



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“FABRICACIÓN DE UN RECIPIENTE DE MOLIENDA BASE
 Al_2O_3 POR VACIADO DE SUSPENSIONES.”**

TESIS INDIVIDUAL

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO EN MATERIALES

PRESENTA

SAMANTHA NOELLY BREÑA DOMÍNGUEZ

DIRIGIDA POR

Dr. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2015.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“FABRICACIÓN DE UN RECIPIENTE DE MOLIENDA
BASE Al_2O_3 POR VACIADO DE SUSPENSIONES.”**

TESIS INDIVIDUAL

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO EN MATERIALES

PRESENTA

SAMANTHA NOELLY BREÑA DOMÍNGUEZ

DIRIGIDA POR

Dr. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ

SINODALES

Dr. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ

DIRECTOR

Dr. JOSÉ SANTOS CRUZ

SINODAL

Dr. VICTOR MANUEL ARELLANO BADILLO

SINODAL

Dra. SANDRA ANDREA MAYEN HERNÁNDEZ

SINODAL

ÍNDICE GENERAL

Contenido	Página
ÍNDICE GENERAL	i
ÍNDICE DE CUADROS	iii
ÍNDICE DE FIGURAS	iv
RESUMEN	vii
1. ANTECEDENTES	1
1.1 Alúmina	2
1.2 Moldes de yeso	3
1.3 Sustancias coloidales	4
1.4 Suspensiones cerámicas	4
1.5 Defloculantes y dispersantes	5
1.6 Vaciado de suspensiones	7
1.6.1 Secado	8
1.6.2 Sinterizado	8
2. HIPÓTESIS	10
3. OBJETIVOS	11
3.1 General	11
3.2 Específicos	11
4. METODOLOGÍA	12
4.1 Materia Prima	12
4.2 Preparación de la suspensión	12
4.3 Pruebas para la determinación de dispersante	13
4.3.1 Polietilenglicol	13
4.3.2 Dispersante Industrial	14
4.3.3 Ácido nítrico	15
4.3.4 Citrato de Sodio	15
4.3.5 Efecto del dispersante en el vaciado al molde	16
4.4 Preparación del recipiente de molienda.	17
4.5. Medición del espesor de pared.	19

4.6 Preparación de pastillas para análisis de microestructura.	19
5. RESULTADOS	22
5.1 Prueba de dispersantes	22
5.2 Fabricación de los recipientes	24
5.3 Porcentaje de reducción.	27
5.4 Análisis de microestructura	28
6. DISCUSIÓN	30
7. CONCLUSIONES	34
8. REFERENCIAS	35

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro		Página
1	Composición para preparar suspensiones de Al_2O_3 .	5
2	Materias primas empleadas en la preparación de los recipientes de molienda	12
3	Descripción de las bolas de Al_3O_2 utilizadas para la homogenización de las suspensiones.	12
4	Propiedades de alúmina A16, similar a la que se utilizó en esta investigación.	13
5	Concentración de polietilenglicol para cada suspensión	14
6	Concentración de dispersante industrial para cada suspensión.	14
7	pH para cada suspensión.	15
8	Concentración de citrato de sodio para cada suspensión	16
9	Número de veces que se vacía la suspensión y tiempo de permanencia en el molde.	17
10	Descripción de la preparación de las pastillas	21
11	Precipitación con polietilenglicol para cada suspensión	22
12	Precipitación con dispersante industrial para cada suspensión.	22
13	Precipitación con ácido nítrico para cada suspensión	23
14	Precipitación con citrato de sodio para cada suspensión.	23
15	Repetición de los mejores resultados de cada dispersante	24
16	Porcentaje de reducción con respecto al tiempo de permanencia de cada recipiente.	28

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Página
1	Esquema de las etapas típicas del procesamiento cerámico	2
2	Variación del potencial zeta con el pH para la alúmina pura	7
3	Secuencia de los pasos en vaciado de suspensiones	8
4	Rampa de sinterización de los recipientes cerámicos	17
5	Ilustración de la tela yute, usada como lienzo	18
6	Metodología de la fabricación de un recipiente de molienda.	19
7	Crisoles sin utilizar lienzo	24
8	Recipiente sinterizado sin secado previo	25
9	Aspecto externo de recipiente elaborado utilizando HNO_3 pH=5	25
10	Interior del recipiente elaborado con HNO_3 pH=5	26
11	Aspecto externo de a) Recipiente elaborado con polietilenglicol al 2% vol; b) recipiente elaborado con citrato de sodio al 0.7 % vol	26
12	Comparación de los espesores de los recipientes	27
13	Imagen MEB a 500X de a) pastilla 1 (control), b) pastilla 2, c) pastilla 3, d) pastilla de HNO_3	29
14	Gráfica de barras de la comparación de la densidad para cada dispersante.	31
15	Gráfica de Espesor vs Tiempo de los crisoles sinterizados	32
16	Imagen MEB a 2000X de a) pastilla 1 (control), b) pastilla 2, c) pastilla 3, d) pastilla de NHO_3	33

AGRADECIMIENTOS

Primeramente quiero agradecer a Dios, por permitirme llegar hasta este momento, que sin duda sin él para mí hubiera sido imposible lograrlo. Atravesé por muchas pruebas difíciles durante estos años, pero gracias a todas esos tropiezos, hoy soy lo que soy, y nunca me dejaste sola, pusiste en mi camino seres increíbles que me ayudaron a levantarme cuando mis fuerzas estaban vencidas, me enseñaste que por mis propias fuerzas era imposible, pero que si confiaba en ti, tú nunca me fallarías y no lo has hecho hasta hoy.

Me diste los mejores padres que cualquier persona pudiera desear, una madre que no se cansó de orar por mí de día y de noche, y que no importaba que tan cansada se sintiera siempre procuró de mi salud preparando deliciosas comidas que disfrutaba y me subían el ánimo. Siempre tuvo palabras de aliento y una sonrisa cuando regresaba a veces derrotada, a veces cansada y otras pocas triunfando, pero nunca dudó de mí, ni por un segundo. De igual forma me diste un padre que siempre apoyó cada una de mis decisiones, me impulsó a no conformarme y siempre ir por más, que siempre tenía una opinión sabia que darme y que no dudó de mi capacidad para terminar esta carrera en donde tú me pusiste.

Otra persona que pusiste en mi vida es Francisco, que sin darme cuenta se volvió parte fundamental en esta etapa de mi vida, que soportó cada mal rato que tuve (que fueron demasiados) y nunca se alejó de mi lado, hasta ahora.

Gracias Señor por cada uno de los amigos que pusiste en mi camino que fueron de mucha ayuda en los momentos en que quise rendirme, que siempre tenían palabras de aliento que darme en la desesperación del sentir que ya no podía más.

A mi gran familia que no vi mucho durante estos años, pero que sé que siempre que tenían la oportunidad preguntaban por mí y se alegraban al saber de mi progreso.

Agradezco de forma muy especial:

Por poner en mí camino al Dr. José de Jesús Coronel, porque sin él, que me dio la oportunidad de trabajar en su proyecto, no hubiera encontrado la pasión que ahora siento en la fabricación de cerámicos.

Gracias por cada uno de los sinodales que tengo y por los profesores que a lo largo de estos años compartieron de su conocimiento y experiencia a través de cada una de las clases que impartieron.

Y por supuesto agradezco que me permitieras ser parte de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Querétaro, la cual me formó con ayuda de cada uno de los miembros que trabajan en ella, y que sin esta alma mater, yo no me encontraría escribiendo las bendiciones que has derramado sobre mí a través de las múltiples personas que colocaste en mi vida.

RESUMEN

La técnica de vaciado de suspensiones consiste en vaciar una suspensión en un molde de yeso para que por capilaridad absorba el líquido y dé como resultado una pieza sólida. En este trabajo se puso a prueba 3 dispersantes diferentes: polietilenglicol, citrato de sodio y un dispersante comercial; y se estudió el efecto en la variación del pH sobre la estabilidad de la suspensión $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}$ con lo que se determinó el mejor dispersante para la preparación de la solución que se utilizó para la fabricación de las piezas cerámicas. Los resultados demostraron que el polietilenglicol y el citrato de sodio son los mejores dispersantes ya que las muestras fabricadas con polietilenglicol y citrato de sodio tuvieron muy buen acabado. Aunque no existe diferencia apreciable en densidad y debido a la facilidad en el manejo durante el procesamiento se prefirió el polietilenglicol sobre el citrato de sodio. Además de que los resultados de MEB confirman que los mejores resultados de las suspensiones se obtuvieron utilizando polietilenglicol. Se logró fabricar un recipiente de molienda con un espesor máximo de 0.41 cm después de sinterizado con un tiempo máximo de permanencia de la suspensión en el molde de 6 minutos.

1. ANTECEDENTES

Los productos denominados materiales cerámicos avanzados presentan marcadas diferencias, en cuanto a composición química, propiedades y técnica utilizada para su fabricación, respecto a los productos cerámicos convencionales, por lo que merecen ser considerados aparte.

Por definición, se trata de materiales inorgánicos, de microestructura controlada, de finísimos granos cristalinos (del orden de una micra) obtenidos por purificación de materias primas naturales o sintéticas, en orden de obtener unas propiedades superficiales que permitan funciones muy específicas, realizados por técnicas muy elaboradas, con exhaustivo control de la composición y de la microestructura (Morales, 2005).

