



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO**

---

---

**CENTRO UNIVERSITARIO UAEM VALLE DE MÉXICO**

**DISEÑO DEL PROCESO DE MANUFACTURA DE CERÁMICOS  
AVANZADOS DE ÓXIDO DE ALUMINIO: EFECTO DE LA  
TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN PARA SU POSIBLE  
APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA TEXTIL.**

**TESIS**

Que para obtener el Título de

**INGENIERO INDUSTRIAL**

Presenta

**C. MARCO ANTONIO CÓRDOBA LEÓN**

**Asesor: Dr. en Ing. José G. Miranda Hernández**



**Atizapán de Zaragoza, Edo. de México, Agosto del 2017.**



**UAEM** | Universidad Autónoma  
del Estado de México

## REGISTRO DE TEMA



CUUAEMVM/SA/TITULACIÓN/86/17

Atizapán de Zaragoza, México, 08 de marzo de 2017.

**C. MARCO ANTONIO CÓRDOBA LEÓN**  
**Egresado de Ingeniería en Industrial**  
**PRESENTE**

Por la presente, me permito comunicarle que el tema de su investigación por la modalidad de **Tesis**, bajo el título: **“MANUFACTURA DE CERÁMICOS AVANZADOS DE ÓXIDO DE ALUMINIO: EFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN PARA SU POSIBLE APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA TEXTIL”**, ha sido registrado en esta Subdirección Académica, y que el asesor que Usted propuso Dr. en Ing. José Guadalupe Miranda Hernández, también será notificado(a) por este medio para que se encargue de guiar su investigación.

Así mismo, le recuerdo que tiene usted dos años a partir de esta fecha para presentar su trabajo final liberado por su asesor y revisores que posteriormente se le asignarán y que durante este período deberá presentar un informe cada dos meses, con el Visto Bueno de su Asesor, sobre el avance de su investigación en la oficina de Titulación de este Centro Universitario.

El trabajo de **Tesis** queda bajo la responsabilidad del egresado tanto en autoría como en su contenido, el cual deberá tener el nivel que se exige para la obtención de un Título Profesional.

**ATENTAMENTE**  
**PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO**

**2017, Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos“**

**LIC. PATRICIA ROJAS REYES**  
**SUBDIRECTORA ACADÉMICA**  
Centro Universitario  
UAEM Valle de México  
Subdirección Académica  
2013-2017

c.c.p. Dr. en Ing. José Guadalupe Miranda Hernández  
Expediente



[www.uaemex.mx](http://www.uaemex.mx)

**Centro Universitario UAEM, Valle de México**  
Blvd. Universitario s/n Predio San Javier Atizapán de Zaragoza, México Teléfono: (01 55) 58 27 03 61, Fax: 58 27 07 03  
[cuvm@uaemex.mx](mailto:cuvm@uaemex.mx)



**UAEM** | Universidad Autónoma  
del Estado de México

## REGULARIZACIÓN DE NOMBRE DEL TRABAJO REGISTRADO



CUAAEMVM/SA/TITULACIÓN/435/17

Atizapán de Zaragoza, México, 11 de agosto de 2017

**C. MARCO ANTONIO CORDOBA LEON**  
**EGRESADO DE INGENIERÍA INDUSTRIAL**  
**PRESENTE**

Por la presente, me permito comunicarle, que visto el estado que guarda su expediente de evaluación profesional y derivado de las observaciones que le fueran hechas por sus revisores el 06 de agosto del 2017, deberá modificar el nombre con el cual registró su *Tesis*: "MANUFACTURA DE CERÁMICOS AVANZADOS DE ÓXIDO DE ALUMINIO: EFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN PARA SU POSIBLE APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA TEXTIL", para quedar como: "**DISEÑO DEL PROCESO DE MANUFACTURA DE CERÁMICOS AVANZADOS DE ÓXIDO DE ALUMINIO: EFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN PARA SU POSIBLE APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA TEXTIL**".

En atención a lo anterior, los votos de los Revisores asignados, así como la autorización de Impresión de su trabajo, deberán contemplar el nuevo Título.

Sin más por el momento, reciba un cordial saludo.

**ATENTAMENTE**  
**PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO**  
**"2017, Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"**

**LIC. PATRICIA ROJAS REYES**  
Subdirectora Académica  
2015-2017



c.c.p. Expediente  
PRR/GGB/gra\*



[www.uaemex.mx](http://www.uaemex.mx)

**Centro Universitario UAEM, Valle de México**  
Blvd. Universitario s/n Predio San Javier Atizapán de Zaragoza, México Teléfono: (01 55) 58 27 03 61, Fax: 58 27 07 03  
[cuvm@uaemex.mx](mailto:cuvm@uaemex.mx)

Atizapán de Zaragoza, Estado de México a 12 de julio 2017

**LIC. PATRICIA ROJAS REYES**  
**SUBDIRECTORA ACADÉMICA**  
**CENTRO UNIVERSITARIO UAEM VALLE DE MÉXICO**  
**P R E S E N T E**

Por la presente le informo que el pasante **Marco Antonio Córdoba León**, de la carrera de **Ingeniería Industrial**, con No. de cuenta 0122921, presenta el trabajo de **TESIS: Diseño del Proceso de Manufactura de Cerámicos Avanzados de Óxido de Aluminio: Efecto de la Temperatura de Sinterización para su Posible Aplicación en la Industria Textil**, mismo que conforme a la Legislación Universitaria, ha sido **aprobado** por el que suscribe para los fines propios de titulación del interesado.

Sin más por el momento, reciba un cordial saludo.

ATENTAMENTE



---

**Dr. en Ing. José Guadalupe Miranda Hernández**  
ASESOR

TELS: 5530382889  
CORREO: jgmirandah@uaemex.mx

Centro Universitario  
UAEM Valle de México  
**REVISADO**  
**13 JUL 2017**  
**REVISADO**  
TITULACIÓN

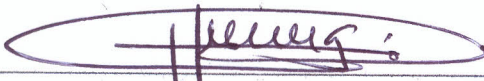
Atizapán de Zaragoza, Estado de México a 10 de Agosto del 2017

**LIC. PATRICIA ROJAS REYES**  
**SUBDIRECTORA ACADÉMICA**  
**CENTRO UNIVERSITARIO UAEM VALLE DE MÉXICO**  
**P R E S E N T E**

Por la presente le informamos que el pasante **C. Marco Antonio Córdoba León**, de la carrera de **Ingeniería Industrial**, con No. de cuenta **0122921**, presenta el trabajo de **TESIS: Diseño del Proceso de Manufactura de Cerámicos Avanzados de Oxido de Aluminio: Efecto de la Temperatura de Sinterización para su posible Aplicación en la Industria Textil**, mismo que conforme a la Legislación Universitaria y a las observaciones dictaminadas en el preexamen, ha sido **aprobado** por los que suscribimos, para los fines propios de la Sustentación de Evaluación Profesional del interesado.

Sin más por el momento, reciba un cordial saludo.

ATENTAMENTE



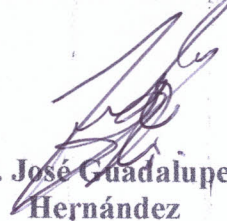
Ing. Ind. Samuel Armando Hernández  
García  
REVISOR

ATENTAMENTE



Dr. En C. de LE Carlos Omar González  
Mórán  
REVISOR

ATENTAMENTE



Dr. En Ing. José Guadalupe Miranda  
Hernández  
ASESOR



**UAEM**

Universidad Autónoma  
del Estado de México

## SUSTENTACIÓN DE EVALUACIÓN PROFESIONAL



CUVM/SA/TITULACIÓN/493/17

Atizapán de Zaragoza, México, a 06 de septiembre de 2017.

**C. MARCO ANTONIO CÓRDOBA LEÓN**

Egresado de Ingeniería Industrial

**PRESENTE**

Me permito comunicarle que se autoriza la sustentación e impresión de su trabajo de titulación por la modalidad de Tesis, denominado **“DISEÑO DEL PROCESO DE MANUFACTURA DE CERÁMICOS AVANZADOS DE ÓXIDO DE ALUMINIO: EFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN PARA SU POSIBLE APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA TEXTIL”**, para obtener el título de Ingeniero Industrial, en virtud de que cuenta con los votos aprobatorios del Asesor y los Revisores asignados para este efecto, en apego a los lineamientos establecidos para la Evaluación Profesional.

Nota: No omito comentar que la impresión de sus empastados deberá coincidir con el título que en este documento se autorizó en términos de mayúsculas, minúsculas, acentos, comillas, paréntesis, etc.

**A T E N T A M E N T E**

**PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO**

**“2017, Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos”**

**LIC. PATRICIA ROJAS REYES**  
Centro Universitario  
UAEM Valle de México  
Subdirección Académica  
2013-2017

c.c.p. Expediente



[www.uaemex.mx](http://www.uaemex.mx)

Centro Universitario UAEM, Valle de México

Bvld. Universitario s/n Predio San Javier Atizapán de Zaragoza, México Teléfono: (01 55) 58 27 03 61, Fax: 58 27 07 03

[cuvm@uaemex.mx](mailto:cuvm@uaemex.mx)

## Dedicatoria.

A mis padres Marcos y Magdalena:

Por haberme conducido al camino donde los ganadores hacen lo que los perdedores no quieren hacer.

A mi esposa Rosario:

Por su apoyo en todos los aspectos de mi vida, que con sus palabras y acciones ha contribuido de manera oportuna en esta etapa de mi vida y que me ha hecho sentir el amor que todos los días comparto con ella, y que es la base para vencer mis miedos.

A mi hermano Arturo:

Quien me apoyo y motivo a seguir adelante en cada etapa de mi vida y me ha hecho sentir fuerte.

## Agradecimientos

Quiero agradecer a la Universidad Autónoma del Estado de México Campus “Valle de México” por haberme tenido entre sus alumnos, que me haya formado como una persona con la visión de creer en mí mismo y ver que todo es posible con base al esfuerzo que cada uno ponga ante las circunstancias del día a día ante la actual crisis de ética y moral del mundo globalizado en el que vivimos.

A mi amigo Dr. Jose G. Miranda que con su tiempo y paciencia con base a su experiencia y compromiso aportaron el apoyo sustancial para la conclusión de este trabajo.

A mis revisores, Dr. Carlos Omar González y al Ing. Samuel Armando Hernández por sus observaciones y comentarios acerca de este trabajo.

Y a todos los profesores, compañeros, amigos y personas que de manera directa o indirecta han contribuido a la conclusion de este trabajo, en especial a mi compañero Fabian que con su apoyo he podido darle fin a este trabajo.



## ÍNDICE

ÍNDICE DE TABLAS .....	1
ÍNDICE DE FIGURAS .....	2
RESUMEN.....	4
ABSTRACT .....	6
CAPÍTULO 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	8
1.1 JUSTIFICACIÓN .....	8
1.2 ESTADO DEL ARTE .....	10
1.3 HIPÓTESIS .....	12
1.4 OBJETIVO GENERAL .....	12
1.5 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	12
CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO.....	14
2.1 Cerámicos tradicionales y cerámicos avanzados. ....	14
2.1.1 Aplicaciones.....	18
2.2 Alúmina ( $Al_2O_3$ ) .....	19
2.2.1 Alúminas calcinadas .....	21
2.2.2 Aplicaciones de la alúmina .....	21
2.3 Aglutinantes .....	22
2.3.1 Clasificación de los aglutinantes .....	24
2.3.1.1 Líquidos o disolventes y agentes humectantes. ....	24
2.3.1.2 Defloculantes y coagulantes. ....	25
2.3.1.3 Aglutinantes .....	25
2.3.1.4 Alcohol polivinílico (PVA).....	26
2.3.1.5 Polietilenglicol (PEG) .....	26
2.4 Mezclado.....	27
2.4.1 Mecanismos de mezclado. ....	28
2.4.2 Tipos de máquinas mezcladoras de sólidos.....	28
2.4.2.1 Mezcladores móviles. ....	28
2.4.2.2 Mezcladores de carcasa estacionaria. ....	29
2.4.3 Tipos de máquinas para la dosificación de solidos .....	30
2.6 Compactación de polvos.....	32
2.7 Sinterizado .....	35

2.7.1 Porosidad.....	38
2.7.2 Sinterización en estado sólido. ....	39
2.7.3 Sinterización en fase líquida.....	39
2.8 Dureza.....	40
2.9 Tenacidad a la fractura .....	42
2.10 Microscopio .....	45
2.11 Microscopía óptica. ....	45
2.12 Densidad .....	46
CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	49
3.1 Proceso de manufactura. ....	50
3.1.1 Etapa 1: Manufactura del cerámico. ....	51
3.1.1.1 Pesado de materiales. ....	52
3.1.1.2 Mezcla de materiales.....	52
3.1.1.3 Compactación.....	53
3.1.1.4 Sinterización .....	55
3.2 Etapa 2: Estudio de las propiedades físicas y mecánicas. ....	56
3.2.1 Determinación de la Densidad .....	56
3.2.3 Análisis de la Dureza .....	57
3.2.4 Análisis de la microestructura obtenida por Microscopía Óptica (MO). ....	58
3.2.5 Tenacidad a la fractura. ....	59
3.3 Etapa 3. Comparación de sistemas. ....	60
Capítulo 4. ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	62
4.1 Resultados, análisis e interpretación de los resultados. ....	62
4.2 Proceso de manufactura para compactos base alúmina. ....	62
4.3 Densidad y porcentaje de Porosidad. ....	64
4.4 Caracterización microestructural de los materiales cerámicos base Alúmina. .....	72
4.5 Dureza Vickers.....	76
4.6 Tenacidad a la fractura (K <sub>ic</sub> ). ....	78
4.7 Comparación de sistemas.....	80
CONCLUSIÓN.....	82
BIBLIOGRAFÍA .....	84

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Densidad volumétrica en verde.

Tabla 2. Densidades volumétricas sinterizadas.

Tabla 3. Comparativo de los valores de densidades.

Tabla 4. Porcentaje de densificación y porcentaje de contracción.

Tabla 5. Valores promedio de dureza en muestras de Alúmina.

Tabla 6. Comparación de sistemas.

## ÍNDICE DE FIGURAS

- Figura 1. Pirámide de referencia de cerámicos tradicionales y avanzados.
- Figura 2. Cerámicos comerciales y tradicionales.
- Figura 3. Materiales cerámicos avanzados.
- Figura 4. Bauxita y alúmina en polvo.
- Figura 5. Aplicaciones de la alúmina.
- Figura 6. Mezclador en “V” o de pantalón.
- Figura 7. Mezclador de carcasa estacionaria.
- Figura 8. Dosificador volumétrico.
- Figura 9. Dosificador sinfín.
- Figura 10. Esquema de compactación de polvos cerámicos.
- Figura 11. Etapas en el proceso de sinterización.
- Figura 12. Porosidad abierta y cerrada.
- Figura 13. Diagonales y marca de indentación en el material.
- Figura 14. Gráfico de deformación plástica
- Figura 15. Ejemplo de la densidad de Arquímedes.
- Figura 16. Diagrama del proceso de fabricación.
- Figura 17. Diagrama de flujo del proceso
- Figura 18. Báscula analítica
- Figura 19. Prensa hidráulica (Marca FIICSA)
- Figura 20. Matriz de acero.
- Figura 21. Ciclo de sinterización.
- Figura 22. Horno marca Naberthem.
- Figura 23. Microdurómetro.
- Figura 24. Microscopio óptico.
- Figura 25. Ejemplo de huella y grieta originada en prueba de tenacidad a la fractura.
- Figura 26. Cerámicos utilizados en la industria textil.
- Figura 27. Ciclo de sinterización.
- Figura 28. Grafica de densidades.

Figura 29. Comparativo del porcentaje de densificación y contracción.

Figura 30. Muestras del cerámico sin aglutinante.

Figura 31. Muestras del cerámico con aglutinante

Figura 32. Comparativo de MO de alúmina.

Figura 33. Indentación en muestras de alúmina.

Figura 34. Comparativo de dureza Vickers

Figura 35. Muestras sin aglutinante con indentación para medición de tenacidad a la fractura.

Figura 36. Muestras con aglutinante con Indentación para medición de tenacidad a la fractura.

## RESUMEN

Durante los últimos años se han investigado y desarrollado diferentes materiales para diversos ámbitos de aplicación industrial, sin necesidad de indagar, solo basta con observar nuestro alrededor y son tangibles los avances y aplicaciones de nuevos materiales por ejemplo en la industria del transporte, aeronáutica, militar, naval, del deporte entre otras.

Con este contexto, en esta investigación se han desarrollado materiales cerámicos para posibles aplicaciones en particular en la industria textil basados en la investigación de materiales cerámicos avanzados en donde se ha considerado principalmente el diseño del proceso de manufactura; buscando un material con propiedades específicas para mejorar las propiedades físicas de densidad y porosidad, sus propiedades mecánicas de dureza, tenacidad a la fractura, así como el de un proceso de menor costo, fácil, y con ahorro de energía. Se pretende establecer condiciones ideales para la fabricación de estos materiales que se proponen en este proyecto, a través del rediseño del proceso, en la busca de mejorar las propiedades físicas y mecánicas de las ya existentes en el mercado y así mismo cumplir con materiales que tengan características que puedan aportar nuevos resultados para la industria textil.

La cerámica avanzada utilizada en este trabajo es óxido de aluminio también conocido como Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y la consolidación de este material se realiza mediante el proceso de sinterización en estado sólido considerando como variable de estudio la temperatura en el proceso de sinterización y el agregado de aglutinantes de las muestras durante la compactación. Considerado que la etapa de conformado o compactado es el primer paso antes de la sinterización.

La etapa de compactado inicia tomando en cuenta la no aplicación de aglutinantes en el material; es decir, se compactan muestras de material de únicamente polvos de alúmina comercial que servirán como referencia y comparativo cuando en esta misma etapa se compacten materiales usando aglutinantes como: Alcohol Polivinílico (PVA) y Polietileno Glycol (PEG) teniendo en cuenta que este hecho tiene un efecto en la consolidación del material.

El compactado de las muestras se realiza a partir de polvos de alúmina utilizando un dado de acero grado herramienta aplicando una presión uniaxial de 200 MPa en frío para obtener muestras cilíndricas de 20 mm de diámetro y 4 mm de espesor también llamadas muestras “en verde”, y son llamadas así porque han pasado por el proceso de sinterización, el tiempo de la carga máxima de trabajo es aplicada durante 30 segundos. Posteriormente los compactos en verde se someten al proceso de sinterizado o consolidación en estado sólido a 1600°C durante 1 hora utilizando un horno de resistencia eléctrica de alta temperatura. Una vez consolidados los materiales se le hace un análisis microestructural mediante microscopía óptica (MO), y sus propiedades físicas de densidad y porosidad se determinan por el principio de Arquímedes, y después son determinadas sus propiedades mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura.

Los resultados de las pruebas físicas de densidad y porosidad indican que la incorporación de los aglutinantes en la etapa del conformado como Alcohol Polivinílico (PVA) y Polietileno Glycol (PEG), mejoran las características físicas para el manejo de los materiales en verde, mientras que las muestras sinterizadas no presentan rastro de estos aglutinantes con respecto a las muestras que no lo contienen, además se observan cambios microestructurales en estos mismos materiales.

## ABSTRACT

During the last years different materials has been investigated and developed for different fields of industrial application, without the need to investigate, it is enough to observe our surroundings and the advances and applications of new materials are tangible, for example in the transport, aeronautical, military, naval, sport, among others.

In this context, the ceramic materials for possible applications in the textile industry considering the research of advanced ceramic materials, where the design of manufacturing process has been considered, looking for a material with specific properties to improve the physical properties as density and porosity, where the mechanical properties, such as hardness and fracture toughness, as well as, a process of lower cost, easy, and with energy saving. It's intended to establish ideal conditions for the manufacture these materials proposed in this project, through the redesign of the process, looking to improve the physical and mechanical properties of that existing in the market and also comply with materials that have characteristics that can bring new results for the textile industry.

The advanced ceramic used in this work is Aluminum Oxide also known as alumina ( $Al_2O_3$ ) and the consolidation of this material is done by the sintering process in solid state reaction considering as study variable the temperature in the sintering process and also the addition of binders of the samples during compaction. Considering that, the compacting step is the first step before sintering. The compacting step starts by taking into account the non-application of binders in the material, namely, the samples compacted of commercial alumina powders only are a comparative reference with the compacting materials using binders, such as Polyvinyl Alcohol (PVA) and Polyethylene Glycol (PEG), taking into account that this fact has an effect in the consolidation of the material.

The samples are compacted of alumina powders using steel die and applying a uniaxial pressure of 200 MPa in cold to obtain cylindrical samples of 20 mm diameter and 4 mm thickness called green samples, the time of the maximum load applied were 30 seconds. Subsequently the green compacts are submitted to the



sintering process or solid state consolidation at 1600°C for 1 hour using a high temperature furnace.

Once the materials are consolidated, a microstructural analysis is made by optical microscopy (OM), and its physical properties of density and porosity are determined by the Archimedes principle, and then its mechanical properties of Hardness and Fracture toughness are determined.

The results of the physical tests of density and porosity indicate that the incorporation of the binders in the compaction stage as Polyvinyl Alcohol (PVA) and Polyethylene Glycol (PEG), improve the physical characteristics for the handling of the green materials, while the sintered samples doesn't show trace of these binders with respect to the samples that doesn't contain it, besides microstructural changes in these materials are observed.

