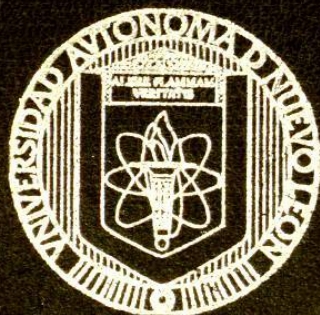


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON  
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA  
Y ELECTRICA  
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



"INFLUENCIA DEL GRAFITO EN EL  
PROCESAMIENTO DEL ESPINEL  $MgAl_2O_4$   
MEDIANTE MICROONDAS"

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

PRESENTA

SELENE BERENICE SALAZAR RODRIGUEZ

SAN NICOLAS DE LOS GARZA. N. L.  
FEBRERO DE 1999

INFLUENZA DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

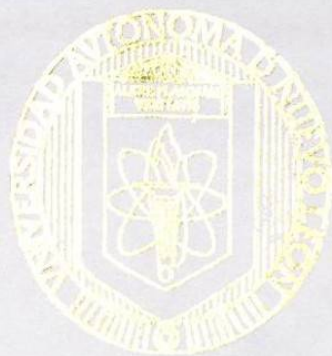
DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO

DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO DEL GRANITO



1080092540

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON  
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA  
Y ELECTRICA  
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



"INFLUENCIA DEL GRAFITO EN EL  
PROCESAMIENTO DEL ESPINEL  $MgAl_2O_4$   
MEDIANTE MICROONDAS"

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

PRESENTA

SELENE BERENICE SALAZAR RODRIGUEZ

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



U R  
UANL  
DO  
TESIS MAESTR.

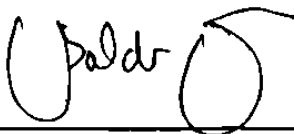
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA  
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POST-GRADO

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis **“Influencia del grafito en el procesamiento del espinel  $MgAl_2O_4$  mediante microondas”** realizada por la Ing. **Selene Berenice Salazar Rodríguez**, matrícula **0926937** sea aceptada para su defensa como opción al grado de **Maestro en Ciencias De la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales**.



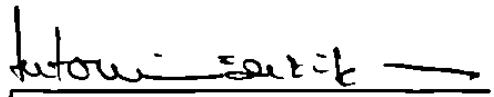
---

Dr. Juan Antonio Aguilar Garib  
Asesor



---

Dr. Ubaldo Ortiz Méndez  
Coasesor



---

Dr. Antonio Fernández Fuentes  
Coasesor



---

Vo.Bo.  
M.C. Roberto Villarreal Garza  
Subdirector de Postgrado

**DEDICO ESTE TRABAJO DE INVESTIGACIÓN A LAS PERSONAS QUE TANTO QUIERO Y QUE SIEMPRE ME APOYARON A LO LARGO DE MI VIDA Y DE MIS ESTUDIOS: A MI MAMÁ GRACIELA, MI PAPÁ RUBÉN, MI HERMANA LIZETE; Y A MIS ÚNICAS TÍAS IMELDA, HILDA Y MARTHA. GRACIAS Y SIN USTEDES JAMÁS HUBIERA ALCANZADO LAS METAS FIJADAS HASTA HOY.**

# AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el apoyo económico que me brindó para realizar mis estudios de maestría.

A la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León por permitir la superación de estudiantes.

Al Dr. Juan Antonio Aguilar Garib por el apoyo y la orientación científica brindada a esta investigación.

Al Dr. Ubaldo Ortiz Méndez por guiarme y aconsejarme en mi trabajo de investigación y mostrarme las realidades científicas de los fenómenos.

Al Dr. Carlos Guerrero Salazar por enseñarme una gran parte de los conocimientos que obtuve en la maestría.

Al Dr. Rafael Colás por orientarme en mis investigaciones y siempre estar disponible en todo momento, al presentarse una duda o un problema.

Al Dr. Moisés Hinojosa por su disposición para aclarar cualquier duda que se presentara en mi investigación.

A mis compañeros Guillermo García, César Dimas, Angélica Alvarado, Tomás Lozano, Octavio Cobarruvias y Miguel Ángel por ser tan buenos compañeros y amigos.



Al Dr. Ernesto Vázquez por su amabilidad y su buena disposición para ayudarme cuando se presentaba alguna duda en mis clases de maestría.

A la Facultad de Ciencias Químicas por las facilidades brindadas en mi trabajo de investigación y especialmente a la Maestra Lorena por ser tan amable y siempre brindarme su ayuda al acudir a ella cuando requería realizar pruebas de difracción.

Al Ing. Andrés Monsivález y al Sr. Cristóbal Villanueva de la Facultad de Físico Matemáticas por siempre ser tan amable cuando necesitaba de su ayuda.

Y muy especialmente a quien primero fue mi compañero, amigo, novio y ahora esposo **Pedro López Cruz**, por el apoyo que siempre me brindó a lo largo de mis estudios y sobre todo en la realización de esta investigación. Apoyo que fue de gran ayuda para mí y por lo que siempre le estaré agradecida.

# ÍNDICE

<b>RESUMEN.</b>	
<b>PRÓLOGO.</b>	1
<b>CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN.</b>	2
<b>CAPÍTULO II ANTECEDENTES.</b>	6
2.1 Las microondas.	6
2.2 Ingeniería de microondas.	6
2.3 Efectos de las microondas en los materiales.	8
2.4 Aplicación de las microondas a la industria cerámica.	11
<b>CAPÍTULO III LOS MATERIALES CERÁMICOS.</b>	13
3.1 Introducción.	13
3.2 Propiedades y características.	14
3.2.1 Cambios físicos y químicos durante el tratamiento térmico de cerámicos.	18
3.3 Los materiales refractarios.	20
3.4 Propiedades y características de los materiales refractarios.	21
3.5 Espinel.	23
3.6 Espinel magnesio-alúmina ( $MgAl_2O_4$ ).	24
3.7 Propiedades de la alúmina ( $Al_2O_3$ ).	26
3.7.1 Propiedades térmicas, mecánicas y eléctricas.	26
3.8 Propiedades del óxido de magnesio (MgO).	27
3.8.1 Propiedades térmicas.	27
3.8.2 Propiedades mecánicas.	29
3.8.3 Propiedades eléctricas.	29
3.9 Propiedades dieléctricas.	30

<b>CAPÍTULO IV DESARROLLO EXPERIMENTAL.</b>	<b>34</b>
4.1 Pruebas preliminares.	34
4.2 Preparación de las muestras.	35
4.3 Descripción de la prueba.	35
<b>CAPÍTULO V RESULTADOS Y DISCUSIÓN.</b>	<b>38</b>
5.1 Difractometría de rayos X.	38
5.2 Prueba de microdureza.	43
5.3 Medición de porosidad.	44
5.4 Microscopía electrónica de barrido.	46
<b>CAPÍTULO VI CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.</b>	<b>61</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.</b>	<b>64</b>
<b>LISTA DE TABLAS.</b>	<b>66</b>
<b>LISTA DE FIGURAS.</b>	<b>67</b>

# PRÓLOGO

No recuerdo cuando fue la primera vez que supe de la existencia de hornos que trabajaban con microondas, lo que sí recuerdo es que se decían muchas cosas de ellos y lo que más me sorprendía de todo eran las afirmaciones relacionadas con el calentamiento desde el interior al exterior (perfiles térmicos inversos) y los peligros terribles que implicaba introducir metales dentro de los hornos de este tipo. Otras declaraciones que se hacían giraban en torno a la eficiencia, la rapidez, la limpieza y la economía.

Hoy, por circunstancias diversas y ajenas a mi primer encuentro con este tipo de hornos estoy involucrado en trabajos relacionados con el procesamiento de materiales utilizando microondas. He tenido la oportunidad de probar muchas de las afirmaciones que se hacían y que se siguen haciendo a este respecto. Sabemos que es cierto que las microondas suministran energía, también sabemos que la mayoría de los procesos que nos interesa que se lleven a cabo, desde la cocción de alimentos hasta la obtención del más sofisticado de los materiales, requieren que se les provea energía.

En muchos de los procesos industriales se utiliza el fuego como medio de calentamiento (o de suministro de energía), sin embargo en los últimos años ha habido un interés creciente en utilizar microondas para cumplir con ese propósito.

Este interés se ha extendido desde los alimentos que fue la primera de sus aplicaciones (en calentamiento) hacia materiales que por sus propiedades no parecerían ser buenos candidatos para ser procesados de este modo. Los materiales cerámicos no son ciertamente los mejores absorbedores de microondas y aun así existen muchos trabajos en los que se ponen en evidencia las bondades de este método.

Con este antecedente, lo mejor será trabajar en casos específicos, si es necesario se debe avanzar a tientos y generalizar solamente cuando la evidencia lo permita. Hablando de casos específicos aquí tenemos uno en el que la autora de este trabajo tiene la ocasión de probar una hipótesis y descubrir la potencialidad de un método en el campo de los cerámicos.

Juan Antonio Aguilar Garib  
Octubre de 1998

# CAPITULO I

## INTRODUCCIÓN

Durante las décadas pasadas se han realizado muchos estudios y experimentos exploratorios sobre el calentamiento y procesamiento de cerámicos y de materiales compuestos mediante microondas. Mucho del esfuerzo en estos estudios fue estimulado por el deseo de obtener mayores beneficios en el procesamiento de materiales utilizando microondas comparado con los métodos convencionales.

Aunque la aplicación de microondas es bastante anterior a los 80's se puede decir que desde el primer Simposio Internacional de Procesamiento de Materiales con Microondas celebrado en 1988, el interés en este campo ha crecido notoriamente, esto puede apreciarse en la variedad de técnicas orientadas a buscar y aprovechar los beneficios de utilizar la energía de microondas, lo que resulta evidente en la temática que cubrían los artículos presentados en dicho Simposio [1].

La aplicación de las microondas al procesado de cerámicos aparece durante los años 60's y 70's, orientada únicamente al secado de los mismos. Así mismo, se reportan trabajos de calentamiento de cerámicos a mediados de los 80's, y en los 90's se han dedicado numerosos esfuerzos para explorar nuevas rutas de procesamiento de acuerdo a la aplicación de los materiales.

Es decir, que conforme las exigencias de desempeño aumentan, se deben diseñar nuevas vías de producción para los nuevos materiales que las cumplen y, para el caso de los procesos que se llevan a cabo a alta temperatura, se traduce a la búsqueda en el incremento de la eficiencia y control del calentamiento [2].

Algunas de las hipótesis por las cuales se ha dado un crecimiento en el interés de usar microondas para el procesamiento de cerámicos son:

- .
- \* Rapidez interna de calentamiento.
- \* Calentamiento selectivo.
- \* Mejoramiento de calidad y propiedades.
- \* Síntesis de nuevos materiales
- \* Precisión y control de calentamiento.
- \* Capacidades de procesamiento no posibles por métodos convencionales.
- \* Ahorro en costos (tiempo y energía).

Se puede decir que las primeras dos hipótesis han sido probadas de modo general en los estudios que se han realizado, mientras que se busca que como consecuencia de éstas, las restantes también pueden ser probadas. En algunos experimentos se muestra que la absorción volumétrica de la energía de microondas hace posible mucho más rápido el sinterizado de cerámicos que de manera convencional. Esto permite producir un cerámico de grano fino con microestructura más uniforme, lo que le confiere que sea un material más fuerte y menos quebradizo que los cerámicos obtenidos por métodos convencionales. Además de que un calentamiento selectivo en microondas puede ser benéficos para producir nuevos materiales cerámicos compuestos que conserven su alta dureza bajo altas temperaturas y condiciones corrosivas [3].

Un material cerámico es un compuesto o solución que contiene elementos tanto metálicos como no metálicos y tiene una gran variedad de aplicaciones. Entre los materiales cerámicos que se utilizan ampliamente se encuentra el espinel magnesia-alúmina, el cuál es un cerámico que ha ganado gran interés en los últimos años en la industria de refractarios debido a sus propiedades físicas y estructurales.

En Europa y los Estados Unidos, el uso del espinel como material refractario fue muy escaso, y no fue hasta finales de los años 70`s que hubo un crecimiento en el interés por utilizar este producto como material refractario, primero para la industria del cemento y más recientemente para las industrias del vidrio y del acero. En Japón, la industria del cemento empezó a utilizar ladrillos de magnesia-espinel desde 1976 y desde 1980 comenzó a producir espinel sinterizado de alta pureza.

Tradicionalmente, el espinel (o espinela) magnesia-alúmina se produce utilizando la energía de los combustibles fósiles o bien mediante el uso de hornos eléctricos. Sin embargo recientemente ha habido un creciente interés en utilizar microondas como fuente de calentamiento para procesar distintos materiales dada la amplia variedad de ventajas sobre el calentamiento convencional, como la rapidez de calentamiento, la reducción de costos y el calentamiento más uniforme [4].

Otro aspecto que resulta interesante es que, precisamente hasta esta época es cuando se realiza una caracterización de las propiedades dieléctricas de este material, las cuales se requiere conocer para pensar en procesamiento mediante microondas.

En trabajos previos[4] se ha demostrado la producción del espinel magnesia-alúmina utilizando carbono como auxiliar en el proceso de absorción de microondas. Las relaciones de carbono/reactivo empleadas fueron considerablemente elevadas (del orden de 3 g de carbono en 14 g de reactivos). Así, aunque se comprobó que el carbono es un buen auxiliar en al calentamiento mediante microondas y los resultados sugieren que el espinel formado absorbía energía de manera importante, quedó por confirmar que cantidades menores de aditivo podrían dar un efecto similar, lo que pondría de manifiesto que el espinel contribuye significativamente a la absorción de energía por parte del sistema.

Dado lo anterior, el objetivo de este trabajo es demostrar que el espinel magnesia-alúmina ( $MgAl_2O_4$ ) puede ser producido utilizando microondas como fuente de energía con concentraciones de carbono del orden del 20 % de las que han sido empleadas hasta ahora evidenciando el papel que juega el espinel formado como absorbedor de microondas.



# CAPITULO II

## ANTECEDENTES

### 2.1 Las microondas

Microondas es un término descriptivo que se utiliza para identificar ondas electromagnéticas en el espectro de frecuencias comprendido entre 1GHz ( $10^9$  Hz) y 30 GHz, que corresponde a longitudes de onda de 30 cm a 1 cm (en la literatura técnica europea es frecuente llamarlas "ondas centimétricas", que parece ser una denominación mas adecuada). Algunas veces también a frecuencias más elevadas (hasta 600 GHz) se les llama microondas. (Figura. 1). Estas ondas presentan algunas características que no ocurren en otros sectores del espectro electromagnético y que las hacen particularmente adecuadas para diversas aplicaciones.

### 2.2 Ingeniería de microondas.

Durante la Segunda Guerra Mundial y poco tiempo después, la ingeniería de microondas fue casi sinónimo de ingeniería de radar debido a que los trabajos que se realizaban estaban enfocados casi exclusivamente a este campo por la necesidad de una herramienta capaz de detectar y localizar aviones y barcos enemigos

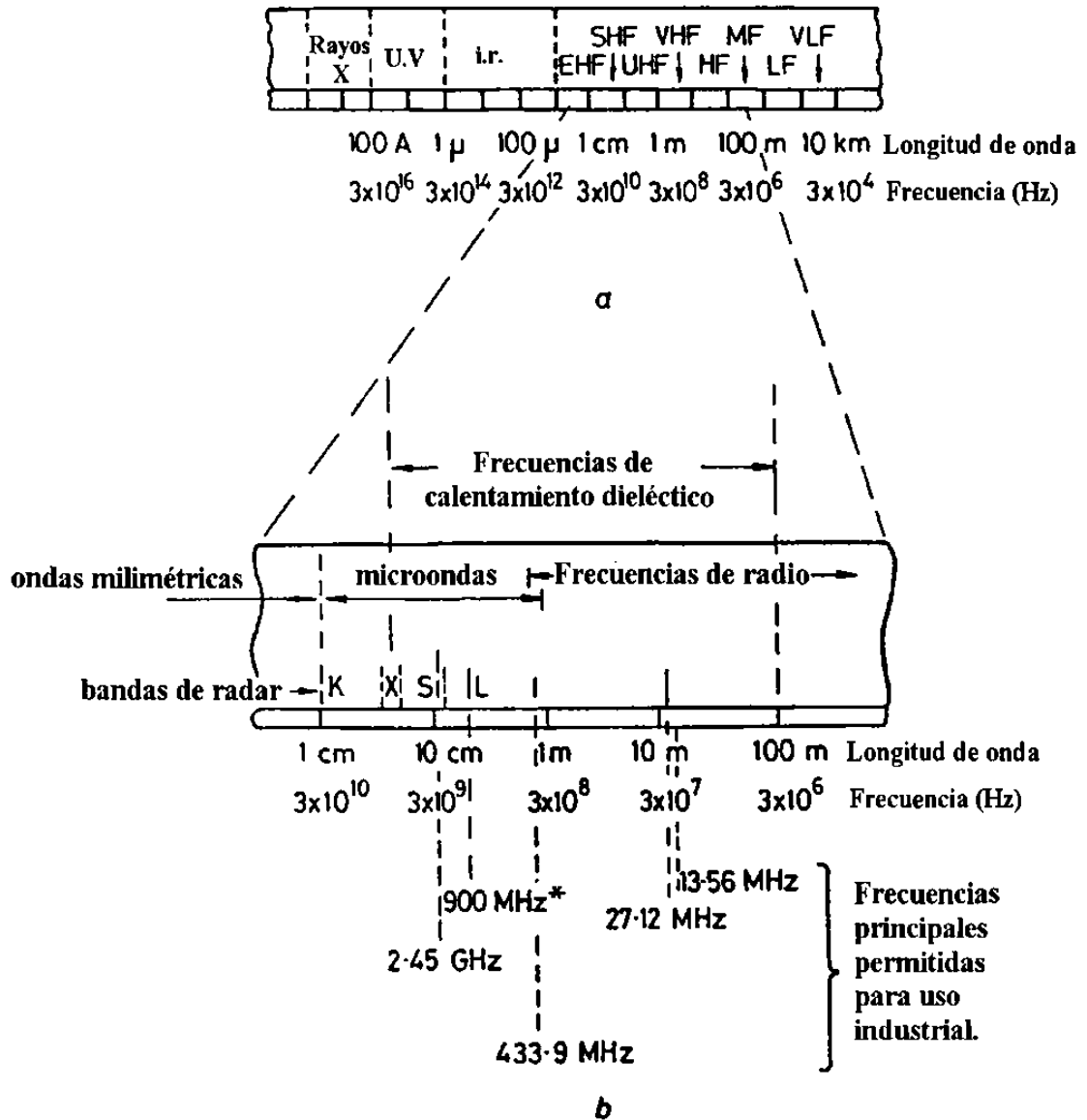


Figura 1. Espectro Electromagnético.