El procesamiento cerámico es el conjunto de operaciones por las que, a partir de uno o varios polvos de partida, se logra obtener una pieza de forma y estructura deseada. Para la fabricación de un producto, se requiere el establecimiento de una sistemática que nos permita ejercer un adecuado control en cada una de las etapas del proceso, ya que las propiedades del sistema en cada etapa determinarán las restantes. En el procesamiento cerámico se parte de polvos, naturales o sintéticos, los tratamientos a los que se someterá el polvo dependerán de la forma y del tamaño de la pieza a obtener y de la uniformidad microestructural deseada. Tras ser consolidada la pieza en verde se somete a un ciclo térmico, tras el cual adquiere sus propiedades finales. Durante cada una de estas etapas es posible que se introduzcan defectos o heterogeneidades que darán como resultado un mal acabado de la pieza finalizada. La secuencia típica de fabricación de un producto cerámico se muestra en la figura 1 (Moreno, 2000).

1.1 Alúmina

La bauxita se utiliza principalmente para la fabricación de aluminio, aunque una cantidad considerable se utiliza para la fabricación de sulfato de aluminio y alumbre cristalizado. A fin de producir comercialmente aluminio, la bauxita se convirtió en

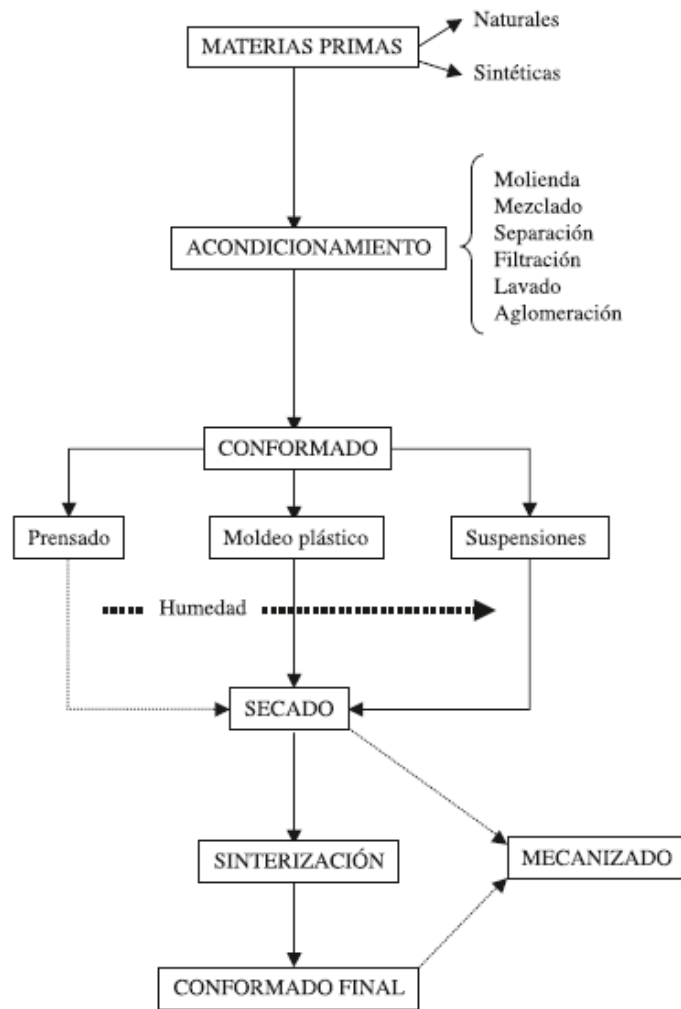


Figura 1. Esquema de las etapas típicas del procesamiento cerámico (Adaptado de Moreno, 2000).

alúmina mediante el proceso Bayer, que fue patentado por Karl Josef Bayer en 1888 y sigue siendo utilizado en la actualidad.

De la bauxita extraída en todo el mundo, aproximadamente el 85% se convirtió en alúmina mediante el proceso Bayer para producir metal de aluminio. Un 10% adicional se utiliza en aplicaciones no metalúrgicas de diversas formas de alúmina, y el 5% restante se utiliza para aplicaciones de bauxita no metalúrgica, tales como abrasivos, refractarios, aditivos de cemento, y productos químicos de aluminio (Plunkert, 2000).

La $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, o corindón, es la única fase estable termodinámicamente del óxido de

aluminio a temperatura ambiente. Esta fase presenta una elevada dureza, siendo el mineral más duro existente después del diamante. La $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ cristaliza en el sistema hexagonal-romboédrico. Su red cristalina representa un empaquetamiento hexagonal compacto de iones O^{2-} , en el que dos tercios de los huecos octaédricos formados por cada seis iones O^{2-} están ocupados por los iones Al^{3+} (Chacón, 2007).

En cuanto a la toxicidad, la alúmina empleada para fabricar refractarios, placas de horno, como apoyo de piezas de porcelana durante la cocción, o como ingrediente en la preparación de pastas y esmaltes de muy alta temperatura, no presenta en sí toxicidad al ser ingerida o contactada ocasionalmente en cantidades normales. El riesgo ocurre cuando se le sopletea en forma de polvo finísimo, ya que se usa molida a mallas muy finas (en la regla inferiores al N° 200) (Chiti, 2000).

1.2 Moldes de yeso

Los moldes de yeso se han usado desde la antigüedad para conformar piezas cerámicas. Esta aplicación es todavía actual por la gran demanda de piezas que se obtienen mediante el método de vaciado de suspensiones, ya que es un proceso sencillo, económico y flexible, en comparación de otros procesos como el prensado isostático o la extrusión para la producción de piezas cerámicas.

Un yeso cerámico es al que se le han sido ajustadas sus propiedades para controlar la absorción de agua, lo que está relacionado con la porosidad del molde y esto a su vez está relacionado con su tiempo de fraguado y con la relación agua/polvo (A/P) en la suspensión (Samperio, 2013).

1.3 Sustancias coloidales

Los métodos actuales a nivel industrial para la fabricación de cuerpos cerámicos en verde con formas complicadas incluyen prensado en seco, vaciado de suspensiones, vaciado a presión de suspensiones y moldeo por inyección. Todos estos métodos de formación comienzan con una suspensión donde las partículas de cerámica se mezclan con un líquido o polímero fundido, un dispersante apropiado, y posiblemente otros aditivos; tales como aglutinantes, plastificantes

entre otros. Con el aumento de conocimientos sobre los efectos perjudiciales de los diferentes tipos de heterogeneidades en las propiedades del material, un concepto llamado procesamiento coloidal ha sido aplicado con éxito para mejorar los productos. El concepto de procesamiento coloidal consiste en la manipulación y el control de las fuerzas entre partículas en suspensiones de polvo, con el fin de eliminar las heterogeneidades y optimizar las propiedades de la suspensión. Por ejemplo, las fuerzas de repulsión entre partículas se pueden utilizar para crear suspensiones coloidalmente estables donde aglomerados débiles se descomponen, facilitando la buena mezcla de diferentes polvos. Aglomerados grandes y duros también se pueden eliminar por sedimentación de la filtración en fracciones de bajo volumen. Las suspensiones coloidales estables por lo general facilitan la buena mezcla de diferentes polvos (Bergström, 2001).

1.4 Suspensiones cerámicas.

Las suspensiones se formulan típicamente para disminuir esfuerzos de corte y tener una viscosidad aparente debajo de 2000 mPa·s a un llenado de molde en el rango de 1-10 s⁻¹. Este comportamiento de la viscosidad es conveniente para mezclar y bombear, y para fluir cuando el molde se llena (Reed, 1995).

La composición para el vaciado está dada en el cuadro siguiente.

1.5 Defloculantes y dispersantes

Un defloculante es una sustancia soluble alcalina que permite que las partículas cerámicas queden suspendidas en la barbotina. La adición de defloculantes provoca un cambio en las cargas eléctricas de los bordes de las partículas de cerámica de positivo a negativo, lo que causa que las partículas se repelen entre sí. Con suficiente agua alrededor de cada partícula para crear una pequeña envoltura, las partículas flotan en la barbotina (Martin, 2006).

En sistemas de procesado acuosos de materiales cerámicos, los dispersantes son esenciales para obtener suspensiones estables y para la formación exitosa de componentes con alta resistencia y homogeneidad. El rol de los dispersantes es

Cuadro 1. Composición para preparar suspensiones de Al_2O_3 (adaptado de Reed, 1995).

Material	Concentration (vol%)	
	Porcelain	Alumina
Alumina		40-50
Silica	10-15	
Feldspar	10-15	
Clay	15-25	
Water	45-60	50-60
	<u>100 vol%</u>	<u>100 vol%</u>
Processing additives (wt %)		
Deflocculant		
Na silicate	<0.5	
NH_4 polyacrylate		0.5-2
Na citrate		0.0-0.5
Coagulant		
CaCO_3	<0.1	
BaCO_3	<0.1	
Binder		
Na carboxymethylcellulose		0.0-0.5

crear suspensiones cerámicas con buena dispersión a través de la adecuada repulsión entre partículas (Palmqvist y Holmberg, 2008).

La calidad del cuerpo en verde que se forma, depende de lo bien que se prepara la dispersión. Las grietas de secado, los poros de aire en la dispersión, la segregación de los componentes mezclados, y los gradientes de densidad se controlan o son por lo menos parcialmente controlados por las propiedades coloidales de la barbotina.

El polvo puede ser tratado antes de vaciarse para eliminar aglomerados. Una forma de hacer esto es mediante el uso de la sedimentación. La sedimentación elimina en teoría todas las partículas grandes o aglomerados por encima de un cierto tamaño. La sedimentación se lleva a cabo a baja concentración de sólidos, donde la

velocidad de sedimentación de las partículas esféricas puede ser calculada usando la ley Stokes (Pugh, 1994).

Estudios previos han comparado diferentes tipos de dispersantes comerciales con el fin de conocer cual posee mejores propiedades dispersantes a las mismas condiciones, concluyendo que el mejor dispersante de los puestos a prueba es el Carbowax cuyo componente principal es el polietilenglicol. Ya que da una dispersión estable, alcanzó más rápidamente el equilibrio, es fácil de filtrar y es infinitamente miscible en agua (Lupton y Shelby, 1970).

