



Universidad Autónoma de Querétaro  
Facultad de Ingeniería  
Maestría en Ciencias – Línea Terminal Construcción

FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS CERÁMICAS BASE  $Al_2O_3$   
OBTENIDAS A PARTIR DE VACIADO DE SUSPENSIONES

TESIS

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de  
Maestro en Ciencias

Presenta:

Ing. Juan Carlos Cortés Arreygue

Dirigido por:

Dr. Francisco Javier Espinoza Beltrán

SINODALES

Dr. Francisco Javier Espinoza Beltrán  
Presidente


Dr. Jaime Horta Rangel  
Secretario


Dr. Carlos Santiago López Cajún  
Vocal


Dr. Juan Bosco Hernández Zaragoza  
Suplente


Dra. Teresa López Lara  
Suplente


M. en I. Gerardo René Serrano Gutiérrez  
Director de la Facultad

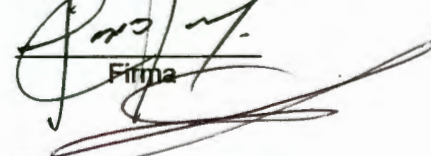
  
Firma

  
Firma

  
Firma

  
Firma

  
Firma

  
Firma

Dr. Sergio Quesada Aldana  
Director de Investigación y  
Posgrado

**BIBLIOTECA CENTRAL**  
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

Centro Universitario  
Querétaro, Qro.  
Junio 2005  
México

No. Adq. H70764

No. Título TS

Clas 541.34513

C828F

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

## RESUMEN

Las espumas sólidas (metálicas, poliméricas, cerámicas, etc.), también conocidas como compuestos celulares, son materiales de alta porosidad cuyo creciente interés en una amplia variedad de aplicaciones se remonta sólo a las últimas décadas. Poseen propiedades funcionales especiales, tales como baja conductividad térmica, alta permeabilidad, estabilidad a altas temperaturas, inertes químicamente, excelente resistencia al choque térmico, baja constante dieléctrica, etc., que los convierten en materiales óptimos para aplicaciones como filtros, membranas, sustratos catalíticos, aislantes térmicos, materiales refractarios, paneles estructurales de bajo peso, refuerzos para *composites* metálicos o poliméricos, etc. Durante los últimos años se han propuesto en la literatura numerosos métodos para la fabricación de espumas cerámicas, dando como resultado materiales con un amplio rango de características y propiedades. El inconveniente que presenta la mayoría de ellos es la dificultad para controlar el tamaño y distribución de los poros (en estructuras de poro cerrado, abierto y/o parcialmente abierto), el alto costo y el equipo especializado necesario para fabricar el material. Considerando las propiedades mecánicas de la alúmina,  $Al_2O_3$ , su bajo costo y su facilidad de adquisición, hacen de ésta un material propicio para generar una espuma cerámica con buenas propiedades estructurales. El método de vaciado de suspensiones sobre esferas de sacrificio de poliestireno expandido es un medio eficaz para controlar la porosidad de una espuma sinterizada sin afectar sus propiedades mecánicas, asegurando obtener una estructura de poro abierto con una interconexión entre la totalidad de sus poros. El presente trabajo de investigación presenta un método alternativo y económico para la fabricación de espumas cerámicas por medio del método de vaciado de suspensiones. Así mismo, se realiza la caracterización de la misma.

**(Palabras clave:** sólidos celulares, espumas cerámicas, suspensiones coloidales)

## SUMMARY

Solid foams (metallic, polymeric, ceramic, etc.), also known as cellular materials, have high porosity. The growing interest in a wide variety of applications began just a few decades ago. These materials have special functional properties, such as low thermal conductivity, high permeability, high temperature stability, chemical inertness, excellent thermal shock, low dielectric constant, etc. that make them good for applications like filters, membranes, thermal insulators, catalytic substrates, refractory materials, lightweight structural panels, reinforcements for polymer or metal composites, etc. During recent years, numerous methods to the production of ceramic foams have been developed. These studies have generated different materials as a result of its wide range of characteristics and properties. The problems presented by most of these methods are the difficulty to control the size and distribution of the pores (in structures of opened, partially open and closed cell), the high cost and the specialized equipment necessary to manufacture the ceramic foam. Considering the mechanical properties of alumina,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , and its cheap cost, it is a favorable material to generate ceramic foams with good structural properties. Slip casting with hollowed spheres of polystyrene is an effective method to control the porosity in sintered foam without affecting its mechanical properties, and assuring a result of an opened cell structure with a full interconnection of the whole porosity. This research presents the alternative of an economic method of production of ceramic foams by the slip casting method, as well as the characterization of the product obtained.

**(Key words:** cellular solids, ceramic foams, slurries)



**A todos los que siempre estuvieron conmigo,  
especialmente tú, abue...**

## **AGRADECIMIENTOS**

Para la realización de este trabajo de investigación fueron fundamentales las facilidades otorgadas por parte de investigadores, académicos y personal administrativo de CINVESTAV Unidad Querétaro. En especial, agradezco al Dr. Juan Muñoz Saldaña su constante interés, colaboración y apoyo concedidos a este proyecto. Sin él, nunca hubiera sido posible consolidar este trabajo.

Así mismo, reconozco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) la beca otorgada durante el último año de estudios de la maestría.

# ÍNDICE

	<b>Página</b>
Resumen	i
Summary	ii
Dedicatorias	iii
Agradecimientos	iv
Índice	v
Índice de cuadros	viii
Índice de figuras	x
I. INTRODUCCIÓN	1
1.1 Antecedentes del tema	2
1.2 Objetivos e hipótesis de la investigación	2
II. REVISIÓN DE LITERATURA	4
2.1 Cerámicos celulares	4
2.1.1 Espumas sólidas	5
2.1.1.1 Espumas cerámicas	6
2.2 Sobre la selección de materiales	6
2.2.1 Elección de $Al_2O_3$ como material base	7
2.2.2 Efecto de mineralizadores en la formación de mullita	11
2.3 Métodos de fabricación de espumas cerámicas	13
2.3.1 Vaciado de suspensiones cerámicas	13
2.3.1.1 Dispersión coloidal de los polvos	14
2.3.1.2 Fuerzas de dispersión entre partículas	15
2.3.1.3 Estabilización de coloides por repulsión electrostática	17
2.3.1.4 Molienda y vaciado de suspensiones	25
2.3.1.5 Proceso de sinterización	27

2.3.2	Algunos métodos utilizados en la actualidad para la fabricación de espumas cerámicas	31
2.3.3	Fabricación de espumas cerámicas por vaciado de suspensiones sobre esferas perdidas	34
III.	<b>METODOLOGÍA</b>	36
3.1	Preparación de polvos y suspensiones	36
3.2	Fabricación de la espuma cerámica base $\text{Al}_2\text{O}_3$	41
3.2.1	Fabricación de moldes de yeso	41
3.2.2	Vaciado de suspensiones	45
3.2.3	Secado de muestras en verde	50
3.2.4	Sinterizado de muestras	51
3.3	Resultados preliminares	58
3.4	Caracterización estructural, microestructural y de propiedades mecánicas	63
3.4.1	Microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de energía dispersiva	63
3.4.2	Medición de tamaño de partícula	65
3.4.3	Ensayo de microdureza	65
3.4.4	Ensayo de compresión simple	67
IV.	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	70
4.1	Caracterización de los polvos	70
4.1.1	Morfología y tamaño de partícula de polvos de alúmina, caolín y feldespato	70
4.1.2	Composición química de los polvos por espectroscopia de energía dispersiva	74
4.2	Efectos de los parámetros de molienda sobre el tamaño de partícula de los polvos	77
4.3	Fabricación de la espuma cerámica base $\text{Al}_2\text{O}_3$	79
4.3.1	Efectos de la selección de esferas perdidas en la estructura de la espuma (porosidad)	79



4.3.2 Humedad y secado de muestras en verde	82
4.4 Porosidad	85
4.4.1 Permeabilidad	87
4.5 Caracterización microestructural y composición química por EDS de las espumas sinterizadas.	88
4.6 Propiedades mecánicas de las espumas	91
4.6.1 Ensayo de microdureza Vickers	91
4.6.2 Análisis de superficie de fractura	99
4.6.3 Ensayo de compresión uniaxial	100
4.7 Metodología óptima para la fabricación de espumas cerámicas base $Al_2O_3$ por vaciado de suspensiones	105
4.8 Desglose financiero	107
4.9 Conclusiones y recomendaciones	109
4.10 Trabajos futuros	111
REFERENCIAS	112

## ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro		Página
3.1	Composiciones de mezclas de polvos y agentes dispersantes utilizados para las diferentes moliendas realizadas.	37
3.2	Resumen de resultados preliminares	59
4.1	Composición de los polvos de feldespato potásico de San José de Iturbide, Gto.	76
4.2	Resultados obtenidos del ensayo de microdureza Vickers en espumas cerámicas base $Al_2O_3$ sinterizadas. Todos los ensayos se realizaron en muestras obtenidas de la sección inferior de la probeta, a excepción de (†) que refiere a la zona media y (●) a la región superior.	91
4.3	Comparación de valores de dureza para algunos materiales cerámicos cristalinos (Richerson, 1992).	93
4.4	Dureza medida a diferentes profundidades a lo largo de una probeta sinterizada a 1520 °C por dos horas obtenida de un Ensayo 4. Se presenta el promedio de las indentaciones en GPa, la desviación estándar de los datos, así como el valor máximo y el mínimo obtenido.	94
4.5	Resultados de los ensayos de microdureza Vickers (HV) y la el porcentaje correspondiente de alúmina contenida en la espuma sinterizada. La dureza se encuentra expresada en GPa. (■) Sinterizado a 1520°C. (*) Sinterizado a 1580 °C.	96

4.6	Resultados de los ensayos de microdureza Vickers (HV) expresados en GPa, de espumas cerámicas base $\text{Al}_2\text{O}_3$ sinterizadas. Se relaciona la dureza media contra la temperatura de sinterización.	97
4.7	Resultados de los ensayos de microdureza Vickers (HV), expresados en GPa, relacionados con el agente dispersante empleado en cada caso. (■) Sinterizado a 1520°C. (*) Sinterizado a 1580 °C.	98
4.8	Carga máxima soportada, área transversal y resistencia a la compresión de cada una de las probetas ensayadas a compresión simple.	102
4.9	Composición de mezcla de polvos y agente dispersante propuesta como <i>óptima</i> .	103
4.10	Resistencia última a la compresión de algunos materiales no metálicos (Beer y Johnston, 2001; Oberg y Jones, 1968)	103
4.11	Composición de mezcla de polvos y agente dispersante propuesta como <i>óptima</i> .	106
4.12	Desglose detallado de gastos por manufactura de dispositivos, material prima y consumibles.	108

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Página
2.1	Materiales celulares de ingeniería: (a) estructura de panal de aluminio, (b) espuma de poliuretano de celda cerrada, (c) espuma de níquel de celda abierta, (d) espuma de vidrio de celda cerrada, (e) espuma de zirconio de celda cerrada, y (f) colágeno (Gibson, 2003).	5
2.2	Diagrama de fases de equilibrio por Klug <i>et al.</i> (1987) (línea -•-•-) y Aksay y Pask (1975) (línea -°-°-) sobrepuestos. Las naturalezas de las regiones de solución sólida reportadas para la mullita son ilustradas (Schneider <i>et al.</i> , 1994).	8
2.3	Esquema de reacción de caolinita a diferentes temperaturas.	10
2.4	Procesos de reacción y variación del número de coordinación del aluminio en la secuencia de reacción de caolinita a mullita en función de la ocurrencia de las impurezas de óxidos. Procedimientos experimentales: (1) Caolinita pura calentada a 800°C (24 h); (2) Caolinita pura calentada a 900°C (124h); (3) Caolinita + MgO calentada a 900°C (124h); (4) Caolinita + CaO calentada a 900°C (124h).	12
2.5	Esquema del procedimiento seleccionado para la fabricación de las muestras de espumas cerámicas.	14
2.6	Representación esquemática del origen de las fuerzas de dispersión de London para dos átomos.	16



2.7	Representación esquemática de la estabilización electrostática: (a) partículas cargadas con polímeros no iónicos; (b) polielectrolitos unidos a partículas sin carga (Brinker y Scherer, 1990).	17
2.8	Esquema de las capas Stern y Gouy. La carga superficial de la partícula se asumió como positiva.	20
2.9	Esquema del potencial DLVO: $V_A$ = potencial atractivo de Van der Waals, $V_R$ = potencial electrostático repulsivo.	21
2.10	Influencia de la concentración del electrolito en la energía potencial total de interacción de 2 partículas esféricas de radio 100 nm en medio acuoso: a) $1/\kappa=10^{-7}$ cm, b) $1/\kappa=10^{-6}$ cm, c) $1/\kappa=10^{-5}$ cm, d) $1/\kappa=10^{-4}$ cm.	22
2.11	Curvas teóricas de la energía potencial total contra la distancia de separación de 2 partículas esféricas de radio $a_1$ y $a_2$ y de igual potencial de superficie (35.86 mV); $A = 5 \times 10^{-20}$ J, $1/\kappa = 10^{-6}$ cm <sup>-1</sup> , $\epsilon = 78.5$ . (a): $a_1 = 125$ nm, $a_2 = 125$ nm (1), 100 nm (2), 75 nm (3), 50 nm (4), 12.5 nm (5) (b): $a_1 = 12.5$ nm, $a_2 = 125$ nm (1), 100 nm (2), 75 nm (3), 12.5 nm (4).	24
2.12	Mecanismo de agregación de partículas en láminas. Las partículas se pueden aproximar a los bordes de una lámina donde la fuerza de repulsión electrostática es menor que la de las caras.	25
2.13	Fotografía y representación esquemática de un molino "atricionador" de bolas (Suryanarayana, 2001)	26

2.14	Representación esquemática del procedimiento de vaciado de suspensiones. (a) El molde se llena con la suspensión (se vacía sobre las esferas previamente colocadas dentro del molde); (b) El molde extrae el líquido, forma una capa a lo largo de las paredes del molde (y entre las esferas); (c) Se drena el exceso de suspensión (no aplica para nuestro caso); (d) Se retira la muestra después de un secado parcial ya que cuenta con la suficiente consistencia (Richerson, 1992).	27
2.15	Proceso de difusión durante el sinterizado. Los átomos difunden hacia los puntos de contacto, creando puentes y reduciendo el tamaño de los poros (Askeland, 1998)	28
2.16	Representación esquemática del proceso de sinterización representado en el modelo de dos esferas.	29
2.17	Los cambios en el tamaño de poro no necesariamente requieren de un encogimiento.	30
2.18	Ejemplos del proceso de sinterización en polvos de $Al_2O_3$ : 1450°C, 0.5 h. Densidad relativa: 67% de la densidad teórica. (Gauckler, 2001)	30
3.1	Preparación de una mezcla de polvos para un Ensayo B (300 gr de polvos de $Al_2O_3$ RG 100 y Caolín con una relación de 350:50 en peso) utilizando una báscula electrónica.	38
3.2	Molino atricionador implementado a través de un taladro de pedestal.	39
3.3	Bolas de alúmina utilizadas para la molienda de los polvos.	40

3.4	Agitador de Nylamid montado en la mordaza del taladro de pedestal.	40
3.5	Proceso detallado de fabricación de los moldes de yeso.	42
3.6	Molde de yeso ensamblado después del fraguado, utilizado para el vaciado de suspensiones base $Al_2O_3$ para obtener las muestras en verde de las espumas cerámicas.	45
3.7	Sello de foami colocado entre las caras de cierre de los moldes de yeso.	45
3.8	Cavidades en el molde de yeso donde se colocaron las esferas de poliestireno expandido y se realizó posteriormente el vaciado de la suspensión base $Al_2O_3$ .	46
3.9	Esferas de poliestireno expandido colocadas entro del molde de yeso previamente ensamblado.	47
3.10	a) Esquema del vertedero en corte, b) Molde de yeso ensamblado, con el vertedero acoplado y el sello de foami, listo para realizar el vaciado de una suspensión base $Al_2O_3$ .	48
3.11	Bolas de alúmina retenidas en la malla para separarlas de la suspensión después de la molienda.	49
3.12	Suspensión lista para vaciarse en el molde.	49
3.13	Curva de secado – calcinado empleada en las probetas del Ensayo 4.	50
3.14	Horno de secado utilizado para las muestras en verde.	51
3.15	Curva de sinterización utilizada para obtener las muestras de espumas cerámicas base $Al_2O_3$ de los Ensayos A, B, C, I y II, según el diseño de experimentos.	52



3.16	Horno de tubo de alta temperatura para sinterización de cerámicos facilitado por el Laboratorio de Ingeniería Mecánica del Instituto Tecnológico de Celaya.	53
3.17	Detalle interior del horno de tubo de alta temperatura.	54
3.18	Horno eléctrico del Laboratorio de Cerámicas Avanzadas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.	54
3.19	Control electrónico del horno de tubo de alta temperatura.	55
3.20	Curva de sinterización utilizada para obtener las muestras de espumas cerámicas base $Al_2O_3$ de los Ensayos 1, 2, y 3, según el diseño de experimentos.	55
3.21	Curva de sinterización no. 3 utilizada para Ensayos 4.	56
3.22	Curva de sinterización no. 4 utilizada para Ensayos 4.	56
3.23	Probetas sinterizadas obtenidas de los Ensayos A y 3. El diámetro de las probetas es de 40.2mm.	57
3.24	Porosidad macroscópica de una probeta después de sinterizada. El tamaño de poro es del orden de 3 mm.	57
3.25	Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental XL30 ESEM.	63
3.26	Muestras montadas de las espumas en baquelita y posteriormente recubiertas con una fina película de oro.	64
3.27	Medidor de tamaño de partícula Schimadzu Centrifugal Particle Size Analyzer SA-CP4.	65



3.28	Microdurómetro Digital BUEHLER MMT-3 en el que se realizaron los ensayos de dureza Vickers.	66
3.29	Indentación Vickers en una espuma sinterizada (Ensayo II) en una zona libre de poros.	66
3.30	Máquina Universal Forney utilizada para los ensayos de compresión simple.	67
3.31	Irregularidades en las caras de una probeta de espuma cerámica a ensayarse por compresión simple.	68
3.32	Colocación de arena en la cara superior de una probeta antes de un ensayo de compresión simple.	68
4.1	Distribución de tamaño de partícula de alúmina RG-100.	71
4.2	Micrografías representativas de la caracterización de polvos de alúmina RG-100. (a) 25000x; (b) 15000x; (c) 10000x; y, (d) 8000x.	71
4.3	Distribución de tamaño de partícula polvos de caolín.	72
4.4	Micrografías representativas de la caracterización de polvos de caolín (a) 500x; (b) 2000x; (c) 2000x; y, (d) 8000x.	72
4.5	Distribución de tamaño de partícula de polvos de feldespato potásico.	73
4.6	Micrografías representativas de la caracterización de polvos de feldespato potásico (a) 1000x; (b) 5000x; (c) 10000x; y (d) 15000x	73

4.7	Espectro de dispersión de energía y resultados de composición química en peso de óxidos de los polvos de Caolín.	75
4.8	Pasos de los mecanismos de reacción de sinterizado de SiO <sub>2</sub> vítreo + α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> a diferentes temperaturas (Schneider <i>et al.</i> , 1994).	76
4.9	Influencia de la relación de polvos:bolas de molienda en la homogeneidad del vaciado.	77
4.10	Distribución de tamaños de partícula para diferentes tiempos de molienda en atricionador de una relación 7:1 de RG-100:Caolín.	78
4.11	Muestras obtenidas por vaciado de una suspensión Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Caolín 350:50 sobre amaranto. La consistencia de la muestra en verde era a manera de masa por la degradación del amaranto en presencia del agua y el HNO <sub>3</sub> .	80
4.12	Muestra obtenida por vaciado de una suspensión Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Caolín 350:50 sobre semillas de ajonjolí que ejemplifica la problemática del uso de semillas ovaladas.	81
4.13	Esferas de poliestireno expandido utilizadas para generar los poros en la espuma cerámica.	81
4.14	Desmoronamiento por falta de cohesión entre partículas por efecto de la pérdida de humedad en una probeta obtenida a partir de un Ensayo 3. Pueden verse algunas esferas de poliestireno expandido mezcladas entre los restos del espécimen.	82
4.15	Efecto de la pérdida de humedad en la dureza de las paredes de las probetas. La dureza Vickers (HV) se encuentra expresada en GPa.	83

4.16	Porosidad en las paredes que conforman la estructura de espumas sinterizadas. a) Micrografía de espuma obtenida de un ensayo 4, sinterizada a 1520 °C por 2 horas; 500x; porosidad: 12.0%, tamaño promedio de poro: 11.9 $\mu\text{m}$ . b) Espuma obtenida de un ensayo 3, sinterizada a 1550 °C por 2 horas; 500x; porosidad: 9.9%, tamaño promedio de poro: 10.2 $\mu\text{m}$ .	85
4.17	Porosidad de 70 – 75% en una espuma sinterizada obtenida a partir de un Ensayo II. El tamaño de poro promedio es de 3 mm de diámetro.	86
4.18	Micrografías de una espuma sinterizada (Ensayo 4) en la que se observa claramente la presencia de dos fases. a) 2500x, b) 10000x.	88
4.19	Espectro de dispersión de energía y resultados de composición química de óxidos contenidos en la fase <i>clara</i> en una espuma sinterizada (Ensayo 4).	89
4.20	Espectro de dispersión de energía y resultados de composición química de óxidos contenidos en la fase <i>oscura</i> en una espuma sinterizada (Ensayo 4).	90
4.21	Dureza promedio obtenida (en GPa) en cada una de las espumas sinterizadas según el Cuadro 4.2. También se muestra la desviación estándar ( $\sigma$ ) de las indentaciones realizadas. (†) Refiere a la zona media de un Ensayo 4, y, (●) a la región superior de la misma probeta.	92
4.22	Dureza obtenida a diversas profundidades a lo largo de una probeta obtenida de un Ensayo 4 sinterizada a 1520 °C durante 2 hrs.	94



4.23	Relación entre dureza y porcentaje de alúmina contenida en las espumas sinterizadas. (■) Sinterizado a 1520°C. (*) Sinterizado a 1580 °C.	96
4.24	Relación entre la dureza medida en las espumas cerámicas y la temperatura a la que fueron sinterizadas.	97
4.25	Efecto del agente dispersante utilizado en la dureza obtenida en las espumas sinterizadas. En la columna de la izquierda se muestran las que utilizaron HNO <sub>3</sub> y en la de la derecha las que contienen Darvan C. (■) Sinterizado a 1520°C. (*) Sinterizado a 1580 °C.	98
4.26	Indentaciones Vickers en diferentes espumas sinterizadas. a) De un Ensayo 4, sinterizada a 1580 °C por 2 hrs, 500x. b) De un Ensayo 4, sinterizada a 1520 °C por 2 hrs, 500x. c) De un Ensayo 3, sinterizada a 1550 °C por dos horas, 500x. d) De un Ensayo A sinterizada a 1500 °C durante 1 hr.	100
4.27	Espuma cerámica comercial cuyo proceso de fabricación se desconoce.	101
4.28	Resistencia máxima a la compresión de las diversas espumas cerámicas fabricadas. Se incluyen los resultados de la muestra comercial ensayada.	102
4.29	Espuma cerámica sometida a un ensayo de compresión uniaxial.	104
4.30	Espuma cerámica base alúmina ensayada a compresión simple. Se puede observar que la falla ocurrió a 45° en ambos lados, lo que indica que el ensayo se realizó conforme a las especificaciones.	105



## I. INTRODUCCIÓN

Desde la prehistoria, el ser humano ha empleado diversos materiales para crear herramientas, utensilios, edificaciones o vestimentas que no sólo lo protegen del entorno y le ayudan a realizar sus labores, sino que también le dan identidad. Así, desde las hachas primitivas hasta el microchip se tiende una línea indivisible formada por una inmensidad de trabajos relacionados con el mejoramiento de los materiales.

En las dos últimas décadas ha habido una evolución en el desarrollo de nuevos materiales. El nivel de conocimiento actual ya permite relacionar, en algunos casos, la estructura de un material con sus propiedades y, por tanto, diseñar un material que exhiba las características (mecánicas, ópticas, eléctricas, acústicas, térmicas, etc.) deseadas. Esta posibilidad de diseño ha introducido una diferencia cualitativa y cuantitativa en el campo de los materiales que ha posibilitado un drástico incremento en la potencia de los sistemas que procesan y transmiten información, en la navegación aeroespacial, en el transporte, en el diseño de maquinaria y herramientas, en la construcción, en la medicina, etc.

La modernización conlleva el estudio avanzado de materiales. La demanda de nuevos materiales ha propiciado una tendencia a escala mundial de las instituciones a prestar especial interés al desarrollo e investigación de los mismos.

En pocas palabras, el mundo moderno exige nuevos materiales de calidad superior a los actualmente utilizados, de costos menores de fabricación y con una caracterización completa de sus propiedades de manera que faciliten su aplicación en diversos campos tecnológicos. Dentro de la amplia gama de materiales (microaleados, polímeros, cerámicos, compuestos, etc.) en desarrollo durante los últimos años se encuentran los sólidos celulares, y dentro de este

grupo ubicamos a las espumas cerámicas, que por sus características, ofrecen un amplio campo de investigación y aplicación.

### 1.1 Antecedentes del tema

Las espumas sólidas (metálicas, poliméricas, cerámicas, etc.) son algo que existe desde hace tiempo. Numerosos métodos para fabricación de espumas cerámicas han sido propuestos durante los últimos años por una variedad de investigadores. Estos diversos procesos producen diferentes tipos de espumas cerámicas. El inconveniente que presentan la mayoría de ellos es la dificultad para controlar el tamaño y distribución de los poros (en estructuras de poro cerrado, abierto y/o parcialmente abierto), el alto costo y el equipo especializado necesario para fabricar el material.

En el país, existen varias instituciones interesadas en la investigación y desarrollo de materiales cerámicos. La Unidad Querétaro del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN contempla una fuerte componente de investigación en el área de materiales cerámicos. Es por ello que se explotó la posibilidad de desarrollar este proyecto en las instalaciones de este centro de investigación valiéndose del convenio vigente con la Universidad Autónoma de Querétaro.

### 1.2 Objetivos e hipótesis de la investigación

El objetivo de esta investigación es *definir un proceso económico y viable de fabricación de una espuma cerámica (a partir de vaciado de suspensiones de polvos base  $Al_2O_3$ ) del que se obtenga un material de calidad, a partir de los procesos desarrollados hasta el momento, y posteriormente realizar una caracterización de las espumas obtenidas.*



Las principales hipótesis de las que se parte para desarrollar el trabajo de investigación son dos, y se describen a continuación:

1. Se propone a la alúmina como un material estructural con características mecánicas que generará una espuma cerámica con propiedades comparables a las del mismo material sólido, pero mucho más ligero. Aunque la utilización de alúmina pura produce costos relativamente bajos, éstos se pueden reducir aún más mezclándola con algunos componentes que actúan como fundentes, disminuyendo la temperatura de sinterización. Los materiales fundentes pueden estar contenidos en minerales como la bauxita o el caolín, por mencionar algunos.

2. El método de vaciado de suspensiones sobre esferas perdidas puede ser un medio eficaz para controlar la porosidad en la espuma fabricada, sin castigar las propiedades mecánicas de la misma. Este proceso permite obtener una estructura de celda abierta con una alta interconexión de los poros.

Los cerámicos celulares son utilizados en aplicaciones específicas por sus propiedades funcionales especiales, tales como conductividad térmica baja, alta permeabilidad, estabilidad a altas temperaturas, inertes químicamente, excelente resistencia al choque térmico, baja constante dieléctrica, etc.

En este momento, las aplicaciones que se prevén para estos materiales son en los puntos de contracción de los aviones y los automóviles, que absorben el impacto de las colisiones, en sustitutos óseos porosos, como membranas y filtros para metales en fundición, en actuadores y sensores, en paneles compuestos prefabricados para la construcción, en aislantes y dispersantes térmicos sustitutos de asbestos, aislantes acústicos, entre otras. Hay quienes imaginan usar este tipo de espuma para construir estructuras en el espacio.

## II. REVISIÓN DE LITERATURA

La revisión de la literatura utilizada para realizar esta investigación, se estructura de la siguiente manera:

Se parte de una breve descripción de los cerámicos celulares, las espumas sólidas y las espumas cerámicas. Posteriormente se trata la selección de los materiales que se utilizaron exponiendo las características de los mismos para la producción de materiales cerámicos por el método de vaciado de suspensiones. A continuación se describen algunos de los procesos que existen en la actualidad para fabricar espumas cerámicas y se profundiza en el método de vaciado de suspensiones enfocado a la fabricación de una espuma cerámica, utilizando corazones de sacrificio para generar la porosidad en el material.

### 2.1 Cerámicos celulares

Los cerámicos celulares (Figura 2.1) son un tipo de materiales de alta porosidad que comprenden espumas, estructuras de panal, fibras o matrices que han sido usadas en una amplia gama de aplicaciones tecnológicas.

Este tipo de cerámicos incluyen filtros, membranas, sustratos catalíticos, aislantes térmicos, materiales refractarios, paneles estructurales de bajo peso, refuerzos para “*composites*” metálicos o poliméricos, etc.

En estas aplicaciones, los cerámicos celulares son utilizados por sus propiedades funcionales especiales, tales como conductividad térmica baja, alta permeabilidad, estabilidad a altas temperaturas, inertes químicamente, excelente resistencia al choque térmico, baja constante dieléctrica, etc.



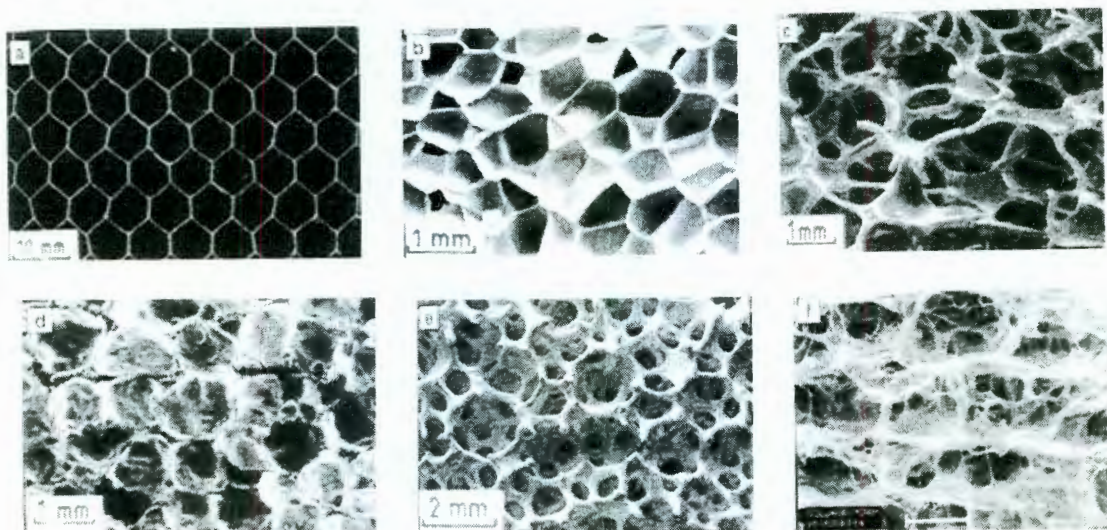


Figura 2.1 Materiales celulares de ingeniería: (a) estructura de panal de aluminio, (b) espuma de poliuretano de celda cerrada, (c) espuma de níquel de celda abierta, (d) espuma de vidrio de celda cerrada, (e) espuma de zirconio de celda cerrada, y (f) colágeno (Gibson, 2003).

### 2.1.1 Espumas sólidas

Las espumas sólidas son igual de importantes en la práctica que sus contrapartes líquidas. Éstas son extremadamente ligeras, y la mayoría de sus aplicaciones derivan del deseo de una combinación de baja densidad y algunas otras propiedades físicas anteriormente mencionadas. Pueden generarse de una amplia gama de materiales desde óxidos cristalinos hasta metales ordinarios, incluyendo la familia de polímeros como el poliuretano.

La estructura de la espuma es igual de importante que el tipo de material que la conforma. En algunos casos, las caras de las celdas pueden retener un líquido presente en el exterior, en este caso hablamos de una *espuma de poro cerrado*, o en el caso de que las celdas (poros) se encuentren conectados hacia el exterior de la espuma se tratará de una *espuma de poro abierto*. En la práctica, muchas veces es difícil diferenciarlas a simple vista, por el acomodo y tamaño de los poros o por tratarse de *espumas de poro semiabierto*.

Dependiendo de las características del poro (abierto o cerrado) se puede hacer uso de una segunda fase dentro de la espuma. Los poros pueden ser llenados con un gas o con un líquido que modifique las propiedades del elemento original. Para el caso de espumas cerámicas existe la posibilidad de infiltrar una fase líquida de un metal ligero como Mg o un polímero que al solidificar presente un sólido de 2 fases que combine las propiedades de un metal o un plástico en una matriz cerámica.

Otra variable importante a considerar dentro del estudio y obtención de espumas sólidas es la densidad, la cual representa la fracción o volumen ocupado por el sólido. Es un equivalente para el caso de las espumas líquidas y debe de presentar más o menos el mismo rango de valores (0-36%) en una espuma recientemente solidificada.

#### 2.1.1.1 Espumas cerámicas

Las espumas cerámicas, definidas como materiales cerámicos con tamaño de poro  $> 10\mu\text{m}$  y volúmenes de poro  $> 60\%$ , son un tipo especial de materiales que pueden ser producidos por varios métodos, y por su estructura complicada poseen características especiales. La microestructura y el tamaño de la celda en este tipo de materiales son las principales características que definen su aplicación.

#### 2.2 Sobre la selección de materiales

Para la elaboración de piezas cerámicas con propiedades mecánicas satisfactorias, se propone a la alúmina por sus características estructurales en materiales cerámicos. Aunque la utilización de alúmina pura produce costos relativamente bajos, éstos se pueden reducir aún más mezclándola con algunos



componentes que además actúan como fundentes. Estos componentes disminuyen la temperatura de sinterización, lo cual reditúa en un ahorro de energía a largo plazo, además de disminuir el costo inicial de operación (debido al uso de un horno a menor temperatura). Los materiales fundentes pueden estar contenidos en minerales como la bauxita o el caolín, por mencionar algunos.

Un factor que debe de tomarse seriamente en consideración es la accesibilidad a un horno que alcance temperaturas superiores a 1500°C. (El Tecnológico de Celaya y la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo en Morelia dieron facilidades para el uso de sus respectivos hornos para el sinterizado de las muestras en verde como se verá más adelante).

Una alternativa de solución a la problemática de tener que alcanzar altas temperaturas de sinterización es la de utilizar otros óxidos como fundentes para disminuir esta temperatura. La opción de los fundentes involucra el uso de minerales que contengan óxidos de potasio, calcio o magnesio como el feldespato potásico y la wollastonita.

### 2.2.1 Elección de $\text{Al}_2\text{O}_3$ como material base

La alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) pura, o en combinación con el óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) ofrece una alternativa económica para aplicaciones donde se requiera de características mecánicas comparables con las del mismo material sólido (sin porosidad provocada), pero mucho más ligero. La combinación adecuada de la composición química del sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$  presenta una fase llamada "Mullita", que reduciría significativamente costos de producción. La alúmina pura y la mullita presentan propiedades de resistencia a la fractura del orden de 600 y 400 MPa, respectivamente, y de tenacidades a la fractura del orden de  $2 \text{ MPa m}^{1/2}$ . De modo que, una combinación de ellos, proporciona propiedades intermedias, en función de la relación de composiciones utilizadas.

La mullita, nominalmente  $3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$  es el único componente cristalino bajo presión atmosférica del sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ . Existen tres métodos de síntesis de la fase mullita, de acuerdo a la ruta de preparación: 1) Mullita sinterizada, 2) Mullita fundida y 3) Mullita química. La homogeneidad de las materias primas empleadas depende en gran medida de procesamiento del método de síntesis, en su caso cómo precipita, hidroliza, o reacciona con los componentes  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Sin embargo, uno de los factores más importantes es la temperatura de mullitización, los cuales se han reportado en diferentes fuentes de la literatura con diferencias de varios cientos de grados centígrados, dependiendo de los métodos de síntesis. En este proyecto de investigación se escogió la ruta de síntesis de mullita sinterizada.