# CAPÍTULO 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

## 1.1 JUSTIFICACIÓN.

Los materiales cerámicos han estado presentes en la historia del hombre desde hace milenios para fines muy diversos, pero fue hasta la actualidad donde se logró entender la relación entre los componentes y sus propiedades de los materiales, a partir de entonces se crearon desde aplicaciones puramente decorativas como las porcelanas, elementos de construcción como ladrillos hasta materiales industriales como componentes electrónicos [1].

La importancia del uso de los materiales cerámicos en la ingeniería se basa en su abundancia en la naturaleza y por sus propiedades físicas y mecánicas que son diferentes a la de los metales livianos, resistentes a la corrosión, con mayor resistencia a la deformación a altas temperaturas, resistentes al desgaste, típicamente duros y con baja ductilidad [2]. Las propiedades de estos cerámicos avanzados se obtienen a través de estándares muy rigurosos de composición, materias primas muy puras y de estricto control en el proceso de fabricación.

La mayoría de los cerámicos avanzados bajo desarrollo se basan hoy en el Nitruro de Silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), Carburo de Silicio ( $\text{SiC}$ ), Zirconia ( $\text{ZrO}_2$ ) o Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Además, materiales tales como Dborato de Titanio ( $\text{TiB}_2$ ), Nitruro de Aluminio ( $\text{AlN}$ ), Oxinitrato de Aluminio de Silicio ( $\text{SiAlON}$ ) y algunos otros carburos y nitruros de cerámica se clasifican a menudo como cerámicos avanzados o de alta tecnología debido a los métodos de manufactura o los usos que tienen [3].

No obstante, debido a su fragilidad nunca se les llega a considerar como estructuralmente importantes. Con la aparición de la cerámica de óxidos ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{BeO}$ ,  $\text{MgO}$ ) los materiales cerámicos empezaron a atraer el interés de investigadores ya que especularon sobre su aplicación en ambientes de altas temperaturas y corrosivos además de su usual comportamiento como buenos aislantes eléctricos y térmicos debido a la ausencia de electrones conductores [4].

Normalmente los materiales cerámicos poseen temperaturas de fusión relativamente altas y asimismo una estabilidad química relativamente alta en

ambientes muchos más agresivos debido a la estabilidad de sus fuertes enlaces. Debido a estas propiedades, los materiales cerámicos son indispensables para muchos de los diseños en ingeniería [5]. Este tipo de materiales son usados para aplicaciones en ingeniería pueden clasificarse en dos grupos: materiales cerámicos tradicionales y materiales cerámicos de uso específico de ingeniería o también llamados cerámicos avanzados [6, 7].

En los últimos años ha crecido el interés de la ciencia y la tecnología en la utilización de tecnología avanzada a base de materiales cerámicos están en continuo desarrollo. Esto conduce a la tecnología cada vez más exigente en el ámbito de la investigación de materiales base alúmina.

Con respecto a lo anterior, este trabajo trata del diseño del proceso de manufactura para la fabricación de cerámicos avanzados, específicamente con base del material cerámico llamado Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) para posible aplicación en textiles.

El cual tiene como objetivo obtener un cerámico avanzado con propiedades específicas que cumplan con la exigencia de trabajo de la industria textil, buscando así la mejora de las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura, propiedades físicas de densidad y porosidad, además de propiedades químicas en relación a su composición y a su resistencia mecánica del material cerámico avanzado elaborado. Por lo tanto, se pretende diseñar el proceso de manufactura con un material base Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), que sea sencillo, económico y que garantice mejoras en las propiedades ya mencionadas.

## 1.2 ESTADO DEL ARTE

La ciencia de los materiales es un campo multidisciplinario que estudia los conocimientos fundamentales sobre las propiedades de los materiales y los aplica en áreas de la ciencia y tecnología. Esto implica investigar la relación entre la estructura y las propiedades de los materiales, la ingeniería de los materiales fundamenta las relaciones propiedades-estructura y diseña o proyecta la estructura de un material para conseguir un conjunto de propiedades específicas para un fin.

El uso combinado de la ciencia y la ingeniería de materiales permite a los ingenieros convertir los materiales en los productos requeridos por la sociedad y la industria.

Hoy en día se ha realizado varias investigaciones muy importantes relacionadas con las propiedades y los procesos de fabricación de los materiales cerámicos. En los años 70 con la aparición de estos elementos cerámicos los científicos empezaron a tomar interés ya que especulaban su aplicación en ambientes de altas temperaturas.

Los materiales importantes de esta clase eran denominados cerámicos tradicionales, compuestos en los que la materia prima era la arcilla y gracias a procesos industriales se podía elaborar materiales como la porcelana fina y para aislantes eléctricos, ladrillos, tejas, vidrios y cerámicas refractarias [8].

Con el paso del tiempo surgen las cerámicas avanzadas, desde el punto de vista químico se trata de óxidos, carburos o nitruros de gran pureza química, constituidos con elementos tales como aluminio y silicio. Estos nuevos materiales poseen propiedades físicas interesantes que permiten su aplicación en lugares que requieren especificaciones muy exigentes como en ambientes de alta temperatura, corrosivos, etc.

Dentro de sus propiedades más importantes cabe destacar su alta dureza y rigidez, son aislantes térmicos y eléctricos [9]. Las composiciones químicas de los materiales cerámicos varían considerablemente, desde compuestos sencillos hasta mezclas de muchas fases complejas enlazadas.

La denominación de los cerámicos avanzados no sólo toma en cuenta la composición de material, sino también la técnica empleada para su elaboración. En términos generales se considera como producto cerámico a todo objeto obtenido por compactación o inyección de un polvo en la forma deseada para su uso, seguida de una consolidación de esta geometría mediante un proceso de cocción a alta temperatura, denominado sinterización [9,10].

Existen diferencias entre los materiales cerámicos tradicionales y los materiales cerámicos avanzados, como se ha mencionado en párrafos anteriores, los materiales cerámicos se pueden clasificar en tradicionales y avanzados. Los cerámicos tradicionales tienen más de 3000 años de antigüedad, mientras que los cerámicos avanzados son mucho más recientes.

En general, estos materiales son usados para diferentes aplicaciones en ingeniería y su referencia en cuantos a sus requerimientos técnicos se muestra en la siguiente Figura 1.

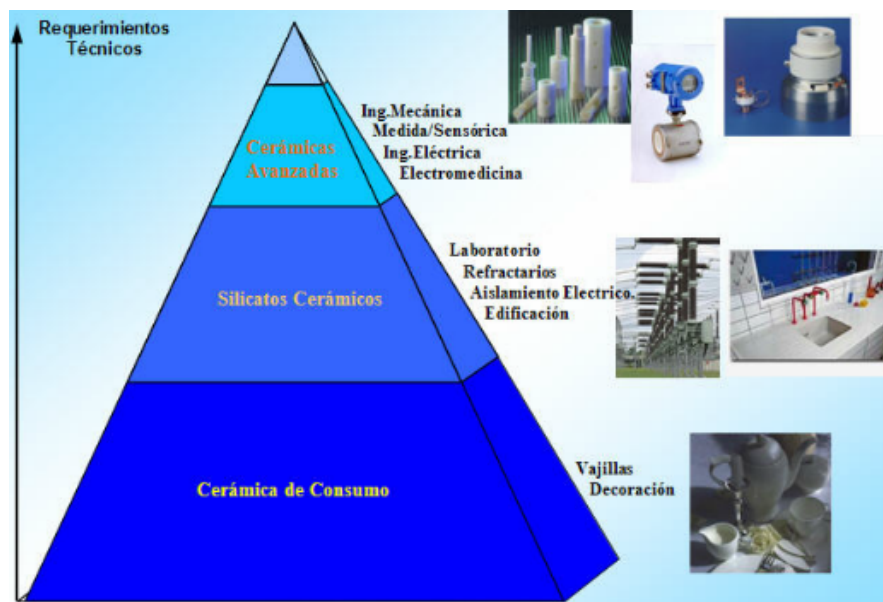


Figura 1. Pirámide de referencia de cerámicos tradicionales y avanzados.

### **1.3 HIPÓTESIS**

La variación de la carga de compactación y temperatura de sinterización en el proceso de manufactura para la fabricación de materiales cerámico de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para su aplicación en la industria textil afecta las propiedades físicas y mecánicas en la consolidación del material comparadas con las ya utilizadas en el mercado.

### **1.4 OBJETIVO GENERAL**

Determinar el proceso de manufactura para la fabricación de materiales cerámicos de alúmina comercial a partir del efecto de la carga de compactación y temperatura de sinterización en sus propiedades físicas de densidad y porosidad, mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura en busca de materiales que puedan ser aplicados en industria textil.

### **1.5 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Determinar el proceso de manufactura de materiales cerámicos a partir de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  comercial:
  - Determinar y establecer la carga de compactación en relación a la densidad del cerámico manufacturado.
  - Determinar y establecer el tiempo y temperatura de sinterizado en relación a la densificación y dureza del cerámico manufacturado
- Analizar el efecto de la adición de aglutinante en el proceso de compactación y sinterización en la obtención de muestras cerámicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con respecto a la muestra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sin aglutinante.
- Analizar la microestructura del material por medio de la técnica de microscopía óptica (MO).
- Determinar las propiedades físicas de densidad por la técnica de Arquímedes.

- Medir las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura de los cerámicos elaborados.

## **CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO**

### **2.1 Cerámicos tradicionales y cerámicos avanzados.**

Los materiales cerámicos son tan antiguos como la historia del hombre [11]. Se trata de materiales inorgánicos de microestructura controlada con el objetivo de obtener características o propiedades que permitan aplicarlos en funciones específicas realizándolos por técnicas elaboradas gracias a un control de fabricación de baja tecnología.

Se puede decir que los materiales cerámicos son aquellos materiales químicamente definidos como inorgánicos y no metálicos. La palabra cerámica es un término que viene del griego keramos, cuyo significado puede traducirse como hacer alfarería [12].

En la actualidad se incluye dentro de los materiales cerámicos a los óxidos, carburos, nitruros, boruros, y compuestos de ellos [12]. Están fabricados con materias primas de yacimientos naturales, con o sin proceso para eliminar impurezas.

Las características más importantes en el proceso de fabricación y en sus propiedades son:

- El proceso de fabricación puede ser manual y el tratamiento térmico se realiza en hornos tradicionales.
- La microestructura de los materiales cerámicos tradicionales es de tamaño de grano grueso y de la misma manera presentan una alta porosidad, visible al microscopio óptico.
- La densidad que llega a alcanzar valores del orden del 10% al 20% a la densidad teórica del material.
- El nivel de los defectos en un material cerámico tradicional es del orden de milímetros.



En la siguiente Figura 2, se muestra algunos ejemplos de las cerámicas tradicionales tales como los cementos y los vidrios, vasijas de barro, la porcelana, los ladrillos, las tejas, los vidrios, etc. [13].



Figura 2. Cerámicos comerciales y tradicionales.

El término “cerámico avanzado”, se refiere a una nueva generación de materiales cerámicos en los que se ha logrado una mejora en alguna de sus propiedades: ópticas, magnéticas, electrónicas o mecánicas. Las cerámicas avanzadas se han desarrollado, modificando ventajosamente características mecánicas, físicas y químicas de los cerámicos mediante nuevas técnicas de producción [12].

Para la obtención de los materiales cerámicos existen diferentes métodos, una de las fuentes de fabricación más importante de estos nuevos componentes cerámicos es por medio de la metalurgia de polvos [11].

Se parte de la mezcla de polvos no metálicos al cual se le pueden agregar aditivos como aglutinantes, se le da una determinada forma en el compactado y se obtiene una pieza en verde el cual se somete a un tratamiento térmico de sinterización a una temperatura menor a la de fusión en el que adquiere consolidación el material, por difusión en estado sólido o por formación de fase líquida dependiendo de la composición química del material [14].

El estudio y control de todas las etapas del proceso es un requerimiento básico para poder optimizar el proceso y las propiedades de un material cerámico donde el control de impurezas y defectos es importante en la aplicación final de la pieza.

Por otra parte, las cerámicas avanzadas se han estudiado y perfeccionado gracias a la utilización de polvos de elevada pureza, obtenidos en su mayoría por vía sintética el cual ha facilitado el desarrollo de nuevos productos [15]. Las rutas de obtención son muy variadas, pero los polvos obtenidos sintéticamente presentan unas características comunes, como son: elevada pureza, distribución de tamaños de partícula, ausencia de aglomerados y mayor uniformidad en las características [11].

Sus características más importantes son:

- El proceso de elaboración de este tipo de materiales cerámicos se realiza con equipos sofisticados, que incluyen la utilización de alta temperatura, presión, atmósferas controladas.
- La microestructura es de grano fino la cual se estudia por medio de la microscopía electrónica ya que el tamaño del grano se clasifica en micras.
- La densidad llega a alcanzar valores del orden del 85% o 100 % de la densidad teórica del material en algunos casos.
- Para su fabricación se usan materias primas de alta pureza (90 al 99,99 %), con composición química y propiedades morfológicas controladas. Los productos tienen una microestructura bien controlada, que asegura su alta fiabilidad o respuesta a la utilización para la cual ha sido diseñada [16].

El campo de los cerámicos hoy en día no solo se refiere a los ya mencionados en los párrafos anteriores ya que también se incluyen una gran cantidad de nuevos materiales con características diseñadas específicamente para cumplir tareas que los cerámicos tradicionales no pueden, los materiales cerámicos avanzados son aquellos que están diseñados de una manera estrictamente controlada desde su

proceso de fabricación, tomando en cuenta las materias primas y composiciones utilizadas con el fin de que posean: excelentes propiedades mecánicas, propiedades eléctricas, magnéticas u ópticas o bien excepcional resistencia a altas temperaturas y ambientes corrosivos [17].

Tienen una serie de características en común:

- Son duros y muy resistentes al desgaste.
- Resistentes a la corrosión
- Son inertes y biocompatibles.
- Tienen alta resistencia a temperaturas elevadas.
- Son económicos, esto depende de la pureza de los materiales ya que a mayor pureza mayor el costo de ellos.

En la siguiente Figura 3, se muestra algunos ejemplos de los materiales cerámicos avanzados.



Figura 3. Materiales cerámicos avanzados

### **2.1.1 Aplicaciones**

El uso de los materiales cerámicos avanzados está extendido en muchas áreas de la industria. En aplicaciones estructurales han sufrido un incremento notable en su empleo debido gracias a un conjunto de propiedades nuevas y que son diseñadas para usos específicos. Su uso no sólo consta en reemplazar a los materiales tradicionales, sino que ha abierto nuevos horizontes y extendido a aquellas áreas donde los materiales no podían satisfacer necesidades generando nuevos diseños en las propiedades de los materiales.

La alta resistencia, el comportamiento al desgaste y la estabilidad dimensional hacen de las cerámicas avanzadas unos materiales muy interesantes para un elevado número de aplicaciones ingenieriles [17]. Sin embargo, muchas de las posibles aplicaciones están aún sin explotar, especialmente si se logra mejorar en la fragilidad de los materiales cerámicos.

El empleo de cerámicos en herramientas de corte es muy común, consiguiendo resultados que hoy en día hacen impensable el prescindir de ellos. Los materiales cerámicos presentan unas propiedades excelentes en desgaste. También se ha extendido el uso durante los últimos años en intercambiadores de calor, debido a la gran estabilidad térmica y la buena resistencia a corrosión de estos materiales [18].

La aplicación en la industria automotriz está aún en fase de desarrollo, y se está considerando el empleo en motores de combustión interna, turbinas de gas, discos de freno de emergencia para alta velocidad y embragues de coches de alto rendimiento, ya que estos materiales presentan ventajas en cuanto su coeficiente de dilatación, fricción, reducción de las fuerzas de inercia y menor peso, gracias a ello se convierten en materiales extremadamente resistentes lo que permite la aplicación de estos compuestos. En ellos ya son realidad algunos componentes, como válvulas y elementos de compresores [19].

Las aplicaciones en turbinas de gas incluyen componentes fijos, como cámaras de combustión [20]. En la industria aeroespacial el empleo de estos materiales comenzó como recubrimientos para aislamiento térmico y en la actualidad se está desarrollando el uso en componentes de propulsión, de aviones y de cohetes, vehículos espaciales y estructuras espaciales [21]. En las aplicaciones médicas la ventaja que aportan es la mejor bio-compatibilidad de estos materiales frente a los tradicionales, encontrando usos como prótesis óseas, dentales [22] y válvulas [11].

Por sus propiedades eléctricas son útiles como capacitadores, termistores, sustratos de circuitos integrados, aisladores, soportes de semiconductores, condensadores de alta tensión, etc. Por sus propiedades ópticas se utilizan como ventanas de infrarrojos, construcción de láseres y de lámparas de sodio de alta presión. Por su dureza y resistencia a la abrasión encuentra utilidad como herramientas de corte. Por otro lado, muchos de ellos son biocompatibles y pueden ser utilizados en el campo de la medicina como implantes óseos (huesos y rótulas). Entre las aplicaciones que en mayor grado han motivado el desarrollo de nuevos materiales cerámicos cabe destacar su empleo en el diseño de piezas para maquinaria industriales en diferentes procesos.

## **2.2 Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )**

La alúmina es un material cerámico, también llamado óxido de aluminio, su fórmula química  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con excelentes propiedades físicas, químicas y mecánicas, las cuales dependen del proceso de fabricación del mismo [23]. Es uno de los cerámicos más utilizados y atractivos para la elaboración de materiales avanzados, además de ser un material muy variable en sus propiedades para aplicaciones en ingeniería, una de sus propiedades es la resistencia a altas temperaturas la cual hace adaptar a este material avanzado a aplicaciones críticas donde la temperatura es un factor importante [24].

El óxido de aluminio existe en la naturaleza en forma de corindón. Ciertas piedras preciosas, como el rubí, el zafiro, son formas de alúmina coloreadas por indicios de óxidos de metales pesados; se pueden fabricar piedras artificiales por fusión en la llama oxhídrica.

La producción de alúmina se obtiene a nivel industrial a partir del procesamiento de hidróxidos de aluminio, obtenidos de un mineral llamado bauxita mediante el proceso Bayer, este consiste en un procedimiento por vía húmeda que consta de una lixiviación discontinua a presión y temperatura de la bauxita molida utilizando como disolvente una disolución acuosa de sosa cáustica, basándose en las diferentes solubilidades de los hidratos de alúmina. Posteriormente se hace una separación de fases obteniendo una disolución y residuos insolubles denominados lodos rojos por su alto contenido en óxido e hidróxido de hierro, posteriormente la precipitación parcial de la alúmina en disolución, mediante la disminución de temperatura y la disolución de la lejía de aluminato de sodio, como esta precipitación es lenta debe cebarse mediante la adición de alúmina fabricada anteriormente [25]. En la siguiente Figura 4, se aprecia la forma de la bauxita mineral que se ocupa para extraer la alúmina y la alúmina comercial, la cual a través de un proceso de fabricación es convertida en polvo de diferentes tamaños de grano.



Figura 4. Bauxita y Alúmina en polvo.

Dependiendo de la temperatura a la que se fabrica, la estructura cristalográfica de la alúmina puede variar, las estructuras cristalográficas más comunes de la alúmina se clasifican en dos categorías atendiendo al empaquetamiento de sus átomos: la cúbica centrada en las caras (CCC) o hexagonal (HC).

La  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , tiene una estructura tipo ventricular, es la única fase estable. Esta fase presenta una elevada dureza, es poroso y tiene una alta pureza [23], siendo el mineral más duro existente después del diamante. La  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cristaliza en el sistema hexagonal-romboédrico su red cristalina representa un empaquetamiento hexagonal compacto.

Las alúminas especialmente en la fase de  $\gamma$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  definida como espinela, tiene aplicaciones que cumplen con especificaciones de diseño industrialmente, gracias a su pequeño tamaño de partícula, a su elevada área superficial y a la alta actividad catalítica de sus superficies [26]. Por otra parte, la excelente estabilidad que ofrece la fase  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hace que se emplee por ejemplo como óxido protector en la superficie de metales y aleaciones, como refractario, o por supuesto, como aislante eléctrico de alta calidad.

### **2.2.1 Alúminas calcinadas**

Uno de los procesos de fabricación de la alúmina calcinada es el proceso de Bayer, estas alúminas tienen muchos usos como abrasivos. Sus propiedades se pueden modificar variando la temperatura de calcinación. Ciertas calidades se emplean en el acabado de metales, particularmente de superficies duras de acero inoxidable y chapado de cromo.

### **2.2.2 Aplicaciones de la alúmina**

Las alúminas se emplean en muchas aplicaciones industriales tales como adsorbentes, catalizadores, recubrimientos, abrasivos o soportes catalíticos. [27]. Por otra parte, las cerámicas avanzadas base Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) son utilizadas en la industria médica como reemplazo de articulaciones, instrumentos de fijación de

fracturas (como tornillos) e implantes dentales debido a su excelente biocompatibilidad y alta resistencia mecánica [28, 29].

También se utilizan como recubrimientos de barreras térmicas y tienen su principal aplicación como protección frente a elevadas temperaturas de trabajo, a los ambientes agresivos y al desgaste. Se usan como escudo térmico en componentes que tengan que soportar altas temperaturas para alcanzar mayores eficiencias de trabajo [28].

Otro ejemplo clásico de utilización de la alúmina es como material aislante de las bujías en la industria automotriz y por ultimo su aplicación de nanopartículas como aditivos en recubrimientos orgánicos, estos aditivos mejoran de una manera significativa las propiedades finales de las pinturas y barnices ya que mejora el comportamiento frente al rayado [30]. En la siguiente Figura 5, se muestra algunas de las aplicaciones de la alúmina.



