

OBTENCIÓN DE MATERIALES CIRCÓN-ALÚMINA FABRICADOS POR COLADO EN MOLDE DE YESO

M. León-Carriedo*, C. A. Gutiérrez Chavarría, J. L. Rodríguez Galicia, J. López Cuevas, R. A. Guevara

Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional. CINVESTAV-Unidad Saltillo, México.

*E-mail: monica.leon@cinvestav.edu.mx

RESUMEN

Durante el proceso de conformado de materiales cerámicos se pueden introducir defectos o heterogeneidades, que pueden afectar las propiedades mecánicas. Con el mejoramiento de las características de los polvos de partida y el control de su procesamiento se pueden obtener materiales con menores defectos y con una mayor reproducibilidad. Con este fin, recientemente se ha estudiado la factibilidad de fabricar materiales cerámicos utilizando métodos coloidales, estos han demostrado su eficacia para obtener materiales con mayor densificación, uniformidad y menor costo, debido a que este método se basa en la preparación de suspensiones de polvos cerámicos. En el presente trabajo se realizaron materiales monolíticos de circón (C)-alúmina (A) fabricados por el método de colado en molde de yeso, primeramente se llevó a cabo la caracterización reológica de las suspensiones precursoras estabilizadas con la adición de 0.8% en peso (respecto al peso del polvo) de un dispersante (Tamol 963 marca Rohm and Haas), las formulaciones fueron preparadas con las siguientes relaciones en peso: 10% C- 90% A, 40C-60A, 60C-40A, 90-10A. Los monolitos obtenidos se sometieron a un tratamiento térmico de 1500° C por una hora y se caracterizaron estructuralmente utilizando las técnicas de difracción de rayos X, y microscopia electrónica de barrido. Finalmente se midieron sus propiedades mecánicas utilizando el método flexión en 3 puntos, empleando barras con dimensiones de 3 X 4 X 45 mm de acuerdo a la configuración B de la norma ASTM C1161-02cc. Los resultados obtenidos tras la caracterización reológica muestran que las suspensiones empleadas presentan un flujo plástico con puntos de fluidez muy bajos, por lo que se pueden considerar como aptas para ser utilizados en colado en molde de yeso. Por otra parte, la caracterización estructural, mostró que las fases formadas en estos materiales fueron mullita, circona, circón y alúmina; las cuales varían en proporción dependiendo de la relación en peso circón-alúmina en los monolitos, lo que repercute en las propiedades mecánicas.

Tópico 4: Materiales Cerámicos.

Palabras Clave: circón, alúmina, propiedades mecánicas, métodos coloidales.

1. INTRODUCCIÓN

El procesamiento cerámico define el conjunto de operaciones por las que a partir de uno o varios polvos de partida, se llega a obtener una pieza de la forma y estructura deseadas. Este tipo de procesamiento hace uso de polvos los cuales se someten a una serie de tratamientos de adecuación o beneficiado para su consolidación. Una vez consolidada, la pieza en verde se somete a un ciclo térmico, tras el cual adquiere sus propiedades finales, durante cada una de estas etapas se pueden introducir defectos, sin embargo mejorando las características de los polvos de partida y controlado su procesamiento se pueden reducir al mínimo el número de defectos encontrados en una pieza. Lo anterior se puede lograr utilizando métodos coloidales para el conformado, los cuales han demostrado su eficacia para obtener materiales de forma compleja, mayor densidad y uniformidad, debido a que en este tipo de conformado se parte de un denominador común: una suspensión estable y homogénea. Sin embargo la preparación de la misma exige el conocimiento previo de las distintas fuerzas de interacción que se pueden generar en el seno de la misma para asegurar su estabilidad, al igual que de técnicas reológicas para asegurar que la suspensión presente el tipo de flujo necesario para cada tipo de conformado [1].

Además existen diversos tipos de flujo, entre los cuales se encuentran los flujos dilatante, newtoniano, pseudoplástico y plástico. En el caso particular de las suspensiones cerámicas este último es el preferido para la mayoría de las etapas de procesamiento, debido a que en el reposo la viscosidad es alta, lo que dificulta la tendencia de las partículas a sedimentar, mientras que en condiciones de flujo la viscosidad disminuye considerablemente, lo cual facilita el flujo. De esta manera es indispensable conocer el tipo de flujo que poseen las suspensiones precursoras para el tipo de procesamiento a utilizar, determinando las propiedades reológicas más importantes tales como viscosidad, punto de flujo e índice de fluidez [2].

