes reacciones relacionadas con estas fases fueron decodificadas calculando para

cada pico su energía de activación por los dos modelos antes mencionados.

CONCLUSIONES

Se ha caracterizado la aleación mecánica Al-Zn-Mg-Cu mediante las técnicas de DRX y DSC, a través de la evaluación de los parámetros ca-

racterísticos asociados con el proceso de precipitación de fases. Los resultados muestran:

1. Una amorfización a las 10,00 h de molienda preludio de la formación de la aleación mecánica AlZnMgCu, que se consolidó luego de 40,00 h de molienda, con características diferentes a la aleación comercial, pero con igual estequiometría.

2. El proceso de molienda, seguido por DRX, refleja la secuencia de aparición de nuevos picos los cuales se consolidan y serán característicos de la nueva aleación.

3. La presencia de partículas nanométricas parece afectar la cinética de formación de fases. Esto se deduce de la diferencia cualitativa de los respectivos termogramas.

4. Se confirma la prestancia de la aleación mecánica para producir nuevos materiales, en especial aleaciones metálicas.

5. Las medidas de calorimetría confirmaron la secuencia de precipitación (aSS ® zonas de GP ® η' ® η para muestras obtenida por aleación mecánica Al-Zn-Mg-Cu.

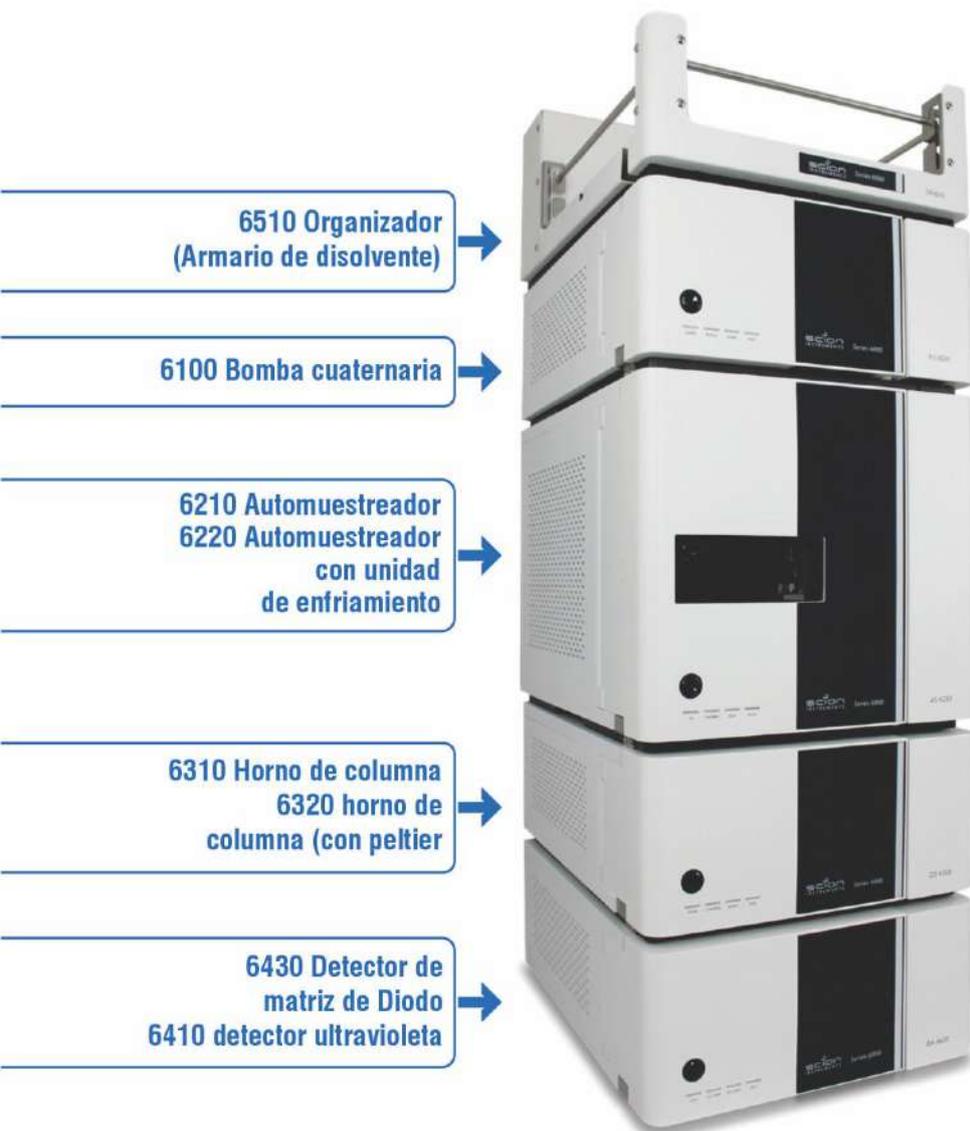
6. Se evidencia, a través de las medidas calorimétricas, la secuencia de transformación mediante la aparición de picos y valles característicos de la aleación bajo estudio. El desplazamiento de los mismos al cambiar la razón de calentamiento indica que la transformación ocurre por difusión.

7. El método de Sestak-Berggren combinado con el método de isoconversión determinan un esquema de caracterización cinético capaz de generar valores realistas de los parámetros cinéticos. Para este trabajo la aplicación a la cinética de la fase η' generó una energía de activación de $(77,00 \pm 3,00)$ kJ/mol, en perfecto acuerdo con los resultados reportados en la literatura.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE. 1998. ASM handbook Vol. 7.
- DEIASI R. & ADLER P. N. 1977. Calorimetric Studies of 7000 Series Aluminum Alloys: I. Matrix Precipitate Characterization of 7075. *Metall. Trans. A*. 8A: 1177-1183.
- FUJIKAWA S. I. & TAKADA Y. 1997. Interdiffusion between aluminum and Al-Mg alloys. *Defect Diffus. Forum*. 143-147: 409-414.
- GARCÍA CORDOVILLA C. & LOUIS E. 1990. Kinetics of retrogression in AlZnMg(Cu) Alloys. *Metall. Trans. A*. 21(8): 2277-2280.
- GONZÁLEZ V. Y LUIGGI N. 2021. Síntesis y caracterización de aleaciones Ti-Mg obtenidas por aleado mecánico. *Rev. Latinoam. Metal Mater*. 41(2): 120-136.
- GONZÁLEZ V. Y LUIGGI N. 2022. Síntesis y caracterización de aleados de Mg 20% y 40% masa de Ti preparados por aleación mecánica. *Rev. Colomb. Mater*. 1(19): 3-13. <https://doi.org/10.17533/RCM/udea.rcm.n19a01>.
- KUMAR S., KUMAR S. S., KUMAR J., MURTAZA Q. 2018. Synthesis and characterization of al-alloy by mechanical alloying. *Mater. Today Proc*. 5: 3237-3242.
- LUIGGI N. Y VALERA M. 2017(a). Estudio cinético de la precipitación de fases en una aleación AA7075 sometida a los tratamientos térmicos T6 y T7. *Rev. Latinoam. Metal Mater*. 37(2): 160-178.
- LUIGGI N. Y VALERA M. 2017(b). Kinetic study of an AA7075 alloy under RRA heat treatment. *J. Therm. Anal. Calorim*.

- 130(3): 1885-1902.
- LUIGGI N. 2003. Comments on the analysis of experimental data in non-isothermal kinetics. *Metall Mater. Trans. A*. 34A(11): 2679-2682.
- LUIGGI N., RONDÓN M. & VALERA M. 2020. Synthesis and characterization of Mg-In alloys (17.47% at. and 38.84% at.) prepared by mechanical alloying. *Rev. Latinoam. Metal Mater.* 40(1): 15-35.
- MANTINA M., WANG Y., CHEN L. Q., LIU Z. K. & WOLVERTON C. 2009. First principles impurity diffusion coefficients. *Acta Mater.* 57: 4102-4108.
- NOVÁK P., VANKA T., NOVÁ K., STOULIL J., PRUŠA F., KOPECEK J., HAUŠILD P. & LAUFEK F. 2019. Structure and properties of Fe-Al-Si alloy prepared by mechanical alloying. *Materials*. 12: 24-63. doi: 10.3390/ma12152463.
- SURYANARAYANA C. 2019. Mechanical alloying: A novel technique to synthesize advanced materials. *Research (Wash D C)*. 4219812. Article ID 4219812. <https://doi.org/10.34133/2019/4219812>.
- SURYANARAYANA C. 2001. Mechanical alloying and milling. *Prog. Nat. Sci.* 46: 1-184.
- SURYANARAYANA C. 2004. *Mechanical alloying and milling*. (M. Dekker, Ed.) New York. doi:10.1201/9780203020647.
- VALERA M., LUIGGI N., MACLELLAN L. Y PRIN J. 2013(a). Estudio de la precipitación en una aleación AA7075 deformada. *Rev. Fac. Ing.-UCV*. 28(1): 115-122.
- VALERA M., LUIGGI N., PRIN J., LINARES M. Y MACLELLAN L. 2013(b). Caracterización de una aleación AA7075-homogeneizada y laminada a 50 y 85%. *Rev. Acta Microsc.* 22(1): 111-117.
- VALERA M. Y LUIGGI N. 2016. Caracterización de la aleación AA7075-T7. *Rev. Acta Microsc.* 25(1): 1-8.
- VALERA M. 2017. Caracterización de la aleación comercial AA7075 y AM-AlZnMgCu sometidas a diferentes tratamientos termo-mecánicos. Caracas, Venezuela: Universidad Central de Venezuela, Doctorado Individualizado en Ciencias de la Ingeniería [Tesis Doctoral], pp. 45-47.
- VELÁSQUEZ L. Y LUIGGI N. 2020. Síntesis y caracterización de aleaciones Al-10, 30, 50 y 70% peso Si obtenidas por aleación mecánica. *Rev. Latinoam. Metal. Mater.* 40(2): 107-130.
- VELÁSQUEZ L. Y LUIGGI N. 2022. Síntesis y caracterización de la aleación Al-20%Si preparadas por aleado mecánico. *Rev. Latinoam. Metal. Mater.* 42(2): ASAP.



6510 Organizador
(Armario de disolvente)

6100 Bomba cuaternaria

6210 Automuestreador
6220 Automuestreador
con unidad
de enfriamiento

6310 Horno de columna
6320 horno de
columna (con peltier)

6430 Detector de
matriz de Diodo
6410 detector ultravioleta

LC 6000

CROMATÓGRAFO DE LÍQUIDOS

El HPLC de la Serie Scion 6000
Está orientada a la confianza
en los Resultados con un
rendimiento excepcional
de por vida.

Su diseño robusto maximiza el
tiempo de actividad y los niveles
de productividad, mientras
minimiza el costo de operación.

La serie **SCION 6000** incluye
gran variedad de opciones de
automatización y detección, que
optimizan el flujo de trabajo, lo
que hace que la experiencia en
laboratorio sea la mejor, con
increíble facilidad.

Valores clave

- Rendimiento de gradiente superior y excelente precisión de caudal.
- Excelente precisión del volumen de inyección y arrastre ultrabajo.
- Mejor cromatografía.
- Excelente rendimiento del detector.

Los cromatógrafos de líquidos SCION están diseñados para funcionar las 24 horas del día, los 7 días de la semana, un requisito definido ya que los procesos deben controlarse las 24 horas del día. Además de configuraciones rectas muy flexibles, se encuentran disponibles analizadores altamente especializados. Estos analizadores cumplen con las normas y metodologías ASTM, EN, ISO, IP y GPA

BIOMONITOREO DE LA CALIDAD DEL AGUA EN LOS RÍOS DE LOS LLANOS ORIENTALES DE VENEZUELA

(BIOMONITORING OF WATER QUALITY IN THE RIVERS OF THE EASTERN PLAINS OF VENEZUELA)

BRIGHTDOOM MÁRQUEZ-ROJAS¹, JORGE BARRIOS-MONTILLA²

¹Laboratorio de plancton, departamento de Biología Marina, Instituto Oceanográfico de Venezuela,
Universidad de Oriente

² Laboratorio de macroalgas, departamento de Biología Marina, Instituto Oceanográfico de
Venezuela, Universidad de Oriente

bmarquez2001@gmail.com, jebarster@gmail.com.

RESUMEN

Los macroinvertebrados bentónicos son utilizados como indicadores biológicos en la evaluación de ecosistemas fluviales, ya que sus características, requerimientos especiales y adaptaciones hacen a estos organismos sensibles a las alteraciones de su hábitat. Se realizó un muestreo de macroinvertebrados bentónicos en 12 ríos del sur de los estados Anzoátegui y Monagas (Venezuela), para evaluar la calidad de las aguas usando el sistema para la determinación del índice de monitoreo biológico (BMWP) y algunos índices comunitarios, además se realizó una caracterización físico-química de las aguas de cada río. Se identificaron 20 órdenes de macroinvertebrados distribuidos en 24 familias; las familias Leptoceridae, Hydropsychidae, Odontoceridae y Culicidae reportaron la mayor cantidad de individuos. El índice biótico BMWP' mostró como débilmente contaminados a más del 50,00% de los ríos estudiados, con valores intermedios (61,00–83,00). Los ríos Agua Clara y la estación 2 del río Chive, fueron los que presentaron las mejores condiciones ambientales, a diferencia del río San Antonio que presentó los menores valores del índice BMWP' y de diversidad, evidenciando aguas posiblemente afectadas por contaminación. En general, la mayor parte de los ríos evaluados presentaron una calidad ambiental aceptable, con la presencia de numerosas especies de insectos y otros organismos, poco afectados por actividades antrópicas y con una gran capacidad de resiliencia.

Palabras claves: Calidad biológica, Índice BMWP, macroinvertebrados bentónicos

ABSTRACT

Benthic macroinvertebrates are used as biological indicators in the evaluation of fluvial ecosystems, since their characteristics, special requirements and adaptations make these organisms sensitive to alterations in their habitat. A sampling of benthic macroinvertebrates was carried out in 12 rivers in the south of the states Anzoátegui and Monagas, Venezuela, to evaluate the quality of the waters using biological BMWP' index and some community indices, as well as a physical-chemical characterization of the waters of every river. 20 orders of macroinvertebrates distributed in 24 families were identified; the families

Leptoceridae, Hydropsychidae, Odontoceridae and Culicidae reported the largest number of individuals. The BMWP' biotic index showed that more than 50.00% of the rivers studied were slightly polluted, with intermediate values (61.00–83.00). The Agua Clara Rivers and Chive river station 2 were the ones that presented the best environmental conditions, unlike the San Antonio River that presented the lowest values of the BMWP' and diversity index, showing waters possibly affected by contamination. In general, most of the rivers evaluated presented an acceptable environmental quality, with the presence of numerous species of insects and other organisms, little affected by anthropic activities and with a great resilience capacity.

Key Words: Biological quality, BMWP index, benthic macroinvertebrates.

INTRODUCCIÓN

El aumento de la influencia de las actividades humanas constituye la mayor fuente de perturbación sobre los ecosistemas fluviales, en donde la contaminación, la pérdida de bosques ribereños, los cambios en el uso de la tierra, la excesiva explotación de los recursos hidrobiológicos y las alteraciones hidrogeomorfológicas, han tenido un efecto adverso en el estado de conservación de los hábitats fluviales y la biodiversidad asociada (BARRIOS-GÓMEZ *ET AL.* 2015). Los análisis químicos, hacia finales de la década de 1970, eran los métodos más utilizados para evaluar la calidad de las aguas, pero en caso de perturbaciones no puntuales de origen difuso, eran ineficaces para detectar cambios en las condiciones naturales de los ríos. Como alternativa, el uso de los métodos biológicos en el monitoreo de las condiciones de los cuerpos de agua ha tenido un gran auge y se han convertido en una valiosa herramienta complementaria de los métodos químicos y bacteriológicos (ROLDÁN 2003; SEGNINI 2003).

La bioevaluación de las aguas se fundamenta en la capacidad natural que tiene la biota acuática de responder a los efectos de perturbaciones eventuales o permanentes debido a cambios en su estructura y funcionamiento al modificarse las condiciones de sus hábitats naturales (SAWYER *ET AL.* 2004). De modo que es posible usar algunas características estructurales y funcionales de los diferentes niveles de

organización biológica para evaluar en forma comparativa el estado de la biota acuática, cuya condición es reflejo del estado ecológico del cuerpo de agua (BARRIOS-GÓMEZ *ET AL.* 2015).

Por lo general, no se evalúa la condición de toda la comunidad biótica sino la de algunas agrupaciones de organismos. El plancton, los peces y los invertebrados han sido los grupos más usados como bioindicadores, destacándose entre ellos los macroinvertebrados bentónicos. Estos son todos los invertebrados que habitan el fondo de los ecosistemas acuáticos, al menos en algunas etapas de su ciclo de vida y que son retenidos en redes con una abertura de poro igual o menor a las 500,00 μm (HAUER & RESH 1996). Dentro de los macroinvertebrados, los insectos acuáticos son muy susceptibles a los cambios fisicoquímicos en los ecosistemas acuáticos (PINO-SELLES Y BERNAL-VEGA 2009); muchas especies son depredadoras de vectores de enfermedades y constituyen fuente de alimento para los peces y otros animales acuáticos (HANSON *ET AL.* 2010). Por lo tanto, las características ecofisiológicas de especies de insectos acuáticos y en general, de macroinvertebrados en los ríos, indican la calidad del agua.

Estos estudios han tomado auge en los últimos años en Venezuela debido a la situación de riesgo en la cual se encuentran los ríos, proporcionado por la acción prolongada y constante de diversas perturbaciones (WINEMILLER *ET AL.*

1996; KARWAN *ET AL* 2001; ALLAN *ET AL.* 2002; WRIGHT & FLECKER 2004). Entre los trabajos realizados en Venezuela con macroinvertebrados bénticos tenemos los de LUGO Y FERNÁNDEZ (1994), quienes evaluaron los efectos de la contaminación orgánica sobre la composición y diversidad de la entomofauna en el río Güey, estado Aragua; RINCÓN (1995) estudió los cambios en la composición y diversidad de la comunidad de macroinvertebrados a lo largo de un gradiente de contaminación orgánica del río Mucujún, estado Mérida; SEGNINI (2003) realizó una recopilación de los diferentes enfoques que han contribuido al desarrollo conceptual y metodológico del uso de los macroinvertebrados como indicadores de la condición ecológica de los ríos; GRATEROL *ET AL.* (2006) compararon la composición de las familias de insectos acuáticos como indicadores de calidad del agua en cuatro localidades del río Guacara, estado Carabobo; SEGNINI *ET AL.* (2009) utilizaron el índice biótico BMWP para evaluar la condición ecológica de los ríos de una cuenca alto-andina; BARRIOS Y RODRÍGUEZ (2013) evaluaron el estado de conservación de los ecosistemas fluviales y sus insectos acuáticos en la cuenca alta del río Turbio, estado Lara; BARRIOS-GÓMEZ *ET AL.* (2015) estimaron la integridad de los ecosistemas fluviales con base a las comunidades de insectos acuáticos en el río Misoa de la cuenca del lago de Maracaibo, y finalmente CORREA *ET AL.* (2020) evaluaron la condición ecológica en 33 ríos de la cuenca alta del río Chama, estado Mérida, aplicando el índice biótico Andino y el índice biótico Integrado. En los ríos de los llanos orientales de Venezuela no se han efectuado estudios de este tipo.