Como se verá a continuación, el uso de las microondas se ha extendido a otros campos, tales como las comunicaciones y, como en el caso de este trabajo, suministro de energía para el procesamiento de materiales.

La ingeniería de microondas se ocupa de la porción del espectro electromagnético localizado en la frecuencia de  $10^9$  a  $10^{12}$  Hz correspondiente a longitudes de onda en espacio libre de 30 cm a 0.3 mm.

Los campos magnéticos y eléctricos que varían con el tiempo son gobernados por las leyes físicas descritas por una serie de ecuaciones conocidas como las ecuaciones de Maxwell [5] debido a las cortas longitudes de onda involucradas en las microondas aunque se debe recordar que se refieren a la propagación de ondas electromagnéticas en el vacío. Las leyes de Kirchhoff para el análisis de circuitos de baja frecuencia y los conceptos de voltaje y corriente no son adecuados para describir este fenómeno eléctrico [6]

### **2.3 Efectos de las microondas en los materiales.**

El calentamiento se realiza cuando la energía de las microondas excita las moléculas del material a ser calentado a través de la rotación de dipolos y/o la conducción iónica u óhmica, con el resultado de que en el interior del material se convierte la energía de las microondas en calor .

Dado que esta conversión ocurre por la interacción de las ondas con el material, resulta que no todos los materiales pueden ser calentados mediante microondas. Existen materiales, generalmente poco conductores, que pueden considerarse como transparentes a las microondas, otros materiales muy conductores, como los metales, reflejan las microondas y no absorben su energía y existen también un buen número de materiales con características intermedias a las anteriores.

Existen varios fenómenos térmicos que se observan cuando los materiales son procesados en un campo de microondas. Este incluye calentamiento selectivo, calentamiento volumétrico y la rapidez con que éste se lleva a cabo. Estos fenómenos pueden ser entendidos en términos de la absorción de la energía de microondas y la conversión en calor dentro del material, como se mencionó anteriormente. También se han reportado efectos no térmicos, que pudieran ser atribuidos a las microondas dado que no ocurren en el calentamiento convencional.

En general, los mecanismos que rigen el calentamiento por microondas son:

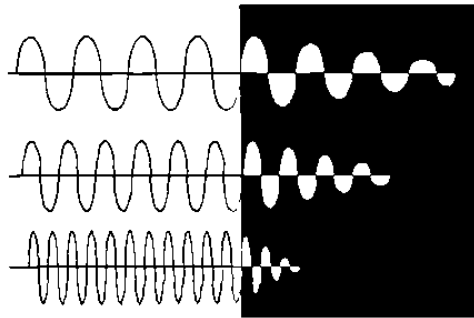
*Salto iónico.* Ocurre cuando existen en la sustancia dos o más posiciones equivalentes disponibles para un ion de impureza, adyacentes a una vacancia. El dipolo ion-vacancia puede cambiar de posición en el campo; se ha sugerido que este mecanismo es el que más probablemente se presente durante el calentamiento de muchos materiales cerámicos.

*Efecto Resistivo.* Este mecanismo de calentamiento se manifiesta en conductores y semiconductores con resistividades eléctricas altas. Puede presentarse en aquellos materiales que tienen electrones libres o pares electrón-hueco; o en materiales con contenidos iónicos tales que los iones tienen suficiente libertad de movimiento para generar corrientes conductoras.

*Rotación dipolar.* Ocurre cuando bajo la influencia de un campo eléctrico los dipolos que existen en algunos materiales tienden a reorientarse, como resultado se tiene una fricción molecular que genera calentamiento instantáneo y uniforme en el material.[7]

La razón por la cual un material dado absorbe energía de microondas está determinado por:

- 1) Las propiedades dieléctricas.
- 2) La frecuencia de las microondas.
- 3) La distribución de campo eléctrico y la profundidad de penetración de las microondas en el material. (Figura 2) [8]



**Figura 2. Esquema de la profundidad de penetración a diferentes frecuencias.**

Una expresión general que referencia al calentamiento con microondas que relaciona el flujo de calor con la potencia es [9]:

$$P = 2 \pi f \epsilon_0 \epsilon' \tan \delta E^2 \quad (1)$$

Donde:

P: Potencia absorbida por unidad de volumen (watts/cm<sup>3</sup>).

f: Frecuencia (Hz).

$\epsilon_0$  : Permitividad del aire (F/m).

$\epsilon'$  : Constante dieléctrica. (Parte real)

$\tan\delta$ : Factor de disipación.

E: Campo eléctrico. (V/m)

Por ejemplo, para la experimentación realizada, no se conoce el campo eléctrico en la muestra, pero se sabe que si la muestra se coloca en una misma posición todas las veces, el campo siempre será aproximadamente el mismo si la muestra es del mismo tipo. Así que el calentamiento depende básicamente de los términos  $\epsilon_0$  que es una constante independiente en este caso, y  $\epsilon'$  y  $\tan\delta$  que dependen de la temperatura.

Se sabe que  $\epsilon'$  no es muy sensible a la temperatura, pues varía del orden del 10% cada 500 ° C, mientras que  $\tan\delta$  puede variar del orden de 10 veces en el mismo rango de temperaturas.

## **2.4 Aplicación de las microondas a la industria cerámica.**

El procesamiento de materiales por microondas da la oportunidad de aprovechar las propiedades físicas de estos, además de que es una alternativa para suministrar energía a materiales que son difíciles de procesar y que sean buenos absorbedores de microondas. Dado que la energía se aplica directamente al material se podrían esperar ventajas económicas debido al ahorro de energía y tiempo, así como da la oportunidad de producir materiales nuevos y microestructuras que no pueden ser obtenidos por otros métodos [10].

La manufactura de productos cerámicos como ladrillos, alfarería, refractarios y cerámicos industriales se lleva a cabo a temperaturas superiores a 800 °C. El calentamiento por microondas es una nueva tecnología la cual se ha usado desde hace cuarenta años, primeramente en la industria alimenticia, después en el caucho y en la industria del plástico. Más recientemente la energía de microondas ha sido utilizada en el secado, unión y sinterizado de cerámicos.

La absorción volumétrica de la energía de microondas hace posible un sinterizado más rápido que en un horno convencional. Esto permite producir un cerámico con grano fino y microestructura uniforme, el cuál puede ser más duro y menos quebradizo que los cerámicos actuales. Un calentamiento selectivo en microondas puede ser benéfico para producir nuevos materiales cerámicos compuestos que conserven su alta resistencia a elevadas temperaturas y en condiciones corrosivas, lo cual puede permitir un desarrollo de nuevas aplicaciones para los cerámicos, por ejemplo: motores cerámicos extralivianos para aviones y automóviles, paredes cerámicas fuertes y de larga vida para reactores termonucleares.

# CAPITULO III

## LOS MATERIALES CERÁMICOS

### 3.1 Introducción

Los materiales cerámicos son compuestos y soluciones complejas que contienen elementos tanto metálicos como no metálicos. Las composiciones químicas de los materiales cerámicos varían considerablemente, desde compuestos sencillos a mezclas de muchas fases complejas enlazadas.

Dado que los enlaces en los materiales cerámicos van desde iónicos hasta covalentes, las propiedades en éstos varían mucho. Comúnmente los cerámicos son duros, frágiles, con alto punto de fusión (lo que los hace difíciles de procesar) y bajas conductividades eléctrica y térmica, adecuadas estabilidades química y térmica y alta resistencia a la compresión.

Las aplicaciones de los materiales cerámicos para ingeniería pueden clasificarse en dos grupos: materiales cerámicos tradicionales y materiales cerámicos de uso específico en ingeniería. Normalmente los cerámicos tradicionales están constituidos por tres componentes básicos: arcilla, sílice (pedernal) y feldespato (ejemplo de estos son los ladrillos y tejas utilizados en la industria de la construcción y las porcelanas eléctricas de uso en la industria eléctrica). Las cerámicas ingenieriles, por



el contrario están constituidas típicamente, por compuestos puros o casi puros tales como el óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), carburo de silicio ( $\text{SiC}$ ), y nitruro de silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ); un ejemplo de aplicación de los cerámicos ingenieriles en tecnología de punta son el carburo de silicio en las áreas de alta temperatura de la turbina del motor de gas AGT-100 experimental y el óxido de aluminio en la base de soporte para los circuitos integrados de los chips en un módulo de conducción térmica. [11]

Los cerámicos modernos comprenden una amplia variedad de materiales y productos, extendiéndose desde materiales de un solo cristal hasta materiales policristalinos. Estos materiales presentan características microestructurales que permiten un elevado grado de versatilidad en la manufactura de productos industriales.

### 3.2 Propiedades y características

Para la utilización de los materiales cerámicos es necesario conocer sus propiedades tanto físicas como químicas, ya que esto proporcionará la referencia en cuanto a su comportamiento en un sistema específico.

**Propiedades mecánicas:** Los cerámicos se caracterizan por ser frágiles y se observan grandes diferencias entre las resistencias a la tensión y a la compresión, siendo la resistencia a la compresión normalmente alrededor de 5 a 10 veces más altas que las tensiles (Ver tabla 1).

La falta de plasticidad en las cerámicas cristalinas se debe a sus enlaces iónicos y covalentes, ya que los materiales con enlaces covalentes se caracterizan por tener propiedades anisotrópicas (debido a la naturaleza propia del enlace). Así, cuando los cristales con enlace covalente son tensionados en

considerable amplitud muestran una fractura quebradiza debida a la separación de las uniones de pares de electrones, sin que éstas se vuelvan a formar . Los cerámicos enlazados covalentemente son por ello frágiles tanto en los estados monocristalinos como policristalinos [12].

**Tabla 1 . Propiedades mecánicas de algunos materiales cerámicos para ingeniería.**

Material	Densidad g/cm <sup>3</sup>	Resistencia a la compresión. MPa	Resistencia a la tensión. MPa	Resistencia a la flexión. MPa
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (99%)	3.85	2585	207	345
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (Prensado en caliente)	3.19	3450		690
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (Reacción de aglomeración)	2.8	770		255
SiC (Sinterizado)	3.1	3860	170	550
ZrO <sub>2</sub> , 9% MgO (Parcialmente estabilizado)	5.5	1860		690

La deformación de los cerámicos con enlace predominantemente iónico es diferente. Los monocristales de sólidos enlazados iónicamente, tales como el óxido de magnesio y el cloruro de sodio, muestran una deformación plástica considerable bajo fuerzas compresivas a temperatura ambiente. Sin embargo los cerámicos iónicos policristalinos son frágiles, formándose grietas en las fronteras entre los granos. [11]

El fallo mecánico de los materiales cerámicos se da principalmente por defectos estructurales. Las causas principales de la fractura en cerámicos policristalinos han de buscarse en las grietas superficiales producidas durante los procesos de acabado superficial, poros (porosidad), inclusiones y granos grandes producidos durante el procesamiento. Los poros de los materiales cerámicos frágiles son regiones donde se concentran los esfuerzos y, cuando la tensión en un poro alcanza un valor crítico, se forma una grieta y se propaga

al no haber en estos materiales procesos que absorban mucha energía. Los poros también actúan en detrimento de la resistencia de los materiales cerámicos porque disminuyen el área de la sección transversal sobre la que se aplica la carga y, por lo tanto, rebajan la tensión que un material puede soportar. Así, el tamaño y la fracción en volumen de los poros en las cerámicas son factores importantes que afectan a su resistencia.

La dureza y la resistencia son importantes en algunas aplicaciones de los cerámicos. El método utilizado para medir la dureza en materiales cerámicos, es el ensayo Vickers. La ventaja de este ensayo es su capacidad de obtener medidas de dureza en niveles altos y en zonas pequeñas, ya que las pruebas de dureza Vickers se hacen con un peso superior a 120 kgf, lo cuál es comparable a la prueba Rockwell C (150 kgf), este rango amplio de cargas permite a la prueba Vickers ser usada para casi todo material. La resistencia a la tensión en un material cerámico generalmente es difícil de determinar debido a la sensibilidad del material a pequeñas grietas [12].

En los materiales frágiles, como son la mayoría de los cerámicos, una grieta se propaga fácilmente bajo esfuerzo debido a que no se disipa energía por deformación plástica delante de la grieta (como ocurre con un metal).

**Propiedades Térmicas:** En general, la mayoría de los cerámicos tienen bajas conductividades térmicas debido a sus fuertes enlaces iónicos y covalentes, ver tabla 2, además son buenos aislantes térmicos. Por lo tanto, debido a su alta resistencia al calentamiento son utilizados como refractarios, los cuales se definen como materiales que resisten la acción en ambientes calientes, líquidos y gaseosos.

**Tabla 2 . Conductividad térmica de materiales representativos a la temperatura ambiente.**

Material	Conductividad W/(m ·K)
Cobre	390
Berilio (BeO)	250
Aluminio	200
Grafito	150
Carburo sinterizado(WC)	80
Acero	50
Nitruro de boro (BN)	28
Cerámicos de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17
Vidrio "Pyrex"	1.2
Vidrio sódico-cálcico	0.8
Polietileno	0.3
Caucho o hule	0.1
Espuma de uretano	0.05

**Propiedades Eléctricas:** Los materiales cerámicos se utilizan en gran variedad de aplicaciones eléctricas y electrónicas, la mayoría son utilizados como aislantes eléctricos debido a sus bajas conductividades eléctricas (Ver tabla 3 ). También encuentran su aplicación en varios tipos de capacitores, especialmente cuando se requiere la miniaturización. Otros tipos de cerámicas complejas como el BaTiO<sub>3</sub> se utilizan como piezoeléctricos ya que pueden convertir señales débiles de presión en señales eléctricas y viceversa.

**Propiedades químicas:** Los óxidos, carburos, nitruros y boruros presentan un alto grado de estabilidad química, resultado de la compactación de la estructura cristalina y del enlace químico. Termodinámicamente el cerámico más estable será aquel que tenga la mínima energía de formación a partir de los elementos que lo forman.

**Tabla 3. Conductividad eléctrica de una selección de materiales utilizados en ingeniería.**

Material	Conductividad mho/cm
Plata (pureza comercial)	$6.30 \times 10^5$
Cobre (alta conductividad)	$5.85 \times 10^5$
Aluminio (pureza comercial)	$3.50 \times 10^5$
Hierro lingote (pureza comercial)	$1.07 \times 10^5$
Acero inoxidable (301)	$0.14 \times 10^5$
Grafito	$1 \times 10^3$
Vidrio para ventanas	$2 \times 10^{-7}$
Lucita	$10^{-14}$ a $10^{-16}$
Vidrio borosilicato	$10^{-12}$ a $10^{-17}$
Mica	$10^{-13}$ a $10^{-17}$
Polietileno	$10^{-17}$ a $10^{-19}$

**Propiedades ópticas:** Muchos cerámicos, particularmente los óxidos son ópticamente transparentes en forma cristalina o en forma vítrea. Las propiedades ópticas están estrechamente ligadas a la composición y estructura de los cerámicos ya que el grado de polarización es una función del tamaño del ion, la energía de enlace y la dirección cristalográfica. El índice de refracción es una medida cuantitativa de esos parámetros.

### **3.2.1 Cambios físicos y químicos durante el tratamiento térmico de cerámicos**

El tratamiento que se aplica a cerámicos se divide en dos intervalos de temperatura, el primero de ellos es en el de  $0-400^{\circ}$  C, en donde el material cerámico pierde agua y enlaces orgánicos y el segundo ocurre a temperaturas mayores en donde numerosos cambios físicos y químicos toman lugar en el desarrollo de las propiedades deseadas.

Los cambios que tienen lugar a temperaturas altas pueden ser clasificados como: disociación, formación de compuestos, transformación polimórfica, sinterizado y vitrificación. En cada uno de los casos la energía es aplicada para romper los enlaces que se encuentran en una estructura estable para permitir la difusión de iones a sitios más favorables, dando como resultado un producto con un arreglo estructural de menor energía libre.

*Disociación, formación de compuestos y transformación polimórfica.* Muchos materiales sin procesar pierden su identidad después de que son colocados en un medio a alta temperatura, para algunos minerales la disociación es el primer cambio observado, este proceso no ocurre instantáneamente sino que depende de la difusión de ciertos iones como el hidrógeno o el carbono en los  $MgCO_3$  y el  $CaCO_3$  por ejemplo. La transformación polimórfica se debe a que algunos materiales son capaces de existir en más de un arreglo cristalográfico como la  $ZrO_2$  o la  $SiO_2$ . Estos cambios pueden ser estudiados utilizando diversas técnicas, tales como el análisis térmico diferencial o bien la difracción de rayos X [12].

*Sinterizado.* Es un tratamiento a temperatura elevada que ocasiona que las partículas de un material se unan entre sí y reduzcan gradualmente el espacio de poros entre ellas. En este caso el tratamiento térmico da como resultado un poro compacto, el rango de sinterización depende mucho de las características de difusión, temperatura, tamaño de grano, forma y tamaño del poro. El principal interés durante la etapa final de sinterizado es el desarrollo de una microestructura óptima que evite un crecimiento rápido de grano y la eliminación de porosidad.

*Vitrificación.* Una fase cristalina está presente en cantidades apreciables en productos tales como porcelana, productos arcillosos estructurales y algunos componentes electrónicos. Esta fase cristalina sirve como medio de reacción

para que la difusión pueda tener lugar a menor temperatura que en el resto de los materiales cerámicos sólidos. Durante el tratamiento a elevadas temperaturas de este tipo de materiales, tiene lugar un proceso llamado vitrificación, por medio del cual la fase cristalina se licúa y rellena los poros del material. Esta fase cristalina líquida puede también reaccionar con alguno de los sólidos restantes de material refractario. Bajo enfriamiento, la fase líquida solidifica para formar una matriz vítrea que une las partículas que no han fundido.

### **3.3 Los materiales refractarios**

El término refractario sugiere resistencia a elevada temperatura, en ingeniería de cerámicos el término refractario implica un cerámico utilizado como revestimiento de un horno para procesamiento de materiales a altas temperaturas principalmente.

En la actualidad existe una gran variedad de refractarios comerciales con diversas composiciones y microestructuras. Las propiedades más importantes de los refractarios cerámicos son su resistencia a bajas y altas temperaturas, su densidad volumétrica y su porosidad. Los refractarios densos con baja porosidad tienen una mayor resistencia a la corrosión, erosión y a la penetración por líquidos y gases. Sin embargo, es deseable que los refractarios aislantes tengan alta porosidad y, en ocasiones, son utilizados como sustitutos de materiales refractarios de mayor densidad y refractariedad.

Los cerámicos industriales comúnmente se dividen desde el punto de vista químico en ácidos o básicos y, desde el punto de vista físico, en ladrillos, crisoles o cualquier otro acorde a su forma o presentación.