Figura 5. Aplicaciones de la Alúmina

### 2.3 Aglutinantes

Cuando se procesa materiales avanzados se pueden utilizar varios tipos de aditivos, los cuales sirven para producir un buen comportamiento de las partículas del material. Estos aditivos pueden clasificarse de la siguiente manera: Líquido o



disolvente, agente humectante, coagulante, floculante, plastificante, agente espumante, antiespumante, lubricante, etc [31].

Estos aditivos se añaden en una pequeña cantidad, se eliminan en una etapa del procesamiento y no aparecen en la fase final producto. Pero desde una perspectiva de fabricación, estos aditivos son materiales esenciales. La correcta selección y control de estos aditivos es la clave para procesamiento exitoso, con altos rendimientos para el desarrollo de un proceso o producto [32].

Los aglutinantes son añadidos para darles resistencia y manejo a los polvos después de la compactación y obtener así un compacto más resistente para posteriores manipulaciones.

Cuando se elige un aglutinante, es que éste sea el adecuado para los componentes de la muestra, ya que debe impartir suficiente cohesión a los polvos para permitir un normal proceso.

Los aglutinantes se usan en forma de solución y en forma seca según los componentes y el método de preparación. Algunas investigaciones prefieren el uso de los aglutinantes en solución ya que son mucho más efectivos que el mismo aglutinante en estado seco.

Las soluciones de aglutinantes se adicionan a los polvos con mucha precaución, evitando un exceso o una cantidad insuficiente, por esta razón es importante conocer la concentración adecuada a usarse para cada formulación.

Existe una relación entre el proceso y características del material, esta relación es importante para la cerámica avanzada porque el éxito del proceso requiere de composiciones y microestructuras cuidadosamente controladas. Los polvos de partida deben ser lo más químicamente puros y de granulado fino. Entonces, dependiendo de los procesos de conformado que se utilizarán, y de las

características y de la microestructura finales deseadas, los polvos se pueden mezclar con varios aditivos.

Por ejemplo, los aditivos se pueden utilizar para mejorar la fluidez de polvos secos para que permitan un llenado del molde más fácil. Los plastificantes se pueden agregar para mejorar el conformado de las mezclas del polvo para ciertos tipos de operaciones de conformado. Los ligantes se agregan casi siempre a las mezclas del polvo, especialmente en las previstas para el conformado en seco, para mejorar la adherencia de las partículas finas del polvo y dar fuerza a la parte verde. Los aditivos de sinterización son también necesarios para los materiales, particularmente para evitar óxidos y para mejorar los radios de densificación [31].

Se debe de tener en cuenta que, en el método de fabricación usado, la pieza conformada o el material elaborado debe tener un tratamiento térmico controlado antes de la sinterización ya que esto conlleva a quitar lo aditivos agregados y que en proceso de sinterización la pieza o muestra densifique en buenas condiciones.

### **2.3.1 Clasificación de los aglutinantes**

#### **2.3.1.1 Líquidos o disolventes y agentes humectantes.**

Los aditivos humectantes y líquidos o disolventes se utilizan en el procesamiento de cerámicas avanzadas para proporcionar una distribución fina y uniforme de las partículas del material y posibilitan la estabilidad a largo plazo de estos sistemas. El material mezclado puede ser desde agua, líquidos orgánicos y emulsiones.

Estos agentes mejoran la humectación de los sólidos, evitan la floculación de las partículas, disuelven sales y realizan dos funciones importantes al mismo tiempo, humectan y estabilizan.

El agua es el principal líquido utilizado en el proceso de cerámicas industriales, ya que es un elemento abundante, de bajo costo y consistencia. En algunos procesos de fabricación el agua debe ser tratada para que sea utilizable. Otros aditivos

humectantes son los líquidos orgánicos como el alcohol, aceites y acetonas, aunque algunas veces resultan ser un problema ya que pueden ser inflamables o tóxicos [31].

### **2.3.1.2 Defloculantes y coagulantes.**

Estos aditivos son ampliamente utilizados en la industria cerámica de pavimentos y revestimientos, causan una dispersión estabilizada y evita que se aglomeren las partículas finas manteniéndolas en suspensión y modificando el comportamiento de los materiales. Se agrega en suspensiones cerámicas para aumentar la fluidez y evitar la pérdida de densidad [31].

### **2.3.1.3 Aglutinantes**

Un aglutinante esta formulado para crear un adhesivo o de capa delgada generando alta resistencia y elasticidad en el mezclado. Sustituye al agua y garantiza una adherencia segura en aplicaciones de materiales a base de polvos [31].

Los aglutinantes pueden proporcionar muchas funciones en el procesamiento de cerámica y se usan a veces cuando se resalta una función particular.

Usos y funciones de los aglutinantes.

Los aglutinantes pueden proporcionar muchas funciones en el procesamiento de cerámica y el nombre especial se usan a veces cuando se enfatiza una función particular

- Agente humectante. Un aglutinante adsorbido puede mejorar la humectación de las partículas
- Espesante. El aglomerante aumenta habitualmente la viscosidad del sistema de procesamiento
- Suspensión. La sedimentación de partículas en una suspensión puede reducirse al añadir un aglutinante

- Aglutinante. La función más importante del aglutinante es mejorar la resistencia del producto conformado para proporcionar resistencia a la manipulación [31].

#### **2.3.1.4 Alcohol polivinílico (PVA)**

Uno de los más importantes es el alcohol polivinílico se usa como un aditivo para el aumento eficaz de su coherencia y fluidez en materiales a base de polvos, se encuentra en forma de gránulos y al mezclarse con agua ésta actúa como un plastificante, forma una emulsión reversible en agua caliente y es insoluble en agua fría. Además de reducir el tiempo de secado, debido a su método de aplicación sencilla, el PVA es adecuado para procesos de manufactura de polvos.

La solución de PVA, un compuesto formal de polivinilo (PVFM) de alto peso molecular, encuentra su amplia aplicación y debido a sus favorables propiedades se utiliza principalmente para producir recubrimientos, adhesivos y es ampliamente utilizado para el procesamiento de papel, agentes emulsionantes, dispersantes y coloides de bloqueo. Además, se puede emplear como membranas, modificadores del suelo, y materiales de producción de fibra de nylon, etc [31].

#### **2.3.1.5 Polietilenglicol (PEG)**

El Polietileno Glycol (PEG) es uno de los ingredientes químicos más versátiles utilizados ya sea para mejorar los procesos de producción, en aplicaciones como agentes de liberación de moldes, lubricantes, agentes antiestáticos y otros o también como productos químicos intermedios, lo que resulta en productos para control de la espuma y espesantes. También son ampliamente utilizados en la industria médica y química [31].

### **2.3.1.6 Usos industriales.**

El Polietileno Glycol se utiliza en una variedad de productos como un lubricante para diversas superficies en ambientes acuosos y no acuosos. Por ejemplo, puede ser utilizado como lubricante en textiles, para la estampación, corte, laminación y como componentes de pulido en metales. Es utilizado también en solución acuosa o hidrocarbonada principalmente como desmoldante-antiadherente en diversas aplicaciones.

Los PEG de distintos pesos moleculares son utilizados en cerámica cumpliendo funciones de plastificantes, aglutinantes y lubricantes. Los aglutinantes para cerámica PEG son de alto peso molecular, mientras que los utilizados como lubricantes son los de bajo peso molecular [31].

### **2.4 Mezclado.**

El mezclado es un proceso dentro de la metalurgia de polvos que tiene como propósito principal la combinación de todos los elementos que se encuentran tanto en distinta proporción como con características diferentes y la incorporación de un lubricante para conseguir una distribución uniforme y homogénea en el material en proceso.

Los polvos que se van a mezclar dependen de características muy específicas y de estricto control tales como tamaño de partícula, densidad, cantidad los cuales previamente deben ser balanceados de acuerdo a las composiciones de los materiales a producir.

Si todas las propiedades físicas son relativamente iguales, la mezcla es relativamente simple, pero conforme los parámetros físicos empiezan a variar más ampliamente, los problemas de mezcla y segregación se complican [33].

### **2.4.1 Mecanismos de mezclado.**

- Convención: Transferencia de grupos de partículas grandes del material en forma de oleadas de un lugar a otro distante en un lecho del mezclado.
- Fallas: Deslizamiento de planos entre diferentes regiones del lecho del mezclado. Esto puede ocurrir individualmente en las masas, en forma de flujo laminar.
- Difusión: movimiento de partículas individuales sobre la superficie del lecho, esto hace que se cambie la posición relativa de la particular respecto al lecho [33].

### **2.4.2 Tipos de máquinas mezcladoras de sólidos.**

Un buen mezclador es aquel que mezcle todo un lote de producto en forma suave, además de ser fácil de limpiar, descargar, tener poca fricción, buena hermeticidad, alta movilidad, fácil mantenimiento, y bajo consumo de energía [33].

#### **2.4.2.1 Mezcladores móviles.**

Se basan en el mecanismo de volcamiento del material causado por la rotación del recipiente y la fuerza de gravedad. Para un buen mezclado en estos equipos, los polvos deben de ser de dimensiones similares y de flujo fácil, nunca se deben de llenar con más del 80% de su capacidad nominal.

Según su forma de los mezcladores se pueden clasificar en: cilíndricos o de tambor cónico, de doble con uno en "V" o de pantalón. En la siguiente Figura 6, se aprecia un ejemplo de un mezclador en "V" o de pantalón [33].

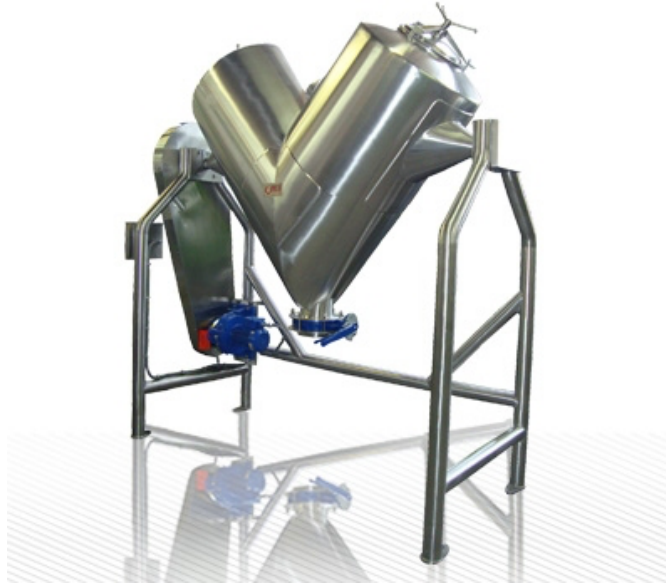


Figura 6. Mezclador en “V” o de pantalón

#### **2.4.2.2 Mezcladores de carcasa estacionaria.**

Son equipos donde la casa permanece estática, en cuyo interior poseen una serie de elementos que ejecuten el mezclado como aire al chorro, cuchillos, tornillos o paletas; algunos de estos producen un flujo en forma de vórtex turbulento.

Esto se clasifican en: de cintas, de tornillo, vertical, de paletas, de palas planetario, sigma, barra z.

La operación de una mezcladora depende tanto del tipo o diseño de la mezcladora como de las propiedades físicas de los ingredientes los factores que pueden afectar la calidad de la homogeneidad de la mezcla son: llenado excesivo de la mezcladora, tiempo de mezclado, las revoluciones a las que gira el mezclador, secuencia en la visión de los ingredientes, desgaste del mezclador, compuertas que no cierran bien permitiendo el escape de los ingredientes.

En la siguiente Figura 7, se muestra un mezclador estacionario, pudiendo tener en su interior cintas, tornillo, paletas, palas planetario, sigma, barra z como agitador.



Figura 7. Mezclador de carcasa estacionaria.

### **2.4.3 Tipos de máquinas para la dosificación de solidos**

#### **2.4.3.1 Dosificador volumétrico**

Este sistema es utilizado para productos granulados de fácil deslizamiento, Y consta principalmente de un plato telescópico con vasos en forma cónica que da el volumen para los gramos a empacar, como el que se muestra en la Figura 8.



Figura 8. Dosificador volumétrico

#### **2.4.3.2 Dosificador sinfín**

Sistema compuesto principalmente por un tornillo sin fin utilizado para productos en polvo de difícil deslizamiento. Algunos sistemas, dependiendo del tipo de



producto significar, constan de agitadores en la tolva de descarga, como el que se muestra en la Figura 9.



Figura 9. Dosificador sinfín

## 2.5 Sistema de mezclado.

La mezcla tiene por objeto combinar todos los componentes que entren en distinta proporción y con características muy variadas, como densidad, tamaño, etc. Para conseguir la distribución informe de cada materia prima, es decir homogenizar el producto, esto crea un valor agregado que no existe en los ingredientes de manera individual.

Para poder elegir un mezclador hay que tener en cuenta todas las variables que existen y además todos los tipos de mezcladores y forma, ya que un mezclador muy bueno puede resultar inútil con algunos tipos de contenedor o medios de molienda al ser inadecuados para su función y así perder el resultado que se quiere alcanzar.

Se pueden clasificar en: Mezcladores de flujos o corriente, mezclador de platas o brazos, mezclador de hélices y mezclador de turbinas o impulsos centrífugos [33].

Las principales ventajas de las mezcladoras es que son procesos de bajo costo y su menor requerimiento de espacio. Las desventajas incluyen un mayor tiempo de

mezclado, capacidad limitada de colocación de ingredientes y mayores requerimientos de limpieza [34].

Los factores que pueden afectar la calidad homogeneidad de la mezcla son: llenado excesivo de la mezcladora, tiempo de mezclado, la velocidad o RPM que gira el tornillo mezclador, secuencia de adición de los ingredientes, desgaste del tornillo mezclador, compuertas que no cierran bien permitiendo el escape de los ingredientes.

La segregación puede ocurrir durante el mezclado si existe mucha diferencia en el tamaño de las partículas de los ingredientes en la mezcla. También cuando el mezclado está por encima del tiempo óptimo determinado para la mezcladora. Esto sucede con frecuencia cuando los operadores, con el objetivo de mejorar la calidad, extienden el tiempo de mezclado [33].

## **2.6 Compactación de polvos.**

La compactación de polvos es una operación esencial en la manufactura de materiales cerámicos que parten de polvo, se utiliza en un amplio rango de aplicaciones industriales para darle forma deseada al material procesado, en esta etapa del procesamiento el polvo cerámico se compacta y se le confiere una forma deseada, gracias a eso se eliminan operaciones de acabado, pero adquiere muy pocas propiedades mecánicas ya que su densidad es muy baja [11].

El objetivo del proceso de compactado generalmente consiste en alcanzar un alto empaquetamiento de partículas y la pieza obtenida se le llama que esta en verde o pieza verde, como se muestra en la siguiente Figura 10. La porosidad, será eliminada parcial o totalmente durante los procesos de sinterización.

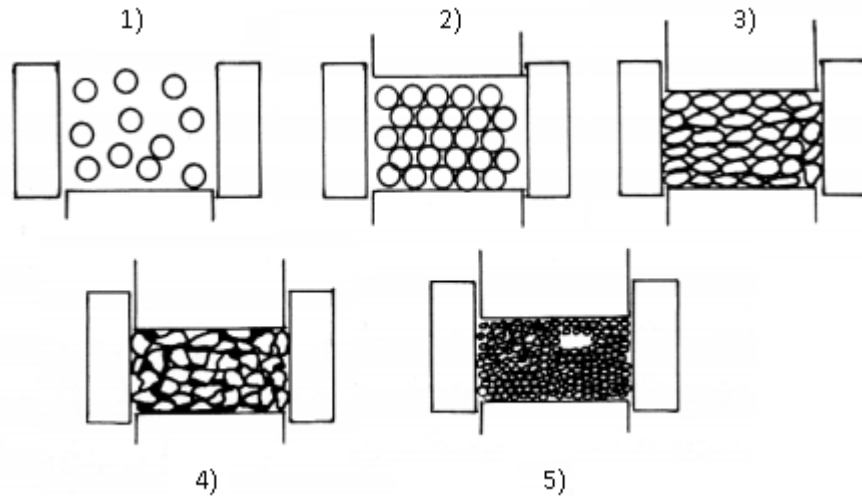


Figura 10. Esquema de compactación de polvos cerámicos.

Una vez obtenida la pieza en verde con la forma deseada, se le puede agregar un proceso antes de la sinterización para eliminar algunas sustancias que puedan intervenir en el proceso de sinterización y que provoquen una mala consolidación del material a procesar.

El secado es el proceso por el cual se puede eliminar humedad o líquidos en la pieza en verde, ya que existe una gran variedad de materiales elaborados por la vía húmeda.

La eliminación de aditivos utilizados es importante ya que la eliminación de dichos compuestos debe ser de adentro hacia afuera, por lo que se debe tomar en cuenta el espesor de la muestra ya que mientras sea mayor el espesor se torna más difícil la eliminación de dicho aditivo. Los procesos de eliminación son varios: evaporación, extracción química con disolventes, extracción catalítica, o bien descomposición térmica [35].

Durante el sinterizado pueden efectuar cambios en las dimensiones ligados directamente a la densidad del material, por lo tanto, la compactación sería

considerada como un proceso que proporciona un significativo control de dimensiones en cuanto al tamaño de la muestra.

Existen tres métodos de compactación, uniaxial, isostático y prensado en caliente, estas técnicas son comúnmente utilizadas para la fabricación de materiales cerámicos avanzados.

El prensado en caliente el prensado del polvo y el tratamiento térmico o sinterización se llevan a cabo simultáneamente, consiste en rellenar de polvo cerámico un molde con la forma de la pieza y sinterizarlo a una temperatura adecuada. Este proceso se utiliza cuando se quiere conseguir densidades muy altas sin que exista crecimiento de grano, es un método caro en cuestión de tiempo y de costo del molde además que el molde tiene poco tiempo de vida.

El prensado isostático se basa en envolver el polvo en un contenedor de polimérico y se le aplica presión mediante un fluido isostáticamente, esto quiere decir que la presión se aplica con la misma magnitud en todas direcciones. Se puede fabricar formas más complejas que el prensado uniaxial, pero es más lenta y cara.

La compactación uniaxial en frío es el polvo compactado dentro de una matriz o dado mediante presión aplicada en una sola dirección. La pieza elaborada toma forma y dimensiones proporcionadas por el dado o matriz. Se utiliza principalmente para obtener piezas en verde con alta densidad, estabilidad y resistencia mecánica, aunque está limitado a formas sencillas el proceso es barato y se puede utilizar para altos niveles de producción [35].

## 2.7 Sinterizado

El proceso de sinterización es un tratamiento térmico aplicado a los polvos compactados o llamado pieza en verde, el cual se somete a una temperatura elevada pero inferior a la del punto de fusión para activar el fenómeno de transporte de masa llamado difusión el cual es necesario para lograr la densificación y se produzca la consolidación del compacto en verde, incrementando la resistencia, densidad y fuerza en la muestra fabricada [36].

Una manera simple de describir este proceso; es un proceso en el cual los polvos cerámicos compactados que originalmente son débiles y desmenuzables, a temperaturas por debajo de la de fusión del constituyente principal en donde disminuye la porosidad, se contrae y se convierte en un cuerpo más fuerte, por lo tanto, puede tener lugar en fase sólida o líquida, por medio de un proceso de difusión [37].

Durante el proceso las muestras compactadas se introducen dentro de un horno a una temperatura adecuada, este proceso se puede llevar a cabo dentro de un ambiente de atmósfera controlada por un gas inerte, si el material con el que están elaboradas la muestras en verde lo requiere y a una temperatura aproximada entre el 60 y 90% de la temperatura de fusión del elemento base.

Hay ocasiones en donde el proceso de sinterización se efectúa a una temperatura superior a la de fusión de uno de los constituyentes, cuando ocurre esto se denomina sinterización de fase líquida, donde las composiciones y temperaturas de calentamiento son elegidas de tal forma que se origine un líquido durante el procesamiento. En ausencia de una fase líquida, el proceso se denomina sinterización en estado sólido.

Conforme progresa la sinterización, la porosidad disminuye y en algunos casos se elimina, quedando solamente poros mínimos en la matriz de material cerámico que no se eliminan con el tratamiento térmico. La densidad inicial de la pieza en

verde suele ser del 40%-60% de la densidad teórica, mientras que después del proceso de sinterización la densidad final aumenta del 85%-100% dependiendo del material y proceso de fabricación [37].

En este proceso debemos de tomar en cuenta aspectos que son muy importantes para la fabricación del producto, los cuales son:

- Temperatura y tiempo del proceso, es una de las condiciones para que el sistema se desarrolle con eficiencia y se alcance el fenómeno de difusión, además de que a temperaturas altas se puede reducir el tiempo del proceso.
- Las atmósferas controladas son importantes en casi cualquier proceso de sinterización ya que evitan la oxidación y otras reacciones que no conviene al proceso [38]. Algunas de las atmósferas más usadas son las compuestas con nitrógeno o argón, aunque este último es muy caro.
- La velocidad de calentamiento y enfriamiento, este punto se refiere a el ciclo de calentamiento considerado para el proceso de sinterización, el cual debe ser controlado desde el inicio del incremento de la temperatura hasta llegar a la temperatura máxima, así como el tiempo de calentamiento y de enfriamiento, esto con la intención de evitar choques térmicos por el cambio brusco en las temperaturas y así mismo dar tiempo a el fenómeno de difusión a que sea homogéneo en toda la muestra.

