

INFLUENCIA DE LAS VARIABLES TECNOLOGICAS EN LA
DENSIFICACION DE UN MATERIAL SILICO-ALUMINOSO

Dr. Angel R. Rossini

Dr. Juan Carlos Varela

SERIE II, N° 285

INTRODUCCION

En el LEMIT, en los últimos años, se han venido realizando estudios sistemáticos de las arcillas de la República Argentina y, en particular, en un estudio de los yacimientos de arcillas del sistema de Tandilia en la provincia de Buenos Aires. Para el mejor aprovechamiento de estos recursos naturales se han iniciado estudios tecnológicos de fabricación de materiales refractarios sílico-aluminosos de, aproximadamente, 40 % de alúmina.

Las principales finalidades de este estudio, son:

1. Experimentar una metodología de trabajo orgánica, cuyos resultados, en principio, son específicos para las materias primas y las proporciones de las mismas empleadas en la mezcla, pero sirven como esquema del mínimo juego de variables tecnológicas que es necesario realizar para dilucidar la influencia de dichas variables de fabricación sobre las características de los productos refractarios.

2. Contribuir al esclarecimiento del manejo de las variables tecnológicas: presión de moldeo, temperatura y tiempo de calcinación, en la tecnología de fabricación de materiales refractarios sílico-aluminosos.

La primera etapa de un estudio sistemático de este tipo consiste en la fabricación de probetas de material refractario en la cantidad, calidad y uniformidad adecuadas. Para ello se emplearon arcillas refractarias argentinas, utilizadas actualmente por la industria refractaria nacional, las que han sido estudiadas previamente en sus características físicas y físico-químicas (1, 2, 3, 4), una que da trabajabilidad a la mezcla, otra que va a actuar como ligante cerámico, y una tercera, de alta refractariedad, con la que se preparó la chamota.

Con el fin de lograr un buen empaquetamiento de partículas se estudiaron las combinaciones granulométricas sugeridas por Kingery (5) y Budnikov (6), ajustadas a las condiciones experimentales para lograr dos materiales de empaquetamiento similar, uno de grano grueso (a) y otro de grano

fino (B), de modo de poder determinar la influencia de la superficie específica de las partículas de la mezcla en la densificación.

La relación de tamaño de partícula de las mezclas, es la siguiente:

$$\text{Mezcla A: } \frac{\text{Grueso}}{\text{Intermedio}} = 4,3 \quad \frac{\text{Intermedio}}{\text{Fino}} = 7,0$$

$$\text{Mezcla B: } \frac{\text{Grueso}}{\text{Intermedio}} = 2,3 \quad \frac{\text{Intermedio}}{\text{Fino}} = 7,0$$

La chamota se preparó con arcilla de la provincia de La Rioja, molida y seleccionada por tamizado entre los siguientes rangos:

- a) Pasa malla 4, retiene 16.
- b) Pasa malla 10, retiene 16.
- c) Pasa malla 16, retiene 70.
- d) Pasa malla 70.

Cada una de estas fracciones, se calcinó por separado en horno eléctrico a 1450°C, durante cinco horas, luego de la calcinación se realizó un control final del tamaño de partículas.

Las otras arcillas empleadas fueron las siguientes: una arcilla de la zona de Barker (Provincia de Buenos Aires) para proveer liga cerámica y una arcilla de la zona de Norquincó (Provincia de Río Negro), que da plasticidad a la mezcla, las cuales se molieron a pasar malla 70.

Las mezclas A y B sólo difieren en el tamaño de partícula de la fracción gruesa (Tabla I), la cual oscila dentro de los límites máximo y mínimo comunes a las industrias de refractarios sílico-aluminosos.

Las composiciones químicas y cristalográficas de los componentes de estas mezclas se encuentran en las tablas II y III y sus dilatogramas en la figura 1.