El grado de dispersión de un material influye en el empaquetamiento del mismo (densidad del cuerpo en verde) y, por lo tanto, en el comportamiento durante la sinterización. Krell y colaboradores demostraron que para obtener un material de alúmina con una elevada densidad lo más importante es que exista una homogeneidad de tamaños de partícula en el material de partida. Por lo que se realizaron una serie de experimento para conseguir una adecuada dispersión y lograr obtener un buen empaquetamiento del cuerpo en verde preparando soluciones de barbotinas variando el pH entre 2-12 y midiendo la movilidad electroforética de las partículas en la suspensión. El potencial zeta de una suspensión está directamente relacionado con el grado de dispersión de dichas partículas en la misma. Según estudios de electroforesis, cuanto mayor es el valor absoluto del potencial zeta, más dispersas están las partículas en una suspensión.

En la figura 2 se muestra el efecto del pH de trabajo sobre la movilidad electroforética de las partículas. Se puede ver que la alúmina presenta su punto isoeléctrico a un pH de 9.5, y se puede observar que a partir de un pH menor o igual a 6.5 se alcanza una meseta ya que el valor del potencial zeta permanece prácticamente constante, indicando a pH menores la suspensión está estabilizada (Suarez y col, 2009).

1.6 Vaciado de suspensiones

El vaciado de suspensiones es un método que ha sido usado por mucho tiempo en

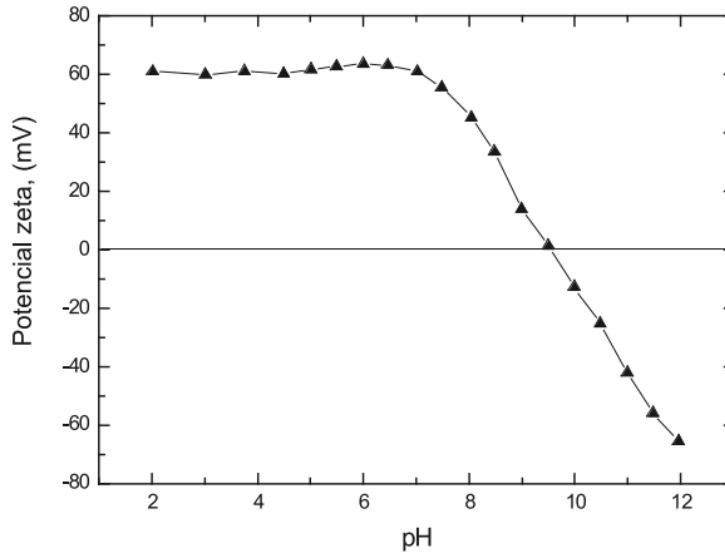


Figura 2. Variación del potencial zeta con el pH para la alúmina pura (Adaptado de Suarez y col, 2009).

la manufactura de materiales cerámicos tradicionales y cerámicos avanzados o técnicos. El vaciado de suspensiones es un proceso de filtración en el cual un polvo en suspensión (usualmente una suspensión base agua) es introducida a un molde de yeso, el cual por su porosidad genera fuerzas de capilaridad que remueven el líquido de la suspensión. Cuando el líquido filtrado se succiona dentro del molde de yeso, las partículas de polvo son forzadas hacia la pared del molde y gradualmente va creciendo una capa consolidada (Pech, 2005).

Las ventajas del vaciado de suspensiones como método de formado son principalmente la obtención de piezas de formas complejas con buena homogeneidad del material. Además el material del molde (yeso) es barato.

Una de las desventajas del método es que se requiere de tiempos largos para obtener capas de un espesor considerable (Rice, 2003).

1.6.1 Secado

Básicamente el secado (perdida de agua) y la quema de los aglutinantes y plastificantes orgánicos ocurren a temperaturas relativamente bajas de 400° a 700°C. Durante el secado y la quema, la pieza se contrae y se inducen esfuerzos

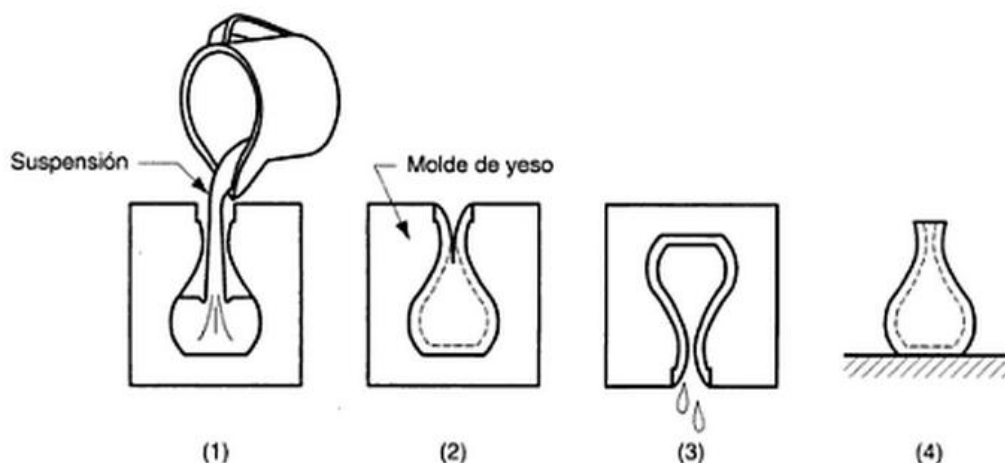


Figura 3. Secuencia de los pasos en vaciado de suspensiones: (1) se vacía la suspensión en la cavidad del molde, (2) el agua es absorbida por el molde de yeso para formar una capa firme, (3) el exceso de suspensión se vacía afuera, (4) se retira la parte del molde y se recorta (Adaptada de Groover, 1997).

térmicos y de secado. Por lo tanto, aunque este proceso parece relativamente simple, pueden formarse grietas y defectos que quizá no se eliminen por fusión o altas temperaturas. Si el cuerpo en verde no se seca de manera uniforme, se produce una contracción no simétrica o diferencial que provoca alabeo en la pieza formada. Se produce alabeo cuando los esfuerzos térmicos inducidos por el secado y la contracción deforman la cerámica cruda relativamente débil (Mangonon, 2001).

1.6.2 Sinterizado.

En la fabricación de cerámicos la sinterización se basa en la transformación de un producto poroso compacto en otro denso y coherente. La sinterización se utiliza de modo generalizado para producir formas cerámicas de por ejemplo, alúmina, berilio, ferritas y titanatos.

En el proceso de sinterización las partículas coalescen por difusión en estado sólido a temperaturas muy altas pero por debajo del punto de fusión del compuesto que se desea sinterizar. Por ejemplo, una bujía aislante fabricada con alúmina se sinteriza a 1600 °C (y el punto de fusión de la alúmina es de 2050 °C). En la sinterización, la difusión atómica tiene lugar entre las superficies de contacto de las

partículas a fin de que resulten químicamente unidas. A medida que el proceso continúa, las partículas más grandes se forman a expensas de las más pequeñas (Smith, 1998).

2. HIPÓTESIS

Es posible controlar el espesor de pared de piezas cerámicas de alúmina, mediante el tiempo de permanencia en el molde y la concentración de la suspensión.

3. OBJETIVOS

3.1 General.

- Fabricar un recipiente para molienda base Al_2O_3 por el método de vaciado de suspensiones.

3.2 Específicos.

- Determinar la concentración ideal de Al_2O_3 , H_2O y dispersante para preparar una suspensión homogénea.
- Encontrar el reactivo dispersante más apropiado para obtener la mejor dispersión en la suspensión.
- Determinar el tiempo de permanencia en el molde, así como número de veces que hay que vaciar, para obtener el espesor deseado en la pieza cerámica
- Determinar el % de reducción en dimensiones aproximado después de la sinterización.

4. METODOLOGÍA

4.1 Materia prima

En el cuadro 2 se muestran los reactivos utilizados para la elaboración de los recipientes de molienda.

Cuadro 2. Materias primas empleadas en la preparación de los recipientes de molienda

REACTIVO	MARCA	NOMBRE
Al_3O_2	Rosber	Alúmina calcinada A13
$\text{HO}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$	Golden Bell grado U.S.P/N.F	Polietilenglicol
Desconocido	Desconocida	Dispersante industrial
HNO_3	J.T. Baker	Acido nítrico
$\text{NaH}_2(\text{C}_3\text{H}_5\text{O}(\text{COO})_3)$	J.T. Baker	Citrato de sodio

Cuadro 3. Descripción de las bolas de Al_3O_2 utilizadas para la homogenización de las suspensiones.

Bolas	Diámetro (mm)
Chicas	5
Grandes	16

4.2 Preparación de la suspensión

Para la preparación de la suspensión cerámica se utilizó Alúmina calcinada A13 (las especificaciones de este tipo de Alúmina se muestra en el cuadro 4) con agua desionizada.

La relación inicial con la que se preparó la suspensión fue 50/50 % vol de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}$. Se midieron 100 mL de Alúmina en un vaso de precipitados de 100 mL cuyo peso fue de 59.6338 g y se mezcló con 100 mL de H_2O .

Cuadro 4. Propiedades de alúmina A16, similar a la que se utilizó en esta investigación. (Tomado de Pech, 2005)

Tipo	A16
Análisis Químico (% peso)	
Al_2O_3	99.08
Na_2O	0.07
SiO_2	0.02
Fe_2O_3	0.01
MgO	0.03
Propiedades Físicas	
Alúmina Alfa (%)	95
Tamaño último del cristal, μm	0.4
Tamaño medio del partícula (D50), μm	0.4
BET Superficie Específica, m^2/g	9.5
Propiedades Cerámicas	
Densidad después del sinterizado, g/cm^3	3.91
Densidad en verde g/cm^3	2.18
Contracción, %e	17.7

4.3 Pruebas para la determinación de dispersante

Para la realización de las pruebas de dispersantes, la preparación de la suspensión fue la misma como se describe en el punto anterior.