Los refractarios ácidos, se basan mayoritariamente en  $\text{SiO}_2$  y el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  los cuales son óxidos de metaloides. Los refractarios básicos, están compuestos mayoritariamente de magnesia ( $\text{MgO}$ ), cal ( $\text{CaO}$ ), mineral de cromo o mezclas de dos o tres de esos materiales los cuales son óxidos metálicos. Como grupo, los refractarios básicos se caracterizan por densidades altas, temperaturas altas de fusión y buena resistencia al ataque químico por escorias básicas y óxidos, pero son más caros. Estos refractarios contienen un alto porcentaje (92 a 95 %) de magnesia y, se utilizan principalmente como recubrimientos en hornos y ollas para producción de acero [14].

### **3.4 Propiedades y características de los materiales refractarios**

*Propiedades Térmicas.* Los refractarios, así como otros sólidos se expanden cuando se calientan, pero mucho menos que los metales. El grado de expansión depende de la composición química [11].

Expansión térmica irreversible. La mayoría de los ladrillos refractarios no presentan un equilibrio químico antes de su uso. Durante el calentamiento prolongado en servicio, pueden ocurrir reacciones adicionales y causar que el ladrillo se contraiga o expanda y llegue a su composición final que será la que se mantendrá durante el servicio. Esto afecta también las dimensiones finales del producto.

Conductividad térmica. La conductividad térmica en el refractario depende de la composición química del material y del aumento o disminución de la porosidad.

En la tabla 4 se puede observar como la conductividad térmica depende también de la temperatura, los materiales que se utilizan en este trabajo



muestran una clara disminución en esta propiedad, lo que de alguna manera ayudaría a mantener la muestra caliente durante el procesado mediante microondas.

**Tabla 4 . Conductividad térmica de materiales refractarios puros.**

Material	Conductividad Térmica W/(m · k)	
	a 500°C	a 1000°C
Oxido de aluminio	10.9	6.2
Oxido de berilio	65.4	20.3
Oxido de calcio	8	7.8
Oxido de magnesio	13.9	7
Dióxido de silicio	1.6	2.1
Oxido de titanio	3.8	3.3
Mulita	4.4	4
Espinel magnesio- alúmina	9.1	5.8
Carburo de silicio	22.5	23.7
Zirconia	4.3	4.1

**Ruptura térmica.** Los refractarios son quebradizos y los esfuerzos provocados por cambios en la temperatura pueden causar agrietamiento y destrucción del mismo. La susceptibilidad al agrietamiento térmico y ruptura depende de las características que presenta el material y la macroestructura del refractario en particular, el balance entre su coeficiente de expansión térmico y su conductividad térmica [12].

**Refractariedad.** La mayoría de los refractarios son mezclas de diferentes óxidos, algunas veces con cantidades significativas de impurezas. La refractariedad es la resistencia a la deformación física bajo la influencia de la temperatura.

**Propiedades mecánicas.** Las propiedades físicas de un producto refractario en particular dependen de sus constituyentes y de la manera en que

éstos fueron mezclados. Las propiedades físicas pueden ser variadas para ajustarse a aplicaciones específicas. El esfuerzo (módulo de ruptura) a temperatura ambiente está determinado por el grado de enlace. Los refractarios de grano fino y baja porosidad son más resistentes que aquellos que tienen grano grueso y porosidad alta. De cualquier forma la resistencia a temperatura ambiente de un refractario no es un indicador de la resistencia a temperaturas altas porque las fuerzas de enlace pueden ser débiles en la fase vítrea a una temperatura alta. Generalmente la resistencia a temperaturas altas es menor que a temperatura ambiente. Lo anterior es una medida del grado de enlace en estado sólido entre los granos del refractario, mientras que la fractura a altas temperaturas indica la cantidad de líquido o fase vítrea y su viscosidad. En la tabla 5 puede observarse algunas propiedades mecánicas para diversos materiales.

**Tabla 5. Propiedades mecánicas de algunos materiales.**

Material	Resistencia a la Tensión (psi)	Elongación (%)	Dureza
Poliétileno (alta densidad)	30.3	15-100	R40
Polipropileno	34.4	30-200	R90
Acero 1010	324	28	95BHN
Magnesio	255	9	100 Vickers
Alúmina (99.9%)	30	0	85 R45N

### 3.5 Espinel

La familia de los espineles comprende una amplia variedad de compuestos cuya estructura característica es una estructura cúbica compacta con intersticios tetraédricos y octaédricos. Este nombre viene del italiano *spinella*, diminutivo de espina (*spina*), debido a la forma de los cristales puntiagudos similares a espinas.

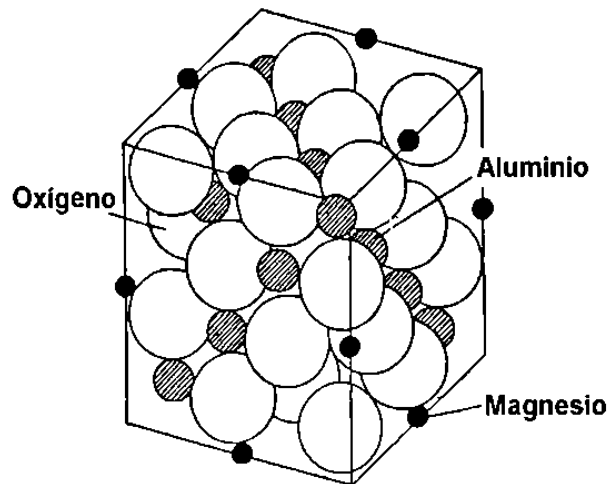
La fórmula básica para el espinel es  $A^{2+} B_2^{3+} O_4$  donde A y B son iones metálicos. Los iones del oxígeno forman una red cúbica centrada en las caras (CCC) y los iones A y B se pueden encontrar en los sitios tetraédricos y octaédricos, dependiendo del espinel en particular.

### **3.6 Espinel magnesia-alúmina ( $Al_2O_3$ -MgO)**

El espinel magnesia-alúmina es un compuesto altamente refractario. Las principales aplicaciones del espinel es en los hornos para cemento y la industria del vidrio, además de aplicaciones estructurales y de transmisión óptica. El espinel generalmente se produce de dos maneras, por fusión o por sinterización. La producción por fusión permite una estrecha mezcla de materiales líquidos y asegura que la difusión entre las especies de una estructura homogénea. Por el contrario en el caso de la sinterización, las temperaturas son más bajas que aquellas alcanzadas en la fusión y la difusión no se alcanza a dar en todo el volumen.

La diferencia entre el material producido mediante fusión con respecto al sinterizado es que la difusión en el primero es prácticamente perfecta, mientras que la sinterización produce espinel solamente en los límites de partícula MgO- $Al_2O_3$ . La producción mediante fusión se lleva a cabo en hornos de arco. La sinterización se lleva a cabo en hornos calentados mediante la combustión de combustibles fósiles principalmente. En el caso del procesamiento mediante microondas se busca alcanzar temperaturas cercanas a las de fusión y, por lo tanto, un producto similar al que se obtiene en el horno de arco eléctrico. El espinel magnesio-alúmina sintético que se forma a elevadas temperaturas y que es enfriado en laboratorio presenta cierta distorsión, en comparación con el natural que presenta una estructura ordenada [15].

La Figura 3 representa la estructura cristalina del espinel magnesia-alúmina. Esta estructura está determinada por la configuración espacial de iones grandes de oxígeno, con cationes trivalentes y bivalentes entre ellos. Debido al tamaño del oxígeno es posible tener cierto desorden sin un cambio en la red. Esta situación da un amplia variación de las composiciones para el espinel.



**Figura 3. Estructura cristalina del espinel magnesia- alúmina ( $MgAl_2O_4$ )**

Termodinámicamente se considera que el  $MgO$  y  $Al_2O_3$  pueden reaccionar para formar el espinel magnesia-alúmina, pero esta reacción de la mezcla solamente se obtiene a una temperatura superior a  $1200^\circ C$ . Figura 4.

Algo muy importante de considerar dado el objetivo de este trabajo, son las propiedades dieléctricas del material utilizado; un dieléctrico en un campo eléctrico se puede imaginar como una distribución en el espacio libre de dipolos microscópicos o cargas positivas y negativas ligadas.

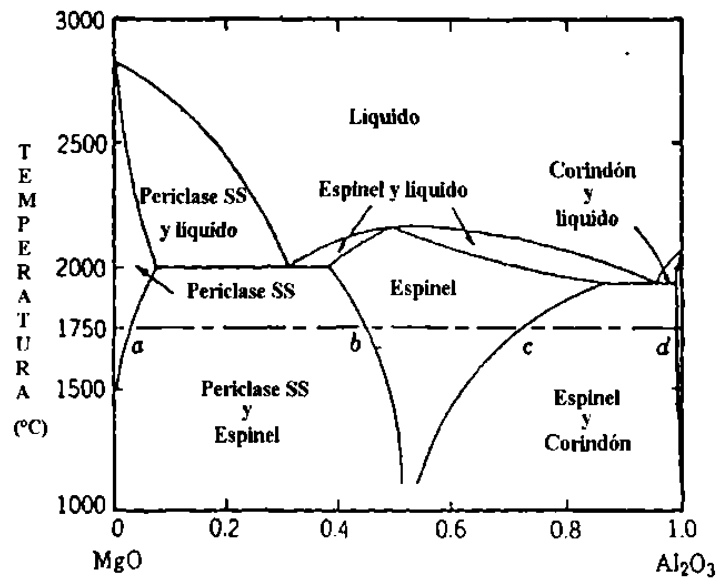


Figura 4. Diagrama de fases del sistema MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### 3.7 Propiedades de la alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

La alúmina es producida por calentamiento de hidratos de alúmina. Un número de estructuras de transición de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se pueden formar con el incremento en la temperatura, pero todas las estructuras son transformadas irreversiblemente a  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con una estructura de corindón de sistema hexagonal. La  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> únicamente es estable arriba de 1200 °C y es generalmente utilizada para aplicaciones eléctricas y estructurales, excepto para la  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la cuál es aplicada para aplicaciones catalíticas. La  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se representa simplemente como Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [15].

#### 3.7.1 Propiedades térmicas, mecánicas y eléctricas

El enlace químico entre los iones de aluminio y oxígeno es muy fuerte. El Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tiene una gran estabilidad física y un alto punto de fusión (2050 °C) y la más alta dureza entre los óxidos, además de alta resistencia mecánica. Su conductividad térmica es también relativamente grande entre los óxidos,

además el coeficiente de expansión térmica es grande, y el valor de resistencia al choque térmico es más pequeño que para los valores del  $\text{Si}_3\text{N}_4$  y  $\text{SiC}$ , los cuales son los materiales más representativos a altos esfuerzos. La resistencia a la propagación de grietas a temperatura ambiente es de 3.85 a 3.95  $\text{MPa} \sqrt{m}$  en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sinterizada, y de 4.18 a 5.9  $\text{Mpa} \sqrt{m}$  en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presionada en caliente. La alúmina es típicamente un aislante eléctrico. La resistividad volumétrica de cerámicos de alta pureza con una baja concentración alcalina es más de  $10^{15} \Omega\text{cm}$  a temperatura ambiente. Se observa que al disminuir la pureza, los valores de elasticidad, conductividad térmica y resistividad eléctrica se incrementan. La resistencia mecánica y la resistencia dieléctrica también se incrementan con la pureza, pero son más sensibles a la densidad y microestructura del cerámico, como se observa en la tabla 6.

### 3.8 Propiedades del óxido de magnesio (MgO)

#### 3.8.1 Propiedades térmicas

La capacidad calorífica molar del MgO puede ser expresada por la siguiente ecuación para un intervalo de temperatura de 298 a 2500 K:

$$C_p = 45.47 + 5.01 \times 10^{-3} T - 8.74 \times 10^{-5} T^2 \quad (\text{In J/mol} \cdot \text{K}) \quad (2)$$

donde T es la temperatura absoluta. El coeficiente de expansión térmica del óxido de magnesio es grande y va desde  $12.0 \times 10^{-6}/\text{K}$  a  $17.3 \times 10^{-6}/\text{K}$  entre 200 y 2000 °C. La conductividad térmica del óxido de magnesio es función de la temperatura y a temperatura ambiente su conductividad es más baja.  $\sim 60\text{W} / \text{m}\cdot\text{K}$ , para un solo cristal comparados con otros materiales cerámicos típicos.

**Tabla 6. Propiedades ingenieriles del  $Al_2O_3$**

Propiedad	Pureza		
	99.90%	99.5%	90%
<b>Físicas</b>			
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	3.99	3.87	3.6
Tamaño de grano, mm	15-45	5-50	2-10
<b>Mecánicas.</b>			
Módulo de elasticidad, GPa	393	372	275
Módulo de rigidez, GPa	162	151	117
Relación de Poisson	0.22	0.22	0.22
Resistencia a la compresión, Mpa. (25 °C)	2549	2618	2480
Resistencia a la tensión, Mpa. (25 °C)	206	262	220
Dureza, (R45N)	85	83	79
<b>Coefficiente de expansión térmico, 10<sup>-6</sup>/K</b>			
De 25 - 400 °C	7.4	7.6	7.0
De 25 - 1000 °C	8.3	8.3	8.1
<b>Conductividad térmica</b>			
A 20 °C	0.39	0.35	0.16
A 400 °C	0.13	0.12	0.08
<b>Constante dieléctrica a 25 °C</b>			
A 1 kHz	10.1	9.8	8.8.
A 1 MHz	10.1	9.7	8.8
A 10 Ghz	10.1	9.7	8.7
<b>Factor de disipación a 25 °C</b>			
A 1 kHz	0.00050	0.0002	0.0006
A 1 MHz	0.00004	0.0003	0.0004
A 10 Ghz	0.00009	0.0002	0.0009
<b>Factor de pérdida a 25 °C</b>			
A 1 kHz	0.050	.002	.005
A 1 MHz	0.0004	.003	.004
A 10 Ghz	0.0010	.002	.008
<b>Resistencia dieléctrica, AC, kV/cm (valores RMS promedio a 60 Hz AC).</b>			
0.63 cm de espesor	90.5	86.6	92.5
0.13 cm de espesor	200.7	169.3	177.1
0.02 cm de espesor		330.7	299.2
<b>Resistividad volumétrica, W×cm<sup>2</sup>/cm</b>			
A 500 °C			2.8×10 <sup>14</sup>
A 1000 °C			8.6×10 <sup>14</sup>

### 3.8.2 Propiedades mecánicas

El módulo de Young para un solo cristal depende de la orientación cristalográfica y la temperatura. Este valor a temperatura ambiente se ha reportado ~ 300 GPa y decrementa con el incremento de la temperatura . El módulo de corte de cristales simples de MgO es 130 GPa a 300 K y decrementa con el incremento de la temperatura [15].

La resistencia a la compresión de una muestra sinterizada con una densidad de  $3.48 \text{ g/cm}^3$  es ~ 1300 MPa, mientras que la resistencia a la flexión muestra valores bajos tales como 441 MPa para cristales simples y ~90 MPa para policristales con  $3.4 \text{ g/cm}^3$  .

La dureza depende ligeramente de la orientación cristalográfica: 8.9 GPa sobre (100), 9.7 GPa sobre (110), 9.6 GPa sobre (111). La microdureza de MgO policristalino depende de manera significativa del tamaño de grano, porosidad, pureza y temperatura.

El MgO exhibe una naturaleza frágil por debajo de los  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ , pero comienza a ser dúctil por encima de esa temperatura. La relación de Poisson por debajo de los  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  varía de 0.36 a 0.33, hasta un valor tan alto como 0.47 en la región dúctil ( $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

### 3.8.3 Propiedades eléctricas

El MgO es típicamente un aislante, generalmente muestra baja conductividad eléctrica ( $<10^{-17} \text{ S/cm}$ ) a temperatura ambiente. Sin embargo, ésta se incrementa exponencialmente al orden de  $10^{-6} \text{ S/cm}$  a  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ . La constante dieléctrica medida a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  es aproximadamente 9.65 para el rango



de frecuencias de 102 a 108 Hz. y no cambia de modo importante con la temperatura.

### 3.9 Propiedades dieléctricas.

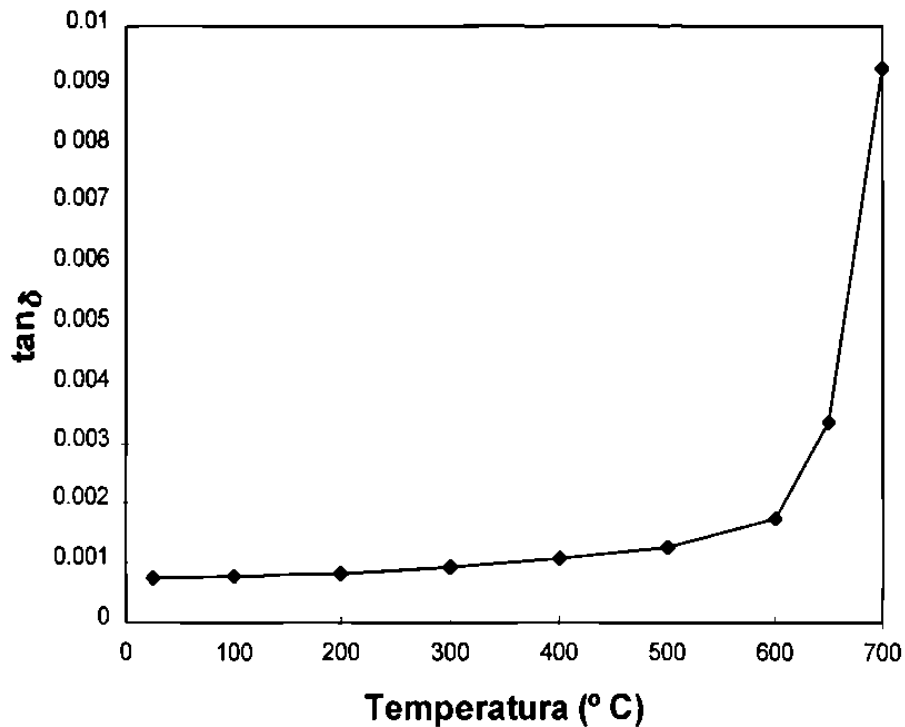
La permitividad es una propiedad muy importante porque indica la manera en que un campo eléctrico interactúa con la materia. En este caso la respuesta que se espera del material es un calentamiento interno que permite llevar a cabo alguna transformación o proceso.

