

Capítulo I

Introducción

El desarrollo tecnológico se basa entre otros en la implementación de nuevas técnicas de producción cuya función principal es la calidad del producto, acompañado con una disminución en costos energéticos de procesamiento. Partiendo de esta idea se inicia a principios de los setenta una nueva era en el ámbito de fuentes energéticas para el procesamiento de materiales: el uso de las microondas.

La ingeniería de microondas como fuente de calentamiento, se ha desarrollado principalmente en el área de procesado de alimentos debido al elemento de composición fundamental en ellos: el agua, en la que el efecto de calentamiento se atribuye a la histéresis producida entre la polarización de la molécula H_2O y el vector campo eléctrico [1,2].

Sin embargo, a través de los años se ha generalizado el interés en la utilización de energía de microondas para el procesamiento de otros

materiales, integrándose grupos de investigación en diversas áreas como lo son: polímeros, cerámicos y metales [3,4,5,6].

Un criterio para la clasificación de los materiales de acuerdo a su comportamiento frente a un campo de microondas es a saber: reflejantes, absorbentes y transparentes. Entendiendo que la absorción se manifiesta como una generación de calor en el material, se han propuesto diversas tesis para la explicación física de la absorción de microondas, como lo son: polarización, disminución de resistencia, e interacción ión-vacancia, entre otros. Pero básicamente todas las tesis propuestas se caracterizan por fundamentarse en la generación de dipolos o corrientes parásitas en todo el volumen de un sistema considerado idealmente homogéneo.

El presente estudio plantea la generación de microestados de reacción química debidos a los efectos térmicos provocados por la absorción de energía de microondas en el material a procesar. Se obtiene una relación entre la potencia y la temperatura en los procesos de reacción de los cerámicos perovskita CaZrO_3 y espinel MgAl_2O_4 , adicionalmente se hace una comparación general con otros dos cerámicos de igual estructura cristalina, el BaTiO_3 y ZnAl_2O_4 los cuales vienen a confirmar las conclusiones obtenidas.

El fundamento teórico para el desarrollo de sistemas de microondas se basa en los principios de la teoría electromagnética. Es por ello que en el presente trabajo se realiza un análisis físico del sistema en proceso. Así mismo, se lleva a cabo un análisis termodinámico de los sistemas de reacción, incluyendo el análisis cinético del proceso en sí.

Capítulo 2

Cerámicos

2.1 Introducción

El avance de la ciencia ha impulsado una carrera tecnológica, provocando, con ello, el mejoramiento continuo de los procesos de producción. Esto ha exigido a la industria refractaria productos de calidad y el desarrollo de materiales de alta tecnología, con propiedades acordes a los parámetros físico-químicos a las que se verán expuestos en los sitios en que se utilizan.

En este capítulo se presenta una semblanza de la ingeniería de cerámicos enfocándonos a los sistemas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ y CaO-ZrO_2 y, debido a que sus estructuras a nivel atómico son fundamentales para entender sus propiedades físicas, se presenta una disertación general al respecto.

2.2 Procesamiento de Cerámicos

En la literatura se define a un cerámico como aquel material compuesto de uno o varios óxidos metálicos y no metálicos, que se caracteriza principalmente por su baja conductividad térmica y eléctrica así como fragilidad mecánica. También se encuentra que se define a los refractarios como aquellos materiales cerámicos (aunque existen también aleaciones refractarias) que tienen alta resistencia mecánica a altas temperaturas.

Es claro que el proceso de obtención de un material es determinante en las propiedades del mismo y los materiales cerámicos no son la excepción. Por esta razón existen diferentes rutas de procesamiento, de acuerdo a las características deseadas en el producto final. El procesamiento de materiales cerámicos y refractarios se fundamenta básicamente en la tecnología de polvos y electrofusión y se puede integrar por los pasos que se presentan de manera simplificada en el esquema presentado en la figura 2.1.

La pureza de la materia prima determina las características del producto final dada la formación de fases de menor punto de fusión, lo cual es un factor que propicia fallas durante el servicio de los materiales cerámicos, así mismo, la granulometría determina en gran medida las propiedades mecánicas que caracterizarán al material.

Los productos cerámicos se derivan de minerales naturales como los presentados en la Tabla 2.1 [7], aunque tales minerales son fáciles de encontrar en las minas, raramente tienen la composición precisa, pureza o morfología necesaria para conferir las propiedades deseadas a los componentes cerámicos producidos a partir de ellos. Por esta razón es común que para producir el polvo que será la materia prima se requiere un cierto número de pasos de sintetización que pueden consistir desde un simple

proceso de calcinación, el cual se basa en realizar una reacción endotérmica de descomposición en el cual una oxisal (tal como un carbonato o un hidróxido) se descompone dejando un óxido como producto sólido y liberando un gas; hasta la producción compleja y cara de precursores líquido/vapor para producción de sol-gel/vapor de polvos de inicio altamente puros y finos.

Las condiciones térmicas del proceso están en función de las características finales del material en sí. Las propiedades que exige la industria moderna, por ejemplo la metalúrgica, a los refractarios se les pueden obtener básicamente mediante el sinterizado, el cual se puede llevar a cabo en hornos de túnel, campana o rotatorios. En otros casos las exigencias son aún mayores, de tal forma que la única manera de obtenerlos es a partir de materiales electrofundidos [8,9]. En éste apartado, se hace referencia a las exigencias sobre el desempeño estructural del cerámico, las cuales son comunes en la industria pesada, pero también tienen otras aplicaciones que hoy se denominan como de alta tecnología. En esta industria se utilizan materiales tales como el carburo de silicio (SiC), el nitruro de boro (BN) y el titanato de bario (BaTiO₃) entre otros, que se utilizan principalmente como elementos electrónicos ya sea como resistencias, ferritas y piezoeléctricos. Estos materiales normalmente se producen en forma de triquitas, plaquetas y cermets [7], por lo que requieren que las condiciones de fabricación sean estrictamente controladas.

Se presenta aquí la ocasión de hacer la distinción general de material refractario y material cerámico, en el cual el valor del primero no está en su pureza sino en sus propiedades promedio, mientras que el material cerámico en general puede tener características específicas de acuerdo a la aplicación.

El procesamiento de materiales refractarios, como se mostró en la figura 2.1, parte de la mezcla de polvos cerámicos, grafito y resinas poliméricas para

formar el producto final que muy bien podría tener la forma de un ladrillo refractario sin estar necesariamente limitado a ésta. La materia prima no es tan pura como la utilizada en la manufactura de polvos cerámicos, además de que tienen una gran variación en su granulometría, ya que el mayor porcentaje de densificado (80-85%) ocurre en el proceso de conformado, donde el objetivo principal es el de alcanzar el mayor grado de empaquetamiento de partículas y un alto grado de homogeneidad, siendo los principales procesos de conformado: presionado en seco, extrusión, moldeo por inyección y maquinado en verde, entre otros. En estos procesos se deben controlar una gran variedad de parámetros para alcanzar un empaquetamiento óptimo. Estos incluyen, tamaño de partícula, distribución de tamaños de partícula, grado de aglomeración o dispersión, modo del flujo de polvo dentro de la herramienta de compactación, ciclo del tiempo y remoción de la pieza compactada.

En general, los métodos de consolidación se pueden clasificar en dos amplias categorías: seco y húmedo. Las técnicas en seco son aquellas en las cuales la porción de polvos inorgánicos predomina. Las técnicas vía húmeda son aquellas en las cuales los polvos inorgánicos se encuentran en un solvente acuoso, polimérico u orgánico.

Así, se tendrá que el compactado en seco es el proceso por el cual los polvos cerámicos son consolidados dentro de una cavidad de forma predeterminada a través de la aplicación de presión actuando en dirección uniaxial, la fuerza de compactación es aplicada general y solamente en la dirección vertical por pistones mecánicos o hidráulicos contraactantes, en el intervalo de presiones entre 20 y 300 MPa, comúnmente se utilizan bajas presiones en materiales base arcilla, mientras que para cerámicos de alta tecnología se requieren presiones altas; la mayoría de las formas cerámicas se consolidan por ésta técnica [10]. En la figura 2.2 se presenta un diagrama esquemático que muestra las principales fases de compactación.

La operación de quemado cumple una función mas bien de enlace, donde un componente sirve como unión entre los granos grandes, ya sea por reacción de alguno de los componentes de la arcilla, generándose una pequeña cantidad de líquido el cual sirve de unión vítrea al enfriarse o por descomposición de un enlace de carbonatos para formar un enlace carbono. Esta ruta de obtención, proporciona una microestructura complicada, a menudo con amplia porosidad, lo cual le confiere las propiedades típicas de este tipo de productos.

En la figura 2.3 se muestra en un diagrama esquemático idealizado la microestructura quemada, la cual está compuesta de granos grandes, granos de relleno (*filler*) y la fase de enlace (matriz) y se compara con la microestructura típica presentada por un cerámico de ingeniería.

El proceso de sinterizado se puede dar en varias formas: sinterizado en estado sólido (SSS), sinterizado en fase líquida (SFL), sinterizado en flujo viscoso (SFV) y sinterizado por vitrificación, donde el proceso está en función de la interrelación entre los sólidos, líquidos y la porosidad, como se muestra en el diagrama de la fig. 2.4.

El sinterizado en estado sólido comprende solamente sólidos y poros, corresponde a la línea del lado derecho de la figura 2.4. El sinterizado en fase líquida mezcla los tres componentes pero se concentra en la esquina sólida debido a que la mayoría de los componentes están en fase sólida (<20% líquido). El sinterizado en flujo viscoso involucra solamente líquido y poros y el sinterizado por vitrificación utiliza mucho mayor contenido de líquido que el sinterizado en fase líquida (>20%).

Ahora bien, el proceso convencional de manufactura de refractarios requiere, como se mencionó anteriormente, el quemado de las mezclas

granulares; pero, si las temperaturas de quemado aumentan hasta el punto de fusión de la masa y, si esta masa fundida se vacía en moldes, (similar al vaciado en metales) la densidad de los productos será mayor. A los productos resultantes de este proceso se les conoce como refractarios electrofundidos.