La fracción gruesa e intermedia está constituida totalmente por chamota y la fracción fina responde a la siguiente

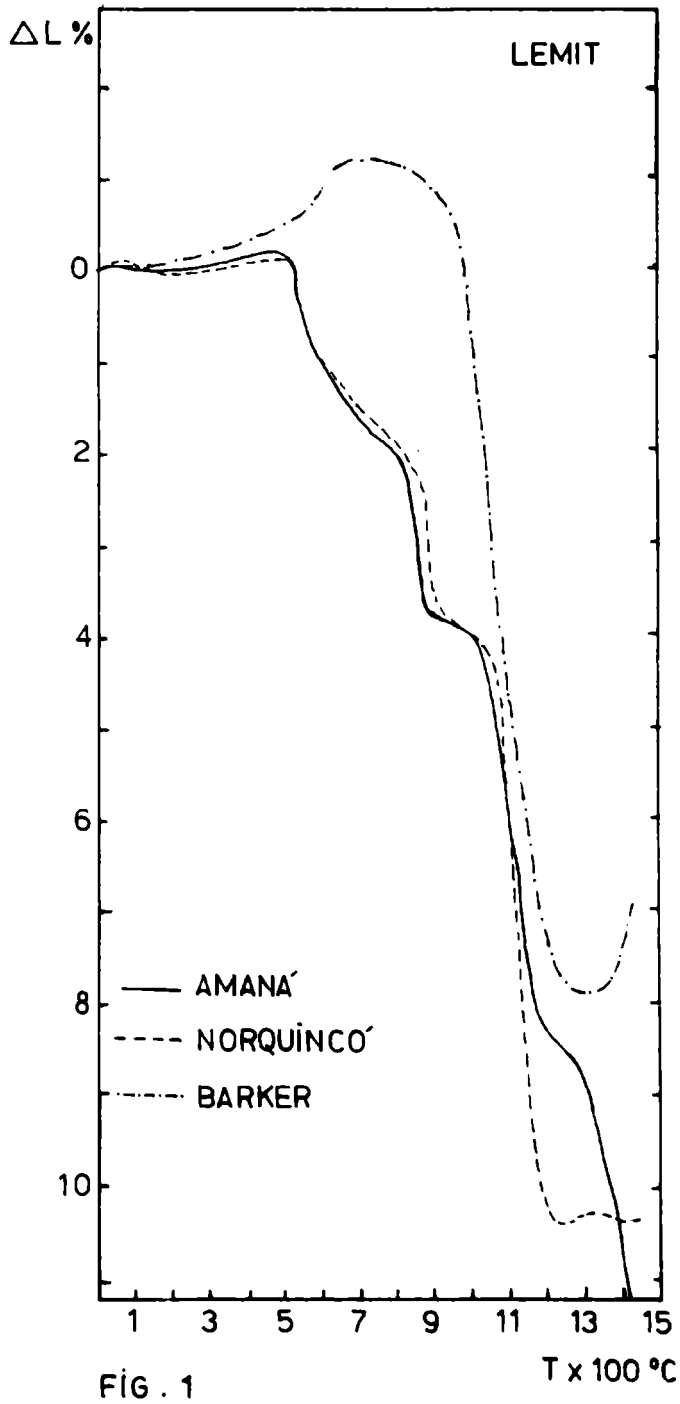


FIG . 1

% de cada fracción	Malla de la fracción	
	mezcla A	mezcla B
50 (Grueso)	- 4	- 10
	+ 16	+ 16
10 (Intermedio)	- 16	- 16
	+ 70	+ 70
40 (Fino)	- 70	- 70

composición: 50 % arcilla Barker, 25 % arcilla Norquincó y 25 % de chamota. El total de cada una de las mezclas posee 70 % de chamota, 20 % de arcilla Barker y 10 % de arcilla Norquincó.

Para cada mezcla A y B, se prepararon probetas cilíndricas de 50 x 50 mm, todas moldeadas con una humedad del 5 %, variando la presión de moldeo (200-300 y 400 kg/cm²), la temperatura de calcinación (1 350, 1 425 y 1 500°C) y el tiempo de calcinación (2, 4, 6 y 10 horas).