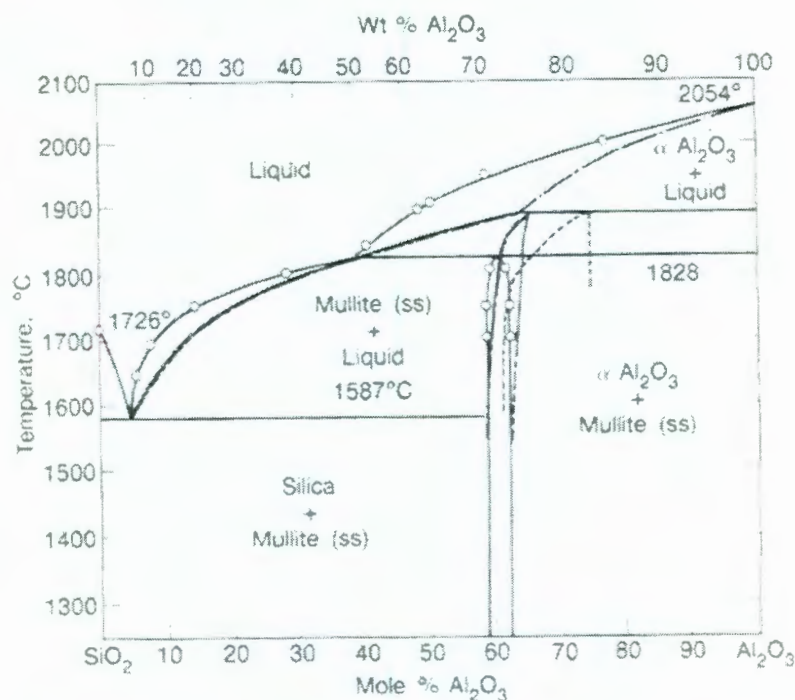


Figura 2.2 Diagrama de fases de equilibrio por Klug *et al.* (1987) (línea -·-·-) y Aksay y Pask (1975) (línea -o-o-) sobrepuestos. Las naturalezas de las regiones de solución sólida reportadas para la mullita son ilustradas (Schneider *et al.*, 1994).



La mullita preparada por procesos convencionales, como por mezcla de polvos, se designa como Mullita sinterizada (“*sinter mullite*”). En ésta, se utilizan como materia prima óxidos, hidróxidos, sales y silicatos. La mullitización tiene lugar por medio de reacciones de fase sólido-sólido o líquido transitorio de las materias primas por interdifusión de átomos de aluminio, silicio y oxígeno. Así, la temperatura de mullitización se controla por el tamaño de partícula de los polvos iniciales. La materia prima que provee los componentes de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{SiO}_2$ , generalmente es de tamaños micrométricos y aún así no son lo suficientemente pequeños como para completar la mullitización a relativamente bajas temperaturas con un tiempo de permanencia razonable. Por ejemplo, la temperatura de mullitización se ha reportado mayor de  $1400\text{ }^\circ\text{C}$  cuando se utilizan como precursores partículas de cuarzo menores de  $2\text{ }\mu\text{m}$  de tamaño y partículas de alúmina  $\alpha$  con tamaño de partícula promedio de  $0.3$  a  $0.5\text{ }\mu\text{m}$ . La mullitización completa necesita de altas temperaturas en el rango de  $1600$  a  $1700\text{ }^\circ\text{C}$ . Para disminuir la temperatura de mullitización, resulta ventajoso utilizar sistemas precursores donde se mezcla el oxígeno y el silicio de manera atómica. Los minerales de silicato de aluminio bien conocidos como precursores de la mullita son minerales arcillosos como la caolinita ( $2\text{SiO}_2\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), la pirofilita ( $4\text{SiO}_2\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) y los polimorfos del  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$  como la silimanita, la cianita y la andalucita.

Las series de reacciones por medio de las cuales la caolinita y otros minerales se transforman en 3/2-mullita, han sido muy estudiadas en los últimos años debido a su importancia en el campo de la tecnología cerámica y sus aspectos cristalquímicos.



Cuando la caolinita se calienta, se transforma en mullita por algunos pasos, de acuerdo con el siguiente esquema:

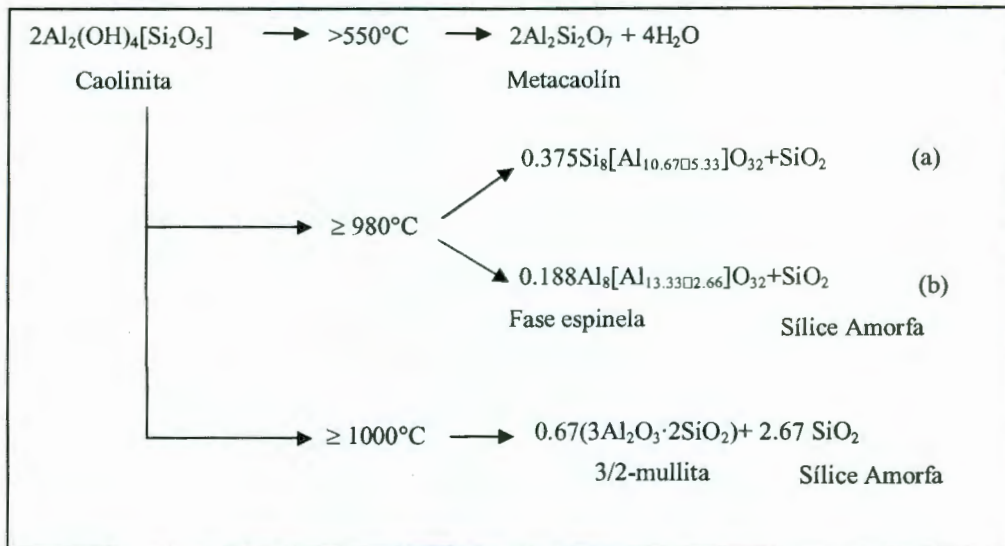


Figura 2.3 Esquema de reacción de caolinita a diferentes temperaturas.

donde  $\square$  = vacancia, y (a) y (b) son fases alternativas de espinelas. Algunos autores sugieren que ocurren una serie de conversiones topotácticas en las que cada producto sucesivo se relaciona estructuralmente a la fase de baja temperatura. Las curvas de análisis térmico diferencial de la caolinita con un fuerte pico endotérmico a  $550^\circ\text{C}$ , un fuerte pico exotérmico a  $950^\circ\text{C}$  y un débil pico exotérmico a  $1250^\circ\text{C}$ , muestra que la fase deshidroxila a aproximadamente  $550^\circ\text{C}$  para formar metacaolín. La remoción de grupos hidroxilo es acompañada por una reorganización de la capa octaédrica de caolinita a una configuración tetraédrica en metacaolín. La transformación caolinita-metacaolín procede muy lentamente y el metacaolín tiene un defecto de estructura extremo: aproximadamente en 20% vol de metacaolín consiste de vacancias en la red producidas por la eliminación de agua inducida por la temperatura. Sin embargo, las capas bidimensionales de  $\text{SiO}_4$  tetraédricas parecen estabilizar la red del metacaolín.

El metacaolín se descompone cerca de 950 °C a una estructura tipo espinel y sílice libre, y una cantidad menor de mullita.

### 2.2.2 Efecto de mineralizadores en la formación de mullita

Es muy conocido que la adición de pequeñas cantidades de impurezas puede tener una fuerte influencia en la formación de mullita, aunque en los resultados experimentales los efectos son extremadamente contradictorios e incluso diametralmente opuestos en el mismo material con el mismo mineralizador.

Chaudhuri (1969) encontró que la adición de  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  y  $\text{CaO}$  en concentraciones de <1% en peso y la adición de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , refuerzan el proceso de transformación de la caolinita para formar mullita. Bulens y Delmon (1977) y Bulens *et al.* (1978) encontraron que las caolinitas puras y dopadas con  $\text{MgO}$  tratadas térmicamente a 900°C producen  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{SiO}_2$ , así como  $\text{CaO}$  en muestras mineralizadas y se descomponen directamente a mullita (Ver Figura 2.4).

Johnson y Pask (1982) investigaron el papel de las impurezas en la formación de la mullita a partir de caolinita y mezclas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{SiO}_2$ . Además declararon que la adición de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{CaO}$  a las mezclas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ , refuerzan el crecimiento cristalino de la mullita y que además la adición de álcalis hace lo contrario. Esto se explica por una disminución en la viscosidad del líquido que coexiste y la migración de las especies por las impurezas.

Schneider y Majdic (1980) mencionan que la adición de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y el  $\text{TiO}_2$  causan una disminución en las temperaturas de reacción. El  $\text{TiO}_2$  parece tener una influencia ligeramente más fuerte que el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . La adición de otros óxidos metálicos puede tener probablemente el mismo efecto.

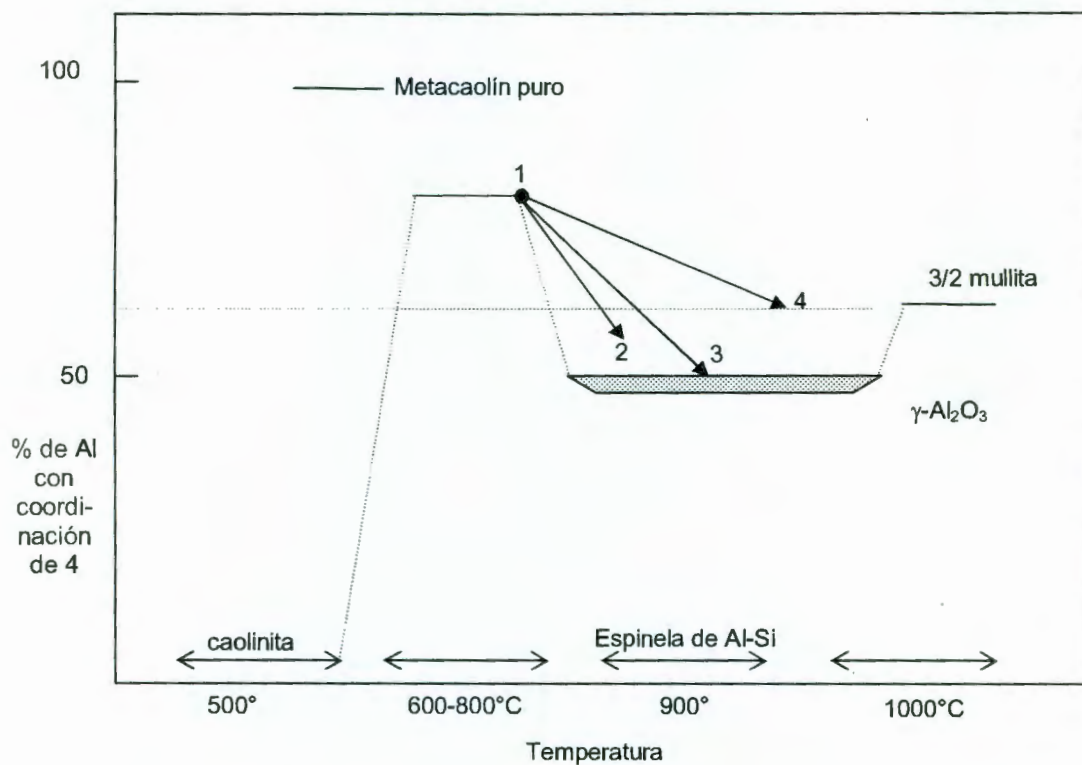


Figura 2.4 Procesos de reacción y variación del número de coordinación del aluminio en la secuencia de reacción de caolinita a mullita en función de la ocurrencia de las impurezas de óxidos. Procedimientos experimentales: (1) Caolinita pura calentada a 800°C (24 h); (2) Caolinita pura calentada a 900°C (124h); (3) Caolinita + MgO calentada a 900°C (124h); (4) Caolinita + CaO calentada a 900°C (124h).

Chaudhuri (1982) reportó que la formación de la mullita depende de factores tales como el radio, la carga, el campo de fuerza y especialmente la fuerza de enlace de los cationes de los mineralizadores. La reacción que lleva a la mullitización se cree que toma lugar en diferentes pasos: el reemplazo de iones de aluminio en el vidrio por los cationes mineralizadores, la difusión de aluminio para liberar SiO<sub>2</sub> que ya existe en el vidrio y la nucleación y crecimiento de la mullita.



## 2.3 Métodos de fabricación de espumas cerámicas

### 2.3.1 Vaciado de suspensiones cerámicas

La tecnología del vaciado de suspensiones se propone como el método para generar las paredes de la espuma cerámica, proceso más barato de preconformado de piezas cerámicas, ampliamente utilizado desde épocas antiguas por los ceramistas artesanos. Particularmente, el vaciado de suspensiones es un proceso de compactación de polvos barato debido a que requiere de poca infraestructura para su realización, incluso a nivel industrial, y que es reconocido por cumplir con los requerimientos de compactación de polvos necesarios para alcanzar buenas propiedades mecánicas de la pieza cerámica.

Adicionalmente se establece que existen otras alternativas de manufactura en el compactado de polvos, que se reflejarían en la mejora de las propiedades mecánicas de las piezas cerámicas. Dichas técnicas son, por ejemplo, la combinación de prensado uniaxial e isostático en frío, prensado en caliente, moldeo por inyección, etc.

Para aplicar las técnicas alternativas mencionadas aún no se cuenta con la infraestructura para realizarse en el centro de investigación (CINVESTAV), además de que se elevarían considerablemente los costos de manufactura de las piezas cerámicas. Por otro lado, para la implementación de estas alternativas para el compactado de polvos, es necesario considerar que utilizaremos corazones de sacrificio para promover la porosidad en el sólido, y estas esferas deben de mantener su geometría para evitar generar propiedades anisotrópicas o concentrar esfuerzos no deseados en su estructura.



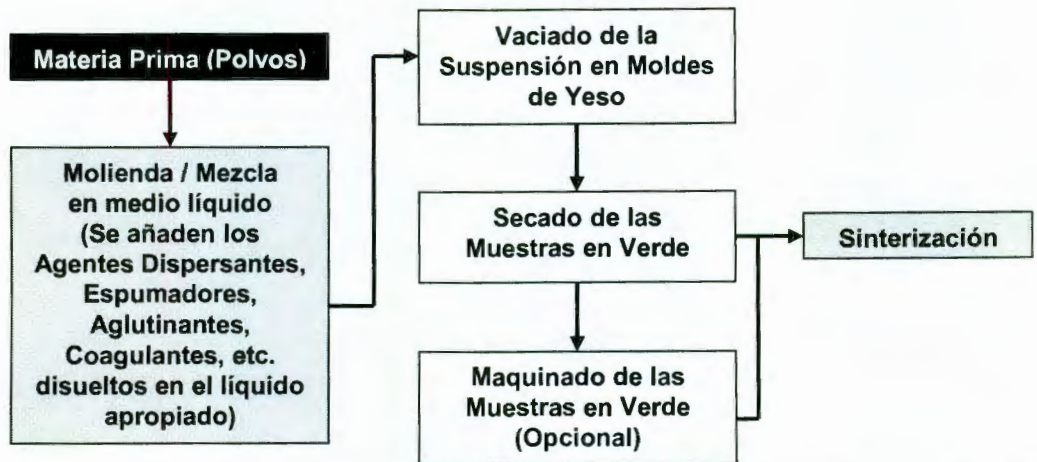


Figura 2.5 Esquema del procedimiento seleccionado para la fabricación de las muestras de espumas cerámicas.

En el proceso de vaciado de suspensiones están involucradas las siguientes propiedades reológicas de la suspensión: baja viscosidad, elevada densidad específica, uso de defloculantes, velocidad de colada aceptable, facilidad de despegue del molde, buena capacidad de secado tras la colada, resistencia en verde adecuada, baja contracción en el secado, flujo Newtoniano.

### 2.3.1.1 Dispersión coloidal de los polvos

Una de las variables más importantes para la densificación de las piezas cerámicas finales procesadas por vaciado de suspensiones es la dispersión coloidal de los polvos materia prima. Una buena dispersión de polvos, promueve un acomodamiento compacto de partículas durante la absorción del disolvente en el yeso. Para la obtención de un sol adecuado para una densificación máxima, se hace uso de dispersantes orgánicos que actúan como barreras estéricas en la superficie de las partículas, evitando las colisiones efectivas (Ottewill, 1989). Otra manera de conseguir la dispersión máxima, es con el uso de modificadores de pH o adición de sales.

Para un mejor entendimiento de la química coloidal, deben entenderse ciertos conceptos, los cuales fueron tomados en cuenta para la selección del método de dispersión de polvos para la consolidación de las piezas cerámicas en este trabajo.

### 2.3.1.2 Fuerzas de dispersión entre partículas

Todos los átomos son un dipolo fluctuante debido a que los electrones que rodean al núcleo no constituyen una pantalla espacial y temporalmente uniforme. Este efecto crea una atracción entre los átomos, conocida como la energía de Van der Waals o de dispersión, la cual es proporcional a las polarizabilidades de los átomos e inversamente proporcional a la sexta potencia de su separación. Las fuerzas de Van der Waals resultan de tres tipos de interacciones: dipolo permanente - dipolo permanente (fuerzas de Keesom); dipolo permanente - dipolo inducido (fuerzas de Debye); y dipolo transitorio - dipolo transitorio (fuerzas de London). Estas son las fuerzas de London que producen la atracción de alto rango entre las partículas coloidales. Cuando los átomos están muy lejos, el movimiento de sus electrones no está correlacionado, pero, como se muestra en la Figura 2.6. Una aproximación de los electrones los distribuirá hasta minimizar la energía del sistema.

Los dipolos transitorios de esta forma, producen una atracción neta, aunque el momento dipolar permanente es cero. Estos dipolos fluctúan en un periodo de  $\sim 10^{-16}$  s; así, si los átomos se separan por una distancia mayor de  $\sim 30$  nm, con el tiempo, la onda electromagnética viaja de un átomo a otro y la distribución electrónica del primer átomo cambia. Esto se llama retardación de las fuerzas de dispersión, y resulta en una atracción reducida; sólo las fuerzas no retardadas tienen importancia en los coloides.

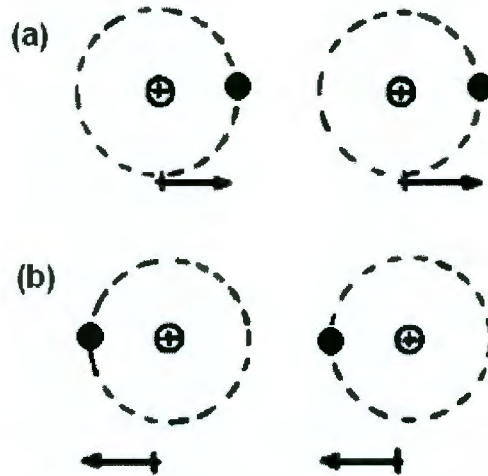


Figura 2.6 Representación esquemática del origen de las fuerzas de dispersión de London para dos átomos.

La fuerza de dispersión atractiva es aditiva, así que es importante para las partículas de dimensiones coloidales y representa la fuerza atractiva que tiende a causar fluctuaciones de los coloides. La teoría de la fuerza de dispersión, se discutió por Mahanty y Ninham. Para 2 placas infinitas separadas por una distancia  $h$ , el potencial atractivo es:

$$V_A = \frac{-A}{12\pi h^2} \quad (1)$$

donde  $A$  (la cual tiene una magnitud del orden de  $10^{-19}$  a  $10^{-20}$  J) es una propiedad del material llamada constante Hamaker. Note que la dependencia de la fuerza con la distancia que es  $V_A \propto -1/h^6$  para átomos es diferente que  $V_A \propto -1/h^2$  para placas; para esferas la fuerza involucra una función logarítmica que disminuye más lentamente que para placas con separaciones pequeñas (comparable con el radio de la esfera) y mucho más rápidamente a separaciones grandes. Como un resultado de la dependencia de  $V_A$  con  $h$ , la fuerza atractiva se extiende en distancias de nanómetros, así que para prevenir la agregación es necesario poner barreras de dimensiones comparables. Esto puede hacerse creando repulsión



electrostática entre las partículas o adsorbiendo una delgada capa orgánica (llamada barrera estérica) sobre las partículas para prevenir el acercamiento.

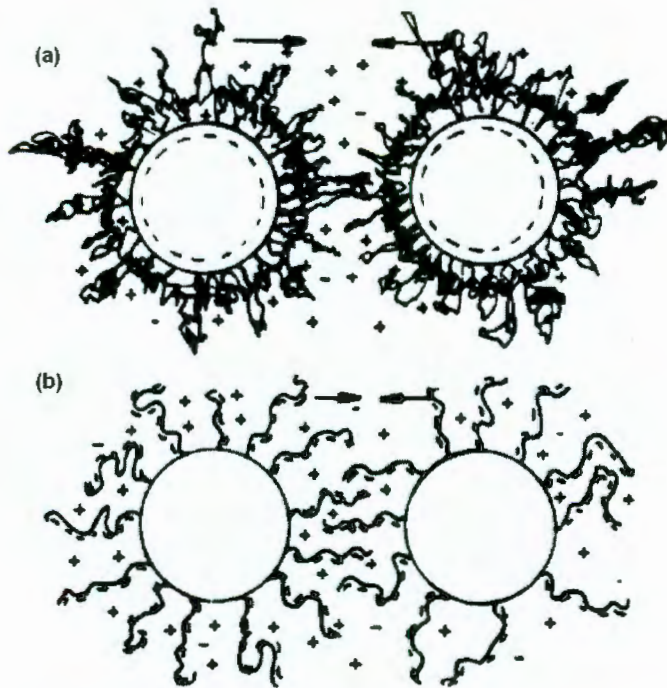


Figura 2.7 Representación esquemática de la estabilización electrostática: (a) partículas cargadas con polímeros no iónicos; (b) polielectrolitos unidos a partículas sin carga (Brinker y Scherer, 1990).

### 2.3.1.3 Estabilización de coloides por repulsión electrostática

La estabilización de los coloides por repulsión electrostática se describe en la teoría DLVO (llamada así, por las iniciales de sus creadores, Derjaguin, Landau, Verwey y Overbeek). La fuerza neta entre las partículas en suspensión se asume como la suma de las fuerzas atractivas de Van der Waals y la repulsión electrostática creada por cargas adsorbidas en las partículas. La barrera repulsiva depende de 2 tipos de iones que hacen la doble capa: los iones determinantes de carga que controlan la carga de la superficie de la partícula y los contra-iones que están en solución en vecindad de la partícula y actúan como cargas de pantalla de los iones determinantes del potencial. Para los hidróxidos, los iones



determinantes de carga son  $H^+$  y  $OH^-$ , los cuales establecen la carga sobre las partículas por protonación o desprotonación de enlaces MOH sobre la superficie de las partículas:



ó



La facilidad con la que los protones se adicionan o remueven del óxido (acidez del grupo MOH) depende del átomo metálico. El pH al cual la partícula está cargada neutralmente se llama punto de carga cero (PZC). A  $pH > PZC$ , la reacción 2 predomina, y la partícula está cargada negativamente, cuando el  $pH < PZC$ , la reacción 3 le da una carga positiva a la partícula. Parks (1965) calculó y tabuló los valores del PZC para algunos óxidos. La magnitud del potencial de superficie,  $\phi_0$  depende del pH de partida desde el PZC, y de que el potencial atraiga a los iones cargados opuestamente en la solución (contra-iones).

Los hidróxidos metálicos son hidrofílicos, lo cual significa que las capas de moléculas de agua están adsorbidas fuertemente en la superficie de una partícula, enlazadas por hidrógeno y fuerzas de Van der Waals. Los contra-iones son fuertemente atraídos por fuerzas de Van der Waals, así como por el potencial electrostático de iones determinantes del potencial. La fuerza de atracción aumenta con la polarizabilidad del ión, así que aumenta con la valencia y con el tamaño, por ejemplo, de  $Li^+$  a  $Cs^+$  y de  $F^-$  a  $I^-$ . Sin embargo, la alta densidad de carga de cationes pequeños ocasiona que se rodee de una capa de hidratación, así que la forma hidratada de un catión pequeño (por ejemplo  $Li^+ + H_2O$  asociada) puede ser más grande que la de un ión más grande (por ejemplo  $Cs^+$ ). En consecuencia, los iones hidratados pequeños se empaquetan menos densamente en partículas, así que para iones de una valencia dada, los iones más grandes protegen más efectivamente la carga superficial.

La doble capa se muestra esquemáticamente en la Figura 2.8. De acuerdo con la teoría estándar, el potencial se dosifica linealmente por medio de una capa de agua y contadores enlazada fuertemente llamada capa rígida. Más allá del plano de Helmholtz, (en  $h = H$ ), en la capa Gouy, los contadores se difunden libremente; en tal región el potencial electrostático repulsivo de la doble capa varía con la distancia de la partícula,  $h$ , aproximadamente de acuerdo con:

$$V_R \propto e^{-\kappa(h-H)} \quad (h \geq H) \quad (4)$$

donde  $1/\kappa$  se llama longitud de Debye-Hückel y  $\kappa$  está dada por:

$$\kappa = \sqrt{\frac{F^2 \sum_i c_i z_i^2}{\epsilon \epsilon_0 R_g T}} \quad (5)$$

donde  $F$  es la constante de Faraday,  $\epsilon_0$  es la permisividad del vacío,  $\epsilon$  es la constante dieléctrica del disolvente, y  $c_i$  y  $z_i$  son las concentraciones y valencias de los contra-iones de tipo  $i$ . Cuando la longitud de Debye-Hückel es grande (es decir,  $\kappa$  es pequeña) el potencial repulsivo viene de la partícula; este es el caso cuando la concentración de los contra-iones es pequeña. Cuando los contra-iones están presentes, el potencial aumenta más rápidamente con la distancia. Si la fuerza repulsiva es proporcional a la pendiente del potencial.

$$F_R = \frac{dV_R}{dh} \propto \kappa e^{-\kappa(h-H)} \quad (6)$$

La fuerza repulsiva aumenta con pequeñas adiciones de electrolito (es decir,  $F_R$  aumenta con  $\kappa$ ). Por supuesto, con cantidades grandes de contra-iones, se colapsará la doble capa (es decir, el término exponencial de la ecuación 6 se anula), eliminando la repulsión.

llama punto isoeléctrico (IEP), el cual generalmente no es igual al PZC. La estabilidad del coloide se relaciona estrechamente con la magnitud del potencial  $\zeta$ , la estabilidad requiere aproximadamente un potencial repulsivo  $\phi_\zeta$  30-50 mV.

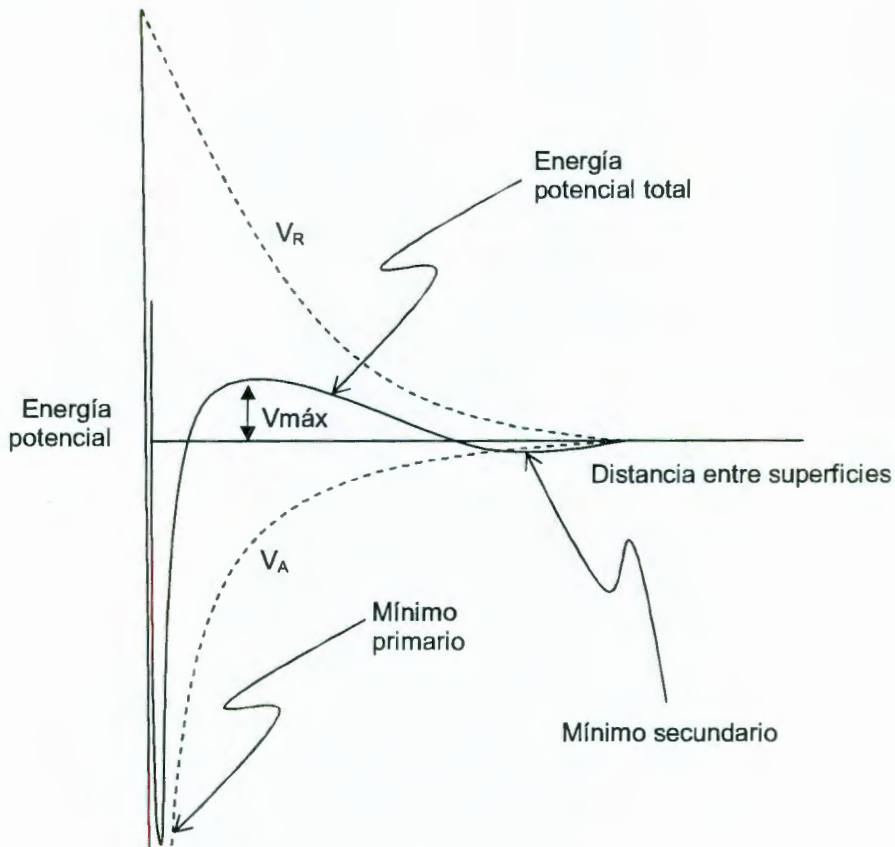


Figura 2.9 Esquema del potencial DLVO:  $V_A$  = potencial atractivo de Van der Waals,  $V_R$  = potencial electrostático repulsivo.

La Figura 2.9 muestra el efecto neto de la fuerza de Van der Waals en la repulsión de la doble capa, como lo requiere la teoría DVLO. Cerca de la partícula hay un mínimo en el energía potencial producido por la atracción de Van der Waals, luego está un máximo (barrera repulsiva) producida por la doble capa electrostática. Si la barrera es mayor que  $\sim 10$  kT, donde k es la constante de Boltzmann, las colisiones producidas por el movimiento browniano no vencen la barrera y causan agregación. Conforme la concentración de los contra-iones



aumenta, la doble capa se comprime, debido a que se requiere el mismo número de cargas para balancear la carga superficial y están disponibles en un pequeño volumen rodeando la partícula. Debido a que las fuerzas de atracción no cambian, mientras la barrera repulsiva se reduzca, aparecerá un mínimo en el diagrama de potencial, pero no es lo suficientemente profundo para unir las partículas.

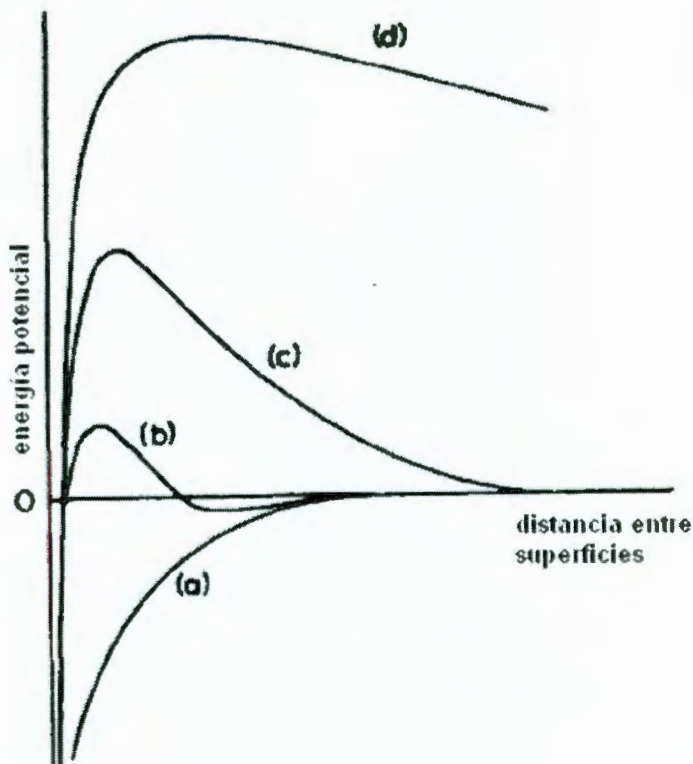


Figura 2.10 Influencia de la concentración del electrolito en la energía potencial total de interacción de 2 partículas esféricas de radio 100 nm en medio acuoso: a)  $1/\kappa=10^{-7}$  cm, b)  $1/\kappa=10^{-6}$  cm, c)  $1/\kappa=10^{-5}$  cm, d)  $1/\kappa=10^{-4}$  cm.

Conforme la concentración de los contraiones aumenta, la doble capa se comprime, debido a que se requiere el mismo número de cargas para balancear la carga superficial y están disponibles en un pequeño volumen rodeando la partícula. Debido a que las fuerzas de atracción no cambian, mientras la barrera repulsiva se reduzca, aparecerá un mínimo en el diagrama de potencial, pero no es lo suficientemente profundo para unir las partículas. Conforme la concentración



de los contraiones aumente, la repulsión de la doble capa se reduce hasta el punto de que el potencial interpartícula sea atractivo y el coloide coagulará inmediatamente.

La utilización de dispersantes orgánicos para la formación de una barrera estérica en la superficie de las partículas, es un método seguro de formación de coloides, pero en México es difícil conseguir los dispersantes orgánicos adecuados para el material de trabajo (alúmina RG-100), por lo cual, resulta más rentable hacer modificaciones en el pH.

Para la dispersión de polvos con modificación de pH, se deben hacer soluciones con pH menor al punto de carga cero para el material de trabajo. En el caso de la alúmina, éste punto se encuentra en pH de 5, 6.6 y 9.2. Debido a lo anterior, el pH de trabajo en las suspensiones a utilizar, debe ser menor a 5, para permitir que las partículas se carguen negativamente. Los reactivos utilizados como modificadores de pH pueden ser ácidos o bases.

Sin embargo, la sílice no coincide con la teoría DLVO debido a que aparentemente se estabiliza por una capa de agua adsorbida que previene la coagulación en el IEP. Esta forma de estabilización es posible debido a la constante de Hamaker de la sílice, la cual es diferente. Para desestabilizar el sol acuoso de sílice, es necesario reducir el grado de hidratación. Allen y Matijević (1969) mostraron que la adición de una sal al sol produce un intercambio de iones.

La Figura 2.11 muestra un punto muy importante acerca del efecto del tamaño de partícula en la estabilidad: para el mismo potencial de superficie, la barrera repulsiva es mejor para partículas más grandes. Este efecto, el cual resulta de las diferentes dependencias de  $V_A$  y  $V_R$  con el radio de la partícula, explica porque las partículas pueden crecer en soles estables. El núcleo inicial

puede ser inestable, pero una vez que haya crecido al tamaño suficiente, la barrera repulsiva llega a ser lo suficientemente grande como para prevenir la coagulación (o el crecimiento). La dependencia del tamaño de partícula con el potencial interpartícula tiene otra consecuencia: si el sol contiene partículas que varían en tamaño, las partículas pequeñas pueden agregarse a las grandes, de forma tal que las partículas, tanto grandes como pequeñas serán estables en un sol que sea monodisperso (es decir, que contenga solo un tamaño de partícula).

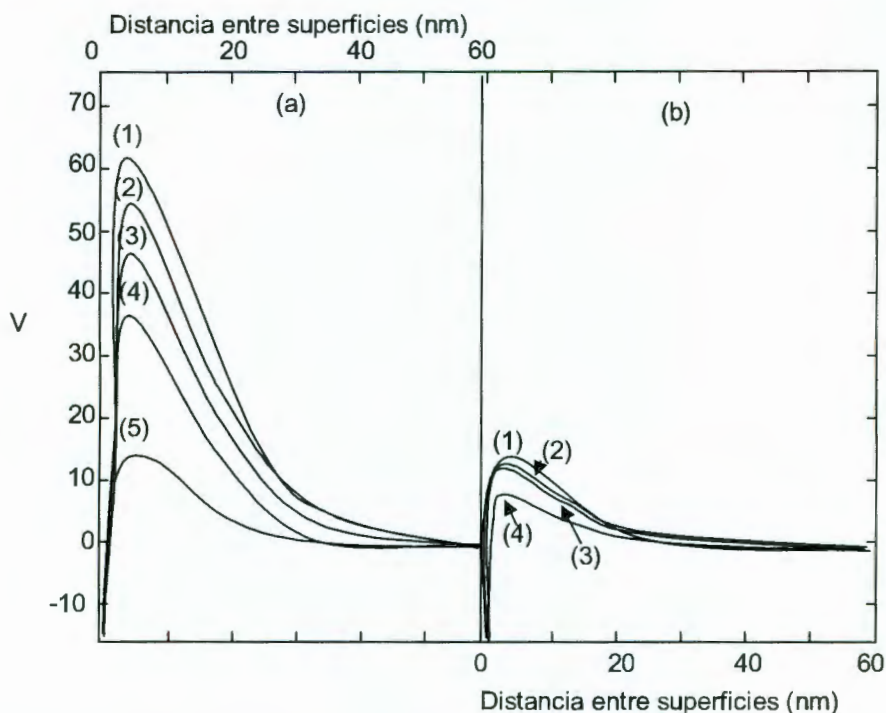


Figura 2.11 Curvas teóricas de la energía potencial total contra la distancia de separación de 2 partículas esféricas de radio  $a_1$  y  $a_2$  y de igual potencial de superficie (35.86 mV);  $A = 5 \times 10^{-20}$  J,  $1/\kappa = 10^{-6}$  cm $^{-1}$ ,  $\epsilon = 78.5$ . (a):  $a_1 = 125$  nm,  $a_2 = 125$  nm (1), 100 nm (2), 75 nm (3), 50 nm (4), 12.5 nm (5) (b):  $a_1 = 12.5$  nm,  $a_2 = 125$  nm (1), 100 nm (2), 75 nm (3), 12.5 nm (4).

