

## ELABORACIÓN DE CERÁMICOS REFRACTARIOS POROSOS DE ÓXIDO DE MAGNESIO

Ramón Tabares<sup>1</sup>, Jonathan Gómez<sup>1</sup>, Jhon Rodríguez<sup>1\*</sup>, Juan Gil<sup>1</sup>, Mónica Molsalve<sup>1</sup>,  
Esperanza López<sup>2</sup>

1: Ingeniería de Materiales, Grupos GIPIMME-GIMACYR, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia

2: Ph. D., Docente Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia

\*Contacto: jhonedisonr@gmail.com

### RESUMEN

En este estudio se obtuvieron refractarios de carácter poroso a base de magnesia (MgO), variando en una solución acuosa, el porcentaje de sólidos en 40 y 60% (En volumen de sólidos totales). En cada circunstancia el porcentaje de sólidos estuvo compuesto por: 25% de almidón de yuca y el restante por óxido de magnesio, además se adicionó 0.45% en peso de Dolapix CE-64 como agente dispersante. Después de toda la operación de mezclado, se pasó a verter la solución en unas preformas circulares sobre un molde de yeso, con el fin de realizar una primera eliminación de agua; seguidamente a las probetas obtenidas se les realizó un segundo secado en una estufa y por último un tratamiento térmico en un horno tubular hasta una temperatura máxima de 1600 °C. El porcentaje de porosidad se analizó mediante dos métodos: a) Norma UNE 61-033-75, b) Software de análisis de imagen (ImageJ). Igualmente se realizó una caracterización de la morfología de los refractarios mediante un microscopio óptico, acompañado de una DRX para establecer las fases presentes en el material. Se obtuvieron entonces, materiales refractarios de óxido de magnesio, en donde se observa la fase periclase (MgO). Los refractarios de óxido de magnesio con un porcentaje en sólidos del 40% presentaron la mayor porosidad que los fabricados con un porcentaje en sólidos de 60%, debido a esto, pueden ser calificados como refractarios aislantes porosos.

**PALABRAS CLAVES:** *Refractarios, Porosidad, Magnesia, Alúmina, Periclase*

### ABSTRACT

In this study were obtained porous character refractory magnesia based (MgO), by varying the percentage of solids in 40 and 60% (by volume of total solids) in an aqueous solution. The percentage of solids consists of: 25% yucca starch and the 75% magnesium oxide. Dolapix CE-64 (0.45 wt%) was added as a dispersing agent. After a mixing operation, the solution was poured into circular preforms on a plaster mold, in order to carry out a first elimination of water; subsequently the specimens obtained were dried in an oven, and finally heat treated in a tube furnace until a maximum temperature of 1600 °C. The percent porosity was analyzed by UNE 61-033-75 standard and image analyzing software (ImageJ). Likewise, refractories morphology was characterized by an optical microscope and DRX to establish present phases into the material. It was obtained refractory magnesium oxide, where the phase periclase is observed (MgO). The magnesium oxide refractories with 40% solids had a highest porosity than those

made with 60% solids, because of this; the material can be described as a porous insulating refractory.

**Keywords:** *Refractories, Porosity, Magnesia, Alumina, Periclase*

## 1 INTRODUCCIÓN

Los materiales refractarios son de gran importancia para la humanidad debido a su resistencia a las altas temperaturas, propiedad que los hace muy importantes dentro la fabricación de los materiales que se procesan a temperaturas elevadas, como lo es en el proceso del cemento, la cerámica, el vidrio y en especial la siderurgia, la cual consume más del 60% de todos los refractarios [1].

Los materiales refractarios porosos a base de Magnesia (MgO) presentan una alta refractariedad. Estos tipos de refractarios porosos se producen con el fin de ser aislantes, permitiendo que las pérdidas de calor sean menores, contribuyendo de este modo al ahorro energético, debido a un menor consumo de calor. El aire en reposo después del vacío es el mejor aislante térmico, así que para obtener un buen aislante térmico se realizan productos que contengan gran porosidad, es preciso, sin embargo, que los poros no estén interconectados entre sí, porque facilitarían la transmisión de calor por convección. Se debe recordar, que el poder aislante de tales productos disminuye gradualmente con la temperatura, pues al incrementarse ésta, se acentúa la radiación de las paredes de los poros [2].