4.3.1 Polietilenglicol

Se colocaron 50 mL de la suspensión en 4 recipientes de molienda y a cada uno se le añadió la cantidad de polietilenglicol que muestra en el cuadro siguiente:

Cuadro 5. Concentración de polietilenglicol para cada suspensión.

Recipiente	Concentración (% vol)	Volumen de polietilenglicol (mL)
1	1	0.50
2	2	1.0
3	3	1.5
4	4	2.0

A cada recipiente se le colocaron 3 bolas de molienda grandes y 3 chicas y se agitaron en el molino planetario por 1 hora a 400 rpm. Finalizado el tiempo de molienda se tomaron 20 mL de cada suspensión y se colocaron en tubos de ensaye de 18X100 mL y se dejaron reposar por un lapso de 1 hora (tiempo suficiente para vaciar la suspensión en el molde de yeso y obtener un buen espesor de pared). Una hora después se midió con ayuda de un vernier la distancia que había recorrido el precipitado para cada tubo.

4.3.2 Dispersante Industrial

El procedimiento fue el mismo sólo fue variado el dispersante (proporcionado por Porcelanite) y la cantidad del mismo como lo muestra el cuadro:

Cuadro 6. Concentración del dispersante industrial para cada suspensión

Recipiente	Concentración (% vol)	Volumen de dispersante industrial (mL)
5	0.5	0.3
6	1	0.5
7	1.5	0.8
8	42	1

De igual manera después de mantener cada suspensión en los tubos de ensaye por una hora, con ayuda del vernier se midieron las distancias que recorrió el precipitado.

4.3.3 Ácido Nítrico

El ácido nítrico fue usado para ajustar el pH a una escala ácida ya que como lo muestran artículos anteriores (Suarez y col. 2009), la suspensión alcanza una buena estabilidad. El pH fue medido con tiras pH y se utilizaron los siguientes volúmenes para alcanzar las escalas que muestra el cuadro 7.

Cuadro 7. pH para cada suspensión.

Recipiente	pH	Volumen de HNO ₃ (mL)
9	2	1.5
10	3	1
11	4	0.5
12	5	0.3

Al igual que los dos dispersantes anteriores se dejaron reposar las suspensiones en los tubos por 1 hora y se midió el desplazamiento del precipitado.

4.3.4 Citrato de Sodio

Ya que el citrato de sodio es un reactivo sólido se hizo uso de su densidad ($\rho = 1.70 \text{ g/cm}^3$) para trabajar con el rango de concentración volumétrica que tiene la literatura (Reed 1995), el cuadro 8 muestra las cantidades de citrato de sodio que fueron pesadas.

Cuadro 8. Concentración de citrato de sodio para cada suspensión

Recipiente	Concentración (% vol)	Volumen de citrato de sodio (mL)	Gramos de citrato de sodio (g)
13	0.1	0.05	0.85
14	0.3	0.15	0.255
15	0.5	0.25	0.425
16	0.7	0.35	0.595

Para la determinación del desplazamiento del precipitado se realizó lo ya descrito para los otros 3 dispersantes.

4.3.5 Efecto del dispersante en el vaciado al molde

Se utilizaron las soluciones de los recipientes 2, 11 y 16 para hacer una prueba del efecto que tenían sobre la técnica de vaciado de suspensiones.

La preparación de las suspensiones fue la misma y a cada una se le añadió el dispersante y la cantidad necesaria según las tablas anteriores, se agitaron en el molino planetario por una hora y se procedió a vaciar en el molde de yeso con ayuda de una lienzo para disminuir la cantidad de burbujas, se debe de mencionar que se utilizó el mismo molde para las 3 suspensiones, lo que exigió un lapso de 2 días entre cada vaciada.

La cantidad de veces que se vació la suspensión en el recipiente y el tiempo de permanencia que tuvo en el molde fue el mismo para cada una y se muestra en el cuadro siguiente.

Cuadro 9. Número de veces que se vacía la suspensión y tiempo de permanencia en el molde.

Número de vaciadas	Tiempo de permanencia
1	1 min
2	1 min
3	1 min
4	1 min

Cada recipiente se dejó secar por 2 días a temperatura ambiente, antes de sinterizar se metieron a la mufla por 2 horas a 200°C. El proceso de sinterización se llevó a cabo a una temperatura de 1600 °C por 2 horas, como se observa en la Fig. 4.

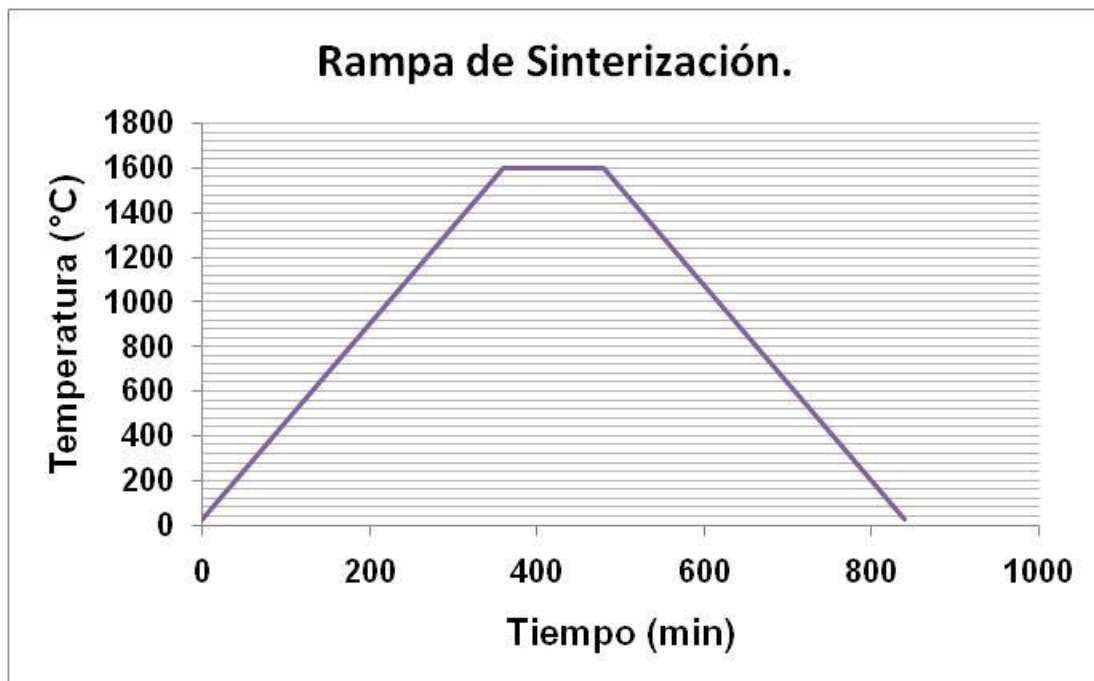


Figura 4. Rampa de sinterización de los recipientes cerámicos.

4.4 Preparación del recipiente de molienda.

Para la fabricación del recipiente de molienda se preparó una suspensión con una relación de 50/50 % de vol de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}$ y 2% en vol de polietilenglicol.

Primeramente se midieron 200 mL de Al_2O_3 en un vaso de precipitados de 250 mL cuyo peso fue de 122.545 g y se mezclaron con 200 mL de H_2O , se midió de esta suspensión 200 mL y se le añadió el dispersante polietilenglicol al 2% en vol que fueron 4 mL, se dividió la suspensión en 4 recipientes para molienda, se le colocaron a cada uno 3 bolas grandes de alúmina y 5 pequeñas y se colocaron en el molino planetario por 1 hora para lograr la homogenización de la suspensión con el dispersante. Finalizado el proceso de homogenización la suspensión se colocaba en un vaso de precipitados y se disponía a vaciar la suspensión en el molde de yeso.

Previamente al vaciado, el molde de yeso debe ser lijado con una lija de agua 1500 para retirar residuos de alúmina que pudieran estar adheridos por vaciadas anteriores. La utilización de un lienzo sobre el vertedero del molde es de suma importancia ya que ayuda a disminuir la cantidad de burbujas que pudiera traer la suspensión, en este caso como lienzo se utilizó la tela llamada “yute” la cual se humedecía antes de vaciar la suspensión en el molde de yeso. La figura 5 muestra la apariencia de la tela yute, utilizada como lienzo.



Figura 5. Ilustración de la tela yute, usada como lienzo.

Se fabricaron varios recipientes utilizando el mismo desarrollo para la preparación de la suspensión, del molde y del lienzo sólo variando la cantidad de veces que se

vaciaba pero manteniendo constante el tiempo de permanencia de la suspensión en el molde. Se muestra el esquema de la fabricación en la Fig. 6.

El número de vaciadas con las que se trabajó fue de 4, 5 y 6 veces.