Cuando la pieza fue vaciada se presenta la cristalización y finalmente se tratan térmicamente para relevar esfuerzos y evitar así la formación de grietas. La fusión se efectúa en hornos de arco eléctrico a temperaturas de 1900 a 2200^oC, el vaciado se realiza en dos o tres minutos para piezas de aproximadamente un metro cúbico, el tratamiento térmico se lleva a cabo en temperaturas de 900 a 1000^oC disminuyéndolas en dos días hasta 250^oC. Las principales aplicaciones de los refractarios electrofundidos es en los hornos para la producción de vidrio.

2.3 Físico-Química de Cerámicos

Como se definió anteriormente, cerámico es aquel material compuesto tanto de óxidos metálicos como no metálicos, además se caracterizan por tener enlaces iónicos o covalentes, aunque existen los cerámicos con enlaces del tipo Van der Waals y metálicos, no son muy comunes.

Una característica particularmente importante es la naturaleza no direccional del enlace iónico, comparada con la naturaleza direccional del covalente, esto indica que en los cerámicos de enlace iónico la atracción electrostática es igualmente favorable en todas las direcciones y no promueve por si misma una geometría de enlace local. En contraste, las geometrías de los cerámicos con enlace covalente están restringidas por la configuración orbital electrónica.

En la Tabla 2.2 se presentan los tipos de estructuras y coordinaciones presentadas por algunos cerámicos, los cuales cristalizan en estructuras compactas mayoritariamente, partiendo básicamente de las redes cúbica centrada en las caras (CCC) y hexagonal compacta (HC), donde los iones de mayor tamaño (usualmente los aniones) forman la estructura compacta y los iones de menor tamaño ocupan los sitios intersticiales.

A menudo se encuentra que el anión será el oxígeno, ya que muchos cerámicos importantes son óxidos, pero este anión puede también ser un halógeno (F, Cl, Br, Y), un ion nitrógeno o un ion de azufre. En el caso de los cationes con número atómico grande (como el circonio y el uranio) los cationes son de mayor tamaño que los iones oxígeno, por lo que la estructura será un arreglo compacto de cationes con los iones oxígeno insertados en los sitios intersticiales.

Estructura del cloruro de sodio.

Esta estructura consiste en una red aniónica CCC en la cual todos los sitios octaédricos están ocupados por cationes. Así que hay cuatro aniones y cuatro cationes en cada celda unitaria. Este arreglo particular de los iones asegura que el número de coordinación tanto del sodio como del cloro sea 6, y que la carga eléctrica quede balanceada. Muchos cerámicos, incluyendo el MgO, CaO y el FeO, tienen esta estructura. La figura 2.5 muestra la estructura del cloruro de sodio. Los iones cloruro están ubicados en los vértices normales CCC y los iones sodio en las aristas y centro del cubo.

Estructura de la fluorita.

Esta estructura es CCC, con aniones localizados en la totalidad de las posiciones tetraédricas. De modo que hay cuatro cationes y ocho aniones por

celda y el compuesto cerámico debe tener la fórmula AX_2 , como en la fluorita de calcio, CaF_2 , o ZrO_2 (fig. 2.6). El número de coordinación de los iones de calcio es 8, pero el de los iones del flúor es 4

Los óxidos con esta estructura, particularmente el ZrO_2 , UO_2 y CeO_2 tienen gran importancia tecnológica, tanto en aplicaciones estructurales como eléctricas y químicas. Es una estructura común para compuestos binarios en donde los cationes son lo suficientemente grandes de modo que se prefiere la coordinación octaédrica.

Corindón

Es el ejemplo más importante de un óxido basado en una estructura hexagonal compacta con los sitios octaédricos ocupados, se basa en el apilamiento hexagonal compacto de los iones oxígeno con $2/3$ partes de los sitios octaédricos ocupados. En la figura 2.7 se presenta su estructura.

La estructura de corindón se nombra así por el compuesto Al_2O_3 , también denominado comúnmente como α -alúmina o zafiro. Los cationes, basados en la estequiometría 2:3 catión:anión tienen una coordinación octaédrica y pueden ocupar dos terceras partes de los sitios disponibles.

Estructuras complejas de óxido (Perovskita).

Algunas cerámicas iónicas complejas, se basan en un sistema cúbico en el que se localizan más de dos tipos de iones en la celda unitaria. En estas estructuras, tanto la posición octaédrica como la tetraédrica están parcial o completamente ocupadas por iones.

La estructura cristalina del circonato de calcio es del tipo Perovskita, en la cual los iones Ca^{2+} y O^{2-} se combinan para formar una estructura cúbica compacta con los iones Zr^{4+} en los intersticios octaédricos. La estructura se ilustra en la figura 2.8 donde cada O^{2-} está rodeado por cuatro Ca^{2+} . En el centro de la celda unitaria cúbica centrada en las caras, el Zr^{4+} está octaédricamente coordinado a seis O^{2-} .

Estructura Espinel

La estructura espinel se basa en una super-red de iones oxígeno compactados en una estructura CCC con sólo una fracción de sitios octaédricos y tetraédricos ocupados. Los compuestos con estequiometría AB_2O_4 en los cuales los cationes A y B son bivalentes y trivalentes, respectivamente, se encuentran con estructuras tipo espinel.

La celda unitaria de espinel (fig. 2.9) contiene ocho subceldas CCC de oxígeno en un arreglo cúbico. La mitad de los sitios octaédricos y 1/8 de los sitios tetraédricos están ocupados. En un espinel normal (AB_2O_4) tal como MgAl_2O_4 los cationes Al^{+3} ocupan una mitad de los sitios octaédricos y los cationes Mg^{+2} ocupan 1/8 de los sitios tetraédricos. Cuando el 50% de los cationes B son intercambiados con los cationes A, el arreglo se transforma en $\text{B}[\text{AB}]\text{O}_4$, este tipo de estructura se conoce como espinel inverso.

La mayoría de los espineles ya sean normales o inversos tienen cierto grado de desorden en el intercambio de los cationes A^{2+} y B^{3+} , normalmente se encuentran como una solución sólida entre una forma ideal (ya sea normal o inverso) y un espinel desordenado en el cual la ocupación de los sitios es completamente al azar. El mineral de MgAl_2O_4 forma una estructura espinel normal altamente ordenada, en contraste con el MgAl_2O_4 sintético, cuyas temperaturas altas de cristalización y rapidez de enfriamiento, provocan

cierto grado de desorden. El espinel aluminato de magnesio es un compuesto altamente refractario de utilidad estructural. Los cerámicos de estructura espinel más importantes comercialmente podrían utilizarse como ferritas magnéticas suaves, empleadas en una amplia gama de aplicaciones tales como inductores, corazones de transformadores y cabezas de escritura/lectura para medios de almacén magnético.

Grafito.

El grafito es una de las estructuras cristalinas del carbono, es considerado algunas veces como un material cerámico, aunque está formado por átomos de un solo elemento (carbono) y no es una combinación de un metal y un no metal.

El grafito tiene estructura hexagonal tipo laminar como se muestra en la Figura 2.10, de apilamiento "ababa", y la distancia entre capas es considerablemente mayor (6.7×10^{-10} m.) que la distancia interatómica dentro de una capa (1.42×10^{-10} m.). Las capas se unen por fuerzas Van der Waals y el arreglo hexagonal de átomos por enlaces covalentes.

Esta forma alotrópica del carbón es una sustancia negra, brillante, blanda y al tacto es semejante al talco, que se presenta en escamas o láminas cristalinas levemente adheridas entre sí y que resbalan unas sobre otras.

El grafito tiende a oxidarse rápidamente a altas temperaturas. Debido a su peculiar estructura cristalina, se puede esperar que los efectos de radiación en el grafito difieran marcadamente de las otras redes más simétricas. La estructura anisotrópica naturalmente generará propiedades físicas altamente anisotrópicas.

2.3.1 Sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$

Tanto la alúmina (Al_2O_3) como el óxido de magnesio (MgO) son considerados como materiales estructurales, de alta dureza, baja ductilidad, alta expansión térmica, baja conductividad eléctrica y alta conductividad iónica.

En la fig. 2.11 se muestra el diagrama termodinámico del sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ donde se presentan las diferentes fases termodinámicamente estables. La zona de la fase espinel alúmina-magnesio (MgAl_2O_4) se obtiene a partir del 40 hasta el 60% en peso molar de MgO a temperaturas desde 1400°C hasta 2200°C dependiendo de la razón de mezcla de $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$.

El análisis termodinámico para una razón estequiométrica 1:1 molar de $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ de acuerdo a la siguiente reacción:



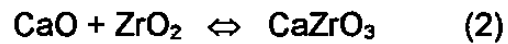
a una temperatura de 2135°C , da como resultado un calor estándar de reacción de 2244.14 kJ/mol . Si en esta reacción se parte de MgCO_3 , en lugar de MgO , se tendría un calor estándar de reacción de 2361.139 kJ/mol .

2.3.2 Sistema CaO-ZrO_2

El ZrO_2 está considerado como un material estructural cuyas propiedades de alta resistencia al desgaste y a la corrosión, aunado a sus propiedades de refractariedad, lo clasifican como un material idóneo en la industria vidriera, el compuesto CaZrO_3 es un material actualmente estudiado

en la industria refractaria [12] debido al alto costo que representa la utilización de ladrillos 100% ZrO_2 .

En la figura 2.12 se muestra el diagrama termodinámico de este sistema en donde se observa que el $CaZrO_3$ en solución sólida se presenta exactamente en 50% en peso molar de CaO , de acuerdo a la siguiente reacción estequiométrica:



y el análisis termodinámico para ésta reacción en condiciones estándar, de un calor de formación estándar de 1705.39 kJ/mol. Si se parte de $CaCO_3$ en lugar de CaO se tendría un calor de formación estándar de 1884.8 kJ/mol.

