

COMPORTAMIENTO DE LA MOJABILIDAD POR ALUMINIO LÍQUIDO EN SUSTRATOS CERÁMICOS.

K. Ortiz C, J.M. Almanza R, J.I. Escalante G, D.A. Cortés H y J.C. Escobedo B⁽¹⁾.

(1) *Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional. Unidad Saltillo. MÉXICO.

E-mail: karla.ortiz@cinvestav.edu.mx

RESUMEN

Se prepararon compósitos de $BaAl_2Si_2O_8(C)$ - $Al_6Si_2O_{13}(M)$ - $ZrO_2(Z)$. Se utilizaron dos tipos de mullita (grado reactivo, MR con contenido de SiO_2 de 27.95% y mullita comercial, MK con contenido de SiO_2 de 41.01%) estableciendo el porcentaje en peso fijo para ambos sustratos: C=24%, MR y MK =56% y Z= 20%. La sinterización de los sustratos cerámicos se llevó a cabo a 1450 °C por 10 h. A los compósitos se les realizaron pruebas de mojabilidad por el método de la gota estática por aluminio de pureza comercial con tiempo de permanencia de 2 h a 1000 y 1100°C. Los sustratos se analizaron por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) mostrando que la interacción entre el sustrato cerámico y el metal fundido, presento zonas de reacción de aproximadamente 150 μm para el sustrato que contiene MK y ángulos de contacto promedio de 130° y 140° para MK y MR, respectivamente. Un análisis puntual por EDS muestra la presencia de infiltración de Al, en la zona de reacción compuesta por Al_2O_3 además de fases de aluminatos de bario y circona, en el sustrato MK. Y para MR los análisis EDS corroboran la presencia de la zona de reacción formada (Al_2O_3) además de aluminatos de bario.

Tópico 4: Materiales Cerámicos

Palabras clave: Mojabilidad, Aluminio, Celsiana de bario.

1. INTRODUCCIÓN

El aluminio es un material utilizado en una gran cantidad de industrias, las cuales varían dependiendo de la aplicación tales como construcción, montaje, empaçado, etc. De ahí, que la producción de aluminio se lleva a cabo en grandes cantidades; ésta se lleva a cabo por dos vías: producción primara, donde el aluminio se obtiene a partir del mineral de bauxita[1] y la producción secundaria, donde el metal se obtiene por el reciclaje de chatarra de aluminio[2]. Los hornos utilizados para la fabricación de aluminio están revestidos con una pared de material refractario que se encuentra en contacto directo con el aluminio líquido. Un problema típico en la fundición es que con el tiempo se va formando una capa dura de óxido que se desarrolla sobre la interfase metal/refractario. El crecimiento de esta capa puede reducir tanto la capacidad para fundir del horno como la vida útil del refractario [3].

Uno de los componentes de refractarios más utilizados en la industria del aluminio es la mullita ya que es un candidato prometedor para aplicaciones de cerámicos avanzados debido a su baja densidad, baja conductividad térmica, baja constante dieléctrica, baja expansión térmica y resistencia a temperaturas elevadas. Sin embargo, posee una baja resistencia a la fractura (K_{IC})[4]. Dos importantes propiedades de la mullita como su baja

expansión térmica que va de 4 a $5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ y alta estabilidad química le confieren la capacidad de tener un buen desempeño mecánico[5].

Las propiedades mecánicas de los cerámicos de mullita decrecen ligeramente arriba de 1400°C , mientras que otros cerámicos avanzados como el carburo de silicio, nitruro de silicio, alúmina y circonita muestran una reducción de sus propiedades mecánicas a elevadas temperaturas. Algunos autores[6] han sugerido el uso de circonita como material de refuerzo de cerámicos base mullita, entre los materiales cerámicos ingenieriles, la circonita (ZrO_2) es un candidato atractivo para aplicaciones de alta temperatura debido a su alto punto de fusión y excelente resistencia a la corrosión. Los compósitos mullita-circonita pueden producirse a partir de mezclas de circonita y alúmina por reacción-sinterización[6].

Los compósitos de matriz cerámica ofrecen un mejor desempeño comparado con cerámicos de una sola fase. De esta manera, las inclusiones de circonita son conocidas por ofrecer propiedades mecánicas tales como alta dureza y resistencia en presencia de compósitos cerámicos[7]. Los cerámicos de mullita tienen resistencia a la fractura a temperatura ambiente, sin embargo a altas temperaturas poseen bajas propiedades de resistencia. El mejoramiento en las propiedades mecánicas podría basarse en la incorporación de partículas de circonita (por mecanismos de dureza, tensiones inducidas por transformaciones de fase o microgrietas). Además, el ZrO_2 es conocido por refinar las fronteras de grano y los límites de crecimiento de grano. Sin embargo, el potencial para mejorar el desempeño es desplazado por el incremento en la dificultad de procesamiento[7].