Una vez que las suspensiones exhiben el tipo de flujo requerido se procede a la consolidación de la pieza por el método deseado, en este caso el colado en molde de yeso, este método consiste en verter la suspensión cerámica en un molde poroso de yeso cerámico, el cual tiene la forma de la pieza deseada. El molde absorbe la humedad de la suspensión y se forma una capa alrededor de él, la cual es la pieza deseada, el espesor de la pieza es dependiente al tiempo en que la suspensión este en contacto con el molde.

Es conocido que los materiales cerámicos tienen aplicabilidad limitada debido a su poca absorción de energía y a su fractura catastrófica de forma frágil, por lo que es necesario verificar el comportamiento estructural de estos materiales para conocer sus posibles aplicaciones. Por lo que es necesario llevar a cabo la caracterización mecánica, ya que a partir de ella se puede definir el comportamiento que tendrá un material cuando es sometido a la acción de una o varias fuerzas externas de cualquier naturaleza. La observación de los efectos que produce una fuerza en un material, permite conocer ciertas particularidades relacionadas con el comportamiento y las posibles alteraciones del material durante la aplicación de la fuerza. La manera como responden los materiales a las cargas aplicadas definen lo que serán las propiedades mecánicas, la valoración y cuantificación de esas propiedades se realiza experimentalmente a través de las pruebas mecánicas [3,4].

En los materiales frágiles es recomendable que se midan las propiedades mecánicas mediante ensayos de flexión debido a que durante la compresión, las fisuras y los defectos tienden a mantenerse cerrados, de esta manera se ha encontrado que los materiales frágiles fallan a esfuerzos de compresión mucho más altos que los de tensión [5]. Una de las propiedades de los materiales que pueden extraerse de este tipo de ensayos es el modulo de elasticidad, el cual es un valor característico de cada material pero su valor nominal se puede ver alterado ligeramente por la adición de pequeñas cantidades de elementos aleantes al material, por el trabajo de formado mecánico del mismo o por un tratamiento térmico al que se someta el material [3]. El módulo de elasticidad (E) mide las fuerzas interatómicas de enlace y, en consecuencia la rigidez del material, por tanto es una medida de la resistencia que ofrece el material a la separación atómica relativa. Los materiales con grandes valores de E son rígidos, porque pueden resistir mejor los cambios de longitud bajo cargas aplicadas. Un material con modulo elástico grande es relativamente rígido, y eso quiere decir que muestra una pequeña deformación al aplicarse una carga. Los materiales cerámicos, los compósitos y los metales son los que en su mayor parte presentan un alto valor del módulo de rigidez, los polímeros tienen, por lo general, un valor muy bajo del módulo de elasticidad. El modulo de elasticidad o modulo de Young se puede calcular mediante la siguiente ecuación [3,6]

$$E = \frac{L^3}{4 * a * e^3} * m$$

Ecuación 1

En donde L = Longitud entre puntos de apoyo, a = Ancho de la probeta, e = Espesor de la probeta, m = Pendiente de la recta, en la curva obtenida.

Otra propiedad de los materiales que se puede obtener mediante ensayos mecánicos es el modulo de ruptura, y este se define como la resistencia máxima a la fractura en tensión, y esta se puede calcular mediante la siguiente ecuación [4]:

$$\sigma_{mr} = \frac{3C_f L}{2ae^2} \quad \text{Ecuación 2}$$

En donde C_f = Carga de fractura, L = Longitud entre puntos de apoyo, a = Ancho de la probeta, e = Espesor de la probeta.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El porcentaje de sólidos en una suspensión está directamente relacionado con la densidad final de las piezas producidas, por esta razón es necesario formular suspensiones con el mayor porcentaje de sólidos posible, por lo tanto se prepararon suspensiones con el 80% en sólido. Se empleo circón (C) prodecente de Priceminerals (USA) con tamaño promedio de partícula de 10 μm después de ser sometido a molienda de 5 horas en molino de bolas con relación polvos:bolas de 2:1. Alúmina (A) marca Sasol (USA) con tamaño de partícula menor a 1 μm . Posteriormente, se formularon suspensiones que contenían diferentes porcentajes en peso de los polvos de partida (10% C- 90% A, 40C-60A, 60C-40A, 90-10A). La estabilización de las suspensiones se llevó a cabo utilizando un 0.8% (respecto al peso del sólido) de Tamol 963 marca Rohm and Haas como dispersante.

