

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA  
Y ELECTRICA

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



OBTENCION DE B-SiC MEDIANTE UNA FUENTE  
ALTERNA DE ENERGIA COMO LAS  
MICROONDAS

T E S I S

QU PARA OBTENER EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERIA  
MECANICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

PRESENTA

CLAUDIA ALEJANDRA RODRIGUEZ GONZALEZ

SAN NICOLAS DE LOS GARZA, N. L. MAYO DE 1999



1999

FIM

25853

TIME

TM

EXISTENCION DE BASIC MEDIANTE FUENTE  
1999 ALTERNATIVA COMO LAS MICROONDAS



1020126592

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA  
Y ELECTRICA

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



OBTENCION DE B-SiC MEDIANTE UNA FUENTE  
ALTERNA DE ENERGIA COMO LAS  
MICROONDAS

T E S I S

QU PARA ORTFENER EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGFNIERIA  
MECANICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

P R E S E N T A

CLAUDIA ALEJANDRA RODRIGUEZ GONZALEZ

SAN NICOLAS DE LOS GARZA, N. L. MAYO DE 1999

TM  
ZC  
IN  
FINE  
1999  
R6

0131-5886



FONDO  
TESIS

**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON**  
**FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA**  
**DIVISION DE ESTUDIOS DE POST-GRADO**

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis "*Obtención de  $\beta$ -SiC mediante una fuente alterna de energía como la microondas*" realizada por el Ing. Claudia Alejandra Rodríguez González, matrícula 574964 sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El comité de tesis



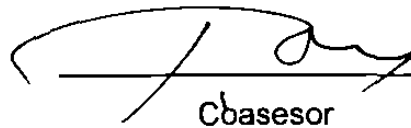
Asesor

Dra. Patricia Rodríguez López



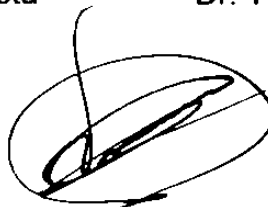
Coasesor

Dr. Alberto Pérez Unzueta



Cbasesor

Dr. Tushar Kanti das Roy



Vo.Bo.

M.C. Roberto Villarreal Garza

División de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, N.L., Mayo de 1999

# Dedicatoria

A Dios

A Francisco y Minerva

A Paco y Roger

Y a Juan

¿Por qué?

Porque simplemente sin ellos yo no existo

## **Agradecimientos**

Al consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por otorgarme el apoyo económico necesario para la realización de mis estudios.

A mi Alma Mater, la Universidad Autónoma de Nuevo León (U.A.N.L.), a su Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (F.I.M.E) y al Doctorado en Ingeniería de Materiales (D.I.M.A.T.).

A la Dra. Patricia Rodríguez porque siempre fuimos un equipo además de que sus ideas, consejos y apoyo hicieron posible la realización de este trabajo.

Al Dr. Alberto Pérez y al Dr. Tushar Kanti por sus valiosos comentarios y sugerencias para la finalización de mi tesis, además de todas sus enseñanzas como maestros.

Al Ing. Cástulo Vela y al M.C. Jesús Moreno por el desinteresado apoyo que me brindaron para realizar mis estudios de posgrado.

A todos los maestros del D.I.M.A.T. por sus invaluable enseñanzas y muy especialmente al Dr. Colás.

A la M.C. Lorena Garza (F.C.Q.) y al Ing. Omar Garza por su ayuda en la caracterización de las muestras.

A Patricia Guerrero por la amistad y el apoyo que siempre me ha otorgado.



Al Dr. Juan A. Aguilar Garib y a la Dra. Idalia Gómez por permitirme el uso de su equipo.

A todos los compañeros del D.I.M.A.T. por su apoyo y amistad. En especial a Efrén Saucedá, Antonio García, Ezequiel, Dora Irma Martínez y Ana María Arato.

Al Ing. Fernando Rivadeneyra y a TECTROL por haberme enseñado y permitido aprender tanto estos últimos años.

A mis padres y a mi esposo porque sin su ayuda e impulso no hubiese podido finalizar este trabajo.

## Prólogo

El objetivo del presente trabajo es la búsqueda de fuentes alternas de energía para la producción de Carburo de Silicio pero...¿Porqué la búsqueda de fuentes alternas para la producción del carburo de silicio?

Esta búsqueda surge de la necesidad de utilizar nuevos y mejores materiales cerámicos a precios razonables. En especial de los refractarios, debido a que en la actualidad la alta calidad de los productos manufacturados con materiales refractarios es un ejemplo del comportamiento de los mismos extremadamente importante para la demanda continua en la producción y bajo costo que se requiere en los nuevos tipos de productos.

La mejora de los materiales cerámicos es a través de modificaciones en composición, microestructura y procesamiento. Para cualquier modificación en composición se buscan compuestos que ofrezcan propiedades adecuadas para una determinada aplicación.

El carburo de silicio por sus propiedades de conductividad térmica, dureza y resistencia a las temperaturas elevadas, lo hacen como es sabido un candidato adecuado en aplicaciones refractarias, por lo que se pensó en utilizarlo para la fabricación de los nuevos refractarios de alta calidad. Sin embargo, en México la mayoría del carburo de silicio, ya sea en polvo o en cualquier otra presentación que se ofrece es de importación, elevándose así su costo y disminuyendo las posibilidades de su aplicación.

Así que se inició una búsqueda de fuentes alternas de energía para optimizar de alguna forma la producción y el procesamiento del carburo de silicio, esperando llegar a tener “mejores refractarios mexicanos” que traigan consigo beneficios económicos.

# INDICE

<b>DEDICATORIA</b>	i
<b>AGRADECIMIENTOS</b>	ii
<b>PROLOGO</b>	iv
<b>INDICE</b>	
<b>RESUMEN</b>	1
<b>CAPITULO 1. INTRODUCCION</b>	2
<b>CAPITULO 2. LOS MATERIALES CERAMICOS</b>	4
2.1 Cerámicos convencionales y avanzados	5
2.2 Clasificación de los cerámicos avanzados	6
2.3 Procesamiento de materiales cerámicos	7
2.3.1 Métodos de obtención del polvo inicial o materia prima	8
2.3.1.1 Minerales naturales	8
2.3.1.2 Precipitación	9
2.3.1.3 Producción mediante fases de vapor	10
2.3.1.4 Proceso Sol-gel	11
2.4 Fuente alterna de energía para el procesado de cerámicos	13
2.4.1 Mecanismos de calentamiento en materiales cerámicos por microondas	13
2.4.2 Oportunidades	15
2.4.2.1 Perfil de temperaturas	15
2.4.2.2 Efectos no térmicos	17
2.4.2.3 Otros aspectos	17

2.5 El carburo de silicio	18
2.5.1 Estructura cristalina y polimorfismo del SiC	19
2.5.2 Producción de polvo de SiC	20
2.5.3 Propiedades del Carburo de Silicio	23
2.5.3.1 Propiedades térmicas	23
2.5.3.2 Propiedades mecánicas	23
2.5.3.3 Dureza	23
2.5.3.4 Propiedades eléctricas	24
2.5.3.5 Propiedades ópticas	25
2.5.3.6 Propiedades magnéticas	25
2.5.3.7 Propiedades de resistencia a la oxidación y a la corrosión	25
2.5.4 Aplicaciones del Carburo de Silicio	26
<b>CAPITULO 3. EXPERIMENTACION</b>	<b>27</b>
3.1 Estudios preliminares	27
3.2 Descripción de los equipos y materiales utilizados	28
3.3 Preparación de la materia prima	29
3.3.1 Caracterización de la materia prima	29
3.3.2 Reacción en estado sólido	30
3.3.3 Pruebas realizadas	31
3.3.3.1 Prueba No. 1	31
3.3.3.2 Prueba No. 2	32
3.3.3.3 Prueba No.3	32
3.4 Caracterización de los productos obtenidos	32
3.5 Depuración del Carburo de Silicio	32
3.6 Caracterización del Carburo de Silicio	33
3.7 Comparación de pruebas	33
<b>CAPITULO 4. RESULTADOS Y DISCUSION</b>	<b>34</b>
4.1 Caracterización de la materia prima	34
4.1.1 Carbono	34
4.1.2 Arena sílica grado industrial	36



4.1.3 Arena sílica de yacimiento natural	37
4.1.4 Arena sílica grado ASTM C778	39
4.2 Prueba No.1	41
4.3 Prueba No.2	47
4.4 Prueba No. 3	50
4.5 Caracterización del SiC	51
4.6 Comparación de pruebas	54
<b>CAPITULO 5. CONCLUSIONES</b>	<b>57</b>
<b>CAPITULO 6. RECOMENDACIONES</b>	<b>58</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS</b>	<b>59</b>
<b>LISTA DE TABLAS</b>	<b>62</b>
<b>LISTA DE FIGURAS</b>	<b>63</b>
<b>RESUMEN AUTOBIOGRAFICO</b>	<b>66</b>

## Resumen

Este trabajo se dedica a la obtención del Carburo de Silicio mediante una fuente alternativa de energía. Las microondas.

En un horno convencional de microondas con una potencia máxima de 800 Watts y una frecuencia de 2.45 GHz se introdujeron arena sílica y carbono en una relación 1:3 molar. El crisol utilizado fue de alta alúmina y se aisló con lana mineral.

Se realizaron pruebas con 3 arenas sílicas de diferente pureza y tamaño de partícula encontrando que entre más pura sea la arena y con menor tamaño de partícula, es más factible la formación de carburo de silicio.

También se realizaron pruebas del tiempo de procesamiento a 45,90 y 105 minutos obteniendo los mejores resultados a 105 minutos.

Las técnicas de caracterización utilizadas para la materia prima y los productos obtenidos fueron las siguientes: difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y análisis térmico diferencial.

# CAPITULO 1

## Introducción

El carburo de silicio (SiC), es un material cerámico con numerosas aplicaciones debido a sus excelentes propiedades refractarias, mecánicas y de resistencia a la corrosión entre otras [1]. Generalmente se produce sintéticamente mediante el proceso de Acheson [2] o mediante variantes de este proceso.

Existen otras formas de obtener el SiC que van desde la formación de éste a partir de la cascarilla del arroz, mediante fases de vapor usando plasma y calentamiento por láser [2]. Todos estos procesos de producción están en continuo mejoramiento, además de que existe una constante búsqueda de nuevas formas de producción del SiC que representen ventajas competitivas o reduzcan el impacto ambiental. Estas consideraciones, motivaron la realización del presente trabajo.

En el Programa Doctoral de Ingeniería en Materiales (DIMAT-UANL), existe un grupo de investigadores dedicados al estudio de la microondas y a la obtención de distintos materiales utilizando esta forma de energía; así que se pensó en la factibilidad de usar las microondas para obtener SiC y se aplicó la siguiente metodología:

- Pruebas para comprobar que el SiC puede ser obtenido a partir de la reacción entre el carbono y la arena sílica usando microondas.
- Estudio del efecto de la pureza, tamaño de partícula de la arena sílica y del tiempo de procesamiento en la obtención de este compuesto.

Resumiendo, el objetivo de este trabajo fue determinar si es posible obtener carburo de silicio utilizando como fuente de energía a las microondas.

La hipótesis planteada es que la absorción de energía por parte de las materias primas para la obtención del carburo de silicio, en este caso arena sílica y carbono es la suficiente para formar el carburo de silicio.

La limitante de este estudio fue el uso de una fuente de microondas casera con una potencia de 800 Watts. Sin embargo, la metodología aquí propuesta puede utilizarse en fuentes de mayor potencia.

## **CAPITULO 2**

### **Los Materiales Cerámicos.**

Los materiales cerámicos se encuentran en todas partes. Si observamos a nuestro alrededor los podemos encontrar en aplicaciones tan obvias como lo son los ladrillos para construcción, o en otras menos obvias como en los automóviles y las computadoras. Debido a sus propiedades refractarias, de resistencia al desgaste mecánico, de resistencia al ataque químico, dureza entre muchas otras; estos materiales tienen un sin número de aplicaciones y una marcada influencia en el desarrollo de diferentes industrias. Así que hay una constante búsqueda de nuevos materiales cerámicos y formas de procesamiento, o de mejoramiento de los actuales.

Existe una amplia variedad de definiciones para los materiales cerámicos, en este trabajo al mencionar materiales cerámicos se referirá a cualquier material inorgánico con enlaces iónicos/covalentes [3]. En la primera parte del presente capítulo se clasificarán los cerámicos en tradicionales y avanzados, haciendo énfasis en las propiedades y aplicaciones de estos últimos, se detallarán las rutas de procesamiento y purificación de la materia prima para la producción de cerámicos. Se mencionarán las características y oportunidades que ofrecen las microondas como fuente alterna de energía en el campo de los materiales cerámicos. En la segunda parte se describirán las propiedades, aplicaciones, y métodos de producción del carburo de silicio, uno de los materiales cerámicos no-óxidos más utilizados [4].



## 2.1 Cerámicos convencionales y avanzados

Una división conveniente de los materiales cerámicos es en convencionales y avanzados [5].

Un cerámico convencional es aquel producto comúnmente usado como material de construcción, dentro del hogar o la industria, constituido principalmente de arcilla, sílice y feldespato. Existe una tendencia errónea al pensar en cerámicos tradicionales como en materiales que utilizan escasa tecnología para su manufactura, pues cada vez requieren tecnología más avanzada para tener procesos más eficientes y artículos de mayor calidad a costos más bajos [6].

Los cerámicos avanzados son materiales que exhiben diversas propiedades tales como: propiedades mecánicas superiores, resistencia a la corrosión, propiedades eléctricas, magnéticas u ópticas. Entre sus aplicaciones se encuentran aparatos y sensores electrónicos, elementos ópticos, aparatos magnéticos y componentes tribológicos y estructurales. Aunque los materiales cerámicos han sido utilizados por más de 5000 años, los cerámicos avanzados se han desarrollado en los últimos 30 a 50 años [6].

Si se comparan los cerámicos tradicionales a los avanzados se pueden citar diferencias como la cantidad de impurezas, los cerámicos tradicionales poseen una mayor cantidad de impurezas debido a que están hechos con materias primas naturales, estas impurezas dan lugar a fases que funden a temperaturas relativamente bajas, teniendo como consecuencias microestructuras porosas constituidas de cristales y vidrios. Por otra parte, los cerámicos avanzados son usualmente fabricados a partir de sustancias químicas sintéticas, la mayoría de las veces de gran pureza, evitando así las fases de bajos puntos de fusión, siendo por esto sinterizados mediante una reacción en estado sólido. Otra diferencia entre los cerámicos convencionales y

avanzados es referente a sus enlaces químicos, los primeros usualmente constituidos por silicatos, están enlazados iónica y covalentemente, pero son lo suficientemente iónicos para permitir la difusión de átomos durante los procesos de sinterización. Los enlaces en los materiales cerámicos avanzados son predominantemente iónicos, pero algunos, nitruro de silicio o carburo de silicio son casi completamente covalentes [5].

## 2.2 Clasificación de los cerámicos avanzados.

Los materiales cerámicos avanzados según sus propiedades se pueden clasificar de acuerdo a la tabla No. 1 [5].

**Tabla No.1 Clasificación de los cerámicos avanzados**

Propiedades	Aplicaciones	Ejemplos
Mecánicas	Herramientas de corte Resistencia al desgaste Resistencia a altas temperaturas.	$Al_2O_3$ , $ZrO_2$ , SiC, $Si_3N_4$
Eléctricas Aislantes Ferroeléctricas Piezoeléctricas Semiconductores	Substratos Capacitores Transductores Termistores Sensores	$Al_2O_3$ , BeO, MgO, $BaTiO_3$ , ZnO-Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , $V_2O_5$
Conductores iónicos	Electrolitos Celdas combustibles	$\beta-Al_2O_3$ , $ZrO_2$
Superconductores	Transmisión de poder Resonancia magnética	$YBa_2Cu_3O_y$ $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_y$
Magnéticas	Ferrita suave Ferrita dura	$NiFe_2O_4$ $BaFe_{12}O_{19}$
Nucleares	Combustibles nucleares Protectores	$UO_2$ , $PuO_2$ C, SiC, $Al_2O_3$
Biológicas	Prótesis para caderas Cerámicos dentales	$Al_2O_3$ , $ZrO_2$ , hidroxiapatita vidrio ionómero, cemento

### 2.3 Procesamiento de materiales cerámicos.

El procesamiento de materiales cerámicos ya sean tradicionales o avanzados puede ilustrarse de manera general de acuerdo al diagrama mostrado en la figura No. 1 [6]:

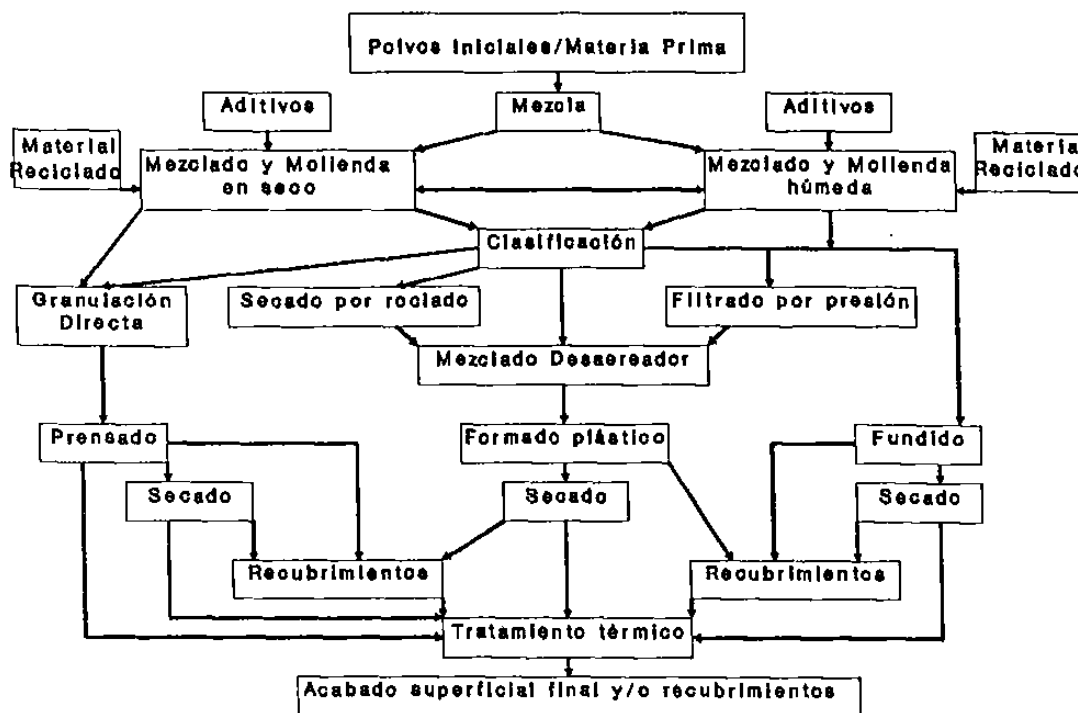


Figura No.1 Diagrama general del procesamiento de materiales cerámicos.