El empleo de atributos de las comunidades de insectos acuáticos y la valoración de su tolerancia frente a los gradientes de perturbación son claves para el desarrollo de métodos que interpreten el estado de conservación del hábitat fluvial, como es el caso de los índices bióticos. Entre los índices con aplicación más

extendida se encuentran el índice biótico de familias de Hilsenhoff (IBF) y el índice BMWP (Biological Monitoring Working Party o Sistema para la Determinación del Índice de Monitoreo Biológico).

El índice BMWP se creó en Inglaterra en el año 1970 como un método simple que asigna un puntaje a todos los grupos de macroinvertebrados identificados a nivel de familia, teniendo como requisito datos cualitativos de presencia o ausencia. ALBATERCEDOR Y SÁNCHEZ-ORTEGA (1988) realizaron la adaptación de éste índice y lo llamaron Biological Monitoring Working Party Store System (BMWP'). En Suramérica a partir de estos lineamientos se realizaron diferentes adaptaciones de acuerdo a las especies existentes en los ríos de Argentina (DOMÍNGUEZ Y FERNÁNDEZ 1998), Colombia (ROLDÁN 2003; SÁNCHEZ 2005), Bolivia (ZAMORA Y ORTUÑO 2012), Ecuador (ARROYO Y ENCALADA 2009) y Venezuela (GAMBOA *ET AL.* 2008), estos trabajos son sólo algunas referencias de los cientos de estudios realizados. En algunos casos, como en Colombia, Bolivia y Argentina, se cuenta con adaptaciones e índices biológicos propios (JACOBSEN *ET AL.* 1997; ROLDÁN 2003; ZAMORA Y ORTUÑO 2012).

El propósito de este estudio fue realizar una evaluación de la calidad de las aguas de 12 ríos del sur de los estados Anzoátegui y Monagas (Venezuela) a través del análisis de sus comunidades de macroinvertebrados bentónicos mediante el uso del índice BMWP' y algunos índices comunitarios, complementados con datos de las variables físico-químicas de cada río.

MATERIALES Y MÉTODOS

Área de estudio: La región sur de los estados Anzoátegui y Monagas presentan una extensa planicie con escasos accidentes geográficos y una extensa cuenca hidrográfica que por su

geomorfología drena las aguas hacia la cuenca baja y delta del río Orinoco; esta zona correspondiente a los llanos orientales presenta un régimen de precipitaciones que va de 1000,00 a 1500,00 mm/año (SILVA 2005).

En este estudio de línea base se tomaron muestras en 12 ríos, en algunos se hicieron muestreos en varios tramos (ríos Aisme, Tigre, Chive, Caris y La Peña), y en otros se tomó una sola muestra (ríos San Antonio, Hamaca, Pao, Agua Clara, Carapa, Areo y Urupia; este último de poca longitud y escaso caudal que pueden considerarse una quebrada). La ubicación geográfica y posición relativa de los diferentes sitios de muestreo se pueden consultar en la **Tabla 1** y **Figura 1**.

Recolecta y procesamiento de las muestras

Se realizaron muestreos con una red «tipo D» (250,00 μm de abertura de malla) entre el 31 de octubre y el 29 de noviembre de 2017, en zonas de aguas someras y corriente rápida en las márgenes de los ríos. Con la red «tipo D» se realizaron barridos sobre la superficie como en la columna de agua y en las orillas de la vegetación marginal del río, y en sentido contrario a la corriente mientras se realizaba una remoción manual del substrato, con el fin de obtener los organismos que eran arrastrados hacia la red (ALBA-TERCEDOR *ET AL.* 2005). En cada zona de estudio se aplicó el mismo esfuerzo de muestreo (45 minutos) para la recolecta del material. El material colectado fue

Tabla 1.- Nombre de los ríos evaluados al norte del estado Anzoátegui (Venezuela), fecha de muestreo, coordenadas y variables físico-químicas. TDS: total de sólidos disueltos.

Ríos	Fecha	Coordenadas		Temp (°C)	Oxígeno disuelto (mg/l)	Conductividad eléctrica (mS/cm)	TDS (mg/l)
		Longitud	Latitud				
Aisme 1	31/10/2017	-63,891	8,963	28,20	5,00	0,07	54,00
Aisme 2	31/10/2017	-63,878	8,932	26,90	12,20	0,11	71,00
Tigre 1	01/11/2017	-64,146	8,898	28,40	3,50	0,07	50,00
Tigre 2	16/11/2017	-63,375	8,940	25,00	3,40	0,05	47,00
Tigre 3	01/11/2017	-64,014	8,871	32,90	2,90	0,07	57,00
Chive 1	02/11/2017	-63790	9,030	27,60	4,30	0,12	61,00
Chive 2	02/11/2017	-63,678	9,004	28,10	5,00	0,06	58,00
Caris 1	15/11/2017	-64,267	8,784	25,00	4,20	0,07	50,00
Caris 2	15/11/2017	-64,213	8,758	33,60	4,20	0,06	54,00
San Antonio	16/11/2017	-63,012	9,378	25,00	2,00	0,03	43,00
Hamaca	20/11/2017	-64,411	8,604	25,00	4,10	0,04	38,00
Pao	21/11/2017	-64,638	8,790	29,10	3,60	0,06	74,00
Agua Clara	21/11/2017	-64,583	8,731	30,50	4,30	0,05	73,00
La Peña 1	22/11/2017	-64,010	8,692	29,80	3,70	0,06	62,00
La Peña 2	22/11/2017	-64,000	8,666	30,80	4,00	0,10	78,00
Carapa	22/11/2017	-63,986	8,658	31,50	3,40	0,03	49,00
Areo	29/11/2017	-63,699	8,700	29,00	4,10	0,13	111,00
Urupia	29/11/2017	-63,926	8,947	31,20	4,20	0,24	172,00

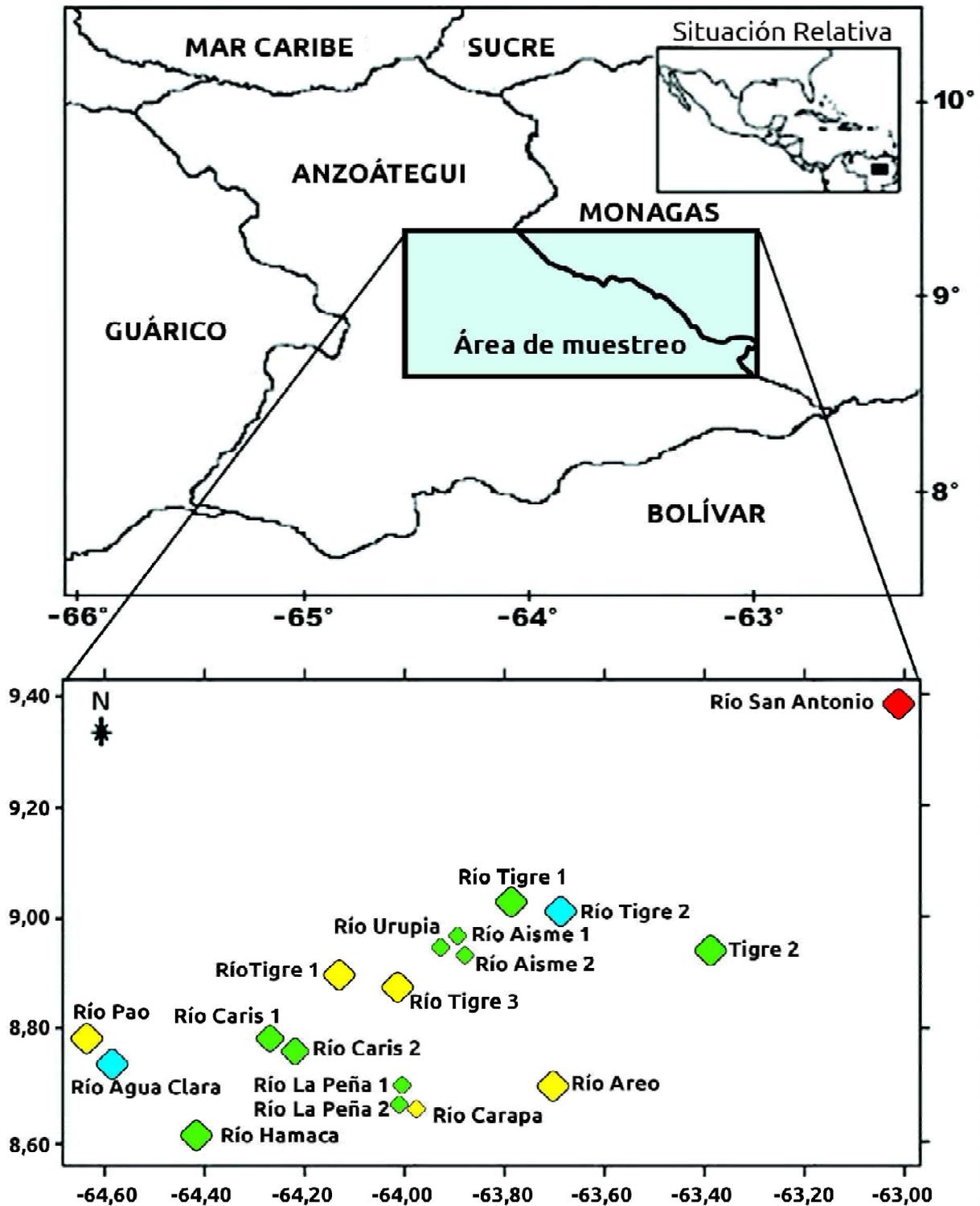


Figura 1.- Mapa mostrando la posición relativa de la zona de muestreo que abarca parte de los estados Anzoátegui y Monagas, Venezuela; en la porción inferior se indican los sitios de colecta en los ríos georeferenciada en la Tabla 1, los colores de los puntos se corresponden a las diferentes clases de calidad biológica del agua determinadas en este trabajo.

filtrado en tamices de aberturas de malla de 250,00 μm y 2,00 mm con la finalidad de retirar restos vegetales y otros residuos.

Las muestras se depositaron en recipientes plásticos con alcohol al 70,00% y glicerina (ROLDÁN 1988); posteriormente se trasladaron para su estudio a los laboratorios de Macroalgas e Invertebrados bentónicos del Instituto Oceanográfico de Venezuela, Universidad de Oriente.

Una vez separados, los macroinvertebrados fueron identificados con un estereoscopio Olympus SZ40 a magnificación de 10X–40X. La identificación fue realizada hasta el nivel de Familia, utilizando diversas claves taxonómicas para invertebrados acuáticos: NEEDHAN Y NEEDHAN (1982), ROLDÁN (1988, 2003), BRINKHURST Y MARCHASE (1991), ZAMORA (1999), ROJAS (2005) y ZAMORA Y ORTUÑO (2012).

Las variables físico-químicas del agua (temperatura, oxígeno disuelto, conductividad eléctrica y turbidez) fueron medidos *in situ* por medio de una sonda multiparámetro YSI 6600 V2.

Análisis de los macroinvertebrados

La riqueza está referida al número de familias por muestreo, la riqueza y número de macroinvertebrados por muestra se utilizaron para determinar la equidad y la diversidad de Shannon-Weaver (H') según lo descrito por PIELOU (1977).

La calidad biológica de las aguas se estimó utilizando el índice biótico BMWP' (ALBA-TERCEDOR Y SÁNCHEZ-ORTEGA 1988), que asigna un puntaje de 1 al 10 a cada familia de insectos acuáticos en función de su tolerancia a diferentes niveles de contaminación de las aguas (Tablas 2 y 3). La sumatoria de los

Tabla 2.- Índice biótico (BMWP'), riqueza específica (R), diversidad (H' , bits/ind) y equidad (E) de macroinvertebrados de algunos ríos del norte de los estados Anzoátegui y Monagas, Venezuela

Ordenes	Familias	BMWP' (puntos)	Aismel	Aisme2	Tigrel	Tigre2	Tigre3	Chive1	Chive2	Caris1	Caris2
Hydracarina	Lymnessidae	10									1
	Hydrachnidae	4								1	
Coleoptera	Psephenidae	10	1	1	2	1		2	1	1	
	Elmidae	5	1		1		2		4	2	1
	Staphylinidae	5		1		1		1			
Ephemeroptera	Leptophlebiidae	9	1	1			2		1	3	1
	Leptophyphidae	7	1	1	1		2	1	1		
	Baetidae	5	1		2	1	3		1	1	
Trichoptera	Leptoceridae	9	4	1	1	2		1	6	3	2
	Hydropsychidae	5	5	2				1	8	2	2
	Odontoceridae	10		1		1	2	2	5		
	Hydrobiosidae	7	3				1				
Hemiptera	Philopotamidae	8		1					1		1
	Veliidae	5						1		1	
Diptera	Naucoridae	6			2				1		2
	Simuliidae	8	1	1		1	1	1	1		
Diptera	Chironomidae	2	1		1		4	2	1		1
	Culicidae	2		1		1			2		1
	Psychodidae	6	1						1	1	1
Odonata	Libellulidae	6			1		1				
	Coenagrionidae	6									
Plecoptera	Perlidae	10	1					1			
Gasteropoda	Planorbidae	4								1	
Ostracoda	Cypridae	4								6	
No Insecta, y CladoceraCopepoda											++
		BMWP'	83,00	73,00	50,00	49,00	64,00	61,00	102,00	66,00	62,00
		Riqueza	12,00	10,00	8,00	7,00	10,00	9,00	15,00	11,00	10,00
		Diversidad	3,58	3,32	3,00	2,81	3,32	3,17	3,47	3,14	3,24
		Equidad	0,90	0,98	0,97	0,98	0,93	0,97	0,87	0,90	0,97

++ Abundantes

Continuación Tabla 2

Ordenes	Familias	BMWP' (puntos)	San Antonio	Hamaca	Pao	Agua Clara	La Peña 1	La Peña 2	Carapa	Areo	Urupia
Hydracarina	Lymnessidae	10							1		
	Hydrachnidae	4			1			2			
Coleoptera	Psephenidae	10		2		2	1	2		1	
	Elmidae	5		3	1	1		4			2
	Staphylinidae	5	1	1							1
Ephemeroptera	Leptophlebiidae	9		3	1	1	2			5	
	Leptophyphidae	7	1	4		3		2			1
	Baetidae	5					1				1
Trichoptera	Leptoceridae	9		6	4	5	2				
	Hydropsychidae	5	2	5			2	1		1	
	Odontoceridae	10		4	2	8	1	2			3
	Hydrobiosidae	7				3	3				
Hemiptera	Philopotamidae	8			1	3				1	
	Veliidae	5									
	Naucoridae	6		1		1					
Diptera	Simuliidae	8				3	1	2	1		1
	Chironomidae	2	3		1	2				1	
	Culicidae	2		1	1	2		7	2	3	6
	Psychodidae	6								2	
Odonata	Libellulidae	6				2			2	1	1
	Coenagrionidae	6				2		1	1		1
Plecoptera	Perlidae	10				2		1		1	
Gasteropoda	Planorbidae	4									1
Ostracoda	Cypridae	4						18			
No Insecta, Copepoda y Cladocera						++					
	BMWP'	20,00	20,00	68,00	49,00	105,00	63,00	61,00	42,00	48,00	63,00
	Riqueza	4,00	4,00	10,00	8,00	15,00	8,00	10,00	6,00	8,00	10,00
	Diversidad	2,00	2,00	3,08	3,00	3,65	3,00	3,32	2,58	3,00	3,32
	Equidad	0,90	0,90	0,91	0,91	0,93	0,96	0,78	0,96	0,89	0,88

++ Abundantes

Tabla 3. Interpretación del índice BMWP' y asignación de colores para las diferentes clases de calidad biológica del agua (Alba-Tercedor y Sánchez-Ortega 1988).

Clase	Calidad	Valor	Significado	Color
I	“Buena”	>120,00 101,00 – 120,00	Aguas limpias o no alteradas de modo sensible por la contaminación	Azul claro
II	“Aceptable”	61,00-100,00	Se evidencian algunas alteraciones por la contaminación	Verde
III	“Dudosa”	36,00-60,00	Aguas contaminadas	Amarillo
IV	“Crítica”	16,00-35,00	Aguas muy contaminadas	Naranja
V	“Muy crítica”	< 15,00	Aguas fuertemente contaminadas	Rojo

puntajes asignados a las diferentes familias produce el valor final del BMWP', que indica los niveles de calidad en que se encuentra el cuerpo de agua (ROLDÁN, 2003). Se asignaron colores para las diferentes calidades de agua

según SEGNINI ET AL. (2009).

Los resultados de diversidad se emplearon para asignar la condición de los diferentes ríos según los criterios de STAUB ET AL. (1970): 3,00-

4,00 (débilmente contaminado), 2,00-3,00 (ligeramente contaminado), 1,00-2,00 (contaminado) y 0,00-1,00 (fuertemente contaminado) (Tabla 4).

variables temperatura, oxígeno disuelto, conductividad eléctrica y turbidez, en un sistema sintetizado de coordenadas (TER BRAAK & VERDONSCHOT, 1995) a partir de una matriz

Tabla 4.- Resumen de resultados e interpretación de condición según Staub et al. (1970) y Alba-Tercedor y Sánchez-Ortega (1988) para ríos del sur del estado Anzoátegui, Venezuela.

Ríos	R	E	H'	Interpretación según la diversidad de Shannon	BMWP'	Clase	Interpretación según el Índice Biótico
Aisme 1	12	0,90	3,58	Débilmente contaminado	83	II	Débilmente contaminado
Aisme 2	10	0,98	3,32	Débilmente contaminado	73	II	Débilmente contaminado
Tigre 1	8	0,97	3,00	Ligeramente contaminado	50	III	Contaminado
Tigre 2	7	0,98	2,81	Ligeramente contaminado	49	II	Débilmente contaminado
Tigre 3	10	0,93	3,32	Débilmente contaminado	64	III	Contaminado
Chive 1	9	0,97	3,17	Débilmente contaminado	61	II	Débilmente contaminado
Chive 2	15	0,87	3,47	Débilmente contaminado	102	I	No contaminado
Caris 1	11	0,90	3,14	Débilmente contaminado	66	II	Débilmente contaminado
Caris 2	10	0,97	3,24	Débilmente contaminado	62	II	Débilmente contaminado
San Antonio	4	0,90	2,00	Contaminado	20	IV	Muy Contaminado
Hamaca	10	0,91	3,08	Débilmente contaminado	68	II	Débilmente contaminado
Pao	8	0,91	3,00	Ligeramente contaminado	49	III	Contaminado
Agua Clara	15	0,93	3,65	Débilmente contaminado	105	I	No contaminado
La Peña 1	8	0,96	3,00	Débilmente contaminado	63	II	Débilmente contaminado
La Peña 2	10	0,78	3,32	Débilmente contaminado	61	II	Débilmente contaminado
Carapa	6	0,96	2,58	Ligeramente contaminado	42	III	Contaminado
Areo	8	0,89	3,00	Ligeramente contaminado	48	III	Contaminado
Urupia	10	0,88	3,32	Débilmente contaminado	63	II	Débilmente contaminado

Análisis de los datos

Se calculó el coeficiente de correlación no paramétrico de Spearman para caracterizar las relaciones entre los parámetros fisicoquímicos y los ecológicos. Con el fin de conocer las posibles relaciones entre los parámetros ecológicos y las variables ambientales, se efectuó un análisis de componentes principales (ACP). El cual permitió posicionar la riqueza, equidad, diversidad y el índice biótico BMWP' con las

de correlación múltiple (JOHNSON & WICHERN 1992). Todos estos análisis se realizaron con el software estadístico Statgraphics plus 5.1.

RESULTADOS

En la **Tabla 1** se presentan los datos de la temperatura (°C), concentración de oxígeno disuelto (mg.L⁻¹), conductividad eléctrica (ms.cm⁻¹) y sólidos totales o turbidez (mg.L⁻¹) de los doce ríos estudiados en la presente investigación.