Algunos investigadores[5] han trabajado en el efecto en la microestructura, la velocidad de sinterización y dureza, agregando diferentes cantidades de ZrO_2 en matriz de mullita. Recientemente se ha reportado que la celsiana es un compuesto con propiedades refractarias, por lo que en el presente estudio se utilizará para mejorar las propiedades corrosivas de sustratos mullita-circonita.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Compósitos de $\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 - \text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13} - \text{ZrO}_2$

La homogenización de los polvos se llevo a cabo usando contenedores de plástico con bolas de alúmina y acetona por un tiempo de 4 h. y secado a 80°C por 12 h. mezclando el $\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ en conjunto con $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ y el ZrO_2 en cantidades de acuerdo a la Tabla 1, estableciendo 20% de ZrO_2 para los dos sistemas.

Tabla 1. Composiciones establecidas para la fabricación de compósitos

	Sistema MK	Sistema MR
BaAl₂Si₂O₈+ Al₆Si₂O₁₃+ ZrO₂	56% M	56% M
	24% C	24% C
	20% Z	20% Z

* C=Celsiana de bario, Z = Circonita, M = Mullita. % en peso

Se conformaron pastillas de los sistemas MK y MR, con 4 cm de diámetro mediante presión uniaxial con una carga de 75 MPa. Las muestras se sinterizaron a una temperatura de 1450 °C por un tiempo de 10 h y a una velocidad de calentamiento de 3°C/min. Los sistemas sintetizados fueron analizados por DRX y MEB.

Prueba de mojabilidad (gota estática)

La prueba de gota estática requirió de un horno tubular de alta temperatura y dispositivos en los extremos para el control de la atmósfera (Argón) de procesamiento. Las pastillas sinterizadas se colocaron dentro del horno y se sometieron a 1000 y 1100 °C, por dos horas con aluminio puro.

Un extremo del horno cuenta con una mirilla, donde a través de la cual una cámara de video, registra los valores de la variación del ángulo de contacto formado entre el sustrato cerámico y la gota líquida de aluminio.

El registro de la medición de los ángulos de contacto se evaluó a partir de imágenes adquiridas a partir del video, en un intervalo de 5 minutos durante el tiempo de permanencia a la temperatura deseada.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los patrones de difracción (DRX) mostrados en la figura 1 y 2, presentan los sistemas MK y MR, sinterizados a 1450°C por 10h.

En el sistema MK la fase de celsiana de bario no está presente en el difractograma, en comparación con el sistema MR esto se debe a que dicha fase se encuentra con un exceso de sílice apareciendo en el análisis como una fase amorfa.

