

ÍNDICE GENERAL

	<i>Páginas</i>
ÍNDICE DE TABLAS	<i>i</i>
ÍNDICE DE FIGURAS	<i>ii</i>
ABREVIATURAS	<i>iv</i>
RESUMEN	1

CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN

1.1 Generalidades	3
1.2 Antecedentes	5
1.3 Objetivo	7
1.4 Óxido de magnesio y su obtención	7
1.5 Refractariedad del MgO	11

CAPÍTULO 2 MÉTODOS DE SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN

2.1 Método de síntesis.....	14
2.1.1 Precipitación química	14
2.2 Técnicas de caracterización	16
2.2.1 Difracción de rayos X	18
2.2.2 Análisis térmico	20
2.2.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	22

CAPÍTULO 3 EXPERIMENTAL

3.1 Equipo utilizado	24
3.2 Síntesis de polvos de MgO	25
3.2.1 Precipitación química de sales hidratadas de magnesio	25
3.2.2 Precipitación química a partir del mineral dolomita	27
3.3 Técnicas de caracterización de polvos de MgO	31
3.4 Deshidroxilación del Mg(OH) ₂	32
3.5 Densidad del MgO	32
3.5.1 Método del picnómetro	33
3.5.2 Densidad por rayos X	35
3.6 Área superficial y tamaño de partícula primaria	37
3.7 Tamaño de cristalito por rayos X	38
3.8 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	40

CAPÍTULO 4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN	Páginas
--	----------------

4.1 Propiedades químicas	42
4.1.1 Deshidroxilación del Mg(OH) ₂	42
4.1.2 Cristalización del MgO	45
4.2 Propiedades físicas	54
4.2.1 Área superficial	54
4.2.2 Densidad	56
4.2.3 Tamaño de cristalito y aglomeración	58
4.2.3.1 Tamaño de cristalito	58
4.2.3.2 Aglomeración de polvos	62
4.2.4 Morfología por SEM de polvos de Mg(OH) ₂	64
4.2.5 Morfología por SEM de polvos de MgO	66

CAPÍTULO 5 CONCLUSIONES	75
--------------------------------------	-----------

REFERENCIAS	78
--------------------------	-----------

ANEXOS	81
---------------------	-----------

Tabla 1	Fuentes diversas de magnesio para la obtención de MgO.....	9
Tabla 2	Capacidad de producción anual de MgO	10
Tabla 3	Propiedades de óxidos alcalinotérreos.....	12
Tabla 4	Solubilidad de los hidróxidos alcalinotérreos.....	29
Tabla 5	Técnicas de caracterización	31
Tabla 6	Registro de los eventos térmicos por análisis térmico (ATG-ATD) de los polvos sintetizados por precipitación química	45
Tabla 7	Análisis semicuantitativo por difracción de rayos X para polvos de MgO cáustico.....	50
Tabla 8	Fases presentes entre los granos de MgO en función de la relación CaO/SiO ₂ en la sinterización de materiales cerámicos	53
Tabla 9	Determinación del área superficial por BET	55
Tabla 10	Resultados de polvos de MgO producidos a partir de diferentes precursores a 960°C	57
Tabla 11	Datos experimentales del tamaño de cristalito en el MgO cáustico	60
Tabla 12	Propiedades del área superficial de los polvos de MgO sintetizados por precipitación química	63

Fig. 1.1	Estructura del MgO: a) arreglo atómico y b) arreglo poliédrico (los octaedros comparten aristas)	12
Fig. 2.1	Plano de difracción de rayos X	19
Fig. 2.2	Gráfico típico del proceso de descomposición del Mg(OH) ₂	21
Fig. 3.1	Producción de MgO por precipitación química	30
Fig. 3.2	Método del picnómetro	34
Fig. 3.3	Porción del difractograma mostrando los máximos de las reflexiones de la mezcla de MgO y KCl (estándar interno)	39
Fig. 4.1	Termogramas por análisis simultáneo ATG-ATD del Mg(OH) ₂	44
Fig. 4.2	Programa de calentamiento para la obtención del MgO ^[20]	46
Fig. 4.3	Análisis por rayos X de la formación del MgO	47
Fig. 4.4	Comparación de los difractogramas de (MgOH) ₂ a 100°C a partir del sulfato y de la dolomita. Las líneas corresponden al patrón de difracción.....	48
Fig. 4.5	Patrones de difracción de rayos X del MgO a 960°C de los diferentes precursores	51
Fig. 4.6	Espectro de energía de dispersión de rayos X del MgO a partir de la dolomita a 960°C	52
Fig. 4.7	Desarrollo del tamaño de cristalito del MgO a partir del sulfato, por difracción de rayos X	59
Fig. 4.8	Desarrollo del tamaño de cristalito del MgO del mineral dolomita, por difracción de rayos X	59
Fig. 4.9	Crecimiento del tamaño de cristalito con la temperatura	62
Fig. 4.10	SEM de polvos de Mg(OH) ₂ del sulfato, 100°C	64
Fig. 4.11	SEM de polvos de Mg(OH) ₂ del nitrato, 100°C	65
Fig. 4.12	SEM de polvos de Mg(OH) ₂ del acetato, 100°C	65
Fig. 4.13	SEM de polvos de Mg(OH) ₂ de la dolomita, 100°C	66
Fig. 4.14	SEM de polvos de MgO del sulfato, 960°C	67
Fig. 4.15	SEM de polvos de MgO del nitrato, 960°C	68

Fig. 4.16 SEM de polvos de MgO del acetato, 960°C	68
Fig. 4.17 SEM de polvos de MgO de la dolomita, 960°C	69
Fig. 4.18 SEM de MgO del sulfato a 1200°C, 1 hora	71
Fig. 4.19 SEM de MgO del nitrato a 1200°C, 1 hora	71
Fig. 4.20 SEM de MgO del acetato a 1200°C, 1 hora	72
Fig. 4.21 SEM de MgO de la dolomita a 1200°C, 1 hora	73

RESUMEN

Se realizó un estudio comparativo de las propiedades de cuatro clases de polvos de MgO de tipo cáustico, a partir de diferentes precursores: sales hidratadas de magnesio $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ y del mineral dolomita ($\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$). Se utilizó la síntesis por precipitación química.

Se efectuaron mediciones de propiedades químicas y físicas en los polvos cáusticos como: la deshidroxilación a partir del $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y la cristalización del MgO por rayos X; la densidad, el área superficial específica, el tamaño de cristalito y el grado de aglomeración. Se estudió el efecto del precursor utilizado en la morfología de los polvos cáusticos de MgO. La morfología de los polvos del $\text{Mg}(\text{OH})_2$, de MgO cáustico y de los compactos de MgO tratados a 1200°C fue analizada por la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM).

Se verá que un exceso de impurezas afecta considerablemente los valores de densidad real por picnometría, debido a que incrementan el volumen del bulto y por lo tanto disminuyen la densidad. Lo cual repercute en la sinterización del material refractario.

A partir de la densidad real (medida por picnómetro) se determinó la relación $G_{\text{BET}}/G_{\text{DRX}}$. Este factor es útil para definir el grado de aglomeración que presentan los polvos cáusticos de MgO y el efecto que se provoca en la sinterización inicial. Finalmente se observó que la presencia de impurezas de CaO/SiO_2 en el MgO de la dolomita, forman una fase mineralizadora, favorable para la fabricación de refractarios.