

CAPÍTULO V

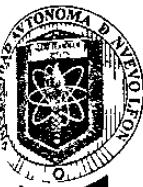
CONCLUSIONES

- Se obtuvieron las fases mullita y zircón a partir de las condiciones de sinterización de 1500°C por 5 horas utilizando 20 % de zirconia.
- La inclusión del zircón como materia prima permitió la obtención de mullita.
- La disminución del tamaño de partícula utilizada incidió en la obtención de una mejor formulación con un aumento del 30% de la densidad.
- El mecanismo de ataque por vidrio fundido propuesto, es la disolución de la fase alúmina-sílice con la formación de una nueva fase vítrea, generándose la formación de dendritas.
- Tanto el AZS como el AZSz favorecen la formación de la interfase vidrio fundido-zona caliente del refractario evitando la penetración por vidrio.

CAPÍTULO VI

RECOMENDACIONES

- Estudiar diferente grado de molienda en las materias primas para sinterizar muestras AZS 43 20 37 de mayor tamaño similar a un ladrillo refractario.
- Estudiar el comportamiento físico-químico de la formulación AZS 43 20 37 en contacto con el vidrio fundido.
- Realizar pruebas dinámicas de ataque entre la formulación AZS 43 20 37 y vidrio fundido.
- Continuar realizando formulaciones AZS 43 20 37 con el objetivo de caracterizar su comportamiento frente a vidrio fundido.
- Estudiar el tiempo de vida en servicio de la formulación AZS 43 20 37 en presencia de material fundido (vidrio, acero, cemento).



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DEPARTAMENTO DE SERVICIOS PROFESIONALES

MUESTRA NUM.: 020828/1357

PROPORCIONADA POR: FIME

IDENTIFICADA COMO: Al₂O₃ # 2

DETERMINAR: LO QUE SE REPORТА

RESULTADOS:

| DETERMINACIÓN O COMPUESTO | VALOR OBTENIDO (%P) |
|---------------------------|---------------------|
| FIERRO | 0.51 |
| CALCIO | 0.021 |
| MAGNESIO | 0.009 |
| SILICE | MENOR A 0.50 |

REVISÓ: L.Q.I. JESÚS RODOLFO PÁEZ GARZA

FIRMA:

SAN NICOLAS DE LOS GARZA N.L. A 13 DE SEPTIEMBRE 2002.

Av. Pedro de Alba s/n
Cd. Universitaria C.P. 66400
San Nicolás de los Garza, N.L.
Tel.: 83 29 4010 ext. 6330, 6331
Tel.: 83 52 98 90 (Directo), Fax: 83 52 99 86

ANEXO A



UNIVERSIDAD NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DEPARTAMENTO DE SERVICIOS PROFESIONALES

MUESTRA NUM: 020826/1356

PROPORCIONADA POR: FIME

IDENTIFICADA COMO: SiO₂

DETERMINAR: LO QUE SE REPORTA

RESULTADOS:

| DETERMINACIÓN COMPUESTO | VALOR OBTENIDO (%P) |
|----------------------------|------------------------|
| ALUMINIO | 0.020 |
| FIERRO | 0.024 |
| CALCIO | 0.020 |
| MAGNESIO | 0.003 |
| POTASIO | 0.005 |
| SODIO | 0.011 |

REVISÓ: L.Q.I. JESÚS RODOLFO PÁEZ GARZA

FIRMA:

SAN NICOLAS DE LOS GARZA N.L A 13 DE SEPTIEMBRE 2002



Av. Pedro de Alba s/n
Cd. Universitaria C.P. 66400
San Nicolás de los Garza, N.L.
Tel.: 83 29 4010 ext. 6330, 6331
Tel.: 83 52 98 90 (Directo), Fax: 83 52 99 86