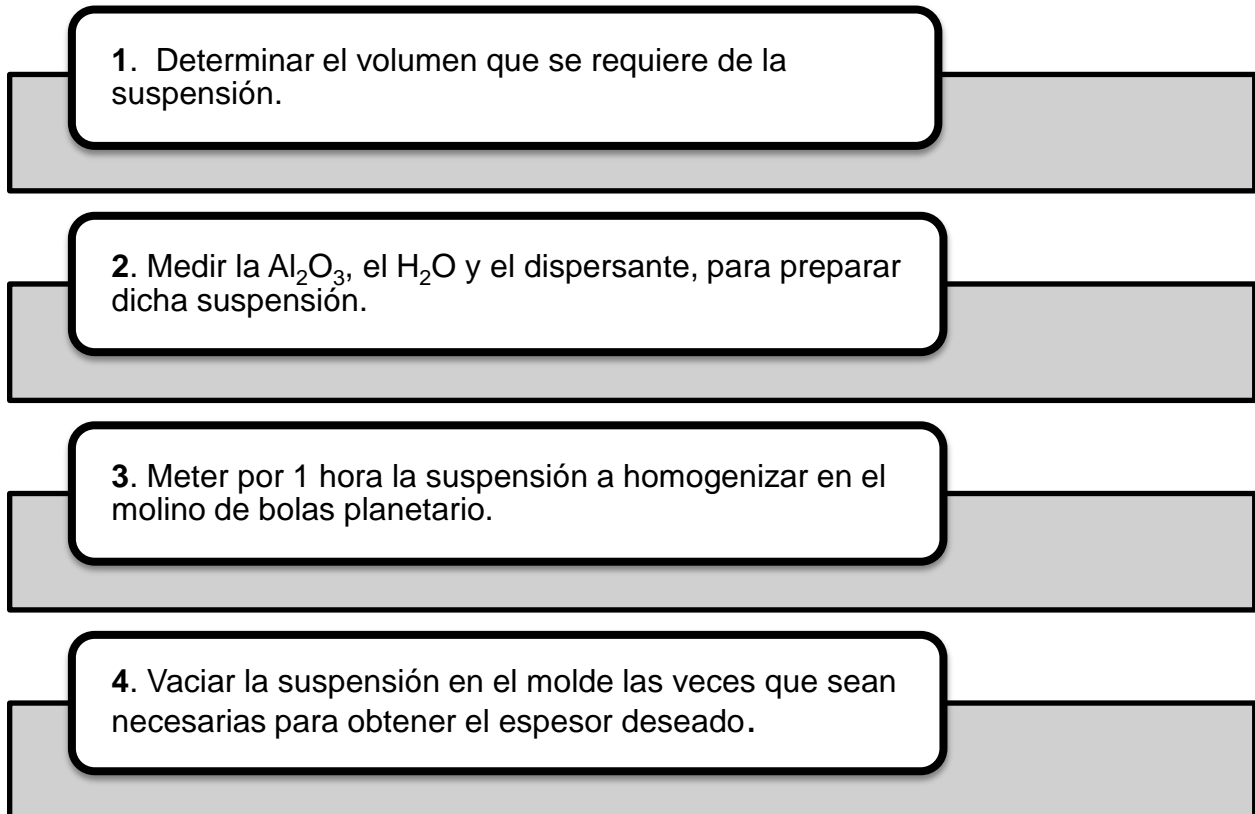


Figura 6. Metodología de la fabricación de un recipiente de molienda.

4.5. Medición del espesor de pared

Para medir el espesor de pared se utilizó un vernier. Los recipientes se midieron antes y después de sinterizados.

Para la medición de los recipientes antes del sinterizado era muy importante tener sumo cuidado de no romper o dañar la orilla del recipiente.

4.6 Preparación de pastillas para análisis de microestructura

Las pastillas fueron preparadas y se enumeraron según su procesamiento de molienda de la siguiente forma:

Pastilla 1; La preparación de la pastilla 1 fue sin ningún procedimiento extra de molienda, con la finalidad de que sirviera como pastilla control.

Pastilla 2; Se pesaron 50 g de Alúmina y se mezclaron con 50 g de agua, la suspensión se colocó en el recipiente de molienda junto con bolas de aproximadamente 5 mm y 11 mm (mezcla bolas chicas) por 2 horas a 400 rpm. Terminado el tiempo de molienda se colocó en un refractario y se metieron a secar en el horno a 100 °C por 12 horas. Una vez seca la suspensión se volvió a pesar 50 g de alúmina y se preparó la suspensión cerámica como se explicó en el punto 4.3.

Pastilla 3; Se pesaron 50 g de Alúmina y se mezclaron con 50 g de agua, la suspensión se colocó en el recipiente de molienda junto con bolas de aproximadamente 11 mm y 16 mm (mezcla bolas grandes) por 2 horas a 400 rpm. Terminado el tiempo de molienda se colocó en un refractario y se metieron a secar en el horno a 100 °C por 12 horas. Una vez seca la suspensión se pesó 50 g de alúmina y se preparó la suspensión cerámica como se explicó en el punto 4.3.

Pastilla 4; Para la pastilla 4 se preparó la suspensión de acuerdo al punto 4.2.3 con un pH de 12, con el fin de que sirviera como comparación de las pastillas preparadas con el dispersante polietilenglicol.

Cada pastilla se formó vaciando la suspensión dentro de un tubo PVC, sobre un molde de yeso, se dejaron secar a temperatura ambiente por 2 días y posteriormente se metieron a secar en la mufla a 200 °C por 2 horas. Una vez secas las pastillas se metieron a sinterizar con las mismas condiciones que los recipientes cerámicos.

El cuadro 10 muestra de forma sintetizada la manera de fabricar cada una de las pastillas ya descritas.

Cada pastilla se sometió a un corte transversal, se pulió con lijas de los números, 600, 1000, 1200 y 1500 girando 90° cada vez que se cambió de lija, se pulieron en paño con una solución de alúmina de 0.5 μm y fueron atacadas por tratamiento térmico a la temperatura de sinterización por 30 minutos.

Las pastillas fueron caracterizadas por microscopio electrónico de barrido. Se tomaron fotografías para comparar las microestructuras obtenidas.

Cuadro 10. Descripción de la preparación de las pastillas.

Pastilla	Dispersante	Tamaño de bolas	Molienda	Revelado
1 (Control)	Polietilenglicol	Aleatorias	Sin molienda previa	Se sometió a TT a la temperatura de sinterización por 30 minutos.
2	Polietilenglicol	Bolas chicas	1 h en el molino planetario	Se sometió a TT a la temperatura de sinterización por 30 minutos.
3	Polietilenglicol	Bolas grandes	1 h en el molino planetario	Se sometió a TT a la temperatura de sinterización por 30 minutos.
4	Ácido nítrico	Aleatorias	Sin molienda previa	Se sometió a TT a la temperatura de sinterización por 30 minutos.

5. RESULTADOS

5.1 Prueba de dispersantes.

Los cuadros 11, 12, 13 y 14 muestran los resultados obtenidos para cada dispersante estudiado a diferentes concentraciones, utilizando el mismo modo de preparación de la suspensión. Los resultados están dados en distancia que precipitó la suspensión después de 1 hora de reposo. Fueron medidos con ayuda de un vernier.

Cuadro 11. Precipitación con polietilenglicol para cada suspensión

Tubo	Concentración (% vol)	Volumen de polietilenglicol (mL)	Distancia al nivel del menisco (cm)
1	1	0.50	0.70
2	2	1	0.24
3	3	1.5	0.42
4	4	2	0.62

Cuadro 12. Precipitación con dispersante industrial para cada suspensión.

Tubo	Concentración (% vol)	Volumen de dispersante industrial(mL)	Distancia al nivel del menisco (cm)
5	0.5	0.3	0.61
6	1	0.5	0.34
7	1.5	0.8	0.43
8	42	1	0.38

Cuadro 13. Precipitación con ácido nítrico para cada suspensión.

Tubo	pH	Volumen de HNO ₃ (mL)	Distancia al nivel del menisco (cm).
9	2	1.5	0.84
10	3	1	0.73
11	4	0.5	No apreciable
12	5	0.3	No apreciable

En la realización de la prueba de dispersión con el citrato de sodio, se descartó la realizada en el tubo #13 debido a que al término de la homogenización, una gran cantidad de suspensión se quedó pegada en el fondo del recipiente.

Cuadro 14. Precipitación con citrato de sodio para cada suspensión.

Tubo	Concentración (% vol)	Volumen de citrato de sodio (mL)	Gramos de citrato de sodio (g)	Distancia al nivel del menisco (cm).
13	0.1	.05	0.85	Se descarta.
14	0.3	0.15	.255	0.46
15	0.5	0.25	.425	0.44
16	0.7	0.35	.595	0.24

Para cada mejor resultado de los dispersantes se realizó una repetición del procedimiento, para corroborar los resultados, los cuales se muestran en el cuadro 15. El tubo 11 que contenía HNO₃ con pH=4 se descartó, ya que se observó que una gran cantidad de Al₂O₃ se quedó depositada en el fondo del recipiente en el que se colocó para ser homogenizado en el molino de bolas planetario.

Cuadro 15. Repetición de los mejores resultados de cada dispersante.

Tubo	Distancia al nivel del menisco (cm).	Observaciones
2	0.26	La precipitación comenzó a ser visible a los 15 min de espera.
6	0.36	La precipitación comenzó a ser visible a los 15 min de espera.
11	---	Se descartó.
12	---	No se logró observar precipitación
16	0.28	La precipitación fue visible a los 20 minutos de espera.

5.2 Fabricación de los recipientes.

La necesidad de utilizar un lienzo se demuestra en la figura 7, donde el crisol obtenido contiene una gran cantidad de imperfecciones.

