

2. SINTERIZADO DE UN OBJETO CERÁMICO POR PRESIÓN

2.1. Objetivos docentes

Familiarizarse con las materias primas y utilización del instrumental necesario para la fabricación de un objeto cerámico por prensado de un sistema material en polvo.

2.2. Objetivo del trabajo práctico

Preparar una pastilla de manganato de litio utilizando una pequeña prensa de laboratorio. Desmoldar la pastilla correctamente y determinar su densidad volumétrica.

2.3. Fundamento teórico

Procesos cerámicos

Se denominan procesos cerámicos a todos los procesos que se realizan para la fabricación de materiales y objetos cerámicos. En los procesos cerámicos se distinguen tres etapas: 1) formulación y mezclado de las materias primas, 2) conformado y 3) sinterizado.

Las materias primas cerámicas habitualmente son minerales o productos sintéticos de gran pureza en forma de sistemas materiales en polvo, es decir, materiales finamente divididos con un tamaño de partícula del orden de las micras (10^{-6} m). El agua y los aditivos son otras materias primas fundamentales de las mezclas cerámicas. Todas las materias primas deben adicionarse en la cantidad apropiada (formulación) y mezclarse hasta conseguir que la mezcla sea homogénea.

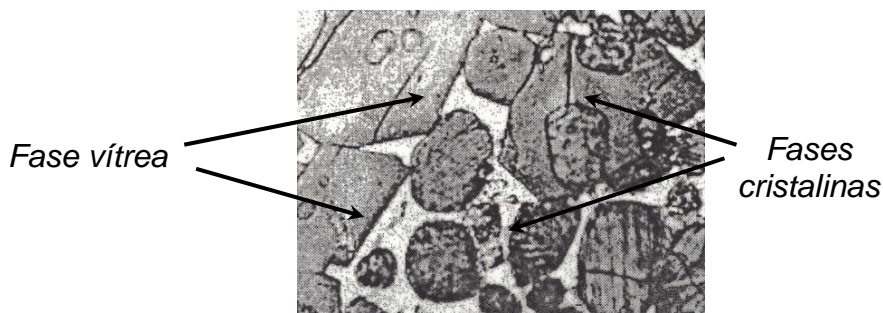
En el conformado se trabajan las materias primas para darle forma al objeto cerámico, mientras que el sinterizado es el tratamiento por el cual las partículas de las materias primas quedan unidas formando el objeto sólido voluminoso. En algunos procesos el conformado se realiza antes del sinterizado (moldeado de cerámica tradicional), en otros se realiza después (soplado de vidrios) y en otros se realizan al mismo tiempo (prensado en caliente).

El conformado se realiza por deformación plástica (extrusión, torneado, prensado, ...) de mezclas cerámicas o masas fundidas, o bien por colado o inyección de la mezcla de materias primas en un molde apropiado. Cuando el conformado se realiza antes del sinterizado, la pieza debe mantener su forma hasta que se produzca el sinterizado. Para ello a veces es necesario disminuir el contenido de agua de la mezcla cerámica en procesos de secado, y en cualquier caso son críticos los cambios de volumen que puede sufrir la pieza tras el conformado, bien sea por la

eliminación de agua y otros componentes volátiles o por las variaciones térmicas a que se vea sometida.

En la fabricación de objetos cerámicos se distinguen tres tipos de sinterizado: i) por liga vítrea, ii) por liga química y iii) por liga cerámica. Los dos primeros tienen en común el hecho de que durante el sinterizado parte de las materias primas se encuentran en estado líquido. El líquido penetra en los espacios vacíos entre las partículas sólidas, y finalmente pasa a estado sólido atrapando y uniendo todas las partículas.

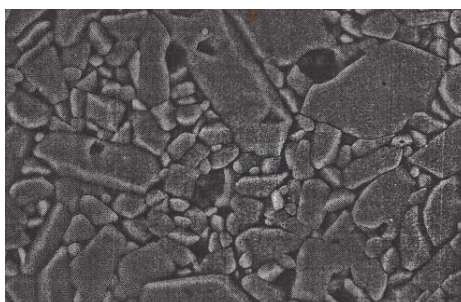
Se denomina liga vítrea cuando mediante un tratamiento térmico se funden únicamente las materias primas con un punto de fusión más bajo. Al enfriar las materias fundidas forman fases amorfas quedando un material con una microestructura como la que se puede ver en la siguiente figura:



La liga vítrea es la que tiene la cerámica tradicional fabricada mediante procesos de cocción. En el procesado de los vidrios, todas las materias primas pasan a estado fundido por lo que únicamente persiste la fase vítrea.