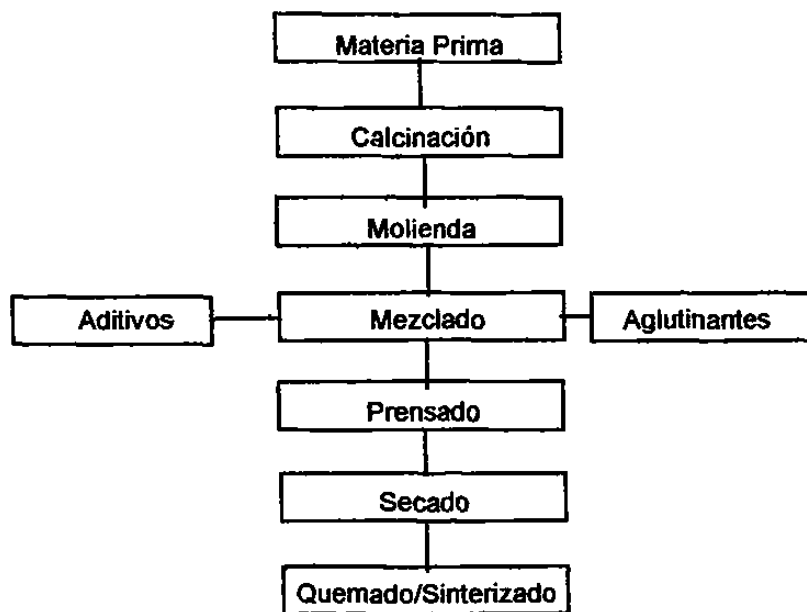


Fig. 2.1 Esquema del proceso de obtención de materiales cerámicos.

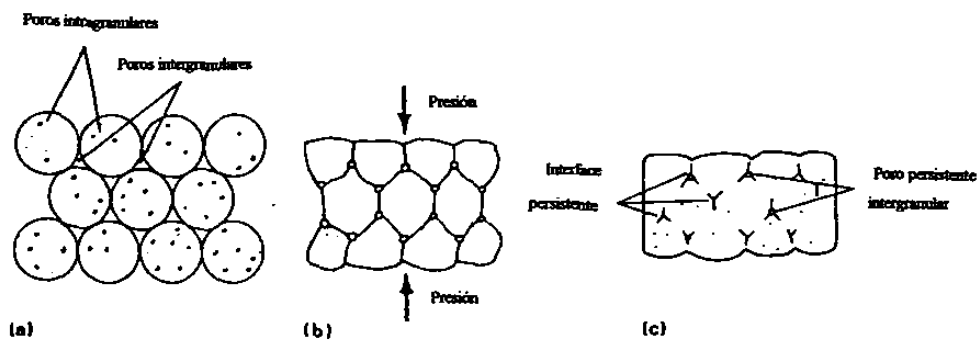


Fig. 2.2 Las tres fases de compactación para el aglomerado de polvos, a) gránulos esféricos empacados, b) gránulos empacados deformados, c) pieza presionada. [10]

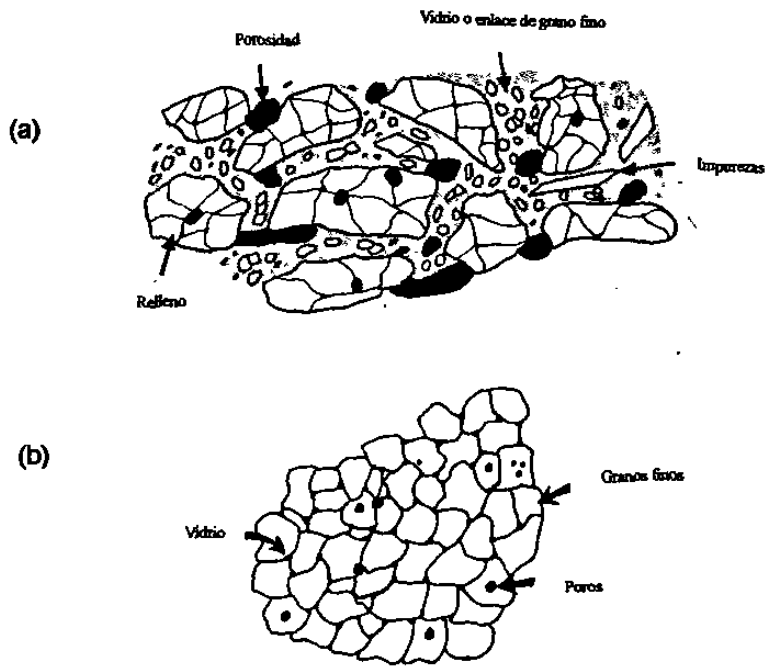


Fig. 2.3.- Microestructuras típicas de (a) un refractario y (b) un cerámico [7].

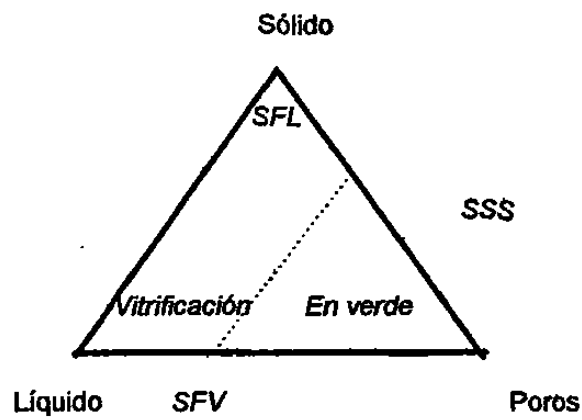


Fig. 2.4 Diagrama de interrelación sólido-líquido-porosidad

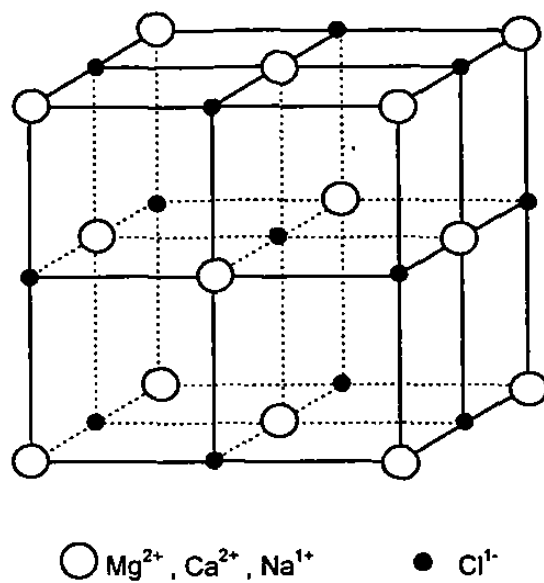


Fig. 2.5. Estructura cristalina del cloruro de sodio (NaCl)

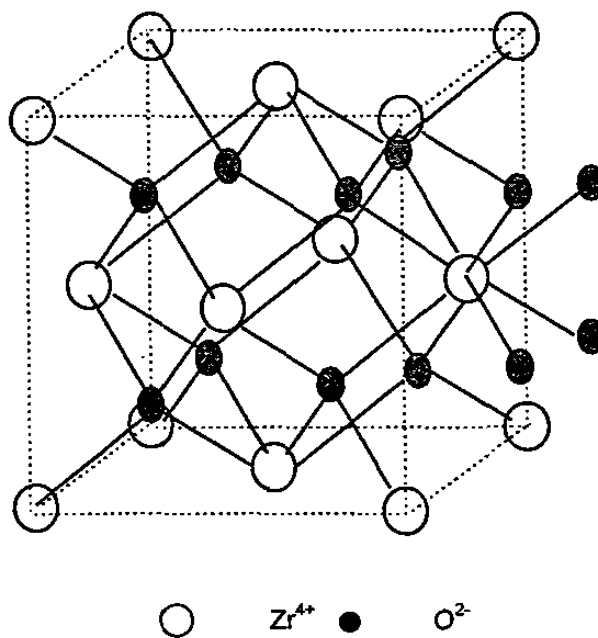


Fig. 2.6. Estructura Fluorita

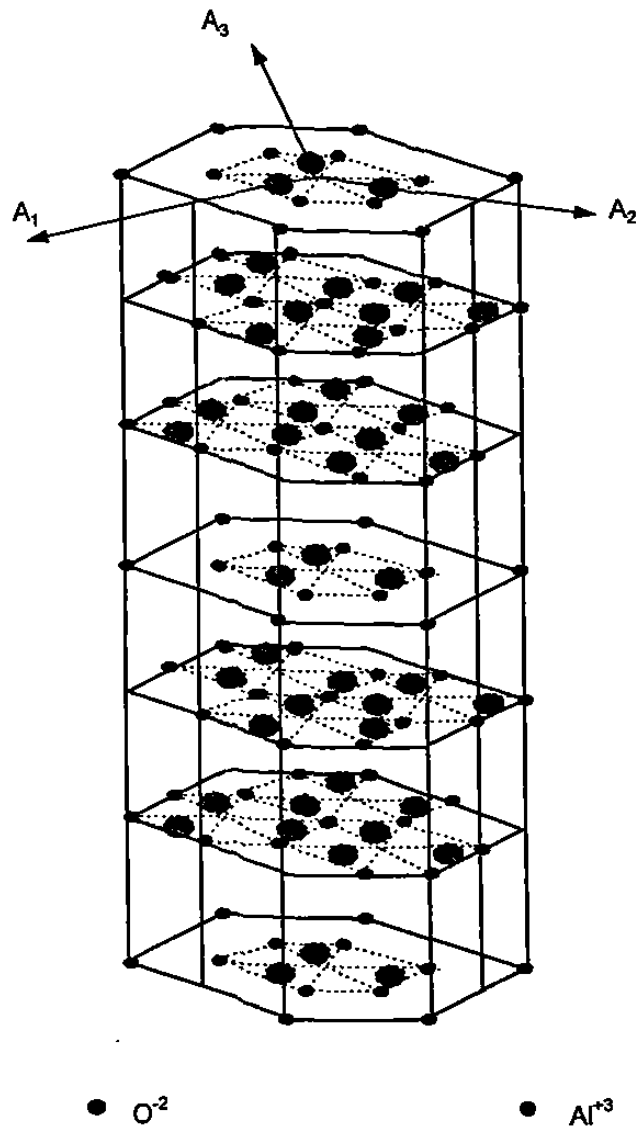


Fig.2.7 Celda unitaria del corindón (Al_2O_3). Los ejes A_n responden a los vectores de la base hexagonal.