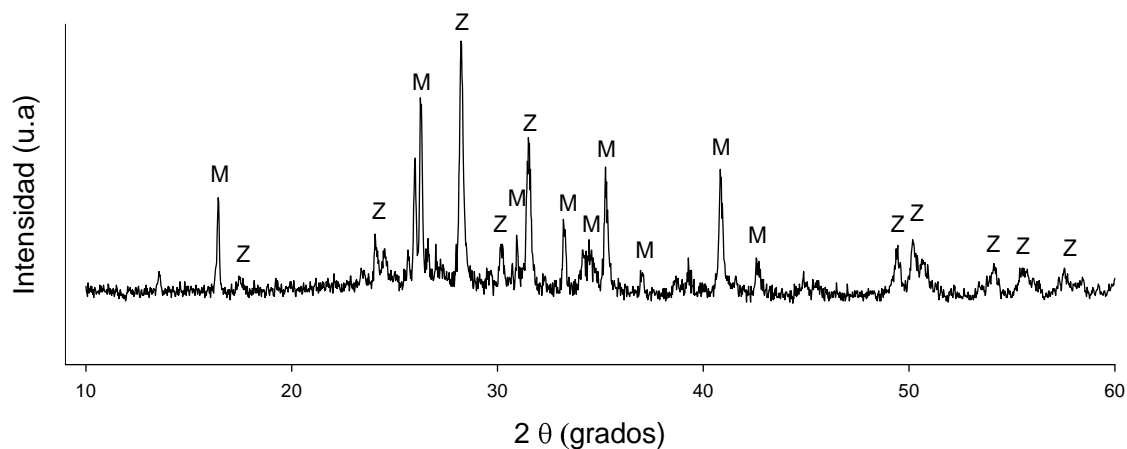


Figura 1. Patrón de DRX para la mezcla de celsiana, mullita (MK) y circonia

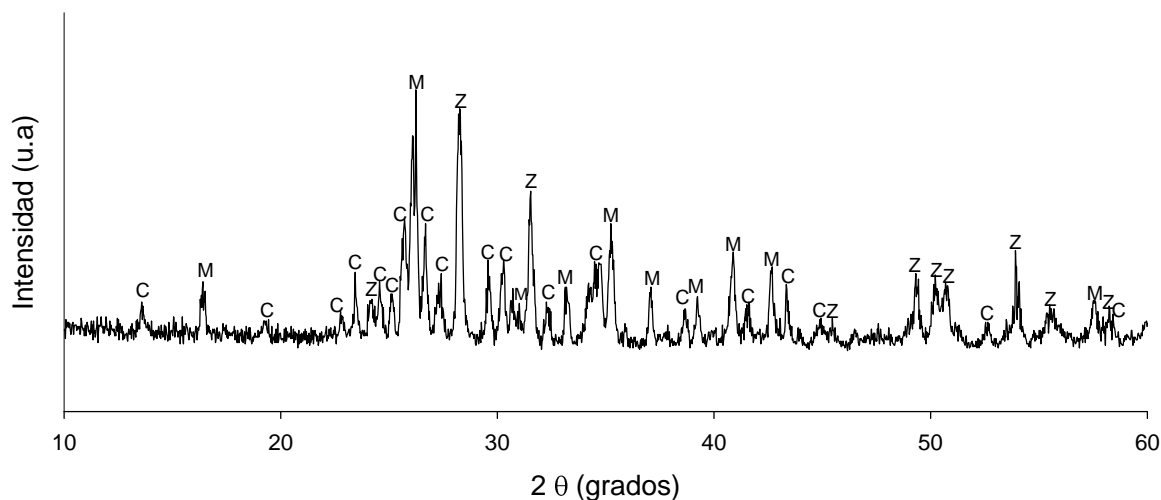


Figura 2. Patrón de DRX para la mezcla de celsiana, mullita (MR) y zircona

En la figura 3 (MK Y MR) se muestran las fotomicrografías de MEB que corresponden a los sistemas respectivamente, sinterizadas a 1450 °C por 10h.

Para ambos sistemas la porosidad está presente, sin embargo la microestructura del sistema cambia cuando es agregada mullita de grado reactivo, la cual presenta granos grandes y homogéneos de mullita (gris oscuro) así como fases de color gris claro que pertenecen a la fase de celsiana de bario; en comparación con el sistema MK que no presenta dicha fase en estado cristalino (ver Figura 1), y alrededor de ésta, fases de granos blancos que pertenecen a la fase de zircona.

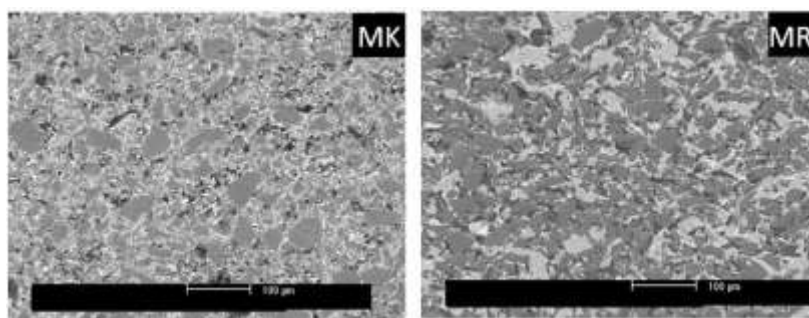


Figura 3. Fotomicrografías de los sistemas MK y MR

En la figura 4, se presentan las variaciones de los ángulos de contacto en función del tiempo, las fotografías corresponden a una prueba realizada con una aleación de aluminio puro sobre el sistema MK, a 1100°C, por 2 horas en una atmósfera de argón. Las fotografías revelan los ángulos de contacto formados entre el sustrato cerámico y la aleación de aluminio puro.