Dado que según la ecuación 1, el calentamiento es proporcional al factor de disipación  $\tan\delta$  y de  $\epsilon'$  que a la frecuencia de 2.45 Ghz., que es la frecuencia que se utilizó en este trabajo prácticamente no depende de la temperatura. Así se puede decir que la ganancia de calor a una frecuencia fija es:

$$P = \text{cte} \tan\delta \quad (3)$$

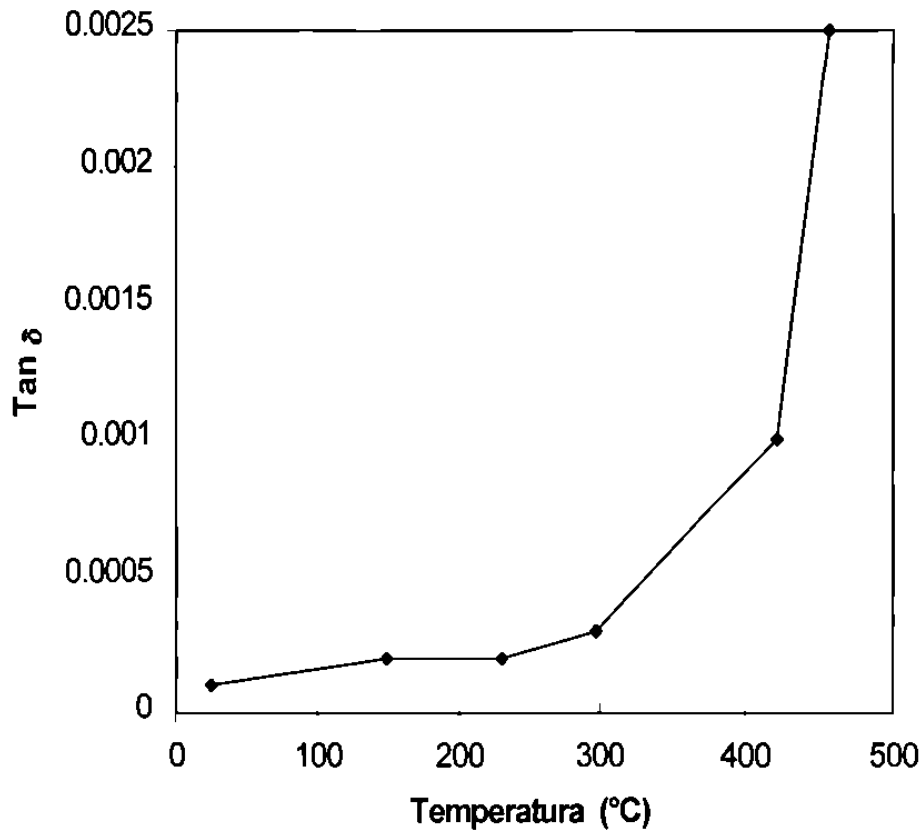
La constante involucra  $\epsilon'$  que como ya se mencionó no cambia de modo importante con la temperatura, especialmente para la alúmina y el espinel.

Los valores de  $\tan\delta$  para la alúmina son los presentados en la figura 5.



**Figura 5. Gráfica que presenta la variación de  $\tan \delta$  con la temperatura, para una muestra de alúmina expuesta a 3.6 GHz.**

Mientras que los del espinel son los que se muestran en la figura 6, en donde se ilustra el comportamiento de  $\tan \delta$  de una muestra de espinel magnesia alúmina utilizando una frecuencia entre 4.23 y 4.07 Ghz, se observa como  $\tan \delta$  crece con la temperatura [16]. Es por esta razón que se utiliza un auxiliar en el calentamiento a fin de conseguir condiciones en que  $\tan \delta$  sea máximo y por ende la absorción de energía también lo sea.



**Figura 6. Gráfica que presenta la variación de  $\tan\delta$  con la temperatura, para una muestra de espinel.**

En cambio el MgO presenta en este mismo rango de temperaturas un factor de disipación que va desde 0.0002 hasta los 0.006, lo que comparado con el espinel y la alúmina no representa gran cambio. Los valores de  $\epsilon'$  están alrededor de 10 para los tres constituyentes.

En base al conocimiento que se tiene sobre las propiedades dieléctricas se prosigue con un diseño de experimentos en el cuál se toma en cuenta que estos materiales se pueden procesar y que el campo eléctrico no cambia significativamente, ya que  $\epsilon'$  tampoco cambia con la temperatura de manera importante.

Se debe hacer notar que aunque las propiedades dieléctricas de muchos materiales pueden ser encontradas en muchos sitios, un problema consiste en que el mismo tipo de material puede tener diferentes propiedades, ya que son muy sensibles a la pureza y microestructura y los valores genéricos son solamente aproximaciones que en este caso provienen de materiales específicos. Para los objetivos de este trabajo basta centrarse en el aumento que experimenta  $\tan\delta$  con la temperatura y la sencilla conclusión de que conforme aumenta la temperatura son más absorbentes.

Lo que es necesario para precalentar los materiales con microondas es un material que sea buen absorbedor de ellas en el rango que cubra por lo menos de temperatura ambiente hasta el momento en que  $\tan\delta$  se incremente sensiblemente para la alúmina. En trabajos previos [4], se demostró que el carbón cumple con tal requisito, por lo que es utilizado aquí como un auxiliar para el precalentamiento.

# CAPITULO IV

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

Se realizaron una serie de experimentos en los que se utilizó un horno de microondas convencional con una potencia de trabajo de 800 Watts y una frecuencia de 2.45 GHz. Se utilizaron mezclas de óxido de magnesio (MgO) y alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) en distintas concentraciones con el fin de producir el espinel con pequeñas cantidades de aditivo (carbón grafito).

### 4.1 Pruebas preliminares

Debido a que los reactivos utilizados (MgO y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) no absorben la energía de microondas a temperaturas inferiores a  $600\text{ }^\circ\text{C}$ , es necesario colocar los reactivos junto con carbón grafito que absorbe la energía de microondas, de tal manera que al aplicar energía a los reactivos se calienten por conducción.

Se realizaron varias pruebas en las que se variaban las concentraciones de la mezcla de los reactivos y el tiempo de éstos en su exposición a las microondas. Los tiempos empleados fueron de 40 y 60 minutos.

## 4.2 Preparación de las muestras

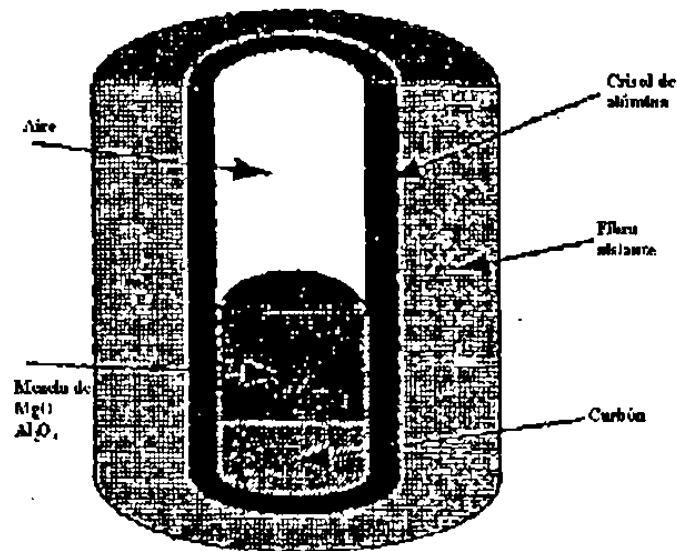
Las cantidades calculadas de MgO y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fueron mezcladas en un mortero de porcelana hasta obtener una mezcla homogénea de los reactivos. También se les agregó acetona en pequeñas cantidades para facilitar el mezclado.

La cantidad de mezcla utilizada fue de 7 gramos para cada una de las pruebas, la mezcla no se compactó.

## 4.3 Descripción de la prueba

Todas las pruebas realizadas en la experimentación siguen el procedimiento que se describe a continuación, únicamente lo que varía es el tiempo de procesado por microondas. Una vez que se pesan 7 gramos de la mezcla y la masa de carbón grafito, en un crisol de alúmina se coloca el carbón grafito primero y después la mezcla de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y MgO, como se muestra en la figura 7. El crisol fue aislado con fibra cerámica para evitar la pérdida de calor hacia el exterior.

El crisol se colocó a una distancia de 29 cm enfrente de la abertura (figura 8). Las cantidades de grafito y tiempos para cada una de las muestras se presentan en la tabla 8.



**Figura 7. Esquema que representa la condición de experimentación para la muestra. Las dimensiones del crisol son: 50mm ancho x 37 mm altura x 7mm espesor.**

**Tabla 7. Proporciones de los reactivos utilizadas en este trabajo.**

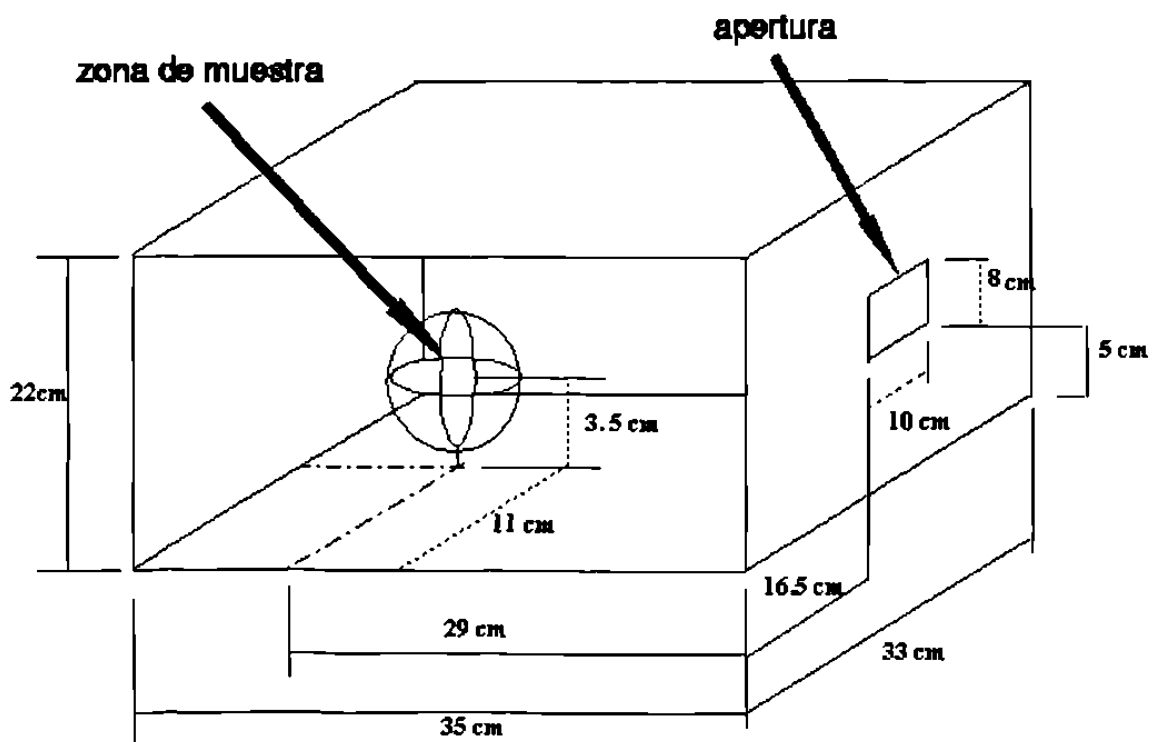
Número de mezcla	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% MgO	Cant. en g. de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cant. en g. de MgO
1	50	50	3.9	10
2	53	47	3.5	10
3	55	45	3.2	10

En los casos en que la temperatura fue medida, se utilizó un pirómetro óptico. Dado que la puerta no permitía tomar la temperatura, esta se tomó al terminar la prueba, la temperatura es exterior y es la mínima que se tiene en el sistema.

En estas condiciones la temperatura fue del orden de los  $1500^{\circ}\text{C}$ , pero como se verá posteriormente hay evidencias de que se alcanzaron temperaturas mayores.

**Tabla 8. Tiempos de exposición a las microondas y cantidades de carbono utilizadas.**

Muestra	No. de mezcla	Tiempo (minutos)	Cant. de carbón grafito
1	1	60	1g.
2	3	40	0.5g.
3	3	60	0.5g.
4	2	60	0.5g.
5	2	40	0.5g.
6	1	40	0.5g.



**Figura 8 .Esquema del aparato de microondas utilizado.**



# CAPITULO V

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Una vez que se experimentó con diferentes concentraciones y tiempos, se recopiló información utilizando difracción de rayos X, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y pruebas de microdureza.

### 5.1 Difracción de rayos X

A las muestras obtenidas se les hizo una difracción de rayos X para observar las fases que presentan, y de esta manera verificar la formación de espinel. El análisis se hizo utilizando un difractómetro Siemens D5000 que emplea radiación de cobre K-alfa, en donde los planos cristalinos de la muestra se identifican mediante su valor característico de  $2\theta$ . [17]

Las características de función para el equipo de difracción se muestran en la tabla 9.

Los resultados obtenidos en base a un análisis semicuantitativo por medio de difracción de rayos X para cada una de las muestras se presentan a continuación en la tabla 10. Estos valores se toman para cada muestra, en su

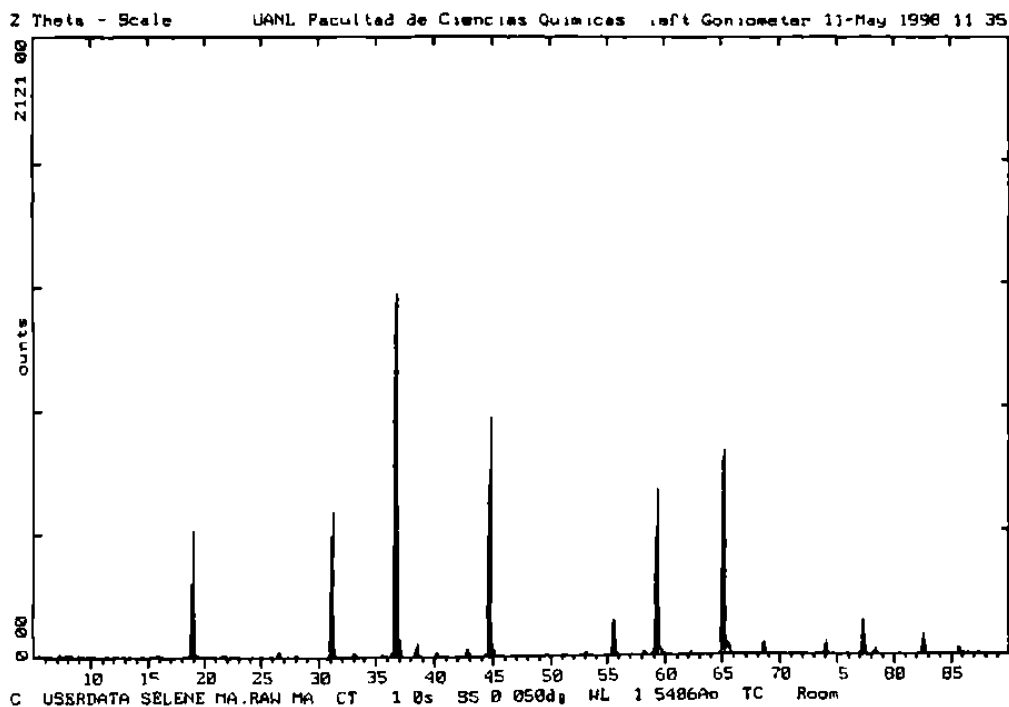
respectivo difractograma del pico más alto de difracción para cada compuesto y midiendo el área que presenta dicho pico.

**Tabla 9. Características de función del equipo de difracción para el análisis de cada una de las muestras obtenidas.**

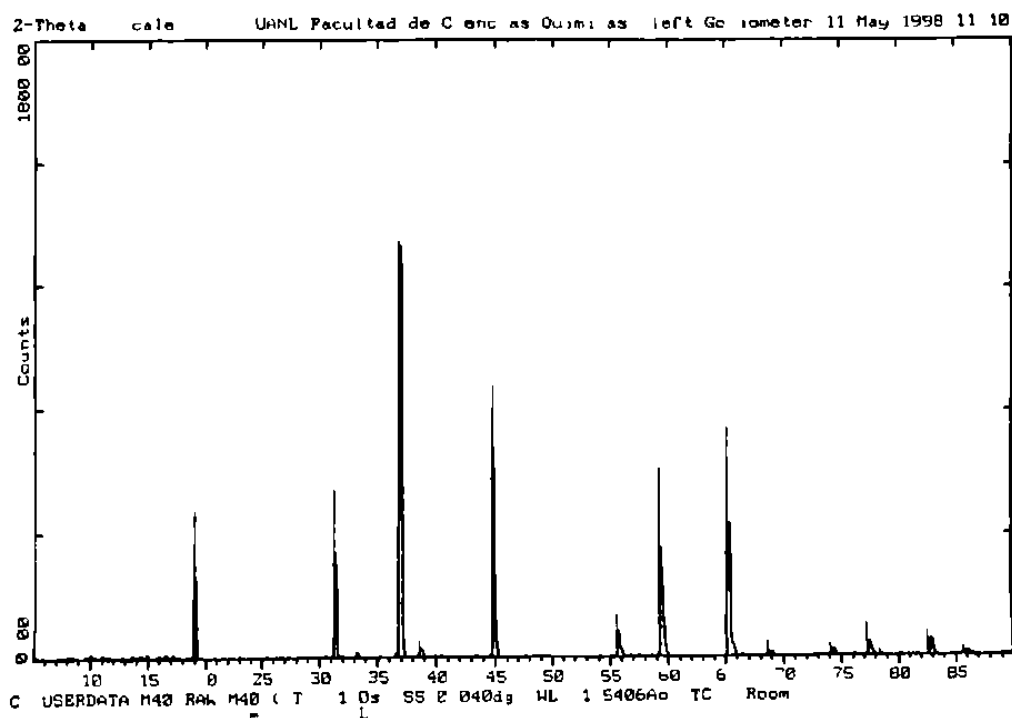
Tiempo de paso.	.5 segundos
Tamaño de paso.	.020 grados
Ángulo	5-90 grados