En este proceso existen tres etapas importantes según el tiempo y la temperatura, estas tres etapas ocurren en paralelo, pero en distinta proporción según las zonas

Etapas importantes

- Formación y crecimiento de cuellos: aumentan los contactos entre partículas desarrollados en la etapa de compactación formando límites de grano, tanto en número como en área, dando comienzo a la formación de cuellos o formación de puentes entre partículas mediante mecanismos de transporte de masa y al mismo tiempo empieza a densificar el material, este proceso provoca que los poros se redondeen, aumentando la densidad del compacto [39].

### Etapa intermedia

- **Densificación:** al progresar la difusión, se produce una contracción tanto superficial como volumétrica y en borde de grano, las áreas de enlace llamada cuellos crecen de tamaño con el paso del tiempo, contrayendo la pieza y favoreciendo la densificación de la misma. En esta etapa la forma de las partículas y la porosidad disminuye considerablemente y la forma y distribución de los poros formados varía, dejando poros mucho más pequeños, redondeados y aislados [39].

### Etapa final

- **Difusión:** el material alcanza una densificación que va desde el 92 al 99% con respecto a la densidad teórica, existe un incremento de crecimiento de granos, se crea una fase discontinua de porosidad gracias al tiempo y la temperatura alcanzada dando como resultado poros pequeños y aislados. En la siguiente Figura 11 se aprecian las etapas de la sinterización.

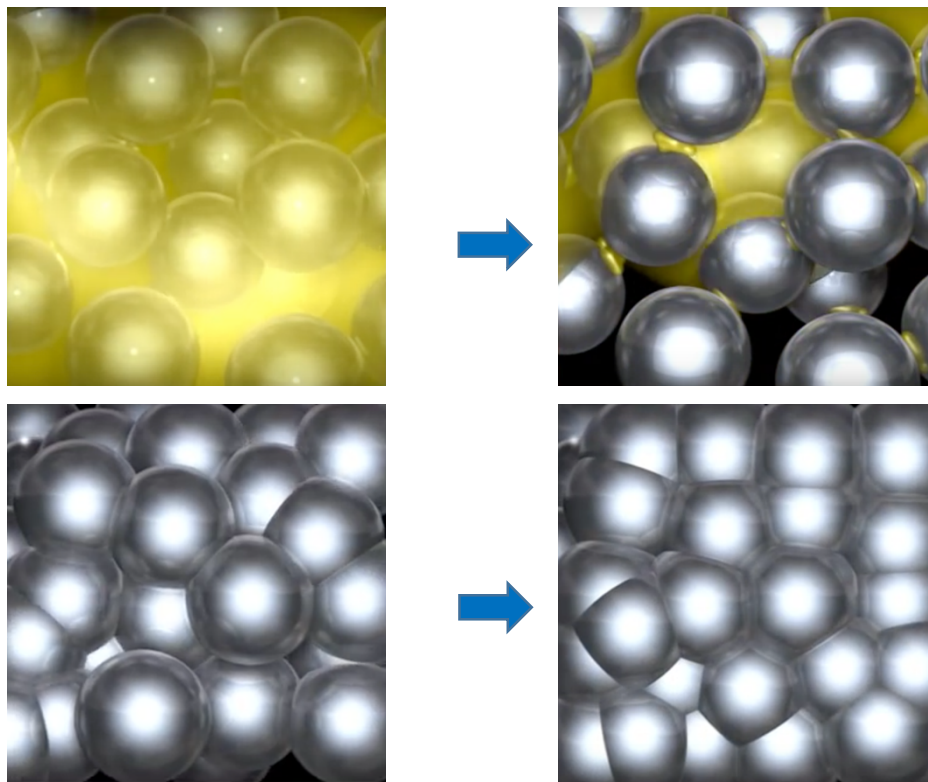


Figura 11. Etapas en el proceso de sinterización

Existen cambios en la densificación durante el proceso de sinterización:

Los compactos en verde contienen elevada porosidad antes de que se sinterizan, La densificación y disminución de un porcentaje importante de la porosidad inicial (cambios en la forma, tamaño y distribución de los poros) [39].

### **2.7.1 Porosidad.**

Los poros son una característica microestructural típica de los materiales cerámicos, las cerámicas porosas son atractivas para una amplia gama de aplicaciones como filtros o soportes de catalizadores, estos materiales pueden estar ligados ampliamente al proceso de sinterización [40]. Un ejemplo de incrementos de porosidad en el material es cuando la temperatura del tratamiento térmico o sinterizado es muy baja o el tiempo es demasiado corto [41].

Los poros se pueden clasificar en cerrados y abiertos, como se aprecia en la Figura 12. Ellos ejercen una fuerte influencia sobre la dureza, la conductividad térmica, módulo de elasticidad y características de choque térmico [42].

Al caracterizar una cerámica, es importante determinar no sólo su porosidad total, sino también los tipos de poro, formas, tamaños y distribución de tamaño de poro que están presentes [41].

Los datos de porosidad exactos pueden obtenerse mediante análisis cuantitativo de imágenes de microscopía, incluyendo métodos electrónicos. Sin embargo, esto requiere condiciones en la preparación.



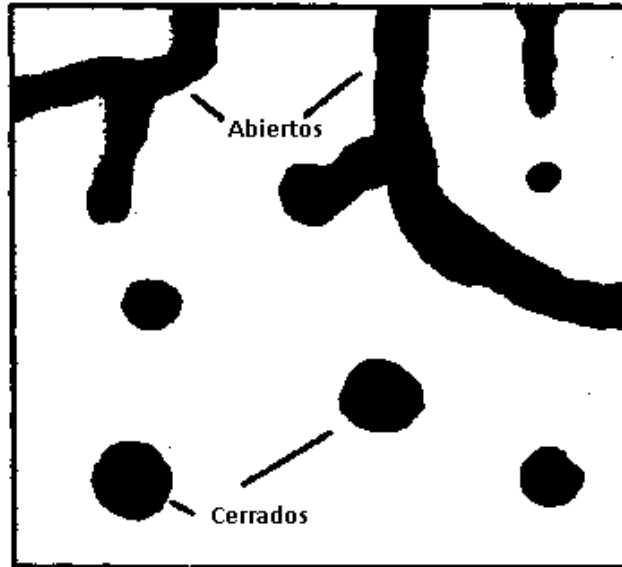


Figura 12. Porosidad abierta y cerrada.

La sinterización la podemos encontrar en estado sólido y líquido.

### **2.7.2 Sinterización en estado sólido.**

Es uno de los métodos más comunes. En este la parte compactada verde, debe sinterizarse en un horno, algunos materiales se protegen y controla la atmósfera cuidadosamente durante todo el proceso de sinterización.

### **2.7.3 Sinterización en fase líquida.**

Se realiza a temperaturas más altas del punto de fusión de uno de los constituyentes de la muestra.

El proceso de sinterizado empieza con el enlace entre las partículas conforme el material se calienta. El enlace incluye la difusión de átomos donde hay contacto íntimo entre partículas adyacentes que dan lugar al desarrollo de fronteras de grano.

## 2.8 Dureza

La dureza es una propiedad común que se utiliza para medir las características mecánicas de los materiales; esta prueba proporciona una indicación general de la resistencia del material al rayado y el desgaste, la dureza suele definirse como la resistencia a la indentación permanente [43].

La dureza se puede medir a través de varios tipos de técnicas de microindentación, estas técnicas son muy comunes para la caracterización de los materiales cerámicos como la alúmina ya que se obtienen medidas directas y rápidas. La dureza se expresa entre la carga aplicada y en un área de contacto o huella resultante [44].

La dureza se define como la resistencia que opone un material a ser penetrado por un cuerpo más duro, y esta se realiza mediante una punta o indentador. El procedimiento de dureza es utilizado por su simplicidad, es relativamente simple, de alto rendimiento ya que no destruye la muestra y es particularmente útil para evaluar propiedades de los diferentes componentes microestructurales del material [45].

La dureza tiende a disminuir mientras incrementa la porosidad del material, los cerámicos presentan alta resistencia al desgaste y propagación de grietas por eso es importante que estos materiales proporcionen elevada dureza para alargar la vida del material. En tal sentido la medición de la dureza puede resultar útil para evaluar la efectividad de un tratamiento térmico, la resistencia al desgaste, la resistencia a la tracción y la maquinabilidad de un material. De hecho, el ensayo de dureza es utilizado comúnmente en la selección y control de calidad del material, existiendo especificaciones de mínima dureza de acuerdo a la aplicación del material.

Se emplea con un indentador de forma de pirámide y punta diamante, la base del indentador es cuadrangular que tiene un ángulo específico entre caras como se

muestra en la Figura 13, se aplica bajo una determinada carga contra el material a ser ensayado y se mide la diagonal resultante de la huella luego de remover la carga, las condiciones de esta prueba son estándar, por lo cual el indentador de punta diamante tendrá un ángulo ( $\alpha$ ) constante de  $136^\circ$ , la carga será a una determinada fuerza aplicada y la duración de la carga es de 10 a 15 segundos según el equipo con el que se mida el ensayo [46]. La huella tiene la forma de un cuadrado, los tamaños microscópicos de la indentación es lo que lo distingue de las demás pruebas.

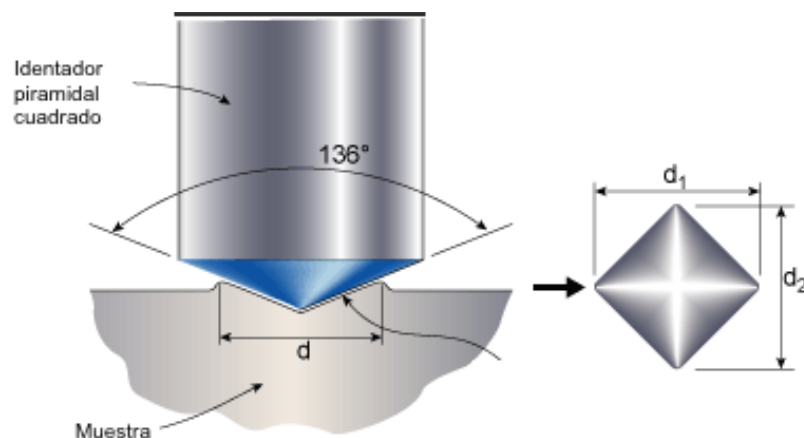


Figura 13. Diagonales y marca de indentación en el material.

Cuando se realiza este tipo de técnicas debemos de tomar en consideración los siguientes aspectos: La dureza resulta independiente de la carga aplicada, con un único tipo de indentador es posible medir una amplia gama de materiales cerámicos, la impronta (huella dejada en el material tras la indentación) resulta bien perfilada y por lo tanto fácil de medir.

Este procedimiento es apropiado para cerámicos, aceros, cermets [47], metales no férreos [48]. La fórmula para medir la dureza es la siguiente:

$$HV = 1.8544 \frac{P}{d^2}$$

Donde:

$HV$ = Dureza Vickers

$P$ = Carga aplicada en N

$D$ = La medida media de la diagonal  $d_1$  y  $d_2$  en mm  $d = \frac{d_1+d_2}{2}$

### **Ventajas del ensayo Vickers.**

- Las huellas del ensayo Vickers son comparables entre sí; independientemente de las cargas.
- Pueden medirse una amplia gama de materiales, desde muy blandos hasta muy duros.
- Se pueden medir piezas muy delgadas con cargas muy pequeñas, hasta espesores de 0.05 mm.
- Pueden medirse dureza superficial, esto para determinar los recubrimientos.
- La escala Vickers es más detallada que la Rockwell (32 Vickers= 1 Rockwell).
- El penetrador o indentador debe ser finalmente pulido con aristas bien definidas la base de la pirámide debe ser cuadrada y sus caras opuestas deben formar un ángulo de  $136^\circ$ .

El buen estado de la punta del penetrador es considerable importancia cuando la carga de prueba es pequeña y la huella también, por esta razón se recomienda verificar periódicamente la punta del penetrador para evitar fallas.

### **2.9 Tenacidad a la fractura**

La tenacidad de un material es un término un mecánico que se utilizan en varios contextos, en sentido más amplio, es una medida de la capacidad de una de un material de absorber energía antes de la fractura.

La fractura es la ruptura de los materiales de ingeniería es siempre un hecho no deseado por varias razones, entre estos cabe resaltar las posibles pérdidas de

vidas humanas, las pérdidas materiales y su incidencia en el suministro de productos y servicios [49]. Aun cuando las causas del comportamiento de los materiales sean conocidos la prevención de las roturas es muy difícil de garantizar las causas ordinarias son la selección y conformación inapropiados de materiales, el diseño inadecuado del componente, o bien la mala utilización en el servicio [50].

La fractura simple o grieta es la separación de un cuerpo de dos o más piezas en respuesta a una fuerza superficial aplicada y a temperaturas es que son relativamente bajas en comparación con la temperatura de fusión del material. La tensión aplicada puede ser por tracción, compresión, cizalladura o torsión [51].

Por naturaleza de la tenacidad a la fractura es baja en los cerámicos y estos bajos valores aumenta los riesgo de fallos mecánicos, el objetivo de esta técnica es caracterizar el comportamiento mecánico de una estructura en la que hay presente una grieta y elaborar las normas de diseño que deben seguirse para evitar la rápida propagación, para poder determinar la tenacidad a la fractura de los materiales realizados se realiza una prueba de microindentación, estas pruebas se realizan en equipos estandarizados y no hay problema con el tamaño de la muestra a la que se va a evaluar [52].

Este es uno de los métodos más convenientes porque los preparativos de la muestra son mínimos para este método, el cual consiste en medir la longitud de la grieta generada por el indentador en la superficie del material, esta grieta depende de la carga aplicada [52, 53]. La tenacidad a la fractura ( $k_{Ic}$ ) se define como capacidad de un material para resistir a la propagación o crecimiento de una grieta [46].

Por otro lado, se pretende relacionar las propiedades de resistencia de materiales a esfuerzos mecánicos con su microestructura, que a su vez depende del método de síntesis del material [53].

Dada la importancia en los últimos años que tienen los materiales cerámicos avanzados para usos industriales, se ha tomado mayor atención al estudio de los modelos y métodos experimentales que predicen y determinan el comportamiento de un material cerámico sometido a un estado de tensiones dado, ha adquirido un papel sobresaliente en la moderna ciencia cerámica.

La fractura frágil es catastrófica y se produce generalmente a bajas temperaturas cuando la tensión aplicada sobre el material excede un valor crítico. A temperaturas más altas e incluso a temperatura ambiente, cuando el material se encuentra en un medio corrosivo, la fractura se puede producir para tensiones inferiores a la crítica debido al fenómeno denominado crecimiento subcrítico de grietas.

Si pudiéramos obtener un material homogéneo, con una densidad igual a la teórica, esto significaría que el material no tendría defectos y, por lo tanto, su resistencia a la rotura vendría dada por la resistencia de sus enlaces atómicos. Sin embargo, en la práctica, aunque se consiguen densidades del orden del 99% de las teóricas, nunca se pueden suprimir los defectos en el material, lo que produce una disminución en su resistencia de hasta tres órdenes de magnitud [53].

El presente trabajo está restringido a fracturas que resultan de cargas de tracción uniaxiales. En los materiales de ingeniería existen dos tipos de fractura: dúctil y frágil.

La clasificación está basada en la capacidad del material para experimentar deformación plástica. Los materiales dúctiles exhiben normalmente deformación plástica sustancial con muy alta absorción de energías antes de la fractura. En cambio, en la fractura frágil existe normalmente poca o ninguna deformación plástica con poca absorción de energía en el proceso de ruptura. Como se muestra en la Figura 14.

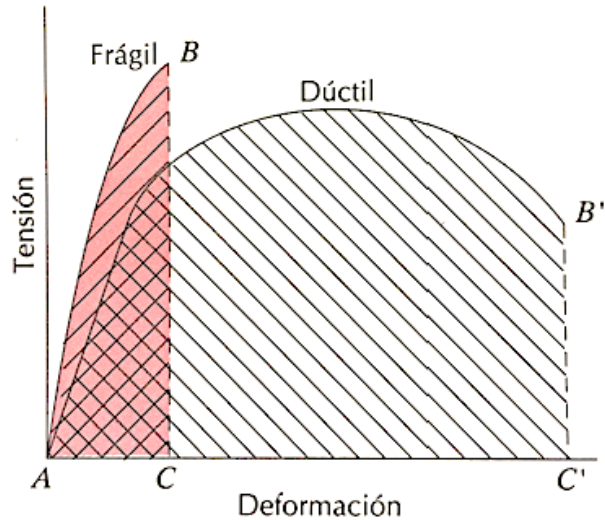


Figura 14. Grafico de deformación plástica

### 2.10 Microscopio.

En microscopía normalmente se utiliza el microscopio óptico y el microscopio electrónico estos instrumentos contribuyen en la investigación de las características microestructurales de todo tipo de materiales. La mayoría de estas técnicas llevan acoplado un equipo fotográfico, la fotografía permite recoger la imagen microscópica denominada fotomicrografía.

### 2.11 Microscopía óptica.

Como el microscopio óptico utiliza la luz para estudiar la microestructura, sistemas ópticos y de los principales elementos en aquellos materiales opacos a la luz visible, todos los metales y muchos cerámicos y polímeros solo en la superficie son susceptibles de ser observados, y la luz del microscopio debe usar una reflexión.

Las distintas regiones de la microestructura originan diferencias en la reflexión y estas producen contrastes en la imagen.

## **2.12 Densidad.**

La densidad de un material es su masa por unidad de volumen. Un término relacionado es la gravedad específica, que expresa la densidad de un material en relación con la del agua, y por lo tanto, no tiene unidades.

La densidad desempeña un papel importante en la relación resistencia peso (resistencia específica) y la rigidez a peso (rigidez específica) de materiales y estructuras.

Un factor importante en la densidad es la distribución del tamaño de las partículas: si todas las partículas son del mismo tamaño, siempre habrá cierta porosidad al momento de compactarlos, en teoría, una porosidad del por lo menos 24% en volumen. Cuanto más alto sea la densidad de la pieza compacta, más elevada será su resistencia y módulo elástico. La razón es que cuanto más alta es la densidad más alta en la cantidad del cerámico en el mismo volumen y, por lo tanto, su resistencia es mayor (resistencia a fuerzas externas) [55].

Según la literatura, Arquímedes propuso un método para medir la densidad de los materiales sólidos sumergiéndolos totalmente en un líquido, la cual tiene una ventaja que nos permite calcular la densidad de sólidos irregulares, sin embargo, puede tener desventajas en cuanto a factores experimentales, los cuales deben ser controlados para evitar que afecte la variabilidad de sus resultados [56].

En los métodos comunes para la consolidación de polvos cerámicos se producen variaciones severas en la densidad de las muestras fabricadas, si bien, recordamos que las muestras en verde tienen una cierta medida en densidad y que tendrá un efecto en la siguiente etapa de sinterización.

La muestra en verde es el objetivo deseado en la etapa de compactación, dado que la densidad controla la cantidad de porosidad y contracción durante el



sinterizado, el cual es una base útil para entender cómo la estructura del polvo se consolida.

Por lo tanto, la densidad de una sustancia homogénea es una propiedad física que está definida como el resultado entre la masa y el volumen de la sustancia que se trate. Y con el propósito de tener un sistema que se puede englobar para medir la densidad de los sólidos y que permita que arrojen los resultados óptimos que puedan ser comparados en cualquier muestra.

Esta propiedad física es uno de los principales atributos de los materiales cerámicos, la cual se caracteriza disminuyendo o incrementando sus propiedades físicas. Un ejemplo característico es cuando en un material refractario se reduce la porosidad, gracias a eso existe un incremento de la densidad [57].

La densidad puede obtenerse de varias formas. Para objetos sólidos de forma uniforme se calcula en base a la relación de masa y volumen del material, pero un método más preciso para medir la densidad de nuestra muestra es a través del principio de Arquímedes [57].

Este principio establece que cuando un objeto se sumerge total o parcialmente en un líquido, éste experimenta un empuje hacia arriba igual al peso del líquido desalojado. Por ejemplo, si sumergimos un pedazo de oro en agua, el oro desplazará la cantidad de agua igual a la de su peso, pero si un material como por ejemplo el unigel está completamente sumergido en agua, el empuje es mayor que el peso del unigel por lo tanto flotaría, se debe a que el agua es más densa que el unigel, por lo que el peso del unigel es menor que el peso del mismo volumen de agua. Por tanto, el material asciende y emerge del agua parcial o totalmente hasta que el empuje iguala exactamente el peso del bloque [58].

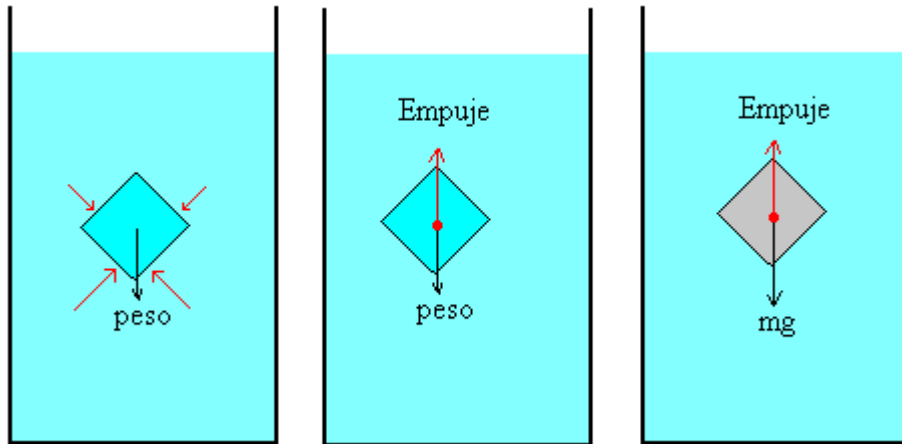


Figura 15. Ejemplo de la densidad de Arquímedes.