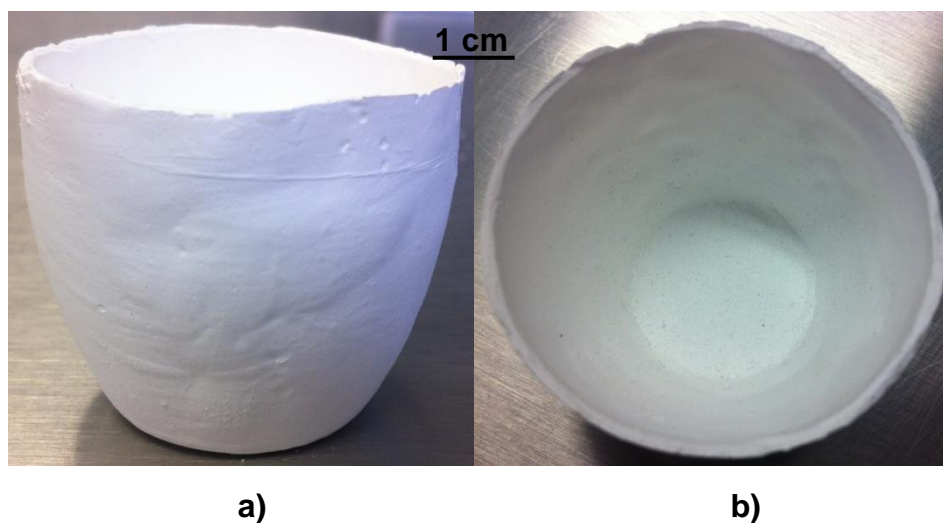


Figura 7. Crisoles sin utilizar lienzo; a) Aspecto externo del crisol. b) Aspecto interno del crisol.

Los primeros crisoles elaborados tuvieron un tiempo de secado de 1 semana a temperatura ambiente, al meterlos a sinterizar, crisoles con grandes grietas se obtuvieron al sacar del horno, como se muestra en la figura 8.

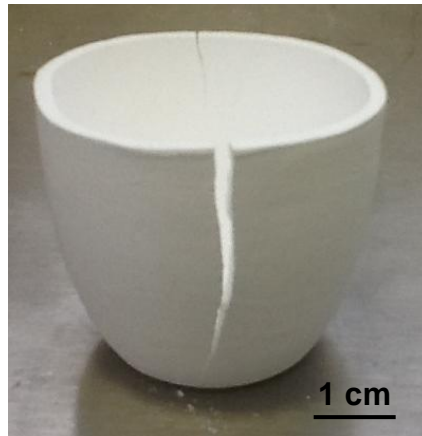


Figura 8. Recipiente sinterizado sin secado previo.

Una vez resueltos los problemas de recipientes con muchas imperfecciones y recipientes con fractura después del sinterizado, se procedió a estudiar el comportamiento de los mejores resultados para cada dispersante. El número de vaciadas y el tiempo de permanencia fueron los descritos en la cuadro 9.

Las figuras 9 y 10, muestran el recipiente ya sinterizado obtenido utilizando HNO_3 con $\text{pH}=5$, el lienzo, y dejando secar en la mufla a una temperatura de 200°C por 2 horas.

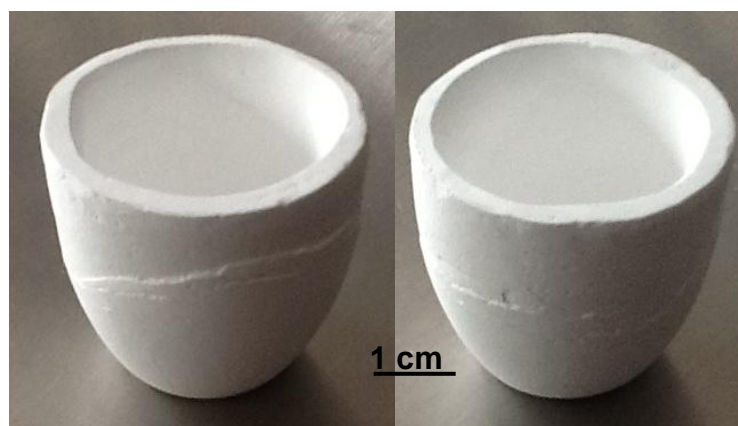


Figura 9. Aspecto externo de recipiente elaborado utilizando HNO_3 $\text{pH}=5$.

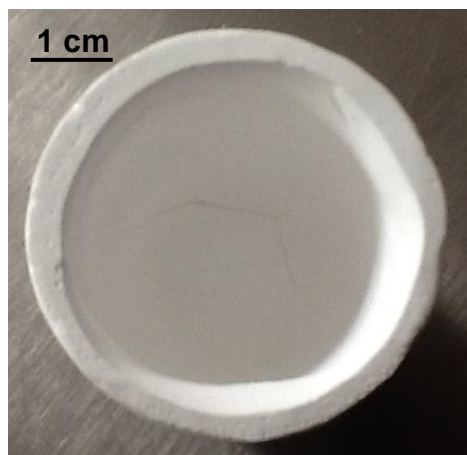
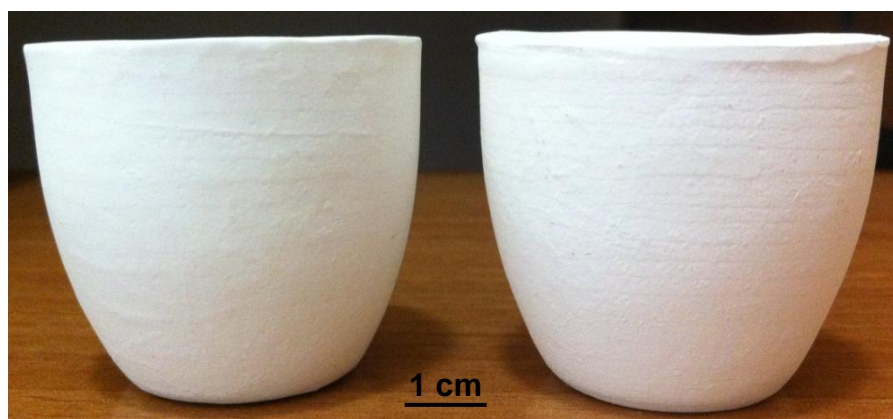


Figura 10. Interior del recipiente elaborado con HNO_3 pH=5.

La figura 11, muestra los recipientes obtenidos utilizando los mejores resultados del polietilenglicol y citrato de sodio, que se muestran en el cuadro 14, las condiciones de trabajo fueron las mismas ya descritas para el recipiente de HNO_3 .



a)

b)

Figura 11. Aspecto externo de a) Recipiente elaborado con polietilenglicol al 2% vol; b) recipiente elaborado con citrato de sodio al 0.7 % vol.

Dependiendo del tiempo de permanencia de la suspensión en el molde se obtienen diferentes espesores de pared, la figura 12 muestra esa diferencia en el espesor para crisoles elaborados con diferentes tiempos de permanencia de la suspensión en el molde de yeso.

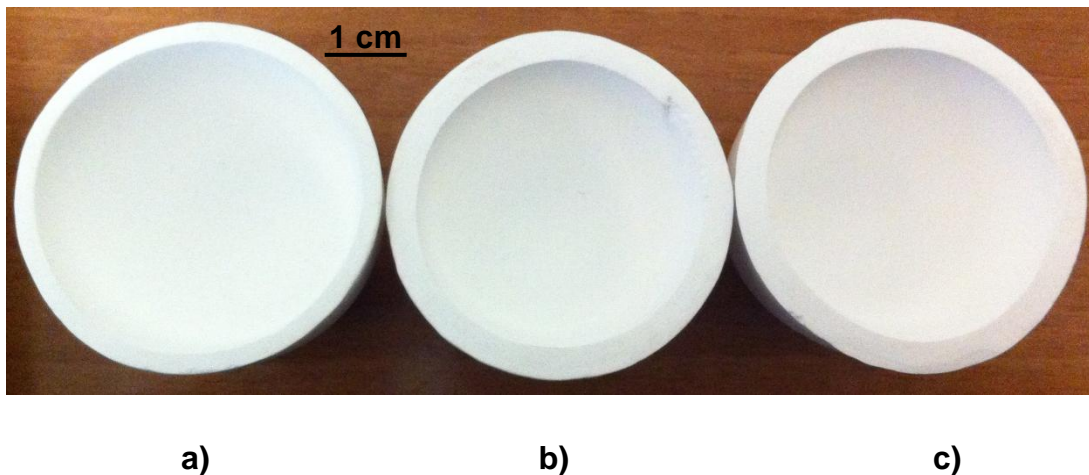


Figura 12. Comparación de los espesores de los recipientes. a) Tiempo de permanencia de la suspensión en el molde de 4 min; b) 5 minutos de permanencia de la suspensión en el molde; c) 6 min de permanencia.

5.3 Porcentaje de reducción.

Para calcular el porcentaje de reducción se realizaron 3 mediciones del espesor de pared en verde de cada crisol elaborado con diferentes tiempos de permanencia, y 3 mediciones ya sinterizados. Los resultados del espesor de los crisoles en verde son los más cercanos posibles, debido a que la resistencia en verde de la alúmina es muy poca si la medición se hacía sin la precaución necesaria los crisoles colapsaban.

Para calcular el porcentaje de reducción se calculó el promedio de las tres mediciones y se utilizó la fórmula siguiente:

$$\% \text{ Reducción} = \frac{\text{espesor en verde} - \text{espesor sinterizado}}{\text{espesor en verde}} \times 100$$

El cuadro 16, muestra los resultados de los espesores medidos tanto en verde como ya sinterizados, así como el porcentaje de reducción para cada recipiente fabricado.

Cuadro 16. Porcentaje de reducción con respecto al tiempo de permanencia de cada recipiente.

Recipiente	Tiempo de permanencia	Espesor de pared en cm VERDE	Espesor de pared en cm SINTERIZADOS	Porcentaje de reducción.
A	4	0.335	0.27	19.59 %
		0.36	0.26	
		0.30	0.27	
B	5	0.50	0.39	20.87 %
		0.49	0.405	
		0.50	0.38	
C	6	0.50	0.39	19.73 %
		0.51	0.41	
		0.51	0.42	

5.4 Análisis de microestructuras

La figura 13 muestra las imágenes MEB de las pastillas que se fabricaron para conocer la porosidad de las suspensiones. En estas figuras se puede apreciar que la molienda no tuvo efecto sobre el tamaño de grano.