Se utilizó la porosidad como índice de la densificación (según norma IRAM 12 510 ó ASTM C 20-70).

RESULTADOS EXPERIMENTALES

En la Tabla IV se encuentra la combinación de las variables utilizadas (presión de moldeo, temperatura y tiempo de calcinación), para preparar cada probeta y las porosidades promedio sobre tres muestras de cada probeta; indicándose en la figura 2 los límites extremos de porosidad entre los que varía cada mezcla.

Para una interpretación de la influencia de las varia-

TABLA II.- COMPOSICION QUIMICA Y C.P.E. DE LAS ARCILLAS ESTUDIADAS

Denominación de la arcilla	Pérdida calcin. 960°C, %	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	TiO ₂ %	CaO %	MgO %	Na ₂ O %	K ₂ O %	C.P.E.	Temperatura equivalente °C
Amaná	14,20	42,00	38,90	1,10	1,40	0,50	0,30	0,35	0,50	33/34	1 745/1 755
Barker	8,00	46,40	35,50	1,60	1,40	0,80	0,40	0,50	4,50	31/32	1 683/1 717
Norquincó ...	13,30	44,00	36,00	1,50	1,80	2,50	--	0,50	0,20	32 $\frac{1}{2}$ /33	1 724/1 743

TABLA III.- COMPOSICION MINERALOGICA ESTIMADA POR DIFRACCION DE RAYOS X

Denominación de la arcilla	Caolinita %	Halloisita %	Illite %	Pirofilita, %	Montmorillonita, %	Cuarzo %	Feldespato %	Observaciones
Amaná	90-95	-	-	-	-	Rastros	Rastros	Contiene material carbonoso
Barker	50-60	-	20-25	15-20	-	-	-	-
Norquincó ...	40-60	30-50	Rastros	-	-	-	Rastros	-

