

EVALUACIÓN DE ADITIVOS PARA LA FABRICACIÓN DE PASTILLAS
CERÁMICAS

MARIA FERNANDA MORA USMA
HERNANDO DUQUE CHICA

UNIVERSIDAD EAFIT
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE PROCESOS
MEDELLÍN
2006

EVALUACIÓN DE ADITIVOS PARA LA FABRICACIÓN DE PASTILLAS
CERÁMICAS

MARIA FERNANDA MORA USMA
HERNANDO DUQUE CHICA

Proyecto de grado para optar al título de
Ingeniero de Procesos

Asesor

MARCO VALENCIA

Ingeniero MT - MSC en Materiales

Co-Asesor

ANDRÉS CADAVID RENDÓN

Ingeniero Cerámico

UNIVERSIDAD EAFIT
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE PROCESOS
MEDELLÍN
2006

Nota de aceptación:

Firma del Presidente
del Jurado

Firma del Jurado

Firma del Jurado

Medellín, Noviembre de 2006

Dedicamos este proyecto a nuestras madres por su apoyo incondicional en este y todos los proyectos que hemos emprendido en nuestras vidas. Y a todas las personas cercanas a nosotros que creen y confían en nuestro desempeño personal y profesional.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a todas las personas que de una u otra forma, colaboraron con la realización de este proyecto, y en especial a:

A ELECTROPORCELANA GAMMA S.A. por brindarnos la oportunidad de realizar este proyecto apoyados en su conocimiento, experiencia y tecnología y por aportar en nuestra formación personal y profesional.

MARCO A. VALENCIA por su asesoría y colaboración para la realización de este proyecto.

ANDRES CADAVID por su asesoría y acompañamiento permanente a lo largo del proyecto.

DAVID MESA por su asesoría y valiosa colaboración en la gestación y acompañamiento de este proyecto.

RAMIRO RESTREPO por sus importantes aportes para la realización de este proyecto.

ANDRES HINCAPIE por su colaboración en el diseño y análisis estadístico de los experimentos de esta investigación.

EDISON GIL PAVAS por su asesoría en el diseño de experimentos de esta investigación.

PERSONAL LABORATORIOS CERÁMICO Y PPC DE SUMICOL por su colaboración, ayuda y por permitimos usar sus instalaciones y equipos para las pruebas allí realizadas.

PERSONAL LABORATORIOS DE INGENIERIA DE PROCESOS DE LA UNIVERSIDAD EAFIT por su colaboración y paciencia durante los ensayos allí realizados.

CONTENIDO

	Página.
RESUMEN	15
ABSTRACT	17
INTRODUCCIÓN	19
PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN	21
OBJETIVOS	22
OBJETIVO GENERAL	22
OBJETIVOS ESPECIFICOS	22
1. MARCO TEORICO	24
1.1 CARACTERÍSTICAS DE UN POLVO CERÁMICO	27
1.2 COMPACTACIÓN DE POLVOS O GRÁNULOS CERÁMICOS	32
1.3 TIPOS DE LIGANTES	33
1.3.1 Polímeros vinílicos como ligantes	34
1.3.1.1 Alcohol Polivinílico (PVA)	35
1.3.2 Polímeros celulósicos como ligantes	37
1.3.2.1 Propiedades de la celulosa	38
1.3.2.2 Funciones de la celulosa en cerámicos	40
1.3.3 Polietilenglicol (PEG)	40
2. METODOLOGÍA	43
2.1 PRIMERA ETAPA	43
2.2 SEGUNDA ETAPA	43
2.3 TERCERA ETAPA	43

2.4 CUARTA ETAPA	43
2.5 QUINTA ETAPA	44
2.6 SEXTA ETAPA	44
2.7 SÉPTIMA ETAPA	44
2.8 OCTAVA ETAPA	44
2.9 NOVENA ETAPA	44
3. VARIABLES FUNDAMENTALES DE ENTRADA	45
3.1 ADITIVO	45
3.2 PORCENTAJE DE ADITIVO	45
3.3 PRESION EN LA COMPACTACION	45
4. MÉTODO	47
4.1 MOLIENDA DEL OXIDO DE ZINC	47
4.1.1 Características del Oxido de Zinc antes de moler	48
4.1.2 Características del Oxido de Zinc después de moler	48
4.2 ACONDICIONAMIENTO DE LA MEZCLA OXIDO DE ZINC AGUA Y ADICIÓN DEL AGLUTINANTE	48
4.2.1 Cálculo de la cantidad de aditivo a emplear a partir del porcentaje	49
4.2.2 Aditivos aglutinantes empleados	50
4.3 SECADO	51
4.4 TAMIZADO	52
4.5 PRENSADO	52
4.6 SINTERIZADO	53
5. DIAGRAMAS DE FLUJO	55
5.1 DIAGRAMA DE FLUJO BLOQUES (BFD)	55
5.2 DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO (PFD)	55

6. DISEÑO DE EXPERIMENTOS	58
6.1 ETAPA 1: ENSAYOS EXPLORATORIOS	58
6.1.1 caso 1	58
6.1.2 caso 2	59
6.1.3 caso 3	60
6.2 ETAPA 2: ENSAYOS PARA DEFINIR LA MEJOR RELACIÓN:	
TIPO DE ADITIVO %ADITIVO Y PRESIÓN EJERCIDA	62
6.2.1 Diseño de experimentos: multinivel factorial	62
7. ANALISIS DE RESULTADOS	65
7.1 ENSAYOS EXPLORATORIOS	65
7.2 ENSAYOS PARA DEFINIR LA MEJOR RELACIÓN: TIPO DE	
ADITIVO, %ADITIVO Y PRESIÓN EJERCIDA (MULTINIVEL	
FACTORIAL)	66
7.2.1 Densidad aparente en Crudo	69
7.2.1.1 Datos y resultados de la	
Prueba de densidad aparente en crudo	70
7.2.2 Densidad aparente después de quema	70
7.2.2.1 Datos y resultados de la prueba	
de densidad aparente después de quema	70
7.2.3 Absorción de las pastillas	72
7.2.3.1 Datos y resultados de la prueba	
de absorción	73
7.2.4 Registro fotográfico de algunas pastillas	
con lupa electrónica	76
7.2.5 Cálculo de las pérdidas por ignición	77
7.3 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO	
DE EXPERIMENTOS	78
7.3.1 Análisis de densidad aparente	
en crudo (Método de mercurio)	79

7.3.2 Análisis de densidad aparente después de quema (Método de mercurio)	83
7.3.3 Análisis de absorción	89
7.3.4 Análisis de pérdidas por ignición	95
7.3.5 Verificación de combinación óptima	95
7.3.5.1 Densidad aparente en crudo	95
7.3.5.2 Densidad aparente después de quema	96
7.3.5.3 Absorción	96
8. ANÁLISIS DE RESULTADOS	97
9. CONCLUSIONES	100
10. RECOMENDACIONES	102
BIBLIOGRAFIA	103
ANEXOS	107

LISTA DE TABLAS

	Página.
Tabla 1: Ejemplos de tipos de aditivo	33
Tabla 2: Sustitutos del grupo R en polímeros vinílicos	35
Tabla 3: Sustitutos del grupo R en polímeros celulósicos	37
Tabla 4: Productos comerciales y los típicos niveles de sustitución R	39
Tabla 5: a), b), c). Características principales de los aditivos aglutinantes usados en el proyecto	50
Tabla 6: Características principales del óxido de Zinc usado en el proyecto	51
Tabla 7: Esquema de ensayos y resultados de ensayos exploratorios	60
Tabla 8: Esquema de ensayos y resultados	61
Tabla 9: Resultados de densidad aparente ensayos exploratorios	61
Tabla 10: Factores y sus respectivos niveles para el diseño de experimentos	62
Tabla 11: Combinación codificada de los factores arrojada por el diseño de experimentos	63
Tabla 12: Combinación de los factores del diseño de experimentos	64
Tabla 13: Resultados de densidad en crudo de las pastillas	70
Tabla 14: Resultados de densidad después de quema de las pastillas	71
Tabla 15: Resultados de absorción de las pastillas después de quema	74
Tabla 16: Resultados de los cálculos de ignición	77
Tabla 17: Análisis de Varianza para Densidad en Crudo	79

Tabla 18: Análisis de Varianza para Densidad en Quema	83
Tabla 19: Análisis de varianza eliminando la interacción Presión * %Aditivo	85
Tabla 20: Análisis de Absorción	89
Tabla 21: Análisis de varianza eliminando la interacción % Aditivo * Aditivo, y el factor Presión	91
Tabla 22: verificación de la densidad aparente en crudo	95
Tabla 23: verificación de la densidad aparente después de quema	96
Tabla 24: verificación de absorción	96

LISTA DE FIGURAS

	Página.
Figura 1: Comportamiento de la tensión – vs – corriente en varistores	25
Figura 2. Formación de cuello durante la sinterización de dos partículas	32
Figura 3: Estructura básica de un polímero vinílico	34
Figura 4: Esquema de un polivinil alcohol totalmente Hidrolizado	36
Figura 5: Estructura de una celulosa	37
Figura 6: propiedades de algunas celulosas	38
Figura 7: Densidad de compactación vs. Aditivos	41
Figura 8: Ilustración sistemática de la compactación en sistemas con aditivos	42
Figura 9. a), b), c) Fotografías molino de atrición	47
Figura 10: Fotografía del secado de la mezcla Oxido de Zinc – Agua – Aditivo en el laboratorio	51
Figura 11: Prensa empleada para la conformación de las pastillas	52
Figura 12: Horno en el cual se lleva a cabo la sinterización de las pastillas cerámicas	53
Figura 13: Curva de sinterizado para las pastillas	54
Figura 14: Gráfico de correlación de densidad aparente y humedad	65
Figura 15: Inmersión de la pastilla cerámica en mercurio para la medición de densidad aparente	67
Figura 16 : Fotos durante la medición de densidad aparente en crudo	68
Figura 17: Equipo de baño maria empleado para prueba de absorción	75

Figura 18: Fotografía con lupa del Ensayo 1 antes de sinterización	75
Figura 19: Fotografía con lupa del Ensayo 5 antes de sinterización	76
Figura 20: Fotografía con lupa del Ensayo 14 antes de sinterización	76
Figura 21: Fotografía con lupa del Ensayo 12	76
Figura 22: Fotografía con lupa del Ensayo 21	76
Figura 23: Gráfico de Pareto densidad en crudo	80
Figura 24: Gráfico de residuales densidad en crudo	81
Figura 25: Grafico de Efectos principales – individuales para densidad en crudo	82
Figura 26: Gráfico de Interacciones para densidad en crudo	83
Figura 27: Grafica de Pareto densidad después de quema	84
Figura 28: Gráfico de residuales densidad después de quema	85
Figura 29: Grafica de Pareto densidad después de quema (reducido)	86
Figura 30: Gráfico de residuales densidad después de quema (reducido)	87
Figura 31: Grafica de Efectos principales - individuales densidad después de quema (reducido)	88
Figura 32: Grafica de Interacciones densidad después de quema (reducido)	89
Figura 33: Grafico Pareto de absorción	90
Figura 34: Grafico de residuales para Absorción	91
Figura 35: Gráfico de residuales Absorción (reducido)	92
Figura 36: Grafica de Efectos principales - individuales Absorción (reducido)	93
Figura 37: Grafica de Interacciones Absorción (reducido)	94
Figura 38: gráfico de pérdidas por ignición vs. Tipo de aditivo	95

RESUMEN

Palabras claves: Pastillas cerámicas, varistores, aglutinantes, densidad aparente, absorción, compactación, porosidad.

El desarrollo del proyecto consistió en la elaboración de pastillas de Óxido de Zinc para varistores evaluando diferentes tipos de aditivos aglutinantes y al mismo tiempo se determinaron las condiciones óptimas del proceso referentes a la cantidad de aditivo empleado y la presión en la compactación de las pastillas cerámicas.

Para efectos de la investigación, los experimentos se realizaron en dos etapas; en la primera se realizaron algunos ensayos exploratorios que permitieron definir las condiciones de molienda para definir el tamaño de grano adecuado del óxido de Zinc, igualmente en esta etapa se hicieron ensayos que permitieron descartar la humedad del material como un posible factor de la siguiente etapa de los experimentos. En la segunda etapa de los ensayos, se evaluaron mediante un diseño de experimentos multinivel factorial, tres factores: Tipo de aditivo, porcentaje de aditivo y presión de compactación, cada uno de los cuales se evaluó en tres niveles : Polietilenglicol (PEG), Hidroxipropilmetilcelulosa y Resina ligante estireno acrílica para tipo de aditivo, 1, 2 y 3 por ciento para porcentaje de aditivo y 300, 350 y 400 Megapascales para presión de compactación.

Las tres variables respuesta que se evaluaron de las respectivas combinaciones de factores y niveles fueron: densidad aparente de la pastilla en crudo, densidad aparente de la pastilla después de quema y absorción de la pastilla. Estas variables respuesta permiten establecer cuales

combinaciones de factores producen las pastillas más compactas y menos absorbentes (porosas).

Los mejores resultados que se obtuvieron mediante el diseño de experimentos y su posterior análisis estadístico para la densidad aparente en crudo fueron con el aditivo PEG, a un porcentaje de 3 y una presión de 300 MPa, dando como resultado una buena densidad en crudo entre 2.94 y 3.02 g/cm³. Para la densidad aparente después de quema el mejor resultado se obtuvo con la combinación Resina, 1% de Resina y presión de 400 MPa y para la absorción la mejor combinación fue la misma.

Adicionalmente el proyecto describe de manera detallada el procedimiento para elaborar pastillas de óxido de zinc desde la etapa de molienda del material hasta la sinterización de las pastillas, incluyendo los equipos empleados a escala de laboratorio, condiciones e insumos. Esto se complementa a través de diagramas de flujo, que de una manera gráfica permiten comprender completamente el proceso desarrollado.

ABSTRACT

Key words: ceramic pieces, varistors, binders, apparent density, absorption, compaction, porosity

The development of this project consisted in the manufacturing of zinc oxide pieces for varistors evaluating different kinds of binders and at the same time it allowed to set the optimum conditions of the process concerning to the binder quantity and the pressure during the ceramic pieces compacting.

The research consisted in two stages; in the first stage the exploratory tests were done and them allowed to characterize the conditions of the milling to define the suitable zinc oxide grain size, also in this stage, some tests allowed to rule out the material humidity as a possible factor for the next stage of the experiments.

At the second stage of experiments, three factors were evaluated by a multilevel factorial experiment design: type of additive binder, percentage of additive and compacting pressure, each of them was evaluated with three different levels: Polietilenglycol (PEG), Hidroxipropylmethylcelulose and an acrylic estiren resin, per additive type; 1, 2 and 3 % per additive percentage and 300, 350 and 400 MPas per the compacting pressure.

The three answer variables that were evaluated for the factor and level combinations were: the green apparent density of the ceramic piece, the apparent density of the ceramic piece before of the sinterizing process and the absorption of the pieces. These answer variables allowed to establish which factors combinations produce more compact pieces and less porous.

The best outcomes obtained by the experiment design and its later statistic analysis for the green apparent density of the ceramic piece were with the PEG additive, a percentage of 3 and a pressure of 300 Mpa, obtaining a piece of green density between 2.94 and 3.02 gr/cm³. For the apparent density before sinterizing the best outcome was obtained with resin, 1% of resin and a pressure of 400 Mpa and for the answer variable absorption the outcome was the same.

The project also describe on detail the method for the manufacturing of the oxide zinc ceramic pieces from the milling stage until the sinterization of the pieces, including the equipments in laboratory scale, conditions and materials. This is complemented through flow diagrams, which, allowed understand better the process developed.

INTRODUCCIÓN

Las redes de distribución de energía eléctrica y los circuitos internos de artefactos domésticos e industriales que funcionan con este tipo de energía, están expuestos continuamente a daños causados por sobrecargas que tienen origen en relámpagos, conmutaciones, entre otros fenómenos.

Debido a esto, las empresas manufactureras del sector eléctrico buscan cada día alternativas para mejorar la tecnología en protección de circuitos eléctricos, una de estas alternativas es el desarrollo de productos como los varistores.

La consolidación de dichos varistores exige la investigación de una pastilla o estructura cerámica obtenida por medio de diferentes procesos y aditivos que sea capaz de ofrecer resistencia eléctrica absorbiendo las energías transitorias causadas por sobretensiones.

El proceso para obtener varistores incluye etapas como: Molienda, Secado, Prensado, cocción y exige por parte del material a compactar ciertas características especiales como el tamaño de partícula, humedad, y el uso de aditivos que le den plasticidad y poder ligante a las partículas. El cómo se relacionen estas variables influye en las buenas especificaciones técnicas de la pastilla final.

En cuanto al uso de aditivos mencionados anteriormente puede encontrarse un incremento en el empleo de polímeros sintéticos como modificadores de reología, dispersantes y aditivos ligantes que se han implementado para mejorar la consistencia y la calidad de los productos cerámicos. Es por ello

que este incremento ha generado la necesidad de comprender el efecto de los aditivos y las transformaciones que genera en los cerámicos; al igual cómo sus propiedades físicas y químicas se manifiestan en la aplicación.

En la búsqueda por mejorar el efecto en el flujo del material (propiedad que se verá reflejada en la compactación); las propiedades del material a prensar y evitar la porosidad en las pastillas, se hace necesario identificar algunos aditivos cuyas propiedades relacionadas a su uso como ligantes serán explicadas en este trabajo.

La evaluación de los aditivos será hecha teniendo en cuenta varios puntos de vista: La influencia del ligante en las propiedades finales, la tendencia a los defectos durante el prensado y la densidad en el cuerpo crudo y sinterizado.

PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN

¿Qué variables son críticas en la fabricación de la pastilla?

¿Qué tipos de aditivos se adaptan mejor al material que desea compactarse?