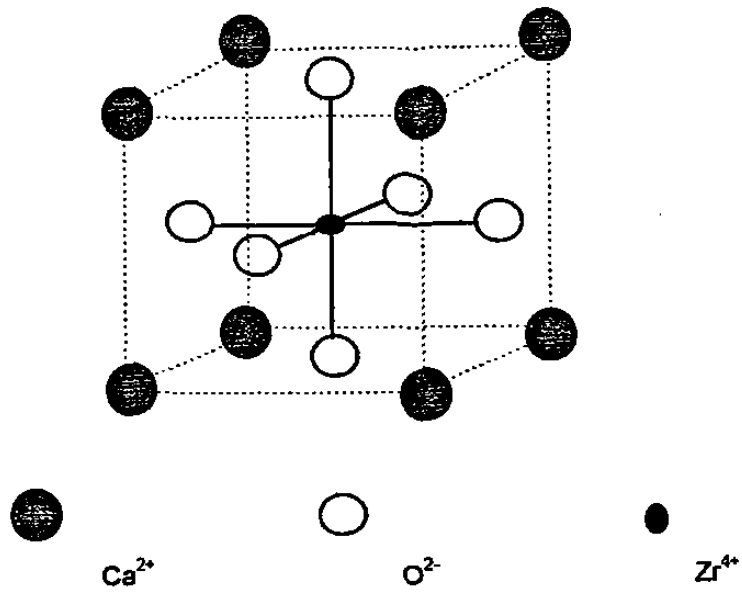


Fig. 2.8. Estructura cristalina perovskita.

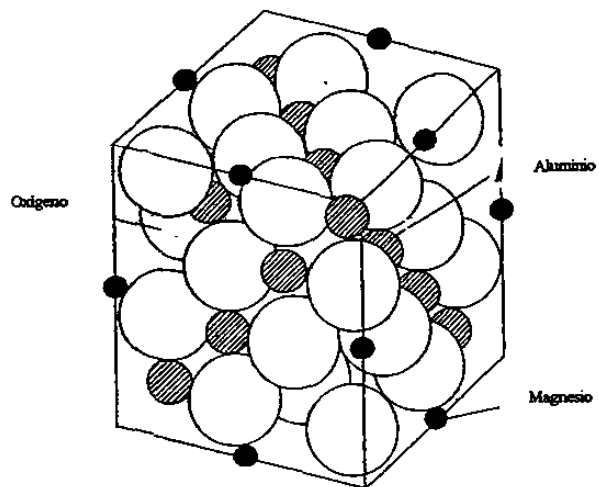


Fig. 2.9 Estructura cristalina tipo espinel [7].

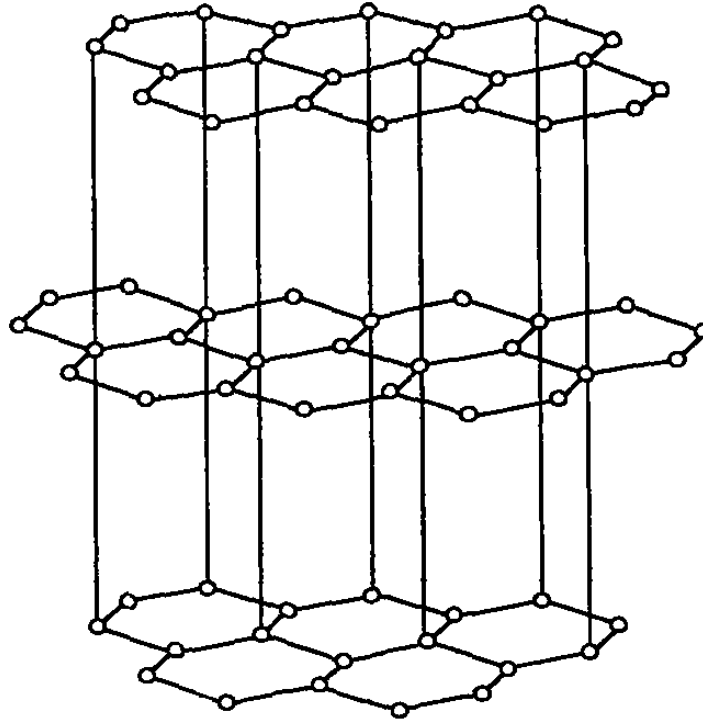


Fig. 2.10. Estructura hexagonal (pero no HC) del grafito cristalino.

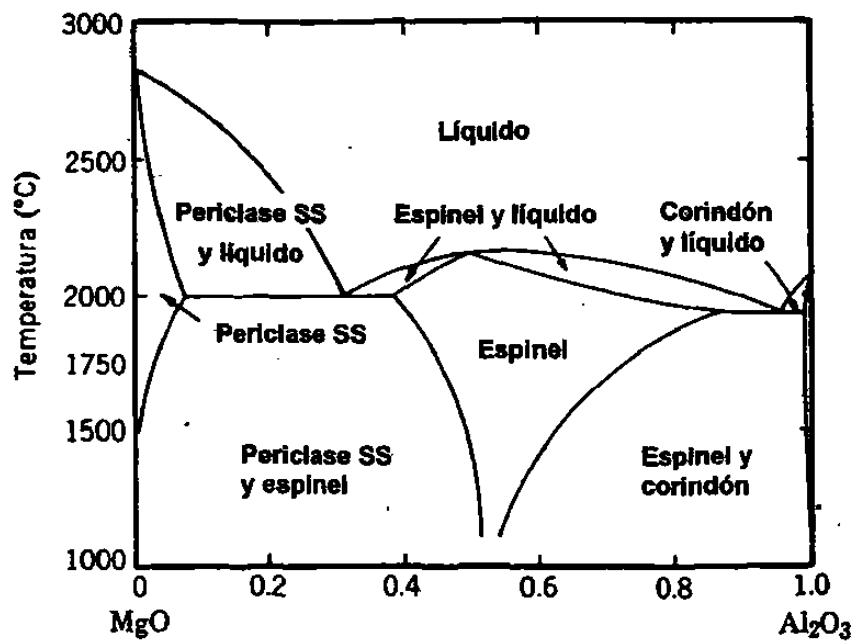


Fig. 2.11 Diagrama termodinámico de fases MgO-Al₂O₃ [11]

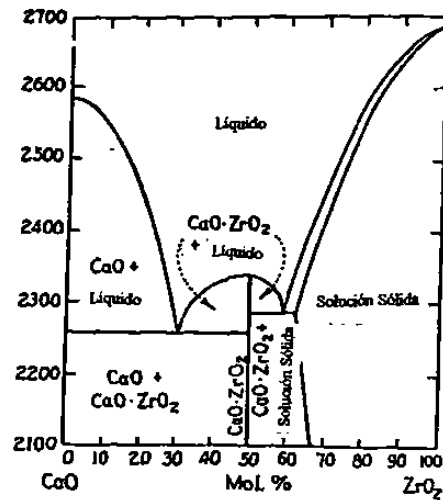


Fig. 2.12 Diagrama termodinámico de fases CaO-ZrO₂ [13]

Tabla 2.1

Algunos minerales naturales utilizados como materia prima para los cerámicos [7].

Mineral	Fórmula	Principales depósitos
Arcilla quemada (Caolinita)	$[Al_2Si_2O_5(OH)_4]_2$	Abundante
Arcilla brillante (Caolinita + diaspore)	$[Al_2Si_2O_5(OH)_4]_2 + Al_2O_3 \cdot H_2O$	S. Africa, USA, Israel
Cuarzo (ganister)	SiO ₂	Abundante
Bauxita	Al(OH) ₃ + AlO.OH	Guyana, China
Kyanita	Al ₂ SiO ₅	USA, India
Andalucita	Al ₂ SiO ₅	S. Africa, Francia
Sillimanita	Al ₂ SiO ₅	India, S. Africa
Magnesita	MgCO ₃	Rusia, China
Dolomita	CaCO ₃ ·MgCO ₃	Abundante
Cromita	(Fe,Mg)O·(Cr,Al,Fe) ₂ O ₃	S. Africa, Filipinas
Circón	ZrSiO ₄	Australia, India, S. Africa
Grafito	C	China, Noruega

Tabla 2.2

Tipos de estructuras y coordinaciones normalmente presentadas por los cerámicos [7].

Empacamiento aniónico	No. de coord. de M y O	Sitios por cationes	Nombre de la Estructura	Ejemplo
Cúbica compacta	6:6 M:O	todos los octaédricos	Sal de roca	NaCl, KCl, LiF, MgO, CaO, SrO, BaO, CdO, VO, MnO
Cúbica simple	8:4 MO ₂	½ cúbica	Fluorita	ZrO ₂
Hexagonal compacta	6:4 M ₂ O ₄	2/3 oct.	Corindón	Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃
Cúbica compacta	12:6:6 ABO ₃	¼ oct. (B)	Perovskita	BaTiO ₃ , CaZrO ₃
Cúbica compacta	4:6:4 AB ₂ O ₄	1/8 tet. (A) ½ oct. (B)	Espinel	MgAl ₂ O ₄
Cúbica compacta	4:6:4 B(AB)O ₄	1/8 tet. (A) ½ oct. (B)	Espinel (inverso)	Mg ₃ O ₄ , Fe ₃ O ₄

Capítulo 3

Microondas

3.1 Introducción

El entendimiento teórico de los parámetros de control en un proceso es básico para inferir sobre el comportamiento y posible respuesta de las líneas de acción, es por ello que en el presente capítulo se hace una revisión de la interacción de la radiación con la materia definido como espectroscopía, haciendo énfasis en microondas.