Se denomina liga química cuando la mezcla de materias primas contiene fases líquidas que al reaccionar químicamente con otras sustancias presentes en la mezcla y con la superficie de las partículas sólidas dan lugar a un material sólido que acaba rellenando los huecos entre las partículas. A veces también se denomina liga cementicia o liga hidráulica, ya que este tipo de sinterizado es el que se da en los cementos, yesos y cales cuando sufren reacciones de hidratación.

La liga cerámica es aquella en la que la unión de los granos se produce por procesos de recristalización en estado sólido, sin que ningún componente de la mezcla cerámica llegue a fundir. Este tipo de sinterizado se realiza mediante presión y temperatura. El resultado de las altas presiones suele ser un material cerámico muy compacto donde los granos están muy encajados unos en otros, como se ve en la siguiente figura:



El sinterizado por liga cerámica se utiliza habitualmente para la fabricación de piezas de cerámicas avanzadas a partir de materias primas sintéticas de gran pureza.

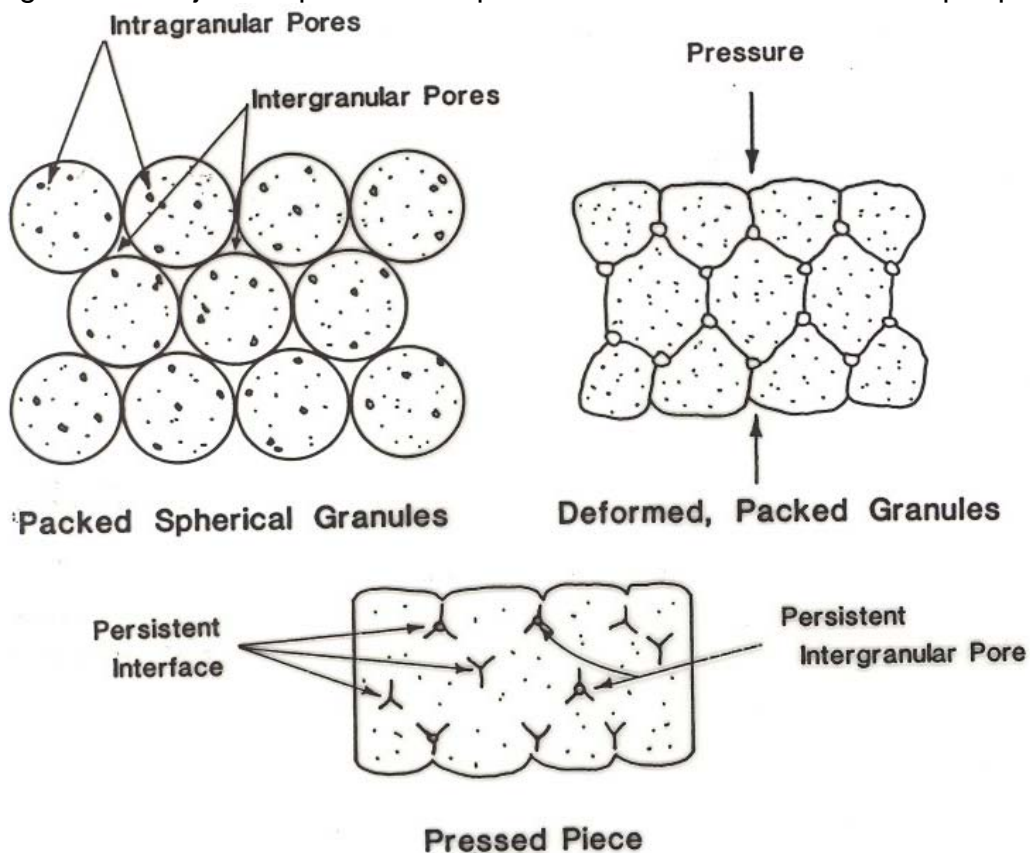
El prensado en el procesado de cerámicos

El prensado se utiliza en los procesos cerámicos tanto para el conformado como para el sinterizado. El aumento de la presión puede ir acompañado o no de un incremento de la temperatura que modifique la viscosidad de las mezclas y facilite la difusión de especies durante el sinterizado.