ANEXO DE
SERVICIOS PROFESIONALES



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DEPARTAMENTO DE SERVICIOS PROFESIONALES

MUESTRA NUM: 020828 1354

PROPORCIONADA POR FIME

IDENTIFICADA COMO: ZrSiO₄

DETERMINAR: LO QUE SE REPORTA

RESULTADOS:

| DETERMINACIÓN O COMPUESTO | VALOR OBTENIDO (%P) |
|---------------------------|---------------------|
| FIERRO | 0.52 |
| ALUMINIO | 2.91 |
| SILICIO | 39.90 |
| TITANIO | 0.50 |

REVISÓ: L.Q.I. JESÚS RODOLFO PÁEZ GARZA

FIRMA:

SAN NICOLAS DE LOS GARZA N.L. A 13 DE SEPTIEMBRE 2002



Av. Pedro de Alba s/n
Cd. Universitaria C.P. 66400
San Nicolás de los Garza, N.L.
Tel.: 83 29 4010 ext. 6330, 6331
Tel.: 83 52 98 90 (Directo), Fax: 83 52 99 86

ANEXO D

SECCIÓN DE SERVICIOS PROFESIONALES



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DEPARTAMENTO DE SERVICIOS PROFESIONALES

MUESTRA NUM: 020828 1359

PROPORCIONADA POR: FIME

IDENTIFICADA COMO: VIDRIO MOLIDO

DETERMINAR: LO QUE SE REPORTA

RESULTADOS:

| DETERMINACIÓN O COMPUESTO | VALOR OBTENIDO (%P) |
|---------------------------|---------------------|
| POTASIO | 0.226 |
| ALUMINIO | 0.92 |
| CALCIO | 7.14 |
| MAGNESIO | 0.16 |
| SILICE | 71.16 |
| SODIO | 7.80 |

REVISÓ: L.Q.I. JESÚS RODOLFO PÁEZ GARZA

FIRMA:

SAN NICOLAS DE LOS GARZA N.L. A 13 DE SEPTIEMBRE 2002.

Av. Pedro de Alba s/n
Cd. Universitaria C.P. 66400
San Nicolás de los Garza, N.L.
Tel.: 83 29 4010 ext. 6330, 6331
Tel.: 83 52 98 90 (Directo), Fax: 83 52 99 86

ANEXO E

BIBLIOGRAFÍA

- 1.-Duvierre, Gerard; Zanolí, Alain; Nelson, Michael, "Ceramic Engineering and Science Proceedings", (1995), vol. 16, no. 2, pag. 84.
- 2.-Ana María Guzmán Hernández, Sinterización de materiales refractarios base alúmina-zirconia-sílice, Tesis doctoral. (Marzo 2001).
- 3.-William E. Lee Dphil and W. Mark Rainfort PhD. Ceramic Microstructures, property control by processing.
- 4.-J.H. Chesters, "Refractories: Production and properties", Iron and steel Institute, London, (1973).
- 5.-Refractories Manual, American Foundrymen's Society, Inc., Des Plaines, Illinois., Second Edition (1989).
- 6.-Modern Refractory Practice, Harbison Walker Refractories and Canadian Refractories, Fifth Edition (1992).
- 7.-M.N. Danchevskaya, Yu.D. Ivakin, S.N. Torbin, G.P. Panasyuk, V.N Belan, I.L Voroshilov, 3-rd International Conference on Solvothermal Reactions ICSTR – 3, Bordeaux, July 19-23, (1999), pag. 25.
- 8.-H.H Zender, H.Leistner,"Interceramic", vol.39, [6], (1990).
9. S.Prochazka, J.S. Wallace and N. Clausen, "Journal Ceramic Society", (1983), 66, (88), pag.125-127.
- 10.-Ping Li and I Wei Chen, James E, Penner-Hahn, "Journal American Ceramic Society", 77, [5], pags. 1281-88 (1994).
- 11.-M.R. Anseau, C. Leblud and F. Cambier, "Journal Materials Science", Lett., (1983), [2], pags. 266-270.
- 12.-Alberto N. Scian, Esteban F. Aglietti, "Journal American Ceramic Society", 77 [6], pags.1525-1530, (1994).
- 13.-www.barromex.com.mx
- 14.-National Research Centre for Standards and Faculty of Science, Tanta University, Egypt, "Ceramurgia", año IX, Num. 3, (1979), pags. 141-147.