3.2 Ondas Electromagnéticas

Cuando se lanza una piedra en un estanque, se ve una perturbación ondulatoria en el agua contenida en él, en donde:

- se propaga energía a puntos distantes y,

- la perturbación viaja a través del medio sin desplazarlo en la dirección de su movimiento.

En una onda electromagnética la perturbación consiste en un campo eléctrico y uno magnético oscilantes senoidalmente (Fig. 3.1). Las ondas electromagnéticas cubren un intervalo enorme de longitudes de onda (λ) y frecuencias (ν). Comúnmente, se consideran desde $\lambda = 10^3$ m hasta $\lambda=10^{-12}$ m. Debido a este amplio espectro de radiaciones y a las diferentes aplicaciones de acuerdo con sus frecuencias, se acostumbra clasificar a las ondas electromagnéticas en diversos grupos.

Ondas de radiofrecuencia:

Tienen longitudes de onda desde varios kilómetros hasta 0.3 m. Sus frecuencias varían desde unos cuantos kHz hasta 10^9 Hz. Estas son las ondas que se emplean en transmisiones de televisión y radio; son generadas electrónicamente, mediante circuitos donde oscila la corriente.

Microondas:

El intervalo de longitudes de onda va desde 0.3 hasta 10^{-3} m. El intervalo de frecuencia es de: 10^9 Hz hasta 3×10^{11} Hz. Estas ondas también son designadas como de ultra alta frecuencia (UHF) y son producidas mediante dispositivos electrónicos. Se emplean en radares y otras formas de telecomunicación y permiten el estudio del movimiento rotacional de las moléculas.

Infrarrojo:

El intervalo de longitudes de onda va desde 10^{-3} hasta 7.8×10^{-7} m, con un intervalo de frecuencias desde 3×10^{11} hasta 4×10^{14} Hz. Esta radiación es producida por cuerpos calientes. Permiten el estudio de los movimientos vibracionales de las moléculas. Por comodidad se le acostumbra subdividir en:

- infrarrojo lejano: λ de 10^{-3} a 3×10^{-5} m
- infrarrojo medio: λ de 3×10^{-5} a 3×10^{-6} m
- infrarrojo cercano: λ de 3×10^{-6} m a 7.8×10^{-7} m.

Visible:

Lo constituye la radiación dentro de un pequeño intervalo de longitudes de onda, que pueden ser detectadas por la retina humana. El intervalo de longitudes de onda es de 7.8×10^{-7} hasta 3.8×10^{-7} m. Con frecuencias que van desde 4×10^{14} hasta 8×10^{14} Hz. Esta radiación se produce por cambios en los estados atómico y molecular principalmente, debidos a rearrreglos electrónicos de baja energía. La importancia del estudio de este tipo de radiación es obvia. La óptica se encarga de buena parte de su estudio. La sensación producida en la retina se interpreta en el cerebro como color, el que varía de acuerdo con la longitud de onda.

- rojo: $\lambda = 7.8 - 6.22 \times 10^{-7}$ m., $\nu = 3.84 - 4.82 \times 10^{14}$ Hz
- naranja: $\lambda = 6.22 - 5.97 \times 10^{-7}$ m., $\nu = 4.82 - 5.03 \times 10^{14}$ Hz
- amarillo: $\lambda = 5.97 - 5.77 \times 10^{-7}$ m., $\nu = 5.03 - 5.20 \times 10^{14}$ Hz
- verde: $\lambda = 5.77 - 4.92 \times 10^{-7}$ m., $\nu = 5.20 - 6.10 \times 10^{14}$ Hz
- azul: $\lambda = 4.92 - 4.55 \times 10^{-7}$ m., $\nu = 6.10 - 6.59 \times 10^{14}$ Hz
- violeta: $\lambda = 4.55 - 3.8 \times 10^{-7}$ m., $\nu = 6.59 - 7.89 \times 10^{14}$ Hz

Ultravioleta:

Se trata de ondas cuyo intervalo de longitud de onda va desde 3.8×10^{-7} hasta 10^{-9} m y frecuencias desde 8×10^{14} hasta 3×10^{17} Hz. Las descargas eléctricas producidas sobre átomos o moléculas son una fuente de esta radiación. Permite el estudio de las transiciones electrónicas de energía media en sistemas atómicos o moleculares. Gran parte de la radiación ultravioleta proveniente del sol que alcanza la tierra se absorbe por las capas más altas de la atmósfera produciendo iones (de ahí el nombre de ionosfera). A pesar de

ello, cierta proporción alcanza la superficie terrestre, la que es responsable de las quemaduras producidas por el sol.

Rayos X:

Son ondas cuyo intervalo de longitudes de onda varia desde 10^{-9} hasta 6×10^{-12} m. y con un intervalo de frecuencias de 3×10^{17} hasta 5×10^{19} Hz. Esta radiación fue descubierta en 1895 por Wilhelm Conrad Roentgen (1845-1923) y es proveniente de los electrones más cercanos a los núcleos atómicos. Sus aplicaciones en medicina son ampliamente conocidas, aunque debe tomarse en cuenta que sólo son factibles breves exposiciones a esta radiación, pues una exposición prolongada puede destruir completamente los tejidos o provocar lesiones genéticas de consecuencias irreversibles.

Rayos γ :

En general se acostumbra definir a esta radiación en un intervalo de 1×10^{-10} hasta por debajo de 10^{-14} m. y con frecuencias que van desde 3×10^{18} hasta 3×10^{22} Hz. Esta radiación es producto de procesos nucleares. La absorción de este tipo produce excitación y transformaciones en los núcleos. Se le conoció como producto del decaimiento radiactivo de ciertos núcleos inestables.

3.3 Espectroscopía

El hecho de que la energía térmica puede transferirse en forma radiante es un fenómeno común para cualquiera que haya observado un calentador o una parrilla eléctrica, aún cuando haya vacío entre el objeto caliente y el receptor, de tal forma que la energía térmica no puede haber sido transferida ni por conducción, ni por convección. A éste fenómeno, espectroscopía, se le conoce como emisión y absorción de radiación electromagnética.

Cualquier sólido absorbe cierta fracción a_λ de la radiación de cierta longitud de onda λ que incide sobre su superficie y refleja el resto, a_λ se conoce como el coeficiente de absorción del sólido y depende del material en cuestión y las características de su superficie.

Pues bien, el teorema de Kirchhoff de 1860 indica que el cociente

$$\frac{E_\lambda}{a_\lambda} = J(\lambda, T) \quad (3)$$

donde $J(\lambda, T)$ conocida como potencia emisiva de la longitud de onda λ a la temperatura T , no depende en absoluto de las características del cuerpo emisor.

En 1879 Josef Stefan sugirió, a partir de datos obtenidos, que la energía total irradiada por cuerpos calientes es proporcional a la cuarta potencia de la temperatura, cinco años después Ludwig Boltzmann demostró que $J_r = \sigma T^4$ era cierta sólo para el cuerpo negro.

De acuerdo a los estudios experimentales presentados por Wienn, quien determinó una relación que representaba los datos experimentales obtenidos por un grupo de científicos en la materia aproximadamente en el año de 1900 concluyó que los distintos sólidos presentan diferentes velocidades de emisión de radiación a la misma temperatura

En 1860, Gustav Robert Kirchhoff demostró un teorema sobre la energía absorbida y emitida por los cuerpos y lanzó un reto a los científicos de su tiempo, la respuesta fue proporcionada por Max Planck en 1900 quien dio origen a la teoría cuántica.

Ahora bien, como se refirió anteriormente, en espectroscopía se estudia la absorción y emisión de radiación electromagnética por la materia, donde, la serie de frecuencias absorbidas por una muestra es su espectro de absorción y las frecuencias emitidas constituyen el espectro de emisión. Un espectro de líneas comprende sólo frecuencias discretas y un espectro continuo comprende un intervalo continuo de frecuencias. Así, se tiene que un sólido calentado emite normalmente un espectro de emisión continuo y un gas calentado, que no esté a una presión muy alta, emite un espectro de líneas, correspondiente a las transiciones entre los niveles de energía permitidos cuánticamente de las moléculas individuales del gas.

Cuando una muestra de moléculas se expone a la radiación electromagnética, el campo eléctrico de la radiación ejerce una fuerza variable con el tiempo sobre las cargas eléctricas (electrones y núcleos) de cada molécula. Para tratar la interacción entre la radiación y la materia se utiliza la teoría de la mecánica cuántica, en particular la ecuación de Schrödinger dependiente del tiempo.

El tratamiento mecánico-cuántico muestra que una molécula en el estado estacionario m que es expuesta a la radiación electromagnética puede absorber un fotón de frecuencia ν y originar una transición a un estado de energía superior n si la frecuencia de radiación cumple $E_n - E_m = h\nu$, donde h es la constante de Planck. Esto es la emisión espontánea de radiación.

Exponiendo una molécula en el estado n a radiación electromagnética cuya frecuencia cumpla $E_n - E_m = h\nu$, aumentará la probabilidad de que la molécula experimente una transición al estado inferior m , con emisión de un fotón de frecuencia ν . La emisión debida a la exposición a la radiación electromagnética se denomina emisión estimulada.

Los estados electrónicos de una molécula están más ampliamente espaciados que los estados vibracionales, los cuales, a su vez, están más ampliamente espaciados que los rotacionales. Las transiciones entre estados electrónicos moleculares corresponden a absorción en las regiones del ultravioleta y visible, las transiciones vibracionales corresponde a la absorción en la región de infrarrojo y las transiciones rotacionales corresponden a la absorción en la región de microondas [15].

La energía de la radiación absorbida se disipa corrientemente por colisiones intermoleculares en forma de energía traslacional, rotacional y vibracional de las moléculas, aumentando por tanto, la temperatura de la muestra.