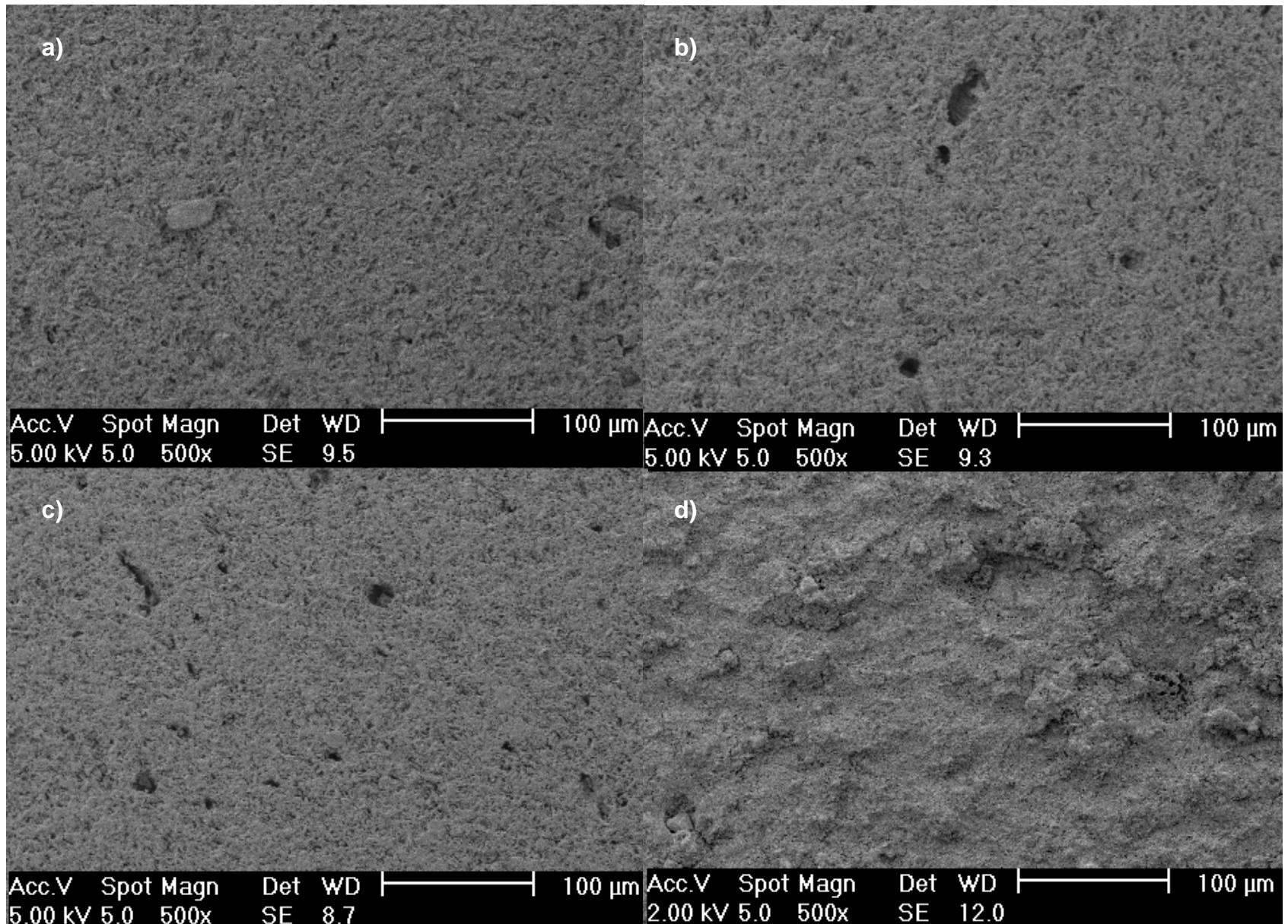


Figura 13. Imagen MEB a 500X de a) pastilla 1 (control), b) pastilla 2, c) pastilla 3, d) pastilla de HNO₃.

6. DISCUSIÓN

Para la determinación de la concentración $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}$, se obtuvieron buenos resultados con una relación de 50/50 % en vol (Reed, 1995), ya que el lapso de tiempo en el cual se comienza a presentar una precipitación considerable de la suspensión usando cualquier dispersante pasa de 1 hora, tiempo suficiente para realizar el vaciado del recipiente de molienda sin ningún problema. Por lo que se consideró innecesario probar con la relación $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}$ de 40/60 % en vol que también marca la literatura.

A pesar de que los resultados de las pruebas de los dispersante arrojan como la mejor opción el HNO_3 a un $\text{pH}=5$ al ser el que tiene menor precipitación después del lapso de 1 hora, no se realizó la fabricación de los recipientes de molienda usando este dispersante ya que su comportamiento al aplicar la técnica de vaciado de suspensiones no dio un buen acabado superficial, si no por el contrario, a pesar de que se utilizó la tela yute como lienzo para minimizar la cantidad de burbujas en la suspensión en el momento de vaciar, la solución resultante contenía una gran cantidad de burbujas que el lienzo no fue capaz de retener y que pasaron al molde, provocando su fractura (Suarez y col, 2009).

En el caso del polietilenglicol (Lupton y Shelby, 1970) y citrato de sodio (Reed, 1995), los recipientes que se fabricaron usando respectivamente cada dispersante, tuvieron los mismos acabados, así como el mismo espesor de pared (como se muestra en la figura 11 con un espesor de pared promedio de 0.330 ± 0.005 cm).

Otro dato importante que se consideró para la selección del dispersante fue la densidad, la figura 14 muestra la diferencia de densidad entre los distintos dispersantes, siendo la del polietilenglicol de 2.646 g/cm^3 y la del citrato de sodio de 2.673 g/cm^3 , y ya que la diferencia entre densidades no es significativa, se seleccionó como el mejor dispersante al polietilenglicol por la practicidad que tiene sobre el citrato de sodio ya que al ser este sólido es necesario calcular la cantidad que debe de pesarse para proseguir en preparar la solución a la concentración deseada, siendo su manejo más complicado.

Todo molde de yeso llega a un límite de absorción de agua, por lo que si se desea formar piezas con un gran espesor de pared será necesario fabricar moldes de yeso con grandes dimensiones para que sea capaz de absorber una mayor cantidad de agua. (Samperio, 2013).

El espesor varía con respecto al tiempo de permanencia de la suspensión en el molde, la figura 15 muestra que el incremento del espesor no es de una manera lineal, llega un momento en el que el molde de yeso ya no es capaz de absorber más agua por lo que no importa si se deja más tiempo la suspensión en el molde, éste no será capaz de absorber el agua por lo que el espesor de pared no cambiará, si no que se mantendrá constante. Fue el caso para los recipientes b y c con 5 y 6 minutos de permanencia de la suspensión en el molde, la diferencia entre el espesor de uno y otro realmente es insignificante siendo de apenas 0.015 cm.

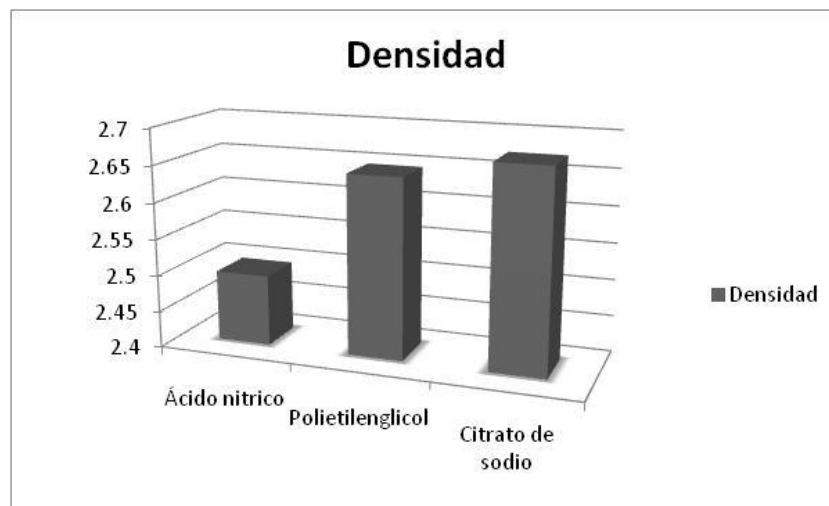


Figura 14. Gráfica de barras de la comparación de la densidad para cada dispersante.

El porcentaje de reducción aunque no fue exactamente el mismo es muy próximo uno de otro, obteniendo un porcentaje de reducción promedio de $20\% \pm 0.57\%$, con respecto a lo que varía el espesor antes y después del sinterizado, como se muestra en el cuadro 16.

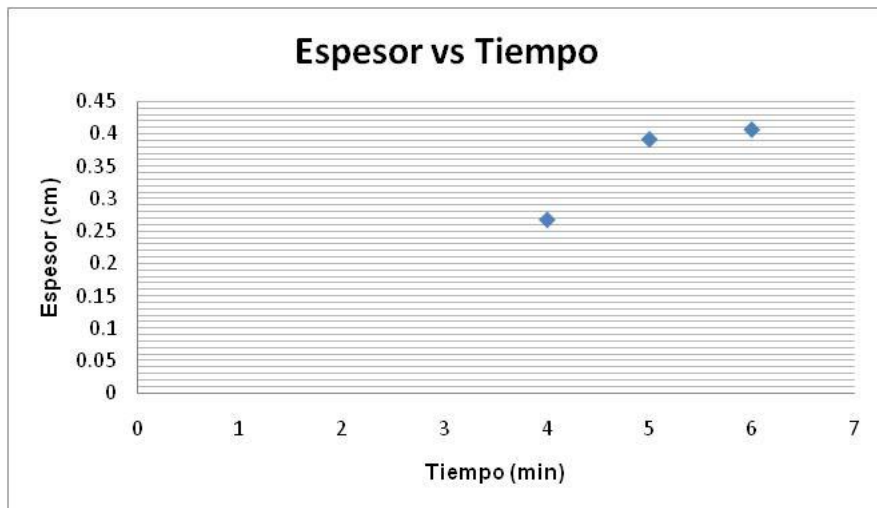


Figura 15. Gráfica de Espesor vs Tiempo de los crisoles sinterizados.