¿Cómo se comporta y qué compatibilidad (física y química) existe entre el material y los aditivos seleccionados?

¿Qué condiciones de proceso son las más adecuadas para obtener una pastilla lo suficientemente compacta?

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar diferentes aditivos en la elaboración de pastillas cerámicas para varistores basados en la densidad aparente, con la cual se establecerá el grado de compactación de las pastillas.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Identificar las variables críticas que existen en la fabricación de pastillas cerámicas, mediante ensayos e investigación en la literatura con el fin de establecer los factores a tener en cuenta en el diseño de experimentos.
- Por medio de investigación literaria y consultas con expertos en el tema, recopilar información de algunos aditivos que mejoren la capacidad de unión entre las partículas para seleccionar aquellos que más se adapten al material que se utilizará en este trabajo.
- Realizar ensayos definidos por un diseño de experimentos que permitan evaluar el comportamiento de los aditivos con el propósito de definir el manejo y las condiciones que deben dárseles dentro del proceso de fabricación.

- Evaluar las condiciones y variables en las distintas etapas de elaboración de las pastillas cerámicas, basados en los procesos ya existentes para compactar materiales y en los resultados obtenidos para mejorar el proceso completo que conlleve al lograr una pastilla muy compacta.

1. MARCO TEÓRICO

Los varistores cerámicos mas ampliamente utilizados son los varistores de oxido de Zinc mezclados con otros óxidos en mínimas proporciones llamados dopantes. La microestructura de estos cerámicos consiste de granos rodeados por una fina capa intergranular. Un varistor es un cuerpo cerámico denso y complejo que no cumple la ley de ohm, es decir, su resistencia eléctrica disminuye a medida que se le aplica un potencial. [1]

Los varistores son en su gran mayoría cerámicos avanzados con aplicación en el sector eléctrico y electrónico por su excelente capacidad para proteger equipos y diferentes elementos de las sobretensiones. El buen nivel de protección es explicado debido a su alta propiedad no ohmica, la cual es alcanzada durante la sinterización donde se forman los granos de tamaño y hábito adecuados.

Los varistores presentan un comportamiento altamente no lineal en las curvas de campo – densidad de corriente como se muestra a continuación en la Figura 1. En la figura 1 pueden distinguirse tres regiones. La zona de pre-ruptura donde el varistor se comporta como aislante; la zona de ruptura donde la corriente aumenta en varios órdenes de magnitud ante pequeñas variaciones de tensión . En esta zona la corriente y la tensión se relacionan por una expresión del tipo:

$$I = (V / C)^{\alpha}$$

Donde I es la corriente, V la tensión, C una constante y α el coeficiente de no-linealidad. El valor de α es uno para una resistencia óhmica, e infinito para un varistor ideal. Los varistores de ZnO presentan valores del coeficiente de no linealidad entre 30 y 100.

afectan la tensión de ruptura. También es importante el mezclado y prensado de las muestras.[1]

Las estructuras cerámicas tradicionales no poseen las propiedades recientemente descritas. Es por ello que desde hace varios años se vienen desarrollando materiales cerámicos avanzados o también llamados cerámicos de grano ultrafino con los cuales se buscan mejores propiedades y estructuras.

En la fabricación de varistores cerámicos basados en óxidos de zinc, la necesidad de un empaquetamiento homogéneo y consistente se resuelve básicamente mediante las técnicas de molienda, prensado y aditivos. Una de las diferencias más importantes entre los materiales cerámicos de tipo tradicional y los avanzados (comúnmente llamados ultrafinos) está dada por el tipo de materia prima utilizada. Para los primeros se emplean, ya desde la antigüedad, silicatos (arcillas y arenas para el conformado y feldespatos como fundentes) y otros minerales que en general no requieren de tratamientos previos que alteren su composición y estructura originales, mientras la materia prima para los cerámicos avanzados si bien se obtiene a partir de minerales, es necesario darles un tratamiento específico hasta llegar a un producto que se denomina polvo cerámico. Este polvo cerámico se caracteriza por tener una serie de propiedades (composición química, estructura, forma y tamaño de las partículas, dureza, etc.) cuyos valores serán en general distintos o muy poco parecidos a los de los minerales de los que se obtienen, dependiendo de los tratamientos aplicados.

Los polvos cerámicos obtenidos mediante el uso de métodos químicos se utilizan en la fabricación de materiales cerámicos avanzados de propiedades especiales y específicas debido a sus características especiales de

morfología, tamaño, uniformidad química y pureza. Dichos polvos cerámicos tienen aplicación en:

- Materiales cerámicos estructurales, herramientas de corte, aplicaciones energéticas (intercambios de calor, etc.) y bio-cerámicas.
- Materiales electro-cerámicos, que incluyen substratos, condensadores, aisladores, piezas eléctricas, ferritas, resistores y superconductores.

Concretamente el óxido de zinc (ZnO) el cual es la materia prima básica de este trabajo, tiene una gran cantidad de aplicaciones tecnológicas: En el campo de la cerámica tradicional, en las industrias del caucho y adhesivos, en la de recubrimiento y pintura; dada sus propiedades semiconductoras, fotoconductoras y en piezas eléctricas se usa como transductores, sensores, material transparente para electrodos. La obtención de polvos cerámicos de ZnO se hace mediante el proceso de precipitación controlada. [2]

El ZnO posee una estructura wurtzita en la que los iones oxígeno se encuentran en un empaquetamiento hexagonal compacto como se muestra en el ANEXO 1. Los iones Zinc no se encuentran ubicados simétricamente en los sitios tetraédricos, debido a que están desplazados hacia los iones oxígeno (Ver ANEXO 2). El enlace interatómico es esencialmente polar. El óxido de zinc combina ciertas ventajas físicas y comerciales, es de alta pureza y bajo costo y de fácil procesamiento, lo que explica su éxito en la producción de varistores.

1.1 Características de un Polvo cerámico:

Algunas de las condiciones necesarias que debe reunir un polvo cerámico para obtener a partir de él, un material denso y homogéneo son las

siguientes:[16]

- a) Densidad alta de las partículas primarias
- b) Partículas de tamaño micrométrico y submicrométrico con un rango de distribución estrecho de modo que tengan alta área superficial y energía superficial, propiedades que juegan un rol importante durante la sinterización.
- c) Forma isométrica de las partículas (como cristales de formas simples, láminas delgadas, fibras o partículas que tiendan a ser esféricas).
- d) Presentar fases simples y alta pureza.

Una vez obtenido, el polvo cerámico está listo para ser usado en el conformado de las piezas. La formulación de los materiales avanzados incluye, por otra parte, una amplia gama de aditivos químicos usados en las distintas etapas del conformado. Los procesos y métodos de fabricación son básicamente similares a los empleados tradicionalmente en cerámica. En el caso concreto de fabricación de pastillas cerámicas, para lograr que sean densas y libres de defectos, el polvo cerámico puede prepararse en un rango de temperaturas que van desde 900° C hasta 1300° C; sin embargo, desde el punto de vista de la configuración de la microestructura de los bordes de grano, tanto la temperatura como el tiempo de permanencia a la máxima temperatura han de tener en cuenta el balance densidad-tamaño de grano – homogeneidad.[1]

Se puede resumir el proceso para fabricar un material cerámico avanzado en las siguientes etapas:

1) Síntesis de la materia prima.

La materia prima de las pastillas cerámicas, el Oxido de Zinc, (ZnO) es suministrada por la empresa Sumicol S.A. Sin embargo la preparación de dicho polvo antes de iniciar el proceso de conformación de las pastillas es

exigente, pues el tamaño de grano del mismo, debe ser mínimamente micrométrico para que su área superficial sea mayor y exista mayor superficie de contacto de una partícula con otra para de esta manera minimizar los poros en la estructura cerámica.

2) Molienda o pulverización de la materia prima

Para obtener el polvo cerámico con las características deseadas de tamaño de grano, se inicia la primera etapa del proceso de manufactura de las pastillas: La Molienda, que es la etapa en la cual las materias primas granulares son llevadas a un tamaño de grano específico, por medio de molinos. Con la etapa de molienda se busca obtener granos finos con varios fines, entre ellos que se sequen rápidamente. Los granos gruesos retienen por más tiempo agua durante el secado. En el presente trabajo se empleó el molino de atrición del laboratorio de la empresa Electroporcelana Gamma S.A. y mediante algunos ensayos se determinaron las variables a controlar durante la operación de molienda para obtener óxido de zinc micrométrico.

3) Mezclado de las materias primas con aditivos generalmente de tipo orgánico, necesarios para el conformado, como aglomerantes o ligantes, plastificantes, lubricantes, etc.

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, dar fuerza a la parte verde (la parte verde se refiere a los polvos compactados, formados por cualquier proceso, que todavía no se les ha realizado una operación de densificación) y para mejorar la relación de densificación durante la sinterización.

La interacción de los aditivos orgánicos con el sistema polvo-agua fue investigado. Las interacciones las clasifica en tres categorías: [22]

1. Posiblemente no haya interacción del material con los aditivos
2. Puede darse una interacción positiva cuando el complejo asociado es formado por hidrógeno y uniones de Van de Waals.
3. Una interacción negativa se da cuando al adicionar los aditivos se forman las fases.

Todos los sistemas con ligantes alcanzan una máxima resistencia en crudo en función de los diámetros de los gránulos. Se ha observado que los granos gruesos alcanzan menor resistencia en crudo a medida que es mayor el diámetro de los mismos. El diámetro del granulo es crítico por la fricción que habrá entre ellos durante la compactación. [3]

4) Conformado de las piezas por procesos como prensado:

El prensado es un proceso de moldeo o compactación universalmente utilizado en diversos sectores de la industria. En este proceso el efecto de la presión es comprimir las partículas y disminuir los vacíos (huecos) entre ellas, iniciar enlaces interatómicos e incrementar la densidad de la masa, y darle consistencia a los materiales para resistir en crudo y en cocción a los esfuerzos mecánicos, químicos y físicos.[17]

La materia prima cerámica puede ser prensada en estado seco, plástico o húmedo dentro de un troquel o prensa para formar productos con forma determinada. El método de prensado más usado para los cerámicos estudiados en este trabajo es el prensado en seco, este método se emplea para la manufactura de productos refractarios (materiales de alta resistencia térmica) y componentes cerámicos electrónicos.

El prensado en seco se define como la compactación uniaxial simultánea y la conformación de un polvo granulado junto con pequeñas cantidades de agua (humedad) y/o aglutinantes orgánicos en un troquel o prensa.

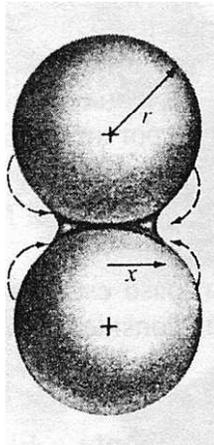
En una operación de compactación uniaxial, los polvos se alimentan en un dado y la presión se aplica externamente a lo largo de un solo eje, por lo cual esta técnica se ajusta a formas relativamente simples. [4]

5) Secado y calcinado de las piezas hasta la eliminación de los solventes y de la materia orgánica.

El propósito del secado de cerámicos es eliminar el agua del cuerpo cerámico plástico, antes de ser sometidas a altas temperaturas. Generalmente, la eliminación de agua se lleva a cabo a menos de 100 °C y tarda alrededor de 24 horas para un trozo de cerámica grande. La mayoría de los cementadores orgánicos pueden extraerse de las piezas cerámicas, por el calentamiento en el rango de 200°C a 300°C; aunque algunos residuos hidrocarbonados, pueden requerir un calentamiento a temperaturas muy elevadas.[18]

6) Sinterizado de las piezas a elevadas temperaturas

La sinterización es el proceso por el que se consigue que pequeñas partículas de un material se mantengan unidas por difusión en estado sólido. En la fabricación de cerámicos, este tratamiento térmico se basa en la transformación de un producto poroso compacto en otro denso y coherente. Si la sinterización se utiliza de modo generalizado para producir formas cerámicas fabricadas de, por ejemplo alúmina, berilio, ferritas y titanatos. En el proceso de sinterización las partículas coalescen por difusión en estado sólido a temperaturas muy altas, pero por debajo del punto de fusión del compuesto que se desea sinterizar. Como se observa en la figura 2, dicha difusión tiene lugar entre las superficies de contacto de las partículas, a fin de que resulten químicamente unidas. A medida que el proceso continúa, las partículas más grandes se forman a expensas de las más pequeñas.[22]



1. Figura 2. Formación de cuello durante la sinterización de dos partículas. La difusión tiene lugar en la superficie de contacto para formar un cuello. *Fuente: ANONIMO 2. Fabricación y aplicaciones de la cerámica . [Artículo de Internet]. <http://www.textoscientificos.com/quimica/ceramicas-avanzadas/fabricacion-aplicaciones>.*

Mientras las partículas consiguen aumentar de tamaño con el tiempo de sinterización, la porosidad de los conglomerados decrece. Finalmente, al cabo del proceso, se obtiene un “tamaño de grano en equilibrio”. La fuerza directriz del proceso es la disminución de energía del sistema. El alto nivel de energía superficial asociado con las partículas pequeñas individuales originales queda reemplazado por la energía inferior global de las superficies de los límites de grano de los productos sinterizados.

1.2 Compactación de Polvos o gránulos cerámicos

Los ligantes orgánicos son polímeros cuya principal función es incrementar la resistencia en crudo de una pieza cerámica. La adición del ligante es también necesaria para lograr un buen fenómeno de prensado. La necesidad económica en la industria cerámica para incrementar la rata de producción de cuerpos prensados se ha convertido en un problema a estudiar. Los ligantes actúan en oposición al recubrimiento elástico que es causado por dos mecanismos: La liberación repentina de energía elástica almacenada en

materiales sólidos y la re-expansión del aire comprimido atrapado en los poros. La expansión inmediata es peligrosa porque conduce a la micro fractura, debilitando el cuerpo prensado y conduciendo a defectos en la etapa de sinterización.

Durante el prensado, los ligantes mejoran la resistencia en crudo del cuerpo formando una película polímero-polímero entre las partículas. La resistencia en crudo es alcanzada dependiendo de qué tan impregnada esté la superficie del grano. [5]

1.3 Tipos de ligantes

Los ligantes son de diverso origen. En la naturaleza encontramos la mayoría de ellos, casi todos polímeros derivados de la industria petrolera; pero también los hay de tipo inorgánico, aunque en menor proporción.

Los ligantes pueden ser de tipo coloidal; reciben este nombre pues son partículas de gran poder floculante y ligante además de contener baja cantidad de álcalis.

Los ligantes de tipo molecular son en su mayoría polímeros con moléculas capaces de adsorber partículas en las superficies y unirlos a la estructura. [6]

En la tabla 1 se relacionan algunos tipos de ligantes, con su naturaleza, origen y algunos ejemplos:

NOMBRE	TIPO	NATURALEZA / ORIGEN	EJEMPLOS
Gomas naturales	molecular	orgánico	Xantato, goma arábica
Celulosas	coloidal	orgánico	Carboximetilcelulosa

Polisacáridos	molecular	orgánico	Dextrina, starch
Alcoholes polimerizados	molecular	orgánico	PVA
Silicatos solubles	molecular	inorgánico	Silicato de sodio
Resinas acrílicas	molecular	orgánico	Polimetil metacrilato
Ceras	molecular	orgánico	parafina
Resinas fenolicas	molecular	orgánico	baquelita
Silicatos orgánicos	molecular	inorgánico	Etil silicato
Grasos	-----	orgánico	Aceite de soya, de lino y de nuez
Glicoles	molecular	orgánico	polietilenglicol

Tabla 1: Ejemplos de tipos de aditivo. Fuente: REED, J. S. (1995) .Principles of ceramics processing. Estados Unidos.Segunda edición. Editorial Wiley – Interscience.

1.3.1 Polímeros vinílicos como ligantes

La estructura molecular básica de los polímeros vinílicos se muestra en la Figura 3

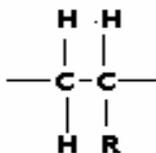


Figura 3: Estructura molecular básica de un polímero vinílico

En la figura 3 , **R** corresponde a un grupo radical que puede ser sustituido por cualquier otro compuesto y dependiendo de esa sustituciones que se le han dan los nombres y los usos a los polímeros vinílicos en industrias textiles, de pinturas y cerámicos . A continuación se muestran algunos ejemplos de los grupos que sustituyen el Radical. [6]

Nombre	Grupo sustituto del R	Funcionalidad	Solubilidad
Polivinil alcohol	-OH	NO IONICO	En líquidos polares
Poliacrilamida	-CONH ₂	NO IONICO	Líquidos polares
Polimetil metacrilato	-COOCH ₃	NO IONICO	Líquidos no polares
Polivinil butiral		NO IONICO	Líquidos no polares

Tabla 2: Sustitutos del grupo R en polímeros vinílicos. *Fuente: REED, J. S. (1995) .Principles of ceramics processing. Estados Unidos.Segunda edición. Editorial Wiley – Interscience.*

1.3.1.1 Alcohol Polivinílico (PVA):

El PVA de alto peso molecular es usado en aplicaciones que requieren altas viscosidades, altos esfuerzos de tensión y reducida sensibilidad al agua. De otro lado, el PVA de bajo peso molecular incrementa la solubilidad en agua, y mejora la flexibilidad.

Debido a que el PVA contiene un gran número de grupos hidroxilo, los cuales son capaces de formar fuertes puentes de hidrógeno, este tipo de polímero es llamado semicristalino. Esta cristalinidad afecta al material en términos de

solubilidad en el agua, esfuerzos de tensión, y adhesión a diferentes sustratos.