Así, se tiene que la densidad de potencia $P_v = \sigma E^2$, la cual se libera sobre una unidad de volumen del material debida a la absorción de la energía electromagnética, es una de las características más generales de la interacción campo-materia. Sin embargo, esta característica está lejos de ser completa y los resultados de la interacción dependen, entre otros, a la partición de energía absorbida entre varios subsistemas que conforman la materia. Cada subsistema se especifica por su propia capacidad de excitarse por el campo electromagnético y llegar al estado de equilibrio.

Una consecuencia directa de la acción del campo electromagnético sobre el material es la excitación de un estado de desequilibrio relacionado con el movimiento ordenado de partículas cargadas libres o de enlace. Generalmente, la relajación de este estado al de equilibrio termodinámico es un complejo proceso de multifases.

Usualmente, la relajación más rápida se relaciona con el movimiento de cargas (es decir, la extinción de la corriente eléctrica si hay un subsistema de

cargas libres en la materia) o la relajación de polarización en el subsistema de cargas de enlace.

El segundo proceso más lento es la transición al equilibrio termodinámico local debido a la relajación de las perturbaciones de la distribución de la energía de Boltzmann.

Finalmente, el proceso más lento es el intercambio térmico que restaura el equilibrio en todo el volumen de la muestra. De acuerdo a los conocimientos de cinética química, este proceso sería el gobernante de la reacción.

Bajo la acción continua de radiación electromagnética, un cierto nivel de excitaciones de desequilibrio se desencadenan en la materia y la energía almacenada en cada tipo de excitación de desequilibrio es proporcional a su tiempo de relajación.

Los procesos térmicamente activados son gobernados por la dinámica del espacio-tiempo de un campo de temperaturas, el cual depende a su vez de la distribución de fuentes de calor.

En este sentido, el calentamiento con fuentes dispersas en todo el volumen (calentamiento volumétrico) es notablemente diferente del calentamiento convencional.

Según Andrei Gaponov [16], se deben de cumplir ciertas condiciones para tener un calentamiento volumétrico efectivo.

1. Calentamiento Intensivo. De acuerdo a la relación para la densidad de potencia absorbida $P_v = \sigma E^2$, la conductividad del material σ no debe ser nula.

2. Calentamiento Interno. Las dimensiones de la muestra no deben exceder la profundidad de penetración (que depende de las propiedades del material) del campo electromagnético dentro de la muestra.

3. Calentamiento Efectivo. Es deseable tener una fracción importante del total de la potencia absorbida en la muestra que será calentada.

Naturaleza del calentamiento de microondas

Los materiales responden al procesamiento de microondas a través de varios mecanismos [1,2,16,17]. Entre ellos se encuentran, como se mencionó anteriormente: rotación dipolar, o bien calentamiento resistivo, calentamiento electromagnético y calentamiento dieléctrico. Dependiendo de la sustancia, la respuesta puede ser exclusivamente de un mecanismo o una combinación de ellos.

La rotación dipolar trabaja sobre moléculas polares eléctricamente neutras [17] con cargas eléctricas positivas y negativas espacialmente separadas. Las moléculas expuestas al campo responden rotando sus respectivos polos en la dirección del incremento de la amplitud del campo de microondas (Fig. 3.2). La fricción molecular resultante genera calor instantánea y uniformemente a través del compuesto.

El calentamiento resistivo se provoca en conductores (o semiconductores) con resistividades relativamente altas. Hay dos subcategorías de materiales con alta resistividad que pueden experimentar este tipo de calentamiento cuando se exponen a energía de microondas [16]:

1. Aquellos materiales que tienen electrones libres o pares de electrón-vacancia. Ejemplos de estos materiales son: el carbón, el carburo de silicio y el silicio grado conductor.
2. Aquellos materiales que tienen un contenido iónico en el cual los iones tienen suficiente libertad de movimiento para generar suficiente corriente. Ejemplos de estos materiales son átomos cargados o radicales en soluciones electrolíticas o en matrices sólidas.

El calentamiento electromagnético ocurre en los materiales que poseen altas propiedades de susceptibilidad magnética y son expuestos a la energía de microondas. Los polos magnéticos de estos materiales se hacen rotar de una manera análoga a las moléculas polares en campos eléctricos oscilantes. Ejemplos de estos materiales son los óxidos magnéticos.

El calentamiento dieléctrico es una función de rotación dipolar y calentamiento resistivo. Efectos de relajación con los voltajes cargados asociados con el campo de microondas, determinan las propiedades dieléctricas y el factor de pérdida dieléctrico ($\epsilon_r \tan\delta$, donde ϵ_r es la permitividad relativa y $\tan\delta$ es el factor de disipación, siendo el ángulo δ una medida de la pérdida de potencia del dieléctrico [18]).

El mecanismo de calentamiento mas común en un material sometido a un campo de microondas es la polarización, matemáticamente este proceso se puede estudiar haciendo una analogía del átomo y sus electrones con una masa y un resorte, de tal forma que para inducirle el máximo de energía es necesario ponerlo 90° fuera de fase, así, si la fuerza motriz es una función coseno, la oscilación tendrá una funcionalidad seno en resonancia y una funcionalidad adicional coseno a frecuencias mayores o menores de la resonancia.

Ahora bien, se sabe que las propiedades dieléctricas de los materiales son función de la temperatura, y se ha encontrado [19] que en general, el incremento en constantes dieléctricas con la temperatura se debe principalmente a un incremento en polarizabilidad debido a la expansión volumétrica, el bajo valor del factor de pérdida a temperatura ambiente en los cerámicos con bajo nivel de absorción, probablemente es causado por impurezas de las fases cristalinas primarias y secundarias en las uniones de grano y a lo largo de las fronteras de grano, donde el rápido incremento en $\tan\delta$ con el incremento en temperatura comúnmente observado en cerámicos policristalinos se asocia con un suavizamiento de fases amorfas intergranulares resultando en un incremento localizado en conductividad eléctrica.

3.4 Ingeniería de Microondas

La Ingeniería de microondas marca sus inicios en la Segunda Guerra Mundial con el desarrollo del radar y, como sucedió en muchos avances científicos, la utilización de microondas como fuente calor se propicia de manera accidental [20]. En la actualidad se cuenta con avanzada tecnología de microondas para el procesamiento de materiales pero la mayoría a nivel laboratorio.

Uno de los dispositivos más populares para generar microondas a niveles de potencia y frecuencia requeridos es el magnetrón, cuyos principales componentes son: el ánodo, un cátodo emisor de electrones calentado por un filamento, magnetos permanentes o electromagnetos y cavidades resonantes.

El cátodo caliente emite electrones, los cuales son acelerados desde el cátodo al ánodo por medio de una diferencia de potencial aplicado. El campo magnético provoca que los electrones atraviesen una fase circular a través de las cavidades resonantes dentro del tubo. Las cavidades son de tal tamaño que

causan una densidad de nubes alternantes de electrones que dan vueltas a través del interior del tubo. El tubo está construido de tal forma que la frecuencia natural de esta nube alternante corresponde con la frecuencia de salida deseada. Las oscilaciones de las nubes alternantes causan una corriente generada en una punta inmersa en el tubo de microondas y extendiéndose hasta la guía de onda. Esta corriente genera entonces un campo electromagnético. El campo se propaga a través de la guía de onda a un aplicador donde es absorbida y reflejada por la carga.

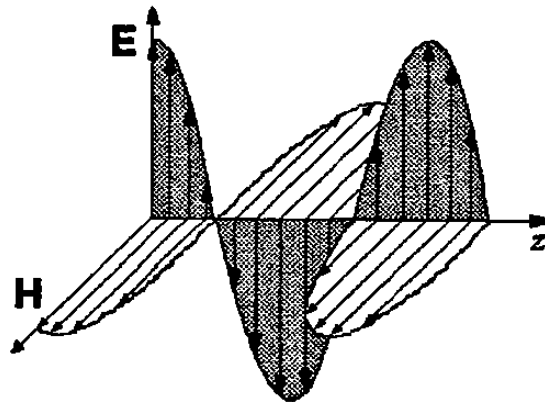


Fig. 3.1 Una onda plana en la que se muestran los vectores E y H, la onda se mueve en la dirección z [14].

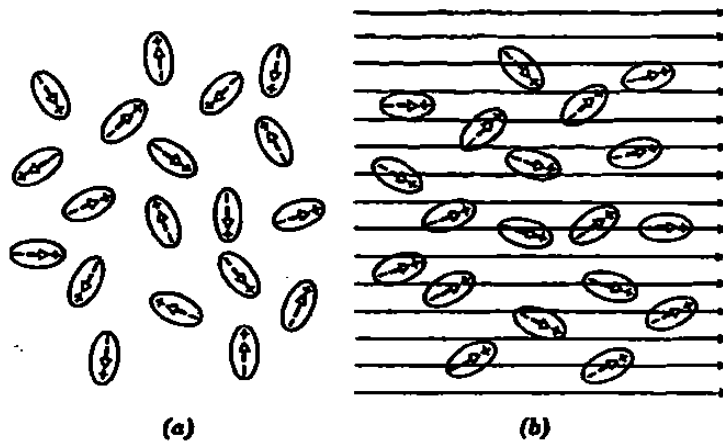


Fig. 3.2 (a) Moléculas con momentos dipolares eléctricos permanentes, orientados al azar en ausencia de un campo eléctrico externo. (b) Al aplicar un campo eléctrico se produce un alineamiento parcial de los dipolos [17].

Capítulo 4

Procedimiento Experimental

4.1 Introducción

Como se mencionó anteriormente, el objetivo de este trabajo es el estudio del comportamiento de los parámetros de cantidad de masa, grado de compactación y nivel de potencia involucrados en el procesamiento de dos materiales cerámicos (CaZrO_3 y MgAl_2O_4) bajo un campo de microondas en la frecuencia de 2.45 GHz y discutir las relaciones entre éstos parámetros y la rapidez de calentamiento en función del análisis en cambios de potencia y temperatura, además de comparar los resultados en función de la rapidez de calentamiento con otros dos materiales cerámicos de igual estructura cristalina el BaTiO_3 y ZnAl_2O_4 por lo que en el presente capítulo se expone el procedimiento experimental seguido.