Para la medición de propiedades reológicas se utilizó un reómetro modelo AR2000 (TA Instruments UK) capaz de operar en los modos de operación de velocidad controlada (CR) y esfuerzo controlado (CS). Para las mediciones se emplearon sensores de cilindros concéntricos (DIN) y el modo de operación CS con el siguiente programa de medición: Un acondicionamiento inicial a una cizalla de 350 s^{-1} por un minuto seguido de un aumento gradual del esfuerzo de 0 a 50 Pa en 5 minutos y un descenso de 50 a 0 Pa en el mismo tiempo.

Posteriormente, se configuraron placas de las composiciones mencionadas, utilizando como base una placa de yeso cerámico y colocando sobre él un cubo de acrílico sin fondo en donde se vertió la suspensión. Posteriormente, se dejaron secar a temperatura ambiente 24 horas y se sometieron a un tratamiento térmico a 1500° C por una hora. Después se seccionaron en barras de dimensiones de 4 mm de ancho, 3 mm de espesor y 45 mm de longitud, de acuerdo a las medidas que marca la configuración B para ensayos de flexión de a la norma ASTM C1161-02cc [7]. El procedimiento de corte y obtención de barras consistió en la utilización de discos de diamante y una cortadora de alta velocidad marca Struers modelo accutom-5. Posteriormente se realizaron ensayos de flexión en tres puntos utilizando el equipo MTS 810 (Material Test System) con una capacidad de carga de 10 Ton. Se aplicó una carga creciente y uniforme con una velocidad de avance de cabezal de 0.5 mm/min, hasta que se produjo la rotura de la probeta.

3. RESULTADOS

Primeramente se llevó a cabo la caracterización reológica de las suspensiones precursoras, los reogramas obtenidos se muestran en la figura 1. Se puede observar que todas las curvas obtenidas parten del origen y los siguientes puntos de medición se encuentran colocados muy cerca del eje correspondiente al esfuerzo de cizalla y posteriormente el aumento de la velocidad de cizalla es proporcional al esfuerzo de cizalla, este tipo de comportamiento es típico de suspensiones que poseen flujo plástico. Estas curvas fueron ajustadas al modelo de Herschel-Bulkley, el cual introduce los parámetros reológicos más importantes para este tipo de suspensiones tales como; el índice de fluidez (n) y el punto de flujo. El modelo precisa que sí al ajustar las curvas obtenidas su índice de fluidez es menor a 1 la suspensión presentara flujo plástico, si es mayor a 1 presenta un flujo dilatante y si es igual a 1 presenta un flujo newtoniano. Los resultados del ajuste se muestran en la tabla 1, donde se puede observar que las suspensiones estudiadas poseen un flujo plástico ya que n es menor que 1 y su punto de flujo incrementa progresivamente al aumentar el porcentaje de circón en la suspensión, hasta alcanzar un máximo en la suspensión preparada con un 60% de circón. Por otra parte, la suspensión preparada con 90% de circón

presenta un índice de fluidez ligeramente mayor a la unidad, por tanto es importante notar que todos los valores de n son muy cercanos a la unidad lo cual indica que tienen tendencia a flujo newtoniano, por lo tanto la viscosidad de las suspensiones no se verá afectada en gran medida por la cizalla aplicada. Además el punto de flujo indica el esfuerzo que es necesario aplicar a la suspensión para que esta comience a fluir obteniéndose valores bajos para las suspensiones, lo que indica que no tendrá ningún problema para comenzar a fluir y puede utilizarse también para obtener geometrías complejas si así se requiriera.