Las mezclas cerámicas que sean plásticas se introducen y adaptan fácilmente a la forma de un molde aplicándoles una ligera presión. Las mezclas de menor viscosidad (barbotinas) se introducen en un molde permeable a la fase líquida y con un poco de presión se elimina parte de la fase líquida quedando conformado el objeto. En estos casos en los que únicamente se da forma al objeto sin que se produzca el sinterizado final, el desmoldado es un paso especialmente crítico para la integridad de la pieza.

El sinterizado se realiza normalmente a presiones mucho mayores, y acompañado o no de temperatura pero sin que las materias primas lleguen a fundir. Para determinar las presiones y temperaturas adecuadas a cada mezcla cerámica se utiliza la información disponible en los diagramas de fase.

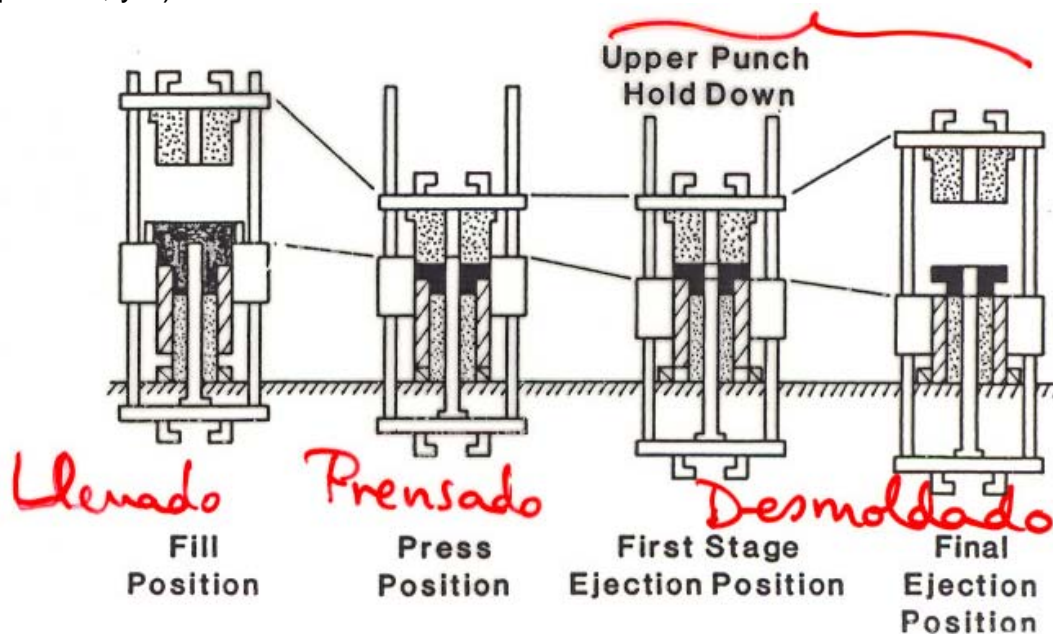
En el siguiente dibujo se representa lo que ocurre durante el sinterizado por presión:



La presión tiene que aplicarse durante el tiempo suficiente para que se produzcan todos los procesos difusivos que requiere el sinterizado en fase sólida (reacciones

de estado sólido, recristalizaciones, ...). Para presiones muy elevadas y durante tiempos largos, la porosidad y las interfases de los granos originales pueden llegar a desaparecer completamente, dando lugar a un cerámico muy compacto con granos completamente recristalizados. Cuando las materias primas sean extremadamente duras o no se apliquen presiones muy elevadas, la porosidad que queda en el objeto cerámico puede ser alta. Determinando el volumen y la masa del objeto se puede calcular la densidad volumétrica, y si se conoce la densidad última del material sólido que forma el objeto se puede estimar la porosidad, es decir, el porcentaje de volumen vacío que tiene el objeto.

En el siguiente dibujo se representan los pasos que hay que seguir para el sinterizado por presión: 1) llenado del molde, 2) prensado, 3) eliminación de la presión, y 4) desmoldado.



En esta práctica se realizarán estos cuatro pasos para obtener un objeto cerámico en forma de pastilla, utilizando un molde cilíndrico y una pequeña prensa de laboratorio.