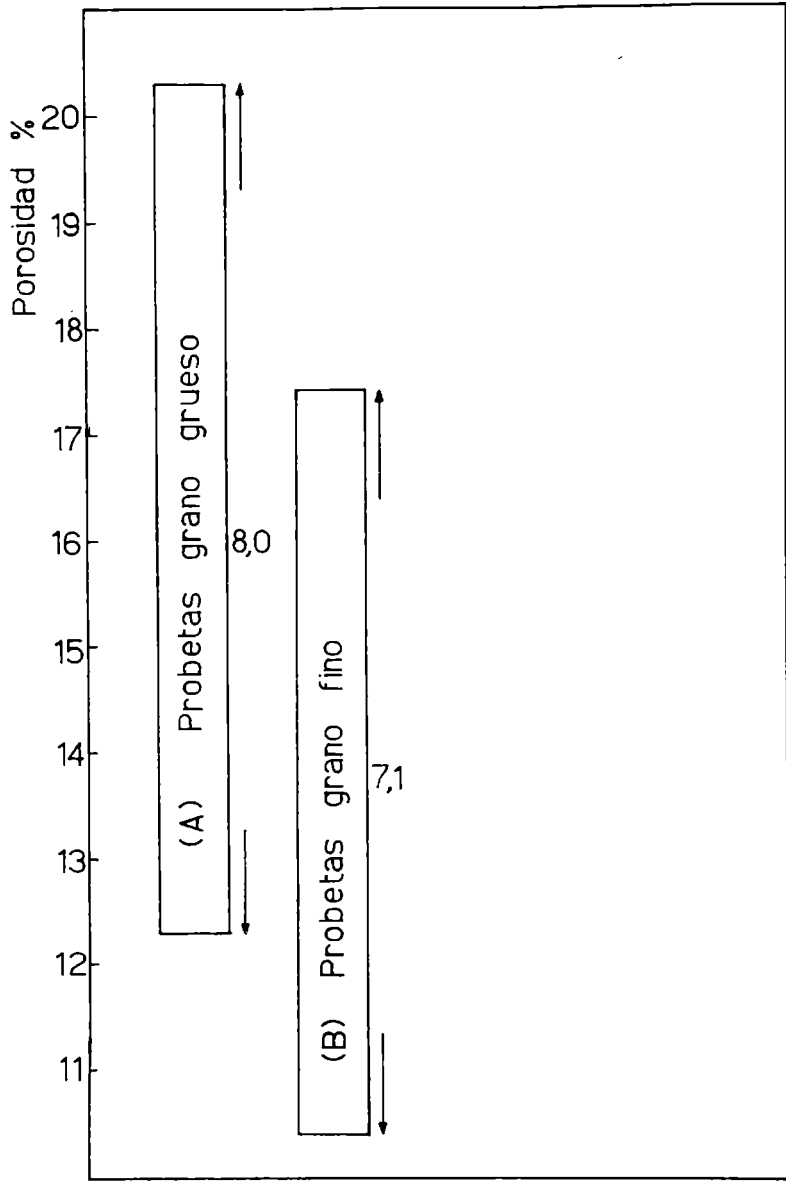


FIG. 2

TABLA IV

Temperatura 1 350°C				Temperatura 1 425°C				Temperatura 1 500°C						
Tiempo (h)	Presión de moldeo		Porosidad		Tiempo (h)	Presión de moldeo		Porosidad		Tiempo (h)	Presión de moldeo		Porosidad	
	(kg/cm ²)		Grueso (A)	Fino (B)		(kg/cm ²)		Grueso (A)	Fino (B)		(kg/cm ²)		Grueso (A)	Fino (B)
4	200		20,1	17,50	2	200		20,1	15,72	2	200		14,9	12,32
	300		18,3	16,12		300		18,4	14,25		300		14,0	11,44
	400		18,5	14,19		400		17,2	13,77		400		12,9	10,41
6	200		20,3	17,47	4	200		18,5	14,81	4	200		13,5	13,29
	300		18,5	15,20		300		17,3	13,46		300		12,3	12,60
	400		17,7	14,05		400		17,2	12,61		400		12,7	12,01
10	200		20,1	16,96	6	200		19,5	15,56	6	200		14,0	13,75
	300		18,7	14,84		300		16,7	14,83		300		14,3	14,00
	400		18,3	14,35		400		16,3	14,11		400		12,8	12,70

bles estudiadas en la densificación fue necesario graficar para cada mezcla la porosidad en función de:

- a) el tiempo a cada presión y temperatura (fig. 3)
- b) la presión a cada temperatura y tiempo (fig. 4),
- c) la temperatura a cada presión y tiempo (fig. 5).

DISCUSION DE RESULTADOS

Los gráficos presentados fueron obtenidos promediando los datos de una de las variables, tiempo, presión o temperatura, con lo que se puede observar la influencia de las otras dos sobre la porosidad en una visión global.

En la figura 3 puede verse que el tiempo de calcinación o tiene poco efecto sobre la densificación en la mezcla A o tiene un efecto negativo sobre ella en la mezcla B.