**Tabla 10. Fases encontradas en cada una de las muestras al analizarse por difracción de rayos X.**

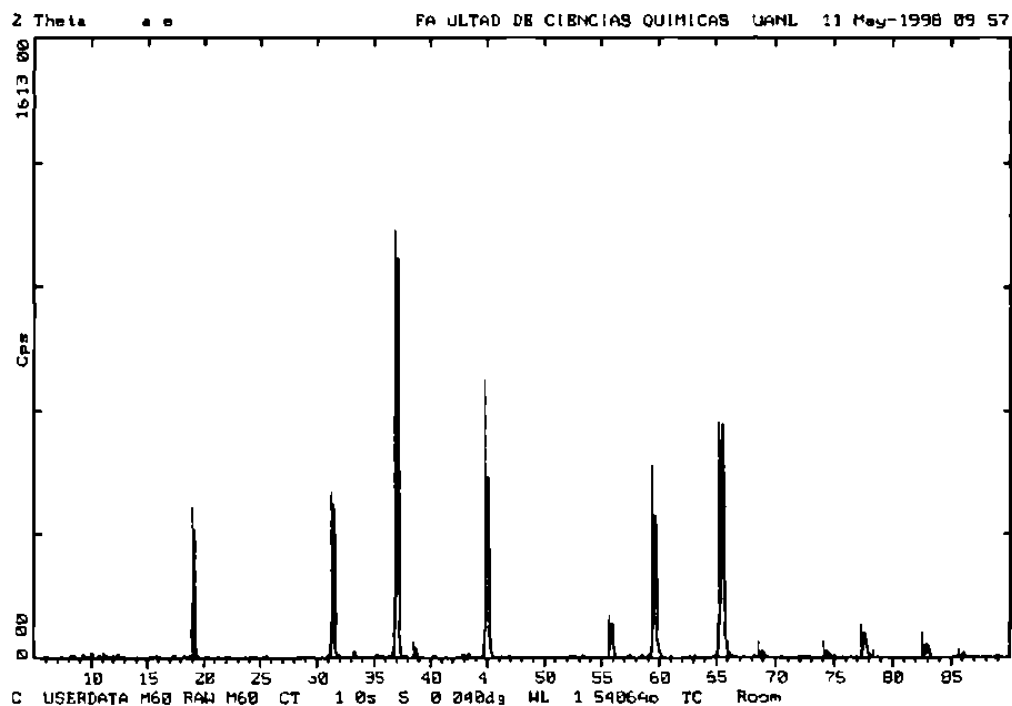
Muestra	Tiempo (minutos)	Área de las fases		
		Espinel	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1	60	228.56		
2	40	370.77		
3	60	421.44		
4	60	220.82 97.17%	6.42 2.82%	
5	40	154.24 58.20%	57.14 21.56%	53.30 20.11%
6	40	156.79 72.18%	36.47 16.79%	23.94 11.02%



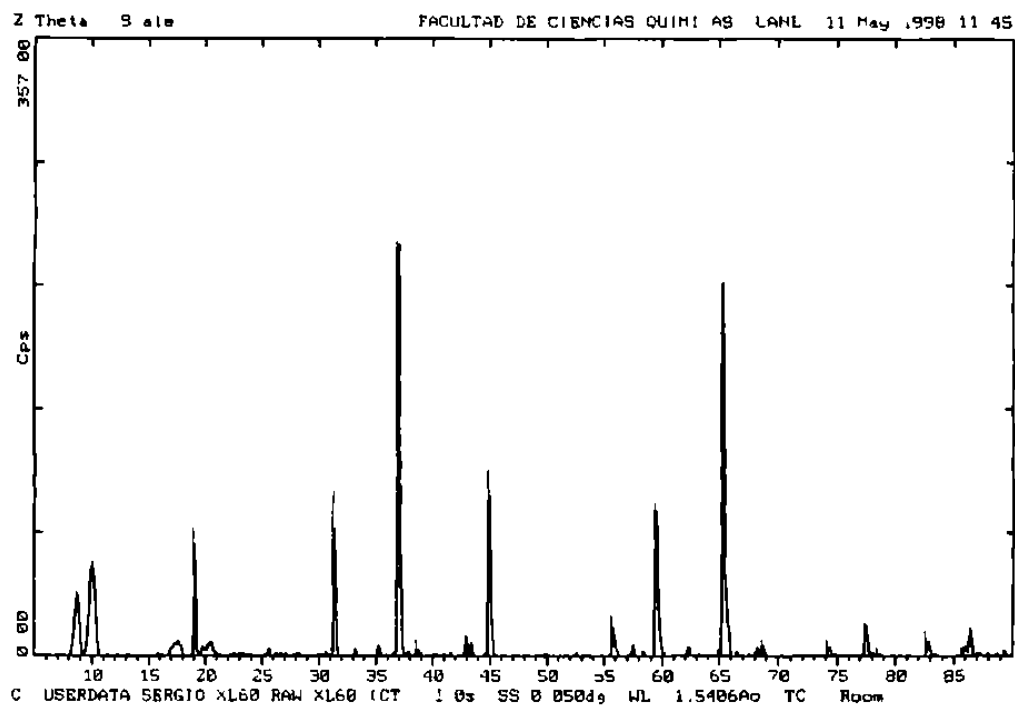
**Figura 9. Difractograma para una muestra con composición 1 y tiempo de procesamiento de 60 minutos.**



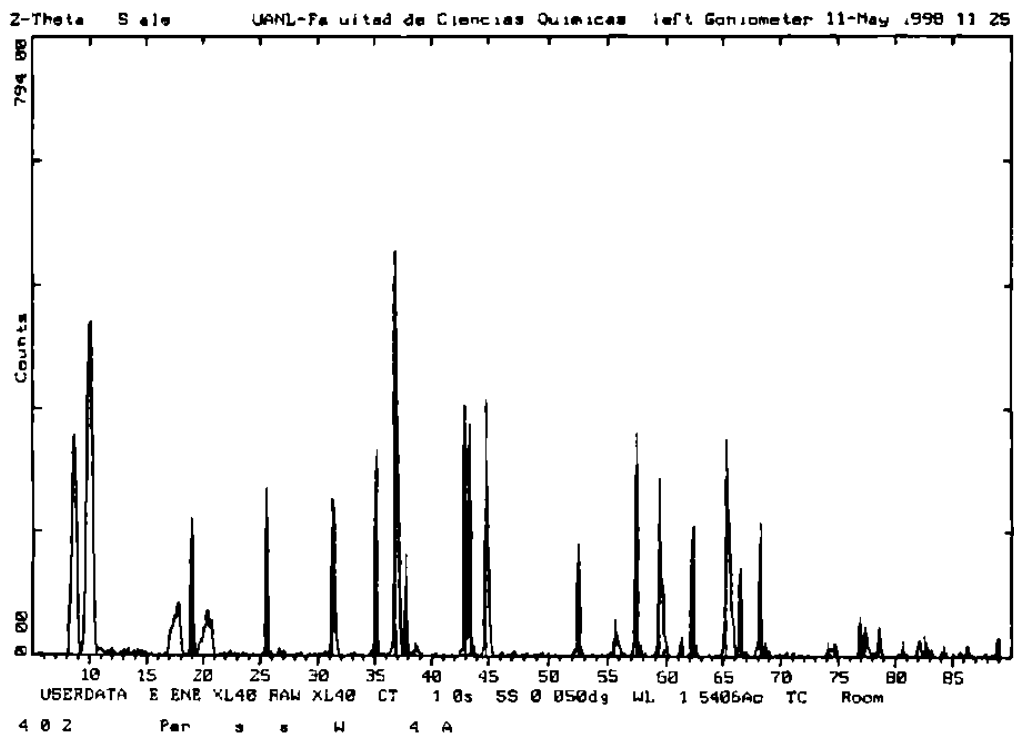
**Figura 10. Difractograma para una muestra con composición 2 y tiempo de procesamiento de 40 minutos**



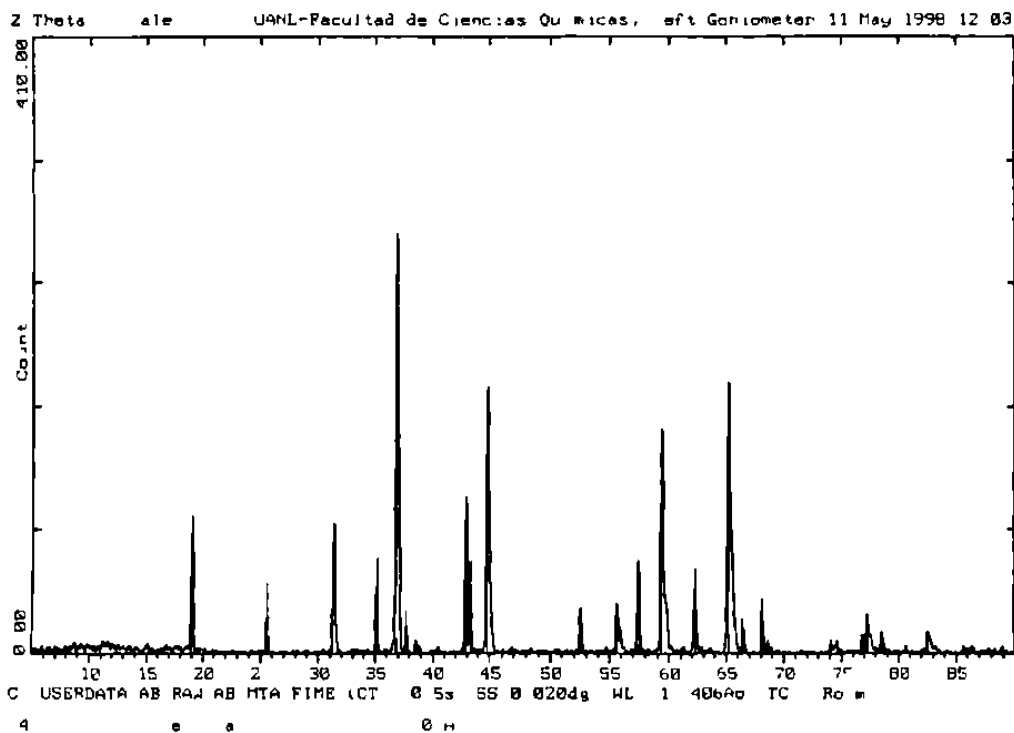
**Figura 11. Difractograma para una muestra con composición 3 y tiempo de procesamiento de 60 minutos.**



**Figura 12. Difractograma para una muestra con composición 4 y tiempo de procesamiento de 60 minutos.**



**Figura 13. Difractograma para una muestra con composición 5 y tiempo de procesamiento de 40 minutos.**



**Figura 14. Difractograma para una muestra con composición 6 y tiempo de procesamiento de 40 minutos.**

Los resultados presentados en la tabla 10 indican que la formación más alta de espinel se dio para la muestra que presenta un 55% de alúmina y 45 % de óxido de magnesio ( ver diagrama de fases, figura 5), es decir, que para las otras concentraciones la cantidad de espinel obtenido fué menor, además que en éstas se encontraron residuos de material sin reaccionar. (Figuras 9-14).

## 5.2 Prueba de microdureza

Se realizaron pruebas de microdureza a cada una de las muestras con el fin de obtener datos de la dureza de cada una de ellas, dado las diferencias de concentración y tiempo que presentan para su procesamiento. Las muestras de espinel obtenidas y analizadas corresponden a la parte inferior de la muestra total obtenida (dado que fue la parte que presenta sinterización). Las muestras se montaron en frío y posteriormente se pulieron. Se utilizó el método Vickers para obtener las mediciones y los resultados se presentan en la tabla 11.

**Tabla 11. Valores de microdureza para cada una de las muestras.**

Muestra	Valor de microdureza
1	1122
2	1176
3	1266.8
4	1252.1
5	1224.4
6	1564

Los valores obtenidos de microdureza indican un mayor valor en las muestras que fueron expuestas mayor tiempo a las microondas. La excepción se observa cuando se utiliza el doble en la cantidad de carbón grafito (1gr. en lugar de 0.5 gr.) en las muestras con composición 50%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  50%  $\text{MgO}$  (Comparar datos para muestras 1 y 6).

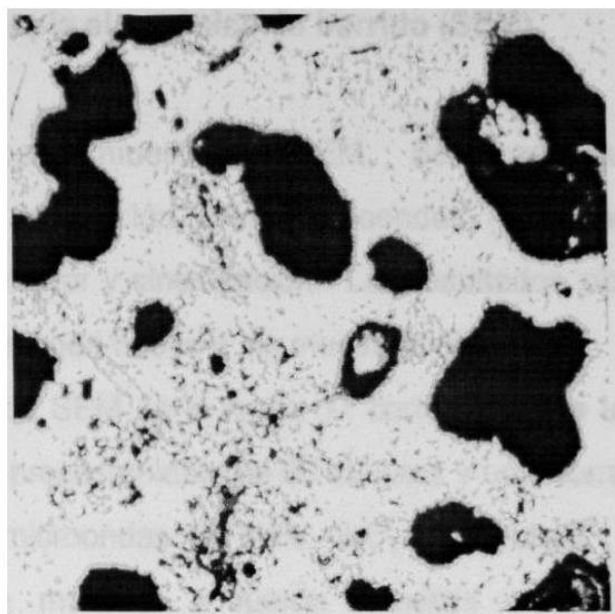
### 5.3 Medición de porosidad

Se hicieron mediciones de porosidad mediante análisis de imagen en un microscopio óptico para cada una de las muestras obtenidas, los valores se presentan en la tabla 12.

**Tabla 12. Valores de porosidad de las muestras obtenidas.**

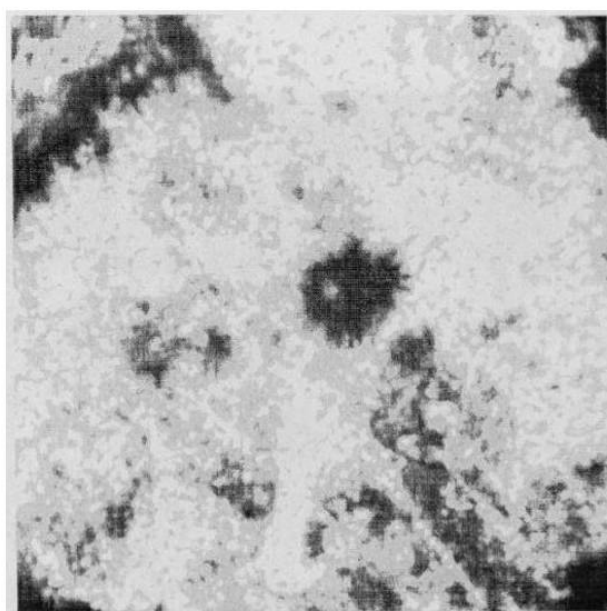
Muestra	1	2	3	4	5	6
Área total/p	2.595	2.729	2.555	3.097	5.214	3.207

Se observa a partir de los datos obtenidos de porosidad que los valores más bajos se obtienen en las muestras procesadas a mayor tiempo (60 minutos) en comparación con las procesadas a tiempos menores (40 minutos), y los valores más altos obtenidos fueron en las muestras 4 y 5 de los dos tiempos de procesamiento. Lo cual está totalmente de acuerdo con el mecanismo de difusión para el aumento de densidad (disminución de porosidad) durante la sinterización. Las figuras 15 y 16 corresponden a las muestras que presentan el mayor y menor valor de porosidad.



200  $\mu\text{m}$

**Figura 15. Imagen de la muestra 5 la cuál presentó el valor más alto de porosidad. (Magnificación 50 x)**



200  $\mu\text{m}$

**Figura 16. Imagen que corresponde a la muestra 3, donde se observa la menor porosidad. (Magnificación 50 x)**



#### 5.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM).

Se analizaron las muestras en SEM. Se aprecia que las muestras con mayor tiempo de exposición a las microondas (60 minutos) presentan un tamaño de grano mayor y sinterización. Los resultados obtenidos concuerdan con el análisis de imagen hecho a las muestras obtenidas.

La imagen de SEM de la figura 17 corresponde a la muestra 1, la cuál tuvo un tiempo de procesamiento de 60 minutos y una composición antes de la exposición a las microondas de 50%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  50%  $\text{MgO}$ . Se analizaron tres regiones de esta muestra, y fueron aquellas en las que se presenta sinterización, es decir en la parte inferior de la muestra. Al analizarse estas tres regiones se puede apreciar la presencia de espinel. También podemos observar que presentan un tamaño de grano grande ya que puede observarse a pocas magnificaciones.

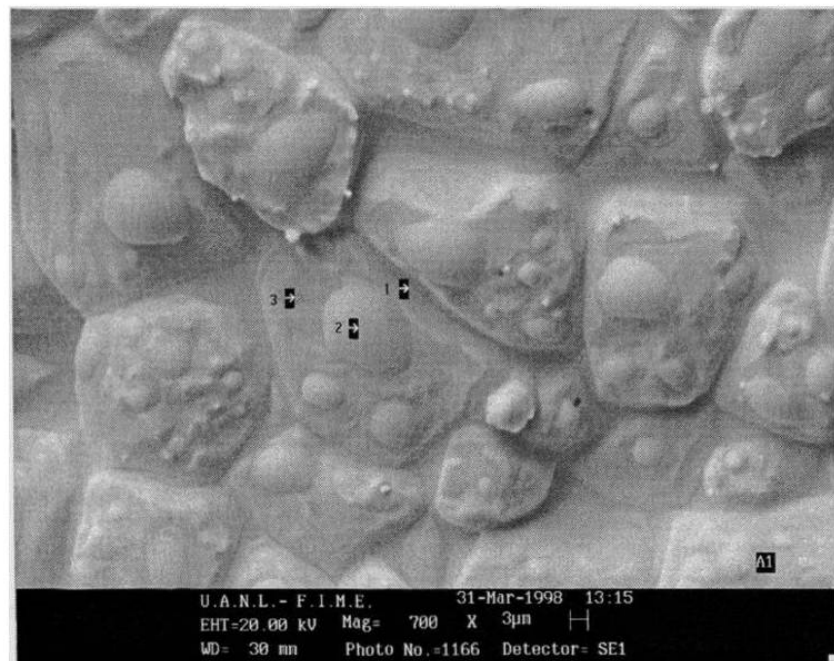
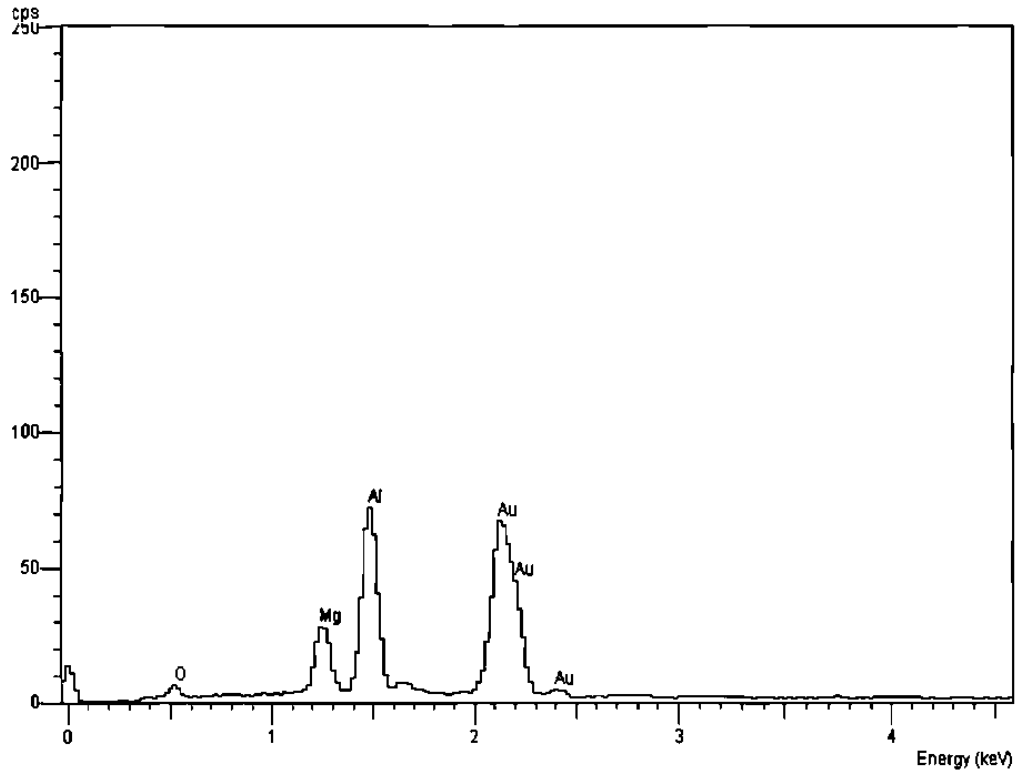
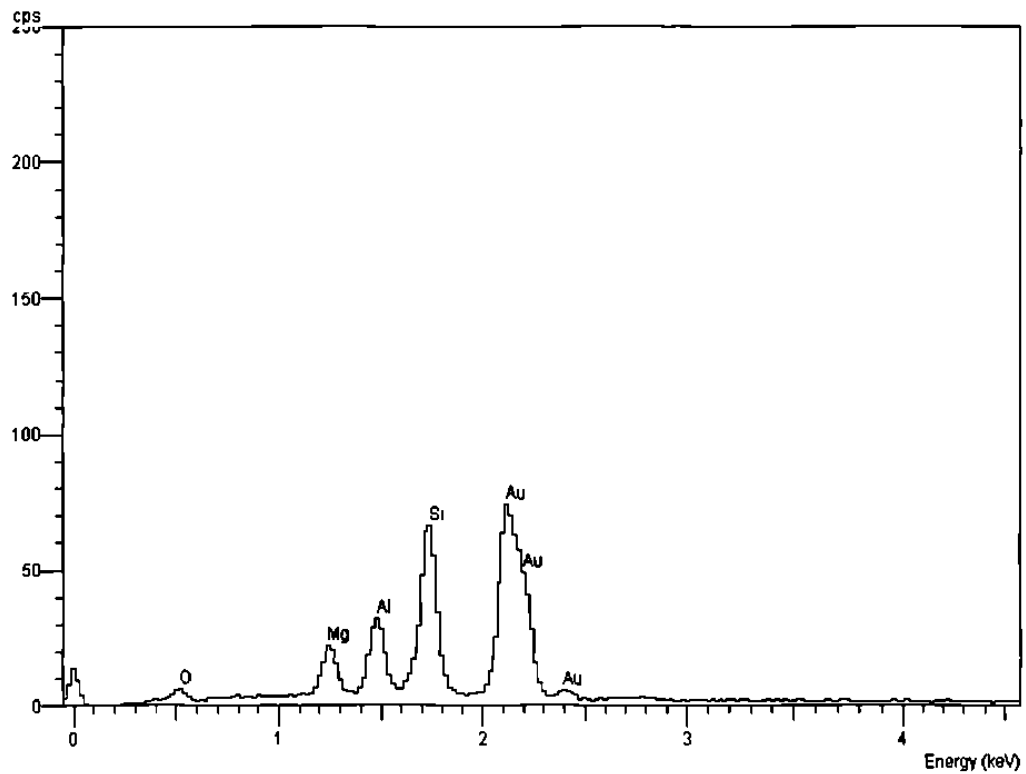