## 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Caracterización de la materia prima

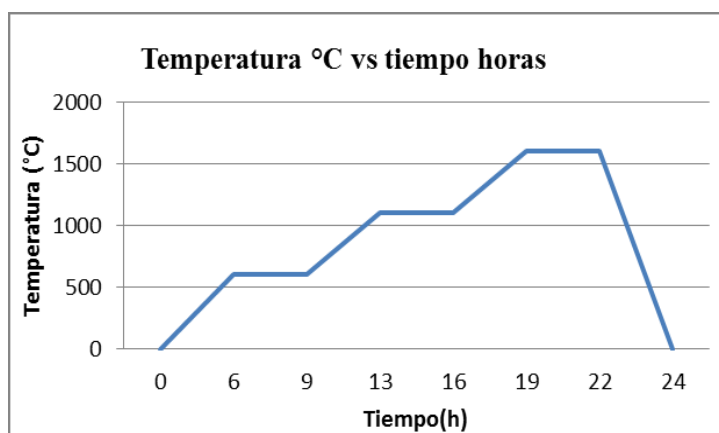
La composición química de los polvos comerciales de MgO utilizados fue analizada mediante fluorescencia de rayos X utilizando un espectrómetro ARL OPTIM'X de ThermoScientific... Las fases contenidas en los polvos y en los refractarios fueron determinadas mediante difracción de rayos X utilizando un difractómetro marca Panalytical referencia X'pert PRO MPD con fuente de radiación de cobre ( $Cu\alpha$ ,  $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$ ), con una potencia de 1.8 kW en el rango de  $2\theta$  entre  $5^\circ$  y  $70^\circ$ , con un paso de 0.02 grados por minuto. El análisis de fases se realizó con el software HighScore plus. La distribución de tamaño de partícula fue determinada mediante difracción láser en un equipo Master Sizer 2000.

### 2.2 Obtención de los refractarios porosos de MgO

Los refractarios fueron obtenidos a partir de polvos comerciales de óxido de magnesio (MgO) y almidón de yuca. Se preparó una suspensión acuosa con dos diferentes porcentajes: 40% y 60% en volumen de sólidos totales; fracción en volumen de almidón de yuca de 0.25 respecto al contenido de sólidos totales. Se realizó un mezclado mecánico del polvo de óxido de magnesio en agua con 0.45% en peso de Dolapix CE-64 como agente dispersante, en un agitador magnético durante 2 horas a 400 rpm. Posterior a este proceso, se agregó el almidón de yuca a la suspensión, dejando homogenizar nuevamente en el agitador magnético por 1 hora [3].

Después de toda la operación de mezclado mecánico se le realizó un primer secado, mediante la técnica de colado, se vertió la solución en unas preformas circulares sobre un molde de yeso

escayola durante 24 horas con el fin de realizar una primera eliminación de agua, un aspecto crítico del procesamiento; seguidamente las probetas obtenidas se introdujeron en una estufa de secado a 50°C durante 24 horas y a 150 °C durante 24 horas. Como paso a seguir se realizó un último tratamiento térmico en un horno eléctrico hasta una temperatura máxima de 1600 °C (ver figura 1).



**Figura 1.** Ciclo térmico para elaborar el refractario poroso de MgO

## 2.3 Caracterización de los refractarios

La caracterización microestructural de los refractarios se realizó sobre una sección pulida utilizando un microscopio óptico Olympus xx y un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6490LV. Previamente los refractarios fueron montados en resina y cortados por un disco diamantado, luego fue desbastado con papel abrasivo a 200 rpm y fue pulido con paños y pasta de diamante de 3 micrómetros a 300 rpm y posteriormente atacada con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> durante 4 min. La porosidad fue evaluada mediante dos técnicas: 1) mediante un software analizador de imagen IMAGEJ; donde mediante un contraste de imagen se obtiene un valor en porcentaje de la porosidad. 2) mediante las normas UNE 61-032-75 y UNE 61-033-75, donde se relaciona la densidad real y la densidad aparente para el cálculo de la porosidad total [4].