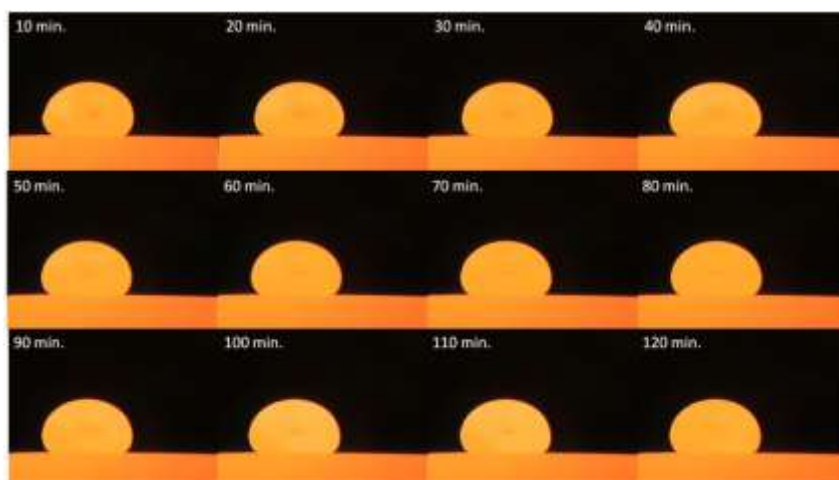


Figura 4. Fotografías del sistema MK, expuesto a la prueba de gota estática por aluminio de pureza comercial a 1100 °C por dos horas

La figura 5 corresponde al sistema MR, de una prueba de gota estática expuesta a aluminio puro a 1100°C por dos horas. Se aprecia que para dichas figura, en comparación con la anterior) muestra una mejor formación de gota, debido a que se utilizó una mayor temperatura.



Figura 5. Sistema MR expuesto a prueba de gota estática por Al a 1100 °C.

El sistema que presentó un ángulo de contacto mayor con la gota de aluminio fue el sistema MK obteniendo resultados similares a las dos temperaturas (1000 y 1100 °C) con ángulos de contacto promedios de 133.12° y 130.08° respectivamente. Otros investigadores[8] han realizado pruebas de mojabilidad bajo las mismas condiciones utilizando sustratos de mullita y temperatura de 900 °C, los resultados obtenidos presentan ángulos de contacto promedios de 109.14° menores a los obtenidos por los sistemas presentados en este estudio.

La figura 6 a, muestra las fotomicrografías y espectros EDS del sistema MK expuesto a prueba de gota estática por 2 horas, donde se observaron zonas de reacción localizadas en el

centro de la interface entre el metal líquido y el sustrato de aproximadamente 150 μm , la zona de reacción presenta una microestructura muy bien definida de la fase de alúmina y el análisis por EDS realizado en la zona media del ataque exhibe diferentes fases, una de color gris claro, la cual pertenece a la infiltración del aluminio dentro de la zona de reacción, así como la reacción característica de formación de alúmina y una tercera fase donde el análisis por EDS muestra aluminato de bario.

Para el sistema MR (figura 6 b) el análisis por EDS muestra que en la zona de reacción existen partículas de color blanco las cuales pertenecen a un aluminato de bario. Además un espectro de EDS muestra la presencia de celsiana de bario dentro de la capa de corrosión. Debido a que el análisis puntual tiene un área mayor de análisis así mismo se encuentran otros elementos que posiblemente están alrededor de la fase analizada, los cuales pertenecen a elementos como el Zr.