La habilidad del PVA para fluir durante la compactación permite la formación de enlace entre el material cerámico , lo cual incrementará los esfuerzos en crudo . Sin embargo la adición de mucho aditivo, puede por el contrario, proporcionar un efecto de deficientes esfuerzos mecánicos. El efecto del PVA y en general de cualquier aditivo en el flujo del material, en procesos cerámicos no está solo relacionado con el tipo de aditivo, sino también con la carga de los sólidos y la cantidad de aditivo utilizada. Los sistemas cerámicos generalmente son moldeados alrededor de su temperatura de transición vítrea (Tg). En aplicaciones para prensado de cerámicos, la Tg del aditivo, juega un papel muy importante en la efectividad de este aditivo para proveer esfuerzos en crudo y minimizar los defectos durante el proceso de prensado.[5]

En la figura 4, se muestra la estructura molecular del polivinil alcohol. A la derecha se observa la estructura básica un vinilo a punto de reaccionar con agua y a la izquierda se observa el vinilo ya hidrolizado y polimerizado, donde “n” representa el grado de polimerización.

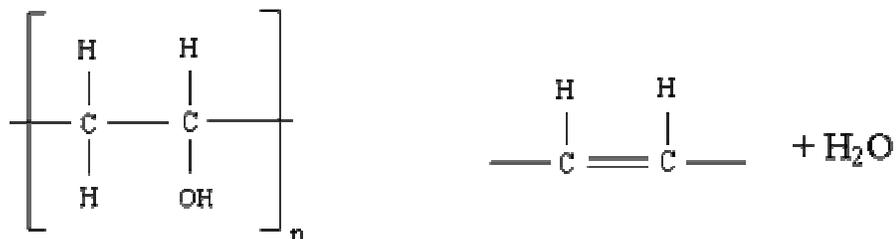


Figura 4: Esquema de un polivinil alcohol .Fuente: UNGSOO, K. (2002) .*The role of polymer compatibility in ceramic processing*. New York. Tesis. (Doctor in ceramic science). New york. Universidad de Alfred.

1.3.2 Polímeros celulósicos como ligantes

Los polímeros a base de celulosa que también cuentan con un grupo radical R como se observa en la figura 5 que puede ser sustituido por otros grupos funcionales que se describen en la tabla 3. La figura 5 ilustra la estructura molecular de una celulosa donde “n” es el grado de polimerización.

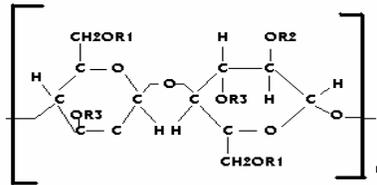


Figura 5: Estructura molecular de una celulosa. Fuente: UNGSOO, K. (2002) .The role of polymer compatibility in ceramic processing. New York. Tesis. (Doctor in ceramic science). New york. Universidad de Alfred.

Algunos ejemplos de los grupos funcionales son: [6]

Nombre	Grupo sustituto del R	funcionalidad	solubilidad
Hidroxietil celulosa	-CH ₂ CH ₂ OH	NO IONICO	En líquidos polares
carboximetil celulosa	-CH ₃	NO IONICO	Líquidos polares
Alginato de sodio	-COONa	ANIONICO	Líquidos polares
Dextrina	-CH ₂ OH	NO IONICO	Líquidos polares

Tabla 3: Sustitutos del grupo R en polímeros celulósicos. Fuente: Fuente: REED, J. S. (1995) .Principles of ceramics processing. Estados Unidos.Segunda edición. Editorial Wiley – Interscience.

Los éteres de celulosa consisten en una gran variedad de polímeros solubles en agua y en compuestos orgánicos. Esta propiedad es función del tipo y la cantidad de grupos hidroxilo sustituidos y el peso molecular del producto

final. Estos polímeros proporcionan propiedades como retención de agua, lubricidad, esfuerzos en crudo, y ligamiento durante la formación (prensado o extrusión). Uno de los factores que hace más críticas las propiedades de la celulosa es el grado de polimerización.

Otro factor determinante de las propiedades de la celulosa es el tipo de sustituyente, el número de grupos hidroxilo sustituidos por anillo de glucosa y la uniformidad de distribución de los sustituyentes. Las celulosas más comunes son la metil celulosa, la etil celulosa y la carboximetilcelulosa.

1.3.2.1 Propiedades de la celulosa

Todos los derivados de la celulosa excepto la hidroxietil celulosa exhiben solubilidad inversa a la temperatura, siendo soluble en agua fría e insoluble en agua caliente. La gelación o temperatura de precipitación es una función del tipo y cantidad de sustituyente. La metil celulosa tiene la temperatura más baja de gelación.

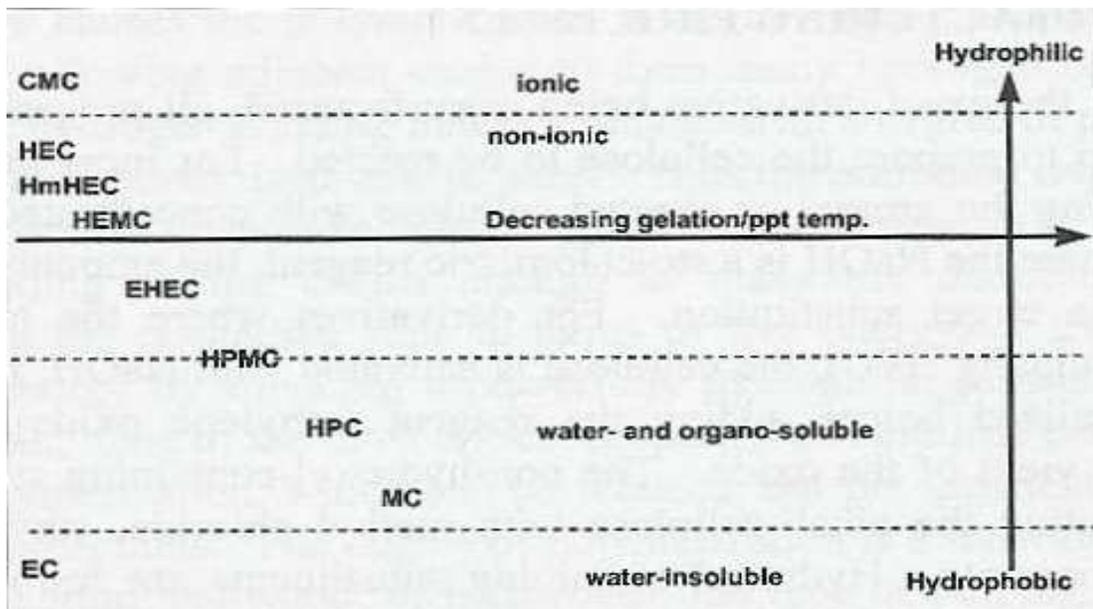


Figura 6: propiedades de algunas celulosas. Fuente: CARTY, W.C. SINTON, C.W. (1998). *Proceedings of the Science of whitewares II conference. Alfred University. Estados Unidos.*

El número de posibles productos que pueden ser hechos al mezclar varios tipos de sustituyentes pueden ser agrupados en cuatro categorías:

- 1) Solubles en solventes orgánicos: Solo la hidroxietilcelulosa
- 2) Solubles en solventes orgánicos y en agua: La Hidroxipropil celulosa (HPC), la metil celulosa (MC), La hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC), y la hidroximetilcelulosa (HEMC).
- 3) De tipo iónico: CMC.

En la siguiente tabla se muestran los productos comerciales y los típicos niveles de sustitución y aunque aquí no se muestran todas las características de cada producto, las que se presentan, sí determinan el uso que debe dársele al producto:

Producto	R1 Sustitución molar	R2 Sustitución molar	Propiedades claves
CMC	0,4-0,8		Hidrofílico; bajo costo
HEC	1,6-3,0		Hidrofílico; no forma gel
HPMC	0,05-1,5	1,3-2,1	moderado para crear fuerzas entre masas
HPC	3,5-4,2		No crea fuerzas entre masas
MC	1,8-2,3		Forma geles muy duros
EC	1,5-2,5		Soluble en orgánicos

Tabla 4 : Productos comerciales y los típicos niveles de sustitución R. *Fuente: CARTY, W.C. SINTON, C.W. (1998). Proceedings of the Science of whitewares II conference. Alfred University. Estados Unidos.*

1.3.2.2 Funciones de la celulosa en cerámicos

Todas las celulosas proveen adherencia, retención de agua, reología pseudo plástica, suspensión o emulsificación y lubricidad.

Las celulosas contienen grupos hidrofóbicos como el metil, el etil o el hidroxipropil los cuales pueden portarse como surfactantes, disminuyendo la tensión superficial. El metil tiene una única función en cerámicos y es su habilidad para formar gel con un significativo rendimiento en la resistencia a varias temperaturas. La principal utilidad de esta función es la de adherir resistencia en crudo durante el secado. La formación de un gel durante el calentamiento ayuda a moderar la pérdida de agua, reduciendo el craqueado y las burbujas. Como resultado de estas propiedades, la metil celulosa y la hidroxipropilmetilcelulosa han tenido un amplio uso en la industria cerámica.[18]

En varias de las aplicaciones cerámicas como la extrusión, el secado, el prensado, y los procesos de inyección la metilcelulosa y la hidroxipropilmetilcelulosa le confieren al material propiedades específicas según sea la aplicación. En la extrusión, estas celulosas se encargan de controlar la viscosidad y aumentar la estabilidad reológica de las mezclas. En operaciones de secado, semisecado y prensado, proveen una óptima lubricación de granos, y mayor uniformidad de empaque, densidades en crudo más predecibles, menor contracción durante la quema, y alta resistencia en crudo.

1.3.3 Polietilenglicol (PEG)

El Polietilenglicol como ligante orgánico ha sido empleado para mejorar polvos cerámicos durante el proceso de prensado. Algunos estudios realizados demuestran que el PEG logra una buena deformación durante la

compactación sin la aplicación de una presión muy alta y además alcanzando una alta densidad relativa.[7]

Otras investigaciones sobre sistemas de ligantes para polvos cerámicos de tipo aluminico revelan como buenas combinaciones las siguientes : 1) PEG, 2) PEG con hidroxietilcelulosa y 3) Una emulsión acrílica. [8]. El PEG, y el PVA además de ser ligantes son plastificantes logrando llegar a una temperatura de transición vítrea mucho menor.

Como se observa en la figura 7, sistemas de PVA con plastificantes entre ellos el lignosulfonato y el PEG, han sido objeto de estudio con el fin además de evaluar la variable respuesta densidad de compactación al variar el % en peso de la mezcla de dichos sistemas.

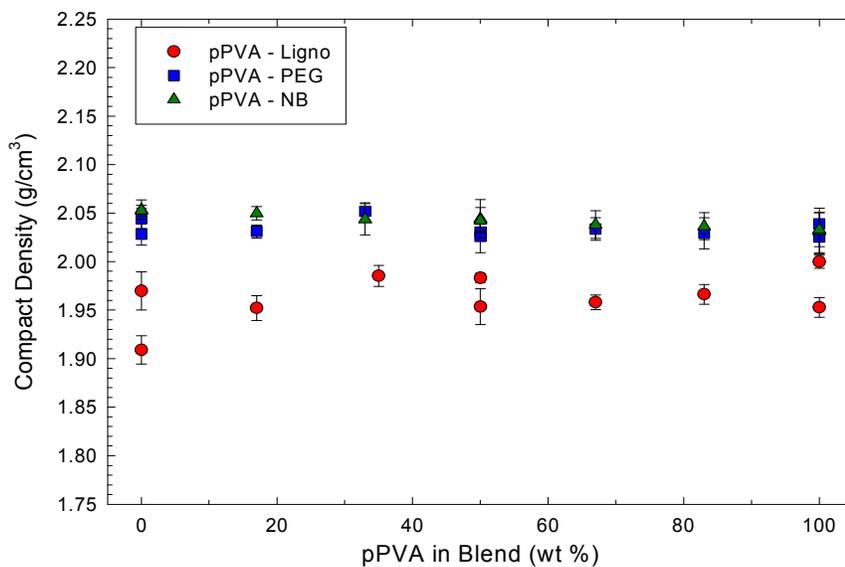


Figura 7:

Densidad de compactación vs. Aditivos. Fuente: SCHULZ B. M.(2004). *EN: Effect of natural and synthetic organics on processing of clay-based ceramics. Tesis. (Doctor in ceramic science). New york.*

Universidad de Alfred.

Mientras la deformación es importante para formar una alta densidad de compactación, la habilidad de compactación después de la formación es

importante. Los ligantes son añadidos a los sistemas cerámicos para impartir resistencia en crudo después del prensado.

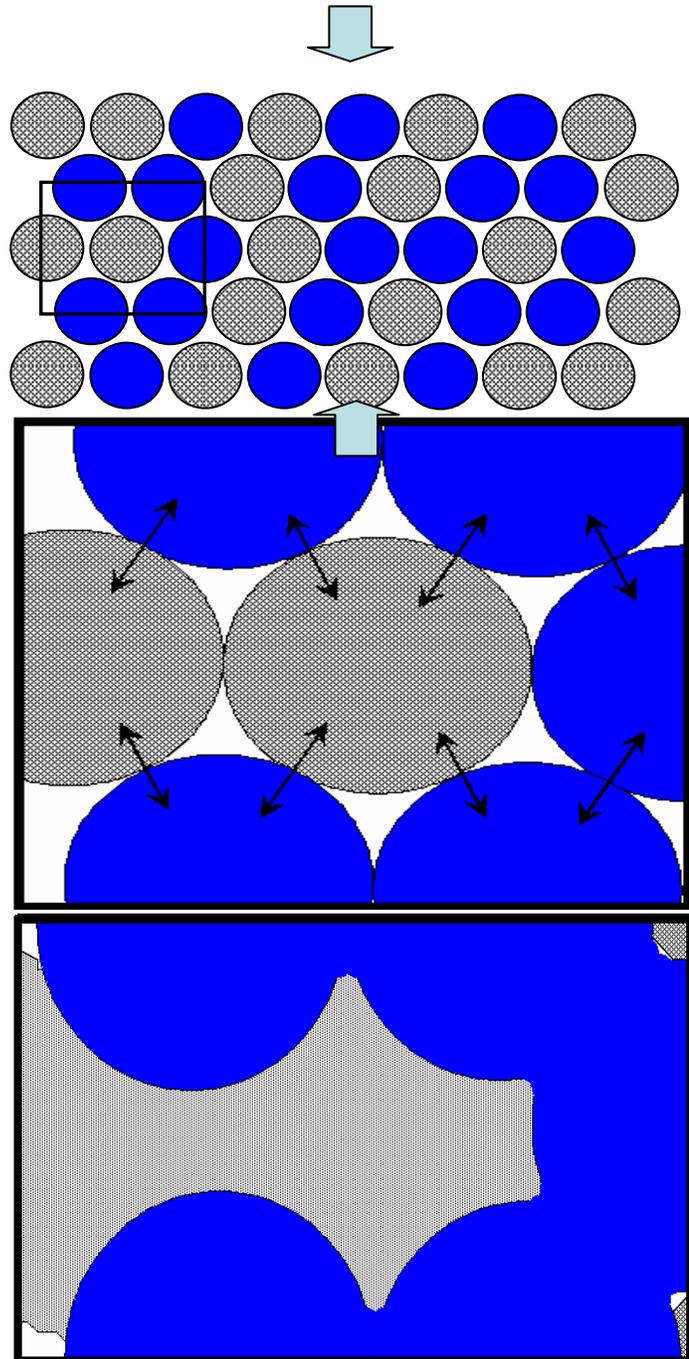


Figura 8: Ilustración sistemática de la compactación en sistemas con aditivos. Los colores azules representan los granos cerámicos y los colores grises representan el aditivo y su acción durante la compactación.

2. METODOLOGÍA

2.1 Primera etapa

Búsqueda de información tanto en literatura como en entrevistas con expertos en el tema y análisis de la misma con miras a adquirir conocimientos actuales acerca de la construcción de varistores y más específicamente en la manufactura de las pastillas cerámicas que los componen y todas las variables y aditivos necesarios para que los dispositivos cumplan correctamente su función. Realización de algunos ensayos exploratorios.

2.2 Segunda etapa

Con base a la información previamente consultada y algunos ensayos exploratorios realizados definir las variables del proceso de manufactura a tener en cuenta en el diseño de experimentos. Consecución de la materia prima, equipos e insumos necesarios para los ensayos.

2.3 Tercera etapa

Elección del diseño de experimentos apropiado para el caso específico, que garantice eficiencia y eficacia en las combinaciones que proponga y en el tratamiento de los resultados para poder obtener combinaciones óptimas que arrojen los mejores valores de la(s) variable(s) respuesta.

2.4 Cuarta etapa

Cálculo de las cantidades de aditivo correspondientes a cada porcentaje del diseño de experimentos y descripción del proceso de fabricación de las pastillas cerámicas por medio de un diagrama de bloques que permita la fácil interpretación de cada uno de los pasos a seguir para obtener piezas bajo las condiciones y variables seleccionadas.

2.5 Quinta etapa

Molienda del óxido de Zinc, y posterior caracterización por medio de la prueba de Determinación de Tamaño de Partícula (DTP láser).

Fabricación de las pastillas cerámicas combinando las variables de cada ensayo que arroja el diseño de experimentos; esta labor se lleva a cabo en los laboratorios de Fenómenos químicos de la Universidad Eafit, y el laboratorio Cerámico de la empresa Sumicol S.A.

2.6 Sexta etapa

Realización de pruebas como: densidad tanto en crudo como después de quema, absorción de las pastillas cerámicas (porosidad). Y alimentar el programa estadístico con los valores de la(s) variable(s) respuesta para obtener las combinaciones óptimas de variables.

2.7 Séptima etapa

Análisis de resultados para la determinación final de los valores óptimos para: Aditivo, porcentaje de aditivo y presión en el prensado que permitan la obtención de pastillas de óxido de zinc de alta densidad para uso en varistores.