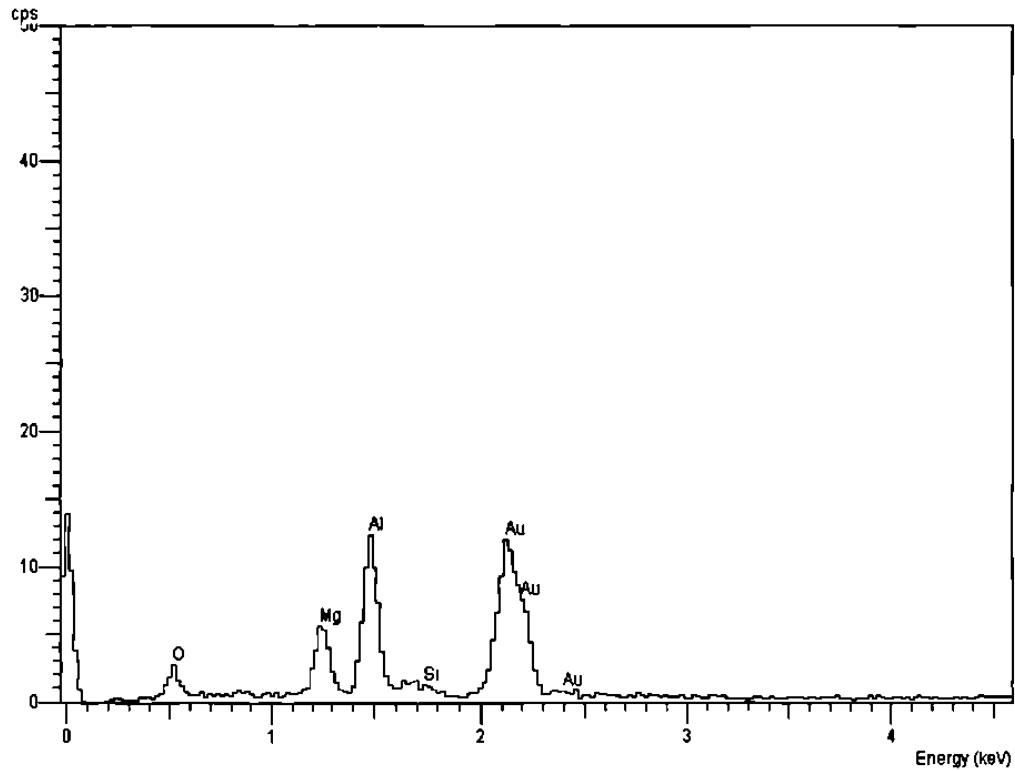
Figura 17. Imagen de SEM de la muestra 1.



**Figura 17(a).** Espectro correspondiente a la región 1 de la muestra 1.

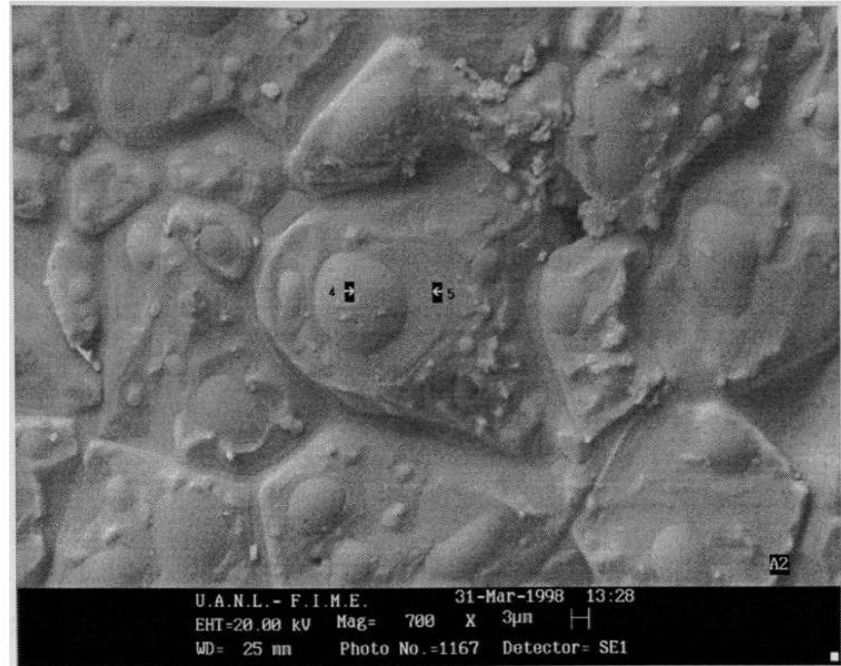


**Figura 17(b).** Espectro de la región 2 de la figura 17.

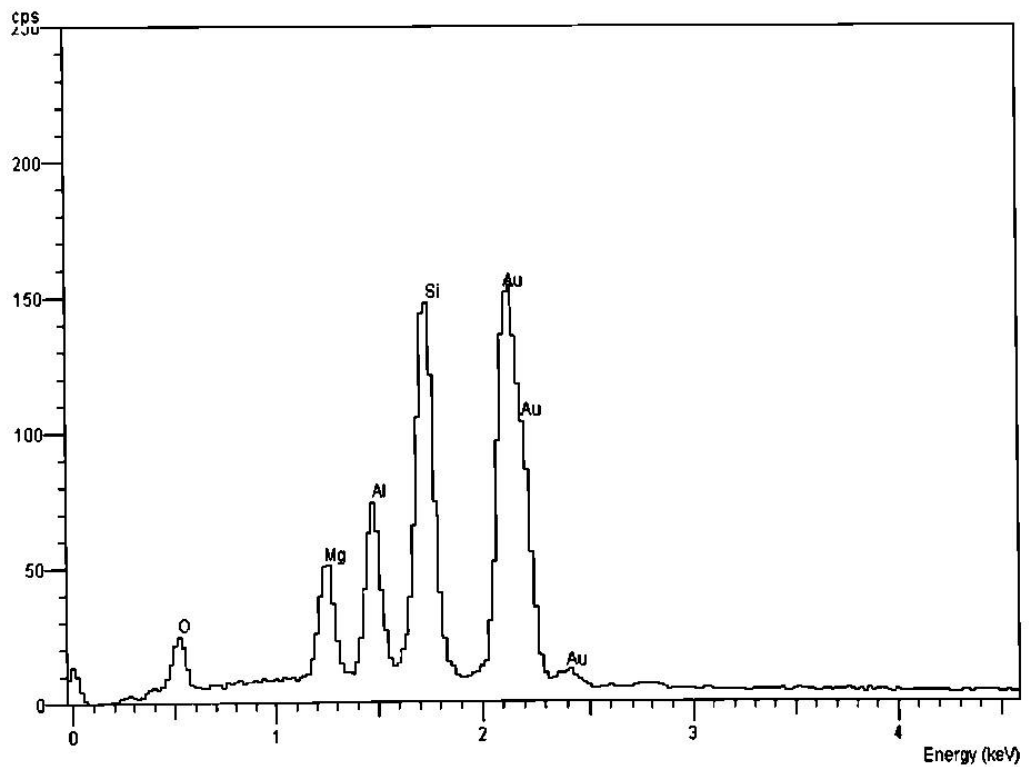


**Figura 17(c). Espectro correspondiente a la región 3 de la imagen 1.**

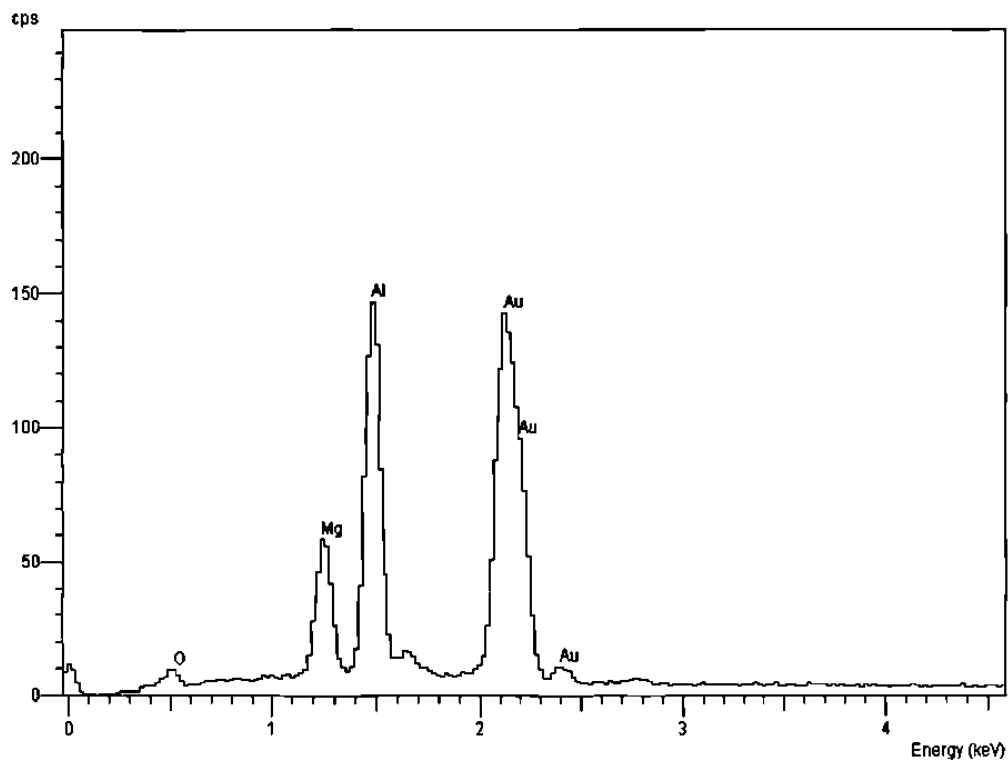
Se hizo un análisis en otra región de la muestra 1, y se aprecia una microestructura similar a la imagen de la figura 17, también se hizo un análisis en dos regiones de esta muestra encontrándose espinel en ella.



**Figura 18. Fotografía de la muestra 1, correspondiente a otra región de la muestra.**

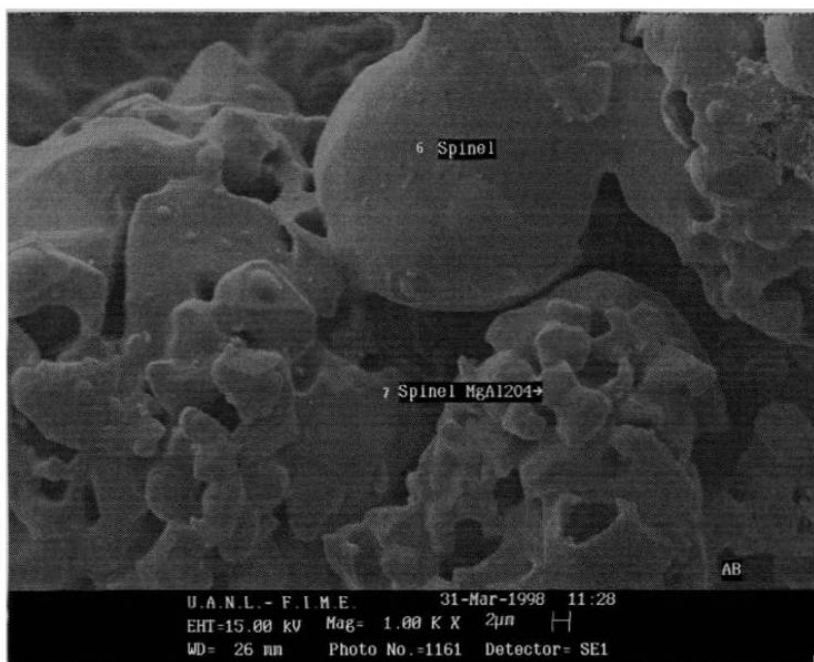


**Figura 18(a). Espectro de la región 4 de la imagen de SEM 1.**

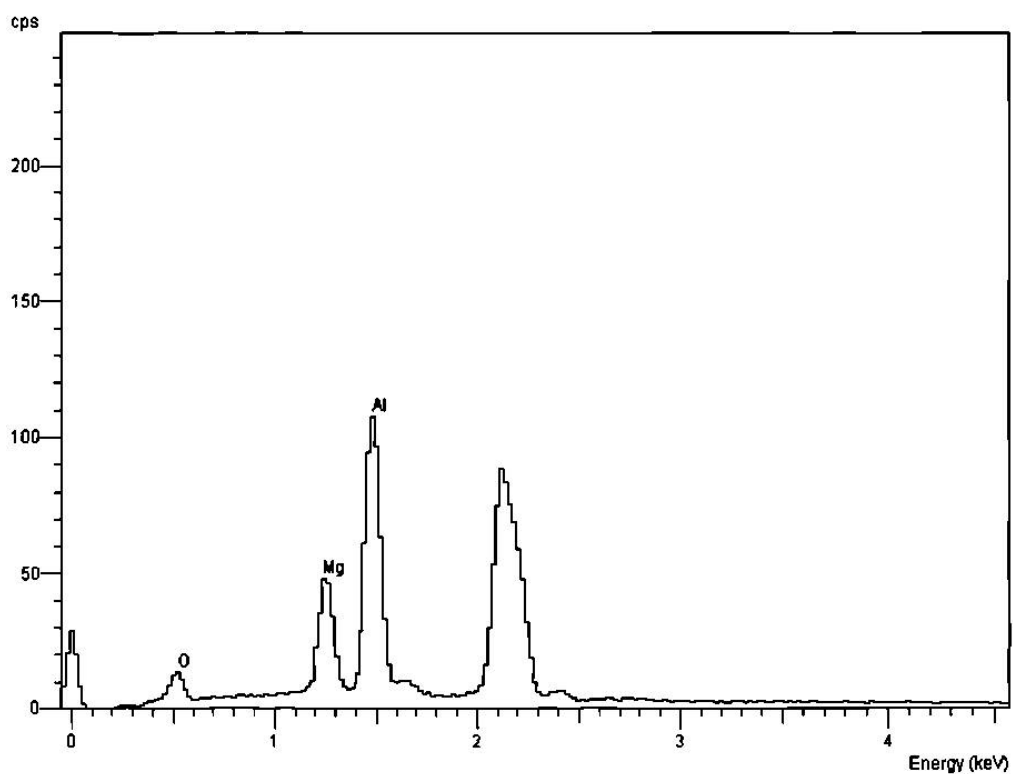


**Figura 18(b). Espectro de la región 5 de la muestra 1.**

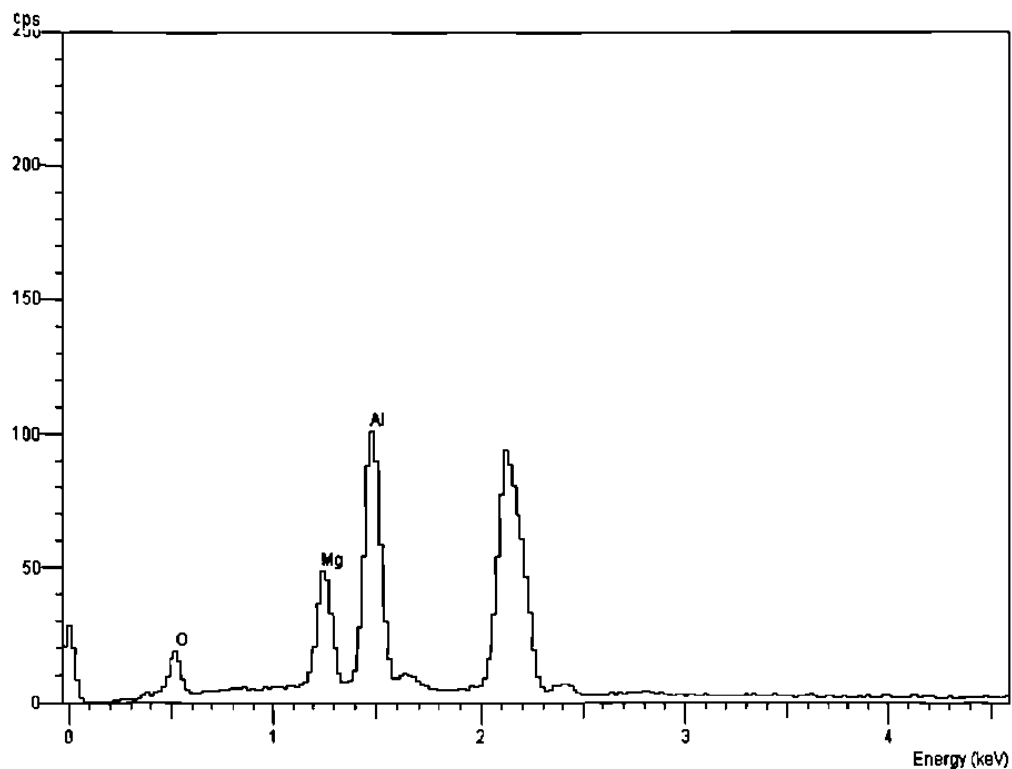
La imagen de la figura 19 corresponde a una muestra con tiempo de procesamiento de 40 minutos, en esta imagen puede observarse que el tamaño de grano es pequeño, además de que se aprecia una porosidad apreciable. En ésta muestra se analizaron dos regiones de la misma.