En algunos casos el campo de fuerza alrededor de las partículas no induce orden, cuando las partículas no son esféricas. Como se muestra en la Figura 2.12, una vez que se han acomodado 3 partículas, es más fácil para la siguiente

partícula aproximarse hacia el borde que hacia la cara. Este fenómeno ha sido simulado en computadora por Jullien (1986).

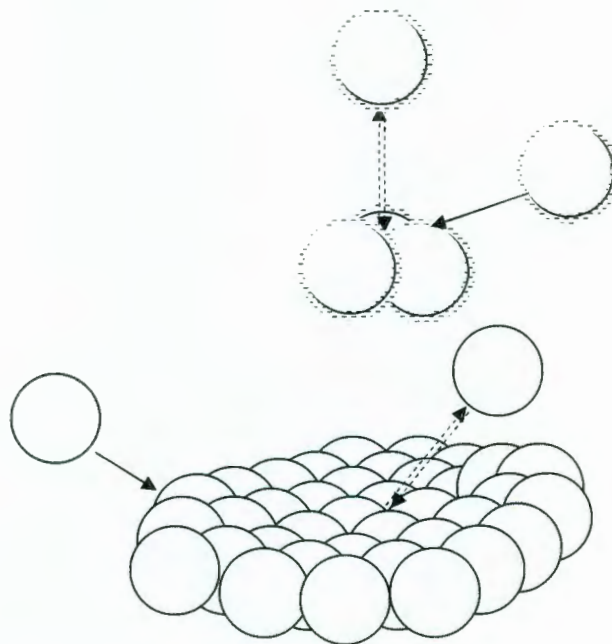


Figura 2.12 Mecanismo de agregación de partículas en láminas. Las partículas se pueden aproximar a los bordes de una lámina donde la fuerza de repulsión electrostática es menor que la de las caras.

Existe una fuerte analogía entre el comportamiento de las partículas en un sol y los átomos en un fluido. A bajas concentraciones, las partículas se comportan independientemente, como los átomos en un gas. Conforme la concentración aumenta, aparece un ordenamiento de corto alcance. Un aumento en concentración puede dar un racimo o gel en el cual el arreglo de las partículas primarias es amorfo o cristalino.

#### 2.3.1.4 Molienda y vaciado de suspensiones

Además de la dispersión de los polvos, como ya se mencionó, el tamaño de partícula de los mismos es una variable importante que tiene efecto en las propiedades mecánicas finales del material sinterizado, por lo que se incluye



dentro del proceso una etapa de molienda-dispersión. En ésta etapa de molienda-dispersión, se pretende lograr tamaños de partícula homogéneos y pequeños de alúmina-caolín-feldespato dispersos en un sol mediante un molino atricionador de bolas.

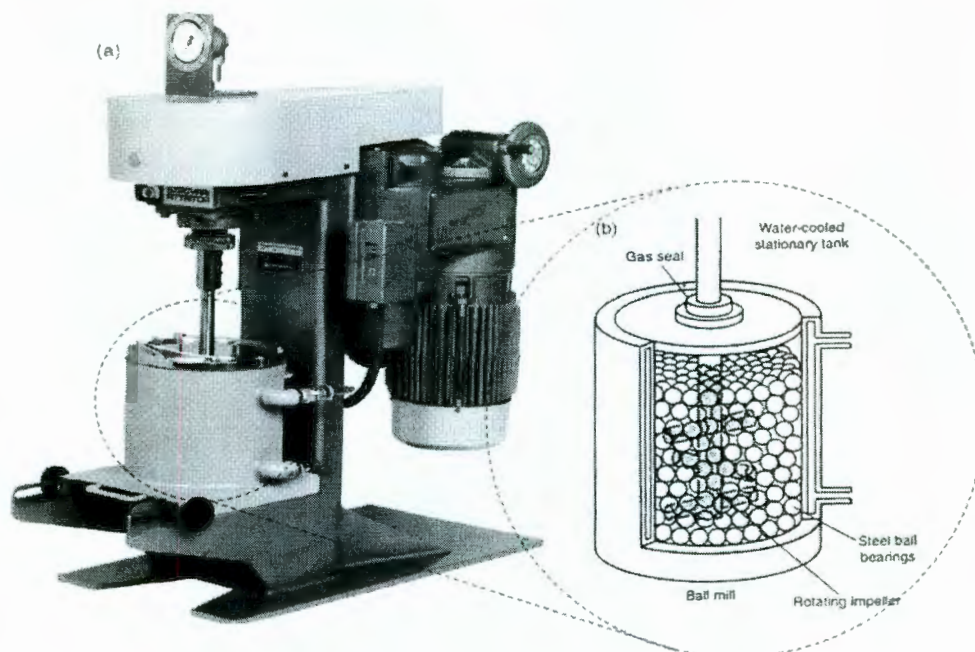


Figura 2.13 Fotografía y representación esquemática de un molino “atricionador” de bolas (Suryanarayana, 2001).

Las etapas del proceso de obtención de un cuerpo en verde (preconsolidado) por el proceso convencional de vaciado de suspensiones para el procesamiento de cerámicos estructurales en general, se muestra esquemáticamente en la Figura 2.14.

En el proceso se preparan primeramente los moldes de yeso (procedimiento a describir en las secciones siguientes), mismos que son llenados con la suspensión, previamente molida, homogeneizada y dispersada con un agente modificador de pH u otro dispersante.

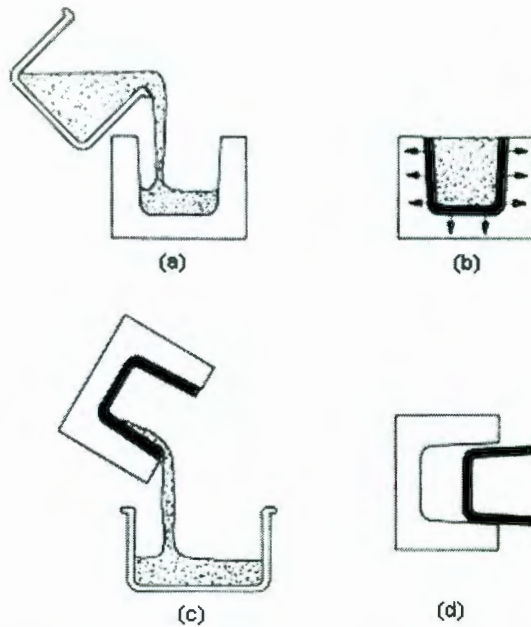


Figura 2.14 Representación esquemática del procedimiento de vaciado de suspensiones. (a) El molde se llena con la suspensión (se vacía sobre las esferas previamente colocadas dentro del molde); (b) El molde extrae el líquido, forma una capa a lo largo de las paredes del molde (y entre las esferas); (c) Se drena el exceso de suspensión (no aplica para nuestro caso); (d) Se retira la muestra después de un secado parcial ya que cuenta con la suficiente consistencia (Richerson, 1992).

### 2.3.1.5 Proceso de sinterización

Finalmente, el proceso de sinterización, que se define como la unión de las partículas de polvo a temperaturas elevadas, el cual empieza a temperaturas por debajo de la temperatura de fusión se muestra esquemáticamente en la figura siguiente, a través de un modelo de sinterización con dos esferas. El proceso de sinterización involucra el movimiento de átomos por difusión en estado sólido (Figura 2.15). Sin embargo, también puede incluir la presencia de líquidos.

En general, el proceso de difusión se manifiesta por la formación de cuellos entre partículas (Figura 2.16). Este proceso involucra cambios importantes en las

propiedades del compacto con la disminución de la elevada energía superficial presente en el compacto.

La suma de la energía libre superficial de un polvo compacto no está en el mínimo y por lo tanto, no está en equilibrio. Cuando se calienta, el sistema trata de disminuir su energía libre superficial disminuyendo su área superficial total y así las partículas de polvo son forzadas a unirse entre sí. El exceso de energía libre del polvo compacto es la fuerza motriz de la sinterización.

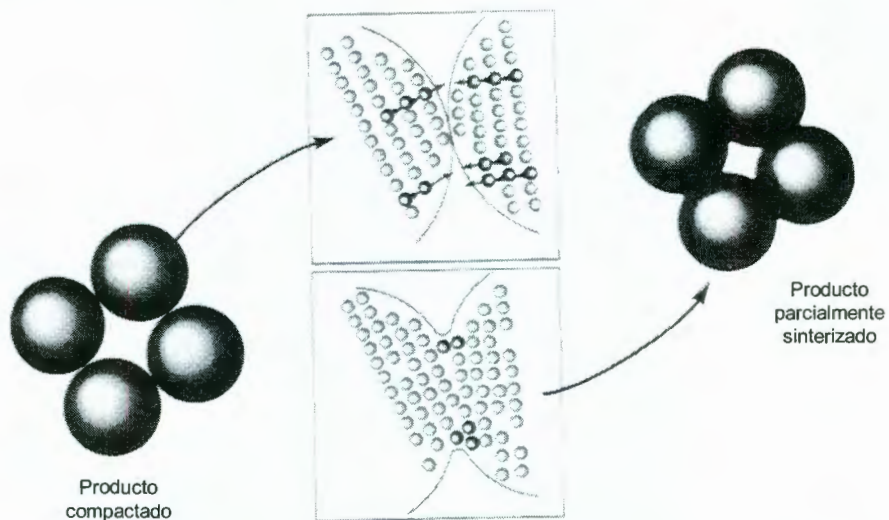


Figura 2.15 Proceso de difusión durante el sinterizado. Los átomos difunden hacia los puntos de contacto, creando puentes y reduciendo el tamaño de los poros (Askeland, 1998).

El desarrollo de microestructuras durante el sinterizado es realmente complicado, pero pueden distinguirse en 3 etapas. Al principio, las partículas de polvo sinterizado se unen y el área de contacto aumenta gradualmente, a lo cual se le llama crecimiento de cuello. En esta etapa, la densidad relativa, que es la densidad del polvo compacto dividido entre su densidad teórica, es aproximadamente de 0.5 - 0.6 y el encogimiento de 4 - 5 %.



Conforme la sinterización avanza, la formación de canales disminuye. La densidad relativa aumenta de 0.6 - 0.95 y el encogimiento aumenta de 5% a 20%. A esta se le llama la etapa intermedia y, en general, el tamaño de partícula aumenta marcadamente. Cuando la densidad relativa aumenta hasta 0.95, los huecos permanecen solo en puntos triples de límites de grano o dentro de la matriz del grano. Esos poros se llaman abiertos, y los que no lo están, se llaman poros cerrados. En la etapa final la sinterización procede de forma que los poros se eliminan gradualmente y la densidad relativa aumenta aún más.

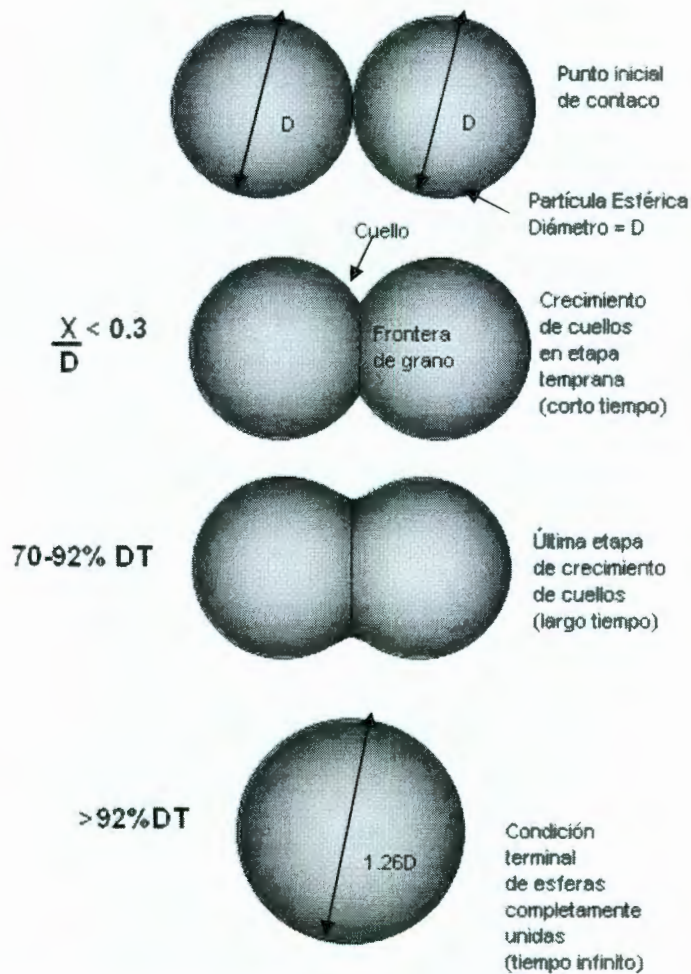


Figura 2.16 Representación esquemática del proceso de sinterización representado en el modelo de dos esferas.

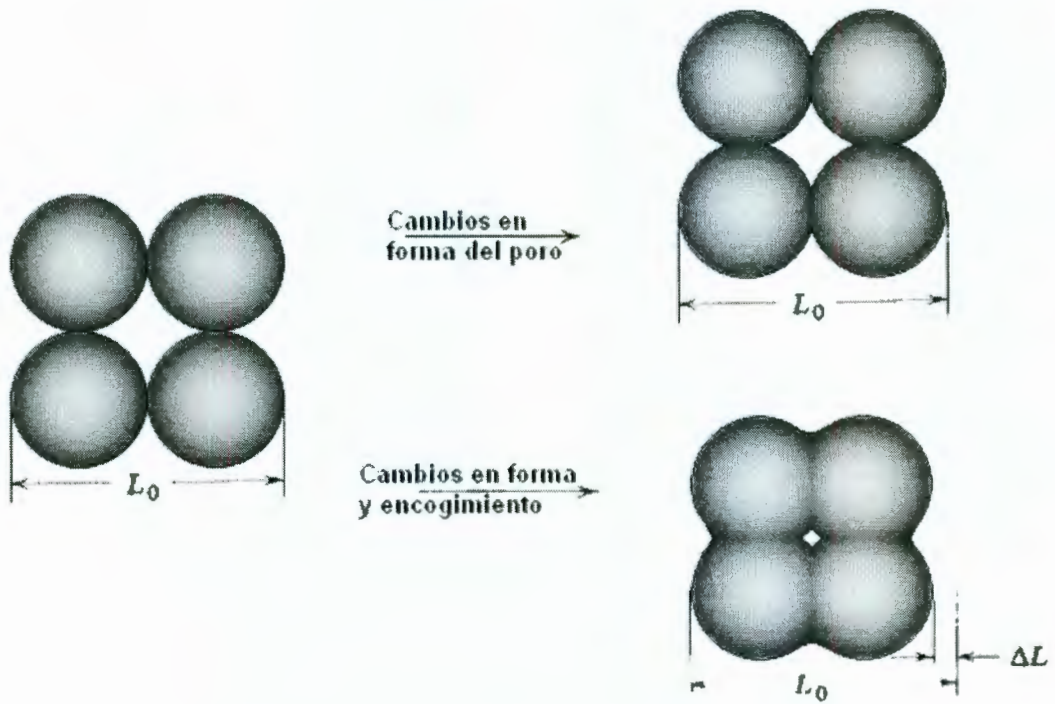


Figura 2.17 Los cambios en el tamaño de poro no necesariamente requieren de un encogimiento.

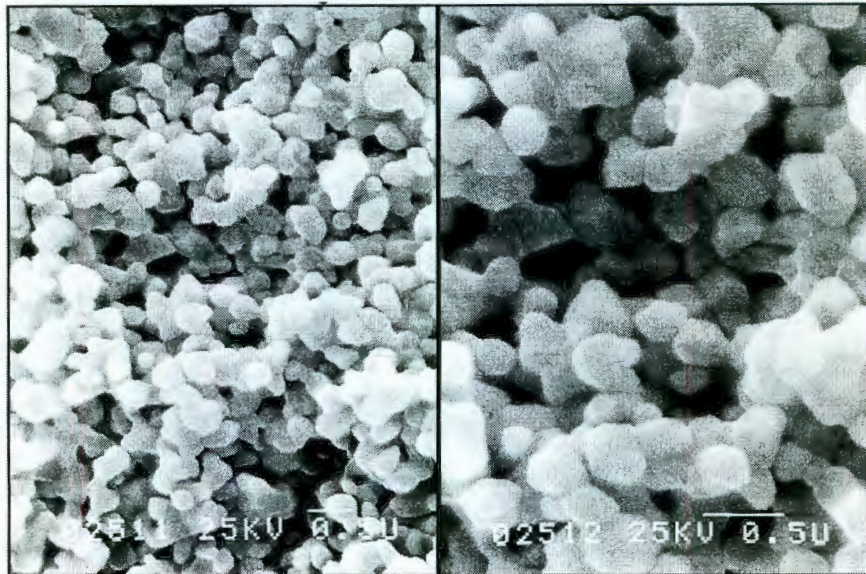


Figura 2.18 Ejemplos del proceso de sinterización en polvos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 1450°C, 0.5 h. Densidad relativa: 67% de la densidad teórica. (Gauckler, 2001)



Un ejemplo real del proceso de sinterización en polvos de alúmina se muestra en la figura siguiente, en donde se muestran dos micrografías comparativas obtenidas en SEM de (a) polvos preconsolidados y (b) de polvos sinterizados a 1450°C por 30 min. Con este proceso se midió una densidad relativa del 67% de la densidad teórica.

### 2.3.2 Algunos métodos usados en la actualidad para la fabricación de espumas cerámicas

Numerosos métodos para fabricación de espumas cerámicas han sido propuestos durante los últimos años por una variedad de investigadores. Por nombrar a algunos tenemos:

1. La inmersión de una espuma polimérica de porosidad abierta en una suspensión cerámica y posteriormente sinterizada sin aplicar presión a una temperatura elevada (Lange y Miller, 1987; Bhaduri y Qian, 1995).
2. Espumado directo de un cerámico (Ortega et al., 2001) o de una solución de Sol – Gel (Wu et al., 1990; Fujii et al., 1990).
3. Sinterizado de esferas huecas (Green, 1985).
4. Siliciado de preformas de carbón (Aoki y McEnaney, 1995).
5. Pirólisis de una mezcla espumosa de un polímero precerámico y poliuretano (Colombo et al., 1998, 1999; Takahashi et al., 2001).
6. Incorporación de una fase fugitiva la cuál se pierde una vez calentando (Zhang et al., 2001).
7. Un proceso de réplica que consiste en la infiltración un sustrato poroso de cloruro de sodio (Pekala y Hoper, 1987).
8. Pirólisis de un polímero precerámico (Schmidt et al., 2001).
9. Unión por oxidación de polvos de SiC compactados (She et al., 2002).



10. A partir de precerámicos microcelulares implementando el principio termodinámico de inestabilidad (Young-Wook y Chul, 2003).

Los métodos mencionados anteriormente producen diferentes tipos de espumas cerámicas. El inconveniente que presentan la mayoría de ellos, es la dificultad para controlar el tamaño y distribución de los poros (en estructuras de poro cerrado, abierto y/o parcialmente abierto) y el costo y equipo necesario para obtener el material.

El método más convencional para producir espumas cerámicas de celda abierta consiste en cubrir espumas reticuladas de poliuretano. El material resultante tiene un tamaño de celda (de poro) bien definido, sin embargo, sufre de baja resistencia mecánica debido a su estructura hueca. Por otro lado, espumas cerámicas producidas por Gel-Casting, un método más reciente, genera alta resistencia mecánica, pero el tamaño de la celda es más difícil de controlar.

Las espumas de macroporo, con tamaño de celda oscilando en un rango entre 100 – 600  $\mu\text{m}$  y una densidad volumétrica de alrededor de 0.25 – 0.58  $\text{g}/\text{cm}^3$ , dependiendo de los parámetros del proceso, pueden ser fabricadas utilizando procesos de espumado directo.

Espumas de microporo, con tamaño de celda de alrededor de 8  $\mu\text{m}$ , son fabricadas a partir de micro cuentas de poli(metilmacrilato) como plantillas de sacrificio. La densidad de volumen está en el rango de 0.31 – 0.48  $\text{g}/\text{cm}^3$ , dependiendo de la cantidad de microcuentas en el material inicial.

La resistencia a la compresión de las espumas se incrementa con un aumento relativo de la densidad, y las espumas de microporo poseen de 2 - 5 veces una mayor resistencia a la compresión en comparación con espumas de macroporo de densidad similar (Colombo y Bernardo, 2003).

Las espumas cerámicas de macroporo pueden ser producidas por dos procesos distintos: réplica o espumado directo.

Cada uno de los procesos nos llevan a obtener cuerpos cerámicos de alta porosidad con rangos de cerca del 70 a más del 90% del volumen total, sin embargo, los resultados en morfologías de los poros y propiedades en las espumas son diferentes.

En particular, las espumas obtenidas por réplica de una esponja polimérica usando una suspensión cerámica tienden a poseer una resistencia mecánica baja y una alta permeabilidad en comparación con las obtenidas por espumado directo de una suspensión cerámica o una solución con precursores cerámicos.

La producción de componentes cerámicos a partir de precursores precerámicos ofrece oportunidades únicas, especialmente desde el punto de vista del proceso, ya que es barato.

Las espumas cerámicas también pueden ser fabricadas a partir de resinas de silicón. Un nuevo método de espumado que usa resinas de fenilmetilsilicona se desarrolló para no requerir agentes químicos o físicos de espumado.

El proceso de espumado es activado por tratamiento térmico entre 200 °C y 300 °C. Después de la adición de alcoholes y agua para generar reacciones químicas, la mezcla se somete a un proceso de pirólisis a 1000°C obteniéndose así una espuma microcompuesta (Zeschky et al., 2003).

Las propiedades mecánicas de estas espumas pueden modificarse o ajustarse a condiciones específicas de servicio mediante la adición de materiales



de relleno y el tamaño de celda (poro) puede ser controlado por un pretratamiento térmico.

### 2.3.3 Fabricación de espumas cerámicas por vaciado de suspensiones sobre esferas perdidas

Estos cerámicos espumados tienen un gran potencial de ser utilizadas en muchas aplicaciones y producidos de varias maneras. La problemática de la manufactura de estos materiales reside en combinar suficiente resistencia mecánica y controlar la microestructura.

Por consiguiente es necesario desarrollar una nueva ruta que elimine las limitantes del control del tamaño del poro en la espuma y la baja resistencia mecánica obtenida de la muestra sinterizada. Thijs *et al.* (2204) plantean un método en el que la idea básica es la de preparar estructuras construidas por esferas huecas con un diámetro específico determinado desde el inicio, que en un segundo paso sean interconectadas para lograr una red de poro abierto. Las esferas huecas actúan en una técnica de vaciado de sacrificio. Como corazones (esferas de sacrificio) puede ser utilizada una amplia gama de materiales tales como: granos o esferas de poliestireno, semillas de todo tipo, etc.

Por este método se obtienen altos valores de resistencia, obviamente la resistencia es fuertemente influenciada por la densidad final de material. La densidad de empaquetamiento de las esferas huecas puede modificarse si se utilizan diferentes proporciones de esferas de diferentes diámetros.

Esta nueva tecnología puede producir espumas cerámicas con suficiente resistencia y con un tamaño de poro específico y controlado. Considerando que el objetivo de este trabajo de investigación es obtener una espuma cerámica con buenas propiedades mecánicas a través de un proceso simple y poco costoso, se



optó por utilizar ésta metodología como guía inicial, la metodología que se siguió para fabricar las espumas cerámicas se explica a detalle en la siguiente sección.

### III. METODOLOGÍA

#### 3.1 Preparación de polvos y suspensiones

La dispersión de los polvos es una parte importante del proceso de vaciado de suspensiones, ya que de esta dependerá el empaquetamiento de las partículas durante el proceso de absorción de agua en los moldes de yeso. De acuerdo con resultados obtenidos de tamaño de partícula y morfología, que se detallarán más adelante, se determinó que para el tipo de alúmina empleado ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  -RG 100), el dispersante utilizado sería  $\text{HNO}_3$  ó polimetacrilato de amonio (Darvan C), de acuerdo a la metodología y análisis que se presentan a continuación.

Se mezcló un 60% masa de polvos y un 40% masa de una solución de dispersión preparada con  $\text{HNO}_3$  o Darvan C. Para la preparación de la solución de dispersión se utilizó agua previamente desionizada y el agente dispersante ( $\text{HNO}_3$  ó Darvan C).

La composición de los polvos fue una variable definida para la optimización del proceso, así como el tipo y cantidad de dispersante empleado.

Para el proceso de dispersión, además deben de tomarse en cuenta las características de los polvos como punto de carga cero y punto isoeléctrico, lo anterior con la finalidad de determinar la naturaleza y concentración del dispersante a utilizar, como se mencionó anteriormente.

De acuerdo con ensayos preliminares, se efectuó un diseño de experimentos, en el que se contemplaron las 3 variables que se consideraron como las más importantes:

1. Composición de polvos de la suspensión.
2. Agente dispersante utilizado.
3. Curva de sinterización.

Las primeras dos variables corresponden específicamente a parámetros de molienda. Otros como relación polvos:bolas, relación masa polvos:masa solución de dispersión, y tiempo de molienda, se determinaron como fijos o constantes después de una revisión de reportes y trabajos previos del tema.

Cuadro 3.1 Composiciones de mezclas de polvos y agentes dispersantes utilizados para las diferentes moliendas realizadas.

<b>Ensayo A</b> (350/50 - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Caolín)	262.5 gr 37.5 gr 200 ml 1 ml	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) Caolín H <sub>2</sub> O desionizada HNO <sub>3</sub>
<b>Ensayo B</b> (350/33 - Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Caolín)	262.5 gr 25 gr 200 ml 1 ml	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) Caolín H <sub>2</sub> O desionizada HNO <sub>3</sub>
<b>Ensayo C</b> (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	300 gr 200 ml 1 ml	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) H <sub>2</sub> O desionizada HNO <sub>3</sub>
<b>Ensayo I (2% de K<sub>2</sub>O en Feldespató)</b>	192.1 gr 27.4 gr 80.5 gr 200 ml 1 ml	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) Caolín Feldespató potásico H <sub>2</sub> O desionizada HNO <sub>3</sub>
<b>Ensayo II (1% de K<sub>2</sub>O en Feldespató)</b>	287 gr 32.5 gr 40.5 gr 200 ml 1 ml	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) Caolín Feldespató potásico H <sub>2</sub> O desionizada HNO <sub>3</sub>
<b>Ensayo 1</b>	300 gr 200 ml 0.9 gr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) H <sub>2</sub> O desionizada Darvan C
<b>Ensayo 2</b>	262.5 gr 37.5 gr 200 ml 0.9 gr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) Caolín H <sub>2</sub> O desionizada Darvan C
<b>Ensayo 3</b>	259.5 gr 40.5 gr 200 ml 3 gr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) Feldespató potásico H <sub>2</sub> O desionizada Darvan C
<b>Ensayo 4</b>	227.1 gr 32.4 gr 40.5 gr 200 ml 3 gr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100) Caolín Feldespató potásico H <sub>2</sub> O desionizada Darvan C



En el Cuadro 3.1 se presentan las composiciones de polvos y concentraciones utilizadas de agentes dispersantes para las moliendas efectuadas en la etapa experimental.

Una propuesta para prevenir la problemática de fracturas en piezas sinterizadas, fue la utilización de polvos de feldespatos de base potasio con el fin de agregar impurezas fundentes para modificar las condiciones de sinterización.

La cantidad de feldespato utilizado en las mezclas se determinó para 1 y 2% en peso de  $K_2O$  contenido en el mismo, sin tomar en cuenta la masa de sílice y alúmina aportada por dicho feldespato. La composición de los polvos de feldespato potásico se detalla en la siguiente sección en el apartado correspondiente a la caracterización de polvos.



Figura 3.1 Preparación de una mezcla de polvos para un Ensayo B (300 gr de polvos de  $Al_2O_3$  RG – 100 y Caolín con una relación de 350:50 en peso) utilizando una báscula electrónica.

Como ya se explicó, el tamaño de partícula de los polvos en la suspensión es una variable de vital importancia cuyos efectos se reflejan en las propiedades finales del material sinterizado. Para la etapa de la molienda – dispersión, se utilizó un molino atricionador para garantizar tamaños de partícula homogéneos y pequeños de los polvos dispersos en el sol.

Una vez determinadas las composiciones de polvos y agentes dispersantes se procedió a preparar las mezclas para las moliendas. Para ello se utilizó una báscula electrónica (Figura 3.1) para determinar las cantidades requeridas de polvos ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  - RG 100, Caolín y Feldespato) así como de la solución de dispersión ( $\text{H}_2\text{O}$  desionizada,  $\text{HNO}_3$  y Darvan C).

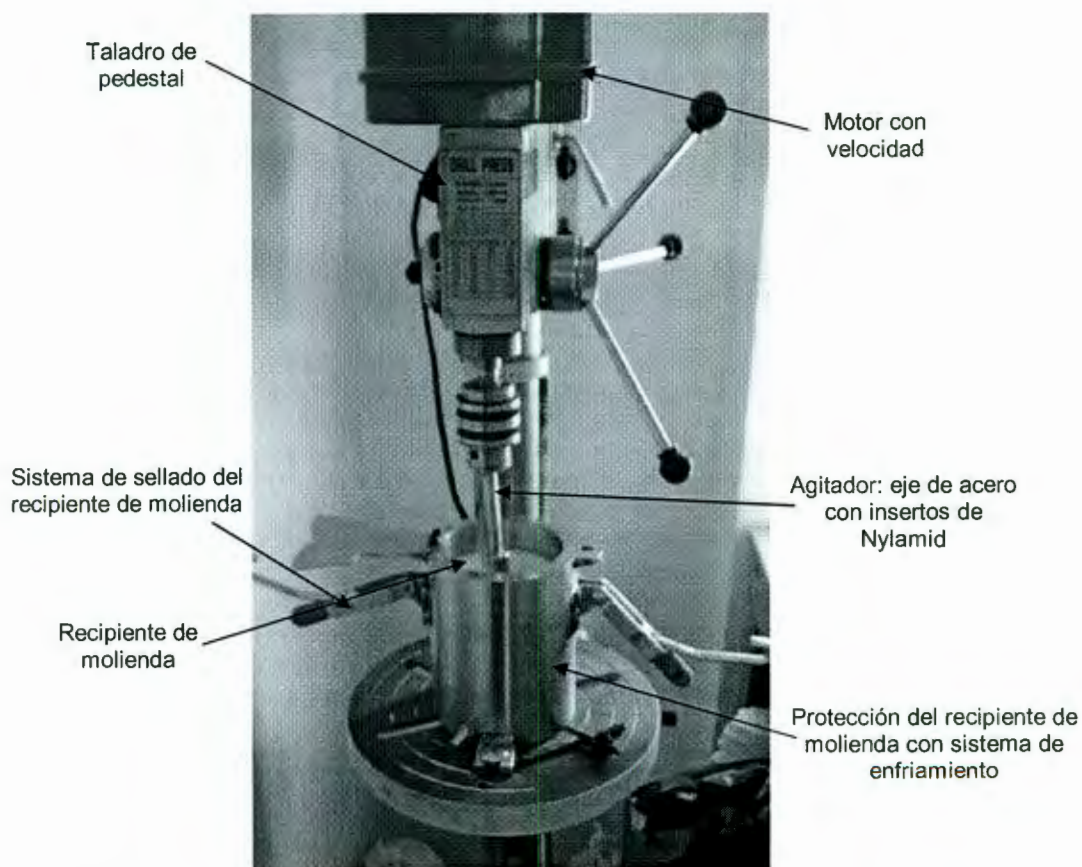


Figura 3.2 Molino atricionador implementado a través de un taladro de pedestal.

El molino atricionador utilizado para la molienda de polvos se implementó a partir de un taladro de pedestal (Figura 3.2). Dicho taladro genera dispersión en la mezcla a través de un agitador de Nylamid y el continuo choque de bolas de alúmina (Figura 3.3) cuyos diámetros oscilan entre los 2 y 5 mm.



Figura 3.3 Bolas de alúmina utilizadas para la molienda de los polvos.

El recipiente de molienda también es de Nylamid, mismo que está protegido por una chaqueta de acero inoxidable y un sistema de enfriamiento.



Figura 3.4 Agitador de Nylamid montado en la mordaza del taladro de pedestal.



En cuanto al material de los recipientes de molienda, no se requiere que éstos sean demasiado resistentes al desgaste como el agitador, pero sí de una resistencia media. Esto es debido a que el desgaste por las bolas de alúmina es mayor para el agitador que para el crisol, ocasionado por la rotación del mismo, que genera mayor golpeteo que contra el recipiente.

Para evitar variabilidad en las moliendas siempre se utilizó el mismo agitador de Nylamid (Figura 3.4) y la misma mezcla de bolas de alúmina de 2 – 5 mm de diámetro.

### 3.2 Fabricación de la espuma cerámica base $Al_2O_3$

#### 3.2.1 Fabricación de moldes de yeso

La fabricación de los moldes de yeso se basó en la implementación de la técnica de vaciado de suspensiones y en reportes documentados en esta técnica (García, 2002).

El método de fabricación de los moldes se describe detalladamente paso a paso en la Figura 3.5. Las imágenes se generaron mediante el software IRONCAD (programa CAD).