## 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

### 3.1 Caracterización de los polvos

Los resultados del análisis químico realizado mediante Fluorescencia de Rayos X muestran que los polvos de partida tienen un 97% (porcentaje en peso) de MgO.

En la tabla 1 se reporta la estadística de la distribución de tamaño de partícula del polvo de MgO donde se corrobora que el 80% de las partículas están en el rango de 2.14 y 25.03 μm

**Tabla 1.** Distribución de tamaño de partícula

d(0.1)	d(0.5)	D(0.9)
2.14 μm	11.58 μm	25.03 μm

En la figura 2 se observa que las principales fases presentes en los polvos de MgO son la periclasa y una pequeña cantidad de hidróxido de magnesio.

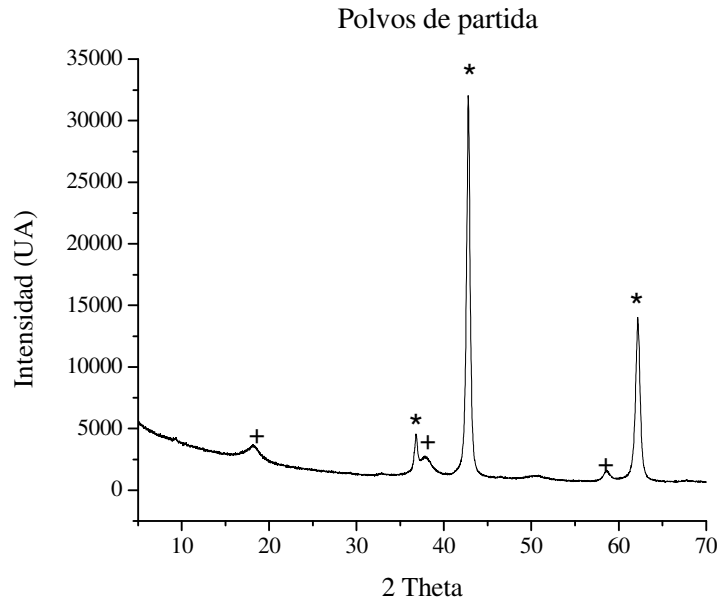
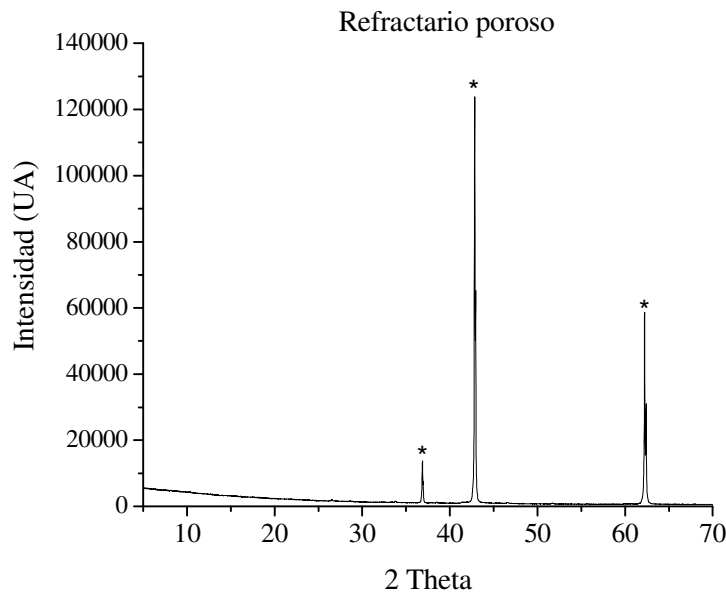


Figura 2. Difracción de rayos x materia prima \* Periclasa MgO, + Mg (OH)<sub>2</sub>