2.8 Octava etapa

Conclusiones y recomendaciones a partir de los resultados obtenidos de las etapas anteriormente mencionadas.

2.9 Novena etapa

Redacción y publicación del informe final

3. VARIABLES FUNDAMENTALES DE ENTRADA

A continuación se describen las variables que se tuvieron en cuenta para la elaboración de pastillas cerámicas.

3.1 ADITIVO

El ligante o aglutinante es uno de los aditivos más importantes en el procesamiento del polvo cerámico, pues su función es mejorar la adherencia de las partículas finas de polvo y darles fluidez con el fin de densificar (disminuir la porosidad) las piezas conformadas en crudo y facilitar su compactación mediante prensado.

3.2 PORCENTAJE DE ADITIVO

Debido a que el aditivo ligante imparte fuerza a la pastilla antes de ser sinterizada (pastilla verde), refuerza la compresibilidad, y reduce en gradiente de densidad en las pastillas verdes, se debe determinar en qué proporción con respecto al polvo cerámico se debe mezclar para garantizar que las propiedades que imparte el aglutinante surtan efecto en la totalidad del material a procesar. Además, el grano crece durante la sinterización, y subsecuente a esto la microestructura de la pastilla también es altamente influenciada por el aditivo aglutinante.[19]

3.3 PRESION EN LA COMPACTACION

Durante la compactación, una presión es aplicada a los polvos cerámicos para causarles deformación. Si existe una pobre compactación, resulta una porosidad residual intergranular la cual no puede ser removida durante el

proceso de sinterización. De ahí que se hace tan importante seleccionar un ligante que sea deformable bajo presión.

4. MÉTODO

El procedimiento general que se empleó para la fabricación de las pastillas cerámicas fue el siguiente:

4.1 MOLIENDA DEL OXIDO DE ZINC

Con el fin de llevar las partículas de Oxido de zinc a un tamaño de grano adecuado se somete el material a una molienda en húmedo que se realiza en un molino de atrición que cuenta con bolas de Zirconio de diámetro 1.5mm.

a)



b)



c)



d)



Figura 9. a), b), c) Fotografías molino de atrición empleado para reducir a polvo la materia prima mediante la rotación de un tambor que contiene bolas zirconio. d) bolas de Zirconio.

Esta operación dura alrededor de 10 horas . El molino de atrición se debe cargar aproximadamente $\frac{3}{4}$ partes con las bolas de Zirconio y una mezcla que debe ser preparada con anterioridad la cual debe contener agua y Oxido de Zinc.

Previo a la molienda, se caracterizó el Oxido de Zinc con el Área superficial específica de las partículas; la cual permite comprobar si efectivamente la molienda logró la reducción de tamaño de partícula. Ambas caracterizaciones fueron realizadas por la empresa SUMICOL S.A.

4.1.1 Característica del óxido de Zinc antes de moler:

- Área superficial específica del Oxido de Zinc: 5.16 m²/gr.

4.1.2 Característica del óxido de Zinc después de moler:

- Área superficial específica del Oxido de Zinc: 10.7 m²/gr.

4.2 ACONDICIONAMIENTO DE LA MEZCLA OXIDO DE ZINC - AGUA Y ADICIÓN DEL AGLUTINANTE

Durante esta etapa se adecua la mezcla Oxido de Zinc-Agua con el fin de que cumpla con una densidad volumétrica determinada y poder calcular la cantidad de aditivo (aglutinante) a agregar, para esto se construyó un modelo matemático que permite establecer las cantidades (en gramos) a adicionar del aditivo, dependiendo de la cantidad de muestra obtenida del molino y del porcentaje de aditivo aglutinante que vaya a manejarse. El modelo se describe a continuación.

4.2.1 Cálculo de la cantidad de aditivo a emplear a partir del porcentaje

La fórmula de adición de aditivos tiene como datos de entrada los siguientes:

- Mililitros de **óxido de Zinc + Agua** recuperados en la molienda. ($V_{ZnO+H2O}$).
- Peso de **óxido de Zinc + Agua** recuperados en la molienda ($W_{ZnO+H2O}$).
- Peso/Litro (densidad volumétrica) de **óxido de Zinc + Agua**. ($W/L_{ZnO+H2O}$)
- Densidad del **óxido de Zinc** (ρ_{ZnO}).
- Porcentaje de Aditivo (%Aditivo)

Con los datos anteriores se sigue el siguiente procedimiento:

- Sólidos secos (SS) = $(W/L_{ZnO+H2O} - 1000) * (\rho_{ZnO} / (\rho_{ZnO} - 1))$
- % SS = $SS / W/L_{ZnO+H2O}$
- Agua = $W/L_{ZnO+H2O} - SS$
- % Agua = $Agua / W/L_{ZnO+H2O}$

Luego para la muestra de Oxido de Zinc + Agua recuperados de la molienda se calcula:

- $SS_{Muestra} = \% SS * W_{ZnO+H2O}$
- $Agua_{Muestra} = W_{ZnO+H2O} - SS_{Muestra}$
- Cantidad de Aditivo ($C_{Aditivo}$) = $\%Aditivo * SS_{Muestra}$

Y en caso de que el aditivo en polvo se prepare previamente en solución, la última fórmula se reemplaza por:

- Cantidad de Aditivo ($C_{Aditivo}$) = $\%Aditivo * SS_{Muestra} / [Aditivo \text{ en solución}]$; donde [Aditivo en solución] es la concentración en porcentaje peso de la solución de aditivo.

De esta manera entonces se calcula cantidad en gramos de los respectivos aditivos aglomerantes a emplear en los ensayos.

Luego de saber la cantidad de aglutinante, éste se agrega a la solución de Oxido de Zinc y se agita con ayuda de un agitador mecánico a 312 rpm durante 20 minutos cada una de las muestras. Esto con el fin de garantizar que el aditivo quede mezclado homogéneamente y se sienta su efecto en la totalidad del material tratado.

4.2.2 Aditivos aglutinantes empleados

En la investigación se evaluaron los tres aglutinantes orgánicos que se describieron en el marco teórico del presente proyecto y se nombran nuevamente a continuación en la tabla 5: [9]

Aditivo aglutinante	CAS #	Fórmula química	Estado	pH
Polietilenglicol 400	25322-68-3	$H(OCH_2CH_2)_nOH$	Líquido viscoso	5-6
Hidroxipropil metilcelulosa	9004-65-3	$C_6H_7O_2(OH)_x(OCH_3)_y(OC_3H_7)_z$ $x+y+z=3$	Polvo blanco	6 – 7
Resina*: ligante estireno acrílico	Aniónica	N.A.	Líquido viscoso	7.5 – 9.5

Tabla 5: Algunas Características de los aditivos aglutinantes usados en el proyecto.

MATERIA PRIMA	CAS #	Fórmula química	Densidad (gr/cm ³)	Estado	PM (gr/mol)	pH	°T Fusion (°C)
Oxido de Zinc	1314-13-2	ZnO	5.61	Sólido	81.37	7	1975

Tabla 6: Características principales del oxido de Zinc usado en el proyecto. *Fuente: Elaboración propia.* .Ve anexos 3,4,5, y 6 para más información técnica sobre cada uno de los aditivos y el óxido de zinc .

4.3 SECADO

Luego de homogenizar los aditivos en la solución de Oxido de Zinc, ésta es llevada a una estufa a una temperatura de 60 grados centígrados, durante 20 horas con el objetivo de retirar el agua presente hasta un punto en el que la humedad sea mínima. La temperatura y el tiempo de secado que se establecieron según los ensayos preliminares y propiedades de los aditivos, evitan que toda el agua se evapore del cuerpo cerámico y mucho menos el aditivo. De esta etapa resulta una pasta dura que se debe llevar nuevamente a polvo por medio de maceración y posterior tamizado



Figura 10: Fotografía del secado de la mezcla Oxido de Zinc – Agua – Aditivo en el laboratorio

4.4 TAMIZADO

El material que sale del secado ya constituido en su mayoría por óxido de zinc, el aglutinante adicionado y muy poca humedad se lleva a un mortero en el cual se destruyen las aglomeraciones producidas en el secado y es pasado a través de un tamiz malla 80 (180 μm).

4.5 PRENSADO

La etapa de prensado como se explicó anteriormente tiene como objetivo compactar el óxido de zinc de tal forma que se forme la forma geométrica deseada dependiendo de la función a desempeñar, en este caso, la fabricación de varistores, durante el prensado es posible calibrar el equipo con la presión que se considere óptima. El prensado se realizó en la prensa hidráulica del Laboratorio cerámico de la empresa Sumicol S.A. la cual cuenta con las siguientes especificaciones:

- Marca MANNETI, modelo MISA-UT
- Presiones de operación: 0 – 400 Mpa.
- principio de funcionamiento: prensado uniaxial.



Figura 11: Prensa empleada para la conformación de las pastillas

4.6 SINTERIZADO

La sinterización se realiza en un horno Nabertherm D-2804, que se muestra en la figura siguiente



Figura 12: Horno en el cual se lleva a cabo la sinterización de las pastillas cerámicas

La curva de sinterización o cocción para las pastillas de óxido de Zinc se muestra en la figura la siguiente: [10], [11]

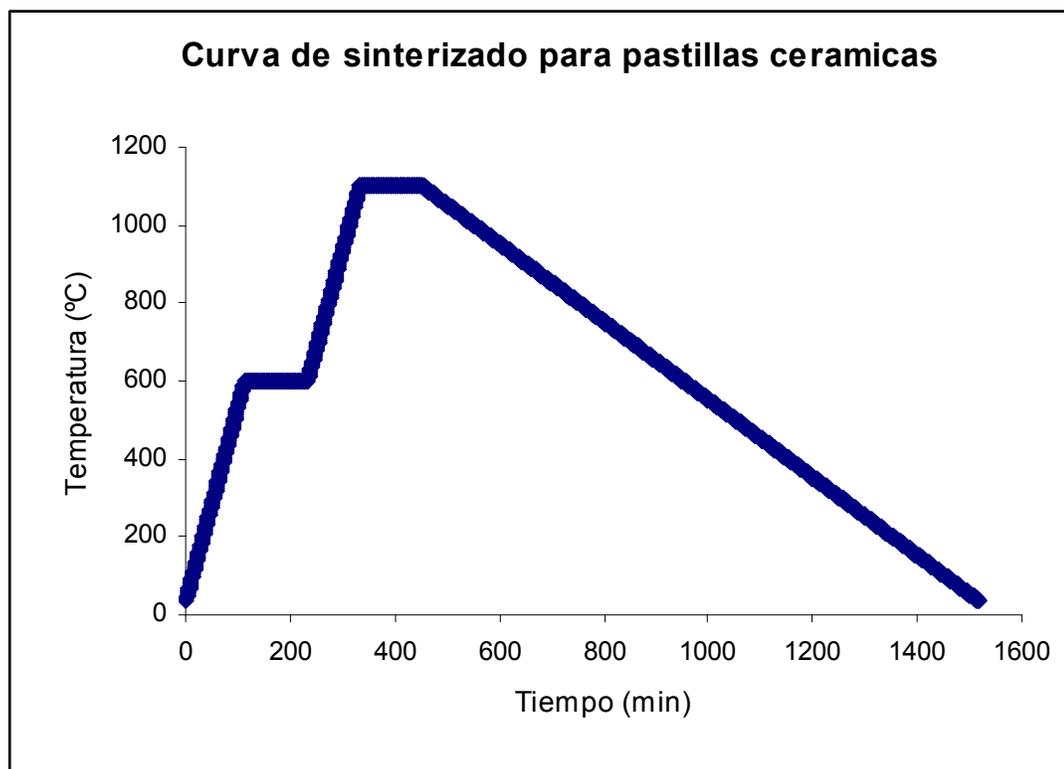


Figura 13: Curva de sinterizado para las pastillas

De 0°C a 600°C incrementándose a razón de 5°C por minuto, y mantener la temperatura de 600°C durante 2 horas.

De 600°C a 1100°C incrementándose a razón de 5°C por minuto, y mantener la temperatura de 1100°C durante 2 horas.

Posterior enfriamiento a razón de 1°C por minuto hasta 35°C.

5. DIAGRAMAS DE FLUJO

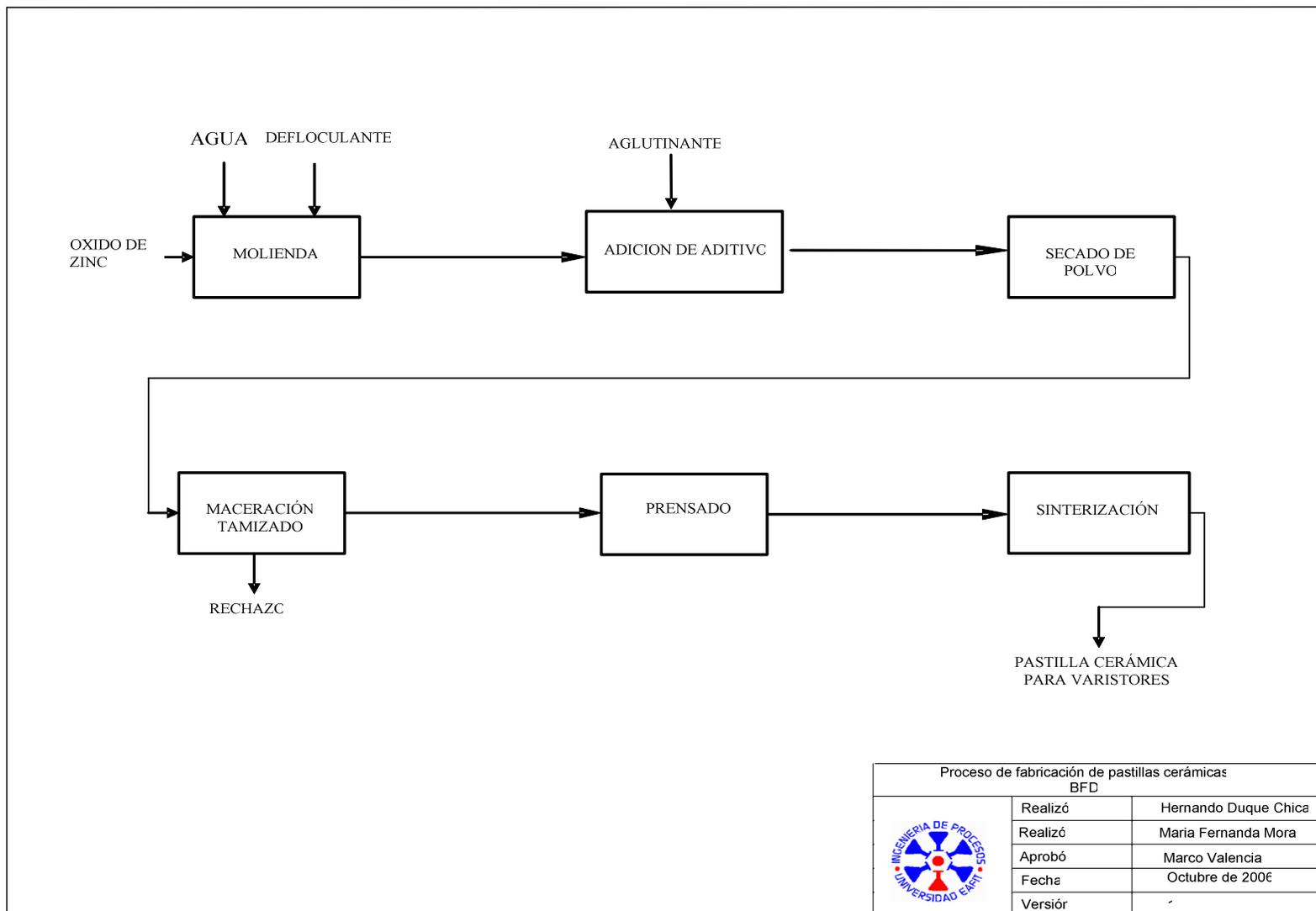
Los diagramas de flujo que se describen a continuación, pretenden sintetizar e ilustrar las etapas del proceso de fabricación de las pastillas cerámicas descritas en detalle en el capítulo anterior.