Los ríos Caris 1, Tigre 2, San Antonio y Hamaca presentaron los valores más bajos de temperatura ($25,00^{\circ}\text{C}$), sólidos totales ($38,00-50,00$) mg.L^{-1} y conductividad eléctrica ($0,03-0,07$) ms.cm^{-1} . Por su parte, el río Aisme 2 registró los valores más altos ($12,20$ mg.L^{-1}) de oxígeno disuelto de todo el estudio, con elevadas concentraciones de sólidos totales ($71,00$ mg.L^{-1}) y con $0,11$ ms.cm^{-1} de conductividad eléctrica (**Tabla 1**).

El río Caris 2 registró el valor más alto de temperatura ($33,60^{\circ}\text{C}$), con baja concentración de oxígeno disuelto ($4,20$ mg.L^{-1}), conductividad eléctrica ($0,06$ ms.cm^{-1}) y baja turbidez ($54,00$ mg.L^{-1}). Los ríos Areo y Urupia presentaron una mayor turbidez ($111,00$ y $172,00$) mg.L^{-1} y conductividad eléctrica ($0,13$ y $0,24$) ms.cm^{-1} , respectivamente (**Tabla 1**).

La identificación de los macroinvertebrados mostró un total de 20 órdenes con 24 familias, las cuales mostraron variaciones importantes en su riqueza y distribución. Dentro del grupo

no insectos, se reconocieron moluscos gasterópodos y crustáceos ostrácodos, copépodos y cladóceros (**Tabla 2**). Se evidenció la presencia de insectos acuáticos indicadores de calidad de agua pertenecientes a los órdenes Ephemeroptera, Plecoptera y Trichoptera. Este último orden fue el que presentó el mayor número de familias, que corresponde al $35,00\%$ de las muestras, seguido del Diptera con un $19,00\%$ y el Ephemeroptera con un $14,80\%$ (**Fig. 2**).

Las familias que reportaron mayor cantidad de individuos fueron Leptoceridae, Hydropsychidae, Odontoceridae y Culicidae, mientras que las familias Lymnessidae, Veliidae y Planorbidae registraron el menor número de individuos (**Tabla 2**).

El valor máximo de la riqueza fue de 15 para los ríos Agua Clara y Chive 2, mientras que el mínimo fue de 4 y se registró en el río San Antonio. La equidad fue relativamente alta en casi todos los ríos, obteniéndose valores supe-

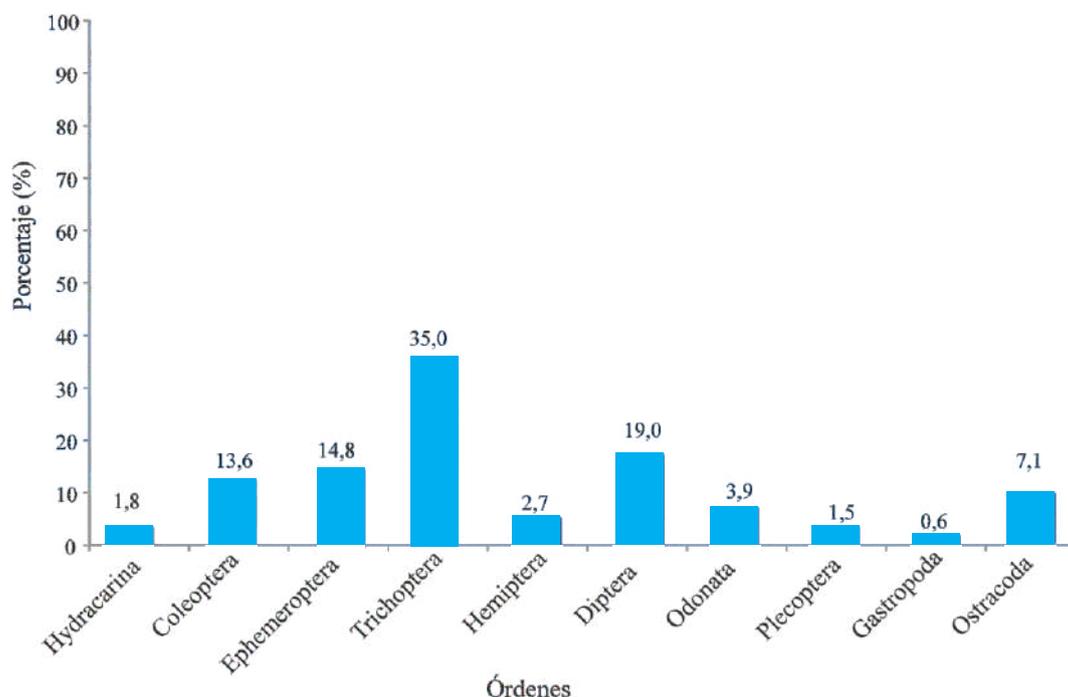


Figura 2.- Porcentaje de los órdenes encontrados en los diferentes ríos muestreados.

riores a 0,90; no obstante, los valores más bajos se presentaron en los ríos La Peña 2 (0,78), Areo (0,89) y Urupia (0,88). La diversidad más alta se determinó en el río Agua Clara con 3,65 bits/ind., mientras el valor más bajo fue en el río San Antonio con 2 bits/ind. (**Tablas 2 y 4**).

La condición de los ríos según STAUB *ET AL.* (1970) muestra como contaminado solamente al río San Antonio, el resto está débilmente o ligeramente contaminado (**Tabla 4**); por otro lado, el índice biótico BMWP' muestra como débilmente contaminados a más del 50,00% de los ríos, con valores intermedios (61,00–83,00) en diez de los dieciocho ríos o estaciones estudiadas; los valores más altos (102,00-105,00) fueron para los ríos Agua Clara y Chive 2, indicando que sus aguas no están contaminadas. Magnitudes inferiores a 50,00 se obtuvieron en 5 estaciones (Tigre 1, Tigre 3, Pao, Carapa y Areo) indicando aguas contaminadas; no obstante, el valor más bajo se determinó en el río San Antonio, correspondiendo a aguas muy contaminadas (**Tablas 3 y 4**).

El coeficiente de Spearman mostró relaciones significativas entre el índice BMWP' y el oxígeno disuelto ($r_s = 0,72$, $p < 0,01$), la diversidad ($r_s = 0,84$, $p < 0,001$) y la riqueza de especies ($r_s = 0,91$, $p < 0,001$). La conductividad también mostró relaciones significativas con respecto al total de sólidos disueltos (TDS) ($r_s = 0,67$; $p < 0,01$). De igual manera, la diversidad presentó relaciones significativas con el oxígeno ($r_s = 0,73$, $p < 0,01$) y la riqueza de especies ($r_s = 0,75$; $p < 0,01$) y, por último, el oxígeno disuelto con la riqueza de especies ($r_s = 0,92$; $p < 0,01$).

El ACP mostró una varianza acumulada 89,30% (**Tabla 5**). En el componente 1 existe una correlación significativa entre el índice BMWP, la diversidad y equidad, mientras en el componente 2 la relación es positiva entre la conductividad (CND) y los sólidos to-

tales (TDS) e inversa con el oxígeno y la diversidad (**Fig. 3**).

Tabla 5.- Porcentaje de varianza de los componentes principales (ACP).

Componentes	Autovalores	Porcentaje de variación	Porcentaje acumulado
1	3,27	46,70	46,70
2	1,88	26,81	73,51
3	1,10	15,77	89,29

DISCUSIÓN

En la presente investigación se encontró que la mayor parte de los ríos evaluados presentan una calidad ambiental aceptable, permitiendo sus aguas la presencia de numerosas especies de insectos y otros organismos, pudiendo extrapolarse estos resultados a ecosistemas poco afectados por actividades antrópicas, con una gran capacidad de resiliencia o recuperación. La diversidad y distribución de los macroinvertebrados en ambientes acuáticos son afectadas por las condiciones fisicoquímicas del agua (temperatura, pH y el oxígeno disuelto), la contaminación y toxicidad del agua, por lo que son útiles para determinar su calidad (VELÁSQUEZ Y MISEREDINO 2003; BARRIOS-GÓMEZ *ET AL.* 2015).

Las comunidades naturales muy diversas se caracterizan por tener varias familias representadas por pocos individuos. Sin embargo, en los ambientes donde existe un mayor grado de contaminación, las familias se reducen, pero aumenta el número de individuos por familia (ROLDÁN 1999). En este estudio, se evidenció una importante cantidad de familias de insectos y otros invertebrados con pocos individuos

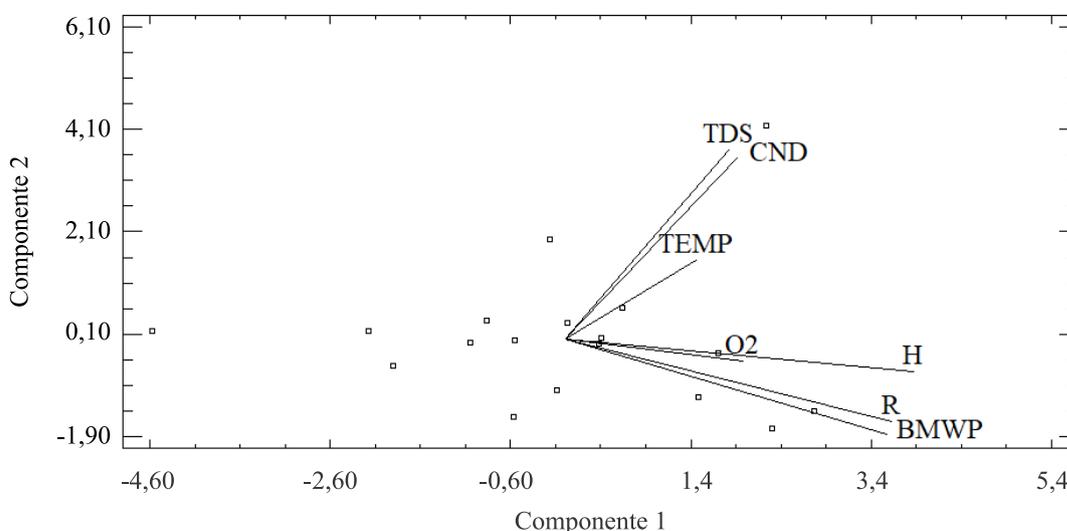


Figura 3.- Proyección ortogonal de los dos primeros componentes de las variables ambientales y biológicas medidos en los diferentes ríos muestreados. (O2: oxígeno disuelto, R: riqueza de especies, H: diversidad, CND: conductividad, TDS: sólidos totales disueltos y BMWP: índice biótico).

(adultos y larvas), lo cual es un dato importante a ser considerado al momento de caracterizar las condiciones ambientales particulares de cada río. La disminución del oxígeno disuelto suele ser evidencia de una mayor cantidad de materia orgánica, lo que ocasiona una reducción de los órdenes de macroinvertebrados, por lo que las familias que no son tolerantes a estos cambios van desapareciendo y por lo tanto la diversidad se va reduciendo (MUÑOZ ET AL. 2001). Esto último quedó confirmado con las relaciones positivas entre el oxígeno y la diversidad, indicando que los ríos con mayores valores de oxígeno disuelto van a tener una mayor diversidad de especies.

De todos los ríos evaluados, los que presentaron las mejores condiciones ambientales fueron Agua Clara y la estación 2 del río Chive, en relación a este último se tiene que la primera estación (Chive 1) tiene un moderado grado de contaminación según lo determinado por los índices bióticos, lo cual se soporta con la información físico-química de sus aguas, por lo que sus aguas evidencian un proceso de depuración natural, además recibe agua de otros tributarios que aportan un mayor volumen de

agua a su cauce; este río y otros (Areo, Morichal Largo, Caris, Tigre, Oritupano, Nato, Guanipa, Chupururo, Guaraguara, Pao, Hamaca, Aisme Peña y La Canoa) drenan las aguas superficiales y subterráneas de la formación Mesa, tiene un régimen de aguas permanentes y su dirección general es preferentemente hacia el suroeste (BARELLI 2011).

La abundancia de insectos del Orden Trichoptera es un importante indicio de aguas mesotróficas y por tanto de buena calidad ambiental, igualmente el Orden Ephemeroptera, que fue tercero en abundancia en este estudio, es importante como indicador de aguas limpias. ARROYO Y ENCALADA (2009) señalan que los ordenes Trichoptera, Ephemeroptera y Plecoptera son sensibles ante la contaminación y por lo tanto, buenos indicadores de calidad de las aguas. En este estudio, los Plecoptera no fueron muy abundantes y sólo estuvieron presentes en aquellos ríos que presentaron los valores más elevados del índice BMWP'. Los Plecoptera son poco tolerantes a la contaminación ambiental producto de las actividades humanas, por lo que las poblaciones están restringidas predominantemente a ríos de aguas

bien oxigenadas y con corrientes rápidas (ALBA-TERCEDOR Y SÁNCHEZ-ORTEGA 1988, FORE *ET AL.* 1996). Por lo tanto, la presencia conjunta de estos tres grupos (EPT: Ephemeroptera, Plecoptera y Trichoptera) podría considerarse como un buen atributo biológico indicador en los ríos, tal y como ha sido mencionado en los ríos alto-andinos, los cuales son comúnmente usados en estudios de bioindicación (SEGNINI 2003; CORREA *ET AL.* 2020). Es importante destacar que los grupos de macroinvertebrados señalados en la presente investigación suelen ser frecuentes en ríos andinos (MOLINA *ET AL.* 2008; ENCALADA *ET AL.* 2011); por lo tanto, la información de la caracterización física y biológica de estos ríos de los llanos orientales aquí generada, constituye un aporte que amplía la poca información sobre los ríos de esta zona en Venezuela.

El menor valor del índice BMWP' y diversidad lo presentó el río San Antonio, indicio de aguas afectadas por contaminación; en este río también se halló el menor valor de oxígeno disuelto, clara evidencia de una mayor actividad bacteriana durante el proceso de degradación de materia orgánica. La calidad del agua de ríos, lagos y lagunas se ven más afectados cada año por las descargas de los residuos industriales y domésticos, así como por los agroquímicos (PLAZAS 1999), y en el caso de la región de los llanos orientales de Venezuela, el crecimiento de algunas poblaciones, el incremento de las actividades agropecuarias y la producción de hidrocarburos, inciden en un mayor riesgo de contaminación de su cuenca hidrográfica. De igual manera, en este río predominaron los insectos de la familia Chironomidae del orden Diptera, la cual agrupa a especímenes presentes en casi todos los tipos de ecosistemas lóticos y/o lénticos bajo diferentes condiciones ambientales, y los cuales han sido reportados como tolerantes a los efectos de la contaminación (MERRITT & CUMMINS 1996; GRATEROL *ET AL.* 2006).

El índice biótico BMWP' es una adaptación del índice BMWP desarrollado para taxones de insectos presentes en España (ALBA-TERCEDOR Y SÁNCHEZ-ORTEGA 1988), la coincidencia de muchas familia de insectos de ese país con respecto a los presentes en ríos de ambientes tropicales en Venezuela, permiten un uso discrecional del mismo para la región venezolana; sin embargo, es necesario reasignar valores más adecuados a los diferentes grupos taxonómicos de insectos para varios ríos nacionales para tener un índice más eficaz para discriminar ríos impactados en Venezuela.

Los ríos considerados de buena calidad biológica y fisicoquímica presentan una composición faunística particular muy diversa y abundante, a diferencia de aquellos ríos que están sometidos a perturbaciones antrópicas (FORE *ET AL.* 1996; BARRIOS-GÓMEZ *ET AL.* 2015). El empleo del índice BMWP' combinado con parámetros comunitarios como la diversidad, dan una idea de la calidad de las aguas de los ríos estudiados y permiten tomar las medidas adecuadas de conservación y/o recuperación particular para cada curso de agua y el potencial uso de los mismos como fuente de agua para diversas actividades humanas.

El análisis de los parámetros fisicoquímicos sugiere que la mayoría de los ríos estudiados tienen aguas de poco a moderadamente contaminadas y que el río Agua Clara tiene una calidad óptima de sus aguas. Se recomienda realizar un muestreo más extenso e intensivo para estos ríos, donde se incluya una mayor variedad de hábitats, parámetros ambientales y condiciones climáticas (época de lluvias y sequía), con el fin de complementar la información generada por la presente investigación.

Los ríos de los llanos orientales pueden ser impactados por contaminantes generados en las actividades agrícolas y pecuarias, reciben parte de las aguas servidas de las numerosas poblaciones de la región y pueden ser afectados

por derrames de petróleo ya que se encuentran en un área con una intensa actividad extractiva de crudos de la faja petrolífera del Orinoco. El aumento de trabajos de esta índole en Venezuela, en los que se utilicen los macroinvertebrados de agua dulce como parte del monitoreo ambiental de estos ecosistemas aplicando el índice BMWP' permitiría contar con una herramienta diagnóstica sencilla y eficaz para conocer el estado de los ambientes dulceacuícolas que permitiría complementar el estudio de las cuencas hidrográficas del país.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al laboratorio clínico de calidad ambiental Eurolab Services C.A. por facilitar las actividades de campo durante la colecta de muestras y los análisis fisicoquímicos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALBA-TERCEDOR J. Y SÁNCHEZ-ORTEGA A. 1988. Un método rápido y simple para evaluar la calidad biológica de las aguas corrientes basada en el de Hellawell (1978). *Limnetica*. 4: 51-56.
- ALBA-TERCEDOR J., PARDO I., PRAT N. Y PUJANTA A. 2005. Protocolos de muestreo y análisis para invertebrados bentónicos. En: de la Fuente M., Editor. Metodología para el establecimiento del estado ecológico según la Directiva del Marco del Agua en la Confederación Hidráulica del Ebro, Ministerio del Ambiente. España. pp. 131-175.
- ALLAN J., BRENNER J., ERAZO J., FERNÁNDEZ L., FLECKER A., KARWAN D., SEGNINI S. & TAPHORN D. 2002. Land use in watersheds of the Venezuelan Andes: a comparative analysis. *Cons. Biol.* 16(2): 527-538.
- ARROYO C. Y ENCALADA A. 2009. Evaluación de la calidad de agua a través de macroinvertebrados bentónicos e índices biológicos en ríos tropicales en bosque de neblina montano. *ACI*. 1: 11-20.
- BARELLI, E. 2011. Estudio hidrogeológico de aguas subterráneas en un sector del Campo Bare, Estado Anzoátegui. [Tesis de Grado, Universidad Central de Venezuela], Caracas. 86 pp.
- BARRIOS M. Y RODRÍGUEZ D. 2013. Hábitat fluvial e insectos indicadores del estado de conservación en la cuenca alta del río Turbio, estado Lara, Venezuela. *Bioagro*. 25(3): 151-160.
- BARRIOS-GÓMEZ M., RODRÍGUEZ-OLARTE D. Y GARCÍA-SILVA E. 2015. Índice de integridad de los ecosistemas fluviales con base a las comunidades de insectos acuáticos en el río Misoa de la cuenca del lago de Maracaibo, Venezuela. *Entomotropica*. 30(8): 69-83.
- BRINKHURST R. Y MARCHASE M. 1991. Guía para la identificación de Oligoquetos acuáticos continentales de sud y centro América, Argentina. 2ª edición. Colección CLIMAXN. pp. 207.
- CORREA I., SEGNINI S., CHACÓN M., BIANCHI G., CASADO R. Y ROMERO R. 2020. Condición ecológica en ríos de los páramos andinos de Venezuela. Capítulo 6. En: Rodríguez-Olarte, D. (Ed). Ríos en riesgo de Venezuela. Volumen III. Colección Recursos hidrobiológicos de Venezuela. Universidad Centroccidental Lisandro Alvarado (UCLA). Barquisimeto, Lara, Venezuela, pp. 111-134.
- DOMÍNGUEZ E. Y FERNÁNDEZ H. 1998. Calidad de los ríos de la Cuenca del Salí (Tucumán, Argentina) medida por un