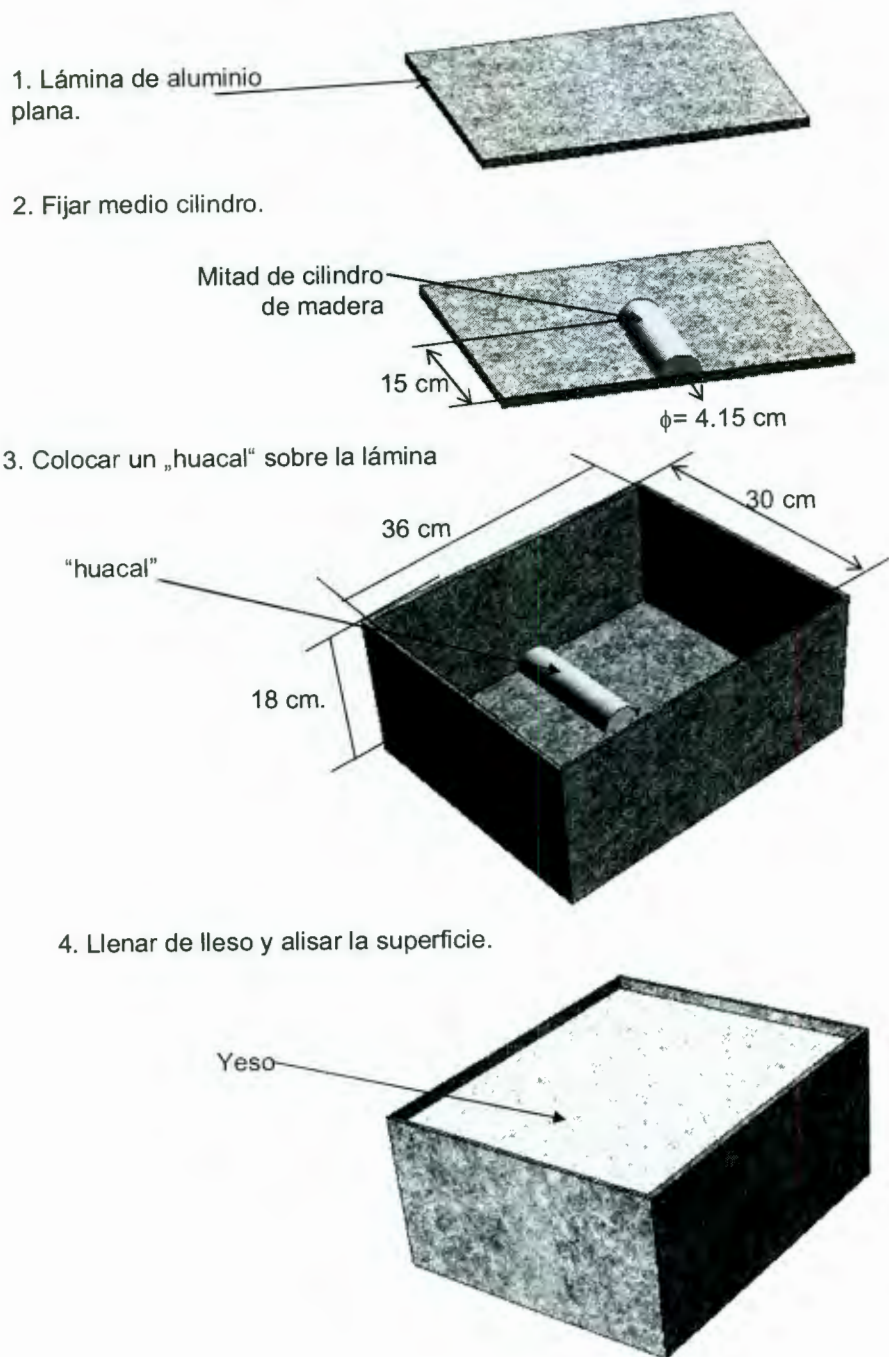
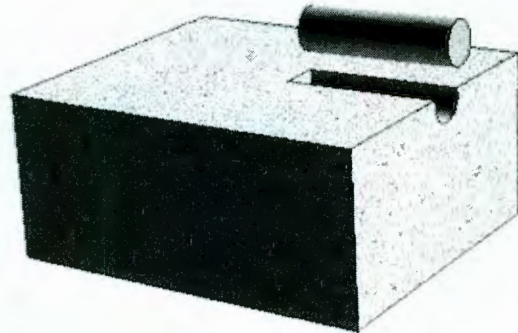


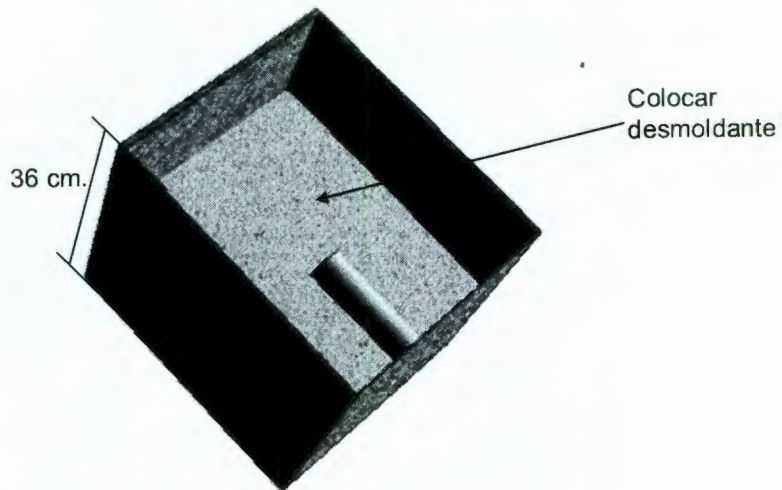
Figura 3.5 Proceso detallado de fabricación de los moldes de yeso.

5. Sacar la pieza de yeso y voltearla e introducir un cilindro completo en el hueco.



5. Colocar una hoja delgada de desmoldante

6. Colocar un „huacal" del doble de altura que el anterior sobre la pieza de yeso

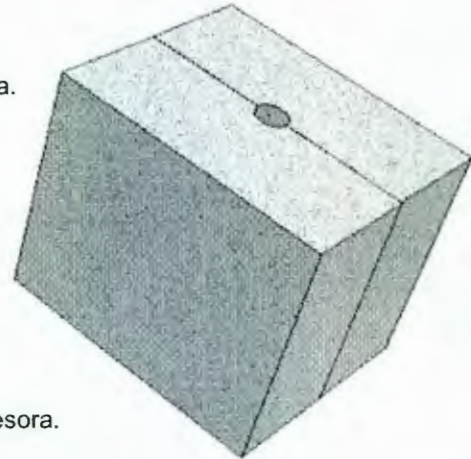


7. Llenar otra vez con yeso.

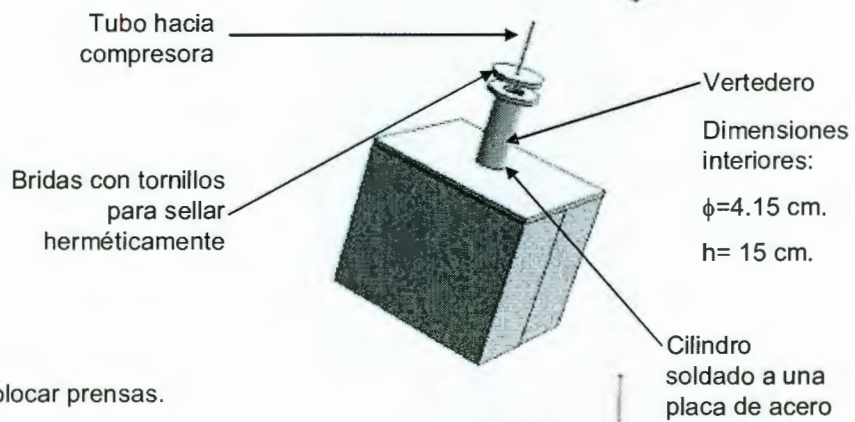
Figura 3.5 (cont.) Proceso detallado de fabricación de los moldes de yeso.



8. Retirar el „huacal“ y el molde de madera.



9. Colocar vertedero y tubo hacia compresora.



12. Colocar prensas.

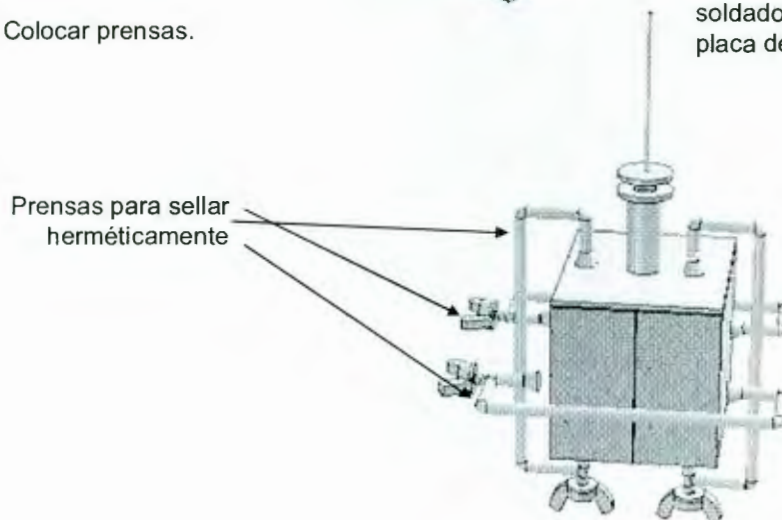


Figura 3.5 (cont.) Proceso detallado de fabricación de los moldes de yeso.

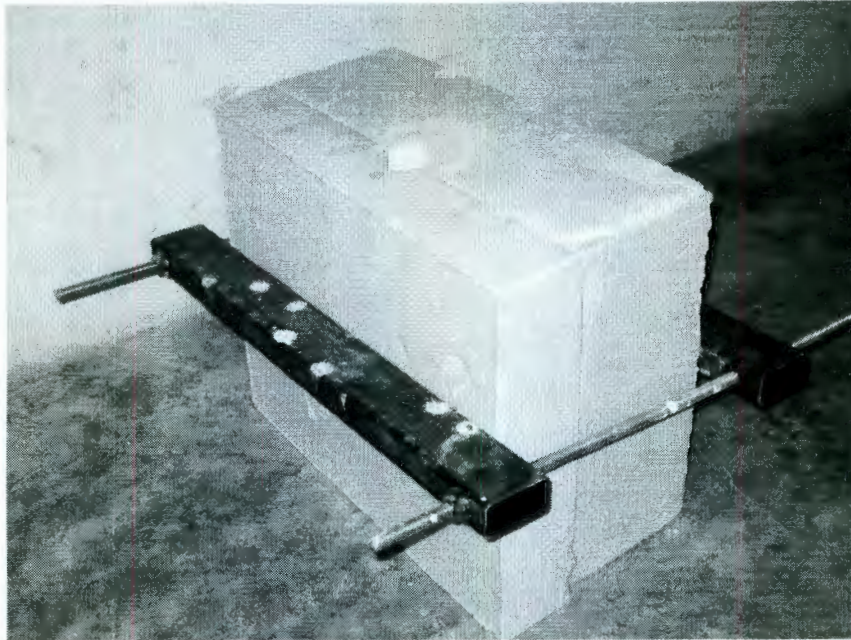


Figura 3.6 Molde de yeso ensamblado después del fraguado, utilizado para el vaciado de suspensiones base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para obtener las muestras en verde de las espumas cerámicas.

### 3.2.2 Vaciado de suspensiones

El vaciado de suspensiones, se llevó a cabo en los moldes de yeso que se fabricaron siguiendo la metodología presentada anteriormente.



Figura 3.7 Sello de foami colocado entre las caras de cierre de los moldes de yeso.



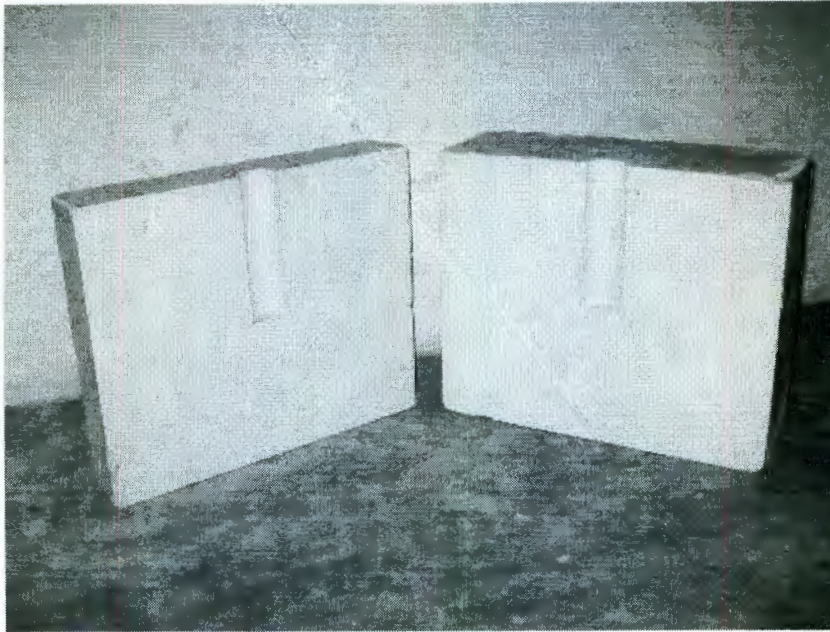


Figura 3.8 Cavidades en el molde de yeso donde se colocaron las esferas de poliestireno expandido y se realizó posteriormente el vaciado de la suspensión base  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Para la mayoría de los vaciados fue necesario utilizar un sello de foami como se muestra en la Figura 3.7, ya que los moldes de presentaban algunas fugas por irregularidades en la planicidad entre las superficies de las caras de cierre.

Para asegurar una compactación óptima con un acomodo adecuado de los corazones, se ideó un sencillo implemento que evitó que las esferas de poliestireno flotaran (por tener una menor densidad que la suspensión) y generaran zonas con porosidad heterogénea, que finalmente se traducirían en propiedades mecánicas no homogéneas en las muestras sinterizadas.

Después de colocar las esferas de poliestireno en la cavidad sellada del molde de yeso, se introdujo un tubo de PVC de  $\frac{1}{2}$ " de diámetro que haría la función de vertedero (Figura 3.10). En la parte inferior del tubo se colocó una



malla plástica para mosquitero que permitiría el paso de la suspensión a través de ella y evitaría el desacomodo de las esferas previamente colocadas y compactadas.

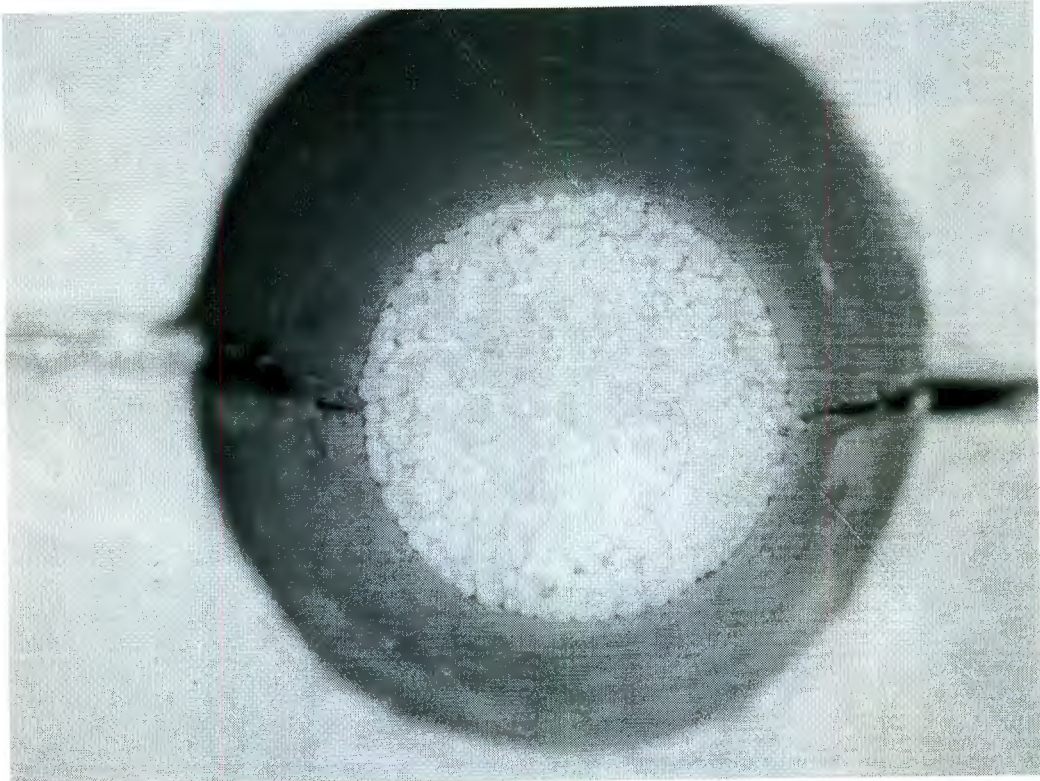


Figura 3.9 Esferas de poliestireno expandido colocadas dentro del molde de yeso previamente ensamblado.

Para asegurar la posición del vertedero de PVC y evitar alguna fuga por la parte superior, se selló con foami el espacio libre entre el tubo de PVC y la cavidad del molde. Este sello ayudó posteriormente al desmolde de la muestra en verde y a la separación del vertedero de la misma.

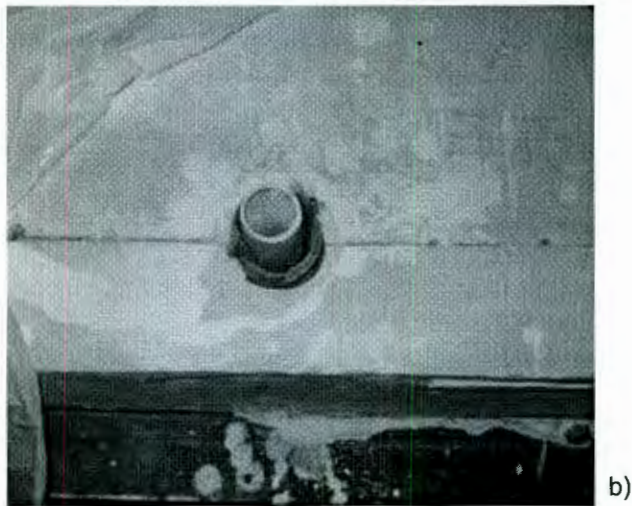
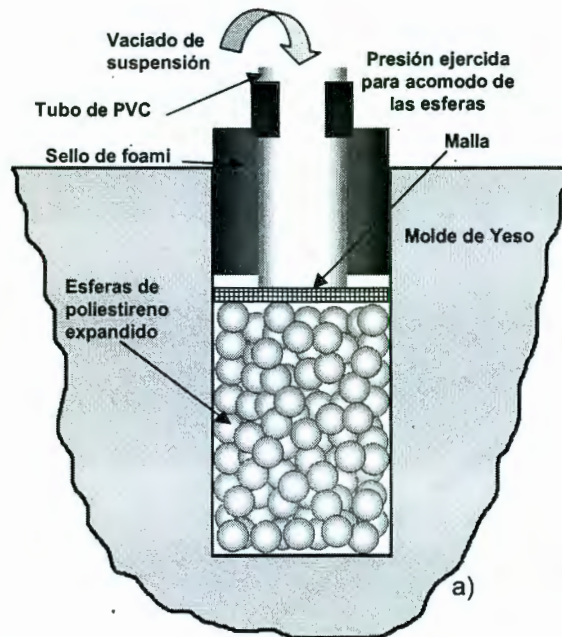


Figura 3.10 a) Esquema del vertedero en corte, b) Molde de yeso ensamblado, con el vertedero acoplado y el sello de foami, listo para realizar el vaciado de una suspensión base  $Al_2O_3$ .

Una vez que el molde está preparado, se realiza el vaciado de la suspensión obtenida previamente por molienda. La suspensión se saca del recipiente de nylamid y se filtra a través de una malla para separar las bolas de alúmina (Figura 3.11). Finalmente se vierte con un embudo por el bebedero colocado en la boca del molde (Figura 3.12) y se cubre con un plástico para evitar



que impurezas del medio ambiente, como partículas polvo y tierra, contaminen a la probeta antes de que solidifique.



Figura 3.11 Bolas de alúmina retenidas en la malla para separarlas de la suspensión después de la molienda.

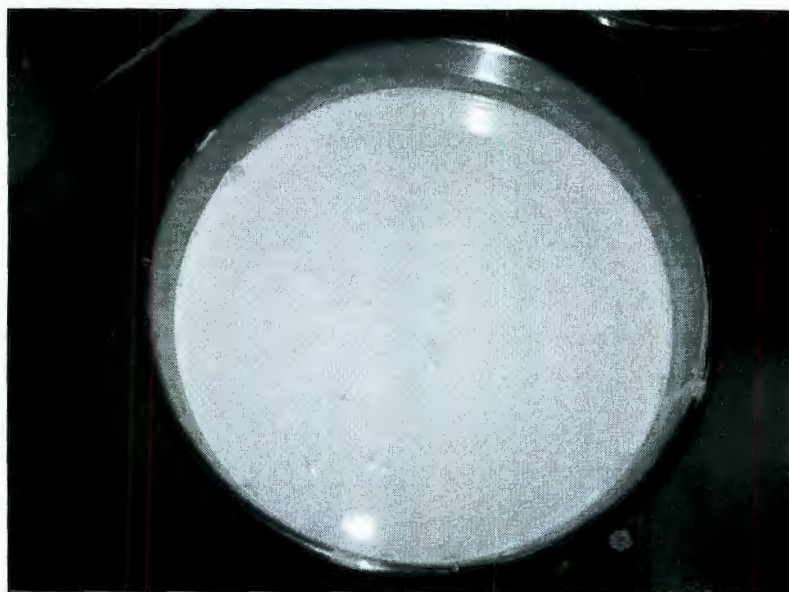


Figura 3.12 Suspensión lista para vaciarse en el molde.



Los moldes se dejan reposar durante un periodo de 48 – 72 horas hasta que se adsorba gran porcentaje del agua contenida en la suspensión y ésta solidifique.

### 3.2.3 Secado de muestras en verde

Antes de sinterizar las muestras, se realizó un secado previo para eliminar la mayor cantidad de agua contenida en ellas y calcinar las esferas de poliestireno expandido. Para ello, las probetas se hornearon durante 12 hr a una temperatura constante de 110°C. En el caso de las muestras del ensayo 4 se siguió la curva de secado que se muestra en la Figura 3.13. Después de transcurrido este tiempo, se retiraron del horno de secado (Figura 3.14) en espera de ser sinterizadas en un horno de alta temperatura.

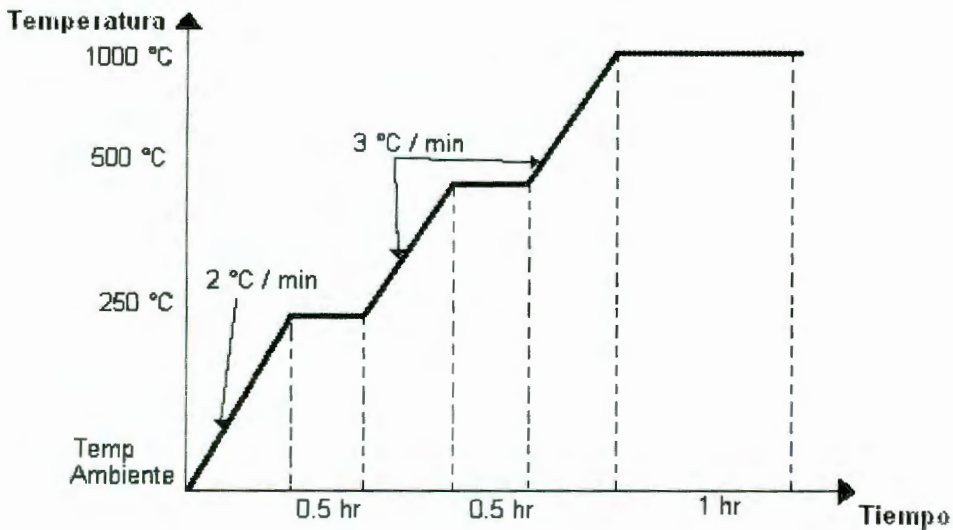


Figura 3.13 Curva de secado – calcinado empleada en las probetas del Ensayo 4.

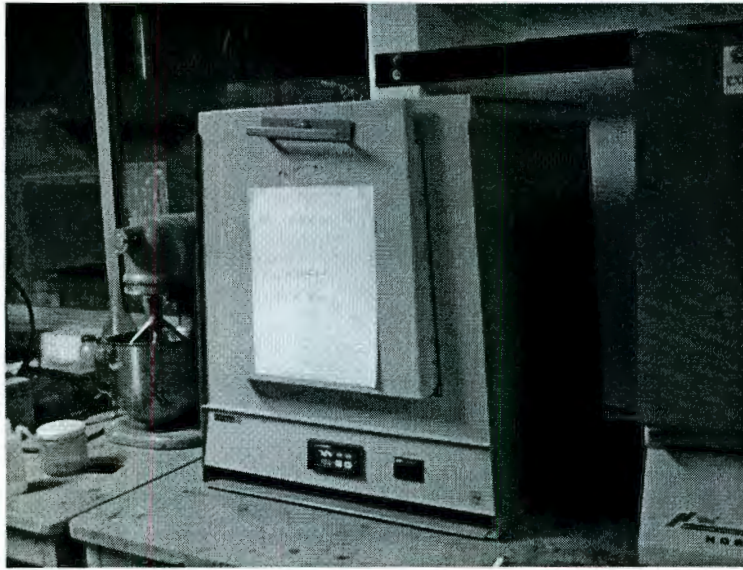


Figura 3.14 Horno de secado utilizado para las muestras en verde.

### 3.2.4 Sinterizado de muestras

Las piezas en verde se densificaron por un proceso de sinterizado a través de un horno de tubo horizontal o uno eléctrico de cámara, dependiendo de la disponibilidad de los mismos. La temperatura de sinterización se determinó empleando el diagrama de fases para mullita mostrado en la Figura 2.2 así como un análisis de composición química. Las curvas de sinterización empleadas se muestran a detalle en la Figura 3.15, Figura 3.20, Figura 3.21 y Figura 3.22.

El proceso de sinterización se realizó en las instalaciones del CINVESTAV Unidad Querétaro en un horno facilitado por el Laboratorio de Ingeniería Mecánica del Instituto Tecnológico de Celaya. El dispositivo en cuestión es un horno High Temperature Tube Furnace 54500 Thermolyne (Figura 3.16) con un tubo de alúmina para mufla tubular abierto por ambos extremos de 18 pulgadas de longitud y con un diámetro externo de 3 pulgadas (Figura 3.17). La temperatura máxima del horno sin carga es de 1600°C.

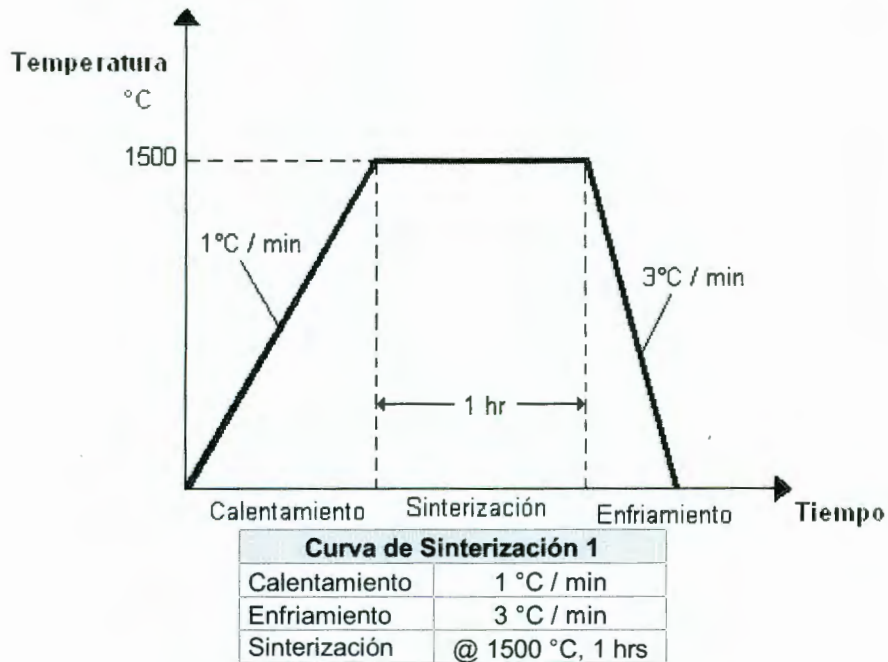


Figura 3.15 Curva de sinterización utilizada para obtener las muestras de espumas cerámicas base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de los Ensayos A, B, C, I y II, según el diseño de experimentos.

Por problemas de accesibilidad al horno del Instituto Tecnológico de Celaya, se recurrió a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en Morelia, que cuenta con un horno eléctrico de cámara de alta temperatura (Figura 3.18) que alcanza hasta 1600 °C.

La desventaja que presentó el horno de cámara es que no cuenta con un controlador electrónico para la temperatura como en el caso del de tubo (Figura 3.19), por lo que ésta tiene que modificarse manualmente desde la temperatura inicial hasta la de sinterización en cada lapso determinado de tiempo.





Figura 3.16 Horno de tubo de alta temperatura para sinterización de cerámicos facilitado por el Laboratorio de Ingeniería Mecánica del Instituto Tecnológico de Celaya.

Esto representó una carga de trabajo adicional, considerando las velocidades de calentamiento y enfriamiento requeridas y la cantidad de muestras en verde que se sinterizaron. Es por ello que se tuvieron que utilizar curvas de sinterización ajustadas con incrementos de  $5^{\circ}\text{C}$  ó  $10^{\circ}\text{C}$  / min en el calentamiento y  $10^{\circ}\text{C}$  ó  $20^{\circ}\text{C}$  / min en el enfriamiento (a diferencia de  $1$  ó  $3^{\circ}\text{C}$  / min, como con el horno de tubo). También la temperatura y tiempo de sinterizado se incrementaron, como se muestra esquemáticamente a detalle en la Figura 3.20, Figura 3.21 y Figura 3.22.

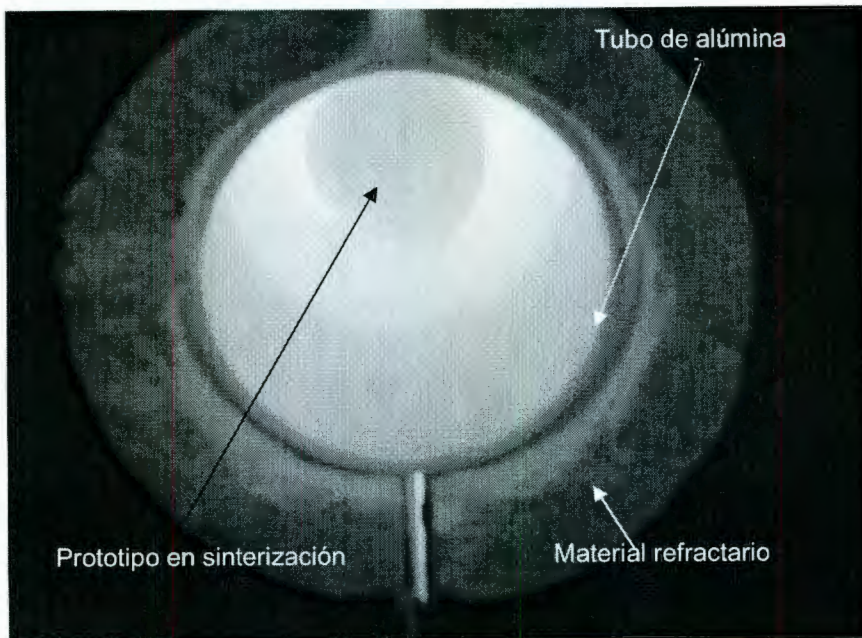


Figura 3.17 Detalle interior del horno de tubo de alta temperatura.



Figura 3.18 Horno eléctrico del Laboratorio de Cerámicas Avanzadas de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

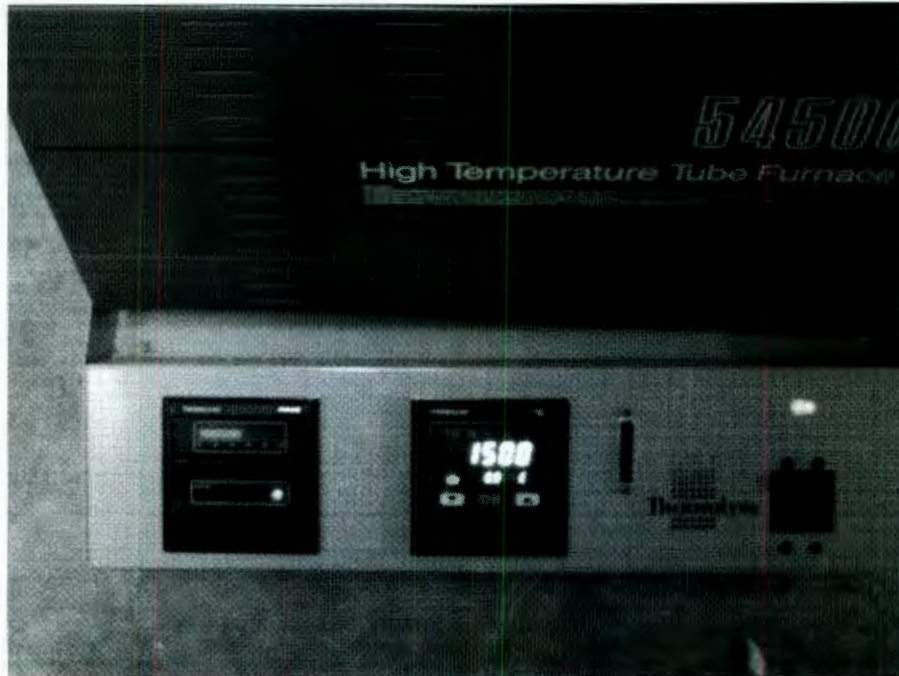
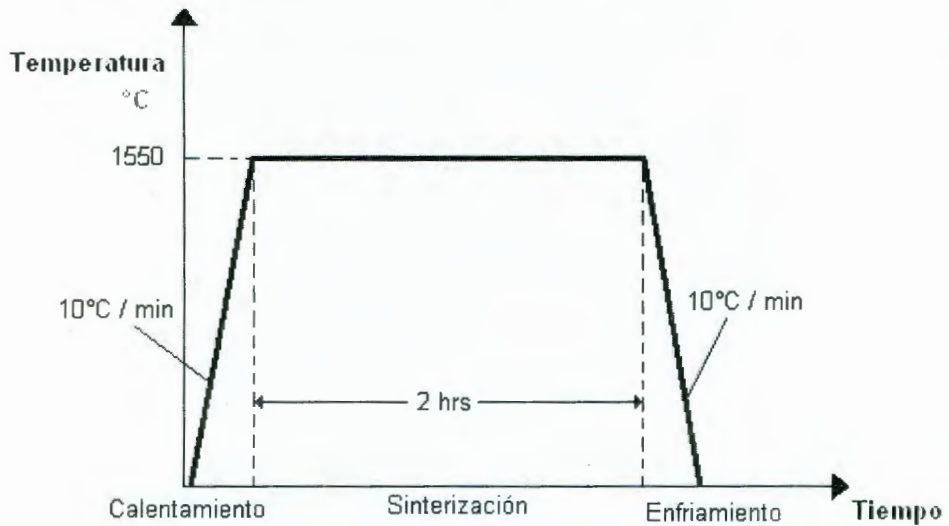


Figura 3.19 Control electrónico del horno de tubo de alta temperatura.



Curva de Sinterización 2	
Calentamiento	10°C / min
Enfriamiento	
Sinterización	@ 1550 °C, 2 hrs

Figura 3.20 Curva de sinterización utilizada para obtener las muestras de espumas cerámicas base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de los Ensayos 1, 2, y 3, según el diseño de experimentos.





Figura 3.21 Curva de sinterización no. 3 utilizada para Ensayos 4.

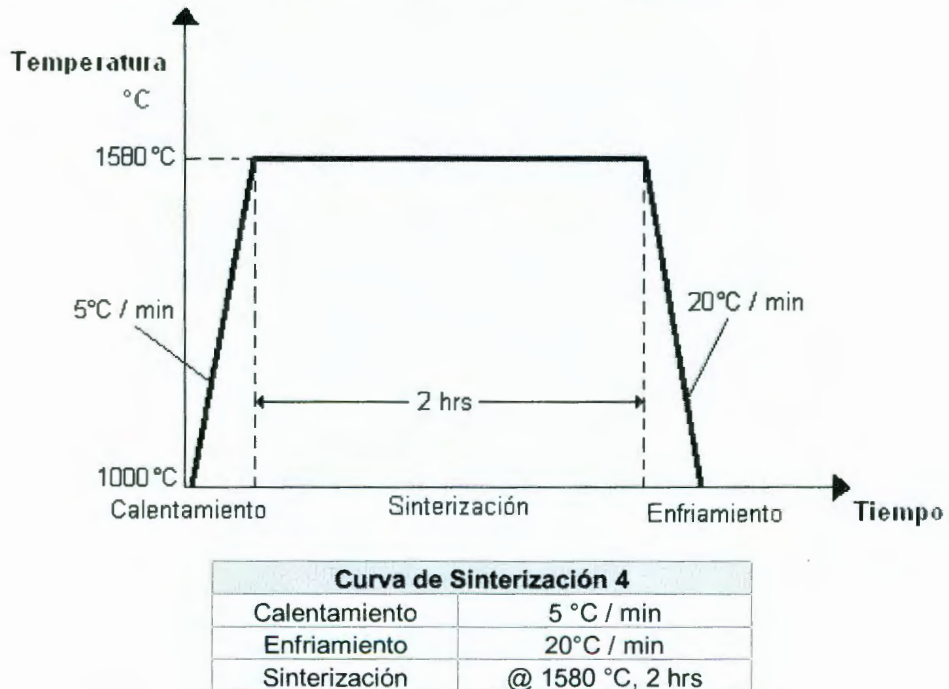


Figura 3.22 Curva de sinterización no. 4 utilizada para Ensayos 4.