5.1 Diagrama de Flujo Bloques (BFD)

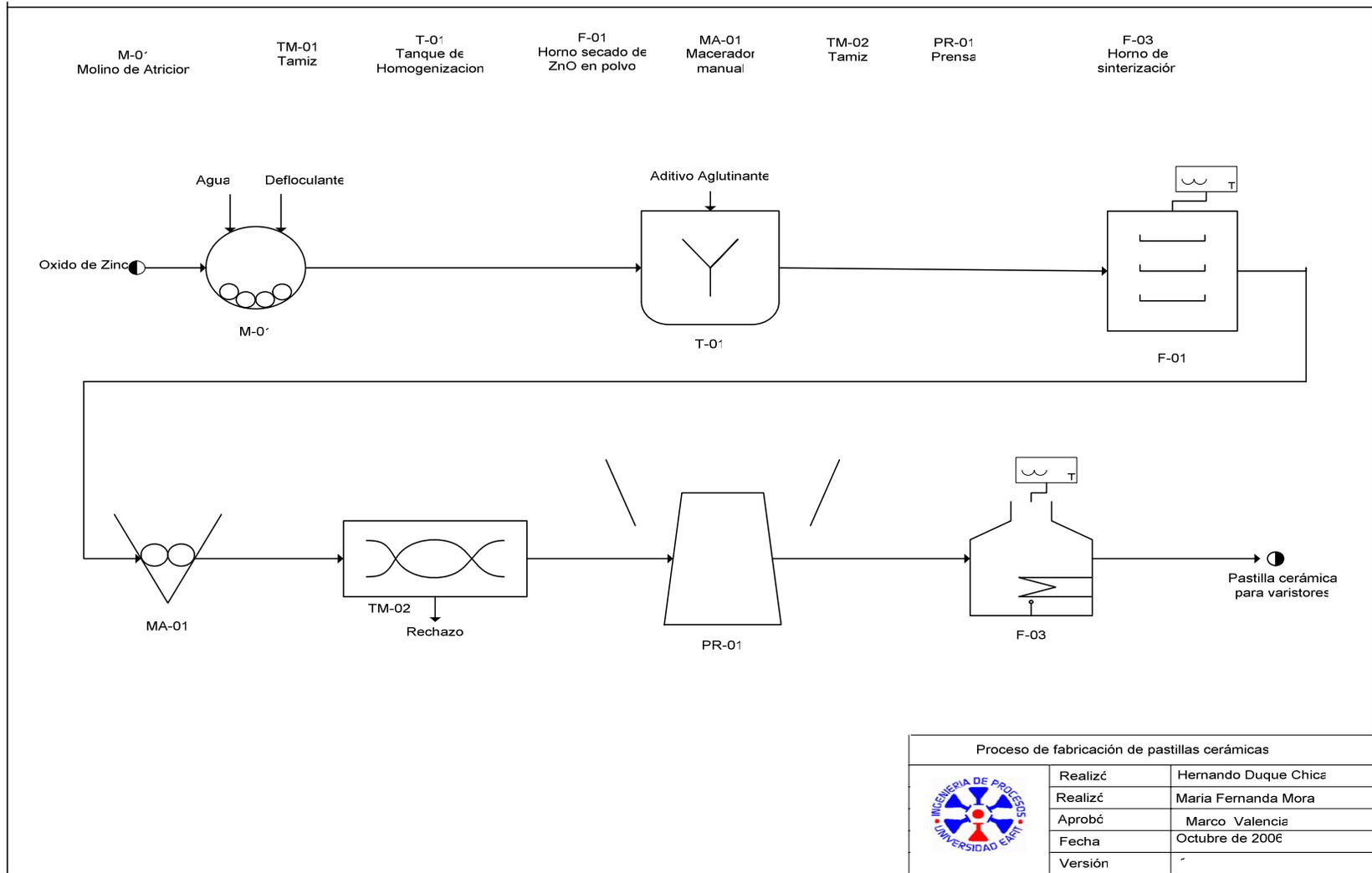
El siguiente diagrama da una visión global de la fabricación de pastillas cerámicas de Oxido de zinc, y sintetiza la descripción del proceso realizada en el capítulo 4 con miras a entender el efecto de las variables de proceso en el producto final.

5.2 Diagrama de Flujo de Proceso (PFD)

En este diagrama se pormenoriza cada etapa del proceso así como los nombres de los equipos correspondientes a cada etapa.



Proceso de fabricación de pastillas cerámicas BFD		
	Realizó	Hernando Duque Chica
	Realizó	María Fernanda Mora
	Aprobó	Marco Valencia
	Fecha	Octubre de 2006
	Versión	-



6. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Los ensayos realizados en el presente proyecto, se realizaron en dos etapas; la primera de ellas consta de una serie de ensayos exploratorios los cuales tenían como objetivo establecer las condiciones de molienda necesarias para obtener granos de Oxido de Zinc del tamaño adecuado para formar las pastillas cerámicas. Posteriormente, la segunda etapa de los ensayos se realizó con el objetivo de evaluar las diferentes variables (exceptuando el tamaño de grano definido en la primera etapa) que influyen en la obtención de pastillas cerámicas densas y poco porosas que garanticen varistores de buen desempeño. Dichas variables evaluadas fueron: Tipo de aditivo, % de aditivo, y presión ejercida en la compactación de las pastillas.

A continuación se exponen los ensayos anteriormente mencionados:

6.1 ETAPA 1: ENSAYOS EXPLORATORIOS

6.1.1 CASO 1: Con el primer ensayo se pretendía definir un método para preparar el material de oxido de zinc en base a procedimientos de preparación de materiales cerámicos. También se pretendía hacer un modelo matemático que permita establecer la cantidad de aditivo.

Materiales

- Molino de atrición del laboratorio
- Bolas de Zirconio
- Agitador
- Defloculante: indol
- Aglutinante: Polivinil alcohol al 3% peso (PVA)
- Oxido de Zinc

- Agua

Procedimiento

A un recipiente con contenido de agua, se le adicionan de manera dosificada, oxido de zinc acompañado siempre de constante agitación. El defloculante (indol) se adiciona gota a gota a la mezcla en los momentos en que se observan grumos con el fin de dispersarla y facilitar la agitación. Cada cierto intervalo de tiempo debe detenerse la agitación para pesar el contenido la mezcla y cerciorarse de que no supere 1000gr para que no sobrepase la capacidad de carga del molino. Terminada la preparación, ésta se lleva al molino de bolas para molerse durante 4.5 horas, al cabo de los cuales se procederá a separar la solución molida para adicionarle cantidades aleatorias de Polivinil alcohol (PVA) y secarla en la estufa. Las bolas se lavan con agua; y la solución que resulta de este lavado también se seca en la misma estufa. Ya secas las muestras, estas se maceran y tamizan para posteriormente llevarlas a la etapa de prensado.

- Material llevado a molienda: 1126 gr
- Tiempo de molienda: 4.5 horas
- Temperatura de secado de las muestras: 85 °C
- Tiempo de secado :10 horas
- Tamiz malla 14
- Material recuperado después de molienda: 600 ml que equivalen a 872.62 gr
- Adición de PVA: 363.49 ml

6.1.2 Caso 2: Se realizaron cinco ensayos más con el fin de aplicar el modelo matemático diseñado y con el fin de definir el tamaño de la malla que se usará para obtener la pastilla. Además se verificará el efecto de la temperatura de secado.

	Aditivo - % aditivo	Temperatura de secado de las muestras	Tiempo de secado	Número Malla utilizada	Material recuperado después de molienda	Apariencia superficial de la pastilla
Ensayo A	PVA - 1 %	85 °C	10 horas	16	530 ml = 819.1 gr	rugosa
Ensayo B	PVA - 1 %	86 °C	10 horas	40	502 ml = 732 gr	medianamente rugosa
Ensayo C	PVA - 1 %	60 °C	10 horas	40 y 80	582ml = 880 gr	medianamente rugosa (malla 40), lisa (malla 80)
Ensayo D	PVA - 1 %	85	10 horas	80	501ml = 781.4 grs	Lisa

Tabla 7: Esquema de ensayos y resultados de ensayos exploratorios. Fuente:

Elaboración propia.

Con los resultados de estos ensayos se definió que el material a prensar debe ser pasado por malla 80 .

A las muestras molidas se les realizó una prueba DTP láser (determinación de tamaño de partícula) y se encontró que la molienda de 4.5 horas arrojaba un tamaño de partícula de 10 µm.

Para que el grado de compactación sea aún mejor en la pastilla es conveniente un tamaño micrométrico menor, por lo cual debe aumentarse el tiempo de molienda.

6.1.3 Caso 3: En los siguientes ensayos se varió el tiempo de molienda y la humedad del material, y se mantuvieron constantes otras variables como Temperatura de secado, el número de malla, el aditivo, etc.

La humedad del material se consiguió humectando con un spray la muestra seca utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Gramos de agua} = \text{gramos del material} * \% \text{ humedad faltante}$$

Las muestras humedecidas finalmente se prensaron y se llevaron al horno al proceso de cocción (sinterización) y posteriormente se enviaron a SUMICOL S.A. para medir la densidad aparente de cada pastilla.

	Aditivo - % aditivo	Humedad material	Material recuperado después de molienda	Tiempo de molienda
Ensayo E	PVA - 1 %	0% y 2%	324 ml = 477.56 g	10 horas
Ensayo F	PVA - 1 %	4%	415 ml = 672.52 g	10 horas
Ensayo G	PVA - 1 %	0% y 2%	500 ml = 795.95 g	12 horas
Ensayo H	PVA - 1 %	4%	880 ml = 1216.27 g	12 horas

Tabla 8: Esquema de ensayos y resultados

A pesar de variar la humedad del material para el prensado, las densidades de las pastillas no se desvían mucho de los valores obtenidos con materiales secos (0% de humedad), es decir que la densidad no depende únicamente directamente de este variable.

El tiempo de molienda de 12 horas arroja un tamaño de partícula menor de 1 μm , hasta 0.1 μm .

ENSAYO	DENSIDAD (g / cm ³)
Ensayo E (0% humedad)	5.43
Ensayo E (2% Humedad)	5.48
Ensayo F (4% Humedad)	5.49
Ensayo G (0% Humedad)	5.5
Ensayo G (2% Humedad)	5.50
Ensayo H (4% Humedad)	5.53

Tabla 9: Resultados de densidad aparente ensayos exploratorios

6.2 ETAPA 2: ENSAYOS PARA DEFINIR LA MEJOR RELACIÓN: TIPO DE ADITIVO, %ADITIVO Y PRESIÓN EJERCIDA

Con el fin de desarrollar las actividades para lograr los objetivos del presente proyecto se realizaron una serie de ensayos con las variables de entrada influyentes que tiene el proceso de manufactura de las pastillas cerámicas para varistores, para esto se realizó un diseño de experimentos que permitiera identificar que aditivo, en que proporción, y con que presión de conformado producen pastillas cerámicas de densidad apropiada.

6.2.1 Diseño de experimentos: Multinivel factorial

El diseño de experimentos se realizó por medio del software MINITAB. Se eligió el diseño multinivel factorial básicamente por la cantidad de variables y niveles en los que cada uno de ellas debe moverse. Además porque este diseño es especial para analizar datos que tienen una estructura anidada . [13]

FACTORES	VARIABLES CODIFICADAS	VARIABLES NO CODIFICADAS
ADITIVO	-1	Polietilenglicol
	0	Celulosa
	1	Resina
% ADITIVO	-1	1%
	0	2%
	1	3%
PRESIÓN	-1	300 Mpa
	0	350 Mpa
	1	400 Mpa

Tabla 10: Factores y sus respectivos niveles para el diseño de experimentos. *Fuente: Elaboración propia*

La combinación de las variables anteriores arrojada por el diseño de experimentos fue:

ADITIVO	% ADITIVO	PRESION
0	0	0
0	-1	1
-1	0	1
1	-1	0
0	1	-1
-1	1	1
1	-1	-1
-1	0	-1
0	0	-1
0	-1	-1
1	1	0
-1	0	0
-1	-1	-1
1	0	-1
-1	1	-1
-1	1	0
1	-1	1
0	1	1
1	1	-1
0	1	0
1	0	1
0	0	1
1	0	0
1	1	1
-1	-1	1
0	-1	0
-1	-1	0

Tabla 11: Combinación codificada de los factores arrojada por el diseño de experimentos. Fuente: *Elaboración propia*

Como ya se definió anteriormente, los valores -1, 0 y 1 corresponden a los tres niveles en los cuales se variaron las variables del proceso, así entonces la tabla anterior se puede traducir en tipo de aditivo, gramos de aditivo y Megapascales, para las variables aditivo,% de aditivo y Presión respectivamente. A continuación se muestra la tabla con los valores a usar en los 27 ensayos duplicados:

ENSAYO	ADITIVO	% ADITIVO	PRESIÒN MPa	W ADITIVO (gr)
1	CELULOSA	2	300	21.3043
2	RESINA	1	400	2.1304
3	RESINA	3	400	6.3913
4	RESINA	1	350	2.1304
5	RESINA	2	400	4.2608
6	CELULOSA	1	400	10.6521
7	PEG	3	400	6.3913
8	CELULOSA	1	300	10.6521
9	CELULOSA	3	400	31.9565
10	RESINA	1	300	2.1304
11	CELULOSA	3	300	31.9565
12	PEG	1	300	2.1304
13	PEG	3	350	6.3913
14	PEG	2	350	4.2608
15	RESINA	2	300	4.2608
16	CELULOSA	3	350	31.9565
17	PEG	2	300	4.2608
18	RESINA	2	350	4.2608
19	RESINA	3	300	6.3913
20	CELULOSA	2	350	21.3043
21	PEG	2	400	4.2608
22	CELULOSA	2	400	21.3043
23	PEG	1	400	2.1304
24	CELULOSA	1	350	10.6521
25	PEG	1	350	2.1304
26	RESINA	3	350	6.3913
27	PEG	3	300	6.3913

Tabla 12: Combinación de los factores del diseño de experimentos. *Fuente: Elaboración propia.*

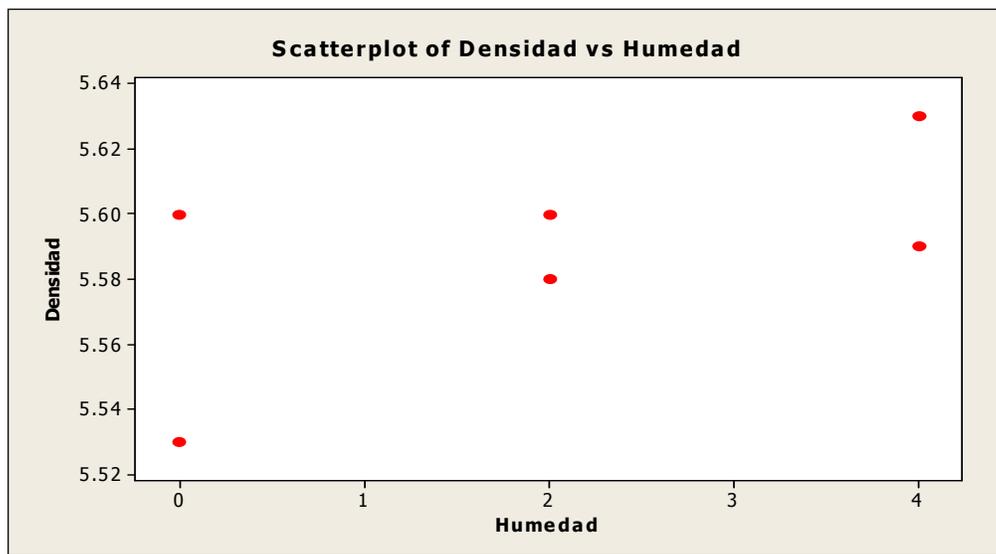
7. ANALISIS DE RESULTADOS

7.1 ENSAYOS EXPLORATORIOS

La correlación únicamente nos dice la fuerza de la relación entre dos variables cuantitativas en este caso humedad y densidad.

Figura 14: Gráfico de correlación de densidad aparente y humedad

Pearson correlation of Humedad and Densidad = 0.608



P-Value = 0.201

Al buscar la correlación entre humedad y densidad, se encontró que es de un valor de 0.608 y valor de P (probabilidad de error) es mayor al 5%, por lo tanto no hay una correlación entre las dos variables.

En definitiva las dos variables humedad y densidad no se relacionan, es decir la densidad no depende de la humedad del material. Por ello en el diseño de experimentos el factor humedad no fue tenido en cuenta.

7.2 ENSAYOS PARA DEFINIR LA MEJOR RELACIÓN: TIPO DE ADITIVO, %ADITIVO Y PRESIÓN EJERCIDA (MULTINIVEL FACTORIAL)

7.2.1 Densidad aparente en Crudo

La densidad aparente se define como la densidad de una sustancia cuando se incluye el volumen de todos sus poros. Por ende la densidad aparente es siempre menor que la densidad del material, ya que ésta última no incluye el aire existente entre las partículas. [12]

Con el fin de medir el efecto de las diferentes combinaciones de Presión, Aditivo y porcentaje de aditivo, en la compactación de las partículas que conforman las pastillas muestras se mide la densidad aparente (porosidad) de las muestras, mediante el método que se explica en los siguientes párrafos. Para las pastillas en crudo se espera una densidad en crudo entre 2.5 y 3.0 g/ cm³.

Cálculo de la densidad aparente (fórmula)

El sistema de medición de la densidad aparente de materiales sólidos se basa en la inmersión de la muestra en mercurio, pesándose la muestra seca en una balanza y midiendo la fuerza resultante sobre la misma al quedar sumergida, determinándose la densidad aparente por la ecuación:

$$D_{\text{aparente}} = W_1 / W_2 * \rho$$

Donde W_1 es el peso de la muestra seca, W_2 el peso de la muestra sumergida en mercurio y ρ la densidad del mercurio.

