



**TESIS DOCTORAL**

**DESARROLLO DE MATERIALES  
CERÁMICOS PARA SOPORTES Y  
MATERIAL DE ENHORNAMIENTO.**

Marcos Lomba Suárez

INSTITUTO DE CERAMICA DE GALICIA  
CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES



Universidad de Santiago de Compostela

Instituto de Cerámica de Galicia

Pro.f Dr D. Francisco Guitián Rivera, Investigador Científico. Instituto de Cerámica de Galicia, Universidad de Santiago de Compostela.

Como Director de la Tesis titulada “DESARROLLO DE MATERIALES CERÁMICOS PARA SOPORTES Y MATERIAL DE ENHORNAMIENTO” presentada por D. Marcos Lomba Suárez. Alumno del programa de Doctoramiento de Ciencia y Tecnología de Materiales.

Autoriza la presentación de la tesis indicada, considerando que reúne los requisitos exigidos en el artículo 34 del reglamento de Estudios de Doctoramiento y que como Director de la misma no incurre en las causas de abstención establecidas en la Ley 30/1.992.

Y para que conste, a los efectos oportunos firman el presente certificado en Santiago de Compostela a 11 de Noviembre de 2.015.

Fdo: Prof. Dr D. Francisco Guitián Rivera

A mi Familia y Amigos.



# DESARROLLO DE MATERIALES CERÁMICOS PARA SOPORTES Y MATERIAL DE ENHORNAMIENTO.

## RESUMO

Se realiza una evolución e desenvolvemento de Materiais Cerámicos de Cordierite - mulita e Mulita-Alúmina que serven como soportes de enhornamiento para a industria Ceramica e para os procesos que impliquen tratamento térmico. Os materiais a desenvolver son principalmente os materiais usados hoxe en día en este campo ,tales como Materiais Silicoaluminosos, Materiais de Cordierite e Cordierite –Mulita, Materiais de Mulita e Materiais de Mulita-Alúmina. As propiedades físicas de varias composicións son estudados e se seleccionan as composicións que podan ser realizables industrialmente, en realidade, estas composicións seleccionadas xa comezaron a fabricar en fábricas de refractarios.

## PALABRAS CHAVE

Cordierite, Mulita, Choque Térmico, Materia Pirma, Microscopía

## RESUMEN

Se realiza una evolución y desarrollo de Materiales cerámicos de Cordierita-Mullita y Mullita Alúmina que sirvan como soportes y material de enhornamiento para la industria cerámica y para los procesos donde intervenga un tratamiento térmico. Lo materiales a evolucionar son principalmente los materiales utilizados hoy en día en este campo, tales como materiales Silicoaluminosos, Materiales de Cordierita y Cordierita-Mullita, Materiales de Mullita y materiales de Mullita Alúmina. Se estudian las propiedades físicas de varias composiciones y se seleccionan las composiciones que puedan ser realizables industrialmente, de hecho estas composiciones ya han iniciado su fabricación en fábricas de refractarios.

## PALABRAS CLAVE

Cordierita, Mullita, Choque térmico, Materia prima, Microscopía

## **SUMMARY**

Evolution and development of ceramic materials Cordierite-Mullite and Mullite -Alumina serve as supports and kiln furniture material for the ceramic industry and processes which involved heat treatment is performed. The evolve materials are mainly used today in this field materials, such as Silicoaluminous Materials and Cordierite, Cordierite-Mullite, Mullite, Mullita-Alumina Materials. The physical properties of various compositions are studied and compositions can be industrially feasible, in fact these compositions are selected, have already started refractory manufacturing factories.

## **KEY WORDS**

Cordierite, Mullite, Thermal Shock, Raw Material, Microscopy





# Índice

## INDICE:

<b>1.- INTRODUCCIÓN:</b> .....	1
<b>1.2 OBJETIVOS</b> .....	5
<b>2.- MATERIALES REFRACTARIOS DE CORDIERITA PARA APLICACIÓN COMO MATERIAL DE ENHORNAMIENTO EN LA INDUSTRIA.</b> .....	9
<b>2.1 – MATERIALES DE CORDIERITA.</b> .....	9
2.1.1 Expansión térmica de la Cordierita .....	11
2.1.2 Otras propiedades de la Cordierita. ....	12
<b>2.2 – EL SISTEMA <math>\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}</math></b> .....	12
2.2.1 Preparación de la Cordierita. ....	14
2.2.2 Influencia del $\text{TiO}_2$ . ....	17
2.2.3 Tratamiento térmico de la Cordierita.....	17
<b>2.3 PROPIEDADES DIELECTRICAS DE LA CORDIERITA COMO MATERIAL CERÁMICO AISLANTE.</b> .....	19
2.3.1 PASTAS DE ESTEATITA.....	23
2.3.2.- INTERÉS INDUSTRIAL DE LOS MATERIALES DE CORDIERITA ESTEATITA. ....	27
<b>2.4 RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO</b> .....	31
2.4.2 Formación de Microgrietas en Materiales Cerámicos.....	43
2.4.3 Dilatación Térmica .....	45
<b>3.- MATERIALES DE PARTIDA, TÉCNICAS Y MÉTODOS DE ENSAYO</b> .....	53
<b>3.1 TÉCNICAS Y MÉTODOS EXPERIMENTALES</b> .....	53
3.1.1 DENSIDAD.....	53
3.1.2 ANÁLISIS QUÍMICO.....	56
3.1.3 AREA DE SUPERFICIE ESPECÍFICA .....	57
3.1.4 RESISTENCIA MECÁNICA .....	59
3.1.5 DIFRACCION DE RAYOS X .....	60
3.1.6 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO.....	61
3.1.7 MICROESTRUCTURA .....	64
3.1.8 DILATACIÓN TÉRMICA.....	67
3.1.9 RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO.....	69
3.1.10 FLEXIÓN EN CALIENTE. ....	71
3.2.1 PROCESO DE MEZCLADO DE MATERIAS PRIMAS .....	75
3.2.2 SECADO Y ALMACENAMIENTO. ....	78
3.2.3 PRENSADO DE PRODUCTOS CERÁMICOS.....	79
3.2.4 EXTRUSIÓN DE PRODUCTOS CERÁMICOS .....	85
3.2.5 COLAJE DE PRODUCTOS CERÁMICOS .....	91
3.3 MATERIAS PRIMAS DE PARTIDA: .....	96
<b>4.- DISEÑO DE COMPOSICIONES DE CORDIERITA Y RESULTADOS OBTENIDOS.</b> .....	115

4.1 COMPOSICIONES DE CORDIERITA A BASE DE CARBONATO DE MAGNESIO.....	118
4.1.1 Composición ALC -1.....	118
4.1.2 Composición ALC 2.....	121
4.1.3 Composición ALC 3.....	123
4.1.4 Composición ALC 4.....	125
4.1.5 Composición ALC 6.....	127
4.1.6 Composición ALC 7,.....	129
4.1.7 Composición ALC 8.....	131
4.1.8 Composición ALC 9.....	133
4.1.9 Discusión de resultados:.....	136
4.2 COMPOSICIONES MLS A BASE DE TALCO.....	140
4.2.1 Composición MLS 1.....	140
4.2.2 Composición MLS-2.....	142
4.2.3 Composición MLS 3.....	144
4.2.4 Composición MLS 4.....	146
4.2.5 Composición MLS 5.....	148
4.2.6 Composición MLS 6.....	150
4.2.7 Composición MLS 7.....	152
4.2.8 Composición MLS 8.....	154
4.2.9 Composición MLS 9.....	156
4.2.10 Composición MLS 10.....	158
4.2.11 Composición MLS 11.....	160
4.2.12 Discusión de resultados:.....	164
4.3.1 Composición BLF 1.....	167
4.3.2 Composición BLF 2.....	169
4.3.3 Composición BLF 3.....	171
4.3.4 Composición BLF 4.....	173
4.3.5 Composición BLF 5.....	175
4.3.6 Composición BLF 6.....	177
4.3.7 Discusión de resultados.....	180
<b>5.- DISEÑO DE COMPOSICIONES DE MULLITA Y RESULTADOS OBTENIDOS.....</b>	<b>185</b>
<b>5.1 COMPOSICIONES DE MULLITA A BASE DE MEZCLAS ARCILLA CAOLIN Y ALÚMINA HECHAS MEDIANTE EL PROCESO DE EXTRUSIÓN.....</b>	<b>187</b>
5.1.1 Composición Matriz 1.....	187
5.1.2 Composición Matriz 2.....	189
5.1.3 Composición Matriz 3.....	191
5.1.4 Composición Matriz 4.....	193
5.1.5 Composición Matriz 5.....	195
5.1.6 Discusión de resultados.....	198

<b>5.2 COMPOSICIONES DE MULLITA ALÚMINA A BASE DE MEZCLAS ARCILLA CAOLIN Y ALÚMINA CALCINADA JUNTO CON GRANOS DE OTROS MATERIALES HECHAS MEDIANTE EL PROCESO DE EXTRUSIÓN.</b> .....	203
5.2.1 Composición Mullita Alúmina ROD 1 .....	203
5.2.2 Composición de Mullita Alúmina ROD 2 .....	205
5.2.3 Composición de Mullita Alúmina ROD 3 .....	207
5.2.4 Composición de Mullita Alúmina ROD 4 .....	209
5.2.5 Composición de Mullita Alúmina ROD 5 .....	211
5.2.6 Composición de Mullita Alúmina ROD 6 .....	213
5.2.7 Composición de Mullita Alúmina ROD 7 .....	215
5.2.8 Discusión de resultados .....	218
<b>5.3 MULLITA-ALUMINA CON INCLUSIONES DE CARBURO DE SILICIO.</b> .....	223
<b>6.-CONCLUSIONES</b> .....	227
<b>7.- REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	233





# Capítulo 1

**Introducción**

## 1.- INTRODUCCIÓN:

La presente tesis doctoral abarca el estudio de la fabricación de materiales de enhornamiento de forma industrial partiendo de materias primas, algunas de ellas naturales y otras sintéticas, utilizando procesos de conformación tradicionales que han evolucionado a lo largo de los años y unos procesos de tratamiento térmico con el objetivo de obtener productos que necesita la industria de hoy en día.

Para ello, se realizan estudios y diseño para la fabricación de piezas industriales en serie partiendo del desarrollo y puesta a punto de nuevas materias primas que se ponen en el mercado y desarrollando sistemas de tratamiento térmico que permitan la fabricación de forma rápida y eficaz.

En uno de los casos de desarrollo, la aplicación final que en principio servía como material de enhornamiento, ha evolucionado para ser utilizado como material cerámico emisor de calor, para ello, y partiendo de una material de Cordierita-Mullita se ha derivado introduciendo una fase cristalográfica diferente con el objeto de aumentar la resistencia eléctrica y su resistencia mecánica.

La información y conclusiones obtenidas en este trabajo son fruto de ensayos y estudios de laboratorio que posteriormente se han llevado a cabo pruebas de planta piloto y pruebas industriales, hasta poner en marcha una línea de fabricación industrial.

Esta tesis surge como una idea que prácticamente nadie ha hecho hasta ahora o no ha tenido el éxito que, en el ámbito de esta realidad, se aprovecha todo el caudal de información que se lleva acumulado acerca de lo materiales Refractarios de Cordierita y que, en muchas ocasiones, no se ha llegado a poder interpretar pues lo único que se pretende en la industria es dar con el producto requerido sin entrar a entender los mecanismos de su formación ni el porqué de sus propiedades.

A lo largo de esta tesis se intentar entender los mecanismos de preparación de los materiales refractarios de Cordierita y Mullita para aplicación a material de enhornamiento, sus materias primas, la función de cada uno de sus componentes y sus propiedades físico-químicas. Todo ello con la finalidad de diseñar composiciones optimizadas a las exigencias de cada proceso y aplicación y conocer la respuesta de estos materiales a las prestaciones requeridas.

La producción de cerámica Microcristalina a base de Cordierita-Mullita destaca por su bajo coeficiente de expansión térmica, una resistencia al choque térmico y un coste relativamente bajo pues utiliza materias primas naturales que aun siendo elaboradas, el coste no es muy alto. Sin embargo, la obtención de Cordierita-Mullita necesita un cuidado especial en la sinterización pues tiene un margen de temperatura de cocción muy estrecho debido a la proximidad de puntos eutécticos en el Diagrama ternario  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ .

Los refractarios de Cordierita-Mullita tienen un mercado de producción de placas y material de enhornamiento para la cocción de materiales cerámicos tales como sanitarios y cerámica de mesa, también se utiliza como quemador para elementos calefactores o como soporte y filtro de partículas en los catalizadores de automóviles tanto de Gasolina como Diésel. Combinan una baja dilatación térmica con un excelente resistencia al choque térmico su refractariedad es alta llegando a soportar temperaturas hasta  $1.350^\circ\text{C}$ .

La mayoría de los materiales cerámicos, debido a su fragilidad, están sujetos a fracturas generadas por estar sometidos a condiciones de alta transferencia de calor y / o variaciones bruscas de temperatura. Para minimizar este efecto se puede mejorar la resistencia a la iniciación de la fractura mejorando la resistencia mecánica del material o bien la resistencia a la propagación de grietas a través de la incorporación de defectos y microgrietas en la estructura dificultando y dispersando la propagación de grietas en un campo de tensiones térmicas.

La incorporación de defectos en la matriz mejora la resistencia a las tensiones térmicas de los materiales frágiles mediante la introducción de una segunda fase. De ahí que hablemos siempre de que los materiales de Cordierita tienen una segunda fase de Mullita por eso hablamos de Cordierita-Mullita y en el caso de la Mullita, la introducción de Alúmina como segunda fase y decimos Mullita-Alúmina.

El juego con el diseño de la composición y como consecuencia su variación en la microestructura de estos materiales hacen de este trabajo y su aplicación industrial que los materiales cerámicos tengan una mejora en las propiedades termo-mecánicas y su resistencia al choque térmico, prolongando la vida útil de estos materiales en aplicaciones donde las variaciones bruscas de temperatura restringen el uso de los materiales cerámicos.

Es tradición que en las empresas de fabricación de materiales refractarios sean pequeñas empresas que parten con unos conocimientos experimentales hechos en cerámica o bien de experiencias obtenidas

en otras empresa y la mayor parte de la investigación básica y el desarrollo de nuevos productos se lleva a cabo, en la mayoría de los casos, por el método tradicional de ensayo y error.

Igualmente, el responsable de I+D en estas empresas suele ser un Titulado Superior cuya especialización se realiza en dicha empresa con la experiencia adquirida en el día a día, pero que no sólo se dedica a una actividad concreta sino que se intenta concentrar otros temas como Calidad, Medioambiente y en algunos casos Seguridad y Salud. Depende del tamaño de la empresa las personas deben compartir funciones con el objeto de tener flexibilidad.

Sin embargo, cada vez más, las empresas buscan en organismos oficiales, Universidades, Grupos de Investigación, y Asesores Técnicos que son ajenos a las mismas para poder rentabilizar al máximo el capítulo dedicado a I+D y así poder avanzar de forma más rápida el desarrollo de nuevos productos.

En épocas de crisis como la que estamos pasando, donde las empresas necesitan reconvertirse para poder seguir adelante, no hay tiempo para realizar proyectos a largo plazo sino que, partiendo de una idea, aplicarla de la forma más rápida posible y, como en este caso, buscar también la empresa que sea solvente y que puede llevar a cabo la idea de negocio.

Por todo ello, los responsables de I+D en las empresas deben tener, cada vez más, una amplia base científica para saber extraer la máxima información de los múltiples ensayos que se realizan en centros ajenos a la propia empresa, de la bibliografía y deben familiarizarse con multitud de técnicas que son necesarias para la caracterización físico-química de los materiales cerámicos evaluando las prestaciones de los mismos, pero sin ser expertos usuarios de todos y cada uno de los instrumentos requeridos.

## 1.2 OBJETIVOS

Los objetivos definidos para el trabajo de tesis que aquí se presenta son los siguientes:

- 1.- Evaluar las materias primas que se van a utilizar en el trabajo a estudiar, para ello, algunas materias primas han sido evolucionadas de forma industrial para poder llegar a ser utilizadas.
- 2.- Diseñar matrices de materiales de Cordierita-Mullita mediante la mezcla de materias primas, lograr formar in situ la Cordierita-Mullita.
- 3.- Diseño de composiciones de Cordierita-Mullita que se puedan fabricar por los 3 procesos industriales más importantes a día de hoy: Prensado axial, Extrusión y Colaje.
- 4.- Ciclos de cocción y desarrollo de un horno de rodillos para la fabricación de productos de Cordierita-Mullita.
- 5.- Determinar la influencia de la formación de Esteatita en un material de Cordierita-Mullita y utilizar dicho material como elemento calefactor a partir de la generación de corriente eléctrica.
- 6.- Evolución de ensayos para verificar el funcionamiento de un material en una planta industrial como material de enhornamiento, mejorando la resistencia a la flexión a alta temperatura y mejorando el choque térmico y el ciclo térmico.
- 7.- Poner en marcha nuevos productos de forma industrial.
- 8.- Diseño de Materiales de Mullita Alúmina para aplicaciones a tubos y soportes.
- 9.- Infiltración de Materiales de Mullita-Alúmina con Sílice para aplicaciones a tubos cerámicos.
- 10.- Desarrollos de Materiales con inclusiones de Carburo de Silicio.



# Capítulo 2

**MATERIALES REFRACTARIOS DE CORDIERITA  
PARA APLICACIÓN COMO MATERIAL  
DE ENHORNAMIENTO EN LA INDUSTRIA.**

## 2.- MATERIALES REFRACTARIOS DE CORDIERITA PARA APLICACIÓN COMO MATERIAL DE ENHORNAMIENTO EN LA INDUSTRIA.

### 2.1 – MATERIALES DE CORDIERITA.

La Cordierita es un mineral natural descubierto por un geólogo Francés Louis Cordier (1.777-1.861), aunque exista en la naturaleza, para aplicaciones cerámicas y refractarias siempre se ha trabajado con material sintético formado a partir de Arcillas y Caolines, Talcos o Magnesitas y Alúmina. Se sabía que la adición de Óxido de Magnesio a la arcilla daba lugar a materiales que tenían mayor resistencia a los cambios térmicos.

Parmelee & Baldwin,<sup>1</sup> en 1.913 hacen mezclas cerámicas a partir de arcillas y Talco con gran resistencia al choque térmico, después Montgomery<sup>2</sup> hace referencia a un grupo de masas dentro del diagrama SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO con el objetivo de ver la resistencia al choque térmico.

El primer estudio de sistema SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO fue llevada a cabo por Rankin & Mervin<sup>3</sup> en el año 1.918, desde entonces se han llevado a cabo muchas investigaciones sobre este sistema, contribuye a este estudio la zona tan reducida de la zona central del diagrama de estabilidad de la Cordierita y la complejidad de su comportamiento físico y químico, que determinan muchas propiedades de interés para el empleo industrial de este compuesto cerámico.

Aunque la mayoría de estas relaciones han sido definidas a lo largo de varios estudios, hay muchos puntos que necesitan ser revisados y son objetos de diferencias de criterio en la literatura, se ha comprobado a lo largo de las investigaciones tanto teóricas como industriales que las materias primas con las que se parte para hacer un estudio tienen una relación directa con los resultados obtenidos en la investigación y en el desarrollo de productos a nivel de planta piloto o industrial.

Durante ese tiempo se sabía también que la sustitución de Feldespato por MgO daba lugar a la obtención de productos con mejores propiedades dieléctricas y mejor resistencia al choque térmico.

Rankin & Mervin<sup>3</sup> en sus primeros trabajos sobre el sistema SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO indicaron la posibilidad de que la solución sólida de la Cordierita podría no estar situada en la composición estequiométrica 2MgO-2Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5SiO<sub>2</sub> sino en la composición 2MgO-2Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-6SiO<sub>2</sub>. Hummel & Reid<sup>4</sup> en el año 1.951 extendieron la posibilidad para la composición 1MgO-1Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4SiO<sub>2</sub>. Por otro lado, un estudio intensivo de la composición y estados estructurales de Cordieritas Anhidras concluyeron que la composición de Cordierita es 2MgO-2Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5SiO<sub>2</sub> y que no existe solución sólida dentro de la zona de

error experimental que podría indicar que todas las soluciones sólidas relacionadas son fases metaestables.

La clasificación de las formas polimórficas demostró que la Cordierita es conocida en 3 fases polimórficas, Rankin & Merwin <sup>3</sup> ya tenían distinguidas 2 fases polimórficas de composición ternaria  $2\text{MgO}-2\text{Al}_2\text{O}_3-5\text{SiO}_2$ , la forma  $\alpha$ -Cordierita, fase que es estable y la fase  $\mu$ -Cordierita, fase que es inestable. Otros estudios posteriores indicaron la semejanza entre la  $\mu$ -Cordierita y la  $\beta$ -Espodumena, se define la  $\beta$ -Cordierita como forma estable de baja temperatura similar a la teoría propuesta por Yoder <sup>5</sup> en el año 1.952 teniendo un punto de inversión reversible a  $830^\circ\text{C}$ . Esta forma podría ser obtenida a partir de fases  $\alpha$ -Cordierita o  $\mu$ -Cordierita o bien de vidrios de la misma composición.

Según Karjhanavala<sup>6</sup>, la Cordierita se forma fase  $\alpha$ -Cordierita por reacción en estado sólido entre  $950^\circ\text{C}$  y  $1.460^\circ\text{C}$  a partir de mezclas apropiadas o bien entre  $1.050^\circ\text{C}$  a  $1.460^\circ\text{C}$  de la mezcla fundida. La forma  $\beta$ -Cordierita se forma únicamente por tratamiento hidrotermal a temperaturas inferiores a  $830^\circ\text{C}$  de un vidrio de composición apropiada de la forma  $\mu$ -Cordierita o bien la forma  $\alpha$ -Cordierita. Las fases metaestables se transforman en  $\alpha$ -Cordierita cuando se calientan a temperaturas superiores a  $830^\circ\text{C}$ .

Otro autor Miyashiro <sup>7</sup> basado en otros trabajos llevados a cabo por Iiyama <sup>8</sup>, Sugiura <sup>9</sup> y Kuroda <sup>10</sup> propone una clasificación diferente a la indicada por Karjhanavala <sup>6</sup>, es una serie estructural completa entre una forma hexagonal, Indialita y una forma Ortorrómbica, Perdistorsional cordierita. Miyashiro <sup>7</sup> no hace distinciones entre Cordierita Natural y Cordierita Sintética, pero utiliza el término Indialita para la forma isoestructural con el Berilio y el término Cordierita para las formas Ortorrómbicas.

También indica, como consecuencia de los trabajos llevados a cabo sobre el calentamiento de Cordieritas Sintéticas y naturales que la Indialita magnésica es estable entre  $1.440^\circ\text{C}$  y el punto de fusión, mientras que la Cordierita Subdistorsional es estable entre  $1.130^\circ\text{C}$  y  $1.440^\circ\text{C}$  aproximadamente y la Cordierita Perdistorsional solo es estable por debajo de  $1.130^\circ\text{C}$ . La forma hexagonal se desarrolla comúnmente a temperaturas por debajo de la zona de estabilidad de la Indialita como consecuencia de un crecimiento rápido del cristal.

Ambas Cordieritas  $\alpha$  y  $\beta$  muestran simetría hexagonal, a diferencia de la Cordierita Natural que es Ortorrómbica. Esta forma llamada Indialita, demostró que el hecho de que existe una transición continua entre Cordieritas Hexagonales y Ortorrómbicas. Debido al desvío de la estructura Hexagonal y los diferentes índices de refracción se clasificaron 5 formas polimórficas de la Cordierita. Se han realizados estudios sobre la inversión de la Cordierita frente a la deshidratación, También existen clasificaciones de

Cordierita en relación al índice de distorsión de la Cordierita Hexagonal con desvíos de la simetría Hexagonal.

Por tanto, el calentamiento de una Cordierita da lugar a un cambio gradual a través de todas las estructuras intermedias a la forma estable a la temperatura de calentamiento, Indialita.

Singer <sup>11</sup> patenta una serie de composiciones con el 30-70% de Talco, 15-40% de arcilla y 15-30% de hidróxido de Aluminio indicando que dicha fase cristalina pertenece al grupo Cordierita-Nefelina-Plagioclasa.

Se establece que la Cordierita es el único compuesto ternario estable dentro de diagrama  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  y que es la causa de una baja dilatación térmica de los cuerpos cerámicos de los cuales forma parte sin embargo, como consecuencia de todos estos trabajos, y debido a las alteraciones estructurales de la Cordierita, no es posible asegurar la forma de la Cordierita que se obtiene en las masas cerámicas, así como tampoco es posible asegurar que no varíe la estructura debido a las curvas de temperatura de cocción y los tiempos de residencia (Palier).

### 2.1.1 Expansión térmica de la Cordierita .

La expansión térmica de la Cordierita es anisotrópica pues tiene un contracción a lo largo del eje C y una expansión a lo largo del eje A. Fisher et al <sup>12</sup> en el año 1.974 midieron la expansión de la Cordierita Hexagonal concluyendo que entre 20°C y 1.200°C el coeficiente de dilatación es de  $2,94 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  El método utilizado tal vez no fuera el ideal.

Posteriormente se han hecho muchos estudios encontrando gran diversidad de resultados con valores de coeficiente de dilatación que van desde  $0,5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  hasta valores próximos a  $3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$

Se han obtenido valores inferiores en el coeficiente de Dilatación entre 0 y 200°C  $0,1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  demostrándose que la dependencia del coeficiente de dilatación térmica con la temperatura no es una función lineal y que cualquier conclusión obtenida como resultado de la comparación de dos Cordieritas Cerámicas pueden ser muy dispares si no son medidos en el mismo margen y con las mismas condiciones de temperatura. Según la orientación de los cristales del cuerpo a medir, se obtendrán todos los valores posibles comprendidos entre el valor de dilatación máximo según el eje A y el mínimo según el eje C.

### 2.1.2 Otras propiedades de la Cordierita.

A parte del coeficiente de dilatación que hemos mencionado anteriormente, La Cordierita, aunque tiene resistencia a los ataques de bases y ácidos, un trabajo desarrollado por Gugel y Vogel <sup>13</sup> han determinado que con Ácido Sulfúrico caliente entre el 30 y el 80% y con con Ácido Clorhídrico entre un 5 al 20% , la Cordierita natural molida se disuelve entre un 30 y un 50% después de 6 – 8 horas de ataque.

## 2.2 – EL SISTEMA $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$

El diagrama de fases ternario correspondiente al sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  es uno de los más interesantes para la cerámica industrial en general y la industria del refractario en particular.

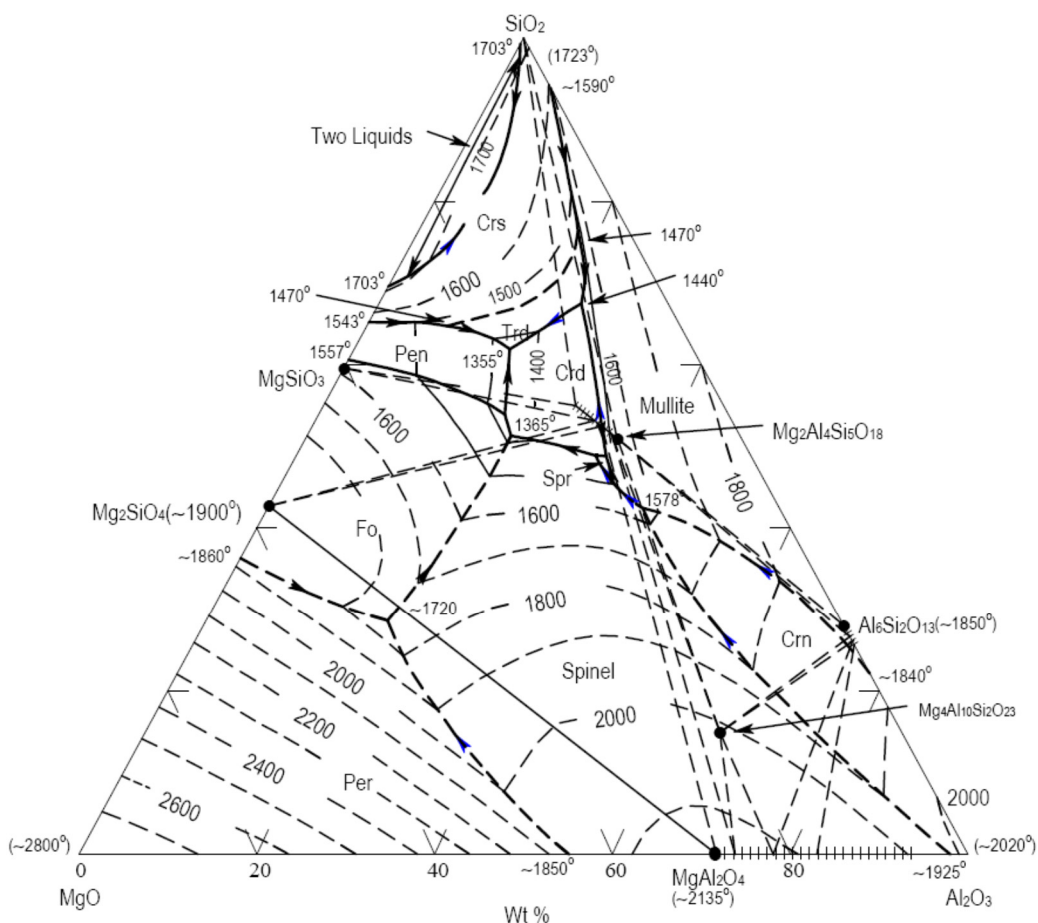


Figura 2.2.1. - Diagrama  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$

En este sistema, se localizan compuestos que dan lugar a familias de materiales cerámicos de propiedades físico-químicas muy diferenciadas: 2 compuestos ternarios como son la Cordierita  $2\text{MgO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5\text{SiO}_2$  y la Safirina  $(4\text{MgO}\cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2)$ ; 4 compuestos binarios como son el Metasilicato de

Magnesio ( $\text{MgO-SiO}_2$ ) en sus tres formas alotrópicas (Ortoenstatita, protoenstatita y clinoenstatita), el Ortosilicato de Magnesio o Forsterita ( $2\text{MgO-SiO}_2$ ), la Espinela ( $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ ) y la Mullita ( $3\text{Al}_2\text{O}_3-2\text{SiO}_2$ ).

Por último están los 3 óxidos primarios presentes en la naturaleza como Periclasa ( $\text{MgO}$ ), Corindón ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y la Sílice ( $\text{SiO}_2$ ).

Todos estos compuestos poseen unas propiedades físicas muy definidas y se pueden definir en la siguiente tabla:

		FASE MINERALÓGICA				
		PERICLASA	FORSTERITA	ESPINELA	PROTOENSTATITA	CORDIERITA
PROPIEDADES	Refractariedad	Excelente	Alta	Media	Media	Baja
	Resistencia al Choque Térmico	Baja	Baja	Baja	Baja	Excelente
	Resistencia Dieléctrica	Alta	Excelente	Alta	Excelente	Media
	Resistencia a La Flexión	Baja	Media	Alta	Alta	Baja

Tabla 2.2.2. Propiedades Físicas de algunos materiales presentes en el Diagrama de Fases  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ .

Se pueden obtener materiales cerámicos de gran resistencia al choque térmico y baja resistencia mecánica (Cordierita) y, por el contrario, materiales con baja resistencia al choque térmico y excelentes propiedades mecánicas (Espinela). Igualmente hay materiales de gran resistencia dieléctrica (Protoenstatita y Forsterita) y otros de baja resistencia dieléctrica como la Cordierita.

Dentro de las aplicaciones industriales de las habitualmente denominadas material de Enhornamiento, se encuentra una familia de composiciones que es comúnmente utilizada para la fabricación de piezas que sirvan de soporte para alta temperatura: la Cordierita-Mullita cuyas composiciones se van a discutir en esta tesis.

### 2.2.1 Preparación de la Cordierita.

Aunque existe Cordierita natural, ésta es ortorrómbica con un índice de refracción entre 1,52 y 1,53 con una densidad de  $2,6 \text{ g/cm}^3$  y una dureza entre 7 – 8 en la escala de Mohs, sus yacimientos son raros y, debido a la presencia de impurezas no tiene sentido la utilización de este producto de forma natural. Por otro lado existe desde hace muchos años la fabricación de Cordierita Sintética, llamado Artal 70, se trata de una mezcla de 30% de Talco Luzenac y 70% de Arcilla, este producto se fabrica en Francia y es comercializado a lo largo de todo el mundo.

Sin embargo, la obtención de Cordieritas Técnicas a día de hoy se utilizan materias primas con el objetivo de formar la Cordierita in situ, una vez que el material está confirmado, se ha demostrado a lo largo del tiempo que la adición de Cordierita sintética a una composición genera más problemas que ventajas.

Tal como se ha comentado anteriormente, la Cordierita cerámica se elabora de forma sintética a partir de una variedad de materias primas a base de Caolín, Talco, Magnesita, Alúmina. El material cerámico de Cordierita obtenido puede contener una o más fases meta estables o extensiones de fases de equilibrio, tal como una extensión meta estable de soluciones sólidas tanto definitivas como intermediarias, también puede tener estructuras con varios grados de ordenación, y otras fases en medio, principalmente Mullita  $3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$  fase que veremos posteriormente como base de las formulaciones para material de enhornamiento.

En el diagrama de fases  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  se representa una zona de dicho diagrama de fases donde se puede observar el campo de estabilidad de la Cordierita. Como se observa, dentro de campo de la Mullita se produce la Cordierita, primero como transformación peritética al enfriar a  $1.460^\circ\text{C}$  y posteriormente por disolución de la Mullita en el vídrio dando lugar a la Cordierita. EL campo primario de separación se produce entre  $1.345^\circ\text{C}$  y  $1.460^\circ\text{C}$ . El campo de estabilidad de la Cordierita se encuentra rodeado por 6 puntos eutécticos cuyos puntos de fusión y composición de fases pueden verse en la figura 2.2.3 El eutéctico más alto se produce para la composición Cordierita-Safirina-Mullita y el eutéctico más bajo para la composición Protoenstatita-Tridimita-Cordierita, por lo tanto, si queremos Cordierita de elevada refractariedad, tenemos que movernos en el campo próximo al eutéctico producido por la Mullita-Cordierita-Safirina.

Los materiales con alto contenido en Cordierita tienen un margen de cocción muy limitado, si la temperatura es baja, la Cordierita no se desarrolla bien y si nos pasamos de temperatura, la Cordierita se descompone en Mullita y Forsterita, ambas con un coeficiente de dilatación más elevado.

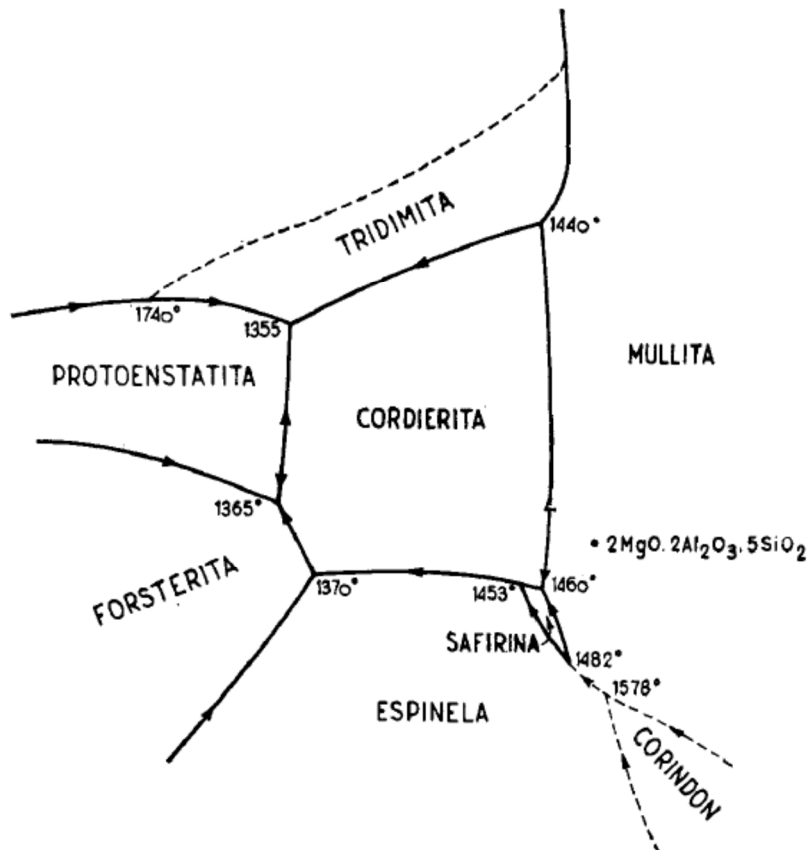


Figura 2.2.3 Zona de estabilidad de la Cordierita en del diagrama de fases SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO <sup>14</sup>

Debido a que las materias primas que se utilizan de partida tienen pérdida de calcinación, tanto el Talco, como las Arcillas y Caolines pierden agua H<sub>2</sub>O y en el caso de la Magnesita pierde CO<sub>2</sub>, es imposible hacer materiales densos de forma directa, solo se podrían fabricar cuerpos densos moliendo y sinterizando una mezcla que ha sido compactada y tratada térmicamente. Por tanto la fabricación mayoritaria de estos productos son porosos, esa porosidad además proporciona un mejor comportamiento al choque térmico.

Las propiedades de la Cordierita formada de forma sintética van a depender por tanto de la composición, las materias primas utilizadas, impurezas y aditivos así como todo el proceso cerámico, desde la mezcla como la forma de compactación y su sinterización en un horno de temperatura. Todos estos factores influyen de tal manera que no se puede siempre determinar sus efectos individuales. Algunos factores que se estudian de forma individualizada son los efectos de las impurezas que contienen las materias primas, como ejemplo la presencia de Óxido de Calcio CaO que en % muy bajos como 200ppm aumenta de forma considerable la expansión térmica de las mezclas de Cordierita. En presencia de un 1% de CaO se reduce la temperatura de formación de fase líquida en torno a 50°C generando

vídríos estables en el campo de la Cordierita pero para la mayoría de las aplicaciones, la presencia de fase líquida a menor temperatura es un inconveniente.

Los vidrios con composición basada en la Cordierita tienen un coeficiente de expansión térmica relativamente alto,  $3,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  entre 20 y 800°C. Normalmente se calcula que la expansión térmica esperada es igual a la suma de la expansión térmica de las fases individuales y su fracción volumétrica. Si se modifica la relación Vidrio- Cordierita y se utilizan tratamientos térmicos adecuados, se verifica que la expansión térmica del material obtenido varía en función lineal al contenido de vidrio.

Las materias primas más empleadas son Arcilla, Talco y Alúmina, A parte de la liberación de productos de la pérdida de calcinación, generalmente agua H<sub>2</sub>O, el talco libera Sílice SiO<sub>2</sub> lo que da lugar a un aumento y variación en el coeficiente de dilatación, por lo que si se busca un descenso en la SiO<sub>2</sub> libre el talco se sustituye por Magnesita MgCO<sub>3</sub> El 50% de la Magnesita es CO<sub>2</sub> por lo que, una vez calcinado el material va a ser mucho más poroso que las composiciones fabricadas con Talco.

Normalmente, las composiciones llevan Alúmina Calcinada, la Alúmina Calcinada es más difícil que reaccione por lo que el margen de temperatura durante el tratamiento térmico se vuelve mucho más estrecho y al mismo tiempo es necesario ampliar el palier de cocción. Lamar<sup>15</sup> propone la utilización de una materia prima natural, la Sierralita, se trata de un Silicato Aluminio y Magnesio hidratado perteneciente al grupo de las Cloritas cuya composición es ideal para la formulación de Cordierita siendo la composición más sencilla de formular y mezclar sus componentes.

La selección de materias primas y el método de procesamiento, puede resultar como consecuencia un agregado policristalino anisotrópico debido a la orientación preferencial de los cristales de Cordierita. Este proceso fue utilizado por Lachman & Lewis<sup>16</sup> para preparar una Cordierita Monolítica Anisotrópica a partir de mezclas de Caolín con Talco por el procesamiento de extrusión. Las formas obtenidas muestran un coeficiente de dilatación bajo en un eje de la extrusión y un coeficiente de Dilatación alto en el eje perpendicular a la extrusión.

### 2.2.2 Influencia del TiO<sub>2</sub>.

La presencia de TiO<sub>2</sub> en una mezcla de Cordeirita da lugar a la formación de Titanato de Aluminio TiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, el Titanato de Aluminio es una composición sólida formada entre Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y TiO<sub>2</sub> Cuando reacciona la Alúmina con Anatasa se forma Titanato de aluminio con mayor facilidad que con la reacción de Alúmina con Rutilo, en cualquier caso, el material cerámico forma nódulos de Titanato de Aluminio en medio de la Cordierita, debido a su bajo coeficiente de Dilatación, podemos pensar que es una ventaja, sin embargo hay estudios donde la presencia de TiO<sub>2</sub> es un problema para la formación de Cordierita.

El Titanato de Aluminio es utilizado como cerámica estructural en aplicación a la Industria Vidriera y Siderúrgica. Entre 800 y 1.300°C se puede descomponer en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y TiO<sub>2</sub> de forma parcial o totalmente inhibida por la adición de impurezas con el SiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> y MgO, Staudt <sup>17</sup>

Se han hecho estudios de Cordierita y Titanato de Aluminio como soportes de Catalizador y filtros de partículas DPF en la industria del automóvil.

### 2.2.3 Tratamiento térmico de la Cordierita.

Como hemos mencionado anteriormente, la Cordierita tiene un margen de cocción muy estrecho puesto que entre la temperatura de fusión peritética y la temperatura de líquidos hay un margen muy pequeño de temperatura, unos 25°C, por lo tanto es difícil obtener una masa densa de elevado contenido en Cordierita sin que ésta no se deforme.

Actualmente la cocción de Cordierita se hace en hornos con atmósfera oxidante, utilizando como aporte de energía desde un horno con resistencias eléctricas a un horno de combustión directa quemando Fuel, Diésel, Gas Propano, Gas Natural.

Los hornos pueden ser Hornos intermitentes de cámara o bien hornos túnel para grandes producciones. Los controles de temperatura en los hornos así como el flujo de aire y corrientes dentro de los hornos se regulan de forma electrónica mediante reguladores y sistemas informáticos por lo que actualmente el control y regulación de temperatura ya no es un problema para la fabricación de materiales de Cordierita.



Foto 1 Horno a gas con control automático y arranque automático en caso de parada

Para determinar las curvas de cocción se busca hoy día acompañar la curva de cocción adecuada para la formación de Cordierita así como las posibilidades de cocción del horno en lo que se refiera a su capacidad volumétrica y peso. La optimización de la formación de Cordierita se acompaña siempre del uso de técnicas de análisis tales como el ATD, Difracción de Rayos X determinando la temperatura y ajuste final de una curva de cocción.

### 2.3 PROPIEDADES DIELECTRICAS DE LA CORDIERITA COMO MATERIAL CERAMICO AISLANTE.

Se denominan materiales cerámicos dieléctricos a aquellos materiales que aíslan la conducción de la electricidad. Un material con buenas propiedades dieléctricas será un buen aislador pero no un buen aislador puede tener buenas propiedades dieléctricas.

Un aislador se utiliza para situar un elemento conductor en una posición adecuada y para evitar el flujo de corriente así como poder disipar calor y proteger el medioambiente. Existen varios materiales que cumplen estas funciones (Muchos polímeros), sin embargo, los materiales cerámicos ofrecen la ventaja añadida de ser capaces de operar a altas temperaturas sin sufrir una degradación de las propiedades físicas, mecánicas o bien dieléctricas.<sup>18</sup>

Los dieléctricos vienen definidos en base a su alta resistividad eléctrica y cumplen una función en los circuitos eléctricos para los que la permitividad dieléctrica  $\epsilon'$ , y el factor de pérdidas,  $\text{tg } \delta$  son de mucha importancia.

Se define como constante dieléctrica relativa ( $K'$ ) de un material, a la capacidad de dicho material para almacenar carga eléctrica en comparación al vacío<sup>19</sup>. Así un material con  $K' = 3$  será capaz de almacenar el triple de carga eléctrica por unidad volumétrica que el vacío.

La resistividad eléctrica,  $\rho$ , cuantifica la resistencia que una unidad volumétrica de material ofrece al paso de corriente en un campo de corriente dado. La resistividad eléctrica se expresa en  $\Omega \cdot \text{cm}$ .

Debido a que los materiales soportan campos eléctricos elevados, se utiliza el concepto de resistencia dieléctrica,  $DS$ , definido como el máximo voltaje que puede soportar un material sin presentar degradación física de sus propiedades aislantes que lleven a su rotura.

$$DS = \left( \frac{dV}{dx} \right) = \frac{V}{d} \quad (2.3.1)$$

Siendo  $V_b$  el voltaje que provoca la ruptura y  $d$  el espesor de la muestra y se expresa en  $\text{kV/mm}$ .

Los datos de resistencia dieléctrica son significativos sólo si se definen adecuadamente las condiciones de ensayo. Cuando se realizan medidas de resistencia dieléctrica, hay riesgo de que se

produzcan descargas a través de la superficie de la probeta situada entre electrodos. Esto se evita realizando la medida con la probeta sumergida en un líquido aislante tal como algún aceite de silicona.

Por último, el factor de pérdidas ( $\text{tg } \delta$ ) hace referencia a la pérdida de energía por ciclo (normalmente en forma de calor). Los materiales cerámicos con valores como los dados en la tabla 2.3.1 pueden clasificarse como buenos dieléctricos <sup>18</sup>.

Tabla 2.3.1 Características dieléctricas de un aislante

Constante Dieléctrica Relativa, $K'$	< 30
Resistividad Eléctrica, $\rho$	> $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$
Resistencia Dieléctrica, DS	> 5 Kv.mm
Factor de Pérdidas, $\text{tg } \delta$	< 0,001

El comportamiento eléctrico de los sólidos está relacionado con la presencia de portadores de carga eléctrica (electrones, iones o combinación de ambos).

En la tabla 2.3.1 se resume las características del transporte de carga de varios tipos de materiales, de forma que se puede ver desde una perspectiva completa, la conductividad eléctrica en materiales cerámicos.

Tabla 2.3.2 Transporte de carga de varios tipos de materiales. (Adaptada de<sup>20</sup>)

Clase de material	Ejemplo	Nivel de Conductividad	Variación con la temperatura	Portador de carga
Metales	Ag, Cu	Alta	Pequeña. Disminuye	Electrones
Semiconductores	Si, Ge	Intermedia	Grande. Aumenta	Electrones
Semiaisladores	ZrO <sub>2</sub>	Intermedia	Grande. Aumenta	Iones o electrones
Aisladores	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Esteatita	Muy Baja	Muy Alta. Aumenta	Iones o electrones

Un aspecto que llama la atención es la gran diferencia entre los valores de conductividad a temperatura ambiente que presentan los materiales metálicos respecto a los materiales aislantes, Figura 2.3.2, ya que difieren en casi 30 órdenes de magnitud, mientras que a altas temperaturas esta diferencia es algo menor.

La conductividad o la pérdida dieléctrica en materiales cerámicos aislantes, se originan por una combinación de causas tales como<sup>20</sup>:

- 1.- El movimiento de los iones en las redes de las fases cristalinas.
- 2.- Movimiento de los iones entre los huecos de la red cristalina o en los intersticios de la fase vítrea.
- 3.- El desplazamiento de iones débilmente unidos sobre la superficie de los cristales o de los defectos estructurales.

Los componentes formadores de vidrio tales como  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  ó  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , proporcionan una fase vítrea en cuyos intersticios se localizan los iones modificadores del tipo alcalino y alcalinotérreo. Alguno de estos iones tienen una movilidad grande ( $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ) mientras que otro más bien bloquean la red debido a su gran radio iónico ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ).

Para los materiales cerámicos aislantes, en general se cumple que:

La conductividad  $\sigma$ , presenta una dependencia exponencial con la temperatura (tipo Arrhenius), es decir, que la movilidad de los iones necesita ser “activada”:

$$\sigma = \sigma_0 e^{\left(-\frac{E_a}{kT}\right)} \quad (2.3.2)$$

Siendo  $E_a$  la energía de activación del proceso de conducción,  $K$  la constante de Boltzman y  $T$  la temperatura absoluta.

Dicha conductividad disminuye a medida que el tamaño de los iones móviles aumenta ( $\sigma_{\text{Li}^+} > \sigma_{\text{Na}^+} > \sigma_{\text{K}^+}$ ) para una temperatura y una concentración de iones alcalinos dada y disminuye también a medida que la concentración de iones bloqueantes aumenta.

La energía de activación necesaria para el movimiento de un ion depende de la composición de la fase vítrea y a temperaturas mayores de 200°C<sup>21</sup>, la energía de activación necesaria para los iones K<sup>+</sup> es mayor que para iones Na<sup>+</sup> (Más pequeños). Además la energía de activación aumenta con el tamaño del catión<sup>22</sup>, o sea  $Mg^{2+} < Ca^{2+} < Ba^{2+}$

Esto ofrece una base física para explicar las bajas pérdidas dieléctricas, especialmente a altas temperaturas, en los productos donde los fundentes alcalinos se han reemplazado por alcalinotérreos<sup>23</sup>. Sin embargo, en la práctica, los materiales cerámicos empleados como dieléctricos aislantes son sistemas multifásicos, es decir, están compuestos de fases cristalinas, fases vítreas y presentan cierta porosidad. Por tanto, la conducta global de un material cerámico dependerá tanto de la distribución como de las propiedades de los constituyentes. En el caso de las porcelanas a base de Esteatita, la fase cristalina Protoenstatita SiO<sub>2</sub>-MgO, principalmente, coexiste con una fase Silico-Aluminosa rica en cationes Ba<sup>2+</sup>.

Si el material se vitrifica a la temperatura adecuada, la porosidad existente está aislada y su contribución a la conductividad no es relevante. Por tanto, la fase vítrea y la fase cristalina determinarán la conductividad eléctrica del material. El tamaño medio de los granos de protoenstatita oscila aproximadamente entre 6 y 18 μm<sup>24</sup>. Se ha comprobado que las composiciones que contienen una mayor proporción de protoenstatita son las de mayor valor de Q, es decir, las de menores pérdidas dieléctricas<sup>23</sup>. Por último, el factor de pérdidas, tg δ, constituye un factor determinante para seleccionar aislantes para aplicaciones a altas frecuencias<sup>25 y 26</sup>).

La resistencia dieléctrica, viene determinada por la fase vítrea del material más que las fases cristalinas. Cuanto más homogénea y libre de tensiones sea la fase vítrea, menos probabilidades existirán de producirse fenómenos de conducción. Los factores de pérdidas de un material cerámico dieléctrico, vienen determinados por las diferencias en los coeficientes de dilatación térmica.

Harman<sup>26</sup> utiliza el término “Factor de potencia” definido como el producto del Factor de Pérdidas por la Constante Dieléctrica Relativa:

$$FP = K \cdot tg \delta \quad (2.3.3)$$

Las tensiones residuales en la microestructura, influyen de manera importante los factores de pérdidas dieléctricas. El fallo por rotura de un dieléctrico bajo una tensión eléctrica es un fenómeno complejo de importancia práctica muy considerable. La resistencia dieléctrica, depende en gran parte de la homogeneidad del material, de la geometría del cuerpo, forma y disposición del electrodo, forma de la tensión continua, alterna o pulsante, incluso de las condiciones ambientales <sup>20</sup>.

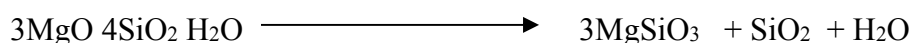
La ruptura dieléctrica se produce en los sólidos por diversos mecanismos que pueden ser descritos como rotura intrínseca, térmica, iónica o electroquímica. En las situaciones industriales, la ruptura dieléctrica por mecanismo térmico es la forma más significativa de producirse el fallo.

La conductividad en un dieléctrico bajo un campo eléctrico, da lugar a una corriente de fuga que produce un calentamiento por efecto Joule. Si la generación de calor es mucho mayor, de lo que el dieléctrico puede disipar, se producirá un calentamiento local que puede llegar a originar un gradiente térmico suficiente para generar tensiones que provoquen la ruptura.

El Talco es el componente principal en la formulación de las composiciones de esteatita y Cordierita. Este talco se aglomera con un determinado porcentaje de arcilla con el objeto de hacerlo más trabajable y de formular las composiciones de temperatura de reacción más bajas. Por último, estas composiciones emplean pequeñas cantidades de fundentes para formar suficiente fase vítrea. Si estos fundentes son feldespatícos con iones alcalinos, la esteatita que se obtiene será una esteatita normal. Si el fundente es de origen alcalinotérreo (Normalmente es Carbonato de Bario) la esteatita obtenida será de bajas pérdidas, es decir, con una resistencia dieléctrica mucho mayor.

### 2.3.1 PASTAS DE ESTEATITA.

Las pastas de esteatita se basan en la formación de una fase cristalina de Metasilicato de Magnesio a partir de Talco según la reacción siguiente:



Donde el Talco, con un tratamiento térmico adecuado, se transforma en SiO<sub>2</sub>-MgO, Metasilicato Magnésico y SiO<sub>2</sub> en forma de Cristobalita, liberando agua de su estructura.

El proceso de densificación de la Esteatita, es un proceso de sinterización ayudado por la presencia de una fase líquida. El volumen de fase líquida presente es tal que es suficiente para rellenar los espacios libres entre granos, de forma que produce una vitrificación del material, es decir, una densificación preferentemente producida por flujo viscoso de la fase líquida formada.

Este proceso de densificación viene marcado por la cantidad y la viscosidad del líquido que engloba los cristales de  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  Metasilicato de Magnesio y que, al enfriar, da lugar a la matriz vítrea en la que queda embebida dicha fase cristalina.

El Metasilicato de Magnesio pertenece al grupo de los piroxenos y se presentan en distintos tipos de rocas ígneas. Los piroxenos tienen como fórmula estructural,  $\text{XYZ}_2\text{O}_6$  donde X e Y pueden ser cationes monovalentes ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ) divalentes ( $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ) o trivalentes ( $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ) siendo Z bien Si o bien Al. Los piroxenos naturales más importantes se dan como soluciones sólidas de  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  o  $\text{Ca}^{2+}$ . Hay tres soluciones sólidas contenidas en dicho triángulo: la solución sólida Ortopiroxeno, la solución sólida Pigeonita y la solución sólida Augita<sup>27</sup>.

La solución sólida de los Ortopiroxenos está formada por toda una serie de minerales con composición entre los miembros finales Enstatita,  $\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$ , y Ferrosilita,  $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{O}_6$ . La Enstatita presenta tres polimorfos: Protoenstatita y ortoenstatita (Cristalizando en el sistema rómbico) y la clinoenstatita (monoclínica). El término enstatita se utiliza como término general para todos los polimorfos del metasilicato magnésico, utilizándose los prefijos orto-, proto- y clino- para las tres formas polimorfas principales.

Desde las primeras investigaciones hasta hoy en día, se han ofrecido diversas interpretaciones acerca de las transformaciones y las fases cristalinas del  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  Metasilicato Magnésico así como sobre la estabilidad relativa de los polimorfismos. De esta forma, los productos obtenidos, parecen variar con las materias primas utilizadas, y el procesamiento utilizado para su fabricación y en especial la cocción.

W. Foster<sup>28</sup> comparando las fases cristalinas de partida con las fases estables a alta temperatura y las que se originan durante el enfriamiento, establece un modelo para explicar el polimorfismo del  $\text{MgSiO}_3$  y que, en líneas generales, se da por válido hasta hoy día tras ser completado por los trabajos de L. Atlas<sup>29</sup>.

Según Foster <sup>28</sup>, la única forma de que aparezca Clinoenstatita en los Materiales de Esteatitas, es por inversión durante el enfriamiento de los cristales de Protoenstatita ya existentes. Hasta 1260°C, cuando la fase de partida era Ortoenstatita, la fase resultante, es la Ortoenstatita pero, a partir de esta temperatura, se obtenía Protoenstatita en caliente y Clinoenstatita al enfriar. Si se parte de Clinoenstatita sintética, hasta los 1100°C seguía existiendo sólo Clinoenstatita pero, a partir de 1100°C, aparece Protoenstatita al calentar y Clinoenstatita al enfriar. Por último, si la fase de partida era la Protoenstatita, al calentar sólo aparecía la protoenstatita y al enfriar aparecía además la Clinoenstatita.

Posteriormente, las relaciones de fase y estructuras cristalinas de los distintos polimorfismos, fueron estudiados por N.L. Bowen y col. <sup>30</sup>, por W.L. Brown y col. <sup>31</sup> y más recientemente por W.E. Lee <sup>32</sup> y C.M. Huang y col <sup>33</sup>.

J.F. Saber y col <sup>34</sup> investigaron las relaciones de estabilidad de las distintas fases, utilizando MgF<sub>2</sub> y LiF como mineralizadores. Los resultados de sus investigaciones concluyen en los siguientes puntos:

- 1.-La Ortoenstatita (polimorfo estable a baja temperatura) invierte a Protoenstatita (polimorfo estable a alta temperatura) a 1042°C ± 3°C. Esta temperatura de transformación se determinó mediante DRX sobre muestras enfriadas bruscamente.
- 2.-La Protoenstatita invierte a Clinoenstatita al someterla a enfriamiento brusco, a una velocidad que depende en gran manera de la cantidad de mineralizador, temperatura de cocción, grado de compactación, velocidad de enfriamiento y de las características de las materias primas de partida. Probablemente la transformación es más rápida para granos más grandes.
- 3.-La Clinoenstatita se transforma a Protoenstatita a 865°C ± 5°C
- 4.-La Protoenstatita invierte rápidamente a Ortoenstatita por encima de los 865°C ± 5°C y por debajo de los 1042°C.
- 5.-La Clinoenstatita no invierte nunca directamente a Ortoenstatita.

A lo largo de los años, se han detectado partidas industriales de piezas fabricadas con Esteatita que han sufrido una degradación importante en sus propiedades mecánicas, llegando incluso al desmoronamiento de las mismas. Este hecho, se produce porque la fase cristalina presente mayoritariamente en una Esteatita, es la Protoenstatita, que es la fase termodinámicamente estable por encima de los 985°C y que será estable a baja temperatura siempre que se encuentre en forma de cristales pequeños, <10µm, y recubiertos por una fase vítrea. Si estos cristales de Protoenstatita no se encuentran estabilizados por la fase vítrea, se transformarán en Clinoenstatita, la forma termodinámicamente estable a baja temperatura, con una disminución volumétrica considerable.



### 2.3.2.- INTERÉS INDUSTRIAL DE LOS MATERIALES DE CORDIERITA ESTEATITA.

Según la norma CEI 672 del Comité Europeo de Normalización Electrotécnico (CENELEC), se entiende por material aislante aquel cuerpo sólido con una conductividad eléctrica de valor despreciable, utilizado para separar partes conductoras de diferentes potenciales eléctricos. Dentro de los materiales aislantes, en dicha norma se distinguen 9 grupos de materiales cerámicos (designados con la inicial C), 7 grupos de materiales vítreos (designados con la inicial G), 1 grupo de materiales vitrocerámicos (designados con las iniciales GC) y un grupo de materiales constituidos por mica ligada con la fase vítrea (designados con la inicial GM). La tabla 2.3.2.1 recoge las nomenclaturas y características principales de los 9 grupos de materiales cerámicos.



GRUPO	SUBGRUPO	TIPO DE MATERIAL	APLICACIONES
C 100 ALUMINO SILICATOS ALCALINO S	C110	Porcelanas silíceas	Aisladores de alta y baja tensión
	C111	Porcelanas silíceas	Aisladores de baja tensión
	C112	Porcelanas cristobalíticas	Aisladores de alta y baja tensión
	C120	Porcelanas aluminosas	Aisladores de alta y baja tensión
	C130	Porcelanas aluminosas	Aisladores de alta y baja tensión
	C140	Porcelanas de litio	Aisladores resistentes al choque térmico
C 200 SILICATOS DE MAGNESIO	C210	Esteatitas de baja tensión	Aisladores de alta frecuencia y calefacción eléctrica
	C220	Esteatitas normales	Aisladores de alta frecuencia y calefacción eléctrica
	C221	Esteatitas de bajas pérdidas	Aisladores de radiofrecuencia, condensadores, componentes electrónicos y elementos de calefacción
	C230	Esteatitas porosas	Aisladores mecanizables, Pasamuros
	C240	Forsteritas porosas	Aisladores de vacío desgasificables para tubos electrónicos
	C250	Forsteritas densas	Envolturas para vacío
C300 SILICATOS DE MAGNESIO	C310	A base de TiO <sub>2</sub> Condensadores a frecuencias elevadas	Condensadores a frecuencias elevadas
	C320	A base de titanato de Magnesio	Condensadores a frecuencias elevadas
	C330	A base de TiO <sub>2</sub> con otros óxidos	Condensadores a frecuencias elevadas
	C331	A base de TiO <sub>2</sub> con otros óxidos	Condensadores a frecuencias elevadas
	C340	A base de titanato de Bi con Ca y Sr	Condensadores a frecuencias elevadas
	C350	A base de perovskitas ferroeléctricas	Condensadores con elevada permitividad
	C351	A base de perovskitas ferroeléctricas	Condensadores con muy elevada permitividad
C400 ALUMINO SILICATOS ALCALINO TERREOS Y PORCELANAS DE Zr	C410	Cordieritas densas	Aisladores para fusibles, piezas resistentes a choques térmicos, soportes de elementos de calefacción
	C420	Celsianas densas	Aisladores especiales
	C430	A base de Cal densa	Aisladores especiales
	C440	A base de Circonio densa	Aisladores especiales
C500 ALUMINO SILICATOS POROSOS Y MAGNESIOS	C510	A base de aluminosilicato	Soportes aislantes de elementos de calefacción hasta 1.000°C
	C511	A base de aluminosilicato Magnésico	Soportes aislantes de elementos de calefacción hasta 1.000°C
	C512	A base de aluminosilicato Magnésico	Aisladores de hasta 1000°C
	C520	A base de Cordierita	Elementos para bobinas hasta 1200°C
	C530	A base de aluminosilicato	Aisladores hasta 1300°C

GRUPO	SUBGRUPO	TIPO DE MATERIAL	APLICACIONES
C600 CERAMICAS MULLITICAS	C610	Cerámicas Mullíticas	Aisladores refractarios, tubos de horno, aisladores de termopares
	C620	Cerámicas Mullíticas	Aisladores refractarios, tubos de horno, aisladores de termopares
C700 CERAMICAS CON ALTO CONTENIDO EN Al2O3	C780	80% a 86 % en Al2O3	Uso general, Aisladores de pequeñas y medianas dimensiones
	C786	86% a 95% en Al2O3	Uso general, Aisladores de pequeñas y medianas dimensiones
	C795	95% a 99% en Al2O3	Aisladores especiales y con bajas pérdidas. Sustratos
	C799	> 99% en Al2O3	Aisladores especiales y de muy bajas pérdidas. Sustratos
C800 CERAMICAS MONOXIDICAS SIN Al2O3	C810	Cerámicas de Óxido de Berilio	Aisladores especiales con aptitud para evacuar calor
	C820	Cerámicas de Óxido de Magnesio	Pasamuros deformables y otros aisladores
C900 CERAMICAS AISLANTE S NO OXIDICAS	C910	Nitruros de Aluminio	Sustratos aislantes con aptitud para evacuar calor
	C920	Nitruros de Boro	Pasamuros mecanizables y otros aisladores
	C930	Nitruros de Silicio	Manguitos protectores de termopares , tubos para protección de metales líquidos
	C935	Nitruros de Silicio	Aisladores de alta resistencia mecánica

Tabla 2.3.2.1 Clasificación de los materiales electrocerámicos según la norma CEI 672

En USA, las cerámicas de esteatita y Forsterita están consideradas como materiales aislantes de clase L, según las especificaciones de la American Standard Association, ASTM C75.1 y de la Join Army Navy, Jan I-10. Dicha especificación exige que el valor promedio del factor de pérdidas sobre 6 piezas de prueba, después de sumergirlas en agua destilada durante 48 horas, y de medirlas para una frecuencia de 1Mhz, sean inferiores a los siguientes valores:

Tipo            Factor de pérdidas

L-1 ..... 0,150

L-2 .....0,070

L-3 .....0,035

L-4 .....0,016

L-5 .....0,008

L-6 .....0,004

La mayoría de las esteatitas comerciales pertenecen a los grados L-4 y L-5.