Utilizando el principio de Arquímedes, la densidad se determina con la siguiente expresión:

$$\rho = m / v$$

Donde:

$\rho$  = densidad de la muestra.

$m$  = masa.

$v$  = volumen.

La cerámica no siempre es totalmente densa, por lo tanto, las porosidades abiertas pueden crear problemas en la medición de la densidad por el método de inmersión de un cuerpo poroso en un fluido, lo cual puede dar como resultado que el fluido penetre en los poros, reduciendo el volumen de fluido desplazado, lo que resulta en densidades que parecen ser más altas que la real.

Se pueden utilizar varias técnicas para superar este problema.

La primera técnica es revestir la muestra con una capa muy fina de cera de parafina fundida para sellar los poros antes de la inmersión en el fluido. Otra es llevar a cabo la medida como se ha descrito anteriormente, retirar la muestra del líquido y limpiar cualquier exceso de líquido con un paño y luego medir el peso de la muestra saturada el cual se podrá aplicar a una ecuación que posteriormente se discutirá [57].

### CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo se describen los pasos del proceso de fabricación y caracterización de los materiales elaborados. Se describe cada paso del método experimental ya que los procesos de síntesis de estos materiales requieren de acciones muy particulares como la correcta selección de la presión de compactado y a veces muy complejas como el establecimiento en el ciclo de sinterizado.

El proceso de manufactura se muestra en la Figura 16, tiene como finalidad la fabricación de cerámicos avanzada con características específicas que los distinguen de los existentes por su uso en la industria textil. En el proceso se inicia con la mezcla de polvos cerámicos sin y con aglutinante como Alcohol Polivinílico (PVA) y Polietileno Glicol (PEG) respectivamente, y persigue el objetivo de mejorar las características del cerámico obtenido con el fin de establecer un proceso que describa el mejor procedimiento de síntesis de los materiales y poder comparar los resultados de cada material consolidado.

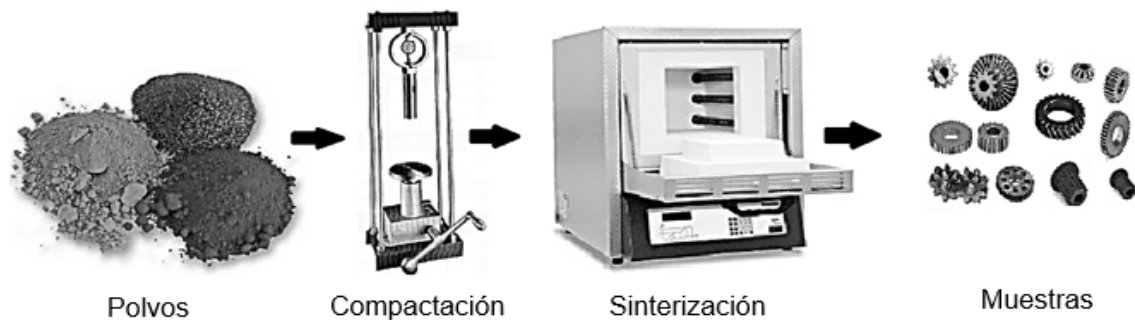


Figura 16. Diagrama del proceso de fabricación.

### 3.1 Proceso de manufactura.

En resumen y a partir del material base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se prepara una mezcla con Alcohol Polivinílico (PVA) y con Polietileno Glicol (PEG) por separado formando se esta manera dos sistemas de aglutinantes diferentes. La mezcla se comprime para dar la forma deseada a la muestra. La compresión, llamada prensado, se realiza en una máquina tipo prensa hidráulica a temperatura ambiente en donde se obtienen muestras compactadas denominadas muestras en verde [15].

Posteriormente las muestras en verde son sometidas a un tratamiento térmico, llamado sinterizado el cual se realiza a una temperatura por debajo del punto de fusión del material cerámico; pudiendo ser  $2/3$  partes y/o  $4/5$  partes del punto de fusión del material cerámico. En este proceso básicamente se fabricarán 4 muestra por cada tipo de alúmina utilizada (alúmina comercial) mediante la técnica de compactación y sinterización como se aprecia en la siguiente Figura 17.

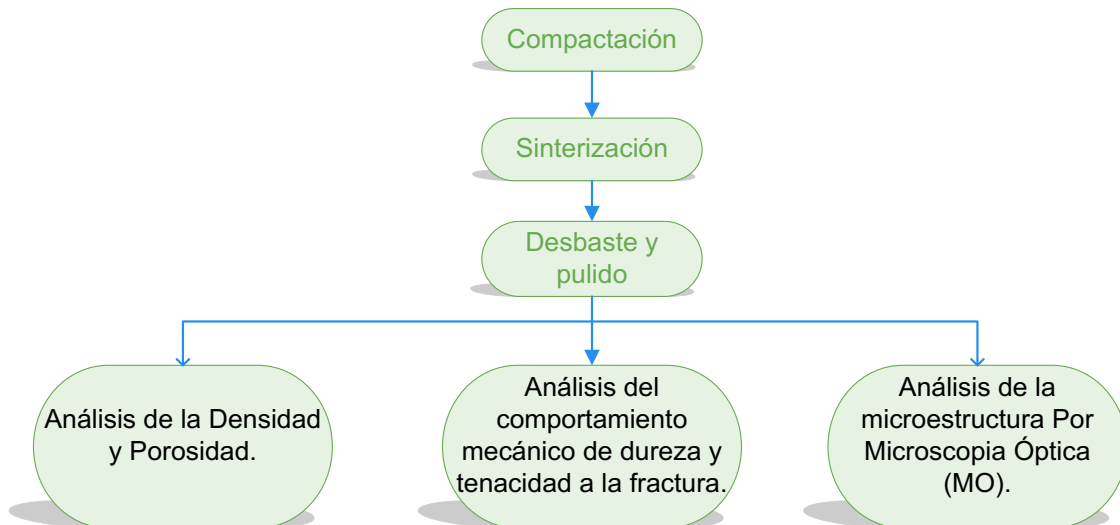


Figura 17. Diagrama de flujo del proceso

El análisis del proceso de manufactura se pretende examinar en 3 etapas las cuales se mencionan y posteriormente se describen; la primera etapa se refiere a la manufactura del cerámico, la segunda a los estudios de las propiedades físicas

y mecánicas de los materiales obtenidos y la tercera etapa en la comparación de los dos sistemas propuestos para este trabajo y su posible aplicación para la industria textil.

- Etapa 1: Manufactura del cerámico.
  - a. Compactación.
  - b. Sinterización.
  - c. Desbaste.
  - d. Pulido.
  
- Etapa 2: Estudio de las propiedades físicas y mecánicas.
  - a. Análisis de la Densidad y Porosidad.
  - b. Determinación de la Dureza.
  - c. Análisis de la microestructura obtenida por Microscopía Óptica.
  - d. Análisis del comportamiento mecánico de dureza y tenacidad a la fractura.
  
- Etapa 3: Comparación de sistemas.
  - a. Confrontación del sistema de alúmina contra el sistema alúmina con la adición de aglutinante.
  - b. Comparación de las propiedades físicas de densidad y mecánicas de dureza con las cerámicas utilizadas en la industria textil.

### **3.1.1 Etapa 1: Manufactura del cerámico.**

Esta etapa consiste en la síntesis del material según el proceso de manufactura como se observó anteriormente. La composición química propuesta para la fabricación de este cerámico es Alúmina comercial y se desarrollará en dos partes; las primeras pruebas se harán de alúmina sin aglutinante y la segunda en el mismo material de alúmina con una mezcla aglutinante de Alcohol Polivinílico (PVA) y Polietileno Glicol (PEG) 5% y 0.25% respectivamente [58]. Se fabricarán 4

muestras de cada prueba, considerando que la manufactura se pretende en una ruta de sinterizado a un tiempo dando un total de 8 muestras a producir.

#### **3.1.1.1 Pesado de materiales.**

Se pesaron 3 gramos de polvo para cada muestra de alúmina con y sin aglutinante. Para esta etapa se empleará una báscula analítica de precisión 0.001g de la marca OHAUS, modelo Explorer Pro como se muestra en la siguiente Figura 18, donde se pesarán las cantidades del material para obtener las muestras para ser compactadas y posteriormente sinterizarlas.



Figura 18. Báscula analítica

#### **3.1.1.2 Mezcla de materiales**

En las pruebas que no contienen aglutinante no se realiza un mezclado en el material de alúmina, solo se procedió a la compactación. En la elaboración de las segundas pruebas, se utilizó un material de alúmina mezclado con Alcohol Polivinílico (PVA) y Polietileno Glicol (PEG) 5% y 0.25% respectivamente, el cual tiene características en la unión uniforme de los polvos de base cerámica con el aglutinante seleccionado para este trabajo.

El polvo de alúmina y de los medios aglutinantes Alcohol Polivinílico (PVA) y Polietileno Glicol (PEG) ya mezclados pasan a la siguiente etapa donde son compactados.

Las partículas se mezclaron con el aglutinante para brindar mayor densidad en verde y para obtener la fuerza adecuada en las manipulaciones posteriores, cuyas funciones serían las siguientes:

- Aglutinante: Mantiene unidas las partículas del cerámico.
- Lubricante: Reduce la fricción interna entre las partículas durante el moldeo y ayuda a extraer la parte del molde.

### **3.1.1.3 Compactación.**

Este paso es importante para la fabricación de las muestras, se dio por medio de la técnica de compactación uniaxial en frío, el propósito de la compactación es obtener la forma (dimensiones y especificaciones) y resistencia de las muestras para manipulaciones posteriores de estas. Los compactos fueron obtenidos a través de una prensa hidráulica de carga máxima de 3 toneladas de la marca (FIICSA) como se aprecia en la siguiente Figura 19, y utilizando un dado de acero de acero grado herramienta D2 tratado térmicamente y aplicando una carga de presión a 200 Mpa durante 30 segundos. Por cada muestra, se utilizarán 3 gr de polvo previamente pesado en la báscula analítica produciendo muestras cilíndricas de 20 mm de diámetro con un espesor de 4.0 mm. aproximadamente.



Figura 19. Prensa hidráulica (Marca FIICSA)

El método de la compactación del polvo o materia prima pesado en la etapa anterior sigue el procedimiento aquí descrito; esto es, el material en polvo con y sin aglutinante es introducido en la matriz de acero que se muestra en la Figura 20, donde el dado superior descende hacia el interior de la matriz, a esta acción se le llama también prensado uniaxial en frío, este con una fuerza determinada para obtener la pieza con cierta densidad y pueda ser manipulada, la prensa utilizada es accionada por medios hidráulicos, el proceso se realiza a temperatura ambiente.

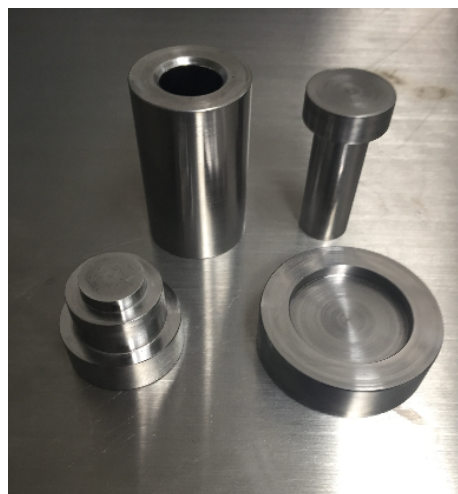


Figura 20. Matriz de acero.



### 3.1.1.4 Sinterización

Posterior a la compactación las muestras son sinterizadas. Esta etapa del proceso es el más importante, ya que es aquí donde el material es consolidado. La consolidación de los materiales se realiza cuando los compactos en verde son sometidos a un ciclo térmico de sinterizado (Figura 21), diseñado a una temperatura máxima de trabajo de 1600°C manteniendo la temperatura po 1 hora, el enfriamiento se lleva a cabo dentro del horno hasta temperatura ambiente para evitar fracturas de las muestras por efecto de cambio de temperatura o contracción brusca.

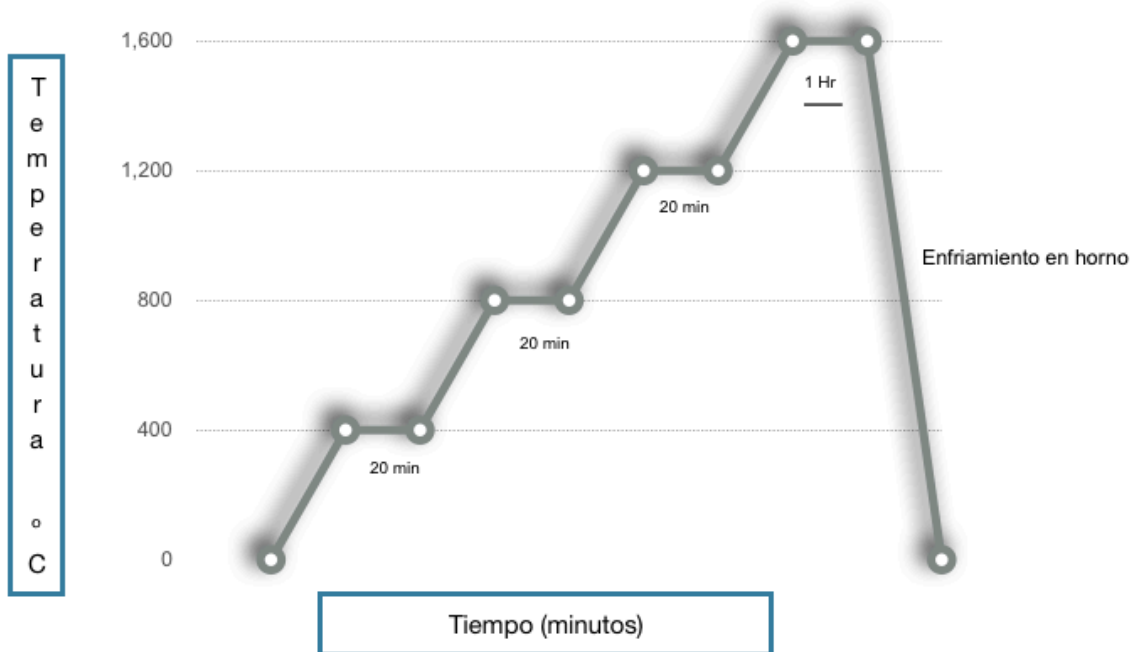


Figura 21. Ciclo de sinterización.

Este proceso se realiza en la mufla de la marca Naberthem con capacidad de 25°C – 1800°C de temperatura de trabajo, cuenta con un controlador de temperatura para efectos cíclicos y está equipado con un aditamento para controlar la atmósfera, como se muestra en la siguiente Figura 22.



Figura 22. Horno marca Naberthem.

### 3.2 Etapa 2: Estudio de las propiedades físicas y mecánicas.

Una vez terminado el proceso de sinterización de los materiales se determinan las propiedades físicas y mecánicas y se realiza un análisis microestructural de las mismas. Este análisis es importante ya que permite entender el comportamiento del material a la temperatura de sinterización y el efecto de uso de aglutinantes.

#### 3.2.1 Determinación de la Densidad

La densidad y la porosidad de las muestras sinterizadas se determinan por el método de Arquímedes con ayuda de las ecuaciones 1 y 2 [59]. Los equipos que se van a utilizar son: una báscula analítica de alta precisión, un vaso de precipitados con agua destilada y un soporte universal.

$$(1) \quad \rho = \frac{w_s \cdot \rho_{H_2O}}{w_{sat} - w_{sus}}$$

$$(2) \quad \rho = \frac{W_s - \rho_{H_2O}}{W_{sat} - W_{sus}}$$

Dónde:

$\rho_{H_2O}$ : Densidad del agua.

$W_s$ : Masa de la muestra en seco en g.

$W_{sus}$ : Masa de la muestra suspendida en agua en g.

$W_{sat}$ : Masa de la muestra saturada en g.

El peso en seco ( $W_s$ ) se determina pesando las muestras con ayuda de una balanza analítica después del proceso de sinterización. Después se mide el peso suspendido ( $W_{sus}$ ) éste se mide con la muestra suspendida en agua destilada y por último se determina el peso saturado ( $W_{sat}$ ) después de haber estado sumergida en agua por 2 minutos.

### 3.2.3 Análisis de la Dureza

La dureza mide la resistencia de un material al ser penetrado sobre la superficie [60]. Las pruebas de dureza se realizarán mediante la utilización de un microdurómetro que permite realizar las pruebas por penetración, en la cual se aplica una carga en la superficie de las muestras con un indentador Vickers de punta de diamante. El durómetro está acondicionado con un microscopio en el que se permite medir las diagonales de la huella después de aplicar la carga y de esta manera mediante el software del equipo se determina la dureza en función de la carga aplicada y el tamaño de la huella del indentador. La prueba se realizará en un microdurómetro de la marca Emco-Test (DuraScan) con girador manual de la torre de medición incluye 2 lentes adaptadores de 10X y 40X, un indentador de punta diamante, como se muestra en la Figura 23.



Figura 23. Microdurómetro

#### **3.2.4 Análisis de la microestructura obtenida por Microscopia Óptica (MO).**

La microscopia óptica (MO) permite observar, analizar y conocer la distribución de partículas y las fases del material, así como las características microestructurales de los materiales, el análisis se realizará en diferentes zonas en el que se examinan las fases y la superficie de las muestras obtenidas. Esta técnica se realizó con la ayuda de un microscopio óptico metalográfico de la marca Olympus-GX51 como se aprecia en la siguiente Figura 24.

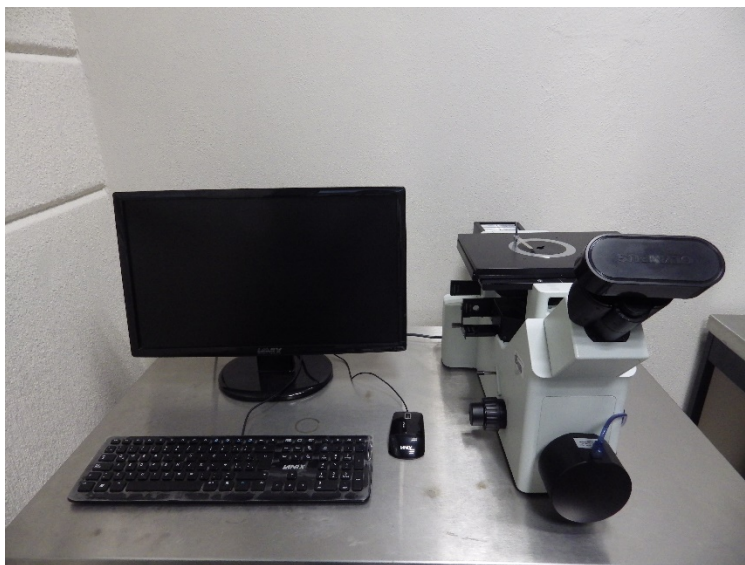


Figura 24. Microscopio óptico.

### **3.2.5 Tenacidad a la fractura.**

La tenacidad a la fractura describe la facilidad con la que se corre o propaga una grieta en un material cuando es sometido a esfuerzos mecánicos. Los cerámicos son materiales que presentan durezas elevadas y por lo tanto el promedio de su tenacidad a la fractura ( $K_{Ic}$ ) es de bajo valor; es decir, debido al bajo valor de  $K_{Ic}$  los materiales cerámicos son susceptibles grietas cuando son sometidos a esfuerzos mecánicos. Esta variable es medida por el método de indentación y este consiste en relacionar la longitud de la grieta generada aplicando una carga, las cuales se generan en los vértices de la huella y el uso de ecuaciones semi-empíricas [51]. Un ejemplo de la huella y la grieta que se genera en la prueba se muestra en la Figura 25.

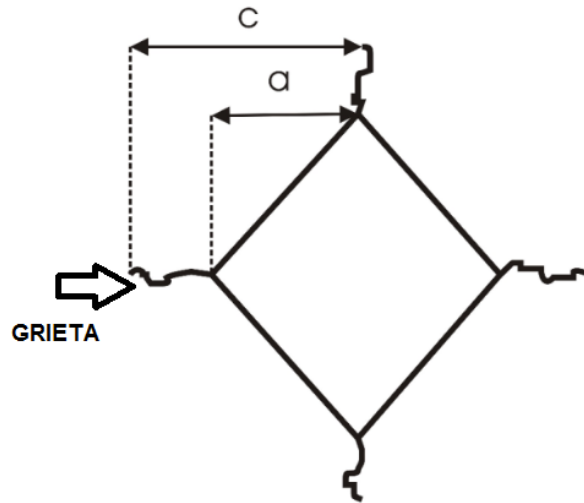


Figura 25. Ejemplo de huella y grieta originada en prueba de tenacidad a la fractura.

### 3.3 Etapa 3. Comparación de sistemas.

Se realizará el análisis pertinente entre los resultados obtenidos de las propiedades físicas y mecánicas de los materiales fabricados, se comparan los resultados del sistema de alúmina sin aglutinante contra el sistema de alúmina con la adición de aglutinante y se determina el mejor de estos en comparación de la propiedades físicas de densidad y mecánicas de dureza con las cerámicas utilizadas en la industria textil como las mostradas en la Figura 26.



Figura 26. Cerámicos utilizados en la industria textil.