Debido a que el presente trabajo se refiere a la obtención de polvo de  $\beta$ -SiC para ser utilizado como materia prima, el paso número 1 del diagrama anterior correspondiente al polvo inicial o materia prima se explicará con mayor detalle a continuación.

## 2.3.1 Métodos de Obtención del Polvo Inicial o Materia Prima

### 2.3.1.1 Minerales naturales

Los productos cerámicos son en la mayoría de los casos derivados de minerales naturales abundantes y de fácil extracción, tal como lo muestra la tabla No.2.

**Tabla No.2 Algunos minerales naturales utilizados como materia prima.**

Mineral	Fórmula	Principales depósitos
Caolín	$[Al_2Si_2O_5(OH)_4]_2$	Abundantes
Cuarzo	$SiO_2$	Sudáfrica, E.U.A., Israel
Bauxita	$Al(OH)_3 + AlO.OH$	Abundante
Magnesita	$MgCO_3$	China, Rusia
Dolomita	$CaCO_3.MgCO_3$	Abundante
Cromita	$(Fe,Mg)O.(Cr,Al,Fe)_2O_3$	Sudáfrica, Filipinas
Zircón	$ZrSiO_4$	Australia, India, Sudáfrica
Grafito	C	China, Noruega

Desafortunadamente, estos minerales rara vez tienen la pureza, morfología o composición necesaria para obtener los cerámicos requeridos de tal forma que se requiere de un cierto número de pasos en la producción de polvos iniciales, los cuales pueden ir desde una simple calcinación y molienda hasta formas complejas y costosas de producción. La tabla No.3 ilustra algunas de las rutas de producción en los polvos iniciales cerámicos más comunes [4].

**Tabla No. 3 Rutas de manufactura para los polvos cerámicos más comunes**

Cerámicos	Purificación/Rutas de Producción
$Al_2O_3$ Calcinada	Bayer
MgO	Agua de mar o "Quemado muerto"
$ZrO_2$	Co-precipitación
	Descomposición Térmica del Zircón
SiC	Acheson
$Si_3N_4$	Nitruración del Si

A continuación se describen diferentes rutas de procesamiento enfatizando el efecto que el tipo de polvo inicial y su forma de producción pueden tener en las propiedades finales de los productos cerámicos.

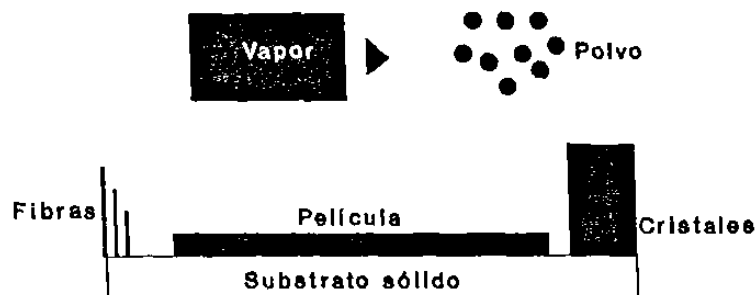
### **2.3.1.2 Precipitación.**

La precipitación es la formación de un producto sólido de una solución líquida y es usualmente iniciado por cambios de temperatura o presión en la solución de manera que se exceda el límite de solubilidad de las especies deseadas, o utilizando un agente químico que promueva la precipitación. Así las impurezas pueden ser removidas reteniéndolas en la solución o provocando que precipiten en procesos separados. La mayoría de los cerámicos son producidos por esta ruta incluyendo entre ellos a la alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), zirconia ( $\text{ZrO}_2$ ) y dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ). La precipitación es un proceso de nucleación y crecimiento controlado por la ecuación de cinética de Arrhenius. Alta nucleación y crecimiento lento de grano son usualmente requeridos para obtener polvos de partículas pequeñas. Un gran número de variables influyen en el equilibrio químico, pureza y naturaleza física de los precipitados siendo algunas de ellas la temperatura, concentración, atmósfera y mezclado.

Mientras que las rutas de precipitación dan lugar a polvos homogéneos y pueden ser usados para dispersar trazas de aditivos uniformemente, poseen ciertas desventajas, pues invariablemente deben ser secados y calcinados dando lugar a la formación de aglomerados que tienen que ser molidos fomentándose así la contaminación. Además, los productos calcinados pueden retener la morfología de la sal original descompuesta durante la calcinación. También el proceso mismo de precipitación puede incluir impurezas de difícil remoción [4].



### 2.3.1.3 Producción mediante fases de vapor.

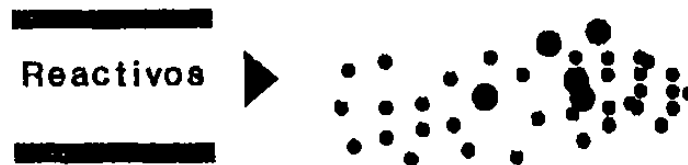


**Figura No.2 Tipos de depósitos de fases de vapor**

La figura No.2 muestra los tipos de depósitos que pueden resultar de una reacción de fase gaseosa. Las películas delgadas, las fibras y los cristales gruesos requieren de nucleación heterogénea en un sustrato sólido. Sin embargo, las partículas pueden producirse ya sea por nucleación homogénea o heterogénea en núcleos aportados.

Los materiales iniciales para la producción de polvos por fases de vapor son generalmente gases volátiles o líquidos. También son utilizados especies de vapor metálicos-orgánicos. Estos materiales son costosos por lo que los polvos producidos lo serán también. Las reacciones se llevan a cabo frecuentemente pasando los reactivos dentro de una cámara a través de un tubo quemador de gas. Existe una amplia variedad de alternativas en fuentes de calentamiento, figurando entre ellas el calentamiento por plasma y láser las cuales dan zonas de calentamiento más definidas y controladas. Los polvos fabricados por fases de vapor, usualmente tienen partículas nanométricas con grandes áreas superficiales debido a la gran pureza de los materiales utilizados para producirlos. Sin embargo, la naturaleza de la reacción en la fuente de calentamiento sugiere que las partículas son aglomeradas tal como se observa

en la figura No.3. Polvos homogéneos sin aglomerar han sido producidos usando calentamiento por láser, aunque esta técnica está todavía en etapa de desarrollo.



**Figura No.3 Formación de aglomerados de polvos obtenidos mediante fases de vapor.**

Los polvos cerámicos producidos por reacciones de fases vapor-vapor incluyen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{TiN}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ , y  $\text{ZrO}_2$ . Un problema de las grandes áreas superficiales de los materiales no-óxidos producidos por fases de vapor es la oxidación.

Muchos otros polvos cerámicos son producidos por reacciones sólido-vapor. Es interesante notar que mientras la mayoría de estas reacciones constan de una fuente externa de calentamiento hay una clase de reacciones que mantienen su propio calentamiento dando como consecuencia grandes ahorros de energía además de la posibilidad de densificación del polvo formado [4].

#### **2.3.1.4 Proceso Sol-gel.**

Un área de búsqueda muy activa en el campo de los materiales cerámicos se refiere a la utilización de rutas sol-gel para fabricar cerámicos cristalinos o amorfos, los cuales pueden ser sólidos densos o porosos, fibras,

películas delgadas o polvos. El término sol-gel también incluye productos hechos de partículas coloidales suspendidas en soluciones acuosas y vía alcoholóxidos, las cuales pueden ser parcialmente hidrolizadas y entonces polimerizadas en un gel (sistema polimérico). Los alcoholóxidos son líquidos metálicos-orgánicos con fórmula general  $M(OR)_n$ , donde M es un metal de valencia n y R pertenece al grupo alquil  $C_xH_{2x+1}$ .

El procesamiento por rutas sol-gel fue desarrollado en los años cincuenta para la fabricación de polvos radioactivos de  $UO_2$  y  $ThO_2$  para combustibles nucleares sin la producción de grandes cantidades de polvo dañino. Este proceso es comercialmente usado para la producción de fibras cerámicas y polvos abrasivos, además de películas delgadas y recubrimientos en aplicaciones eléctricas. Actualmente se busca aplicar el proceso sol-gel en catálisis, polvos ultrapuros, en matrices de materiales compuestos, entre otros.

Las grandes áreas superficiales de los geles secados y el pequeño tamaño de partícula dan como resultado un gran incremento en reactividad permitiendo así bajas temperaturas para la densificación. Algunas de las desventajas presentadas en esta técnica son el alto costo de los materiales iniciales y el residuo de impurezas provenientes de los materiales orgánicos [4].

## **2.4 Fuente alterna de energía para el procesado de cerámicos .**

### **Las microondas**

Las fuentes de energía más comunes para la obtención de materiales cerámicos son las provenientes de combustibles fósiles, sin embargo, existe una búsqueda de fuentes alternas de energía que proporcionen más y mayores beneficios para el procesamiento de cerámicos.

Esta búsqueda es cada vez más extensa, pues hay en la actualidad una demanda creciente de nuevos y mejores productos a costos razonables. El uso de las microondas como fuente alterna de energía ha sido estudiado desde la década de los cincuenta. Inicialmente los esfuerzos estaban puestos en el secado y el cocinado de alimentos. A mediados de los años setenta se hicieron los primeros intentos de utilizar las microondas en el procesamiento de materiales cerámicos [7]. Estudios realizados en los siguientes años mostraron que existía un efecto substancial de calentamiento y que los materiales podían ser densificados, desafortunadamente estos estudios no fueron coordinados por lo que no existió un gran progreso. En los últimos 11 años ha habido un resurgimiento en el uso de las microondas en materiales no-metálicos, incluyendo materiales cerámicos, y compuestos con matriz cerámica [8], mostrando ciertas características y áreas de oportunidad que serán explicadas a continuación.

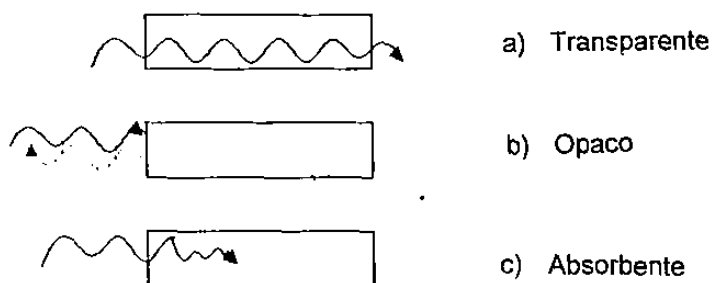
#### **2.4.1 Mecanismos de calentamiento en materiales cerámicos por microondas.**

El tipo de interacción de un material sometido a un campo de microondas está controlado en gran parte por sus propiedades dieléctricas, las cuales pueden ser descritas por la siguiente ecuación:

$$\epsilon = \epsilon_0(\epsilon' - j\epsilon'') = \epsilon_0\epsilon'(1 - j\tan \delta) \quad (1)$$

dónde la constante dieléctrica  $\epsilon'$ , está relacionada con la polarizabilidad y el factor de pérdida  $\epsilon''$  que determina la disipación de energía. La  $\tan \delta$  es la razón entre la constante dieléctrica y el factor de pérdida y es conocida como la tangente de pérdida. Un gran número de cerámicos tienen una tangente de pérdida tan baja como 0.01 que a las frecuencias utilizadas en microondas (300 MHz hasta 300 GHz) puede ser considerado como transparente a las microondas (fig.4a). Materiales con alta conductividad como los metales, son opacos a los microondas, dando como resultado una total reflexión (fig. 4b). Sin embargo la mayoría de los materiales cerámicos, quedan ubicados entre estos dos extremos absorbiendo las microondas en mayor o menor grado (fig.4c) [9].

### Tipo de material



**Figura No.4 Interacción de las microondas con los materiales.[10]**

Existen diferentes mecanismos físicos a través de los cuales la energía de las microondas es transferida a los materiales cerámicos. [8] Los dipolos existen en algunos materiales cerámicos y éstos tienden a re-orientarse bajo la influencia de un campo eléctrico. Recientemente se ha sugerido que el salto iónico como mecanismo de relajación es mucho más probable en el calentamiento de los cerámicos por microondas que el efecto anterior [11,12]. De acuerdo a esta teoría, en un cerámico cristalino el salto iónico ocurre cuando



existen dos o más posiciones equivalentes para un ion de impurezas, adyacentes a una vacancia formando un dipolo, de tal suerte que el dipolo puede cambiar de posición en el campo [13].

Un mecanismo adicional involucra el flujo de corrientes conductoras, resultando en un mecanismo de pérdida del tipo óhmico, donde la conductividad juega un papel predominante [8]. Este mecanismo prevalece a radio frecuencias, pero también puede ocurrir a altas frecuencias de microondas en cerámicos semiconductores, y a temperaturas elevadas en cerámicos aislantes.

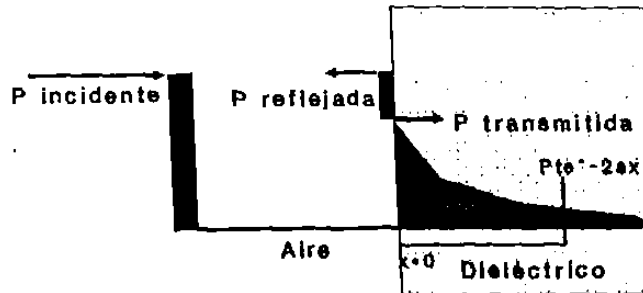
## **2.4.2 Oportunidades**

### **2.4.2.1 Perfil de temperaturas**

El calentamiento por microondas es fundamentalmente diferente de la mayoría de las técnicas convencionales. La figura No.5 ilustra el perfil de energía que presenta un medio dieléctrico irradiado por una microonda, esta disipación de energía obedece una ley exponencial:

$$P=P_1e^{-2\alpha x} \quad (2)$$

dónde  $P_1$  es la potencia transmitida a través de la superficie en la dirección  $x$  y  $\alpha$  es la constante de atenuación. Debido a que la potencia es depositada sólo en el material cerámico, el aire que rodea a éste, tiene una temperatura más baja; generándose así un perfil de temperaturas inverso con respecto al tiempo. La magnitud de este perfil depende de muchos factores, tales como el nivel de potencia, intensidad del campo eléctrico y propiedades del material.



**Figura No.5 Perfil de la energía depositada en un medio dieléctrico.**

La naturaleza de la deposición de energía y el subsecuente perfil de temperaturas ofrece un gran potencial en el sinterizado de cerámicos “de adentro hacia afuera”. Si se considera el caso de un cerámico en que cada partícula de polvo requiera una atmósfera determinada durante su sinterización, se tendrá que con el sinterizado convencional la superficie será la primera en densificarse debido al gradiente de temperaturas intrínseco al proceso. Lo anterior ocasiona un cierre de todos los pasajes necesarios para permitir la entrada del gas al centro del cerámico. Con el sinterizado por microondas se puede evitar lo anterior.

Desafortunadamente, el perfil inverso de temperaturas, produce esfuerzos durante el calentamiento y enfriamiento, de la misma manera que el calentamiento convencional pero en sentido opuesto. Trabajos recientes han demostrado que se pueden lograr perfiles uniformes de temperatura combinando el calentamiento por microondas y el convencional reduciendo así la generación de esfuerzos térmicos [13].