### 3.2 Caracterización de los recubrimientos

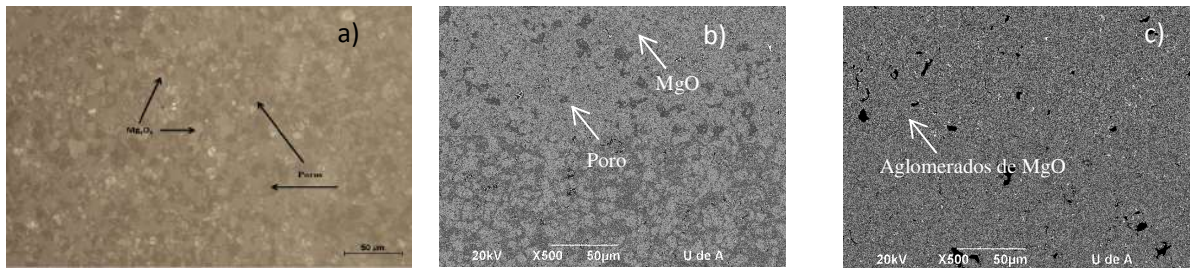
#### 3.2.1 Difracción de rayos x (drx).

En la figura 3 se puede observar que los refractarios de óxido de magnesio (MgO) muestran tres picos intensos, que corresponden a la fase periclasa MgO con una estructura cristalina cúbica, la cual posee excelentes propiedades refractarias como alto punto de fusión (2800°C), fuertes características químicas básicas y, sin ser tóxica, la han hecho un importante material refractario usado en la industria de la siderurgia y del cemento [5]. La expansión térmica de periclasa es la mayor de todos los óxidos refractarios puros y se aproxima a la expansión de los metales, posee una conductividad térmica de 0.016 cal/s °C cm y una resistencia eléctrica muy alta de (aproximadamente  $10^{16} \Omega\text{m}$  a 1950°C), lo que hace que sea un excelente aislador a altas temperaturas [6].



**Figura 3.** Difractograma de los refractarios de óxido de magnesio (MgO) \* Periclase.

En la figura 4a), se observa la morfología de la periclase. Según imágenes reportadas en la literatura esta morfología es característica de dicha fase [1-2].



**Figura 4.** a) Ceramografía del MgO 40% peso en sólidos atacada con  $H_3PO_4$  (al 85%), durante 4 min b) micrografía SEM refractario 40% peso de sólidos y c) micrografía SEM refractario 60% peso de sólidos

En la figura 4b) perteneciente a la muestra con 40% en sólidos se puede observar que tanto las partículas de MgO como los poros se distribuyeron de una manera más homogénea que en la muestra con 60% en sólidos (figura 4c), en la cual se pueden observar aglomerados de partículas de MgO.

### 3.3 Análisis de la porosidad.

#### 3.3.1 Análisis de la porosidad mediante norma una 61-033-75.

La norma tiene como objeto determinar la porosidad total de un material, mediante la determinación de la densidad aparente y la capacidad de absorción de agua. [4]. Los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla 2.

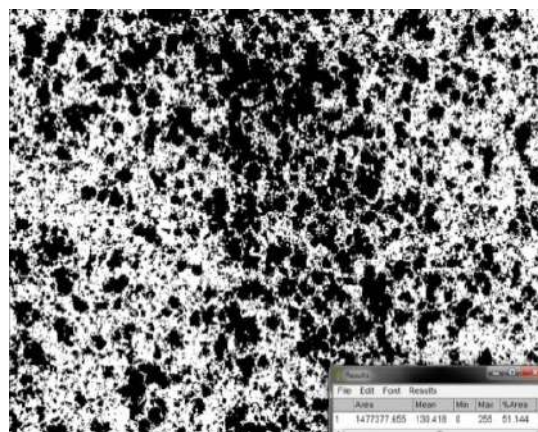
**Tabla 2.** Porosidad total de las muestras obtenidas.

Refractario	Porosidad total
MgO 60% en sólidos	45%
MgO 40% en sólidos	50%

Según la literatura cuando un refractario tiene una porosidad mayor al 40% se considera refractario no denso y cuando la porosidad es mayor o igual al 45% se considera como aislante [7]. Los materiales porosos desarrollados alcanzaron valores de porosidad adecuados para su uso como aislantes térmicos. La diferencia en el porcentaje de porosidad se debe al porcentaje en sólidos utilizado; este factor influyó particularmente en la preparación de los refractarios de MgO, donde es importante mencionar que la mayor porosidad se da en el material con menor porcentaje de sólidos. La formación de los poros a alta temperatura se consiguió con la adición del almidón de yuca, que a su vez tiene una función de agente consolidante/ligante.