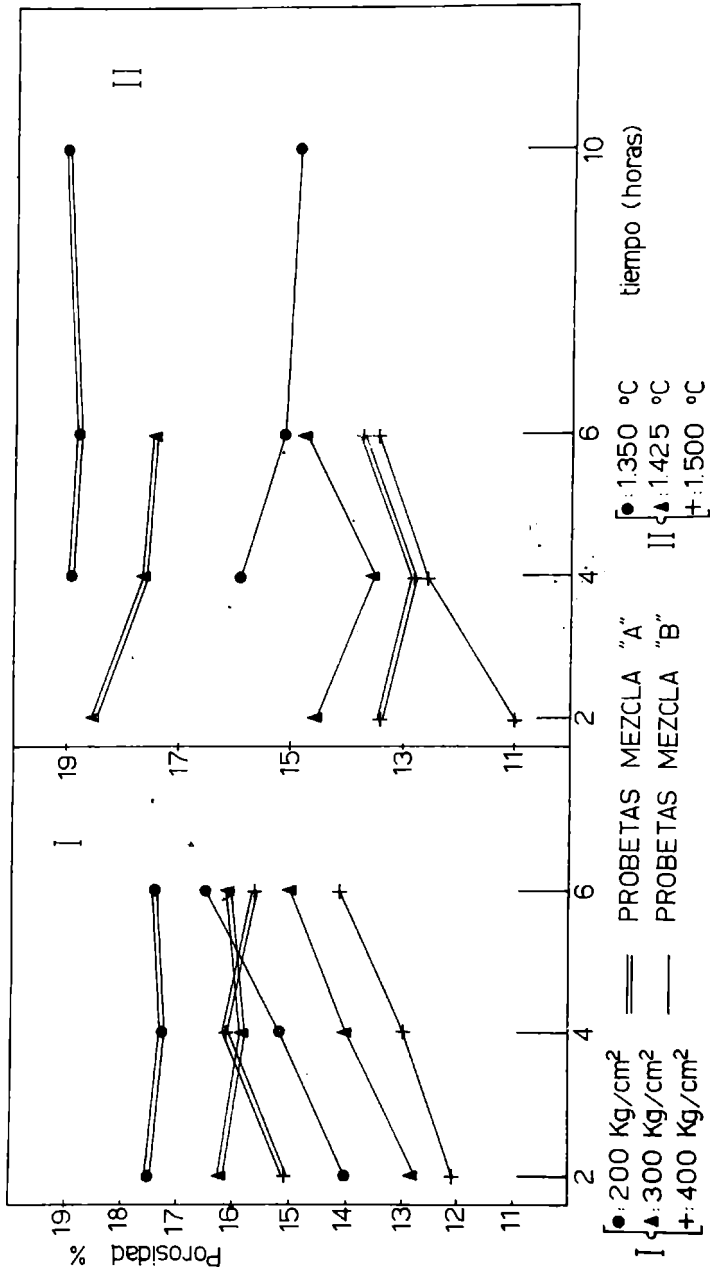
Se puede afirmar que la razón de que exista un comportamiento anómalo y aparentemente ilógico, que en algunos casos nos da mayor porosidad a mayor tiempo de calcinación (menor sinterizado aparente), se debe a la presencia de un material expansivo en la composición usada (arcilla de Barker). La curva dilatométrica de la figura 1 permite apreciar que a 1350°C dicha arcilla comienza a expandir. Este efecto se transmitirá a las mezclas de que forme parte en función de su concentración (en nuestro caso es 20 %).

Conocida la presencia de esta arcilla expansiva se puede realizar un análisis más profundo de la acción del tiempo de calcinación en la densificación.

En el gráfico I de la figura 3, las probetas de mezcla gruesa A, presentan muy poca variación de la porosidad con el tiempo de calcinación.

En la mezcla B, por estar mejor empaquetadas las partículas de esta arcilla (menos espacios vacíos), la acción

FIG. 3



expansiva es más evidente.

Si bien de este gráfico no se pueden extraer mayores conclusiones respecto al tiempo por estar promediada la temperatura (variable de mucha influencia en el proceso de densificación), se observa la acción de la presencia de una arcilla expansiva y el incremento de la densificación con la presión de moldeo.

En la misma figura, gráfico II, cada punto es obtenido con el promedio de las presiones de moldeo a cada temperatura y tiempo; ello permite realizar el siguiente análisis:

a) A 1350°C, si bien la acción expansiva de la arcilla es incipiente todavía, los procesos difusionales son tan lentos que prácticamente no se observa cambio de la porosidad con el tiempo.

b) A 1425°C es posible observar que en las primeras horas de calcinación los procesos de sinterizado con presencia de fase líquida superan en su efecto a la acción expansiva, pero a partir de las cuatro horas, debido a que los dos procesos tienen una velocidad de reacción distinta, se observa una magnificación de la acción expansiva de la arcilla. Esto explica la presencia de una inflexión en las curvas de densificación; inflexión que se convierte en un mínimo en la mezcla fina por existir menos espacios vacíos que amortigüen la expansión.

c) Finalmente a 1500°C, la mezcla de grano grueso (A) densifica a un máximo en cuatro horas, ya que a esta temperatura los procesos de sinterizado son más rápidos, mostrando un aspecto similar a la mezcla fina (B) a 1425°C. La mezcla fina (B) por su parte a 1500°C parte desde las dos horas, con una acción expansiva, como consecuencia lógica del poco espacio vacío existente entre partículas y del incremento de las velocidades de los procesos por la temperatura.