#### **2.4.2.2 Efectos no térmicos.**

Otra área más de oportunidad que ofrece el procesado por microondas es el efecto no térmico. Con respecto a la sinterización de cerámicos, este efecto se manifiesta como una reducción aparente en la energía de activación para el movimiento atómico involucrado en el proceso [10]. La evidencia física de este fenómeno consiste en una reducción de los requerimientos en tiempo y/o temperatura.

#### **2.4.2.3 Otros aspectos.**

Una ventaja adicional con respecto al uso de las microondas es la que se refiere a la alta eficiencia de transferencia de energía, la cual provee de un fuerte control sobre la microestructura, y la disponibilidad de variar el diseño del sistema, como son capacidad, potencia, diversidad de atmósferas y frecuencias para diferentes aplicaciones [13].

Además, es importante mencionar que las microondas permiten alcanzar rápidamente temperaturas elevadas lo que implica ahorro de energía.

Todos los aspectos mencionados anteriormente pueden representar beneficios económicos en comparación a los procesos actuales, sin embargo todavía no se han desarrollado hornos de microondas con la capacidad suficiente para sustituir estos procesos.

## 2.5 El Carburo de Silicio

Los carburos son compuestos de elementos metálicos (M) y no metálicos con carbono (C) y toma la forma (MC) y se clasifican dentro de los cerámicos avanzados. Estos materiales tienen la temperatura de fusión muy alta y son materiales extremadamente duros. Estas características hacen de los carburos, materiales de alto interés ingenieril. Carecen de resistencia a la oxidación particularmente en ambientes húmedos a excepción del carburo de silicio. Consecuentemente una gran variedad de productos de carburo de silicio son comercialmente disponibles y son utilizados en ambientes oxidantes a temperaturas elevadas. Los carburos de tungsteno y titanio son utilizados como herramientas de corte o como recubrimientos para dar resistencia al desgaste. El carburo de boro se utiliza en ingeniería de materiales por sus excelentes propiedades mecánicas. Los carburos de uranio son importantes combustibles nucleares. Salvo las excepciones anteriores los carburos tienen limitada importancia comercial, sin embargo, el desarrollo de nuevos métodos de preparación y mejoramiento de sus propiedades mecánicas prometen nuevas aplicaciones para los carburos, particularmente para el carburo de silicio (SiC) [14].

El carburo de silicio (SiC) fue sintetizado por primera vez por E. J. Acheson en 1891 [1] mediante el calentamiento de una mezcla de arcilla y polvo de carbón usando un arco de carbón a temperaturas aproximadas a los 1600°C. Acheson trataba de obtener diamantes artificiales y notó que en el enfriamiento se formaban unos pequeños y duros cristales, los cuales pensó que eran compuestos de alúmina (corondum) y carbón y los llamó "carborondum". Pronto se descubrió que los cristales eran de SiC, pero el nombre de carborondum aún se sigue utilizando para los grados de SiC como abrasivo y refractario. En la actualidad la mayoría del carburo de silicio es todavía sintetizado por el proceso de Acheson aunque existen nuevas técnicas bajo desarrollo [4].

### 2.5.1 Estructura cristalina y polimorfismo del SiC

El silicio y el carbono tienen 4 electrones en su orbital de enlace. Estos 4 electrones son redistribuidos en 4 nuevos niveles iguales de energía con orbitales  $sp^3$  originados de la combinación de un orbital s y 3 orbitales p. Los enlaces entre C y Si ocurren cuando los orbitales  $sp^3$  de un átomo se traslapan con los orbitales  $sp^3$  de otro. El enlace del SiC es predominantemente covalente (88%) debido a la pequeña diferencia de electronegatividad entre el C y el Si. Este fuerte y direccional enlace es el responsable de la dureza y alta temperatura de descomposición del carburo de silicio.

El SiC se encuentra en dos formas cristalinas, el  $\beta$ -SiC de bajas temperaturas y el  $\alpha$ -SiC de temperatura elevada. La transformación de  $\beta$  a  $\alpha$  está fuertemente condicionada a factores como lo son el historial térmico, impurezas, atmósfera y presión. El  $\alpha$ -SiC tiene una clase especial de polimorfismo unidimensional conocida como politipismo en el cual una serie de modificaciones distintas pueden ocurrir, todas estas modificaciones se crean por el apilamiento de capas unitarias idénticas en secuencias diferentes, perpendiculares a las capas unitarias. En el carburo de silicio los tetraedros de Si-C son conectados por sus vértices y forman capas de átomos dobles, una capa de átomos de Si y otra de C. La manera en que estas capas se apilan en la dirección (c) que es normal a las capas define el politipismo. Los más comunes son el cúbico, perteneciente al  $\beta$ -SiC, todos los demás politipos pertenecen al  $\alpha$ -SiC [14], y uno de los numerosos tipos hexagonales designado como 6H. La notación Ramsdell usada para definir el politipo indica la simetría del cristal y la secuencia de apilamiento. Otros politipos que presenta el carburo de silicio son el 2H, 4H, 8H y 15R. En la siguiente figura se muestra la estructura cristalina de éstos [4].

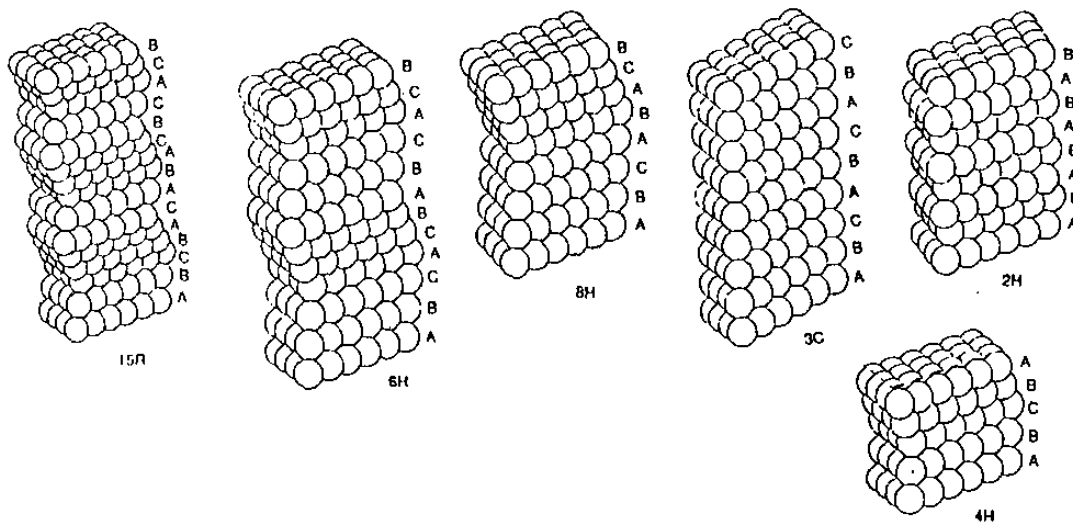
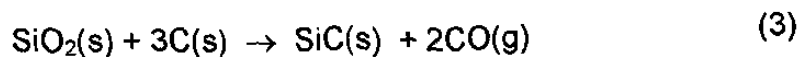


Figura No. 6 Estructura cristalina de polítipos de SiC.

### 2.5.2 Producción de polvo de SiC.

El SiC se puede encontrar ocasionalmente como un mineral natural en meteoritos, pero como no existen depósitos extensos de éste hay que producirlo sintéticamente. En general, puede decirse que el  $\alpha$ -SiC se obtiene mediante mecanismos de vapor-líquido-sólido mientras que el  $\beta$ -SiC se forma por el crecimiento de silicio fundido, aunque existen excepciones [4].

El  $\alpha$ -SiC se produce comercialmente por la reducción carbotérmica de arena de cuarzo de alta pureza y coque, grafito o carbono antracita libre de cenizas, en hornos de arco eléctrico (proceso de Acheson) de acuerdo a la siguiente reacción:



Esta reacción es endotérmica así que requiere grandes cantidades de energía ( $\Delta H_f = +528 \text{Kj/mol}$ ). La reacción tiene lugar de 1600 a 2500 °C durante más de 36 horas, y es más compleja de lo que la reacción sugiere pues existe formación de fases de vapor intermedias de SiO y CO.

En hornos modernos de Acheson los electrodos entran en la reacción de la masa desde abajo de un piso poroso y el CO puede recolectarse y transferirse a la estación de energía y quemarse, recobrándose así un 20% de la energía necesaria para la producción del SiC. La corriente eléctrica pasa a través de los electrodos de carbono hasta que están lo suficientemente calientes para reaccionar con la arena sílica. El calentamiento continúa hasta completar la reacción en el centro del horno. La masa de SiC dentro del horno de resistencia en forma de U es mayor a 45 metros de largo y pesa alrededor de 250 toneladas después de una corrida de 10 días [15]. Después del enfriamiento esta masa es rota. El corazón contiene cristales verdes hexagonales de gran pureza que se utilizan para aplicaciones electrónicas. Rodeando al corazón hay una zona de baja pureza para aplicación de abrasivos. La última capa contiene SiO<sub>2</sub>, SiC y C los cuales pueden ser reciclados. El proceso para obtener distintos tamaños de fracción requiere de trituración, molienda, tamizado, y clasificación por aire. Antes que el  $\alpha$ -SiC pueda ser formado y sinterizado debe ser intensivamente molido en partículas submicrométricas en un turbo molino. Las impurezas que intervienen con el sinterizado como son el SiO<sub>2</sub> o el Fe son removidas mediante un proceso químico, usualmente con ácido fluorhídrico caliente. Otras impurezas encontradas en el proceso de Acheson son el aluminio y el nitrógeno. El carburo de silicio en su forma pura es incoloro, pero los grados industriales van desde el verde hasta el negro. Los diferentes colores son provocados por los átomos de impurezas. Los elementos trivalentes producen SiC de color azul a negro, mientras que las impurezas pentavalentes producen carburo de silicio de color amarillo a verde.

Recientes variaciones del proceso de Acheson involucran vapor de Si reaccionando con una cama de carbono poroso, y se pueden obtener  $\alpha$ -SiC ó  $\beta$  con variaciones al proceso.

El polvo de  $\beta$ -SiC de alta pureza se puede obtener por reducción carbotérmica de sílica amorfa o de sílica que contenga fases, mediante síntesis por combustión del Si metálico y polvo de carbón, o por diferentes procesos de fases gaseosas. El  $\beta$ -SiC puede obtenerse también por la reacción directa del Si y C, ya que el Si es relativamente barato debido a las grandes cantidades producidas de ferrosilicio para añadir a los aceros como desoxidante. La reacción  $\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$  es ligeramente exotérmica ( $\Delta H_f = -75 \text{Kj/mol}$ ) así que una vez iniciada puede sostenerse por ella misma y así producir la síntesis mediante combustión. Típicamente se utilizan polvos muy finos de Si y C negro los cuales son mezclados, prensados e inductivamente calentados en grafito a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ . Una vez producida la ignición la reacción procede aproximadamente a  $0.1 \text{cm/s}$  con temperaturas al centro de la masa de  $2250 \text{ }^\circ\text{C}$ , produciéndose un polvo con tamaño relativamente uniforme de partícula, el cual es de alta pureza ya que las impurezas son volatilizadas y la película de óxido reducida durante la reacción sostenida por si misma a temperaturas elevadas. Este proceso se utiliza comercialmente en Rusia y se espera una mayor utilización de éste a futuro [1].

Polvos de  $\beta$ -SiC pueden ser también preparados a través de rutas de fases de vapor usando plasma [2] y calentamiento por láser [3] o usando flujos convencionales a través de un reactor [16].

Las técnicas de fases de vapor producen polvos finos, homogéneos y de gran pureza, pero su alto costo, volatilidad de los materiales utilizados y dificultad de separación de los polvos del gas limitan su explotación comercial [4].



## **2.5.3 Propiedades del Carburo de Silicio.**

### **2.5.3.1 Propiedades térmicas.**

El carburo de silicio es bien conocido por sus propiedades refractarias. Tiene una excelente conductividad térmica y un bajo coeficiente de expansión térmica dando como resultado una gran resistencia al choque térmico. La conductividad térmica es adversamente afectada por la presencia de impurezas disueltas en la estructura cristalina. Mientras que la conductividad térmica en carburo de silicio de alta pureza es de 490 W/mK, en la práctica valores por encima de 100 W/mK son raramente alcanzados, ya que comercialmente es difícil de obtener carburo de silicio de alta pureza [6].

### **2.5.3.2 Propiedades mecánicas**

El carburo de silicio sinterizado es uno de los materiales cerámicos con mejores propiedades mecánicas, principalmente en compresión, aunque está se ve limitada por la presencia de defectos, aglomerados cristalinos, elongación de granos y porosidad. Aunque este material tiene un gran potencial, su procesamiento y economía no han sido optimizados de tal forma que puedan ser utilizados en aplicaciones mecánicas críticas [6].

### **2.5.3.3 Dureza**

La propiedad que permite al carburo de silicio ser comercializado es su dureza. Es uno de los abrasivos más efectivos, no es tan duro como el carburo de boro, pero como exhibe fractura concoidal lo hace extremadamente efectivo en remover materiales [6].

La dureza del carburo de silicio varía de acuerdo a la dirección cristalográfica, a la cara que está siendo expuesta, a la atmósfera, a las

impurezas presentes y si la superficie ha sido pulida. En la tabla No.4 se resumen las diversas durezas que presenta el carburo de silicio de acuerdo a su orientación cristalográfica [17, 18].

**Tabla No. 4 Efecto de la orientación cristalográfica en la dureza del carburo de silicio.**

Estructura Cristalina	Plano de indentación	Orientación del indentador Knoop	Dureza Knoop (a), Kg/mm <sup>2</sup>
politipo 6H	cara 0001	Paralelo 1010	2917
politipo 6H	cara 0001	Paralelo 1120	2954
politipo 6H	cara 1010	Paralelo al eje C	2129
politipo 6H	cara 1010	Perpendicular al eje C	2700
politipo 6H	cara 1120	Paralelo al eje C	2391
politipo 6H	cara 1120	Perpendicular al eje C	2717
Cúbico ( $\beta$ )	cara 100	Esquina paralela	2525 (b) 2733 (c) 2732 (b)
Cúbico ( $\beta$ )	cara 100	Esquina perpendicular	2852 (c) 2758 (b)
Cúbico ( $\beta$ )	cara 111	Esquina paralela (d)	2878 (c) 2772 (b)
Cúbico ( $\beta$ )	cara 111	Esquina perpendicular (d)	2828 (c)

a) 100 grs de carga, b) Cara natural, c) Superficie pulida d) Agrietamiento frecuente.

#### 2.5.3.4 Propiedades eléctricas

El carburo de silicio es un semiconductor. Su abertura energética está relacionada con su estructura (politipo). Sus rangos van desde 2.2 eV para el carburo de silicio cúbico hasta 3.3 eV para el politipo simple hexagonal 2H [19,20].

Su resistividad puede variar hasta 7 órdenes de magnitud [21]. En su forma pura el carburo de silicio es esencialmente un aislante, sin embargo investigadores han preparado piezas densas policristalinas con resistividades aproximadamente de  $0.001\Omega\text{cm}$ . Cabe mencionar que los materiales de carburo de silicio saturados de nitrógeno exhiben coeficientes positivos de temperatura que van desde temperaturas ambiente hasta los 1000 °C, comportamiento

típico de los metales, mientras que los semiconductores de SiC normales exhiben coeficientes negativos [6].

#### **2.5.3.5 Propiedades ópticas**

Se ha dicho que el carburo de silicio debiera ser la gema perfecta [22]. Este puede ser preparado en una amplia variedad de colores. Su índice de refracción es más alto que el del diamante ( 2.65 contra 2.4 para el diamante), al igual que la variación de su índice de refractividad con la longitud de onda (0.1 contra 0.44 para el diamante), además que puede ser isotrópico y birrefringente [6].

#### **2.5.3.6 Propiedades magnéticas**

El carburo de silicio no posee propiedades magnéticas perceptibles [6].

#### **2.5.3.7 Propiedades de resistencia a la oxidación y a la corrosión.**

En general el carburo de silicio tiene una excelente resistencia a la corrosión hasta los 1649°C. A esta temperatura la resistencia a la oxidación del SiC es afectada por la reacción  $\text{SiC-SiO}_2$ . La rapidez de oxidación del carburo de silicio aumenta por un decremento en la viscosidad de la arena sílica por impurezas; la formación de SiO volátil, particularmente al vacío o en atmósferas reductoras; y la velocidad de producción de oxígeno del medio ambiente [23,24,25].

El material y el medio ambiente afectan significativamente el grado de resistencia a la corrosión y a la oxidación de los carburos. Consecuentemente, para obtener un indicativo del desempeño del carburo de silicio hay que someterlo a medios diferentes [14].

#### **2.5.4 Aplicaciones del Carburo de Silicio.**

El carburo de silicio es uno de los cerámicos no-óxidos más utilizados. Su producción mundial es aproximadamente 700, 000 toneladas al año. Tiene un gran número de aplicaciones por sí solo o en materiales compuestos. Algunas de ellas son: por ser un gran abrasivo; en granos abrasivos o herramientas de corte para trituración y maquinado, en ruedas y formas diversas para máquinas abrasivas, en maquinado ultrasónico, etc. Por sus propiedades de resistencia al desgaste se utiliza en sellos automotrices, válvulas para grifos de agua, en recubrimientos de dados para máquinas de trefilado, como dados cerámicos, entre muchas otras. Aprovechando sus propiedades refractarias se encuentra como revestimiento para el corazón de los altos hornos, calderas e incineradores, en crisoles refinadores de metales no ferrosos, en tubos calentadores de inmersión para aluminio y zinc fundido, en líneas de escoria en las celdas de reducción de aluminio y cobre, en equipos para horno, en la transportación de polvo de carbono, en intercambiadores de calor, etc.