Las cerámicas de Esteatita fueron introducidas como componentes electrónicos en la década de los años 20 para satisfacer las demandas de la creciente industria de la radio. Sus bajas pérdidas dieléctricas eran necesarias para las altas frecuencias utilizadas en la época en los años 40, la Esteatita se popularizó como un material óptimo para dichas aplicaciones.

En la actualidad los materiales de Esteatita se está utilizando para fabricar:

- Sustratos para algunos tipos de resistores y circuitos.
- Soportes para bombillas de halógenos.
- Terminales y bases de enchufes.
- Elementos aisladores para aplicaciones de radiofrecuencia.
- Condensadores y casquillos.
- Aisladores que deban trabajar en vacío o a altas temperaturas.
- Calentadores eléctricos tubulares con una mayor resistencia al choque térmico.
- Calentadores para calefacciones murales.
- Sistemas vitrocerámicos.
- Como soporte inerte y poroso para utilización de vaporización de perfume o insecticidas.

Por último cabe destacar el interés creciente que están cobrando este tipo de materiales para la fabricación de sustratos inertes en procesos catalíticos. Bien como piezas conformadas sobre las que se aplican finas películas de agentes catalíticos (Oxidos de Vanadio, Titanio, Antimonio, Fósforo o Cesio), Bien como relleno en forma de esferas, cilindros o tabletas formando un lecho a través del cual, se hace pasar un fluido que, gracias a la alta superficie específica del lecho, interacciona con gran rendimiento con el catalizador.

## 2.4 RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO

Un material cerámico está sometido a choque térmico cuando un cambio brusco de la temperatura a su alrededor provoca tensiones localizadas que exceden la resistencia a la rotura del material.

Para realizar el estudio del choque térmico de un material cerámico, es necesario analizar las tensiones térmicas desarrolladas a lo largo del material cerámico en función de los gradientes de temperatura aplicados al mismo. La figura 2.4.1 representa una distribución en forma parabólica de la temperatura en un instante dado, donde el material se encontraba a una temperatura inicial  $T_i$ , y se enfría rápidamente en un baño a la temperatura final  $T_f$ . La superficie alcanza instantáneamente una nueva temperatura mientras que el interior del material permanece con la temperatura inicial  $T_i$ . Se generan tensiones de tracción a lo largo de la superficie y tensiones de compresión en el interior del material.

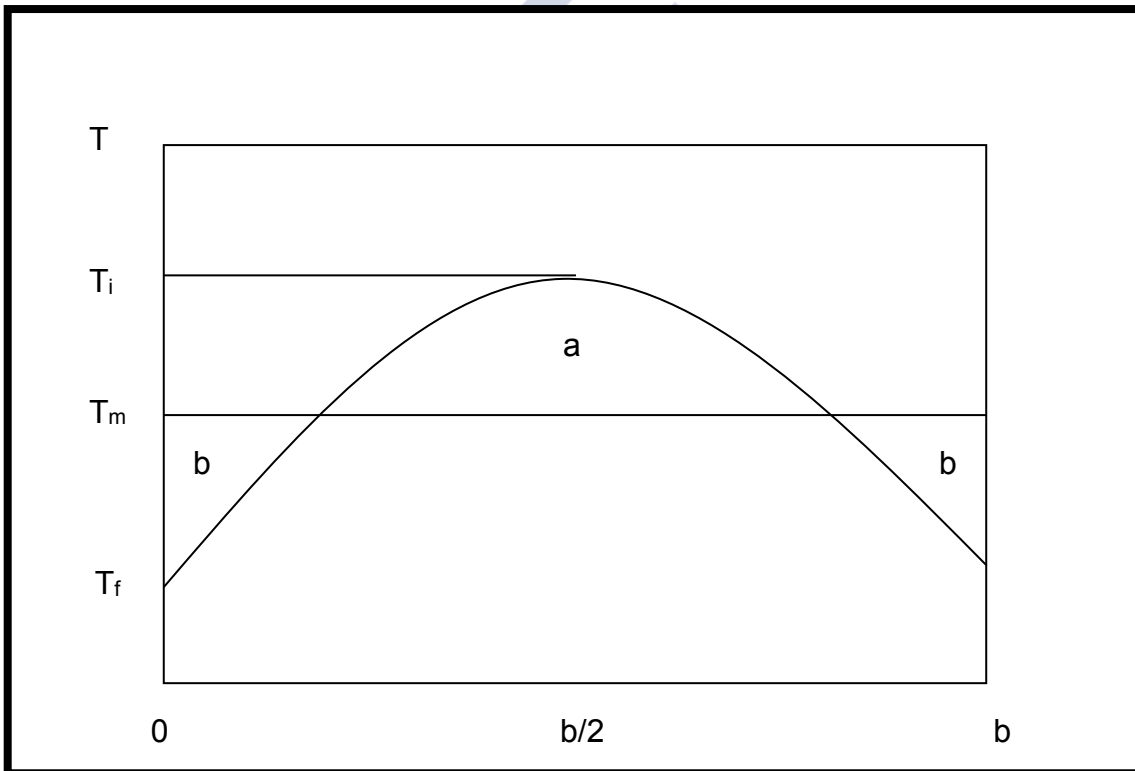


Figura 2.4.1 Distribución parabólica de la temperatura en una placa gruesa.

La magnitud de las tensiones se expresa en forma de un parámetro dimensional denominado módulo de BIOT  $\beta$

$$\beta = \frac{b * h}{k} \quad (2.4.5)$$

Donde  $b$  es la mitad del espesor de la pieza,  $h$  el coeficiente de transferencia de calor y  $k$  la conductividad térmica del material cerámico

La resistencia a las tensiones térmicas de los materiales cerámicos puede considerarse desde 2 puntos de vista:

- 1.- Resistencia al inicio de la fractura por tensiones térmicas.
- 2.- Resistencia a la propagación de grietas en campos de tensiones térmicas.

La resistencia al inicio de la fractura por tensiones térmicas se basa en la teoría termoelástica, donde las propiedades de los materiales son seleccionadas para evitar el inicio de la fractura por tensiones térmicas.

Cuando la tensión térmica generada ( $\sigma_0$ ) sea mayor que la resistencia mecánica del material, ocurre la generación de grietas de acuerdo con la ecuación:

$$\sigma_0 = \frac{E * \alpha * \Delta T}{(1 - \nu)} \quad (2.4.6)$$

Donde  $E$  es el módulo de Elasticidad,  $\alpha$  es el coeficiente de expansión térmica  $\Delta T$  la variación de la temperatura y  $\nu$  el módulo de Poisson.

Las tensiones térmicas para iniciar la fractura se expresa por un parámetro de resistencia al choque térmico  $R$

$$R = \frac{S_t * (1 - \nu)}{\alpha * E} \quad (2.4.7)$$

Donde  $R$  es la máxima diferencia de temperatura permitida al material sin que comience la fractura  $S_t$  la resistencia mecánica. Para definir una situación donde se evite la generación de la fractura, es importante analizar las propiedades del valor de  $R$ .

Una vez determinada la composición de una material cerámico para una aplicación definida, el valor del coeficiente de dilatación  $\alpha$  no va a variar de forma significativa. El coeficiente de Poisson  $\nu$  está comprendido en un margen de valores muy estrecho. Con hacer modificaciones en la resistencia mecánica  $S_t$  y en el módulo de elasticidad  $E$ .

Por la forma en que están diseñados los materiales cerámicos, no es posible hacer un aumento muy elevado de la resistencia mecánica  $S_t$ . Además, un aumento muy elevado de la resistencia mecánica  $S_t$  llevaría como consecuencia un aumento en el módulo de elasticidad  $E$ . Y manteniendo una relación baja de  $S_t / E$ . con lo que el valor  $R$  no aumentaría significativamente.

Incorporando la ecuación de Griffith.

$$S_t = \gamma * \left( \frac{K_{IC}}{\sqrt{L_0}} \right) \quad (2.4.8)$$

En (2.4.7) se obtiene:

$$R = \frac{K_{IC} * (1 - \nu) * \gamma}{\alpha * E * \sqrt{L_0}} \quad (2.4.9)$$

$K_{IC}$  es el factor crítico de incremento de la tensión.

$L_0$  es la longitud de la grieta.

$\gamma$  es la constante geométrica.

Tomando como base que el  $K_{IC}$  de los materiales cerámicos no varía de forma significativa, quedaría el valor de la longitud de la grieta  $L_0$  como el parámetro de control. No hay muchas posibilidades de reducir el tamaño de los defectos de los materiales cerámicos debido a la forma en que se producen las piezas donde el procesamiento cerámico y la naturaleza de las materias primas determinan los defectos que se generan.

Por tanto, mismo en materiales de alta resistencia a las tensiones térmicas, la generación de una fractura no puede ser evitada en condiciones severas de choque térmico.

#### 2.4.1 RESISTENCIA A LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS DENTRO DE CAMPOS DE TENSIONES TÉRMICAS.

Sobre este segundo aspecto, la resistencia a las tensiones térmicas de materiales frágiles como son los materiales cerámicos, se ignora la iniciación a la fractura. Esta aproximación se refiere a la extensión de la propagación de grietas. La resistencia al choque térmico, en este caso, es medida por las prestaciones del material que le permiten continuar en operación incluso después de haber sufrido un inicio de fractura por tensión térmica.

Para situaciones en las que una variación de temperatura excede el mínimo necesario para iniciar una fractura por tensión térmica, Hasselman<sup>35</sup> demostró que para un modelo bidimensional, una placa fina, uniformemente enfriado, a una diferencia de temperatura  $\Delta T$ ,

$$\Delta T_c = \sqrt{\frac{4\gamma}{\pi * l_0 * \alpha^2 * E}} * [1 + 2\pi * N * l_0^2] \quad (2.4.10)$$

Donde  $\Delta T_c$  es el valor crítico de  $\Delta T$  antes de que ocurra la propagación inestable de la grieta.

$\gamma$  es la energía de la fractura.

N el número de grietas.

Se han desarrollado expresiones más simples donde  $2\pi * N * l_0^2$  es  $< 1$ .

$$\Delta T = \sqrt{\frac{4\gamma}{\pi * l_0 * \alpha^2 * E}} \quad (2.4.11)$$

Para grietas grandes donde  $2\pi * N * l_0^2$  es  $> 1$ .

$$\Delta T = \sqrt{\frac{16\pi * \gamma * N^2 * l_0^2}{\alpha^2 * E_0}} \quad (2.4.12)$$

Por tanto, para cerámicas con una resistencia mecánica alta, ( $l_0$  pequeño),  $\Delta T_c$  es inversamente proporcional a  $l_0$ .

Para cerámicas de menor resistencia mecánica ( $l_0$  grande),  $\Delta T_c$  es directamente proporcional a  $l_0$ . Y también dependerá del número de grietas en el material, N.

Como aplicación práctica de esta teoría, las variaciones de la longitud de las grietas corresponden a las variaciones de la resistencia mecánica de un material frágil sujeto a choque térmico y son estimadas en función del aumento de  $\Delta T$ .

Por la figura (2.2a) se puede estimar el comportamiento de materiales con una tamaño de grieta inicial  $l_0$  menor que una longitud crítica  $l_c$  donde:

$$l_c = \frac{l}{\sqrt{6\pi * N}} \quad (2.4.13)$$

Para tensiones térmicas menores que la requerida para iniciar una fractura, no hay variación en la resistencia o comportamiento al desarrollo de una grieta.

Con un  $\Delta T_c$ , las grietas se propagan cinéticamente, es decir que su longitud varía rápidamente a un nuevo valor, y la resistencia mecánica cae dramáticamente. Como la grieta es subcrítica, la diferencia de temperatura deberá ser incrementada por encima de la necesaria para iniciar la fractura, antes que se propague una nueva grieta. Entre  $\Delta T_c$  y  $\Delta T_c'$  no ocurre una propagación de grieta adicional y, por tanto, no habrá variación en la resistencia mecánica.

Para choques térmicos más severos, donde  $\Delta T_c > \Delta T'_c$  la grieta crece de forma casi estática y la resistencia mecánica disminuye. La longitud final alcanzada por la grieta  $l_f$  viene dada por la siguiente ecuación:

$$l_f = \frac{l}{\sqrt{4\pi * l_0}} \quad (2.4.14)$$

Esto significa que materiales de baja resistencia mecánica ( $l_0$  pequeño) va a desarrollar grietas mayores después de un choque térmico. Para aquellos materiales en los cuales la longitud de la grieta inicial es mayor que la longitud de la grieta crítica  $l_c$ , se representa por una curva dada en la figura 2.3.

Los 2 tipos de fractura característicos pueden ocurrir para un mismo material. Todo va a depender del defecto inicial, su tamaño de grieta,  $l_c$  en la ecuación 2.4.11 donde el número de grietas N va a ser determinante.

La dependencia de  $\Delta T_c$ , en la ecuación 2.4.10 con una longitud de grieta y el número de grietas puede ser representada por una línea sólida en la curva de estabilidad representada en la figura 2.3 .

Para grietas iniciales de tamaño pequeño,  $l_c < l_0$  (longitud a la izquierda del mínimo de la curva) la cantidad de energía elástica liberada, después de iniciar una propagación de la grieta, excede a la cantidad de energía en la superficie. Este exceso de energía es transformado en energía cinética para hacer correr la grieta. Cuando el comportamiento de la grieta alcanza el lado derecho de la curva, aun tiene energía cinética y continúa propagándose alcanzando una longitud final de grieta,  $l_c$  representada por la línea a trazos en la figura 2.4

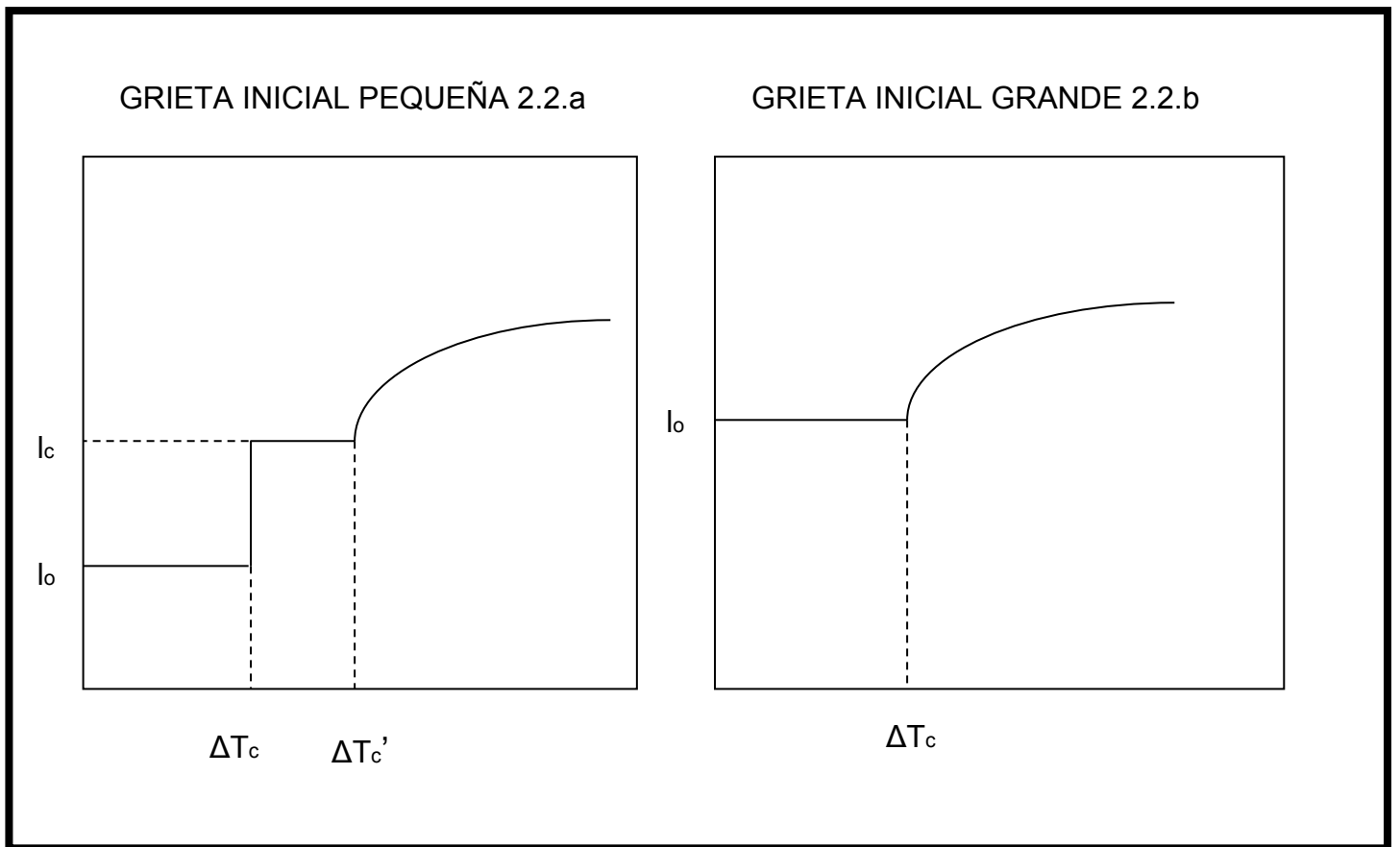


Figura 2.2 (a y b) Variación de longitud de la grieta y resistencia mecánica con la diferencia de la temperatura prevista por la teoría de choque térmico.

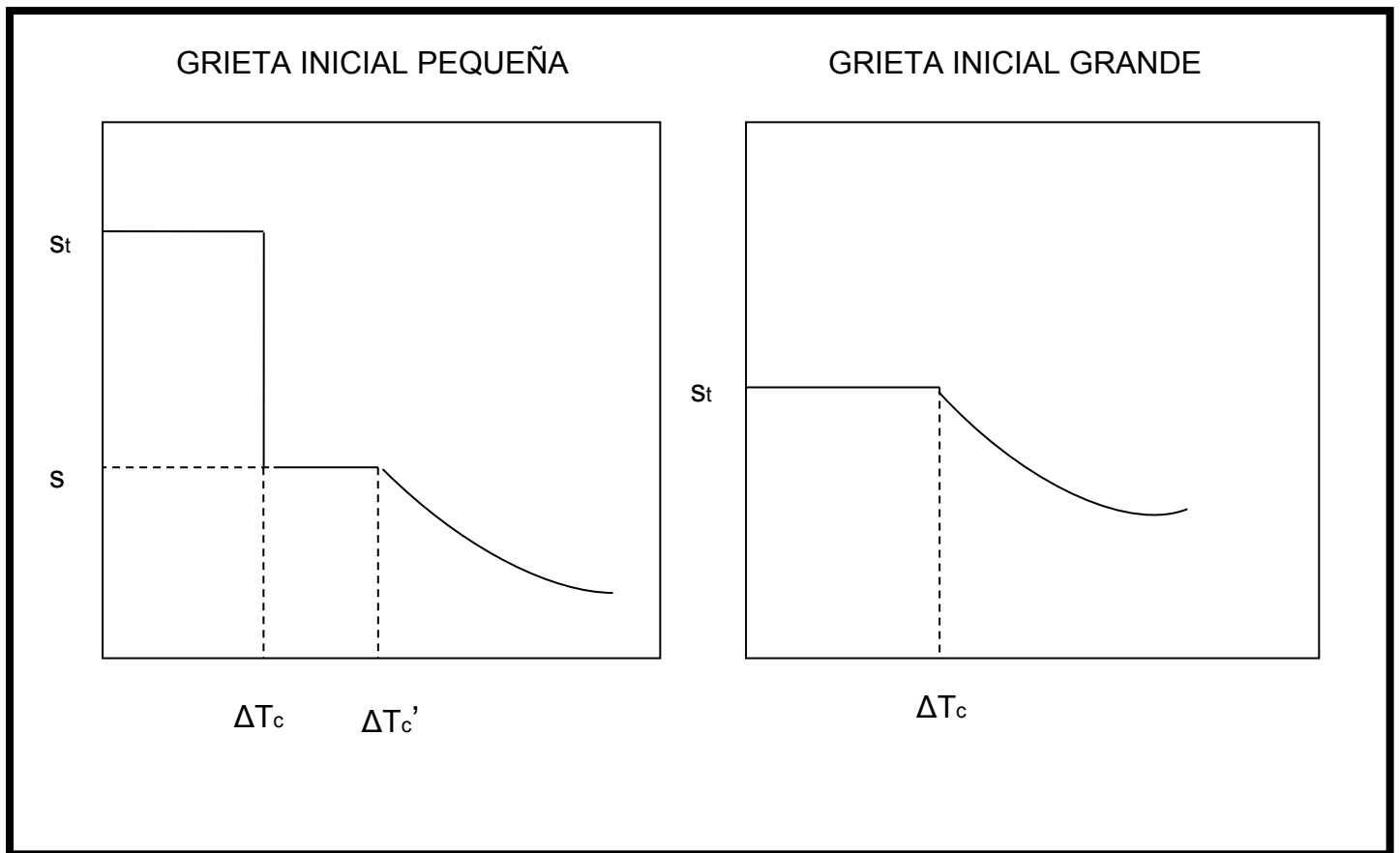


Figura 2.3 Variación de longitud de la grieta y resistencia mecánica con la diferencia de la temperatura prevista por la teoría de choque térmico.

Por el contrario, las grietas con un comportamiento inicial comprendido a la derecha del mínimo,  $l_c > l_0$  se propagan de forma casi estático. La combinación de las propiedades requeridas se pueden expresar en forma de parámetro de resistencia a la degradación por choque térmico  $R'''$  definido por Hasselman<sup>35</sup> como:

$$R''' = \frac{\gamma_{if}}{S^2 * t} \quad (2.4.15)$$

La pérdida catastrófica de resistencia en la Figura 2.3 sería interpretada como el parámetro  $R'''$ , derivado para alta resistencia mecánica, y llevando un crecimiento en la velocidad de la grieta.

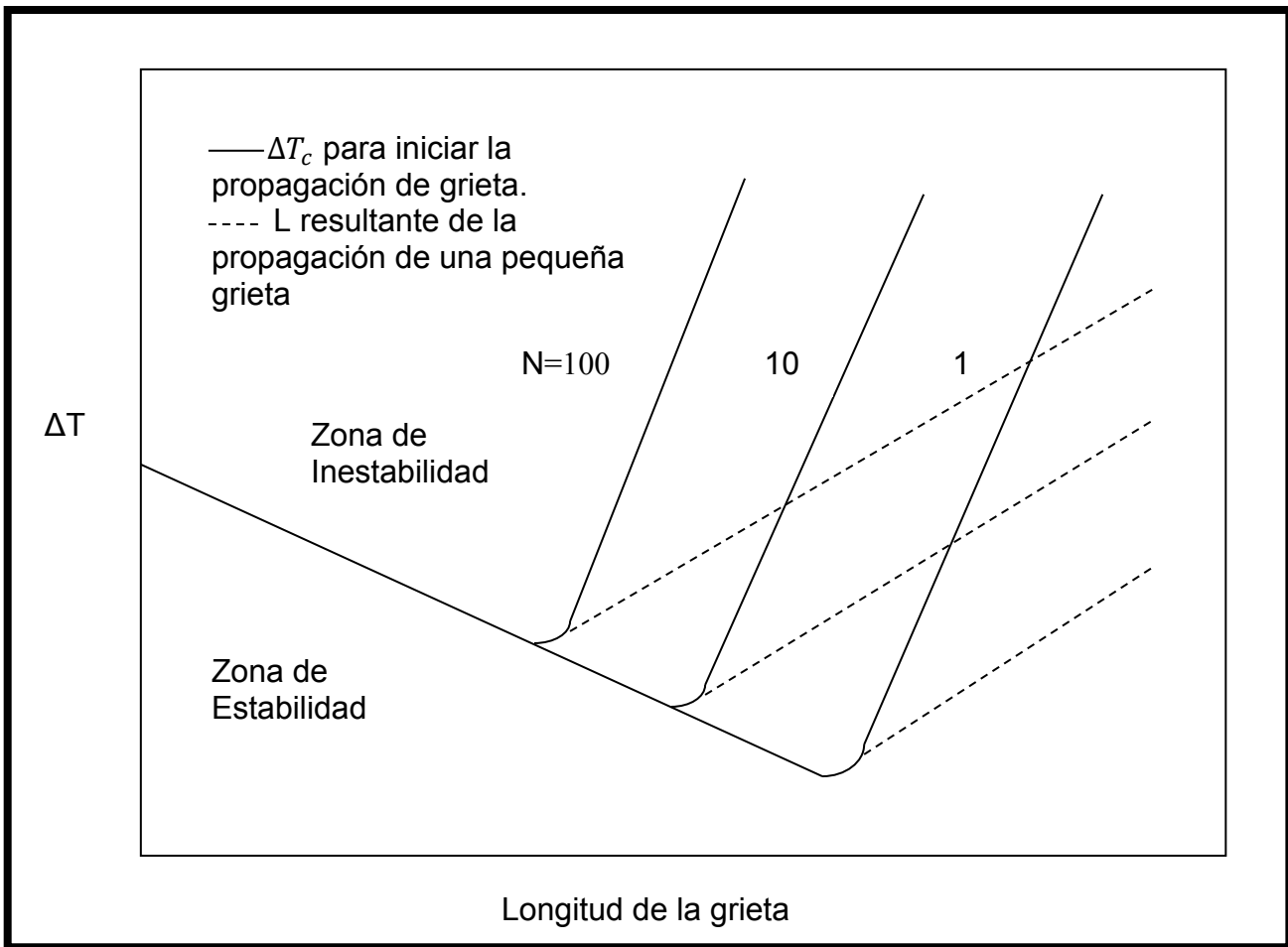


Figura 2.4 Tensión térmica mínima necesaria para iniciar la propagación de grietas en función de su longitud y cantidad de grietas.

Otro parámetro a tener en cuenta en la estimación de la caída por choque térmico fue hecho para cuerpos cerámicos conteniendo grietas iniciales grandes, proporcionando un crecimiento de la grieta cuasi estático.

$$R_{st} = \sqrt{\frac{\gamma}{\alpha^2 * E}} \quad (2.4.16)$$

Por tanto, en la curva 2.2.b deberá ser interpretada en considerando el término  $R_{st}$  correspondiente a la temperatura máxima permitida requerida para propagar grietas mayores sobre condiciones de tensiones térmicas severas. Los valores de  $R_{st}$  corresponden a subir o bajar la curva de estabilidad en la figura 2.3

A partir de la fórmula 2.4.12 podemos deducir que hay una relación entre la resistencia anterior  $S_t$  y posterior al choque térmico  $S$  sustituyendo  $l_0$  en la fórmula anterior obtenemos que:

$$l_f = \sqrt{\frac{S * t^2}{8 * N * \gamma * E}} \quad (2.4.17)$$

Considerando que la ecuación de Griffith es válida para una zona de alta densidad de grietas en un campo de tensión, el comportamiento final de la grieta propagada después del choque térmico viene dada por:

$$l_f = \frac{2 * \gamma * E}{\pi * S_a^2} \quad (2.4.18)$$

Donde  $S_a$  es la resistencia mecánica después de del choque térmico sustituyendo la fórmula 2.4.18 en 2.4.17 obtenemos que

$$S_a = \sqrt[4]{\frac{32 * \gamma^2 * E^3 * N * \pi^2}{S * t^2}} \quad (2.4.19)$$

Y se obtiene reajustando:

$$\frac{S_a}{S_t} = \left( \sqrt[4]{32 * \gamma^2 * E^3 * \pi * N^2} \right) * \left( \frac{1}{\sqrt{S * t^3}} \right) \quad (2.4.20)$$

La ecuación 2.4.20 calcula la medida de la disminución de propiedades por choque térmico a través de la fracción de la resistencia mecánica restante después de un choque térmico y la resistencia mecánica inicial. La ecuación 2.4.20 muestra que para un número de grietas  $N$ , la resistencia mecánica

retenida  $S_t$  después de la rotura está en función inversa de la resistencia mecánica inicial. Por tanto, para materiales muy resistentes pueden tener una fractura muy rápida, de forma explosiva, dejando el material sin utilidad para ser utilizado nuevamente después de un choque térmico.

Si el defecto se vuelve grande, la propagación de la grieta ocurrirá de modo estable. Al mismo tiempo, un aumento en la resistencia a la fractura se puede obtener por el aumento de la tenacidad a la fractura en cuanto se hace posible.

Una reducción en los valores de la dilatación  $\alpha$  y el módulo elástico  $E$  trae como resultado un aumento de la resistencia a la degradación por tensiones térmicas.

La discontinuidad de la resistencia a  $\Delta T_c$  es el resultado de una propagación dinámica de la grieta. Para una propagación grieta de forma estable, no ocurre una pérdida instantánea de la resistencia mecánica cayendo monótonamente para  $\Delta T > \Delta T_c$ . Las variables que deben ser modificadas para aumentar la resistencia al choque térmico también son indicadas



Foto 2 Propagación de macrogrietas grietas en una zona de tensiones térmicas en la puerta de un horno a gas.

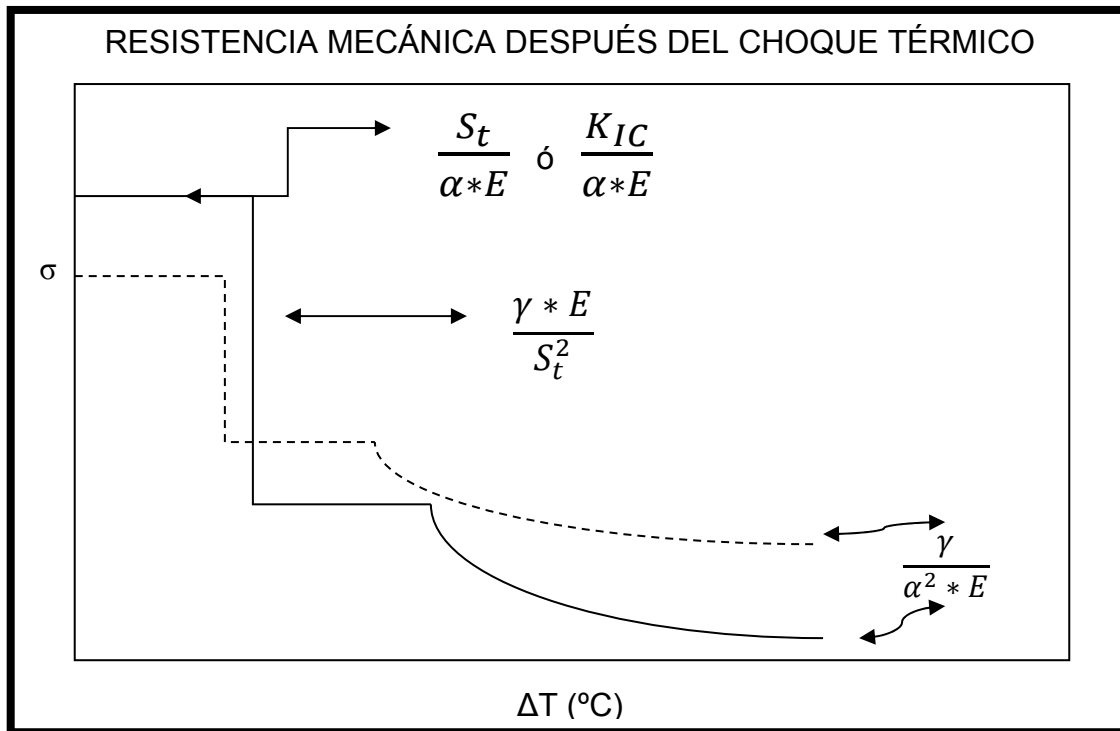


Figura 2.5 Variación de la resistencia de cerámicas típicas con el aumento de la severidad del choque térmico y propiedades principales desarrolladas.

A través de la ecuación 2.4.14 se observa que el tamaño final de la grieta será menor para fisuras iniciales de menor tamaño. Por tanto, el tamaño de la grieta resultante a partir de la propagación estable, de forma general será menor de lo que resulte de una propagación inestable de grietas. También se observa que una zona con alta densidad de fisuras propagándose simultáneamente lleva una disminución en el tamaño final de la fisura que controla la resistencia mecánica del material cerámico.

Todo esto nos lleva a la opción por el desarrollo de materiales que soportan choque térmico a través de un control micro-estructural por el desarrollo de micro-grietas.

Clausen & Hasselman <sup>36</sup> observaron este efecto por la adición de ZrO<sub>2</sub> en una matriz de Alúmina. La introducción de partículas de ZrO<sub>2</sub> con tamaño de 5 a 10 μm generando micro fisuras y estabilizando la curva de choque térmico.

De esta forma, se puede hablar de diseño de materiales cerámicos que resisten al choque térmico utilizando 2 fases diferentes o más alterando el tamaño de las microgrietas y el número de fisuras y favorecer la resistencia al choque térmico de los materiales.

## 2.4.2 Formación de Microgrietas en Materiales Cerámicos.

Las microgrietas se pueden desarrollar en un material cerámico por las microtensiones obtenidas después de un tratamiento térmico, estas tensiones se generan por las siguientes razones:

- 1.- Presencia o desarrollo durante la sinterización de una fase con una expansión térmica anisotrópica.
- 2.- Transformación de fase con una gran variación volumétrica.
- 3.- Desarrollo de un sistema de 2 fases con diferentes coeficientes de dilatación.

Por ejemplo, la introducción de una segunda fase de partículas de  $ZrO_2$  sin estabilizar (Baddeleyita) en una matriz de Alúmina  $Al_2O_3$  produce una alta densidad de microgrietas por las tensiones de tracción que se producen por la dilatación de las partículas de  $ZrO_2$  debido a la transformación de la fase tetragonal a Monoclínica. Esto ocurre en partículas por encima de un diámetro crítico. Lachman e McNally<sup>37</sup> obtuvieron una resistencia al choque térmico para un compuesto basado en Titanato de Aluminio con Mullita por la formación de microgrietas debido a la diferencia de dilatación que hay entre ambas fases.

Debido a la diferencia del coeficiente de dilatación en estas 2 fases, ocurren tensiones alrededor de las inclusiones cuando ocurre el enfriamiento desde la temperatura de sinterización hasta la temperatura ambiente. Podemos hacer una simulación de una partícula esférica en una matriz infinita que está sujeta a una presión  $P$  donde:

$$P = \frac{\Delta\alpha * \Delta T}{\left(\frac{(1 + V_m)}{2 * E_m}\right) + \left(\frac{(1 - 2 * \nu_i)}{E_i}\right)} \quad (2.4.21)$$

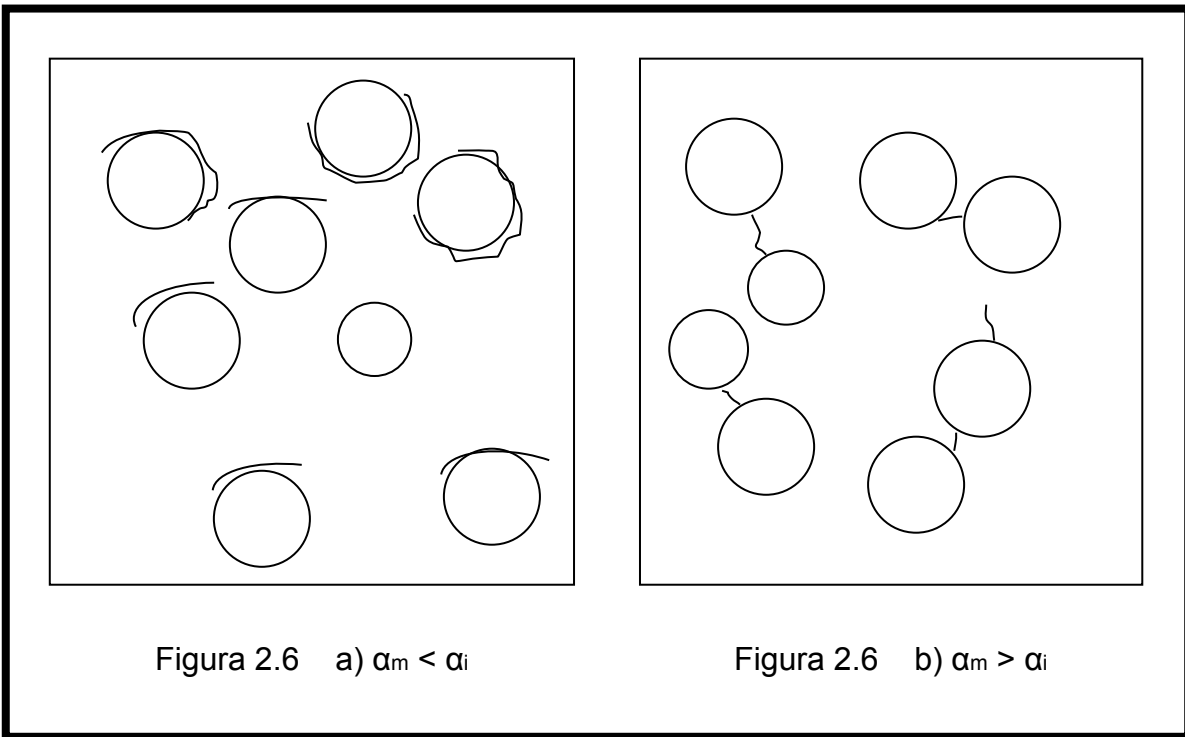


Figura 2.6 Esquema de los tipos de microgrietas de los materiales cerámicos.

La formación de fisuras deberá depender por tanto de la magnitud de la tensión y del tamaño de las partículas. Davidge & Green <sup>38</sup>, a partir de un balance de energía en un elemento de material sujeto a tensiones concluye que:

$$R_{IC} = \frac{8 * \gamma}{P^2 * \left[ \left( \frac{1 + V_m}{E_m + 2 * (1 - 2 * \gamma_i)} \right) * E_i \right]} \quad (2.4.22)$$

Donde las grietas se formarían a partir de un tamaño de partícula con radio mayor que  $R_{IC}$ .

En cuanto al efecto de las microfisuras sobre las propiedades de los materiales, los materiales con alta densidad de microgrietas pueden mejorar la baja resistencia a las tensiones térmicas de los materiales frágiles. Los materiales con microgrietas presentan una energía de fractura muy alta y, cuando son sometidos a tensiones térmicas, van a presentar una propagación de grieta estable de la grieta.

La alta resistencia a las tensiones térmicas de esos materiales, puede ser atribuida al efecto de las microgrietas en el comportamiento elástico, los materiales con microgrietas pueden presentar un módulo elástico significativamente menor de lo materiales sin microgrietas, mientras que el módulo de rotura queda muy afectado por la presencia de las grietas.

Una evaluación cuantitativa del efecto de las microgrietas a la resistencia al choque térmico requiere un análisis del efecto en el comportamiento elástico, dilatación térmica, resistencia a la tenacidad y a la fractura.

### 2.4.3 Dilatación Térmica

La producción de microgrietas dentro de un material cerámico provoca que ocurra una reducción del Coeficiente de Expansión Térmica del material cerámico así como una reducción en el Módulo Elástico E del material. Como resultado el valor del Coeficiente de Dilatación Térmico afecta a  $\alpha$ .

Un valor medio para la expansión térmica de un compuesto sin microgrietas puede ser dado según la siguiente fórmula:

$$\alpha_T = \frac{\alpha_1 * V_1 * B_1 + \alpha_2 * V_2 * B_2}{V_1 * B_1 + V_2 * B_2} \quad (2.4.23)$$

Donde B es la masa y es expresado por:

$$B = \frac{E}{3 * (1 - 2 * \nu)} \quad (2.4.24)$$

Esta ecuación informa que un material cerámico en el cual uno de los componentes desarrolla microgrietas, disminuyendo el valor de B, el coeficiente global de expansión térmica  $\alpha_T$  se aproxima al valor del componente de menor expansión térmica. Cuando un material cerámico con microgrietas se calienta, presentará una menor expansión que un material sin microgrietas debido al cierre de las fisuras.

En cuanto a la resistencia mecánica de un material cerámico con microgrietas se obtiene una bajada de resistencia mecánica pues se unos defectos que facilitan la iniciación de una fractura Davidge & Green <sup>38</sup> intentaron realizar un aumento de resistencia mecánica de vidrios mediante la adicción una segunda fase con esferas, de mayor y menor coeficiente de dilatación. Solo ocurre un pequeño aumento en la resistencia para inclusiones con una dilatación aproximadamente igual a la dilatación de la matriz.

Tanto el caso de inclusiones de mayor dilatación térmica como de menor dilatación térmica, afectan al tamaño crítico de grieta con lo que baja el módulo de rotura.

Cuando el coeficiente de dilatación de la matriz es mayor que el coeficiente de dilatación de la inclusión, tienden a generar fisuras radiales alrededor de las partículas, se facilita la interacción de estas fisuras radiales y hacen que disminuya la resistencia mecánica del material.

Al combinar las 2 fases con coeficiente de dilatación de la matriz mayor que el de las inclusiones, se necesita de partículas con un tamaño crítico relativamente grande para generar microfisuras. Cuando se añaden partículas pequeñas que provoquen microfisuras, el tamaño de defecto crítico se mantiene pequeño. Si sustituimos en la ecuación 2.4.21 en la ecuación 2.4.22 que utiliza el factor del radio crítico, se obtiene que:

$$R_{IC} = \alpha * \frac{1}{(\Delta\alpha * \Delta T)^2} \quad (2.4.25)$$

Por tanto, para una mayor diferencia entre los Coeficientes de Dilatación entre las 2 fases, es necesario que las partículas que se ponen como inclusiones deban tener menor tamaño para generar microgrietas. Hasselman & Singh <sup>39</sup> relacionaron un aumento de la resistencia mecánica en materiales con microgrietas consiguiendo una disminución de la distancia entre grietas dentro de una placa fina. Esto explica el hecho de que materiales con fisuras de orientación al azar y un espaciamiento regular entre sí pueden ser más resistentes que algunos materiales que no tengan microfisuras.

Por otro lado, para fisuras muy próximas unas a otras, tiene como consecuencia una disminución en la resistencia mecánica debido a que las grietas se unen fácilmente. Otra explicación para una bajada de resistencia mecánica está en que el inicio de una fractura se genera en un defecto existente que sea mayor que las microgrietas existentes. También en el caso que las microgrietas se unen con un defecto ya existente, provoca una bajada en la resistencia mecánica.

En cuanto al Módulo Elástico, una bajada en el Módulo de Elasticidad puede ser un indicador de que hay presencia de microgrietas en el material, para un material cerámico con partículas dispersas en concentraciones pequeñas, la ecuación 2.4.26 determina el módulo de masa B a partir del cual se determina el Módulo Elástico.

$$B = B_m * \left[ \frac{1 - 3 * (1 - v_m) * (1 - \eta)}{2 * (1 - 2 * v_m) + (1 + v_m) * \eta V_i} \right] \quad (2.4.26)$$

Donde el valor  $\eta = \frac{B_i}{B_m}$

La orientación de las fisuras tienen un papel importante en el comportamiento elástico del material, para un caso donde exista una orientación de las fisuras pero sin interacción entre ellas, el Módulo Elástico de un material sólido microfisurado puedes ser expresado mediante la siguiente ecuación dada por Claussen <sup>40</sup>:

$$E = E_0 * \left[ \frac{1}{\left(1 + 16 * N * \frac{l^3}{9}\right)} \right] \quad (2.4.27)$$

Donde  $E_0$  es el módulo elástico de un material sin microfisuras.

Hay expresiones más rigurosas propuestas por Rossi <sup>41</sup> () que hizo la previsión de un comportamiento elástico de un compuesto para formatos diferentes y con la orientación de inclusiones. Claussen et al <sup>42</sup> observaron que hay un retardo en la generación de microgrietas de la alúmina por la disminución del módulo elástico con el tiempo.

En cuanto a la Energía de Fractura de un sólido  $\gamma$  y la energía consumida por la formación de una nueva superficie como consecuencia del proceso de fractura, se utiliza el valor de  $\gamma$  como el valor de energía de superficie libre sin incluir otros procesos de absorción de energía como deformación plástica en la punta de la grieta, absorción de energía para formación de grietas secundarias y otros defectos Hasselman <sup>43</sup>, Virkar <sup>44</sup> .

La energía de fractura es una propiedad intrínseca del material y es de gran importancia en la determinación de las propiedades mecánicas de los materiales frágiles. Está relacionada al factor crítico de  $K_{IC}$  por la ecuación de Irwin

$$K_{IC}^2 = \frac{2 * \gamma * E}{(1 - \nu^2)} \quad (2.4.28)$$

La energía de fractura de un material cerámico se puede aumentar por la dispersión de una segunda fase dentro de la matriz. Este aumento del valor de  $\gamma$  se atribuye generalmente a la interacción de

una grieta principal con una segunda fase, los mecanismos de absorción de energía de fractura o el desvío de una grieta al encontrarse una inclusión donde la grieta se detiene. También puede ocurrir que se encuentre una grieta con otras microgrietas ya generadas anteriormente disipándose la energía.

En cuanto al efecto de la Porosidad en las propiedades de los materiales cerámicos, aunque en la literatura hay autores que mencionan que la Porosidad de los materiales afectan al valor del Coeficiente de Dilatación de un material, esto puede ser consecuencia por alguna otra variación estructural del material Coble <sup>45</sup>. La composición química, la cantidad de fase amorfa, la cantidad y tipo de la fase cristalina, la anisotropía, la orientación y cantidad de las microfisuras son los aspectos más marcados en la expansión térmica.

Coble & Kingery <sup>46</sup> introdujeron porosidades diferentes en una matriz de Alúmina con bolas de Naftaleno eliminando cualquier variación estructural salvo la porosidad generada, la Expansión Térmica de la alúmina no sufrió cambios frente al porcentaje de poros. Austin <sup>47</sup> investigó el efecto de la porosidad frente a la Expansión Térmica analizando varios tipos de porosidad. Para una matriz pura conteniendo poros, la Expansión Térmica no se ve afectada. Sin embargo, para un agregado de granos, es más difícil de determinar que pasa pues la dilatación está en función de la unión de agregados, anisotropía y otros factores. La resistencia mecánica de un sólido disminuye con el aumento de la porosidad porque los poros actúan como fases frágiles sin resistencia. La relación empírica entre la resistencia mecánica y la porosidad viene dada por:

$$S_t = S_0 * e^{-b*PT} \quad (2.4.29)$$

Donde  $S_0$  es la resistencia del material sin poros.

b es una Constante.

PT es la Porosidad Total.

En un material poroso, hay una reducción de área disponible para aplicar la carga, los poros pueden ser concentradores de tensiones actuando como defectos para la iniciación de grietas frente a tensiones térmicas de fractura.

La influencia de la porosidad en el Módulo Elástico viene dada por la siguiente ecuación:

$$E = E_0 * e^{-b*PT} \quad (2.4.30)$$

El comportamiento elástico tiene por tanto la misma dependencia de la Porosidad que de la Resistencia Mecánica del material y donde los poros son fases con elasticidad nula. Los poros pueden aliviar tensiones térmicas producidas durante el enfriamiento desde de la temperatura de sinterización disminuyendo el Módulo de Elasticidad, dificultando la formación de microgrietas pues pueden constituir defectos de nucleación de microgrietas.

Rusel et al <sup>48</sup> observaron que la disminución de la Resistencia Mecánica después de un choque térmico donde había un aumento de la resistencia mecánica inicial, esto ocurre en los primeros 200°C de un choque térmico en materiales de Mullita Alúmina. Las muestras porosas con menor resistencia mecánica tienen en proporción mayor resistencia mecánica después de un choque térmico. Para porosidades diferentes, no se aprecian variaciones en el comportamiento frente al choque térmico.

Al aumentar el volumen de poros, el número de sitios por donde se puede iniciar una fractura aumenta en la superficie de la probeta, para una severidad dada de choque Térmico, las grietas se van a propagar más en una muestra más porosa que con una muestra sin poros, sin embargo, los poros pueden absorber fisuras. Cuando una fisura se encuentra con un poro, ésta es forzada a alterar su camino o bien se dispersa y se detiene. Actúa en este caso como sumideros de grietas o como disipador de energía.



Foto 3. Rotura de placas por choque térmico.





# Capítulo 3

## **MATERIALES DE PARTIDA, TÉCNICAS Y MÉTODOS DE ENSAYO**



### 3.- MATERIALES DE PARTIDA, TÉCNICAS Y MÉTODOS DE ENSAYO

#### 3.1 TÉCNICAS Y MÉTODOS EXPERIMENTALES

##### 3.1.1 DENSIDAD

Se han hecho medidas de densidades de los materiales cerámicos calculando la densidad aparente por inmersión en Mercurio para piezas sin cocer y densidad en agua para las piezas sinterizadas, y la densidad real.

La densidad aparente es la razón entre la masa de la probeta y su volumen total, incluyendo el volumen de los poros abiertos y cerrados.

La densidad real es la razón entre la masa del material y el volumen ocupado por la masa sólida, sin considerar los poros.

Para el cálculo de la densidad aparente, se utiliza el método hidrostático, las probetas se mantienen a 110°C durante 24 horas y, después de ese tiempo, se dejan enfriar y se determina su peso (Peso seco  $M_s$ ). Posteriormente se hierve el material durante 2 horas para garantizar que todos los poros abiertos sean cubiertos con agua. Después de las 2 horas, se dejan enfriar de forma natural hasta temperatura ambiente. Una vez que están frías se determina el peso de las muestras en agua (peso inmerso  $M_i$ ). Con un paño húmedo se retira el exceso de agua que puede haber quedado en la superficie de las muestras y se determina el peso húmedo (peso húmedo  $M_h$ ). Los pesos se obtienen utilizando una balanza semi-analítica digital de 2 decimales. Se determina la temperatura del agua en el momento de la medida para la corrección de la densidad del agua ( $d_a$ ) de esta forma se determina la densidad en agua. La determinación de la densidad aparente ( $D_{ap}$ ) se determina mediante la siguiente ecuación:

$$D_{ap} = \frac{M_s * d_a}{M_h * M_i} \quad (3.1)$$

Ecuación para el cálculo de la densidad aparente.

La porosidad aparente ( $P_{ap}$ ) se obtiene mediante la siguiente ecuación:

$$P_{ap} = \left( \frac{M_h - M_s}{M_h - M_i} \right) * 100 \quad (3.2)$$

La densidad del material en verde, se realiza el cálculo por el método de inmersión en Mercurio en que las muestras, previamente secas a 110°C y enfriadas en un desecador (Peso seco  $M_s$ ). A continuación la muestra es inmersa en Mercurio obteniéndose el peso inmerso en Mercurio (peso en Mercurio  $M_{Hg}$ ). También se considera la temperatura a la que está medido para determinar el valor de la densidad del Mercurio a la temperatura dada ( $D_{Hg}$ ).

La ecuación es la siguiente:

$$D_{ap} = \frac{M_s * d_{Hg}}{M_{Hg}} \quad (3.3)$$

Ecuación para el cálculo de la densidad aparente por inmersión en Mercurio.

La densidad real de los polvos utilizados fue determinada usando un picnómetro de gas helio fabricado por Quantachrome Corporation, modelo MVP-01

El picnómetro es un equipo que posee capacidad de medir volúmenes de materiales sólidos, sean de cualquier tipo, desde un cubo perfecto a partículas de polvo, empleando el principio de Arquímedes del desplazamiento de fluido para determinar el volumen de una muestra. El fluido desplazado en este caso es un gas el cual deberá penetrar en los poros más finos para garantizar la mayor precisión del análisis. Por esta razón, se emplea Helio como gas recomendado por su tamaño atómico tan pequeño garantizando la penetración en grietas y poros hasta el tamaño de 1 Angstrom ( $10^{-10}$  m). Otra ventaja es su comportamiento muy próximo al de un gas ideal.

El funcionamiento del picnómetro se basa en la ecuación general de los gases ideales:

$$P * V = n * R * T$$

Esta ecuación es presentada en forma de fuerza. En el Picnómetro, existen 2 compartimentos con sus volúmenes perfectamente determinados. En uno de los compartimentos, ( $V_c$ ) se añade cierto volumen de polvo ( $V_p$ ) con un valor del peso conocido con una precisión de microgramos. El sistema tiene que ser purgado con gas Helio a temperatura ( $T_a$ ) y a presión ambiente ( $P_a$ ) el tiempo suficiente para eliminar la presencia de otro tipo de gases, normalmente se emplean 15 minutos. La ecuación del estado de la célula con una muestra a presión ambiente  $P_a$  viene dada por la ecuación 3.4:

$$P_a * (V_c - V_p) = n_a * R * T_a \quad (3.4)$$

El otro compartimento de referencia, también llamada Volumen de Referencia ( $V_r$ ) está presurizada hasta 17 psi ( $P_l$ ), la ecuación de estado de ese compartimento es la siguiente:

$$P_l * V_r = n_l * R * T_a \quad (3.5)$$

A partir de esto, los 2 compartimentos son conectadas alcanzando una presión intermedia dad por:

$$P_2 * (V_c - V_p + V_r) = n_a * R * T_a + n_l * R * T_a \quad (3.6)$$

Sustituyendo la ecuación 3.6 por las ecuaciones 3.4 y 3.5 obtenemos la ecuación 3.7:

$$P_2 * (V_c - V_p + V_r) = P_a * (V_c - V_p) + P_l * V_r \quad (3.7)$$

Si aproximamos la ecuación (3.7) se llega a la siguiente relación de la ecuación:

$$V_c - V_p = \frac{(P_l - P_2) * V_r}{P_2 - P_a} \quad (3.8)$$

Como consideramos la presión ambiente igual a cero (Se iguala a cero en las 2 cavidades del picnómetro) se obtiene finalmente la ecuación 3.9 usada en el cálculo de volumen del picnómetro:

$$V_p = V_c - V_r * \left[ \left( \frac{P_l}{P_2} \right) - 1 \right] \quad (3.9)$$

Ecuación utilizada para el picnómetro.

Las muestras sometidas a medidas de picnometría fueron analizadas en la distribución granulométrica en que van a ser utilizadas en la realidad. La finalidad de este análisis es el cálculo del área superficial de los polvos utilizados en este estudio. A partir de la masa ya conocida, se puede determinar fácilmente la densidad real. Se debe recordar que mismo en tamaños muy pequeños se puede encontrar porosidad cerrada, por esta razón, aunque no se calcula de forma absoluta la densidad real, se obtiene un valor muy aproximado.

### 3.1.2 ANÁLISIS QUÍMICO

El análisis químico cuantitativo se ha realizado utilizando 2 métodos distintos, el primero mediante técnica convencional de análisis y el segundo mediante técnica de ICP, Plasma de Acoplamiento Inductivo. Mediante técnicas convencionales los materiales que contienen un contenido en alúmina elevado tienen una refractariedad muy alta. Su mineralogía y origen no tiene efecto sobre reactivos aunque las fases cristalinas le pueden afectar. Las muestras a analizar se tomaron de las preparadas para el análisis espectrográfico.

La disgregación se realizó con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{B}_2\text{O}_3$  la eliminación de este producto tras la disgregación se realizó con Metanol. La determinación de la  $\text{SiO}_2$  se hace por doble segregación. El  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  se analizó por fotocolorimetría con ácido Sulfosalicílico y espectrometría de absorción atómica y el  $\text{TiO}_2$  se analizó por fotocolorimetría. La  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se analizó por espectrometría de absorción atómica.  $\text{CaO}$  y  $\text{MgO}$  también fueron analizados por espectrometría de Absorción atómica..

La técnica de Plasma ICP está basada en conseguir la ionización de un gas, generalmente Argon, por la acción de una corriente inductiva de alta frecuencia. El grado de ionización necesario para que tenga lugar este fenómeno es del orden del 1%. Cuando se consigue generar un plasma, se libera energía y esta permite llevar la totalidad de los átomos que se introducen en el mismo a estados excitados. Las radiaciones emitidas por dichos átomos se focalizan sobre un red holográfica de difracción que separa las radiaciones y permite un estudio de su espectro.

Con el objeto de realizar un análisis cuantitativo es necesario seleccionar las líneas analíticas . Como el proceso de puesta en solución de la muestra implica un medio en Clorhídrico de alto contenido en sales que proceden del fundente, estas sales afectan en mayor o menor grado a los fondos espectrales, a la estabilidad de respuesta y al rendimiento de a nebulización. Solo se emplea un patrón para cada elemento en base a la respuesta lineal que esta técnica da con respecto a la concentración.



Foto 3.1.2.1 Equipo de Análisis Químico

### 3.1.3 AREA DE SUPERFICIE ESPECÍFICA

Las medidas de área de superficie específica fueron hechas empleando una de las teorías más usadas para la determinación del área superficial en materiales sólidos que supone la utilización de la ecuación de BET (Brunauer-Emmett-Teller), se han utilizado varios equipos, un Quantachrome modelo NOVA 1000. El proceso se basa en la adsorción de un gas para calcular el área superficial abierta.

La adsorción entre gases y sólidos por la muestra por el método BET se basa en la adsorción física, o sea en las Fuerzas de Van der Waals que son fuerzas débiles de carácter polar que hacen que las moléculas de gas adsorban de forma débil en la superficie del sólido. Si cierto número de moléculas de gas adsorben en toda la superficie de un sólido, su área superficial total puede ser expresada como el producto del número de moléculas adsorbidas en una etapa de llenado por el área de la sección recta de la molécula absorbida. Por tanto, la medida del área superficial dependerá de la capacidad de predecir el número de moléculas necesarias para llenar exactamente la superficie de un sólido con una etapa de llenado y el área de la sección recta de cada molécula adsorbida Malghan & Shields ( )

En la práctica, las moléculas de gas se pueden adsorber sobre moléculas previamente adsorbidas en la superficie de un sólido antes mismo de estar completa la primera etapa de llenado. El método BET resuelve este problema a partir de la ecuación de BET por la ecuación 3.10:

$$\frac{1}{W * \left[ \left( \frac{P}{P_0} \right) - 1 \right]} = \frac{1}{W_m * C} + \frac{C - 1}{W_m * C} * \left( \frac{P}{P_0} \right) \quad (3.10)$$

Ecuación general del método BET donde W es el vapor absorbido en la presión relativa  $\frac{P}{P_0}$  siendo  $P_0$  la presión ambiente, C es la constante BET y  $W_m$  es la masa de la monocapa absorbida. La ecuación BET requiere una proyección lineal  $1 / W \left[ \left( \frac{P}{P_0} \right) - 1 \right]$  frente a  $\frac{P}{P_0}$  la cual, para la mayoría de los sólidos, usando Nitrógeno  $N_2$  como gas de adsorción está limitada a una región de la isoterma de adsorción, generalmente en el margen  $0,05 \leq \frac{P}{P_0} \leq 0,35$ . Esta región lineal se extrapola para presiones relativas más bajas para materiales microporosos.

El método BET patrón multipunto exige al menos 3 puntos en la extensión de la zona de presión relativa apropiada. La masa de la monocapa adsorbida  $W_m$  puede ser obtenida a partir de la pendiente  $s$  y la interpretación de  $i$  del gráfico BET. De la ecuación BET tenemos las ecuaciones 3.11 y 3.12:

$$s = \frac{C - 1}{W_m * C} \quad (3.11)$$

$$i = \frac{1}{W_m * C} \quad (3.12)$$

La masa de la monocapa adsorbida  $W_m$  dada por la ecuación 3.13 pudiendo se obtenida por la combinación de las 2 ecuaciones de 3.11 y 3.12.

$$W_m = \frac{1}{s + i} \quad (3.13)$$

El segundo paso de la determinación del método BET es el cálculo del área de la superficie. Este necesita calcular el área de la sección recta de la molécula adsorbida,  $A_{sr}$ . El área total de la superficie de la muestra puede ser expresada por la ecuación 3.14.

$$A_{st} = \frac{W_m * N * A_{sr}}{M} \quad (3.14)$$

Donde  $N$  es el número de Avogadro ( $6,023 \times 10^{23}$  Moléculas/Mol) y  $M$  es la masa Molecular del gas adsorbido (Gramos/Mol). El área superficial específica de un sólido  $A_{se}$  puede ser calculada a partir del área superficial total  $A_{st}$  y la masa de la muestra  $m$ , de acuerdo con la ecuación 3.15:

$$A_{se} = \frac{A_{st}}{m} \quad (3.15)$$

El equipo utilizado, NOVA-1000 trabaja con nitrógeno como gas de adsorción. La muestra a ser analizada en este equipo es sumergida en Nitrógeno Líquido. El equipo está ligado a una bomba de vacío.

### 3.1.4 RESISTENCIA MECÁNICA

Los ensayos de resistencia mecánica fueron realizados en varias máquinas universal de ensayos. La probetas fueron sometidas a una carga en 4 puntos con una velocidad de carga constante de 20 gr/seg con una distancia entre apoyos de  $L - l = 15\text{mm}$ . La resistencia mecánica es la tensión máxima de la carga en el momento de rotura (MOR) Richerson. La resistencia mecánica para probetas rectangulares puede ser calculada usando la fórmula general de tensión a la flexión según la ecuación 3.16

$$F = \frac{M * c}{I} \quad (3.16)$$

Donde  $M$  es el momento,  $c$  es la distancia neutra axial a la superficie tensionada,  $I$  es el Momento de Inercia.

Para una probeta rectangular

$$I = \frac{b * e^3}{12} \quad y \quad c = \frac{e}{2}$$

Donde  $e$  es el espesor de la probeta rectangular y  $b$  el ancho. Se obtiene la fórmula general para el cálculo de la resistencia mecánica a la flexión en 4 puntos dada por la ecuación 3.17:

$$\sigma = \frac{3}{2} * \frac{F * (L - l)}{b * e^2} \quad (3.17)$$

Fórmula general para el cálculo de la resistencia mecánica a la flexión para 4 puntos.

Se representa la distribución aproximada de tensiones donde la tensión decrece linealmente a 0 desde los puntos de carga a los puntos neutros que son los soportes inferiores donde se apoya la probeta a ensayar. El área es el volumen sobre un pico de tensiones o próximo al pico de tensiones y es mucho mayor para el caso de la carga en 4 puntos que cuando se hace el ensayo para una carga en 3 puntos. Significa que un defecto es mucho más determinante en el Módulo de Rotura del material cuando se hace el ensayo de rotura en 4 puntos frente al ensayo de rotura en 3 puntos.

La caracterización mecánica de las piezas se ha llevado a cabo mediante el ensayo de resistencia mecánica a flexión empleando el método de flexión atres puntos. Se ha utilizado 2 máquinas universales de ensayos mecánicos:

- INSTRON modelo 114

- SUZPECAR 101.

Se emplearon barras prismáticas prensadas o bien barras cortadas de muestras más grandes con unas dimensiones de 10x10x120 mm.

Con la máquina de ensayo se aplica fuerza apoyando en la barra y se aplica una fuerza que aumenta de forma constante a 0,1 Kg/seg hasta detectar su rotura. Aplicando la fórmula del módulo de ruptura se obtiene la resistencia mecánica de la probeta.