Procedimiento

Luego de tener la formada la pastilla se sigue el siguiente procedimiento:[25]

- Secado de la pastilla a 50°C durante 24 horas.
- Pesado de cada una de las pastillas previamente secas en una balanza de precisión.
- Elevar el dispositivo de inmersión y situar la muestra hasta sumergirla en el mercurio para registrar el peso que marca la balanza (empuje necesario para desplazar mercurio líquido en un volumen equivalente al de la pastilla analizada).[23]

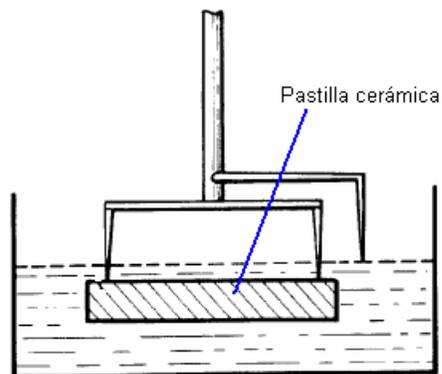


Figura 15: Inmersión de la pastilla cerámica en mercurio para la medición de densidad aparente

- Determinación de la densidad aparente con ayuda de la fórmula que se describe a continuación.

$$D_{\text{aparente}} = W_1 / W_3 * \rho$$

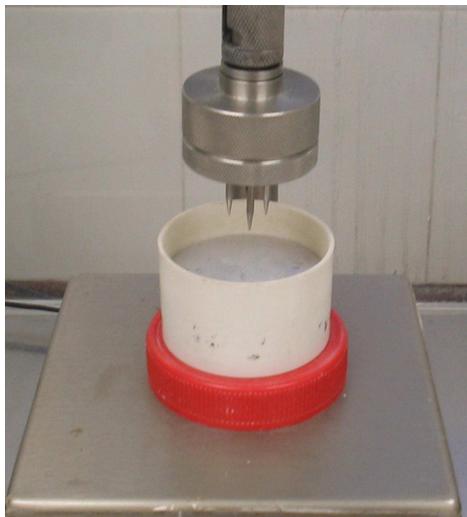


Figura 16 : Fotos durante la medición de densidad aparente en crudo

7.2.1.1 Datos y resultados de la prueba de densidad aparente en crudo

Pastilla	Peso Rodaja seca(g)	Empuje (g)	Densidad aparente en crudo (g/cm ³)
1-1	29,56	152,62	2,63
1-2	29,56	152,62	2,63
2-1	28,18	148,07	2,59
2-2	28,37	148,35	2,60
3-1	27,57	140,10	2,68
3-2	27,75	141,27	2,67
4-1	28,13	150,20	2,55
4-2	29	166,10	2,37
5-1	28,56	147,70	2,63
5-2	28,68	148,88	2,62
6-1	27,67	136,30	2,76
6-2	28,07	138,11	2,76
7-1	27,72	129,22	2,92
7-2	27,22	126,52	2,93
8-1	27,78	142,93	2,64
8-2	28,54	146,74	2,65
9-1	28,56	141,64	2,74
9-2	28,52	141,54	2,74
10-1	29,64	151,52	2,66
10-2	29,62	151,40	2,66
11-1	27,88	147,02	2,58
11-2	29,44	150,81	2,65
12-1	26,2	117,51	3,03
12-2	25,84	115,43	3,04
13-1	27,88	132,25	2,87
13-2	28	133,09	2,86
14-1	26,31	124,44	2,88
14-2	26,16	122,91	2,89
15-1	28,65	138,73	2,81
15-2	28,32	138,14	2,79
16-1	28,15	141,93	2,70
16-2	27,79	139,63	2,71
17-1	27,96	132,35	2,87
17-2	27,67	130,84	2,88
18-1	28,82	143,06	2,74
18-2	28,88	139,57	2,81
19-1	28,51	136,09	2,85
19-2	28,27	134,94	2,85
20-1	29,22	152,97	2,60
20-2	29,16	152,36	2,60

21-1	26,52	119,70	3,01
21-2	25,99	120,13	2,94
22-1	27,91	137,42	2,76
22-2	27,69	136,35	2,76
23-1	27,78	133,20	2,84
23-2	27,9	134,04	2,83
24-1	27,84	140,31	2,70
24-2	27,75	139,94	2,70
25-1	28,46	136,78	2,83
25-2	28,39	136,81	2,82
26-1	29,95	141,40	2,88
26-2	29,95	141,40	2,88
27-1	27,9	125,44	3,02
27-2	27,24	126,09	2,94

Tabla 13: Resultados de densidad en crudo de las pastillas

Los resultados de la tabla 13 muestran que los ensayos 21 y 27 son los que entregan la más alta densidad. Ambos ensayos tienen en común el aditivo PEG pero varían las presiones y los porcentajes de aditivo.

7.2.2 Densidad aparente después de quema

Con el fin de analizar el efecto que tiene la etapa de sinterización en la densidad (porosidad) de las pastillas se midió la densidad aparente de las muestras después de dicha etapa. Los resultados esperados para la densidad después de quema oscilan entre 4.8 y 5.4 g/cm³.

Procedimiento

El procedimiento es igual al mencionado anteriormente para medir la densidad de las pastillas en crudo.

7.2.2.1 Datos y resultados de la prueba de densidad aparente después de quema

Pastilla	Peso Rodaja en quema y seca (g)	Empuje (g)	Densidad aparente en quema (g/cm ³)1100°C
1-1	28,40	76,02	5,08
1-2	28,40	76,02	5,08

2-1	27,69	70,13	5,37
2-2	27,86	70,81	5,35
3-1	26,92	69,25	5,29
3-2	27,11	69,38	5,31
4-1	27,63	71,37	5,27
4-2	28,49	73,31	5,29
5-1	27,97	70,69	5,38
5-2	28,09	70,80	5,40
6-1	27,14	72,10	5,12
6-2	27,53	73,24	5,11
7-1	26,69	71,92	5,05
7-2	26,21	70,56	5,05
8-1	27,18	73,45	5,03
8-2	27,96	74,55	5,10
9-1	27,99	75,15	5,07
9-2	27,96	75,26	5,05
10-1	29,26	76,28	5,22
10-2	29,26	76,14	5,23
11-1	27,28	74,01	5,01
11-2	28,83	76,94	5,10
12-1	25,73	69,32	5,05
12-2	25,34	67,35	5,12
13-1	26,84	72,56	5,03
13-2	26,96	73,19	5,01
14-1	25,55	72,00	4,83
14-2	25,43	78,67	4,40
15-1	28,18	76,40	5,02
15-2	27,85	74,24	5,10
16-1	27,57	74,53	5,03
16-2	27,23	72,30	5,12
17-1	27,15	73,78	5,00
17-2	26,84	71,53	5,10
18-1	28,37	77,90	4,95
18-2	28,38	75,00	5,15
19-1	27,81	75,59	5,00
19-2	27,57	74,82	5,01
20-1	28,62	77,14	5,05
20-2	28,56	75,10	5,17
21-1	25,73	70,73	4,95
21-2	25,20	72,70	4,71
22-1	27,33	73,33	5,07
22-2	27,13	77,14	4,78
23-1	27,28	72,08	5,15
23-2	27,42	72,69	5,13
24-1	27,32	73,44	5,06
24-2	27,23	73,46	5,04
25-1	27,93	75,34	5,04

25-2	27,86	74,86	5,06
26-1	29,26	83,53	4,76
26-2	29,26	83,53	4,76
27-1	26,12	71,05	5,00
27-2	26,26	72,37	4,93

Tabla 14: Resultados de densidad después de quema de las pastillas

La tabla 14 muestra que la mayor densidad en quema se alcanza con el ensayo N°.5. El aditivo que corresponde a este ensayo es la resina.

7.2.3 Absorción

La absorción en las pastillas cerámicas, es el incremento en la masa de la pastilla debido al agua en los poros del material, pero sin incluir el agua adherida a la superficie exterior de las partículas, expresado como un porcentaje de la masa seca.[24]

Procedimiento

En los cuerpos cerámicos, la prueba absorción es una de las más usadas cuando se desea saber el grado de compactación de las partículas que conforman dichos cuerpos, es decir su densidad aparente.

La prueba de absorción a las pastillas cerámicas después de quema es con el fin de complementar las pruebas de densidad aparente e identificar con mayor firmeza aquellas combinaciones de factores (Tipo de aditivo, % Aditivo y Presión) que produzcan menor porosidad en las pastillas cerámicas. Se espera cero por ciento de absorción, es decir se espera una pastilla que no sea porosa.

El procedimiento usado para la prueba de absorción según la norma ASTM C373-88 fue el siguiente:

1. Posterior a la salida de las pastillas de la etapa de sinterización se pesaron en una balanza con precisión de 0.01.(W_S)

2. Inmersión de las pastillas en el equipo de baño maría durante 24 horas a una temperatura de 90 °C.
3. Luego de dejar enfriar y secar superficialmente las pastillas con un paño limpio, se pesaron nuevamente (W_H).
4. Cálculo de la absorción para cada muestra con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Absorción} = ((W_H - W_S) / W_S) * 100$$

; donde W_H es el peso de la pastilla húmeda, y W_S es el peso de la pastilla seca.

7.2.3.1 Datos y resultados de la prueba de absorción de las pastillas

Rodaja	Peso Rodaja en quema y seca (g)	Peso Rodaja húmeda (g)	Absorción (%)1100°C
1-1	28,40	28,67	1,0
1-2	28,40	28,67	1,0
2-1	27,69	27,72	0,1
2-2	27,86	27,9	0,1
3-1	26,92	26,96	0,1
3-2	27,11	27,16	0,2
4-1	27,63	27,7	0,3
4-2	28,49	28,55	0,2
5-1	27,97	27,99	0,1
5-2	28,09	28,1	0,0
6-1	27,14	27,29	0,6
6-2	27,53	27,68	0,5
7-1	26,69	26,95	1,0
7-2	26,21	26,45	0,9
8-1	27,18	27,41	0,8
8-2	27,96	28,14	0,6
9-1	27,99	28,22	0,8
9-2	27,96	28,18	0,8
10-1	29,26	29,40	0,5
10-2	29,26	29,37	0,4
11-1	27,28	27,56	1,0
11-2	28,83	29,03	0,7
12-1	25,73	26,01	1,1

12-2	25,34	25,53	0,7
13-1	26,84	27,09	0,9
13-2	26,96	27,26	1,1
14-1	25,55	26,01	1,8
14-2	25,43	25,7	1,1
15-1	28,18	28,48	1,1
15-2	27,85	28,05	0,7
16-1	27,57	27,82	0,9
16-2	27,23	27,36	0,5
17-1	27,15	27,47	1,2
17-2	26,84	27,12	1,0
18-1	28,37	28,79	1,5
18-2	28,38	28,57	0,7
19-1	27,81	28,12	1,1
19-2	27,57	27,87	1,1
20-1	28,62	28,82	0,7
20-2	28,56	28,65	0,3
21-1	25,73	26,07	1,3
21-2	25,20	25,8	2,4
22-1	27,33	27,53	0,7
22-2	27,13	27,30	0,6
23-1	27,28	27,45	0,6
23-2	27,42	27,62	0,7
24-1	27,32	27,53	0,8
24-2	27,23	27,43	0,7
25-1	27,93	28,22	1,0
25-2	27,86	28,1	0,9
26-1	29,26	29,96	2,4
26-2	29,26	29,96	2,4
27-1	26,12	26,44	1,2
27-2	26,26	26,69	1,6

Tabla 15: Resultados de absorción de las pastillas después de quema

En la tabla 15 se observa claramente que con el ensayo N^o.5 se alcanza un porcentaje de absorción cero. El resultado es coherente con la densidad en quema pues se espera que a mayor densidad, menor porosidad (menor % de absorción).



Figura 17: Equipo de baño maría empleado para la prueba de absorción.

7.2.4 Registro fotográfico de algunas pastillas con lupa

Las siguientes fotografías corresponden a las pastillas prensadas. Las figuras 18,19, 20 y 22 son fotografías de la cara superior de la pastilla y las figuras; en tanto que la figura 21 es una fotografía de la cara lateral de una pastilla.



Figura 18: Ensayo 1 antes de sinterización



Figura 19: Ensayo 5 antes de sinterización

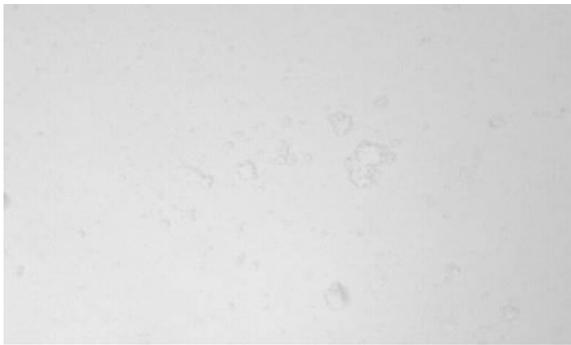


Figura 20: Ensayo 14 antes de sinterización

Las figuras 18, 19 y 20 muestran de cerca la superficie de las pastillas ya prensadas. En las tres fotografías se observa una superficie lisa, causada por una buena homogenización del material en cuanto a su humedad y tamaño de grano y por supuesto un buen prensado.

Laminado

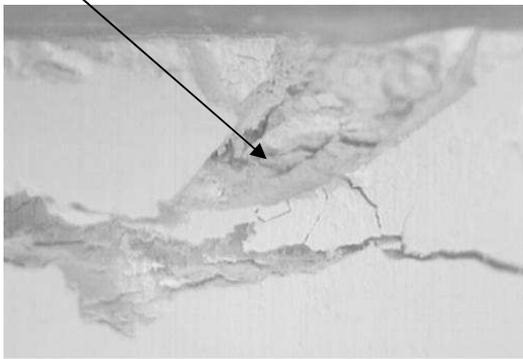
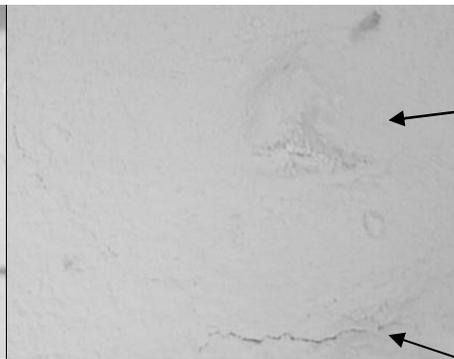


Figura 21: Ensayo 12



Grumo

Laminado

Figura 22: Ensayo 21

Las figuras 21 y 22 , muestran algunos defectos típicos producidos durante el prensado. Los “grumos” señalados en la figura 22, son básicamente una aglomeración de material que no se homogenizó bien con el resto del material.

En las figuras 21 y 22 se observa laminaciones que aparecen como unas líneas o grietas que están orientadas perpendicular a la dirección de la presión. En general la tendencia de presentarse laminado, se disminuye, utilizando bajas presiones para prensar; también cambiando la composición de los aditivos que incrementan la compactación (aglutinantes) y usando un molde lo suficientemente duro con paredes muy lisas.

7.2.5 Cálculo de pérdidas por ignición

La pérdida por ignición mide la variación de masa en un compuesto en función de la temperatura. Las variaciones de temperatura no siempre implican un cambio en la masa de la muestra; existen sin embargo cambios térmicos que sí se acompañan de un cambio de masa, como la descomposición, la sublimación, la reducción, la desorción, la absorción y la vaporización.

$$P\acute{e}rdida\ por\ ignici\acute{o}n = ((PPI = (W\ pastilla\ crudo - W\ pastilla\ quemada) / W\ pastilla\ crudo) * 100$$

Pastilla	Peso Rodaja seca(g)	Peso Rodaja en quema y seca (g)	Pérdidas por ignición
1-1	29,56	28,4	4,08%
1-2	29,56	28,4	4,08%
2-1	28,18	27,69	1,77%
2-2	28,37	27,86	1,83%
3-1	27,57	26,92	2,41%

3-2	27,75	27,11	2,36%
4-1	28,13	27,63	1,81%
4-2	29	28,49	1,79%
5-1	28,56	27,97	2,11%
5-2	28,68	28,09	2,10%
6-1	27,67	27,14	1,95%
6-2	28,07	27,53	1,96%
7-1	27,72	26,69	3,86%
7-2	27,22	26,21	3,85%
8-1	27,78	27,18	2,21%
8-2	28,54	27,96	2,07%
9-1	28,56	27,99	2,04%
9-2	28,52	27,96	2,00%
10-1	29,64	29,26	1,30%
10-2	29,62	29,26	1,23%
11-1	27,88	27,28	2,20%
11-2	29,44	28,83	2,12%
12-1	26,2	25,73	1,83%
12-2	25,84	25,34	1,97%
13-1	27,88	26,84	3,87%
13-2	28	26,96	3,86%
14-1	26,31	25,55	2,97%
14-2	26,16	25,43	2,87%
15-1	28,65	28,18	1,67%
15-2	28,32	27,85	1,69%
16-1	28,15	27,57	2,10%
16-2	27,79	27,23	2,06%
17-1	27,96	27,15	2,98%
17-2	27,67	26,84	3,09%
18-1	28,82	28,37	1,59%
18-2	28,88	28,38	1,76%
19-1	28,51	27,81	2,52%
19-2	28,27	27,57	2,54%
20-1	29,22	28,62	2,10%
20-2	29,16	28,56	2,10%
21-1	26,52	25,73	3,07%
21-2	25,99	25,2	3,13%
22-1	27,91	27,33	2,12%

22-2	27,69	27,13	2,06%
23-1	27,78	27,28	1,83%
23-2	27,9	27,42	1,75%
24-1	27,84	27,32	1,90%
24-2	27,75	27,23	1,91%
25-1	28,46	27,93	1,90%
25-2	28,39	27,86	1,90%
26-1	29,95	29,26	2,36%
26-2	29,95	29,26	2,36%
27-1	27,9	26,12	6,81%
27-2	27,24	26,26	3,73%

Tabla 16: Resultados de los cálculos de ignición. *Fuente : Elaboración propia*

La tabla 16 muestra que los ensayos en los cuales se utiliza el PEG son los que mayor % de pérdida por ignición presentan.

7.3 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS

El software MINITAB utiliza para elegir o descartar factores el *p-value*, el cual es un concepto estadístico que depende de un nivel de confianza elegido por el usuario; lo que indica que el análisis del software tendrá una confianza del 95%. Cuando un factor está analizado dentro de un diseño de experimentos, por ejemplo el porcentaje de aditivo y tiene un *p-value* menor a 0.05 quiere decir que influye de manera significativa en la variable respuesta. [26]

Después de introducir los valores obtenidos para la variable respuesta en el software MINITAB versión 14.0 se generan los siguientes resultados:

7.3.1 Análisis de densidad aparente en crudo (Método de mercurio)

Tabla 17: Análisis de Varianza para Densidad en Crudo

Analysis of Variance for Densidad crudo, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Aditivo	2	0,573604	0,573604	0,286802	281,08	0,000
%Aditivo	2	0,057970	0,057970	0,028985	28,41	0,000
Presión	2	0,017337	0,017337	0,008669	8,50	0,001
Aditivo*%Aditivo	4	0,115796	0,115796	0,028949	28,37	0,000
Aditivo*Presión	4	0,121030	0,121030	0,030257	29,65	0,000
%Aditivo*Presión	4	0,033496	0,033496	0,008374	8,21	0,000
Aditivo*%Aditivo*Presión	8	0,094937	0,094937	0,011867	11,63	0,000
Error	27	0,027550	0,027550	0,001020		
Total	53	1,041720				

$$S = 0,0319432 \quad R-Sq = 97,36\% \quad R-Sq(adj) = 94,81\%$$

La anterior tabla ANOVA (análisis de varianza), explica el 97.36 % de las variaciones en los resultados obtenidos y en ella se puede observar que todos los factores e interacciones tienen *p-value* menor a 0.05. es decir. todas los factores analizados en el experimento ejercen impacto significativo en la variable respuesta “densidad en crudo”.