#### 3.2.2 Análisis de la porosidad mediante Image J.

Los resultados de porosidad obtenidos para el óxido de magnesio con 40% en volumen por (Image J) fueron de 51 % y para MgO con 60% en volumen de 41,3%, corroborando que ambos materiales presentan una alta porosidad por lo que pueden ser clasificados como materiales aislantes, ver figuras 5 y 6. [7]. Es de anotar que existen variaciones en los valores determinados por estas dos pruebas, ya que una es una técnica de datos en volumen y la otra en área.



**Figura 5.** MgO con 40% en vol.

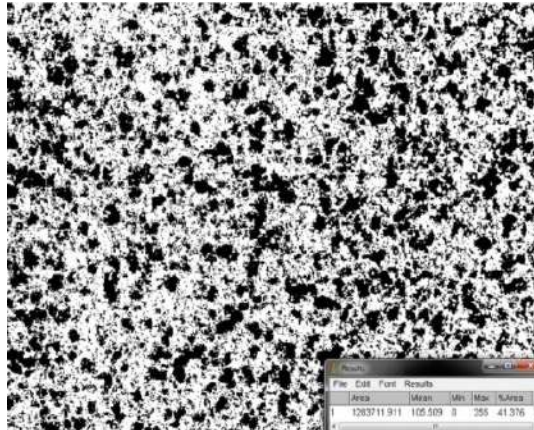


Figura 6. MgO con 60% en vol.

#### 4 CONCLUSIONES

- Se lograron obtener refractarios de MgO con una porosidad superior a 45 % adecuados para ser utilizados como aislantes térmicos.
- Se encontró que el porcentaje de sólidos empleado para preparar los refractarios de MgO tiene una gran influencia en la porosidad total obtenida, esto se debe a que al tener una menor cantidad de sólidos, va a existir una mayor cantidad de agua, que durante el proceso de sinterización se elimina generando una gran porosidad.
- Los refractarios de magnesia, están constituidos por la fase periclasa. Una fase adecuada para los refractarios, ya que posee un alto punto de fusión (2800°C), fuertes características químicas básicas y una resistencia eléctrica muy alta lo que hace que sea un excelente aislador a altas temperaturas.

#### 5 BIBLIOGRAFIA.

1. Mari, E.A., "Los materiales Cerámicos" Buenos Aires-Argentina, Librería y Editorial Alsina, 1998.
2. Morales, J.G., "Tecnología de los Materiales Cerámicos," Madrid-España, Díaz de Santos, 2005.
3. Talou, M.H. and Camerucci, M.A. Camerucci, "Microestructuras porosas en verde de mullita obtenidas por consolidación térmica de suspensiones pre-gelificadas con almidón," 11º Congreso Binacional de Metalurgia y Materiales SAM-CONAMET, 2011.
4. Instituto de Racionalización y Normalización (IRANOR), "Porosidad Total" , Madrid-España, Marzo-1975,  
<http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/UNE.61.033.75.Densidad.PorosidadAbierta.AbsorcionAgua.pdf>

5. Rodríguez, E., Castillo, A., Contreras, J., Aguilar, J., González, Y., Guzmán, A., García, L."Desarrollo de un refractario MgO-CaZrO<sub>3</sub> dopado con MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> para la industria cementera" *Ciencia UANL*. Vol XIV. N° 1 .2011.
6. Diaz, H: "Aplicación del óxido de magnesio como catalizador para combustores" Universidad veracruzana. Facultad de Ingeniería mecánica eléctrica. 2012.
7. Dr. Campos Loritz, "*REFRACTARIOS*. Tema1. Definición. Constitución. Clasificación," 2010 <http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/REFRACTARIOS.Tema1.Definicion.Constitucion.Clasificacion.2009.2010.pdf>