Si se observan las imágenes MEB (figura 16) es posible observar que las imágenes a), b) y c), en cuestión de poros se encuentran muy semejantes entre sí, aunque la imagen c) sobresale de las otras dos por el gran tamaño de poro que se puede observar en la parte superior izquierda, mientras que la imagen d) difiere en su totalidad por la presencia de una rugosidad elevada. Así que pastillas elaboradas de polietilenglicol utilizando molienda previa no tienen una diferencia significativa con respecto a la pastilla control, pero si con respecto a la pastilla elaborada con HNO_3 .

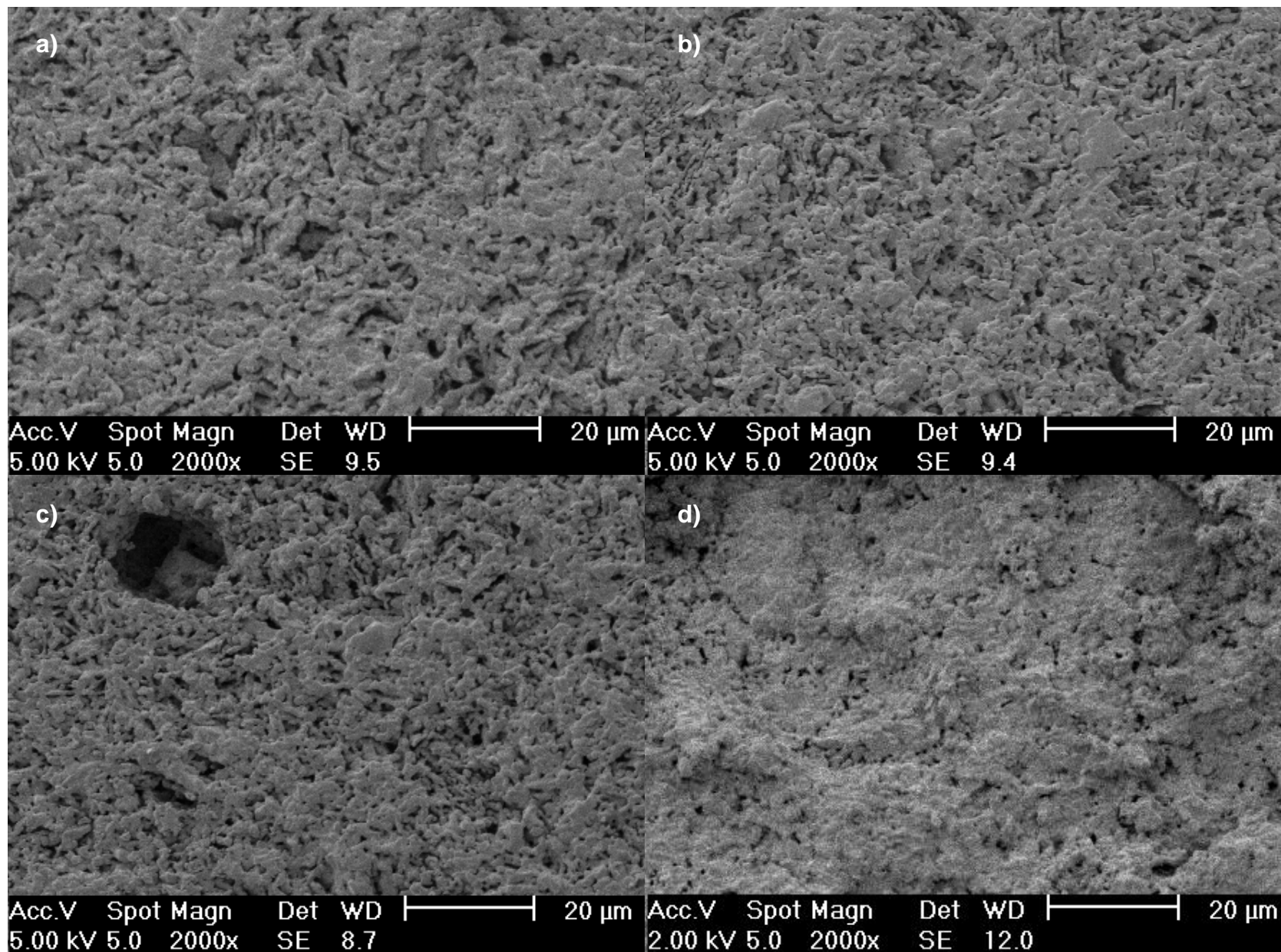


Figura 16. Imagen MEB a 2000X de a) pastilla 1 (control), b) pastilla 2, c) pastilla 3, d) pastilla de NH_4NO_3 .

7. CONCLUSIONES

La relación 50/50 % vol de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}$ fue la más apropiada para la fabricación de los recipientes, ya que tenía un tiempo de precipitación superior a 1 hora.

El realizar una molienda previa a la Al_2O_3 , no muestra cambio en la densidad de las piezas.

El máximo espesor de pared se encontró en el recipiente c, con un tiempo de 6 minutos y un espesor de 0.41 cm después de sinterizado.

Las pruebas con HNO_3 a pH5 en las suspensiones, dan menor precipitación, pero provocaron fracturas en las piezas sinterizadas.

Las muestras fabricadas con polietilenglicol y citrato de sodio tuvieron muy buen acabado.

No existe diferencia apreciable en densidad y debido a la facilidad en el manejo durante el procesamiento se prefiere el polietilenglicol sobre el citrato de sodio.

El porcentaje de reducción de dimensiones de las piezas fabricadas con alúmina A13 en cuestión de diferencia de espesor en verde y sinterizado es de aproximadamente de $20\% \pm 0.57\%$.

Los resultados de MEB confirman que los mejores resultados de las suspensiones se obtienen utilizando polietilenglicol.

En base a las pruebas realizadas tanto de dispersión como de sinterización, (tabla 15) se concluye que el polietilenglicol es el mejor dispersante para los recipientes fabricados.

8. REFERENCIAS.

Bergström L. Handbook of Applied Surface and Colloid Chemistry. Institute for Surface Chemistry, Stockholm, Sweden, **2001**; 203.

Chacón R. La Alúmina como Material Aislante en la Fusión Termonuclear. Efecto de la Incorporación de Carbono en las propiedades Físicas. Centro de Investigación Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (CIEMAT), **2007**; 23

Chiti F. J. Tóxicos cerámicos. 1ª edición. México. Ediciones Condorhuasi. **2000**; 10-13

Groover M. Fundamentos de manufactura moderna: Materiales, procesos y sistemas. 1ª edición. México: Editorial Prentice-hall, **1997**: 424.

Lupton C, Shelby P. Cabowax as Dispersant in Counting and Sizing of Small Alumina Particles Using a Coulter Counter. Analytical Chemistry. **1970**; 42: 1841-1842.

Mangonon P. Ciencia de los Materiales; Selección y Diseño, 1º edición. México: Pearson. **2001**: 617-618

Martin A. The essential guide to mold making & slip casting. 1ª edition. New York: Lark Crafts, **2006**:152-153

Morales J. Tecnología de los materiales cerámicos. 2ª. Edición. Madrid: Editorial Díaz de Santos, **2005**: 228.

Moreno R. Tendencias en el conformado de suspensiones cerámicas. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. **2000**; 39: 601-608

Palmqvist L, Holmberg K. Dispersant Adsorption and Viscoelasticity of Alumina Suspensions Measured by Quartz Crystal Microbalance with Dissipation Monitoring and in Situ Dynamec Rheology. American Chemical Society. **2008**; 24: 9989-9996

Pech A. A. Vaciado a Presión de Suspensiones de Alúmina. Instituto Politécnico Nacional. México, **2005**; 14-21

Pugh J.R, Bergstrom L. Surface and colloid chemistry in advanced ceramics process. [monografía en internet]. New York: Marcel Dekker, **1994** [consultado 2014 octubre 9]; vol 51: 23. Disponible en:

<http://books.google.com.mx/books?id=dV31AJxVVYIC&pg=PA21&dq=slip+casting+ceramics&hl=es-419&sa=X&ei=b4g0VLaTNSb-yQSs8YKoCg&ved=0CFEQ6AEwBw#v=onepage&q=slip%20casting%20ceramics&f=false>

Reed J. Principles of ceramics processing. 2^a edición. New York: Editorial Wiley & sons, **1995**: 492.

Rice W. Roy. Ceramic Fabrication Technology [monografía en internet]. New York: Editorial Marcel Dekker, **2003**, [2014 Octubre 9]. Disponible en:

<http://books.google.com.mx/books?id=zz4Ki-wtSJcC&pg=PA121&dq=slip+casting&hl=es-419&sa=X&ei=kul2VP-mFcusyASn2oGABQ&ved=0CEYQ6AEwBg#v=onepage&q=slip%20casting&f=false>

Samperio I, Cortés C, Sánchez F, Bolarín A. Estudio de absorción de agua en moldes de yeso y yeso-cemento para vaciado de suspensiones. **2013**; 59: 36-42.

Smith W. Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. 3^a edición. España. Editorial Mc Grall Hill, **1998**: 517

Suárez M, Fernández A, Menéndez J, Torrecillas R. Relación entre los mecanismos de difusión atómica y las propiedades ópticas en la sinterización por Spark Plasma Sintering (SPS) de la alúmina. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. **2009**; 48:329-334.