2.4. Material e instrumental necesarios

- Guantes y mascarilla protectora para el polvo
- Mortero de vidrio o de ágata
- Cucharas o espátulas para pesar (dos unidades)
- Vidrio de reloj, papel satinado o bandejitas para pesar
- Una espátula plana y unas pinzas para manipular la pastilla
- Cajita petri o portaobjetos sobre el que colocar la pastilla desmoldada
- El producto cerámico en polvo (LiMn_2O_4)
- Un aditivo ligante y plastificante (KBr)
- Balanza de sensibilidad 0.001 g
- Un molde con forma de pastilla
- Una prensa de laboratorio (hasta 15 toneladas)

2.5. Protocolo para la realización práctica

En la realización de la pastilla de manganato de litio (LiMn_2O_4) se va a adicionar un 10% en peso de bromuro potásico (KBr) que actúa como ligante y plastificante facilitando el sinterizado por presión.

Estos productos químicos no son especialmente peligrosos aunque no es conveniente respirar los sistemas en polvo. Es conveniente utilizar guantes y mascarilla para el polvo de manera preventiva.

El procesado consta de cinco etapas:

- Determinación de las cantidades de los dos componentes de la mezcla cerámica y vertido en el mezclador
- Mezclado
- Llenado del molde
- Prensado o sinterizado por presión
- Desmoldado

1- Pesada de las materias primas en su justa medida y volcado en el mezclador:

En este caso, la mezcla cerámica tiene sólo dos componentes: la materia prima principal (LiMn_2O_4) y un aditivo (KBr). El aditivo debe adicionarse al 10% en peso.

- Calcula la cantidad de aditivo que hace falta para 0,300 g de LiMn_2O_4 .

La pesada de las materias primas se realizará en una balanza de sensibilidad al menos 0,001g. El instrumental necesario para pesar es un trozo de papel de filtro, 1 vidrio de reloj o trozo de papel satinado, 2 espátulas, los frascos con las materias primas y el mortero de vidrio. Lleva todo el instrumental necesario cerca de la balanza de sensibilidad 0.001 g y procede a pesar el manganato de litio y posteriormente el KBr. Para ello sigue los siguientes pasos:

- Coloca un papel de filtro sobre el plato de la balanza y encima el papel satinado previamente doblado en cuatro trozos, y tara la balanza con el compartimento cerrado.
- Abre el compartimento de la balanza y utiliza una espátula limpia para extraer y pesar la cantidad necesaria de manganato de litio. Cuando lo tengas con una precisión 0.001 g con la balanza cerrada, vierte el polvo con mucho cuidado en el mortero.
- Coloca el mismo papel satinado en la balanza, ciérrala y tálala de nuevo. Procede a pesar el bromuro potásico utilizando la segunda espátula limpia. Viértelo en el mortero con cuidado de no perder material.
- Desecha el papel satinado y el papel de filtro que se han utilizado, depositándolos en el contenedor habilitado para ello. Vuelve a tu lugar de trabajo dejando la balanza limpia y tarada.

2- Mezclado de las materias primas:

El mezclado se realizará preferentemente en un mortero de ágata o en su defecto en uno de vidrio, aplicando movimientos circulares continuados con la mano del mortero a las materias primas hasta obtener una mezcla homogénea. El mezclado producirá una reducción del tamaño de grano del aditivo, y también romperá los agregados que se han podido formar durante la síntesis por reacción de estado sólido del manganato de litio.

El tiempo de mezclado no será inferior a 5 minutos. La mezcla cerámica debe ser homogénea en tamaño de partícula y color al final del mezclado.

3- Llenado del molde:

El molde es un pastillero que consiste en un cuerpo cilíndrico hueco capaz de soportar altas presiones (1) y dos cilindros pequeños (3) entre los que se colocará la mezcla cerámica para hacer la pastilla. Para aplicar la presión este cuerpo se coloca sobre una base resistente (2) que también tiene la opción de hacer vacío a la vez que se aplica la presión, y la presión se transmite al cerámico a través de un émbolo cilíndrico (4).



- Localiza el pastillero y familiarízate con sus componentes: cuerpo principal (1), soporte (2), dos cilindros pequeños (3) con una cara pulida a espejo, un émbolo o cilindro grande (4), y una pieza transparente (5)

- Encaja el cuerpo principal (1) en el soporte (2) e introduce uno de los cilindros pequeños con la cara brillante hacia arriba.



- Con la ayuda de una espátula vierte la mezcla cerámica en el pastillero. Repártela homogéneamente en el molde dándole unos golpecitos si fuera necesario, con especial cuidado de no rayar la cara pulida del cilindro pequeño que hay en la base.