- índice biótico. Serie Conservación de la Naturaleza. Fundación Miguel Lillo, Tucumán, pp. 38
- ENCALADA A.C. RIERADEVALL M., RÍOS-TOUMA B., GARCÍA N. Y PRAT N. 2011. Protocolo simplificado y guía de evaluación de la calidad ecológica de ríos andinos (CERAS-S). USFQ, UB, AECID, FOFAG, Quito.
- FORE L., KARR J. & WISSEMAN R. 1996. Assessing invertebrate responses to human activities: evaluating alternative approaches. *J. North Am. Benth. Soc.* 15: 212-231.
- GAMBOA M., REYES R. Y ARRIVILLAGA J. 2008. Macroinvertebrados bentónicos como bioindicadores de salud ambiental. *Bol. Mal. Salud Amb.* 48(2): 109-112.
- GRATEROL H., GONCALVES L., MEDINA B. Y PÉREZ B. 2006. Insectos acuáticos como indicadores de calidad del agua del río Guacara, Carabobo - Venezuela. *Rev. Faraule Cienc. Tecnol.* 1(1): 57-67.
- HAUER F. & RESH V. 1996. Benthic macroinvertebrates. En: *Methods in stream ecology*. Hauer F.R. y G.A. Lamberti (Eds.). Academy Press, New York, pp. 339-369.
- HANSON P., SPRINGER M. Y RAMÍREZ A. 2010. Introducción a los grupos de macroinvertebrados acuáticos. *Rev. Biol. Trop.* 58(4): 3-37.
- JACOBSEN D., SCHULTZ R. & ENCALADA A. 1997. Structure and diversity of stream invertebrate assemblages: the influence of temperature with altitude and latitude. *Freshwater Biol.* 38: 247-261.
- JOHNSON R. A. & WICHERN D. W. 1992. Applied Multivariate Statistical Analysis. Prentice Hall, Englewood Cliffs.
- KARWAN D., ALLAN J. & BERGEN K. 2001. Changing near-stream land use and river channel morphology in the Venezuelan Andes. *J. Amer. Water Res. Assoc.* 37: 1579-1588.
- LUGO M. Y FERNÁNDEZ A. 1994. Cambios en composición y diversidad de la entomofauna del río Guey, Parque Nacional Henri Pittier, Estado Aragua, Venezuela. *Bol. Entomol. Venez. N. S.* 9(1): 25-32.
- MERRITT R. W. & CUMMINS K. W. 1996. An introduction to the aquatic insects of North America. 3th Edition. Kendall/Hunt Publishing Company, USA, pp. 1158.
- MOLINA C. I., GIBON F. M., PINTO J. Y ROSALES C. 2008. Estructura de macroinvertebrados acuáticos en un río alto andino de la cordillera real, Bolivia: variación anual y longitudinal en relación a factores ambientales. *Ecol. Apl.* 7:1-2.
- MUÑOZ E., MENDOZA G. Y VALDOVINOS C. 2001. Evaluación rápida de la biodiversidad en cinco sistemas lenticos de Chile Central: macroinvertebrados bentónicos. *Gayana.* 65(2): 173-180.
- NEEDHAN J. Y NEEDHAN R. 1982. Guía para el estudio de los seres vivos de las aguas dulces. Ed. Reverté, Barcelona, pp.131.
- PIELOU E. C. 1977. *Mathematica ecology*. Wiley & Sons, Inc., New York, USA, pp. 385.
- PINO-SELLES R. Y BERNAL-VEGA J. 2009. Diversidad, distribución de la comunidad de insectos acuáticos y calidad del agua de la parte alta-media del río David, pro-

- vincia de Chiriquí, República de Panamá. *Rev. Gest. Ambient.* 12(3): 73-84.
- PLAZAS J. 1999. Organismos indicadores de contaminación en un cuerpo de agua. *Invest. Desar. Social.* 21(1): 79-82.
- RINCÓN J. E. 1995. Evaluación preliminar de la calidad de las aguas del río Mucujún (Edo. Mérida) utilizando los macroinvertebrados bénticos. *Inv. Cient.* 1(1): 33-46.
- ROJAS A. 2005. Curso de insectos inmaduros. Traducción y adaptación de las claves de Alvah Peterson (1960). *Larvae of insects.* Edwards Brothers, Inc- Ann Arbor, Michigan. Universidad del Valle, Colombia, pp. 207
- ROLDÁN G. 1988. Guía para el estudio de los macroinvertebrados acuáticos del Departamento de Antioquia. Universidad de Antioquia. FEN Colciencias, Edit. Presencia, Bogotá, pp. 217
- ROLDÁN G. 1999. Los macroinvertebrados y su valor como indicadores de la calidad de agua. *Acad. Colom.* 23(88): 375-387.
- ROLDÁN G. 2003. Bioindicación de la calidad de agua en Colombia. Uso del método BMWP/Col. Ciencia y Tecnología. Editorial Universidad de Antioquia, Colombia, pp. 170.
- SÁNCHEZ M. 2005. Índice Biológico BMWP, modificado y adaptado al cauce principal del río Pamplonita Norte de Santander. Colombia, pp. 67.
- SAWYER J., STEWART P., MULLEN M., SIMON T. & BENNETT H. 2004. The influence of habitat, water quality and land use on macroinvertebrate and fish assemblages of a southeastern coastal plain watershed, USA. *Aquat. Ecosyst. Health Manag.* 7(1): 85-99.
- SEGNINI S. 2003. El uso de los macroinvertebrados bentónicos como indicadores de la condición ecológica de los cuerpos de agua corriente. *Ecotropicos.* 16(2): 45-63.
- SEGNINI S., CORREA I. Y CHACÓN M. 2009. Evaluación de la calidad del agua de ríos en los Andes venezolanos usando el índice biótico BMWP. Tema 14 En: Arrivillaga J.C., El Souki M. y Herrera B. (Eds.). Enfoques y Temáticas en Entomología, Primera Edición. Sociedad Venezolana de Entomología. XXI Congreso Venezolano de Entomología, Caracas, pp. 217-254.
- SILVA G. 2005. La cuenca del río Orinoco: visión hidrográfica y balance hídrico. *Rev. Geo. Venezolana.* 46(1): 75-108.
- STAUB R., APPLING J., HOFSTETTER A. & HASS J. 1970. The effects of industrial wastes of Memphis and Shelby County on primary planktonic producers. *Bioscience.* 20: 905-912.
- TER BRAAK C. & VERDONSCHOT P. 1995. Canonical correspondence analysis and related multivariate methods in aquatic ecology. *Aquat. Sci.* 57(3): 255-289.
- VELÁSQUEZ M. Y MISEREDINO M. 2003. Análisis de la materia orgánica alóctona y organización funcional de los macroinvertebrados en relación con el tipo de hábitat en ríos de montaña de Patagonia. *Ecol. Austral.* 13(1): 67-82.
- WINEMILLER K., MARRERO C. Y TAPHORN D. 1996. Perturbaciones causadas por el hombre a las poblaciones de peces de los llanos y del piedemonte andino de Ve-

nezuela. *Biollania*. 12: 13-48.

WRIGHT J. & FLECKER A. 2004. Deforesting the riverscape: the effects of wood on fish diversity in a Venezuelan piedmont stream. *Biol. Cons.* 120: 443-451.

ZAMORA G. 1999. Adaptación del índice BMWP para la evaluación de la calidad de las aguas epicontinentales en Colombia. *Rev. Unicauca*. 4: 47-60.

ZAMORA J. Y ORTUÑO C. 2012. Guía para evaluar la calidad acuática mediante el índice BMWP/Bol. Estado Plurinacional de Bolivia, Ministerio de Ambiente y Agua. Versión I. 84 pp.

AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA DE MEDICIÓN DE PARÁMETROS EN UN COMPRESOR CENTRÍFUGO DE PRUEBAS EXPERIMENTAL ARMFIELD FM 12

AUTOMATION OF THE PARAMETER MEASUREMENT SYSTEM IN AN EXPERIMENTAL TESTING CENTRIFUGAL COMPRESSOR ARMFIELD FM 12

YORDY GONZÁLEZ-RONDÓN

Universidad de Oriente, Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas, «Dra. Susan Tai», Cumaná, estado Sucre, Venezuela.
Universidad de Oriente, Centro de Termofluidodinámica y Mantenimiento (CTYM). Puerto La Cruz, estado Anzoátegui, Venezuela.

Email: yordygonzalez@hotmail.com

RESUMEN

Los bancos de pruebas experimentales para docencia e investigación son herramientas que promueven el desarrollo de habilidades para identificar problemáticas y proporcionan soluciones que conllevan a la innovación. Esta investigación forma parte de un proyecto de recuperación de bancos de pruebas en el Centro de Termofluidodinámica y Mantenimiento (CTYM) de la Universidad de Oriente. En esta oportunidad se presenta el desarrollo de un sistema automatizado de medición de parámetros en un banco de pruebas experimental de compresor centrífugo ARMFIELD FM 12, seleccionando materiales y componentes electrónicos de bajo costo y de fácil acceso en el mercado nacional. La metodología se basa en el estudio del sistema de medición de las variables temperaturas, presión diferencial en la tubería de succión al compresor, presión diferencial en el compresor y velocidad del compresor mediante la frecuencia, así como la calibración de los medidores, el diseño y construcción de una fuente de tensión para alimentar a los sensores, la construcción de la interfaz que conecta los sensores de medición de parámetros en el banco de pruebas con una tarjeta de adquisición de datos NI 6009, y el desarrollo del entorno gráfico en un PC utilizando la herramienta LabVIEW 8.20 disponible en el CTYM. Los resultados mostraron que durante la disminución gradual de la potencia que alimenta al motor que acciona al compresor, la frecuencia que rige la velocidad rotacional del compresor descendió, también disminuyó la caída de presión en la placa de orificio a la succión del compresor debido a que el flujo de aire en la tubería se hizo cada vez menor, y la presión diferencial en el compresor descendió por el cambio de presión entre la entrada y la salida del compresor. Estos comportamientos determinaron que la puesta en marcha del nuevo sistema de medición de parámetros en el banco de pruebas ARMFIELD FM 12 muestra una correcta comunicación entre los sensores y la interfaz gráfica.

Palabras clave: Automatización, medición, compresor centrífugo, banco de pruebas.

ABSTRACT

Experimental test benches for teaching and research are tools that promote the development

of skills to identify problems and provide solutions that lead to innovation. This research is part of a test bench recovery project at the Center for Thermofluid Dynamics and Maintenance (CTYM) of the Universidad de Oriente. On this occasion, the development of an automated parameter measurement system is presented in an experimental test bench for an ARMFIELD FM 12 centrifugal compressor, selecting low-cost materials and electronic components that are easily accessible in the national market. The methodology is based on the study of the measurement system of the variables temperatures, differential pressure in the suction pipe to the compressor, differential pressure in the compressor and speed of the compressor through the frequency, as well as the calibration of the meters, the design and construction of a voltage source to feed the sensors, the construction of the interface that connects the parameter measurement sensors in the test bench with an NI 6009 data acquisition card, and the development of the graphical environment on a PC using the LabVIEW 8.20 tool available at CTYM. The results showed that during the gradual decrease of the power that feeds the motor that drives the compressor, the frequency that governs the rotational speed of the compressor decreased, the pressure drop in the orifice plate at the compressor suction also decreased due to the fact that the air flow in the pipeline became less and less, and the differential pressure in the compressor decreased by the change in pressure between the inlet and outlet of the compressor. These behaviors determined that the implementation of the new parameter measurement system in the ARMFIELD FM 12 test bench shows correct communication between the sensors and the graphical interface.

Keywords: Automation, metering, centrifugal compressor, testing bench.

INTRODUCCIÓN

El avance de la tecnología en los últimos tiempos le ha dado a los procesos industriales otra perspectiva, desplazando en muchas oportunidades una ardua labor de mano de obra humana por la supervisión de los procesos a través de computadoras (ALONSO *ET AL.* 2015; GUTIÉRREZ *ET AL.* 2015; GONZÁLEZ *ET AL.* 2021; GONZÁLEZ *ET AL.* 2021). Actualmente es un requerimiento que en los procesos industriales estén automatizados el monitoreo de las variables y el control de las mismas, debido a la complejidad de los procesos y la necesidad de mantener segura la operatividad de una planta. Es por ello que es importante que el ingeniero mecánico y de procesos, entre otros, del presente y el futuro, tengan un claro conocimiento del manejo de señales entre los instrumentos de medición y los sistemas de adquisición de datos, así como la programación de interfaz para la visualización de variables; de esta manera un profesional que esté en contac-

to con los procesos automatizados tendrá las bases necesarias para operarlos, modificarlos y mejorarlos (LÓPEZ *ET AL.* 2005; GONZÁLEZ 2011; ALONSO *ET AL.* 2015; GONZÁLEZ Y SÁNCHEZ 2019). Una forma experimental para adquirir este conocimiento es mediante la familiarización con prototipos o bancos de pruebas en laboratorios que simulen procesos industriales (GONZÁLEZ PATIÑO Y ESPINOZA 2009). En este sentido, el Centro de Termofluidodinámica y Mantenimiento (CTYM) de la Universidad de Oriente (U.D.O.) ha venido recuperando bancos de pruebas para el servicio de la docencia e investigación, entre estos se puede mencionar bombas recíprocas (GONZÁLEZ 2007), bombas centrífugas (TOBIA 2010), turbinas tipo pelton (GUZMÁN 2007), turbinas de acción (GOMES 2011) y de reacción (OLIVEROS 2010), también aletas finitas en convección forzada y natural (SUÁREZ 2012). En los últimos años, estas recuperaciones permitieron elevar el conocimiento científico de estudiantes de pregrado y postgrado, de las carreras de inge-

nería mecánica y eléctrica respectivamente de la U.D.O, y se promovió el desarrollo de investigaciones donde los resultados experimentales fueron validados mediante simulaciones numéricas (SUÁREZ 2012; SALAZAR 2015). Entre los equipos que urge en integrarse a estos prototipos están los compresores, debido a su gran utilidad, pues son diseñados para aumentar la presión y desplazar ciertos tipos de fluidos llamados compresibles (TELLO 2018). Esto lo logra a través de un intercambio de energía entre la máquina y el fluido, donde el trabajo ejercido por el compresor es transferido a la sustancia que pasa por él convirtiéndose en energía de flujo, aumentando su presión y energía cinética impulsándola a fluir (TORRES 2016). En la industria es común el uso de compresores en sistemas de generación de energía eléctrica, refrigeración y sistemas neumáticos, entre otros; así como en el procesamiento y producción de una gran variedad de materias primas (GONZÁLEZ PATIÑO Y ESPINOZA 2007; GONZÁLEZ PATIÑO ET AL. 2008).

En el departamento de mecánica de la U.D.O se encuentra un banco de pruebas ARMFIELD FM 12 de un compresor centrífugo. Esta máquina rotodinámica es del tipo flujo radial, en la que el fluido ingresa al rotor o impulsor en un radio y sale en un mayor radio, produciendo cambios en la energía cinética, potencial y de presión. El compresor se encuentra en condiciones inoperativas, dado que el sistema de adquisición de datos sufrió deterioro por fallas eléctricas, falta de mantenimiento y mala manipulación, por estas razones no es posible cumplir las funciones académicas y de investigación. Aunado a esto, el software destinado para el manejo del equipo es propio del fabricante ARMFIELD que para la actualidad está obsoleto y se requieren grandes cantidades de recursos económicos para su actualización. Por tales razones, en la siguiente investigación se automatiza el sistema de medición de parámetros del compresor centrífugo de pruebas experimentales ARMFIELD FM 12, con la fina-

lidad de que el equipo pueda cumplir las funciones académicas y de investigación en la U.D.O. En el desarrollo se construye un sistema de alimentación de voltaje a los sensores, se utiliza una tarjeta de adquisición de datos NI 6009 y se diseña la interfaz gráfica con el software LabVIEW 8.20, el cual es un programa muy confiable y utilizado tanto en el ámbito industrial como en el de investigación.

MATERIALES Y MÉTODOS

Evaluación del banco de pruebas ARMFIELD FM-12

Se estudia el banco de pruebas de compresor centrífugo marca ARMFIELD modelo FM-12 que se muestra en la **Fig. 1**.

El equipo consta de un compresor centrífugo (GUZMÁN 2007) de siete etapas, accionado por un motor eléctrico montado sobre un soporte de acero inoxidable (ALONSO ET AL. 2015). Contiene tuberías acrílicas de entrada y salida (GONZÁLEZ PATIÑO Y ESPINOZA 2009; OLIVEROS 2010) para permitir que el aire pase a través de la unidad. El flujo de aire se regula mediante un dispositivo de control del acelerador (SALAZAR 2015) instalado en la salida del conducto de descarga. El banco de pruebas tiene incorporado sensores que facilitan el análisis del funcionamiento del compresor centrífugo. Las señales de estos sensores, son acondicionadas y enviadas a una consola de interfase IFD 1 que digitaliza las señales y transfiere los datos a una tarjeta computarizada de adquisición de datos acoplado a un equipo. Los sensores que forman parte del banco de pruebas son los siguientes:

- Sensor de presión diferencial SPG2: Este se compone de un dispositivo de presión piezoresistivo sensible con acondicionamiento de señales, todo contenido en un estuche protector (GONZÁLEZ Y SÁNCHEZ 2019) y se utiliza para medir la caída de presión en la placa de orifi-

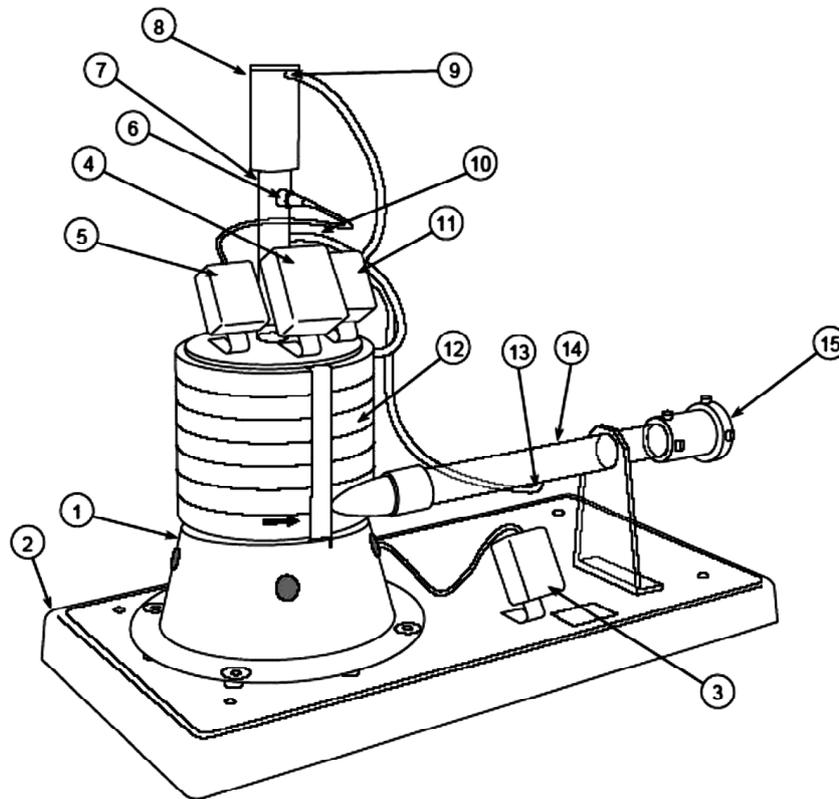


Figura 1. Banco de pruebas FM-12.

ció concéntrica (GONZÁLEZ PATIÑO Y ESPINOZA 2007) instalada al comienzo de la tubería de entrada (GONZÁLEZ PATIÑO Y ESPINOZA 2009).