4.2 Preparación de las Pruebas

La experiencia acumulada en trabajos anteriores [21,22,23] permite plantear el diseño de experimentos que aquí se emplea.

Para procesar el circonio y el óxido de calcio se planeó inicialmente un diseño de experimentos de diagnóstico del tipo 2^f cuyas variables a considerar se presentan en la Tabla 4.1 y de acuerdo a los resultados obtenidos (que serán analizados y discutidos en los siguientes capítulos), se decidió realizar una serie de pruebas para obtener circonato de calcio. Estas pruebas se llevaron a cabo con una potencia de 1500 W en masas de 8 gramos sin compactar. En la figura 4.1 se presenta una micrografía de una muestra de la mezcla antes de ser procesada.

Las proporciones de mezcla preparadas en todos los experimentos fue la estequiométrica 1:1 molar, con un lecho de carbón grafito de 0.5 g. debido a la necesidad de llevar a los reactivos a una temperatura a la cual cambien su comportamiento bajo el campo de microondas y mejoren sus características de absorción. Los materiales utilizados fueron de grado reactivo y sus características se presentan en la Tabla 4.2.

Los materiales CaO y MgO se obtuvieron calcinando sus respectivos carbonatos en un horno de resistencia a una temperatura de 900°C por una hora, dejando carbonato residual en una razón de 10% en peso.

Para obtener el espinel alúmina - magnesio se realizaron pruebas de 7 y 14 g con dos niveles de potencia (1500 y 2000 W) aplicados a dos tipos de mezclas, una agregando 0.5 g. de óxido de calcio (CaO) como fundente y compactada a 1.5 ton/cm² y otra en donde no se le agregó CaO. En la figura

4.2 se presenta una micrografía en S.E.M. de una muestra de la mezcla antes de ser procesada.

Para el proceso de compactación se utilizó una prensa hidráulica donde la aplicación de carga fue uniaxial, dándose un tiempo de 10 minutos de aplicación de la fuerza en las muestras de $\text{CaO} + \text{ZrO}_2$. En las muestras de $\text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3$ el retiro de la fuerza fue inmediato, ya que el tamaño de partícula del MgO es relativamente más pequeño por lo que se obtiene un rápido acomodamiento de partículas, las muestras compactadas tenían forma de disco cuyas dimensiones se presentan en la Tabla 4.3. El diámetro en las muestras sin compactar correspondió a la dimensión interior del crisol. En las mezclas compactadas en verde se logró la densidad aparente que se muestra en la Tabla 4.4.

Para obtener la perovskita BaTiO_3 y el espinel ZnAl_2O_4 se realizaron pruebas sin compactar de 9 y 14 g respectivamente, con una potencia aplicada de 1500 W. En las figuras 4.3 y 4.4 se presentan dos micrografías en S.E.M. de dos muestras antes de ser procesadas.

Después de un análisis detallado del tipo de fases provocadas en los crisoles que contenían los reactivos [24], así como por estudios previos [21], se determinó que el tipo de crisol a ser utilizado fuera de alta alúmina con un diámetro interno de 3.5, diámetro externo de 5.1, altura de 3.56 cm y peso de 120.3 ± 3.33 g. Los crisoles fueron aislados con fibra cerámica para disminuir las pérdidas de calor. Se monitoreó la temperatura seguida en cada prueba mediante pirometría óptica.

En la figura 4.5 se presenta el arreglo experimental del equipo utilizado para llevar a cabo las pruebas, para lo cual se utilizó una fuente de microondas de 2.45 GHz con regulador de potencia hasta de 3000 W marca Gerling

modelo GL119, una guía de onda tipo WR284 (designación E.U.A.) con una cavidad resonante de: 25.4 cm de largo, 25.4 cm de ancho y 25.4 cm de alto, así como una serie de dispositivos periféricos para monitorear la energía de microondas hacia la muestra, además de un equipo computacional para la captura de datos.

La medición de temperatura dentro de un campo electromagnético es una práctica sumamente compleja, pues el uso de termopares provoca distorsión del campo, además de que las temperaturas de fusión de los cerámicos es bastante alta ($\approx 2000^{\circ}\text{C}$), por lo que la pirometría óptica resulta ser la opción más viable en estos casos. Es necesario mencionar el error que por sí mismo implica la utilización de esta técnica, la cuál se basa en el principio de que todos los objetos a temperaturas mayores del cero absoluto emiten radiación electromagnética como una función de la temperatura, de acuerdo a la ecuación (3) de Planck. Basados en esta relación, la temperatura de un objeto se puede determinar desde alguna distancia midiendo la radiación emitida. Sin embargo, la emisividad, uno de los parámetros de la ecuación de Planck, debe ser conocida, o puede suponerse un valor, antes de que la temperatura se determine. En el caso presente se monitorearon también los cambios de emisividad y se encontró que los cambios de temperatura no eran resultado directo del cambio en la emisividad. Aunque cabe mencionar que entre el pirómetro y la muestra existía una malla de acero ya que la cavidad era cubierta con ésta para evitar fugas de radiación. Todo esto da como resultado que la temperatura observada sea de alrededor de 200°C menor que la real.

De acuerdo al análisis físico de las ecuaciones de onda dentro de la cavidad (Apéndice A), se pueden monitorear los máximos y mínimos en el campo eléctrico y colocar las muestras donde se obtendría un máximo en campo eléctrico.

La estimación de impedancias del sistema carga-fuente se determinó mediante pruebas iniciales de monitoreo de potencia reflejada y transmitida, dejando la sintonización en un mínimo de potencia reflejada y un máximo de absorción en cada prueba.

Posteriormente se realizaron análisis por microscopía electrónica de barrido y de difracción de rayos X para la determinación de fases presentes, tamaño (de acuerdo a la norma ASTM E112) y morfología de grano en cada uno de los experimentos y se determinaron las densidades aparentes de los materiales obtenidos de acuerdo a la norma ASTM 385.

El análisis por difracción de rayos x de las muestras se llevó a cabo en un Difractómetro marca Siemens modelo D5000 con radiación de cobre y longitud de onda de 1.5418 \AA .

El análisis por microscopía electrónica de barrido de las muestras se llevó a cabo después de ser recubiertas con una capa de oro en una cámara de vacío. Las muestras de referencia (procesadas convencionalmente) se observaron en un M.E.B. marca Jeol modelo 5200 y un M.E.B. marca Zeiss modelo DMS 940 A, operando ambos a 15 kV en el modo de electrones secundarios. El análisis de las muestras procesadas con microondas se realizó en un M.E.B. marca LEICA modelo S440 operando a 20kV en el modo de electrones secundarios.

Con los gráficos de datos de potencia reflejada y los fenómenos de absorción se determinó la cantidad de energía absorbida por las muestras y se compararon con los datos térmicos obtenidos.

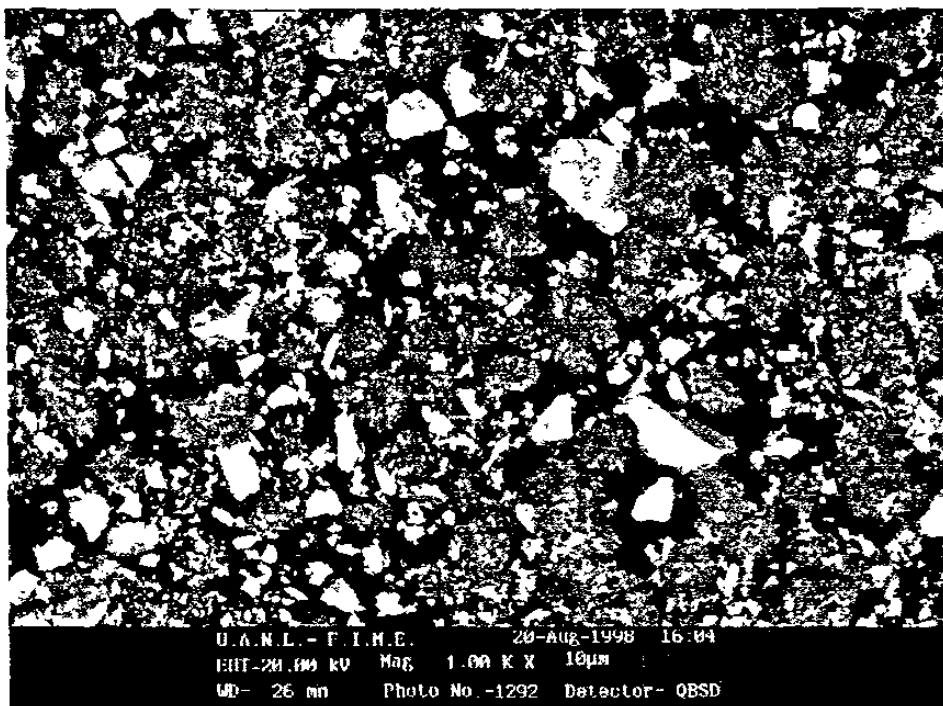


Fig. 4.1 Micrografía de una sección de una muestra de CaO y ZrO₂ en S.E.M. antes de ser procesada, las partículas mas oscuras son de óxido de calcio y las mas brillantes son de óxido de circonio.