Sin embargo, con el fin de observar gráficamente el peso de cada uno de los factores e interacciones se construye el diagrama de Pareto (Ver Figura 26) en el cual se observa que aunque todos tienen impacto sobre la densidad en crudo, el Aditivo es el factor que mas peso tiene sobre la variable respuesta, seguido de las interacciones Aditivo*Presión y Aditivo*% Aditivo, mientras que la presión tanto individual como en interacción con % Aditivo presentan un impacto mínimo sobre la densidad en crudo.

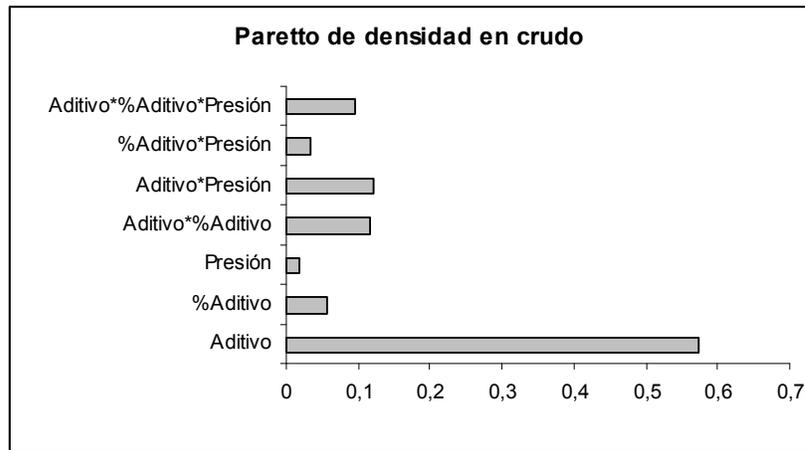


Figura 23: Gráfico de Pareto densidad en crudo

El gráfico anterior confirma la hipótesis basada en la literatura acerca de la función que cumple el aditivo en la mejora de la adherencia de las partículas finas de polvo para densificar las piezas conformadas en crudo, pues en el diagrama pareto se observa el fuerte impacto que tiene el aditivo sobre la densidad en crudo.

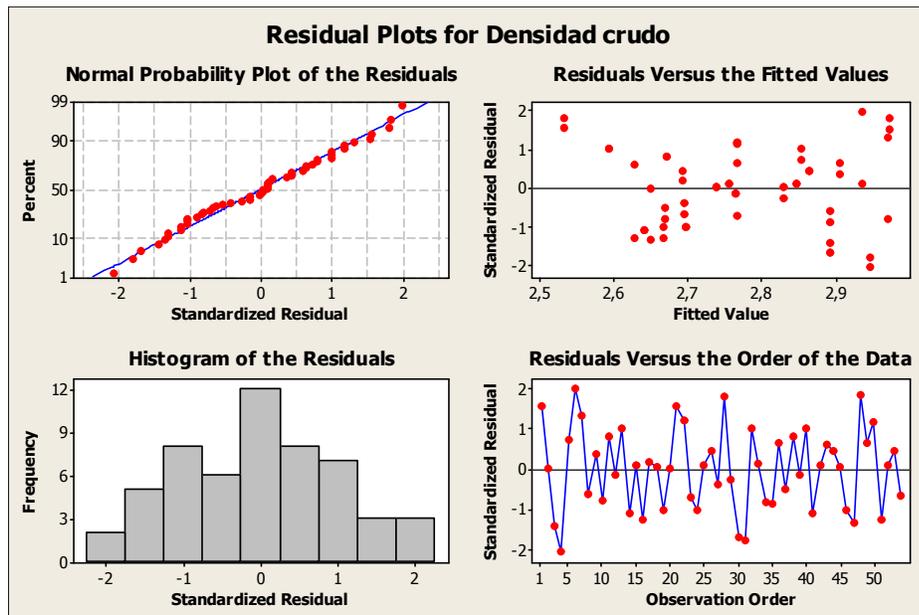


Figura 24: Gráfico de residuales

En la figura 24 se observa que los puntos para este ensayo tienen una distribución aproximadamente normal, no presentan tendencias cíclicas y los puntos están cercanos a la línea de tendencia que describe el modelo.

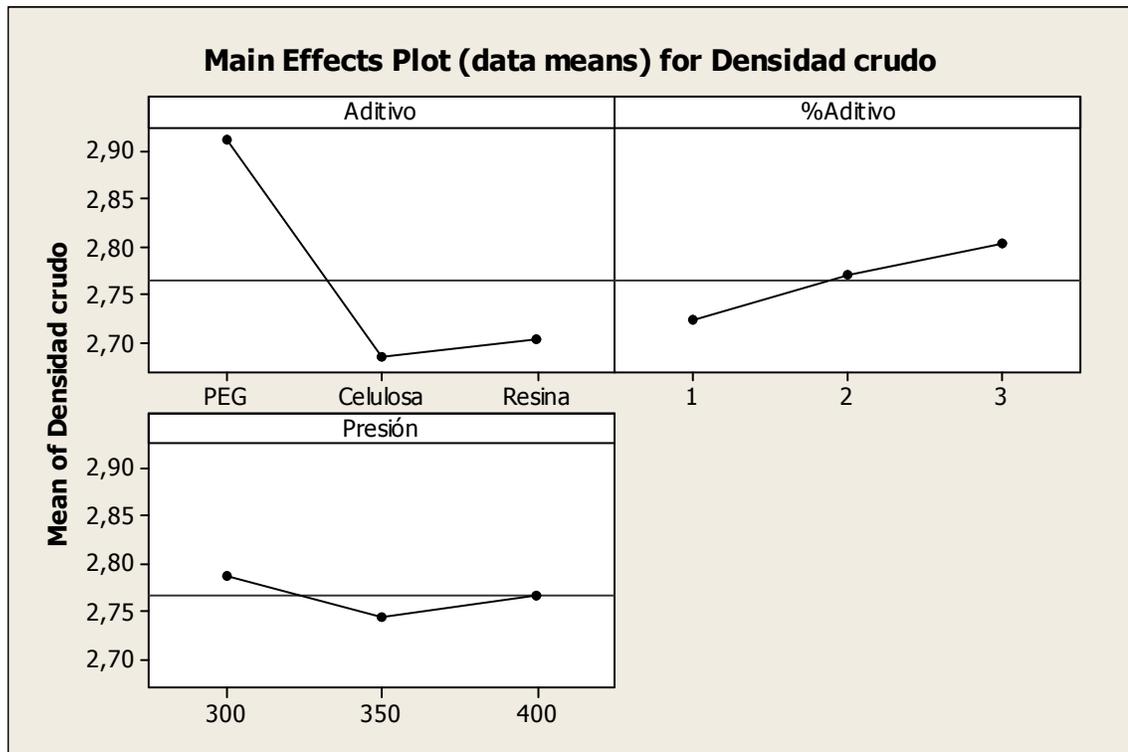


Figura 25: Grafico de Efectos principales - individuales

La gráfica anterior debe ser interpretada en forma individual: para el factor Aditivo, el mejor nivel es PEG, para el factor Presión el mejor nivel es 300 y para el factor % Aditivo el mejor nivel es 3.

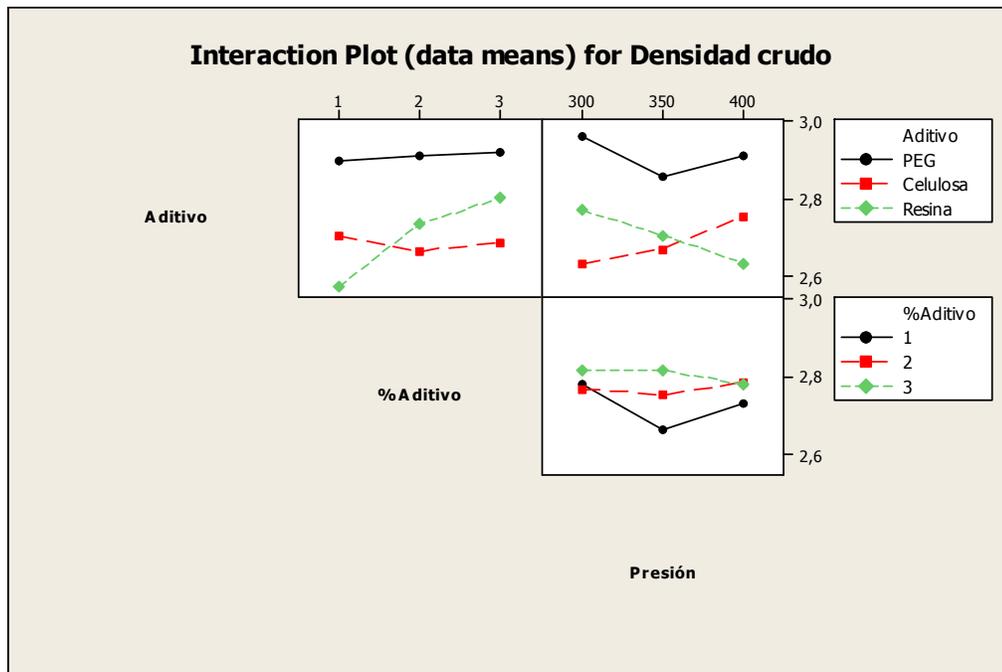


Figura 26: Gráfico de Interacciones

El gráfico anterior describe el comportamiento de las interacciones entre dos factores, de allí se rescatan aquellas que producen un valor de densidad crudo mayor:

- Interacción Aditivo * % Aditivo = PEG * 3
- Interacción Aditivo * Presión = PEG * 300
- Interacción % Aditivo * Presión = 3 * 300

7.3.2 Análisis de densidad aparente en Quema (Método de mercurio)

Tabla 18: Análisis de Varianza para Densidad en Quema

Analysis of Variance for Densidad quema, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Aditivo	2	0,294411	0,294411	0,147206	18,39	0,000
%Aditivo	2	0,206400	0,206400	0,103200	12,89	0,000
Presión	2	0,149511	0,149511	0,074756	9,34	0,001
Aditivo*%Aditivo	4	0,224822	0,224822	0,056206	7,02	0,001

Aditivo*Presión	4	0,263711	0,263711	0,065928	8,24	0,000
%Aditivo*Presión	4	0,052522	0,052522	0,013131	1,64	0,193
Aditivo*%Aditivo*Presión	8	0,244256	0,244256	0,030532	3,81	0,004
Error	27	0,216100	0,216100	0,008004		
Total	53	1,651733				

S = 0,0894634 R-Sq = 86,92% R-Sq(adj) = 74,32%

La anterior tabla ANOVA (análisis de varianza), explica el 86.92 % de las variaciones en los resultados. En la tabla se observa que la interacción % Aditivo * presión tiene un *p-value* mayor a 0.05, es decir que no tiene un valor significativo en el modelo. Para confirmar gráficamente se construye un diagrama de Pareto que muestra igualmente que la interacción presión * %Aditivo no tiene impacto significativo sobre la variable respuesta: densidad después de quema.

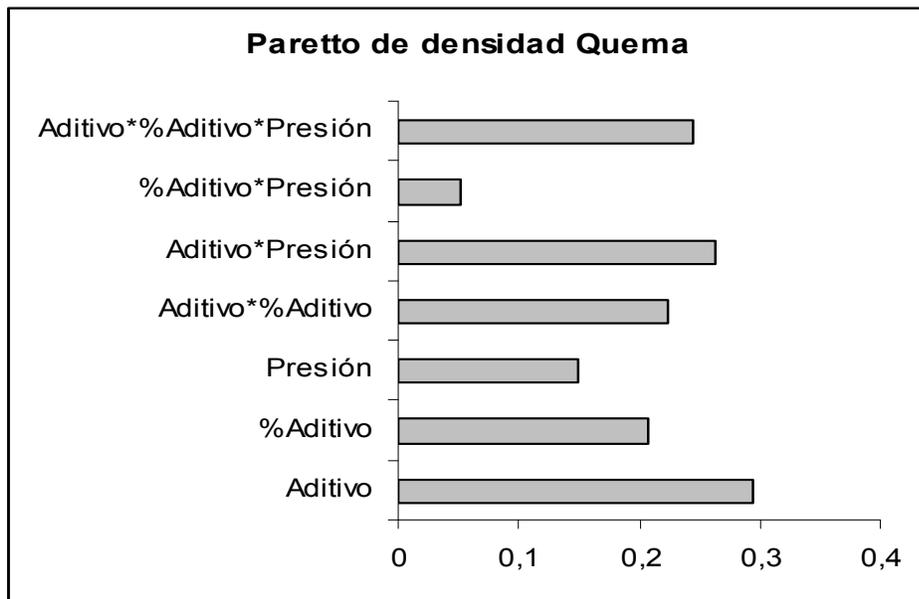


Figura 27: Grafica de Pareto densidad después de quema

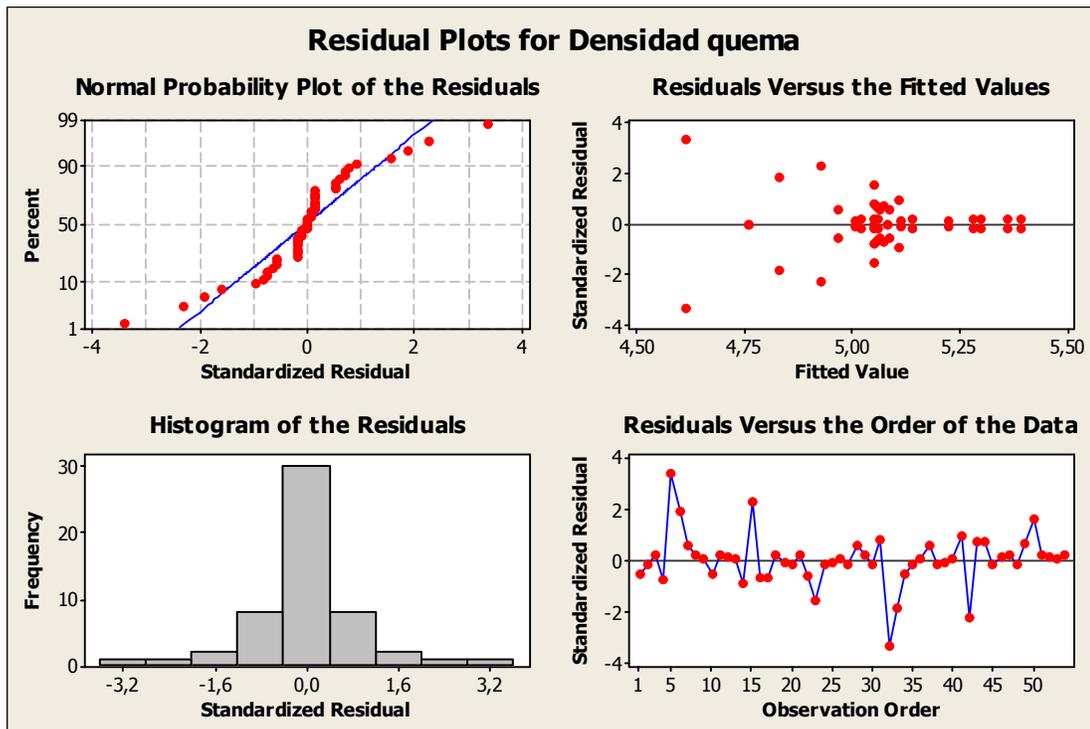


Figura 28: Gráfico de residuales densidad después de quema

Aunque se debe reducir el análisis eliminando la interacción Presión * %Aditivo, se incluye el gráfico de residuales con todas las interacciones con el fin de evidenciar el cambio de estas graficas luego de eliminar dicha interacción.

Al eliminar la interacción Presión * %Aditivo se obtiene el siguiente análisis de varianza (tabla ANOVA):

Tabla 19: Análisis de varianza eliminando la interacción Presión * %Aditivo

Analysis of Variance for Densidad quema, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Aditivo	2	0,29441	0,29441	0,14721	11,19	0,000
%Aditivo	2	0,20640	0,20640	0,10320	7,85	0,001
Presión	2	0,14951	0,14951	0,07476	5,68	0,007

Aditivo*%Aditivo	4	0,22482	0,22482	0,05621	4,27	0,006
Aditivo*Presión	4	0,26371	0,26371	0,06593	5,01	0,002
Error	39	0,51288	0,51288	0,01315		
Total	53	1,65173				

S = 0,114677 R-Sq = 68,95% R-Sq(adj) = 57,80%

La tabla explica un 68.95% de las variaciones en el modelo y muestra que la interacciones y factores restantes son significativos.

