

SINTERCRISTALIZACIÓN DE COMPOSITOS DE MATRIZ VITROCRISTALINA. EFECTO DEL CONTENIDO EN "FILLER"

J. L. AMORÓS, E. BLASCO, A. MORENO, C. FELIU

GROUP FOR GLAZES AND WHITEWARES SINTER-CRYSTALLISATION (UNIVERSITAT JAUME I)

INSTITUTO DE TECNOLOGÍA CERÁMICA – ASOCIACIÓN DE INVESTIGACIÓN DE LAS INDUSTRIAS CERÁMICAS – UNIVERSITAT JAUME I
CAMPUS UNIVERSITARIO RIU SEC, 12006 CASTELLÓN, ESPAÑA.

1 RESUMEN

Se ha estudiado la sinterización y cristalización de mezclas de 92% en peso de frita y 8% en peso de caolín, que conducen a la obtención de un material vitrocrystalino, prácticamente exento de porosidad, y con un contenido moderado de zafirina y forsterita, a las temperaturas habituales de cocción ($\approx 1150^\circ\text{C}$). Este material se ha utilizado como matriz para la obtención de composites, empleando, como filler, dos alúminas industriales de tamaño de partícula distinto y un circon, también industrial, en proporciones de hasta el 55% en peso. En estos composites se ha estudiado la cinética de la cristalización y de la sinterización, por DSC y HSM respectivamente, empleando velocidades de calentamiento comprendidas entre 2 y 50 K/min. Estas composiciones también se han tratado térmicamente siguiendo un ciclo estándar: velocidad de calentamiento de 15K/min hasta diferentes temperaturas máximas y 6min de permanencia a cada temperatura. En las probetas cocidas, se ha observado su microestructura, se han determinado sus propiedades tecnológicas (absorción de agua, contracción lineal, etc.) y la naturaleza de las fases cristalinas.

2 SINTER-CRISTALIZACIÓN DE LA MATRIZ VITROCRISTALINA

A partir de la frita $(\text{SiO}_2)(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1/4}(\text{MgO})_{1/3}(\text{B}_2\text{O}_3+\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O})_{1/8}$ se ha preparado un esmalte añadiendo un 8% en peso de caolín y otros aditivos minoritarios.

El grado de avance de la sinterización, X , se ha determinado a partir de la variación del área de la silueta de la probeta, A , obtenida en experimentos a velocidad de calentamiento constante en un microscopio de calefacción (HSM), mediante la ecuación:

$$X = \left(\ln \frac{A}{A_0} \right) / \left(\ln \frac{A_{\text{min}}}{A_0} \right) \quad \text{Ec. 1}$$

siendo A_0 , A , A_{min} el área de la silueta de la probeta inicial, instantánea y a la máxima compacidad.

Se ha calculado la velocidad de sinterización en función de la temperatura para cada una de las cinco velocidades de calentamiento ensayadas (Figura 1a). Las curvas de velocidad de cristalización (Figura 1b) corresponden a los termogramas DSC.

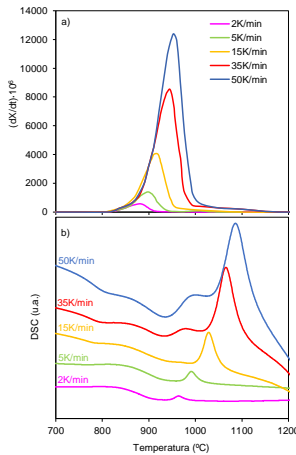


Figura 1. Curvas de velocidad de sinterización (a) y cristalización (b), a diferentes velocidades de calentamiento, para el esmalte estudiado.

A 1150°C , la porosidad del esmalte es prácticamente nula, su contenido en zafirina del 25% y el de forsterita de un 5%, ambos en peso. Su microestructura (Figura 2) consiste en pequeños cristales aciculares embebidos en una matriz vítrea prácticamente exenta de porosidad.

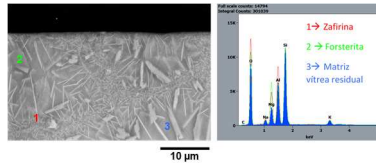


Figura 2. MEB-EDX del esmalte estudiado. Ciclo térmico: 15K/min hasta 1150°C , con 6min de permanencia.

Esta microestructura se debe, por una parte, a que la sinterización prácticamente se completa antes de que se inicie la cristalización de la frita (Figura 1). Y, por otra, a que el contenido en fases cristalinas, a la temperatura de cocción, no es muy elevado ($\approx 30\%$ en peso) y la viscosidad del vidrio residual es baja.