Grados de alta pureza se dopan y se utilizan como semiconductores a temperaturas elevadas en diodos y transistores, en la industria aeroespacial se utiliza en el interior y exterior de los escapes de inyectores, en pistones y cilindros de fuerza para la propulsión de naves espaciales.

Otras aplicaciones incluyen al uso del carburo de silicio como agente carburizante y siliconizante en la industria del hierro y el acero, la aplicación del SiC en la transportación de líquidos corrosivos, entre muchas otras más [4,6,26].

## CAPITULO 3

### Experimentación

#### 3.1 Estudios preliminares.

Como se mencionó anteriormente el objetivo del presente trabajo es la búsqueda de fuentes alternas de energía para la producción del carburo de silicio, por lo que el primer paso dentro de la experimentación fue el realizar estudios de las fuentes de energía disponibles que permitieran optimizar de algún modo la producción del SiC.

Dentro del Doctorado en Ingeniería de Materiales (DIMAT), existe un grupo de investigadores dedicados al estudio de las microondas y a la obtención de diversos materiales utilizando esta fuente de energía [27,28], de tal forma que sus trabajos presentados y la disponibilidad de equipo llevaron a pensar en la posible utilización de las microondas como fuente de energía para la producción del SiC. Así, se realizó una revisión bibliográfica y se encontraron grandes posibilidades. Por ejemplo el carbono (materia prima para la producción del SiC), como muy buen absorbedor de la energía de microondas [27], el efecto no térmico que presentan las microondas [10], entre otras. Por lo que se procedió a experimentar para verificar la posibilidad de producir carburo de silicio utilizando microondas como fuente de energía.

### 3.2 Descripción de los equipos y materiales utilizados.

El equipo utilizado para la caracterización de la materia prima y de los productos obtenidos fueron los siguientes:

- Difractómetro de rayos X, SIEMENS D-5000 con radiación  $\text{CuK}\alpha$ , a una velocidad de  $3^\circ/\text{min}$  (CT: 1.0s, S.S: 0.040dg, WL: 1.5406 Ao).
- Microscopio electrónico de barrido, LEICA S440 y Evaporadora de vacío, JE-400 JEOL.
- Espectrómetro de rayos X, OXFORD Link.
- Analizador térmico diferencial, DTA 50 SHIMADZU.

La fuente de energía de microondas utilizada para la producción del carburo de silicio fue:

- Horno de microondas convencional (35cm x 33 cm x 22 cm), GOLDSTAR, con una potencia máxima de 800 Wats y una frecuencia de 2.45 GHz.

Para el secado de la materia prima y depuración de los productos obtenidos:

- Se utilizó una mufla, LINDBERG con temperatura máxima de trabajo de  $1100^\circ\text{C}$ .

Y para pesar los reactivos se utilizó:

- Una microbalanza Mettler AJ100.

Los materiales utilizados y el motivo de su empleo se ilustran en la tabla No.5.

**Tabla No. 5 Materiales utilizados y motivo de su empleo.**

Materiales utilizados	Motivo
<b>Materia Prima:</b> Arena sílica grado industrial Arena sílica grado ASTM C778 Arena sílica de yacimiento natural Carbono grado industrial	Probar distintas purezas de arena sílica  Material disponible
<b>Para las mezclas de carbón y arena sílica:</b> Acetona grado reactivo Mortero y pistilo de porcelana	Promover la homogeneización de la mezcla Molido y mezclado. (Material disponible)
<b>Para la reacción en estado sólido en el horno de microondas:</b> Crisol de alta alúmina Lana mineral	Material disponible para microondas Aislante térmico
<b>Para la depuración del carburo de silicio:</b> Crisol de porcelana Ácido Fluorhídrico. Vasos de precipitado de plástico. Papel filtro. Papel tomasol.	Descarbonatación Eliminación de impurezas Lavado del carburo de silicio Filtrado Rectificación de lavado.
<b>Para la Difracción de Rayos X:</b> Acetona grado reactivo Mortero y pistilo de Ágata Porta muestras de acero o de aluminio	Promover la homogeneización de la mezcla. Mezclado y molido fino. Material disponible
<b>Para el Analizador Térmico Diferencial:</b> Crisoles de platino.	Realización del análisis a 1400°C.
<b>Para el Microscopio Electrónico de Barrido:</b> Porta muestras de aluminio y cinta conductora Grafito	Material disponible para el MEB Recubrimiento de muestras.

### 3.3 Preparación de la materia prima

#### 3.3.1 Caracterización de la materia prima.

Los 3 tipos de arena sílica y el carbono se secaron en la mufla a 110°C durante 12 horas, después se obtuvo una muestra representativa de cada uno de ellos y se procedió a su caracterización mediante las técnicas de difracción

de rayos X, espectrometría de rayos X y microscopía electrónica de barrido. Las muestras se recubrieron con grafito en la evaporadora de vacío para su análisis por microscopía electrónica de barrido.

### 3.3.2 Reacción en estado sólido.

Para todas las pruebas se realizó el mismo procedimiento: (Sin importar el grado de la arena sílica utilizada):

a) Obtención de la mezcla estequiométrica (1:3 molar) de arena sílica y carbono de acuerdo a la siguiente reacción:



Se pesaron y mezclaron 11.9 gramos de arena sílica y 7.2 gramos de carbono. Se optó por probar con estas cantidades debido a que era la cantidad óptima para el tamaño de crisol disponible.

b) Molido y homogeneizado de la mezcla con acetona en mortero y pistilo de porcelana.

c) Colocación de la mezcla en un crisol de alta alúmina rodeada de la lana mineral que funge como aislante y se introduce al microondas a 20 cm frente a la abertura debido a que este sitio corresponde a la zona Fresnel (ver figura No.7) y es el sitio más adecuado para que la distribución de la radiación sea más uniforme y la muestra absorba la mayor cantidad de energía posible [27].



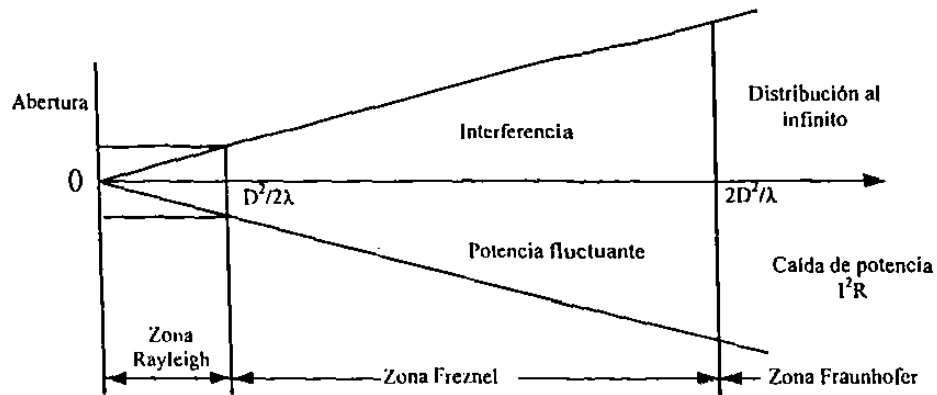


Figura No.7 Zona de radiación de una abertura [27].

### 3.3.3 Pruebas realizadas.

En la tabla No. 6 se muestran las pruebas realizadas y su objetivo.

Tabla No. 6 Objetivo de las pruebas realizadas.

PRUEBA	OBJETIVO DE LA PRUEBA
1	Determinación de tiempos.
2	Influencia de la pureza.
3	Efecto del tamaño de partícula.

#### 3.3.3.1 Prueba No.1 "Determinación de tiempos".

Con el fin de determinar el tiempo óptimo para la obtención del carburo de silicio se realizó esta prueba sometiendo, las mezclas con arena de grado industrial, a diferentes tiempos: 45, 90 y 105 minutos en el horno de microondas.

### **3.3.3.2 Prueba No.2 “Influencia de la pureza”.**

La prueba No.2 se realizó para conocer la influencia del grado de pureza de arena sílica utilizada en el proceso. Se probaron mezclas estequiométricas carbono–arena sílica con los diferentes tipos de arena mencionadas anteriormente como materia prima (arena sílica grado ASTM C778, arena sílica de yacimiento natural y arena sílica grado industrial) a un tiempo de 105 minutos en el horno de microondas.

### **3.3.3.3 Prueba No.3 “Efecto del tamaño de partícula”.**

Los resultados obtenidos en las pruebas anteriores motivaron a realizar esta prueba, para observar la influencia del tamaño de partícula en el proceso. Para realizar esto, se utilizó la mezcla con arena grado ASTM C778 la cual se procedió a moler intensamente en un mortero y pistilo de porcelana para después procesar la mezcla a 105 minutos.

## **3.4 Caracterización de los productos obtenidos.**

Al término de cada prueba se obtuvieron muestras representativas de los productos obtenidos y se caracterizaron por medio de difracción de rayos X.

En la caracterización se identificó la cristobalita (producto obtenido) por medio de espectrometría de rayos X y microscopía electrónica de barrido. Para estos análisis la muestra se recubrió previamente con grafito.

## **3.5 Depuración del Carburo de Silicio.**

Para la depuración del carburo de silicio se utilizó el producto de la reacción más eficiente. Esto es el producto obtenido a 105 minutos con la mezcla con arena grado ASTM C778 molido intenso. Este producto se depositó

en un crisol de porcelana y se colocó dentro de la mufla para la descarbonatación a una temperatura de 900°C por un período de 7 horas. Posteriormente se sumergió dentro de un vaso de precipitado de plástico con ácido fluorhídrico y se enjuagó con agua. Por último se comprobó con papel tornasol la remoción total del ácido y se pasó a través del papel filtro, secándose posteriormente en la mufla a 110°C por un período de 2 horas.

### **3.6 Caracterización del Carburo de Silicio.**

La caracterización del carburo de silicio una vez depurado se llevó a cabo con la ayuda de las siguientes técnicas:

- Difracción de rayos X.
- Análisis térmico diferencial de 25 a 1400°C.
- Espectrometría de rayos X.
- Microscopía electrónica de barrido.

### **3.7 Comparación de pruebas.**

Para cada prueba se realizó una comparación de intensidades de los picos obtenidos en los análisis de difracción de rayos X. Se compararon los picos más intensos correspondientes a la difracción de cada compuesto. El pico más intenso de ellos se eligió como el 100% y mediante una regla de 3 simple se calculó el porcentaje correspondiente a los picos restantes.

---

## CAPITULO 4

### Resultados y Discusión

#### 4.1 Caracterización de la materia prima.

Los resultados de los análisis de difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, y espectrometría de rayos X para la caracterización de la materia prima se presentan a continuación:

##### 4.1.1 Carbono

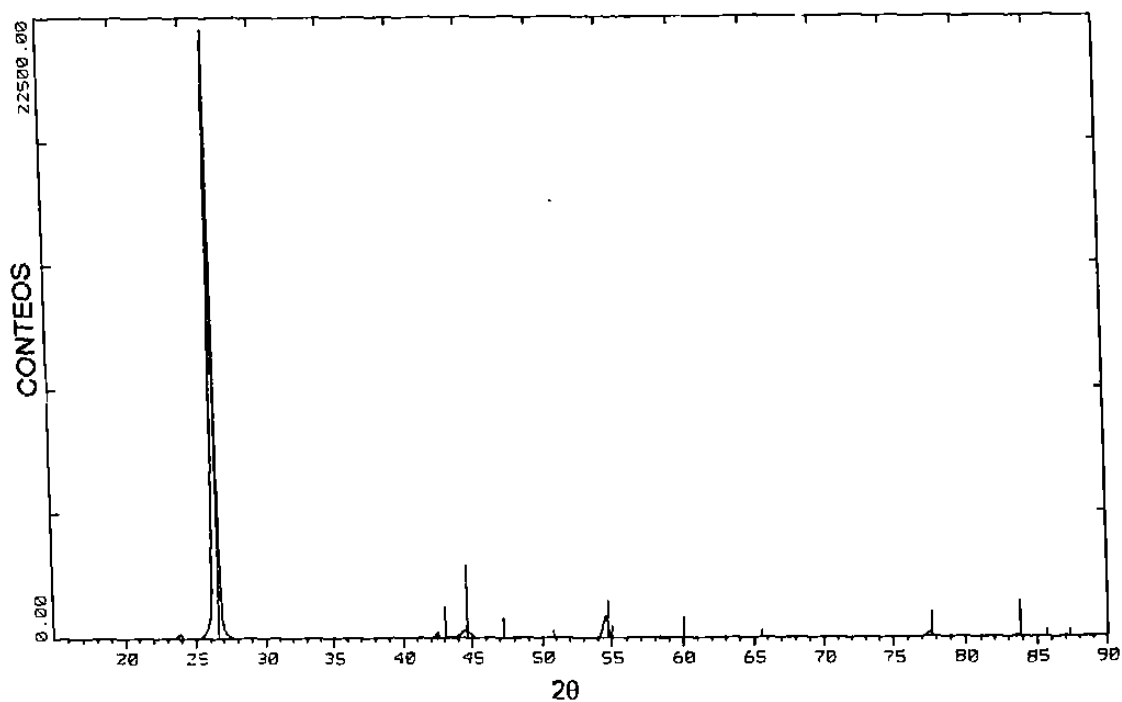
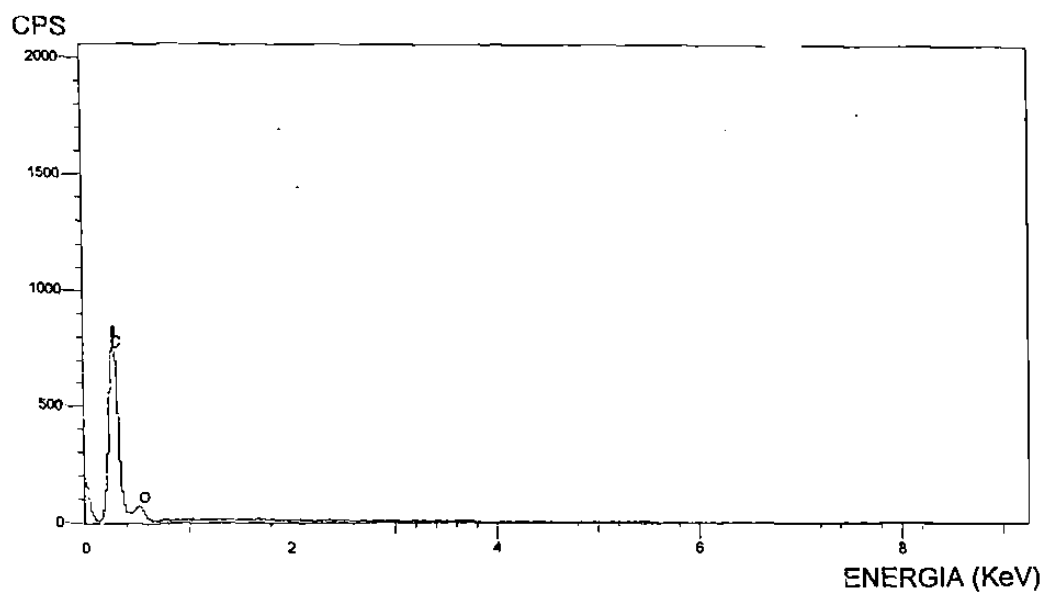


Figura No.8 Difractograma que muestra los picos característicos del carbono utilizado como materia prima. (Todos los picos corresponden a la difracción del carbono).



**Figura No.9** Fotografía obtenida mediante Microscopía Electrónica de Barrido de una muestra representativa de carbono.