### 3.1.5 DIFRACCION DE RAYOS X

La difracción de Rayos X es el método principal usado para identificar la composición de las fases cristalinas de forma cualitativa y Semi Cuantitativa de los materiales que constituyen una composición cerámica. La técnica de Rayos X puede determinar fases de materiales en polvo o en materiales densificados. Un Difractómetro de Rayos X tiene una geometría en la cual haz de Rayos X colimados y en algún caso monocromático procedente de una fuente son irradiados sobre una muestra a ser analizada en diferentes ángulos de incidencia. Estos Rayos X son difractados por los planos cristalinos de la muestra respetando la ecuación 3.18 denominada ecuación de Bragg los cuales son captadas por un detector.

$$\lambda = 2 * d * \text{sen } \theta \quad (3.18)$$

Ecuación de Bragg

Donde:

$\lambda$  es la longitud de onda del eje de rayos X incidente.

$d$  es la distancia entre planos.

$\theta$  es el ángulo de incidencia del haz de Rayos X incidente en relación al plano de la muestra.

Los ángulos, a través de los cuales los Rayos X son difractados, son una característica de cada estructura cristalina. La intensidad de la radiación difractada es característica de la composición atómica y

del empaquetamiento atómico de los planos de difracción de los átomos. El “ Joint Committee on Powder Diffraction Standarts” JCPDS (Internationa Center for Diffraction Data, Swarthmore, PA, USA) publica los archivos lista las características de los espectros de difracción de miles de fases cristalinas en término de espaciado interatómico ( $d$ ), las intensidades relativas de los picos de Difracción ( $\frac{I}{I_0}$ ) y los índices de Miller (h,k,l). Los análisis de difracción fueron hechos en un Difractómetro Siemens D5000 con radiación de  $K\alpha$  de Cobre (Cu  $K\alpha$  donde  $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ ).



Foto 3.1.5.1 Equipo de Difracción de Rayos X

### 3.1.6 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

Se estudia la distribución estadística de los diámetros esféricos equivalentes de las partículas. El análisis granulométrico de tamaños de grano superior a 100  $\mu\text{m}$  se hace por tamizado usando para ello tamices de malla de luz controlada. Por debajo de ese tamaño, la medida se realiza por sedimentación y absorción de Rayos X. Para este tipo de análisis es necesario preparar suspensiones estables del material a controlar añadiendo aditivos defloculantes adecuados para asegurar la total disgregación de los aglomerados, el equipo utilizado en este caso fue un Sedigraph 5.100.

Este equipo se utiliza para determinar el tamaño de partícula por sedimentación, basándose en la ley de Stokes, en la cual se definen las caídas por gravedad de las diferentes partículas en suspensión dentro de un líquido con propiedades conocidas. Según esta ley, las partículas grandes caen rápidamente, mientras que las más pequeñas lo hacen más lentamente, hasta que todas han decantado en el fondo dejando el medio fluido sin partículas en suspensión. Como las diferentes partículas rara vez tienen una forma regular, cada tamaño de partícula es representada por el diámetro que tendría una esfera del mismo material con la misma velocidad gravitacional.

La velocidad de sedimentación es medida utilizando un rayo colimado de baja energía de Rayos V que pasa a través de la ventana transparente de la celda que contiene la muestra hasta el detector. La distribución de las partículas en las zonas de la celda afecta al número de pulsos de Rayos X que llegan al receptor. El número de cuentas detectado es usado para calcular la distribución y el porcentaje de partículas con un diámetro determinado. Las partículas que se analizan deben ser más densas y más absorbentes que el líquido en el que está disperso.

El detector y generador de Rayos X son fijos, mientras la celda tiene un movimiento vertical. El sistema determina la distribución de partículas dentro de un rango comprendido entre las 100 y 0,1  $\mu\text{m}$  de diámetro esférico equivalente. Si hay partículas fuera de ese rango, se muestran como porcentaje acumulado.



Foto 3.1.6.1 Equipo Sedigraph



### 3.1.7 MICROESTRUCTURA

La observación de las muestras al micoroscopio óptico y opcionalmente electrónico de barrido (SEM por las sigas en inglés de Scanning Electronic Micorscopy) requiere un tratamiento previo de pulido. En este trabajo se pulieron materias primas sintéticas y materiales cerámicos con el fin de analizar su microestructura.

El proceso seguido fue el siguiente:

Embutido de las muestras en una resina Epoxi de fraguado a temperatura ambiente, la resina consta de 2 componentes Epofix Resin (EPOES) y Endurecedor (EPOAR) ambos de la firma Sttruers. Esta resina no presenta retracción y adquiere una dureza y transparencia apropiada que permite la manipulación de las muestras para e pulido.

El desbastado de las muestras se realiza como un paso inicial al pulido, se hace con un disco de diamante de 45  $\mu\text{m}$  utilizando agua como lubricante seguido de un desbastado más fino con diamante de 20  $\mu\text{m}$  de tamaño de grano quedando las muestras preparadas para el pulido.

El pulido se lleva a cabo en 3 etapas utilizando suspensiones de diamante de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$  respectivamente y utilizando como lubricante una mezcla de Alcohol con aceite. El tiempo de pulido está en función del tipo de muestra a pulir y de su dureza llevando en total entre 1 y 3 horas aproximadamente. Cuando las muestras presentan dificultad en el pulido fino, se utiliza pulido por vibración con suspensiones de diamante de 1  $\mu\text{m}$ .

El estudio de la microestructura es el método más importante para observar y verificar la distribución de las fases en la muestra, el tamaño y la distribución espacial de la Porosidad, el grado de uniformidad microestructural, la búsqueda de microfisuras y defectos en el material.

Se han utilizado 2 técnicas para analizar la microestructura, Microscopía Óptica y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). La mayor parte de los ensayos y muestras se ha utilizado la Microscopía Optica y en algunos casos más especiales la Microestructura Electrónica.

En a figura 3.2 se representa de forma esquemática como fue hecha la preparación de las muestras para los análisis de Microestructura por Microscopía Óptica y Microscopía Electrónica de Barrido.

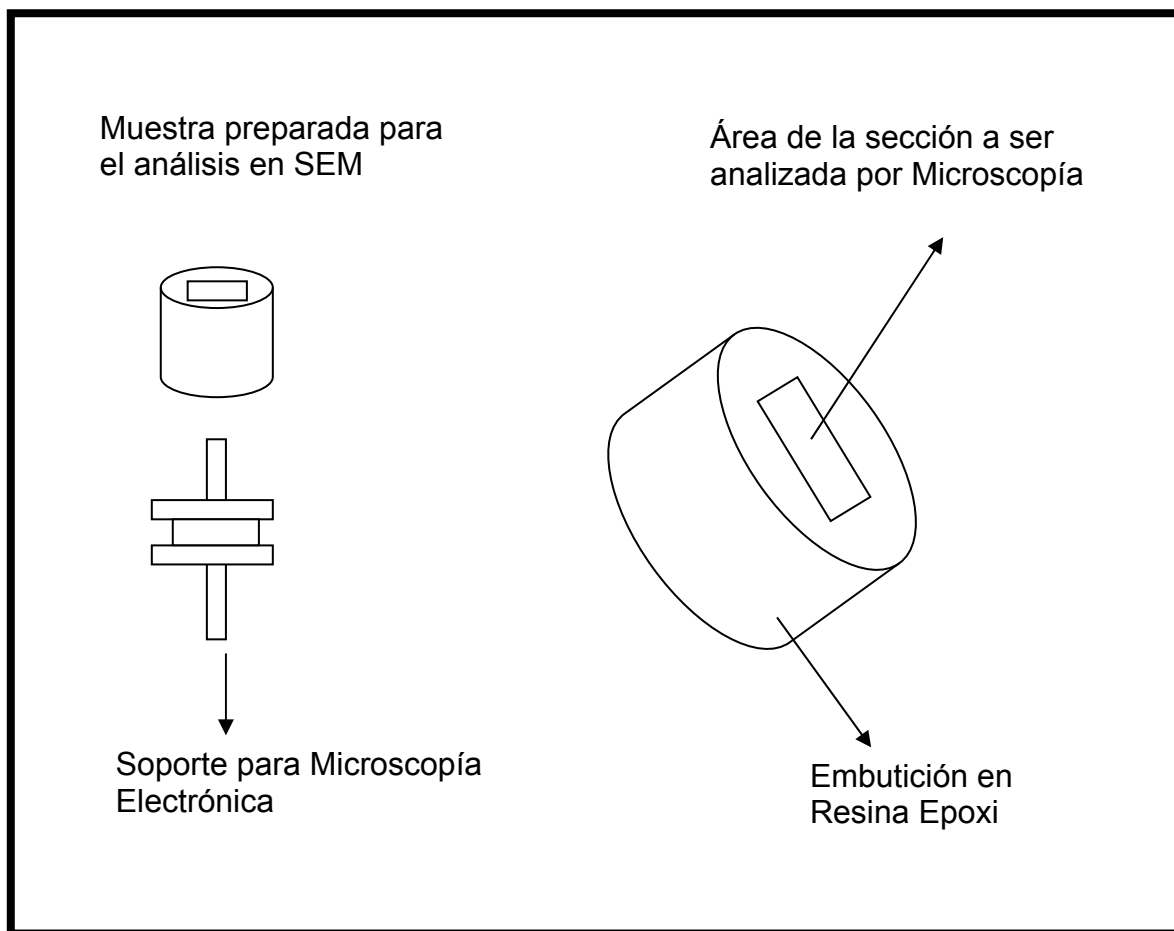


Figura 3.1.7.1 Representación esquemática de una muestra para análisis microestructural.

La Microscopía Óptica se basa en la luz reflejada por la muestra para caracterizar la Microestructura. Esta técnica también es apropiada para la caracterización de la estructura del grado de fase vítrea, Porosidad. También es útil en el análisis de defectos, superficies de fractura y en la identificación de fases, sin embargo, para algunas estructuras con una porosidad muy alta, el análisis Microestructural es muy limitado pues es difícil enfocar cuando vemos las muestras a gran aumento y también para obtener un pulido espejo de la muestra porque el material a pulir es muy poco. Los microscopios ópticos utilizados han sido varios de la marca Nikon Epiphot con una cámara digital acoplada y ésta conectada a un ordenador permitiendo su observación a través de una pantalla.

La Microscopía electrónica de barrido con un haz fino de electrones de media energía entre (5 - 50 KeV) barre la muestra a partir de varias series de haces paralelos. Estos electrones interactúan con la muestra produciendo electrones secundarios, electrones retro difundidos y Rayos X.

Cada uno de estas señales puede ser detectada y visualizada, la imagen producida en el equipo muestra características tridimensionales de la topografía de la muestra. La profundidad de foco es apropiada para el análisis de superficies ásperas y porosas.



Foto 3.1.7.1 Microscopios Metalúrgicos de Reflexión.

### 3.1.8 DILATACIÓN TÉRMICA

La dilatación es el alargamiento o ensanchamiento de un cuerpo a diferentes temperaturas. La dilatación se expresa en función del coeficiente de dilatación ( $\alpha$ ) definido como el aumento de la longitud frente a la temperatura.

La dilatación térmica reversible viene dada por el Coeficiente de Expansión Lineal:

$$\alpha = \frac{dl}{dT} \quad (3.19)$$

O bien por el Coeficiente de Expansión Volumétrica:

$$\alpha = \frac{dV}{dT} \quad (3.20)$$

Donde los valores  $dl$ ,  $dV$  y  $dT$  son las variables de la dimensión lineal, Volumétrica y de la Temperatura respectivamente.

El procedimiento para la determinación de la dilatación térmica lineal, se basa en un horno cámara constituido de un tubo cerámico donde se introduce una muestra cerámica con las dimensiones adecuadas. La muestra está colocada en un soporte cerámico con coeficiente de dilatación conocido y un sistema acciona un registro que representa la variación lineal con la temperatura.

Para la determinación del coeficiente de Dilatación ( $\alpha$ ), dilatación térmica lineal se utilizaron los equipos, Netzch, y Di24 de Adamel Lhomargy con palpador y soporte de alúmina (hasta 1.600°C). La contracción o dilatación se registra utilizando un captador lineal de desplazamiento inductivo (LVDT), la señal que éste envía junto con la del termopar del horno Termopar Tipo S (Pt-Pt/Rh 10) se registra con un ordenador.

Las medidas de dilatación se realizaron con probetas en forma de barras de dimensiones aproximadas de 5-7mm de diámetro y 15-25mm de longitud con caras plano paralelas, la velocidad de calentamiento y enfriamiento fue de 5°C/min y la temperatura final de los ensayos fue de 1.000°C.

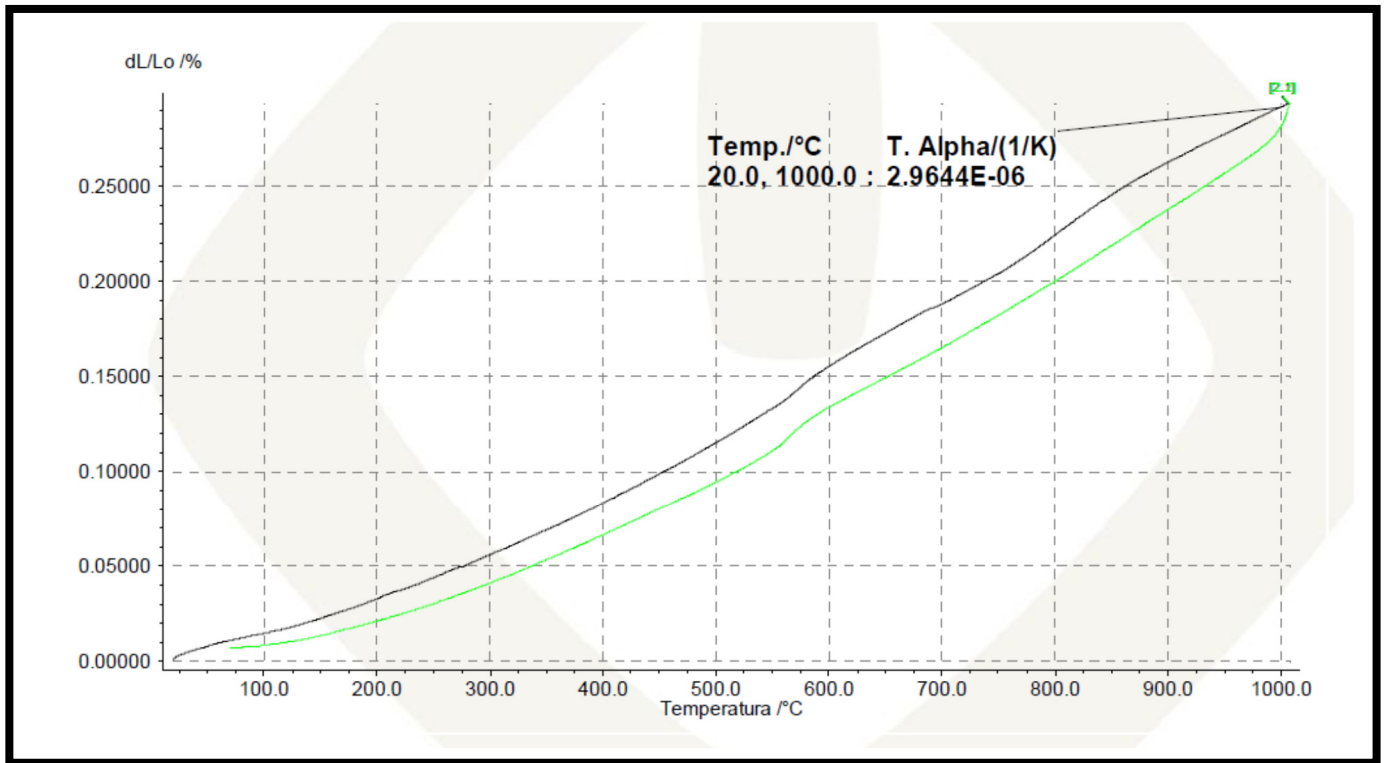


Figura 3.1.7.1 Curva de Dilatación de una composición de Cordierita.



### 3.1.9 RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO.

Para medir la resistencia a la degradación por choque térmico se realizó el siguiente ensayo:

En horno eléctrico con capacidad suficiente para almacenar varias muestra y potencia y resistencia a la temperatura superior a 1.200°C, se colocan las probetas en el interior una vez el horno esté a la temperatura programada. Las probetas permanecen dentro del horno al menos 30 minutos, superados esos 30 minutos, las muestras, ayudado por pinzas, retiran las muestras del horno y se dejan caer en un cubo con agua a temperatura ambiente de unos 20°C.

Una vez realizado el choque térmico, las probetas se secan a 110°C durante al menos 8 horas, se dejan enfriar y se realiza el ensayo de rotura. Conforme a la metodología descrita anteriormente.

Las variaciones de temperatura para los ensayos de choque térmico fueron 200, 300, 400, 500, 600, 800 y 1.200°C.

De forma práctica para los ensayos de muestra se ha realizado el ensayo de la manera siguiente. Se programa el horno de la siguiente forma:

PR1	100
PL1	125
PD1	0
PR2	900
PL2	1200
PD3	END

Una vez que se alcance los 1200°C se esperan 15 minutos para que el horno se estabilice. Se retiran las muestras de la estufa para que estén a temperatura ambiente: no se pueden mojar ni dejar que penetre el agua. Las muestras se introducen en el horno utilizando las protecciones adecuadas: manos, brazos y el cuerpo. Se espera 30 minutos y se retiran las piezas del horno y se introducen inmediatamente en agua a temperatura ambiente. Las muestras ya frías se marcan y se introducen en la estufa para su secado y posterior ensayo de flexión en caliente. El valor correspondiente al choque

térmico se mide en % de caída, teniendo en cuenta las diferencias entre el valor obtenido a T<sup>a</sup> ambiente y a T=1200 °C.

$$\% \text{ CAIDA} = ((\text{M.O.R } \Delta T=0^{\circ}\text{C} - \text{M.O.R } \Delta T=1200^{\circ}\text{C}) / \text{M.O.R } \Delta T=0^{\circ}\text{C}) * 100$$

M.O.R $\Delta T=0^{\circ}\text{C}$	M.O.R $\Delta T=1200^{\circ}\text{C}$	% CAIDA
50	25	50



### 3.1.10 FLEXIÓN EN CALIENTE.

Se programa el horno para cocer a 1.200 °C ó 1.280 °C de acuerdo con el siguiente programa:

PR1	100	
PL1	125	
PD1	0	
PR2	300	
PL2	1200	(ó 1280 °C)
PD2	120	(2 HORAS)
PR3	600	
PL3	0	
PD3	END	

Se utilizan barras de dimensiones 200x20x5 mm (error: +/- 1,5 mm)

Se coloca un peso controlado en el centro de las barras de tal forma que la carga a la que está sometida la barra sea igual a la fijada en la consigna correspondiente.

El cálculo del peso se realiza con los siguientes datos:

L (mm)	Carga (Mpa)	B (Ancho, mm)	E (Esp, mm)	l (mm)	Q (peso, g)
140	0.5	19.78	5	25.32	146.562

El valor de la *Flexión en Caliente* (deformación) se expresa en % de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Deformación} = ((\text{Flecha} - \text{Espesor}) / \text{Flecha}) * 100$$

E (Espesor, mm)	F(Flecha)	% Deformación
5.00	5.50	9.09

## 3.2 CONFORMACIÓN

Definimos confirmación el dar forma dimensional a las piezas a partir de una composición a base de mezclas de materias primas. La finalidad es dar forma a las piezas y la composición deberá tener el grado de humedad adecuado para cada tipo de proceso.

Los métodos de conformación empleados para los ensayos son principalmente 2, el Colaje y el Prensado. Con estos 2 procesos se pueden hacer ensayos a pequeña escala sin necesidad de utilizar grandes cantidades.

También se ha utilizado la extrusión como desarrollo de ciertas composiciones cerámicas una vez decidida la composición más adecuada por el proceso de Prensado o de Colaje.

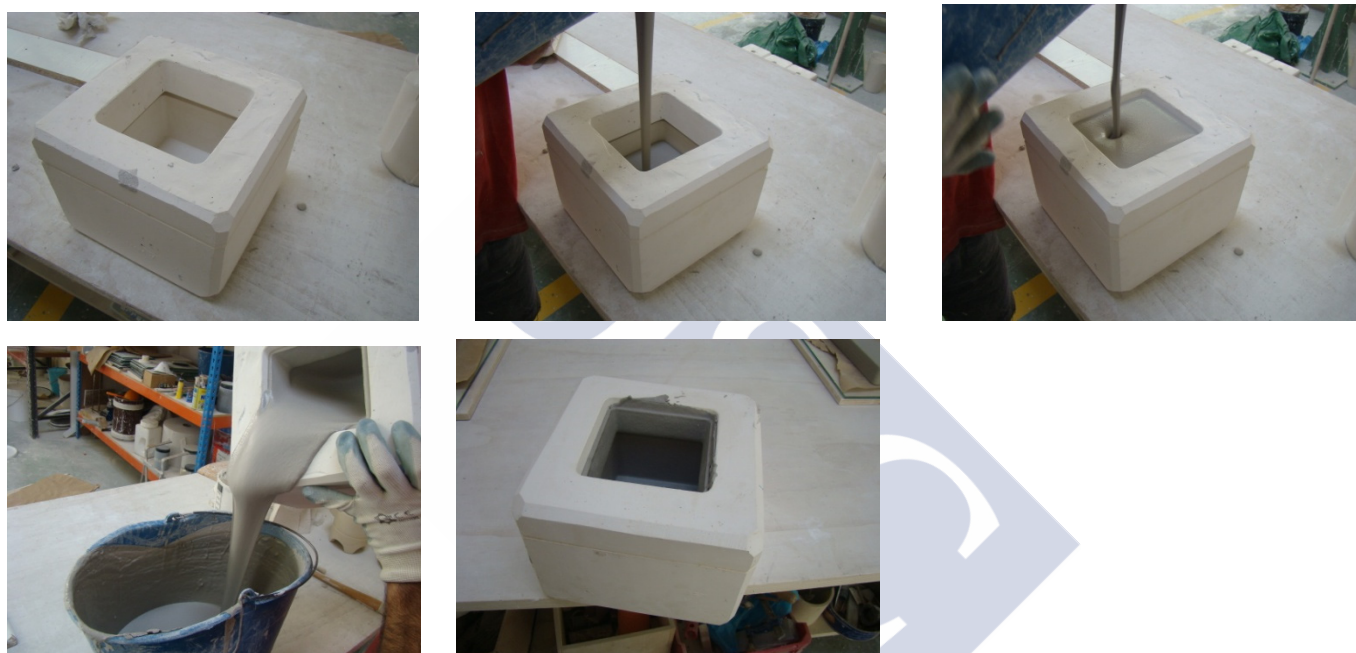
La composición cerámica en forma de polvo cerámico con la distribución granulométrica se mezcla para ser conformado en las formas requeridas. El producto, una vez conformado lo llamamos producto en Verde, que posee una forma, dimensiones y superficie controladas, así como una densidad y microestructura determinadas. Estas dos últimas características deben ser cuidadosamente controladas con el fin de obtener un producto final de calidad, ya que los defectos significativos introducidos durante el conformado, en general, no son eliminados durante la cocción. La resistencia del producto en verde debe ser la suficientemente consistente para poder manipular las piezas.

El prensado es la compactación y conformado de un polvo cerámico o material granular (previamente mezclado con los ligantes y lubricantes adecuados y redondeado de tal modo que tenga una fluidez elevada) y se lleva a cabo introduciendo el material en un molde rígido de acero y aplicando una presión elevada para lograr la compactación. Aunque existen n dos tipos de prensado: Prensado Axial y prensado Isostático, solo vamos a hablar del prensado Axial pues es usado, comúnmente, para obtener piezas de espesor mayor de 0.5 mm, con relieves en la superficie en la dirección de prensado y con varias alturas de prensado.

La Extrusión es el proceso en que se da forma a las piezas a base de deformar plásticamente las pastas. Estas deben tener el grado de humedad adecuado y con la suficiente rigidez para no deformarse durante los procesos siguientes y que presenten poca contracción al secar. El defecto de humedad da pastas heterogéneas y difíciles de conformar y el exceso peligro de generar grietas y piezas muy porosas. Las dimensiones durante la confirmación algo mayores a las de la pieza acabada por su mayor contracción al evaporar el agua.

El Colaje es la conformación partiendo de una suspensión de partículas cerámicas en agua llamada barbotina. Esta barbotina, al verterla sobre un molde de escayola, pierde parte del agua por la absorción que ejercen las paredes de escayola consiguiendo la forma dada por el molde de escayola. Después de unos minutos las partículas cerámicas se compactan, contraen y se desprenden fácilmente de la pared de escayola obteniendo la pieza conformada. El colaje puede ser realizando el vaciado de la barbotina que no perdió el agua dejando una cavidad interior o bien dejando toda la barbotina dentro del molde hasta que toda la pieza se vuelve sólida.

En las siguientes fotos se observa cómo se conforma una pieza por el proceso de colaje por vaciado



Fotos 3.2.1 Conformación por colaje por vaciado.

Todos los procesos comienzan con la mezcla de materias primas ya elaboradas y ajustadas en su tamaño de grano, humedad y textura. Los productos en polvo se mezclan con agua y aditivos dentro de mezcladoras para homogeneizar la mezcla y, la adición del agua está en función del proceso que se va a utilizar. En el caso del prensado la humedad media que se añade está entre el 5% y 6%, el polvo se aglomera en forma de gránulos de dimensiones y deformación controladas.

El prensado es el proceso de conformación más usado por razones de productividad y la posibilidad de producir productos dentro de un amplio rango de tamaños y tolerancias, permite producir formas complejas con múltiples agujeros, varias alturas, la contracción de prensado es muy baja, inferior al 1% la mayor parte de esta contracción se debe al secado.

Todo este proceso es muy flexible pero a cambio es necesario que la inversión en maquinaria que permita hacer este proceso sea de mucho valor, Llamamos Prensa a las máquinas donde vamos a realizar el proceso de prensado. Lo mismo ocurre con el diseño y ejecución de molde: los moldes son de aceros tratados con un coste muy alto en su fabricación. A cambio se pueden producir series muy grandes de hasta 50.000 unidades antes de que sea reparado y ajustado nuevamente. Las velocidades de producción dependen de la geometría de las piezas, el tipo de equipamiento utilizado y de la dificultad para extraer las piezas una vez confirmadas de la prensa.

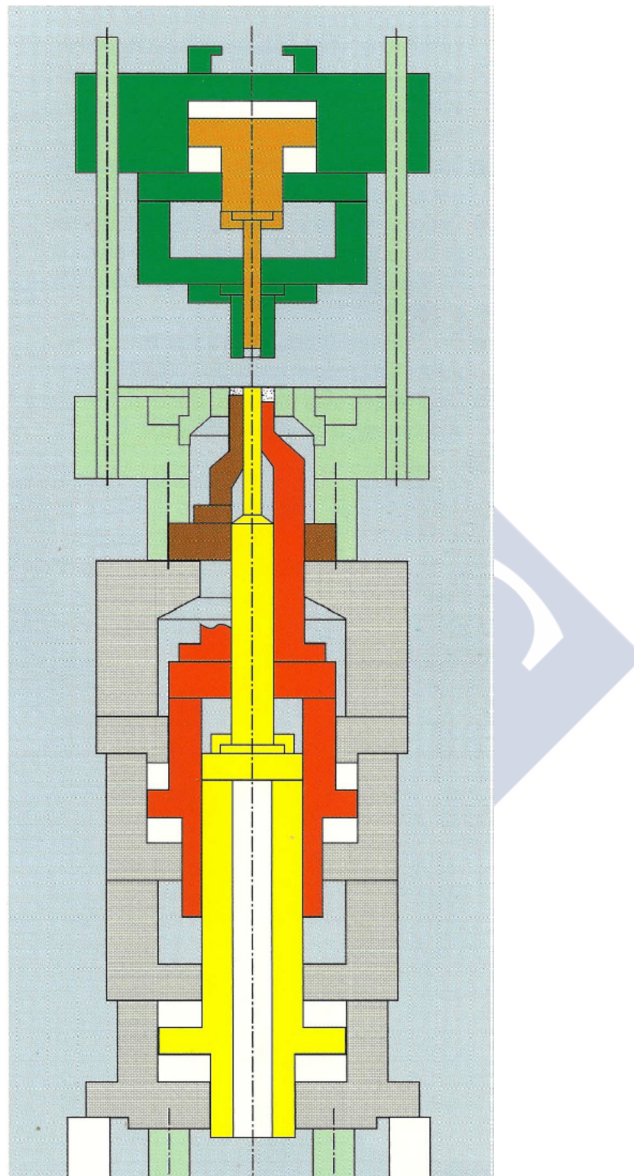


Foto 3.2.2 ejemplo de un molde de prensado.

La presión aplicada para confirmar una pieza varía en función del material que se va a confirmar, esta presión está en el intervalo de 20 hasta 100 MPa, pero esta presión no se hace de forma instantánea sino que se hace de forma progresiva y en muchos casos por etapas de prensado para poder desalojar el

aire que se queda dentro del molde. Las presiones bajas son comunes en la conformación de piezas fabricadas a partir de materiales arcillosos como es nuestro caso, mientras que altas presiones son necesarias. Para los materiales de Alúmina pura, Zircona y otros materiales cerámicos técnicos. En cada caso siempre es necesario hacer ajustes y puesta a punto cuando se va a confirmar una nueva pieza.

### 3.2.1 PROCESO DE MEZCLADO DE MATERIAS PRIMAS

El proceso de mezclado se basa en la adición de la composición a mezclar dentro de un recipiente, mezcla de las materias primas en seco, adición de agua, adición de aditivos ligantes, amasado, adición de aditivos lubricantes y granulación para obtener un polvo de alta fluidez. Según el proceso de compactación, el proceso de mezclado se hace de forma totalmente diferente e incluso en maquinaria deferente pues las características del producto mezclado son muy distintas si se va a prensar, extruir o hacer colaje.

Las materias primas se pesan y se dosifican convenientemente y introducen dentro de una mezcladora industrial normalmente de tipo inclinado entre 20 y 30° con el objeto de favorecer la mezcla y el granulado final al hacer intervenir la gravedad del producto. El mezclado se realiza hasta dentro de la mezcladora con un agitador de alta velocidad y energía, llamado Turbulencia que provoca que todo el material en el interior se amase. La mezcla, al finalizar el proceso está granulada, se hace pasar por un tamiz para homogeneizar los granos.



Foto 3.2.1.1 Mezcladora con inclinación de 30° con su dispositivo de mezcla por turbulencia

En el proceso de mezclado, a parte del mezclado se realiza un proceso de granulación para obtener un polvo de alta fluidez, este granulado mejora el llenado del molde y se compacta la mezcla de materias primas reduciendo el aire ocluido al mismo tiempo se eliminan partículas de finos que no tienen las características de fluido convenientes. Los polvos cerámicos deben tener una distribución granulométrica

y porcentaje de tamaños tal, que den lugar al menor número posible de huecos entre ellos, después de la compactación mediante prensado. Con ello se consigue una mayor compactación y, por tanto, la máxima densidad en verde. La compactación del polvo cerámico es la relación entre el volumen del mismo y su volumen total. A mayor compactación menor volumen de huecos y, por tanto, menor porosidad, que será más fácil de eliminar en el posterior proceso de cocción, el cual determina la porosidad final del producto. Las granulometrías obtenidas permiten determinar en qué proporciones se han de mezclar para obtener una granulometría adecuada que se parezca lo más posible a una curva granulométrica ideal de compactación máxima. El empaquetamiento debe ser optimizado de modo que se obtenga la mínima porosidad y máximas propiedades del material cerámico.

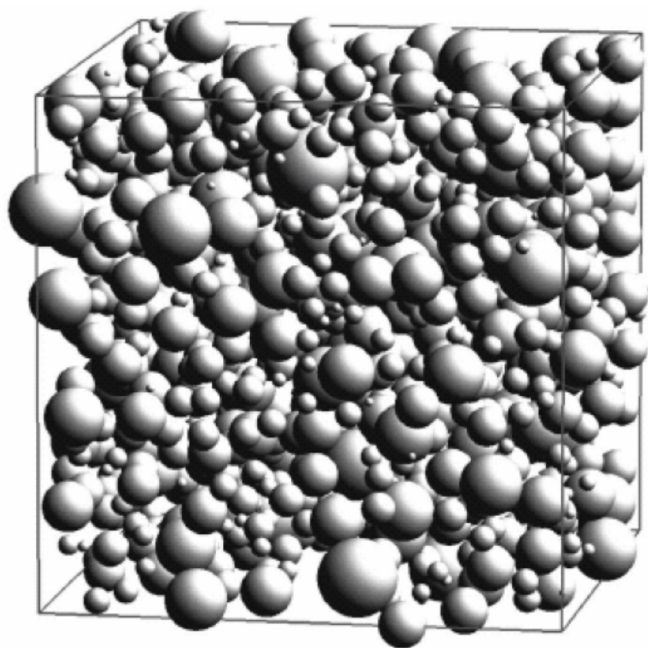


Foto 3.2.1.2 esquema de empaquetamiento de partículas.

Como control, que usualmente consiste en el prensado de una muestra con el fin de determinar las características de compactación: (densidad en verde, facilidad con que se libera del molde, Coeficiente de carga =  $\text{Espesor de la pieza antes de prensarla} / \text{Espesor de la pieza después de prensada}$ ) y las características de densificación (contracción, densidad, etc). Se añade lubricante y una pequeña cantidad de humedad y se procede a una separación magnética para eliminar posibles partículas metálicas que se hayan podido incorporar por desgaste de los equipos del procesado. La acción de los lubricantes, es reducir la fricción entre las partículas, los gránulos y entre estos y la pared del molde. Como resultado de ello se tiene:

- 1.- Aumento de la uniformidad de la pieza prensada.
- 2.- Mejora de la densidad en verde.
- 3.- Aumento de vida de los útiles de prensado.
- 4.- Reducción de las pegaduras, lo que disminuye el tiempo necesario para la limpieza de los útiles.
- 5.- Disminución de la presión necesaria para la extracción de la pieza del molde.

Para el proceso de extrusión, la dosificación de las materias primas se hace de igual forma que para prensado, la humedad a aportar es mucho mayor (13- 18% según la composición a preparar). La pasta que se genera es muy plástica haciendo necesario máquinas que, al mismo tiempo que se hace el mezclado que puedan amasar una masa muy plástica.



Foto 3.2.1.3 Amasadoras para extrusión.

En el caso del proceso por extrusión, la mezcladora consta de un agitador y un recipiente. Después de la adición de materias primas directamente sobre agua, se realiza una agitación de un líquido más o menos viscoso con unas propiedades reológicas determinadas que permiten poder confirmar piezas por el proceso de colage.



Foto 3.2.1.4 Agitadores para el proceso de colage.

### 3.2.2 SECADO Y ALMACENAMIENTO.

Las pastas, una vez mezcladas y tamizadas se dejan reposar dentro de recipientes, la idea es conseguir la mayor homogeneidad de la mezcla distribuyendo la humedad y lubricantes en todo el producto.

En algunos casos el material es necesario secarlo. El almacenamiento hace regular la temperatura con que se va a prensar. Una pasta recién mezclada está caliente debido a la aportación de energía que se hace para su mezcla.



Foto 3.2.2.1 Tubo de secado para pastas cerámicas.

### 3.2.3 PRENSADO DE PRODUCTOS CERÁMICOS.

El prensado axial tiene por objeto la compactación de un polvo cerámico dentro de un molde metálico aplicando la presión en una sola dirección por medio de un punzón rígido. Es un procedimiento de elevada capacidad de producción y fácil de automatizar. Sirve además para hacer ensayos y desarrollos con el mismo proceso que se va a industrializar.

Las etapas generales en el prensado son:

- 1.- Llenado de molde
- 2.- Compactación inicial, se retira parte del aire
- 3.- Conformado de la pieza, tiene varias fases.
- 4.- Desmoldeado
- 5.- Extracción de la pieza

En la figura 3.2.3.1 se muestra de forma esquemática la secuencia automatizada de prensado de una prensa axial de doble efecto, es decir que compacta el material de forma igual desde el punzón inferior que el punzón superior. La alimentación, consistente en material granulado y fluido, se introduce en la caja formada por el molde se realiza mediante un mecanismo deslizamiento llamado cargador y se dosifica generalmente de forma volumétrica. Los movimientos del molde y de los punzones se coordinan de modo que se induzca un cierto vacío que ayuda a la deposición del polvo en la cavidad del molde. El punzón inferior se mueve hacia abajo. Los materiales de baja fluidez, usualmente, se pesan previamente y se alimentan manualmente o mediante flujo inducido mecánicamente.

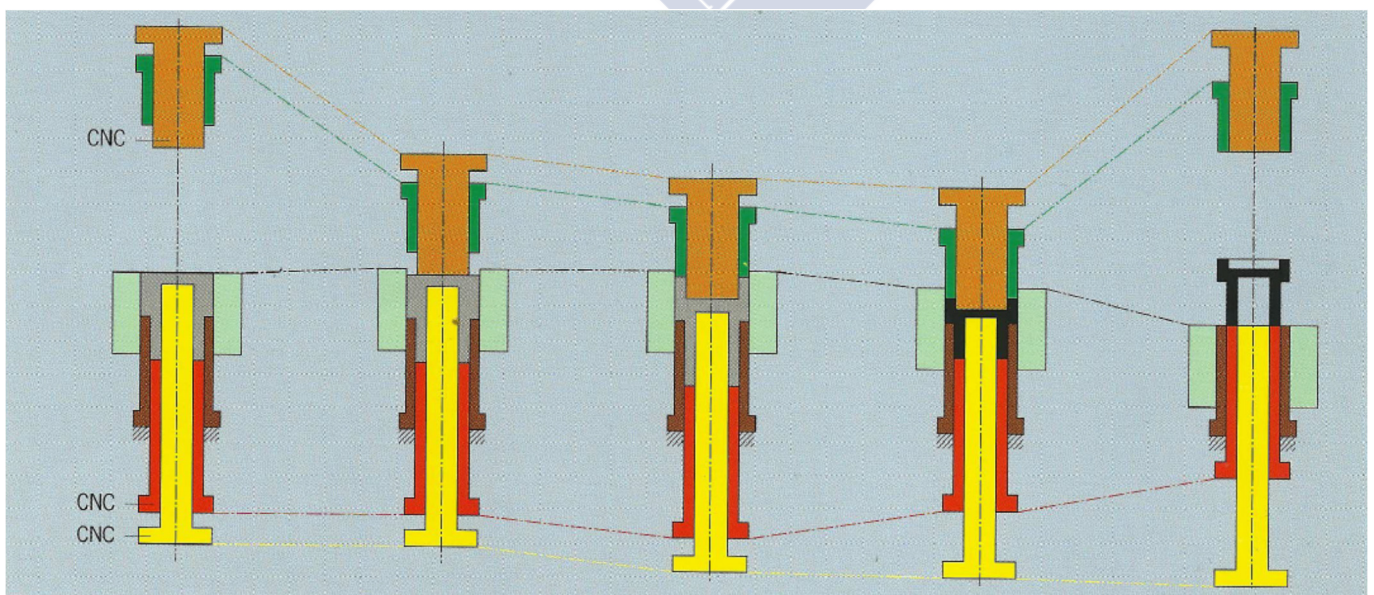


Figura 3.2.3.1 Esquema de prensado.

Los punzones inferiores se posicionan en la caja del molde para formar la cavidad predeterminada basada en la relación de compactación del polvo y para que contenga el volumen correcto para conseguir las dimensiones en altura requeridas del producto en verde después del prensado. A continuación, el mecanismo de alimentación se pone en posición y llena la cavidad de material (Etapa 1). Una vez realizado el llenado del molde, con el polvo cerámico de elevada fluidez y conteniendo los aditivos ligantes y lubricantes, el mecanismo de alimentación se retira y en su movimiento de retirada alisa la superficie (Etapa 2). A continuación, el punzón superior se mueve hacia abajo entrando en la cavidad y se comprime el granulado, comenzando la compactación, produciéndose al mismo tiempo una eliminación del aire, llamado desaireamiento (Etapa 3). Después, a medida que continúa el prensado, tanto el punzón superior como el punzón inferior comprimen el granulado cuando se mueven uno hacia el otro de forma independiente y sincronizada a sus posiciones de prensado predeterminadas (Etapa 4).

Cuando se ha completado el prensado, la pieza posee unas tensiones residuales de compresión que la sujetan en la cavidad del molde (Etapa 5), después, el punzón superior se retira y el punzón inferior va empujando la pieza hasta retirarla del molde, aquí interviene sobre todo el lubricante añadido (Etapas 6 y 7). Durante el desmoldeo, al extraer la pieza incrementa sus dimensiones liberando las tensiones residuales lo llamamos muelle de moldeo (Spring Press) y se mide en % (Etapa 8). El juego entre el molde y los punzones es de 100-200  $\mu\text{m}$  con el objeto que el molde no sea un impedimento a la hora de confirmar la pieza, además es necesario que pueda eliminarse el aire que está ocluido dentro del molde. Las paredes del molde se construyen con conicidad para hacer posible la expulsión de las piezas prensadas, esta conicidad es muy pequeña y es siempre inferior a la tolerancia dimensional de las piezas.

Otro método de extracción de las piezas una vez prensadas es que el punzón superior permanezca apoyado en las piezas sin hacer presión, solo sosteniendo la pieza mientras se desmoldea. La extracción final de la pieza se ayuda del propio cargador de la prensa justo antes de empezar un nuevo ciclo de prensado (Etapa 9), en este caso el cargador podría empujar la pieza hacia el exterior de la prensa. La otra posibilidad para la extracción es con la ayuda externa de un equipo o robot quien retira las piezas prensadas.



Etapa 1 Molde en posición de carga



Etapa 2 Llenado del molde con el material a prensar.



Etapa 3 Aproximación del molde extracción de aire



Etapa 4 Extracción de aire y prensado



Etapa 5 Prensado



Etapa 6 y 7 inicio desmoldeado



Etapa 8 la pieza es más grande que el molde



Etapa 9 pieza fuera del molde e inicio del ciclo

Foto 3.2.3.1 Proceso de conformación por prensado.

En el proceso de conformación por prensado normalmente es la arcilla la que proporciona la plasticidad, la arcilla sobre todo su fracción inferior a  $2 \mu\text{m}$  recubre las partículas más grandes y forma una matriz. Durante la deformación que ocurre al aplicar la presión sobre el aglomerado, existe un movimiento y acomodación de partículas que tiene lugar entre las partículas más grandes en zonas de corte que contienen arcilla orientada y partículas más finas no plásticas. La humedad que contienen las partículas actúa como un lubricante interno. La migración líquida de una zona de cizalla causará que aumente ahí la tensión efectiva y la resistencia cortante. Una tensión concentrada puede causar la generación de grietas. La deformación plástica requiere una alta concentración de zonas de cizalla, que son de resistencia cortante uniforme.

En el prensado la presión producida por el movimiento de los punzones compacta al polvo cerámico granular formando una pieza compacta que posee una forma y microestructura determinadas. Inicialmente la velocidad de densificación es elevada, pero decrece rápidamente en cuando se aplica presión. La densificación es, relativamente, pequeña por encima de 20 MPa, pero el desgaste del molde es elevado a esas presiones, sobre todo cuando se trabaja con partículas cerámicas de Alúmina, debido a su dureza provoca un desgaste acelerado del molde. La presión inicial se transmite por medio del contacto existente entre los gránulos. La deformación de estos gránulos tiene lugar por deslizamiento y reordenamiento de las partículas recubiertas con los productos auxiliares de prensado. La deformación de los gránulos reduce la porosidad y aumenta el área de los contactos entre los aglomerados. El aire comprimido en los poros migra y es eliminada, parcialmente, al salir entre el molde y los punzones.

La densidad final de la pieza es menor que el factor de empaquetamiento máximo del aglomerado debido a que las fuerzas de fricción entre las partículas retardan su deslizamiento. La relación de compactación se define como Coeficiente de Carga:

$$C_c = \frac{V_{ll}}{V_p} = \frac{D_{ll}}{D_p} \quad (3.2.3.1)$$

$C_c$  Es el Coeficiente de carga.

$V_{ll}$  Es el volumen de llenado del molde.

$D_{ll}$  Es la densidad de llenado del molde.

$V_p$  Es el volumen de la pieza una vez prensada.

$D_p$  Es la densidad de la pieza una vez prensada.

En el prensado de polvos cerámicos, un coeficiente de carga baja reduce el desplazamiento del punzón y la cantidad de aire a evacuar en la pieza compactada. Es deseable un valor de Coeficiente de Carga menor de 1,6 aunque lo normal es un coeficiente de carga de 2. Una densidad alta de llenado aseguran un coeficiente de carga bajo.



Foto 3.2.3.4 Molde en posición de inicio de ciclo



Foto 3.2.3.5 Molde en posición de carga



Foto 3.2.3.2 Molde en posición de prensado



Foto 3.2.3.3 Molde en posición de desmoldeo

Las imágenes del proceso de prensado muestran la altura que recorre la caja del molde para poder cargar el aglomerado y como queda después de la compactación. La diferencia de altura se debe al coeficiente de carga del material a prensar prácticamente es el doble que la altura de la pieza (Coeficiente de carga próximo a 2).



### 3.2.4 EXTRUSIÓN DE PRODUCTOS CERÁMICOS

El conformado por extrusión se basa en los procedimientos de producción de productos a partir de una mezcla de productos cerámicos y aditivos que son deformables bajo presión. La mezcla es una masa plástica que se obtiene a base de amasar con materias primas que contienen arcillas por la adición de agua y pequeñas cantidades de aditivos plastificantes y lubricantes. El mejor aditivo para la extrusión, pese a los avances dados en los últimos años sigue siendo la utilización de pequeñas fracciones de arcillas plásticas. En sistemas que no contienen arcilla, tales como óxidos puros como la Alúmina y Zircona y nos materiales no oxídicos como el Carburo de Silicio y el Nitruro de Silicio en lugar de la arcilla, se utilizan otros aditivos que, mezclados con agua o con alcoholes, proporcionan plasticidad para poder realizar la extrusión.

La plasticidad es la capacidad de deformarse ante un esfuerzo mecánico conservando la deformación al retirarse la carga. La mayor dificultad del proceso de conformado plástico es la eliminación del material orgánico antes de la cocción, en unos casos los aditivos se queman y durante una de las etapas de la cocción el material es muy débil. En el caso de los sistemas con arcilla y agua, durante el secado tiene lugar una contracción, que aumenta el riesgo de aparición de grietas. En el caso de sistemas con aditivos orgánicos, el problema mayor es la obtención de pieza en verde libre de defectos y la extracción del material orgánico. Una extrusión en malas condiciones da lugar a agrietamientos, hinchamiento o distorsión y se tarda tiempo en descubrir dónde está el fallo. Por otra parte, en la eliminación de los aditivos ligantes, puede resultar en agrietamientos, hinchamiento o contaminación en el proceso posterior de densificación a alta temperatura.



Fotos 3.2.4.1 Extrusión de Carburo de Silicio.

El conformado plástico se usa de forma extensiva en la fabricación de cerámicas estructurales, materiales refractarios y materiales avanzados. Los materiales de construcción tradicionales tales como: ladrillos y tejas se obtienen por extrusión, también se pueden producir por extrusión tubos de protección de los termopares, tubos para hornos, Rodillos para hornos de cocción tanto de Alúmina Tabular como de Carburo de Silicio, Carburo de Silicio para intercambiadores de calor, aislantes eléctricos de porcelana, sustratos para aplicaciones electrónicas, soportes de catalizadores tipo Honeycomb, tubos transparentes para lámparas. También es el proceso intermedio para la fabricación de sustratos para electrónica y cuchillos cerámicos donde las paredes son menores a 1 mm. Se pueden obtener productos de gran tamaño de más de una tonelada, hasta de pequeño tamaño de solamente unos gramos de masa.

Las presiones de extrusión que se pueden alcanzar van desde los 4 Mpa hasta los 50 Mpa siempre en presencia de vacío para poder conformar mejor el material, la velocidad de extrusión se mide producto extruido por hora o bien en términos de la velocidad de salida del material de la máquina, hoy en día, la electrónica ha mejorado la maquinaria de extrusión pudiéndose regular tanto la velocidad como la presión e incluso mantener la humedad constante mediante la adicción de agua en la propia máquina de forma controlada.

Al trabajar con el proceso de extrusión debemos considerar que trabajamos con productos cerámicos de sección constante, esta sección viene dada por la boquilla por la cual se realiza confirmación. El proceso de extrusión consiste en forzar el paso, mediante la aplicación de una presión, de la pasta con una consistencia plástica a través de una matriz, se obtiene un producto lineal con una sección transversal controlada, y que luego se corta a la longitud requerida por el producto a obtener. La extrusión es un método de conformado continuo muy efectivo y eficiente, y se han desarrollado varios métodos para forzar el paso de la pasta a través del dado: giro de unos rodillos, empuje de un pistón o rotación de una hélice.



Foto 3.2.4.2 Extrusora de pistón Foto 3.2.4.3 extrusora de Hélice

Las máquinas extrusoras de hélices pueden ser simples o de doble hélice según la forma de la pieza a ser extruida si es en forma redonda o cuadrada o bien en forma alargada. El sistema de cilindros, se compone de dos o tres cilindros laminadores y se utiliza para pastas consistentes. Las extrusoras de pistón pueden alcanzar presiones muy elevadas, mediante la utilización de bombas hidráulicas. Su mantenimiento es mínimo pues no tienen el desgaste de una máquina de hélice. La extrusora de pistón trabaja de forma discontinua y las extrusoras de hélice pueden trabajar de forma continua.

Las máquinas extrusoras de hélice normalmente constan de varias partes: una parte de alimentación donde recibe la masa plástica, un filtro donde se rompe el material, vacío donde el material se compacta sin aire y una parte de compresión donde se comprime el material para salir con la forma a través de la boquilla. El sistema de hélice está especialmente indicado para masas plásticas, el sistema de pistón, que empuja la pasta a través de la matriz por medio de un émbolo, se utiliza para pastas no plásticas.

Durante la extrusión de un material, tiene lugar la orientación de las partículas, en paralelo al sentido de flujo. El grado de orientación de las partículas aumenta con la velocidad de salida. Si la velocidad de salida varía en la sección de la pieza por cambios en la plasticidad o humedad de la masa en la pieza cerámica recién extrusionada existirán diferentes grados de orientación. Cuanto mayor sea el grado de orientación menor será el contenido de humedad y más baja la contracción del secado. Las diferencias en el grado de orientación, humedad y contracción, pueden originar tensiones y roturas durante el proceso de secado posterior. Uno de los sistemas más utilizados en el equilibrado de moldes se basa en detectar las diferencias de velocidad en la sección de salida del molde, determinando las diferencias de contracción que pueden presentarse en la misma pieza.



Foto 3.2.4.4 Imagen de moldes de extrusión con regulaciones ya ajustadas para la próxima extrusión.

Si la operación de extrusión no se realiza adecuadamente, se pueden presentar un incremento significativo de costos por las fisuras que genera, tanto en el secado como en la cocción y aún luego de la cocción. Una extrusión defectuosa se traduce en tensiones que muchas veces se ponen de manifiesto largo tiempo después del secado. Los resultados de la extrusión dependen de dos grupos de factores: de las materias primas y de su historia de elaboración en primer lugar y de la calidad de las maquinarias en segundo. Como factor fundamental para evitar problemas en la extrusión, se debe asegurar su homogeneidad de composición (plasticidad), de humedad y de alimentación.

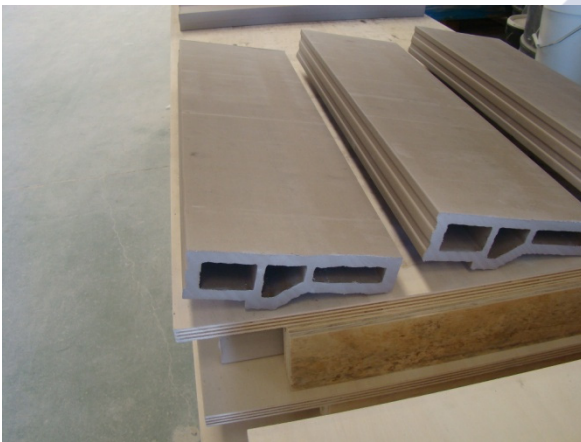


Foto 3.2.4.5 Piezas de extrusión con defectos que se van repitiendo.

Una vez alcanzado el punto de máxima consistencia del material a extruir, si se aumenta sensiblemente el porcentaje de humedad, la cohesión entre partículas desciende rápidamente facilitándose el deslizamiento entre partícula y partícula, con lo cual la masa plástica cambiará y pasará a fluir por el centro del molde con mayor velocidad. Si ocurre el caso contrario pasará que si se desciende el contenido de humedad y se trabaja por debajo de la zona de equilibrio de máxima consistencia. Cuanto menos plástica sea la arcilla, mayor sensibilidad presentará a estos cambios de humedad. Una variación de un pequeño porcentaje de de humedad en una arcilla plástica puede mantenerse la extrusión, en cambio,

en una mezcla de una cerámica técnica con poca arcilla dará lugar a un cambio total de la consistencia y de las condiciones de flujo a través de la máquina extrusora produciendo variaciones de temperatura y calentamientos a los pocos minutos del comienzo de la extrusión. En esta propiedad se basa la determinación de la plasticidad por el sistema de los límites de Atterberg.

El límite plástico representa la humedad mínima que la arcilla debe contener para poder ser moldeada por ejemplo en una extrusora de vacío, trabajando con una consistencia en la arcilla de unos 2 kg/cm<sup>2</sup>. El límite líquido corresponde a la máxima humedad que la arcilla puede contener siendo todavía moldeable. Por encima de dicho porcentaje de humedad, la cohesión interna o atracción entre las partículas arcillosas, sería tan baja que la pieza recién moldeada no aguantaría su propia forma. El límite líquido se halla muy próximo a la humedad utilizada en el moldeo de ladrillos o baldosas manuales y corresponde a una consistencia de unos 0.03 kg/cm<sup>2</sup>, medidos con un penetrómetro de bolsillo. El índice de plasticidad es la diferencia entre la humedad correspondiente al límite líquido y al límite plástico.

En arcillas para ladrillos, suele oscilar entre 10 y 20. Con índices de plasticidad menores de 10, puede resultar problemático mantener la humedad de amasado dentro de los límites tolerables para el moldeo. La pieza extruida debe tener una resistencia adecuada para soportar su manejo sin desplomarse o deformarse.

La resistencia cohesiva de la pieza debe ser lo bastante alta para resistir la deformación durante su manejo y así controlar la forma del producto. La resistencia cohesiva puede aumentarse incrementando el contenido de ligantes auxiliares de extrusión, reduciendo el contenido de humedad y usando un ligante que gelifique durante la extrusión. De esta forma se eliminan poros, grietas o laminaciones. Los defectos que pueden aparecer en el proceso de extrusión son:

- Alabeo o distorsión
- Laminación.
- Desgarramiento
- Agrietamiento
- Segregación
- Porosidad
- Inclusiones

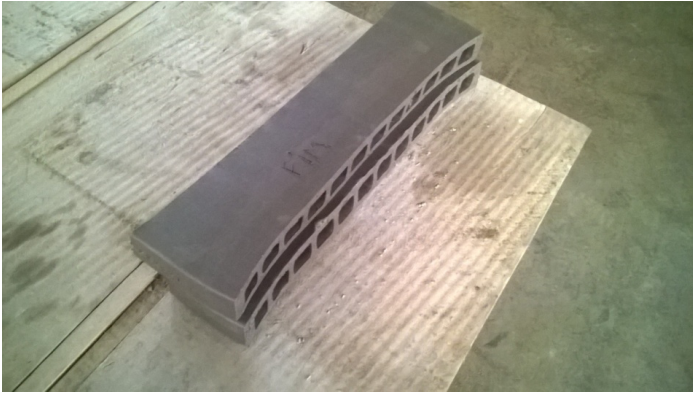


Foto 3.2.4.6 defecto en el avance de la extrusión.

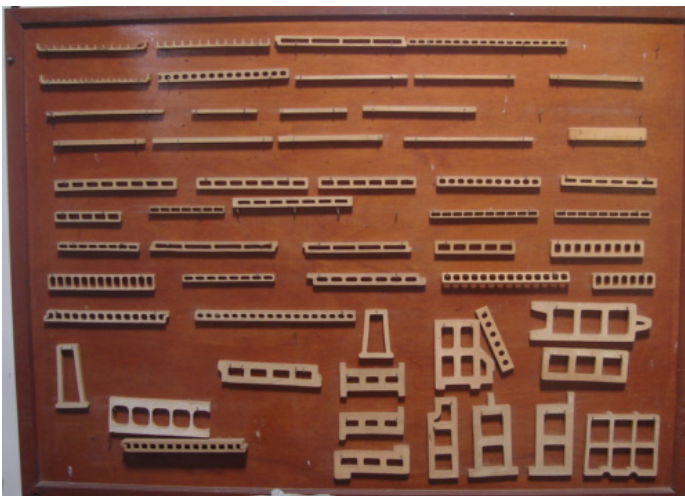


Foto 3.2.4.7 Formatos de extrusión.



### 3.2.5 COLAJE DE PRODUCTOS CERÁMICOS

Se trata de preparar suspensiones acuosas conteniendo partículas finas de materiales arcillosos que normalmente denominamos barbotina. En la técnica de conformado de materiales cerámicos denominada colaje, una suspensión de partículas cerámicas en un líquido, normalmente agua, es vertida o bombeada en un molde poroso, generalmente de escayola. El molde contiene poros y capilares finos de diámetro muy pequeño y que absorben parte del agua de la suspensión en contacto con el molde, lo que causa que se forma una capa consolidada y compacta de material cerámico. Aumenta la concentración de partículas sólidas en la superficie en contacto con el molde de escayola. La barbotina se deja en el molde hasta que se alcanza el espesor deseado, momento en el cual la barbotina no consolidada se retira del molde.

Los procesos de colado de materiales cerámicos, se realizan a temperatura ambiente y consisten en la preparación de una suspensión de las partículas cerámicas en un líquido, con una consistencia adecuada para poder ser utilizada para verter sobre un molde de escayola. La realización de la pieza tiene lugar cuando ocurre un cambio físico por retirada de parte del agua hacen que la suspensión se consolide y adquiera consistencia. En el proceso de colado, la suspensión se vierte en un molde poroso que extrae por succión capilar líquido de la suspensión pegado a las paredes del molde, con lo que se va formando la pieza en las paredes del molde.

Las ventajas del proceso de colado son:

- 1.- Dispersión homogénea del material cerámico en un líquido a baja viscosidad.
- 2.- Posibilidad de obtener piezas de forma compleja.
- 3.- Costes relativamente bajos.
- 4.- Flexibilidad de producción.

Las desventajas del proceso de colado son:

- 1.- Capacidad de producción baja.
- 2.- Baja precisión dimensional.
- 3.- Problemas de constancia en la humedad de los moldes.
- 4.- Dificultad de ajuste de la reología en función del tiempo y la temperatura.

Hay diversas formas de esta técnica de conformado dependiendo de la viscosidad de la suspensión según la forma de la pieza que se quiere fabricar, lo más común es denominar:

1.- Colaje por llenado donde toda la barbotina llena el molde y se espera a que la escayola absorba todo el agua de la barbotina hasta que ésta sea consistente.

2.- Colaje por llenado y vaciado. Donde la barbotina está dentro de un molde para posteriormente vaciar la barbotina restante.

Las siguientes fotos muestran la conformación por colaje:



Foto 3.2.5.1 conformación de piezas por llenado en moldes de escayola.



Foto 3.2.5.2 Moldes de escayola con la barbotina.



Foto 3.2.5.3 vaciado de la barbotina,



Foto 3.2.5.4 final del vaciado de la barbotina.

Las diferentes etapas del proceso de colaje son las siguientes: preparación de la suspensión y del molde, llenado del molde, vaciado de la suspensión en exceso, secado parcial de la pieza mientras esta en el molde, retirada de la pieza del molde y en algunos casos arreglo y acabado superficial de la pieza antes del secado final, siempre que tenga la suficiente resistencia.



Foto 3.2.5.5 Pieza fabricada por colaje por llenado Foto 3.2.5.6 Pieza fabricada por colaje y vaciado.

Para suspensiones con un alto contenido en sólidos, la atracción partícula-partícula da lugar a la formación de aglomerados. En algunos casos, dichos aglomerados pueden actuar, esencialmente, como partículas esféricas rugosas y hacer que la viscosidad disminuya. En otros casos, especialmente para concentraciones de sólidos muy altas, los aglomerados pueden interaccionar unos con otros y hacer que la viscosidad aumente. El grado de aglomeración puede controlarse mediante la adición de aditivos dispersantes. La dispersión y floculación (aglomeración) de partículas cerámicas en un fluido está fuertemente influenciada por el valor de la carga eléctrica de la superficie de las partículas, los iones adsorbidos y la distribución de iones en el fluido adyacente a las partículas. Así, la estructura química y electrónica de las partículas, el pH de la suspensión y la presencia de impurezas son parámetros críticos a tener en cuenta a la hora de preparar una suspensión para colaje

La preparación de la dispersión de una suspensión no se debe solo a la obtención de un reparto uniforme de las partículas primarias en el medio, sino que es preciso asegurar en el sistema una cierta estabilidad en el tiempo y evitar la aglomeración de las partículas por floculación. Cada partícula en el medio está sometida a interacciones que son de tres tipos principales:

- 1.- Las fuerzas de London-Van der Waals que son atractivas y, por tanto, contribuyen pues a una aglomeración.
- 2.- Las fuerzas electrostáticas, asociadas a las cargas de las partículas, que son repulsivas para un mismo tipo de partículas y participan en la estabilización del sistema.
- 3.- Interacciones de orden estérico, que son debidas a la adsorción de macromoléculas en la superficie de las partículas y que pueden ayudar a la estabilización del conjunto.

Para el control y manipulación de las características superficiales de las partículas de polvo cerámico en una suspensión se utilizan, usualmente, dos técnicas: Repulsión electrostática y estabilización estérica:

La repulsión electrostática incluye la formación de cargas del mismo signo sobre la superficie de las partículas. Como las cargas del mismo signo se repelen, las partículas se mantienen separadas por las fuerzas electrostáticas. Cuanto mayor sea el valor de la carga superficial, mayor será la fuerza de repulsión y, por tanto, mayor será el grado de dispersión de las partículas y menor la aglomeración. Las fuerzas electrostáticas dominan la separación entre partículas alrededor de 20 y 200 Å.

La carga en la superficie de las partículas está controlada por el valor del pH del líquido y por la adición de productos químicos que suministran cationes monovalentes ( $\text{Na}^+$ ,  $4 \text{NH}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ), que son adsorbidos sobre la superficie de las partículas. Para la mayoría de los óxidos, la dispersión puede controlarse mediante el pH usando las propiedades polares del agua y las concentraciones de iones de los ácidos o bases para lograr zonas cargadas alrededor de las partículas de tal manera que se repelan unas a otras. En este caso, la utilización de Silicato Sódico y poliacrilatos como defloculantes.

Las interacciones de tipo estérico se deben a la adsorción de macromoléculas orgánicas sobre la superficie de las partículas de polvo cerámico, que interaccionan entre sí, y que pueden ayudar a estabilizar el conjunto. El resultado es la creación de una zona separadora alrededor de cada partícula. Este es el mecanismo de estabilización preponderante en los medios no polares. Uno de los extremos de la cadena de la macromolécula se une a la superficie de la partícula y tiene una solubilidad limitada en el solvente. El otro extremo se extiende hacia fuera de la partícula y es soluble en el solvente. Dichas macromoléculas proporcionan una barrera mecánica que impide que las partículas se aproximen, con lo

que se evita que las fuerzas atractivas de Van der Waals actúen eficazmente, ya que su valor disminuye rápidamente con la distancia de separación de las partículas. Se evita así la formación de aglomerados.