**Figura 19. Imagen de SEM de la muestra 6**



**Figura 19 (a). Espectro correspondiente al análisis realizado a la región 6 de la muestra 6.**



**Figura 19 (b). Espectro de la región 7 de la imagen 11.**

La figura 20 pertenece a una muestra con un tiempo de procesamiento de 60 minutos y concentraciones iniciales de 55%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  45%  $\text{MgO}$ . En la fotografía se aprecia una zona que corresponde a la formación de espinel (ver figuras 20(a) y 20(b) en donde se observan los espectros de las regiones analizadas.

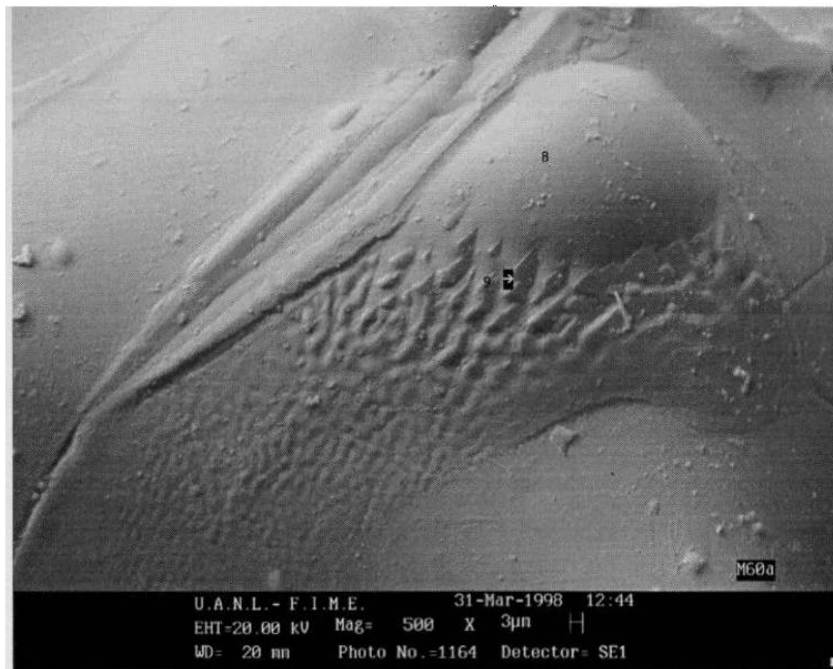


Figura 20. Imagen de SEM para la muestra 3.

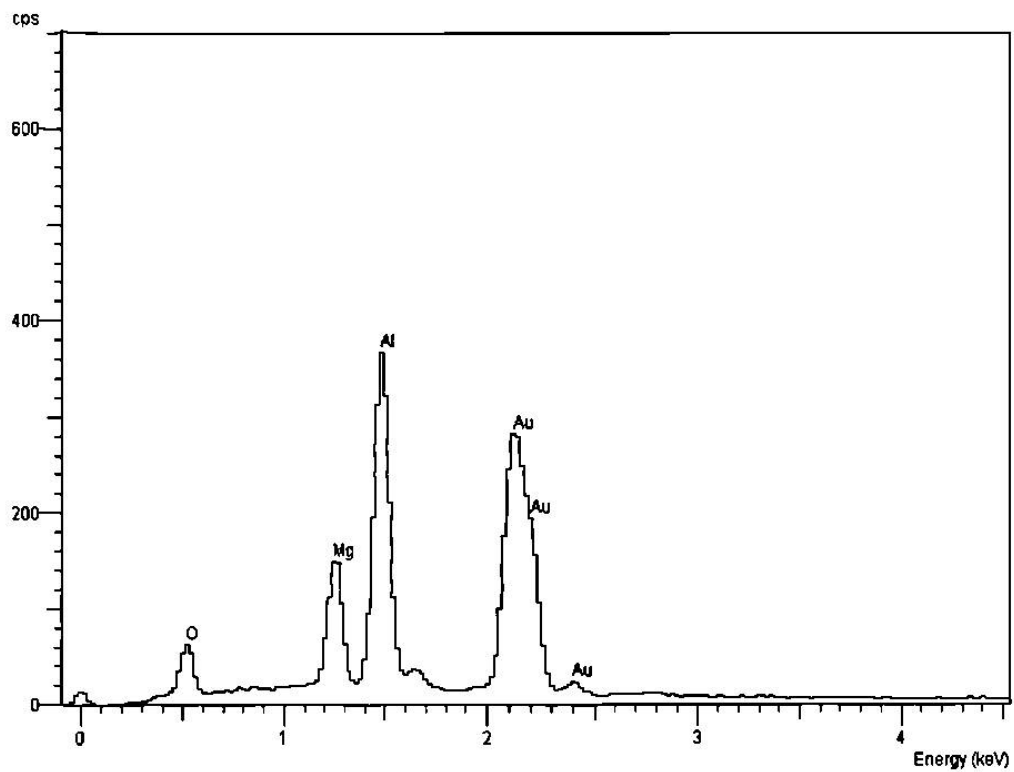
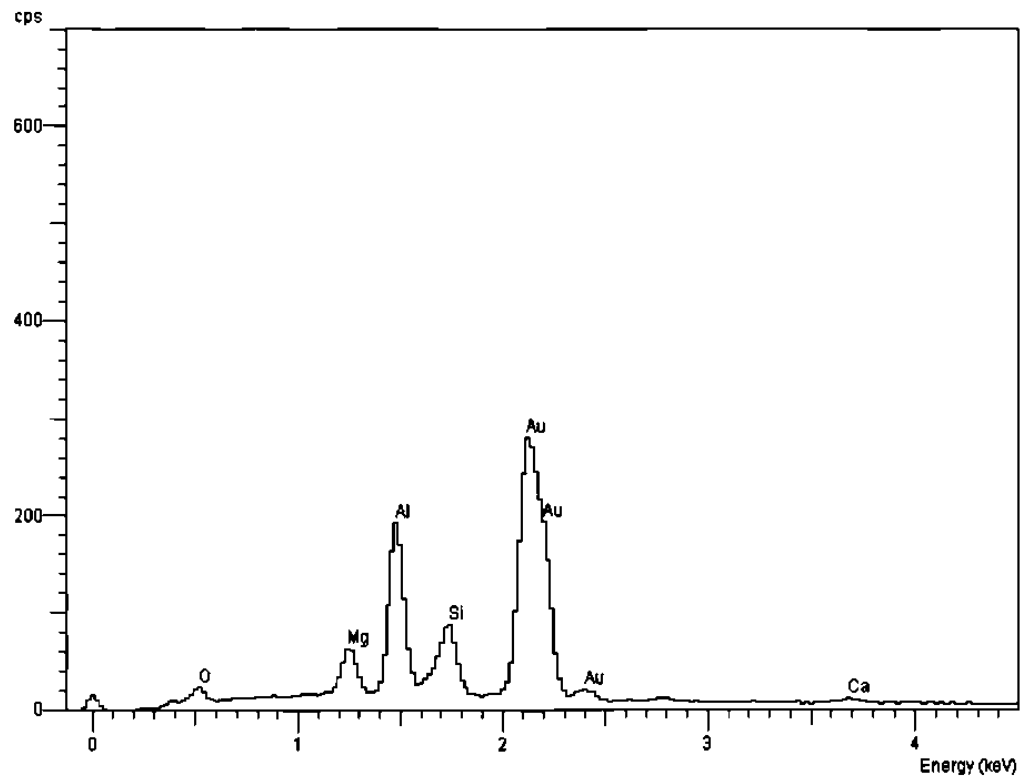


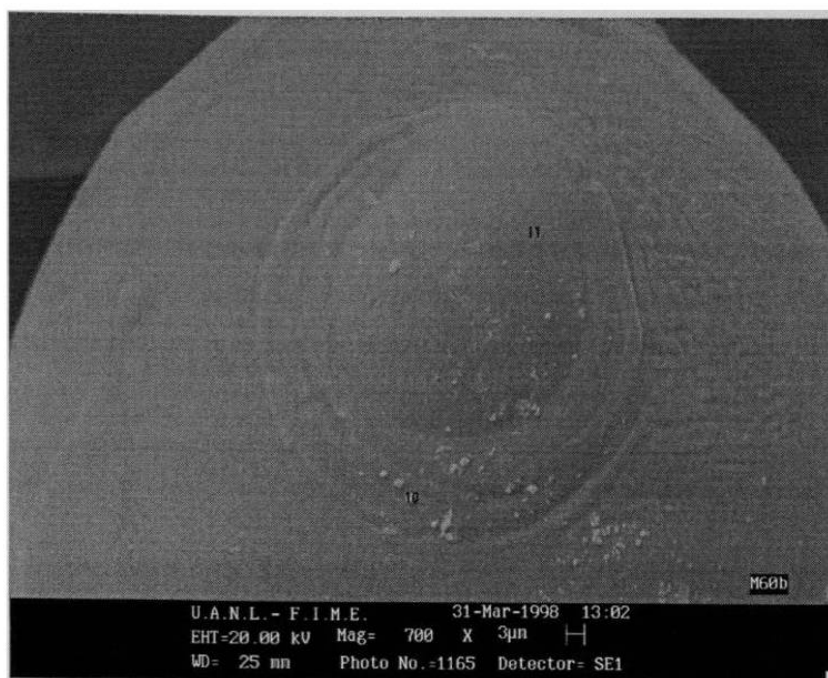
Figura 20(a). Espectro correspondiente a la región 8 de la muestra 3.



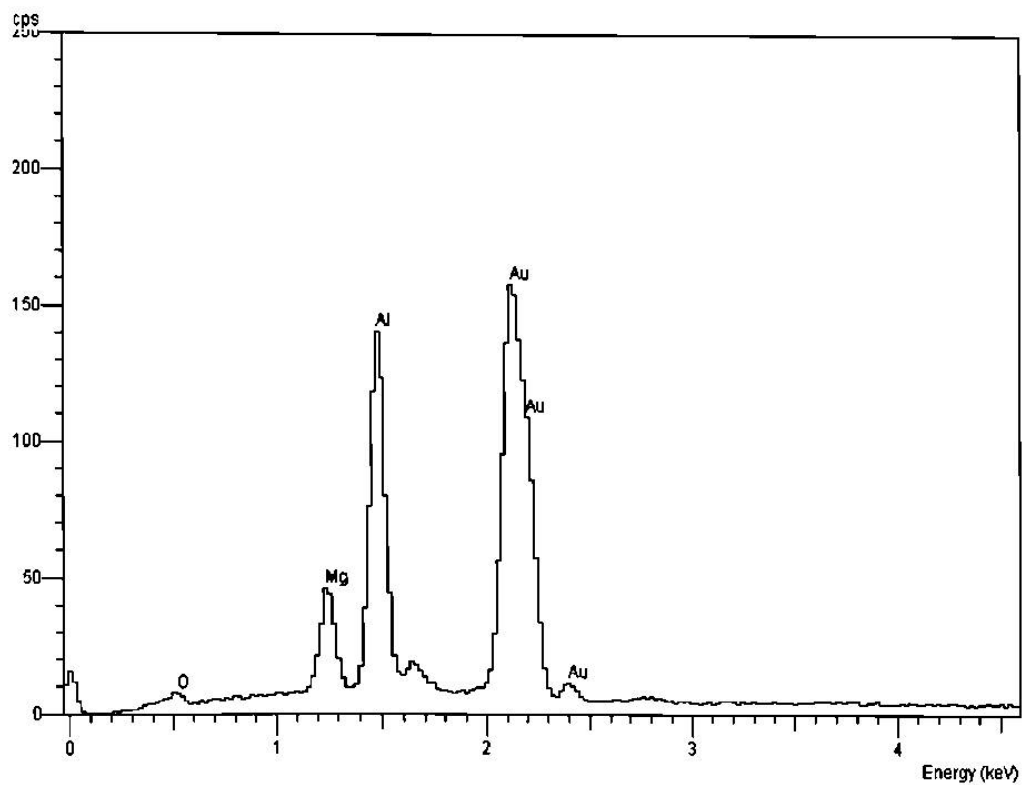


**Figura 20 (b). Espectro de la región 9 (Ver figura 18).**

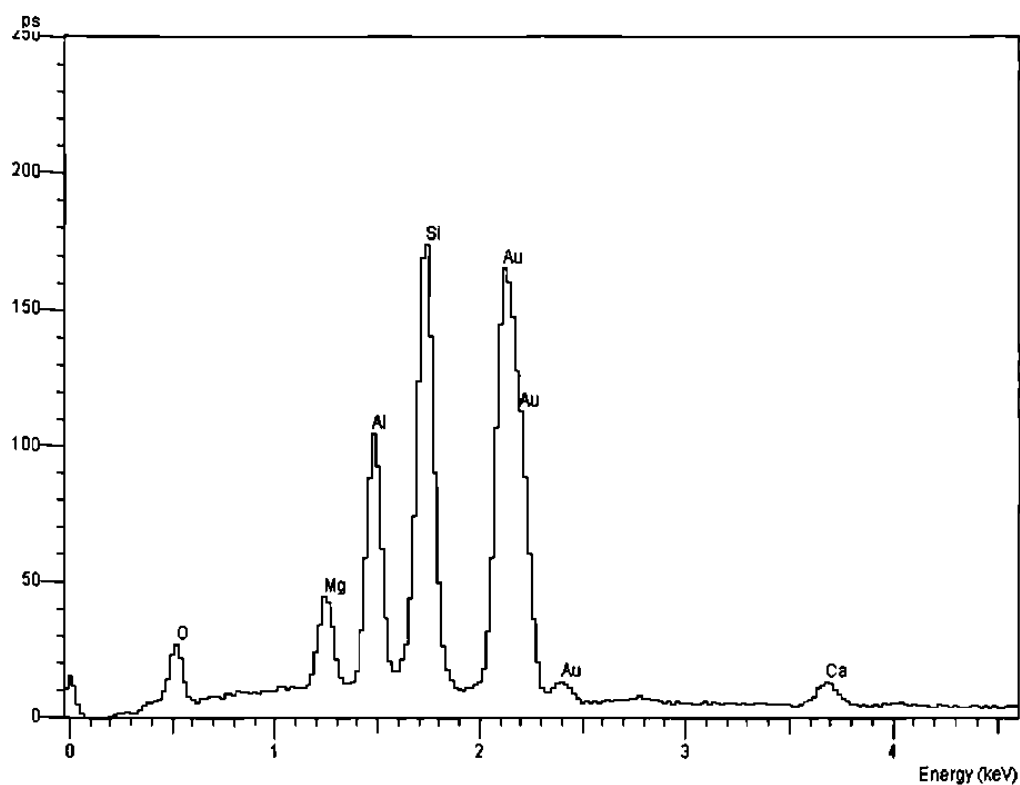
En la fotografía siguiente se observa la muestra M60 con un tiempo de procesamiento de 60 minutos y una composición de 55%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  45%  $\text{MgO}$ . En esta imagen se observan pequeñas cantidades de espinel adheridos a la muestra (Ver espectros de la figura 21).



**Figura 21. Imagen de SEM para la muestra 3 correspondiente a otra región de la misma muestra analizada en la fotografía anterior.**



**Figura 21 (a). Espectro de la región 10 de la figura 21.**



**Figura 21 (b). Espectro correspondiente a la región 11 de la muestra 3.**

Imagen de SEM donde se observan los granos de espinel de una muestra cuyo tiempo de procesamiento fue de 40 minutos y con una composición antes del procesamiento de 53%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  47%  $\text{MgO}$ . Se aprecia también pequeñas incrustaciones en los granos que corresponden también a formaciones de espinel. (Ver figura 22 a).



Figura 22. Imagen de la muestra 5.