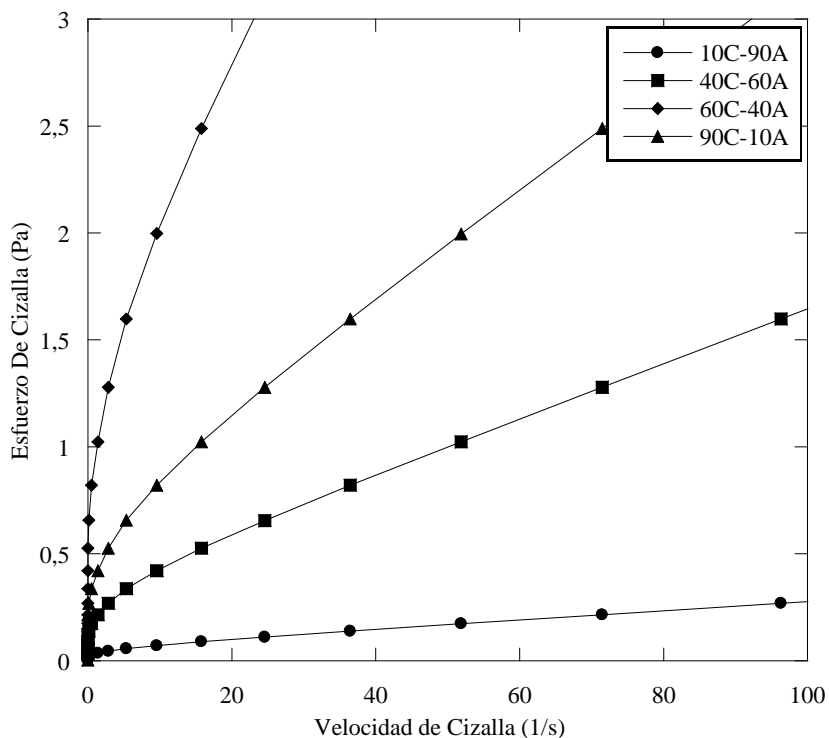


Figura 1.- Caracterización Reológica, curvas de flujo obtenidas en modo esfuerzo controlado.

Tabla 1.- Propiedades reológicas de las suspensiones a estudiar ajustadas al modelo de Herschel-Bulkley

Formulación	Índice de fluidez	Punto de Flujo (Pa)
10C-90A	0.87	0.61
40C-60A	0.84	0.84
60C-40A	0.79	1.25
90C-10A	1.04	0.78

Para identificar las fases cristalinas formadas como consecuencia del tratamiento térmico en las piezas fabricadas, se utilizó la técnica de difracción de rayos X. Los resultados obtenidos mediante esta técnica muestran que las fases obtenidas son circón, alúmina, mullita y circonita, aunque las proporciones de estas varían de acuerdo a la cantidad de las materias primas utilizadas, los picos en los patrones de difracción obtenidos se indexaron de acuerdo a las siguientes cartas: circón (072-0402), alúmina (043-1484), circonita (036-0420), mullita (079-1457), los patrones obtenidos se muestran en la figura 2. En ella se puede observar que para las composiciones 60C-40A y 40C-60A los picos correspondientes a las fases mullita y circonita tienen más intensidad, lo cual indica mayor formación de estas fases en las piezas fabricadas, y para las piezas 90C-10A y 10A-90C se presentan los picos representativos de la materia prima principal en cada caso y la aparición de picos de menor intensidad de las fases mullita y circonita.