La preparación de la suspensión puede realizarse por distintas técnicas. La más común es la molienda en húmedo o el mezclado con agitador. Las materias primas se introducen en polvo, aditivos ligantes, y dispersantes, los cuales son añadidos al mezclador en las proporciones adecuadas para la suspensión, donde se muelen y/o mezclan hasta que se logre la homogenización, mojado de todas las superficies. Posteriormente, se permite que la suspensión envejezca hasta que sus características permanezcan relativamente constantes en el tiempo, momento en el cual está lista para determinar la viscosidad, ajustándola en caso necesario. Finalmente, se realiza su desaireado, eliminando las burbujas y de ahí queda preparada para el proceso de colado.



### 3.3 MATERIAS PRIMAS DE PARTIDA:

Las materias primas son de uso comercial preparadas por industrias la mayoría multinacionales, todas las materias primas están en el mercado a nivel internacional.

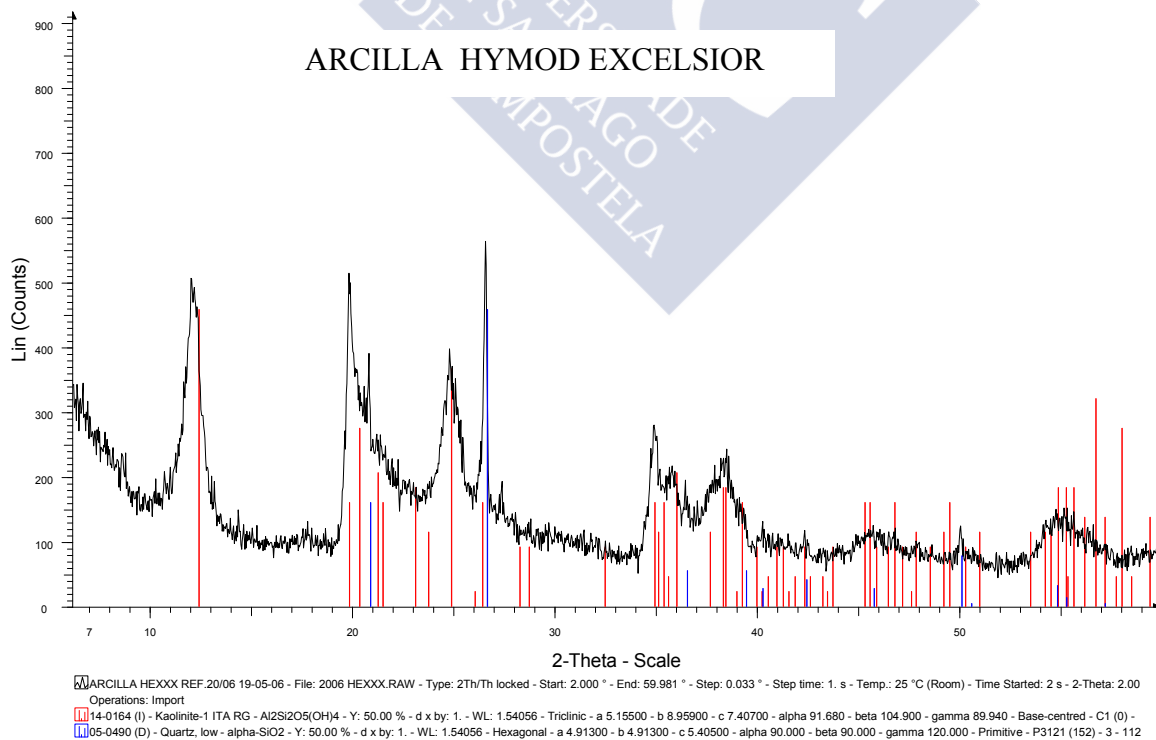
Las muestras escogidas para hacer el estudio y las composiciones de esta tesis son todas tomadas de materias primas preparadas para la producción industrial. No se han seleccionado materias primas ni se las hecho ningún tratamiento especial para su estudio y análisis.

Los datos que aparecen en las tablas son datos de especificaciones y se han comprobado a nivel de laboratorio en la mayor parte de los casos sin encontrar ninguna diferencia respecto a lo que dicen las especificaciones. Se ha realizado ensayos de Difracción de Rayos X para verificar que la cristalografía es la correcta.

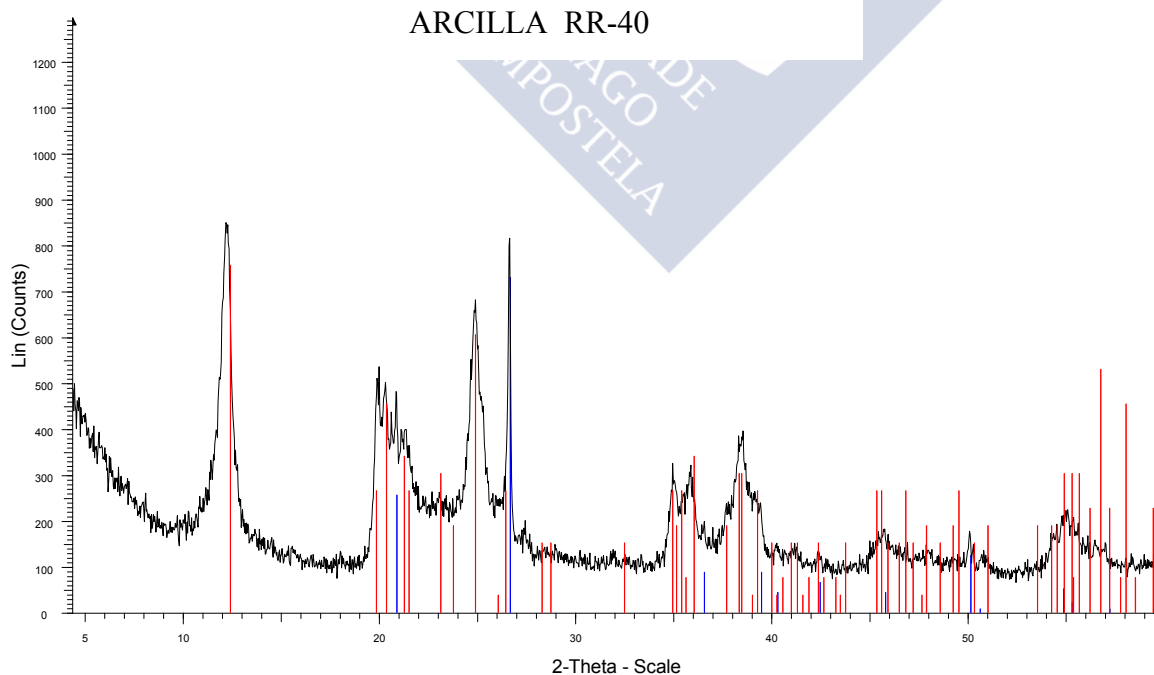
A continuación se exponen y caracterizan las materias primas de partida utilizados en la realización del presente trabajo:



DATOS	Unidades	Hymod Excelsior
SiO <sub>2</sub>	%	49
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	35
TiO <sub>2</sub>	%	1,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	1,6
K <sub>2</sub> O	%	1,2
L.O.I.	%	12
Superficie Específica BET	m <sup>2</sup> /g	48
M.O.R. 110°C	MN m <sup>-2</sup>	7,5
Concentración Sólidos	%	58,5
DRX Caolinita	%	75
DRX Mica	%	20
DRX Cuarzo	%	5
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	750



DATOS	Unidades	RR40
SiO <sub>2</sub>	%	55,9
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	38,5
TiO <sub>2</sub>	%	2,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	2,0
CaO	%	0,6
MgO	%	0,1
Na <sub>2</sub> O	%	0,1
K <sub>2</sub> O	%	0,1
L.O.I.	%	13
M.O.R. 110°C	MN m <sup>-2</sup>	11
Concentración Sólidos	%	50
DRX Caolinita	%	80
DRX Mica	%	15
DRX Cuarzo	%	5
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	750

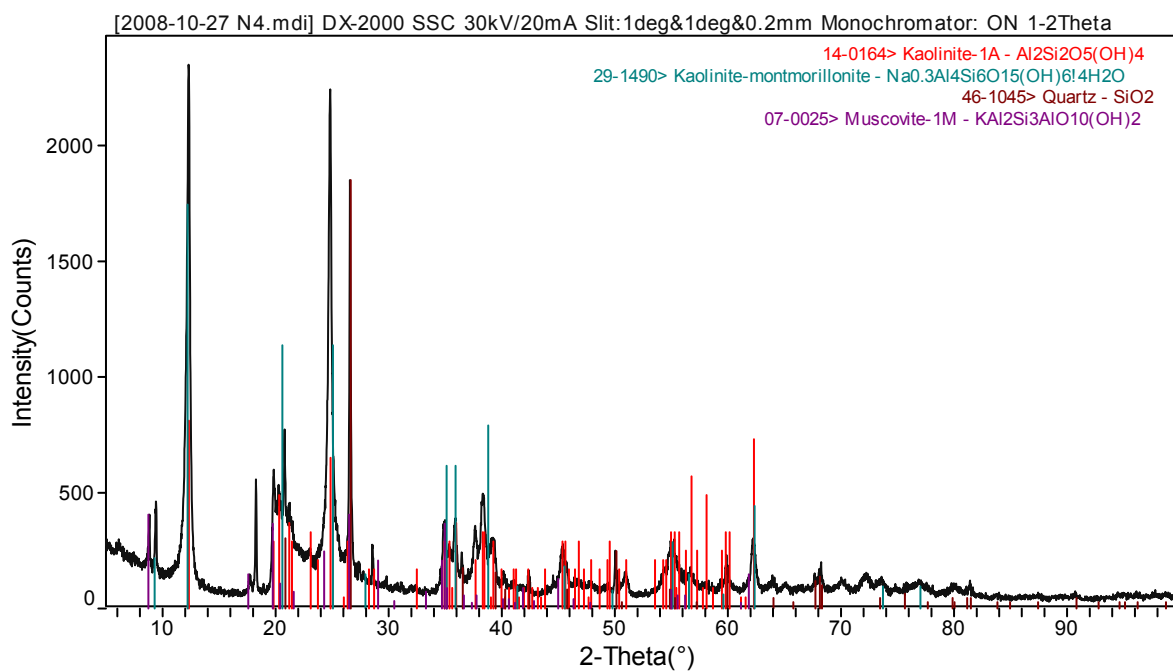


ARCILLA RR40 Ref. 18/05 19-05-05 - File: 1805RR40.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 59.981 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 2 s - 2-Theta: 2.000 ° - Operations: Import

■ 14-0164 (I) - Kaolinite-1 ITA RG - Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub> - Y: 58.33 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Triclinic - a 5.15500 - b 8.95900 - c 7.40700 - alpha 91.680 - beta 104.900 - gamma 89.940 - Base-centred - C1 (0) -   
■ 05-0490 (D) - Quartz, low - alpha-SiO<sub>2</sub> - Y: 56.25 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Hexagonal - a 4.91300 - b 4.91300 - c 5.40500 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3121 (152) - 3 - 112

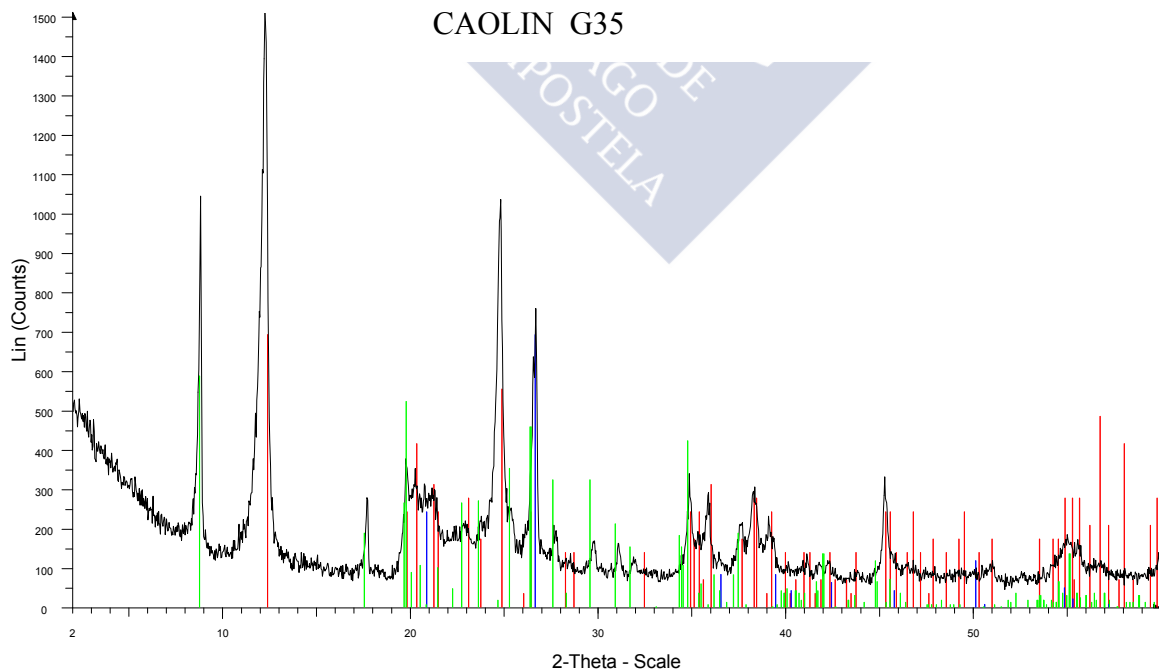
Arcilla N4 Sibelco China Caolinita

DATOS	Unidades	N4
SiO <sub>2</sub>	%	48,79
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	32,14
TiO <sub>2</sub>	%	1,22
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,51
CaO	%	0,33
MgO	%	0,46
Na <sub>2</sub> O	%	0,08
K <sub>2</sub> O	%	0,97
L.O.I.	%	13,67
M.O.R. 110°C	MN m <sup>-2</sup>	8
Concentración Sólidos	%	60
DRX Caolinita	%	75
DRX Mica	%	15
DRX Cuarzo	%	10
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	750



Caolín G35 Cavisa España

DATOS	Unidades	G35
SiO <sub>2</sub>	%	47
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	37,3
TiO <sub>2</sub>	%	0,1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	1,1
CaO	%	0,05
MgO	%	0,15
Na <sub>2</sub> O	%	0,15
K <sub>2</sub> O	%	1,4
L.O.I.	%	13
Concentración Sólidos	%	65
DRX Caolinita	%	85
DRX Mica	%	12
DRX Cuarzo	%	3
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	700



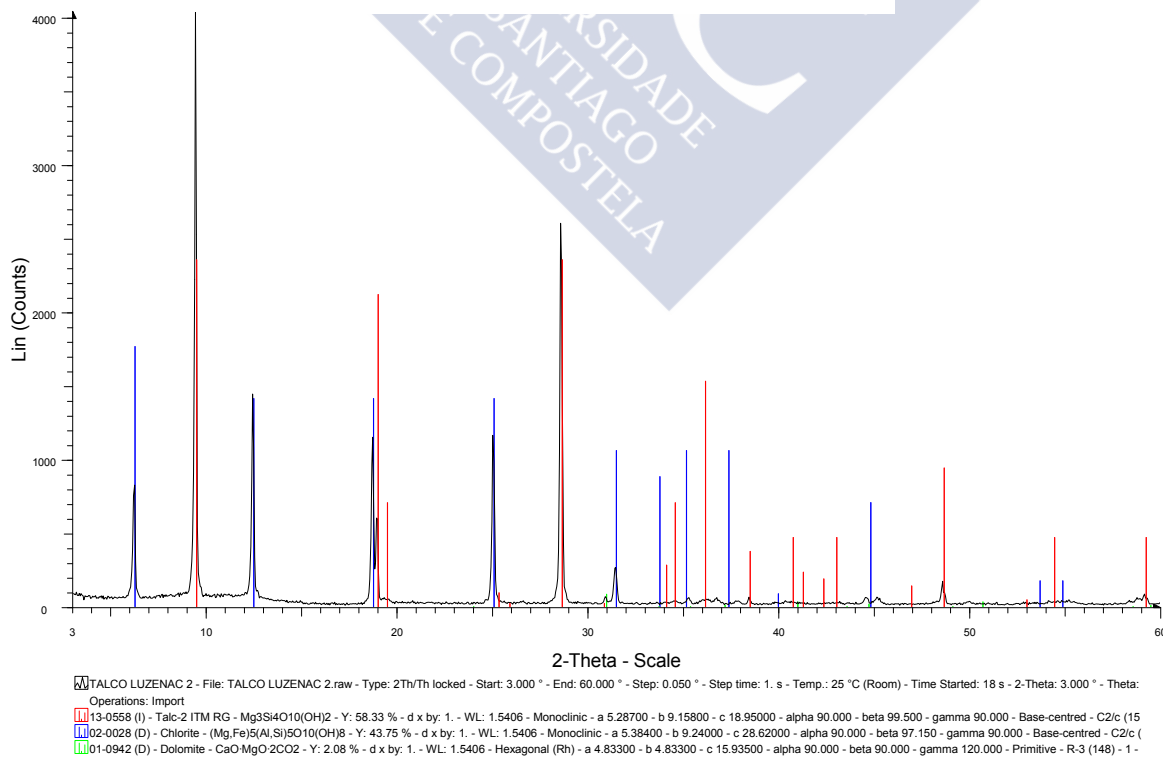
CAOLIN G40 REF.21/06 29-05-06 - File: 2106 G40.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 59.981 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 2 s - 2-Theta: 2.000 ° - Th Operations: Import

■ 14-0164 (I) - Kaolinite-1 ITA RG - Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub> - Y: 45.83 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Triclinic - a 5.15500 - b 8.95900 - c 7.40700 - alpha 91.680 - beta 104.900 - gamma 89.940 - Base-centred - C1 (0) -  
■ 05-0490 (D) - Quartz, low - alpha-SiO<sub>2</sub> - Y: 45.83 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Hexagonal - a 4.91300 - b 4.91300 - c 5.40500 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - P3121 (152) - 3 - 112  
■ 80-0743 (C) - Muscovite 2 ITM RG1 - (K<sub>0.82</sub>Na<sub>0.18</sub>)(Fe<sub>0.03</sub>Al<sub>1.97</sub>)(Al<sub>3</sub>Si<sub>3</sub>)O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub> - Y: 38.89 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Monoclinic - a 5.22900 - b 9.07600 - c 20.32200 - alpha 90.000 - beta 95.740 - ga

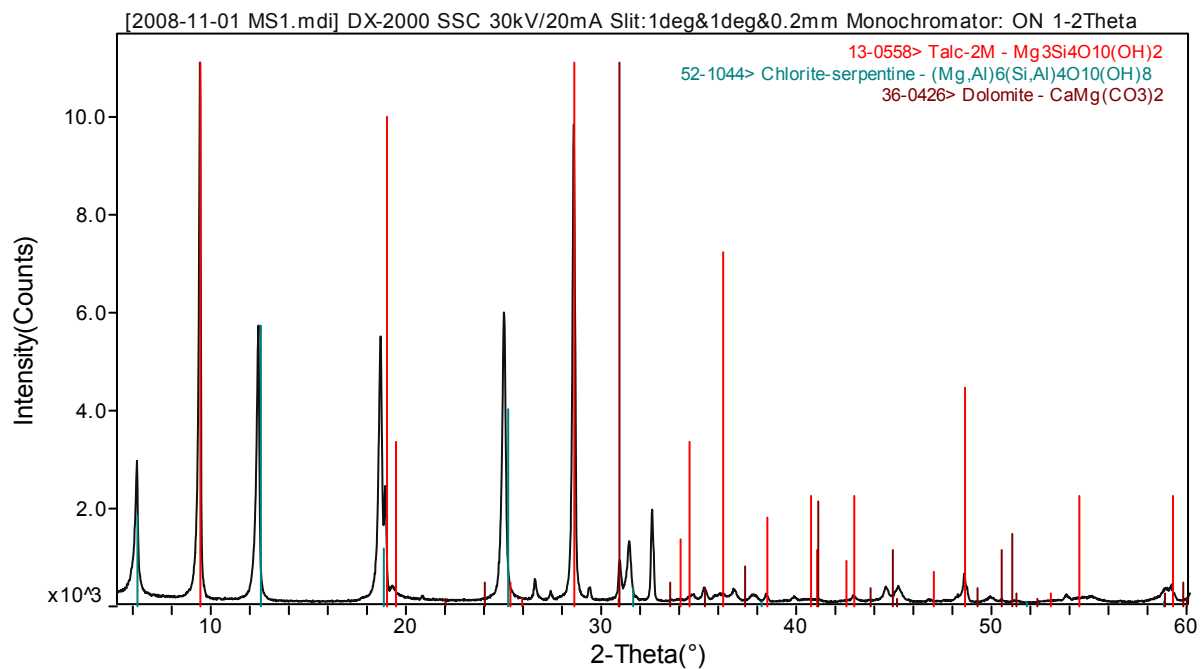
Talco Luzenac 2 Imerys Talc Francia

DATOS	Unidades	LUZENAC 2
SiO <sub>2</sub>	%	46,3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	9,5
TiO <sub>2</sub>	%	0,2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	1,9
CaO	%	0,7
MgO	%	32
L.O.I.	%	8,8
Superficie Específica BET	m <sup>2</sup> /g	2,9
DRX Talco	%	50
DRX Clorita	%	48
DRX Dolomita	%	2
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	440

TALCO LUZENAC 2

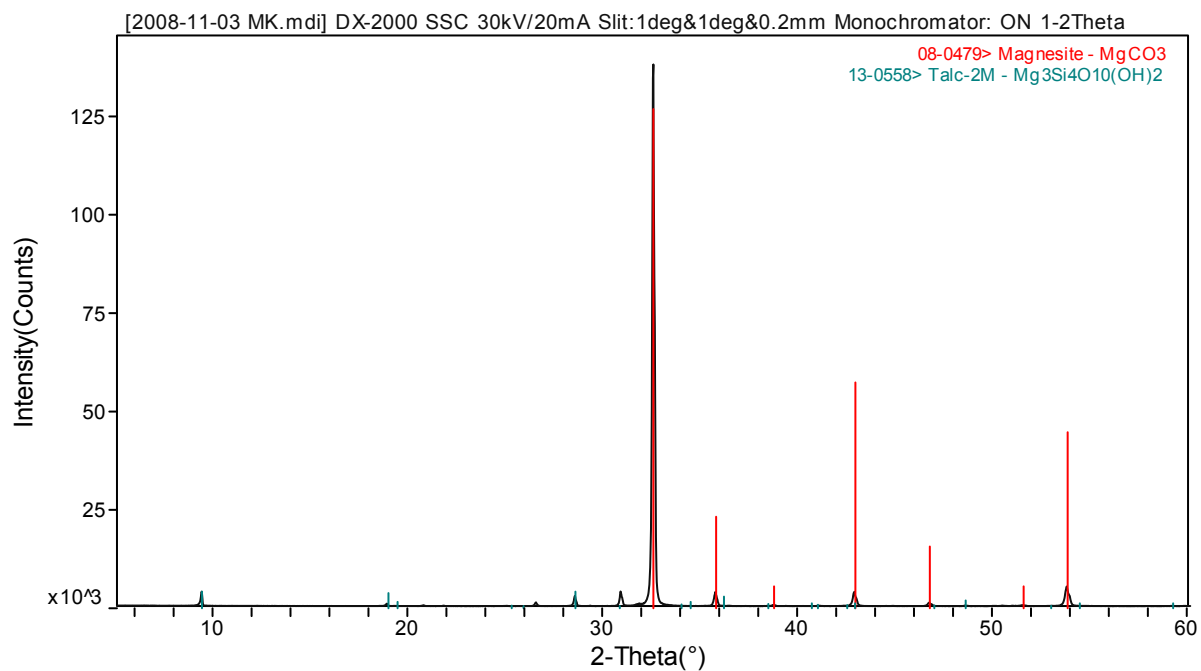


DATOS	Unidades	MS-1
SiO <sub>2</sub>	%	41,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	11
TiO <sub>2</sub>	%	0,3
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	1,4
CaO	%	0,9
MgO	%	32,4
L.O.I.	%	10,7
Superficie Específica BET	m <sup>2</sup> /g	2,7
Talco	%	50
Clorita	%	49
Dolomita	%	1
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	480



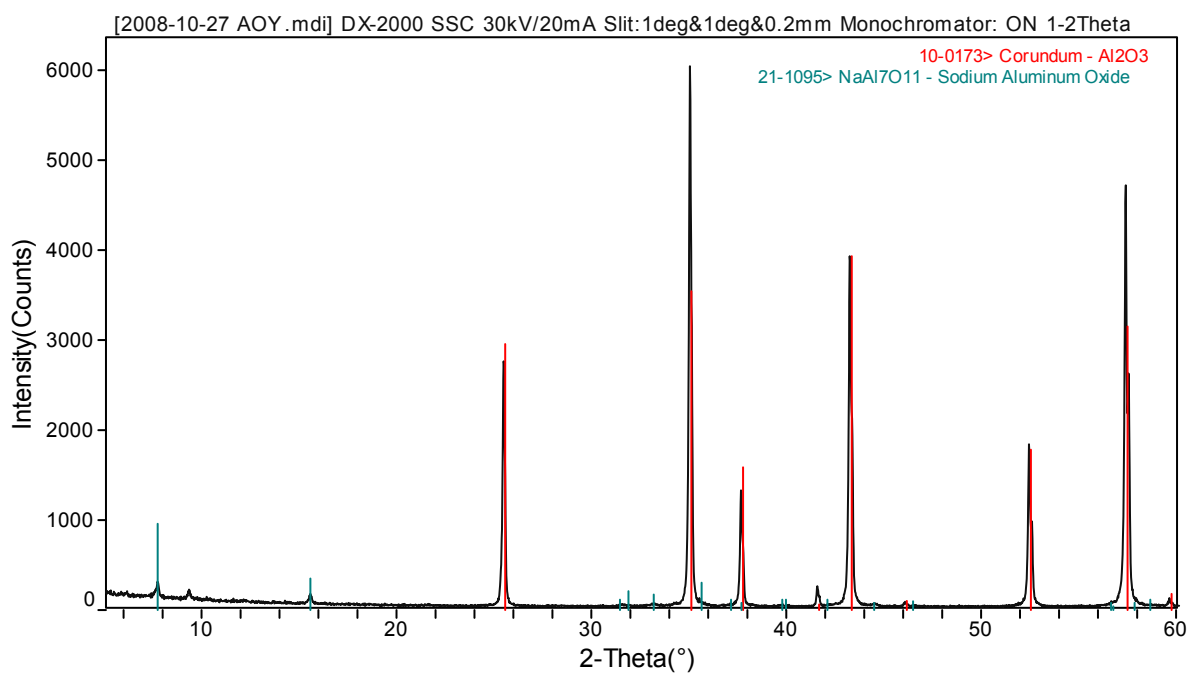
Carbonato de Magnesio MK1 China

DATOS	Unidades	MK-1
SiO <sub>2</sub>	%	2,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,4
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,2
CaO	%	1,7
MgO	%	45,5
L.O.I.	%	48,8
DRX Magnesita	%	96
DRX Talco	%	4
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	800



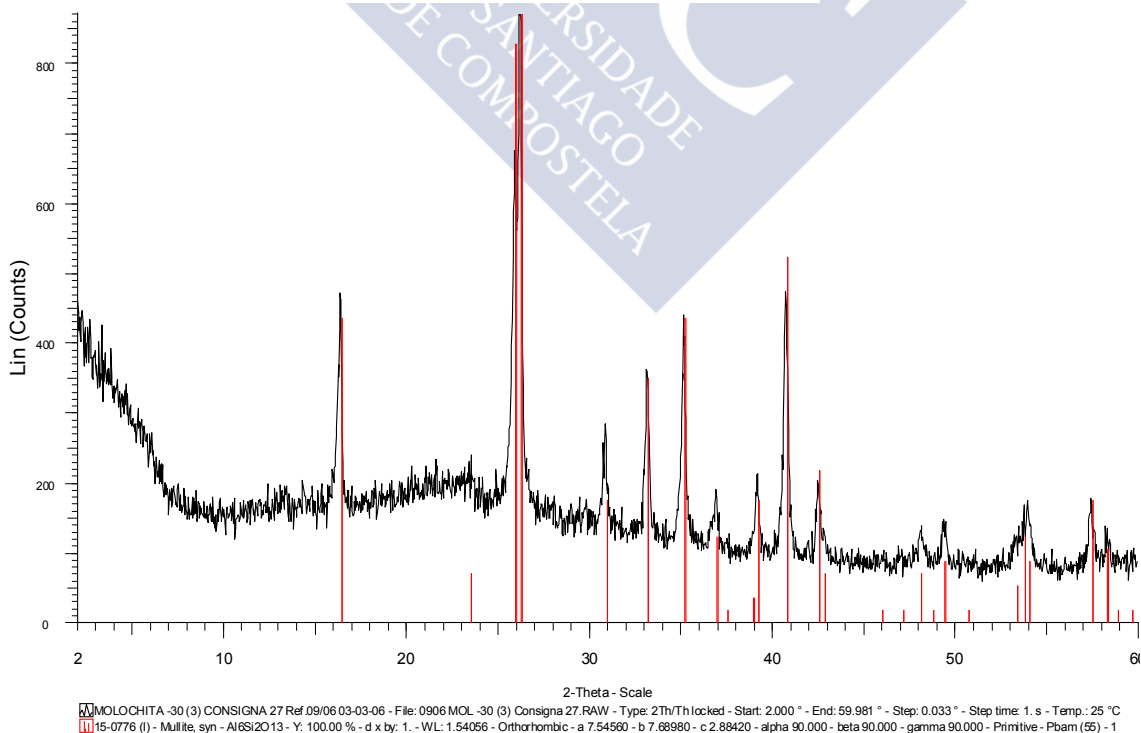
# Alúmina AOY Ceramic Powders

DATOS	Unidades	AOY
SiO <sub>2</sub>	%	0,1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	99,4
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,03
Na <sub>2</sub> O	%	0,4
Superficie Específica BET	m <sup>2</sup> /g	2,7
Tamaño de Grano d50	µm	10,2
DRX α Alúmina	%	95
DRX β Alúmina	%	5
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	800



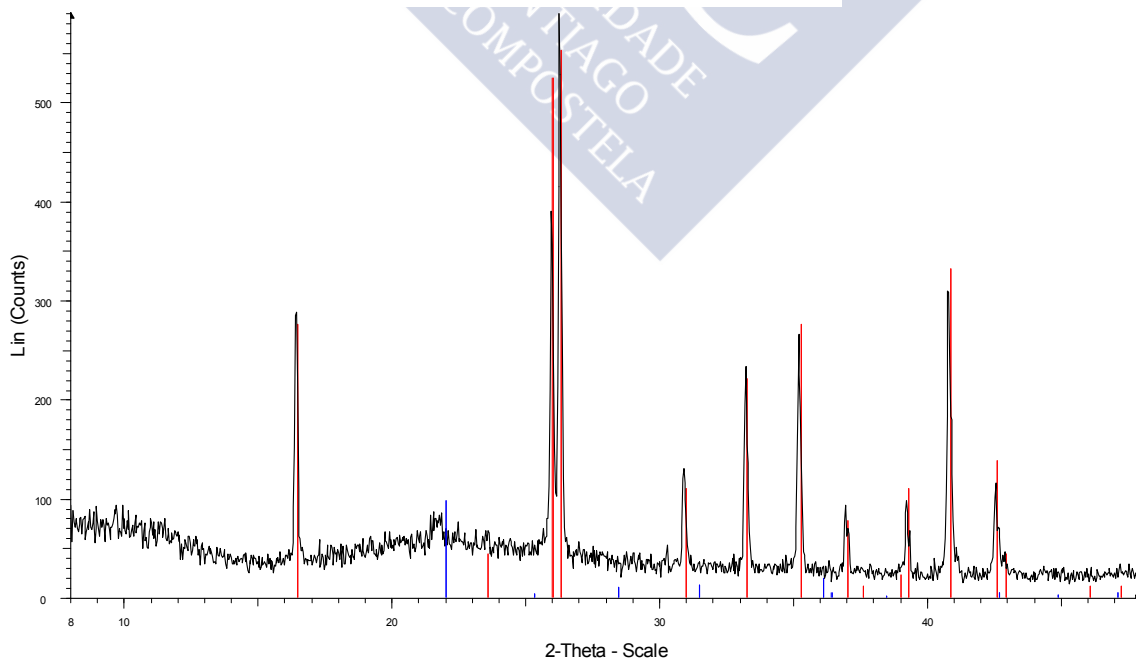
DATOS	Unidades	MOLOCHITA -30
SiO <sub>2</sub>	%	54
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	42
TiO <sub>2</sub>	%	0,07
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	1,3
CaO	%	0,07
MgO	%	0,3
Na <sub>2</sub> O	%	0,1
K <sub>2</sub> O	%	2,0
Coefficiente de Dilatación	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	4,4
55% Mullita	%	55
45% Amorfo	%	45
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	1.200

CHAMOTA MOLOCHITE -30



DATOS	Unidades	MC-O
SiO <sub>2</sub>	%	52,22
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	45,73
TiO <sub>2</sub>	%	0,58
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,51
CaO	%	0,18
MgO	%	0,27
Na <sub>2</sub> O	%	0,1
K <sub>2</sub> O	%	0,38
Coefficiente de Dilatación	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	5,1
DRX Mullita	%	56
DRX Amorfa	%	44
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	1.200

CHAMOTA SANHE MC-O -30

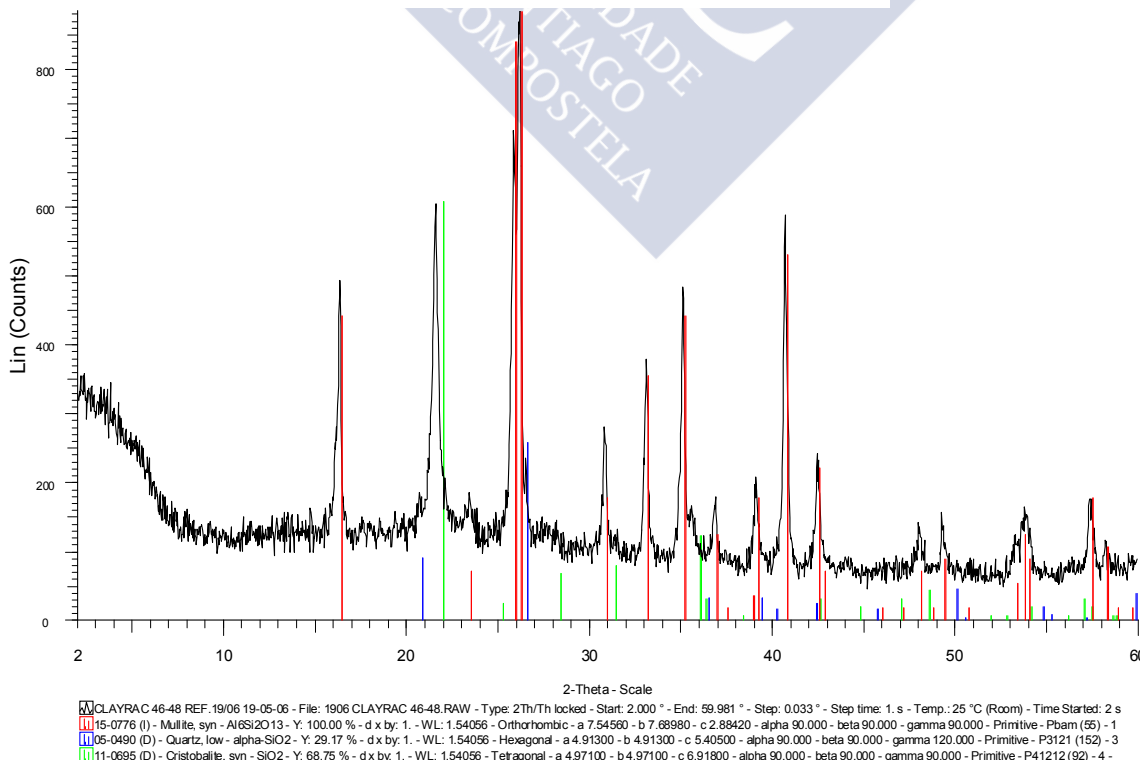


MC-O-30 ALL BRIGHT - File: MC-O-30 ALL BRIGHT.raw - Type: ZTh/Th locked - Start: 8.000 ° - End: 47.996 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 27 °C - Time Started: 14 s - 2-Theta: 8.000 ° - Theta: 4.000 ° - Chi: 0  
 Operations: Import  
 [15-0776 (I)] - Mullite, syn - Al<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>13</sub> - Y: 93.75 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Orthorhombic - a 7.54560 - b 7.68980 - c 2.88420 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbam (55) - 167.353 -  
 [11-0695 (D)] - Cristobalite, syn - SiO<sub>2</sub> - Y: 16.67 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Tetragonal - a 4.97100 - b 4.97100 - c 6.91800 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - P41212 (92) - 4 - 170.950 -

Chamota AGS 47N

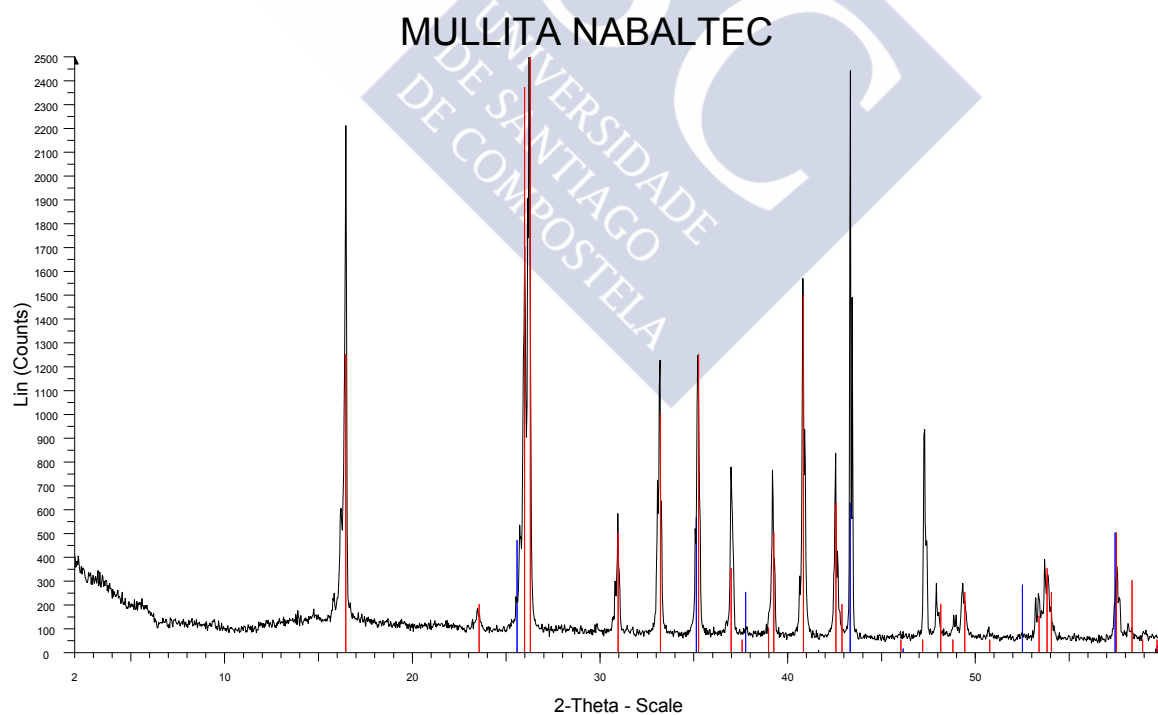
DATOS	Unidades	47N
SiO <sub>2</sub>	%	49,70
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	47
TiO <sub>2</sub>	%	1,30
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	1,0
CaO	%	0,3
MgO	%	0,3
Na <sub>2</sub> O	%	0,1
K <sub>2</sub> O	%	0,3
Coefficiente de Dilatación	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	6,1
DRX Mullita	%	45
DRX Crisobalita	%	15
DRX Amorfa	%	40
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	1.200

CHAMOTA AGS 47N



# Mullita Sintética Symulox Nabaltec Alemania

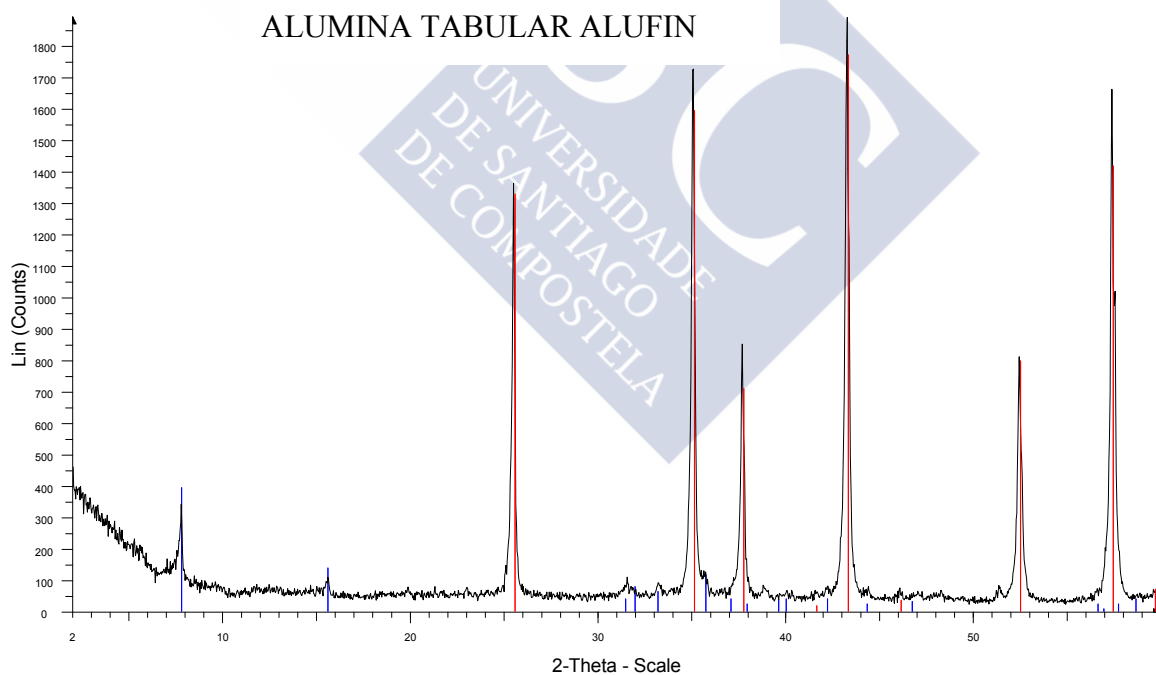
DATOS	Unidades	TABULAR
SiO <sub>2</sub>	%	26,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	72,0
Ti <sub>2</sub> O	%	0,2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,3
CaO	%	0,05
MgO	%	0,1
Na <sub>2</sub> O	%	0,3
K <sub>2</sub> O	%	0,6
DRX Mullita	%	92
DRX Amorfo	%	8
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	2.800



SIMULOX NABALTEC - File: MULLITA SINTETICA.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 59.981 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 2 s - 2-Theta: 2.000 ° - Theta 15-0776 (I) - Mullite, syn - Al<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>13</sub> - Y: 100.00 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Orthorhombic - a 7.54560 - b 7.68980 - c 2.88420 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbam (55) - 167.353 - 10-0173 (I) - Corundum, syn - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Y: 25.00 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Hexagonal (Rh) - a 4.75800 - b 4.75800 - c 12.99100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 254.

Alumina Tabular Alteo Francia

DATOS	Unidades	TABULAR
SiO <sub>2</sub>	%	0,03
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	99,3
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,04
Na <sub>2</sub> O	%	0,3
DRX α Alúmina	%	95
DRX β Alúmina	%	5
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	1.500



ALUMINA TABULAR AT-48 REF.20/06 29-05-06 - File: 2006 AT-48.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 59.981 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 2 s - 2-Th Operations: Import

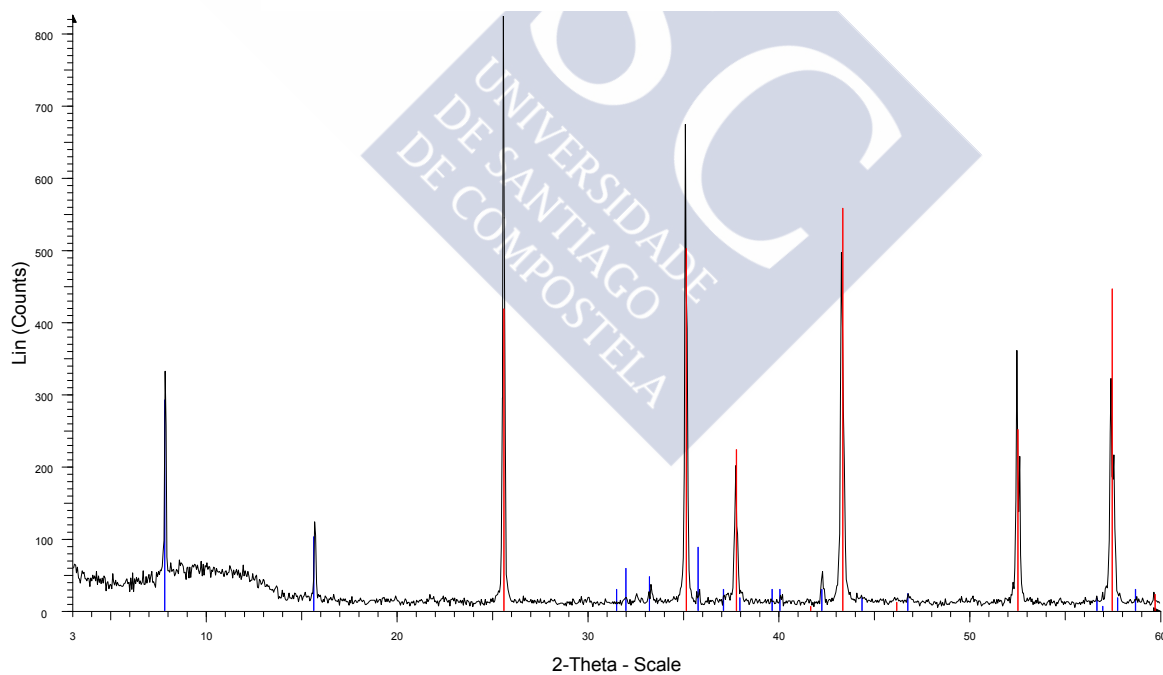
10-0173 (I) - Corundum, syn - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Y: 93.75 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Hexagonal (Rh) - a 4.75800 - b 4.75800 - c 12.99100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 2

21-1095 (N) - Sodium Aluminum Oxide - beta'-NaAl<sub>7</sub>O<sub>11</sub>/0.5(Na<sub>2</sub>O·7Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) - Y: 20.83 % - d x by: 1. - WL: 1.54056 - Hexagonal - a 5.59200 - b 5.59200 - c 22.71100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120

Corindón Alteo Francia

DATOS	Unidades	CORINDÓN
SiO <sub>2</sub>	%	0,01
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	99,7
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,02
Na <sub>2</sub> O	%	0,2
DRX α Alúmina	%	90
DRX β Alúmina	%	5
DRX Amorfo	%	5
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	1.500

CORINDON ALTEO

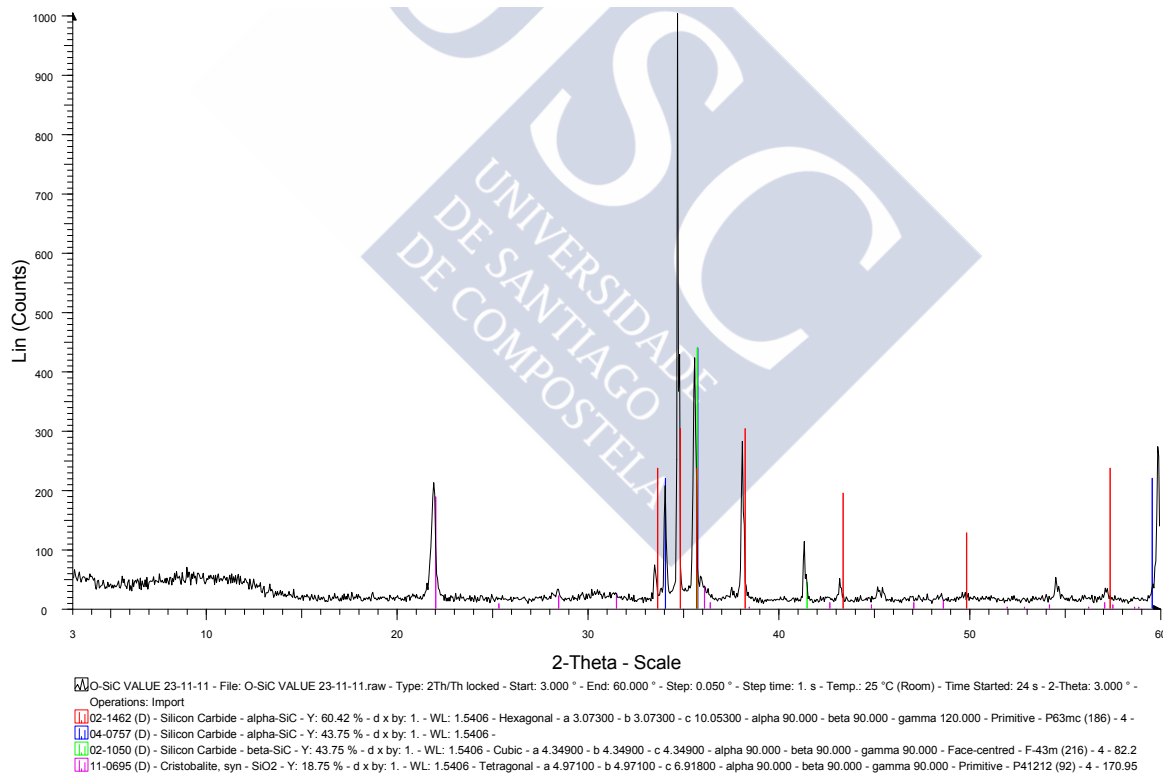


CA-PV-A PECHINEY 29-07-11 - File: CA-PV-A PECHINEY 29-07-11.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 3.000 ° - End: 60.000 ° - Step: 0.050 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 18 s - 2-T  
 Operations: Import  
 10-0173 (I) - Corundum, syn - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Y: 67.62 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal (Rh) - a 4.75800 - b 4.75800 - c 12.99100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 25  
 21-1095 (N) - Sodium Aluminum Oxide - beta'-NaAl<sub>7</sub>O<sub>11</sub>/0.5(Na<sub>2</sub>O·7Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) - Y: 35.42 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 5.59200 - b 5.59200 - c 22.71100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.

# Carburo de Silicio Navarro España

DATOS	Unidades	CARBURO DE SILICIO
Si + SiO <sub>2</sub>	%	0,71
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,12
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,1
CaO	%	0,03
α Carburo de Silicio	%	95
Densidad de empaquetado	Kg/m <sup>3</sup>	2.000

## CARBURO DE SILICIO NAVARRO







# Capítulo 4

## **DISEÑO DE COMPOSICIONES DE CORDIERITA Y RESULTADOS OBTENIDOS**



#### 4.- DISEÑO DE COMPOSICIONES DE CORDIERITA Y RESULTADOS OBTENIDOS.

Se exponen las composiciones y resultados obtenidos:

Las mezclas se realizan en una mezcladora intensiva tal como se observa en la figura 4.1



Figura 4.1 Mezcladora intensiva.

Una vez mezclado el producto, se tamiza y se prensa en la prensa hidráulica, Figura 4.2



Foto 4.2 Prensa Hidráulica con molde 200x60mm

Las probetas obtenidas son cocidas en horno eléctrico de acuerdo con la Figura 4.3 en el interior del horno Figura 4.4 se obtienen las piezas cocidas y los anillos de control de temperatura.



Figura 4.3 Hornos eléctricos.

Figura 4.4 Interior del horno eléctrico

El material, una vez cocido se cortan probetas para ensayos con el equipo de la figura 4.5 varios ensayos.

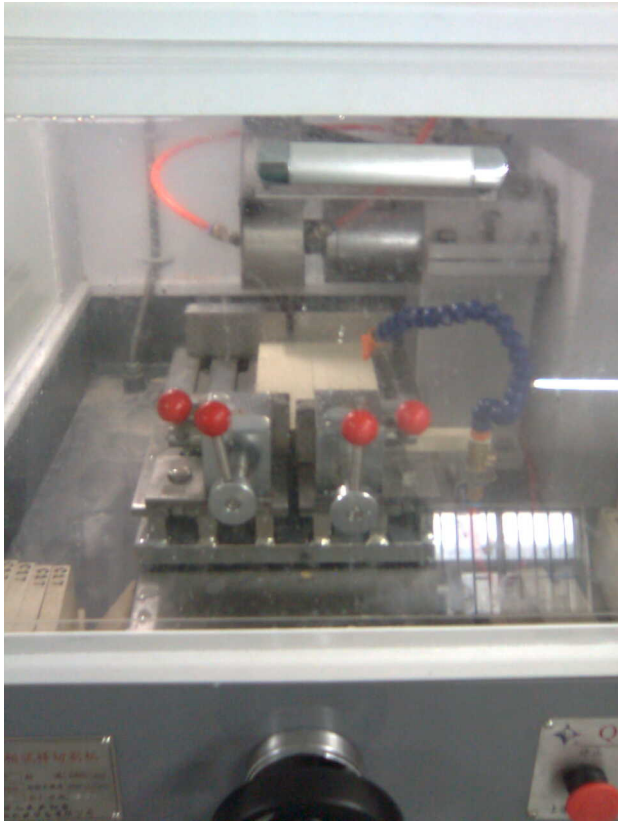


Figura 4.5 Equipo de Corte de probetas.



#### 4.1 COMPOSICIONES DE CORDIERITA A BASE DE CARBONATO DE MAGNESIO.

##### 4.1.1 Composición ALC -1

20,0%	ARCILLA	2,15 Kg
15,0%	CARBONATO MAGNESIO	1,50 Kg
20,0%	CHAMOTA -30	2,00 Kg
45,0%	CHAMOTA -120	4,50 Kg
	TOTAL	10 Kg
0,30%	Metil Celulosa	30 gr
0,20%	Dextrina	20 gr
5,5%	Agua	550 gr
	Humedad teórica	6,55%

Los resultados obtenidos se recogen en las siguientes tablas:

##### Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	43,94%	50,01%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,91%	39,73%
TiO <sub>2</sub>	0,47%	0,53%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,65%	0,74%
CaO	0,57%	0,65%
MgO	7,33%	8,34%
Na <sub>2</sub> O	0,00%	0,00%
K <sub>2</sub> O	0,00%	0,00%
LOI	10,24%	0,00%
TOTAL	87,87%	100,00%

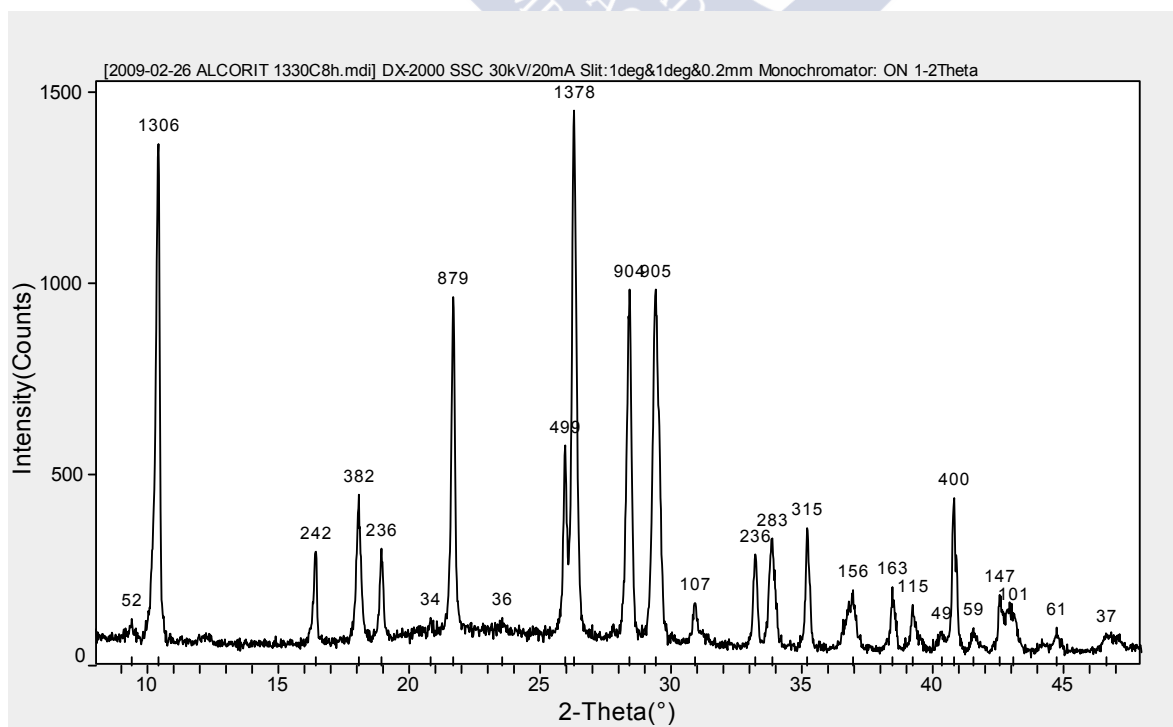
Resultados Físicos cocción a 1.330°C

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,76
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	18,40
POROSIDAD (%)	32,44
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	9,70
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	9,87
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,00
DIFERENCIA (%)	48,45
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	26,98
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	14,08
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	28,32
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	24,20
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	ROMPE

Curva de cocción



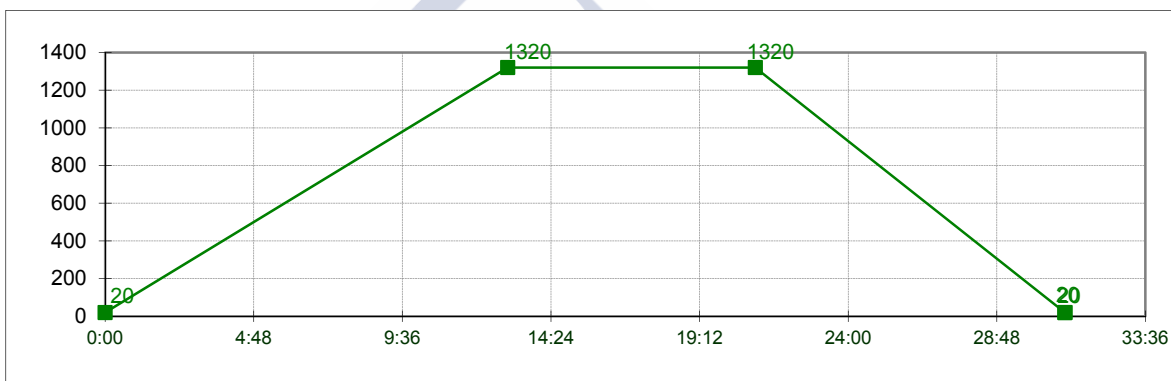
El resultado de Difracción de Rayos X fue



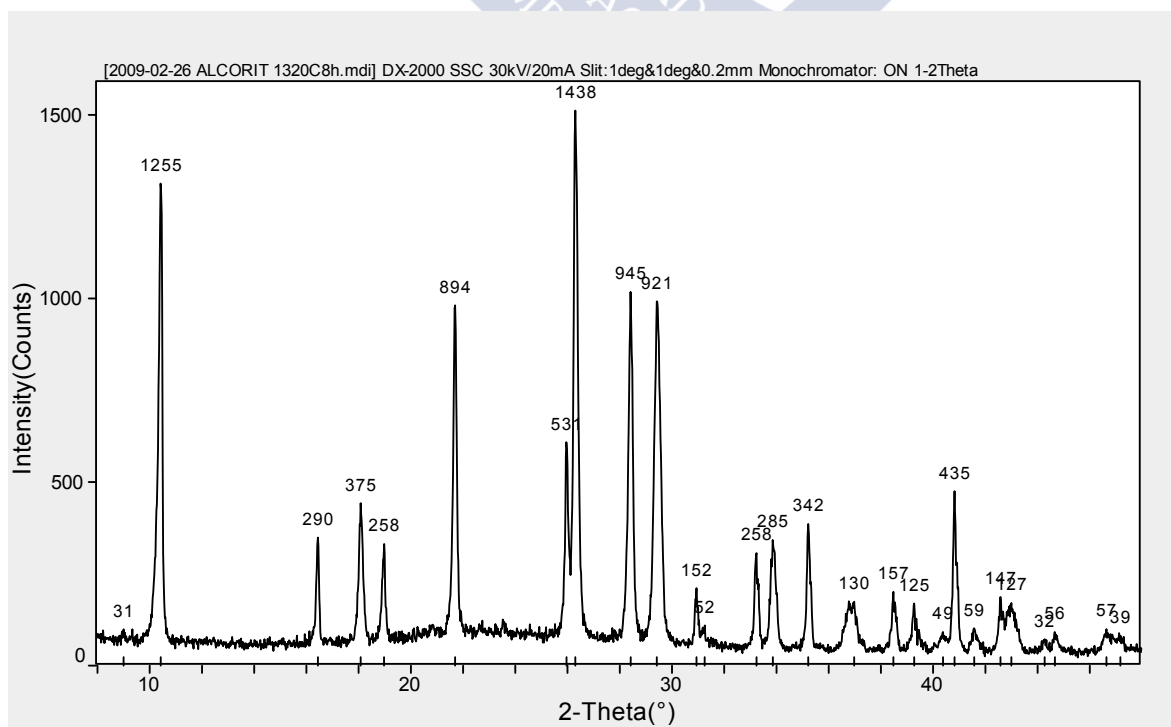
Haciendo la cocción a 1.320°C los resultados que se obtienen son los siguientes:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,75
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	18,82
POROSIDAD (%)	33,03
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	10,50
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	9,16
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,20
DIFERENCIA (%)	50,48
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	26,10
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	4,59
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	ROMPE
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	12,83
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	39,28

La curva de cocción fue la siguiente:



El resultado de Difracción de Rayos X



#### 4.1.2 Composición ALC 2

<b>20,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,15 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CARBONATO MAGNESIO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>20,0%</b>	<b>CHAMOTA -30</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>45,0%</b>	<b>CHAMOTA -120</b>	<b>4,50 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,30%</b>	<b>Metil Celulosa</b>	<b>30 gr</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>6,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>600 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>6,98%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	43,94%	49,69%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,51%	39,02%
TiO <sub>2</sub>	0,52%	0,59%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,62%	0,70%
CaO	0,51%	0,58%
MgO	7,33%	8,29%
Na <sub>2</sub> O	0,02%	0,02%
K <sub>2</sub> O	1,00%	1,13%
LOI	10,22%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>88,44%</b>	<b>100,00%</b>

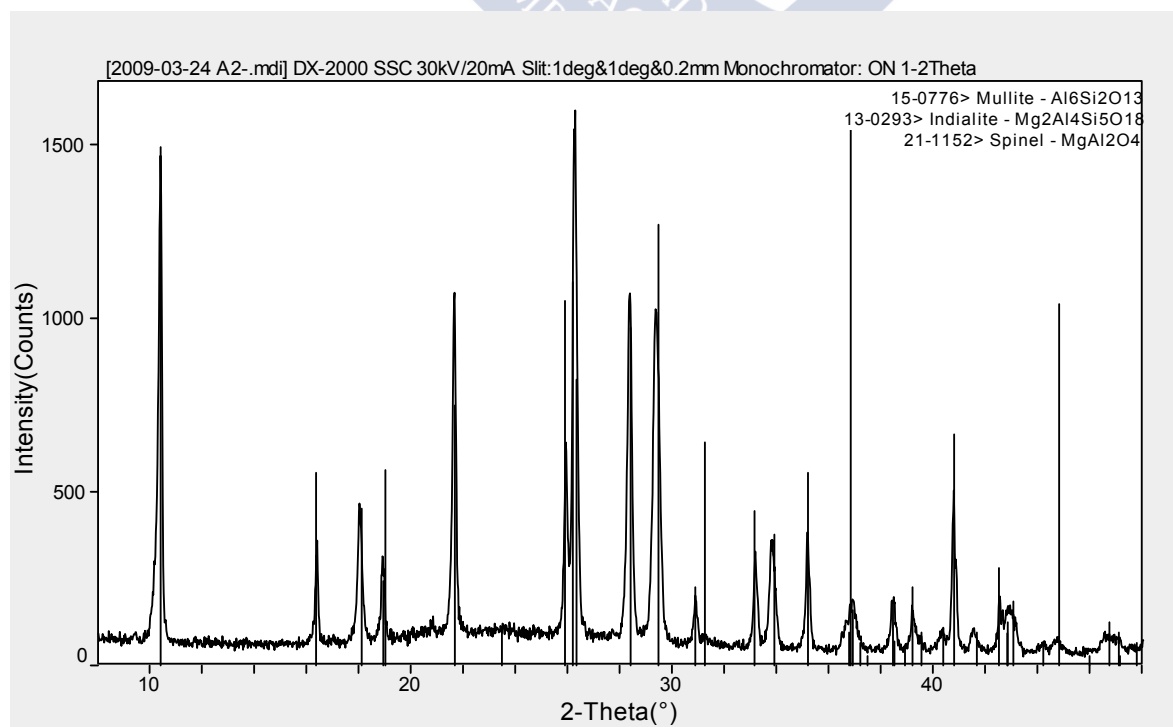
## Resultados Físicos

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,77
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	17,76
POROSIDAD (%)	31,46
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	11,50
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	10,70
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,20
DIFERENCIA (%)	46,09
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	25,60
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	5,32
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	5,54
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	21,48
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	48,36

Curva de cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.1.3 Composición ALC 3

<b>20,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,15 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CARBONATO MAGNESIO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>20,0%</b>	<b>CHAMOTA -30</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>45,0%</b>	<b>CHAMOTA -120</b>	<b>4,50 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,30%</b>	<b>Metil Celulosa</b>	<b>30 gr</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>6,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>600 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>6,98%</b>

Se cambia el tipo de Carbonato de Magnesio

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	43,94%	49,69%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,51%	39,02%
TiO <sub>2</sub>	0,52%	0,59%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,62%	0,70%
CaO	0,51%	0,58%
MgO	7,33%	8,29%
Na <sub>2</sub> O	0,02%	0,02%
K <sub>2</sub> O	1,00%	1,13%
LOI	10,22%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>88,44%</b>	<b>100,00%</b>

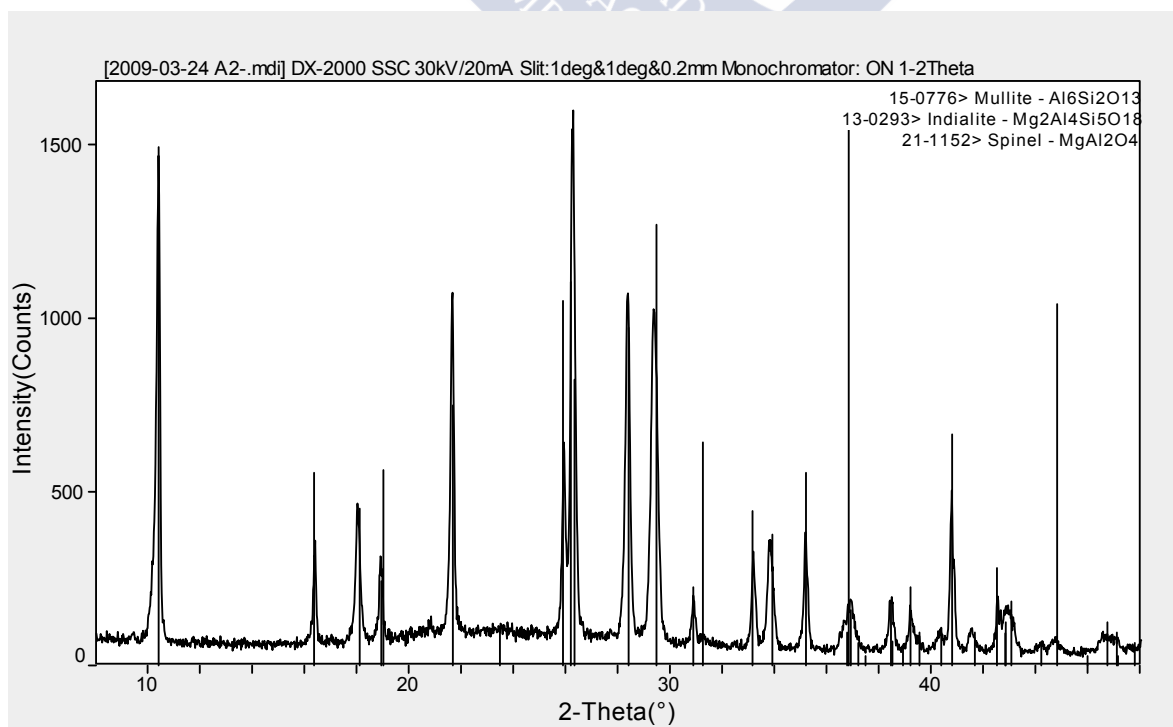
Análisis Físico:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,75
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	18,83
POROSIDAD (%)	32,92
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	10,70
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	10,20
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,80
DIFERENCIA (%)	45,79
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	24,66
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	1,79
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	3,95
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	8,77
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	30,82

Ciclo de cocción



Difracción de Rayos X



#### 4.1.4 Composición ALC 4

<b>20,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,15 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CARBONATO MAGNESIO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>20,0%</b>	<b>CHAMOTA -30</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>45,0%</b>	<b>CHAMOTA -120</b>	<b>4,50 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,30%</b>	<b>Metil Celulosa</b>	<b>30 gr</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>6,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>600 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>6,98%</b>

Se cambia el tipo de Chamota

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	43,94%	49,69%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,51%	39,02%
TiO <sub>2</sub>	0,52%	0,59%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,62%	0,70%
CaO	0,51%	0,58%
MgO	7,33%	8,29%
Na <sub>2</sub> O	0,02%	0,02%
K <sub>2</sub> O	1,00%	1,13%
LOI	10,22%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>88,44%</b>	<b>100,00%</b>

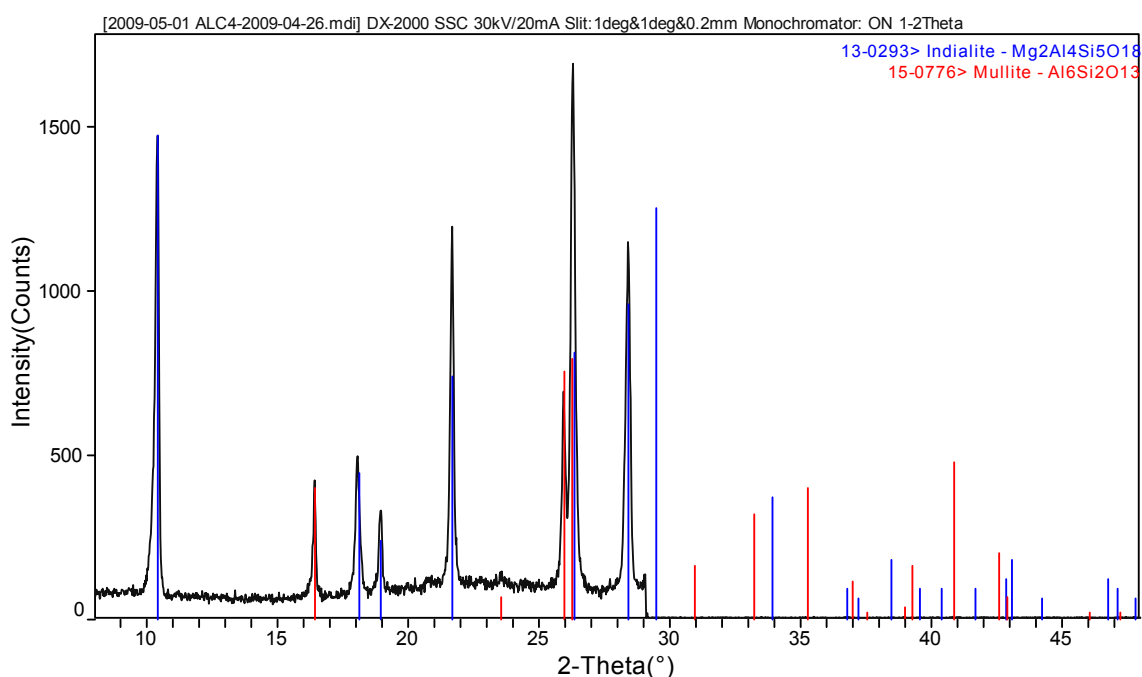
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,76
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	16,66
POROSIDAD (%)	29,28
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	10,70
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	10,80
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,80
DIFERENCIA (%)	45,79
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	23,49
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	4,69
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	12,37
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	13,62
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	27,83

Curva de Cocción.