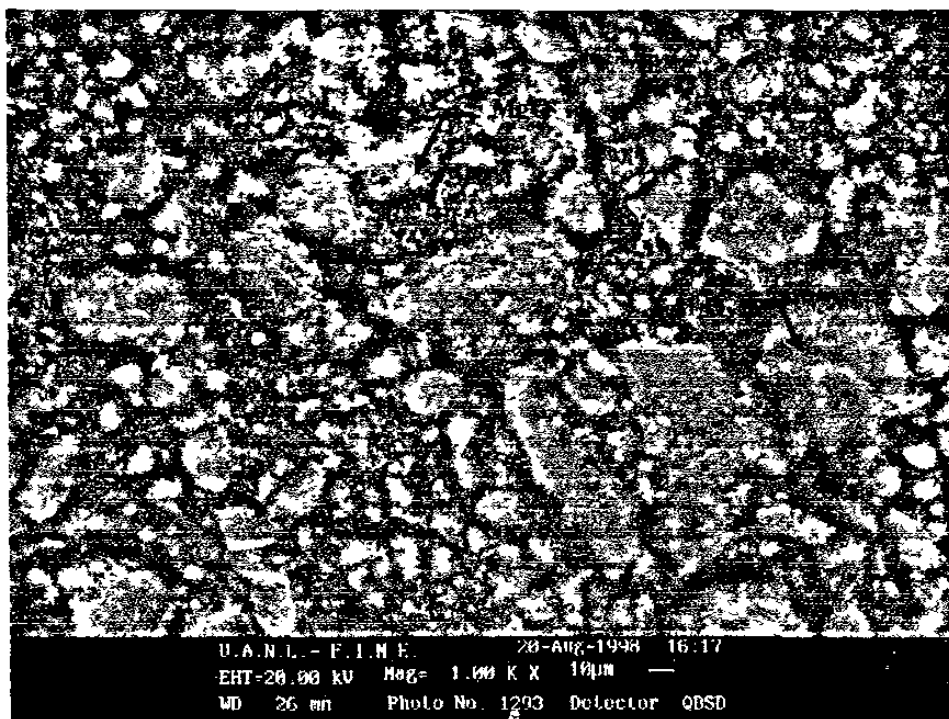


Fig. 4.2 Micrografía de una sección de una muestra de MgO y Al₂O₃ en S.E.M. antes de ser procesada.

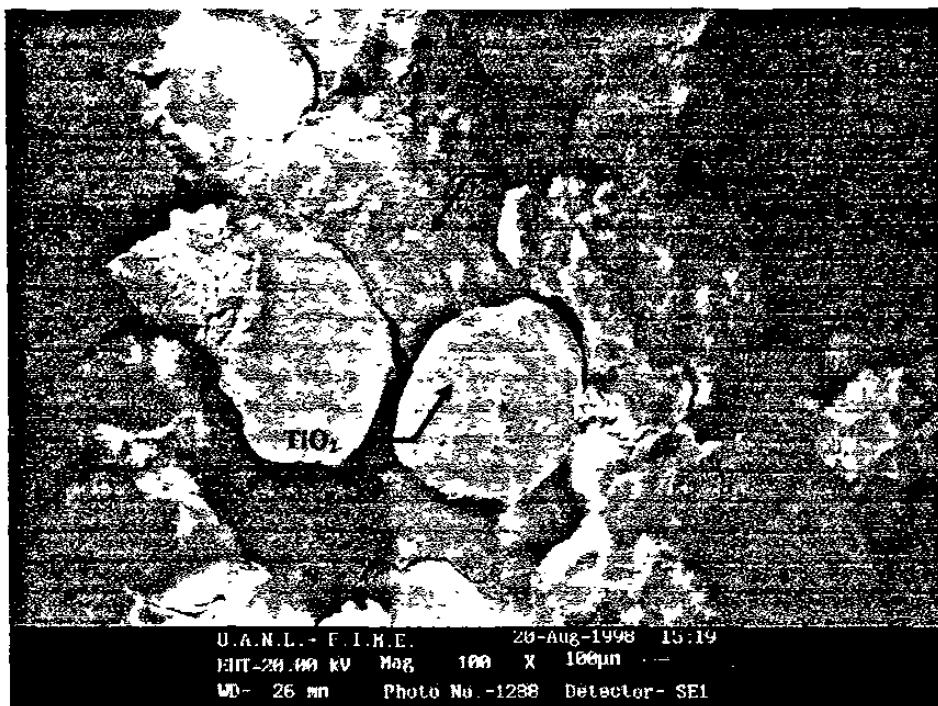


Fig. 4.3 Micrografía de una sección de una muestra de TiO_2 y BaCO_3 en S.E.M. antes de ser procesada.

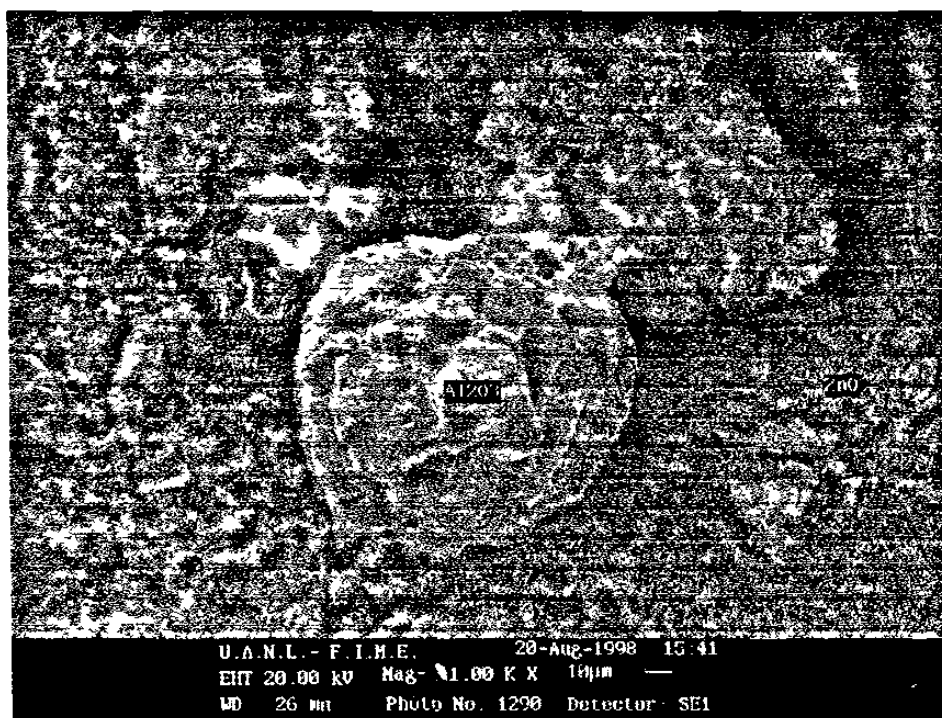


Fig. 4.4 Micrografía de una sección de una muestra de ZnO y Al_2O_3 en S.E.M. antes de ser procesada.

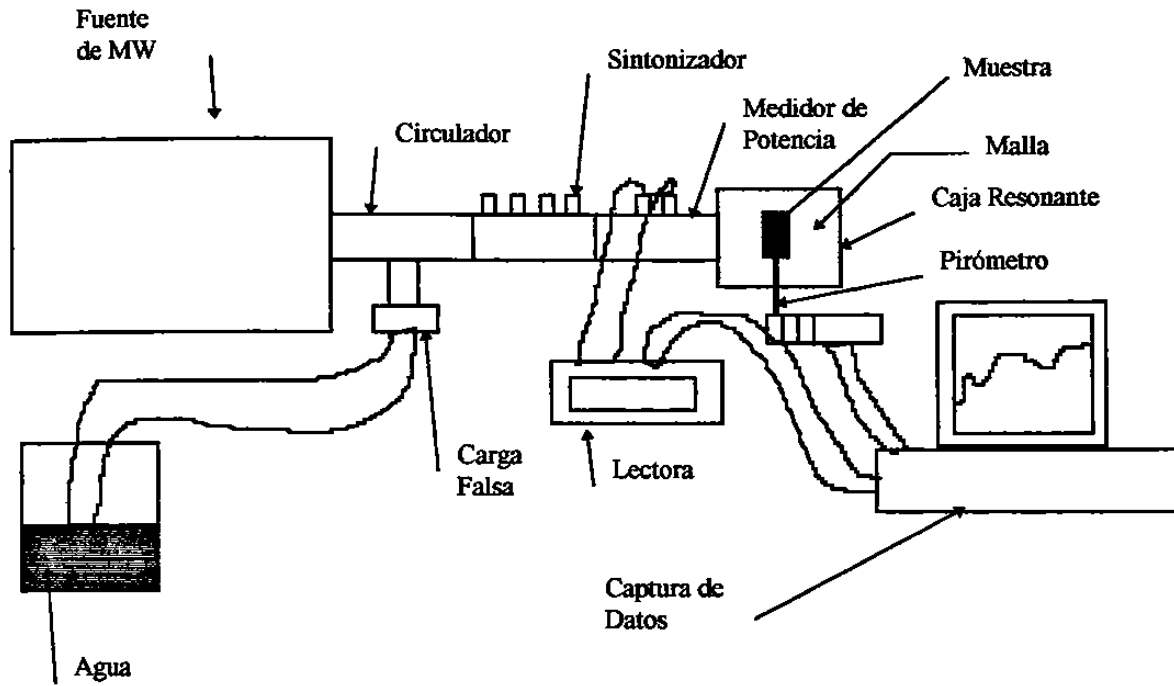


Fig.4.5 Representación esquemática del arreglo experimental utilizado.

Tabla 4.1

Tabla de variables para obtener la perovskita CaO-ZrO₂

	Nivel Bajo (-)	Nivel Alto (+)
Grado de compactación (ton/cm ²)	0	1.5
Potencia (W)	1000	2000
Masa (g.)	8	16

Tabla 4.2

Tamaño de partícula de los materiales utilizados.

Material	Tamaño de partícula (µm)
ZnO	≅1
BaCO ₃	≅20
TiO ₂	≅100
ZrO ₂	≅30
CaO	≅20
MgO	≅1
Al ₂ O ₃	≅50

Tabla 4.3

Dimensiones de las muestras a procesar

Prueba	diámetro(cm.)	altura(cm.)
CaZrO ₃ : 8 gr.	2.9	0.45
CaZrO ₃ : 16 gr.	2.9	0.89
MgAl ₂ O ₄ : 7 gr.	2.9	0.63

Tabla 4.4

Densidades aparentes de las muestras compactadas

	CaO+ZrO ₂		MgO+Al ₂ O ₃	
masa(g)	8	16	7	14
densidad aparente (g/cm ³)	2.56	2.65	1.68	1.6