- Coloca la parte superior del molde con la cara brillante hacia el producto y encima coloca el émbolo



Ya puedes quitarte la mascarilla para el polvo.

4- Prensado:

- Coloca el molde lleno en la prensa asegurándote que queda bien centrado en el círculo dibujado en la base. Baja el tornillo girando la rueda superior en sentido horario hasta que llegue a presionar firmemente el émbolo.



- Comprueba que el tornillo que controla la presión de la prensa (junto al manómetro) está cerrado



- Subiendo y bajando el mango lateral aplica una presión de 10 toneladas y mantenla durante 5 minutos.

¡TEN CUIDADO DE NO SOBREPASAR LAS 10 TONELADAS!



- A los cinco minutos elimina la presión girando el tornillo junto al manómetro hacia la posición "release". Eleva el tornillo prensil girando la rueda superior en sentido contrario a las agujas del reloj y recupera el molde.

5- Desmoldado:

La pastilla preparada es muy frágil, por lo que habrá que tener mucho cuidado y cierta habilidad para desmoldarla y determinar su masa y su volumen sin que se rompa.

Para el desmoldado procede del siguiente modo:

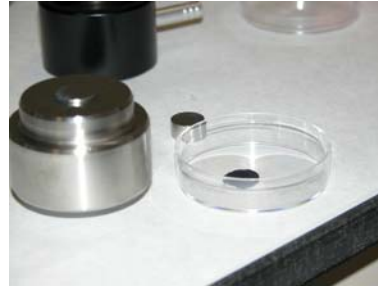
- Separa el cuerpo principal del molde (1) de la base negra (2) con cuidado de que no se caiga el émbolo (4) ni los cilindros con la pastilla.

- Colócalo de forma invertida apoyando el émbolo sobre la mesa y aplica una ligera presión para que los dos cilindritos y la pastilla se eleven de forma suave y progresiva hasta salir del cuerpo principal:



Si los cilindros están muy atascados localiza a tu supervisor para realizar el desmoldado con ayuda de la prensa.

- Retira el primer cilindrito y luego retira la pastilla con ayuda de la espátula plana. Con mucho cuidado se coloca la pastilla en una cajita Petri o sobre un portaobjetos de vidrio.



- Si el molde ha quedado sucio, límpialo con una brocha, evitando en todo momento que puedan rallarse las caras brillantes de los cilindros pequeños.

6- Lavar el material utilizado en la práctica:

El material de vidrio (mortero con masa y vidrio de reloj) y las espátulas se lavan con agua del grifo frotándolo con una esponja suave con un poco de jabón. Se enjuaga con abundante agua del grifo, y finalmente se le da un último enjuague con un poco de agua destilada. Se seca ligeramente con papel y deja todo secando en la estufa a 70 - 80 °C.

Si todavía tienes los guantes puestos, es el momento de quitárselos para manipular la pastilla más cómodamente.

7- Determinación del peso y las dimensiones del objeto cerámico:

Maneja la pastilla con mucho cuidado, utilizando la espátula plana o unas pinzas de punta plana para evitar que se rompa antes de finalizar

Determina el espesor de la pastilla con un micrómetro, y su diámetro con un calibre o pie de rey. Anota la sensibilidad de estos dos instrumentos ya que se necesitará para la realización del informe de la práctica.

Determina la masa de la pastilla con una balanza de sensibilidad 0.001 g.

8- Cálculo de la densidad volumétrica y de la porosidad

Con estos datos ya se puede calcular la densidad volumétrica del objeto cerámico. (Véase la práctica nº 3 para una introducción a la densidad y la porosidad de un material sólido)

Sabiendo que la densidad última del KBr es 2.75 g/cm³ y la del LiMn₂O₄ es 4.29 g/cm³, calcula la porosidad del objeto cerámico estimando también la incertidumbre asociada a esta magnitud derivada.

2.6. Claves para el informe

- Masas realmente utilizadas de cada una de las materias primas
- Color y tamaño de grano (grueso, medio, fino o muy fino) de las materias primas
- Tiempo de mezclado utilizado realmente

- Presión aplicada, tiempo de aplicación e incidentes ocurridos en el prensado
- Incidentes en el desmoldado del objeto
- Diámetro y espesor de la pastilla expresado correctamente como magnitudes experimentales.
- Masa de la pastilla expresada correctamente
- Densidad volumétrica del objeto cerámico (con su incertidumbre)
- Porosidad del objeto cerámico (con su incertidumbre)