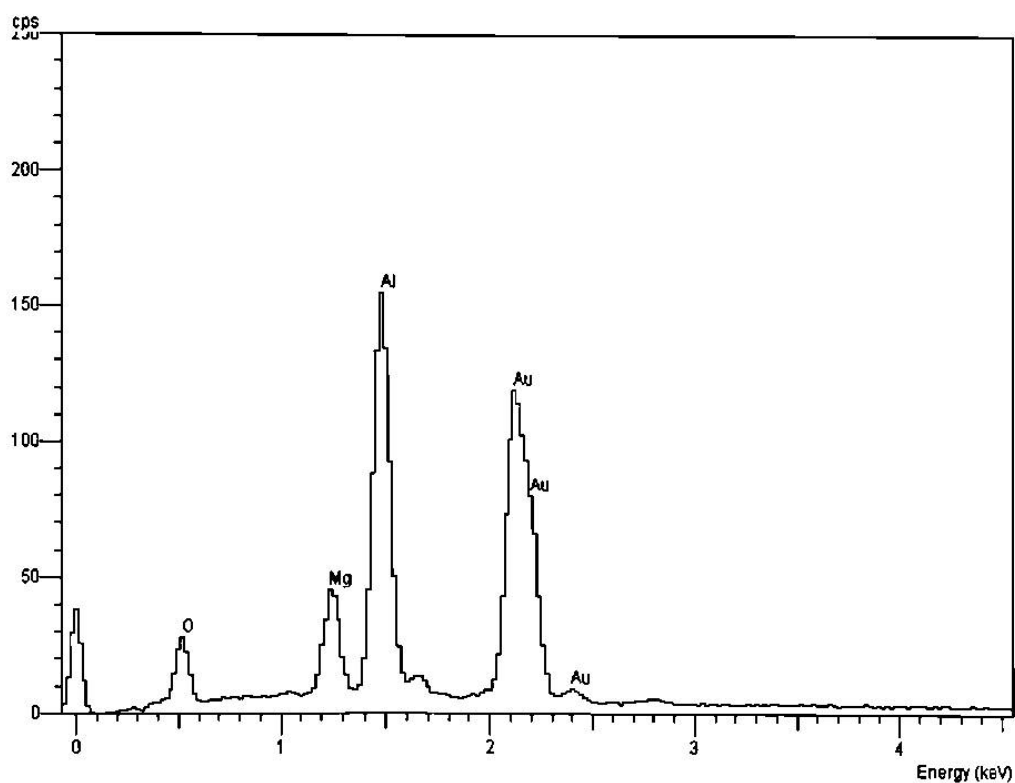
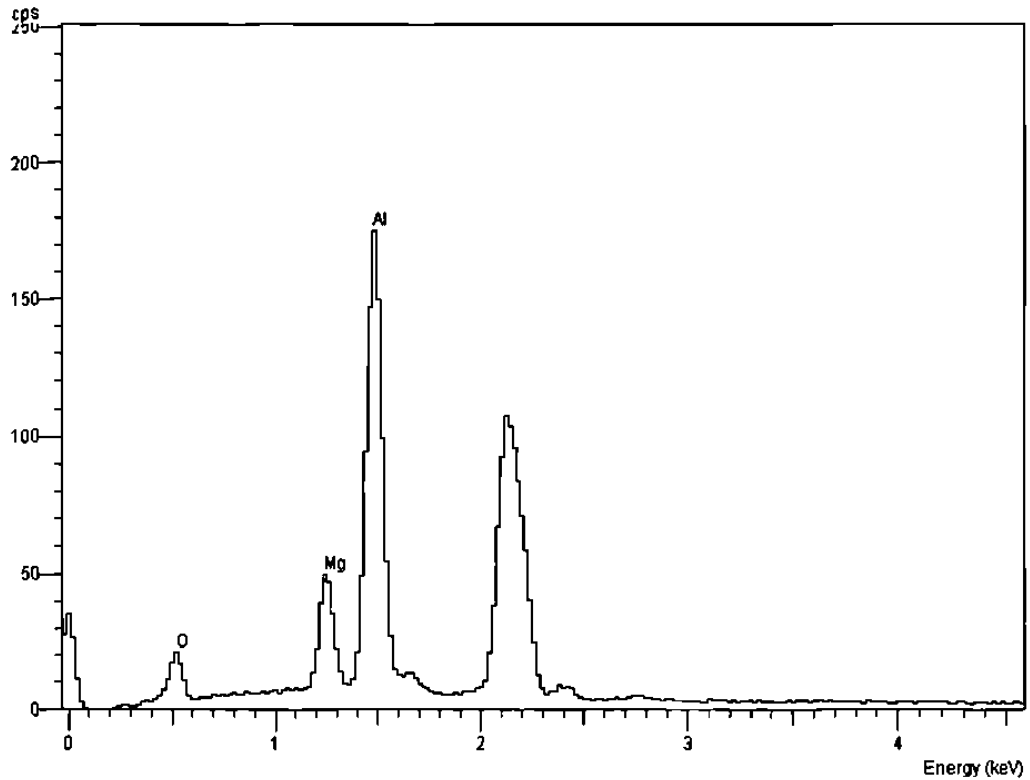
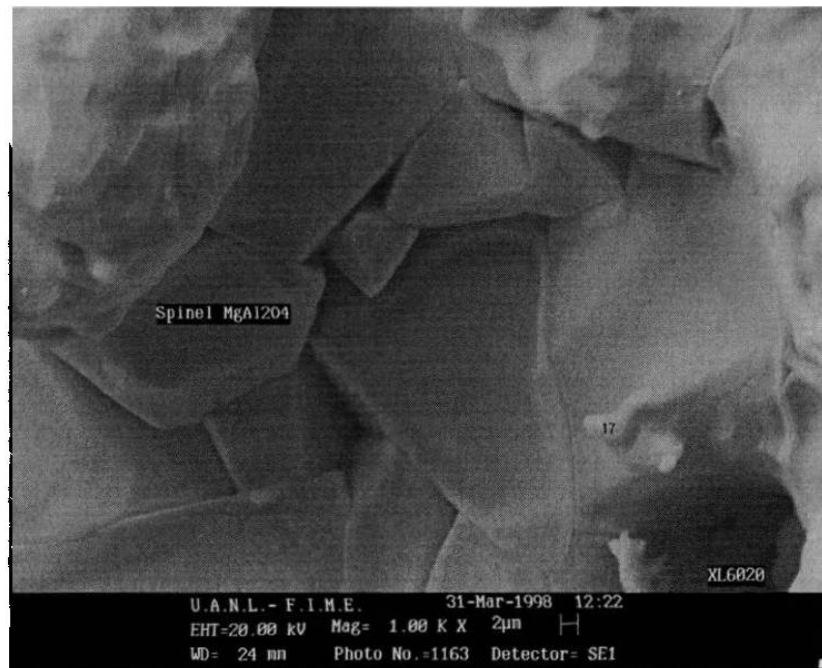


Figura 22 (a). Espectro de la región 12 de la muestra 5.

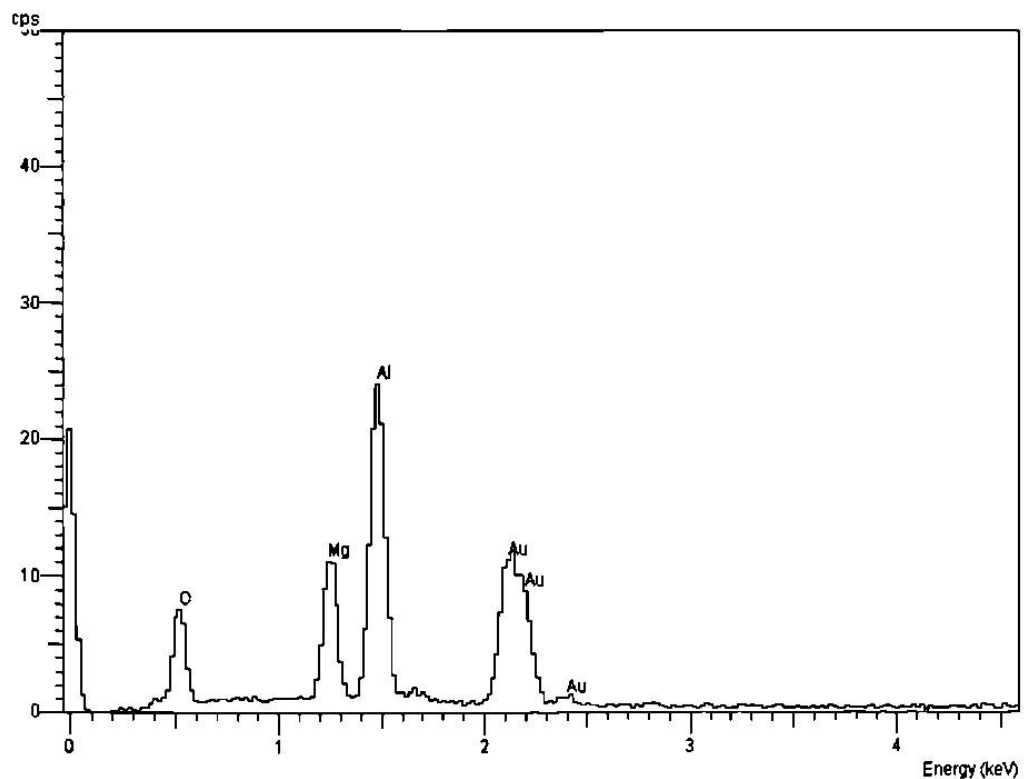


**Figura 22 (b). Espectro de la región 13 de la muestra que se observa en la figura 22.**

En la figura 23 se observan los granos de espinel, con su microestructura característica y un tamaño de grano grande.



**Figura 23.** Imagen de SEM donde se muestran los granos de espinel además de que se observa un tamaño de grano grande. Se hicieron dos análisis de la superficie, donde se muestra que presenta espinel magnesio alúmina.



**Figura 23 (a).** Espectro de la muestra 4 en donde se hace un análisis de la región 17 de la misma.

En la tabla siguiente se presentan los valores obtenidos del análisis semicuantitativo realizado a cada una de las imágenes de SEM, correspondientes a los espectros anteriores.

**Tabla 13. Análisis semicuantitativo para cada uno de los espectros obtenidos.**

Espectro	% Al	% Mg	% O	% Si
17 a	62.87	17.95	19.18	
17 b	17.03	10.36	18.64	53.97
17 c	45.63	17.03	31.11	6.23
18 a	15.38	10.32	28	46.3
18 b	66.23	18.49	15.28	
19 a	56.37	18.29	25.34	
19 b	50.85	18.15	31	
20 a	52.31	16.42	31.27	
20 b	40.3	9.79	20.24	29.68
21 a	69.94	15.48	14.58	
21 b	19.03	6.78	26.48	47.7
22 a	53.48	12.24	34.28	
22 b	60.01	12.87	27.13	
23 a	49.42	18.2	32.38	

Como una observación adicional, las muestras presentan fusión incipiente, lo que significa que las temperaturas en el sistema fueron cercanas a los 2000 °C. Lo cuál además está en acuerdo con el hecho de que se obtenga el espinel en tiempos relativamente cortos.

# CAPITULO VI

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El objetivo de este trabajo se logra al demostrar que utilizando pequeñas cantidades de grafito se puede obtener espinel  $MgAl_2O_4$ , lo que prueba que la energía se suministra mediante la absorción de los reactivos en sí, y no por simple conducción desde el agente auxiliar (grafito).

Por lo que se puede concluir que:

\* El espinel  $MgAl_2O_4$  puede producirse utilizando pequeñas cantidades de carbón-grafito (0.5 g).

\* Con la mezcla 55%  $Al_2O_3$  y 45%  $MgO$  se obtiene el espinel sin que queden residuos de los reactivos.

\* Las muestras expuestas mayor tiempo a las microondas presentan menor porosidad.

\* Algunas muestras al ser analizadas en SEM presentan un contenido de silicio, pero en cantidades muy pequeñas, por lo tanto se toma como un contaminante y probablemente dicha contaminación se deba al contacto de los



reactivos con el mortero donde se mezclaron. La presencia de impurezas de silicio no afecta negativamente el proceso de formación de espinel en las condiciones utilizadas en este trabajo.

\* Las muestras que presentan mayores cantidades de reactivos sin reaccionar para formar el espinel, presentan mayor dureza.

\* Es importante notar que los resultados obtenidos muestran que la cantidad de espinel formado para cada una de las pruebas depende de la proporción de los constituyentes.

\* Se obtuvo similar porcentaje de espinel que el obtenido en trabajos anteriores [4] utilizando la proporción 50% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y 50% de  $\text{MgO}$ , es decir semejante concentración y tiempo que el utilizado en aquel trabajo pero con la muy importante diferencia de que aquí se utiliza una sexta parte de la cantidad de grafito empleada con anterioridad. Esto comprueba el papel que juega la alúmina y el espinel recién formado en la absorción de energía y por ende en el procesamiento.

\* Se recomienda para trabajos futuros comparar las propiedades del espinel producido en microondas contra el producido convencionalmente.

\* Es conveniente para trabajos futuros hacer una medición de la temperatura que alcanza el sistema en la cavidad del horno, dado que al inicio de la experimentación se realizaron algunas mediciones de manera externa utilizando un pirómetro y obteniéndose temperaturas aproximadamente de  $1400\text{ }^\circ\text{C}$ , pero el sistema se encontraba a una temperatura mayor, de hecho, la fusión incipiente de la muestra es evidencia de temperaturas cercanas a  $2000\text{ }^\circ\text{C}$ .

El hecho de que la conductividad térmica de estos materiales disminuye con la temperatura ayuda junto con el incremento en la  $\tan\delta$  que incrementa el suministro de calor.

El hecho de que cuando se presenta un exceso de MgO la reacción no se lleva a cabo en el mismo grado que se lleva cuando hay exceso de alúmina (para tiempos iguales) sugiere que se debe a un incremento en la masa absorbidora en este último caso.

# BIBLIOGRAFÍA

1. Willard H. Sutton, Microwave Processing of ceramics-an overview. MRS Symposium Proceedings, volume 269, pp. 3-5. Microwave Processing of Materials, (1992).
2. Collin, Foundations for Microwave Engineering. Editorial Mc Graw-Hill, p.p.2 *Nº. ?*
3. Andrei V. Gaponov- Grekhov, Victor L. Granatstein, Applications of High-Power Microwave. De. Artech House, INC. U.S.A., p.p 323. *Año ?*
4. Mario Alberto González Garza, Obtención de Espinel  $MgAl_2O_4$  utilizando microondas como fuente de energía. Tesis de maestría, UANL, México 1996.
5. Ahmad, R.Dalton, and D. Clark, Unique application of microwave energy to the processing of ceramic materials. Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy, Vol.26, No.3 (1991).
6. Hayt. Teoría Electromagnética. Mc Graw Hill. México 1974, p.p. 336.
7. Aguilar, M. Gonzalez and I. Gomez, Microwaves as an Energy Source for producing Magnesia-Alumina Spinel. Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy, Vol.32, No.2 (1997).

8. Heating with variable frequency solves microwave applications problems Inc. Home Page. [http:// www.vari-wave.com](http://www.vari-wave.com) (Lambda Technologies)
9. M.Chen, E.J. Siochi, T.C: Ward and J.E. Megrath. Basic ideas of microwave processing of polymers. Polymer Engineering and Science, Sep, 1993 Vol.33, No.17, pp. 1092.
10. Dr. E. Siores, Microwave Techology for welding and joining. Materials World.
11. William F. Smith, Fundamentos de la ciencia e Ingeniería de Materiales. Segunda Edición. De. Mc Graw Hill. México 1993.
12. Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology. 3e. Vol.5 , pp.260-289, Vol.20, pp. 1-35. *Art. 2*
13. ASM Handbook. Mechanical Testing. Vol. 8. ASM International The Materials Information Society, page 102
14. Richard A. Flinn, Paul K Trojan, Materiales de Ingeniería y sus aplicaciones, Tercera Edición. De. Mc Graw Hill. México 1993.
15. ASM Handbook. Ceramics and Glasses Engineered Materials. Vol. 4 pages 4, 14, 24, 48, 57, 191, 387.
16. Wesphal: Tables of Dielectric Materials. Volume IX, Laboratory of Insulation Research, MIT, Cambridge, Massachusetts, 1975.
17. Albert G. Guy, Metalurgia física para ingenieros. Fondo educativo Interamericano, México 1970 pp.45.

# LISTA DE TABLAS

TABLA	DESCRIPCION	PAGINA
1	Propiedades mecánicas de algunos materiales cerámicos para ingeniería.	15
2	Conductividad térmica de materiales representativos a la temperatura ambiente.	17
3	Conductividad eléctrica de una selección de materiales utilizados en ingeniería.	18
4	Conductividad térmica de materiales refractarios puros.	22
5	Propiedades mecánicas de algunos materiales	23
6	Propiedades ingenieriles del $Al_2O_3$	28
7	Proporciones de los reactivos utilizadas en este trabajo	36
8	Tiempos de exposición a las microondas y cantidades de carbono utilizadas.	37
9	Características de función del equipo de difracción para el análisis de cada una de las muestras obtenidas.	39
10	Fases encontradas en cada una de las muestras al analizarse por difracción de rayos X.	39
11	Valores de microdureza para cada una de las muestras.	43
12	Valores de porosidad de las muestras obtenidas.	44

# LISTADO DE FIGURAS

FIGURA	DESCRIPCION	PÁGINA
1	Espectro Electromagnético.	7
2	Esquema de la profundidad de penetración a diferentes frecuencias.	10
3	Estructura cristalina del espinel magnesio- alúmina.	25
4	Diagrama de fases del sistema MgO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	26
5	Gráfica que presenta la variación de $\tan\delta$ con la temperatura, para una muestra de alúmina expuesta a 3.6 GHz.	31
6	Gráfica que presenta la variación de $\tan\delta$ con la temperatura, para una muestra de espinel.	32
7	Esquema que representa la condición de experimentación para la muestra. Las dimensiones del crisol son: 50mm ancho x 37 mm altura x 7mm espesor.	36
8	Esquema del aparato de microondas utilizado.	37
9	Difractograma para una muestra con composicion 1 y un tiempo de procesamiento de 60 minutos.	40
10	Difractograma para una muestra con composicion 2 y un tiempo de procesamiento de 40 minutos.	40
11	Difractograma para una muestra con composicion 3 y un tiempo de procesamiento de 60 minutos.	41
12	Difractograma para una muestra con composicion 4 y un tiempo de procesamiento de 60 minutos.	41

<b>FIGURA</b>	<b>DESCRIPCION</b>	<b>PÁGINA</b>
13	Difractograma para una muestra con composicion 5 y un tiempo de procesamiento de 40 minutos.	42
14	Difractograma para una muestra con composicion 6 y un tiempo de procesamiento de 40 minutos.	42
15	Imagen de la muestra 5 la cuál presentó el valor más alto de porosidad. (Magnificación 50 x)	45
16	Imagen que corresponde a la muestra 3, donde se observa la menor porosidad. (Magnificación 50 x)	45
17	Imagen de SEM de la muestra 1.	46
17a	Espectro correspondiente a la región 1 de la muestra 1.	47
17b	Espectro de la región 2 de la figura 17.	47
17c	Espectro correspondiente a la región 3 de la imagen 1.	48
18	Fotografía de la muestra 1, correspondiente a otra región de la muestra.	49
18a	Espectro de la región 4 de la imagen de SEM 1	49
18b	Espectro de la región 5 de la muestra 1.	50
19	Imagen de SEM de la muestra 6	51
19a	Espectro correspondiente al análisis realizado a la región 6 de la muestra 6.	51
19b	Espectro de la región 7 de la imagen 11.	52
20	Imagen de SEM para la muestra 3.	53
20a	Espectro correspondiente a la región 8 de la muestra 3.	53
20b	Espectro de la región 9 (Ver figura 18).	54
21	Imagen de SEM para la muestra 3 correspondiente a otra región de la misma muestra analizada en la fotografía anterior.	55
21a	Espectro de la región 10 de la figura 21.	55
21b	Espectro correspondiente a la región 11 de la muestra 3.	56

<b>FIGURA</b>	<b>DESCRIPCION</b>	<b>PÁGINA</b>
22	Imagen de la muestra 5.	57
22a	Espectro de la región 12 de la muestra 5.	57
22b	Espectro de la región 13 de la muestra que se observa en la figura 22.	58
23	Imagen de SEM donde se muestran los granos de espinel además de que se observa un tamaño de grano grande. Se hicieron dos análisis de la superficie, donde se muestra que presenta espinel magnesio alúmina.	59
23a	Espectro de la muestra 4 en donde se hace un análisis de la región 17 de la misma.	59