## **Capítulo 4. ANÁLISIS DE RESULTADOS**

### **4.1 Resultados, análisis e interpretación de los resultados.**

En este capítulo se analizan los resultados de las propiedades físicas (densidad y porosidad) y mecánicas (dureza y tenacidad a la fractura) de los materiales fabricados a partir de Alúmina. Primero se realiza brevemente el análisis de la síntesis hasta la determinación de las propiedades de los materiales fabricados al respecto de las piezas de alúmina manufacturadas con y sin aglutinante para tener un comparativo en ambos sistemas, con el fin de tener un proceso sencillo y de fácil manejo.

### **4.2 Proceso de manufactura para compactos base alúmina.**

El proceso de manufactura de las muestras utilizadas fue elaborado por dos sistemas diferentes, como se mencionó anteriormente en el desarrollo experimental:

Para la elaboración de los sistemas, se pesó la cantidad específica de alúmina en polvo (3 gramos por muestra), las muestras fueron compactadas por polvos de alúmina sin aglutinante y con aglutinante respectivamente. Recordando que los polvos fueron compactados en un molde de acero de cuatro piezas aplicando una carga uniaxial en frío de 200 Mpa en una prensa de marca FICSA, obteniendo muestras cilíndricas del polvo de 20 mm de diámetro aproximadamente y 4 mm de espesor. Con esto se obtuvieron piezas en verde para posteriormente someterlos a un tratamiento térmico de sinterización para obtener una consolidación del material de acuerdo al ciclo de calentamiento establecido. La sinterización se realiza en una mufla el cual inició elevando la temperatura a 400°C manteniéndola por 20 minutos, posteriormente se eleva la temperatura en un lapso de 15 min a 800°C al igual manteniéndola por 20 minutos, a continuación, se eleva la temperatura a 1200°C en un tiempo de 15 min y también manteniéndola 20 minutos, por último se elevó la temperatura en 1600°C en un lapso de 15 min,



manteniéndola una hora a esta temperatura, y posteriormente dejando enfriar en el mismo interior del horno para evitar un choque térmico por el cambio de temperatura entre las muestras y la temperatura ambiente, y pudiendo ocasionar fracturas en las muestras. El tiempo de enfriamiento fue el necesario hasta que llego a temperatura ambiente. En la siguiente Figura 27 se muestra el proceso de calentamiento del horno para la sinterización de las muestras.

Este proceso se aplicó a los dos sistemas para así poder tener un punto de comparación en los resultados de sus propiedades a analizar.

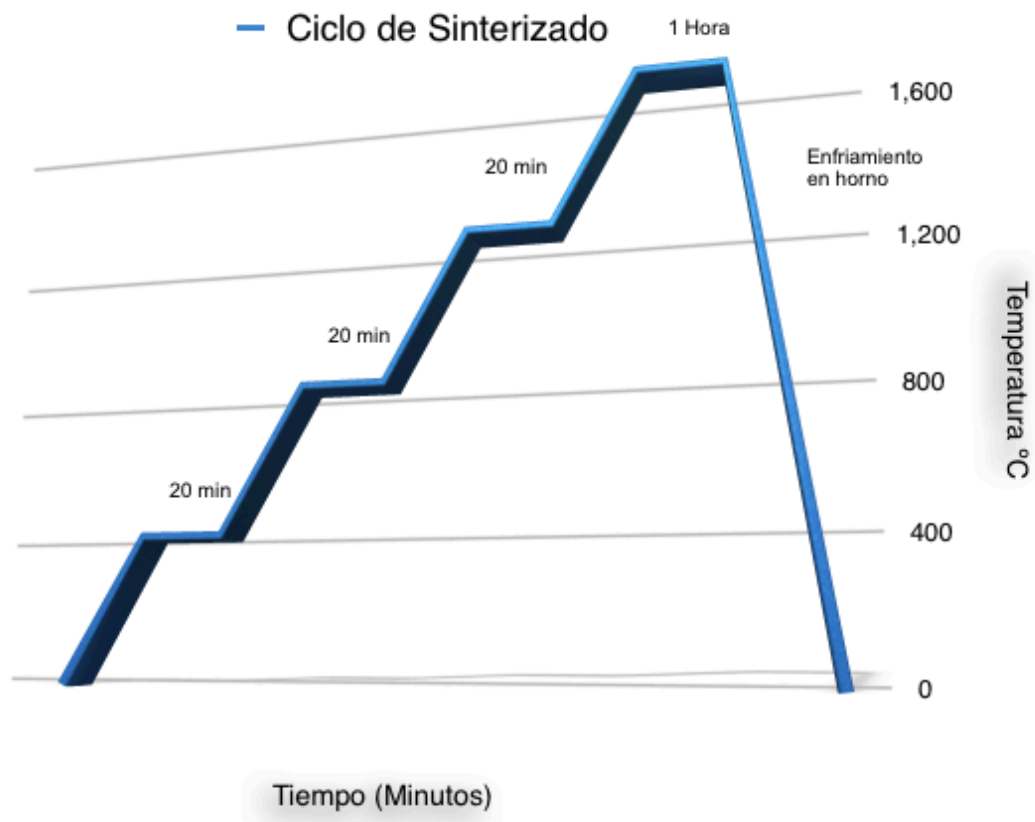


Figura 27. Ciclo de sinterización.

### **4.3 Densidad y porcentaje de Porosidad.**

En este proyecto se hicieron ocho sistemas, con el fin de evaluar la densidad de cada uno y así partir de los sistemas que hayan tenido un valor de densidad experimental más cercano a la densidad teórica. Con el fin de que el material utilizado tenga mejor comportamiento en cuanto a sus propiedades mecánicas, físicas y químicas.

El cálculo de las variables físicas densidad y porcentaje de porosidad, permite observar la relación entre la masa por unidad de volumen ocupado. En base a las muestras obtenidas de los materiales se podrá hacer una comparación entre las muestras con y sin aglutinante, ya que las muestras presentan relaciones con respecto a los cambios que han ocurrido en los materiales y donde se observaron cambios físicos de color y tamaño, las muestras al momento de ser compactadas muestran un aspecto diferente después de ser sinterizados.

En este sentido, se tomaron medidas de las muestras de cada sistema en verde y después de la sinterización, para así tener una referencia en los cambios de densidad volumétrica. En cuanto a las variables que fueron consideradas para determinar la densidad volumétrica fueron diámetro, espesor y masa ya que son indispensables para hacer el cálculo del área y volumen y así poder determinar la densidad volumétrica del material. Las medidas de estas variables se presentan en la Tabla 1 correspondientes en las muestras obtenidas en verde con las cuales se calcula la densidad volumétrica de los dos sistemas elaborados. Los resultados promedios de los sistemas muestran que la densidad volumétrica de las muestras sin sinterización cambian gracias a el efecto del aglutinante generando muestras con mayor densidad en comparación al sistema sin aglutinante; aun así, no se puede apreciar un cambio considerable ya que en esta etapa solo se aplicó presión en la compactación y eso no es motivo significativo para observar un cambio, solo en el manejo de las muestras, ya que es difícil el manejo de las muestras sin aglutinante, aunque ya se obtiene una forma con dimensiones

deseadas y una densidad volumétrica que es indispensable como punto de referencia para posteriores cambios en el siguiente proceso.

Tabla 1. Densidad volumétrica en verde con respecto al porcentaje de pureza.

Muestra	Diámetro (cm)	Espesor (cm)	Masa (gr)	Área (cm <sup>2</sup> )	Volumen (cm <sup>3</sup> )	Densidad en verde (gr/cm <sup>3</sup> )
<b>Alúmina 92% con aglutinante</b>	2.011	0.395	3.052	3.1762	1.254	2.432
<b>Alúmina 95% con aglutinante</b>	2.010	0.388	2.997	3.173	1.231	2.434
<b>Alúmina 96 % con aglutinante</b>	2.009	0.387	3.040	3.160	1.223	2.485
<b>Alúmina 97% pureza sin aglutinante</b>	2.000	0.390	2.927	3.14159	1.225	2.388
<b>Alúmina 97% pureza con aglutinante</b>	2.010	0.359	3.026	3.173	1.139	2.656
<b>Alúmina 98% con aglutinante</b>	2.009	0.393	3.030	3.169	1.245	2.432
<b>Alúmina 99.7% pureza sin aglutinante</b>	2.000	0.419	2.964	3.141592	1.316	2.251
<b>Alúmina 99.7% pureza con aglutinante</b>	2.011	0.413	2.970	3.1762	1.311	2.264

En la Tabla 2 se muestran el valor promedio de las variables para el cálculo de la densidad volumétrica después del proceso de sinterización a 1600°C por una hora, en estos datos se observa un cambio en las propiedades físicas en el material, este cambio se atribuye al cambio de volumen ya que después de ser sinterizados el volumen disminuye comparado con los resultados anteriores, donde se muestra la densidad volumétrica en verde y se puede notar que el volumen disminuye, mientras que la densidad aumenta.

Se puede apreciar físicamente que las muestras después de ser sinterizadas adquieren resistencia y se convierten en un material consolidado y con diferentes propiedades, aumentando la densidad en los dos sistemas elaborados y adquiriendo cambios de tal manera que los cálculos de las variables son diferentes a los de la muestra en verde, se puede apreciar que los valores promedios de los resultados de las densidades volumétricas se mantienen tomando en cuenta que un sistema contiene aglutinante y el otro sistema no. En cuanto al color se observa un cambio, iniciando con un color blanco al momento de ser compactados es decir las muestras en verde, mientras que una vez sinterizados las muestras, se obtiene una tonalidad crema claro para ambos sistemas.

Tabla 2. Densidades volumétricas sinterizadas con respecto al porcentaje de pureza.

Muestra	Diámetro (cm)	Espesor (cm)	Masa (gr)	Área (cm <sup>2</sup> )	Volumen (cm <sup>3</sup> )	Densidad volumétrica (gr/cm <sup>3</sup> )
<b>Alúmina 92% con aglutinante</b>	1.743	0.346	2.767	2.386	0.825	3.351
<b>Alúmina 95% con aglutinante</b>	1.744	0.341	2.783	2.388	0.814	3.416
<b>Alúmina 96% con aglutinante</b>	1.748	0.347	2.826	2.399	0.832	3.393
<b>Alúmina 97% pureza sin aglutinante</b>	1.943	0.381	2.912	2.965	1.129	2.577
<b>Alúmina 97% pureza con aglutinante</b>	1.935	0.360	2.728	2.940	1.058	2.576
<b>Alúmina 98% con aglutinante</b>	1.742	0.343	2.837	2.383	0.817	3.470
<b>Alúmina 99.7% pureza sin aglutinante</b>	1.684	0.356	2.929	2.227	0.792	3.693
<b>Alúmina 99.7% pureza con aglutinante</b>	1.686	0.352	2.886	2.232	0.785	3.672

En la Tabla 3, se muestra una comparación entre la densidad teórica, en verde y experimental de las muestras. La densidad en verde se determinó después de ser compactadas y por último la densidad de experimental fue calculada por el método de Arquímedes después del sinterizado de las muestras a la temperatura que fue mencionada en párrafos anteriores, así como también se muestra el cálculo del porcentaje de porosidad superficial.

Se puede observar la variación de las densidades de las muestras tomando en cuenta que la densidad en verde los polvos son sólo compactados que controlan la porosidad del material y por consiguiente se encuentra un alto índice de poros, dando como resultado una baja densificación en comparación en comparación con los valores obtenidos en la densidad experimental y a la densidad teórica.

En cuanto a la densidad experimental, se puede observar que el valor es muy cercano al valor de la densidad teórica, lo que nos muestra una consolidación de las muestras, así como una densidad mayor a la observada en las piezas solo compactadas o en verde. Esto demuestra que el material de alúmina se consolidó en el proceso de sinterizado ya que entre más cercano sea el valor de la densidad experimental al de la densidad teórica la porosidad es menor o casi nula como se observa en los resultados.

Como se observa en la Tabla 3, el mejor comportamiento es el del sistema elaborado por Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 99% pureza con aglutinante con una densidad experimental de  $3.915 \text{ gr/cm}^3$ , seguido del sistema elaborado por Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 99% pureza sin aglutinante con una densidad experimental de  $3.848 \text{ gr/cm}^3$ , lo que indica que son los dos sistemas que tienen mejor comportamiento.

En cuanto a los sistemas con menor densidad experimental según los resultados son la alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 97% pureza con aglutinante y alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 92% pureza sin aglutinante, los resultados indican no son adecuados para su fabricación por su baja densificación y su alto porcentaje de porosidad.

Tabla 3. Comparativo de los valores de densidades.

Muestra	Densidad en verde (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad Teórica (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad experimental (g/cm <sup>3</sup> )	% de porosidad
<b>Alúmina 92% con aglutinante</b>	2.432	3.92	3.593	0.794
<b>Alúmina 95% con aglutinante</b>	2.434	3.92	3.637	0.394
<b>Alúmina 96 % con aglutinante</b>	2.485	3.92	3.670	0.242
<b>Alúmina 97% pureza sin aglutinante</b>	2.388	3.92	3.719	12.60
<b>Alúmina 97% pureza con aglutinante</b>	2.656	3.92	3.497	12.41
<b>Alúmina 98% con aglutinante</b>	2.432	3.92	3.684	0.048
<b>Alúmina 99.7% pureza sin aglutinante</b>	2.251	3.92	3.848	1.004
<b>Alúmina 99.7% pureza con aglutinante</b>	2.264	3.92	3.915	0.03

El porcentaje de porosidad de la muestra sin aglutinante es 1.004 lo que indica que tiene mínimos poros mientras que la muestra que contiene aglutinante el porcentaje de porosidad es 0.03. Esto nos indica que hubo una buena consolidación con respecto al tiempo y temperatura del material en el proceso de sinterización y estos valores del porcentaje de porosidad y densidad hacen que sea muy cercano a la densidad teórica.

En la siguiente Figura 28, se observar el comportamiento de las densidades, en la cual se aprecia que el porcentaje de la densidad experimental está por abajo de la densidad teórica. Según estos datos, es notable ver el aumento de porcentaje de

densificación del cerámico después de la sinterización, para la alúmina sin aglutinante es del 98.1%, mientras que para la alúmina con aglutinante es del 99.8%. La relación del porcentaje de densificación es directamente proporcional porcentaje de contracción de la muestra, considerando al cambio de volumen después de la sinterización. De acuerdo a estos resultados es notable el efecto del aglutinante en la fabricación del material ya que no solo es útil en la conformación de la muestras para su mejor manipulación; si no también, tiene un efecto directo en la densificación y por consiguiente un disminución en la porosidad del material.

Este último efecto no es difícil de explicar ya que cuando el material es compactado con la adición aglutinante los polvos son mejor compactados y de esta manera el contacto entre las partículas es mayor y así la difusión atómica en estado sólido es mejor por efecto de la temperatura, de esta manera, aumentando la densificación y disminuyendo la porosidad ya que estas dos variables son inversamente proporcionales.

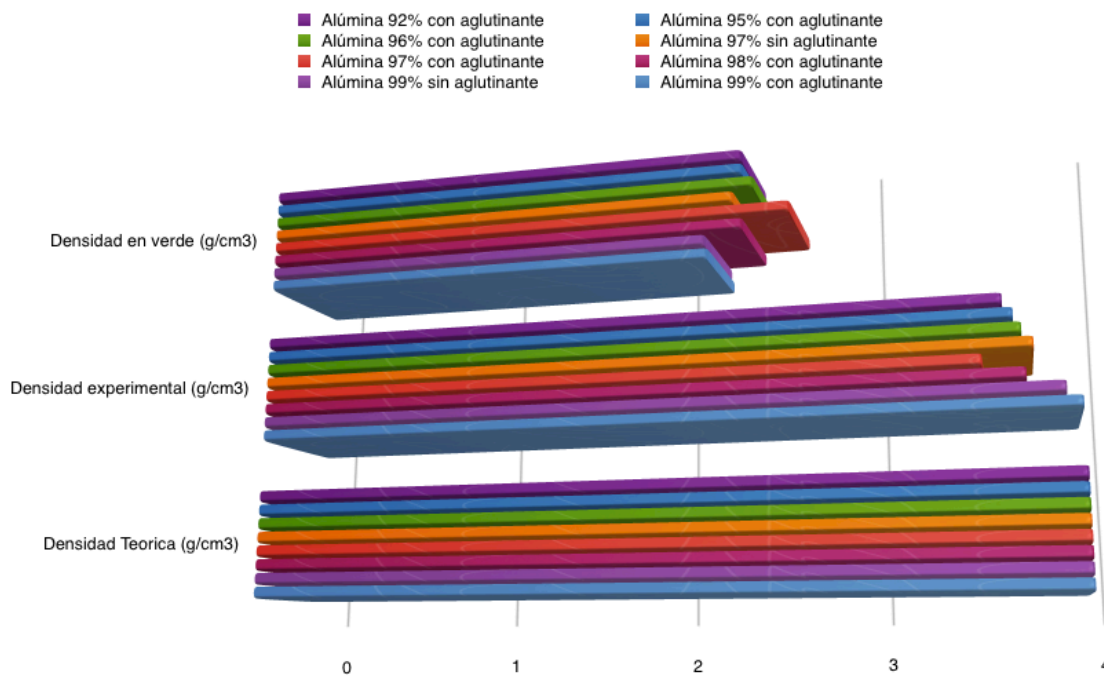


Figura 28. Grafica de densidades

En la Tabla 4 se puede observar una relación directa en el porcentaje de densificación y el porcentaje de contracción como ya lo mencionaba en párrafos anteriores, donde las muestras elaboradas con aglutinante muestran un mayor porcentaje de contracción, pero al mismo tiempo un mayor porcentaje de densificación.

Tabla 4. Porcentaje de densificación y porcentaje de contracción con respecto al porcentaje de pureza.

Muestra	% de densificación	% de contracción
<b>Alúmina 92% pureza con aglutinante</b>	91.6	34.19
<b>Alúmina 95% pureza con aglutinante</b>	92.7	33.83
<b>Alúmina 96% con aglutinante</b>	93.6	31.91
<b>Alúmina 97% pureza sin aglutinante</b>	94.8	7.79
<b>Alúmina 97% pureza con aglutinante</b>	89.2	7.06
<b>Alúmina 98% con aglutinante</b>	93.9	34.37
<b>Alúmina 99.7% pureza sin aglutinante</b>	98.1	39.76
<b>Alúmina 99.7% pureza con aglutinante</b>	99.8	40.09

En la Figura 29, se aprecia una gráfica donde se muestra el comportamiento de los valores del porcentaje de densificación y contracción y se aprecia que la densidad para la alúmina sin aglutinante es del 98.1%, mientras que para la alúmina con aglutinante es del 99.8% el cual está muy arriba que la antes mencionada.



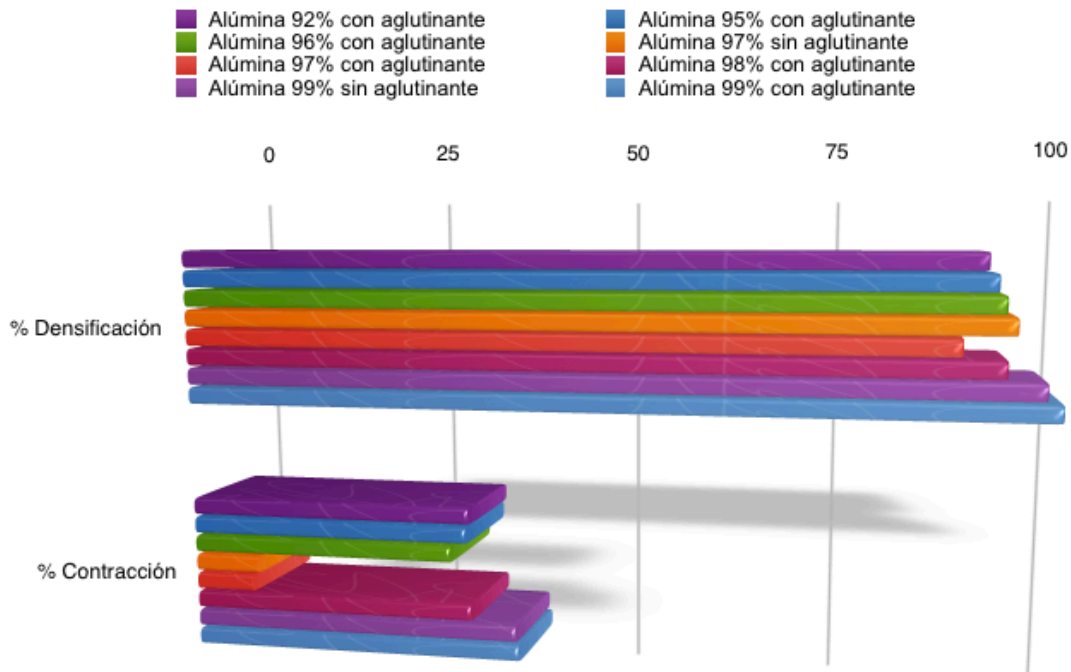


Figura 29. Comparativo del porcentaje de densificación y contracción.

Gracias a estos resultados se pudo determinar cuáles sistemas tendrían mejor funcionalidad de acuerdo a este método de síntesis de los materiales, ya que los resultados de densidad y el porcentaje de porosidad nos sirven como punto inicial para la investigación al ser muy relevantes en la aplicación del material en la industria.

Se eligieron solo dos sistemas de los ocho, ya que la porosidad puede actuar como un factor originador de fallos prematuros en la industria ocasionando que el material no sea funcional y así de esta manera solo se eligieron los sistemas que tuvieron una densidad experimental cerca de la densidad teórica ya que esto indica que la porosidad es mínima o nula.