En la figura 4, I, se puede ver el efecto de la presión de moldeo en la densificación con cada punto a tiempo promedio para cada temperatura y en la 4. II para temperatura promedio a cada tiempo. Se desprende aquí que la relación presión de moldeo (de 200 a 400 kg/cm²) a densificación es prácticamente lineal, con la dispersión lógica en un material

FIG. 4

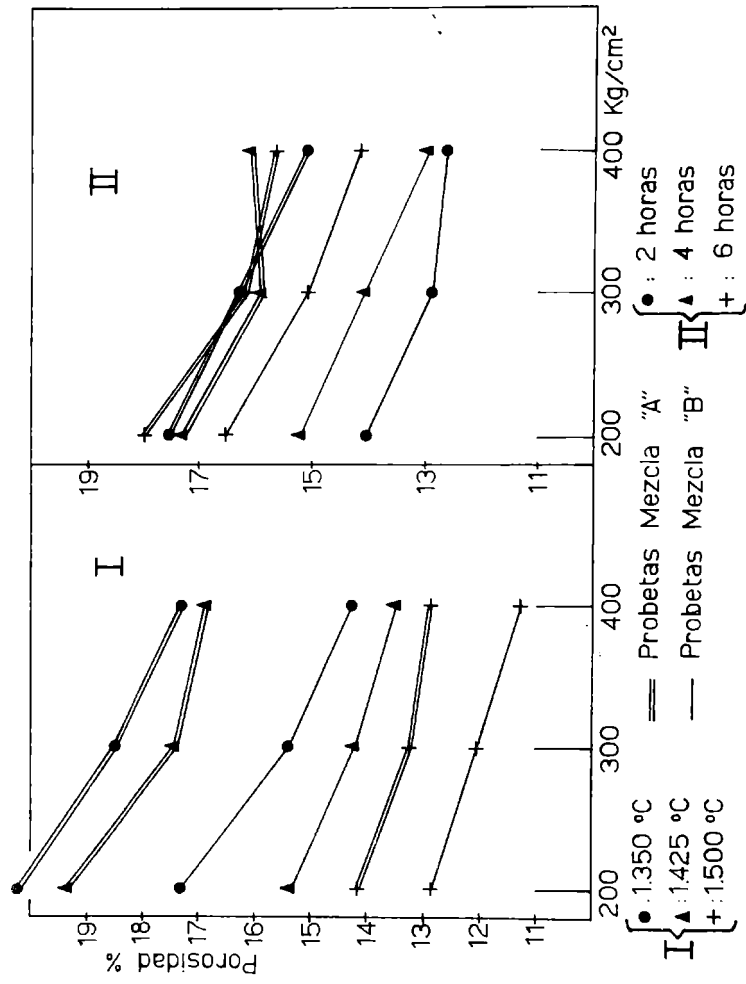
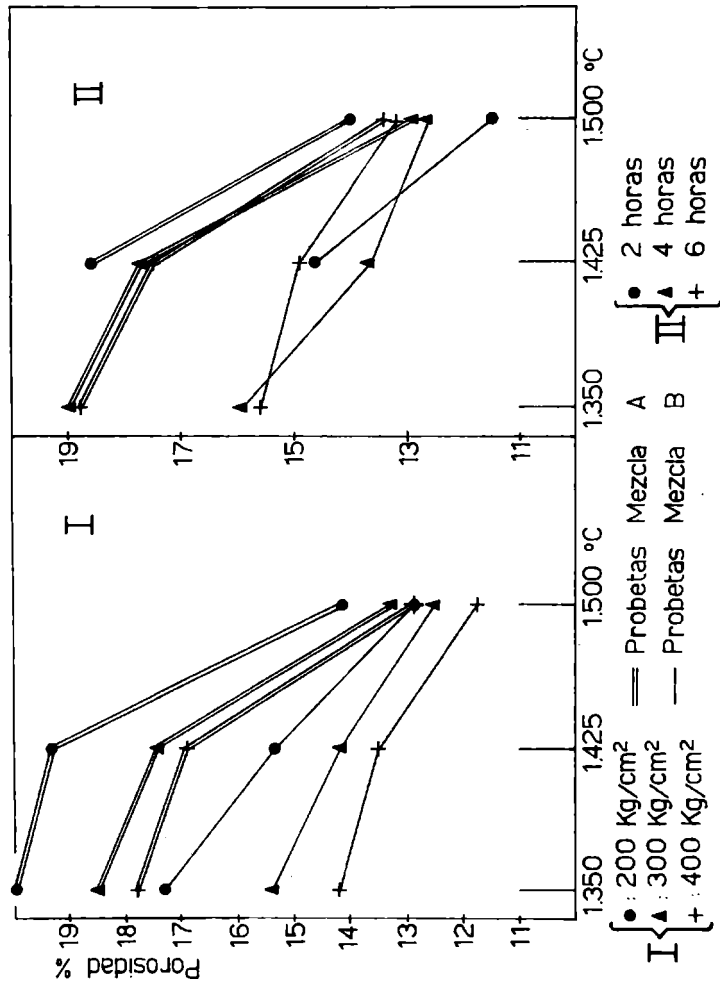