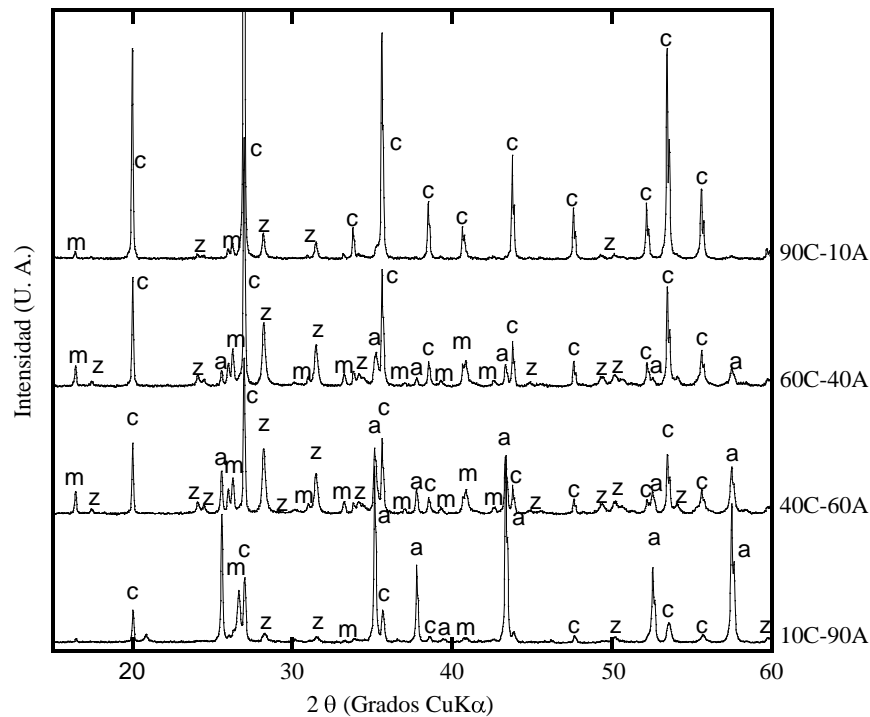


Figura 2.- Patrones de difracción de rayos X de piezas fabricadas con diferentes cantidades de alúmina-circón. (a)=alúmina, (c)=circón, (z)=circona, (m)=mullita.

En la figura 3 se muestran fotomicrográficas de los materiales obtenidos, en ellas se puede observar una buena compactación y baja porosidad, lo cual se reflejará en las propiedades mecánicas. También se puede observar el cambio de microestructura, en a) que corresponde a la formulación 90C-10A, dominan las partículas de gran tamaño y morfología angular del circón, mientras que las partículas de alúmina se colocan en los huecos entre el circón, creando de esta manera un material con baja porosidad. En b) con formulación 60C-40A, disminuye la cantidad de partículas de circón y estas se encuentran uniformemente distribuidas y rodeadas de las pequeñas partículas de alúmina, en c) que corresponde a la formulación 40C-60A se observa la matriz de alúmina y una menor cantidad de partículas de circón, en d) se muestra la matriz de alúmina y solo algunas partículas de circón distribuidas en el material.

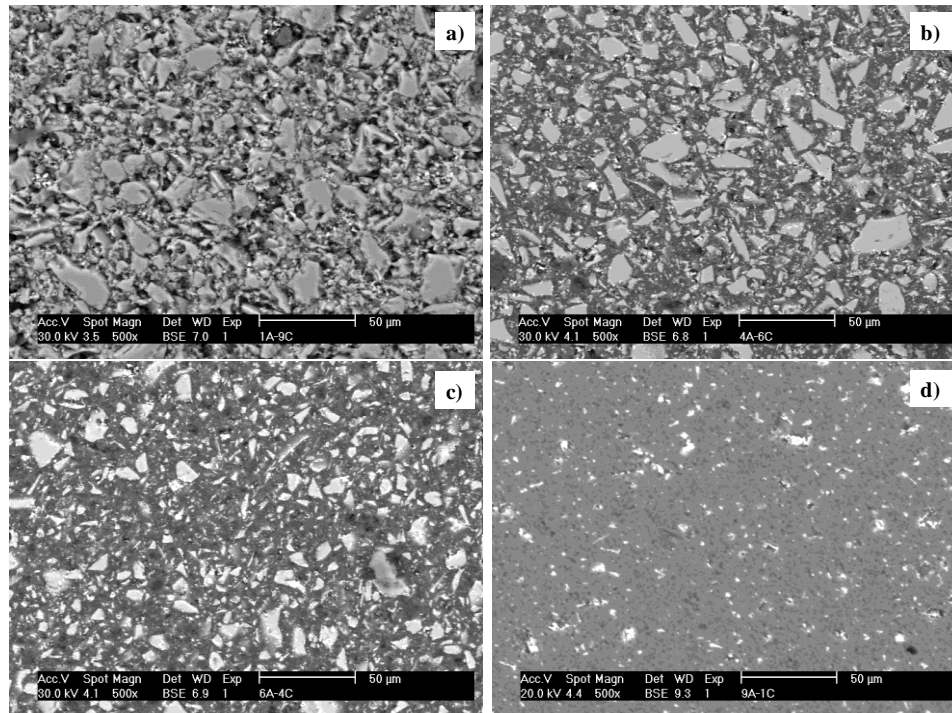


Figura 3.- Fotomicrografías obtenidas de las piezas fabricadas. a) 90C-10A, b) 60C-40A, c) 40C-60A, d) 10C-90A.