Difracción de Rayos X



4.1.5 Composición ALC 6, la composición ALC 5 fue anulada pues no se podía confirmar debido a que las materias primas daban problemas de laminaciones.

<b>20,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,15 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CARBONATO MAGNESIO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>20,0%</b>	<b>CHAMOTA -30</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>45,0%</b>	<b>CHAMOTA -120</b>	<b>4,50 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,30%</b>	<b>Metil Celulosa</b>	<b>30 gr</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,5%</b>	<b>Agua</b>	<b>550 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>6,55%</b>

El Análisis Químico es el siguiente:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	43,93%	49,46%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,01%	39,41%
TiO <sub>2</sub>	0,72%	0,81%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,50%	0,56%
CaO	0,52%	0,59%
MgO	7,32%	8,24%
Na <sub>2</sub> O	0,00%	0,00%
K <sub>2</sub> O	0,83%	0,93%
LOI	10,15%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>88,82%</b>	<b>100,00%</b>

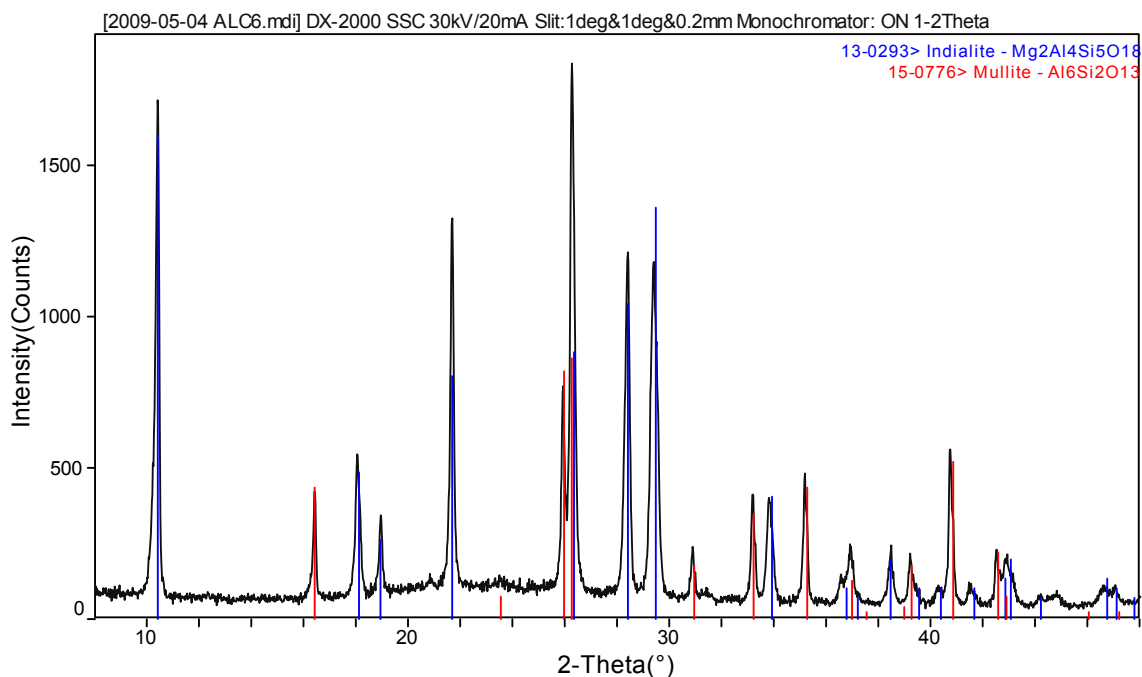
Datos físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,76
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	18,43
POROSIDAD (%)	32,51
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	8,90
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	10,40
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,40
DIFERENCIA (%)	39,33
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	20,55
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	5,53
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	16,77
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	15,34
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	<b>58,20</b>

Curva de cocción



Difracción de Rayos X



#### 4.1.6 Composición ALC 7,

<b>20,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,15 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CARBONATO MAGNESIO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>20,0%</b>	<b>CHAMOTA -30</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>45,0%</b>	<b>CHAMOTA -120</b>	<b>4,50 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,30%</b>	<b>Metil Celulosa</b>	<b>30 gr</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>6,81%</b>

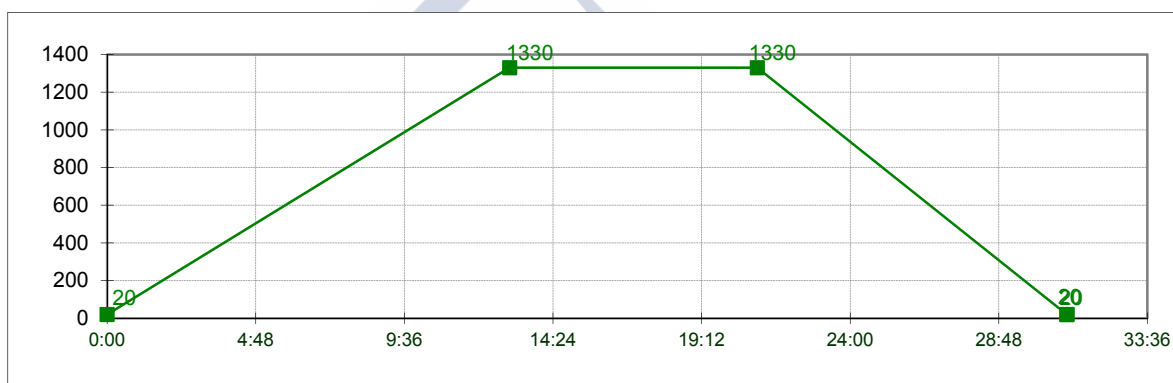
#### Análisis Químico:

SiO <sub>2</sub>	43,90%	49,66%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,52%	39,05%
TiO <sub>2</sub>	0,52%	0,59%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,59%	0,67%
CaO	0,50%	0,57%
MgO	7,35%	8,32%
Na <sub>2</sub> O	0,02%	0,02%
K <sub>2</sub> O	0,99%	1,12%
LOI	10,24%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>88,39%</b>	<b>100,00%</b>

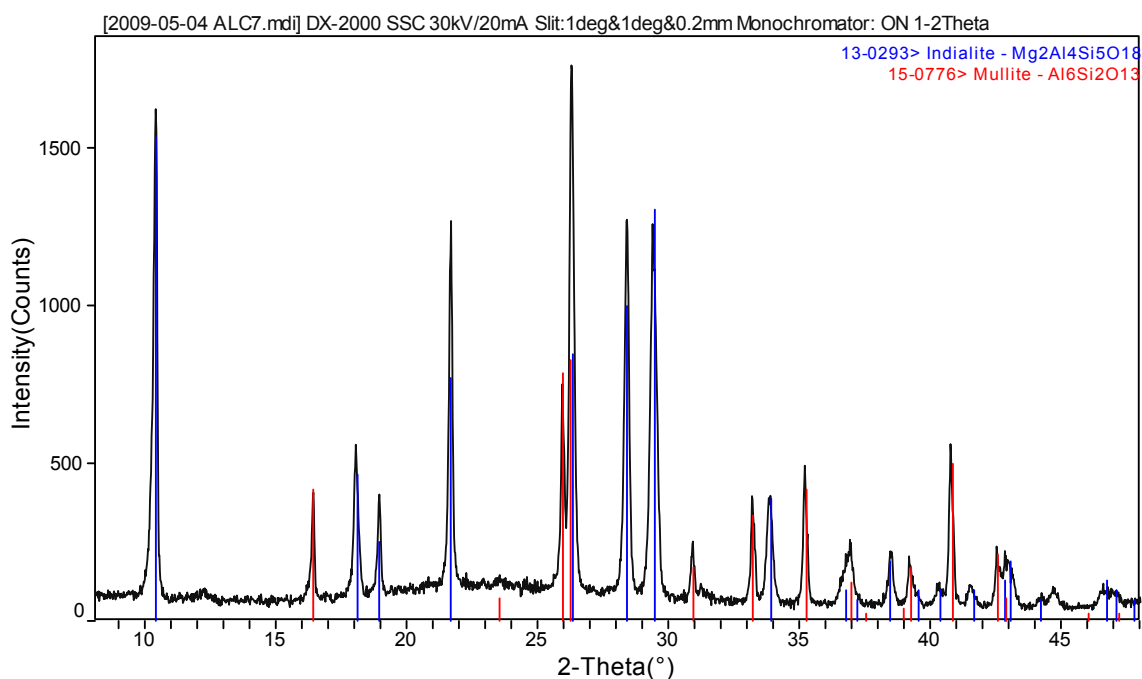
Propiedades físicas:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,81
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	16,92
POROSIDAD (%)	30,61
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	10,00
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	12,70
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,70
DIFERENCIA (%)	43,00
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	22,87
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	6,72
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	13,45
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	13,52
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	27,94

Ciclo de Cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.1.7 Composición ALC 8

<b>20,0% ARCILLA</b>	<b>2,15 Kg</b>
<b>15,0% CARBONATO MAGNESIO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>20,0% CHAMOTA -30</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>45,0% CHAMOTA -120</b>	<b>4,50 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,30% Metil Celulosa</b>	<b>30 gr</b>
<b>0,20% Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8% Agua</b>	<b>580 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>6,81%</b>

Cambio de chamotas

Composición Química:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	43,12%	48,46%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,13%	39,48%
TiO <sub>2</sub>	0,54%	0,61%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,80%	0,89%
CaO	0,42%	0,47%
MgO	7,62%	8,56%
Na <sub>2</sub> O	0,13%	0,14%
K <sub>2</sub> O	1,23%	1,38%
LOI	10,24%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>88,97%</b>	<b>100,00%</b>

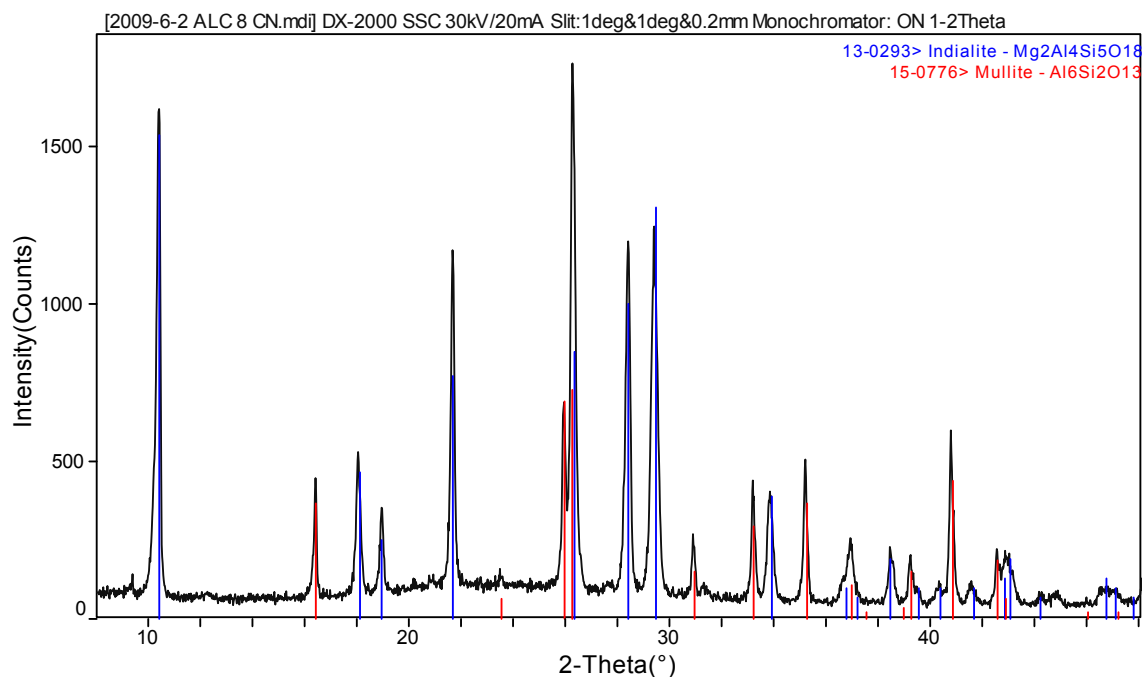
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,83
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	16,62
POROSIDAD (%)	30,50
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	14,80
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	11,80
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,00
DIFERENCIA (%)	59,46
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	28,73
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	6,66
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	24,13
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	27,30
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	60,57

Ciclo de cocción:



Difracción de Rayos X.



#### 4.1.8 Composición ALC 9

<b>20,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,15 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CARBONATO MAGNESIO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>20,0%</b>	<b>CHAMOTA -30</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>45,0%</b>	<b>CHAMOTA -120</b>	<b>4,50 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,30%</b>	<b>Metil Celulosa</b>	<b>30 gr</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>6,81%</b>

Cambio de chamotas

Composición Química:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	45,07%	50,55%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,00%	38,14%
TiO <sub>2</sub>	0,73%	0,82%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,61%	0,68%
CaO	0,42%	0,47%
MgO	7,40%	8,30%
Na <sub>2</sub> O	0,17%	0,19%
K <sub>2</sub> O	0,76%	0,85%
LOI	10,24%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>89,15%</b>	<b>100,00%</b>

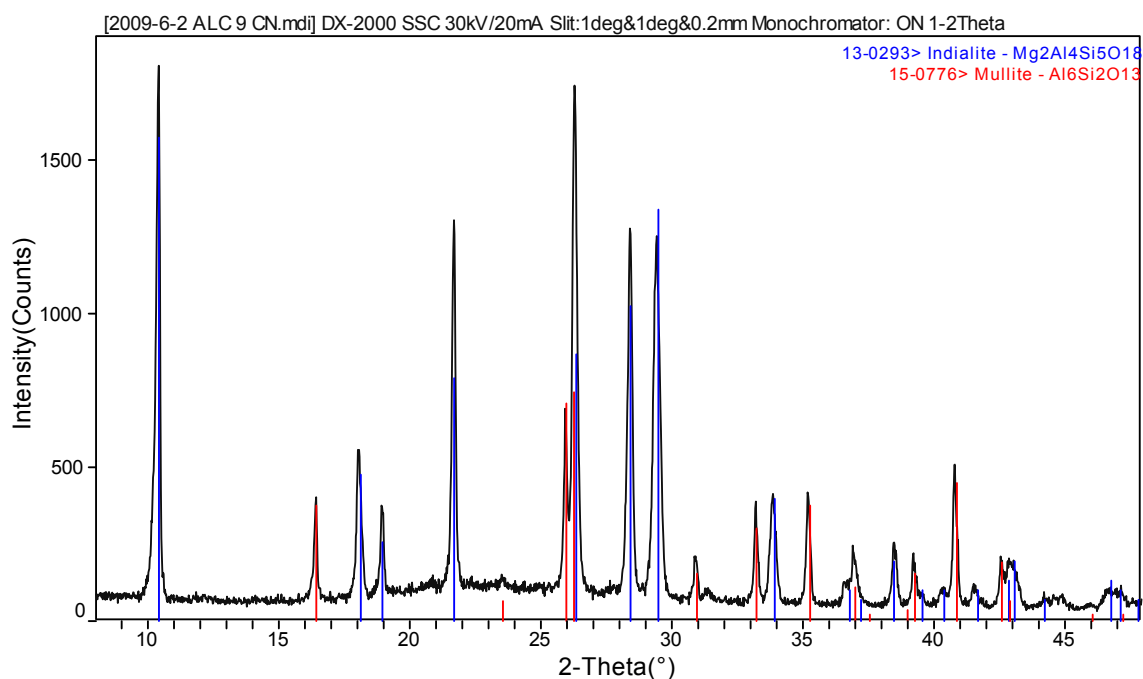
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,80
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	17,14
POROSIDAD (%)	30,88
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	14,40
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	12,10
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	7,30
DIFERENCIA (%)	49,31
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	24,02
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	8,95
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	10,42
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	14,07
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	42,29

Curva de cocción



Difracción de Rayos X



## Resumen de datos:

TABLA 4.1 Resumen de resultados Físico Químicos

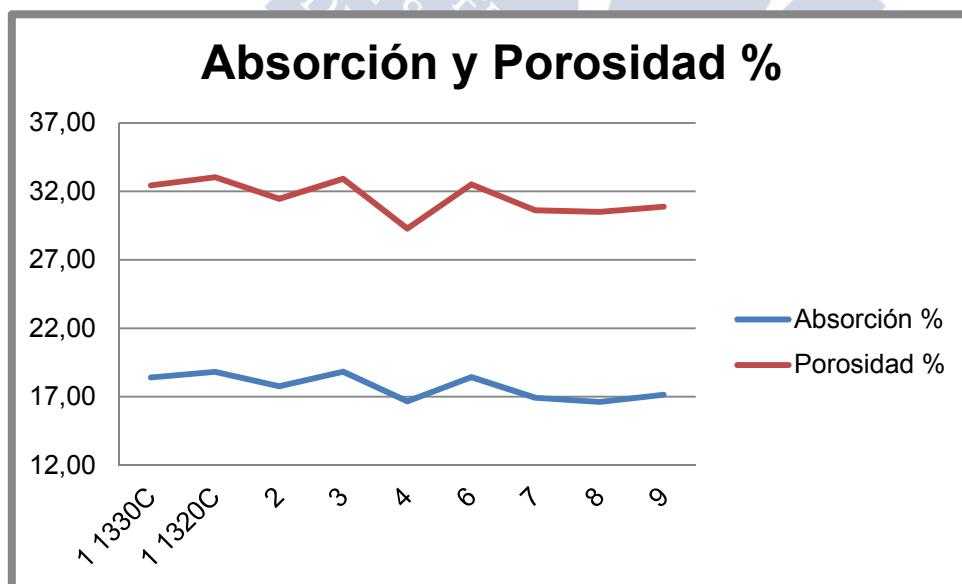
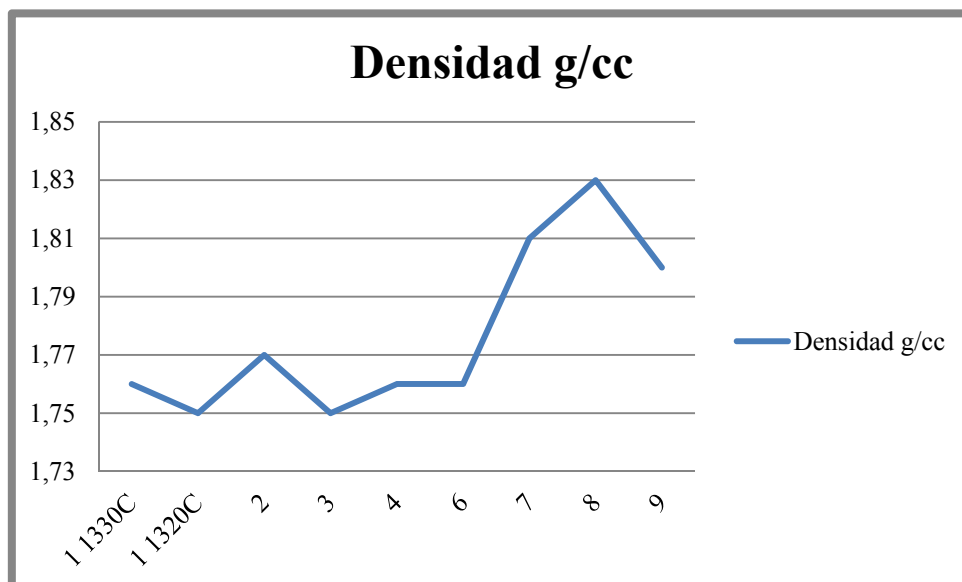
PROPIEDADES ALC	Min	Obj	Max	ALC 1	ALC 1	ALC 2	ALC 3	ALC 4	ALC 6	ALC 7	ALC 8	ALC 9
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,7	1,89	1,97	1,76	1,75	1,77	1,75	1,76	1,76	1,81	1,83	1,80
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	12	15	20	18,40	18,82	17,76	18,83	16,66	18,43	16,92	16,62	17,14
POROSIDAD (%)	25	28	34	32,44	33,03	31,46	32,92	29,28	32,51	30,61	30,50	30,88
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	8	12	15	9,70	10,50	11,50	10,70	10,70	8,90	10,00	14,80	14,40
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	8	12	15	9,87	9,16	10,70	10,20	10,80	10,40	12,70	11,80	12,10
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	3	6	8	5,00	5,20	6,20	5,80	5,80	5,40	5,70	6,00	7,30
DIFERENCIA (%)	30	40	50	48,45	50,48	46,09	45,79	45,79	39,33	43,00	59,46	49,31
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	16	18	26	26,98	26,10	25,60	24,66	23,49	20,55	22,87	28,73	24,02
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	0	0	10	14,08	4,59	5,32	1,79	4,69	5,53	6,72	6,66	8,95
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	0	10	20	28,32	ROMPE	5,54	3,95	12,37	16,77	13,45	24,13	10,42
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	0	10	30	24,20	12,83	21,48	8,77	13,62	15,34	13,52	27,30	14,07
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	0	20	50	ROMPE	39,28	48,36	30,82	27,83	58,20	27,94	60,57	42,29
ANÁLISIS QUÍMICO				1.330°C	1.320°C	1.330°C	1.330°C	1.330°C	1.330°C	1.330°C	1.330°C	1.330°C
SiO <sub>2</sub>		49,66%		48,17%		49,10%	48,89%	49,41%	49,42%	48,86%	48,34%	49,83%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		39,05%		39,38%		39,64%	39,43%	39,43%	40,16%	39,67%	39,86%	38,19%
TiO <sub>2</sub>		0,59%		0,55%		0,51%	0,52%	0,48%	0,85%	0,60%	0,66%	0,81%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,67%		0,75%		0,65%	0,67%	0,65%	0,71%	0,74%	1,01%	0,66%
CaO		0,57%		0,40%		0,41%	0,39%	0,19%	0,21%	0,20%	0,40%	0,31%
MgO		8,32%		7,82%		7,60%	7,48%	8,13%	7,49%	8,56%	7,97%	8,37%
Na <sub>2</sub> O		0,02%		0,24%		0,34%	0,20%	0,27%	0,19%	0,21%	0,35%	0,36%
K <sub>2</sub> O		1,12%		1,22%		1,25%	0,78%	1,34%	0,84%	1,15%	1,23%	0,93%
CRISTALOGRAFÍA												
CORDIERITA		62%		60%	50%	61%	62%	62%	61%	63%	64%	62%
MULLITA		26%		27%	27%	25%	27%	26%	27%	25%	26%	25%
AMORFO		12%		13%	23%	14%	11%	12%	12%	12%	10%	13%

#### 4.1.9 Discusión de resultados:

Revisando los datos físicos obtenidos en la tabla 4.1 observamos que algunas composiciones presentan algún resultado están fuera de las tolerancias fijadas por datos experimentales anteriores.

La composición ALC 4 es la que reúne las mejores condiciones para seleccionarla como composición de referencia.

Los datos de densidad están igualados las primeras composiciones aumentando hasta un 0,06g/cc por el efecto del cambio de las materias primas.

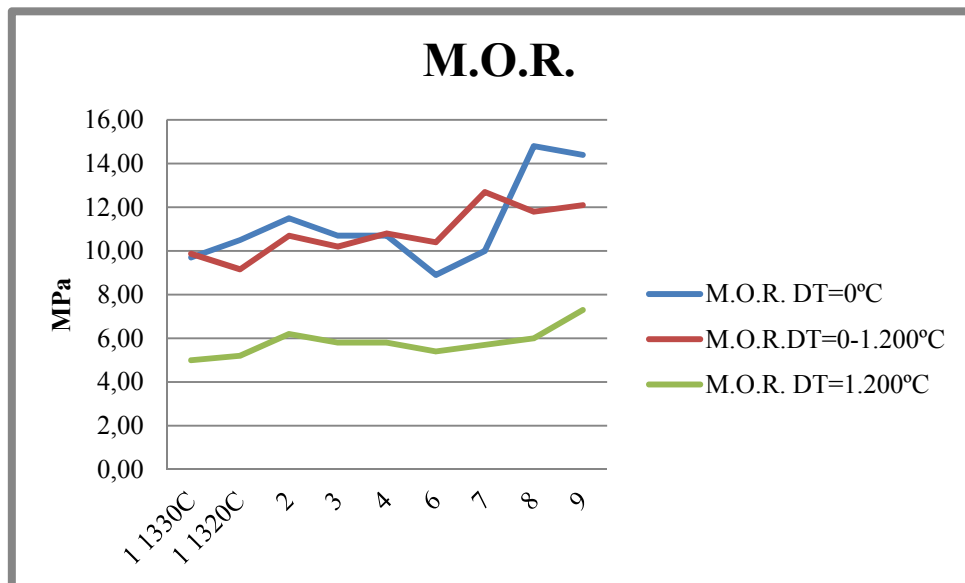


Los valores de Absorción en agua y Porosidad están dentro de valores esperados y constantes.

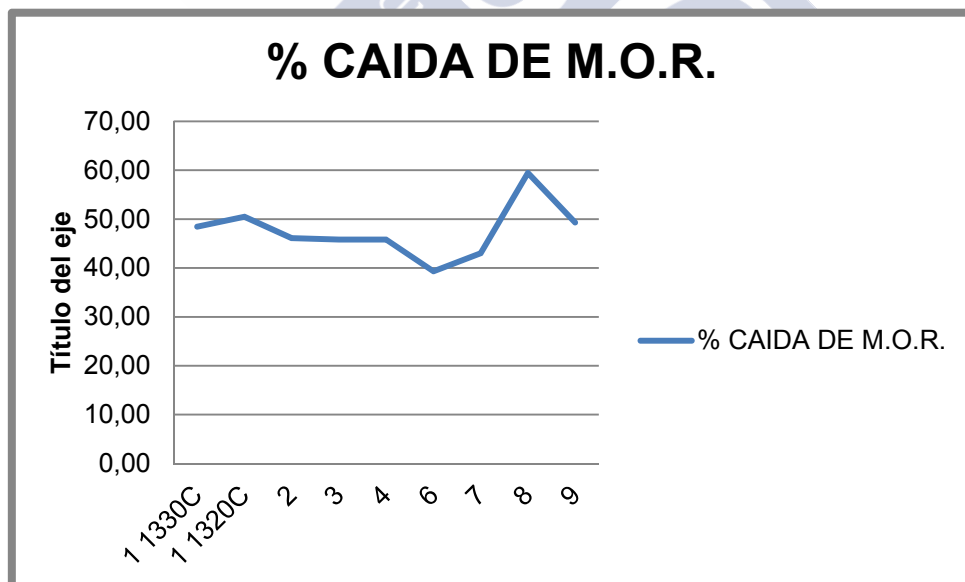
Donde más se aprecia la diferencia es en los valores de resistencia al choque térmico y deformación a temperaturas de 1.280°C donde las composiciones ALC-3 y ALC-4 están más equilibradas, significa que

aun sin tener la mayor resistencia mecánica, consiguen mejor equilibrio entre los datos de M.O.R. y M.O.R. después de un choque térmico.

Las gráficas se observa el comportamiento de resistencia mecánica:



Los datos de variación de M.O.R. en % muestra que las composiciones podemos seleccionar las composiciones ALC 6 y ALC 7 como las mejores composiciones frente al comportamiento al choque térmico.



Se ha realizado el estudio de Microscopía óptica de reflexión con las muestras ALC-4 y ALC-7 para poder explicar su comportamiento.

En primer lugar se observan poros tanto abiertos como cerrados de gran tamaño debido a la utilización de Carbonato de Magnesio.

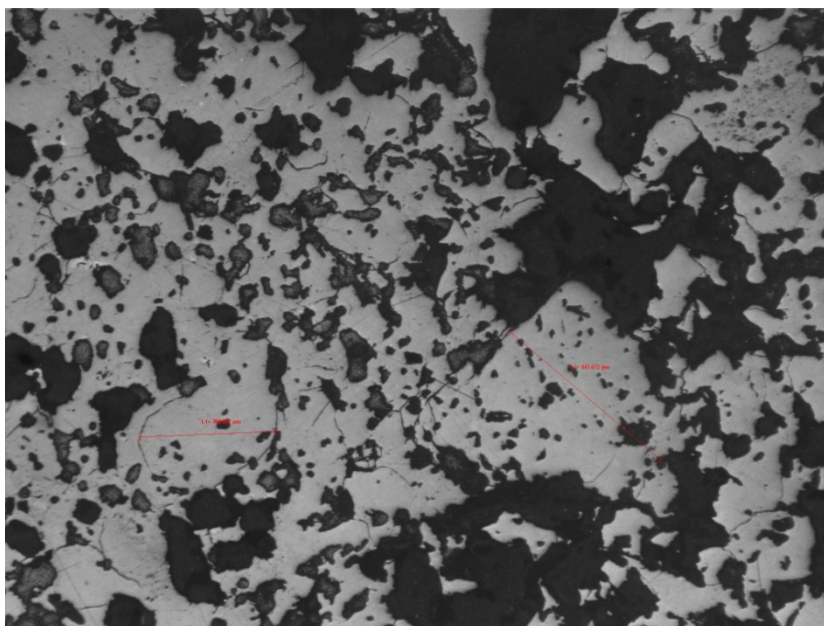


Foto 4.1.9.1 Microscopía de la composición ALC-4 x50

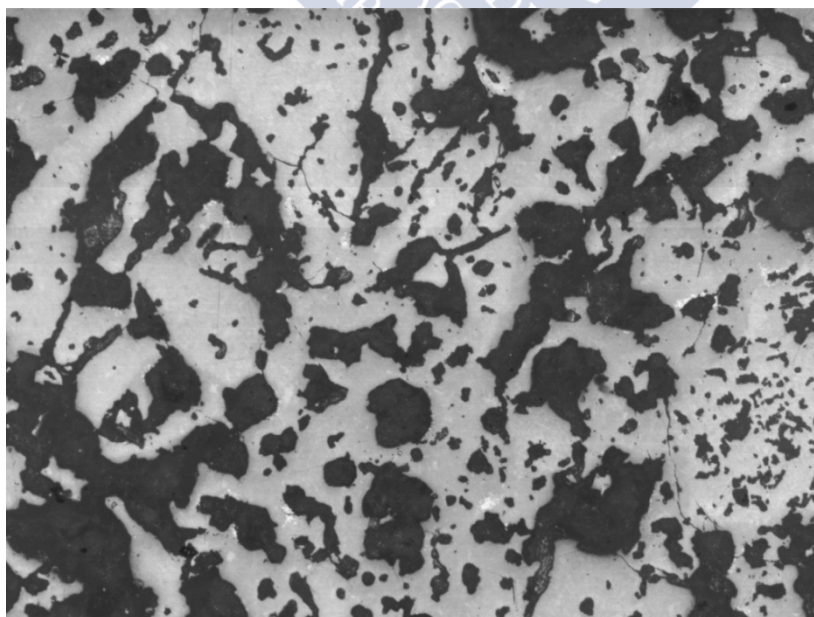


Foto 4.1.9.2 Microscopía de la composición ALC-8 x50

Cuando los tamaños de poro se reducen, se consigue mejor resistencia mecánica, sin embargo la resistencia al choque térmico disminuye aun quedando un valor residual superior en cuanto a M.O.R.  $\Delta T=1.200^{\circ}\text{C}$

En cuanto al análisis Mineralógico, nos confirma que la cocción es la adecuada cuando se lleva a  $1.330^{\circ}\text{C}$  en el horno, si la temperatura sube o baja, no se alcanza el objetivo de formar Cordierita.



## 4.2 COMPOSICIONES MLS A BASE DE TALCO

### 4.2.1 Composición MLS 1

<b>25,0% ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>15,0% TALCO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>60,0% CHAMOTA</b>	<b>6,00 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20% Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8% Agua</b>	<b>580 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>7,13%</b>

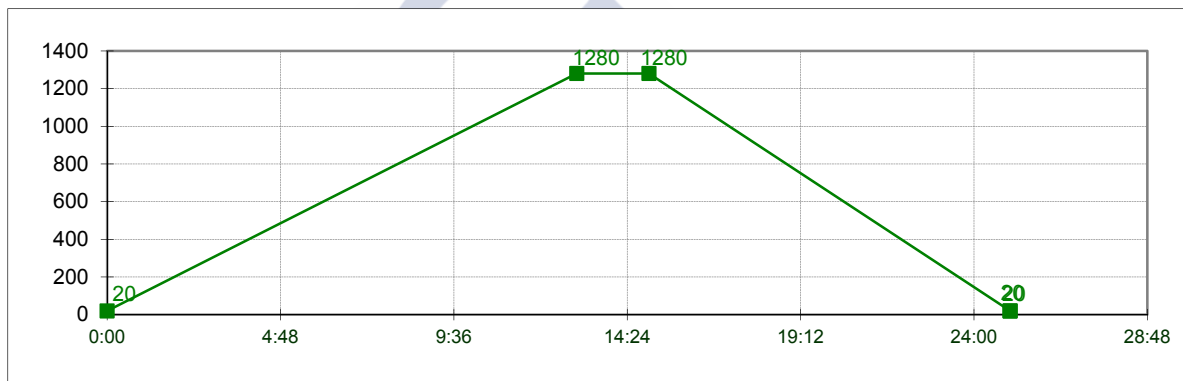
### Composición Química:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	46,74%	50,63%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	37,80%	40,95%
TiO <sub>2</sub>	0,60%	0,65%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,23%	1,33%
CaO	0,38%	0,41%
MgO	5,17%	5,61%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,06%
K <sub>2</sub> O	0,34%	0,37%
LOI	5,49%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,31%</b>	<b>100,00%</b>

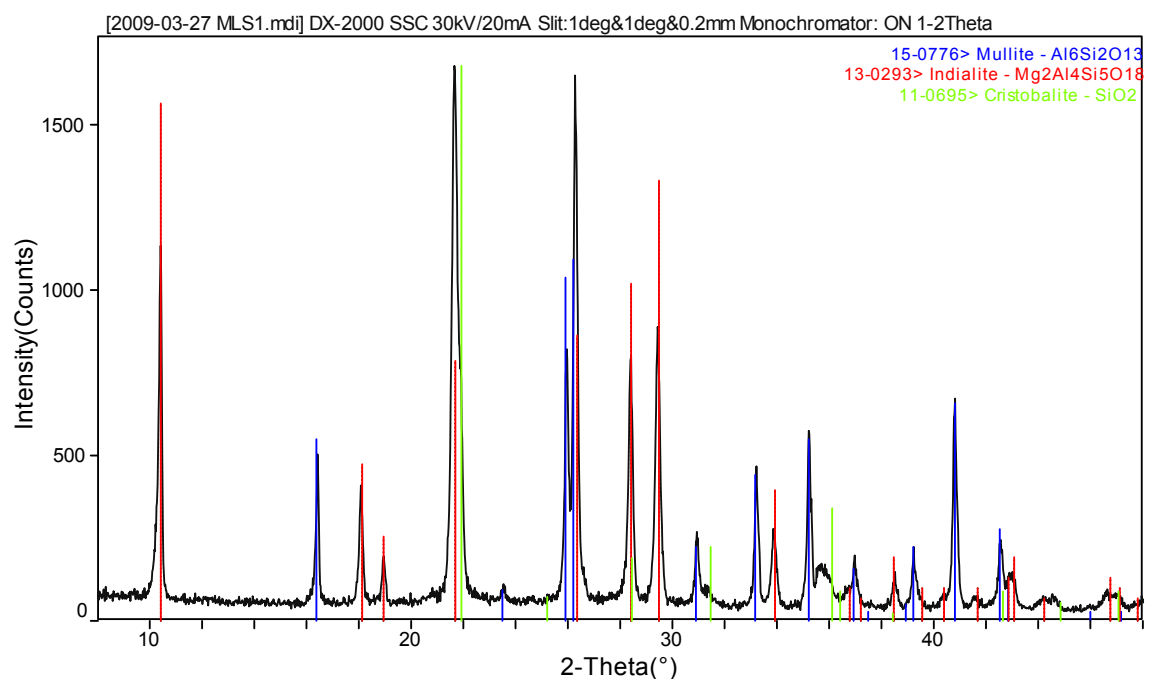
## Propiedades físicas

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	2,02
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	12,27
POROSIDAD (%)	24,78
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	11,20
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	12,10
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	7,30
DIFERENCIA (%)	34,82
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	34,71
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	31,86
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	52,43
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	52,81
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	78,47

## Curva de cocción



## Difracción de Rayos X



#### 4.2.2 Composición MLS-2

<b>25,0% ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>15,0% TALCO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>40,0% CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>4,00 Kg</b>
<b>20,0% CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20% Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8% Agua</b>	<b>580 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>7,13%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	46,74%	50,63%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	37,80%	40,95%
TiO <sub>2</sub>	0,60%	0,65%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,23%	1,33%
CaO	0,38%	0,41%
MgO	5,17%	5,61%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,06%
K <sub>2</sub> O	0,34%	0,37%
LOI	5,49%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,31%</b>	<b>100,00%</b>

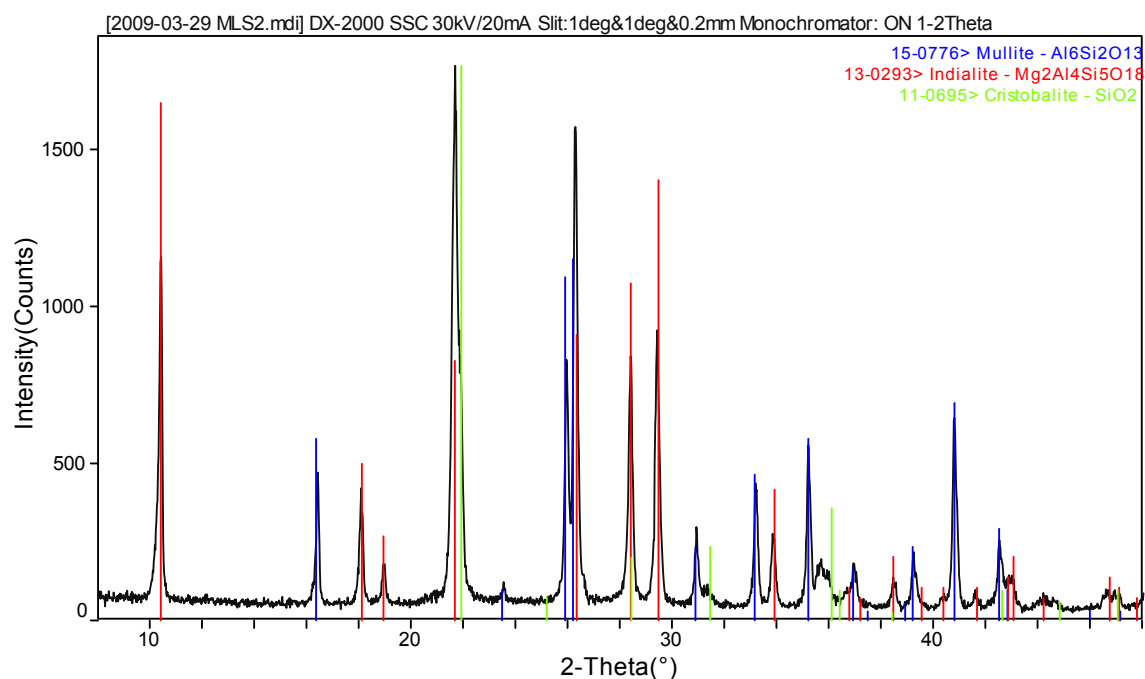
Resultados Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	2,07
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	10,88
POROSIDAD (%)	22,54
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	9,60
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	11,50
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,70
DIFERENCIA (%)	30,21
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	32,23
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	18,48
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	43,35
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	55,67
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	ROMPE

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.2.3 Composición MLS 3

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>17,5%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>40,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>4,00 Kg</b>
<b>17,5%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>1,75 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

#### Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	46,50%	50,55%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36,88%	40,09%
TiO <sub>2</sub>	0,59%	0,64%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,24%	1,35%
CaO	0,38%	0,41%
MgO	6,00%	6,52%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,07%
K <sub>2</sub> O	0,35%	0,38%
LOI	5,84%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,00%</b>	<b>100,00%</b>

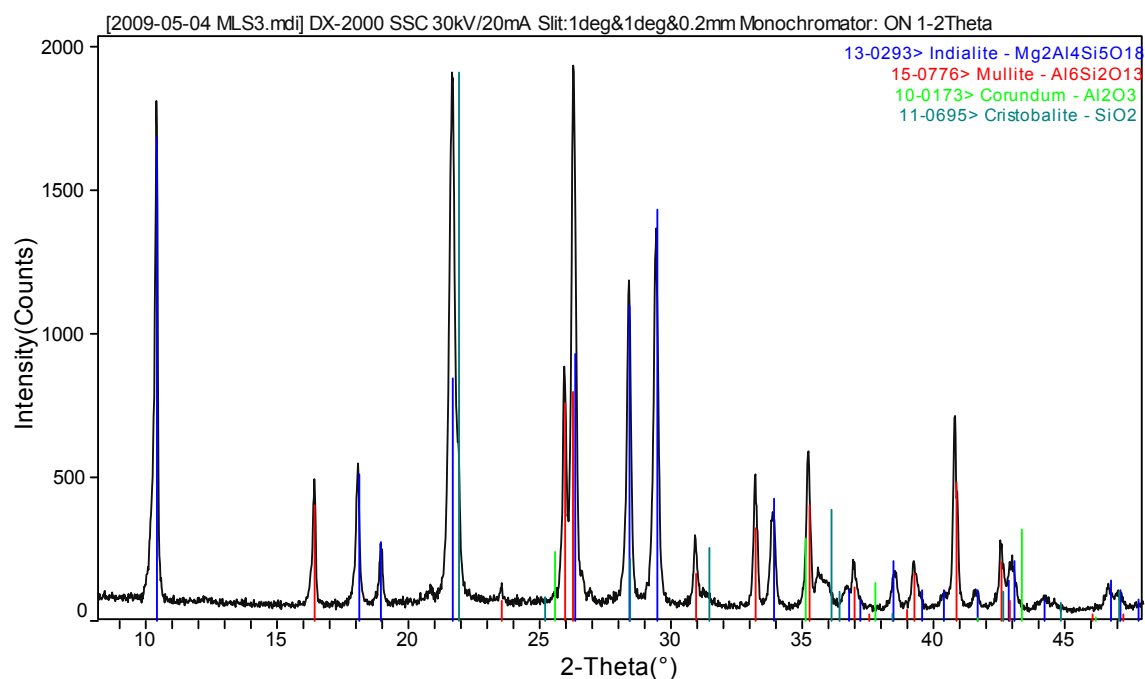
Datos físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	2,04
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	11,26
POROSIDAD (%)	22,97
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	17,20
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	13,10
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	10,70
DIFERENCIA (%)	37,79
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	32,43
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	31,74
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	63,41
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	ROMPE
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	76,65

Curva de cocción



Difracción de Rayos X



#### 4.2.4 Composición MLS 4

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>17,5%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>35,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>3,50 Kg</b>
<b>22,5%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>2,25 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

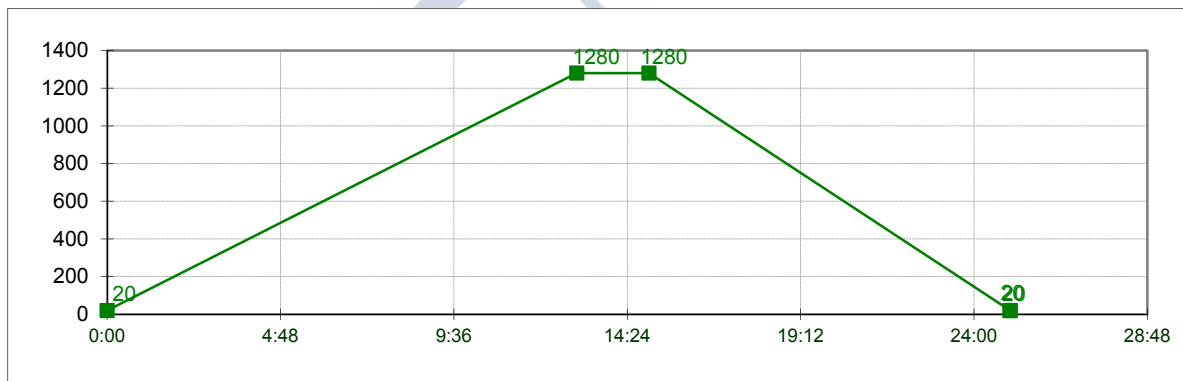
#### Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	46,50%	50,55%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36,88%	40,09%
TiO <sub>2</sub>	0,59%	0,64%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,24%	1,35%
CaO	0,38%	0,41%
MgO	6,00%	6,52%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,07%
K <sub>2</sub> O	0,35%	0,38%
LOI	5,84%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,00%</b>	<b>100,00%</b>

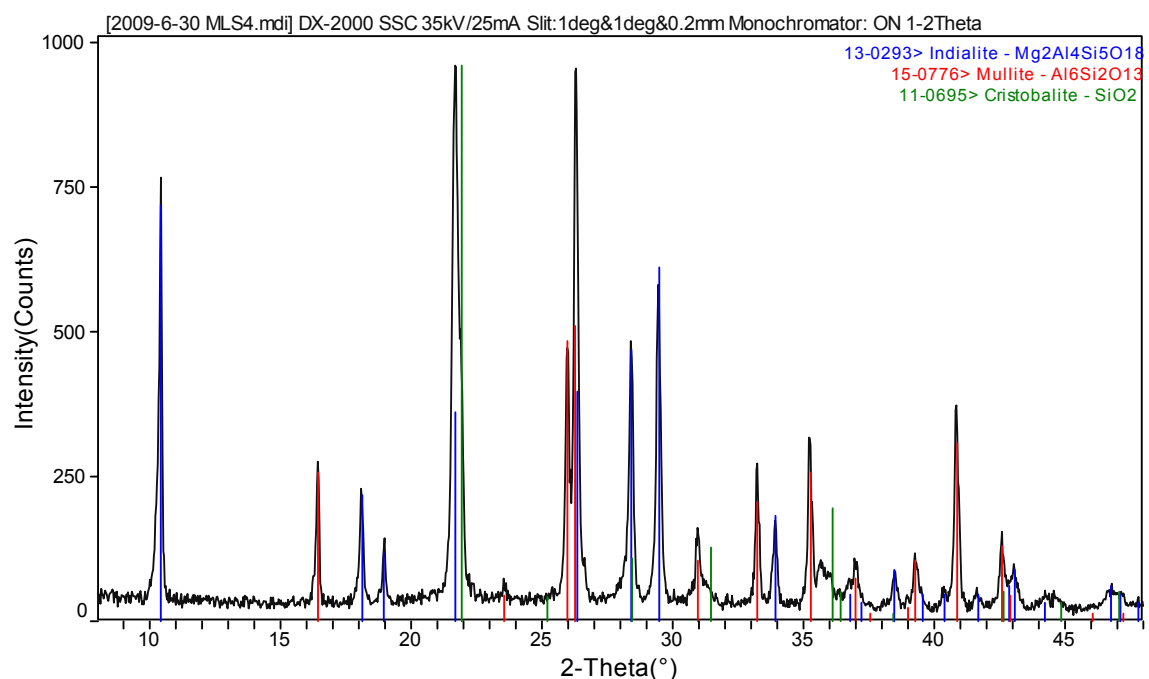
Propiedades Físicas:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	2,07
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	10,89
POROSIDAD (%)	22,59
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	9,50
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	10,30
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,00
DIFERENCIA (%)	36,84
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	31,20
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	12,46
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	33,10
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	37,50
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	ROMPE

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.2.5 Composición MLS 5

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>17,5%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>2,5%</b>	<b>ALUMINA</b>	<b>0,25 Kg</b>
<b>35,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>3,50 Kg</b>
<b>20,0%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>2,00 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

#### Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	45,30%	49,21%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,20%	41,49%
TiO <sub>2</sub>	0,57%	0,62%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,21%	1,31%
CaO	0,37%	0,40%
MgO	6,00%	6,51%
Na <sub>2</sub> O	0,07%	0,07%
K <sub>2</sub> O	0,35%	0,38%
LOI	5,84%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,06%</b>	<b>100,00%</b>

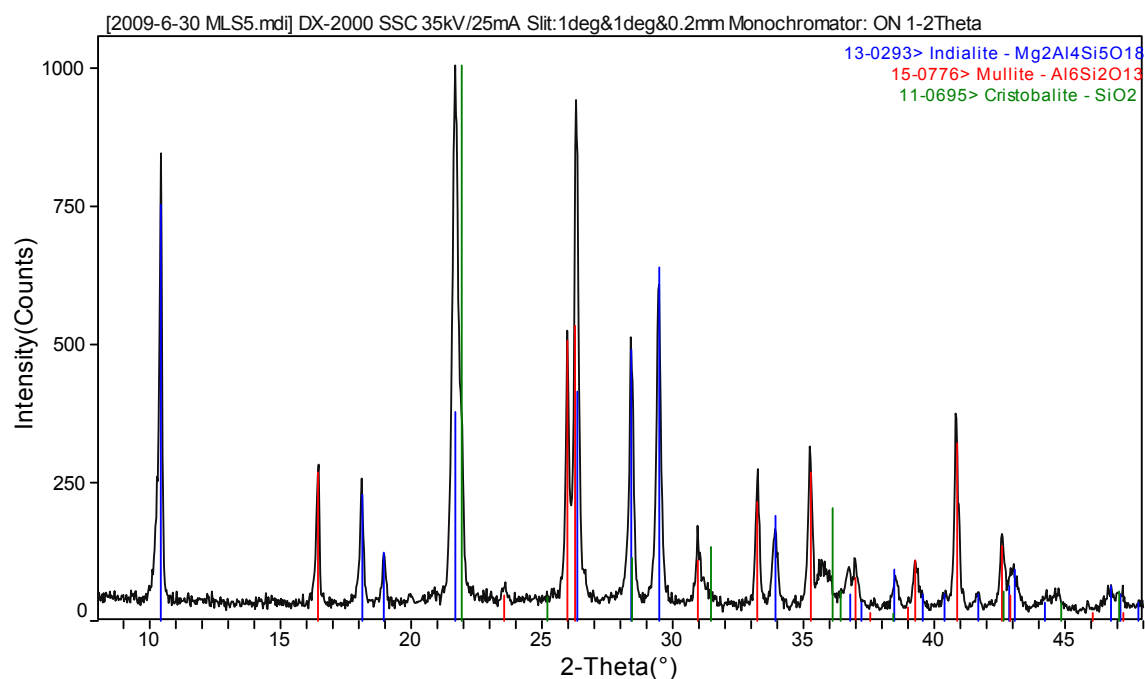
Resultados Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	2,06
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	11,21
POROSIDAD (%)	23,07
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	10,90
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	13,00
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,70
DIFERENCIA (%)	47,71
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	31,39
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	11,56
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	21,48
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	30,98
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	70,30

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.2.6 Composición MLS 6

Composición:

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>17,5%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>35,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>3,50 Kg</b>
<b>22,5%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>2,25 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	49,07%	53,01%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,27%	38,11%
TiO <sub>2</sub>	0,49%	0,53%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,03%	1,11%
CaO	0,31%	0,34%
MgO	6,00%	6,49%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,07%
K <sub>2</sub> O	0,32%	0,35%
LOI	5,84%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,56%</b>	<b>100,00%</b>

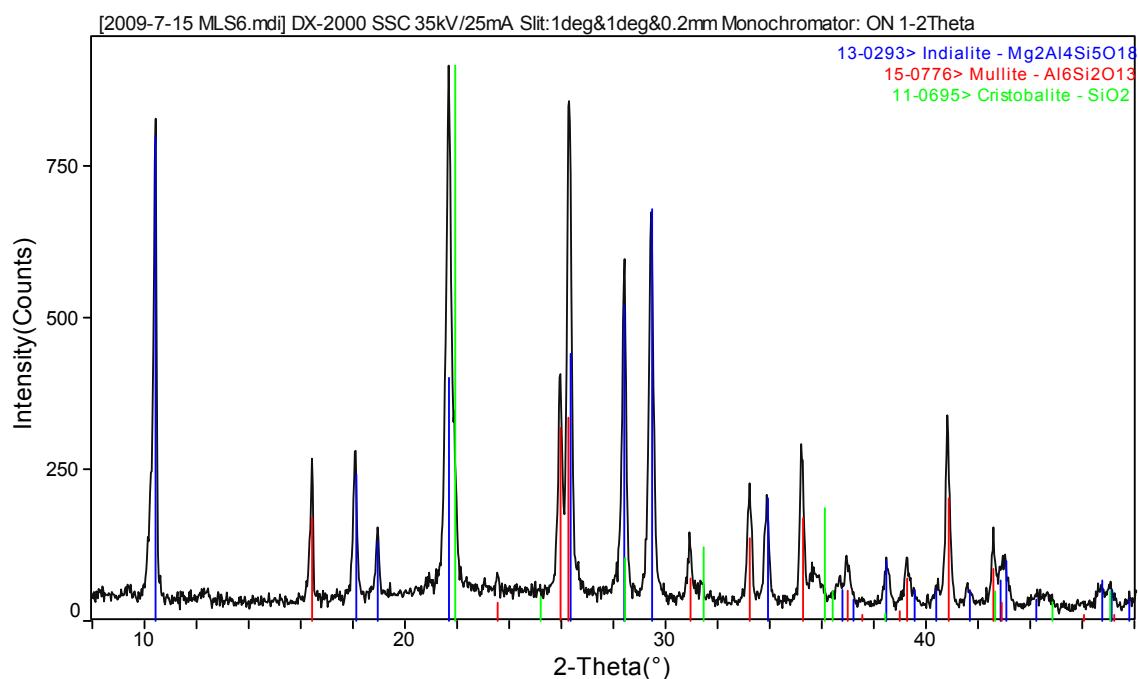
## Resultados Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	2,06
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	11,00
POROSIDAD (%)	22,00
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	15,20
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	14,80
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	8,70
DIFERENCIA (%)	42,76
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	31,89
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	8,56
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	16,21
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	29,56
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	55,48

## Curva de Cocción



## Difracción de Rayos X



#### 4.2.7 Composición MLS 7

<b>25,0% ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>5,0% ARCILLA</b>	<b>0,53 Kg</b>
<b>20,0% TALCO</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>30,0% CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>3,00 Kg</b>
<b>20,0% CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20% Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8% Agua</b>	<b>580 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	48,32%	52,80%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,05%	37,21%
TiO <sub>2</sub>	0,49%	0,53%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,04%	1,14%
CaO	0,32%	0,35%
MgO	6,83%	7,47%
Na <sub>2</sub> O	0,07%	0,07%
K <sub>2</sub> O	0,40%	0,43%
LOI	6,98%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>91,51%</b>	<b>100,00%</b>