FIG. 5



heterogéneo.

En la figura 5, se observa que la variable temperatura es la de mayor influencia (positiva) en la densificación, a pesar del efecto expansivo de la arcilla de Barker, y tanto se observa en el gráfico I, promediando los tiempos para cada presión, como en el gráfico II, promediando la presión para cada tiempo. El hecho de que la mezcla gruesa (A) presente mayor pendiente que la fina (B), se debe al inferior empaquetado de la primera, lo que permite mayor contracción.

La inflexión a 1425°C es debida a un notable incremento de los procesos con acción sinterizante (velocidad de reacción, aparición de fases líquidas, etc.).

CONCLUSIONES

La obtención de refractarios altamente densificados se logra:

1. Utilizando mezclas de grano fino siempre que la relación de tamaño y proporciones de volumen entre fracciones gruesa, mediana y fina se encuentre dentro del campo de máximo empaquetamiento.

2. La temperatura es el factor más importante, limitado en su extremo máximo por la deformación plástica.

3. La presión de moldeo dentro del rango estudiado, es un factor importante, pero no crítico.

4. El tiempo no puede extraerse como variable de aplicación general, como consecuencia de la presencia de una arcilla expansiva.

BIBLIOGRAFIA

1. Rossini, A., Mannucci, L. A. y Figueras, R.- Dilatometría de arcillas refractarias nacionales. LEMIT, serie II, nº

- 141, 1960; Boletín de la Sociedad Española de Cerámica, 9 (5), 1970.
2. Rossini, A. R., Mannucci, L. A. y Figueras, R.- Estudio de algunas variables en la densificación de arcillas refractarias nacionales. LEMIT, serie II, nº 163, 1970; Boletín de la Sociedad Española de Cerámica, 10 (1), 1971.
 3. Rossini, A. R., Pereira, E. y Mennucci, L. A.- Análisis térmico diferencial de kankitas argentinas. LEMIT, serie II, nº 195, 1971.
 4. Rossini, A. R., Mennucci, L. A. y Devoto, J. B.- Deformación bajo carga a elevadas temperaturas de materiales refractarios. LEMIT, serie II, nº 196, 1971.
 5. Kingery, W. D.- Introduction to Ceramics.- J. Wiley & Sons, N. Y., 1960.
 6. Budnikov, P. P.- The technology of ceramics and refractories. The M.I.T. Press, 1964.