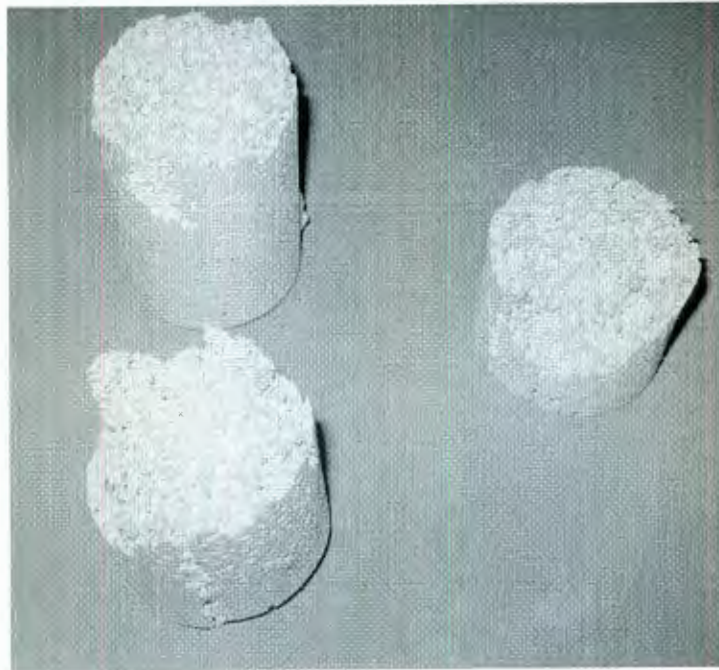


Figura 3.23 Probetas sinterizadas obtenidas de los Ensayos A y 3. El diámetro de las probetas es de 40.2mm.

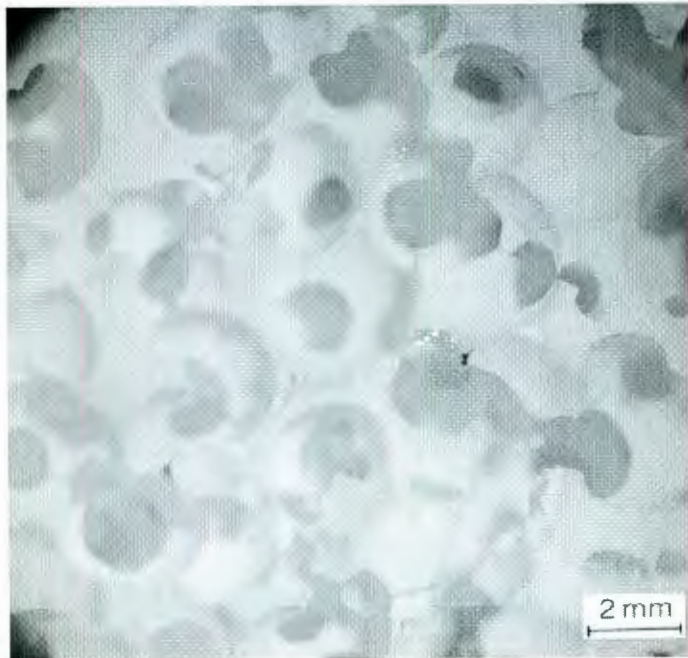


Figura 3.24 Porosidad macroscópica de una probeta después de sinterizada. El tamaño de poro es del orden de 3 mm.

Después de transcurrido el tiempo de sinterización en el horno de alta temperatura, la probeta densificada se retira del mismo y se procede a la caracterización de la espuma cerámica fabricada.

### 5.3 Resultados preliminares

A continuación se presenta el Cuadro 3.2 en el que se muestran, resumidamente, las condiciones en las que se realizó la metodología expuesta anteriormente. Se indica el número de la probeta, la composición, los parámetros de la molienda y algunos comentarios que incluyen la fecha de realización del vaciado, secado y/o sinterizado. Además, se adiciona una última columna en la que se marca con  $\checkmark$  si se obtuvo exitosamente la espuma cerámica en cuestión después del sinterizado. De la misma manera se indica con  $\times$  si se trató de una prueba No-Exitosa.



Cuadro 3.2 Resumen de resultados preliminares

No	Composición	Parámetros de Molienda	Comentarios	RES
1	Ensayo A	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 1	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 25/11/04 <b>Fecha Sinterizado:</b> 22/12/04 <b>Observaciones:</b> Primer probeta obtenida en verde. Se sinterizó satisfactoriamente, sin embargo la distribución de los poros no es uniforme ya que se mezclaron las esferas con la suspensión antes de vaciarse en el molde de yeso.	✓
2	Ensayo B	Tiempo de Molienda: 90 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 1	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 13/12/04 <b>Fecha Sinterizado:</b> 23/12/04 <b>Observaciones:</b> El tiempo de solidificación de esta probeta superó los 4 días, debido quizás, a las bajas temperaturas que se registraron en la ciudad en estas fechas.	✓
3	Ensayo A	Tiempo de Molienda: 90 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 13/12/04 <b>Fecha Sinterizado:</b> 23/12/04 <b>Observaciones:</b> El tiempo de solidificación de esta probeta superó los 4 días, debido quizás, a las bajas temperaturas que se registraron en la ciudad en estas fechas. Las probetas sobrevivieron la sinterización, pero ésta no se realizó completamente.	✓
4	Ensayo A	Tiempo de Molienda: 90 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 14/12/04 <b>Fecha Sinterizado:</b> 23/12/04 <b>Observaciones:</b> El tiempo de solidificación de esta probeta superó los 4 días, debido quizás, a las bajas temperaturas que se registraron en la ciudad en estas fechas. Las probetas sobrevivieron la sinterización, pero ésta no se realizó completamente.	✓
5	Ensayo I	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 16/12/04 <b>Fecha Secado:</b> 28/12/04 <b>Observaciones:</b> La probeta se rompió durante el secado a 80°C	X
6	Ensayo I	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 21/12/04 <b>Fecha Secado:</b> 28/12/04 <b>Observaciones:</b> La probeta se rompió durante el secado a 80°C	X
7	Ensayo I	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 1	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 21/12/04 <b>Fecha Sinterizado:</b> 23/12/04 <b>Observaciones:</b> La probeta salió del horno de sinterización pulverizada. Al parecer no tiene la suficiente consistencia.	X
8	Ensayo II	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 1	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 21/12/04 <b>Fecha Sinterizado:</b> 23/12/04 <b>Observaciones:</b> Las probetas sinterizaron perfectamente.	✓
9	Ensayo II	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 1	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 22/12/04 <b>Fecha Sinterizado:</b> 23/12/04 <b>Observaciones:</b> Las probetas sinterizaron perfectamente.	✓

No	Composición	Parámetros de Molienda	Comentarios	RES
10	Ensayo A	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 28/11/04 <b>Observaciones:</b> La probeta se degradó (pulverizó) después de dejarse secar a temperatura ambiente por 10 días.	X
11	Ensayo A	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 28/11/04 <b>Observaciones:</b> La probeta se degradó (pulverizó) después de dejarse secar a temperatura ambiente por 10 días.	X
12	Ensayo II	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 28/12/04 <b>Observaciones:</b> Después de un secado a temperatura ambiente por varios días, se vuelve a presentar la problemática de la consistencia. La probeta se desmorona al llevarla al horno.	X
13	Ensayo C	Tiempo de Molienda: 945 min @ 210 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 10/01/05 <b>Observaciones:</b> Después de un periodo de varios días de secado a temperatura ambiente las probetas se degradan hasta desmoronarse.	X
14	Ensayo C	Tiempo de Molienda: 45 min @ 210 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 10/01/05 <b>Observaciones:</b> Después de un periodo de varios días de secado a temperatura ambiente las probetas se degradan hasta desmoronarse.	X
15	Ensayo 1	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 12/01/05 <b>Observaciones:</b> Después de un periodo de varios días de secado a temperatura ambiente las probetas se degradan hasta desmoronarse.	X
16	Ensayo 1	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 12/01/05 <b>Observaciones:</b> Después de un periodo de varios días de secado a temperatura ambiente las probetas se degradan hasta desmoronarse.	X
17	Ensayo 1	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 13/01/05 <b>Observaciones:</b> Después de un periodo de varios días de secado a temperatura ambiente las probetas se degradan hasta desmoronarse.	X
18	Ensayo 1	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 13/01/05 <b>Observaciones:</b> No se obtuvo probeta por fallas en el vaciado de la suspensión en el molde. El molde de yeso tenía una grieta que fugó la totalidad de la suspensión.	X



No	Composición	Parámetros de Molienda	Comentarios	RES
19	Ensayo 2	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 17/01/05 <b>Observaciones:</b> La probeta no sobrevivió el secado. Se desmoronó al contacto.	X
20	Ensayo 2	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 17/01/05 <b>Observaciones:</b> La probeta no sobrevivió el secado. Se desmoronó al contacto.	X
21	Ensayo 2	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 18/01/05 <b>Observaciones:</b> La probeta no sobrevivió el secado. Se desmoronó al contacto.	X
22	Ensayo 2	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 2	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 18/01/05 <b>Fecha Sinterización:</b> 11/02/05 <b>Observaciones:</b> Probeta sinterizada con muchas fracturas. Gran parte del cuerpo presenta problemas de desmoronamiento después del sinterizado. Sólo se conserva la parte central.	X
23	Ensayo 3	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 01/02/05 <b>Observaciones:</b> La probeta no sobrevivió el secado. Se desmoronó al contacto.	X
24	Ensayo 3	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 02/02/05 <b>Observaciones:</b> Durante la molienda no se fijó la tapa del crisol adecuadamente, lo que ocasionó el derrame de gran proporción de líquido. Al término de la molienda la suspensión y las bolas de alúmina quedaron pegadas al crisol y tuvieron que ser extraídas con mucha dificultad con una espátula.	X
25	Ensayo 3	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 04/02/05 <b>Observaciones:</b> La probeta no sobrevivió el secado. Se desmoronó al contacto.	X
26	Ensayo 3	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 04/02/05 <b>Observaciones:</b> La probeta no sobrevivió el secado. Se desmoronó al contacto.	X
27	Ensayo 3	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 2	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 08/02/05 <b>Fecha Sinterización:</b> 11/02/05 <b>Observaciones:</b> La probeta sinterizó satisfactoriamente, sin embargo presenta una expansión mayor en la parte inferior, lo que sugiere una granulometría heterogénea.	√



No	Composición	Parámetros de Molienda	Comentarios	RE
28	Ensayo 4	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 3	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 09/02/05 <b>Observaciones:</b> La probeta presenta ligeras fracturas en su superficie debido al manejo que sufrió al ser llevada a Morelia y no ser sinterizada por problemas en el horno. La muestra en verde se metió en una bolsa de plástico cerrada para conservar su humedad hasta la sinterización.	✓
29	Ensayo 4	Tiempo de Molienda: 45 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 3	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 11/02/05 <b>Observaciones:</b> La muestra en verde se metió en una bolsa de plástico cerrada para conservar su humedad hasta la sinterización.	✓
30	Ensayo 4	Tiempo de Molienda: 60 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 4	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 14/02/05 <b>Observaciones:</b> La muestra en verde se metió en una bolsa de plástico cerrada para conservar su humedad hasta la sinterización.	✓
31	Ensayo 4	Tiempo de Molienda: 60 min @ 560 RPM Curva de Sinterización 4	<b>Fecha Molienda - Vaciado:</b> 16/02/05 <b>Observaciones:</b> La muestra en verde se metió en una bolsa de plástico cerrada para conservar su humedad hasta la sinterización.	✓

Notas:
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. En todas las moliendas se utilizó una relación polvos : bolas de 1 : 1.</li> <li>2. Solamente se contemplan en esta tabla los experimentos realizados utilizando esferas de poliestireno expandido. Pruebas anteriores incluyen el uso de amaranto y ajonjolí como esferas perdidas. El amaranto se degradó formando una masa con la suspensión, mientras que el ajonjolí presenta el problema de generar poros con aristas que concentran esfuerzos no deseados. Solamente se obtuvieron muestras en verde de estas composiciones.</li> <li>3. Se utilizó una molienda por probeta para evitar formar capas durante el secado o mezclar moliendas.</li> <li>4. Para todas las moliendas se utilizó el mismo agitador de Nylamid a 350 RPM.</li> <li>5. Las bolas de alúmina fueron las mismas para todas las moliendas. Para evitar la heterogeneidad en los diámetros de las bolas, se mezclaron las nuevas con las viejas (diámetros de 2 – 5 mm).</li> <li>6. El vaciado de la suspensión se realizó inmediatamente después de la molienda para evitar la sedimentación del polvo.</li> <li>7. ✓ Indica si se obtuvo una espuma cerámica después del sinterizado (Prueba Exitosa)</li> <li>8. ✗ Indica que no se obtuvo una espuma sinterizada al final del proceso (Prueba No-Exitosa)</li> </ol>

### 3.4 Caracterización estructural, microestructural y de propiedades mecánicas

#### 3.4.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de energía dispersiva (EDS)

Para determinar la morfología y tamaño de partícula de la materia prima (polvos de alúmina, caolín y feldespato) se realizaron análisis por microscopía electrónica de barrido en un ESEM (Environmental Scanning Electron Microscopy) EOL-XL30 (Figura 3.25) con una señal de electrones secundarios. En el caso de las espumas cerámicas fabricadas, también se hizo un análisis químico por EDS (Espectroscopia de Energía Dispersiva) en el mismo equipo.

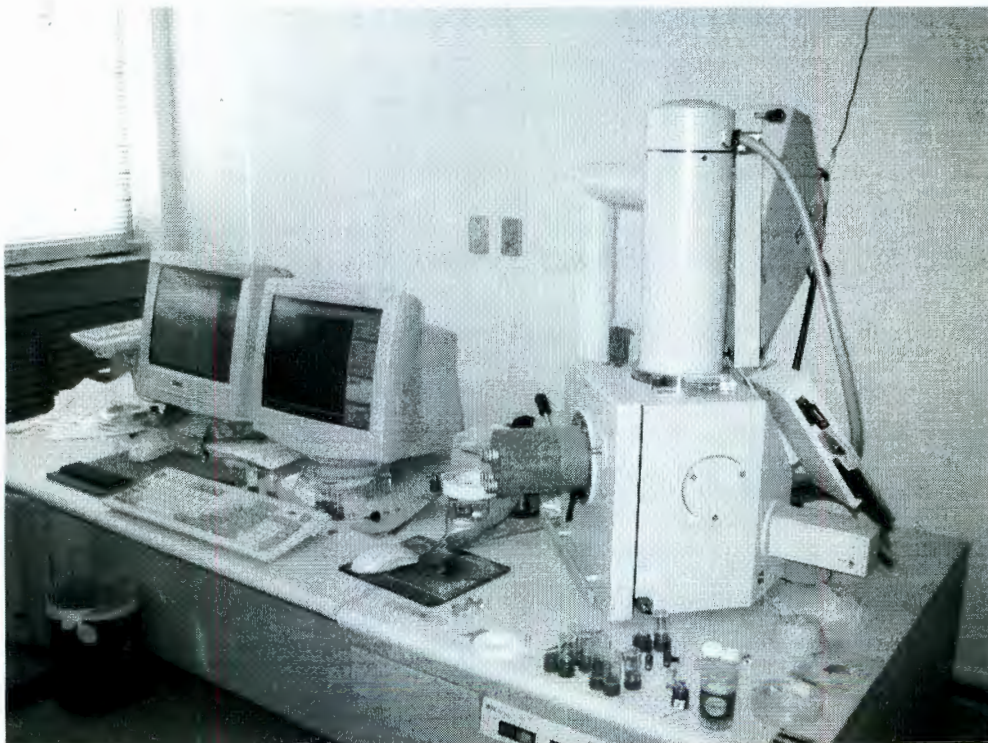


Figura 3.25 Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental XL30 ESEM.



Los polvos se prepararon en comprimidos o fueron depositados sobre la superficie de un pin de aluminio, mientras que las espumas se montaron en baquelita. Los comprimidos consistían de polvos secos disgregados por medio de un mortero y cribados con mallas más finas que la No. 200. Posteriormente se preconsolidaban en un dado mediante una prensa. En el caso del uso de pines de aluminio, los polvos se encontraban dispersos en una suspensión acuosa. Una gota de la suspensión se colocaba en la cabeza del pin, previamente pulido, hasta que se seca.

En la búsqueda de obtener imágenes más claras durante los análisis de SEM, la superficie de los comprimidos y de las muestras montadas se preparó con una deposición de una película muy delgada de oro (Figura 3.26) que evita el cargado de las partículas. Dicha película contribuye en la lista de elementos que son detectados por el haz de electrones durante la prueba de EDS. Sin embargo, se remueve para los cálculos de las cantidades de componentes de óxidos presentes en los polvos y espumas sinterizadas.



Figura 3.26 Muestras montadas de las espumas en baquelita y posteriormente recubiertas con una fina película de oro.



### 3.4.2 Medición de tamaño de partícula

Adicionalmente, se recurrió a un medidor de tamaño de partícula para determinar algunos parámetros de molienda. El equipo en cuestión es un Schimadzu Centrifugal Particle Size Analyser SA-CP4 (Figura 3.27) facilitado por la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo en Morelia, Mich.



Figura 3.27 Medidor de tamaño de partícula Schimadzu Centrifugal Particle Size Analyzer SA-CP4.

### 3.4.3 Ensayo de microdureza

En cuanto a los ensayos mecánicos, pruebas de microdureza Vickers se realizaron en un Microdurómetro Digital BUEHLER MMT-3 (Figura 3.28) aplicando una carga de 1000 grF (9807 mN). Se extrajeron pequeños pedazos de las caras exteriores de las espumas sinterizadas y posteriormente se montaron en baquelita, como se hizo para los análisis de SEM. Para cada muestra se realizaron 25 indentaciones como mínimo, distribuidas aleatoriamente a lo largo

de la superficie descubierta. Se tuvo precaución de elegir zonas en donde la porosidad natural del material no afectara las mediciones como la que se muestra en la Figura 3.29.

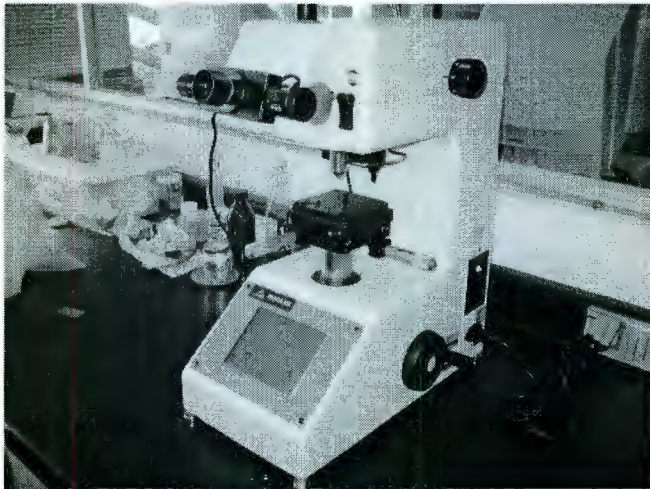


Figura 3.28 Microdurómetro Digital BUEHLER MMT-3 en el que se realizaron los ensayos de dureza Vickers.

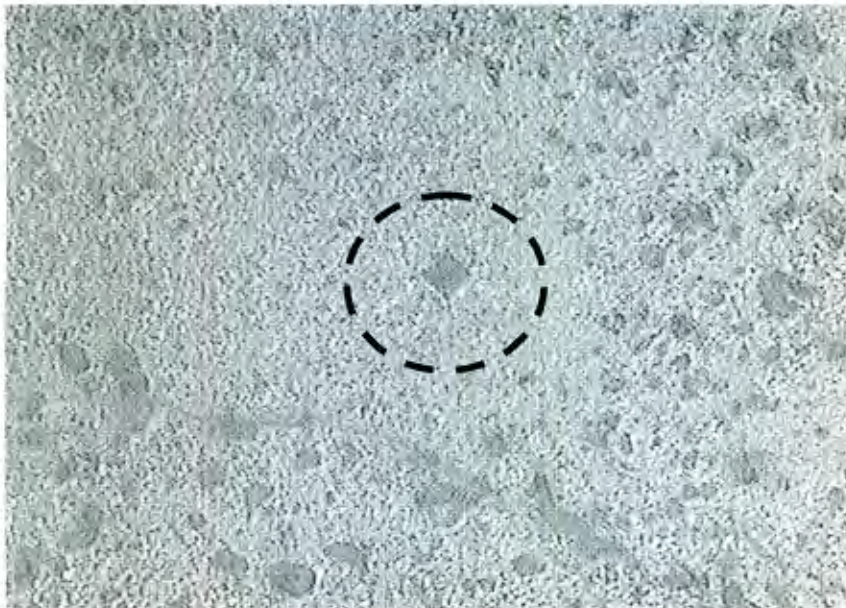


Figura 3.29 Indentación Vickers en una espuma sinterizada (Ensayo II) en una zona libre de poros.



### 3.4.4 Ensayo de compresión simple

En ensayo de compresión es frecuentemente utilizado para determinar las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos. En este caso, se llevaron especímenes de las espumas cerámicas hasta la falla. Las pruebas se realizaron en una Máquina Universal Forney (Figura 3.30) ubicada en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Querétaro.

Las probetas a ensayarse presentaban algunas irregularidades en la superficie de la cara superior (Figura 3.31). Para evitar obtener resultados variables o erróneos en el ensayo, se debe de garantizar que las superficies de contacto de la probeta con la platina sean lisas y paralelas.

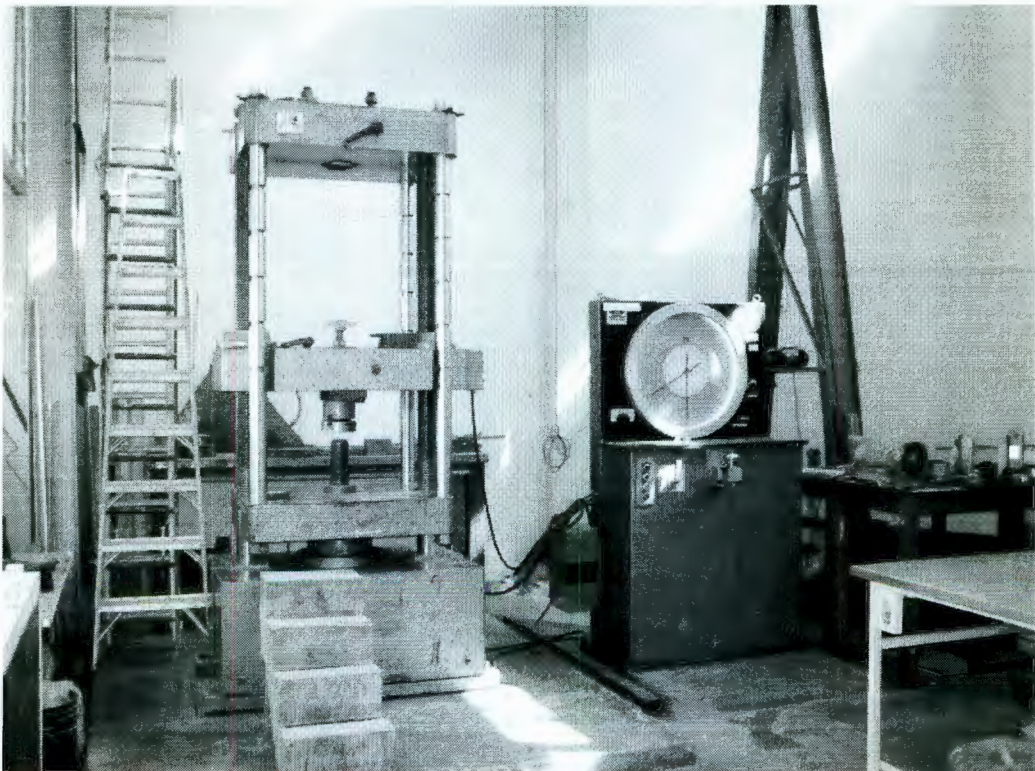


Figura 3.30 Máquina Universal Forney utilizada para los ensayos de compresión simple.



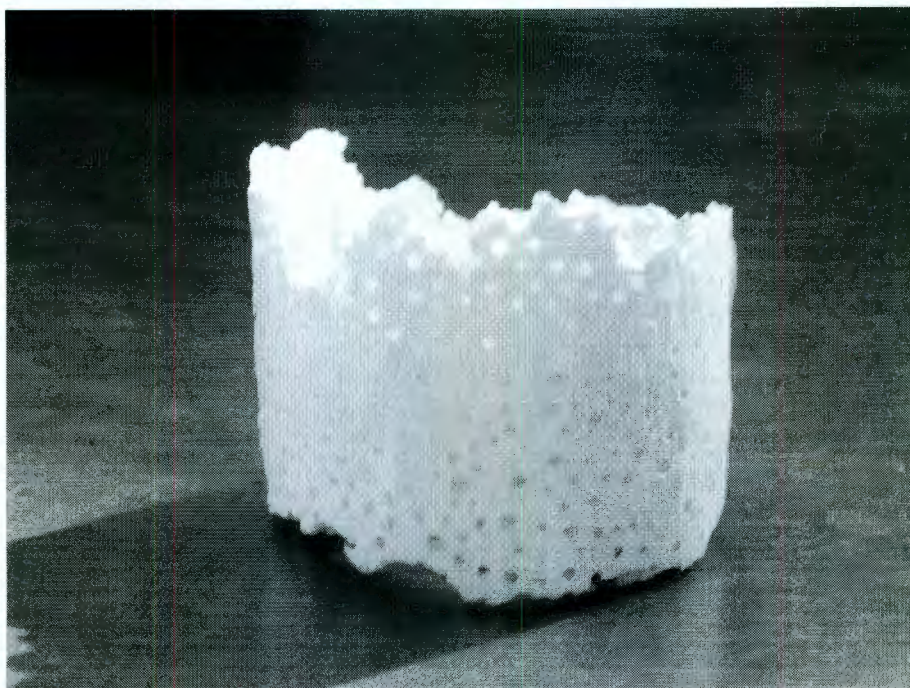


Figura 3.31 Irregularidades en las caras de una probeta de espuma cerámica a ensayarse por compresión simple.



Figura 3.32 Colocación de arena en la cara superior de una probeta antes de un ensayo de compresión simple.

Para solucionar este problema se recurrió al uso de azufre licuado en las caras irregulares. Sin embargo, el material fundido se infiltró en la estructura de las espumas, por lo que no fue de mucha utilidad. La respuesta a la irregularidad de las caras superiores de las probetas se enmendó colocando una capa de arena en la superficie de las muestras (Figura 3.32), asegurando que ésta tampoco se infiltrara en el material. La arena garantiza tener una superficie más uniforme y perpendicular a la línea de aplicación de la carga.

Las dimensiones de las probetas utilizadas para el ensayo de compresión fueron de 2 diámetros diferentes: 51.0 y 40.2 mm, dependiendo del molde en el que se vació la suspensión.

## IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como pudo observarse en el Cuadro 3.2 que muestra los resultados preliminares obtenidos de la etapa experimental, de los 31 experimentos realizados, solamente 11 fueron exitosos al generar una espuma cerámica sinterizada. Para realizar la caracterización y consumir las conclusiones pertinentes, se hicieron pruebas y ensayos a todas las espumas obtenidas. En algunos casos, al tratarse de pruebas destructivas, se hizo una preselección de las mejores probetas para cada uno de los ensayos realizados. No se utilizó ningún método estadístico en este rubro, simplemente se muestra la totalidad de los resultados obtenidos en cada una de las pruebas.

### 4.1 Caracterización de los polvos

#### 4.1.1 Morfología y tamaño de partícula de polvos de alúmina, caolín y feldespato

Para conseguir las propiedades requeridas por el material del soporte cerámico, se necesita tener un control sobre el tamaño de partícula y pureza de los polvos que constituyen la materia prima. Para lograr este objetivo se hicieron análisis a los polvos por microscopía electrónica de barrido, así como mediciones para determinar el tamaño de partícula.

Adicionalmente, por SEM se puede observar la morfología de los polvos, su agregación y composición química, lo cual sirve para determinar las condiciones de dispersión.

Los resultados de distribución de tamaño de partícula de de la alúmina RG-100 se presentan en la Figura 4.1. La media es de 370 nm, con una concentración de más del 70% de las partículas entre los 200 y los 500 nm.



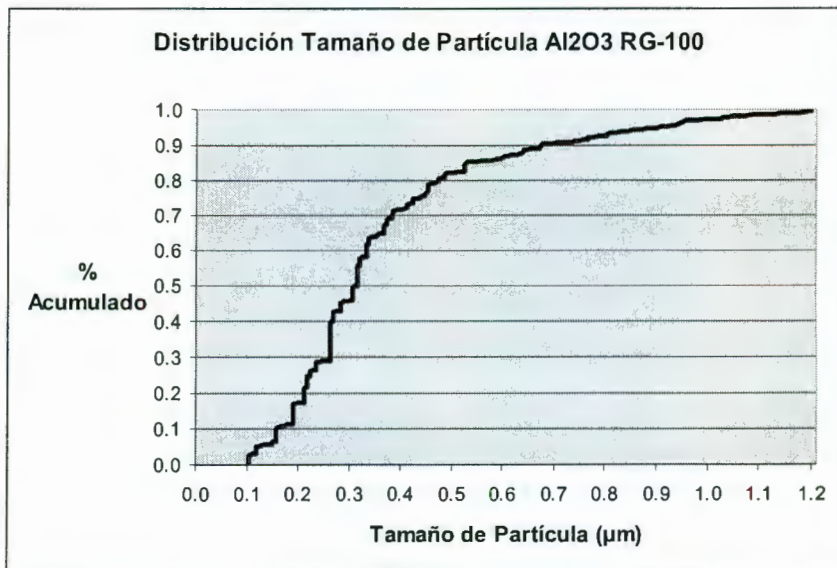


Figura 4.1 Distribución de tamaño de partícula de alúmina RG-100.

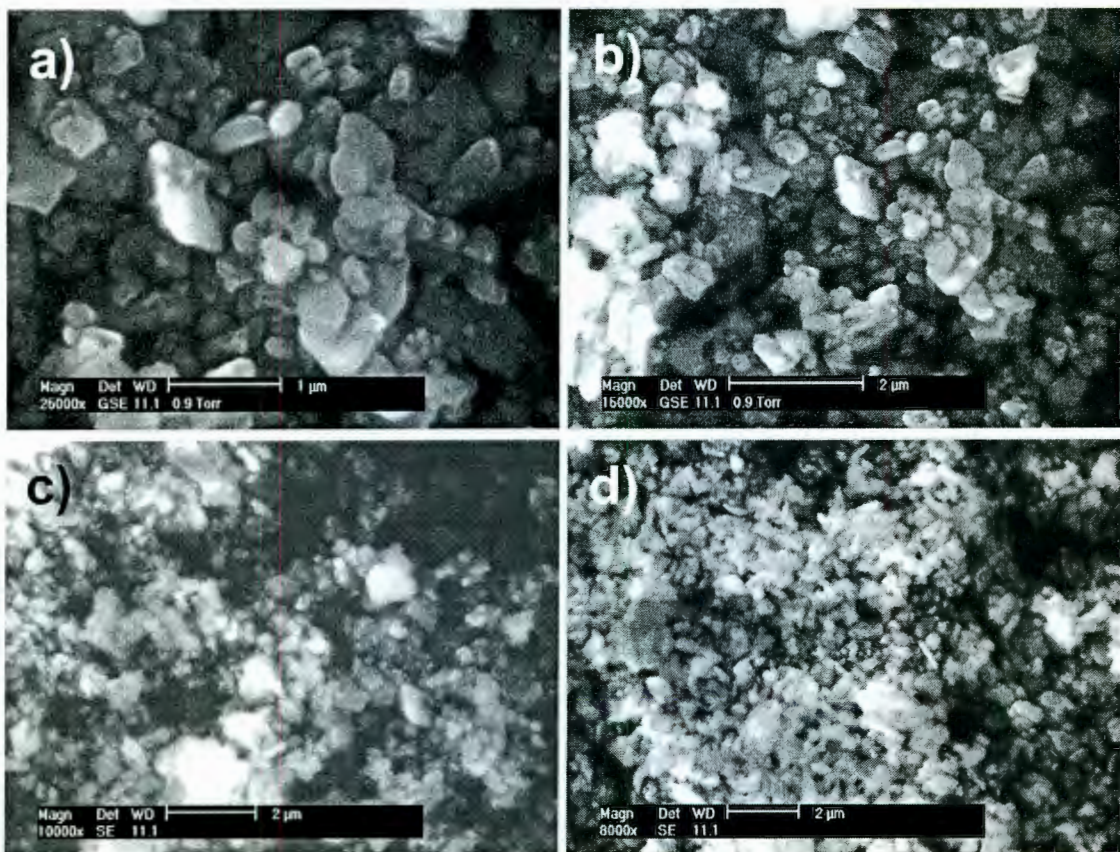


Figura 4.2 Micrografías representativas de la caracterización de polvos de alúmina RG-100. (a) 25000x; (b) 15000x; (c) 10000x; y, (d) 8000x.



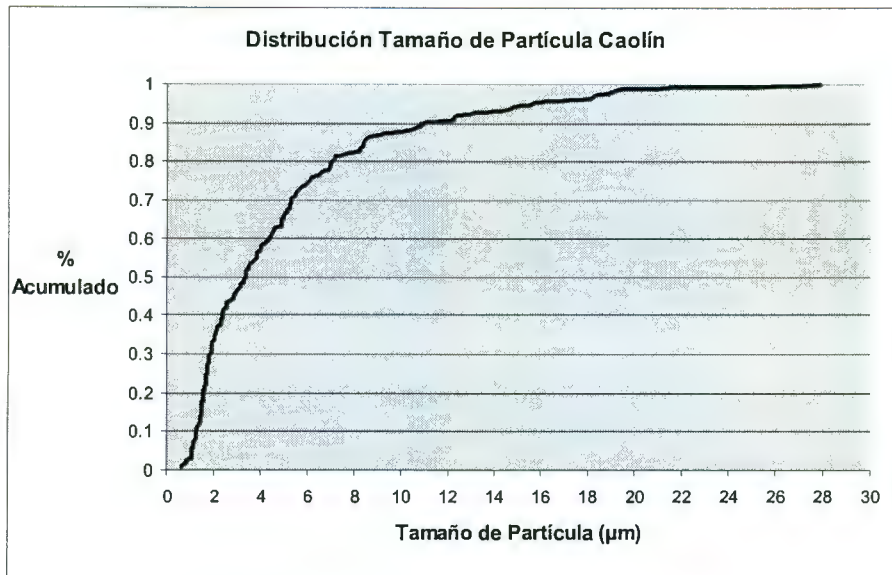


Figura 4.3 Distribución de tamaño de partícula polvos de caolín.