- 15.- Ana Maria Arato Tovar, Obtención de Zirconia estabilizada con MgO, Tesis U.A.N.L (1995).
- 16.- Shi-Ke Zhao, Yong Huang, Chang-An Wang, Xiao-Xian Huang and Jing-KunGuo, The State Key Lab of New Ceramics and Fine Processing, Department of Materials Science and Engineering, Tsinghua university, Beijing, China.
- 17.-Robert S. Pavlik Jr. and Hans J. Holland, "Journal American Ceramic Society", 84, [12], pags. 2930-36, (2001).
- 18.-by Joseph Gambogi, Zirconium and hafnium
- 20 Randall M.G.; Jhon Wiley and Sons, Inc., Sintering Theory and Practice, (1996).
19. Kwon,O.H., Liquid Phase Sintering, Norton company (1994).
- 21.- Mc.Gannon, United states Steel Corp., The Making, Shaping and Treating of Steel,10th edition, edited by H.HE.,(1990) pags.37-96.
- 22.-Ph.D. R.G.C. Beerken; Ph.D. J. van der Schaaf, Technische universiteit eindhoven, Eindhoven, March 5th 2002.
- 23.- Duvierre, G. Boussant-Roux, Nelson Y., "Ceramic Engineering and Science Proceedings".(1999), Vol 20; Num.1, pags:65-80.
- 24.- www.risaglass.com.mx/mortero.htm
- 25.-R. Dunkl, M. Fantinel, A. Dinelli, G. Tognon, "Ceramic Engineering and Science Proceedings", (1997), Vol 18; Num.1 pags:216-224.
- 26.-E.A. Thomas, D.G. Patel and W.F. Brandt, "Journal of the Canadian Ceramic Society", Volume 53, 1984.
- 27.-J.A. Varela., M. Zorrozua.,W. Kobayashi., C.A. Paskosimas, "Ceramic Engineering and Science Proceedings", (1998), 19, [1].
- 28.-Xing, S.-B. Lin, Y. Mohr, R. K. Pegg, I. L., Materials Research Society Simposium Proceedings.
- 29.-Fredericci, C. Morelli, M. R., "Materials Research Bulletin", (2000), Vol. 35; Num.14-15, pags:2503-2514.

- 30.- Anna E. Mc Hale.; Phase Diagram and Ceramic Processes, Chapman and Hall.
- 31.- B.M. Sammadar, W.D. Kingery, A.R Cooper Jr., "Journal American Ceramic Society", 47, (5), (1964), pag 249.
- 32.- "Glass International", (2002), Vol. 25, Num. 1, pags. 34-35
- 33.-Fritz W. Krämer; Schott Glaswerke Mainz, Germany, International Symposium on Glass Problems, Sept 4-6, (1996).
- 34.-B.Fleischmann, "Glass Science and Technology", Frankfurt am. Main, (1995), Vol.68; Num. 8, pags:259-265.
- 35.-Ueda, M. "Journal Refractory", [39], (1963), Num. 12, pags. 492-501.
- 36.- "Glastech" [63], (1990), pags.403-409.
- 37.-W.Kobayashi, M. Zorrozua, J.A Varela, "Ceramic Engineering. Science Proceedings", Vol.19, [1], (1998).
- 38.-James S. Reed, Introduction to the Principles of Ceramic Processing, New York College of Ceramics, Alfred University, Alfred N.Y,(1986).
- 39.-Callister, Foundations of Materials Science and engineering Smith, Mc Graw Hill, 4th Edition.
- 40.- John B. Watchman, Zwi H. Kalman, Characterization of materials, (1993).
- 41.-Dr. Julio Cesar Llópiz, Anàlisis Térmicos, Departamento. de Química Inorgánica, Facultad de Química, Universidad de la Habana, (1985).
- 42.-A. M. Guzmán, P. Rodríguez, Revista: "CIENCIA" Doctorado en Materiales, FIME, UANL, 2003.
- 43.-A. M. Guzman, P. Rodríguez, "Surface Review and Letters", Vol. 9, Num. 3, (2002), Doctorado en Materiales, FIME, UANL.
- 44.-A. M. Guzmán, P. Rodríguez, "Materials Technology", 2003, Doctorado en Materiales, FIME; UANL.
- 45.-Mariano Velez; Robert E. Moore; University Missouri; Rolla, Ceramic Engineering Dept. Rolla, Mo 65409-0330.