- Sensor de presión diferencial SPW1: Este es un dispositivo de presión piezorresistivo sensible con acondicionamiento de señales, todo contenido en un estuche protector (GONZÁLEZ ET AL. 2021) y se utiliza para medir la diferencia de presión entre la entrada y la salida del compresor.

- Sensor de velocidad rotacional SSO1: Es un instrumento formado por un interruptor infrarrojo reflexivo, con acondicionamiento de señal en una carcasa protectora (GOMES 2011) y es utilizado para medir la velocidad de rotación del motor impulsor del compresor.

- Sensor de temperatura STS1: Es un dispositivo semiconductor sensible a la temperatura (GONZÁLEZ 2011) con acondicionamiento de

señal, en una carcasa protectora (GONZÁLEZ 2007) y se utiliza para medir la temperatura del aire que entra al compresor.

- Generador SWA1: Este componente es un vatímetro disponible en el banco de pruebas de compresor centrífugo ARMFIELD FM 12. Recibe alimentación eléctrica de 240,00 Voltios de la consola IFD 1, y tiene como función variar la potencia que alimenta el compresor desde 0,00 a 100,00 indicando porcentajes de potencia de suministro eléctrico (Fig. 2).

Condiciones actuales del banco de pruebas.

Luego de una revisión del equipo, se verificó que los componentes que conforman el sistema de compresión se encontraban en buen estado, incluyendo los sensores y acondicionadores SSO1 y STS1 los cuales solo carecían de calibración y ajuste de rango y alcance, sin

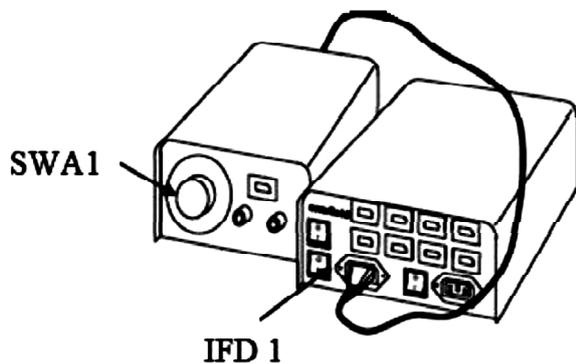


Figura 2. Generador de potencia eléctrica y fuente de poder.

embargo, los sensores SPG2 y SPW1 presentaron deterioro en el sistema de acondicionamiento de señales, dado a que la cablería que esta posee se encontró desinstalada y en mal estado. Además, los cables que comunican los acondicionadores con el sistema de adquisición de datos no fueron encontrados; por lo que se hace necesario restituir los sistemas de cableado y conexión.

También se determinó que la tarjeta de adquisición de datos sufrió un corto circuito, ésta era de conexión PCI y utilizaba el software Windows Armfield proporcionado por los fabricantes del banco. Los daños ocasionados en la tarjeta son irreparables, por tal razón se debe sustituir el sistema de adquisición de datos por otra que sea competente y utilizar un software que sea práctico y usado actualmente en la industria.

Propuesta para automatizar el sistema.

Sistema de comunicación. Es necesario sustituir los conectores originales de los acondicionadores por conectores que sean universales por la facilidad de adquirirse en el mercado de la electrónica. Para ello se realizó un estudio de los cables de alimentación y de las señales de entrada y salida en cada uno de los acondicionadores de señales (**Fig. 3**).

El esquema eléctrico propuesto se rige mediante conectores RJ11 de cuatro hilos, los cuales se distinguen por colores y donde cada color representa lo siguiente: Rojo: alimentación al acondicionador de +12,00 V, Amarillo: alimentación al acondicionador de -12,00 V, Negro: común o tierra (GND), Verde: señal o salida. Siguiendo el esquema mencionado se cambiaron los conectores originales de los acondicionadores por conectores tipo RJ-11, del mismo modo se construyeron 4 cables (telefónico) para interconectar los acondicionadores a la tarjeta de adquisición de datos. Es de resaltar, que, al proponer este sistema de comunicación, se restableció la cablería dañada de los sensores SPG2 y SPW1, manteniendo la normalización descrita anteriormente.

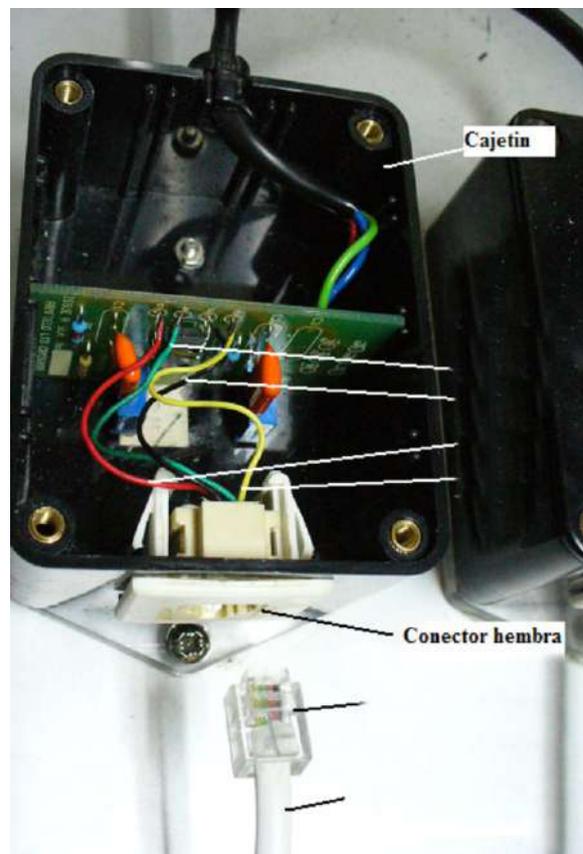


Figura 3. Acondicionador de señales con nuevos conectores.

Calibración de sensores. Se procedió hacer un estudio de los voltajes de salida de cada sensor/amplificador para calibrar. Con un osciloscopio (Instek OS-653, 50Hz) se registraron los rangos de voltaje arrojados por cada uno de ellos. Además, se utilizaron instrumentos de medición como manómetros de columna de agua, termómetro de mercurio y lámpara estroboscópica para hacer las mediciones de presión, temperatura y velocidad respectivamente.

· Sensor de presión diferencial SPW1. Con el equipo encendido se midieron los valores de voltaje del acondicionador y la caída de presión en el compresor para distintas posiciones del SWA1. Estos valores se observan en la **Tabla 1**. Con estos valores tabulados se determinó que el sensor tiene un comportamiento lineal tal como se muestra en la **Fig. 4**, donde se grafican los valores de voltaje y las presiones registradas en el banco de pruebas.

De igual forma, se obtuvo la ecuación que rige

el comportamiento del instrumento de medición. Esta expresión matemática será de gran utilidad posteriormente en el desarrollo de la interfaz gráfica, debido a que permitirá convertir la cantidad de voltaje que recibe el sistema de adquisición de datos en unidades de Kpa.

· Sensor de presión diferencial SPG2. Al igual que en el sensor SPW1, para determinar el comportamiento del sensor que mide la caída de presión en la tubería de succión del compresor, fue necesario el uso del osciloscopio para medir los voltajes salida del acondicionador y del manómetro de agua para medir las presiones correspondientes a dichos voltajes, obteniéndose los resultados mostrados en la **Fig. 5**.

· Sensor de velocidad rotacional SSO1. Siguiendo la metodología en los sensores anteriores, en la **Fig. 6** se muestra la ecuación que determina la salida del acondicionador de velocidad (en voltios) cuando se producen variaciones en la frecuencia que determinan la ve-

Tabla 1. Muestras de voltajes de los sensores SPW1, SS01 y SPG2.

% SWA1	Presión diferencial del compresor SPW1		Velocidad compresor SS01		Presión diferencial placa orificio SPG2	
	V	KPa	V	Hz	V	KPa
100	0,46	1,06	4,85	53,98	4,30	1,03
90	0,43	0,90	4,49	50,41	3,60	0,88
80	0,40	0,64	3,84	44,12	2,37	0,60
70	0,37	0,37	2,94	33,83	1,39	0,35
60	0,34	0,21	2,20	24,99	0,80	0,20
50	0,33	0,15	1,75	19,81	0,50	0,14
40	0,32	0,10	1,46	16,07	0,28	0,08

locidad del compresor centrífugo al aumentar la potencia eléctrica de entrada.

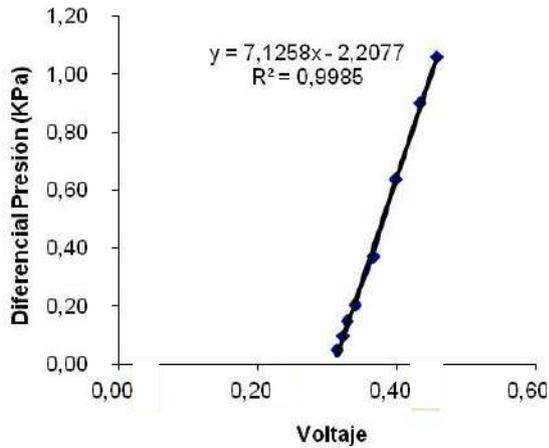


Figura 4. Curva del sensor/acondicionador de presión SPW1.

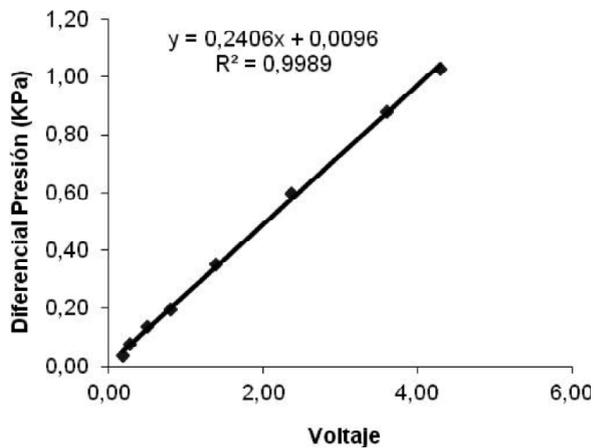


Figura 5. Curva del sensor/acondicionador de presión SPG2.

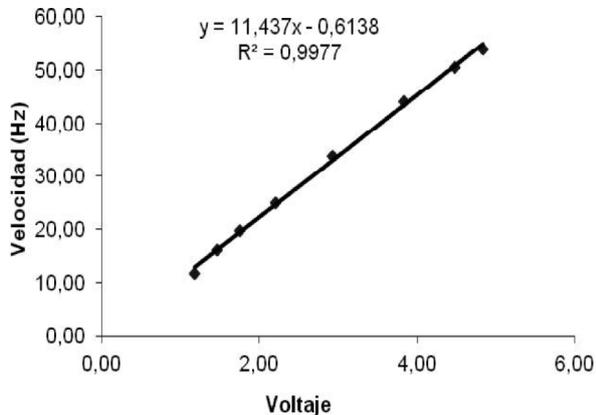


Figura 6. Curva del sensor/acondicionador de velocidad SSO1.

· Sensor de temperatura STS1. En la **Tabla. 2** se muestran los cambios de voltajes a la salida del acondicionador de señales respecto a los cambios de temperatura mostrados en un termómetro de mercurio. En la **Fig. 7** se muestran los resultados sobre la relación lineal entre el voltaje de salida del acondicionador y el incremento de temperatura cuando se sometió el medidor de temperatura a cambios graduales de temperatura.

Tabla 2. Muestras de voltaje del sensor de temperatura STS

TEMPERATURA FLUIDO STS1	
V	°C
1,49	30,00
2,41	50,00
3,32	70,00
3,81	80,00
4,24	90,00
4,74	100,00

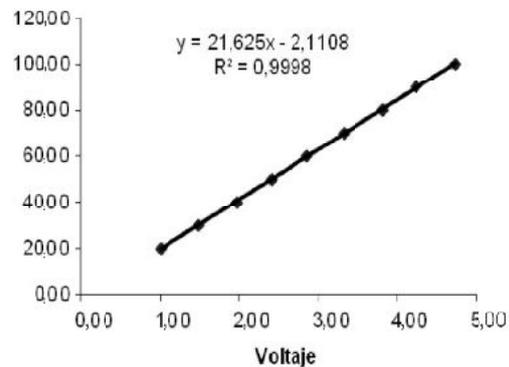


Figura 7. Curva del sensor/acondicionador de temperatura STS1.

Diseño del módulo de adquisición de datos.

Se ha diseñado un nuevo módulo de adquisición de datos y alimentación de voltaje siguiendo la metodología propuesta en el CTYM, conservando normativas de disposición de componentes, cables y conectores telefónicos, tipo de tarjeta de adquisición de datos y fuente de alimentación de voltaje, entre otros (LÓPEZ *ET AL.* 2005; GONZÁLEZ 2007; OLIVEROS 2010, TOBIA 2010). Dado que la unidad de sensores y acondicionamiento de señales requiere de alimentación de 12,00 voltios, se construye la unidad de voltaje (GONZÁLEZ 2011). Esta unidad será la responsable de alimentar a los acondicionadores para se distribuya la alimentación hacia los sensores y a la tarjeta de adquisición de datos. La tarjeta de adquisición de datos seleccionada en este proyecto fue NI USB-6009 de la National Instruments, es una tarjeta muy versátil y sencilla capaz de convertir las señales de forma analógica a digital para ser procesadas por un computador a través de un puerto USB, con la incorporación de un driver adecuado que permita el uso correcto de la tarjeta.

Se llama módulo de adquisición de datos a una caja plástica porta circuitos que contiene la unidad de voltaje y la tarjeta de adquisición, como se muestra en la **Fig. 8**.

Diseño del entorno gráfico mediante LabVIEW 8.20

Los programas desarrollados mediante LabVIEW 8.20 se denominan instrumentos virtuales (VIs), porque su apariencia y funcionamiento imitan los de un instrumento real. Sin embargo, son análogos a las funciones creadas con los lenguajes de programación convencionales. Los VIs tienen una parte interactiva con el usuario y otra parte de código fuente que aceptan parámetros procedentes de otros VIs. Todos los instrumentos virtuales poseen un panel frontal (**Fig. 9**) y un diagrama de bloques (**Fig. 10**). Cuentan además con paletas que contienen las opciones que se emplean para crear y modificar los VIs.

Para lograr la automatización del sistema de medición y visualizar el funcionamiento del banco de pruebas de compresor centrífugo, fue

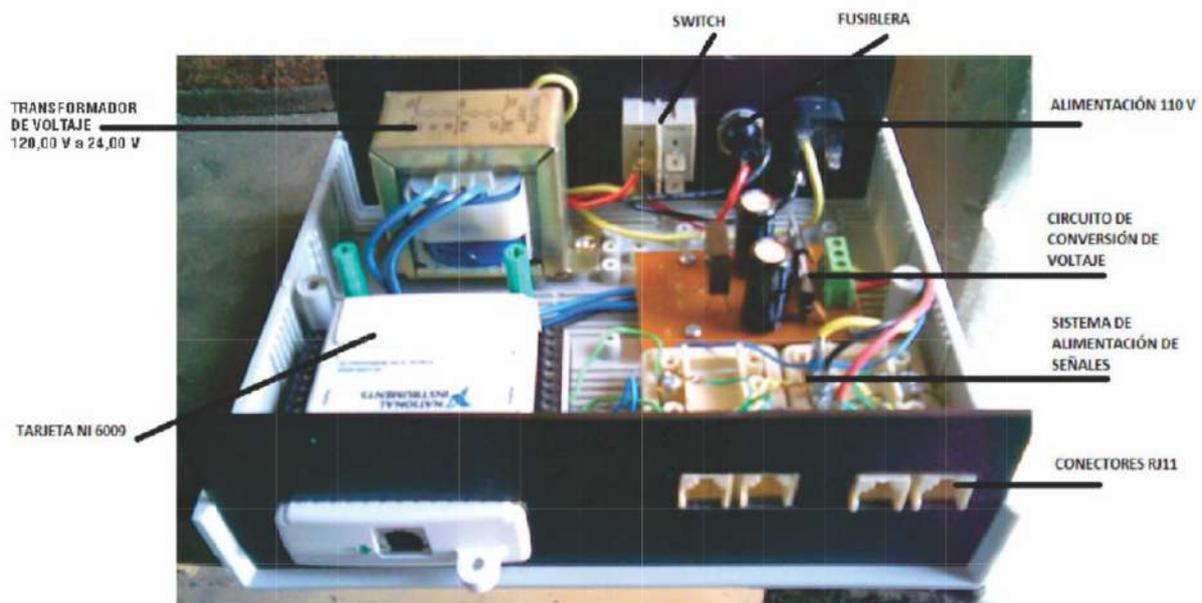


Figura 8. Módulo de adquisición de datos y alimentación de voltaje.

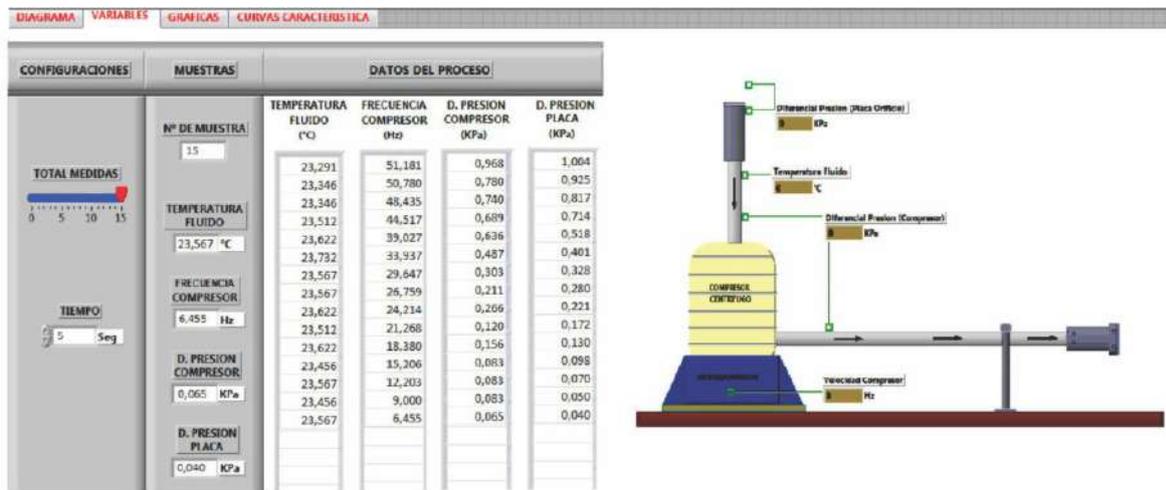


Figura 9. Variables del proceso en el panel frontal.

necesario implementar un entorno gráfico para registrar los cambios en las variables del proceso y mostrar las gráficas del compresor centrífugo. Para esto se utilizó la herramienta LabView, con ella se diseñó la página de variables del proceso y el diagrama de bloques donde se realiza la implementación del programa para controlar o realizar cualquier procesado de las entradas y salidas que se crearon en el panel frontal (GONZÁLEZ 2007; GUZMÁN 2007; GONZÁLEZ PATIÑO ET AL. 2008; OLIVEROS 2010; TOBÍA 2010; GOMES 2011). Luego de diseñar el entorno gráfico, se procedió a realizar

pruebas de funcionamiento para determinar los valores de las variables (temperatura del fluido, caída de presión en la placa, caída de presión en el compresor y velocidad del compresor mediante la frecuencia) que se arrojan mediante la automatización del banco de prueba, para esto se fijó en el panel frontal el número de muestras (en este caso fue 15) y tiempo de almacenamiento por cada muestra (5,00 s). En el procedimiento se fue variando la perilla en el SWA1 para lograr reducir la potencia al compresor mediante la frecuencia suministrada.