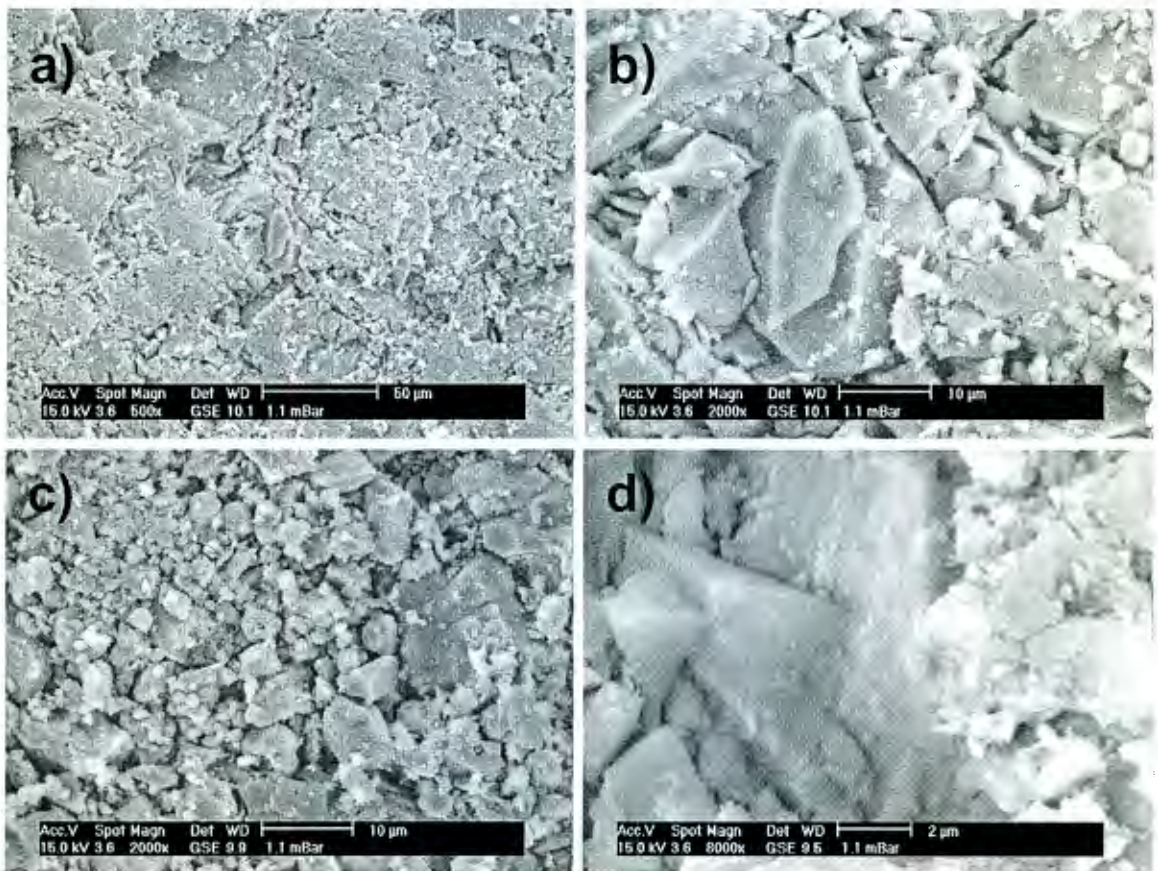


Figura 4.4 Micrografías representativas de la caracterización de polvos de caolín (a) 500x; (b) 2000x; (c) 2000x y, (d) 8000x.

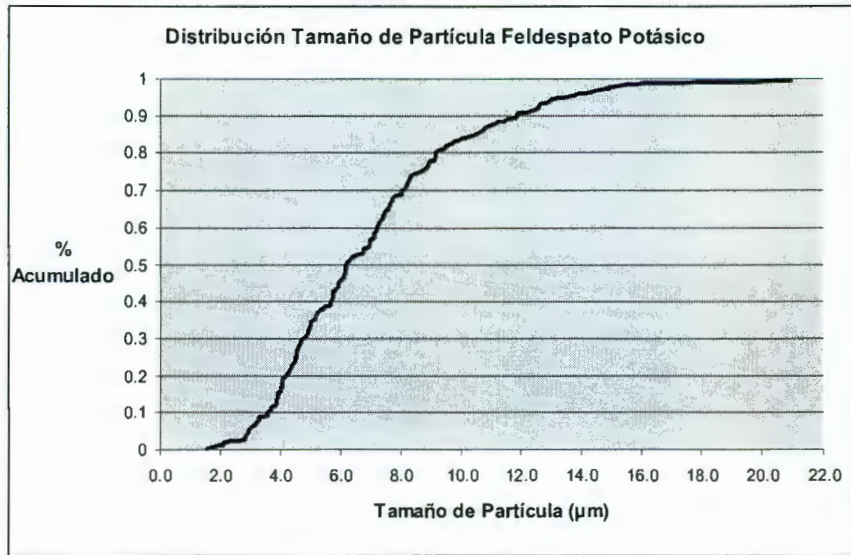


Figura 4.5 Distribución de tamaño de partícula de polvos de feldespato potásico.

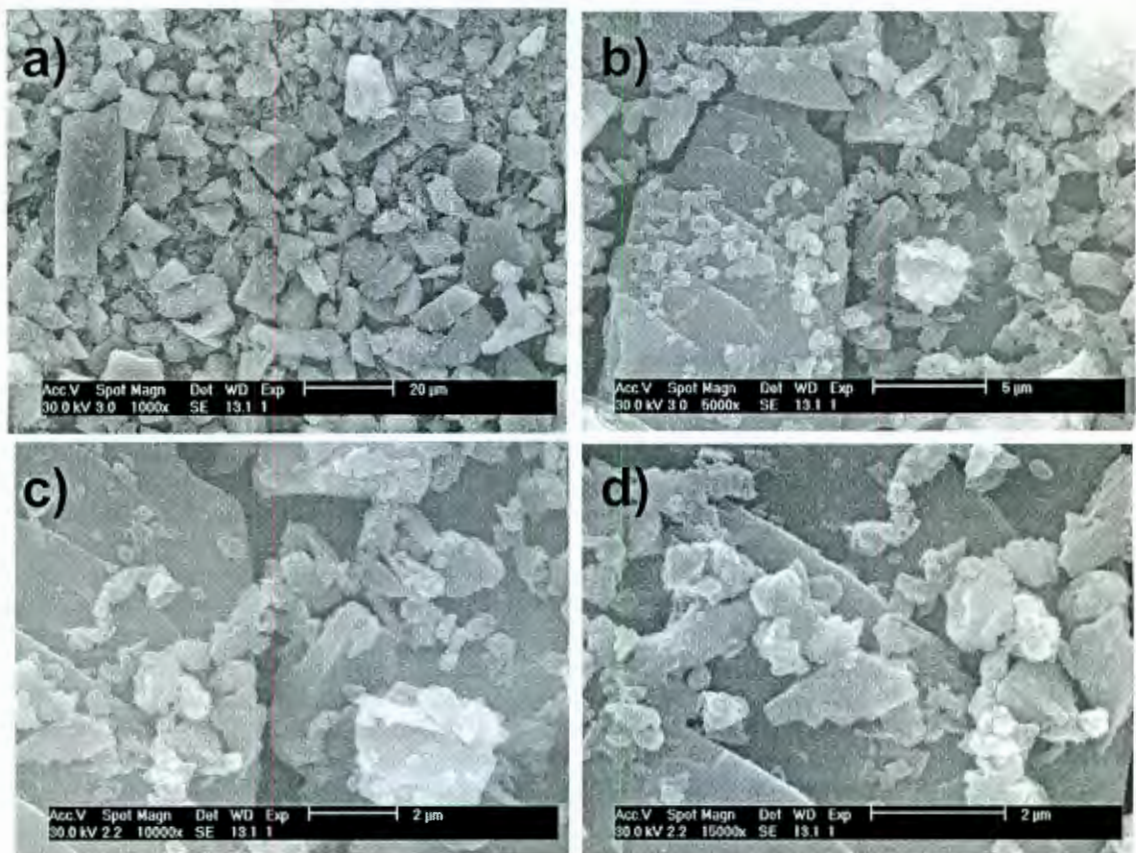


Figura 4.6 Micrografías representativas de la caracterización de polvos de feldespato potásico (a) 1000x; (b) 5000x; (c) 10000x; y (d) 15000x



Particularmente, los resultados de medición de tamaño de partícula por dispersión de luz de la alúmina RG-100 oscilan entre los 170 y 400 nm, con algunas partículas mayores, de hasta 1.2  $\mu\text{m}$ . Este tamaño es ideal para el proceso de preconsolidación por vaciado de suspensiones.

En los polvos de caolín, se observa que tienen una tendencia a presentar distribuciones bimodales de tamaño de partícula. Éstos presentan una distribución (Figura 4.3), en donde los finos oscila entre 1-10  $\mu\text{m}$  con un promedio aproximado de 4  $\mu\text{m}$  y los gruesos pueden alcanzar tamaños de hasta 50  $\mu\text{m}$ , con un promedio aproximado de 15  $\mu\text{m}$ . En imágenes obtenidas por SEM con mayores aumentos (Figura 4.4b-d) se muestran con claridad los resultados de distribución preferentemente bimodal de tamaño de partícula, en donde partículas muy finas en forma de aglomerados coexisten con un pequeño conjunto de partículas sólidas de tamaño considerable.

Para el feldespato potásico, la Figura 4.5 presenta la correspondiente distribución de tamaño de partículas presente en los polvos. Las imágenes de SEM de la Figura 4.6 muestran polvos de feldespato, previamente secos, depositados en un pin de aluminio. Se exhibe la misma tendencia bimodal de tamaño de partícula que los polvos de caolín, con finos en un rango de 0.5 – 7  $\mu\text{m}$  y un promedio de 4  $\mu\text{m}$ ; mientras que los gruesos pueden alcanzar dimensiones de hasta 22  $\mu\text{m}$  manteniendo un promedio aproximado de 12  $\mu\text{m}$ .

#### 4.1.2 Composición química de los polvos por espectroscopia de energía dispersiva

A continuación se presentan los resultados del análisis de composición química de las diferentes muestras de polvo obtenidas en análisis puntuales de diferentes zonas de los compactos preparados por medio de espectrometría de

dispersión de energía en el microscopio electrónico de barrido. Dichas muestras de polvo corresponden al caolín y feldespato potásico.

En la Figura 4.7 se muestran el espectro de dispersión de energía y la tabla correspondiente a la cuantificación por elementos presentes en los polvos de caolín.

El espectro de dispersión de energía correspondiente al caolín reveló la presencia de alúmina y sílice, componentes de la mullita.

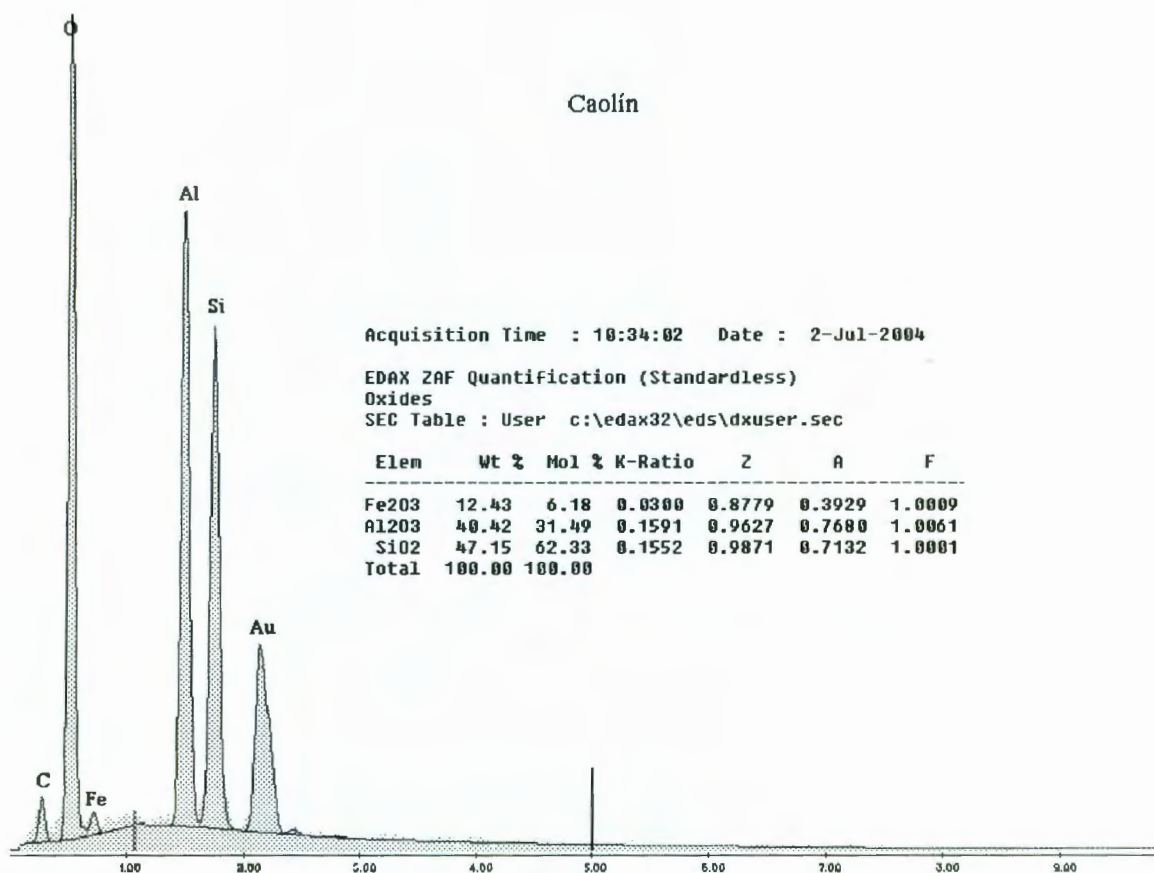


Figura 4.7 Espectro de dispersión de energía y resultados de composición química en peso de óxidos de los polvos de Caolín.

Cuadro 4.1 Composición de los polvos de feldespato potásico de San José de Iturbide, Gto.

Componente	% en peso
$\text{Al}_2\text{O}_3$	11.690
$\text{SiO}_2$	76.706
$\text{CaO}$	0.398
$\text{K}_2\text{O}$	7.409
$\text{Na}_2\text{O}$	3.599
$\text{Rb}_2\text{O}$	0.023
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.099
$\text{TiO}_2$	0.059
$\text{BaO}$	0.017

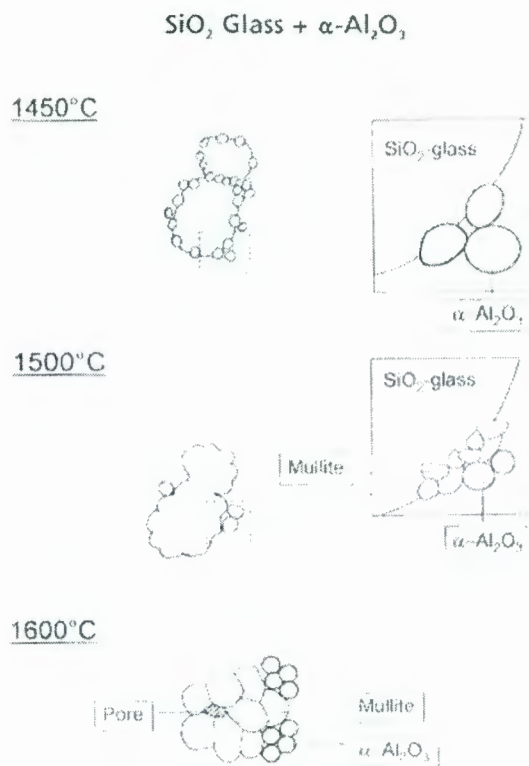


Figura 4.8 Pasos de los mecanismos de reacción de sinterizado de  $\text{SiO}_2$  vítreo +  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  a diferentes temperaturas (Schneider *et al.*, 1994).



En función a este resultado es que se tomó la decisión de trabajar con mezclas de diferentes cantidades de alúmina y caolín, como primera etapa para observar el comportamiento mecánico de las piezas finales. El objetivo es trabajar con diferentes contenidos de mullita/silice. En una etapa posterior, se utilizó feldespató potásico, el cual tiene contenidos importantes de óxidos fundentes (Cuadro 4.1).

La finalidad de la inclusión de óxidos fundentes en la mezcla de polvos, es generar una fase líquida vítrea de  $\text{SiO}_2$  que permita un alto grado de densificación antes de la mullitización como se muestra en la Figura 4.8.

#### 4.2 Efectos de los parámetros de molienda sobre el tamaño de partícula de los polvos

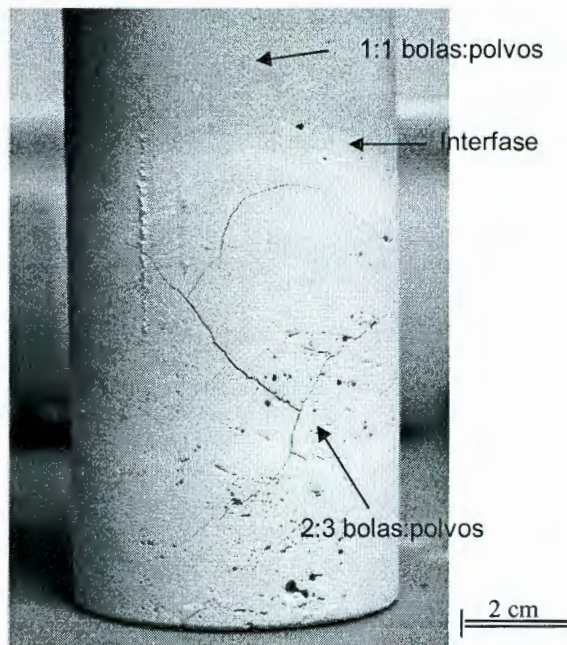


Figura 4.9 Influencia de la relación de polvos:bolas de molienda en la homogeneidad del vaciado.

Las condiciones de molienda se establecieron con una relación de bolas:polvos de 1:1. En la Figura 4.9 se muestra una pieza vaciada con diferentes

moliendas, en la que en el primer vaciado, se utilizó una relación de bolas:polvos de 1:1 y en los siguientes vaciados de 2:3, con la misma composición alúmina-caolín. Como se puede apreciar en la intercara marcada, existe una diferencia en la integridad de la pieza cuando se varía la relación de bolas a polvos de 2:3 a 1:1. Cuando la cantidad de bolas en la molienda es suficiente se garantiza una mayor eficiencia en la disminución del tamaño de partícula, que conduce a mejores condiciones de compactación y a su vez garantizando la integridad de las piezas en verde, después del secado en moldes de yeso. Por lo tanto, para la preparación de las espumas las condiciones de molienda se instauraron con una relación de bolas:polvos de 1:1.

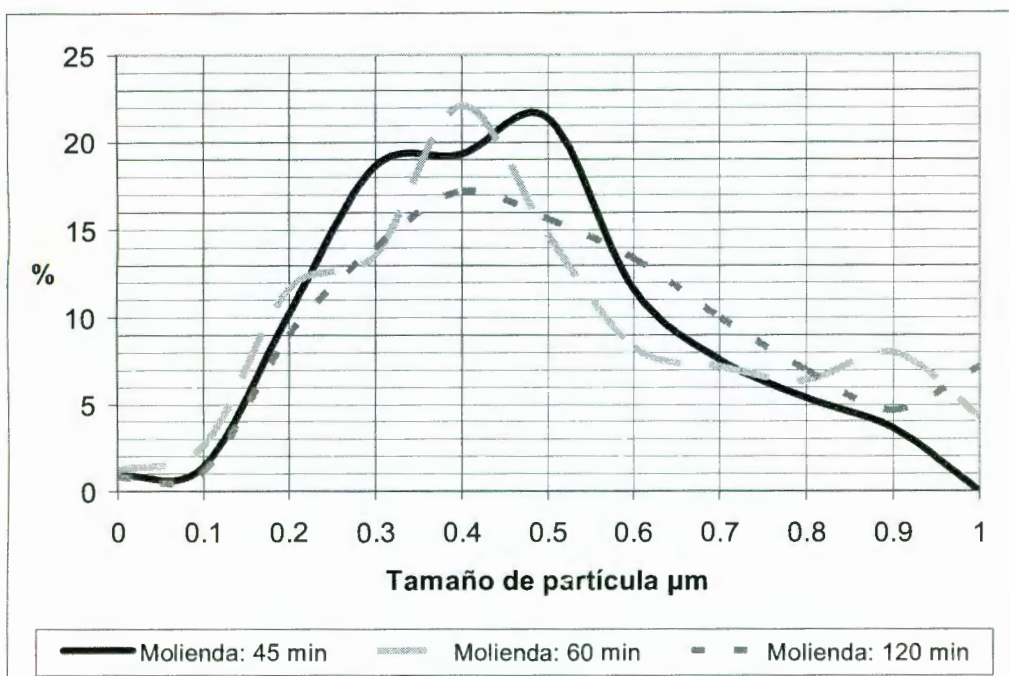


Figura 4.10 Distribución de tamaños de partícula para diferentes tiempos de molienda en atricionador de una relación 7:1 de RG-100:Caolín.

Con el objeto de determinar el tiempo de molienda óptimo, se efectuaron moliendas a diferentes tiempos y posteriormente se determinó el tamaño de

partícula para cada una de ellas en el Schimadzu Centrifugal Particle Size Analyser SA-CP4.

Como se observa en la Figura 4.10, a pesar de no haber gran diferencia en las medias en tamaños de partícula, las distribuciones de tamaños tienden a ser monomodales a mayor tiempo de molienda, esto es, se homogeniza el tamaño de partícula a un mayor tiempo de molienda. Sin embargo, para efectos de una buena sinterización, se puede elegir como óptimo el tiempo de molienda de 45 min, ya que no existe una diferencia notable de tamaño de partícula, al menos para estas relaciones de polvos

Otro de los factores que influye en las propiedades finales de las piezas sinterizadas es la presencia de capas al no realizar un vaciado continuo. Cuando existe una discontinuidad en el vaciado, la densificación en las capas exteriores es mayor. Esto se debe a la presión que ejercen los siguientes vaciados y por ende, la sinterización es más efectiva en ese punto, con un encogimiento mayor en la superficie, provocando esfuerzos internos generadores de fracturas. Para evitar lo anterior, cada probeta utilizó un vaciado continuo considerando el tiempo que transcurre para formar el primer rechupe que asegure una densificación gradual y no por capas.

#### 4.3 Fabricación de la espuma cerámica base $\text{Al}_2\text{O}_3$

##### 4.3.1 Efectos de la selección de esferas perdidas en la estructura de la espuma (porosidad)

Para generar la porosidad en el material se hizo uso de corazones de sacrificio (como se explicó en su momento). Los primeros ensayos que se realizaron utilizaron una suspensión de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :Caolín 350:50 sobre materiales orgánicos como semillas de ajonjolí y amaranto sin ningún éxito. El amaranto



presentó una degradación acelerada por efecto del agua y del  $\text{HNO}_3$  utilizado como dispersante (Figura 4.11), mientras que el ajonjolí mostró una problemática al generar poros ovalados (Figura 4.12) que posteriormente concentrarían esfuerzos no deseados en la estructura de la espuma sinterizada y presentaría propiedades anisotrópicas en el material.

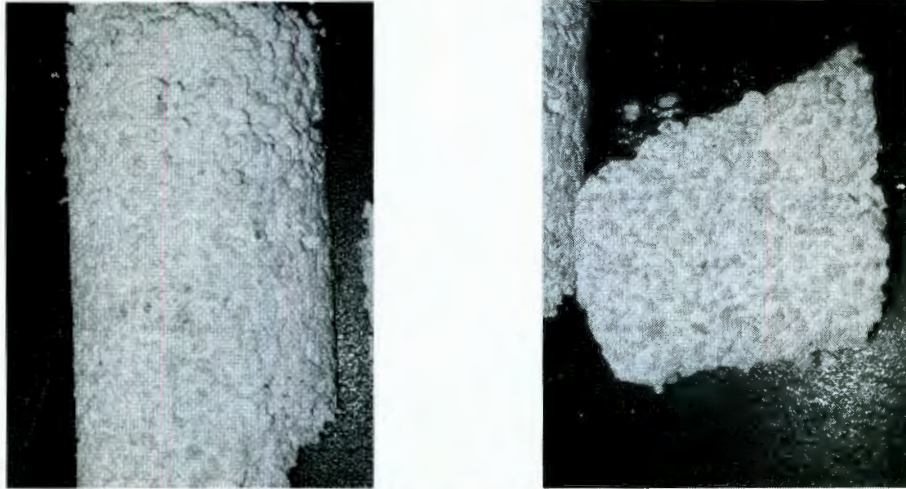


Figura 4.11 Muestras obtenidas por vaciado de una suspensión  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :Caolín 350:50 sobre amaranto. La consistencia de la muestra en verde era a manera de masa por la degradación del amaranto en presencia del agua y el  $\text{HNO}_3$ .

Después de analizar los resultados de estas pruebas preliminares de conformación, se decidió cambiar la naturaleza de las esferas que servirían como corazones de sacrificio. La opción más viable por su fácil manejo, adquisición y bajo costo fue el uso de pequeñas esferas de poliestireno expandido de 3 mm de diámetro aproximadamente (Figura 4.13). Las dimensiones de estas esferas garantizan una estructura de macroporo sin que afecten significativamente las propiedades mecánicas por su gran tamaño.



Figura 4.12 Muestra obtenida por vaciado de una suspensión  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :Caolín 350:50 sobre semillas de ajonjolí que ejemplifica la problemática del uso de semillas ovaladas.



Figura 4.13 Esferas de poliestireno expandido utilizadas para generar los poros en la espuma cerámica.



Es importante mantener un control en la calidad de los corazones que se colocan en la cavidad del molde, ya que deben de estar libres de impurezas que afecten la estructura de la espuma sinterizada. Además, las dimensiones de las esferas deben de ser uniformes, ya que la inclusión de elementos más pequeños o más grandes provocaría una estructura heterogénea.

#### 4.3.2 Humedad y secado de muestras en verde

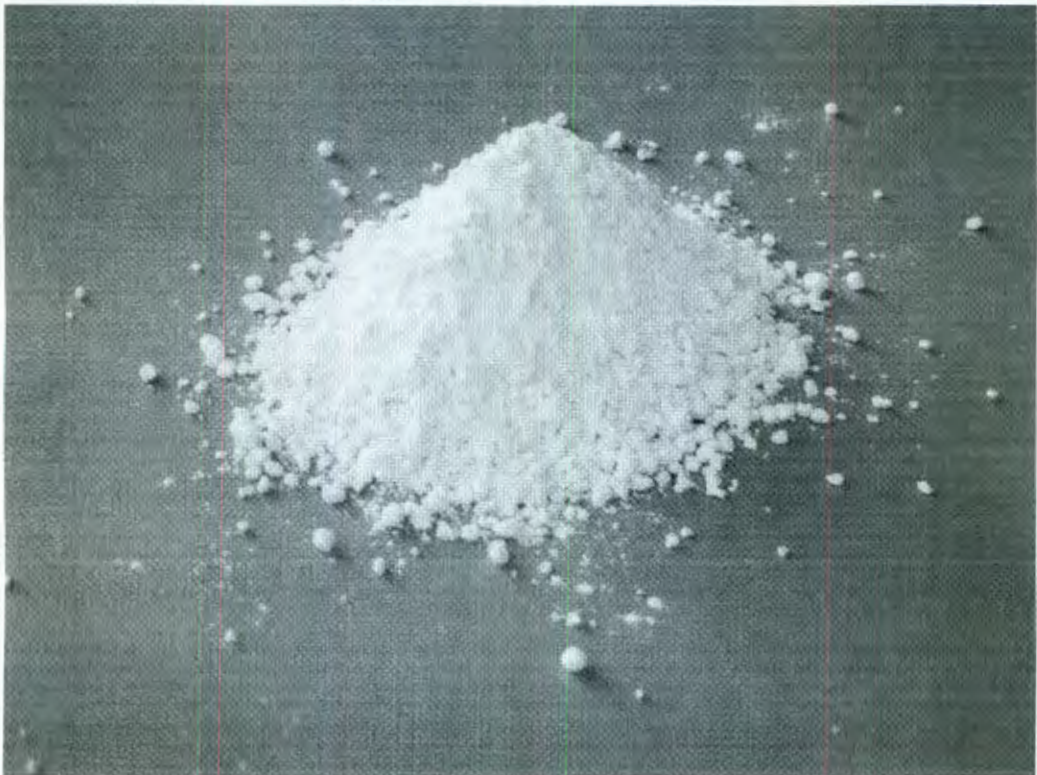


Figura 4.14 Desmoronamiento por falta de cohesión entre partículas por efecto de la pérdida de humedad en una probeta obtenida a partir de un Ensayo 3. Pueden verse algunas esferas de poliestireno expandido mezcladas entre los restos del espécimen.

Dentro del proceso de fabricación de las espumas cerámicas, se incluyó una etapa de secado de las muestras en verde una vez que se sacaban del molde



de yeso, con la finalidad de eliminar la mayor cantidad de agua contenida en la estructura antes de llevarlas al horno de alta temperatura para la sinterización.

La humedad en las probetas resultó ser una variable de vital importancia para obtener espumas sinterizadas de calidad. Debido a la limitada accesibilidad al horno de sinterizado, se aceleraron los procesos de molienda y vaciado de las suspensiones base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en los moldes de yeso para contar con un número importante de probetas en verde para sinterizar en las fechas que se disponía de algún horno de alta temperatura.

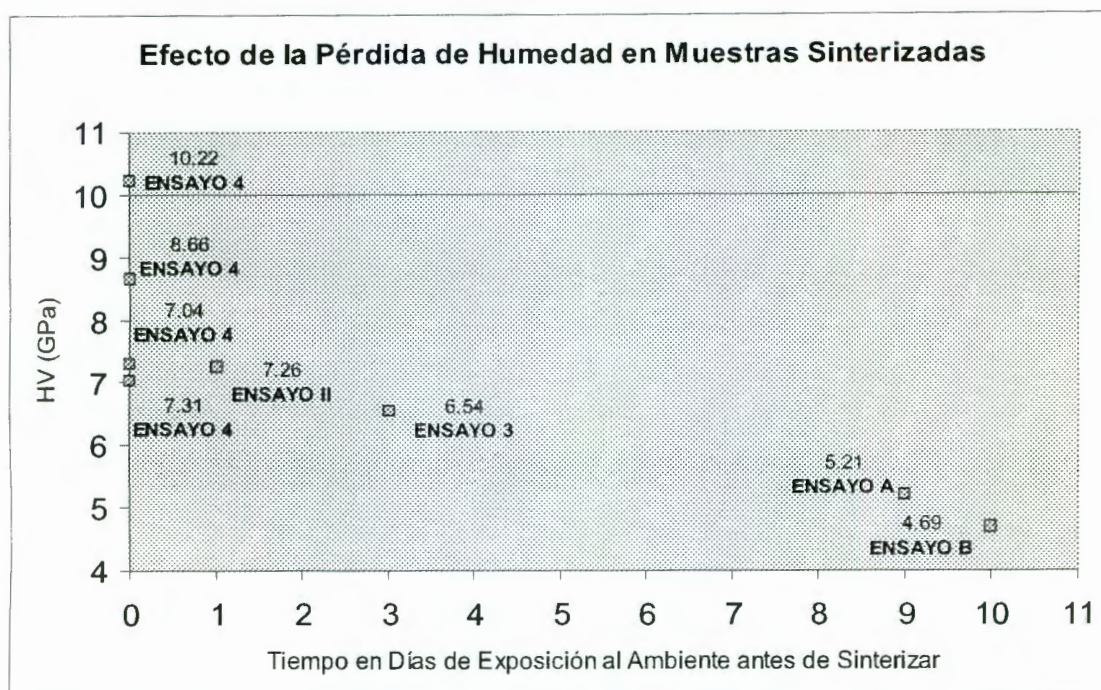


Figura 4.15 Efecto de la pérdida de humedad en la dureza de las paredes de las probetas. La dureza Vickers (HV) se encuentra expresada en GPa.

Después de desmoldar, las probetas en verde se etiquetaban y se almacenaban en una caja de cartón. Al paso del tiempo, y por efecto natural de la exposición al medio ambiente, las muestras perdían poco a poco un porcentaje de la humedad contenida en la estructura generando una fragilidad en las mismas, al

grado que después de transcurridos 10 días, las muestras se desmoronaban completamente (Figura 4.14) por falta de cohesión entre las partículas que conformaban las paredes.

Una hipótesis a este fenómeno es que el agua contenida en la estructura de la muestra ejerce una fuerza de cohesión entre las partículas que permite conformar la geometría de la probeta. Posiblemente el agua desarrolle enlaces de baja intensidad (semejantes a enlaces de Van del Waals) con las partículas de los polvos, pero suficientemente fuertes como para mantener la estabilidad estructural de las paredes del espécimen.

Si bien es cierto que hasta transcurridos 10 días (en algunos casos más, dependiendo de las condiciones climatológicas de temperatura y humedad ambiente) de exposición al ambiente, la muestras perdían completamente su estabilidad estructural, siempre existió una degradación progresiva de la estructura reflejada en las propiedades mecánicas.

La Figura 4.15 muestra el efecto de la pérdida de la humedad en los especímenes por exposición al medio ambiente al paso del tiempo. Se utiliza como parámetro la dureza de las paredes medida por el Microdurómetro Digital BUEHLER MMT-3 (Figura 3.28).

Como medida preventiva para evitar esta degradación, las 4 probetas obtenidas a partir de Ensayos 4 se almacenaron inmediatamente después de desmoldarse (durante más de 30 días) en bolsas de plástico selladas y en ausencia de luz directa del sol. Con ello se evitó cualquier pérdida no deseada de humedad hasta realizar el proceso controlado de secado y sinterizado. Esta medida resultó ser de vital importancia ya que nunca se observó una degradación de la estructura de la probeta y mantuvo su estabilidad hasta el final del proceso, evitando la fragilidad y desmoronamiento en las espumas sinterizadas.



Por lo anterior es sustancial contemplar y darle la importancia necesaria a esta variable vital para la obtención de una espuma cerámica base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de calidad.

#### 4.4 Porosidad

Al hablar de la porosidad en las espumas cerámicas, se debe de distinguir la diferencia entre la porosidad generada por las esferas de poliestireno (porosidad macroscópica  $> 3 \text{ mm}$ ) y la que se encuentra dentro de las paredes que conforman la estructura de dicha espuma (porosidad microscópica).

Para determinar la porosidad en el material, es decir, en las paredes de la espuma, se recurrió al análisis de imágenes representativas obtenidas por SEM mediante un software de CAD. Se calculó el área proyectada de poros presentes en un corte y se calculó el porcentaje de vacíos generados por los mismos. Esta porosidad se encuentra alrededor del 10%. El tamaño promedio de los poros es de  $10 \mu\text{m}$  con máximos de hasta  $30 \mu\text{m}$ , como se muestra en la Figura 4.16.

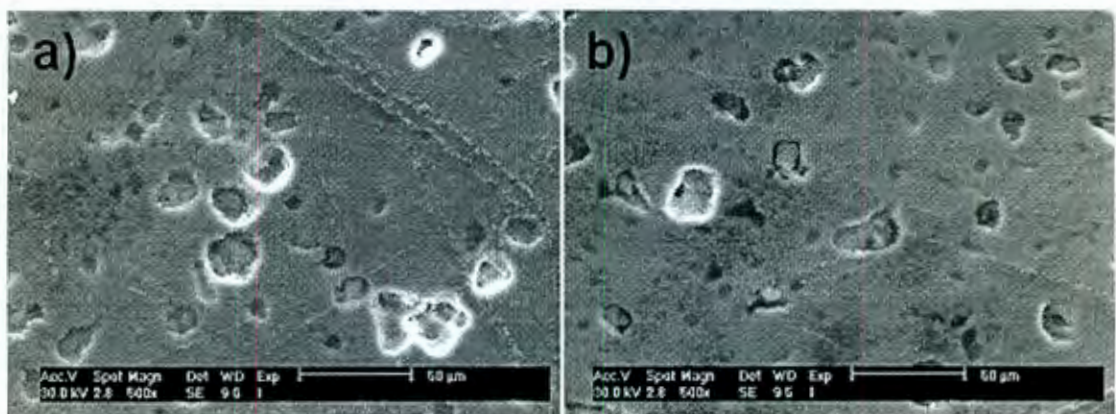


Figura 4.16 Porosidad en las paredes que conforman la estructura de espumas sinterizadas. a) Micrografía de espuma obtenida de un ensayo 4, sinterizada a  $1520 \text{ }^\circ\text{C}$  por 2 horas; 500x; porosidad: 12.0%, tamaño promedio de poro:  $11.9 \mu\text{m}$ . b) Espuma obtenida de un ensayo 3, sinterizada a  $1550 \text{ }^\circ\text{C}$  por 2 horas; 500x; porosidad: 9.9%, tamaño promedio de poro:  $10.2 \mu\text{m}$ .