- 46.-Primachenko Vladimir V, Dr Galchenko Tatyana G, Ukrainian Research Institute of Refractories named after A.S. Bereznoj, Ukraine.
- 47.-Toma, G. Teoreanu, I. Toma, N., Book- Institute of Materials, (1999), Num. 718; Vol. 2 , pags:167-168.
- 48.-Duvierre, Gerard; Zanol, M.; E. Sertain, "Ceramic Engineering and Science Proceedings", Glass Industry, 12, (3-4), (1991), pag. 249.
- 49.- L.J. Manfredo, Mc Nally, "Journal Materials Science", [19], (1984), Pag. 1272.
- 50.-Klinger, W. Zimmermann, H. Gentsch, D. Melzer, "Unitecr proceedings" (1999), 6TH , pags:190-192.
- 51.- R.A. Mc Cauley, P.A Schwietzer, Corrosion of Ceramics, Marcel Dekker, New York 1995, pag 130.
- 52.- B.M Sammadar, W.D.Kingery, A.R.Cooper Jr., "Journal American Ceramic Society".

INDICE DE TABLAS

| | |
|--|----|
| Tabla 2.1 Técnicas para la producción de formas refractarias cerámicas | 16 |
| Tabla 2.3 Mecanismos de ataque en el refractario de la superestructura | 28 |
| Tabla 3.1 Composiciones en % en peso para cada tiempo y temperatura | 39 |
| Tabla 4.1 Análisis químico de alúmina | 50 |
| Tabla 4.2 Análisis químico de la zirconia | 46 |
| Tabla 4.3 Análisis químico de la sílice | 50 |
| Tabla 4.4 Análisis químico del zircón | 54 |
| Tabla 4.6 Valores de densidad presentados por las muestras AZS | 82 |
| Tabla 4.5 Análisis químico del vidrio | 84 |

INDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 2.1 Diagrama del proceso de manufactura de ladrillos refractarios | 7 |
| Figura 2.2 Celda unitaria del corindón. | 9 |
| Figura 2.3 Celda unitaria de la zirconia. | 10 |
| Figura 2.4. Estructuras cristalinas de la zirconia: a) monoclínica, b) tetragonal y c) cúbica. | 11 |
| Figura 2.5 Estructuras cristalinas presentadas por la sílice: a) cuarzo, b) tridimita y c) cristobalita. | 13 |
| Figura 2.6 Estructura cristalina del zircón | 15 |
| Figura 2.7 Esquema de un horno para la producción de vidrio | 22 |
| Figura 2.8 Esquema de fusión del vidrio de forma continua | 25 |
| Figura 2.9 Esquema del diagrama de fase alúmina-zirconia-sílice mostrando composiciones refractarias presentes en el ladrillo comercial | 31 |
| Figura 4.1·1 Difractograma presentado por la alúmina | 43 |
| Figura 4.1·2 Micrografía de una muestra representativa de alúmina utilizada como materia prima | 44 |
| Figura 4.1·3 Termograma presentado por la muestra de alúmina | 45 |
| Figura 4.1·4 Difractograma obtenido de la zirconia | 47 |
| Figura 4.1·5 Micrografía de una muestra de zirconia utilizada como materia prima | 48 |
| Figura 4.1·6 Termograma obtenido de la muestra de zirconia | 49 |
| Figura 4.1·7 .Difractograma de rayos X presentado por la sílice | 50 |
| Figura 4.1·8 Micrografía de la muestra utilizada de sílice como materia prima | 51 |
| Figura 4.1·9 Micrografía de la muestra representativa de sílice después de realizar la molienda | 52 |
| Figura 4.1·10 Termograma presentado por la arena sílice | 53 |
| Figura 4.1·11 Difractograma de rayos X obtenido del zircón | 54 |