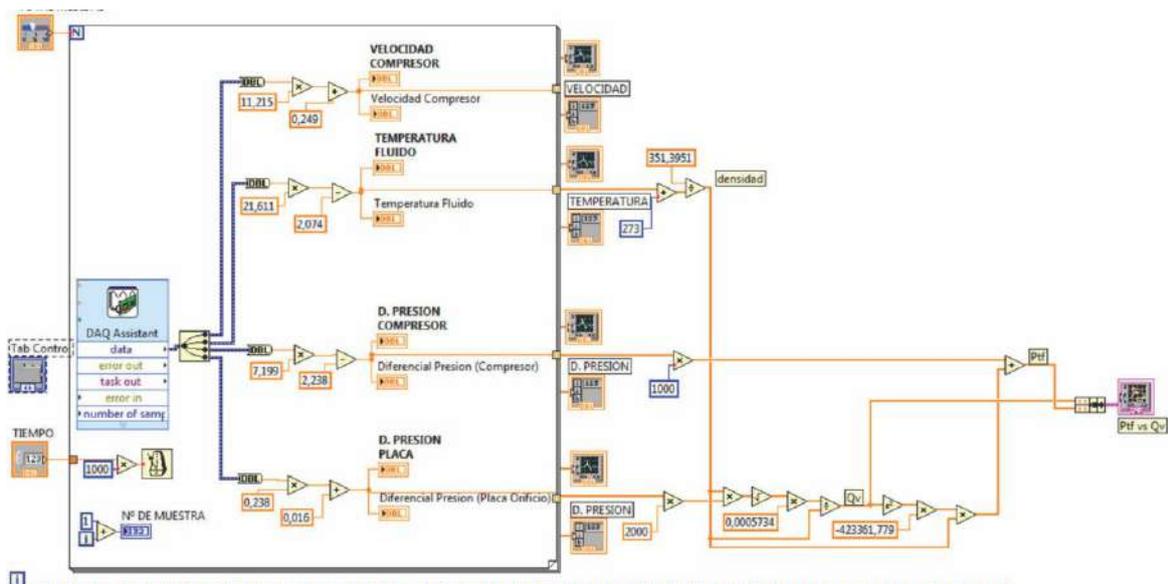


Figura 10. Diagrama de bloque del banco de pruebas FM12

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Puesto en funcionamiento el compresor centrífugo y el nuevo sistema de adquisición de datos, se procedió a realizar un reconocimiento experimental del banco de pruebas. En la interfaz gráfica se visualizaron las curvas correspondientes a las variables medidas durante la variación de la velocidad del compresor cada 5,00 segundos (**Fig. 11**). Las gráficas correspondieron a la temperatura del fluido en la tubería de succión del compresor, la frecuencia de giro del compresor, la caída de presión en el compresor y el diferencial de presión en la placa de orificio ubicada a la salida del compresor. Se observó que la temperatura del fluido se mantuvo constante y fue consistente con los valores de referencia en el área de operación. El compresor mostró una reducción de la velocidad debido a la disminución gradual de la potencia que se le suministró al motor. La caída de presión en la placa de orificio se

hizo menor dado que al disminuir gradualmente la velocidad del compresor, el flujo de aire aspirado por el equipo a su succión, se fue haciendo cada vez menor. Respecto a la presión diferencial en el compresor se mostró el descenso del cambio de presión entre la entrada y la salida del compresor que ocurre a medida que se reduce la velocidad del motor.

Los resultados obtenidos en este estudio son consistentes con el comportamiento operacional de un compresor centrífugo, donde el fluido se introduce en el centro de un impulsor giratorio y se expulsa hacia el exterior por acción centrífuga. Debido a que el equipo estudiado es de siete etapas, como resultado de la alta velocidad de rotación, el fluido adquiere una alta energía cinética. La diferencia de presión entre los lados de succión y entrega surge de la conversión de esta energía cinética en energía de presión, desde luego, esta presión se incrementa progresivamente de una etapa a

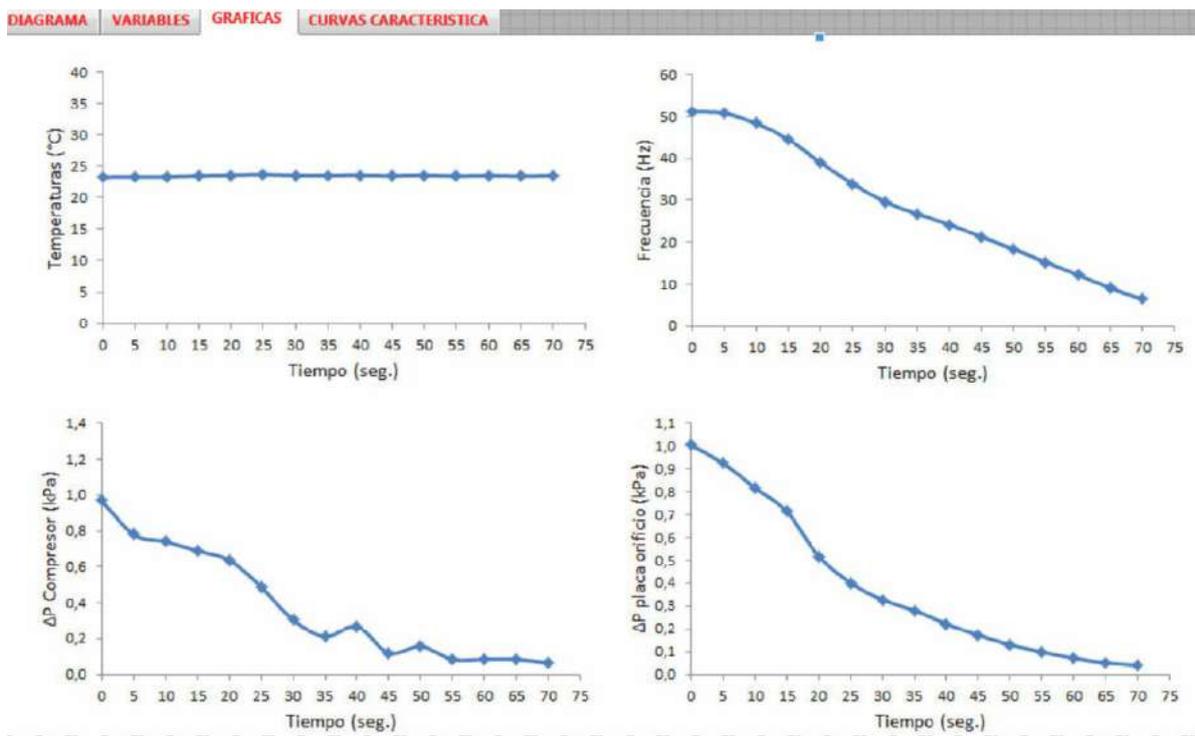


Figura 11. Gráficas obtenidas del banco de pruebas.

otra en el compresor.

Resulta pertinente resaltar, que en la **Fig. 11** se destinó una pestaña denominada «curvas características» con la finalidad de que el operario modifique el diagrama de bloque y genere en esta pestaña curvas de interés (ejemplo de esto la eficiencia del compresor, entre otros) que sea de gran provecho en la docencia e investigación.

CONCLUSIONES

En el trabajo se logró la automatización de un banco de pruebas de compresor centrífugo para fines didácticos e investigación. Se evaluó el sistema de medición y se determinó la inoperatividad del mismo, por lo que se construyó un nuevo sistema de adquisición de datos que consistió en la adecuación del sistema de conversión de voltaje a la salida de los sensores en señal digital, así como la programación de una interfaz gráfica mediante la aplicación del software LabVIEW 8.20. Los resultados mostraron que la metodología empleada en este estudio, acopló de manera adecuada el sistema de medición del banco de pruebas y la presentación en pantalla del comportamiento del compresor en un PC, caracterizado por la descripción de la curva característica de temperatura del fluido, velocidad de rotación del compresor, caída de presión en el compresor y diferencia de presión en una placa de orificio.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALONSO D. 2015. Acondicionamiento electrónico de la instrumentación para la automatización de un banco de ensayo de un compresor alternativo. [Trabajo de Grado para optar al título de ingeniero de la energía]. Instituto Europeo de Normas de Telecomunicaciones de Minas y Energía, Madrid. 61 pp.
- GOMES G. 2011. Automatización del banco de pruebas ARMFIELD FM30 de una turbina de acción. [Trabajo de grado para optar al título de ingeniero]. Universidad de Oriente, Venezuela.
- GONZÁLEZ J. Y SÁNCHEZ J. 2019. Diseño e implementación de un sistema automático para el control y monitoreo de una planta prototipo de refrigeración con compresores en paralelo. La Libertad, UPSE, Matriz. Facultad de sistemas y telecomunicaciones. 117p.
- GONZÁLEZ Y. 2007. Automatización del sistema de adquisición de datos de una bomba recíprocante tipo pistón. [Trabajo de grado para optar al título de especialista en ingeniería eléctrica], Universidad de Oriente, Venezuela.
- GONZÁLEZ Y. 2011. Teoría de Ingeniería de Medición e Instrumentación. [Trabajo de grado para optar al título de ingeniero], Universidad de Oriente, Venezuela.
- GONZÁLEZ Y., PATIÑO L. Y ESPINOZA H. 2007. *Metodología para diseñar un banco de bombeo bifásico*. Editorial ALCION Montajes e Instalaciones. Madrid-España.
- GONZÁLEZ Y., PATIÑO L. Y ESPINOZA H. 2009. Diseño de un banco de prueba experimental de bombeo de flujo multifásico. *Revista Ingeniería UC*. 16(2): 7-13.
- GONZÁLEZ Y., PATIÑO L., GUZMÁN J. Y DIÓGENES S. 2008. *Automatización de las curvas P-V en una bomba recíprocante*. Editorial ALCION Ingeniería Química. Madrid-España.
- GONZÁLEZ Y., RENGEL J. Y MARTÍNEZ J. 2021. Optimización de parámetros con enjambre de partículas en un molde de colada

- continua. *Ingeniería Industrial*. 41: 29-48.
- GONZÁLEZ Y., RENGEL J. Y MARTÍNEZ J. 2021. Optimización de parámetros en procesos de fundición a presión y compresión mediante el algoritmo de enjambre de partículas. *Memoria Investigaciones en Ingeniería*. 21: 43-55.
- GUTIÉRREZ L. 2022. Diseño de un sistema de automatización para una cámara de vacío empleada para la calibración de barómetros en presión absoluta. [Trabajo de grado para optar al título de ingeniero mecánico]. Fundación Universidad de América, Colombia. 95 pp.
- GUZMÁN J. 2007. Desarrollo de un sistema de adquisición de datos para un banco de pruebas de una turbina hidráulica». [Trabajo de grado de especialización en ingeniería eléctrica], Universidad de Oriente, Venezuela.
- LÓPEZ J., REYES L., TOBÓN J., OTÁLORA J. Y VELÁSQUEZ A. 2005. Aplicación de LabVIEW como instrumento virtual en mediciones de campo magnético (Gaussímetro). *Rev. Colomb.* 37(1): 195-198.
- OLIVEROS M. 2010. Automatización del banco de pruebas ARMFIELD FM-31 de una turbina de reacción. [Trabajo de grado para optar al título de ingeniero]. Universidad de Oriente, Venezuela.
- SALAZAR Y. 2015. Evaluación del comportamiento fluidodinámico del chorro de agua en las cucharas de una turbina tipo PELTON FM-32 mediante un software de CFD. [Trabajo de grado para optar al título de ingeniero]. Universidad de Oriente, Venezuela.
- SUÁREZ L. 2012. Estudio de transferencia de calor por convección natural y convección forzada en la superficie extendida ARMFIELD HT15C, mediante la aplicación de CFD. [Trabajo de grado para optar al título de ingeniero]. Universidad de Oriente, Venezuela.
- TELLO C. 2018. Automatización del estudio de cascadas de álabes de compresor en entorno CFD. [Trabajo de grado para optar al título de ingeniero]. Universidad de Sevilla, España.
- TOBIA G. 2010. *Automatización de un banco de pruebas de bomba centrífuga*. Editorial ALCION Ingeniería Química. Madrid-España.
- TORRES J. 2016. Efecto que se obtiene en la industria con la automatización del sistema de aire comprimido. *Yachana Rev. Cient.* 1(1): 15-22.

COMBUSTION MASTER CS

ANALIZADOR DE CARBONO Y AZUFRE

El equipo preciso para su laboratorio



HORNO DE INDUCCIÓN
Cubierta para protección del operador.
Sistema automático de eliminación de polvo.
Horno programable por PC

DETECTOR DE INFRARROJO
Hasta cuatro (4) detectores infrarrojos individuales.
Tecnología alemana.

ANALIZADOR
Carcasa de metal robusto.
Diseñado para un mantenimiento sencillo.



ANÁLISIS CONTROLADO POR PC
Transferencia de datos libre de pérdida.
Software multilingüe y fácil de usar.



Método de análisis

- La muestra se volatiliza en el horno de inducción junto con aceleradores en oxígeno puro. La temperatura de combustión habitual es de 2200 °C.
- Durante la combustión, los componentes de carbono se oxidan a CO₂ y los componentes de azufre a SO₂. Posteriormente, se elimina el polvo y el agua del gas de combustión.
- El gas de combustión será entonces conducido a los detectores, que determinarán las concentraciones de CO₂ y SO₂ por absorción IR. A partir de los datos recibidos de la muestra, el PC calcula las concentraciones de carbono y azufre.

El analizador dual de carbono y de azufre es un instrumento ampliamente utilizado para el análisis rápido y exacto de la fracción total de carbono y azufre en las industrias de acero, arrabio, aleación, mineral de cerámica, metálicos, cemento, cal, caucho, carbón, coque, materiales refractarios, productos de carburo, del grafito, derivados del petróleo, catalizadores, suelos y otros materiales sólidos.

El software de operación NCS está diseñado para una fácil operación de nuestros analizadores elementales.

Incorpora una interfaz gráfica para el análisis de muestras con transmisión de datos, así como la configuración de diferentes métodos y perfiles de usuario.

El área de servicio protegida por contraseña muestra todos los parámetros de funcionamiento importantes del instrumento.

ASPECTOS FUNDAMENTALES DE LA COOPERACIÓN ENTRE LA INDUSTRIA Y LA UNIVERSIDAD: EJEMPLO DE LA VISIÓN ACTUAL EN VENEZUELA

FUNDAMENTAL ASPECTS OF COOPERATION BETWEEN INDUSTRY AND UNIVERSITY: EXAMPLE OF THE CURRENT VISION IN VENEZUELA

JUAN CARLOS PEREIRA¹

¹Universidad de Carabobo, Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología, Departamento de Química, Laboratorio PHD, Valencia, Venezuela

jcpereir@uc.edu.ve

RESUMEN

La investigación en Venezuela proviene de las universidades venezolanas y de institutos reconocidos y ha estado orientada a sectores específicos. Sin embargo, la colaboración con el sector industrial ha sido llevada en diversos ámbitos que van desde lo sencillo a lo complejo. Pero sin duda alguna falta mucho por consolidar en este terreno. El presente trabajo muestra los aspectos fundamentales de la colaboración entre la industria y la universidad. Visto desde una visión híbrida académica-industrial, se destacan elementos claves para el éxito de esta cooperación. Finalmente, se muestra un ejemplo de un caso venezolano, el Laboratorio PHD para desarrollar el trabajo de investigación desde la universidad para la industria.

Palabras clave: Industria, Universidad, colaboración, empresa derivada universitaria, investigación y desarrollo.

ABSTRACT

Research in Venezuela comes from Venezuelan universities and recognized institutes and has been oriented to specific sectors. However, collaboration with the industrial sector has been carried out in various fields ranging from the simple to the complex. But without a doubt, there is still a lot to consolidate in this field. The present work shows the fundamental aspects of the collaboration between the industry and the university. Seen from a hybrid academic-industrial vision, key elements for the success of this cooperation stand out. Finally, an example of a Venezuelan case is shown, the PHD Laboratory to develop research work from the university to the industry.

Keywords: Industry, University, collaboration, university spin-off, research and development.

INTRODUCCIÓN

La ciencia y la tecnología que provienen de la investigación tienen la capacidad de direccionarse en diferentes vías. Las universidades por su esencia y naturaleza constituyen los principales centros de generación de investigación. En un contexto de creciente competencia internacional y rápido cambio tecnológico, los gobiernos están motivando activamente la colaboración entre la industria y la universidad como un medio para mejorar la eficiencia de la innovación y, por lo tanto, mejorar la creación de riqueza.

La importancia del crecimiento en el conocimiento y la necesidad de trasladar los resultados de la investigación y en especialmente los nuevos hallazgos científicos lo más pronto posible en actividades económicas han dirigido la atención de los académicos y los políticos en el crecimiento de las llamadas spin off académicas.

Adicionalmente, las relaciones entre la industria y la universidad han estado marcadas por eventos de carácter mundial como los conflictos bélicos. Han sido en estos momentos críticos donde se han dado avances significativos en nuevas tecnologías industriales. La producción de nuevas fuentes de energías y materiales innovadores han sido algunos ejemplos. En Venezuela, una importante razón para el impulso de la vinculación entre la industria y la universidad ha sido la disminución en las fuentes de financiamiento para la investigación. La adquisición de equipos instrumentales, reactivos, materiales y pago del personal en los proyectos, es vital para el desarrollo y promoción de la investigación en las universidades. Es por ello que las diversas formas de colaboración entre la industria y la universidad se han vuelto necesarias para continuar en el funcionamiento de las instituciones. Esto se ha manifestado a través de diversas actividades que dan respuesta a los problemas y situaciones que

vienen del sector productivo.

Las actividades que las universidades realizan para fomentar esta colaboración son:

1. Formación: actividades de capacitación tanto dentro del espacio formal y no formal de educación.
2. Consultorías y servicios: actividades de ejecución de servicios específicos con utilización de resultados de I+D.
3. Vinculación institucional: actividades de vinculación científica y tecnológica hacia distintas instituciones u organizaciones.
4. Difusión: actividades de divulgación de los propios resultados de investigación, comunicaciones a congreso, publicaciones científicas, oferta tecnológica de la universidad.
5. Transferencia de tecnología.
6. Creación de empresas universitarias derivadas de investigación (spin off), parques científicos y tecnológicos.
7. Desarrollo y fortalecimiento a redes de científicas, tecnológicas y de negocio.

Características de la Colaboración entre la industria y universidad (CIU)

Existen tres niveles de colaboración, bajo, alto y profundo, y los vincula a diferentes prácticas de intercambio de conocimiento (McCABE ET AL. 2016). En colaboraciones con bajo compromiso, la empresa es vista como fuente de datos, mientras que todas las actividades de la investigación, son controladas y conducidas por el socio académico. Aquí la industria puede aportar el objeto a investigar (el problema) o también la universidad. El financiamiento desde la industria es bajo o nulo. En el nivel alto, la industria contribuye a través de la identificación de problemas de la investigación,

fundamentando el diseño y recopilación de datos en el contexto de la aplicación y ayudando a los académicos a la toma de decisiones.