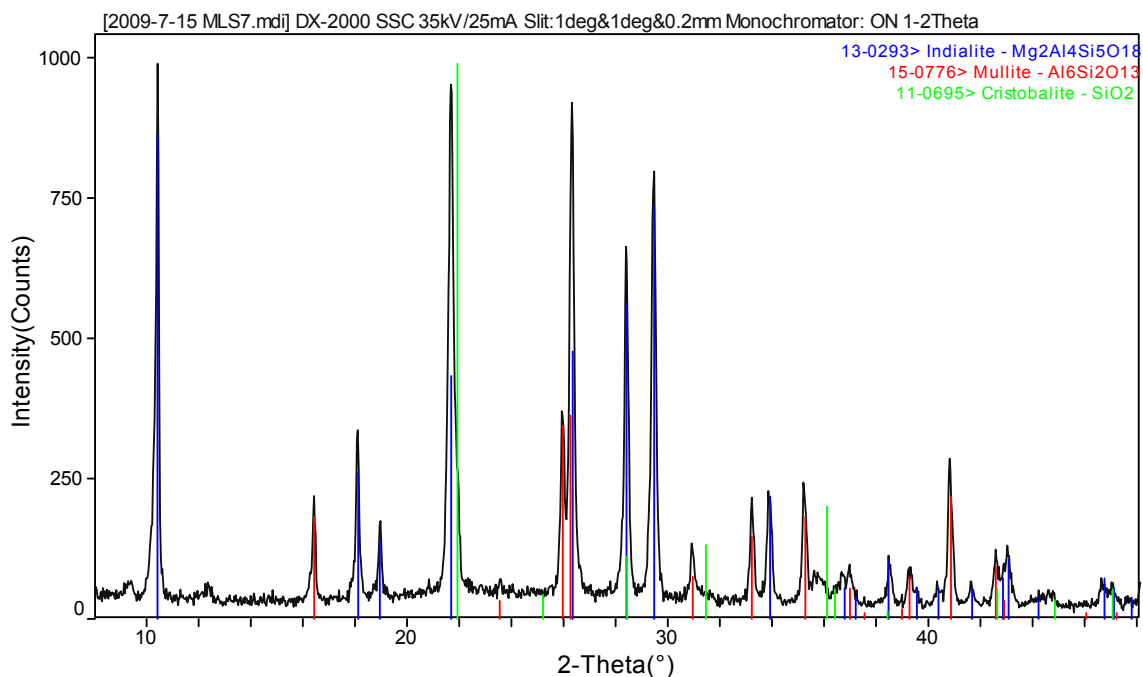
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	2,03
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	11,08
POROSIDAD (%)	22,53
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	17,00
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	15,40
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	4,10
DIFERENCIA (%)	75,88
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	31,10
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	12,18
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	20,59
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	29,94
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	62,83

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.2.8 Composición MLS 8

Composición:

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>17,5%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>35,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>3,50 Kg</b>
<b>22,5%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>2,25 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	49,11%	52,75%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,88%	38,54%
TiO <sub>2</sub>	0,74%	0,79%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,92%	0,99%
CaO	0,33%	0,36%
MgO	5,96%	6,40%
Na <sub>2</sub> O	0,04%	0,05%
K <sub>2</sub> O	0,12%	0,12%
LOI	5,72%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>93,10%</b>	<b>100,00%</b>

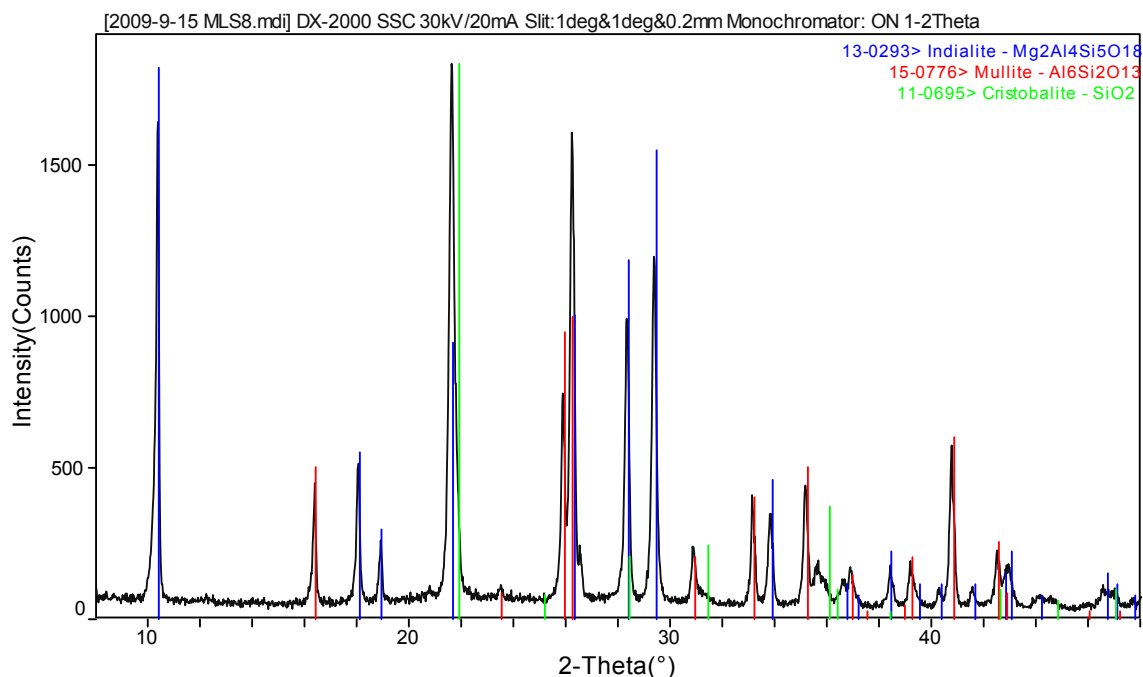
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,94
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	13,53
POROSIDAD (%)	26,25
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	10,10
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	10,00
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,90
DIFERENCIA (%)	41,58
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	27,60
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	10,15
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	24,45
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	34,36
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	ROMPE

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.2.9 Composición MLS 9

Composición:

<b>12,5% ARCILLA</b>	<b>1,34 Kg</b>
<b>12,5% ARCILLA</b>	<b>1,34 Kg</b>
<b>17,5% TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>35,0% CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>3,50 Kg</b>
<b>22,5% CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>2,25 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20% Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8% Agua</b>	<b>580 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	49,09%	52,88%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,58%	38,32%
TiO <sub>2</sub>	0,61%	0,66%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,97%	1,05%
CaO	0,32%	0,35%
MgO	5,98%	6,44%
Na <sub>2</sub> O	0,05%	0,06%
K <sub>2</sub> O	0,22%	0,24%
LOI	5,78%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,83%</b>	<b>100,00%</b>

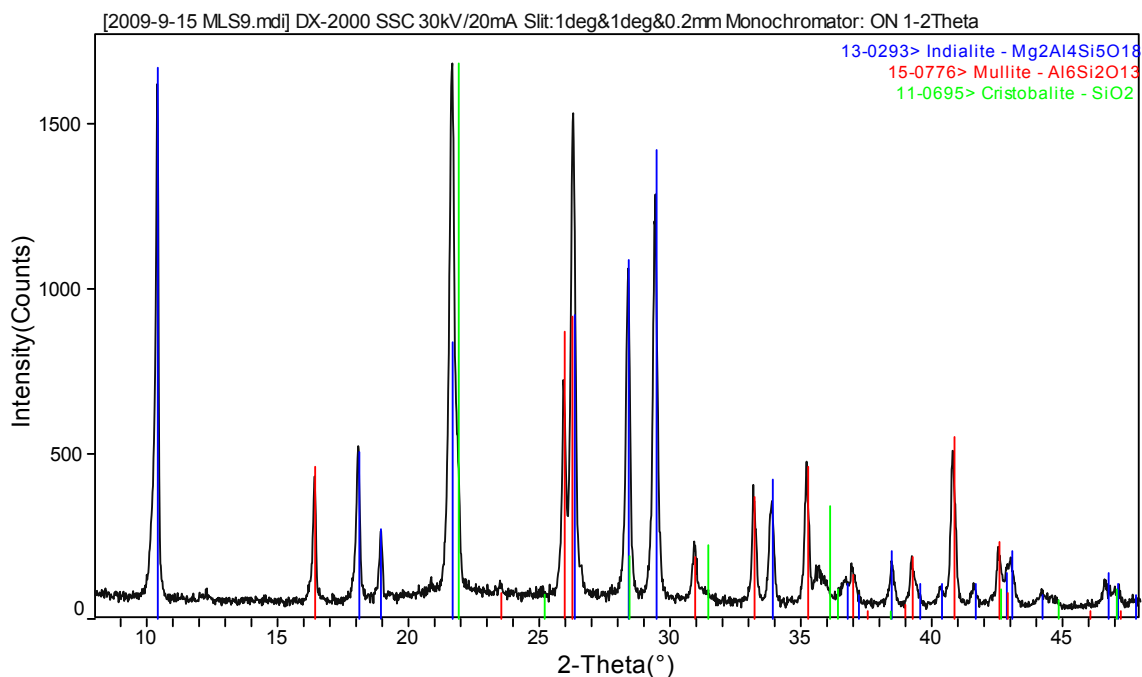
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,93
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	13,76
POROSIDAD (%)	26,57
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	12,00
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	11,95
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,40
DIFERENCIA (%)	46,67
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	28,05
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	8,55
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	22,03
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	29,64
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	65,18

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X:



#### 4.2.10 Composición MLS 10

Composición:

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>17,5%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>25,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>32,5%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>3,25 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	49,91%	53,31%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,97%	37,35%
TiO <sub>2</sub>	0,85%	0,90%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,82%	0,88%
CaO	0,36%	0,38%
MgO	6,21%	6,63%
Na <sub>2</sub> O	0,13%	0,14%
K <sub>2</sub> O	0,38%	0,41%
LOI	5,72%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>93,64%</b>	<b>100,00%</b>

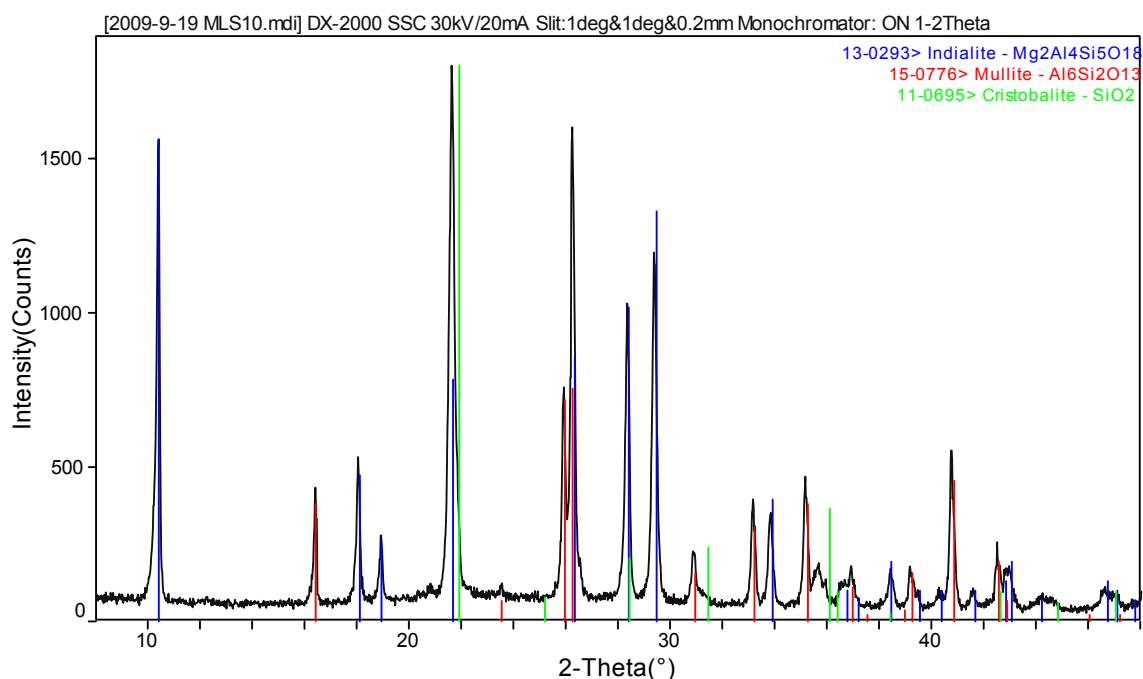
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,94
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	13,51
POROSIDAD (%)	26,25
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	9,90
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	9,98
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,80
DIFERENCIA (%)	41,41
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	28,37
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	7,75
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	22,35
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	30,02
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	58,31

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X



#### 4.2.11 Composición MLS 11

Composición:

<b>12,5% ARCILLA</b>	<b>1,34 Kg</b>
<b>12,5% ARCILLA</b>	<b>1,37 Kg</b>
<b>17,5% TALCO</b>	<b>1,75 Kg</b>
<b>25,0% CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>32,5% CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>3,25 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20% Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8% Agua</b>	<b>580 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	49,89%	53,44%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,66%	37,13%
TiO <sub>2</sub>	0,72%	0,77%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,88%	0,94%
CaO	0,35%	0,37%
MgO	6,23%	6,68%
Na <sub>2</sub> O	0,14%	0,15%
K <sub>2</sub> O	0,49%	0,52%
LOI	5,78%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>93,37%</b>	<b>100,00%</b>

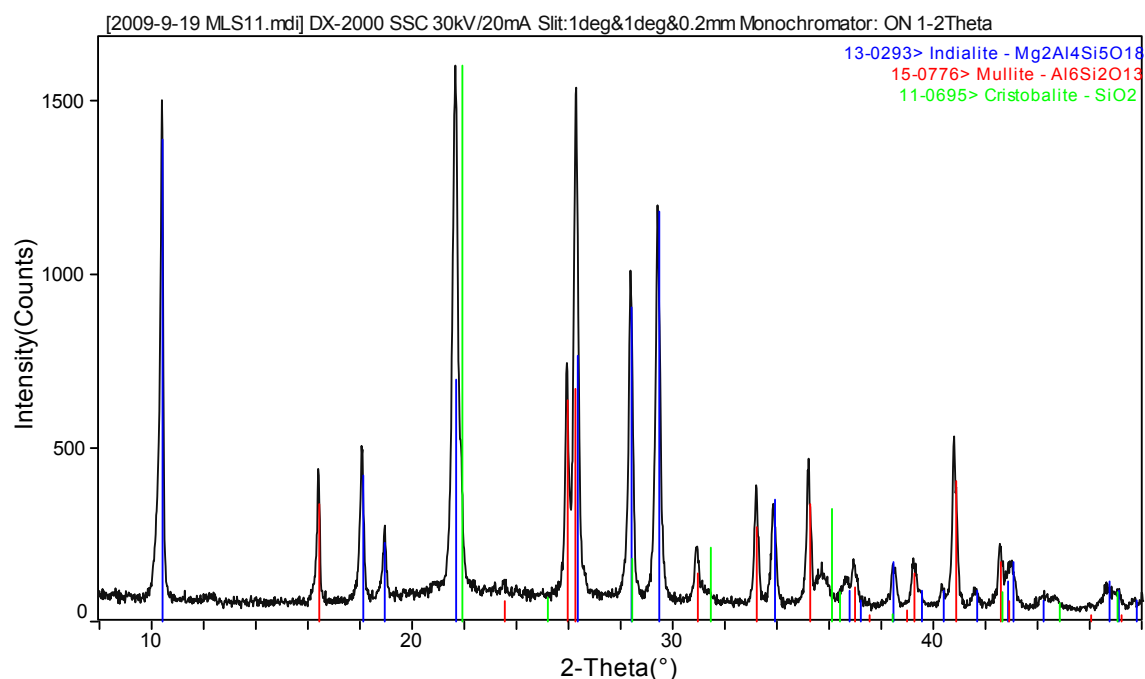
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,96
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	12,95
POROSIDAD (%)	25,43
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	13,70
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	11,22
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	7,20
DIFERENCIA (%)	47,45
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	27,80
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	9,58
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	20,52
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	25,42
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	50,95

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X:





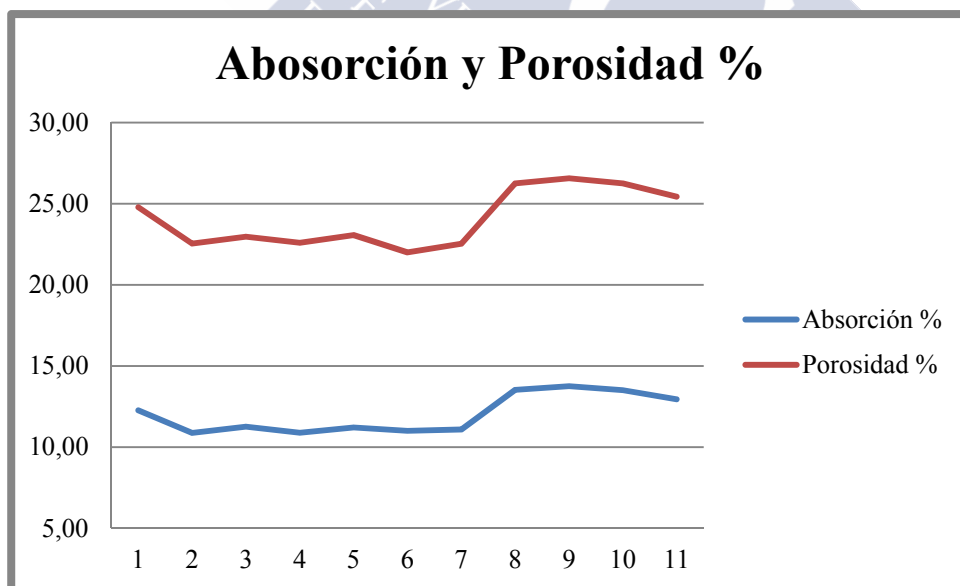
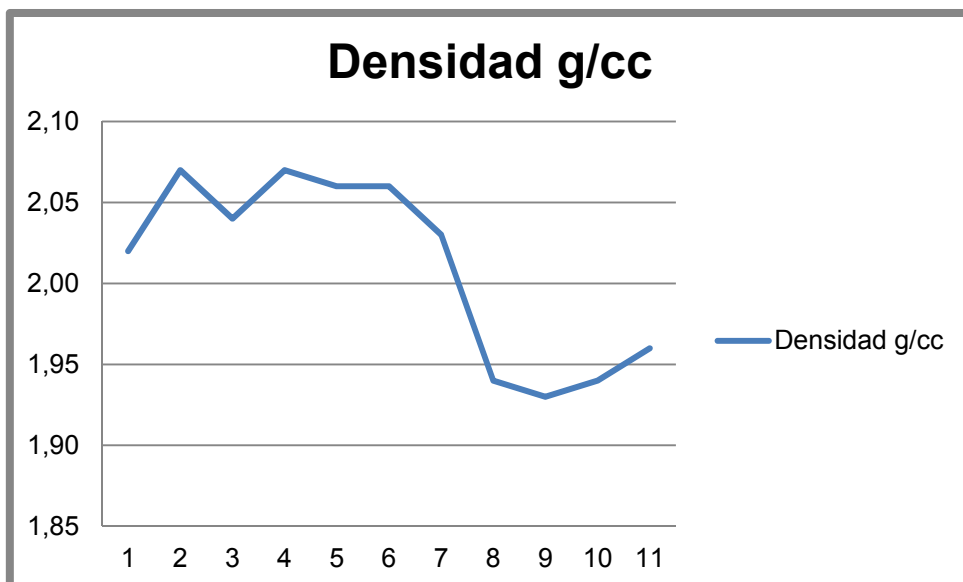
## Resumen de datos:

PROPIEDADES MLS	Min	Obj	Max	MLS 1	MLS 2	MLS 3	MLS 4	MLS 5	MLS 6	MLS 7	MLS 8	MLS 9	MLS 10	MLS 11
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,8	2	2,5	2,02	2,07	2,04	2,07	2,06	2,06	2,03	1,94	1,93	1,94	1,96
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	7	10	12	12,27	10,88	11,26	10,89	11,21	11,00	11,08	13,53	13,76	13,51	12,95
POROSIDAD (%)	16	21	24	24,78	22,54	22,97	22,59	23,07	22,00	22,53	26,25	26,57	26,25	25,43
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	7	13	20	11,20	9,60	17,20	9,50	10,90	15,20	17,00	10,10	12,00	9,90	13,70
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	7	13	20	12,10	11,50	13,10	10,30	13,00	14,80	15,40	10,00	11,95	9,98	11,22
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	3	5	10	7,30	6,70	10,70	6,00	5,70	8,70	4,10	5,90	6,40	5,80	7,20
DIFERENCIA (%)	30	50	70	34,82	30,21	37,79	36,84	47,71	42,76	75,88	41,58	46,67	41,41	47,45
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	15	30	35	34,71	32,23	32,43	31,20	31,39	31,89	31,10	27,60	28,05	28,37	27,80
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	0	0	10	31,86	18,48	31,74	12,46	11,56	8,56	12,18	10,15	8,55	7,75	9,58
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	0		30	52,43	43,35	63,41	33,10	21,48	16,21	20,59	24,45	22,03	22,35	20,52
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	0	10	40	52,81	55,67	ROMPE	37,50	30,98	29,56	29,94	34,36	29,64	30,02	25,42
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	0		60	78,47	ROMPE	76,65	ROMPE	70,30	55,48	62,83	BROKEN	65,18	58,31	50,95
ANÁLISIS QUÍMICO														
SiO <sub>2</sub>		53,44%		51,64%	51,73%	49,70%	50,01%	48,73%	52,06%	52,07%	51,70%	52,08%	52,84%	52,16%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		37,13%		40,61%	40,71%	41,39%	40,12%	41,48%	37,51%	37,18%	38,50%	38,04%	37,86%	37,85%
TiO <sub>2</sub>		0,77%		0,41%	0,60%	0,66%	0,60%	0,58%	0,54%	0,52%	0,86%	0,71%	0,94%	0,78%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,94%		1,19%	1,19%	1,23%	1,26%	1,24%	1,04%	1,09%	1,16%	1,11%	0,78%	0,90%
CaO		0,37%		0,38%	0,41%	0,20%	0,38%	0,39%	0,41%	0,41%	0,20%	0,20%	0,19%	0,20%
MgO		6,68%		5,21%	4,75%	5,96%	6,75%	6,64%	6,61%	7,12%	6,56%	6,64%	6,30%	6,18%
Na <sub>2</sub> O		0,15%		0,11%	0,12%	0,13%	0,30%	0,27%	0,17%	0,14%	0,24%	0,23%	0,17%	0,20%
K <sub>2</sub> O		0,52%		0,45%	0,44%	0,44%	0,51%	0,31%	0,88%	0,78%	0,79%	0,75%	0,68%	0,78%
CRISTALOGRAFÍA														
CORDERITA		48%		42%	42%	49%	49%	49%	48%	56%	48%	48%	49%	50%
MULLITA		32%		38%	38%	34%	34%	36%	31%	26%	32%	31%	29%	29%
AMORFO		20%		20%	20%	17%	17%	16%	21%	18%	21%	21%	21%	21%

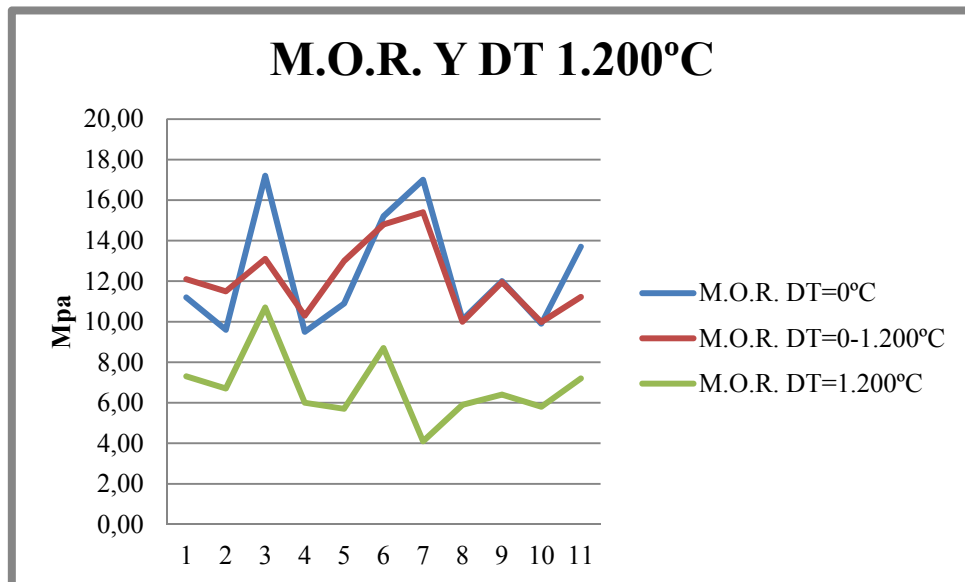
#### 4.2.12 Discusión de resultados:

En las composiciones que utilizan Talco se han probado varias materias primas diferentes y sus combinaciones posibles para formar un material de Cordierita-Mulita que funcione en condiciones severa siendo su preparación y ciclo de cocción muy limitado en costes.

Los datos de Densidad obtenidos son los siguientes:



En las gráficas se observan valores constantes, a medida que baja el valor de la densidad, los valores de Absorción en agua y Porosidad aumentan.



La composición MLS-6 es la que tiene todos los datos físicos dentro de las tolerancias experimentales.

En cuanto a la Microscopía:

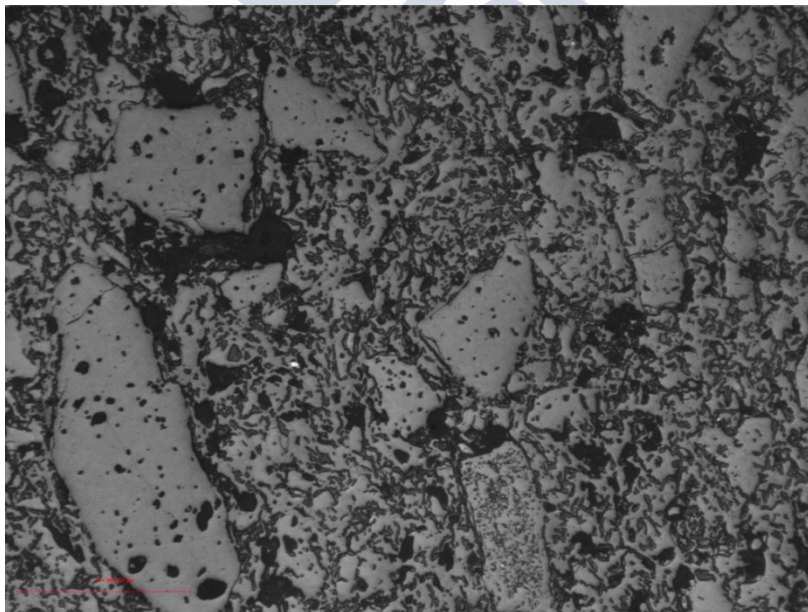


Foto 4.2.12.1 Composición MLS-6

La microestructura del material es mucho más cerrada que las composiciones que utilizan Carbonato de Magnesio, las composiciones con Talco, al tener menor pérdida de Calcinación, se observa que la porosidad del material es mucho menor.

Se observan los granos de chamota que van hasta 500 micras, cuando se observa la microestructura da la sensación que no están distribuidos de forma homogénea, sin embargo esto se debe a que la imagen la observamos en 2 Dimensiones frente a la realidad que es en 3 dimensiones.

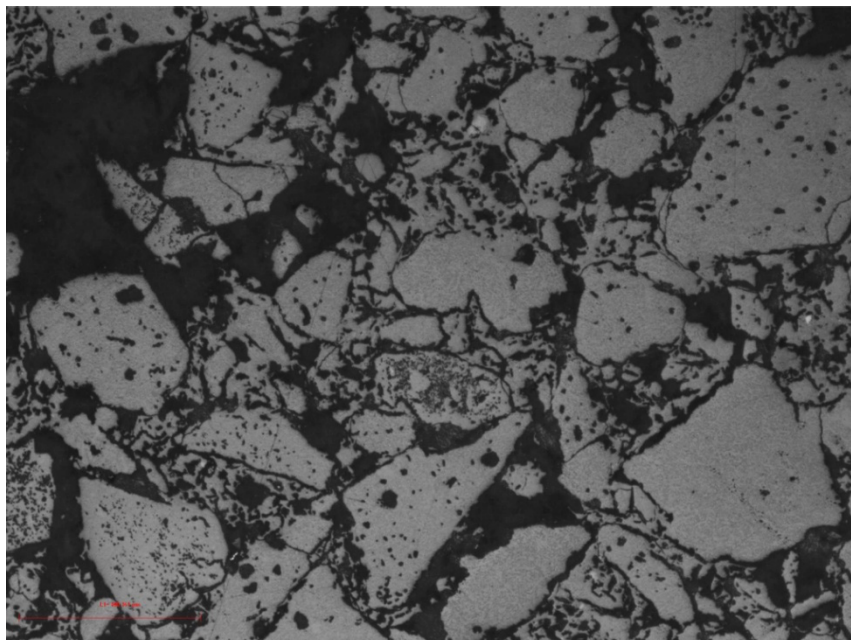


Foto 4.2.12.2 Composición MLS-2

En la composición MLS-2 se observa mayor porosidad y donde los granos de chamota están más sueltos faltando una matriz homogénea que rodee los granos de chamota.

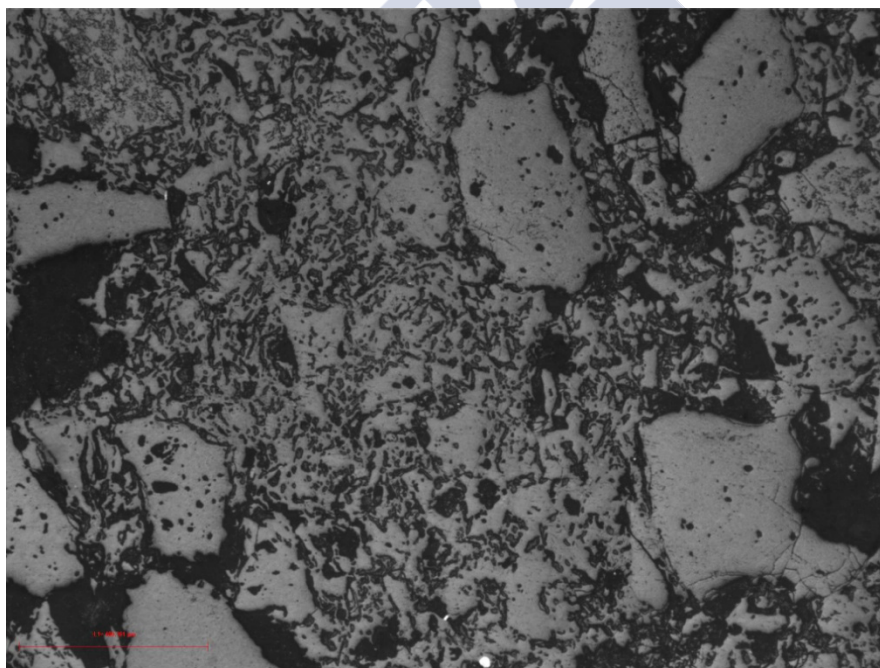


Foto 4.2.12.3 Composición MLS-11

En la composición MLS-11 se observa un exceso de matriz y pocos granos de chamota, existen también poros grandes que no están distribuidos de forma homogénea, los resultados de esta composición no dan los datos físicos suficientes para un buen rendimiento del material como material de enhornamiento.

### 4.3 COMPOSICIÓN DE CORDIERITA NUEVA PROPUESTA A BASE DE TALCO Y CARBONATO DE MAGNESIO.

#### 4.3.1 Composición BLF 1

<b>22,5%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,42 Kg</b>
<b>10,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>7,5%</b>	<b>CARBONATO MgO</b>	<b>0,75 Kg</b>
<b>2,5%</b>	<b>ALUMINA</b>	<b>0,25 Kg</b>
<b>32,5%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>3,25 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>10,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>1,00 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

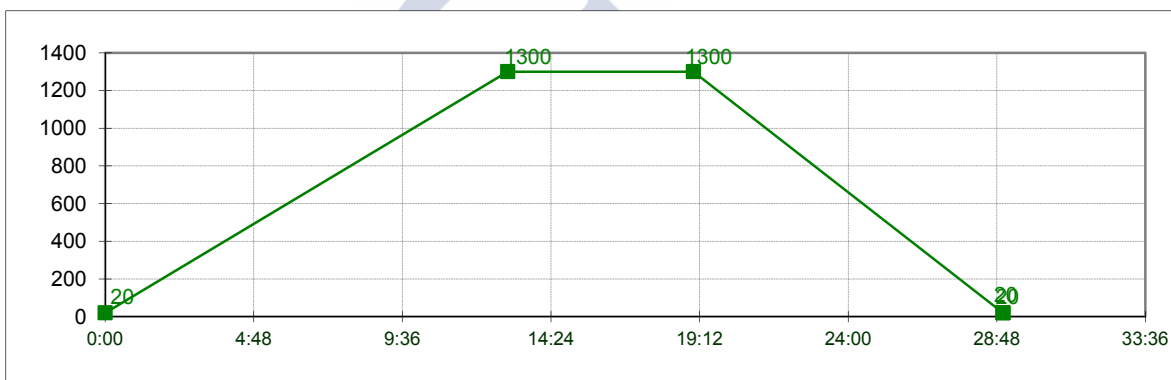
Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	49,89%	53,44%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34,66%	37,13%
TiO <sub>2</sub>	0,72%	0,77%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,88%	0,94%
CaO	0,35%	0,37%
MgO	6,23%	6,68%
Na <sub>2</sub> O	0,14%	0,15%
K <sub>2</sub> O	0,49%	0,52%
LOI	5,78%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>93,37%</b>	<b>100,00%</b>

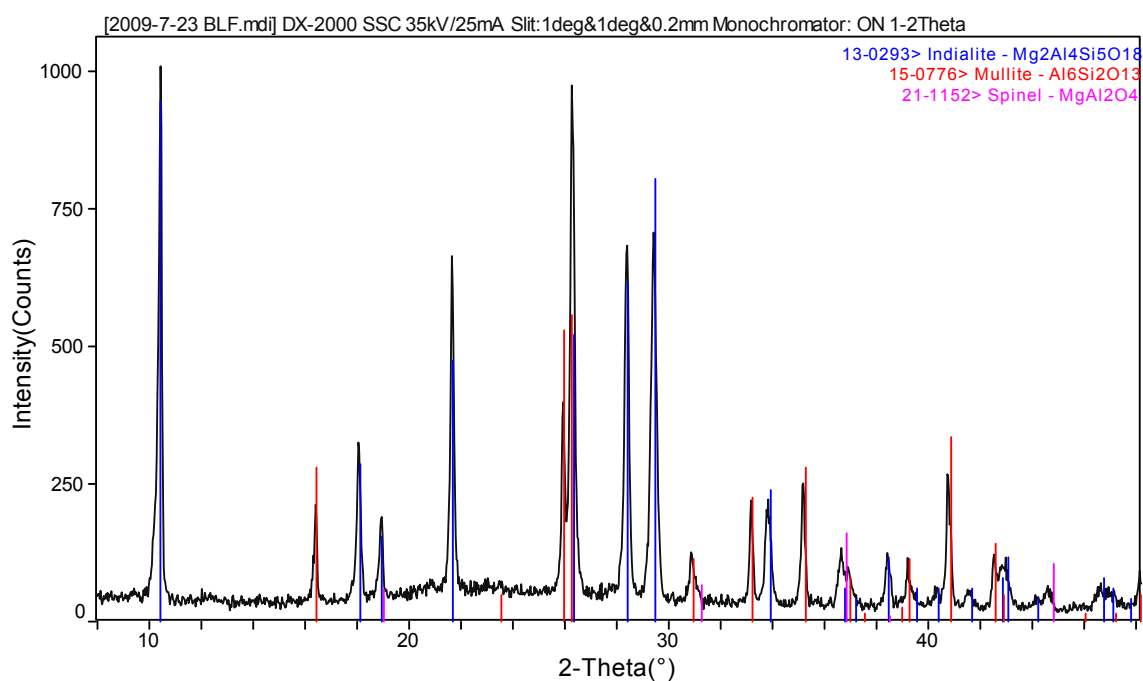
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,86
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	15,30
POROSIDAD (%)	28,55
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	11,00
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	9,50
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,40
%DIFERENCIA	41,82
EXPANSION x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> .	23,53
FLEXIÓN 1.200°C % 0,5MPa	8,77
FLEXION 1.200°C % 1,5MPa	24,98
FLEXIÓN 1.280°C % 0,5MPa	39,38
FLEXIÓN 1.280°C % 1,5MPa	ROMPE

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X:



### 4.3.2 Composición BLF 2

#### Composición

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>5,0%</b>	<b>CARBONATO MgO</b>	<b>0,50 Kg</b>
<b>3,5%</b>	<b>ALUMINA</b>	<b>0,35 Kg</b>
<b>29,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>2,90 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>7,5%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>0,75 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

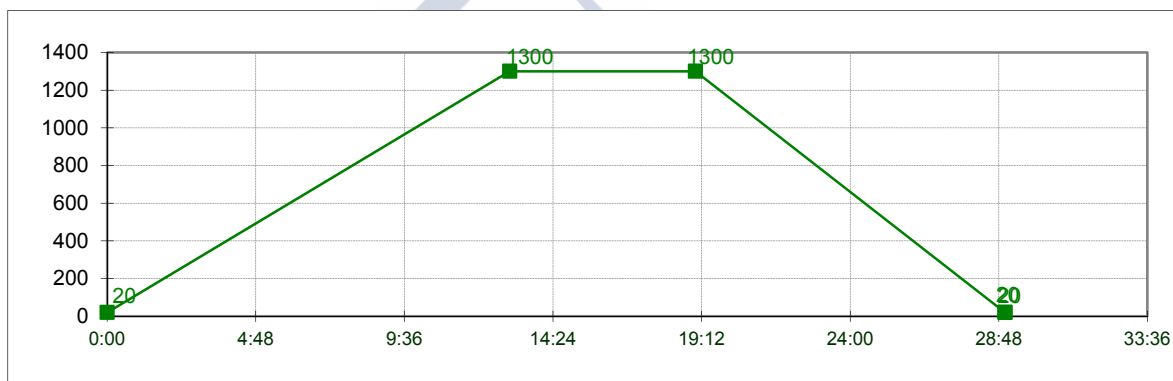
#### Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	44,66%	49,36%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,56%	39,30%
TiO <sub>2</sub>	0,51%	0,57%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,86%	0,95%
CaO	0,40%	0,45%
MgO	7,59%	8,38%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,06%
K <sub>2</sub> O	0,84%	0,93%
LOI	7,99%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>90,48%</b>	<b>100,00%</b>

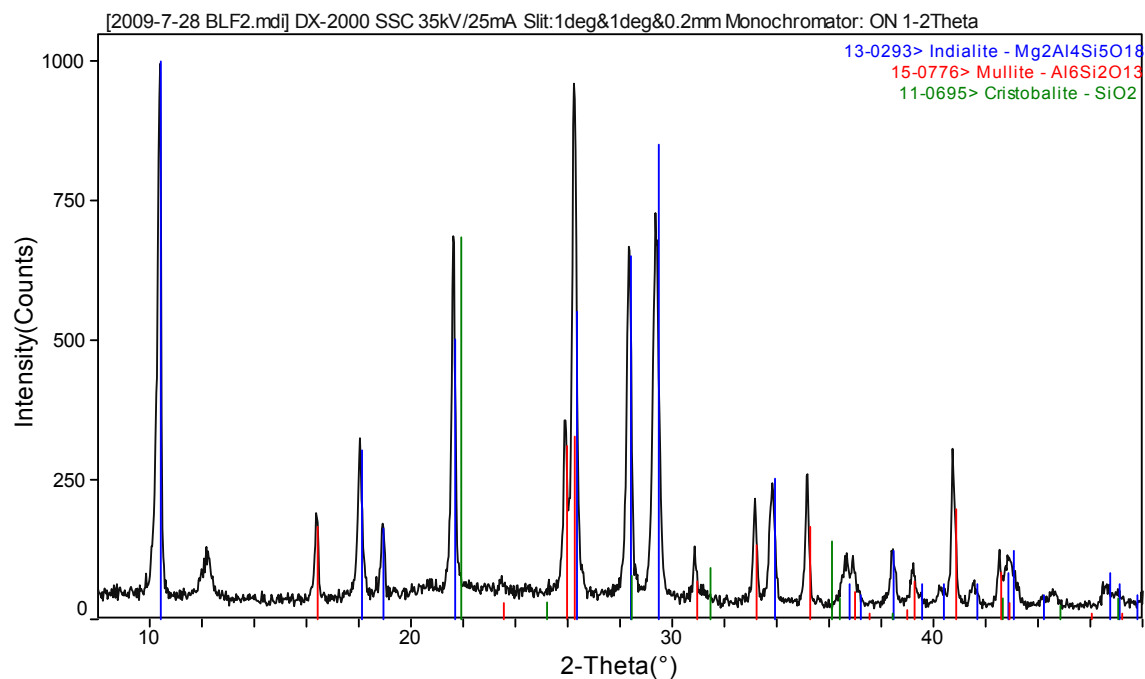
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,89
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	14,35
POROSIDAD (%)	27,21
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	13,60
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	11,70
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	8,50
%DIFERENCIA	37,50
EXPANSION x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> .	23,79
FLEXIÓN 1.200°C % 0,5MPa	4,81
FLEXION 1.200°C % 1,5MPa	20,20
FLEXIÓN 1.280°C % 0,5MPa	28,91
FLEXIÓN 1.280°C % 1,5MPa	59,52

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X:



### 4.3.3 Composición BLF 3

Composición:

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>5,0%</b>	<b>CARBONATO MgO</b>	<b>0,50 Kg</b>
<b>3,5%</b>	<b>ALUMINA</b>	<b>0,35 Kg</b>
<b>29,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>2,90 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>7,5%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>0,75 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

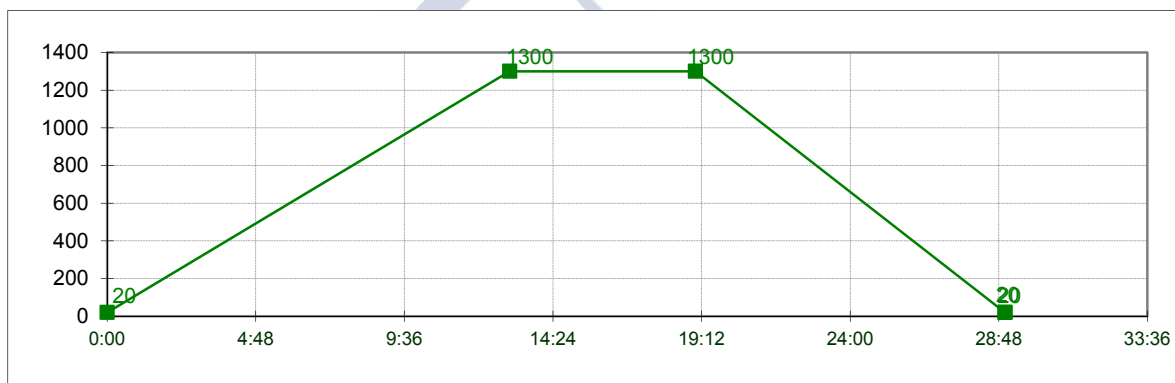
Análisis Químico:

SiO <sub>2</sub>	45,92%	50,63%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,27%	38,89%
TiO <sub>2</sub>	0,42%	0,47%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,88%	0,97%
CaO	0,32%	0,35%
MgO	7,52%	8,29%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,06%
K <sub>2</sub> O	0,30%	0,33%
LOI	7,99%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>90,69%</b>	<b>100,00%</b>

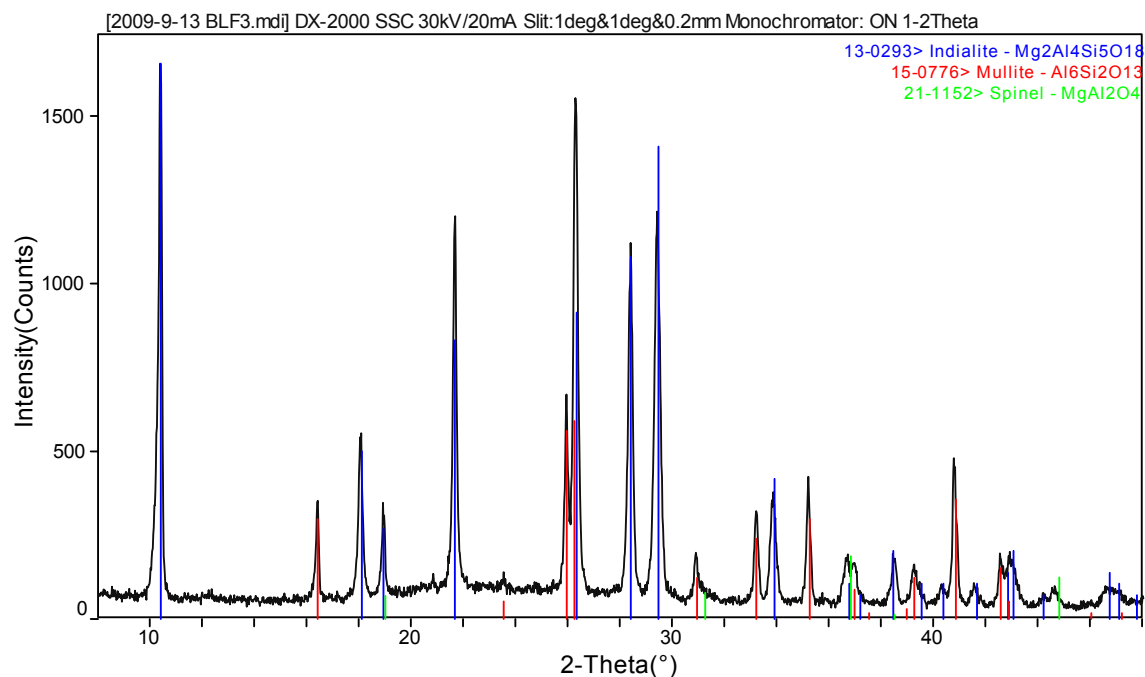
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,92
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	13,71
POROSIDAD (%)	26,33
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	12,60
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	11,89
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,40
%DIFERENCIA	49,21
EXPANSION x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> .	23,42
FLEXIÓN 1.200°C % 0,5MPa	6,24
FLEXION 1.200°C % 1,5MPa	15,51
FLEXIÓN 1.280°C % 0,5MPa	17,95
FLEXIÓN 1.280°C % 1,5MPa	<b>38,47</b>

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X:



#### 4.3.4 Composición BLF 4

Composición:

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>5,0%</b>	<b>CARBONATO MgO</b>	<b>0,50 Kg</b>
<b>3,5%</b>	<b>ALUMINA</b>	<b>0,35 Kg</b>
<b>29,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>2,90 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>7,5%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>0,75 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

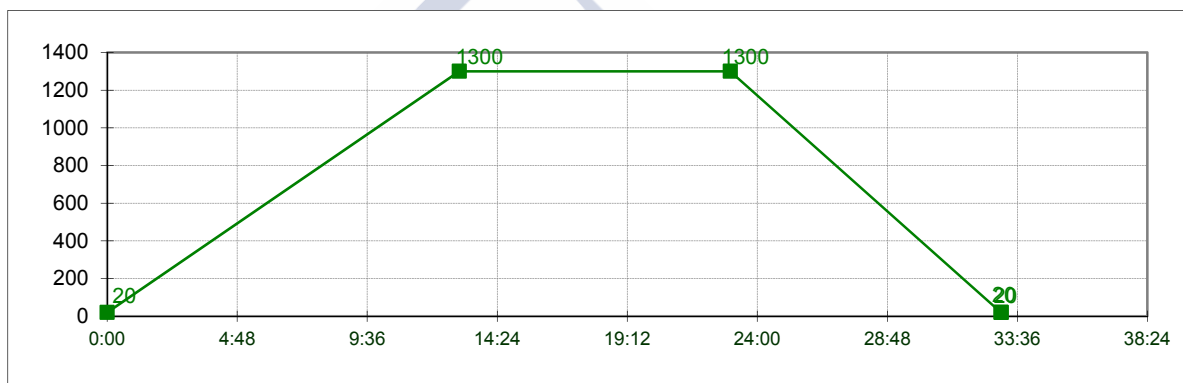
Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	44,66%	49,36%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,56%	39,30%
TiO <sub>2</sub>	0,51%	0,57%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,86%	0,95%
CaO	0,40%	0,45%
MgO	7,59%	8,38%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,06%
K <sub>2</sub> O	0,84%	0,93%
LOI	7,99%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>90,48%</b>	<b>100,00%</b>

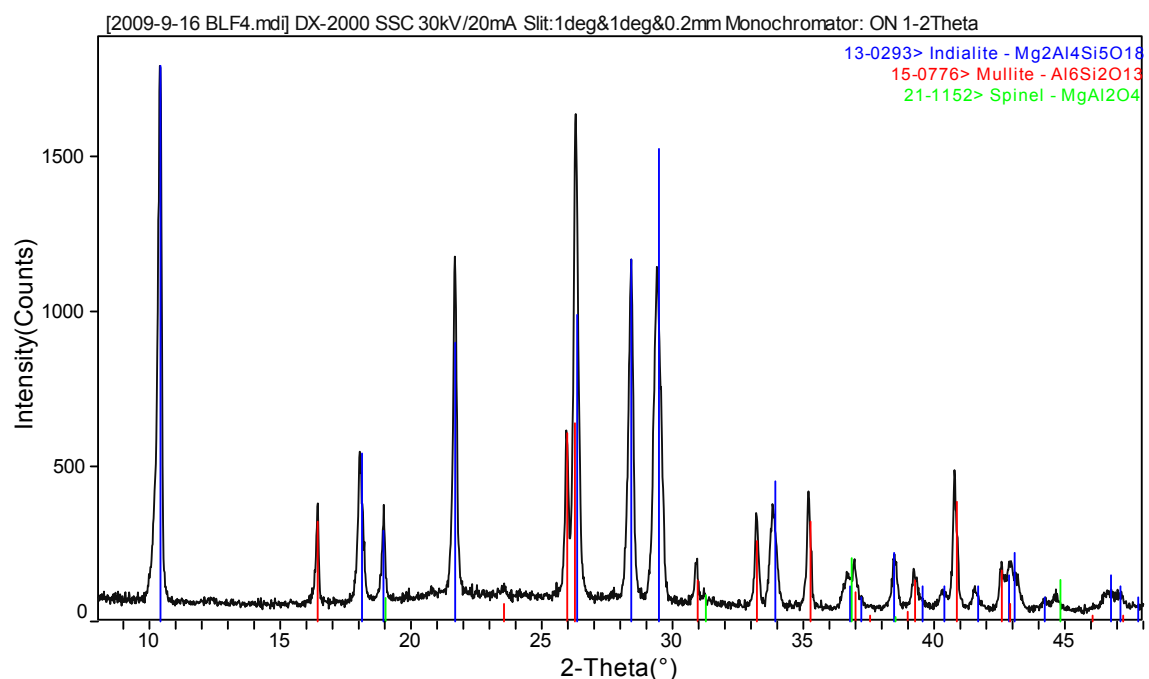
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,83
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	16,29
POROSIDAD (%)	29,92
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	9,20
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	9,84
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	5,80
%DIFERENCIA	36,96
EXPANSION x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> .	18,45
FLEXIÓN 1.200°C % 0,5MPa	6,23
FLEXION 1.200°C % 1,5MPa	14,27
FLEXIÓN 1.280°C % 0,5MPa	21,27
FLEXIÓN 1.280°C % 1,5MPa	52,02

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X:



#### 4.3.5 Composición BLF 5

Composición:

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>5,0%</b>	<b>CARBONATO MgO</b>	<b>0,50 Kg</b>
<b>3,5%</b>	<b>ALUMINA</b>	<b>0,35 Kg</b>
<b>29,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>2,90 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>7,5%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>0,75 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

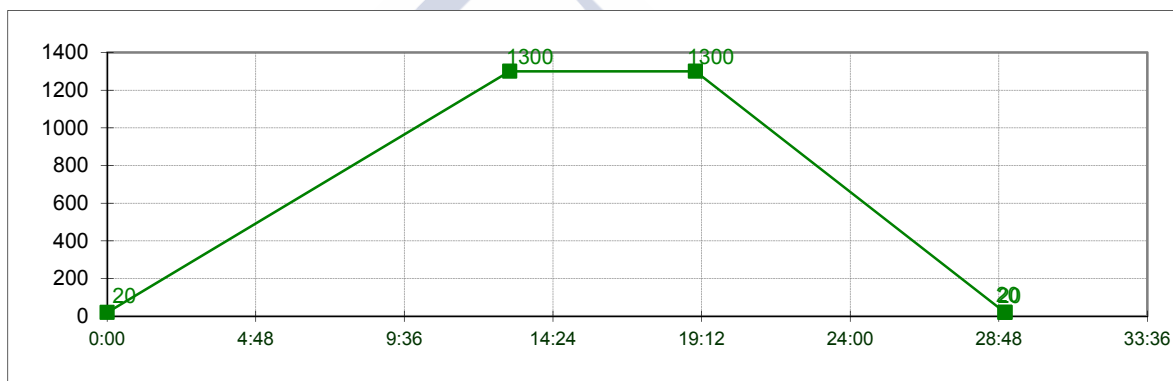
Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	45,92%	50,63%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,29%	38,90%
TiO <sub>2</sub>	0,42%	0,46%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,88%	0,97%
CaO	0,32%	0,35%
MgO	7,52%	8,29%
Na <sub>2</sub> O	0,06%	0,07%
K <sub>2</sub> O	0,30%	0,33%
LOI	7,99%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>90,71%</b>	<b>100,00%</b>

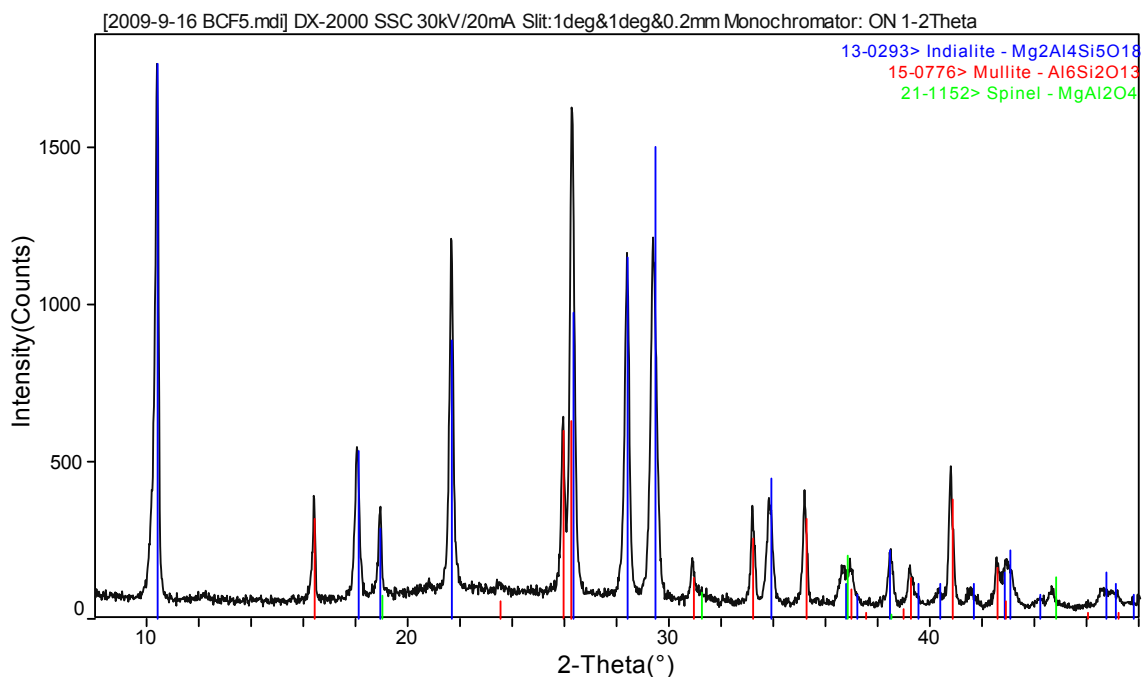
## Datos Físicos

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,90
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	14,39
POROSIDAD (%)	27,33
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	11,90
M.O.R. 1.200°C °C (MPa):	11,80
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	6,90
%DIFERENCIA	42,02
EXPANSION x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> .	22,57
FLEXIÓN 1.200°C % 0,5MPa	11,51
FLEXION 1.200°C % 1,5MPa	11,84
FLEXIÓN 1.280°C % 0,5MPa	15,62
FLEXIÓN 1.280°C % 1,5MPa	38,60

## Curva de Cocción:



## Difracción de Rayos X



#### 4.3.6 Composición BLF 6

Composición:

<b>25,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,69 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>5,0%</b>	<b>CARBONATO MgO</b>	<b>0,50 Kg</b>
<b>3,5%</b>	<b>ALUMINA</b>	<b>0,35 Kg</b>
<b>29,0%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>2,90 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CHAMOTA 0,2-0,5</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>7,5%</b>	<b>CHAMOTA 0-0,2</b>	<b>0,75 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>0,20%</b>	<b>Dextrina</b>	<b>20 gr</b>
<b>5,8%</b>	<b>Agua</b>	<b>580 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>7,31%</b>

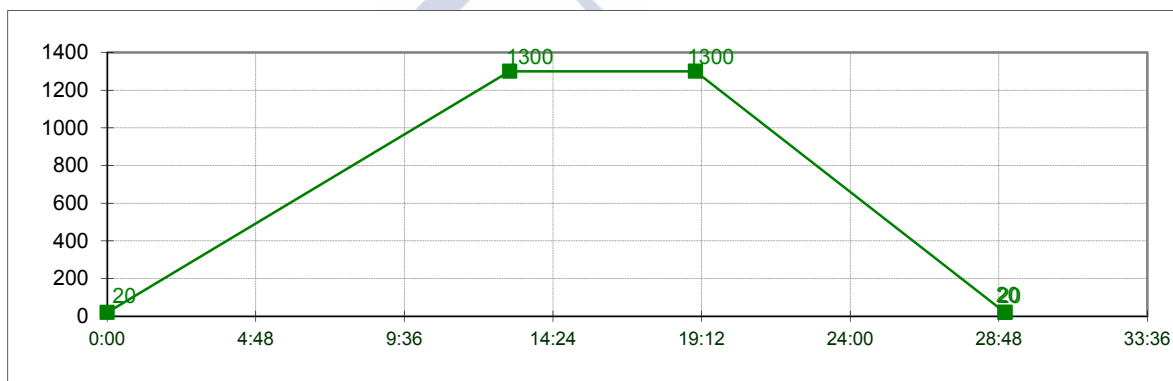
Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	45,37%	49,96%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,96%	39,59%
TiO <sub>2</sub>	0,44%	0,48%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,83%	0,91%
CaO	0,31%	0,34%
MgO	7,52%	8,28%
Na <sub>2</sub> O	0,07%	0,08%
K <sub>2</sub> O	0,33%	0,36%
LOI	7,99%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>90,81%</b>	<b>100,00%</b>

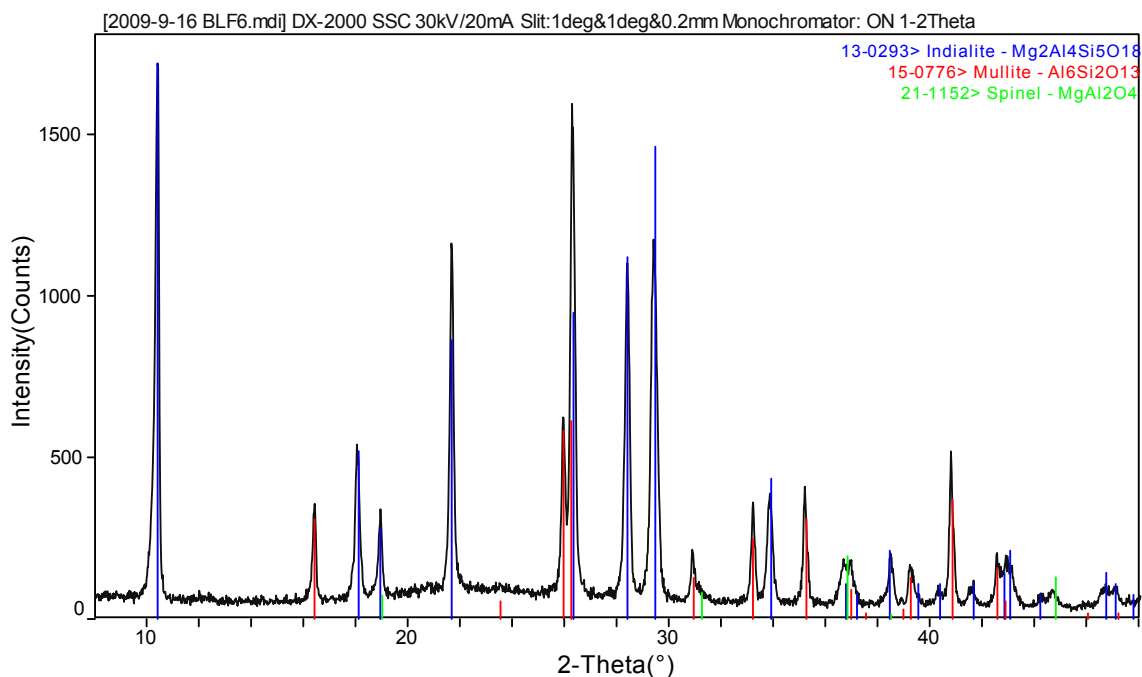
Datos Físicos:

PROPIEDADES	VALOR
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,90
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	14,22
POROSIDAD (%)	27,10
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	11,70
M.O.R. 1.250°C °C (MPa):	11,59
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	7,60
%DIFERENCIA	35,04
EXPANSION x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> .	22,55
FLEXIÓN 1.200°C % 0,5MPa	6,48
FLEXION 1.200°C % 1,5MPa	10,78
FLEXIÓN 1.280°C % 0,5MPa	14,68
FLEXIÓN 1.280°C % 1,5MPa	37,18

Curva de Cocción:



Difracción de Rayos X



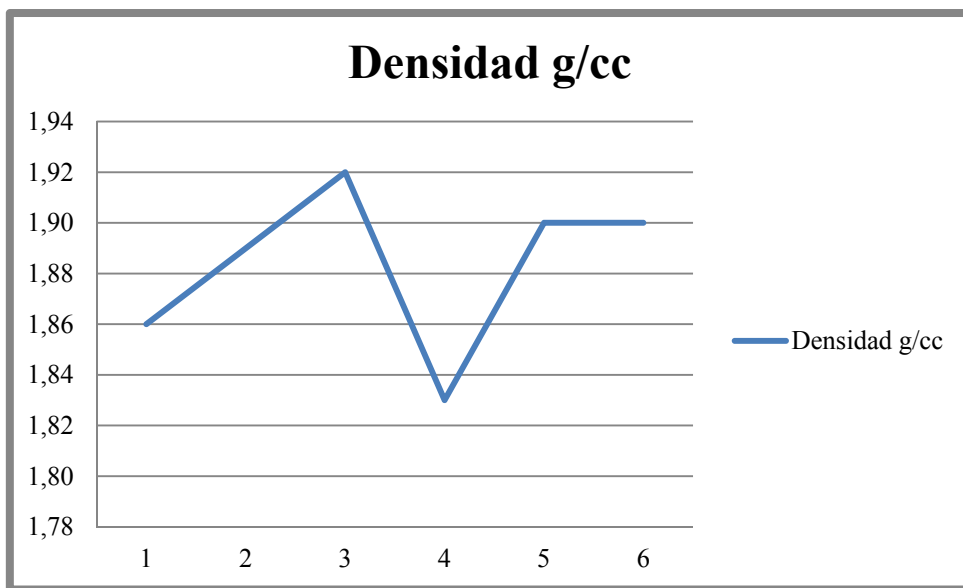
Resumen de datos:

PROPIEDADES BLF	Min	Obj	Max	BLF 1	BLF 2	BLF 3	BLF 4	BLF 5	BLF 6
DENSIDAD (g/cm <sup>3</sup> )	1,8	2	2,5	1,86	1,89	1,92	1,83	1,90	1,90
ABSORCIÓN EN AGUA (%)	7	11	14	15,30	14,35	13,71	16,29	14,39	14,22
POROSIDAD (%)	16	22	27	28,55	27,21	26,33	29,92	27,33	27,10
M.O.R. FLEXIÓN (MPa):	7	13	22	11,00	13,60	12,60	9,20	11,90	11,70
M.O.R. 1.250°C °C (MPa):				9,50	11,70	11,89	9,84	11,80	11,59
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	3	5	10	6,40	8,50	6,40	5,80	6,90	7,60
DIFERENCIA (%)	30	50	70	41,82	37,50	49,21	36,96	42,02	35,04
EXPANSION ( x 10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	15	30	35	23,53	23,79	23,42	18,45	22,57	22,55
DEFORMACIÓN 1.200°C 0,5MPa (%)	0	0	10	8,77	4,81	6,24	6,23	11,51	6,48
DEFORMACIÓN 1.200°C 1,5MPa (%)	0		20	24,98	20,20	15,51	14,27	11,84	10,78
DEFORMACIÓN 1.280°C % 0,5MPa (%)	0	10	20	39,38	28,91	17,95	21,27	15,62	14,68
DEFORMACIÓN 1.280°C 1,5MPa (%)	0		25	ROMPE	59,52	38,47	52,02	38,60	37,18
ANÁLISIS QUÍMICO									
SiO <sub>2</sub>		49,96%		48,54%	48,71%	49,96%	48,97%	49,60%	49,34%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		39,59%		38,61%	39,18%	39,21%	39,60%	38,58%	39,39%
TiO <sub>2</sub>		0,48%		0,65%	0,62%	0,52%	0,62%	0,50%	0,48%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0,91%		0,97%	1,04%	1,06%	1,04%	0,97%	0,90%
CaO		0,34%		0,39%	0,37%	0,41%	0,27%	0,38%	0,40%
MgO		8,28%		7,89%	8,22%	7,61%	8,20%	7,99%	7,79%
Na <sub>2</sub> O		0,08%		0,30%	0,21%	0,20%	0,22%	0,21%	0,22%
K <sub>2</sub> O		0,36%		1,12%	0,96%	1,04%	1,08%	0,96%	1,13%
CRISTALOGRAFÍA									
CORDERITA		60%		59%	63%	62%	63%	61%	61%
MULLITA		25%		29%	26%	26%	26%	26%	27%
AMORFO		15%		13%	11%	13%	11%	13%	12%

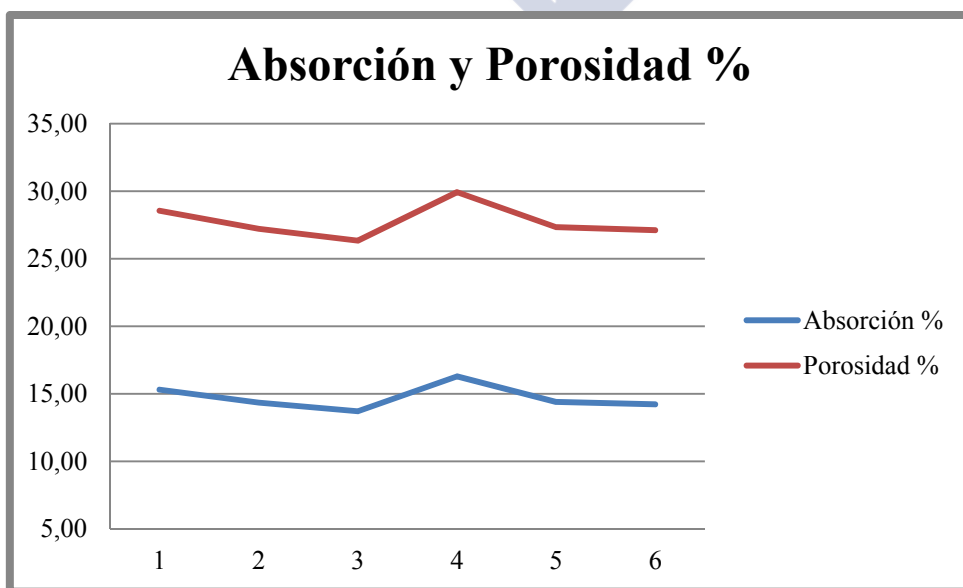
#### 4.3.7 Discusión de resultados

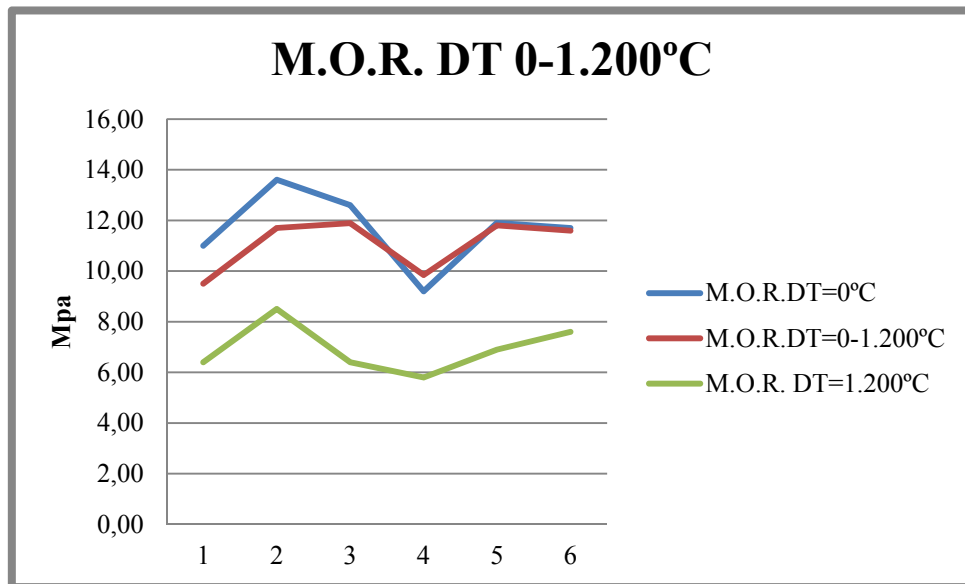
La serie de composiciones BLF trata de realizar mezclas de Talco con Carbonato de Magnesio como aporte de MgO en la composición, el objetivo principal es buscar resultados de mejora en el comportamiento al choque térmico teniendo una Cordierita-Mullita con costes razonables y donde el tiempo de cocción no sea muy elevado.