| | |
|---|-----------|
| Figura 4.1·12 Micrografía en MEB de la muestra del zircón utilizado | 55 |
| Figura 4.1·13 Micrografía obtenida de la muestra del zircón después de realizada la molienda | 56 |
| Figura 4.1·14 Termograma presentado por el zircón | 57 |
| Figura 4.2·1 Comparativo de los patrones de DRX de las composiciones AZS 1500°C y 1600°C con sus respectivos tiempos de sinterización de 5 y 8 horas (parte I) | 59 |
| Figura 4.2·2 Comparativo de los patrones de difracción de las composiciones AZS 1500°C y 1600°C con sus respectivos tiempos de sinterización de 5 y 8 horas (parte II) | 60 |
| Figura 4.2·3 Comparativo de los patrones de difracción de las composiciones AZSz sinterizadas a 1500°C y 1600°C a temperatura de 5 y 8 horas (parte I) | 61 |
| Figura 4.2·4 Comparativo de los patrones de difracción de las composiciones AZSz sinterizadas a 1500°C y 1600°C a temperatura de 5 y 8 horas (parte II) | 62 |
| Figura 4.3·1 Micrografía de la pastilla sinterizada AZS 1500°C por 5 hrs | 64 |
| Figura 4.3·2 Análisis de la fase 1 y fase 2 señaladas en la figura 4.3·1 estando compuesta de alúmina-silice y alúmina-silice-zirconia, respectivamente. | 65 |
| Figura 4.3·3 Análisis de la fase 3 señalada en la figura 4.3·1 donde se identifica como zirconia | 65 |
| Figura 4.3·4 Micrografía de la pastilla AZS sinterizada a 1500°C durante 8 horas | 66 |
| Figura 4.3·5 Análisis puntuales de las fases 1 y 2, señaladas en la figura 4.3·4, estando compuestas de alúmina-silice (mullita) y zirconia | 67 |
| Figura 4.3·6 Micrografía obtenida de la pastilla AZS 1600°C sinterizada durante 5 horas | 68 |
| Figura 4.3·7 Análisis de la fase 1 compuesta principalmente de alúmina y silice; análisis mediante EDS de la fase 2 identificada como zirconia. | 68 |
| Figura 4.3·8 Espectro de la fase 3 en donde se identifican picos principalmente de alúmina | 69 |

| | |
|---|----|
| Figura 4.3-10 Micrografía de electrones secundarios de la composición AZS 1600°C sinterizada por 5 horas, donde se observa la formación de agujas de mullita | 70 |
| Figura 4.3-11 Micrografía de la composición AZS sinterizada a 1600°C durante 8 horas | 71 |
| Figura 4.3-12 Espectrometría de la fase 2 señalada en la Figura 4.3-11 donde se identifica como zirconia | 72 |
| Figura 4.3-13 Espectrometría de la fase 1 señalada en la Figura 4.3-11 donde se identifica como alúmina-sílice | 72 |
| Figura 4.3-14 Micrografía a 500 X de la composición AZSz sinterizada a 1500 °C durante 5 horas | 73 |
| Figura 4.3-15 Micrografía obtenida mediante electrones retrodispersados de la composición AZSz sinterizada a 1500°C por 5 horas | 74 |
| Figura 4.3-16 Espectros que indican que la fase gris oscuro (1) corresponde a la alúmina y que la fase gris claro (2) está compuesta de sílice y zirconia formando zircón | 74 |
| Figura 4.3-17 Micrografía donde se identifica la zirconia que se observa como un grano blanco en una matriz de alúmina-sílice | 75 |
| Figura 4.3-18 Espectro mediante EDS mostrando compuestos de alúmina, zirconia, sílice | 76 |
| Figura 4.3-19 Micrografía a 500X de la microestructura en general presentada por la composición AZSz sinterizada a 1500°C por 8 horas | 77 |
| Figura 4.3-20 Micrografía general de la composición AZSz sinterizada a 1500°C por 8 horas | 78 |
| Figura 4.3-21 Micrografía de la composición AZSz sinterizada a 1500° durante 8 horas, donde se observa una fase blanca identificándose como zirconia | 78 |
| Figura 4.3-22 Análisis de la fase blanca correspondiente a la zirconia. | 79 |
| Figura 4.3-23 Micrografía de la composición AZSz sinterizada a 1600°C durante 8 horas | 80 |