En la idealidad en el nivel profundo, el socio industrial asumiría un papel más equitativo con los académicos y contribuiría a la identificación de problemas de investigación, ayuda con la selección de métodos y se dedica a la recopilación de datos y análisis. En la práctica, el papel del socio industrial en el análisis de datos y la teoría el desarrollo es limitado, incluso en colaboraciones profundas. Debido a que los socios industriales carecen del tiempo para analizar los datos y sentirse con bases para participar verdaderamente en una discusión académica (McCABE *ET AL.* 2016). Además, los académicos apenas utilizan los datos producidos por la industria debido a la falta de soporte y profundidad de los datos industriales, por ejemplo, para una publicación académica (CANHOTO *ET AL.* 2016).

Transferencia del conocimiento en la CIU

La capacidad con la que se transfiere el conocimiento depende de tipo y naturaleza del conocimiento. Aquí la comunicación entre ambos socios juega un rol de gran importancia. Los canales de comunicación durante la CIU, son diversos y difieren en su capacidad para transferir conocimientos evidentes y en como manejan sus experiencias propias de cada socio (ALEXANDER *ET AL.* 2013).

Las buenas prácticas de comunicación más frecuentes son: expansión de las fronteras, capacitación y el uso de tecnología.

Los expansores de fronteras son personas que se intercambia entre la academia y la industria durante la colaboración. Por ejemplo, la reubicación de personal de la empresa, la adscripción y el empleo de graduados, estudiantes que realizan parte de la investigación en la empresa. Estas actividades son moduladas por

las estructuras organizacionales respectivas.

Si los socios interactúan a través de reuniones periódicas, es esencial identificar a los destinatarios adecuados dentro de la empresa, que tengan los conocimientos adecuados, lo que requiere tiempo y compromiso.

Los expansores de frontera son efectivos porque facilitan la transmisión del conocimiento y la traducción de los resultados académicos al contexto de la empresa y viceversa (AZEVEDO FERREIRA *ET AL.* 2015). Esto requiere invertir tiempo para desarrollar un lenguaje y un discurso compartido (CANHOTO *ET AL.* 2016). Con el tiempo y a través de una estrecha colaboración, el expansor de fronteras obtiene una mejor comprensión de las necesidades y los conocimientos previos del socio. Esto le permite traducir resultados que facilitan la aplicación y la implementación (GERTNER *ET AL.* 2011). Los industriales que interactúan frecuentemente con los investigadores y siguen el debate en las reuniones académicas obtienen una comprensión más profunda de los métodos de trabajo y el conocimiento producido por los investigadores. Esto ayuda a integrar los resultados de la investigación (McCABE *ET AL.* 2016).

La capacitación y los talleres ayudan a transferir conocimientos evidentes y complejos, además a desarrollar habilidades (AZEVEDO FERREIRA *ET AL.* 2015). Brindan un espacio de deliberación y retroalimentación que aumenta la comprensión de los resultados (McCABE *ET AL.* 2016). El modo de comunicación abierto e interactivo en este tipo de reuniones brinda a los socios industriales la posibilidad de participar más y sentirse más cómodos al dar su opinión (McCABE *ET AL.* 2016).

El uso de prototipos e instalaciones del socio industrial ayuda a integrar el conocimiento y aprender sobre los desafíos de la colaboración (GERTNER *ET AL.* 2011).

Construcción de los objetivos en la CIU

Las diferencias en los objetivos y la cultura organizacional son una barrera para el compromiso académico. Las diferencias en los objetivos se originan en las diferencias en la orientación del mercado (GHOURI *ET AL.* 2016), las prioridades en las normas (AL-TABBAA & ANKRAH 2016) y las diferentes lógicas para compartir el conocimiento (STEINMO 2015). Las diferencias en los objetivos se gestionan mejor mediante una mejor comunicación (BJERREGAARD 2009). Las metas y los resultados deben establecerse al comienzo del proyecto. El uso de planes de proyecto que describan objetivos y resultados podría facilitar esto (CANHOTO *ET AL.* 2016). Las herramientas de gestión de proyectos pueden ser útiles en la comunicación de los avances y la relación entre objetivos y resultados de la colaboración (WALLIN *ET AL.* 2014). Un factor de complicación aquí, es que las diferencias en los objetivos a menudo no se reconocen en la etapa temprana de «luna de miel» de una colaboración, pero se manifiestan durante el desarrollo de la colaboración (ESTRADA *ET AL.* 2016). En esta fase, la selección de las preguntas de investigación reales, los métodos y la asignación de recursos pueden presentar problemas, incluso si estos asuntos parecían claros al principio (ESTRADA *ET AL.* 2016). Se espera que los investigadores se esfuercen lo suficiente para comprender las necesidades del socio industrial. Esto se vuelve especialmente importante durante la fase de compromiso (CANHOTO *ET AL.* 2016). Para los socios industriales es importante la gestión de expectativas sobre lo que se puede lograr en el tiempo disponible y cuándo se pueden esperar resultados (BJERREGAARD 2009; AZEVEDO FERREIRA *ET AL.* 2015).

Valores de los socios académicos

Una norma académica muy valorada es la libertad académica, la autonomía para seguir direcciones interesantes y elegir los propios

problemas y métodos de investigación. Esto puede entrar en conflicto con la elaboración de planes de proyecto estrictos y la especificación de entregables que se alineen con las necesidades industriales. Cuando se persiguen objetivos innovadores una comunicación abierta ayuda en una buena comprensión de las necesidades del socio. Cuando el académico logra su libertad académica, se centran en la investigación fundamental, pero utilizan los desarrollos del mercado para inspirar su investigación. De esta manera, ellos consiguen financiación industrial. Al mismo tiempo, existen estrictas políticas de conflicto de intereses para regular esta actividad.

Las diferencias culturales relacionadas con la aplicación del conocimiento y la voluntad de compartir el conocimiento se relacionan con el hábito académico de publicar los resultados, mientras que los socios industriales prefieren mantener el conocimiento en secreto. Estas diferencias se pueden manejar a través de la gestión de publicaciones y la disposición inicial de los derechos de propiedad intelectual (AZEVEDO FERREIRA *ET AL.* 2015). Sin embargo, organizar la propiedad intelectual demasiado pronto en la colaboración podría influir negativamente en la confianza entre socios (CANHOTO *ET AL.* 2016). La gestión de publicaciones incluye acuerdos sobre qué datos se pueden publicar y permite que el socio industrial autorice la publicación, lo que garantiza que los académicos no publiquen conocimientos confidenciales (AZEVEDO FERREIRA *ET AL.* 2015). Además, brindar al socio industrial la posibilidad de retrasar la publicación para gestionar los derechos de propiedad intelectual, reduce esta barrera (HADJIMANOLIS 2006).

Elementos que ayudan en la colaboración industria-universidad

Se ha demostrado que la confianza influye en la transferencia de conocimientos en las colaboraciones de investigación (BRUNEEL *ET AL.*

2010). Principalmente, porque reduce el miedo al comportamiento oportunista y, en consecuencia, aumenta la disposición a compartir información (STEINMO 2015). La confianza aumenta con la comunicación frecuente entre ambos socios. La confianza en la CIU se ve afectada por dos cosas. En primer lugar, los socios industriales temen que el socio académico no esté trabajando en los mismos objetivos, debido a las diferencias institucionales, y que los académicos utilicen al socio industrial como fuente de dinero (ULHØI *ET AL.* 2012; AL-TABBAA & ANKRAH 2016). En segundo lugar, existe el temor de que los socios académicos, sin querer, compartan conocimientos confidenciales con otras empresas, debido a la falta de experiencia en el manejo de conocimientos confidenciales (ULHØI *ET AL.* 2012). Esto último se puede prevenir brindando capacitación en secreto y utilizando una estrategia de gestión dividida. Lo que significa que los académicos que trabajan para diferentes empresas no deben mezclarse en proyectos de investigación (ULHØI *ET AL.* 2012). El miedo a la falta de intereses comunes se reduce mediante la construcción de los lazos y la experiencia de colaboración con el socio en particular (PINHEIRO *ET AL.* 2015). Las reuniones frecuentes en la etapa de iniciación también ayudan a fusionar objetivos, manténgalos alineados y aumente la confianza (PLEWA *ET AL.* 2013b).

Lo que se necesita para generar confianza también depende de la etapa de colaboración. En la etapa de iniciación, la confianza se basa principalmente en la reputación y las experiencias previas con el socio (PLEWA *ET AL.* 2013). Como resultado, reputación académica y vínculos personales previos son impulsores importantes para establecer colaboraciones (PINHEIRO *ET AL.* 2015). También se ha reportado que la calidad de la investigación es menos importante para establecer la colaboración que la aplicabilidad, en el sentido de «disposición para usar» (MUSCIO & POZZALI 2013), del conocimiento que se producirá.

Compartir espontáneamente conocimientos interesantes que no están directamente relacionados con el proyecto específico, la experiencia y las colaboraciones exitosas anteriores hacen que los socios sientan que el otro está realmente interesado en lo que se necesita y mejora la comprensión de las necesidades del socio (PINHEIRO *ET AL.* 2015; AL-TABBAA & ANKRAH 2016). Por lo tanto, a menudo se recomienda comenzar con proyectos pequeños, como proyectos de estudiantes, y construir colaboraciones más complejas y preguntas más fundamentales a partir de ahí (PINHEIRO *ET AL.* 2015). De esta manera se pueden desarrollar capacidades gerenciales y el trabajo académico se puede alinear con los desafíos empresariales (PLEWA *ET AL.* 2013; PINHEIRO *ET AL.* 2015).

La confianza también influye en la gestión contractual y organizativa de la colaboración. La confianza da como resultado acuerdos contractuales menos formales (ULHØI *ET AL.* 2012). Cuando no se esperan derechos de propiedad intelectual, la colaboración suele estar formada por memorias de entendimiento o documentos estándar de la oficina de transferencia de tecnología en lugar de contratos legales. Adicionalmente, la confianza se refleja en la ausencia de mecanismos formales de control. La coordinación a menudo se lleva a cabo de manera informal entre los gerentes de proyecto de ambos lados. (BARNES *ET AL.* 2002; MORANDI 2013). Esto puede generar confusión cuando los socios universitarios tienen varios investigadores senior y no está claro quién tiene el control (BARNES *ET AL.* 2002). Por lo tanto, se ha recomendado designar a una sola persona de ambas organizaciones como enlace (MORANDI 2013).

Para alinear los objetivos, los proyectos a menudo comienzan con un plan de proyecto, que asigna tareas, responsabilidades e hitos en detalle (BARNES *ET AL.* 2002; MORANDI 2013). Estos planes rara vez se actualizan a medida que se desarrolla el trabajo y pronto se vuelven

obsoletos. El riesgo en este tipo de trabajo es que los proyectos se desvíen de los planes originales, o que los cambios en los planes no están bien administrados y dan lugar a una discusión posterior. Las colaboraciones que involucran investigaciones mutuamente dependientes son excepciones, es más probable que estos planes se actualicen para coordinar actividades (MORANDI 2013).

Aunque los socios esperan estar informados, los informes juegan un papel menor en esto y, por lo general, solo se compilan al final de cada fase y se perciben como material de archivo (MORANDI 2013). Preferiblemente, los resultados se discuten en entornos informales y reuniones regulares de progreso, o de manera informal por correo electrónico (discusiones) y teléfono (ULHØI *ET AL.* 2012; MORANDI 2013).

En un contexto de creciente competencia internacional y rápido cambio tecnológico, los gobiernos están alentando activamente las colaboraciones entre las universidades y la industria como un medio para mejorar la eficiencia de la innovación y, por lo tanto, mejorar la creación de riqueza.

Un tema importante para los responsables de la formulación de políticas gubernamentales y quienes se preocupan por los presupuestos de investigación es el funcionamiento de la interfaz entre las universidades y la industria para garantizar que la investigación explotable se transfiera a la industria de manera rápida y exitosa para contribuir al crecimiento y el bienestar de la economía. Por lo tanto, las universidades están poniendo cada vez más su atención en fomentar la CIU en respuesta a la política gubernamental y también como una política estratégica institucional.

Participación y aportes de la universidad

Las universidades ofrecen un amplio acceso a

investigación y en su infraestructura, mientras que la industria ofrece un amplio acceso a una amplia gama de experiencia en desarrollo/comercialización de productos, conocimiento del mercado (SHERWOOD *ET AL.* 2004) y oportunidades de empleo para graduados universitarios (LEE & WIN 2004). Por lo tanto, las universidades pueden estar motivadas para construir relaciones con la industria para aprovechar estas fortalezas en beneficio mutuo.

Si bien las subvenciones del gobierno promueven nuevas iniciativas de CIU (HARMAN & SHERWELL 2002), las crecientes presiones sobre las fuentes públicas de financiamiento para las universidades han brindado un fuerte incentivo para que las universidades también busquen fuentes alternativas de ingresos potenciales para la investigación básica y el equipo a través de medios como la comercialización de la investigación del profesorado y la explotación de los derechos de propiedad intelectual o la concesión de licencias de patentes, a fin de reducir su dependencia del erario público el financiamiento de la industria suele implicar menos trámites burocráticos que la financiación pública. Los miembros de la facultad pueden estar motivados por ganancias financieras personales para entablar relaciones con la industria.

En particular, el crecimiento de nuevos conocimientos ha ejercido una enorme presión sobre los recursos de las universidades, lo que las ha obligado a responder estableciendo alianzas con la industria para mantenerse a la vanguardia en todas las áreas temáticas. Los científicos universitarios suelen ver estos vínculos como un terreno fértil para desarrollar y probar teorías, perfeccionar sus habilidades, capacitar y ubicar a sus estudiantes (CYERT & GOODMAN 1997).

Las universidades colaboran con la industria para exponer a académicos y estudiantes a entornos industriales, los conocimientos más

actualizados de la investigación industrial, estudios de casos de instrucción y problemas prácticos a través de proyectos. Todo esto contribuye al desarrollo del currículo y mejora la calidad

de la enseñanza (SANTORO & GOPALAKRISHNAN 2000). Existe un incentivo importante para que las universidades se asocien con la industria y es la publicación en revistas especializadas, ya que producir información de acceso público enfatizaría la misión original de las universidades en la difusión del conocimiento (NEWBERG & DUNN 2002).

Todo esto ayuda a mejorar el prestigio de las universidades (MORA-VALENTIN 2000). También existe una creciente presión social (política y pública) sobre las universidades para que demuestren una mayor responsabilidad social, espíritu empresarial y relevancia económica general para la sociedad (COHEN *ET AL.* 1998). Esta presión motiva a las universidades a entrar en formas de cooperación con la industria a través del intercambio o difusión de conocimiento y tecnología (SIEGEL *ET AL.* 2003a), para permitirles contribuir al desarrollo económico (BLUMENTHAL 2003). Un motivo principal de los científicos universitarios es el reconocimiento dentro de la comunidad científica industrial, que típicamente proviene de publicaciones conjuntas, presentaciones en conferencias prestigiosas y becas de investigación. Además, el apoyo de la industria ayuda a los profesores a realizar investigaciones que les permitan alcanzar la eminencia académica.

Papel de la industria en la colaboración

Los gobiernos se han visto obligados, por los rápidos cambios globales en el entorno competitivo y tecnológico, a tomar medidas para apoyar las interacciones de investigación entre los dos sectores, ya que los gobiernos creen que las universidades podrían ayudar en la regeneración económica (Mora-Valentin 2000) si

difunden sus conocimientos y experiencia a través de asociaciones vinculadas a la industria.

Una motivación para que la industria ingrese a la CIU es buscar comercializar tecnologías basadas en universidades para obtener ganancias financieras (SIEGEL *ET AL.* 2003). Para poder hacerlo, muchas empresas desean derechos exclusivos sobre las tecnologías que se generan. Por lo tanto, les preocupa mantener el control sobre la dirección de la investigación de las universidades (NEWBERG & DUNN 2002), así como el control de propiedad sobre las tecnologías.

Otra motivación para que la industria ingrese a las CIU es obtener acceso a estudiantes para pasantías de verano o contratación (ANKRAH *ET AL.* 2013). La mayoría de los programas de investigación de la UIC tienen como objetivo la contratación de los mejores estudiantes como resultado de la interacción (FELLERA *ET AL.* 2002). Los miembros de la facultad o investigadores senior también pueden ser contratados para consultar durante el tiempo que se les permite trabajar fuera de las universidades (PERKMANN *ET AL.* 2011).

Desde el punto de vista de la eficiencia, **existen** varias motivaciones de la industria para entrar en cooperación con las universidades.

Las universidades y la investigación de la industria pueden mejorar las ventas de las empresas, la productividad de I + D, y la actividad de patentamiento (COHEN *ET AL.* 1998). Las empresas también se asocian con universidades debido a la posibilidad de beneficiarse financieramente de los resultados fortuitos de la actividad de investigación, productos innovadores, ahorro de costos, especialmente aquellos relacionados con la creación y explotación del conocimiento (GEORGE *ET AL.* 2002), todo lo cual podría dar a una empresa ventaja competitiva y mejorar su desempeño financie-

ro (GRANT 1996). Otra motivación es el estímulo de los gobiernos a la investigación y el desarrollo (I+D) y el crecimiento de la tecnología mediante el uso de instrumentos financieros como subvenciones y créditos fiscales, así como la creación de un entorno legal que apoye la I+D (BARNES *ET AL.* 2002). Además, el desarrollo del capital humano, incluida la educación profesional continua (SANTORO & GOPALAKRISHNAN 2000), el acceso a tecnologías de punta con carácter multidisciplinario y las instalaciones de investigación/experiencia de última generación también son motivos de la industria, ya que ayudan a mitigar el impacto de los actuales ciclos de vida del producto más cortos y, por lo tanto, mejorar la ventaja competitiva (BONARCCORSI & PICCALUGA 1994). A través de CIU, una empresa puede obtener acceso a una fuente de nuevas tecnologías competitivas que hacen que la distancia entre diseño y producción sea relativamente corta (SANTORO & GOPALAKRISHNAN 2000). Esto permitiría recuperar los costos de desarrollo de un producto específico rápidamente, ya que los acuerdos pueden implicar actividades aguas abajo como el desarrollo y la creación de prototipos.

Al igual que en las universidades, se reconoce que el cambio a la economía basada en el conocimiento actual es un factor motivador para que la industria establezca relaciones con las universidades (SANTORO & BETTS 2002). La investigación académica aumenta la capacidad de las empresas para resolver problemas complejos específicos. Las CIU son una excelente manera de crear y estimular empresas de base tecnológica, en particular las PYME para el crecimiento empresarial (KLOFSTEN *ET AL.* 1996). La falta de I+D interna por parte de la industria. La falta de capacidad interna de la industria para realizar investigación tecnológica es una motivación valorada por los industriales. Para las empresas con I+D, se valora la colaboración, ya que reduce el riesgo y estira los recursos limitados, como el humano y el capi-

tal. Además, el acceso a redes de investigación que involucran a otras universidades y empresas, así como el potencial de colaboraciones más complejas en forma de consorcios que involucran múltiples empresas, universidades y otras colaboraciones, son motivaciones para que la industria colabore con universidades (GEORGE *ET AL.* 2002). Las empresas pueden mejorar su imagen y reputación al asociarse con una institución destacada. Las relaciones con organizaciones establecidas y de buena reputación, como las principales universidades de investigación, podrían mejorar la legitimidad de una empresa a los ojos de otras partes interesadas poderosas.