Los sistemas elegidos para continuar la investigación fueron los fabricados con alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 99% pureza sin aglutinante y el de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 99% pureza

con aglutinante, ya que por lo mencionado anteriormente son los sistemas que podrían tener un mejor resultado en las aplicaciones y los requerimientos industriales

#### **4.4 Caracterización microestructural de los materiales cerámicos base Alúmina.**

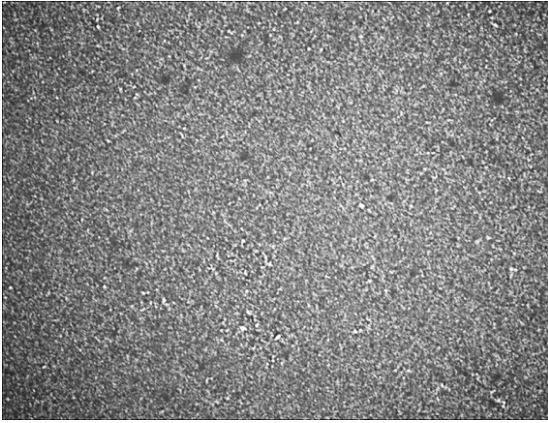
El análisis microestructural fue realizado a través de la técnica de microscopía óptica en base al procedimiento descrito en párrafos anteriores, en donde, se analiza los sistemas elaborados con y sin aglutinante con la intención de observar los cambios ocurridos en la superficie del material.

##### **4.4.1 Caracterización microestructural por microscopía óptica de material Alúmina sintetizados en 1600°C por una hora.**

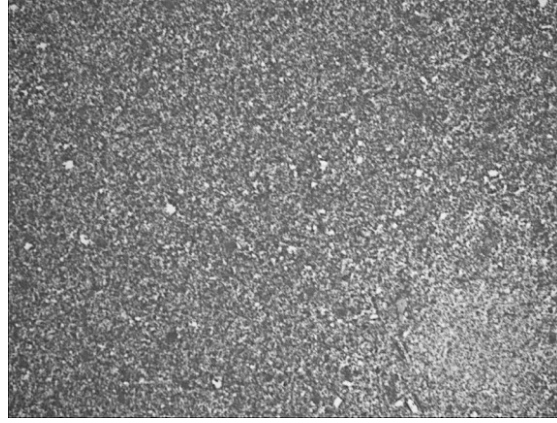
La caracterización microestructural por microscopía óptica se desarrolla para observar la consolidación del material cerámico. En este caso se analizan los sistemas elaborados del material de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con y sin aglutinante, se analizarán las fases así como también observar la porosidad de los materiales fabricados.

En la siguiente Figura 30: a) b) c) d), se muestra el cerámico fabricados sin aglutinante sinterizado a 1600°C por una hora a las magnificaciones de 5X 10X, 20X y 50X donde se observa una fase gris clara correspondiente a la alúmina o al material base y unas manchas oscuras o un poco más tenues que representan la porosidad del material.

En el análisis se observan las micrografías a varios aumentos y se puede apreciar una microestructura homogénea con la distribución de poros en la superficie del material. También es notable que los granos de la muestra tienen un tamaño diferente en la mayor parte de la microestructura los cuales tienen forma irregular, la porosidad se encuentra situada alrededor de los granos y de igual manera el tamaño de los poros es diferente y de forma irregular.



a) MO 5X



b) MO 10X



c) MO 20X



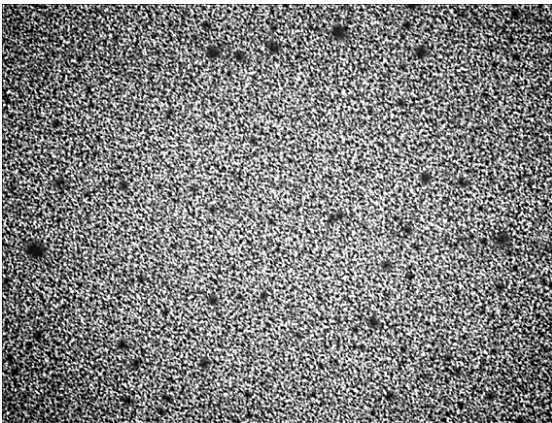
d) MO 50X

Figura 30. MO de muestras de cerámico sin aglutinante.

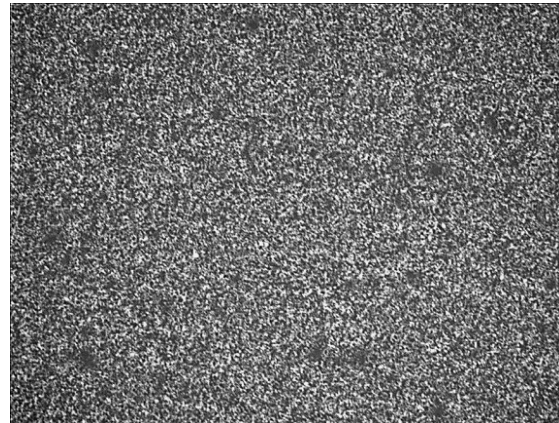
De igual manera en las Figuras 31: a), b), c), d) se muestra el material cerámico sintetizado con aglutinante PEG y PVA. Se observa una sola fase de color gris claro la cual corresponde a la base del material, así como claramente la poca existencia de poros, de esta manera podemos asegurar que el material se consolidó, con ayuda de la técnica de densidad y los cambios que se analizaron en ella, lo cual se describió en párrafos anteriores en el análisis, y no se observa ningún otro material como el aglutinante.

Se puede observar que la fase gris muestra una distribución en toda la muestra y observado a aumentos más grandes se puede ver la distribución de los granos del material, los mismos que son de tamaños similares la mayoría de tamaños chicos y muy pocos grandes situados aleatoriamente en la superficie de la muestra.

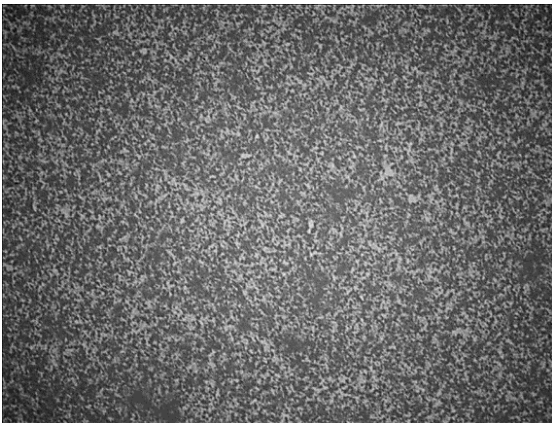
En cuanto a la porosidad podemos ver que hay pequeños poros distribuidos alrededor de los granos pequeños en la mayor parte de la superficie estudiada y una pequeña cantidad de poros grandes distribuidos aleatoriamente.



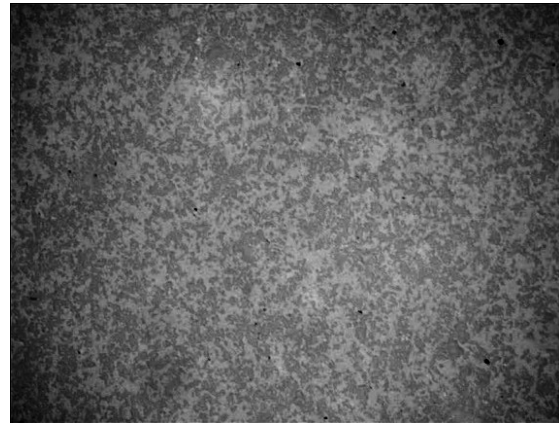
a) MO 5X



b) MO 10X



c) MO 20X



d) MO 50X

Figura 31. MO de muestras de con aglutinante a diferentes magnificaciones

En la Figura 32 se muestra el comparativo de la microscopia en las muestras de alúmina; la Figura 32 a) corresponde a la de alúmina sin aglutinante donde la porosidad es 1.004, mientras que la Figura 32 b) corresponde a la de alúmina con aglutinante donde la porosidad superficial es 0.03, estos datos son importantes ya que se está demostrando que mientras más cercano este de la densidad teórica la porosidad disminuye en forma sustancial, ambas muestras fueron observadas por MO 20X.

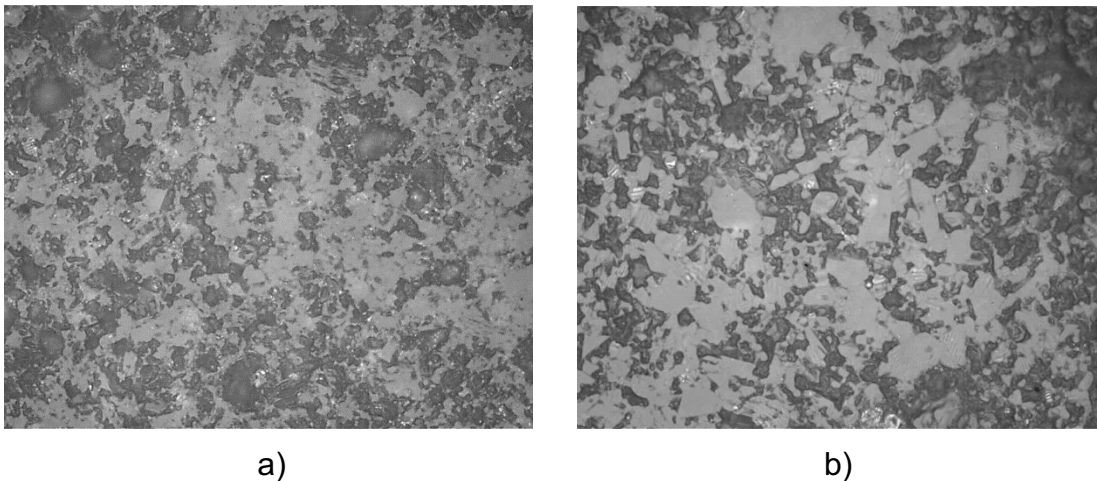


Figura 32. MO de microestructuras de alúmina sin aglutinante a) y con aglutinante b)

Como se mencionó anteriormente, después del proceso de sinterizado la densidad aumenta ya que se logra densificar debido a los efectos de la temperatura y del tiempo. Notablemente la temperatura es un factor importante durante la densificación de las muestras; es decir, si se aumenta la temperatura probablemente se alcanza mayor densificación pero se encarece el proceso.

Con esta observación se tiene idea del efecto de la temperatura sobre el material y del aglutinante ya genera una modificación en la solidificación de las partículas y como se mencionó anteriormente, estas muestras llegan a ser casi completamente densas en relación a la densidad teórica.

En cuanto a la porosidad en las muestras de alúmina con y sin aglutinante se pudo efectuar por varios factores uno de los principales pudo dar por una mala compactación del polvo inicial, pero gracias a estas imágenes podemos corroborar los resultados obtenidos en los cálculos de densidad y porcentaje de porosidad ya discutidos anteriormente.

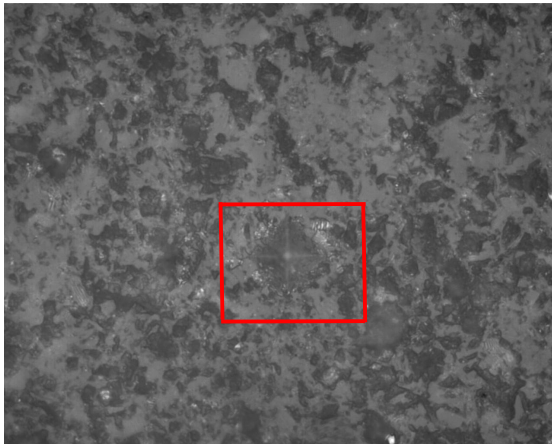
#### **4.5 Dureza Vickers.**

La dureza es la resistencia de un material a ser penetrado. Esta técnica se realizó con ayuda de un microdurómetro originando una huella con la ayuda de un indentador de forma piramidal y punta diamante, realizando un cálculo de la relación de las diagonales y aplicando la carga determinada, generando un cálculo automáticamente.

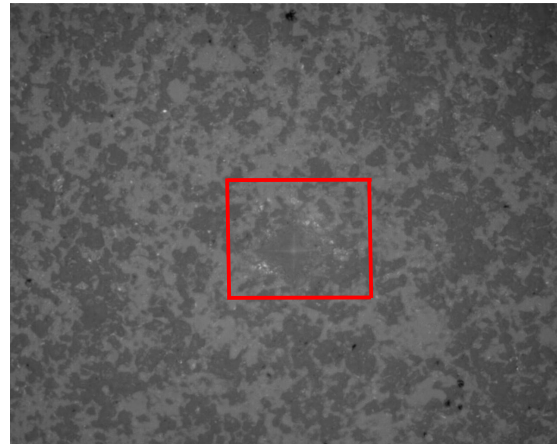
En cuanto a la preparación de las muestras, estas fueron pulidas en la superficie para obtener una mejor definición de la imagen y así tener un cálculo exacto obteniendo medidas confiables y también para que se apoyen en la platina del equipo.

El cálculo de la huella realizada y la carga se hace mediante el software del equipo en forma semiautomática, que además está habilitado para obtener las imágenes en cada medida realizada, determinando de forma automática el valor de la dureza de las muestras.

En las siguientes Figura 33 a) y b), se muestra un ejemplo de la indentación realizada en la superficie de cada muestra. La Figura 33 a) de la izquierda corresponde el material de alúmina sin aglutinante donde se aprecian la huella de la indentación realizada por el durómetro, así como también en la Figura 33 b) de la derecha se muestra la huella de indentación realizada en el material de alúmina con aglutinante, ambas muestras fueron observadas con un lente de 40X.



a)



b)

Figura 33. Indentación de alúmina sin aglutinante a) y con con aglutinante b)

Para la determinación de la dureza se hizo un barrido de las muestras seleccionado aleatoriamente el área de la superficie de cada una, donde se aplicó la carga para determinar la dureza. Esta operación se realizó diez veces en cada muestra para los cuales se determina la dureza promedio de acuerdo a la siguiente Tabla 5.

Tabla 5. Valores promedio de dureza en muestras de Alúmina.

Muestra	Dureza (HV 0.5)
<b>Alúmina 99.7% pureza sin aglutinante</b>	1404.4±34
<b>Alúmina 99.7% pureza con aglutinante</b>	1957.7±44

En siguiente Figura 34, se hace un comparativo entre los valores obtenidos de dureza en ambas muestras, y se puede observar que la dureza de la alúmina con aglutinante es mayor que la muestra sin aglutinante, esto es importante mencionar, ya que como se observó en el análisis de densidad, la densidad para

la alúmina sin aglutinante es del 98.1%, mientras que para la alúmina con aglutinante es del 99.8%.

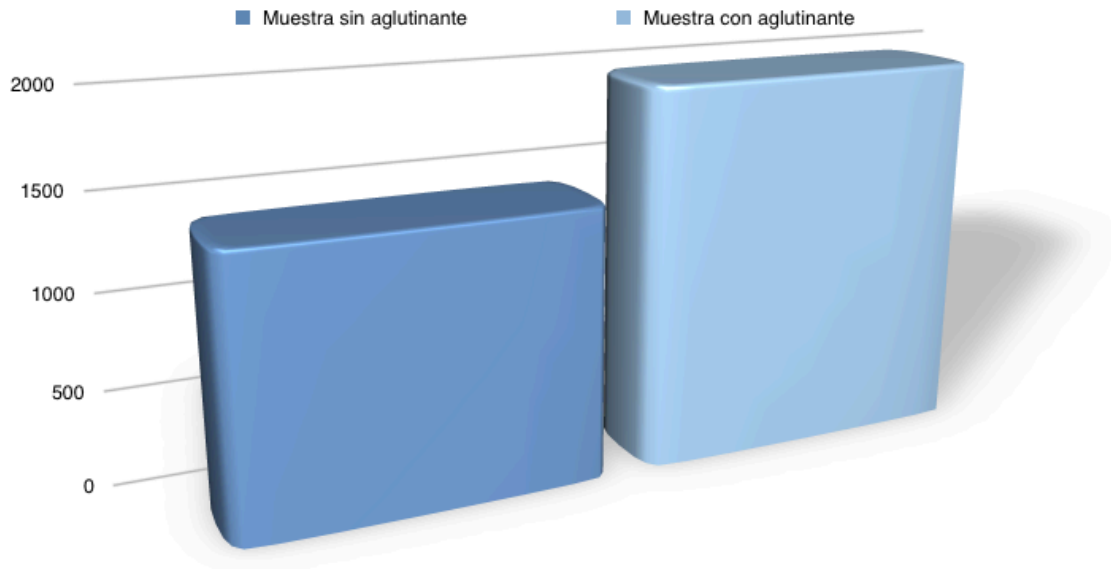


Figura 34. Comparativo de dureza Vickers.

#### 4.6 Tenacidad a la fractura (K<sub>ic</sub>).

Con respecto a la tenacidad a la fractura, se realiza la misma técnica para la determinación a la dureza, donde se le aplican cargas más grandes con el propósito de generar grietas en las muestras específicamente en los vértices de la marca del indentador piramidal y así medir la extensión de las grietas y mediante el apoyo de ecuaciones semi-empíricas ya mencionadas anteriormente se calcula la tenacidad a la fractura.

En las siguientes figuras se muestra un ejemplo de la indentación realizada en la superficie de cada muestra y la fractura que tuvieron en la prueba.



La Figura 35 a) de la izquierda corresponde el material de alúmina sin aglutinante donde se aprecian la huella de la indentación, así como la grieta generada; en la Figura 35 b) de la derecha se muestra la medición que se realizó de la grieta generada, ambas muestras fueron observadas con un lente de 10X.

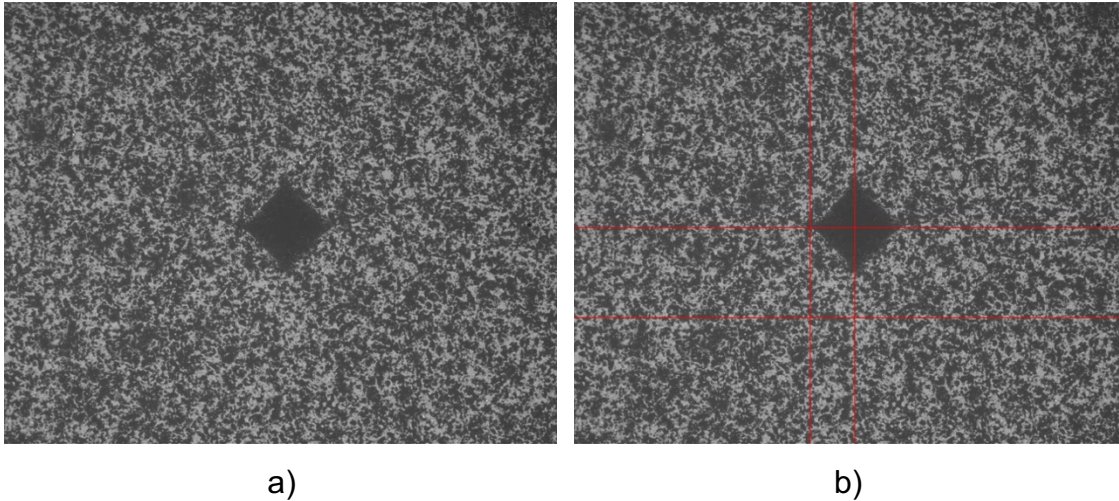


Figura 35. Muestras de alúmina sin aglutinante con indentación para medición de tenacidad a la fractura.

En las siguientes Figuras 36, se muestra un ejemplo de la indentación realizada en la superficie de la muestra con aglutinante y la fractura que tuvieron en la prueba. La Figura 36 a) de la izquierda corresponde el material de alúmina con aglutinante donde se aprecian la huella de la indentación, y así como la grieta generada; en la Figura 36 b) de la derecha se muestra la medición que se realizó de la grieta generada, ambas muestras fueron observadas con un lente de 10X.