**Figura No.10** Espectro de una muestra representativa de carbono.

#### 4.1.2 Arena sílica grado industrial

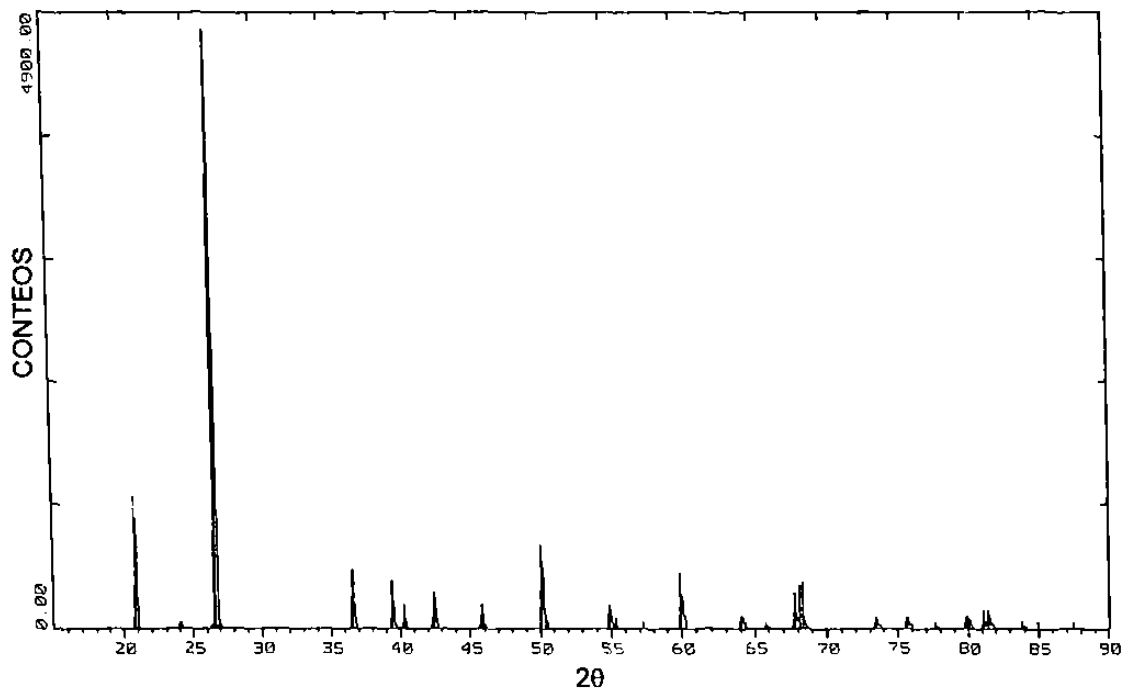


Figura No.11 Difractograma que muestra los picos característicos de la arena sílica grado industrial. (Todos los picos corresponden a la difracción del cuarzo  $\text{SiO}_2$ ).



Figura No.12 Fotografía de una muestra representativa de arena sílica grado industrial obtenida mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

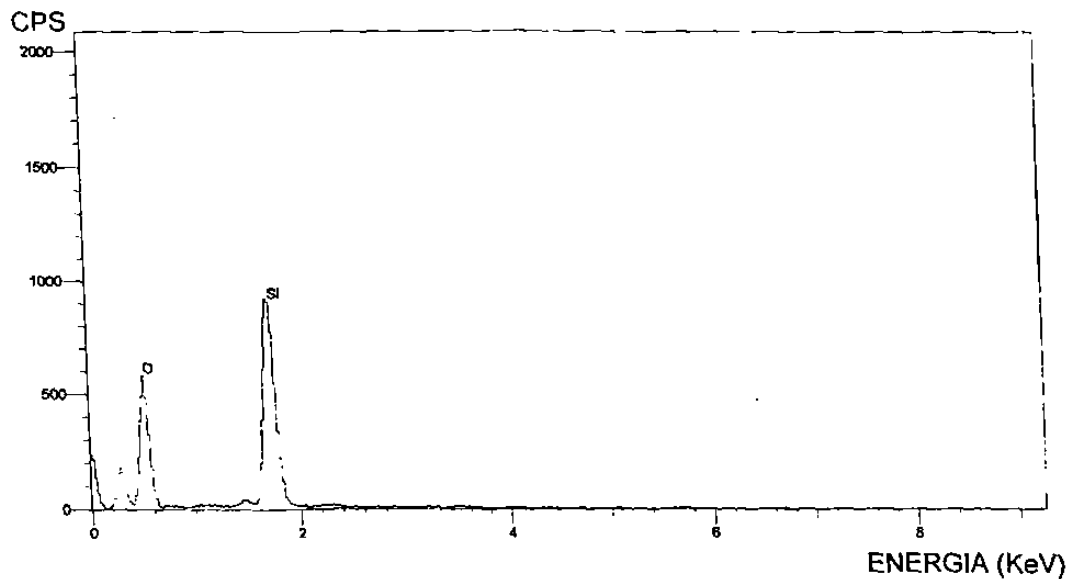


Figura No.13 Espectro de una muestra representativa de arena sílica grado industrial.

#### 4.1.3 Arena sílica de yacimiento natural (Lampazos de Naranja, N.L.)

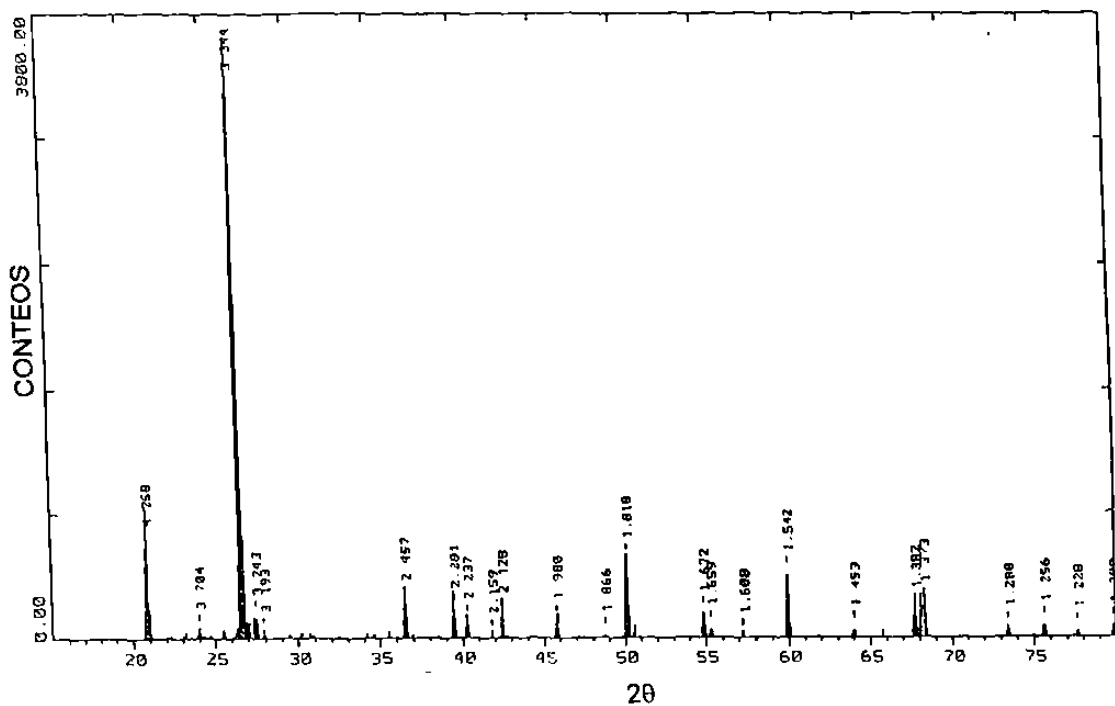
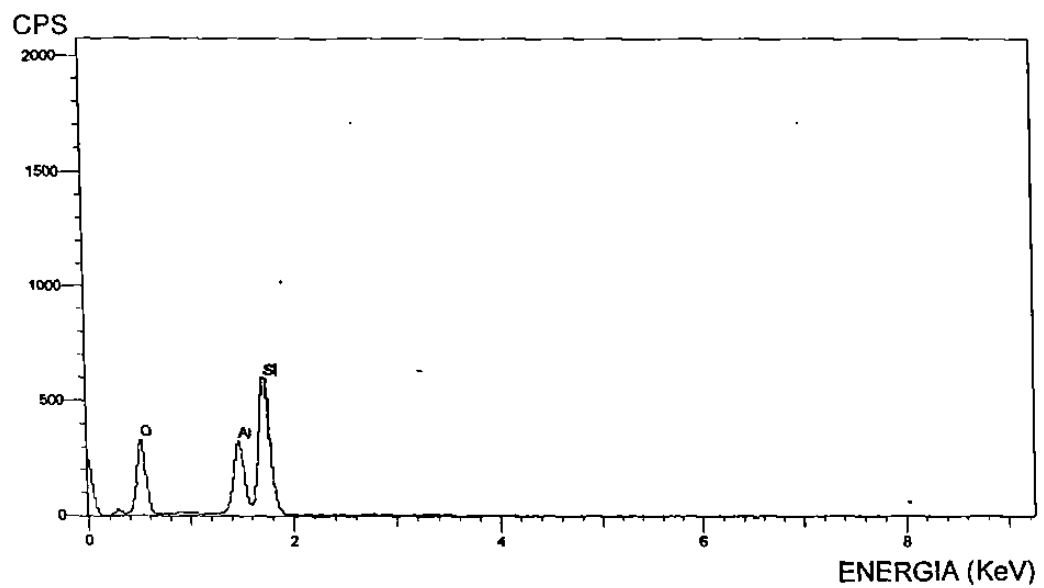


Figura No.14 Difractograma que muestra los picos representativos de la arena sílica proveniente de yacimiento natural. (Los picos en los ángulos  $2\theta$  de 3.24 y 2.16° corresponden a la difracción de la microclinia y los picos en los ángulos 3.70, 3.19, 1.86, 1.65, 1.37, 1.25 y 1.22° corresponden a la albita. El resto corresponden al cuarzo  $\text{SiO}_2$ )



**Figura No.15** Fotografía de Microscopía Electrónica de Barrido de una muestra representativa de arena sílica de yacimiento natural.



**Figura No.16** Espectro de muestra representativa de arena sílica de yacimiento natural.



#### 4.1.4 Arena sílica grado ASTM C778

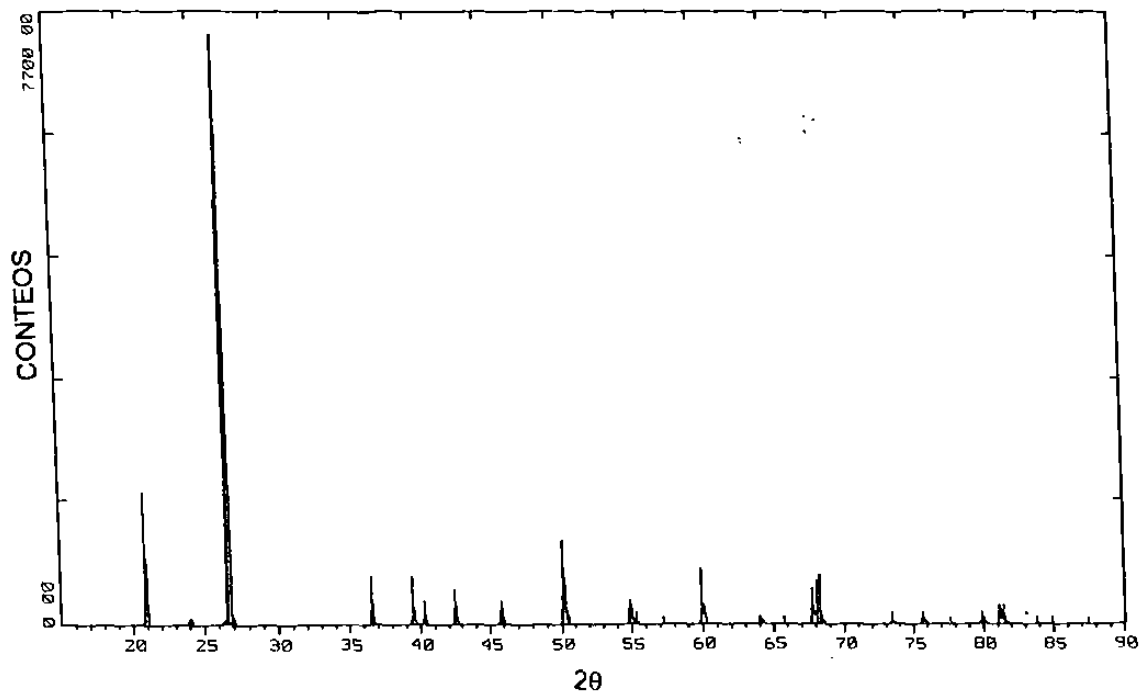
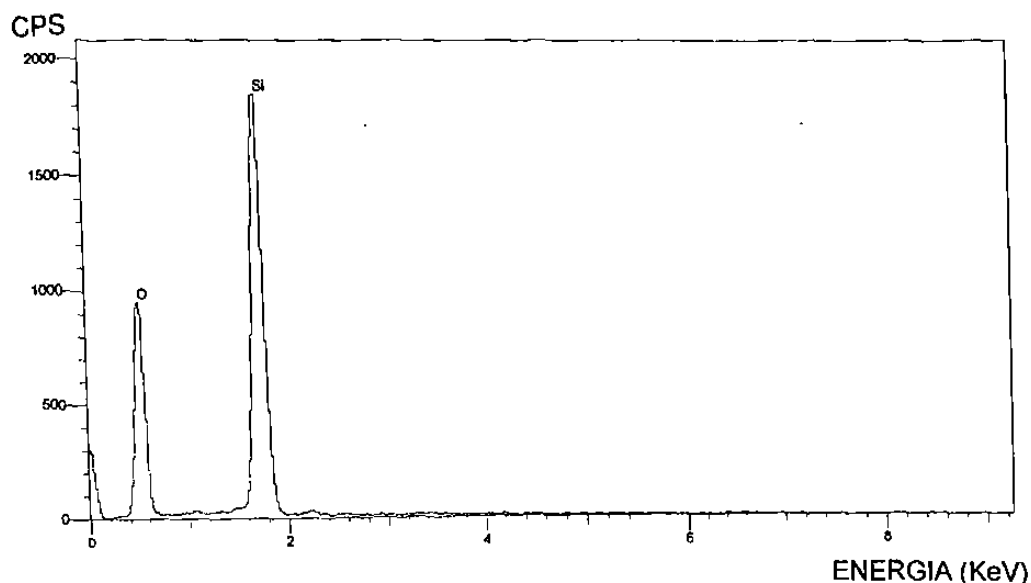


Figura No.17 Difractograma que muestra los picos representativos de la arena sílica grado ASTM C778. (Todos los picos corresponden a la difracción del cuarzo  $\text{SiO}_2$ ).



Figura No.18 Fotografía de una muestra representativa de arena sílica grado ASTM C778 obtenida mediante Microscopía Electrónica de Barrido.



**Figura No.19 Espectro de una muestra representativa de arena sílica grado ASTM C 778**

El difractograma de rayos X obtenido para el carbono (figura No. 8) no muestra ninguna clase de impureza, sus picos característicos aparecen en ángulos  $2\theta$  de 26.5, 45.1 y 55, sin embargo, el espectro obtenido por Espectrometría de Rayos X (figura No. 10) presenta un pequeño pico característico del oxígeno a 0.57 KeV, lo que hace pensar que la muestra presenta trazas de algún carbonato ya que es grado industrial. De cualquier forma los carbonatos no afectan la obtención del carburo de silicio pues éstos se expelen a temperaturas relativamente bajas (600 a 900 °C) [29] en comparación a las temperaturas a las que se forma el carburo de silicio (1600 a 2500 °C) [4].

Comparando el número de picos característicos en la difracción de rayos X de la arena de grado industrial (figura No. 11) con el de la arena grado ASTM C778 (figura No. 17) y considerando a las intensidades de los picos de los espectros de rayos X como un indicador de la pureza, se puede observar que esta última presenta un mayor grado de pureza, pues tanto su difractograma

donde aparecen los picos característicos de la sílice en el ángulo  $2\theta$  de 21, 26.5, 36.5, 39.5, 40.5, 42.5, 46, 50, 55, 60, 64, 68.5, 73.5, 78.5, 80 y 81.5° así como su espectro con picos correspondientes a 0.5 y 1.7 KeV son de mayor intensidad, lo que indica que el mayor grado de pureza de este material ASTM C778.

La arena sílica proveniente de yacimiento natural muestra en su difractograma de rayos X dos impurezas; la microclina ( $KAlSi_3O_8$ ) y la albita ( $NaAlSi_3O_8$ ) tal como se observa en la figura No. 14 en ángulos  $2\theta$  de 3.24 y 2.16° y 3.70, 3.19, 1.86, 1.65, 1.37, 1.25 y 1.22° respectivamente, con desplazamiento de los picos característicos de la sílice, confirmándose con el espectro de rayos X (figura No. 16) un mayor contenido de impurezas, el cual presenta un pico perteneciente a la radiación  $K\alpha$  del aluminio a 1.5 KeV.

Con las fotografías obtenidas en el Microscopio Electrónico de Barrido a una magnificación de 100X, es posible comparar el tamaño y forma de partícula de las distintas materias primas utilizadas, observándose principalmente la diferencia de tamaño de partícula de la arena grado ASTM C 778 (mayor tamaño de partícula) con respecto a las demás (figuras No.12, 15 y 18). También es posible observar que la arena grado industrial y la grado ASTM C778 (figuras 12 y 18) presentan forma nodular y que la arena de yacimiento natural (figura 15) tiene morfologías diversas que varían desde nódulos hasta formas geoméricamente indescriptibles, lo cual puede deberse al mayor contenido de impurezas.