En la figura 4 se puede observar los valores obtenidos de modulo de Young y modulo de ruptura para las piezas fabricadas, se muestra también que los valores de ambas propiedades son más altos para las piezas que contienen mayor contenido de alúmina. Es importante recordar que el modulo de Young es una valoración del grado de rigidez que presenta un material, por lo que los resultados obtenidos indican que los materiales que contienen mayor contenido de alúmina pueden resistir cargas más altas sin sufrir deformación y pueden soportar mayor carga sin llegar a fracturarse. Por otra parte, los valores obtenidos del modulo de ruptura indican cual es la carga máxima que soporta el material antes de fracturarse, por lo tanto estos datos indican que los materiales deben ser sometidos a cargas menores a estas, para evitar fracturas, los modulos de ruptura obtenidos fueron los siguientes: para 90C-10A, 155MPa; 60C-40A, 238 MPa; 40C-60A, 293MPa; y 10C-90A, 500 MPa.

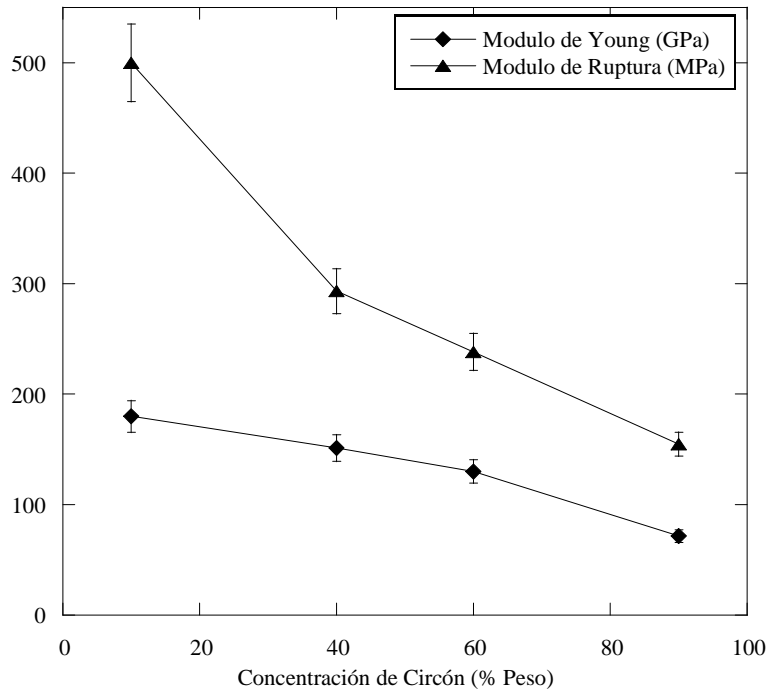


Figura 4.- Propiedades mecánicas obtenidas

En la figura 5 se presentan algunas graficas representativas de los ensayos mecánicos, las cuales corroboran que los materiales formulados con mayor cantidad de alúmina pueden resistir cargas mayores. Sin embargo, en estas curvas se puede apreciar un aspecto muy importante, aunque los materiales que contienen mayor cantidad de circón pueden soportar cargas menores, éstos pueden sufrir mayor deformación durante el ensayo ya que existe un mayor desplazamiento del cabezal antes de la fractura.