Empresas derivadas universitarias (spin off)

Nuevos negocios fundados por académicos son muy importantes para los cambios estructurales dirigidos a negocios basados en el conocimiento.

La importancia clave de la creación de las spin off es su contribución en la transferencia de conocimiento y tecnologías. El poco financiamiento y la falta de personal calificado son desventajas de las spin off. Toman sus propias decisiones y trabajo independiente motiva a los fundadores de las spin off. Mantener el contacto con la academia es vital para las spin off. Buenas conexiones de transporte, buena infraestructura y el talento humano son las mejores razones para que las spin off estén ubicadas cerca de su incubador (universidad).

Algunas spin off son fundadas por ex-miembros de la academia que pasan un tiempo trabajando en la industria. De esa manera ellos pueden combinar su saber-hacer científico con el conocimiento del mercado y su cartera de clientes.

Ellos sirven como un canal de transferencia complementando otras vías de intercambio de conocimiento entre la academia y la economía

tales como, cooperación en investigación y desarrollo, movilidad de personal, difusión de nuevos hallazgos mediante publicaciones, patentes y comunicaciones informales entre científicos e industriales.

Experiencia Venezuela: caso Laboratorio PHD de la Universidad de Carabobo

El petróleo en Venezuela fue la fuente impulsora de la industrialización en el país. El aprovechamiento de la transformación de los hidrocarburos en las refinerías creadas dio el camino para la creación de un gran sector industrial (MELCHER 1992). Una evidencia en Venezuela es que la creación de instituciones gubernamentales en pro de la ciencia y la tecnología no necesariamente indica un crecimiento en la investigación y desarrollo en las universidades y centros de investigación. El papeleo y la burocracia juegan en contra del rápido y eficaz desempeño de estas instituciones (RANGEL-ALDAO 2008). La promulgación de la Ley Orgánica de Ciencia Tecnología e Innovación (LOCTI) mostró un posible cambio en las políticas gubernamentales para impulsar a las universidades y centros de investigación. Desde la visión del Mercosur es Estados Unidos quien lleva la punta de lanza en los sistemas de propiedad intelectual en los desarrollos de la ciencia y la tecnología. Para esta comunidad es el estado una parte fundamental en la colaboración industria y universidad (ZURBRIGGEN & GONZÁLEZ-LAGO 2010).

La relación entre la industria y la universidad en Venezuela ha tenido diferentes etapas. En estos momentos donde la situación económica se ha agravado por la pandemia Covid 19, el trabajo de investigación desde las universidades se ha visto disminuido notablemente. Eso se percibe en gran número de laboratorios cerrados y grupos de investigación desintegrados. Además, la salida del país de gran número de investigadores ha impulsado este fenómeno. La búsqueda de mejores salarios y equipamiento

modernos, han movido a académicos a universidades e instituciones en otros países. La falta de financiamiento de las fuentes comunes FONACYT y CDCH, dejó sin recursos a los académicos del país. Es importante destacar que proyectos impulsados desde el gobierno como fue el caso de agenda petróleo, buscaron promover la interacción de la academia con la industria petrolera nacional. Buenas sumas de financiamiento fueron otorgados a proyectos en las diferentes universidades del país. Sin embargo, la ausencia de un verdadero engraje entre ambos actores impidió una verdadera transferencia de tecnología desde las universidades a la industria. Los mecanismos de supervisión y seguimiento en estos proyectos son vitales para el éxito de la transferencia. En Venezuela, existen casos exitosos del desarrollo de tecnología para el sector industrial, uno de ellos es el laboratorio FIRP de la Universidad de los Andes. FIRP es una referencia a nivel internacional en investigación y en el desarrollo de proyectos para el sector industrial. También, el laboratorio de espectroscopia laser de la Universidad Central de Venezuela, mantiene fuerte investigación para el sector industrial nacional e internacional. En este mismo contexto se funda el laboratorio PHD de la Universidad de Carabobo, para dar respuesta al sector industrial de la región central y formar vínculos con investigadores nacionales e internacionales. Desde su fundación en el año 2004, ha crecido bajo la visión de un país enmarcado en una realidad cambiante. Por ello ha evolucionado para dar respuesta a las necesidades actuales del país. Debido a esto se han creado lazos entre ambas instituciones buscando continuar con el desarrollo e investigación enfocados a nuevas tecnologías. Desde el laboratorio PHD se han desarrollado las siguientes actividades:

- Entrenamiento a personal para pericias específicas.
- Análisis a muestras y productos comerciales

de empresas.

-Proyectos de investigación en nuevas tecnologías para el sector industrial.

-Organización de eventos científicos para divulgar y vincular a la industria y universidad.

La existencia de un programa de postgrado con vinculación industrial también ha permitido aumentar las interacciones entre ambas instituciones. El doctorado en química tecnológica, de la facultad experimental de ciencias y tecnología, de la Universidad de Carabobo, posee entre sus estudiantes mucho personal de la industria que ha iniciado su formación doctoral con temas de tesis de alta vinculación industrial. Estos estudiantes de doctorado son protagonistas en la CIU como expansores de fronteras haciendo más fácil la comunicación entre los socios.

Modelo venezolano de empresa derivada universitaria.

En el futuro cercano el laboratorio PHD podría convertirse, después de aprobar y cumplir los pasos requeridos, en una empresa derivada. La spin-off PHD technology, podría tener como misión principal el desarrollo de formulaciones químicas, basados en la experiencia y conocimiento del personal del laboratorio PHD sobre los fenómenos interfaciales, surfactantes, polímeros y aditivos químicos que permiten modular las propiedades fisicoquímicas de productos químicos con diversas aplicaciones para el sector industrial en general.

Las investigaciones del laboratorio PHD en los fenómenos interfaciales esta soportada en publicaciones arbitradas, comunicaciones y participación en congresos nacionales e internacionales, tesis de pregrado y postgrado. Además de la colaboración con el sector industrial en diversos proyectos de consultoría, forma-

ción de talento humano, investigación y desarrollo, entre otros.

El laboratorio PHD está conformado por el siguiente personal:

- a) Investigadores de la Universidad de Carabobo
- b) Estudiantes de pregrado de la Universidad de Carabobo.
- c) Estudiantes de postgrado Universidad de Carabobo.
- d) Egresados de la Universidad de Carabobo, pertenecientes al laboratorio PHD.
- e) Personal y otros profesionales asociados al laboratorio PHD.

Recursos disponibles

Este proyecto parte de la capacidad instalada e infraestructura del laboratorio PHD. Desde sus inicios este laboratorio se ha especializado en investigación aplicada al sector académico e industrial. Sus equipos y materiales en sus espacios físicos le han permitido acumular una gran productividad reflejada en la **tabla 1**: 200 tesis especiales de grado, Trabajos de maestría y tesis doctorales, 80 artículos publicados en revistas arbitradas, capítulos de libro, 100 comunicaciones a congresos nacionales e internacionales.

Además, se han desarrollado más de 30 proyectos de investigación para el sector industrial. En el campus de la Universidad de Carabobo, se cuenta con facilidades e instalaciones que apoyan el buen desenvolvimiento de actividades de investigación y desarrollo para los aliados industriales del laboratorio PHD.

La ubicación de la Universidad de Carabobo

Tabla 1. Productividad científica del laboratorio PHD.

Producto	Cantidad	Fuente
Tesis de postgrado	8	Universidad de Carabobo
Tesis de pregrado	192	Universidad de Carabobo
Artículos	80	America Chemical Society, Elsevier, Scielo, Springer
Comunicaciones a congresos	100	Sociedad venezolana de Química, ASOVAC, PETROPHASE, ECIS, Congreso de Microscopia Electrónica,

en el corazón de la región central, y su cercanía al principal puerto del país, la hacen atractiva para el asentamiento de la empresa PHD Technology.

Participación de la Universidad de Carabobo en la spin off: PHD Technology.

La universidad podrá contribuir a las actividades de la empresa creada mediante alguna de las modalidades siguientes:

1. Participando directamente en el capital de la empresa a través de aportaciones de cualquier naturaleza. En esta modalidad:

a) La universidad se reserva el derecho a participar en el capital de las empresas, por regla general y salvo casos debidamente justificados, la participación de esta institución en la empresa será temporal.

b) La contraprestación para la obtención de la participación en el capital de la empresa podrá consistir en aportes en especie, dinero, servicios y asesoramiento o bien la cesión de derechos de propiedad intelectual y/o industrial que sean propiedad de la universidad y que la em-

presa derivada necesite para su desarrollo.

c) Los aportes al capital de una empresa realizados por personal vinculado a la universidad a título particular no se considerarán en ningún caso aportes de la universidad.

2. Cediendo o licenciando patentes o cualquier otro título que permita la explotación,

mediante remuneración, de derechos de propiedad industrial o intelectual.

Contribución de PHD Technology a la Universidad de Carabobo.

1. Soporte a los servicios básicos dentro del campus: mantenimiento de áreas verdes, seguridad y vigilancia, generación de empleos directos e indirectos.

2. Financiamiento directo a la investigación en la Universidad de Carabobo.

3. Formación de talento humano.

4. Fortalecimiento a los postgrados en la Universidad de Carabobo.

5. Contribución con el crecimiento económico de la región.

Las empresas derivadas universitarias venezolanas podrían convertirse en una solución donde los investigadores universitarios podrían transferir tecnología al sector industrial. Esta vía podría ayudar en la adquisición de fondos para el funcionamiento de las universidades. Existen otros modelos que actualmente se desarrollan dentro de las universidades venezolanas por investigadores dentro de la CIU. Estas experiencias exitosas serán las guías para establecer los mecanismos de trabajo que pueden lograr la transferencia de tecnología desde la investigación hacia la economía.

CONCLUSIONES

En el presente trabajo están documentados los conceptos y elementos que resaltan en una colaboración entre la industria y la universidad.

La comunicación entre los socios de la cooperación es fundamental para lograr la transferencia del conocimiento entre ambos.

Identificar los aportes desde ambas instituciones que permitan agilizar y facilitar la comunicación resulta en una etapa clave.

Los expansores de frontera son actores importantes que permiten que los socios industriales y académicos puedan discutir e interpretar los resultados de la cooperación de manera rápida y comprensible.

Las publicaciones científicas, producto de la CIU, son los mejores indicadores del éxito.

La empresa derivada universitaria viene a ser el modelo que podría representar una solución para el funcionamiento de la ciencia y tecnología en Venezuela.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALEXANDER A. T. & CHILDE S. J. 2013. Innovation: A knowledge transfer perspective. *Prod. Plan. Control.* 24(2-3): 208-225.
- AL-TABBAA O. & ANKRAH S. 2016. Social capital to facilitate 'engineered' university-industry collaboration for technology transfer: A dynamic perspective. *Technol. Forecast. Soc. Change.* 104: 1-15.
- ANKRAH S. N., BURGESS T. F., GRIMSHAW P. & SHAW N. E. 2013. Asking both university and industry actors about their engagement in knowledge transfer: What single-group studies of motives omit. *Technovation.* 33: 50-65.
- AZEVEDO-FERREIRA M. L. & REZENDE-RAMOS R. 2015. Making university-industry technological partnerships work: A case study in the Brazilian oil innovation system. *J. Technol. Manag. Innov.* 10(1): 173-187.
- BARNES T., PASHBY I. & GIBBONS A. 2002. Effective university-industry interaction: A multi-case evaluation of collaborative R&D projects. *Eur. Manag. J.* 20(3): 272-285.
- BJERREGAARD T. 2009. Universities–industry collaboration strategies: A micro-level perspective. *Eur. J. Innov. Manag.* 12(2): 161-176.
- BLUMENTHAL D. 2003. Academic-industrial relationships in the life sciences. *N. Engl. J. Med.* 349: 2452-2459.
- BONARCCORSI A. & PICCALUGA A. 1994. A theoretical framework for the evaluation of university-industry relationships. *R. D. Manag.* 24: 229-247.
- BRUNEEL J., D'ESTE P. & SALTER A. 2010. Investigating the factors that diminish the

- barriers to university-industry collaboration. *Res. Policy*. 39(7): 858-868.
- CANHOTO A. I., QUINTON S., JACKSON P. & DIBB S. 2016. The co-production of value in digital, university-industry R&D collaborative projects. *Ind. Mark. Manag.* 56: 86-96.
- COHEN W. M., FLORIDA R., RANDAZZESE L. & WALSH J. 1998. Industry and the academy: Uneasy partners in the cause of technological advance. In R. Noll (Ed.), *The future of the research university*. Washington, DC: Brookings Institution Press.
- CYERT R. M. & GOODMAN P. S. 1997. Creating effective university-industry alliances: An organizational learning perspective. *Organ. Dyn.* 25: 45-57.
- ESTRADA I., FAEMS D., MARTIN CRUZ N. & PÉREZ SANTANA P. 2016. The role of inter-partner dissimilarities in industry-university alliances: Insights from a comparative case study. *Res. Policy*. 45(10): 2008-2022.
- FELLERA I., AILES B. C. & ROESSNER J. 2002. Impacts of research universities on technological innovation in industry: Evidence from engineering research centers. *Res. Policy*. 31: 457-474.
- GEORGE G., ZAHRA S. A. & WOOD D. R. 2002. The effects of business-university alliances on innovative output and financial performance: A study of publicly traded biotechnology companies. *J. Bus. Ventur.* 17: 577-609.
- GERTNER D., ROBERTS J. & CHARLES D. 2011. University-industry collaboration: A CoPs approach to KTPs. *J. Knowl. Manag.* 15(4): 625-647.
- GHAURI P. & ROSENDO-RIOS V. 2016. Organizational cross-cultural differences in the context of innovation-oriented partnerships. *Cross Cult. Strateg. Manag.* 23(1): 128-157.
- GRANT R. M. 1996. Prospering in dynamically competitive environments: Organizational capability as knowledge integration. *Organ. Sci.* 7: 375-387.
- HADJIMANOLIS A. 2006. A case study of SME-university research collaboration in the context of a small peripheral country (Cyprus). *Int. J. Innov. Manag.* 10(1). 65-88.
- HARMAN G. & SHERWELL V. 2002. Risks in university-industry research links and the implications for university management. *J. Higher Educ. Policy Manag.* 24: 37-51.
- KLOFSTEN M. & JONES-EVANS D. 1996. Stimulation of technology based small firms - A case study of university-industry cooperation. *Technovation*. 16: 187-193.
- LEE J. & WIN H. N. 2004. Technology transfer between university research centers and industry in Singapore. *Technovation*. 24: 433-442.
- MCCABE A., PARKER R. & COX S. 2016. The ceiling to coproduction in university-industry research collaboration. *High. Educ. Res. Dev.* 35(3): 560-574.
- MELCHER D. 1992. La industrialización de Venezuela. *Rev. Econ.* 10: 57-89.
- MORANDI V. 2013. The management of industry-university joint research

- projects: How do partners coordinate and control R&D activities. *J. Technol. Transfer*. 38(2): 1-24.
- MORA-VALENTIN E. M. 2000. University-industry cooperation: A framework of benefits and obstacles. *Ind. Higher Educ.* 14: 165-172.
- MUSCIO A. & POZZALI A. 2013. The effects of cognitive distance in university-industry collaborations: Some evidence from Italian universities. *J. Technol. Transfer*. 38(4): 486-508.
- NEWBERG J. A. & DUNN R. L. 2002. Keeping secrets in the campus lab: Law, values and rules of engagement for Industry-University R&D partnerships. *Am. Bus. Law J.* 39: 187-241.
- PERKMANN M., KING Z. & PAVELIN S. 2011. Engaging excellence. Effects of faculty quality on university engagement with industry. *Res. Policy*. 40: 539-552.
- PINHEIRO M. L., PINHO J. C. & LUCAS C. 2015. The outset of UI R&D relationships: The specific case of biological sciences. *Eur. J. Innov. Manag.* 18(3): 282-306.
- PLEWA C., KORFF N., JOHNSON C., MACPHERSON G., BAAKEN T. & RAMPERSAD G. C. 2013. The evolution of university-industry linkages-A framework. *J. Eng. Technol. Manag.* 30(1): 21-44.
- RANGEL-ALDAO R. 2008. La política científica y tecnológica de Venezuela (1999-2008). *Rev. Elect Latinoa. Estud. Sociol. Hist. Cult. Cienc. Tecnol.* 2: 18-39.
- SANTORO M. D. & BETTS S. C. 2002. Making industry-university partnerships work. *Res. Technol. Manag.* 45: 42-46.
- SANTORO M. D. & GOPALAKRISHNAN S. 2000. The institutionalization of knowledge transfers activities within industry-university collaborative ventures. *J. Eng. Technol. Manag.* 17: 299-319.
- SHERWOOD A. L., BUTTS S. B. & KACAR S. L. 2004. Partnering for knowledge: A learning framework for university-industry collaboration. *Midwest Acad. Manag. Annu. Meet.* 1-17.
- SIEGEL D., WALDMAN D. & LINK A. 2003. Assessing the impact of organizational practices on the relative productivity of university technology transfer offices: An exploratory study. *Res. Policy*. 32: 27-48.
- STEINMO M. 2015. Collaboration for innovation: A case study on how social capital mitigates collaborative challenges in university-industry research alliances. *Ind. Innov.* 22(7): 597-624.
- ULHØI J., NEERGAARD H. & BJERREGAARD T. 2012. Beyond unidirectional knowledge transfer: An empirical study of trust-based university-industry research and technology collaboration. *Int. J. Entrepreneurship Innov.* 13(4): 287-299.
- WALLIN J., ISAKSSON O., LARSSON A. & ELFSTRÖM B. 2014. Bridging the gap between university and industry: Three mechanisms for innovation efficiency. *Int. J. Innov. Technol. Manag.* 11(01): 140005.
- ZURBRIGGEN C. & GONZÁLEZ LAGO M. 2010. Políticas de Ciencia, Tecnología e Innovación en los países del MERCOSUR. Centro de Formación para la Integración Regional.

SERIE DE ESTUFA UNIVERSAL UF



ESTUFA UNIVERSAL UF30

Volumen 32 L

Rango de temperaturas
+20 hasta +300°C

Material de fabricación:
acero inoxidable

Voltaje consumo eléctrico
230 V, 50/60 Hz aprox. 1600 W

ESTUFA UNIVERSAL UFI060

Volumen 1060 L

Rango de temperaturas
+20 hasta +300°C

Material de fabricación:
acero inoxidable

Voltaje consumo eléctrico 400 V y 3 x 230 V
sin n., 50/60 Hz aprox. 7000 W

Tecnología y calidad alemana

Esta serie de estufas universales con circulación de aire forzado de diversos volúmenes ofrecen secado y calentamiento uniforme en toda la cámara con un controlador de regulación de temperatura en sus versiones SingleDisplay y TwinDisplay permitiendo ensayos precisos en el ámbito de la investigación, la ciencia y el control de calidad.

LabTech



Generador de Nitrógeno Líquido

Independícese para la producción de nitrógeno líquido liberándose de la carga de los contenedores, produciéndolo localmente según sus necesidades.

6 buenas razones para elegir el Generador de Nitrógeno Líquido **LabTech**

Mejor por **desempeño, durabilidad, seguridad y diseño**

- | | | |
|--|---|--|
| ✓ Extremadamente fácil de usar
Sin errores y ahorro de tiempo | ✓ Robustez
Larga durabilidad | ✓ Bajo nivel de ruido
Comodidad de los trabajadores de laboratorio |
| ✓ Analizador de oxígeno incorporado con alarma
Seguridad para los trabajadores y el laboratorio. | ✓ Sistema de seguridad de interbloqueo único
Prevención de accidentes | ✓ Voltaje conmutable
Flexibilidad extrema |