#### **4.2 Prueba No.1 “Determinación de tiempos”**

Los resultados presentados por la difracción de rayos X de los productos obtenidos de la prueba No.1 a los tiempos de 45, 90 y 105 minutos se muestran a continuación:

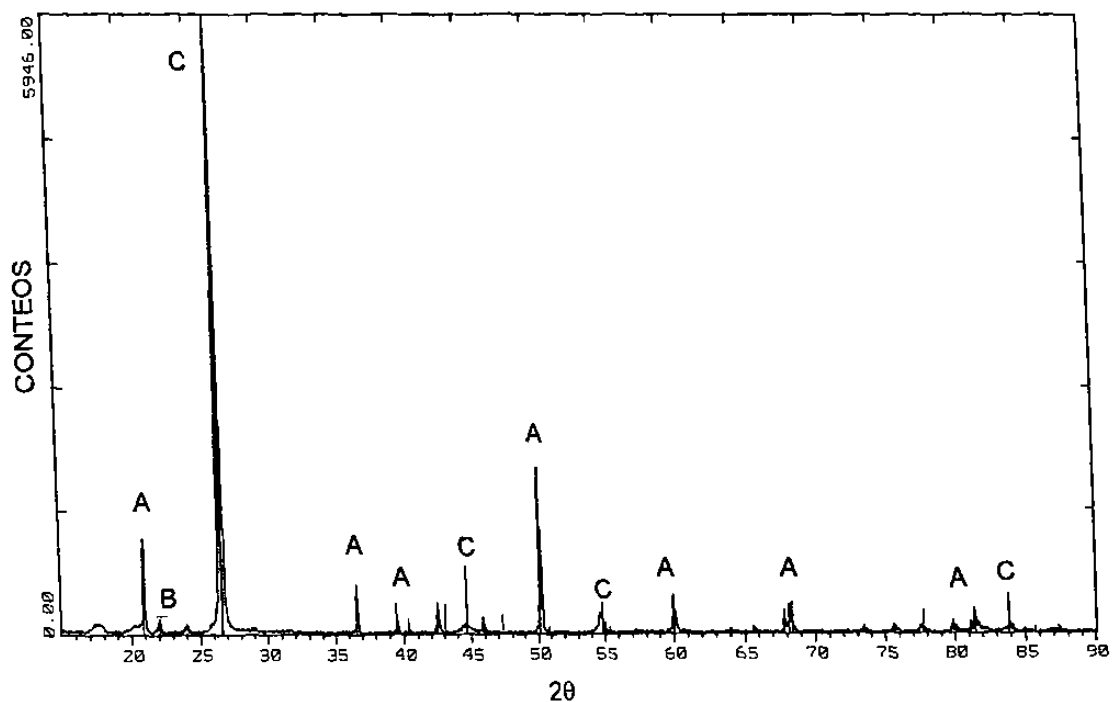


Figura No.20 Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica grado industrial y carbono sometida a 45 minutos en el horno de microondas.

Tabla No. 7 Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X

QUARZO (A)		CRISTOBALITA (B)		CARBONO (C)		CARBURO DE SILICIO $\beta$ (D)	
2 $\theta$	CONTEOS	2 $\theta$	CONTEOS	2 $\theta$	CONTEOS	2 $\theta$	CONTEOS
20.9	938.84	22	178.82	44.8	89.41	0	0
26.7	5946	28.5	67.06	54.8	178.82		
36.6	491.77	31.5	67.06	83.9	111.76		
39.5	156.47						
40.5	111.76						
46	156.47						
50	1609.44						
55	223.53						
60	424.71						
67.8	134.12						
68.5	268.24						
73.5	67.06						
77.8	89.41						
80	134.12						
81.5	245.88						
84	89.41						

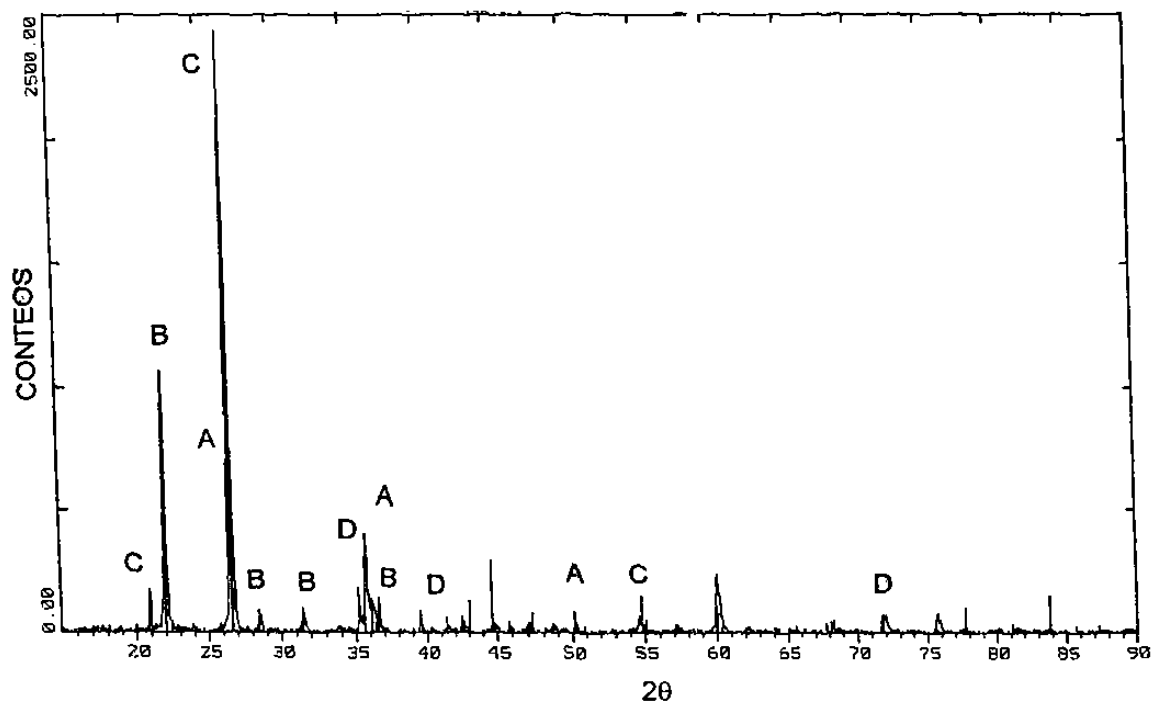


Figura No.21 Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica grado industrial y carbono sometida a 90 minutos en el horno de microondas.

Tabla No. 8 Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X

QUARZO (A)		CRISTOBALITA (B)		CARBONO (C)		CARBURO DE SILICIO -β(D)	
2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS
26.7	596.15	22	1076.92	20.9	163.46	35.7	317.3
36.6	57.69	28.5	76.92	26.8	2500	40.5	28.84
50	48.07	31.5	76.92	44.9	38.46	70.8	76.92
		36.3	86.53				

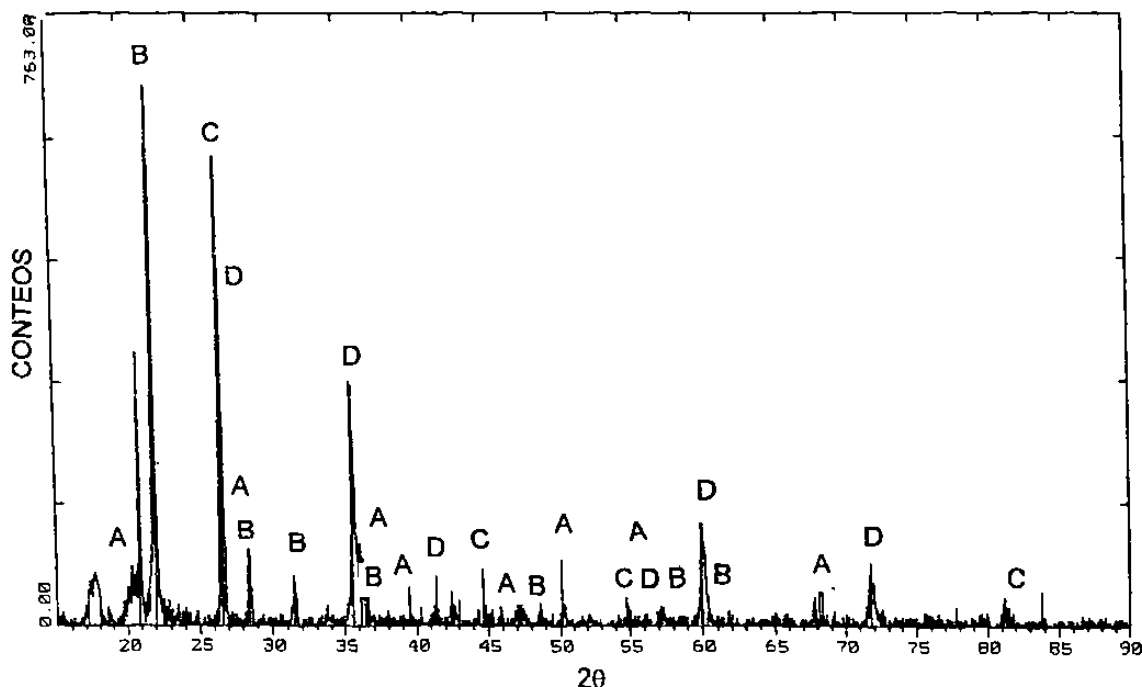


Figura No.22 Diffractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica grado industrial y carbono sometida a 105 minutos en el horno de microondas.

Tabla No. 9 Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X

CUARZO (A)		CRISTOBALITA (B)		CARBONO (C)		CARBURO DE SILICIO β(D)	
2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS
20.9	387.96	22	763	26.5	290.97	26.7	672.47
26.7	504.35	28.5	109.92	44.8	32.33	35.7	349.16
36.6	51.72	31.5	77.59	54.8	25.86	41.5	32.33
39.5	19.39	36.2	116.38	83.9	76.16	55	29.09
46	25.86	36.5	93.25			60	145.48
50	32.33	47	32.33			71.8	71.12
55	29.09	48.7	25.86				
68.5	35.56	57	22.63				
		60.5	19.39				

El difractograma de rayos X del producto sometido a las microondas por 45 minutos (figura No. 20) presenta un pico apenas perceptible característico a la cristobalita a un ángulo  $2\theta$  de  $22^\circ$  de acuerdo al software de identificación de estructuras del difractómetro de rayos X. La presencia de esta fase con adición de mineralizantes se da a una temperatura aproximada de  $1400^\circ\text{C}$  [30], lo que

nos indica que el tiempo no fue suficiente para suministrar la energía necesaria para alcanzar la temperatura requerida para la obtención del carburo de silicio.

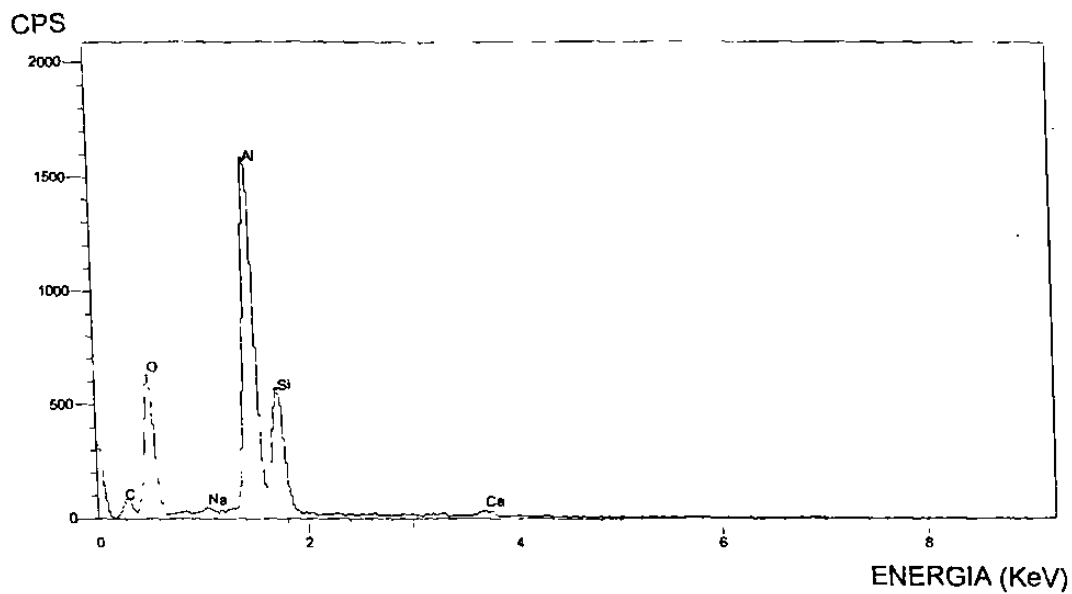
En el difractograma de rayos X de la prueba sometida a 90 minutos de radiación por microondas (figura No. 21) presenta mayor intensidad en el pico perteneciente a la cristobalita a un ángulo  $2\theta$  de  $22^\circ$ , además aparece un pequeño pico a un ángulo  $2\theta$  de  $35,7^\circ$  confirmando la presencia del carburo de silicio de estructura cristalina 3C correspondiente a la fase  $\beta$ .

La muestra sometida a 105 minutos (figura No. 22) en el horno de microondas presenta en su difractograma, mayor intensidad a un ángulo  $2\theta$  de  $27,6^\circ$  en el pico característico al SiC 3C. Además de presentarse un pico a un ángulo  $2\theta$  de  $17^\circ$  (la prueba a 45 minutos presenta un pequeño pico a este mismo ángulo), el cual no pudo ser identificado; pero demostró que el grado de pureza de la arena industrial estaba afectando la obtención del carburo de silicio.

Como se mencionó anteriormente, la transformación de cuarzo a cristobalita se comprobó por medio de difracción de rayos X. Posteriormente se utilizó microscopía electrónica de barrido para identificarla (figura No. 23) y con la ayuda de la Espectrometría de rayos X se obtuvo su espectro el cual mostró distintas impurezas en su mayoría trazas de Na y Ca (figura No.24). Estas trazas que en la caracterización de la arena sílica grado industrial no se habían presentado, se presentaron en el difractograma del producto y en el espectro de la cristobalita, lo que puede deberse a la elección aleatoria de la materia prima.



**Figura No.23** Fotografía de la cristobalita obtenida del producto sometido a 105 minutos de la mezcla con arena grado industrial por medio de Microscopía Electrónica de Barrido.



**Figura No.24** Espectro de la cristobalita obtenida del producto sometido a 105 minutos de la mezcla con arena grado industrial.



Es importante mencionar que en todas las pruebas el crisol utilizado fue de alta alúmina y aunque no era el material óptimo, era el material disponible para la realización de estas pruebas. Así que muy probablemente esto contribuyó como una fuente de impurezas. Aunque no se observó un descascaramiento del crisol utilizado durante las diversas pruebas, si hubo adherencia del producto en algunas partes del crisol, por lo que los productos adheridos se descartaron por no ser representativos debido a que ahí ocurría una reacción entre la mezcla y el crisol.

La transformación del sílice a cristobalita se puede ver acelerada con la presencia de pequeños porcentajes de ciertos mineralizadores como lo son el  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [27]. Sin embargo, los picos no identificados mostrados en los difractogramas indican que aunque estas impurezas puedan promover la formación de la cristobalita, afectan en la formación del carburo de silicio.