3 SINTER-CRISTALIZACIÓN DE COMPOSITOS MATRIZ VITROCRISTALINA-FILLER

Se han determinado, a diferentes velocidades de calentamiento, las curvas de velocidad de sinterización y cristalización de composites utilizando, como filler, circon o alúmina en diferentes fracciones másicas, ϕ .

De forma general (para cada velocidad de calentamiento), conforme se incrementa la fracción másica de filler, ϕ , las curvas de velocidad de sinterización se desplazan hacia temperaturas más elevadas y, a partir de un determinado contenido, ϕ , que depende de la naturaleza de la fase cristalina y de su tamaño de partícula, el proceso se desarrolla en dos etapas. Para el caso del circon five (filler), los resultados se muestran en la Figura 3.

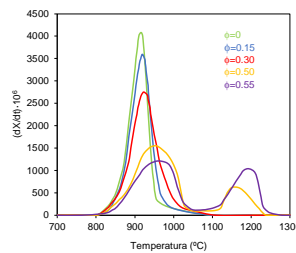


Figura 3. Curvas de velocidad de sinterización, a 15K/min, para los composites matriz vitrocrystalina-circon "five".

En los composites matriz vitrocrystalina-alúmina, para $\phi=0.50$, la segunda etapa de sinterización finaliza a una temperatura mucho más elevada ($\approx 1350^\circ\text{C}$, Figura 4) que para el caso del circon "five" ($\approx 1230^\circ\text{C}$, Figura 3).

Se han obtenido probetas de composites utilizando como filler circon ($\phi=0.50$) y alúmina ($\phi=0.30$ y $\phi=0.50$), que se han sometido al ciclo térmico: 15K/min hasta 1150°C con 6min de permanencia. Su microestructura (Figura 5) consiste en una matriz vitrocrystalina que rodea partículas cristalinas de filler. El composite de circon con $\phi=0.50$ y el de alúmina con $\phi=0.30$ no

presentaban prácticamente porosidad. Por el contrario, el composite de alúmina con $\phi=0.50$ todavía presentaba porosidad abierta (A.A.=4.9%).

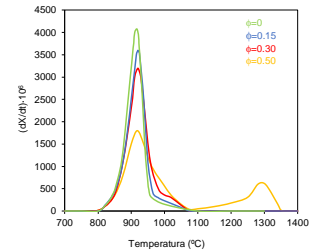


Figura 4. Curvas de velocidad de sinterización, a 15K/min, para los composites matriz vitrocrystalina-alúmina.

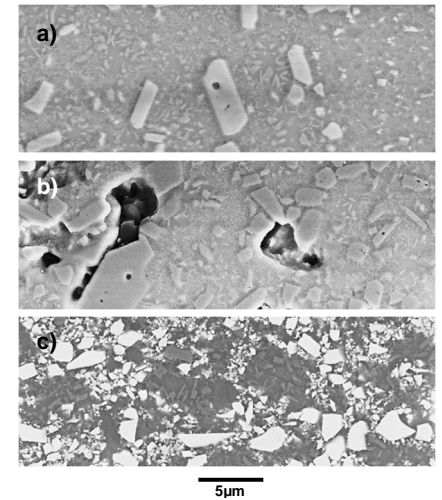


Figura 5. MEB de composites obtenidos a 15K/min hasta 1150°C con 6min de permanencia: a) alúmina $\phi=0.30$; b) alúmina $\phi=0.50$; y c) circon $\phi=0.50$.

4 CONCLUSIONES

Se ha seleccionado un esmalte exento de porosidad, que desvitrifica zafirina (25% en peso) y forsterita (5% en peso), para ser utilizado como matriz vitrocrystalina en la obtención de composites (empleando circon o alúmina como filler).

Se ha estudiado el efecto del contenido en filler sobre la sinterización de los composites, mediante experimentos a velocidad de calentamiento constante, comprendidas entre 2 y 50K/min. En base a estos resultados se han conseguido obtener composites de alúmina y circon, con contenidos en filler de hasta un 30% y un 50% en peso, respectivamente, exentos de porosidad, utilizando un ciclo habitual de cocción: 15K/min hasta 1150°C con 6min de permanencia.

Agradecimientos

This study was co-funded by the Autonomous Government of Valencia (GVA) through the Valencian Institute for Business Competitiveness (IVACE).