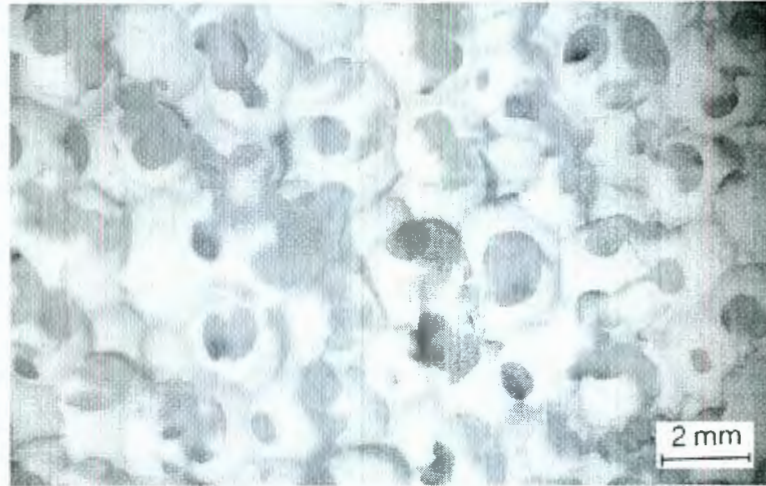


Figura 4.17 Porosidad de 70 – 75% en una espuma sinteriza obtenida a partir de un Ensayo II. El tamaño de poro promedio es de 3 mm de diámetro.

Para determinar la porosidad macroscópica (generada por las esferas de poliestireno expandido durante su calcinación  $> 3$  mm) en las espumas cerámicas, se recurrió al principio de Arquímedes. A continuación se detalla cómo se determinó esta porosidad.

Primeramente se pesó la probeta (117 gr). Por efecto del corte y del desmolde, la probeta mostraba algunas irregularidades en su superficie. Para determinar su volumen de una manera más precisa fue necesario cubrirla con una capa de celofán ultra-fino que se adhirió a la superficie de la misma utilizando una pistola de aire caliente. Una vez recubierta totalmente la probeta, ésta se introdujo a un recipiente lleno de agua hasta el borde. Se determinó la cantidad de agua desplazada (por diferencia de peso entre el agua contenida al inicio de la prueba y después de haber introducido la probeta al recipiente) y a partir de ello el volumen de la muestra. El volumen obtenido de la probeta fue de  $119.71 \text{ cm}^3$ . Con estos valores podemos determinar la densidad del material (considerando tanto el material que conforma las paredes de la estructura, así como los poros) simplemente dividiendo la masa de la probeta (117 gr) entre su volumen ( $119.71 \text{ cm}^3$ ). La densidad obtenida es de  $0.977 \text{ gr/cm}^3$ .

La densidad obtenida en muestras sólidas (sin porosidad microscópica provocada por las esferas) del mismo material oscila entre 3.4 y 3.6 gr/cm<sup>3</sup>. Por lo anterior podemos deducir por la diferencia de densidades observadas entre las muestras con poros macroscópicos (< 3mm) generados por las esferas de poliestireno y las probetas sólidas, que la porosidad (macroscópica) del material ocupa entre 72 – 73% del volumen total de material.

#### 4.4.1 Permeabilidad

No se realizó ninguna prueba o ensayo adicional al Principio de Arquímedes para determinar la permeabilidad del material. Sin embargo, como parte de los objetivos de este trabajo de investigación, se buscó obtener una estructura de celda abierta con la mayor interconexión entre todos los poros de la espuma.

Por el acomodo de las esferas en la cavidad del molde antes del vaciado de la suspensión, se puede afirmar que difícilmente podríamos encontrar un poro aislado dentro de la espuma, sin embargo, no descartamos esta remota posibilidad. Para comprobar lo anterior se volvieron a realizar pruebas partiendo del Principio de Arquímedes para determinar la fracción de poro aislado dentro de la espuma.

Se repitió el procedimiento descrito en el punto anterior que refiere a la determinación de la porosidad macroscópica, con la diferencia que en este caso las mismas probetas se introdujeron en el recipiente lleno de agua pero sin una cubierta (celofán) que impidiera que el agua se infiltrara libremente entre la estructura. Con el nuevo volumen obtenido y el peso calculado anteriormente, se determinó que no existía ningún poro aislado dentro de la estructura de la espuma. Así podemos determinar que nos encontramos en presencia de una espuma cerámica de celda abierta con una interconexión total de la porosidad.



#### 4.5 Caracterización microestructural y composición química por EDS de las espumas sinterizadas

Las micrografías obtenidas por SEM (Figura 4.18) muestran dos fases, una clara y una oscura, presentes en las espumas sinterizadas. Haciendo uso de la técnica de EDS se obtuvo el espectro de energía dispersiva y una tabla correspondiente a la cuantificación por óxidos presentes (Figura 4.19 y Figura 4.20) en cada una de dichas fases.

En cuanto a las zonas brillantes que se ven en las micrografías, éstas están constituidas por acumulaciones de partículas de oro conglomeradas al momento de realizar la deposición de la película sobre las muestras.

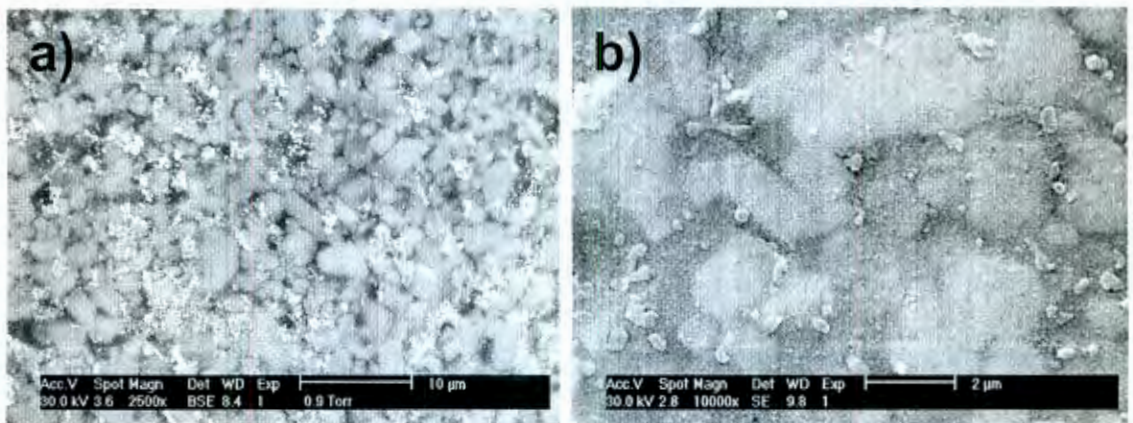


Figura 4.18 Micrografías de una espuma sinterizada (Ensayo 4) en la que se observa claramente la presencia de dos fases. a) 2500x, b) 10000x.

Ambas fases están constituidas en más de un 95% por  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{SiO}_2$ . Este resultado es de esperar, considerando que la composición de los polvos con los que se realizó la suspensión original está conformada en gran medida por estos dos óxidos.



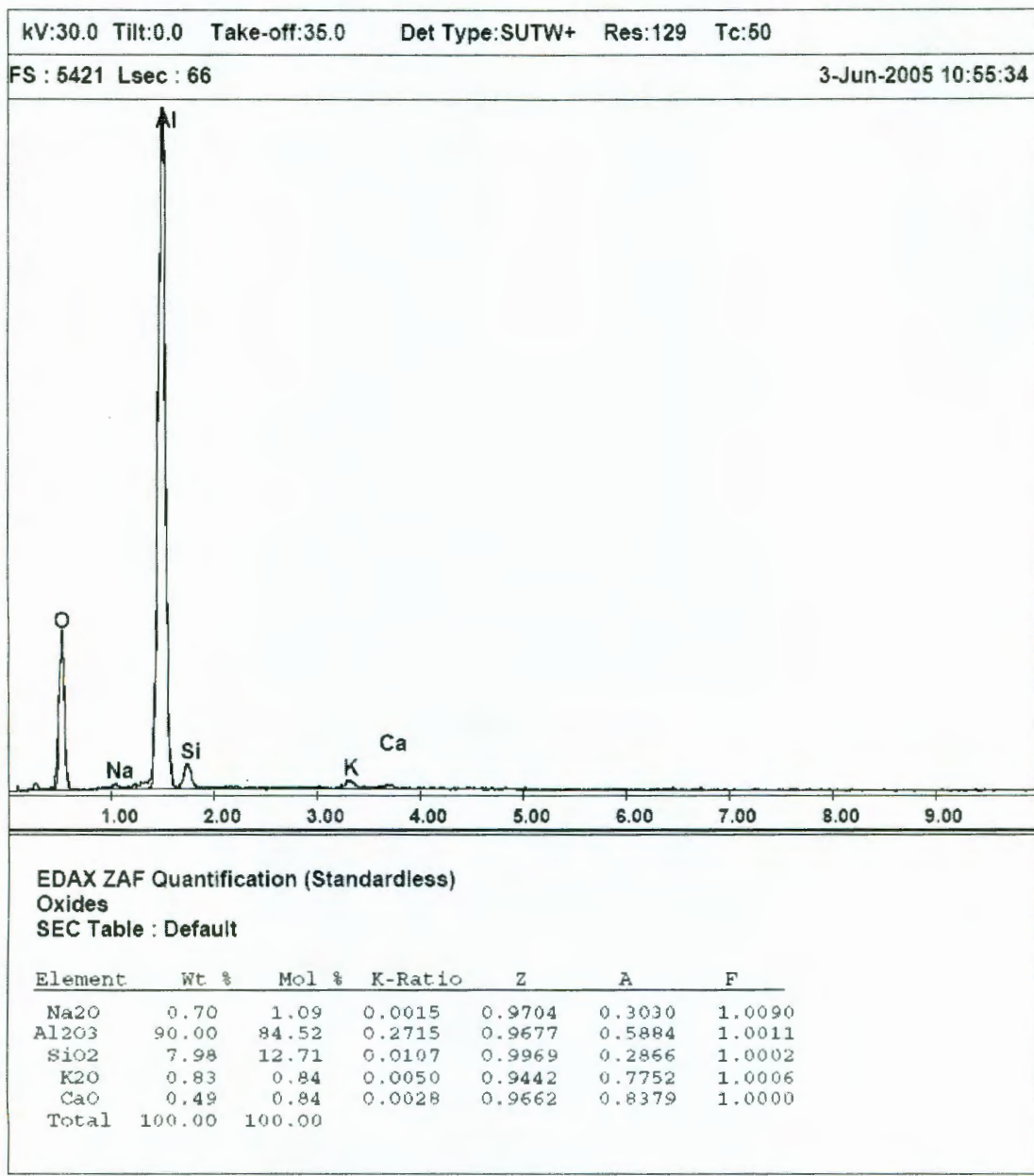


Figura 4.19 Espectro de dispersión de energía y resultados de composición química de óxidos contenidos en la fase *clara* en una espuma sinterizada (Ensayo 4).

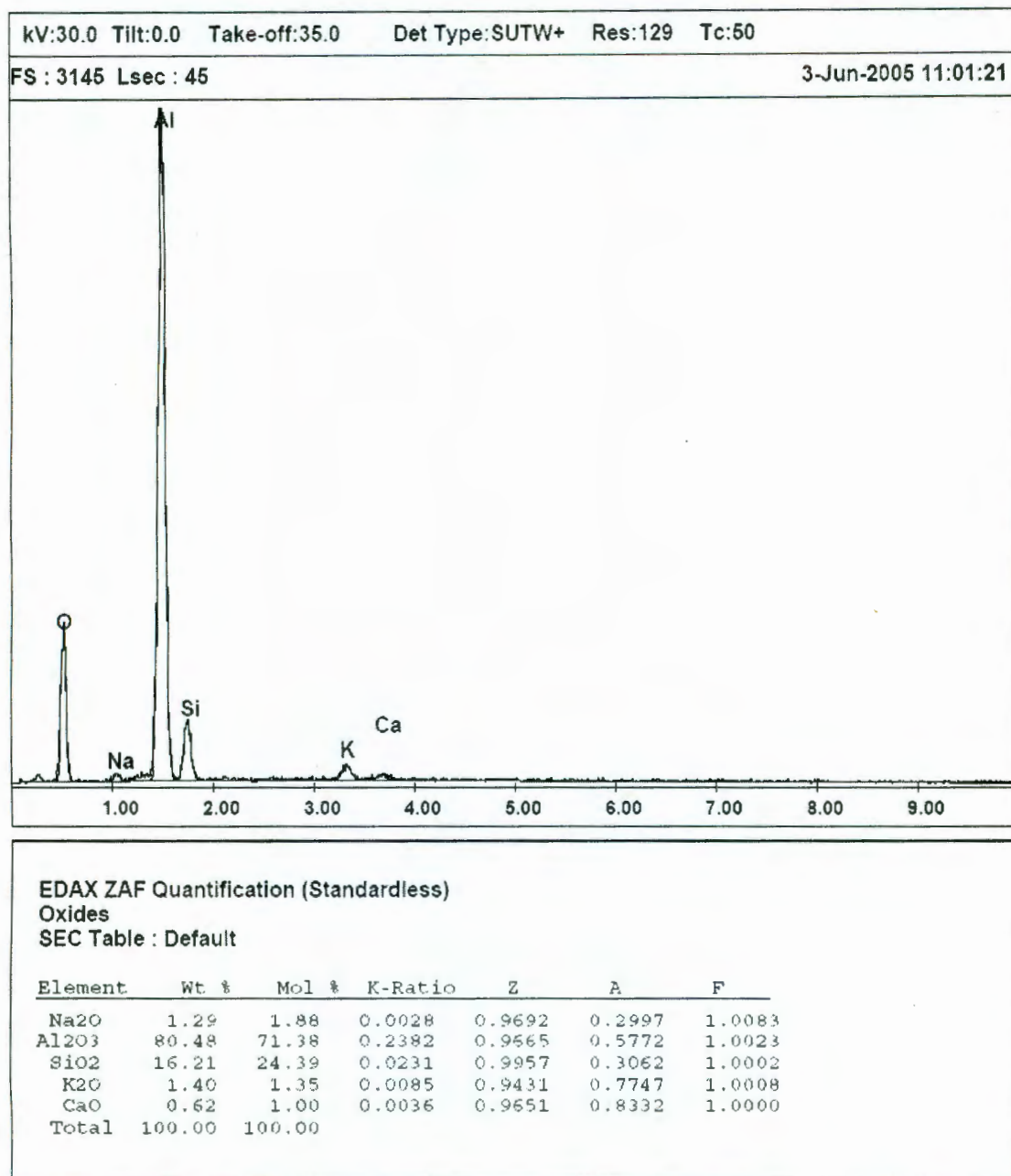


Figura 4.20 Espectro de dispersión de energía y resultados de composición química de óxidos contenidos en la fase *oscura* en una espuma sinterizada (Ensayo 4).

Sin embargo, en fase *clara* se observa una mayor concentración de alúmina (90.00 Wt%) que en la zona *oscura* (80.48 Wt%). En cuanto la proporción de sílice, ésta aumenta de 7.98 a 16.21 Wt % respectivamente. Podemos deducir que la fase *clara*, rica en alúmina, presenta una resistencia mayor mientras que en la zona *oscura* las propiedades cambian por efecto del incremento en la proporción de SiO<sub>2</sub> contenida.

#### 4.6 Propiedades mecánicas de las espumas

##### 4.6.2 Ensayo de microdureza Vickers

El ensayo de dureza es una herramienta de uso sencillo que permite deducir el comportamiento mecánico de los materiales. En este caso, al estar en presencia de un material cerámico, se optó por el ensayo de microdureza Vickers implementado a través de un Microdurómetro Digital BUEHLER MMT-3.

Cuadro 4.2 Resultados obtenidos del ensayo de microdureza Vickers en espumas cerámicas base Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sinterizadas. Todos los ensayos se realizaron en muestras obtenidas de la sección inferior de la probeta, a excepción de (†) que refiere a la zona media y (●) a la región superior.

	HV (GPa)	$\sigma$	Mínimo	Máximo	Sinterización (°C)
<b>Ensayo B</b>	4.69	1.08	2.58	6.73	1500
<b>Ensayo A</b>	5.21	1.19	3.16	7.73	1500
<b>Ensayo II</b>	7.26	1.21	5.17	9.17	1500
<b>Ensayo 3</b>	6.54	1.55	3.13	9.48	1550
<b>Ensayo 4</b>	7.04	1.59	4.76	10.07	1520
<b>Ensayo 4 (†)</b>	8.66	1.49	5.82	11.31	1520
<b>Ensayo 4 (●)</b>	10.22	1.00	8.45	11.48	1520
<b>Ensayo 4</b>	7.31	1.46	4.59	10.49	1580

Se realizaron ensayos de microdureza en todas las composiciones de espumas sinterizadas para comparar resultados entre ellas. Las muestras montadas fueron extraídas de la sección inferior de cada probeta para evitar



alguna variabilidad. Adicionalmente, se hizo una inspección en una espuma cerámica obtenida de un Ensayo 4 a lo largo de la probeta, es decir, se inspeccionó la zona inferior, la media y la superior de la misma para conocer los posibles efectos de la precipitación de la suspensión durante la solidificación, secado y sinterizado.

Los resultados generales obtenidos a partir del ensayo de microdureza Vickers se presentan en el Cuadro 4.2. Se muestra el promedio de las indentaciones realizadas y la desviación estándar de las mismas. Además de los valores máximos y mínimos obtenidos (en GPa), así como la temperatura a la que fueron sinterizadas cada una de las espumas ensayadas.

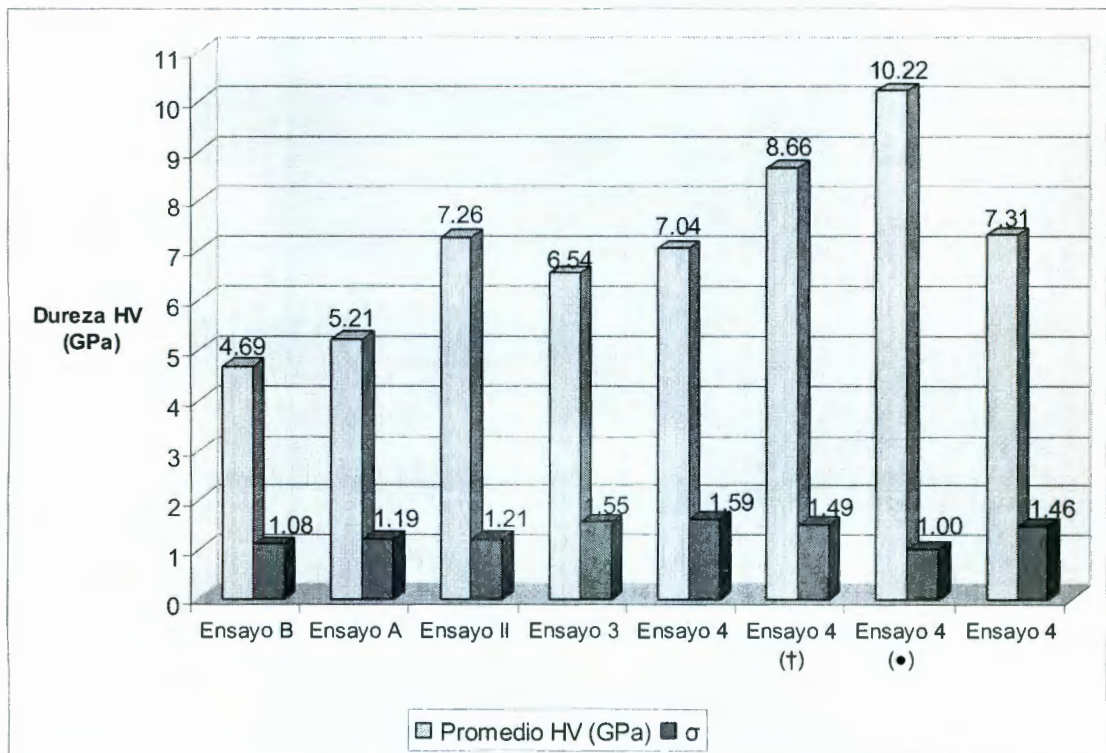


Figura 4.21 Dureza promedio obtenida (en GPa) en cada una de las espumas sinterizadas según el Cuadro 4.2. También se muestra la desviación estándar ( $\sigma$ ) de las indentaciones realizadas. (†) Refiere a la zona media de un Ensayo 4, y, (•) a la región superior de la misma probeta.

Se puede observar de la Figura 4.21 que la espuma obtenida de un Ensayo 4 (en la zona superior de la probeta), sinterizada a 1520 °C durante dos horas, presenta una dureza de 10.22 GPa y una desviación estándar de 1.00 GPa. Resultó ser la mejor espuma cerámica entre todas las muestras al tener mayor dureza y menor desviación estándar, lo que además de dura la hace más homogénea entre las demás.

En el Cuadro 4.3 se presenta una tabla comparativa de valores típicos de dureza de algunos materiales cerámicos cristalinos. Hay que hacer notar que el valor asociado a la alúmina pura, principal componente de las espumas fabricadas, es de 23.7 Gpa. Sin embargo, la espuma más dura obtenida (un Ensayo 4 sinterizada a 1520°C durante 2 hrs) presentó un valor de solamente 10.22 Gpa. El decremento de este valor se debe en gran medida a la concentración de sílice contenida en la espuma, que reduce significativamente su resistencia a la penetración.

Cuadro 4.3 Comparación de valores de dureza para algunos materiales cerámicos cristalinos (Richerson, 1992).

Material	Dureza (Gpa)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	23.7
SiO <sub>2</sub>	4.9
BeO	11.4
MgO	6.6
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	16.5
SiO <sub>4</sub> fundida	5.4
ZrO <sub>2</sub> (+CaO)	14.1
ZrSiO <sub>4</sub>	7.1
SiC	33.0
Diamante	90.0
NaCl	0.2
B <sub>4</sub> C	49.8

Sin embargo, es necesario conocer cómo afectan a la resistencia cada una de las variables que se involucraron en el proceso. Por ello se describen a continuación las relaciones existentes entre la dureza medida y cada uno de estos factores.

Cuadro 4.4 Dureza medida a diferentes profundidades a lo largo de una probeta sinterizada a 1520 °C por dos horas obtenida de un Ensayo 4. Se presenta el promedio de las indentaciones en GPa, la desviación estándar de los datos, así como el valor máximo y el mínimo obtenido.

	HV (GPa)	$\sigma$	Mínimo	Máximo
<b>Ensayo 4 (Zona Inferior)</b>	7.04	1.59	4.76	10.07
<b>Ensayo 4 (Zona Media)</b>	8.66	1.49	5.82	11.31
<b>Ensayo 4 (Zona Superior)</b>	10.22	1.00	8.45	11.48

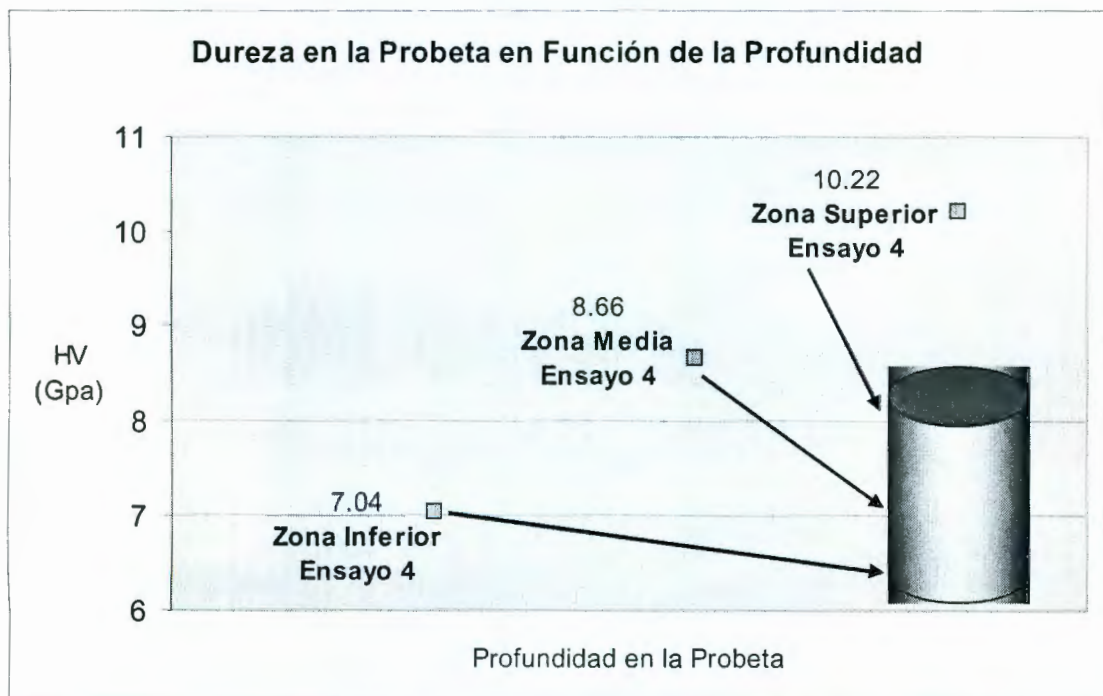


Figura 4.22 Dureza obtenida a diversas profundidades a lo largo de una probeta obtenida de un Ensayo 4 sinterizada a 1520 °C durante 2 hrs.

Para determinar la resistencia a la penetración (dureza) en función de la profundidad en la probeta, se tomaron muestras a lo largo de una espuma



sinterizada en diferentes zonas, como se muestra en el dibujo de la Figura 4.22. Se extrajeron pequeños trozos del espécimen de diversas regiones (superior, media e inferior) y se montaron en baquelita. Posteriormente se realizaron las identificaciones correspondientes con el Microdurómetro Digital BUEHLER MMT-3, tal y como se detalla en la sección 3.4.3 Ensayo de microdureza.

En la Figura 4.22 se nota una tendencia a disminuir la resistencia en la espuma sinterizada conforme se profundiza en la probeta. En la zona media se observó una reducción del 15.2% (con respecto a la zona superior) de la resistencia a la penetración durante el ensayo de microdureza, llegando hasta un decremento de un 31.4% en la sección inferior.

A diferencia de lo que se esperaba, la dureza medida resultó ser inversamente proporcional al porcentaje de alúmina contenida en la espuma sinterizada, como lo muestra la tendencia descendente de la Figura 4.23. La presencia de óxidos fundentes (contenidos en el caolín y feldespato potásico) en la estructura de las espumas sinterizadas supondría una menor resistencia a la penetración que una composición con más alúmina. Sin embargo, muestras del Ensayo A y B, ricas en alúmina y con menor contenido de  $\text{SiO}_2$  muestran una dureza menor que las que poseen mayor cantidad de sílice.

Una explicación a este fenómeno es la degradación natural que sufrieron las espumas del Ensayo A y B por exposición al ambiente durante 9 y 10 días, respectivamente, antes de ser llevadas al horno de alta temperatura para ser sinterizadas. Por ello, afirmar que mayores contenidos de alúmina se relacionan con durezas menores, sería un error. Simplemente no se puede hacer una conclusión contundente al respecto.

Cuadro 4.5. Resultados de los ensayos de microdureza Vickers (HV) y la el porcentaje correspondiente de alúmina contenida en la espuma sinterizada. La dureza se encuentra expresada en GPa. (■) Sinterizado a 1520°C. (\*) Sinterizado a 1580 °C.

	HV (GPa)	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Ensayo II	7.26	75.70
Ensayo 4 (■)	7.04	75.70
Ensayo 4 (*)	7.31	75.70
Ensayo 3	6.54	86.50
Ensayo A	5.21	87.50
Ensayo B	4.69	91.30

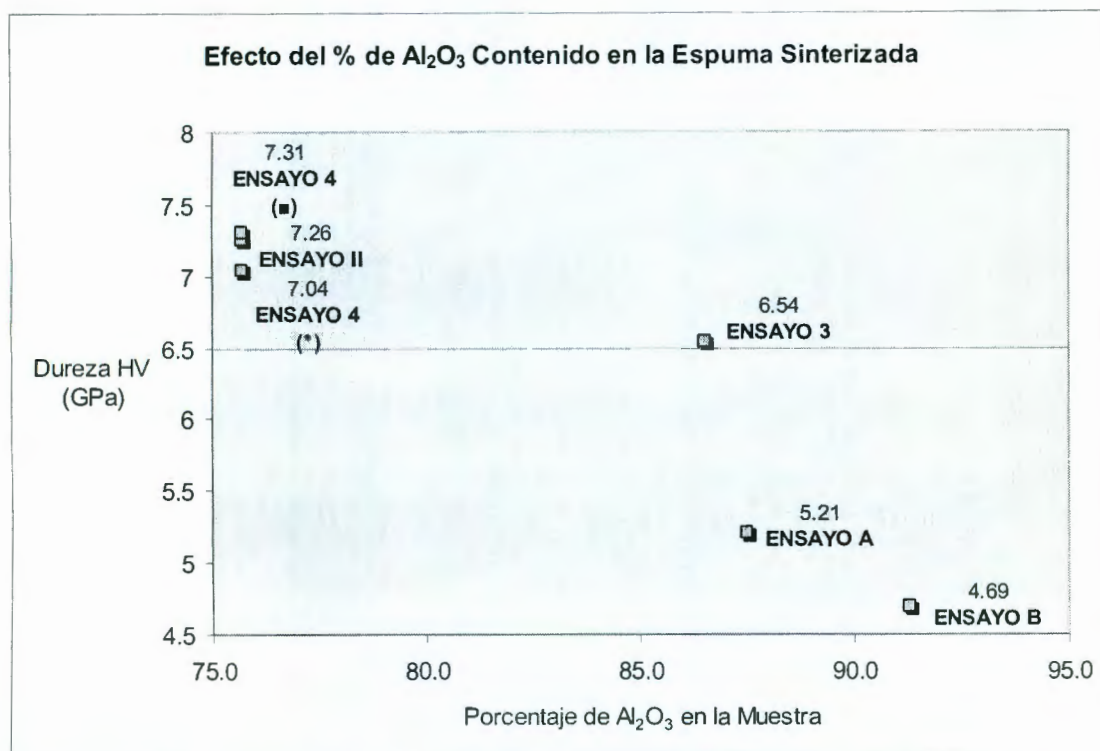


Figura 4.23 Relación entre dureza y porcentaje de alúmina contenida en las espumas sinterizadas. (■) Sinterizado a 1520°C. (\*) Sinterizado a 1580 °C.

Como ya se explicó anteriormente, las muestras obtenidas de los Ensayos A y B sufrieron una degradación importante de sus propiedades mecánicas al perder humedad antes de ser sinterizadas. En la gráfica que se muestra en la

Figura 4.24 puede afirmarse que la temperatura de sinterizado no es una variable determinante del proceso, al menos en el rango de 1500 a 1580 °C. Los valores medidos en las espumas que no estuvieron expuestas al medio ambiente están alrededor de los  $7 \pm 0.5$  GPa. Inclusive un Ensayo II sinterizado a la menor temperatura (1500 °C) tiene una mayor resistencia a la penetración que espumas sinterizadas a 1520 y 1550 °C.

Cuadro 4.6. Resultados de los ensayos de microdureza Vickers (HV) expresados en GPa, de espumas cerámicas base  $Al_2O_3$  sinterizadas. Se relaciona la dureza media contra la temperatura de sinterización.

	HV (Gpa)	Sinterización (°C)
Ensayo B	4.69	1500
Ensayo A	5.21	1500
Ensayo II	7.26	1500
Ensayo 4	7.04	1520
Ensayo 3	6.54	1550
Ensayo 4	7.31	1580

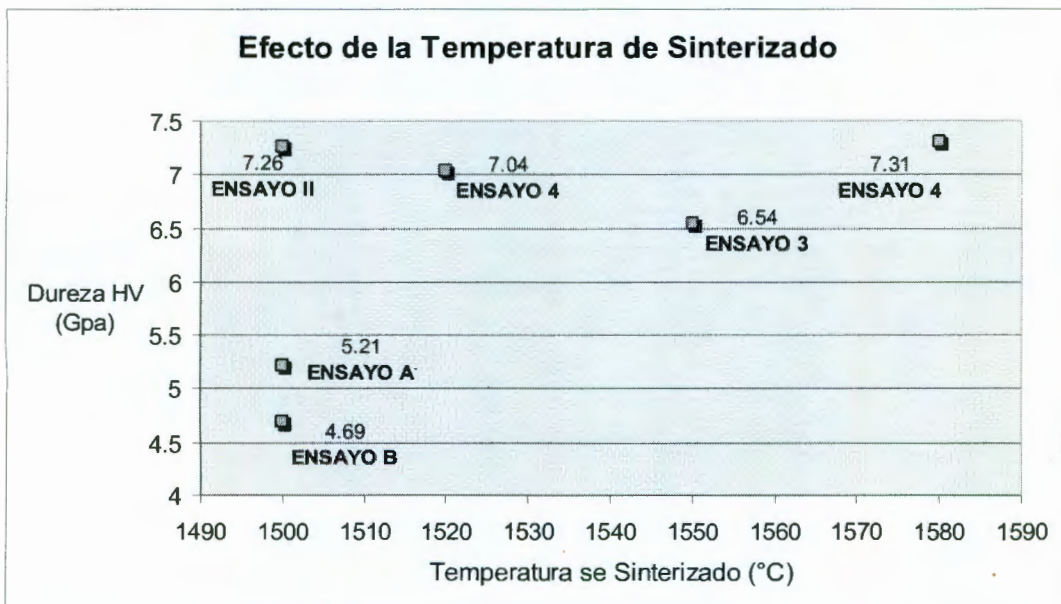


Figura 4.24 Relación entre la dureza medida en las espumas cerámicas y la temperatura a la que fueron sinterizadas.



Cuadro 4.7. Resultados de los ensayos de microdureza Vickers (HV), expresados en GPa, relacionados con el agente dispersante empleado en cada caso. (■) Sinterizado a 1520°C. (\*) Sinterizado a 1580 °C.

	HV (GPa)	Agente Dispersante
Ensayo II	7.26	HNO <sub>3</sub>
Ensayo A	5.21	HNO <sub>3</sub>
Ensayo B	4.69	HNO <sub>3</sub>
Ensayo 4 (■)	7.04	Darvan C
Ensayo 4 (*)	7.31	Darvan C
Ensayo 3	6.54	Darvan C

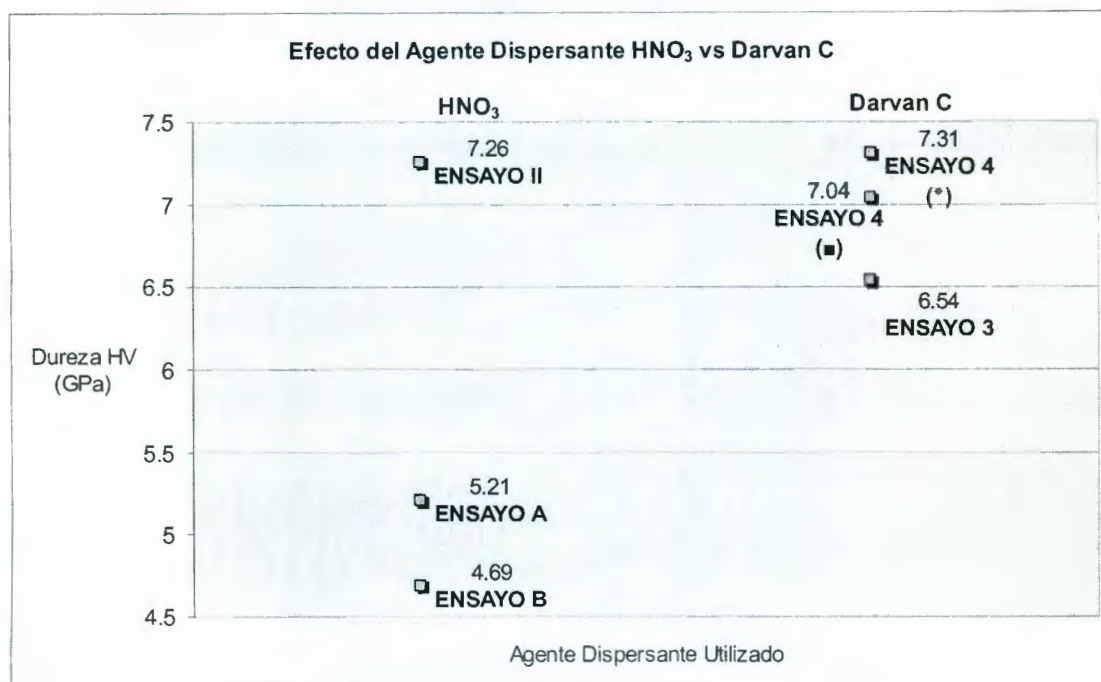


Figura 4.25 Efecto del agente dispersante utilizado en la dureza obtenida en las espumas sinterizadas. En la columna de la izquierda se muestran las que utilizaron HNO<sub>3</sub> y en la de la derecha las que contienen Darvan C. (■) Sinterizado a 1520°C. (\*) Sinterizado a 1580 °C.