De los datos físicos:



Obtenemos valores de densidad entre 1,83 y 1,92 g/cc consecuencia de la variación de proporciones en las composiciones con el Talco y el Carbonato de Magnesio, ocurre lo mismo con los datos de Absorción y Porosidad.





Los datos de M.O.R muestran que la composición BLF-3 es la que tiene valores más equilibrados, sin embargo, la composición BLF-2 supera a la BLF-3 en comportamiento al choque térmico. Sin embargo el comportamiento a la flexión en caliente es mejor la BLF-3.

En cuanto a la Microscopía, se observan lo siguiente:

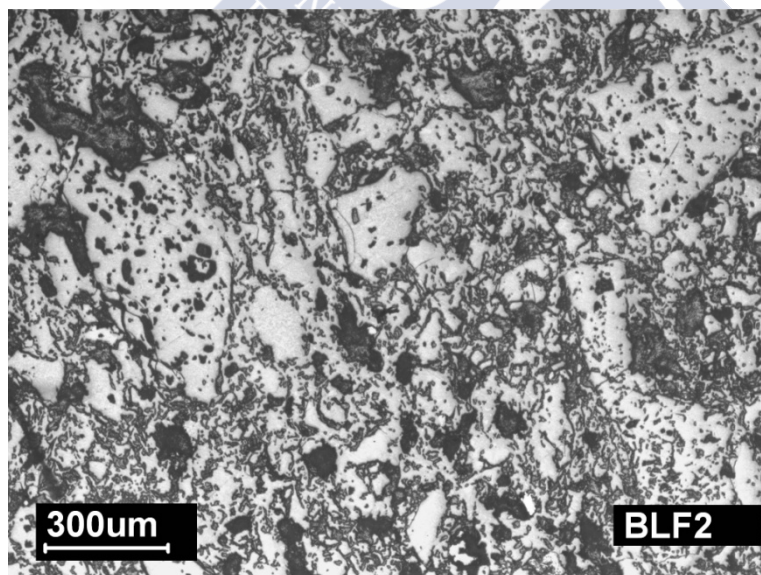


Foto 4.3.7.1

Se observan poros redondeados debido a la utilización de Carbonato de Magnesio, el resto de la matriz tiene microporosidad debido a la utilización de arcillas y talco. Los granos de chamota están bien distribuidos observándose microfisuras alrededor de los granos.

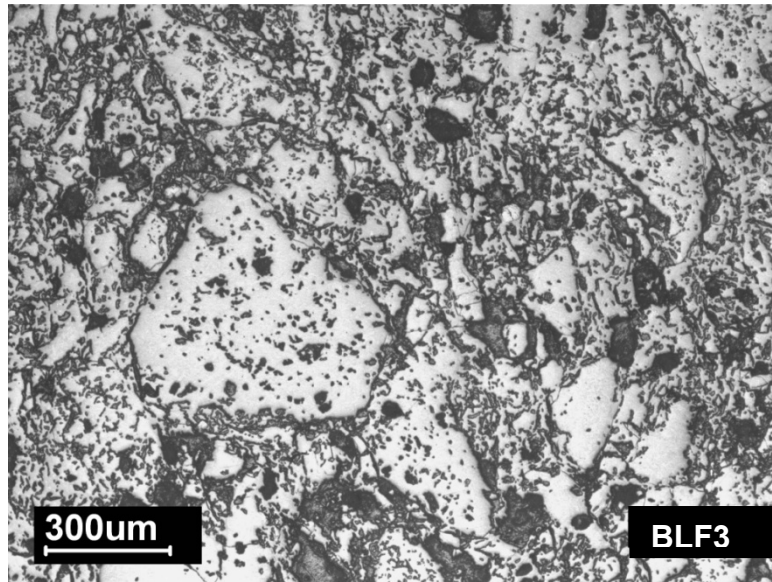


Foto 4.3.7.2 Microestructura de la composición BLF-3

En la composición BLF-3 se observa una buena distribución granulométrica con microfisuras alrededor de cada grano y poros de forma redonda debido a la utilización de Carbonato de Magnesio.

En esta serie de composiciones BLF no se ha conseguido llegar a un material bien equilibrado en valores de resistencia a la flexión debido principalmente a la calidad de las chamotas empleadas, para poder una mejora en el comportamiento a la flexión en caliente será necesario utilizar chamotas más refractarias, sin embargo no era posible conseguir las en ese momento.



## **Capítulo 5**

### **DISEÑO DE COMPOSICIONES DE MULLITA Y RESULTADOS OBTENIDOS.**



## 5.- DISEÑO DE COMPOSICIONES DE MULLITA Y RESULTADOS OBTENIDOS.

Se exponen las composiciones y resultados obtenidos:

Las mezclas se realizan en una mezcladora intensiva tal como se observa en la figura 5.1



Figura 5.1 Mezcladora intensiva.

Una vez mezclado el producto, se guarda y se pasa al equipo de extrusión, Figura 5.2



Foto 5.2 Equipo de Extrusión

Las probetas obtenidas son cocidas en horno eléctrico de acuerdo con la Figura 5.3 en el interior del horno Figura 5.4 se obtienen las piezas cocidas y los anillos de control de temperatura.



Figura 5.3 Horno eléctrico.



Figura 5.4 Interior del horno eléctrico

El material, una vez cocido se cortan probetas para ensayos con el equipo de la figura 5.5 varios ensayos.



Figura 5.5 Equipo de Corte de probetas.

## 5.1 COMPOSICIONES DE MULLITA A BASE DE MEZCLAS ARCILLA CAOLIN Y ALÚMINA HECHAS MEDIANTE EL PROCESO DE EXTRUSIÓN.

Se realizaron las siguientes composiciones:

Partimos del desarrollo de Matrices donde las composiciones son mezclas de Arcilla Caolín y Alúmina Calcinada con el objetivo de lograr una reacción sinterización lo mas eficaz a temperatura de 1.525°C la cual es una temperatura objetivo para poder realizar un desarrollo industrial. Para el proceso de Extrusión no se emplean aditivos, las propias arcillas y Caolines en presencia de agua es suficiente para poder hacer todo el proceso.

Composiciones realizadas:

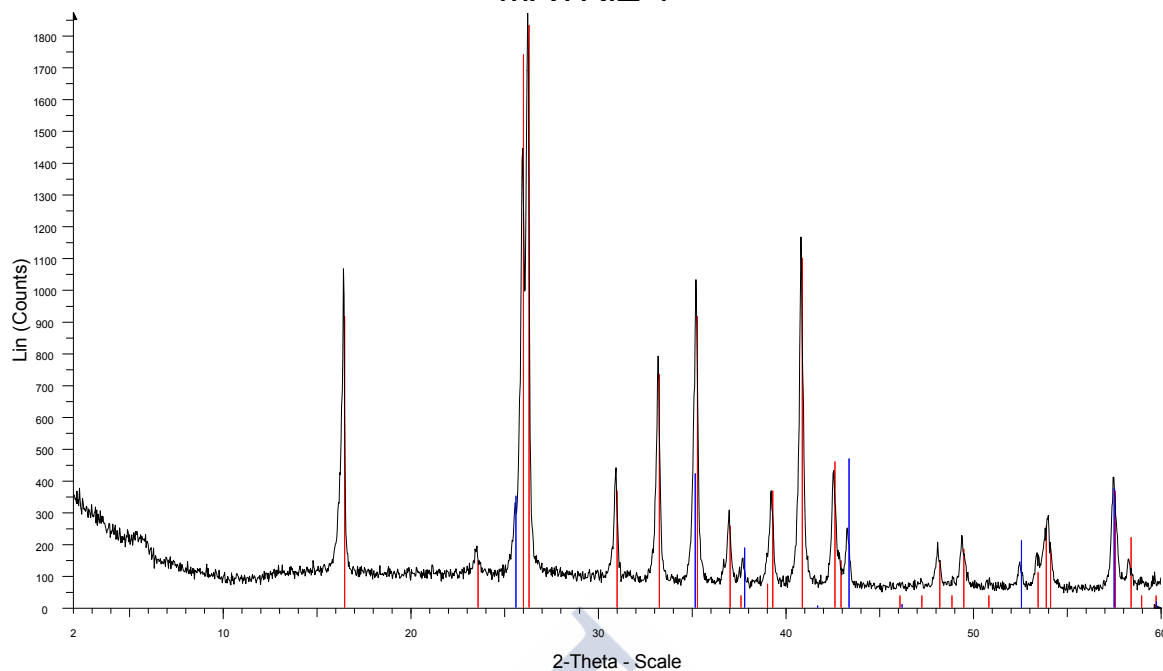
### 5.1.1 Composición Matriz 1

<b>15,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>28,9%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>2,89 Kg</b>
<b>56,1%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA</b>	<b>5,51 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	21,19%	22,50%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	71,46%	75,89%
TiO <sub>2</sub>	0,09%	0,09%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,38%	0,40%
CaO	0,07%	0,07%
MgO	0,16%	0,17%
Na <sub>2</sub> O	0,20%	0,21%
K <sub>2</sub> O	0,62%	0,66%
LOI	5,66%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>94,16%</b>	<b>100,00%</b>

# MATRIZ 1



MATRIZ 1 - File: MATRIZ1.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 60.014 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 2.000 ° - Theta: 1.000 ° - Chi: 1.#1 ° - A 15-0776 (I) - Mullite, syn - Al<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>13</sub> - Y: 97.92 % - d x by: 1. - WL: 1.5409 - Orthorhombic - a 7.54560 - b 7.68980 - c 2.88420 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbam (55) - 167.353 - 10-0173 (I) - Corundum, syn - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Y: 25.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5409 - Hexagonal (Rh) - a 4.75800 - b 4.75800 - c 12.99100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 254.6

## Resultados físicos

COMPOSICIÓN MATRIZ	UNIDADES	1
DENSIDAD	g/cc	2,33
ABSORCIÓN EN AGUA	%	10,62%
POROSIDAD ABIERTA	%	24,80%

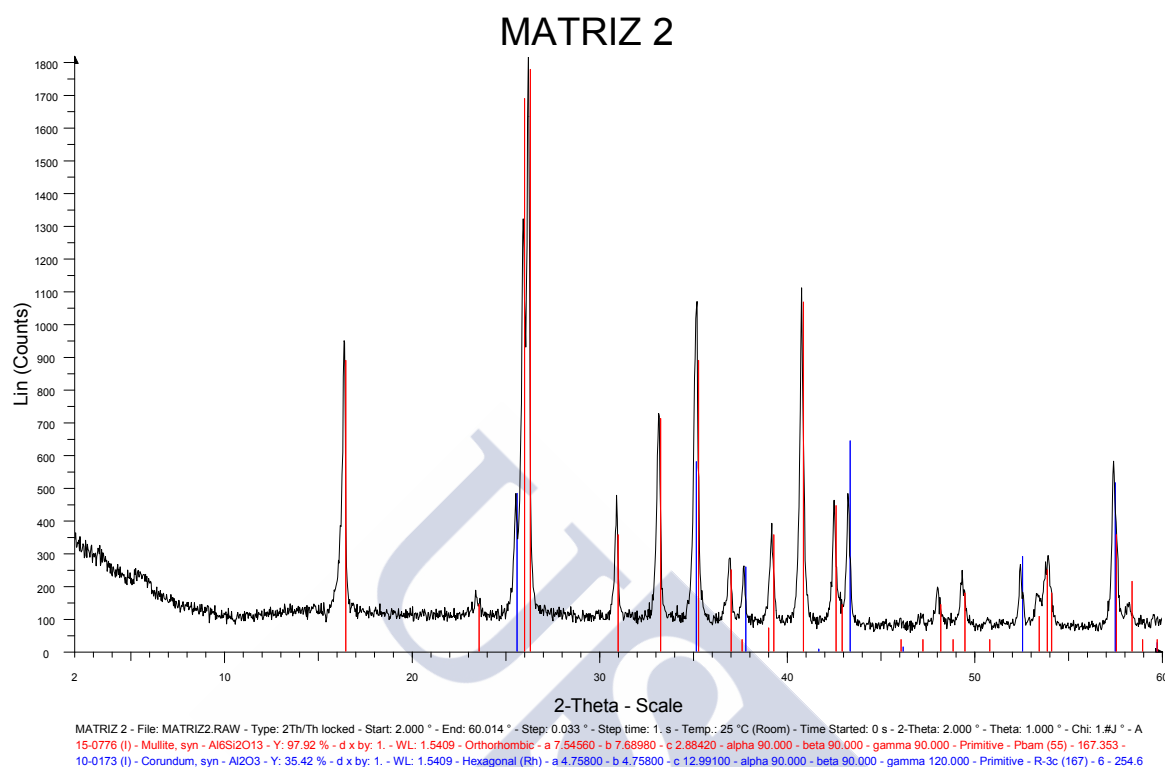
### 5.1.2 Composición Matriz 2

<b>20,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,00 Kg</b>
<b>28,9%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>2,89 Kg</b>
<b>51,1%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA</b>	<b>5,11 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	23,63%	25,30%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	68,08%	72,90%
TiO <sub>2</sub>	0,11%	0,12%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,44%	0,47%
CaO	0,09%	0,09%
MgO	0,18%	0,19%
Na <sub>2</sub> O	0,19%	0,20%
K <sub>2</sub> O	0,67%	0,72%
LOI	6,35%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>93,39%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Resultados físicos

COMPOSICIÓN MATRIZ	UNIDADES	2
DENSIDAD	g/cc	2,38
ABSORCIÓN EN AGUA	%	7,82%
POROSIDAD ABIERTA	%	18,58%

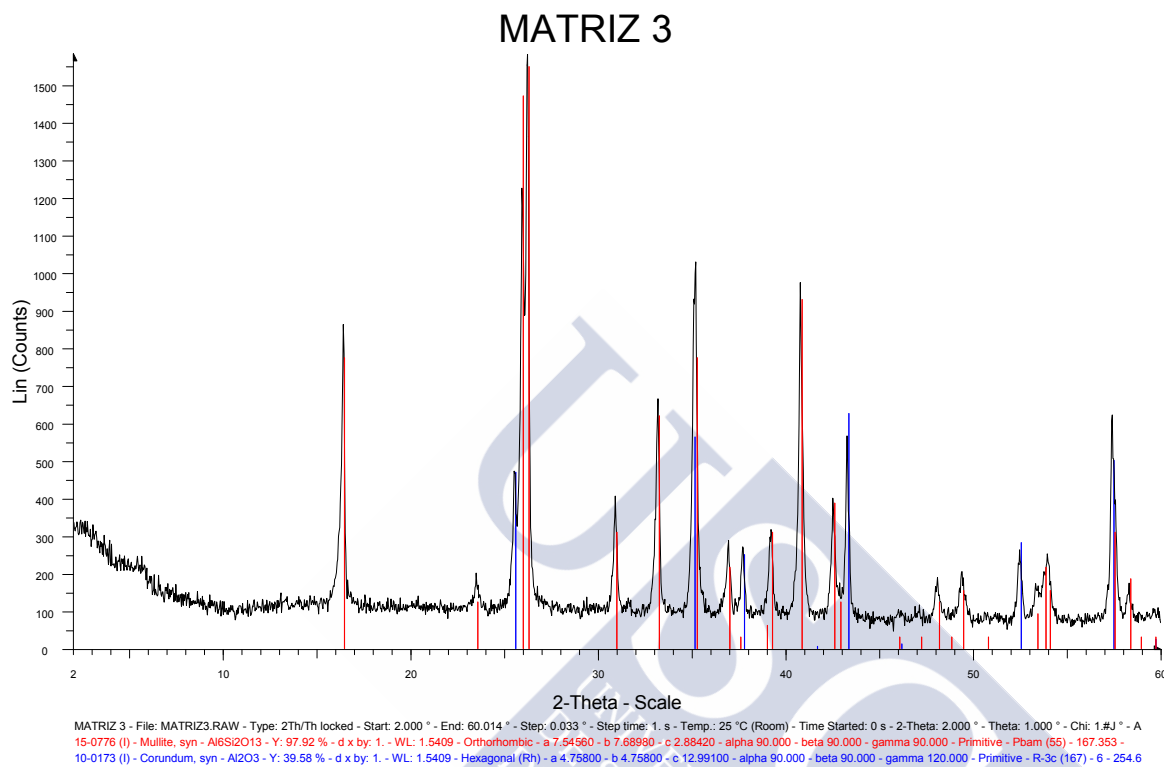
### 5.1.3 Composición Matriz 3

<b>28,9%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,89 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>1,50 Kg</b>
<b>56,1%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA</b>	<b>5,61 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

### Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	21,30%	22,73%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	70,78%	75,54%
TiO <sub>2</sub>	0,16%	0,17%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,45%	0,49%
CaO	0,11%	0,11%
MgO	0,18%	0,19%
Na <sub>2</sub> O	0,20%	0,21%
K <sub>2</sub> O	0,53%	0,56%
LOI	5,83%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>93,70%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Resultados físicos

COMPOSICIÓN MATRIZ	UNIDADES	3
DENSIDAD	g/cc	2,19
ABSORCIÓN EN AGUA	%	12,90%
POROSIDAD ABIERTA	%	28,20%

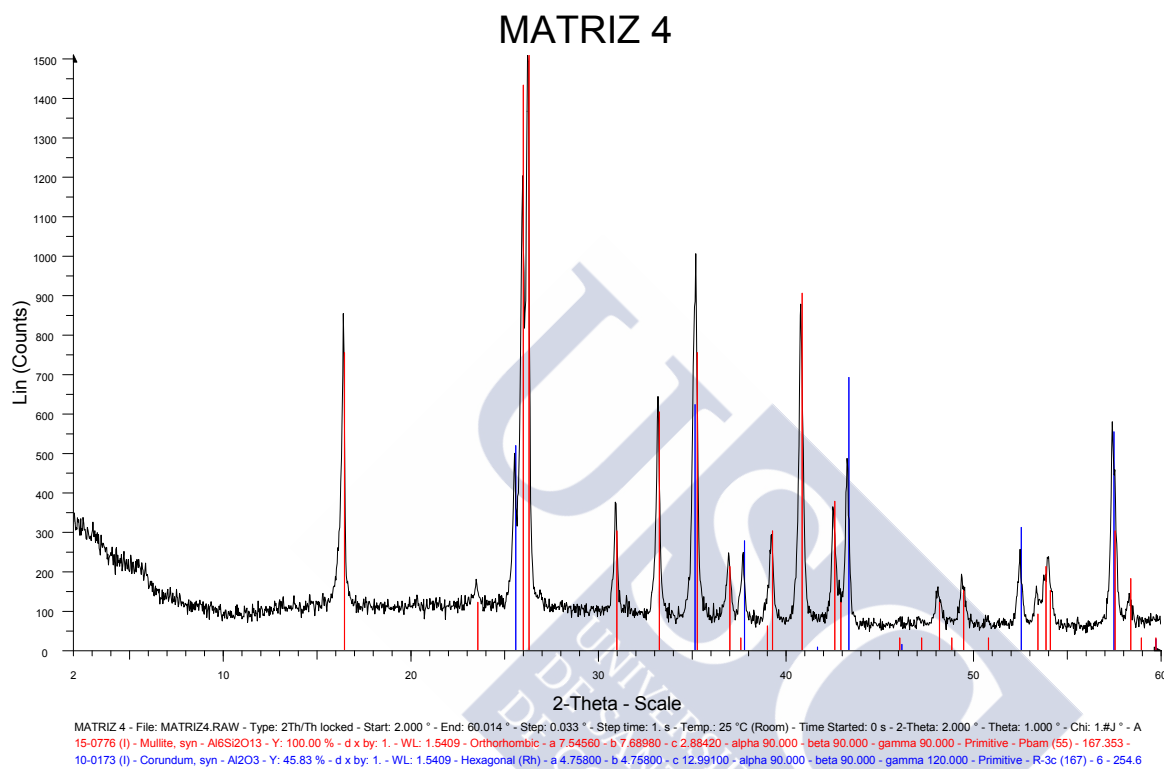
#### 5.1.4 Composición Matriz 4

<b>28,9%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>2,89 Kg</b>
<b>28,9%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>2,89 Kg</b>
<b>42,2%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA</b>	<b>4,22 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	27,97%	30,40%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	62,06%	67,46%
TiO <sub>2</sub>	0,16%	0,17%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,55%	0,60%
CaO	0,12%	0,13%
MgO	0,22%	0,24%
Na <sub>2</sub> O	0,17%	0,18%
K <sub>2</sub> O	0,76%	0,82%
LOI	7,56%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>92,00%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Resultados físicos

COMPOSICIÓN MATRIZ	UNIDADES	4
DENSIDAD	g/cc	2,32
ABSORCIÓN EN AGUA	%	5,84%
POROSIDAD ABIERTA	%	13,57%

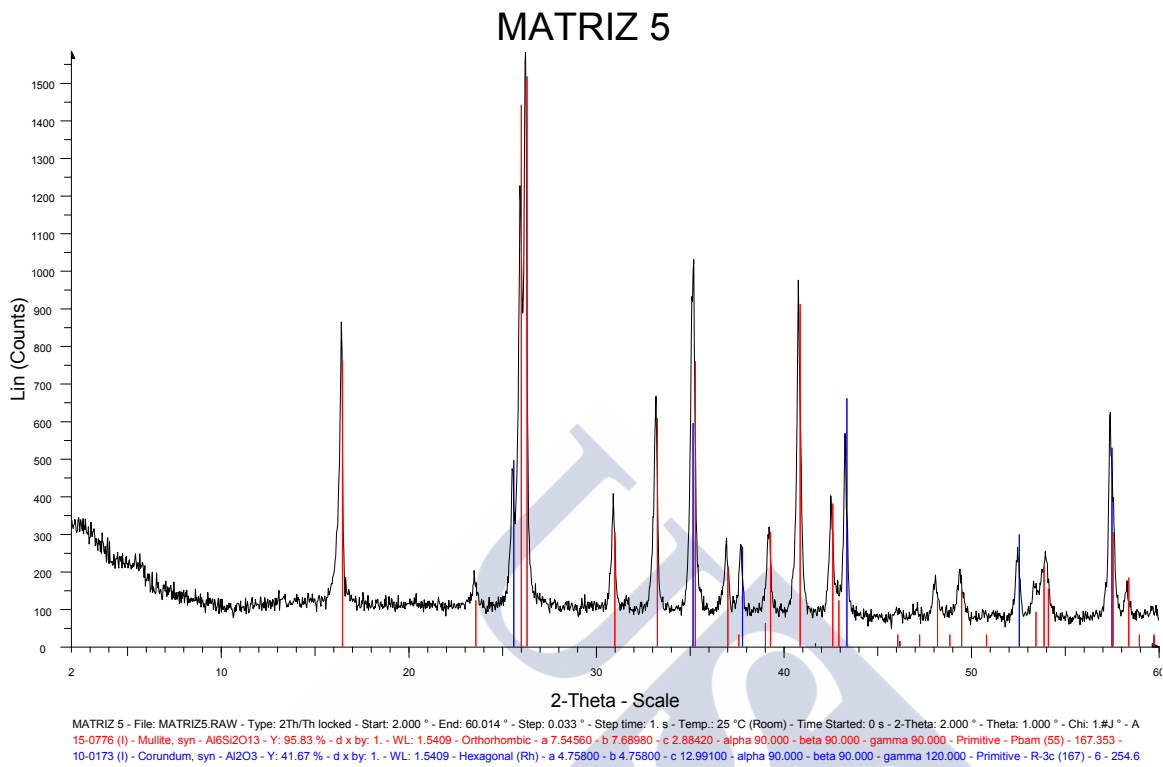
### 5.1.5 Composición Matriz 5

<b>28,9% ARCILLA</b>	<b>2,89 Kg</b>
<b>19,0% CAOLÍN</b>	<b>1,90 Kg</b>
<b>52,1% ALÚMINA CALCINADA</b>	<b>5,21 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0% Agua</b>	<b>1500 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

### Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	23,22%	24,91%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	68,27%	73,24%
TiO <sub>2</sub>	0,16%	0,17%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,48%	0,52%
CaO	0,11%	0,12%
MgO	0,19%	0,20%
Na <sub>2</sub> O	0,19%	0,20%
K <sub>2</sub> O	0,59%	0,64%
LOI	6,33%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>93,21%</b>	<b>100,00%</b>

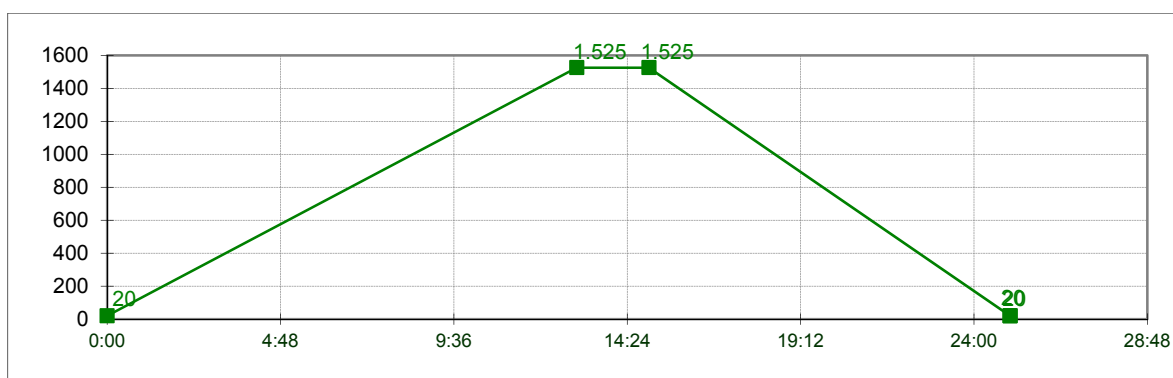
## Difracción de Rayos X



## Resultados físicos

COMPOSICIÓN MATRIZ	UNIDADES	5
DENSIDAD	g/cc	2,27
ABSORCIÓN EN AGUA	%	8,41%
POROSIDAD ABIERTA	%	19,10%

Las matrices fueron sinterizadas al mismo tiempo dentro del horno para eliminar variables del proceso según la siguiente curva de cocción.



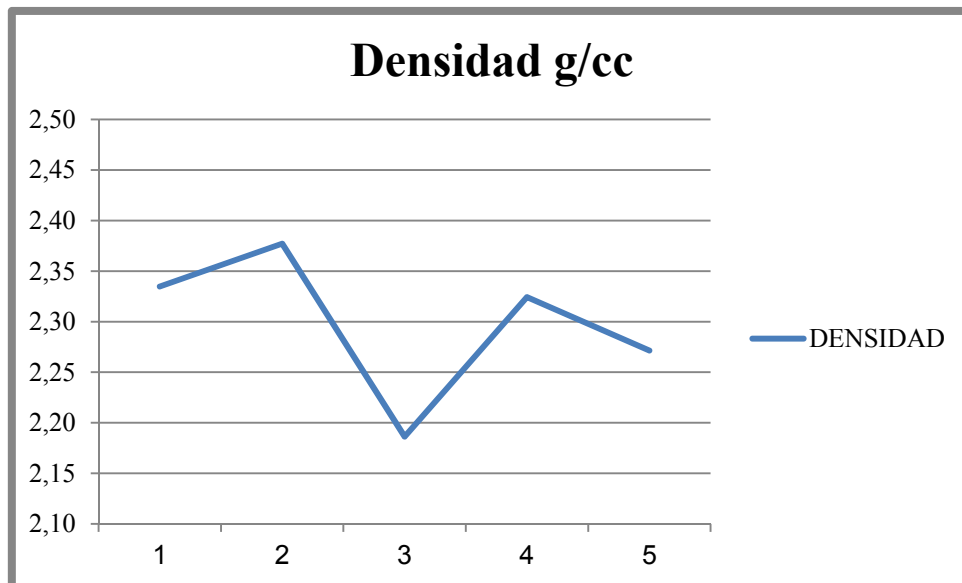
Los resultados obtenidos vienen dados en la siguiente tabla:

Tabla 5.1 Datos Físicos de las matrices ensayadas

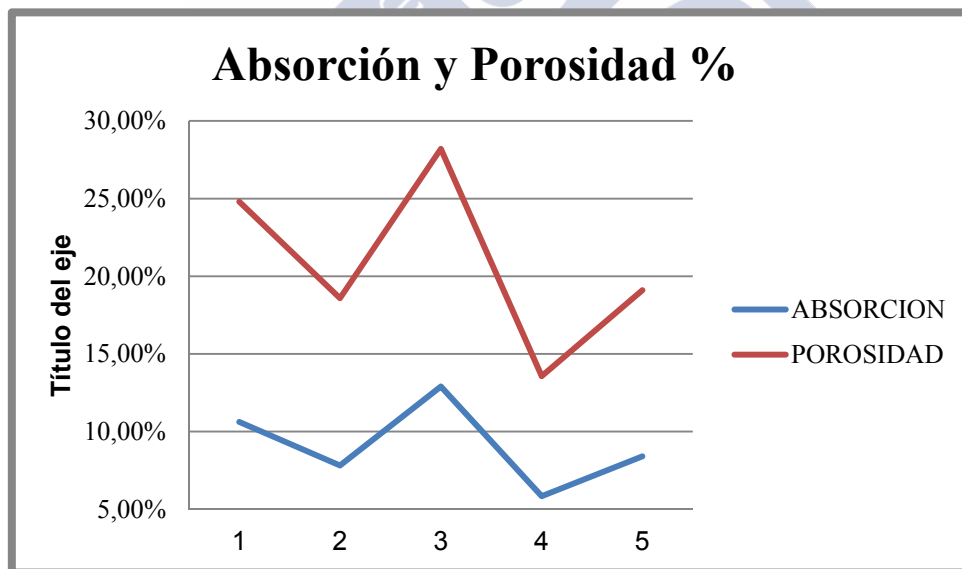
DENSIDAD	g/cc	2,33	2,38	2,19	2,32	2,27
ABSORCIÓN EN AGUA	%	10,62%	7,82%	12,90%	5,84%	8,41%
POROSIDAD ABIERTA	%	24,80%	18,58%	28,20%	13,57%	19,10%
CRISTALOGRAFÍA						
MULLITA	%	89%	91%	95%	90%	90%
α ALÚMINA	%	5%	4%	3%	0%	2%
AMORFO	%	6%	8%	2%	10%	8%

### 5.1.6 Discusión de resultados

De las matrices analizadas se estudia el comportamiento de la densidad, absorción y porosidad.



Los valores de Absorción y porosidad son los siguientes:



Se selecciona la composición 4 por tener la menor porosidad de todas las matrices ensayadas aunque no tenga la mayor densidad de todas ellas.

La Densidad, Absorción y Porosidad del material de las matrices está en relación con los datos obtenidos del análisis cristalográfico, a medida que la densidad se aproxima al valor teórico de la densidad de la Mullita, más fase Mullita hay. La formación de Amorfo también está relacionada y es parte de la causa de la disminución de porosidad.

Para poder observar la microestructura del material utilizamos un Microscopio Electrónico de Barrido pues con la microscopía óptica no observamos qué ocurre en la matriz. Observando la microscopía electrónica de la matriz, observamos que se trata de una matriz continua de Mullita y Fase Vítreo.

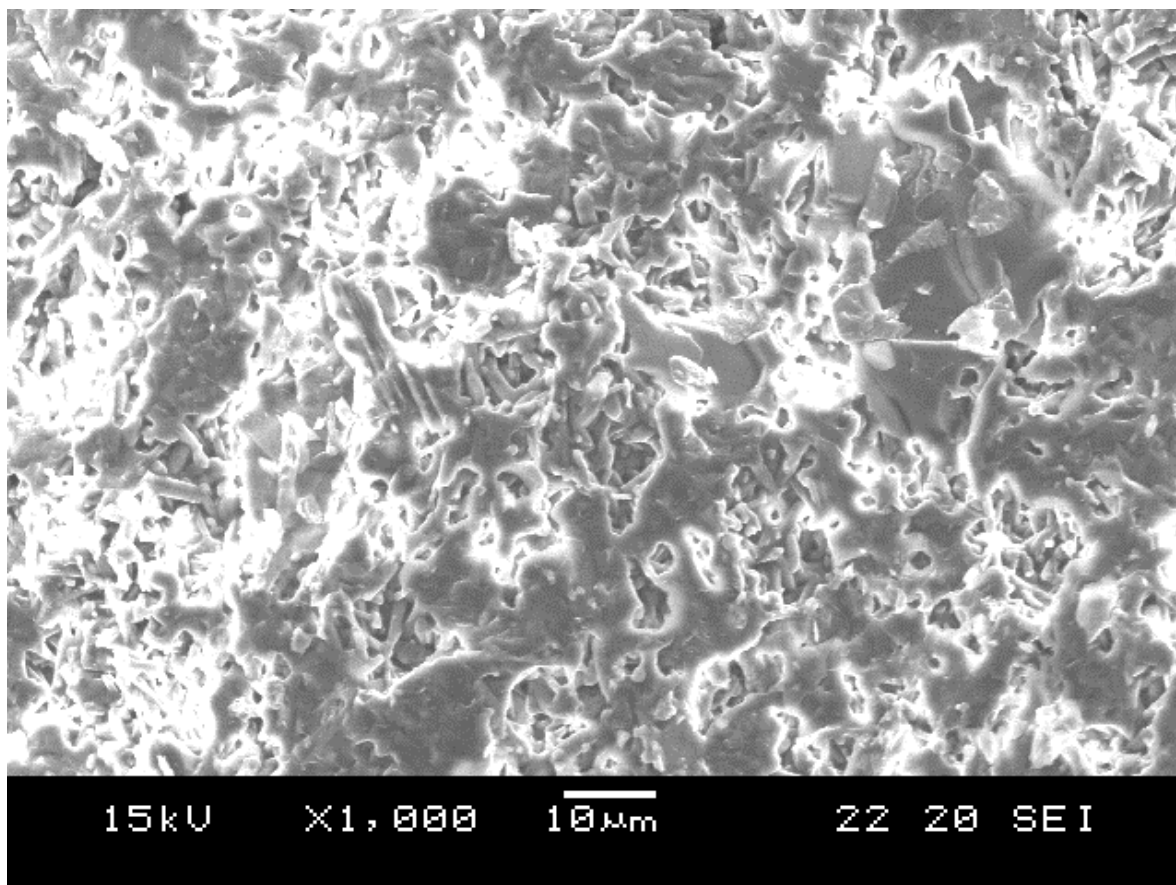


Foto 5.1.6.1 Microestructura de la Matriz 4

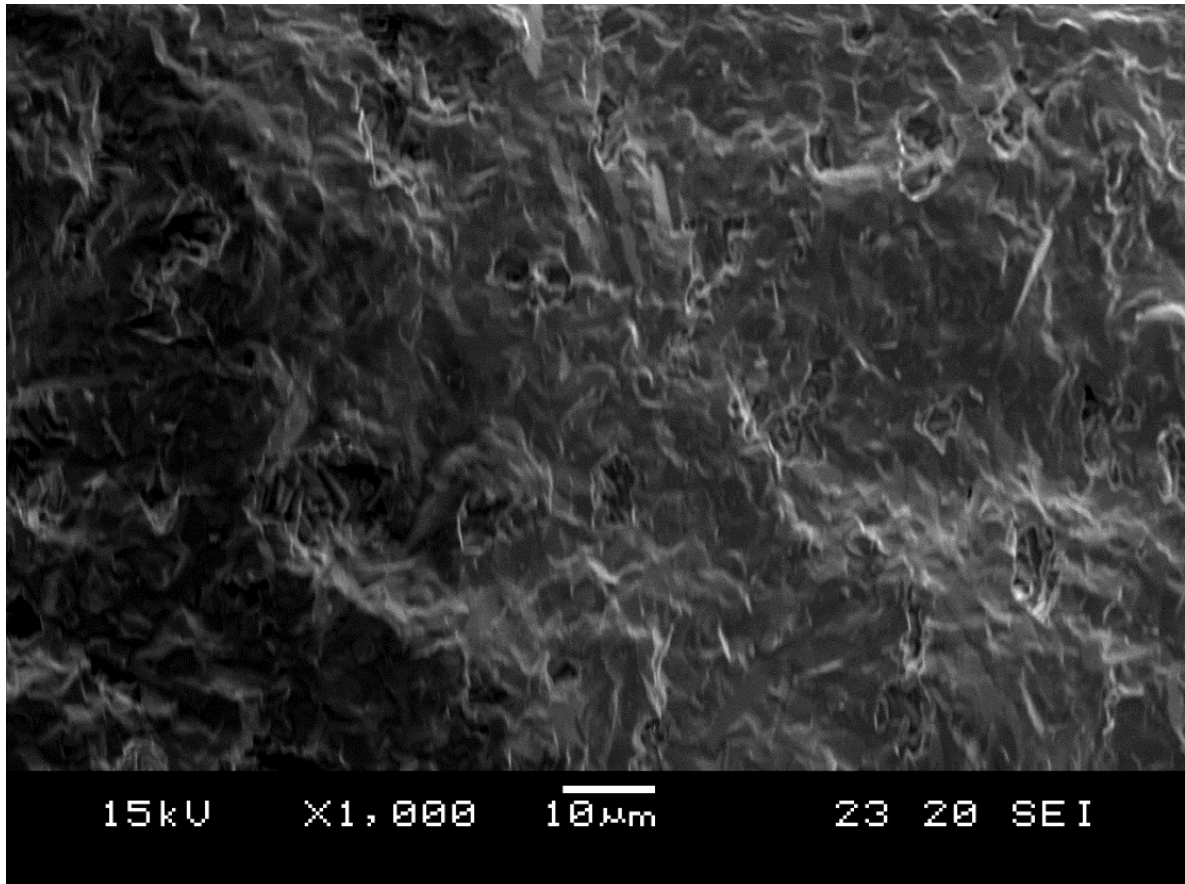


Foto 5.1.6.2 Microestructura de la matriz 4

Al aumentar la imagen se observan zonas de cristalización de Mullita en forma de agujas.

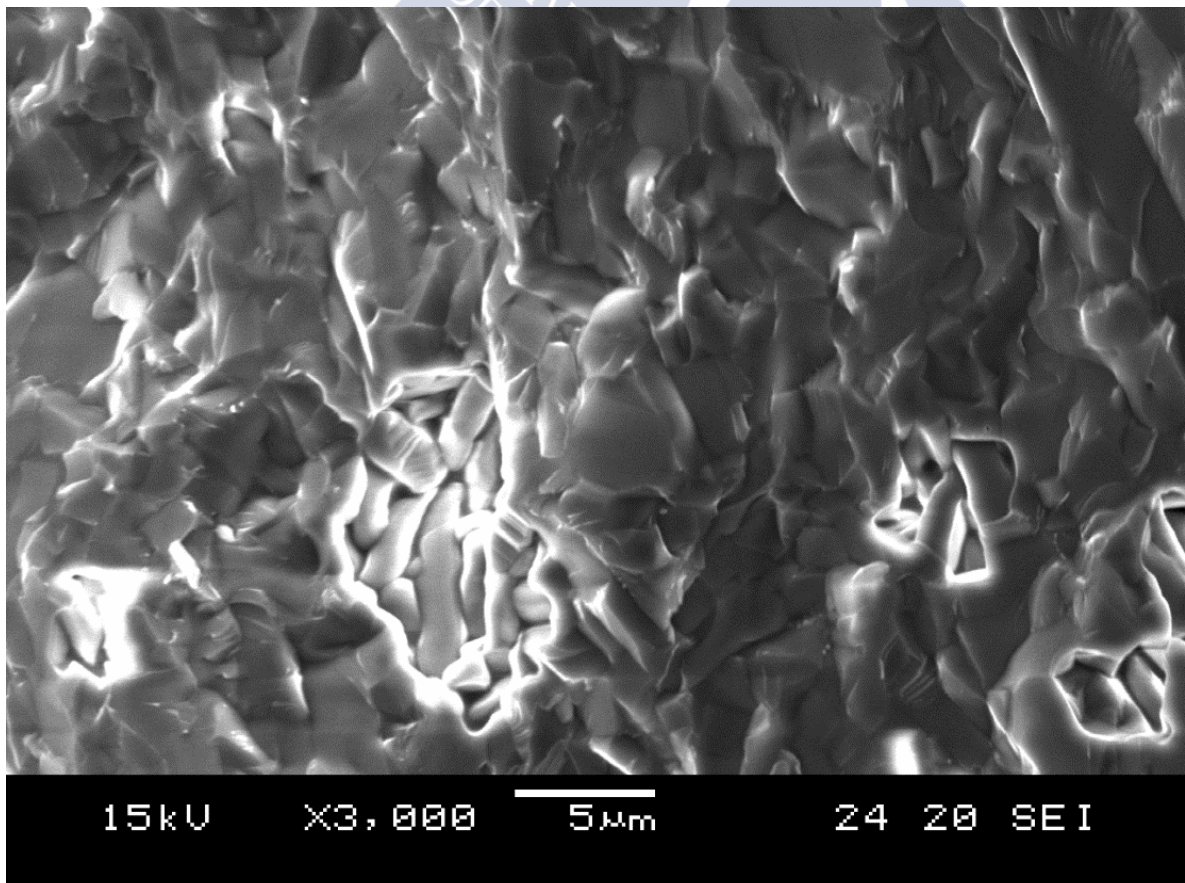


Foto 5.1.6.3 Microestructura de Mullita formada a partir de Caolinita.

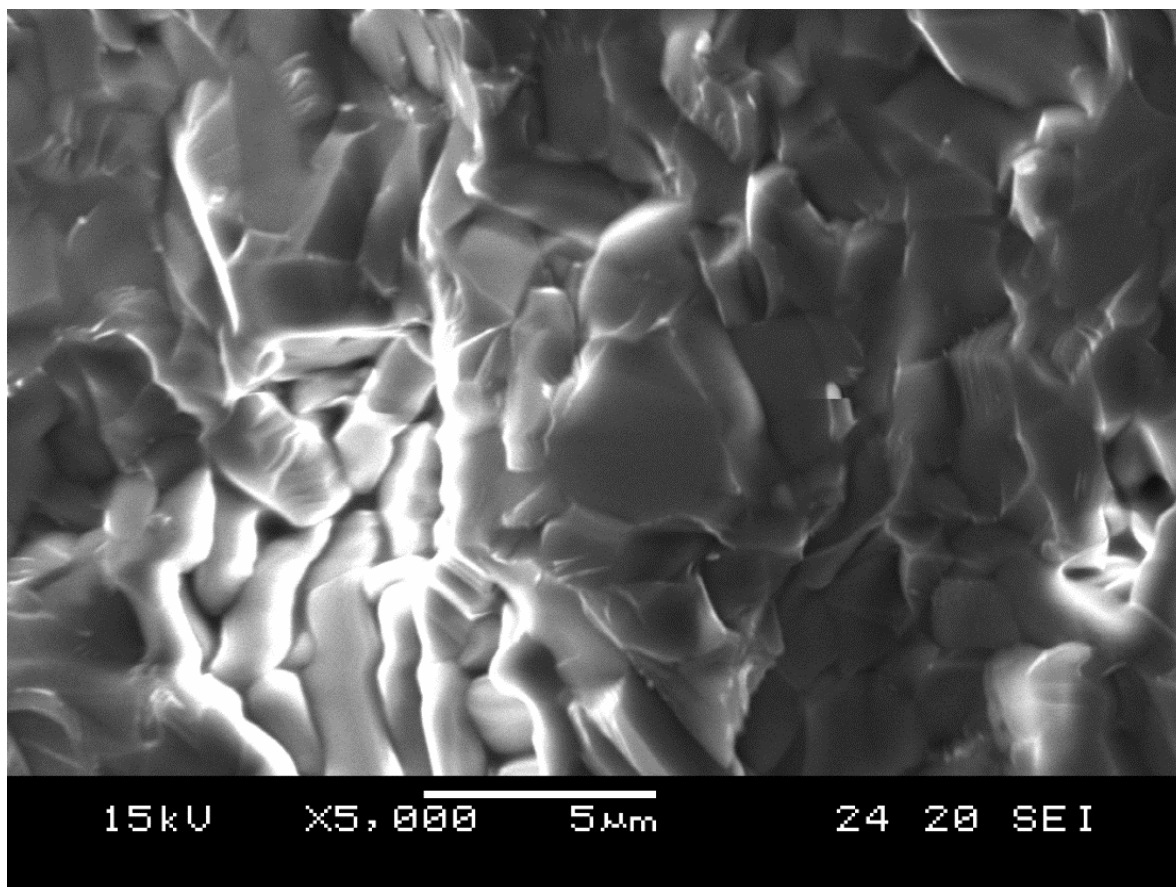


Foto 5.1.6.4 Microestructura de la Mullita

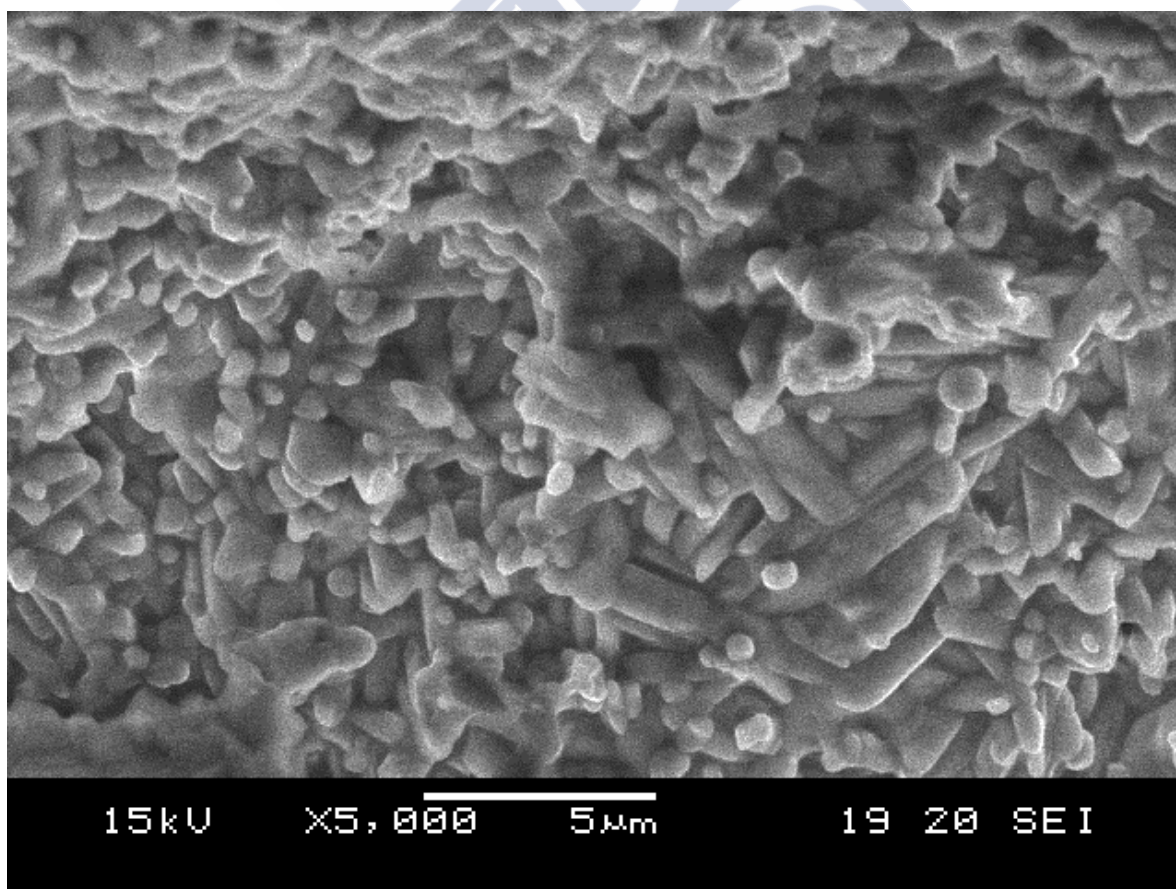
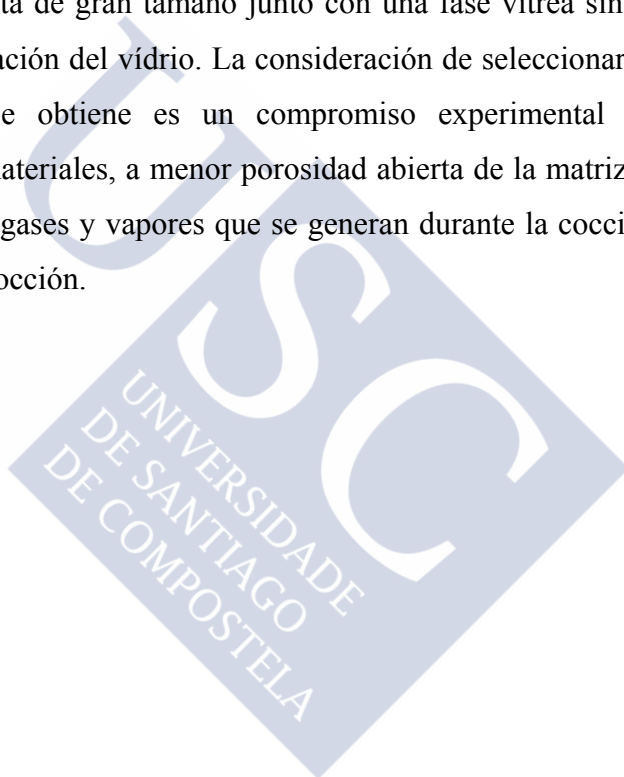


Foto 5.1.6.5 Distribución de granos de Mullita a la largo de la matriz

Los valores de Difracción de Rayos X muestran una fase mayoritaria de Mullita, una fase minoritaria de Alúmina que no ha reaccionado a la temperatura de cocción, del análisis químico, la matriz 4 muestra un análisis químico con un 67,47% de  $Al_2O_3$ .

Con los valores del análisis químico obtenidos se podría alcanzar un valor de 94,9% de Mullita en la Matriz del material siendo 5,1% la fase vítrea que recubre la mayor parte de los poros. Esta fase Mullítica se reproducirá en presencia de granos de Alúmina Tabular o Corindón pues estos materiales no reaccionan con la matriz sino que generan Microgrietas por diferencias de dilatación.

La reacción de la Caolinita que contiene la Arcilla y el Caolín junto con los granos de Alúmina calcinada forma cristales de Mullita de gran tamaño junto con una fase vítrea sin poder determinar con facilidad cual es el límite de saturación del vidrio. La consideración de seleccionar la mejor matriz como aquella que menos porosidad se obtiene es un compromiso experimental buscando que en el funcionamiento normal de estos materiales, a menor porosidad abierta de la matriz, menor será el ataque químico por la penetración de los gases y vapores que se generan durante la cocción de otros materiales cerámicos dentro de un horno de cocción.



## 5.2 COMPOSICIONES DE MULLITA ALÚMINA A BASE DE MEZCLAS ARCILLA CAOLIN Y ALÚMINA CALCINADA JUNTO CON GRANOS DE OTROS MATERIALES HECHAS MEDIANTE EL PROCESO DE EXTRUSIÓN.

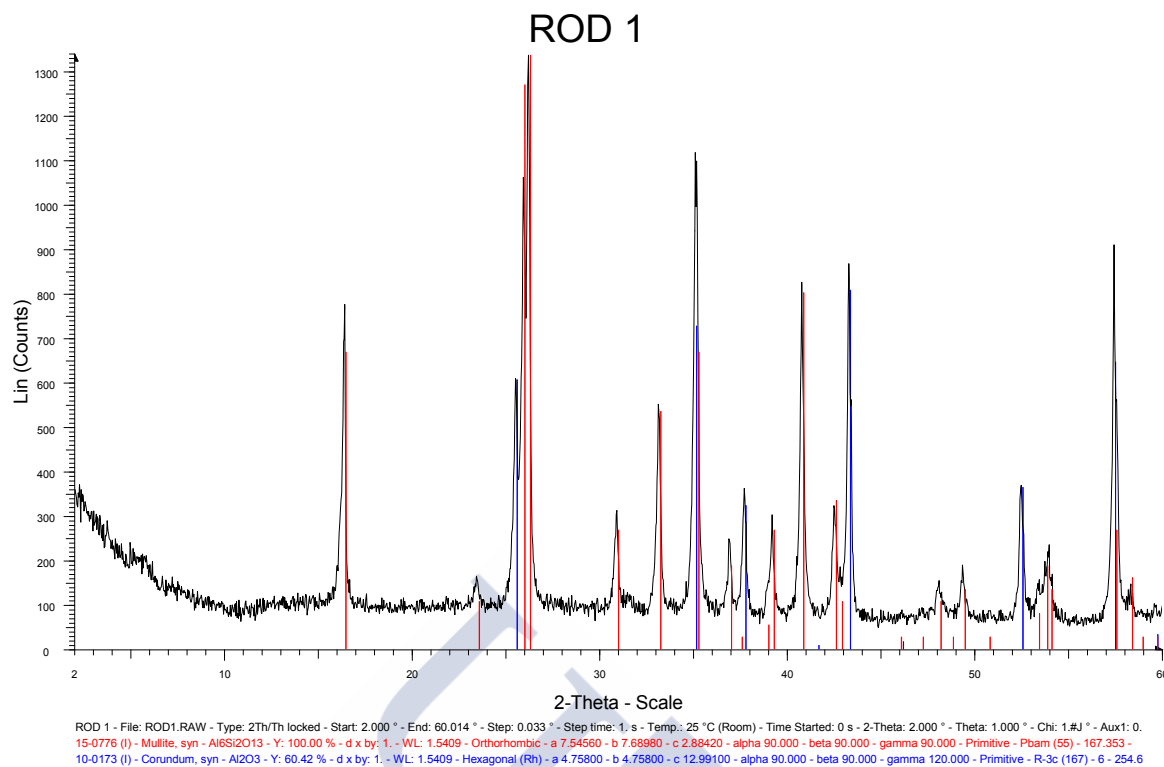
Se realizaron las siguientes composiciones basadas en la matriz 4 con el objeto de optimizar la composición completa.