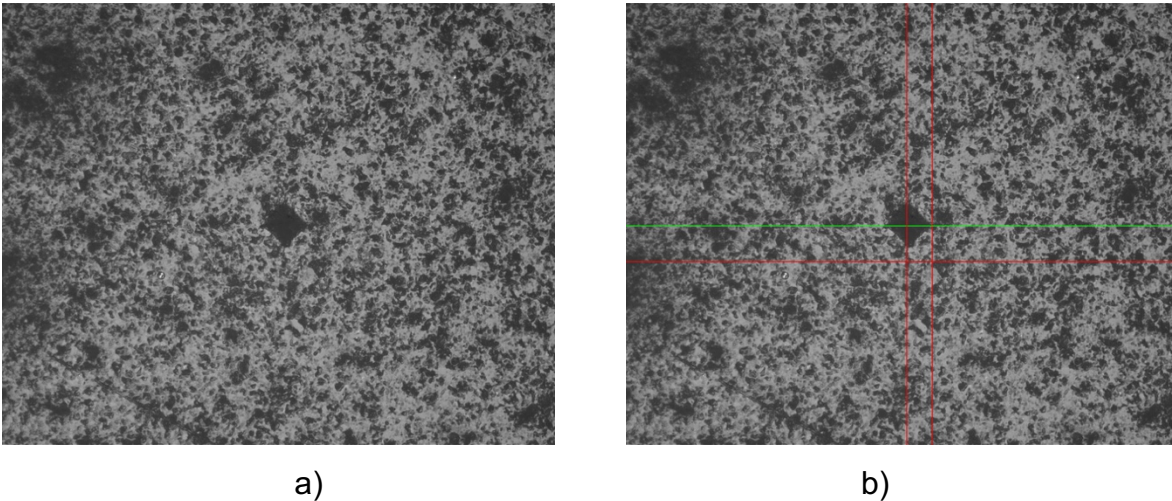


Figura 36. Muestras de alúmina con aglutinante e indentación para medición de tenacidad a la fractura

#### 4.7 Comparación de sistemas.

Después de los resultados obtenidos y conociendo cuáles sistemas tuvieron mejor funcionalidad de acuerdo al método de síntesis de los materiales y con los resultados de densidad, porcentaje de porosidad y dureza obtenidos, que nos sirvieron como punto inicial para la investigación, se hace un comparativo con los materiales existentes en el mercado para su uso en la industria textil, mostrándose en siguiente Tabla 6 [62]. Como se puede observar, estos datos son relevantes e indican que el material puede ser utilizado en la industria textil comparando con los existentes en el mercado. Por ejemplo, la densidad de los sistemas fabricados en este trabajo comparado con la densidad de la muestra de fabricación por la empresa Doceram GmbH presentan una ligera variación del orden de las décimas, en lo que respecta a la porosidad el material de la empresa Doceram GmbH indica en sus especificaciones porosidad 0 y los materiales fabricados en este trabajo tiene una porosidad de 1.004% y 0.03% para los materiales sin y con aglutinante respectivamente. Finalmente, la dureza que presentan los materiales aquí fabricados están por debajo del cerámico de la empresa Doceram GmbH, este aspecto es bueno a favor de los materiales sintetizados en este trabajo ya que el

hecho de que un material tenga baja dureza con respecto a otro hace que el material sea menos frágil.

Tabla 6. Comparación de sistemas

Muestra	Densidad Teórica (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad experimental (g/cm <sup>3</sup> )	% de Porosidad	Dureza (HV 0.5)
<b>Alúmina 99.7% pureza sin aglutinante</b>	3.92	3.848	1.004	1404.4±34
<b>Alúmina 99.7% pureza con aglutinante</b>	3.92	3.915	0.03	1957.7±44
<b>Alúmina 99.7% pureza (EMPRESA DOCERAM)</b>	3.92	3.9	0	2000

## CONCLUSIÓN

De acuerdo a los resultados analizados se puede concluir que:

Se logró establecer un proceso de manufactura funcional en la producción de los materiales cerámicos avanzados en cuanto al proceso de compactación y de sinterizado, ya que las cargas determinadas para la elaboración de las muestras fueron las idóneas, así como el tiempo del ciclo de sinterización, así como los materiales utilizados para la elaboración de las mismas fueron Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y aglutinantes, dadas las características de las muestras obtenidas que dieron como resultado y que fueron analizadas son las adecuadas para la industria textil.

El proceso de compactación que se realizó a una presión de 200 Mpa, influyo en la densidad en verde de las muestras, aunado a los aglutinantes seleccionados para que las piezas se pudieran manejar con facilidad, además que una vez sinterizadas tuvieran una densidad mayor que las muestras que no contenían los aglutinantes.

El empleo del aglutinante es viable ya que este material ejerce una influencia positiva reflejada en la densidad y porosidad del material.

El proceso de sinterización realizado a temperatura de  $1600^\circ\text{C}$  muestra la consolidación del material, por lo cual la temperatura y el tiempo son factores dentro de este proceso que se evaluaron y que se establecieron adecuadamente para esta investigación.

En cuanto a la densidad del material se pudo observar que el proceso de sinterización tuvo un eficiente trabajo logrando que el material alcanzara un alto porcentaje de densificación ubicándose en un 99% en comparación a la densidad teórica, de igual manera pudimos ver al hacer un análisis de la densidad en verde que el proceso de compactación dio un como resultado un material menos denso

el cual puede ser efectuado por falta de carga en el compacto o falta de un proceso de molienda que permita hacer el tamaño de partícula más pequeña y permita tener un compacto con mayor densidad.

La microestructura resulto con diferentes tamaños de grano, la mayor parte del material está constituido por granos pequeños, mientras que la muestra que muestra menor porosidad fue la de alúmina con aglutinante ya que su porcentaje calculado fue de 0.03% por lo cual presenta mejores expectativas y es viable para adecuarse a las necesidades industriales textiles.

La dureza, existe una amplia diferencia en el valor de dureza con respecto a los sistemas elaborados en cuanto a la composición, la dureza del material sin aglutinante fue de  $1404 \pm 34$  HV y en cuanto a la dureza del material elaborado con aglutinante es de  $1957.7 \pm 44$  HV este comportamiento está relacionado con el aumento de densidad y porosidad del material, se ve como el material elaborado con aglutinante tiene un porcentaje menor de porosidad y por consiguiente una mayor dureza.

En resumen, el presente trabajo ha logrado generar el diseño de materiales avanzados de material base alúmina y con la incorporación de aglutinante, los cuales puedan ser utilizados en la industria textil, ya que sus propiedades de microestructura, densidad, dureza y tenacidad a la fractura están aptas a las aplicaciones requeridas con el fin de obtener un producto que pueda realizar las funciones en dicho ámbito en comparación con el material existente en el mercado.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Magaly Arriaga Pérez. "FABRICACIÓN DE MATERIALES AVANZADOS BASE MULLITA (AL<sub>2</sub>SIO<sub>5</sub>) REFORZADAS CON PARTÍCULAS DE PLATA (AG) CERMETS". Tesis. Centro Universitario UAEM valle de México, abril (2015).
2. WILLIAM F., Smith. "FUNDAMENTOS DE LA CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES". Editorial McGraw-Hill, pag 11-13.
3. Rocha Rangel Enrique., Refugio García Elizabeth., Miranda Hernández José G., Torres Rojas Eduardo. "ALUMINA-BASED COMPOSITITES REINFORCED WITH SILVER PARTICLES". Artículo. Advances in materials, 2013. Published online January 10, 2014. pp 1-3
4. Miranda H. J. Guadalupe, Tesis "EFECTO DEL CONTENIDO DE CU EN LAS PROPIEDADES MECÁNICA Y RESISTENCIA ELÉCTRICA DE UN MATERIAL COMPUESTO BASE A1203". Tesis. Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco, 2006.
5. James S. Reed Wiley, "PRINCIPLES OF CERAMIC PROCESSING". Second Edition, Editorial Inter Science.
6. "Materiales Avanzados", CDTI, Ed A Priori, (Junio 1994) pp 38-113
7. Donald R. Askeland. "Ciencia E Ingeniería de Los Materiales" Internacional Thomson editores, tercera edición (1998) pag. 400-445.
8. Ralf Riedel and Wei-Chen, Ceramics Science and Technology Synthesis and Processing, Editorial WILEY-VCH. pp 4-7
9. Randall M. German, Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing, Editorial Metal Powder Industries Federation.
10. Camilo Marín Villar, "Pulvimetalurgia, en busca de nuevos materiales", Metal Actual, 2013.
11. Sánchez Herencia Antonio Javier. "PROCESAMIENTO Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE MATERIALES CERÁMICOS LAMINADOS". Tesis. Universidad Autónoma de Madrid Facultad de Ciencias Departamento de Química, 1995.
12. Francisco Gálvez Díaz-Rubio. "CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE MATERIALES CERÁMICOS AVANZADOS A ALTAS VELOCIDADES DE DEFORMACIÓN". Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Madrid. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Aeronáuticos, 1999.
13. J. Jiménez, M. Poyato, J. F. Fernández. "SISTEMA DE PRECISIÓN PARA COLADO EN CINTA DE MATERIALES CERÁMICOS AVANZADOS" Artículo. Departamento de Electrocerámica, Instituto de Cerámica y Vidrio, C.S.LC, 28500 Arganda del Rey, Madrid.
14. Narciso Romero Francisco Javier. "SÍNTESIS DE MATERIALES CERÁMICOS ESTRUCTURALES (SiC. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, SiAlON)". Tesis Doctoral. Universidad de Alicante, Facultad de Ciencias, diciembre 1992.
15. J. F. Fernández, P. Durany, C. Moure. "MATERIALES CERÁMICOS FERROELECTRICOS Y SUS APLICACIONES". Artículo. Departamento de

- Electrocerámica, Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC, 28500 Arganda del Rey, Madrid.
16. S. Castillo, G. Rojo. "Evolución de los materiales refractarios en cuchara. Refractarios de alta alúmina". Artículo. Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, de Valencia, km 24,300. Madrid.
  17. Hernández Santos Orlando. "SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE CERÁMICOS PIEZOELÉCTRICOS BASE TITANATOS ALCALINOS DE BISMUTO". Tesis de maestría. Instituto Politécnico Nacional, agosto 2010.
  18. V. Stein, C. G. Aneziris. "LOW-CARBON CARBON-BONDED ALUMINA REFRACTORIES FOR FUNCTIONAL COMPONENTS IN STEEL TECHNOLOGY" Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. Germany, 2014.
  19. R. Inoue, J.M. Yang, H. Kakisawa, Y. Kagawa. "Mode I fracture toughness of short carbon fiber-dispersed SiC matrix composite fabricated by melt infiltration process". Artículo. Research Center for Advanced Science and Technology (RCAST), The University of Tokyo, April 4, 2013.
  20. M.A. Damm, M. Sauerborn, T. Fend, U. Herrmann. "OPTIMISATION OF A UREA SELECTIVE CATALYTIC REDUCTION SYSTEM WITH A COATED CERAMIC MIXING ELEMENT". Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. November 4, 2016.
  21. G. Zhu, S. Dong, J. Hu, Y. Kan, L. Gao, X. Zhang, Z. Wang, Y. Ding. "MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF CF/SiC COMPOSITES REINFORCED WITH BORON NITRIDE NANOWIRES" Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. 1State Key Laboratory of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure, Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China, 2016.
  22. C. Fredericci, H.N. Yoshimura, A.L. Molisani, M.M. Pinto, P.F. Cesar. "EFFECT OF TEMPERATURE AND HEATING RATE ON THE SINTERING OF LEUCITE-BASED DENTAL PORCELAINS". Artículo. Laboratory of Metallurgy and Ceramic Materials, Institute for Technological Research of the State of Sao Paulo, Brazil, November 2010.
  23. J. Zárate-Medina, D. L. Trejo-Arroyo, M.E. Contreras-García, J. Muñoz-Saldaña. "EFECTO DEL SEMBRADO CON  $\alpha$ -ALÚMINA EN LA CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE AGLOMERADOS". Artículo. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, U.M.S.N.H., Edif. "U", C.U, C.P. 58060, Morelia, Mich., México. Centro de Investigaciones y Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro 2009.
  24. Linda Boatemaa, Cees Kwakernaak, Sybrand Van Der Zwaag, Willem G. Sloof. "SELECTION OF HEALING AGENTS FOR AUTONOMOUS HEALING OF ALUMINA AT HIGHTEMPERATURES". Artículo. Journal of the European Ceramic Society. Department of Materials Science and

- Engineering, The Netherlands Faculty of Aerospace Engineering, Delft University of Technology.
25. Antonio Ros Moreno, "METALURGIA DEL ALUMINIO" Metalurgia I pp 10-11
  26. K. Moritz, C.G. Aneziris, D. Hesky, N. Gerlach. "MAGNESIUM ALUMINATE SPINEL CERAMICS CONTAINING ALUMINUM TITANATE FOR REFRACTORY APPLICATIONS". Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. Technische Universität Bergakademie Freiberg, Institute of Ceramics, Glass and Construction Materials, Germany February 11, 2014.
  27. Anna Di Prinzio, Yolanda Ng Lee. "PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE SOPORTES CATALÍTICOS ESFÉRICOS DE  $\gamma$ -ALÚMINA". Artículo. Universidad Central de Venezuela, Revista de la Facultad de Ingeniería. Junio de 2008.
  28. Shigeyuki Kitamura, Hajime Ohgushi, Motohiro Hirose, Hiroyuki Funaoka, Yoshinori Takakura, Hiromoto Ito. "OSTEOGENIC DIFFERENTIATION OF HUMAN BONE MARROW-DERIVED MESENCHYMAL CELLS CULTURED ON ALUMINA CERAMICS". Artículo. Department of Orthopedic Surgery, Tissue Engineering Research Center (TERC), National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Japan 2004.
  29. Delgado García Menocal, J.A., Morejón, L. Martínez, S, GIL, F.J. "CERÁMICAS DE CIRCONA PARA APLICACIONES BIOMÉDICAS". Artículo. Centro de Biomateriales, Universidad de La Habana. Biomecánica pag, 46-52 Cuba 2003.
  30. Quispe Chejo Víctor Hugo. "APLICACIONES INDUSTRIALES DE LA NANOTECNOLOGIA". Artículo. Revista de la Información, Tecnología y sociedad. Universidad Mayor de San Andrés pag 58-62.
  31. James S. Reed Wiley, Principles of Ceramic Processing Second Edition, Editorial Inter Science, pp 11-26
  32. T. Mühler<sup>2</sup>, C. Gomes, M.E. Ascheri, D. Nicolaidis, J.G. Heinrich, J. Günster. "Slurry-Based Powder Beds for the Selective Laser Sintering of Silicate Ceramics". Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. BAM Federal Institute of Materials Research and Testing, Unter den Eichen Berlin, Germany 2015.
  33. Caiza Martillo Raúl Wilfrido. "DISEÑO, CONSTRUCCIÓN Y OPERACIÓN DE UN MEZCLADOR PARA PRODUCIR ABONO ORGÁNICO A PARTIR DE LOS RESIDUOS ORGÁNICOS". Tesis. Universidad Politécnica Salesina. Junio 2013.
  34. Borbor Hidalgo Anell Isabel, Crespo Ordóñez Alex Geovanny. "DISEÑO DE UNA LÍNEA DE PRODUCCIÓN DE FERTILIZANTES PULVERIZADOS USANDO MOLINO DE PINES". Tesis. Escuela Superior Politécnica del Litoral. Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción. Ecuador 2016.



35. Donald R. Askeland. "Ciencia E Ingeniería de Los Materiales" Internacional Thomson editores, tercera edición (1998) pag. 400-445.
36. Pascual Aranzana Sergio. "MEJORAS EN EL PROCESADO DE MATERIALES COMPUESTOS CERÁMICOS REFORZADOS CON FIBRAS DE SÍLICE". Tesis. Escuela de Ingeniería y Arquitectura. Universidad de Zaragoza. Febrero 2014.
37. Ainhoa Moreno Sánchez "DESARROLLO DE ACEROS SINTERIZADOS CON NANOFIBRAS DE CARBONO". Proyecto Fin de Carrera Ingeniero Industrial, Escuela Politécnica Superior, Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química, (Julio 2011).
38. Julieta Alonso Santos "DESARROLLO MICROESTRUCTURAL DURANTE LA UNIÓN DE ALÚMINA ( $Al_2O_3/Nb$ ) POR DIFUSIÓN EN FASE LIQUIDA" Tesis de Licenciatura en Ingeniería Químico, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo Facultad de Ingeniería Química, (Julio 2012).
39. American Society for Metals "METALS HANDBOOK. POWDER METALLURGY TERMS AND DEFINITIOS. VOL 7" (1998) Págs12- 13
40. Zhangwei Chen, Xin Wang, Alan Atkinson, Nigel Brandon. "Spherical indentation of porous ceramics: Elasticity and hardness". Artículo. Journal of the European Ceramic Society. Department of Earth Science and Engineering, Imperial College, London 2015.
41. M. N. Rahaman. "CERAMIC PROCESSING AND SINTERING". Libro. Second edition, Marcel Dekker, Inc. New York.
42. Zhangwei Chen, Xin Wang, Finn Giuliani, Alan Atkinson. "MICROSTRUCTURAL CHARACTERISTICS AND ELASTIC MODULUS OF POROUS SOLIDS". Artículo. ScienceDirect. Department of Materials, Imperial College London, February 2015.
43. M. Beghini, L. Bertini, V. Fontanari. "Evaluation of the stress–strain curve of metallic materials by spherical indentation". Artículo. International Journal of Solids and Structures. Dpt. Ingegneria meccanica, nucleare e della produzione, University of Pisa. Italy September 2005.
44. D. Chicot, M. Yetna N'Jock, F. Roudet, X. Decoopman, M.H. Staia, E.S. Puchi Cabrera. "SOME IMPROVEMENTS FOR DETERMINING THE HARDNESS OF HOMOGENEOUS MATERIALS FROM THE WORK OF INDENTATION" Artículo, Revista Elsevier B.V. International Journal of Mechanical Sciences, 2015.
45. Seung Kyun Kang, Young Cheon Kim, Jin Woo Lee, Dongil Kwon, Ju Young Kim. "EFFECT OF CONTACT ANGLE ON CONTACT MORPHOLOGY AND VICKERS HARDNESS MEASUREMENT IN INSTRUMENTED INDENTATION TESTING" Artículo, Revista Elsevier B.V. International Journal of Mechanical Sciences, 2013.
46. Juan Manuel Meza, Cesar A. Chaves, Juan Manuel Vélez. "INDENTATION TECHNIQUES: MECHANICAL PROPERTIES MEASUREMENT OF CERAMICS". Artículo. Universidad Pontificia Bolivariana- Medellín. Grupo

- Ciencia y Tecnología de Materiales. Universidad Nacional de Colombia - Medellín. Diciembre de 2005.
47. Andrés Pérez Reyes. "RELACIÓN ENTRE CURVAS DE INDENTACIÓN Y CURVAS DE TRACCIÓN EN ALEACIONES Al-Sn CON DIFERENTES TRATAMIENTOS TERMOMECAÑICOS" Tesis de licenciatura, Universidad Nacional Autónoma de México.
  48. Haein Choi-Yim, Donghua Xu, William L. Johnson "Ni-BASED BULK METALLIC GLASS FORMATION IN THE Ni-Nb-Sn AND Ni-Nb-Sn-X (X= B, Fe, Cu) ALLOY SYSTEMS" Artículo, Revista Elsevier B.V. International Journal of Mechanical Sciences, 2002.
  49. J. Schnieder, L. Lynen, N. Traon, T. Tonnesen, R. Telle. "CRACK FORMATION AND SHAPE OF FRACTURE SURFACE IN TABULAR-ALUMINA-BASED CASTABLES WITH ADDITION OF SPECIFIC AGGREGATES". Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. Institute of Mineral Engineering, Germany 2014.
  50. D. Henneberg, A. Ricoeur. "Numerical Two-Scale Simulations of Damage Evolution at Refractory Materials". Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. University of Kassel, Institute of Mechanics, Germany, February 25, 2014.
  51. D. Pilipenko, Y. Natazon, H. emmerich. "INFLUENCE OF TEMPERATURA DEPENDECE OF BULK MODULUS ON CRACK PROPAGATION VELOCITY". Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. Material and Process Simulation, University of Bayreuth, Germany 2014.
  52. James Wade, Santonu Ghosh, Phoebe Claydon, Houzheng Wu. "CONTACT DAMAGE OF SILICON CARBIDE CERAMICS WITH DIFFERENT GRAIN STRUCTURES MEASURED BY HERTZIAN AND VICKERS INDENTATION". Artículo. ScienceDirect. Department of Materials, Loughborough University, January 2015.
  53. R. Torrecillas J. S. Moya. "MECÁNICA DE FRACTURA EN MATERIALES CERÁMICOS FRAGILES. I: PRINCIPIOS FUNDAMENTALES". Artículo. Instituto de Cerámica y Vidrio, C.S.I.C. Arganda del Rey. Madrid 1998.
  54. M. Karhu, J. Lagerbom, P. Kivikytö-Reponen, A. Ismailov, E. Levänen. "REACTION HEAT UTILIZATION IN ALUMINOSILICATE-BASED CERAMICS SYNTHESIS AND SINTERING". Artículo. Journal of Ceramic Science and Technology. Technical Research Centre of Finland, Finland Nov. 2016.
  55. Kalpakjian, Schmid. "MANUFACTURA, INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA". Quinta edición, Editorial Prentice Hall.
  56. Vidal Nolario Ivonne, Muñoz Andrade J. Daniel. "UN SISTEMA PARA MEDIR LA DENSIDAD DE MATERIALES DEFORMADOS SUPERPLÁSTICAMENTE" Departamento de Materiales, Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco. México, D.F. 27 de marzo del 2000.

57. Barsoum M. W. "FUNDAMENTALS OF CERAMICS" libro, editorial McGraw-Hill, Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia. 2003. Pag 76-79.
58. Alvarenga Beatriz, Máximo Antonio "FÍSICA GENERAL" Editorial Harla. Tercera edición 1990, pag 265 - 267.
59. Philomina Ekka "EFFECT OF BINDERS AND PLASTICISERS ON ALÚMINA PROCESSING". Thesis. National Institute of Technology Rourkela, June (2011).
60. Randall M. German, Sintering Theory and Practice 1st Edition, Editorial Wiley Inter Science. pp1-4.
61. Rocha Rangel Enrique, Díaz de la Torre Sebastián, Artículo: "Determinación de la tenacidad a la mediante indentación Vickers", Universidad Autónoma Metropolitana, Centro de Investigación e Innovación Tecnológica CIITEC. IPN. Revista Ingenierías (Nuevo León) (Abril-Junio 2008). pp 1-3
62. Doceram GmbH, 2017, Technical Data, Dortmund Germany, [http://doceram.com/media/filer\\_public/fe/92/fe92f98f-c809-4a5a-88e8-076ef8843d48/doceram-technische-daten-technical-data.pdf](http://doceram.com/media/filer_public/fe/92/fe92f98f-c809-4a5a-88e8-076ef8843d48/doceram-technische-daten-technical-data.pdf)