| | |
|---|----|
| Figura 4.3-24 Micrografía de la composición AZSz sinterizada a 1600°C durante 8 horas | 80 |
| Figura 4.3-26 Análisis general realizado a la composición AZSz señalada en la | |
| Figura 4.5- Micrografía de la muestra obtenida de vidrio sódico-cálcico | 83 |
| Figura 4.5-1 Micrografía obtenida de la pastilla AZS sinterizada a 1500°C durante 5 horas posterior al ataque por vidrio | 84 |
| Figura 4.5-2 Análisis de EDS de la zona caliente del refractario presentando únicamente contenidos de alúmina, zirconia, sílice; y espectro asociado de la interfase vidrio-refractario | 85 |
| Figura 4.5-3 Micrografía de la composición AZS sinterizada a 1500°C durante 8 horas, que muestra la interfase vidrio-refractario | 86 |
| Figura 4.5-4 Microestructura de la zona refractaria posterior al ataque presentando penetración por el vidrio | 87 |
| Figura 4.5-5 Micrografía de la composición AZS sinterizada a 1500°C durante 8 horas, donde se observan granos de zirconia en una matriz de alúmina-sílice | |
| | 87 |
| Figura 4.5-6 Análisis de la fase clara mostrada en la micrografía de la Figura 4.5-5 corroborando la presencia de zirconia | 88 |
| Figura 4.5-7 Micrografía de la pastilla AZS sinterizada a 1600°C durante 5 horas muestra la interfase vidrio-refractario | 89 |
| Figura 4.5-8 Micrografía de los límites de la interfase vidrio-refractario de la composición AZS sinterizada a 1600°C durante 5 horas | 90 |
| Figura 4.5-9 Microestructura presentada por la zirconia a partir de su contacto con el vidrio fundido | 91 |
| Figura 4.5-10 Análisis correspondiente a la microestructura de dendritas presentada en la Figura 4.5-11 | 91 |
| Figura 4.5-11 Micrografía mediante electrones retrodispersados de la interfase vidrio-refractario presentada por la composición AZS sinterizada a 1600°C por 8 horas | 92 |

| | |
|--|----|
| Figura 4.5-12 Micrografía de la interfase vidrio-refractario presentándose aglomerados de zirconia | 93 |
| Figura 4.5-13 Espectro mostrando el análisis puntual realizado a los aglomerados | 93 |
| Figura 4.5-14 Micrografía de la composición AZSz sinterizada a 1500°C durante 5 horas | 94 |
| Figura 4.5-15 Micrografía mediante MEB de la fase clara teniendo una microestructura ovalada | 95 |
| Figura 4.5-16 Micrografía mediante MEB de la interfase vidrio-refractario, análisis mediante EDS indican la presencia de compuestos de calcio y sodio, mientras que en la zona caliente del refractario solamente se encuentran presentes alúmina, zirconia y sílice | 96 |
| Figura 4.5-17 Micrografía de la interfase vidrio-refractario de la composición AZSz sinterizada a 1600°C durante 5 horas | 97 |
| Figura 4.5-18 Análisis mediante EDS siendo zircón la fase clara presente en la zona de penetración por vidrio | 98 |
| Figura 4.5-19 Micrografía donde se observa la presencia de granos de zircón embebidos en una matriz vítreo | 98 |
| Figura 4.5-20 Análisis mediante EDS de la interfase y de la zona caliente del refractario | 99 |