Con referencia al efecto de los agentes dispersantes empleados (Figura 4.25) tampoco podemos afirmar con certeza que el polimetacrilato de amonio (Darvan C) generó espumas más resistentes que el ácido nítrico. No se puede

emitir un juicio absoluto en este sentido ya que los puntos relacionados a los Ensayos A y B (ambos con  $\text{HNO}_3$  como dispersante) fueron espumas expuestas a la pérdida de humedad, afectando su desempeño mecánico.

El factor de la pérdida de la humedad, detallado anteriormente su correspondiente sección, es quizás el factor más importante para tomar en consideración. Posiblemente las espumas sinterizadas con menor resistencia a la penetración (Ensayo A y B) son iguales o mejores que las demás. Desafortunadamente, la degradación sufrida por esta pérdida de humedad no permitió conocer las verdaderas propiedades de las mismas.

Sin embargo, independientemente de los parámetros modificados en cada uno de los Ensayos, las espumas obtenidas por vaciado de suspensiones fueron mejores que una muestra comercial (Figura 4.27) a la que se tuvo acceso. Se desconoce el proceso por el que se obtuvo dicha espuma, pero su composición es semejante a las desarrolladas en este trabajo de investigación. Un análisis previo por difracción de rayos X, reveló que la espuma comercial se encontraba constituida de *mullita* y *cianita*, presentes el diagrama de fases  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ .

El ensayo de microdureza Vickers en la espuma comercial no pudo realizarse, ya que no presentaba la suficiente resistencia a la penetración del indentador, aún al aplicar las cargas más bajas. Una explicación a este fenómeno es la alta porosidad en las paredes de la espuma comercial que reducen su dureza. Esta muestra comercial únicamente pudo ser sometida a un ensayo de compresión simple, que se detallará posteriormente.

#### 4.6.2 Análisis de superficie de fractura

La Figura 4.26 muestra indentaciones Vickers realizadas durante el ensayo de microdureza a algunas espumas cerámicas. Las grietas que se presentaron en las esquinas de la indentación son del orden de 5 – 8  $\mu\text{m}$ , aunque algunas llegan



a ser de alrededor de 25  $\mu\text{m}$ , como en la grieta inferior mostrada en la Figura 4.26b o la superior en la misma Figura 4.26d. En muchos casos ni siquiera se presentó una fractura generada por la misma indentación. Como puede observarse, el material muestra, en general, buenas propiedades de tenacidad a la fractura.

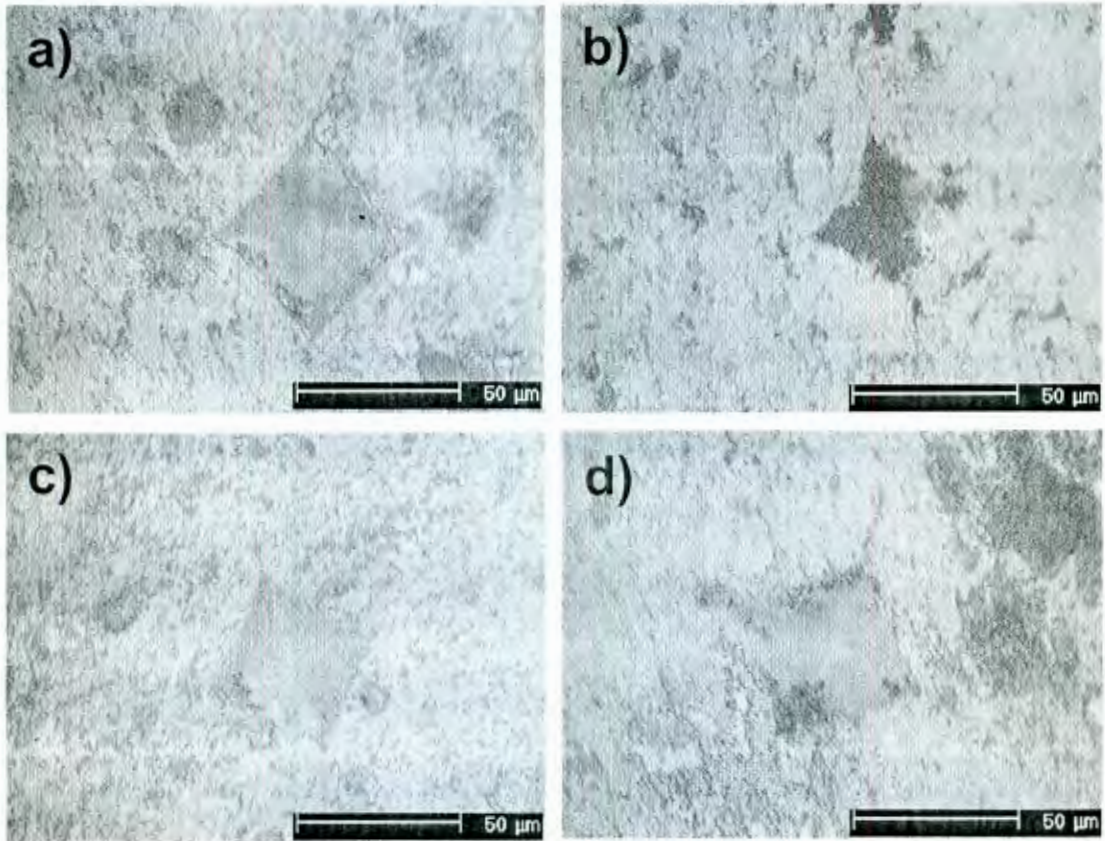


Figura 4.26 Indentaciones Vickers en diferentes espumas sinterizadas. a) De un Ensayo 4, sinterizada a 1580 °C por 2 hrs, 500x. b) De un Ensayo 4, sinterizada a 1520 °C por 2 hrs, 500x. c) De un Ensayo 3, sinterizada a 1550 °C por dos horas, 500x. d) De un Ensayo A sinterizada a 1500 °C durante 1 hr.

#### 4.6.3 Ensayo de compresión uniaxial

Además de las espumas cerámicas obtenidas por vaciado de suspensiones y posteriormente sinterizadas, se ensayó una muestra comercial (Figura 4.27), cuyo método de fabricación se desconoce hasta el momento. Los valores obtenidos de la muestra comercial sirvieron como parámetro de comparación para las espumas desarrolladas en este trabajo de investigación.



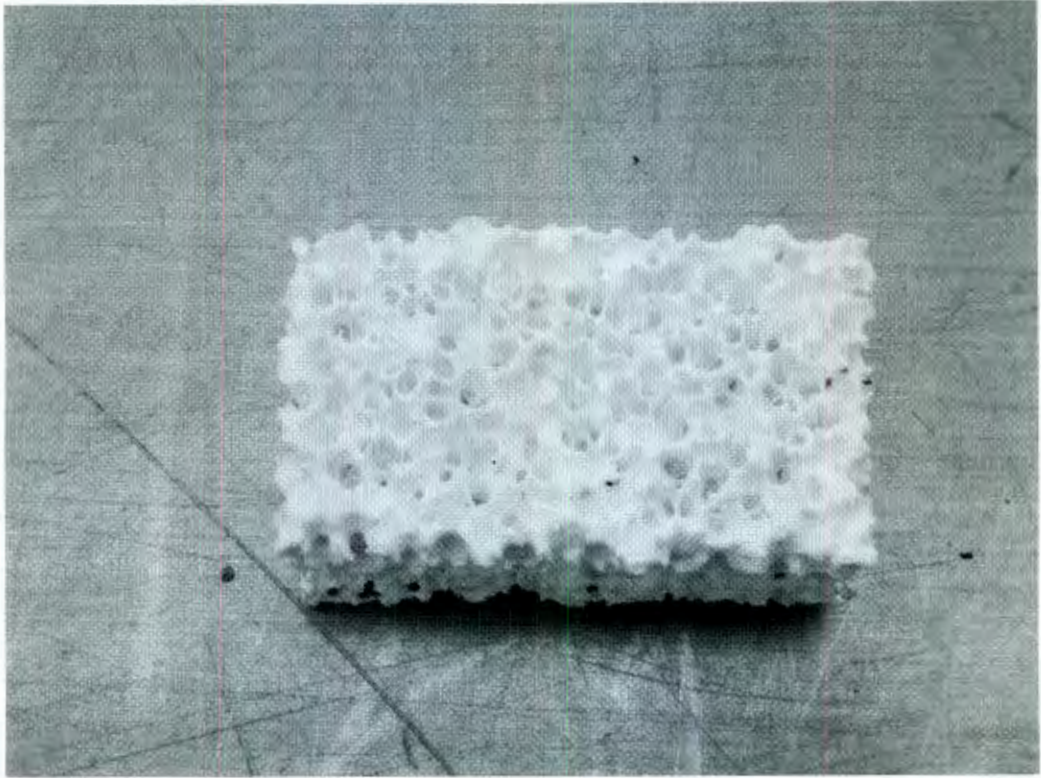


Figura 4.27 Espuma cerámica comercial cuyo proceso de fabricación se desconoce.

Desafortunadamente, no se pudo obtener el diagrama de esfuerzo - deformación del ensayo de compresión uniaxial, ya que el software y quipo adicional necesario no estuvo disponible en el momento en el que se realizaron los ensayos. Únicamente se registró la carga máxima que soportó cada una de las probetas antes de fallar.

El Cuadro 4.8 presenta de manera resumida la carga máxima soportada, el área transversal de la muestra y la resistencia máxima a la compresión de cada una de las probetas ensayadas. Al final de la lista se incluye la muestra comercial como parámetro de comparación. Asimismo, se exhiben algunos valores típicos de resistencia última a la compresión de algunos materiales metálicos (Cuadro 4.9) y no metálicos (Cuadro 4.10).

En todas las probetas ensayadas, el plano de falla se presentó a 45° por ambos lados (Figura 4.30). Esto indica que la corrección de las caras irregulares con la arena colocada en la superficie superior funcionó satisfactoriamente. Se presentó una falla típica de un material cerámico, como es el caso del concreto.

Cuadro 4.8 Carga máxima soportada, área transversal y resistencia a la compresión de cada una de las probetas ensayadas a compresión simple.

	Carga Máxima (Kg)	Área Normal (cm <sup>2</sup> )	Resistencia (Kg/cm <sup>2</sup> )
<b>Ensayo B</b>	150	12.69	11.82
<b>Ensayo A</b>	175	12.69	13.79
<b>Ensayo II</b>	350	20.43	17.13
<b>Ensayo 3</b>	340	20.43	16.64
<b>Ensayo 4</b>	300	20.43	14.68
<b>Ensayo 4</b>	350	20.43	17.13
<b>Comercial</b>	175	9.72	18.01

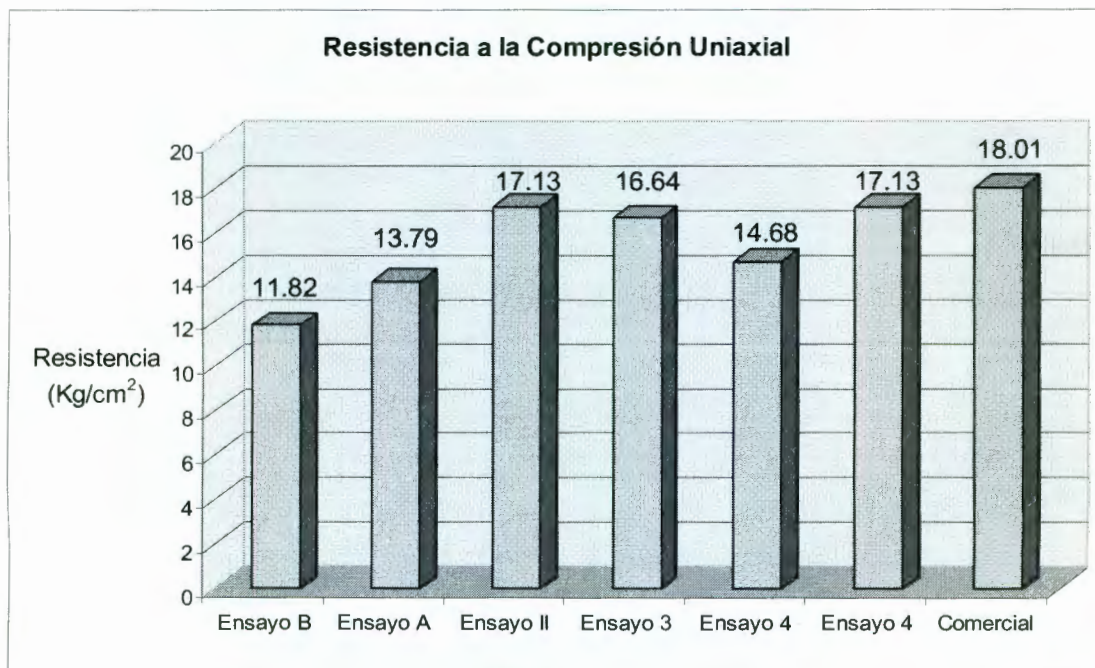


Figura 4.28 Resistencia máxima a la compresión de las diversas espumas cerámicas fabricadas. Se incluyen los resultados de la muestra comercial ensayada.



Cuadro 4.9 Resistencia última a la compresión de algunos materiales metálicos (Beer y Johnston, 2001)

Material	Compresión (Kg/cm <sup>2</sup> )
Fundición gris 4.5% C, ASTM A-48	6680
Hierro fundido 2% C, 1% Si, ASTM A-47	6320
Aluminio Bronce (81 Cu, 4 Ni, 4 Fe, 11 Al)	9180

Cuadro 4.10 Resistencia última a la compresión de algunos materiales no metálicos (Beer y Johnston, 2001; Oberg y Jones, 1968)

Material	Compresión (Kg/cm <sup>2</sup> )
Ladrillo superior duro	843
Ladrillo rojo ligero	70
Obra de ladrillo común	70
Obra de ladrillo esmeralda	140
Cemento Pórtland, al mes de fabricado	140
Cemento Pórtland, al año de fabricado	210
Hormigón de Pórtland	70
Hormigón de Pórtland, al año de fabricado	140
Granito	1335
Piedra caliza y piedra arenisca	632
Roca ígnea	1406
Pizarra	984
Fibra vulcanizada	2742

Plásticos	Compresión (Kg/cm <sup>2</sup> )
Nylon, tipo 6/6 (moldeado)	950
Policarbonato	850
Políester, PBT (termoplástico)	750
Poliestireno	900
Vinilo, PVC rígido	700
Granito (promedio)	2400
Mármol (promedio)	1250
Arenisca (promedio)	850
Cristal, 98% Si	500

Madera secada al aire	Compresión (Kg/cm <sup>2</sup> )
Pino Douglas	500
Picea, Sitka	390
Pino de hoja corta	500
Pino blanco	340
Pino ponderosa	360
Roble blanco	510
Roble rojo	470
Abeto occidental	500
Nogal de corteza fibrosa	630
Secoya	420



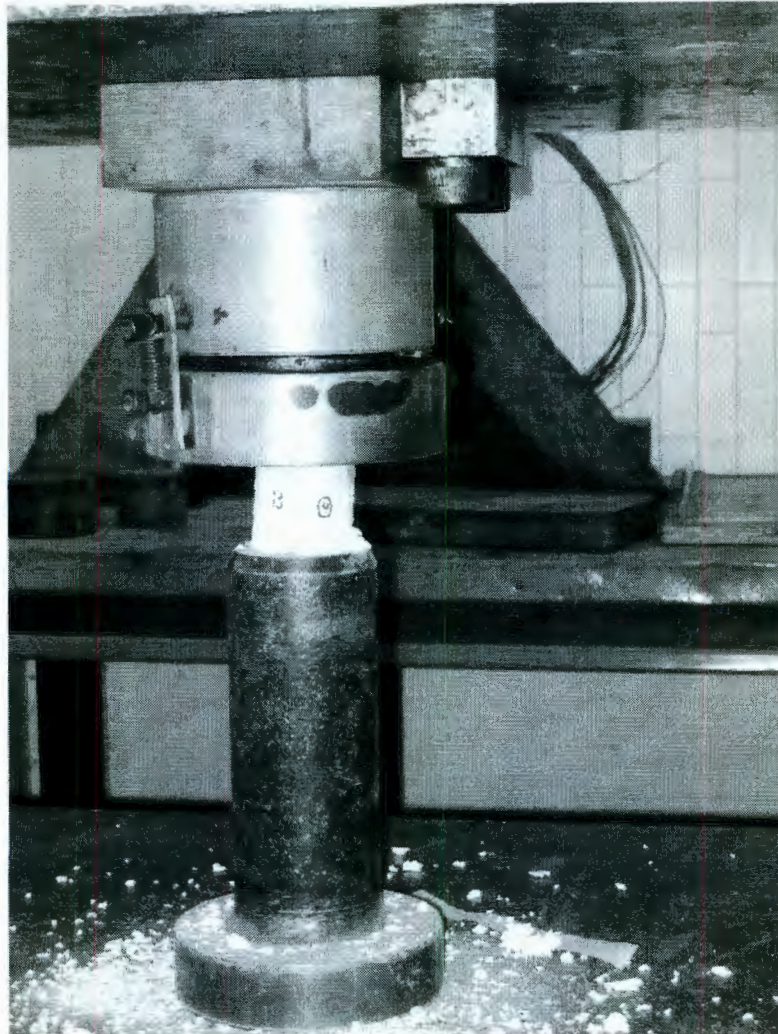


Figura 4.29 Espuma cerámica sometida a un ensayo de compresión uniaxial.

En general, las espumas cerámicas obtenidas muestran una resistencia a la compresión muy similar a la de fabricación comercial. Nuevamente, como en el caso de la dureza, las probetas obtenidas de los Ensayos A y B resultaron con una resistencia menor de hasta un 30% en relación con las generadas por Ensayos II, 3 y 4. Recordemos que estas muestras estuvieron expuestas al medio ambiente por casi 10 días, lo que ocasionó una degradación de las mismas por pérdida de humedad.



Figura 4.30 Espuma cerámica base alúmina ensayada a compresión simple. Se puede observar que la falla ocurrió a  $45^\circ$  en ambos lados, lo que indica que el ensayo se realizó conforme a las especificaciones.

#### 4.7 Metodología óptima para la fabricación de espumas cerámicas base $\text{Al}_2\text{O}_3$ por vaciado de suspensiones

Después de revisar los resultados obtenidos de las pruebas y ensayos de caracterización del material, se puede definir un proceso *óptimo* para fabricar una espuma cerámica base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por el método de vaciado de suspensiones desarrollado en este trabajo de investigación.

Esta metodología garantiza obtener una espuma cerámica base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de calidad comercial, utilizando el método de vaciado de suspensiones sobre corazones de sacrificio.



La composición de la mezcla de polvos, agua y agente dispersante a partir de la cual se obtendrá la espuma sinterizada, se muestra en el Cuadro 4.11. Dicha composición corresponde al Ensayo 4 del diseño de experimentos original, que fue el que mejores resultados generó.

Cuadro 4.11 Composición de mezcla de polvos y agente dispersante propuesta como *óptima*.

<b>Composición Óptima</b>	227.1 gr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (RG 100)
	32.4 gr	Caolín
	40.5 gr	Feldespató potásico
	200 ml	H <sub>2</sub> O desionizada
	3 gr	Darvan C

Los parámetros para esta molienda son:

1. Bolas de alúmina (diámetro 2 – 5 mm): 300 gr.
2. Tiempo de molienda: 45 min.
3. Velocidad del agitador: 350 RPM.

La construcción del molde de yeso se realiza siguiendo la metodología explicada anteriormente a detalle en la Figura 3.5. Antes de proseguir con el ensamble del molde se coloca un sello de foami entre las caras de cierre (Figura 3.7) de las cavidades para evitar con ello cualquier fuga de la suspensión vertida. La cavidad se llena con esferas de poliestireno expandido de 3 mm de diámetro (Figura 3.9) y se coloca el vertedero (Figura 3.10) asegurando un acomodo continuo de las esferas.

Una vez listo el molde y realizada la molienda, la suspensión se vierte en la cavidad y se deja reposar de 48 a 72 horas hasta que el agua sea adsorbida y solidifique la probeta.



Se recomienda que inmediatamente después de sacar la probeta en verde del molde, ésta se meta al horno de secado siguiendo la curva de la Figura 3.13. Si esto no es posible, el uso de una bolsa de plástico es una simple solución al problema de degradación por pérdida de humedad. La muestra en verde se introduce en una bolsa plástica cerrada y se coloca en un lugar lejos de la exposición a la luz directa. Otra solución a esta problemática es controlar la humedad de la habitación, sin embargo, el costo de este proceso es mucho mayor y ofrecería los mismos resultados que el uso de una simple bolsa de plástico.

Finalmente el sinterizado se realiza en un horno de alta temperatura (ya sea de tubo o de cámara) a 1580 °C durante 2 hrs, con su respectiva pendiente de calentamiento y enfriamiento como lo muestra la curva de la Figura 3.22.

Siguiendo esta metodología se asegura la obtención de una espuma cerámica sinterizada con propiedades mecánicas, al menos, de la misma calidad que las mejores muestras reportadas en este documento.

#### 4.8 Desglose financiero

A continuación, en el Cuadro 4.12, se presenta un desglose financiero de los gastos relacionados al proyecto (manufactura de dispositivos, materia prima y consumibles). La mayor parte de esta información se obtuvo de un reporte de un trabajo de investigación previo desarrollado en CINVESTAV Unidad Querétaro que recurrió también al procesamiento de cerámicos por vaciado de suspensiones (Muñoz, 1995).

No se incluyen los gastos derivados del uso del horno de alta temperatura, ya que los que se utilizaron para este proyecto fueron facilitados por el Tecnológico de Celaya y por la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

Cuadro 4.12 Desglose detallado de gastos por manufactura de dispositivos, material prima y consumibles.

<b>Manufactura de dispositivos, materia prima y consumibles</b>	
Dispositivo de ajuste	\$8,584.75
Remanufactura de molino de una cabeza	\$7,889.00
Bolas de alúmina	\$6,480.00
Comercializadora y servicios técnicos	\$4,281.22
Alúmina Calcinada RG-100 y polvos	\$4,269.00
Tamiz, fondo para tamiz Crisol	\$3,926.00
Compra de entropaños	\$2,803.00
Taladro de pedestal para molino	\$2,645.00
Entropaños y postes	\$2,513.00
Recipiente de molienda	\$2,415.00
Tubo de alúmina para mufla	\$1,979.87
Batidor de Nylamid	\$1,495.00
Recipientes de plástico para almacenamiento polvos	\$1,289.20
Tubo, tapón de vidrio, Crisol	\$1,037.51
Agitador Nylamid	\$1,002.00
Remanufactura de matriz de moldeado	\$747.50
Material de laboratorio	\$693.53
Material de laboratorio	\$526.90
Barra de agitación, indicadores de pH,	\$333.00
Recipientes y agitadores magnéticos	\$181.58
Esferas de poliestireno expandido	\$48.00
Tubos de PVC, malla mosquitero para vertedero	\$18.50
<b>Total</b>	<b>\$55,158.56</b>

Es difícil hacer una comparación financiera de los métodos de fabricación de espumas cerámicas comerciales equivalentes con las obtenidas por el proceso descrito a lo largo de este documento. Es complicado hacer un balance al comparar un método a nivel industrial con uno en el plano experimental. Sin embargo, como puede observarse, los gastos por materia prima y consumibles son mínimos en el vaciado de suspensiones, una vez que se cuenta con el equipo instalado y operando. La viabilidad del proyecto a ser llevado a nivel industrial dependerá de otros factores que no se han considerado como especificaciones del cliente, volúmenes de producción, tiempos y métodos de distribución, etc, que dependerán de la demanda del mercado. Por el momento no puede hacerse un pronóstico fiel en ésta área por falta de información sustancial.



#### 4.9 Conclusiones y recomendaciones

El objetivo de este trabajo de investigación se alcanzó satisfactoriamente. La técnica de vaciado de suspensiones base  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sobre esferas perdidas demostró ser un método sencillo y económico a través del cual se puede obtener una espuma cerámica de calidad. Es cierto que el método aún no ha sido perfeccionado y faltan por conocer a detalle los efectos provocados por las variables involucradas en el proceso, así como las interacciones existentes entre ellas. Sin embargo, los resultados exponen que el proceso y la metodología desarrollada permiten obtener una espuma cerámica con propiedades mecánicas similares a las comerciales. Además, se trata de un nuevo método del que a la fecha no se ha encontrado reporte alguno en la literatura.

En cuanto a las hipótesis planteadas al inicio de la investigación, la alúmina combinada con fundentes demostró ser un material estructural con buenas propiedades mecánicas para fabricar una espuma cerámica. Los resultados obtenidos de las espumas fabricadas pueden compararse con las muestras comerciales sin que exista una gran diferencia entre ellas.

Refiriendo a la segunda hipótesis, el uso de esferas de poliestireno expandido para generar la porosidad macroscópica en la espuma sinterizada, garantizó obtener una estructura de celda abierta homogénea con una alta interconexión entre los poros.

El método no requiere equipo especializado para fabricar una espuma cerámica base  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La parte más importante de este rubro es el horno de alta temperatura, ya que el molino atricionador para realizar la molienda puede adaptarse de un taladro de mesa, como se hizo para este proyecto.



En cuanto a la metodología, la principal aportación de este trabajo de investigación es el efecto de la humedad en la degradación en las probetas en verde, que resultó convertirse en el factor de mayor impacto en este método. Aún se desconocen los mecanismos que provocan la fragilidad progresiva de las muestras al paso del tiempo. Controlando este factor se pueden obtener resultados más concretos y fieles que los que se resumen en este reporte.

Si desde el inicio se hubieran conocido los efectos de la pérdida de humedad en las probetas en verde, se tendrían resultados más firmes que permitirían la comparación de las diferentes variables como temperatura de sinterización, composición de las muestras y agente dispersante empleado. Desafortunadamente, hasta el final del desarrollo experimental se encontró que la humedad es un factor importantísimo en la conservación de las espumas en su fase verde. Se recomienda, para evitar la degradación por efecto de la humedad, que los procesos de secado y sinterizado se realicen inmediatamente después del desmolde de las muestras en verde. Cuando esto no sea posible, el uso de una simple bolsa de plástico sellada para aislar a la probeta del ambiente puede emplearse como una opción alternativa para impedir esta degradación, tal y como se recomienda en la sección 4.3.2 Humedad y secado de muestras en verde.

Posiblemente algunas de las espumas obtenidas durante este trabajo de investigación tienen propiedades mecánicas excepcionales que no se reflejaron en la caracterización correspondiente por esta lamentable degradación por efecto de la pérdida de humedad.

Sin duda, el este proceso es susceptible a ser perfeccionado para obtener espumas cerámicas con mejores propiedades mecánicas y más baratas. Para ello se requerirán de investigaciones futuras que provean mayor información sobre el tema.

#### 4.10 Trabajos futuros

Las aplicaciones que se prevén para las espumas sólidas son varias y, dependiendo de dicha aplicación, la investigación deberá guiarse hacia nuevos métodos de fabricación.

Primeramente deberá perfeccionarse el método desarrollado en este trabajo, considerando el factor de la pérdida de humedad. Con ello pueden conocerse mejor las relaciones entre las otras variables que afectan al proceso.

Nuevos materiales pueden ser utilizados como materia prima, no solamente la alúmina, sino cualquier otro material de bajo costo, fácil adquisición y manejo. Las propiedades finales (mecánicas, ópticas, acústicas, térmicas, químicas, etc.) que generen estos materiales en las espumas cerámicas dependerán de la aplicación a la que vayan destinadas.

Inclusive se puede pensar en desarrollar espumas de micro-poro a través de éste método, sustituyendo el uso de esferas de sacrificio con agentes espumantes como la ovalbumina u otra proteína animal.

Por otro lado, una vez obtenida una espuma cerámica con las características requeridas, ésta puede ser candidata a infiltrarse con un metal ligero como Al o Mg, incluso un polímero, para crear un *composite*. Este compuesto combinaría propiedades diametralmente diferentes de los materiales que lo conforman, por un lado la ductilidad de un polímero, y por otro, la dureza de una matriz cerámica.

Como puede verse, las posibilidades, alcances y aplicaciones son enormes para este tipo especial de materiales cerámicos. Todo depende de hasta dónde se quiera profundizar en este tema.

## REFERENCIAS

- Aksay, I.A. and Pask, J.A. 1975. Stable and metastable equilibria in the system  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ . J. Am. Ceram. Soc. 58, 507-512.
- Askeland, D.R. 1998. Ciencia e ingeniería de los materiales. Thomson International. México, D.F.
- Allen, L. H. and Matijevic, E. 1969. Stability of colloidal silica: I. Effect of simple electrolytes. Journal of Colloid and Interface Science. 31: 287.
- Aoki, Y. and McEnaney, B. 1995. SiC foams produced by siliciding carbon foams. Br Ceramic Trans. 94(4); 133-137
- Beer, F.P. y Johnston, E.R. Jr. 2001. Mecánica de materiales. Segunda Edición. McGraw-Hill. México, D.F.
- Bhaduri, SB. and Qian, ZB. 1995. Processing / properties correlations of composite ceramic foams" Journal of the Mater Synth Process. 3(6): 361 – 369.
- Brinker C.J. and Scherer G.W. 1990. Sol-Gel Science, The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. Academic Press. United States of America.
- Bulens, M. and Delmon, B. 1977. The exothermic reaction of metakaolinite in the presence of mineralizers. Influence of crystallinity. Clay Clay Min. 25, 271-277.
- Bulens, M., Leonard, A. and Delmond, B. 1978. Spectroscopic investigations of the kaolinite-mullite reaction sequence. J. Am. Ceram. Soc. 61, 81-84.
- Chaudhuri, S.P. 1969. X-ray study of induced mullitization of clay. Trans. Indian Ceram. Soc. 28, 24.
- Chaudhuri, S.P. 1982. Crystallization of glass in the system  $\text{K}_2\text{O}(\text{Na}_2\text{O})\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ . Ceram. Int. 8, 27-33.
- Colombo, P. and Bernardo, E. 2003. Macro- and micro-cellular porous ceramics from preceramic polymers. Composites Science and Technology 63. 2353-2359.



- Colombo, P., Griffoni, M. and Modesti, M. 1998. Ceramic foams from a preceramic polymer and polyurethanes: Preparation and morphological investigations. *Journal of the Sol-Gel Science Technology*. 13: 195-199.
- Colombo, P. and Modesti, M. 1999. Silicone oxycarbide ceramic foams from a preceramic polymer. *Journal of the American Ceramic Society*. 82 (3): 573-578.
- Fujii, T., Messing, G.L. and Huebner, W. 1990. Processing and properties of cellular silica synthesized by foaming Sol-Gels. *Journal of the American Ceramic Society*. 73 (1); 85-90.
- García, G. 2002. Fabricación y control en los moldes de yeso. *Infoceram*. Año 13. No. 4. Monterrey, N.L.
- Gauckler, L.J. 2001. *Ingeneurkeramik 2. Herstellung von Keramik*. ETH – Zürich.
- Gibson, L.J. 2003. Cellular Solids. *Materials Research Community. MRS Bulletin*. April 2003. Volume 28, No. 4. 270-271.
- Green, D.J. Fabrication and mechanical properties of lightweight ceramics produced by sintering of hollow spheres. 1985. *Journal of the American Ceramic Society*. 68(7): 403-409.
- Johnson, S. and Pask, J.A. 1982. Role of impurities on formation of mullita from kaolinite and  $Al_2O_3$ - $SiO_2$  mixtures. *Am. Ceram. Soc. Bull.* 61, 838-842.
- Jullien R. 1986. A new model of cluster aggregation. *J. Phys.* A19: 2129.
- Klug, F.J., Prochazka, S. and Doremus, R.H. 1987. Alumina-silica phase diagram in the mullita region. *J. Am. Ceram. Soc.* 70, 750-759.
- Lange, F.F. and Miller, K.T. 1987. Open cell, low density ceramics fabricated from reticular polymer substrates. *Advanced Ceramics Advanced Ceramics Materials*. 2(4): 827-831.
- Muñoz, J. 2005. Fabricación de prototipos de soporte cerámico para aisladores tipo alfiler. Reporte preliminar de resultados. Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del I.P.N. Unidad Querétaro.
- Oberg, E. y Jones, F.D. 1968. *Manual universal de la técnica mecánica para el taller y la oficina técnica*. Tomo I. Resistencia de materiales. Editorial Labor S.A. Barcelona.

- Ortega, F.S., Sepúlveda, P., Innocentini, M.D.M. and Pandolfelli, V.C. 2001. Surfactants: a necessity for producing porous ceramics. *American Society Bulletin*. 80 (4): 37-42
- Ottewill, R.H. 1989. Colloid stability and instability: "order disorder". *Langmuir* 5, 4-9.
- Parks, G.A. 1965. The isoelectric points of solid oxides, solid hydroxides, and aqueous hydroxo complex systems. *Chem. Rev.* 65: 177.
- Pekala, R.W. and Hoper, R.W. 1987. Low-density microcellular carbon foams. *Journal of the Mater Science*. 22:1840-1844
- Richerson, David W. 1992. *Modern ceramic engineering. Properties, processing and use in design*. Marcel Dekker, Inc. New York, United States.
- Schmidt, H., Koch, D., Grathwohl, G. and Colombo, P. 2001. Micro- / macroporous ceramics from preceramic precursors. *Journal of the American Ceramic Society*. 84 (10): 2252-2255
- Schneider, H. and Majdic, A. 1980. Kinetics of the thermal decomposition of kyanite. *Ceramurgia Int.* 6, 32-37.
- Schneider, H., Okada, K. and Pask, J.A. 1994. *Mullite and Mullite Ceramics*. John Wiley & Sons. Great Britain.
- She, J., Yang, J.F., Kondo, N., Ohji, T., Kanzaki, S. and Deng, Z.Y. 2002. High-strength porous silicone carbide ceramics by an oxidation-bonding technique. *J Am Ceram Soc* 2002; 85(11): 2852-4.
- Suryanarayana, C. 2001. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science* (46) 1 – 184.
- Takahashi, T., Munstedt, H., Modesti, M. and Colombo, P. 2001. Oxidation resistant ceramic foam from a silicone preceramic polymer / polyurethane blend. *Journal of the European Ceramic Society*. 21: 2821-2828
- Thijs, I., Luyten, J. and Mullens, S. 2004. Producing ceramic foams with hollow spheres *American Ceramic Society. Journal of the American Ceramic Society*. 87, Vol. 1 170 – 172
- Wu, M., Fujui, T. and Messing, G.L. 1990. Synthesis of cellular inorganic materials by foaming Sol-Gels". *Journal of the Non-Crystal Solids*. 121; 407-12.

- Young-Wook, Kim, Chul, B. and Park. 2003. Processing of microcellular preceramics using carbone dioxide. *Composites Science and Technology* 63. 2371-2377.
- Zeschky, J., Goetz-Neunhoeffler, F., Neubauer, J., Jason Lo, S.H., Kummer, B., Scheffler, M. and Greil, P. 2003. Preceramic polymer derived cellular ceramics. *Composites Science and Technology* 63 2361-2370.
- Zhang, G.J., Yang, J.F. and Ohiji, T. Fabrication of porous ceramics with unidirectionally aligned continuous pores. *Journal of the American Ceramic Society*. 84 (6): 1395-1397.