#### **4.3 Prueba No.2 “Influencia de la pureza”.**

Los resultados de esta prueba se muestran a continuación:

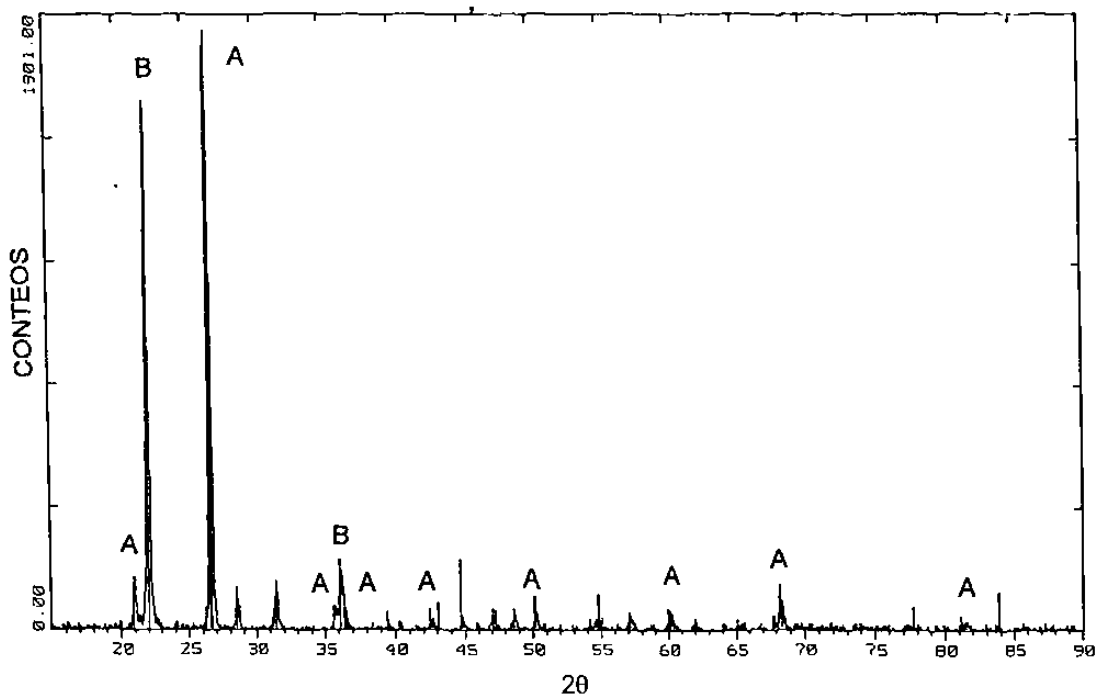
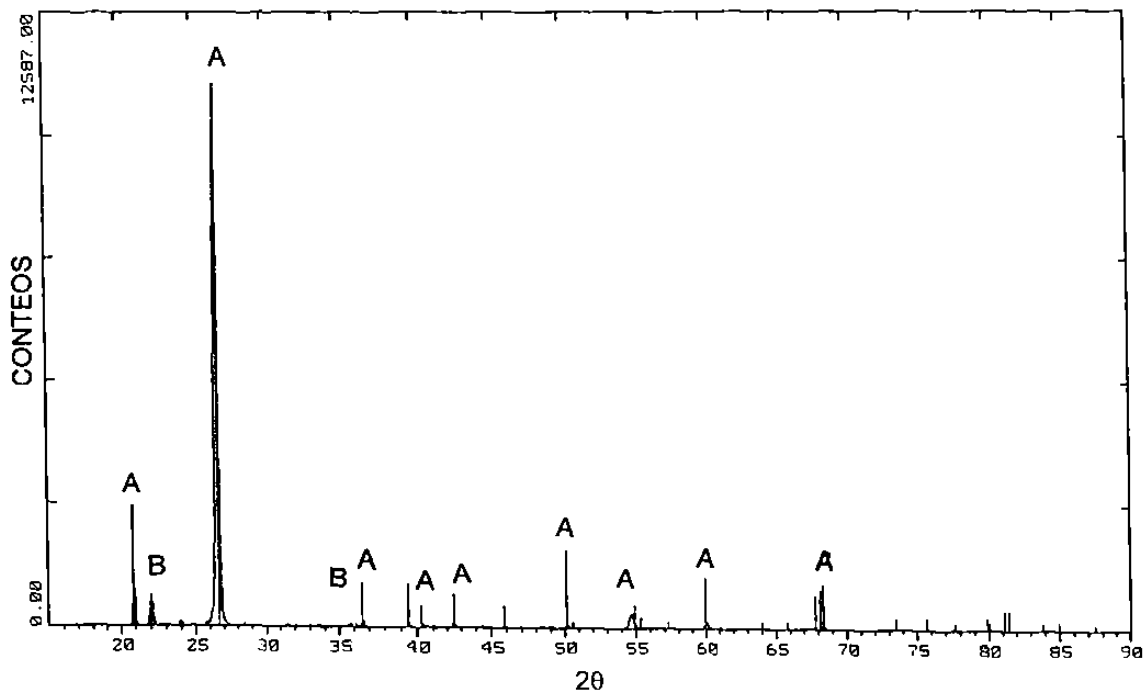


Figura No.25 Difractograma del producto obtenido de la mezcla con arena sílica de yacimiento natural sometida a 105 minutos en el horno de microondas.

Tabla No. 10 Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X

CUARZO (A)		CRISTOBALITA (B)		CARBONO (C)		CARBURO DE SILICIO -β(D)	
2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS
20.9	160.85	22	1601.65	31.5	1901	35.5	23.11
26.7	1901	28.5	73.11	44.8	29.24	41.5	7.31
35.8	73.11	36	175.97	54.8	138.91	42.5	21.93
36.6	43.86	36.5	58.49	78	14.62	81	29.24
42.5	14.62	47	21.93				
50	73.11	48.5	43.86				
60	58.94	57	43.86				
68.5	87.73						
81.5	36.55						



**Figura No.26** Difractograma del producto obtenido de la mezcla con arena silica grado ASTM C778 sometida a 105 minutos en el horno de microondas.

**Tabla No. 11** Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X

CUARZO (A)		CRISTOBALITA (B)		CARBONO (C)		CARBURO DE SILICIO -β(D)	
2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS	2θ	CONTEOS
20.9	853.33	22	533.34	0	0	0	0
26.7	12587	36	53.33				
36.6	106.66						
40.5	32						
42.5	53.33						
50	106.66						
54.6	320						
60	160						
68.5	106.66						

En el difractograma de la Figura No.25 al observar la intensidad del pico característico del SiC 3C un ángulo  $2\theta$  de  $35.7^\circ$  (apenas perceptible), se puede verificar que el grado de pureza afecta la formación del carburo de silicio. Sin embargo, el difractograma del producto obtenido de la mezcla con arena sílica

grado ASTM C 778 (figura 26) no muestra la formación del carburo de silicio y sólo presenta un pequeño pico característico de la cristobalita a un ángulo  $2\theta$  de  $22^\circ$ . Como esta prueba es con la arena de mayor pureza entre las arenas utilizadas, la contradicción en los resultados anteriores nos hace pensar que el tamaño de partícula, además de las impurezas está afectando la formación del carburo de silicio. El tamaño de partícula de la arena utilizada para esta prueba fue mayor que el de las otras arenas tal como se observa en la caracterización de la materia prima (figuras 12, 15 y 18).

#### 4.4 Prueba No.3 "Efecto del tamaño de partícula"

En el difractograma de la figura 22 se puede apreciar que el molido intenso en el crisol de porcelana dio a la arena sílica mayor área superficial, traduciéndose esto en mayor facilidad de reacción. Esto aunado a la calidad de la arena utilizada favorecieron la formación del carburo de silicio, obteniéndose el pico más intenso de SiC 3C de todas las pruebas anteriores (ángulo  $2\theta$  de  $35.7^\circ$ ).

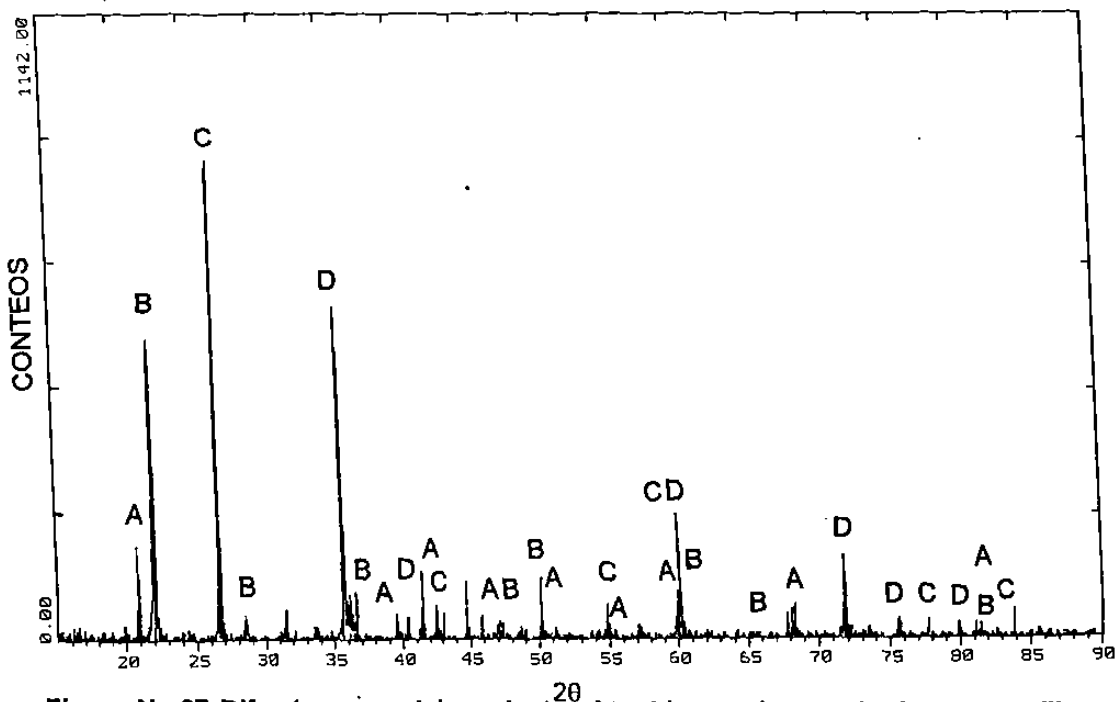


Figura No.27 Difractograma del producto<sup>20</sup> obtenido con la mezcla de arena sílica grado ASTM C 778 molida intensivo sometida a 105 minutos en el horno de microondas.

Tabla No. 12 Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X

CUARZO (A)		CRISTOBALITA (B)		CARBONO (C)		CARBURO DE SILICIO $\beta$ (D)	
2 $\theta$	CONTEOS	2 $\theta$	CONTEOS	2 $\theta$	CONTEOS	2 $\theta$	CONTEOS
20.9	159.85	22	109.63	26.5	1142	35.5	685.2
39.5	34.26	28.5	45.68	43	11.42	41.5	91.36
42.5	79.94	36.2	68.52	55	68.52	60	308.34
46	97.07	36.5	102.78	60	34.26	71.9	205.56
50	85.05	44.9	22.84	78	22.84	75.5	34.26
55	22.84	47	34.26	84	17.13	80	22.84
60	68.52	48.5	22.84				
67.8	45.68	60	91.35				
68.5	34.26	65.5	5.71				
81.5	17.13	81	11.42				

#### 4.5 Caracterización del SiC.

La difracción de rayos X y la espectrometría de rayos X mostraron que el carburo de silicio obtenido fue totalmente depurado, es decir no mostró rastros de cuarzo, cristobalita y/o carbono (figuras 28 y 29).

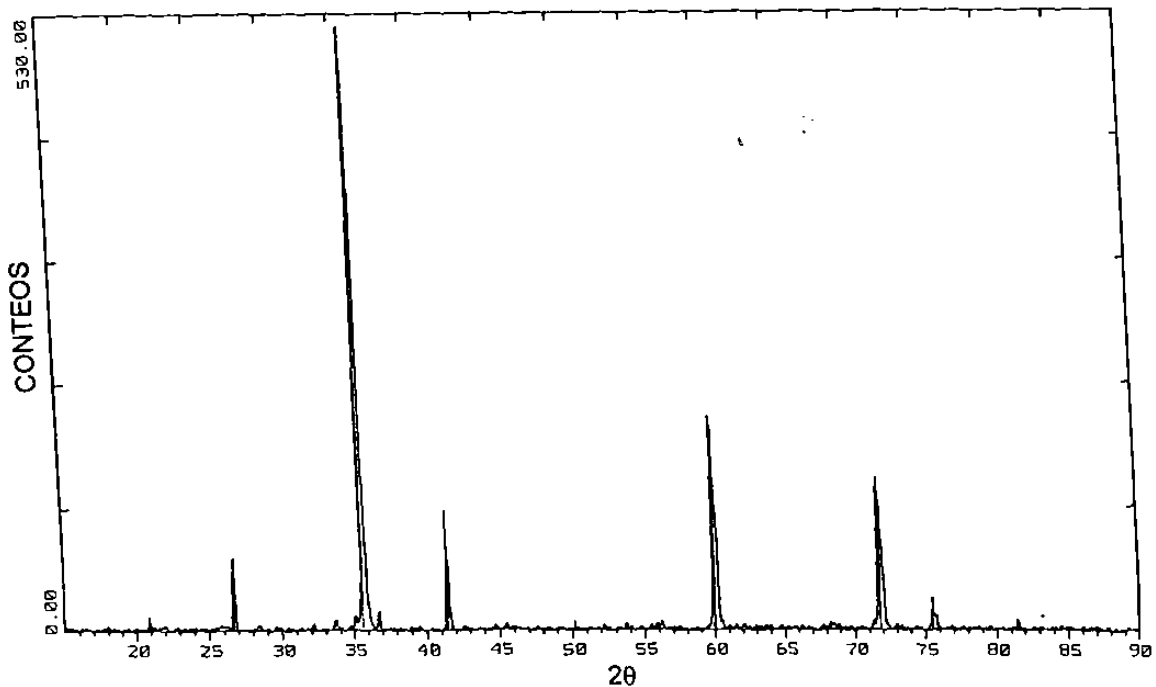
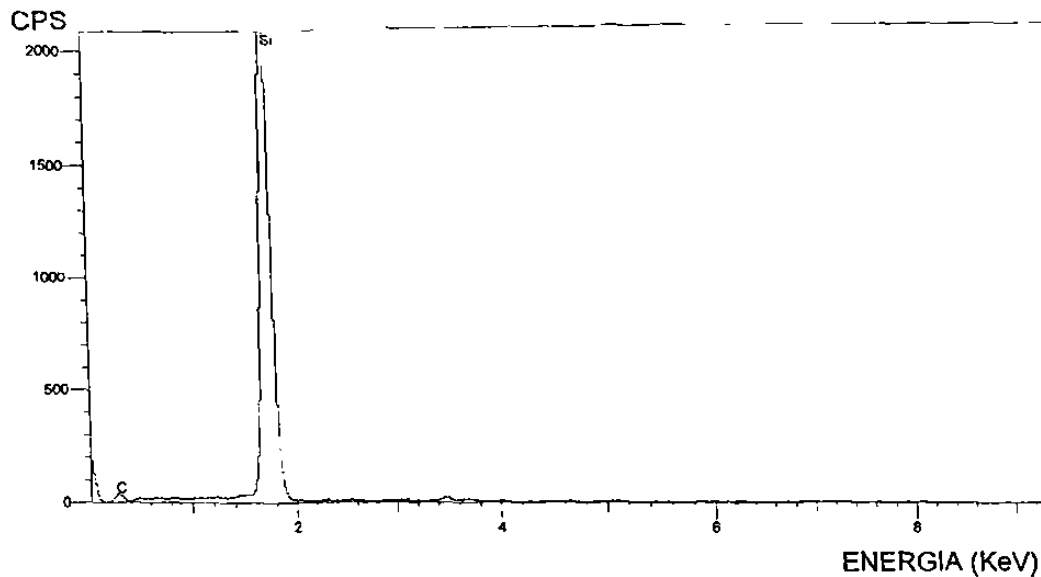


Figura No.28 Difractograma del carburo de silicio depurado.



**Figura No.29 Espectro del SiC depurado.**

La fotografía del carburo de silicio obtenida en el microscopio electrónico de barrido permite observar su morfología angular característica de los abrasivos (figura No. 30) y el análisis térmico diferencial (figura No. 31) demuestra la no-existencia de reacciones endotérmicas o extotérmicas lo que indica que no se presentan cambios de fase ni descomposición del SiC en el intervalo de temperatura en el que se realizó esta prueba, por lo que se puede decir que es un compuesto estable en el rango de temperatura de 25 a 1400°C, tal y como es de esperarse según la literatura. La histéresis que se observa en la gráfica después de los 1000°C se debe solamente al enfriamiento.



Figura No.30 Fotografía del carburo de silicio obtenida en el MEB.

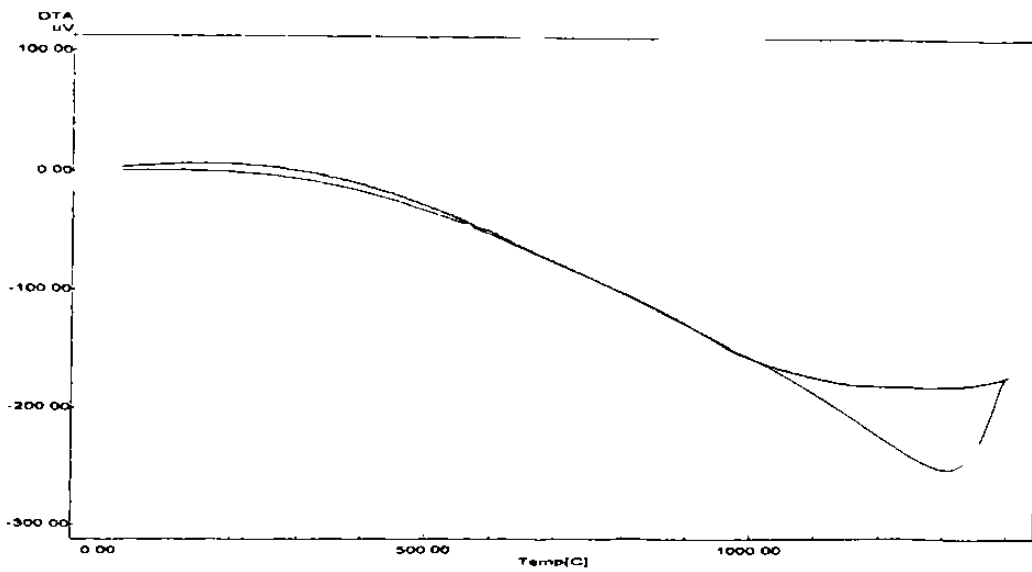


Figura No.31 Análisis térmico diferencial del SiC 3C.