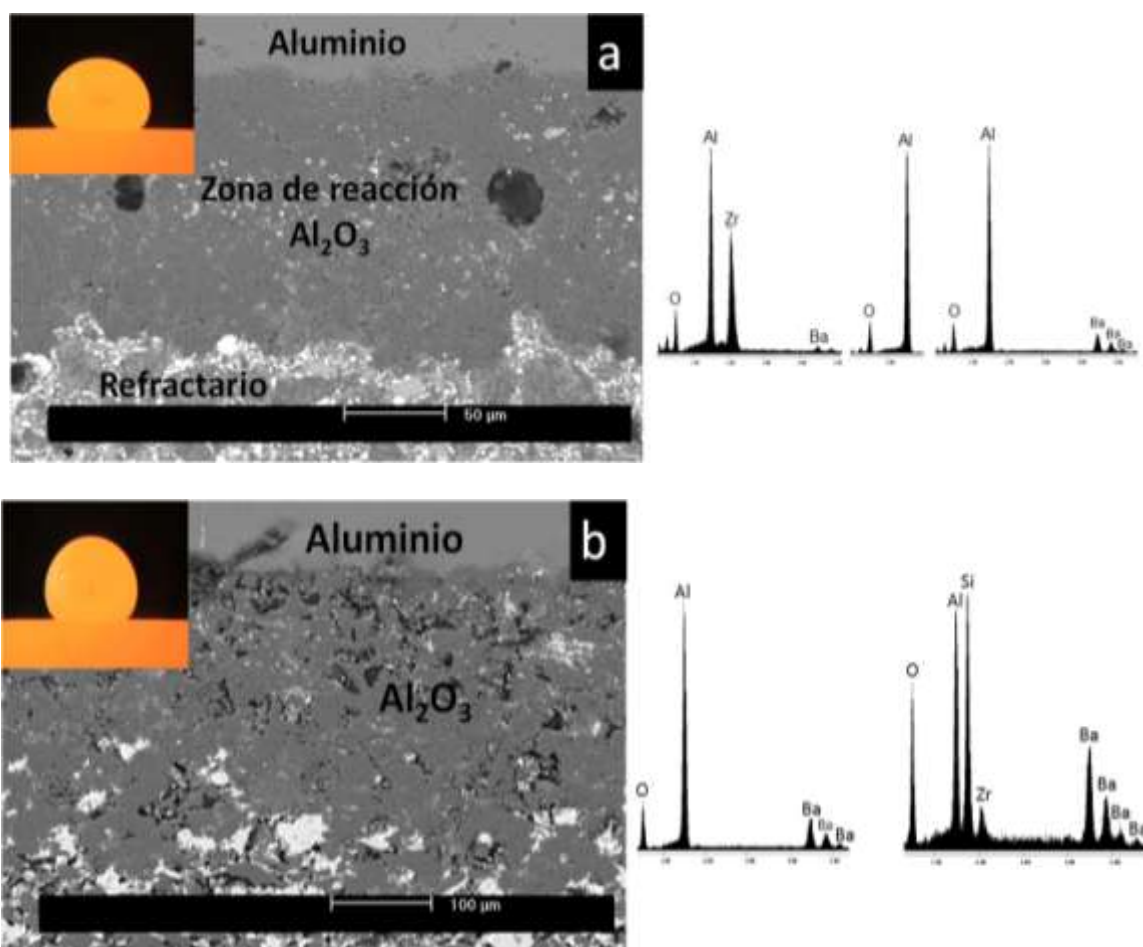


Figura 6. Microfotografías y análisis EDS de los sistemas MK (a) y MR (b) expuestos a prueba de gota estática por Al de pureza comercial a 1100°C.

4. CONCLUSIONES

Los resultados de los ángulos de contacto en las pruebas de gota estática utilizando aluminio puro como aleación mojante y temperaturas de 1000 y 1100°C en los sistemas MK y MR, muestran una variación de ángulos de 120-135° para MK y 140-145° para MR y ambas temperaturas, el aumento del ángulo de contacto en el sistema MR se le atribuye a que dicho sistema no presenta un exceso de sílice en la fase de celsiana, minimizando la formación de la capa de alúmina en el sistema.

Con respecto a los resultados obtenidos en MEB de análisis puntual se corrobora que tanto la mullita como la celsiana contenidas en el sistema MK y MR reaccionaron con el aluminio líquido, formando una zona de reacción característica. Sin embargo, la capa de reacción formada es muy pequeña en comparación con sustratos de mullita reportados por algunos investigadores.

5. REFERENCIAS

1. Polmear, J.I., *Light Alloys. Metallurgy of the light metal*: Metallurgy and Materials Science.
2. Davis, J.R., "Aluminum Production." *Aluminum and Aluminum Alloys*. . ASM Specialty Handbook: ASM International.
3. Zalensas, L.D., *Melting Practices & Furnaces. Aluminum Casting Technology*. Vol. 2. 1993: American Foundry Society.
4. Duran, C. and Y.K. Tür, *Phase formation and texture development in mullite/zirconia composites fabricated by templated grain growth*. Journal Mater SCI, 2006. **41**: p. 3303-3313.
5. Moya, J.S. and M.I. Osendi., *Microstructure and mechanical properties of mullite/ZrO₂ composites*. Journal of Materials Science, 1984. **19**: p. 2909-2914
6. Castro, M.N.I., J.M.A. Robles, and J.T. Torres, *Adición de Semillas de Mullita en la Obtención de Compósitos Refractarios Mullita-Circona a partir de Escoria de Aluminio y Circon*, in *Congreso Iberoamericano de Metalurgia y Materiales*. 2006, IBEROMET IX: Habana, Cuba.
7. Chaikina, M.V. and S. Aman, *Fracture, Grinding, Mechanical Activation and Synthesis Processes in Solids Under Mechanical Action*. Science of Sintering, 2005. **37**: p. 93-105.
8. Castro, M.N.I., *Interacción Química entre Cerámicos de Aluminosilicatos con Adiciones de Sulfatos Alcalinoterreos y Aluminio Líquido.*, in *Cerámica*. Tesis Doctoral, en proceso, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN. Unidad Saltillo: Ramos Arizpe, Coahuila.