### 5.2.1 Composición Mullita Alúmina ROD 1

<b>17,0% ARCILLA</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>17,0% CAOLÍN</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>25,0% ALÚMINA CALCINADA 8 µm</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>10,0% MULITA SINTÉTICA</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>31,0% ALÚMINA TABULAR</b>	<b>3,10 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0% Agua</b>	<b>1500 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	19,09%	20,06%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	74,57%	78,38%
TiO <sub>2</sub>	0,14%	0,15%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,38%	0,40%
CaO	0,07%	0,08%
MgO	0,14%	0,15%
Na <sub>2</sub> O	0,24%	0,26%
K <sub>2</sub> O	0,51%	0,53%
LOI	4,45%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>95,15%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Propiedades físicas:

PROPIEDADES MULLITA ALUMINA	UNIDADES	ROD 1
DENSIDAD	g/cc	2,63
ABSORCIÓN EN AGUA	%	5,88
POROSIDAD ABIERTA	%	15,44
M.O.R. DT 0 °C :	MPa	45,89
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):	MPa	47,64
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	MPa	22,25
%CAIDA	%	51,50
DILATACIÓN	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	6,05

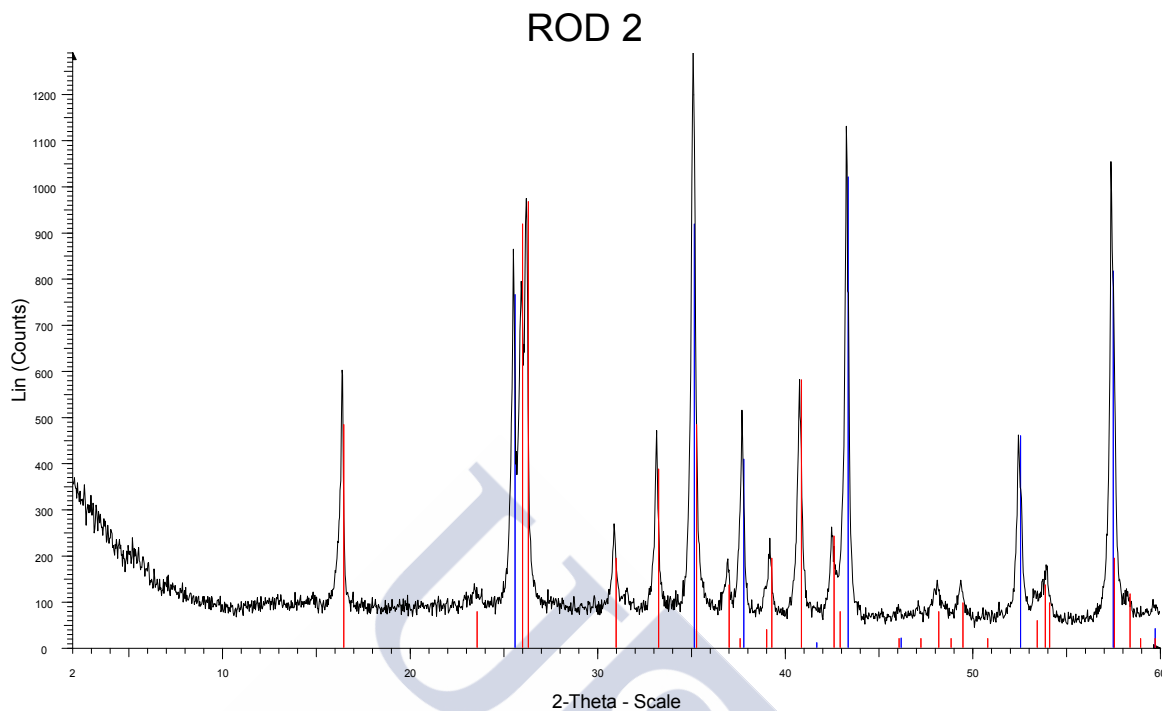
### 5.2.2 Composición de Mullita Alúmina ROD 2

<b>17,0% ARCILLA</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>17,0% CAOLÍN</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>25,0% ALÚMINA CALCINADA 6 µm</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>10,0% MULITA SINTÉTICA</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>31,0% ALÚMINA TABULAR</b>	<b>3,10 Kg</b>
<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0% Agua</b>	<b>1500 gr</b>
<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	19,09%	20,06%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	74,57%	78,38%
TiO <sub>2</sub>	0,14%	0,15%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,38%	0,40%
CaO	0,07%	0,08%
MgO	0,14%	0,15%
Na <sub>2</sub> O	0,24%	0,26%
K <sub>2</sub> O	0,51%	0,53%
LOI	4,45%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>95,15%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



ROD 2 - File: ROD2.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 60.014 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 2.000 ° - Theta: 1.000 ° - Chi: 1.#J ° - Aux1: 0.  
 15-0776 (l) - Mullite, syn - Al6Si2O13 - Y: 75.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5409 - Orthorhombic - a 7.54560 - b 7.68980 - c 2.88420 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbam (55) - 167.353 -  
 10-0173 (l) - Corundum, syn - Al2O3 - Y: 79.17 % - d x by: 1. - WL: 1.5409 - Hexagonal (Rh) - a 4.75800 - b 4.75800 - c 12.99100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 254.6

## Propiedades físicas:

PROPIEDADES MULLITA ALUMINA	UNIDADES	ROD 2
DENSIDAD	g/cc	2,62
ABSORCIÓN EN AGUA	%	5,86
POROSIDAD ABIERTA	%	15,38
M.O.R. DT 0 °C :	MPa	44,92
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):	MPa	46,66
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	MPa	22,19
%CAIDA	%	50,60
DILATACIÓN	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	6,14

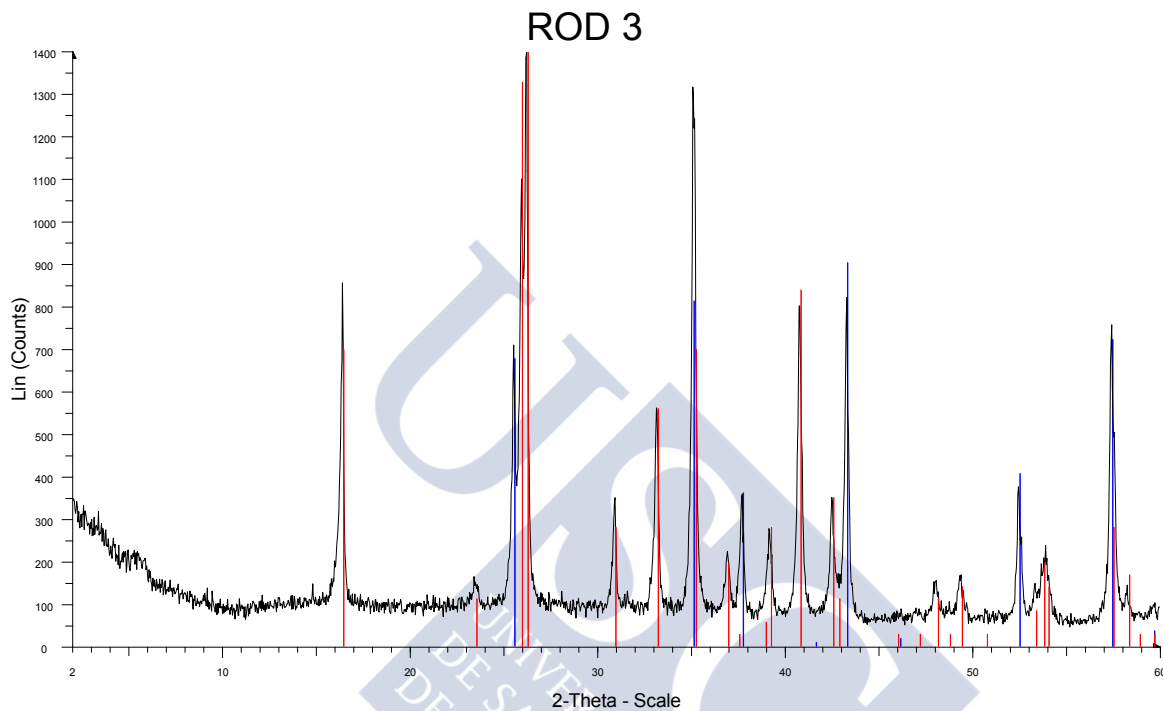
### 5.2.3 Composición de Mullita Alúmina ROD 3

<b>17,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>17,0%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>25,0%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA 5 µm</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>10,0%</b>	<b>MULITA SINTÉTICA</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>31,0%</b>	<b>ALÚMINA TABULAR</b>	<b>3,10 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	19,09%	20,06%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	74,57%	78,38%
TiO <sub>2</sub>	0,14%	0,15%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,38%	0,40%
CaO	0,07%	0,08%
MgO	0,14%	0,15%
Na <sub>2</sub> O	0,24%	0,26%
K <sub>2</sub> O	0,51%	0,53%
LOI	4,45%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>95,15%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



ROD 3 - File: ROD3.RAW - Type: 2Th/Th locked - Start: 2.000 ° - End: 60.014 ° - Step: 0.033 ° - Step time: 1. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 2.000 ° - Theta: 1.000 ° - Chi: 1.#J ° - Aux1: 0.  
 15-0776 (l) - Mullite, syn - Al<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>13</sub> - Y: 100.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5409 - Orthorhombic - a 7.54560 - b 7.68980 - c 2.88420 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbam (55) - 167.353 -  
 10-0173 (l) - Corundum, syn - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Y: 64.58 % - d x by: 1. - WL: 1.5409 - Hexagonal (Rn) - a 4.75800 - b 4.75800 - c 12.99100 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 254.6

## Propiedades físicas:

PROPIEDADES MULLITA ALUMINA	UNIDADES	ROD 3
DENSIDAD	g/cc	2,52
ABSORCIÓN EN AGUA	%	8,30
POROSIDAD ABIERTA	%	20,91
M.O.R. DT 0 °C :	MPa	49,64
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):	MPa	48,82
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	MPa	21,41
%CAIDA	%	56,88
DILATACIÓN	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	6,10

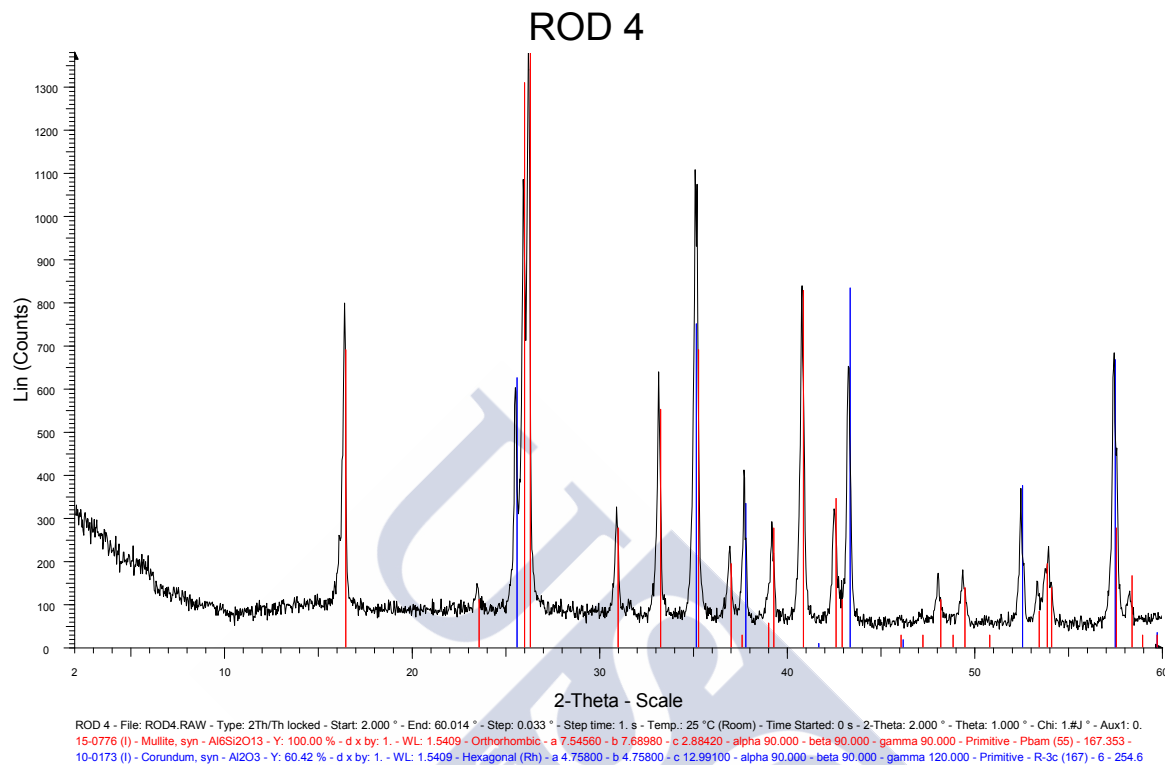
#### 5.2.4 Composición de Mullita Alúmina ROD 4

<b>17,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>17,0%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>25,0%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA 4 µm</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>10,0%</b>	<b>MULITA SINTÉTICA</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>31,0%</b>	<b>ALÚMINA TABULAR</b>	<b>3,10 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	19,09%	20,06%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	74,57%	78,38%
TiO <sub>2</sub>	0,14%	0,15%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,38%	0,40%
CaO	0,07%	0,08%
MgO	0,14%	0,15%
Na <sub>2</sub> O	0,24%	0,26%
K <sub>2</sub> O	0,51%	0,53%
LOI	4,45%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>95,15%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Propiedades Físicas:

PROPIEDADES MULLITA ALUMINA	UNIDADES	ROD 4
DENSIDAD	g/cc	2,66
ABSORCIÓN EN AGUA	%	5,72
POROSIDAD ABIERTA	%	15,23
M.O.R. DT 0 °C :	MPa	47,88
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):	MPa	48,37
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	MPa	17,89
%CAIDA	%	62,63
DILATACIÓN	x 10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup>	6,14

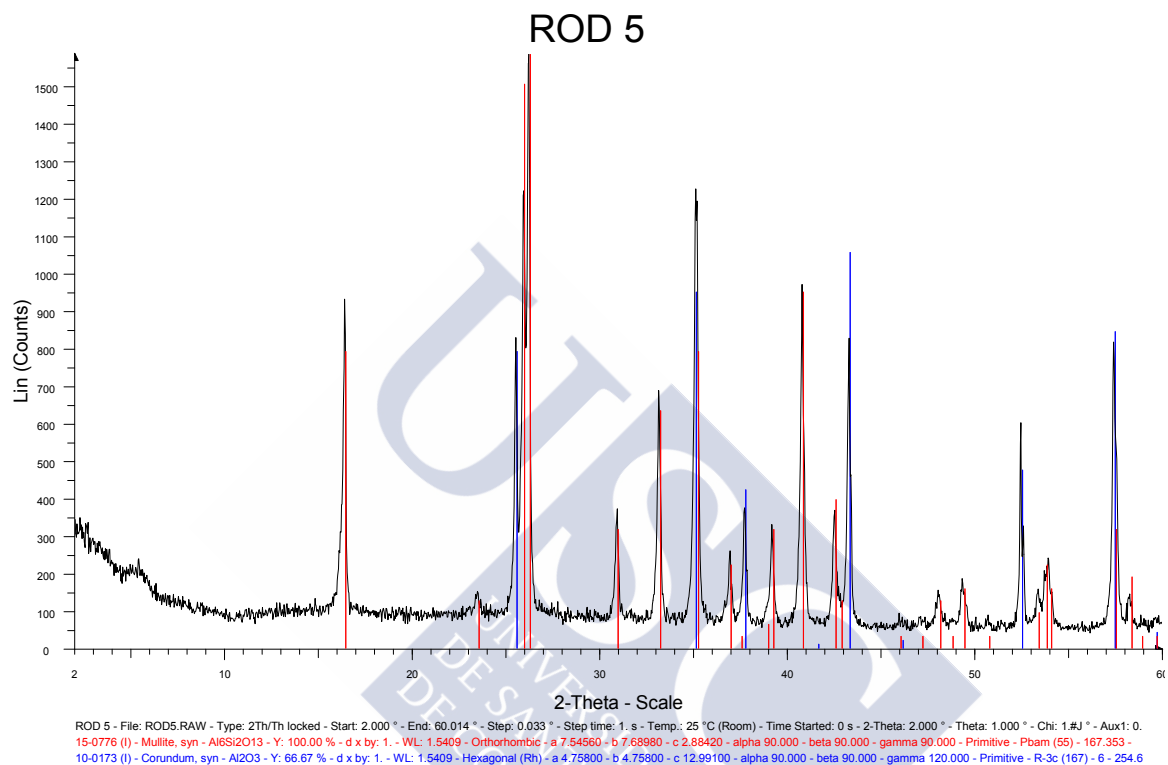
### 5.2.5 Composición de Mullita Alúmina ROD 5

<b>17,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>17,0%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>25,0%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA 1 <math>\mu</math>m</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>10,0%</b>	<b>MULITA SINTÉTICA</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>31,0%</b>	<b>ALÚMINA TABULAR</b>	<b>3,10 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	19,09%	20,06%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	74,57%	78,38%
TiO <sub>2</sub>	0,14%	0,15%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,38%	0,40%
CaO	0,07%	0,08%
MgO	0,14%	0,15%
Na <sub>2</sub> O	0,24%	0,26%
K <sub>2</sub> O	0,51%	0,53%
LOI	4,45%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>95,15%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Propiedades Físicas:

PROPIEDADES MULLITA ALUMINA	UNIDADES	ROD 5
DENSIDAD	g/cc	2,58
ABSORCIÓN EN AGUA	%	6,76
POROSIDAD ABIERTA	%	17,47
M.O.R. DT 0 °C :	MPa	47,49
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):	MPa	49,56
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	MPa	17,38
%CAIDA	%	63,41
DILATACIÓN	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	6,18

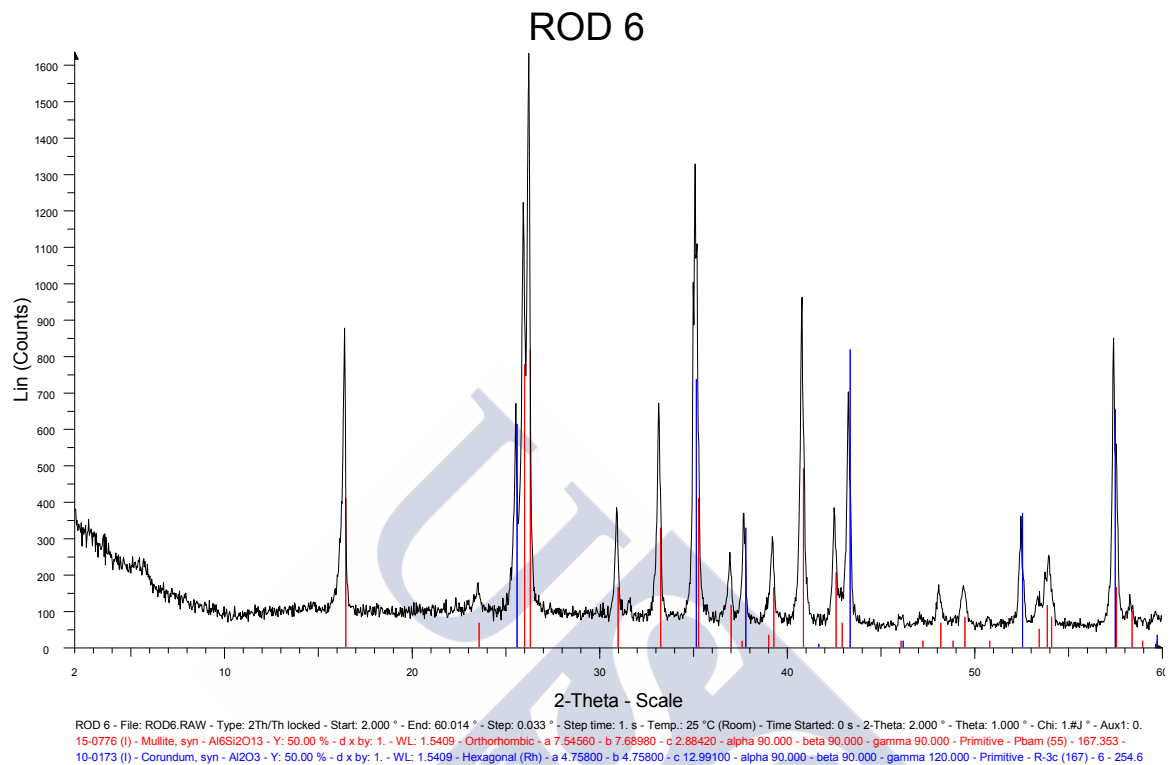
### 5.2.6 Composición de Mullita Alúmina ROD 6

<b>17,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>17,0%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>25,0%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA 6 µm</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>10,0%</b>	<b>MULITA SINTÉTICA</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>30,0%</b>	<b>ALÚMINA TABULAR</b>	<b>3,00 Kg</b>
<b>1,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>0,10 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	19,47%	20,49%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	73,69%	77,56%
TiO <sub>2</sub>	0,15%	0,15%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,40%	0,42%
CaO	0,08%	0,08%
MgO	0,47%	0,50%
Na <sub>2</sub> O	0,24%	0,26%
K <sub>2</sub> O	0,51%	0,54%
LOI	4,59%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>95,00%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Propiedades Físicas:

PROPIEDADES MULLITA ALUMINA	UNIDADES	ROD 6
DENSIDAD	g/cc	2,64
ABSORCIÓN EN AGUA	%	7,24
POROSIDAD ABIERTA	%	19,11
M.O.R. DT 0 °C :	MPa	57,75
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):	MPa	58,46
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	MPa	22,41
%CAIDA	%	52,53
DILATACIÓN	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	6,04

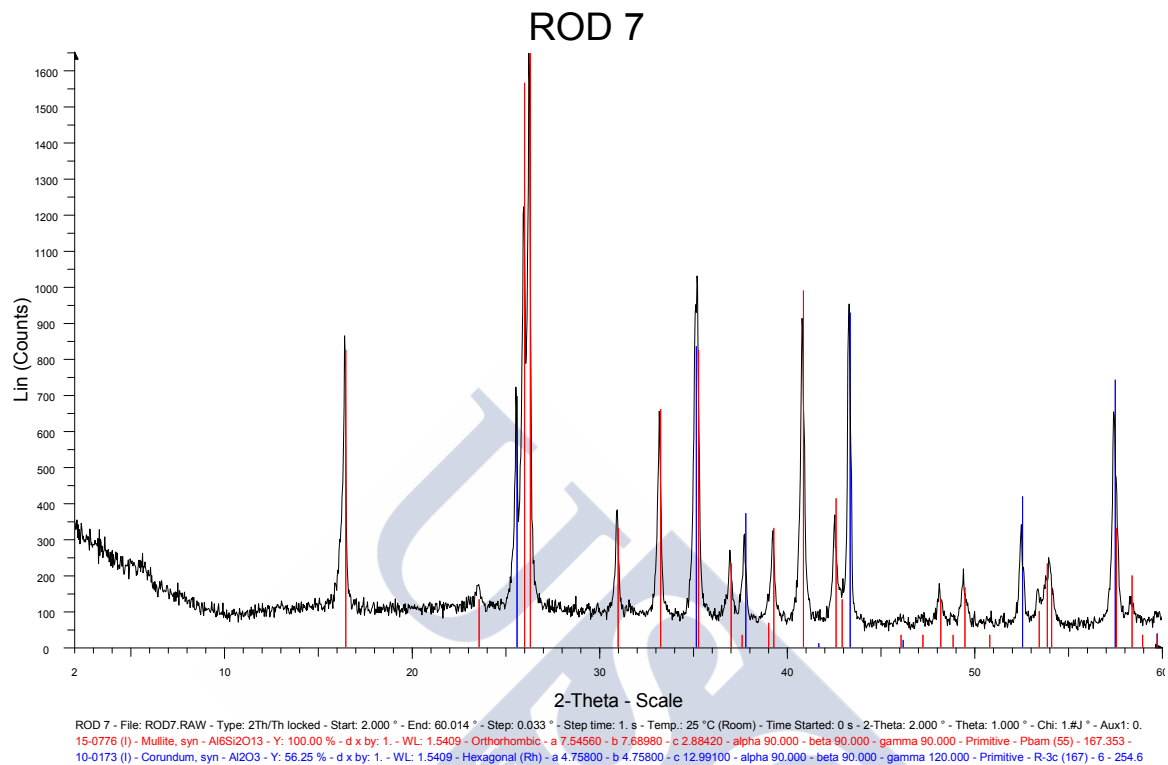
### 5.2.7 Composición de Mullita Alúmina ROD 7

<b>17,0%</b>	<b>ARCILLA</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>17,0%</b>	<b>CAOLÍN</b>	<b>1,70 Kg</b>
<b>25,0%</b>	<b>ALÚMINA CALCINADA 6 µm</b>	<b>2,50 Kg</b>
<b>10,0%</b>	<b>MULITA SINTÉTICA</b>	<b>1,00 Kg</b>
<b>29,0%</b>	<b>ALÚMINA TABULAR</b>	<b>2,90 Kg</b>
<b>2,0%</b>	<b>TALCO</b>	<b>0,20 Kg</b>
	<b>TOTAL</b>	<b>10 Kg</b>
<b>15,0%</b>	<b>Agua</b>	<b>1500 gr</b>
	<b>Humedad teórica</b>	<b>13,00%</b>

Análisis Químico:

MEZCLA	COMPOSICION EN VERDE	COMPOSICION COCIDO
SiO <sub>2</sub>	19,86%	20,93%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	72,80%	76,75%
TiO <sub>2</sub>	0,15%	0,16%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,41%	0,44%
CaO	0,08%	0,08%
MgO	0,80%	0,85%
Na <sub>2</sub> O	0,24%	0,25%
K <sub>2</sub> O	0,51%	0,54%
LOI	4,73%	0,00%
<b>TOTAL</b>	<b>94,85%</b>	<b>100,00%</b>

## Difracción de Rayos X



## Propiedades Físicas:

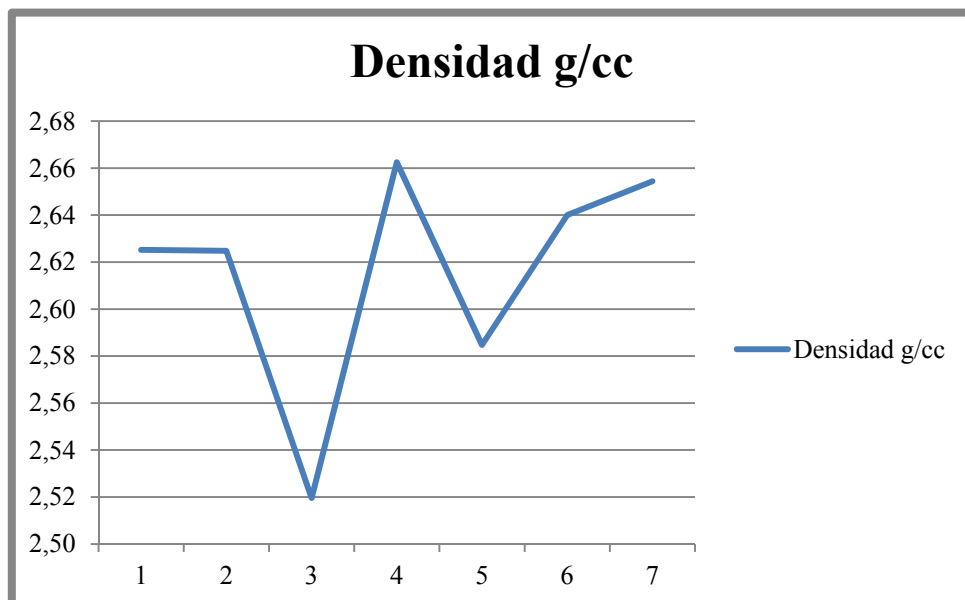
PROPIEDADES MULLITA ALUMINA	UNIDADES	ROD 7
DENSIDAD	g/cc	2,65
ABSORCIÓN EN AGUA	%	6,32
POROSIDAD ABIERTA	%	16,78
M.O.R. DT 0 °C :	MPa	59,58
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):	MPa	55,09
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):	MPa	22,09
%CAIDA	%	62,93
DILATACIÓN	$\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	5,97

Tabla 5.2 Resumen de datos físicos obtenidos

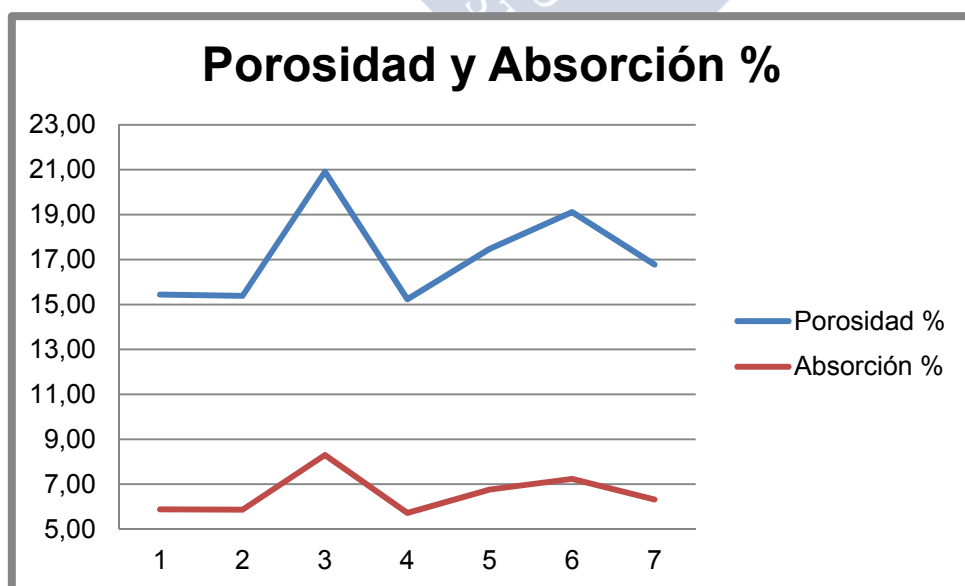
PROPIEDADES MULLITA ALUMINA		UNIDADES	ROD 1	ROD 2	ROD 3	ROD 4	ROD 5	ROD 6	ROD 7
DENSIDAD		g/cc	2,63	2,62	2,52	2,66	2,58	2,64	2,65
ABSORCIÓN EN AGUA		%	5,88	5,86	8,30	5,72	6,76	7,24	6,32
POROSIDAD ABIERTA		%	15,44	15,38	20,91	15,23	17,47	19,11	16,78
M.O.R. DT 0 °C :		MPa	45,89	44,92	49,64	47,88	47,49	57,75	59,58
M.O.R. DT 0 - 1.200 °C (MPa):		MPa	47,64	46,66	48,82	48,37	49,56	58,46	55,09
M.O.R. DT 1.200 °C (MPa):		MPa	22,25	22,19	21,41	17,89	17,38	22,41	22,09
%CAIDA		%	51,50	50,60	56,88	62,63	63,41	52,53	62,93
DILATACIÓN		x 10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup>	6,05	6,14	6,10	6,14	6,18	6,04	5,97
ANÁLISIS QUÍMICO									
	SiO <sub>2</sub>	%	20,06%	20,06%	20,06%	20,06%	20,06%	20,49%	20,93%
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	78,38%	78,38%	78,38%	78,38%	78,38%	77,56%	76,75%
	TiO <sub>2</sub>	%	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%	0,16%
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,40%	0,40%	0,40%	0,40%	0,40%	0,42%	0,44%
	CaO	%	0,08%	0,08%	0,08%	0,08%	0,08%	0,08%	0,08%
	MgO	%	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%	0,15%	0,50%	0,85%
	Na <sub>2</sub> O	%	0,26%	0,26%	0,26%	0,26%	0,26%	0,26%	0,25%
	K <sub>2</sub> O	%	0,53%	0,53%	0,53%	0,53%	0,53%	0,54%	0,54%
CRISTALOGRAFÍA									
	MULLITA	%	70%	72%	74%	78%	80%	74%	76%
	α ALÚMINA	%	18%	18%	18%	18%	18%	16%	14%
	AMORFO	%	12%	10%	8%	4%	2%	10%	12%

### 5.2.8 Discusión de resultados

Los resultados obtenidos y que están resumidos en la tabla 5.2 estudiamos los resultados de Densidad donde está en función del empaquetamiento de los granos de Alúmina. Los resultados se observan en la siguiente gráfica:

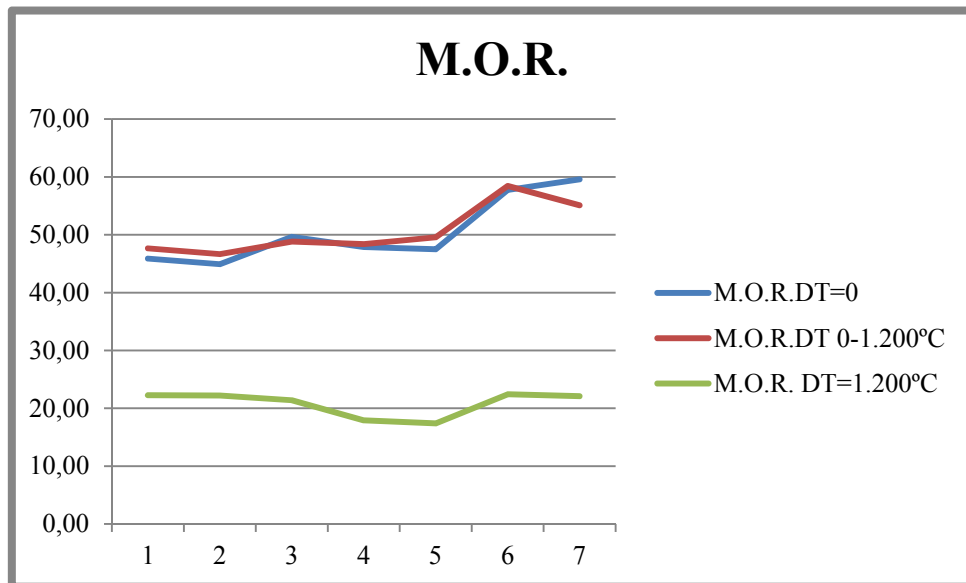


Comparamos los datos de Absorción en Agua y Porosidad abierta.

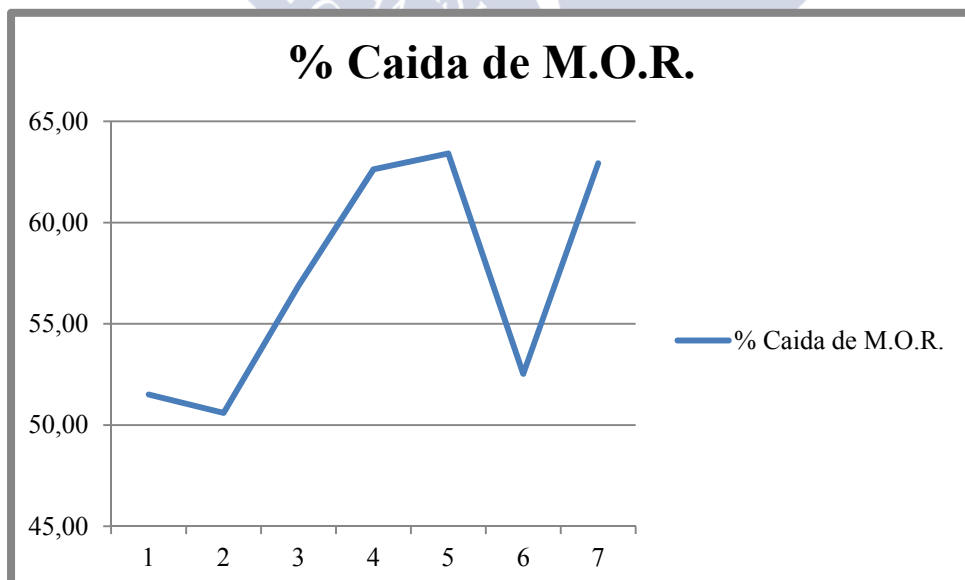


Casi todos los resultados son muy similares, descartando la composición 3 que es mucho más porosa.

Los resultados de resistencia mecánica:



Las composiciones 1 y 2 son las composiciones más equilibradas, las composiciones 6 y 7, al añadir algo de talco generan más fase vítrea provocando un aumento de la resistencia mecánica del material, sin embargo el comportamiento al choque térmico empeora debido a tener mayor diferencia de valores de resistencia mecánica antes y después del choque térmico.



En este caso las composiciones 1 y 2 son las mejores frente al comportamiento al choque térmico.

En cuanto a la Microscopía, se ha realizado microscopía óptica de las composiciones Rod 1 y Rod 2

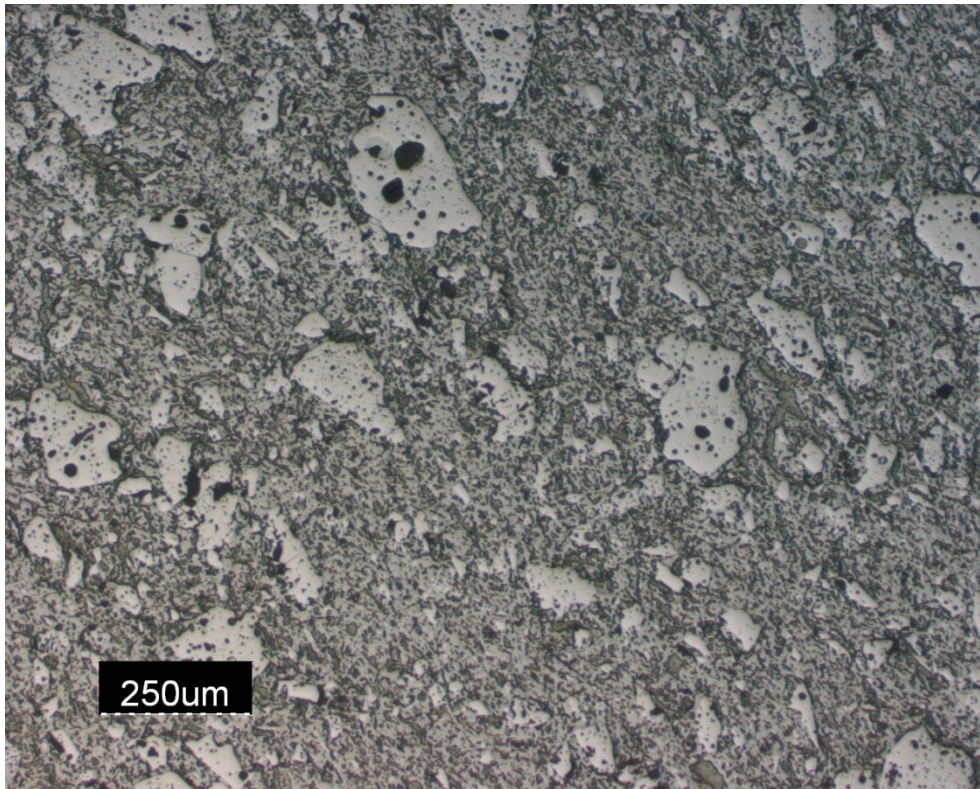


Foto 5.2.8.1 Microestructura óptica de la composición Rod 1

Se observan los granos de Alúmina Tabular en medio de una matriz porosa, la presencia de Alúmina Calcinada no se distingue por haber reaccionado con la matriz.

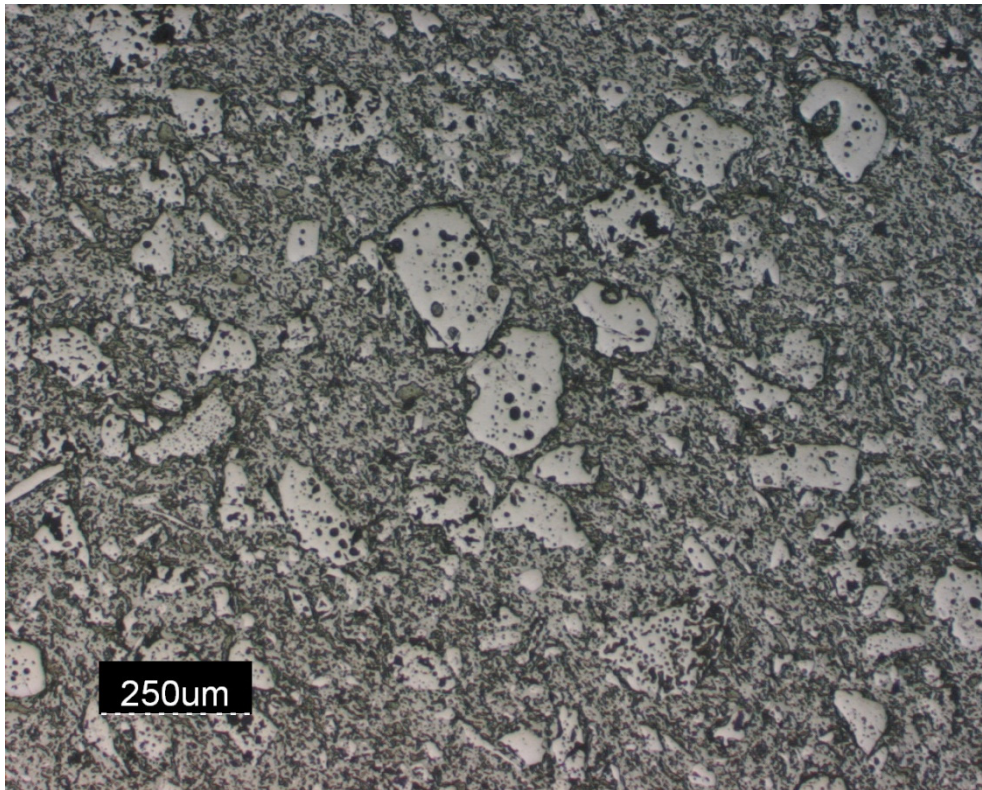


Foto 5.2.8.2 Microestructura óptica de la composición Rod 2

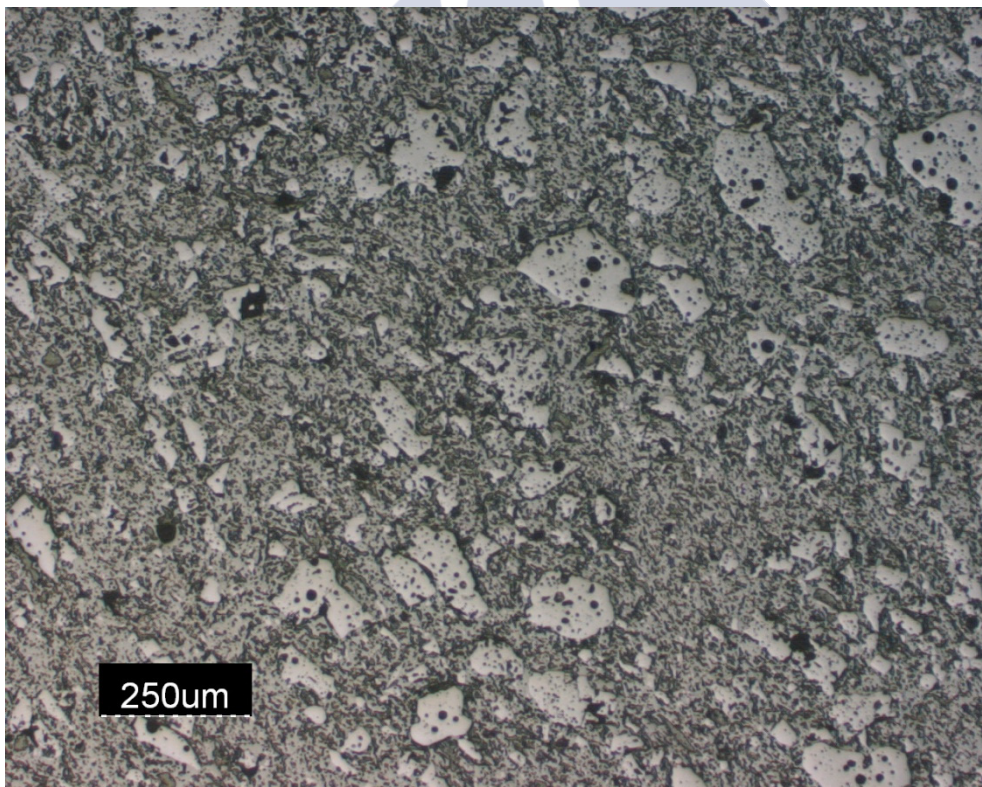


Foto 5.2.8.3 Microestructura óptica de la composición Rod 7

Se observa en las microestructuras que al agregar granos de hasta 300 micras, la distribución de los mismos no se aprecia que sea muy homogénea, esto se debe a que la granulometría va desde polvo fino hasta granos de 300 micras, al mismo tiempo, la visión de las microestructuras es en superficie cuando los granos son se distribuyen en volumen, puede ocurrir que en superficie se observe un grano pequeño pero hacia el fondo sea mucho más grande.

Después de observar los Datos Físicos, Difracción de Rayos X y Microscopía, la composición Rod 2 es la más adecuada para el uso como tubo y rodillo cerámico. No se trata de obtener un solo valor sino de obtener un equilibrio de valores lo que hacen que un material pueda funcionar en condiciones severas durante un período de tiempo superior a 6 meses.

También existen factores que no se pueden cuantificar como es los vapores alcalinos dentro de un horno o la presencia de vapores de HF los cuales perjudican en gran medida a estos materiales. Lo que se hace previendo que estos gases existen dentro de la atmósfera de un horno es intentar bajar el valor de porosidad abierta todo lo posible sin perjudicar el comportamiento a la flexión en caliente o bien el comportamiento al choque térmico.

Las composiciones ROD utilizan principalmente granos de alúmina tabular, materia que tiene un coeficiente de dilatación de  $8 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  frente a la Mullita que es  $5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  cuando se utilizan estos granos, se generan microfisuras alrededor de cada grano haciendo una estructura resistente al choque térmico aunque se pierde en resistencia mecánica.

La utilización de Alúmina Electrofundida o bien llamado de forma habitual Corindón también es viable su utilización pues tiene el mismo comportamiento dilatométrico que la alúmina tabular, de todas formas hay 3 diferencias que los distinguen:

En primer lugar la porosidad cerrada de la alúmina tabular, es un material más ligero que el Corindón, hace que en algunos casos la Alúmina Tabular tenga ventaja.

Precio, los precios oscilan según la demanda del mercado, de todas formas, a igual precio por Kg, el Corindón, al ser más denso tiene la desventaja.

Por último la morfología de los granos, la Alúmina Tabular tiene granos más redondeados, el Corindón, al ser un electrofundido forma agujas y ángulos muy agudos, como consecuencia, en el momento de conformar un material u otro vemos que la alúmina Tabular tiene mayor ventaja por ser menos abrasivo que el Corindón.

### 5.3 MULLITA-ALUMINA CON INCLUSIONES DE CARBURO DE SILICIO.

Con la misma composición Rod-2 desarrollada como mejor composición de Mullita Alúmina se realizaron inclusiones de Carburo de Silicio sustituyendo parte de la Alúmina Tabular. El objeto es probar si es viable el cambio de un material por otro con el objeto de hacer una mejora en el comportamiento al choque térmico debido a que aumentamos la conductividad térmica del material conservando la mayor parte de las características físicas.

Los resultados obtenidos muestran fotos de Microscopía:

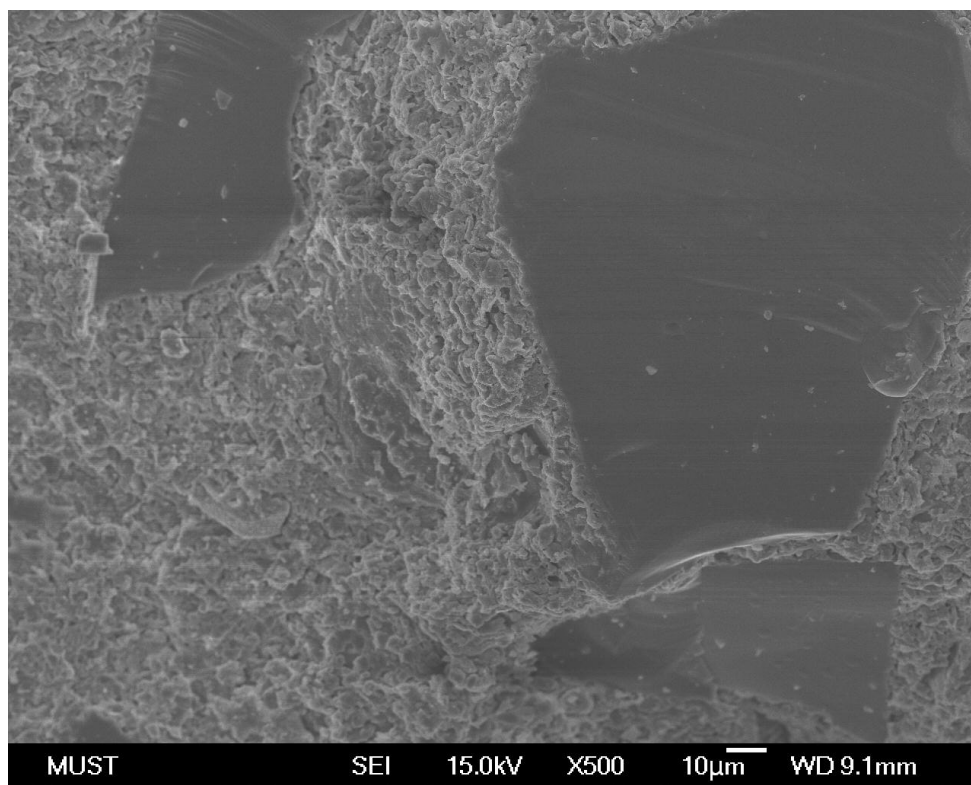


Foto 5.3.1 Composición Rod-2 con Carburo de Silicio

Se aprecian los granos de Carburo de Silicio donde en el interior de los granos no hay porosidad ni defectos, se conservan las aristas vivas del material.

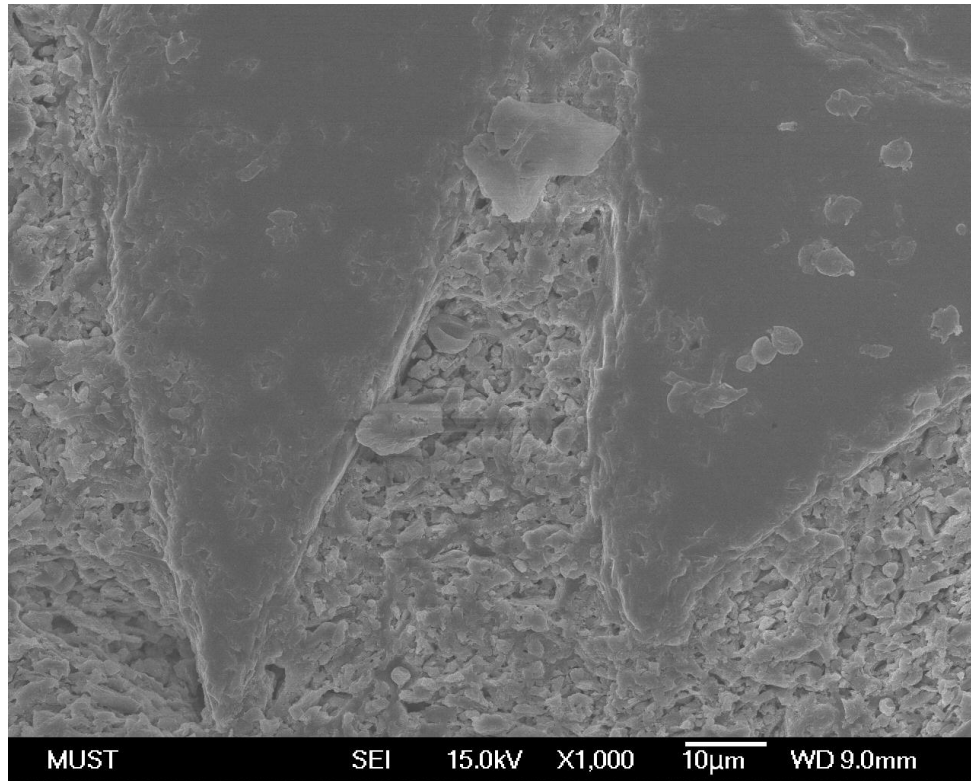


Foto 5.3.2 Composición Rod-2 con Carburo de Silicio

En esta foto se aprecia la unión de la materia de Mullita con los granos de Carburo de Silicio, no existen microfisuras como en otros casos. Esto es debido a que Mullita y Carburo de Silicio tienen coeficiente de dilatación prácticamente igual con lo que no desarrollan microgrietas.



# **Capítulo 6**

## **Conclusiones**



## 6.-CONCLUSIONES

Los estudios de las composiciones cerámicas desarrolladas aportan una metodología de trabajo en el diseño de materiales refractarios de Cordierita-Mullita y Mullita-Alúmina que dan validez y rigor a las conclusiones que se comentan a continuación, las siguientes conclusiones se derivan del trabajo desarrollado:

1. El control riguroso de materias primas que se suministran de forma industrial utilizadas en este trabajo han proporcionado que podamos desarrollar materiales de Cordierita-Mullita y Mullita-Alúmina con total fiabilidad sin considerar efectos debidos a la mala utilización de materias primas que podrían ocasionar conclusiones erróneas. Los resultados de las composiciones fueron confirmados por los análisis de Difracción de Rayos X obteniendo valores de dilatación y resistencia mecánica de acuerdo con valores de literatura y de resultados industriales.
2. Para la fabricación de los materiales de Cordierita-Mullita se han desarrollado 3 tipos de composición adaptadas a la tipología del fabricante de refractarios, en unos casos la fabricación de estos materiales refractarios se hace en horno intermitente o horno túnel donde el tiempo de residencia a alta temperatura es muy importante a la hora de evaluar los costes. Se han desarrollado composiciones adaptadas al ciclo de cocción, en el caso de las composiciones con Talco MLS, el tiempo de residencia a alta temperatura es inferior a horas. Los tiempos medios para las otras composiciones son 6 horas para la composición BLF y 8 horas para la composición ALC.
3. En las formulaciones de Cordierita-Mullita y Mullita-Alúmina no se obtienen valores de fases mineralógicas de forma cuantitativa, esto es debido a que la reacción entre óxidos de las materias primas son reacciones inacabadas debido a su baja reacción donde necesitarían muchas horas de sinterización para llevar a cabo la reacción completa.

4. Se han utilizado ensayos normalizados para el ensayo de los resultados obtenidos, sin embargo, no todos los ensayos realizados se pueden adaptar a normas actuales sino que a partir de ensayos derivados de las condiciones reales de los productos dentro del horno se han escalado para intentar reproducirlos a escala de ensayo de laboratorio.
5. Partiendo de composiciones conteniendo materias primas elaboradas se han desarrollado materiales cerámicos basados en Cordierita-Mullita y Mullita-Alúmina con resultados físico químicos adecuados a las necesidades de estos materiales para su comportamiento como material de enhornamiento.
6. El comportamiento del choque térmico de la Cordierita-Mullita y Mullita Alúmina, el  $\Delta T$  crítico regido por el valor de R está sobre 350-400°C , donde realmente se observa diferencia entre unas composiciones es el valor obtenido a un  $\Delta T$  de 1.200°C
7. El comportamiento a la fractura de los materiales de Cordierita y de Mullita es un factor limitante en el uso industrial de ahí la introducción de una segunda fase con el objeto de generar micro-fisuras a través de las diferencias de dilatación entre fases, de ahí que hablemos siempre de Cordierita-Mullita y Mullita-Alúmina.
8. La interacción de una fisura en el material generada por tensiones térmicas con una segunda fase de material provoca una disminución de la energía de fractura debido a que cada fisura se ve obligada a sortear los granos de la segunda fase puesta en el material dada la imposibilidad de atravesar dichos granos.
9. La utilización de granos de Chamota en los materiales de Cordierita y granos de Corindón o Alúmina tabular en la Mullita eliminan el problema de una fractura catastrófica en el material de enhornamiento debido a la alta densidad de microgrietas que se generan en estos materiales. Los materiales aquí desarrollados tienen que comportarse de forma excepcional frente a los gradientes y choques térmicos de tal manera que los materiales deberán soportar una gran tensión térmica. Al mismo tiempo los materiales tendrán que soportar ciclos térmicos de calentamiento y enfriamiento.

10. Los materiales de Cordierita-Mullita se han desarrollado en función de su puesta en servicio, no es posible desarrollar un material con las características que adecuadas a todos los comportamientos solicitados sino que es necesario desarrollar composiciones diferentes según sea el trabajo a desarrollar como soporte de enhornamiento. Existen 2 tipos de utilizaciones cuando se realizan tratamientos térmicos, en ciclo continuo donde el material circula por el interior de un horno continuo, normalmente el material está dispuesto sobre vagones. La otra utilización se hace en ciclos intermitentes donde hay una mayor manipulación del material y normalmente con mucha más degradación.
11. Los materiales de Mullita-Alúmina tienen una aplicación especial como tubos para soportes de resistencia y rodillos para cocción en hornos continuos. Los materiales aquí mostrados se han aplicado como soportes de resistencia debido a su comportamiento como aislante eléctrico, estos materiales pueden trabajar de forma continua a 1.300°C rodeado de una resistencia eléctrica.
12. La inclusión de partículas de Carburo de Silicio en el material tienen efectos de mejora de refractariedad y conductividad térmica en el material. Debido a la dilatación del Carburo de Silicio que tiene una dilatación muy similar a la Mullita, no se generan microfisuras entre los granos con lo que aumenta el valor del M.O.R. haciendo que el material sea más rígido y reproducible. Debido a que el Carburo de Silicio se oxida en presencia de atmósferas oxidantes, la Mullita absorbe el vidrio de Sílice que se genera durante la oxidación.
13. Las composiciones aquí diseñadas han comenzado a prepararse de forma industrial en varias fábricas de refractarios obteniendo buenos resultados no solo con las propiedades físicas del material, similares a las obtenidas en este estudio, sino también que son realizables industrialmente sin por ello tener rechazos u otros problemas relacionados con la producción a gran escala.





# **Bibliografía**



## 7.- REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- <sup>1</sup> Parmelee C.W. and Baldwin *Talc as body material* Trans. Ceram Society, 15 532-546 (1.913)
- <sup>2</sup> Montgomery E.T. Trans Ceram Soc, 15, 606-609 1913
- <sup>3</sup> Rankin, G.A., Merwin, H.E. *Ternary System MgO Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> SiO<sub>2</sub>* 1.American Journal Science 45-301, 1.918
- <sup>4</sup> Hummel, F.A. Reid H.W. *Thermal Expansion of Some Glass in the system MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>*, Journal of American Ceramic Society 34 (10) 318-321, 1.951.
- <sup>5</sup> Yoder Jr. H.S. *The MgO Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> SiO<sub>2</sub> H<sub>2</sub>O System and Related Metamorphic Falies* Am Ji Sci. 250 (1199) S69-627, 1.952
- <sup>6</sup> Kaikhanavala, M.O, Hummel, F.A. *Reactions in the system Li<sub>2</sub>O-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>* 1 Cordierite Spodumena Join Journal American Ceramic Society, 36, 392,397
- <sup>7</sup> Miyashiro, A.: *Cordierite-Indialite Relations*. Amer. J. Sci. 255 (1) 43-62 (1957).
- <sup>8</sup> Iiyama, T.: *Optical Properties and Unit-Cell Dimensions of Cordierite and Indialite*. Mineral J. (Sapporo), 1, 372-94 (1956)
- <sup>9</sup> Sugiura, K. : *Cordierite Porcelain. I. The Cordierite Crystal*. J. Ceram. Assoc. Japan, 59 (662) 323-28 (1951). Ceram. Abstr. 1.952, March, p. 43e
- <sup>10</sup> Sugiura, K. and Kuroda, Y.: *Thermal Transformation of Natural Cordierite*. Bull\* Tokyo Inst. Techno!. No. 1. Series 1-5 (1955).
- <sup>11</sup> SINGER, F.: Französ, Pat. 645.614 v. 13. 12. 1927 DRP 605.237 v. 18. 121, 1926. DRP5 487.724 V. 25. 11. 1928.
- <sup>12</sup> Fisher, G.R. Evans, P.L., Geiger, J.E. *Crystal Lattice Thermal Expansion of Cordierite* Abstract B18, P2/4 in Crystalographic Association, Program and Abstracts series 2, vol 2, 1.974
- <sup>13</sup> GUGEL, E. und VOGEL, H.: *Grenzen der Anwendbarkeit von cordierithattigen keramischen Werskstoffen*. Ber. Dtsch. Keram. Ges. 41, H. 3, 197-205 (1964).
- <sup>14</sup> *Phase Diagrams for Ceramists*: The American Ceramic Society, Inc. Fig. 712, página 246 (1964).

- 
- <sup>15</sup> Lamar, R. S.: *Development of cordierite bodies with sierralita a new ceramic material*. J. Amer. Ceram. Soc. <sup>65-71</sup> (1949).
- <sup>16</sup> Lachman, J.M. Lewis, N.M. *Anisotropic Cordierite Materials* US patent No 3885-977.
- <sup>17</sup> Staudt, T *Eigenschaften, Korrosionsverhalten und mögliche Anwendungen von geschmoizenem Aluminiumtitanat*, RWTH-Aachen 1.988
- <sup>18</sup> Buchanan R. *Properties of ceramic insulators*, Marcel Dekker, Inc., New York (1991).
- <sup>19</sup> Catalá J., *Física* , Ed.Cometa, 1979
- <sup>20</sup> Moulson A.J., Herbert J.M., *Electroceramics*, Ed. Chapman&Hall, 1990
- <sup>21</sup> Taylor N.W., Dean P.S., *Elastic and viscous properties of several Soda-Silica glasses in the annealing range of temperature*, Journal American Ceramic Society 20 , 296-304, 1937
- <sup>22</sup> Stanwoth J.E., *The viscosity and nature of glass* Journal Soc. Glass Tech. Trans 20, 21-31, 1.948
- <sup>23</sup> Rigterink M.D., *Microscopic and X-Ray investigation of some Steatite bodies*, Journal American Ceramic Society 30 , 7 , 214 – 218, 1947
- <sup>24</sup> Thurnauer H. , Rodriguez A.R., *Notes on the constitution of Steatite*, Journal American Ceramic Society 25 , 15 , 443 – 445, 1942
- <sup>25</sup> Russel, Ralston, Mohr, *Characteristics of Zircon Porcelain* Journal Am Cer Society 30, 1, 32-35, 1.947.
- <sup>26</sup> Harman C.G., *Electronic and New Ceramics "Briefs"*, Ceramic Industry p70, 1949
- <sup>27</sup> Harrison R., *Phase Transitions and exsolution phenomena in pyroxenes*.
- <sup>28</sup> Foster W.R., *High temperature X-Ray diffraction study of the polymorphism of MgSiO<sub>3</sub>*, Journal American Ceramic Society 34 , 9 , 302-305, 1951
- <sup>29</sup> Atlas L., *The polymorphism of MgSiO<sub>3</sub> and solid state equilibria in the system MgSiO<sub>3</sub>-CaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>*, J.Geology 60 , 2 , 125-147, 1951
- <sup>30</sup> Bowen N.L., Ponsjak E., *Magnesian amphibole from dry melt* , a correction, American Journal Science 22, 193, 1931

- 
- <sup>31</sup> Brown W.L., Smith J.V., *High temperature X-Ray studies on the polymorphism of MgSiO<sub>3</sub>*, Z.Kristallogr. 118 , 186-212, 1963
- <sup>32</sup> Lee W.E. Y Heuer A.H., *On the polymorphism of Enstatite*, Journal American Ceramic Society 70 [5] 349-360, 1987
- <sup>33</sup> Chao M. Huang y otros, *Phase stability of chemically derived enstatite (MgSiO<sub>3</sub>) powders*, Journal American Ceramic Society 77 [101] 2625-31, 1994
- <sup>34</sup> Sarver J.F. , Humel F.A., *Stability relations of magnesium metasilicate polymorphs*, Journal American Ceramic Society 45 , 4 , 152-156, 1962
- <sup>35</sup> Hasselmann D.P.H. *Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics* Journal American Ceramic Society 52(11) 600-604, 1.969
- <sup>36</sup> Claussen, N, Hasselmann, D.P.H. *Improvement of Thermal Shock Resistance of Brittle Structural Ceramics by a Dispersed Phase of Zirconia* In Hasselman, D.P.H. Heller R.A. *Thermal Stresses in Severe Environments* New York, Plenum Press, P381-395 1.980
- <sup>37</sup> Lachman, J.M.; Menally, R.N. *High Temperature Monolithic Supports for Automobile Exhaust Catalysis* Ceramic Proc Eng. Sci, 2(5-6), 337-349, 1.981
- <sup>38</sup> Davidge,R.W.; Green T.J. *The Strength of Two-phase Ceramic Glass Materials*. Journal Material Science 3 629-634, 1.968.
- <sup>39</sup> Hasselman, D.P.M. Singh, J.P. *Analysis of Thermal Stress Resistance of Microcracked Brittle Ceramics* American Ceramic Society Bulletin, 857-860, 1.979.
- <sup>40</sup> Claussen, N; Steed,J; Pabst,R.I. *Effect of induced microcracking on the fracture toughness of Ceramics* American Ceramic Society Bulletin 857-562, 1.977.
- <sup>41</sup> Rossi, R.C. *Prediction of the Elastic Modulus of composites*. Journal American Ceramic Society, 51(8) 433-439, 1.968.
- <sup>42</sup> Claussen, N, Cox,R.L., Wallece,J.S. *Slow Growth of Microcracks: Evidence for one type of ZrO<sub>2</sub> toughening* Communication American Ceramic Society (11) 190-191, 1.982.
- <sup>43</sup> Hasselman, D.P.H. *Elastic Energy of Fracture and Surface Energy as Design Criteria for Thermal Shock* Journal of American Ceramic Society 46(11) 535-540, 1.963.

- 
- <sup>44</sup> Virkar, A.V., Johnson, D.L. *Fracture Behavior of ZrO<sub>2</sub>-Zr composites*. Journal American Ceramic Society, 60 (11-12) 514-519, 1.977.
- <sup>45</sup> Coble, R.L., Kingery, W.D. *Effect of Porosity on Thermal Stress Failure*. Journal American Ceramic Society, 38(1) 33-37, 1.955
- <sup>46</sup> Coble, R.L.; Kingery, W.D. *Effect of Porosity on Physical Properties of Sintered Alumina* Journal American Ceramic Society, 39(11) 377-385, 1.956
- <sup>47</sup> Austin, J.B. *Thermal Expansion on Nonmetallic Crystals* Journal American Ceramic Society, 35(10) 243-253, 1.952.
- <sup>48</sup> Russel D.S.; Harlan, V.A.; Moore, R.E. *Influence of Induced Porosity on the Thermal Shock Characteristics of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*. American Ceramic Bulletin 55(11), 979-982, 1.976.