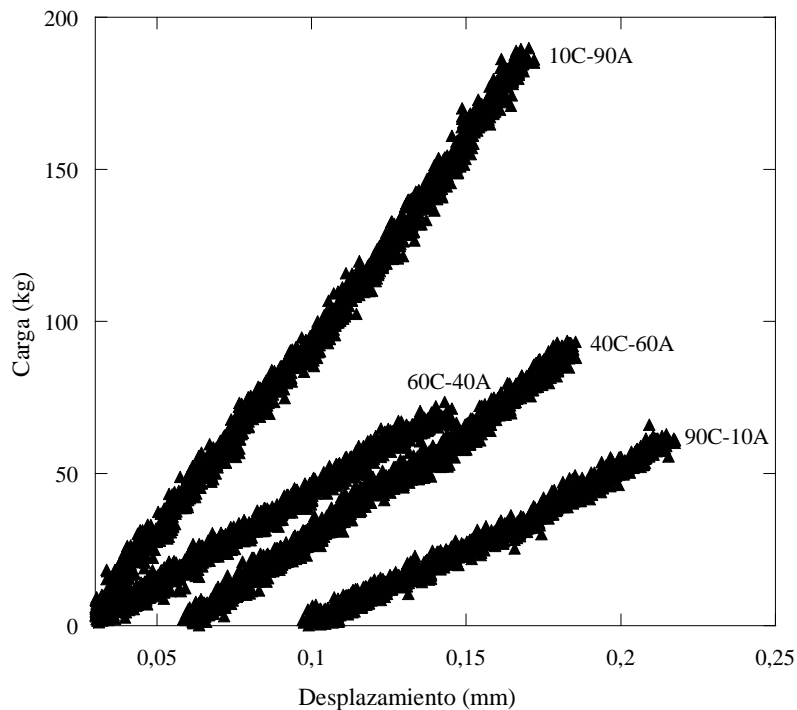


Figura 5.- Curvas obtenidas mediante los ensayos mecánicos.

4. CONCLUSIONES

Las suspensiones formuladas con hasta 60% circón presentan un flujo plástico, ya que el índice de fluidez n ajustando al modelo de Hershel-Bulkely es menor que 1. Por otra parte la suspensión preparada con 90% de circón presenta un índice de fluidez ligeramente mayor a la unidad, no obstante su punto de flujo es muy bajo. Lo anterior indica que todas las suspensiones pueden ser utilizadas en colado en molde de yeso sin ningún problema, pues estas no se verán afectadas en gran medida por la cizalla aplicada, durante el proceso de colado. La caracterización estructural utilizando la técnica de difracción de rayos X, se muestra que las fases obtenidas son circón, alúmina, mullita y circonita, adicionalmente mediante microscopia electrónica de barrido se pudo observar que se tiene muy buena compactación y baja porosidad. Tras la caracterización mecánica, se puede concluir que modulo de Young y modulo de ruptura son más altos para las piezas que contienen mayor contenido de alúmina, sin embargo los materiales que contienen mayor contenido de circón pueden presentar deformación antes de su fractura, por lo que su aplicación sería en áreas en donde se requiera materiales que soporten altas temperaturas y que además este sujeto a dilataciones térmicas.

AGRADECIMIENTOS

M. León Carriedo agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT México) la beca otorgada para la realización de su tesis doctoral, además, este trabajo fue realizado bajo en marco de objetivos y metas planteadas en el proyecto “Diseño de compósitos cerámicos multilaminares con diferentes propiedades estructurales y funcionales” financiado por el fondo Sep-CONACyT en la modalidad de ciencia básica.

REFERENCIAS

- ¹ Rodrigo Moreno, “Reología de suspensiones cerámicas”, 2005, Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, Madrid España.
- ² R. Moreno, J. S. Moya, J. Requena, “Colaje de óxidos cerámicos. II Reología” Instituto De Cerámica y Vidrio C.S.I.C. Arganda del Rey Madrid 1986.
- ³ Luis Fernando Freire Alejandre “Propiedades mecánicas de los materiales”, 2003, Instituto Tecnológico de Morelia Departamento Metal-Mecánica.
- ⁴ William Callister Jr., “Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales”, 1995, Reverté.
- ⁵ Donald R Askeland, “Ciencia e ingeniería de los materiales”, 1998, International Thomson Editores.
- ⁶ A. C. Mazzei, J. A. Rodrigues, “Alumina-mullite-zirconia composites obtained by reaction sintering. Part I Microstructure and mechanical behaviour”, Journal of Materials Science, Vol. 35 (2000), p. 2807-2814.
- ⁷ International, ASTM. Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. (ASTM C 1161-02cc), January 2003.