#### 4.6 Comparación de pruebas.

Con el fin de comparar los resultados de las diferentes pruebas se elaboraron las siguientes gráficas:

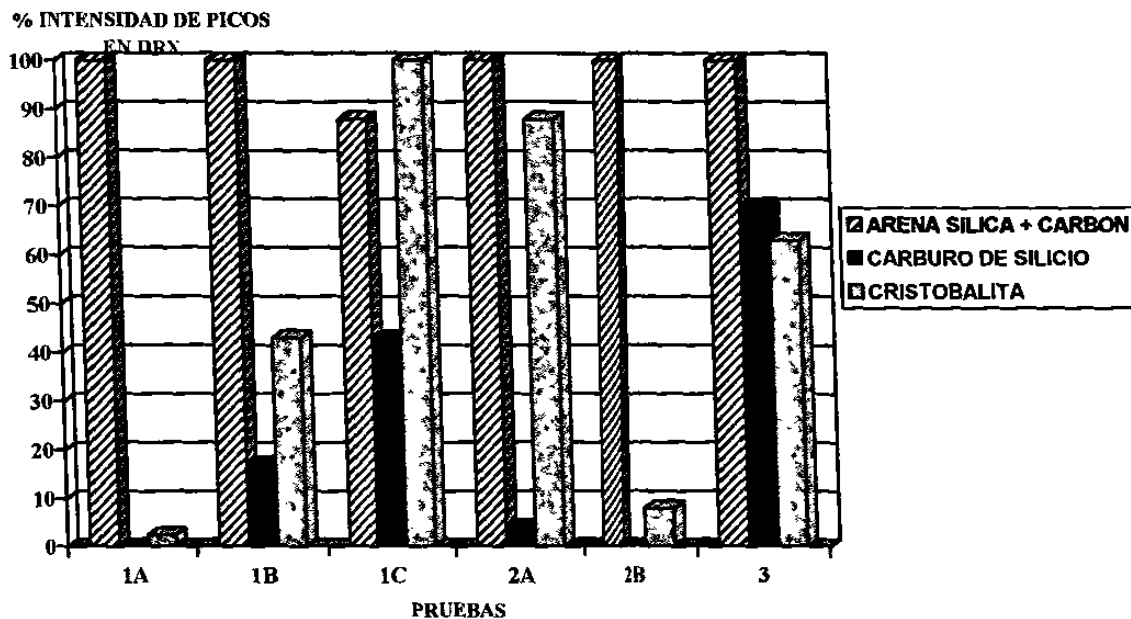


Figura No.32 Comparación en el porcentaje de intensidad de picos de difracción de rayos X de los productos de cada prueba.

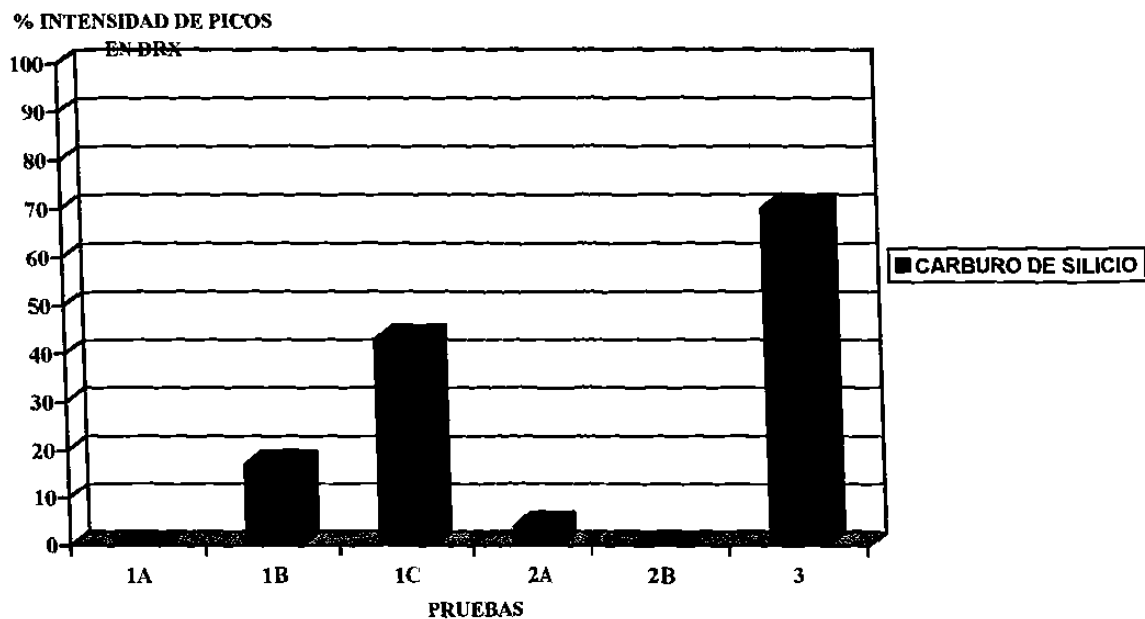


Figura No.33 Comparación en el porcentaje de intensidad de picos de difracción de rayos X correspondientes al  $\beta$ -SiC de cada prueba.



- 1A Prueba 1, producto de mezcla con arena grado industrial, 45 min.
- 1B Prueba 1, producto de mezcla con arena grado industrial, 90 min.
- 1C Prueba 1, producto de mezcla con arena grado industrial, 105 min.
- 2A Prueba 2, producto de mezcla con arena de yacimiento natural, 105 min.
- 2B Prueba 2, producto de mezcla con arena grado ASTM C 778, 105 min.
- 3 Prueba 3, producto de mezcla con arena grado ASTM C 778, 105 min, molido intensivo.

La gráfica presentada en la figura No. 32 muestra la comparación del porcentaje en intensidad de picos de los productos de las distintas pruebas, ahí se puede observar que en la prueba 1 a medida que se incrementa el tiempo, se observa un incremento en la intensidad de los picos característicos del carburo de silicio, y de la cristobalita. Es interesante notar que en la prueba 1C el pico más intenso corresponde a la cristobalita y no a la arena sílica + carbono como sucede en el resto de las pruebas. Este comportamiento demuestra que aunque hubo suficiente energía suministrada al sistema, la presencia de impurezas tal y como se mencionó anteriormente evitaron una formación mayor de carburo de silicio. Esto se comprueba comparando la prueba 2A con 1C. Sin embargo, al observar el porcentaje de intensidad de picos de la prueba 2B se detecta una contradicción pues siendo la mezcla con arena de mayor pureza utilizada no presenta el pico característico al carburo de silicio. Esta contradicción es fácil de explicar mediante la prueba 3, donde se ve claramente que además del grado de pureza el efecto de tamaño de partícula es de gran importancia como ocurre en cualquier reacción en estado sólido.

Aunque estos datos son a escala laboratorio son prometedores pues muy probablemente a escala industrial se obtengan beneficios económicos en la producción del carburo de silicio, ya que con hornos de microondas de

mayor potencia el tiempo de obtención del SiC puede ser mejorado notablemente.

Otro beneficio muy importante en la producción del carburo de silicio utilizando microondas como fuente de energía es el control de la pureza, pues mediante el control de las materias primas y crisoles utilizados este proceso puede llegar a optimizar la producción del SiC de alta pureza.

## **CAPITULO 5**

### **Conclusiones**

- I. Es posible obtener carburo de silicio a través de una reacción en estado sólido entre la arena sílica y el carbono utilizando las microondas como fuente de energía.
  
- II. Como ocurre en cualquier reacción en estado sólido, el grado de pureza y el tamaño de partícula de la materia prima son importantes para la formación y calidad del carburo de silicio.
  
- III. La difracción de rayos X determinó que el carburo de silicio obtenido es el que tiene la estructura cristalina 3C correspondiente a la fase  $\beta$ , una de las principales fases dentro de las estructuras del SiC y el análisis térmico diferencial mostró que es estable en el intervalo de temperaturas de 25 a 1400°C al aire.
  
- IV. Mediante el uso de las microondas pueden obtenerse beneficios tales como el control de pureza durante el proceso de obtención del SiC así como mejores tiempos de procesamiento.

## CAPITULO 6

### Recomendaciones

- I. Realizar más estudios para producir carburo de silicio en hornos de microondas industriales para conocer la factibilidad de comercialización de este proceso. (Ejemplo: variar la potencia para encontrar tiempos y rendimientos óptimos).
- II. Investigar la posibilidad de producción de otros carburos utilizando las microondas.
- III. Sintetizar materiales cerámicos utilizando el SiC como materia prima y a las microondas como fuente de energía, haciendo pruebas con y sin atmósferas controladas.
- IV. Realizar diagramas de fase del carburo de silicio obtenido por medio de microondas.
- V. Hacer uso de la termometría infrarroja para conocer y/o controlar las temperaturas en el horno de microondas. [31]
- VI. Probar el polvo de carburo de silicio obtenido como abrasivo.
- VII. Analizar las propiedades del carburo de silicio obtenido por microondas.

## BIBLIOGRAFIA

1. David W Richerson, Modern Ceramic Engineering, Ed. Marcel Dakker 1982.
2. June-Gunn Lee and Ivan B. cutler, Formation of Silicon Carbide from Rice Hulls, Ceramic Bulletin, March 1974.
3. James F. Shackelford, Introduction to Materials Science for Engineers. Third Edition Ed. McMillan, U.S.A. 1992
4. William E. Lee D.Phil and W. Mark Rainforth, Ceramic Microstructures Property Control by Processing, Department of Engineering Materials and Sorby Center for Electron Microscopy, Sheffield University, Sheffield UK., First Edition, 1994.
5. J.H. Sharp, Ceramics: old and new, School of Materials of the University of Shieffield, June 1991.
6. Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses, ASM International 1991.
7. Bertaud A.J. and Badot J.C., High Temperature microwave heating in refractory materials, J. Microwave Power, 1976.
8. Binner J.G.P. and Cross, Applications from tempoerature profile control during microwave sintering. Fabrication, Science, and Technollogy, British Ceramic. Proc.No.50, D. P. Thompson. London Instutute of ceramics, 1992.
9. Binner J.G.P. and T.E. Cross. Application for microwave hetaing in ceramic sintering: challenges and opportunities, Department of Materials Engineering and Materials Design, Journal of Hard Materials, University of Nottingham Univeristy Park, NGT 2RD, UK.

10. Sutton W H, Microwave Processing of ceramic materials, American Ceramic Soc. Bull. 68, 1989.
11. Kenkre V.M., Theory of microwave interactions with ceramic materials. Microwave: Theory and Application in Material Processing, Ceramic Transaction Vol 21, 1991.
12. Katz J.D., Blake R.D. and Kenkre, Microwave enhanced diffusion Microwaves, American Ceramic Society pp 95-105, 1991.
13. Binner J.G.P., Al-Dawyer, I.A. Aneziris c. and Cross T.E., Use of the inverse temperature profile in microwave processing of advanced materials. Microwave Processing of Materials III, Pennsylvania: Materials Research Society, 1992.
14. Engineering Property Data on Selected Ceramics Volume 2, Carbides, Metals and Ceramics Information Center , August 1979.
15. E.G. Acheson, Electric Furnace, U.S. Patent 560,291, Mayo de 1896.
16. Perry, J.H. Chemical Engineers Handbook, 4<sup>th</sup> ed. McGraw Hill Book Company, New York 1963.
17. S. R. Billington, J.Chown and A.E.S. White, The Sintering of Silicon Carbide Special Ceramic, pp19-34, 1964.
18. C.H. McMurty, M.R. Kasprzyk and R.C. Naum, Microstructural effects in Silicon Carbide, Mater, Res, Bull Vol7 (No.1), pp411-420, 1972.
19. R.C. Marshall, J.W. Faust and C.E. Ryan, Silicon Carbide, Proc. 3<sup>rd</sup> Int Conf. Sic. Miami Beach Florida, 1973.
20. Silicon Carbide a high Temperature Semiconductor, Proc 1<sup>st</sup> International Conf. Boston, Pergamos Press, 1960.

21. J.H. Racette, Electric Conductivity in Silicon Carbide, Phys. Rev. Vol 107, 1957.
22. J. Demont, SiC may be the gem men once sought Ind Res., Vol 19, June 1970.
23. Pearl H.A., J.M. and Deban H.B., Mechanical Properties of selected alloys at elevated temperatures II Design criteria of the SiC, Bell Aircraft Corporation WADC-TR-59-702, March 1960.
24. Ervin G, Jr., Oxidation Behavior of Silicon Carbide, Journal of the American Society, 1958.
25. Brown A.R.G., Silicon Carbide a Review, Technical Note Met. Phys. No. 325, Royal Aircraft Establishment, August 1960.
26. R.C. Graham, Development of an Air to Air Heat Exchanger with all Ceramic Internals. Ceramic in Heat Exchangers, Vol. 14 Advances in Ceramics, American Ceramic Society, 1985.
27. Mario Alberto González Garza, Obtención del Espinel  $MgAl_2O_4$  utilizando microondas como fuente de energía. Tesis de Maestría, UANL, México 1996.
28. Ma. Idalia Gómez de la fuente, Estudio Comparativo de Reducción Carbotérmica de Mineral de Hierro utilizando Microondas. Tesis de Maestría, UANL, México 1994.
29. R. West, Chemistry of Solid State and its Applications.
30. J.H. Chester, Refractories: Production and Properties, Iron and Steel Institute, London 1975.
31. Michael Donald, Infrared non contact temperatur measurment seminar, Mikron Company, Oakland New Jersey, USA, 1998.

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla</b>	<b>Descripción</b>	<b>Pag.</b>
1	Clasificación de los cerámicos avanzados	6
2	Algunos minerales naturales utilizados como materia prima	8
3	Rutas de manufactura para los polvos cerámicos más comunes	8
4	Efecto de la orientación cristalográfica en la dureza del carburo de silicio	24
5	Materiales utilizados y motivo de su empleo	29
6	Objetivo de las pruebas realizadas	31
7	Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X	42
8	Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X	43
9	Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X	44
10	Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X	48
11	Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X	49
12	Identificación de picos encontrados por difracción de rayos X	51



## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura</b>	<b>Descripción</b>	<b>Pag.</b>
1	Diagrama general del procesamiento de materiales cerámicos	7
2	Tipos de depósitos de fases de vapor	10
3	Formación de aglomerados de polvos obtenidos mediante fases de vapor	11
4	Interacción de las microondas con los materiales	14
5	Perfil de la energía depositada en un medio dieléctrico	16
6	Estructura cristalina de politipos del SiC	20
7	Zona de radiación de una abertura	31
8	Difractograma que muestra los característicos del carbono utilizado como materia prima	34
9	Fotografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido de una muestra representativa de carbono	35
10	Espectro de una muestra representativa de carbono	35
11	Difractograma que muestra los picos característicos de la arena sílica grado industrial	36
12	Fotografía de una muestra representativa de arena sílica grado industrial obtenida microscopía electrónica de barrido	36
13	Espectro de una muestra representativa de arena sílica grado industrial	37

14	Difractograma que muestra los picos característicos de la arena sílica proveniente de yacimiento natural	37
15	Fotografía de microscopía electrónica de barrido una muestra representativa de arena sílica de yacimiento natural	38
16	Espectro de una muestra representativa de arena sílica de yacimiento natural	38
17	Difractograma que muestra los picos representativos de la arena sílica grado ASTM C778	39
18	Fotografía de una muestra representativa de arena sílica Grado ASTM C778 obtenida mediante microscopía Electrónica de barrido	39
19	Espectro de una muestra representativa de arena sílica Grado ASTM C778	40
20	Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena Sílica grado industrial y carbono sometida a 45 minutos en El horno de microondas	42
21	Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica grado industrial y carbono sometida a 90 minutos en el horno de microondas	43
22	Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica grado industrial y carbono sometida a 105 minutos en el horno de microondas	44
23	Fotografía de la cristobalita obtenida del producto sometido a 105 minutos de la mezcla con arena grado industrial por medio de microscopía electrónica de barrido	46
24	Espectro de la cristobalita obtenida del producto sometido a 105 minutos de la mezcla con arena grado industrial	46
25	Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica de yacimiento natural y carbono sometida a 105 minutos en el horno de microondas	48

26	Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica grado ASTM C778 y carbono sometida a 105 minutos en el horno de microondas	49
27	Difractograma del producto obtenido de la mezcla de arena sílica grado ASTM C778 molido intensivo sometida a 105 minutos en el horno de microondas	50
28	Difractograma del carburo de silicio depurado	51
29	Espectro del SiC depurado	52
30	Fotografía del carburo de silicio obtenida en el MEB	53
31	Análisis térmico diferencial del SiC 3C	53
32	Comparación en el porcentaje de intensidad de picos de difracción de rayos X de los productos de cada prueba	54
33	Comparación en el porcentaje de intensidad de picos de difracción de rayos X correspondientes al $\beta$ -SiC de cada prueba	54

## RESUMEN AUTOBIOGRAFICO

Claudia Alejandra Rodríguez González

Candidato para obtener el grado de:  
Maestra en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

Tesis:

Obtención de SiC- $\beta$  mediante una fuente alterna de energía como las Microondas.

Claudia Alejandra Rodríguez González nació en Monterrey, Nuevo León, el día 3 de Julio de 1972. Cursó sus estudios profesionales en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (FIME) y se tituló en 1994 como Ingeniero Mecánico Administrador (IMA).

En 1989 y en 1994 obtuvo el Reconocimiento al Mérito Académico por haber sido el alumno más sobresaliente de la generación 1988-1989 de la preparatoria #2 y de la generación 1989-1994 de la generación de IMA de la FIME.

En Febrero de 1995 inicia sus estudios de Maestría en Ingeniería Mecánica con Especialidad en Ingeniería de Materiales.

Actualmente se desempeña como Gerente de Operaciones en TECTROL S.A. de C.V.