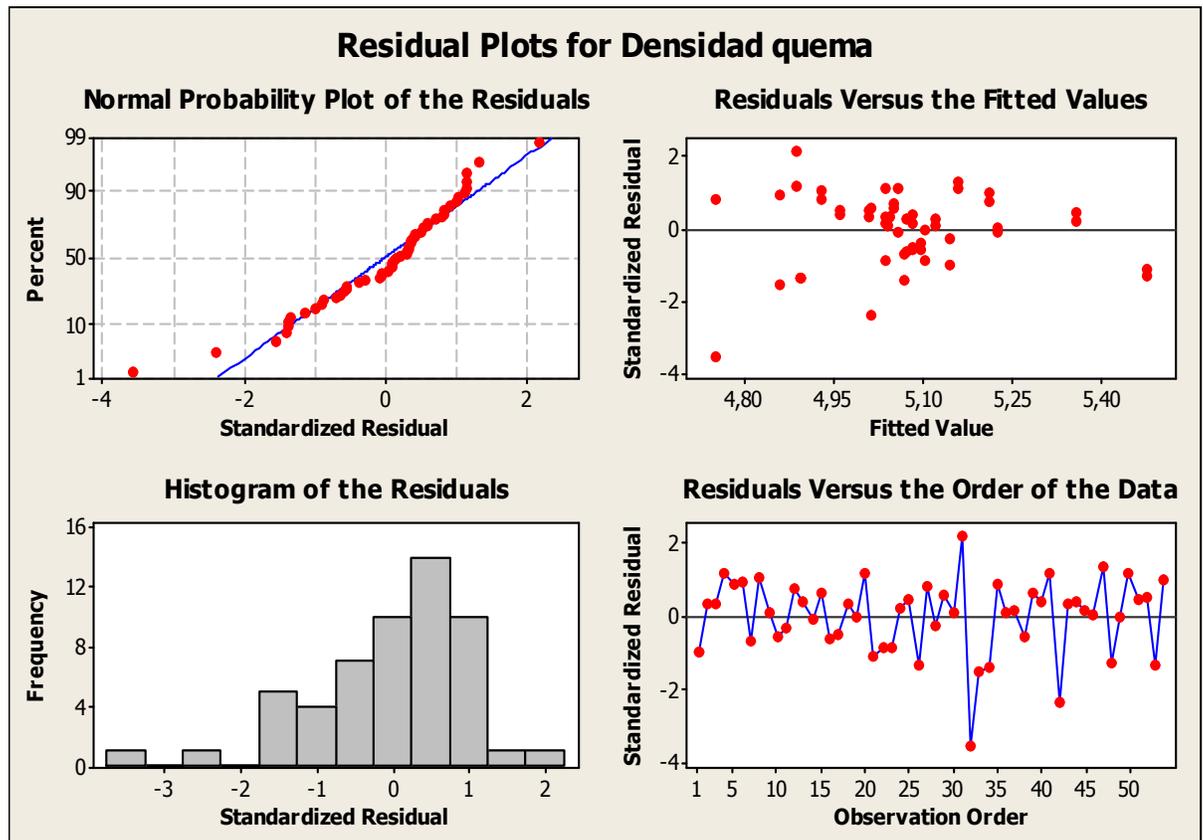


Figura 29: Gráfico de residuales densidad después de quema (reducido)

Debido a que se ha reducido el modelo por medio de la eliminación de términos con un valor p no significativo ($p > 0.05$), se hizo el análisis de residuos que se muestra en la grafica anterior, con el fin de comprobar el

encaje del modelo. Efectivamente se observa una distribución aproximadamente normal y en general un encaje aceptable del modelo. También se pueden observar las diferencias entre la grafica de residuales con todas las interacciones y la grafica anterior donde se ajusta mucho más al modelo.

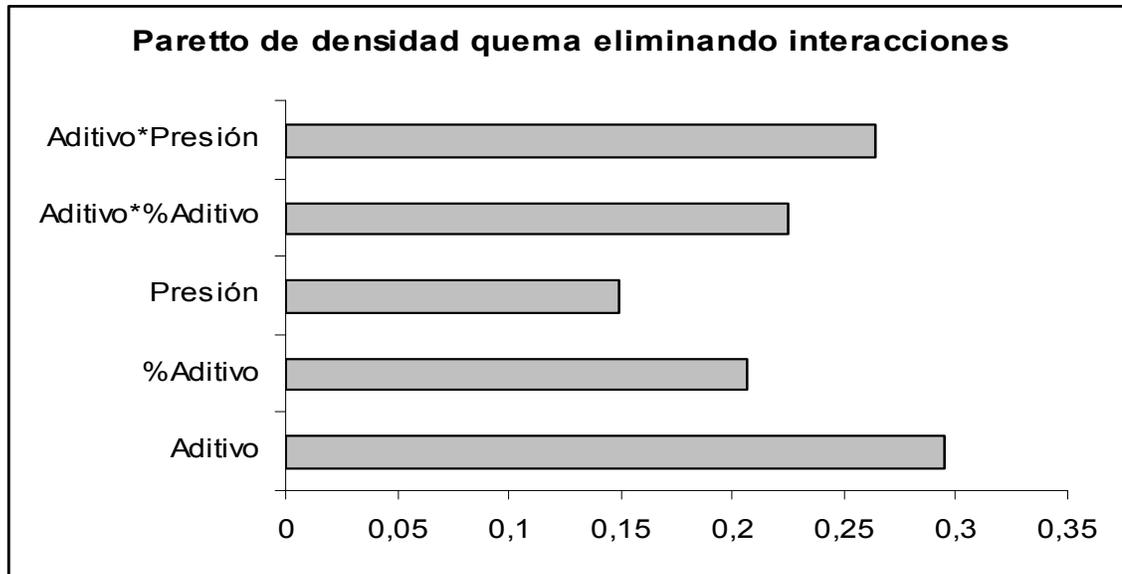


Figura 30: Grafica de Paretto densidad después de quema (reducido)

Luego de eliminar la interacción con $p\text{-value} = 0.193$ el gráfico de paretto describe que las interacciones restantes tienen impacto sobre la densidad después de quema. Se observa que el factor aditivo seguido de la interacción Aditivo * Presion tienen mayor impacto sobre la densidad después de quema, mientras que el de menor influencia es la Presión.

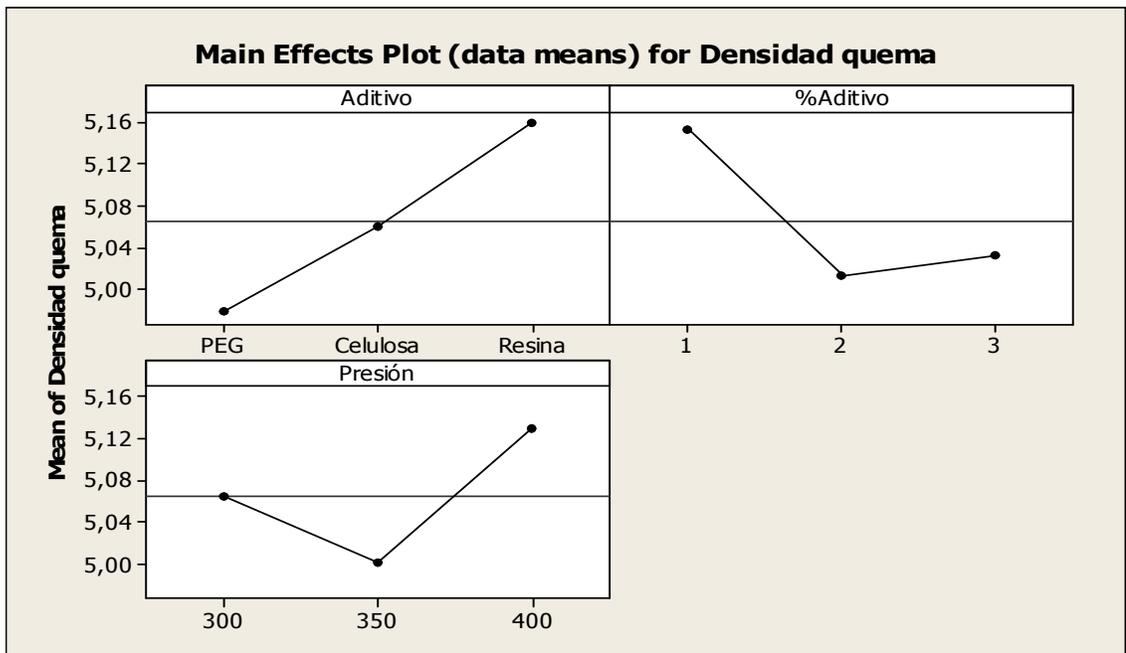


Figura 31: Grafica de Efectos principales - individuales densidad después de quemada (reducido)

La gráfica anterior debe ser interpretada en forma individual: para el factor Aditivo, el mejor nivel es la Resina, para el factor Presión el mejor nivel es 400, para el factor % Aditivo el mejor nivel es 1.

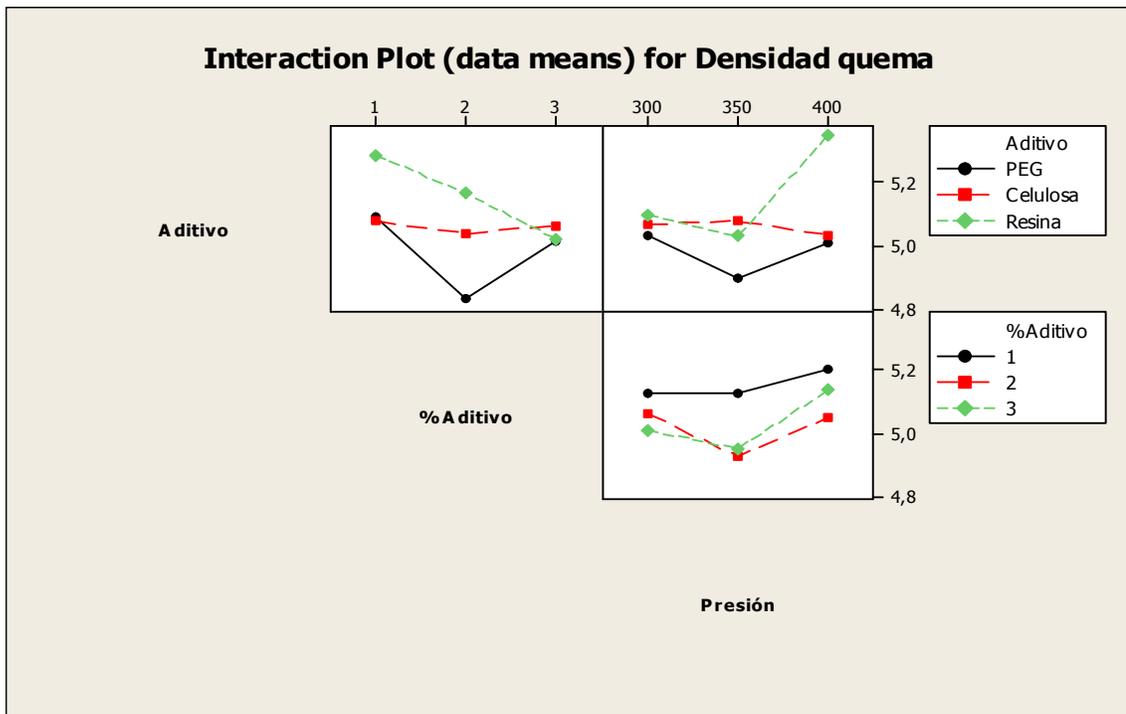


Figura 32: Grafica de Interacciones densidad después de quema (reducido)

El grafico anterior describe el comportamiento de las interacciones entre dos factores, de allí se rescatan aquellas que producen un valor de densidad crudo mayor:

- Interacción Aditivo * % Aditivo = Resina * 1
- Interacción Aditivo * Presión = Resina * 400
- Interacción % Aditivo * Presión = 1 * 400

7.3.3 Análisis de Absorción

Tabla 20: Análisis de Absorción

Analysis of Variance for Absorción, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Aditivo	2	2,0833	2,0833	1,0417	7,76	0,001
%Aditivo	2	2,0633	2,0633	1,0317	7,68	0,002
Presión	2	1,3878	1,3878	0,6939	5,17	0,010

Aditivo*%Aditivo	4	1,9067	1,9067	0,4767	3,55	0,015
Aditivo*Presión	4	2,8089	2,8089	0,7022	5,23	0,002
Error	39	5,2383	5,2383	0,1343		
Total	53	15,4883				

S = 0,366492 R-Sq = 66,18% R-Sq(adj) = 54,04%

El análisis de varianza para la absorción explica el 66.18 % de las variaciones en los resultados obtenidos. En la tabla 20 se observa que la interacción

% Aditivo * Aditivo, y el factor Presión tienen un valor p mayor a 0.05, es decir que no tienen un valor significativo en el modelo. En el gráfico de Pareto se aprecia mejor el efecto de cada uno de los factores y sus interacciones notándose que la interacción % Aditivo * Aditivo, y el factor Presión tienen menor efecto.

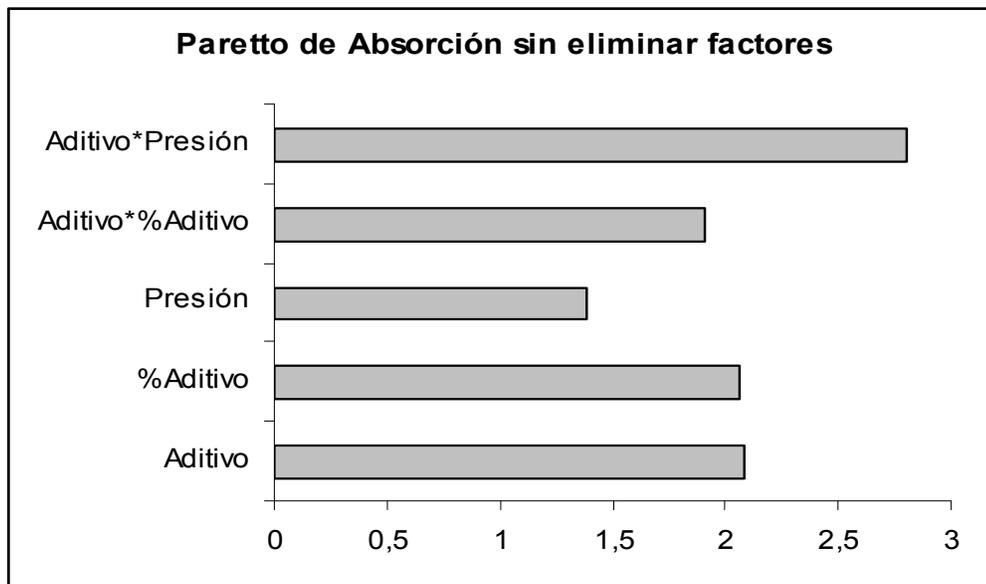


Figura 33: Gráfico Pareto de absorción

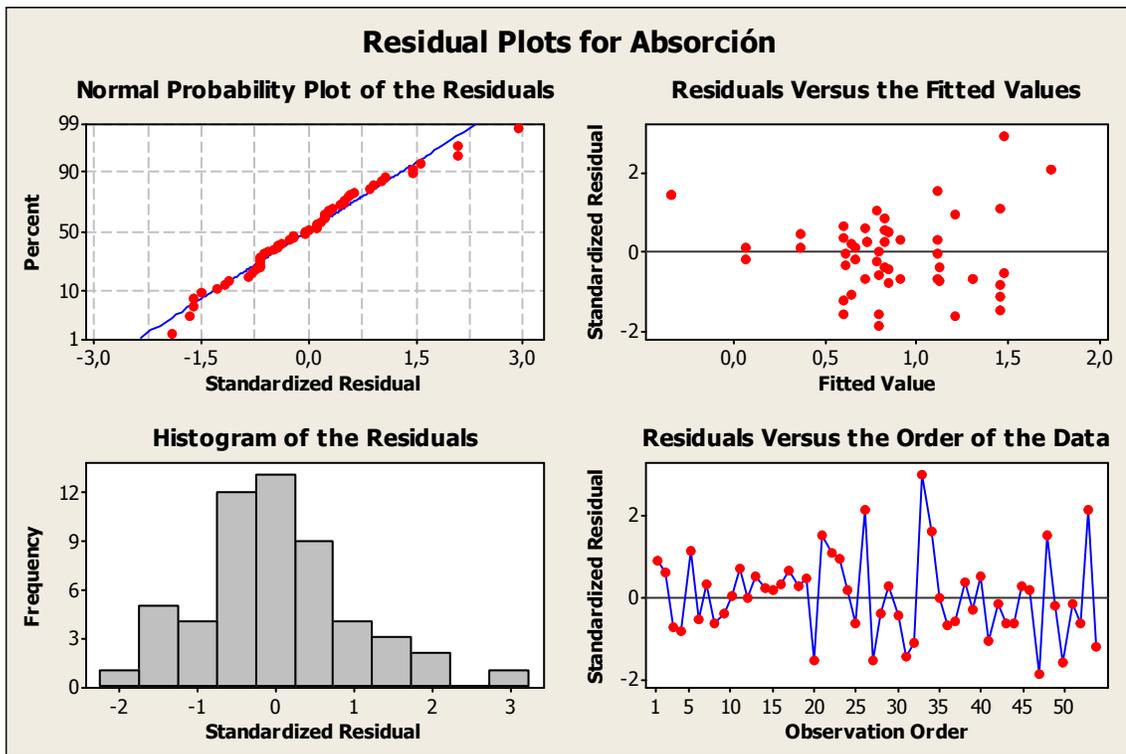


Figura 34: Grafico de residuales para Absorción.

Aunque se debe reducir el análisis eliminando la interacción % Aditivo * Aditivo, y el factor Presión, se incluye el grafico de residuales con todas las interacciones con el fin de evidenciar el cambio de estas graficas luego de eliminar dicha interacción.

Eliminando la interacción % Aditivo * Aditivo, y el factor Presión con valor mayor a 0.05, se obtiene el siguiente análisis de varianza:

Tabla 21: Análisis de varianza eliminando la interacción % Aditivo * Aditivo, y el factor Presión

Analysis of Variance for Absorción, using Adjusted SS for Tests

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Aditivo	2	2,0833	2,0833	1,0417	4,50	0,016
%Aditivo	2	2,0633	2,0633	1,0317	4,46	0,017
Error	49	11,3417	11,3417	0,2315		

Total 53 15,4883

S = 0,481106 R-Sq = 26,77% R-Sq(adj) = 20,80%

El análisis, explica el 26.77 % de las variaciones en los resultados obtenidos. Los factores aditivo y el % de aditivo son los dos factores más significativos en la variable respuesta Absorción con valores de p menores a 0.05.

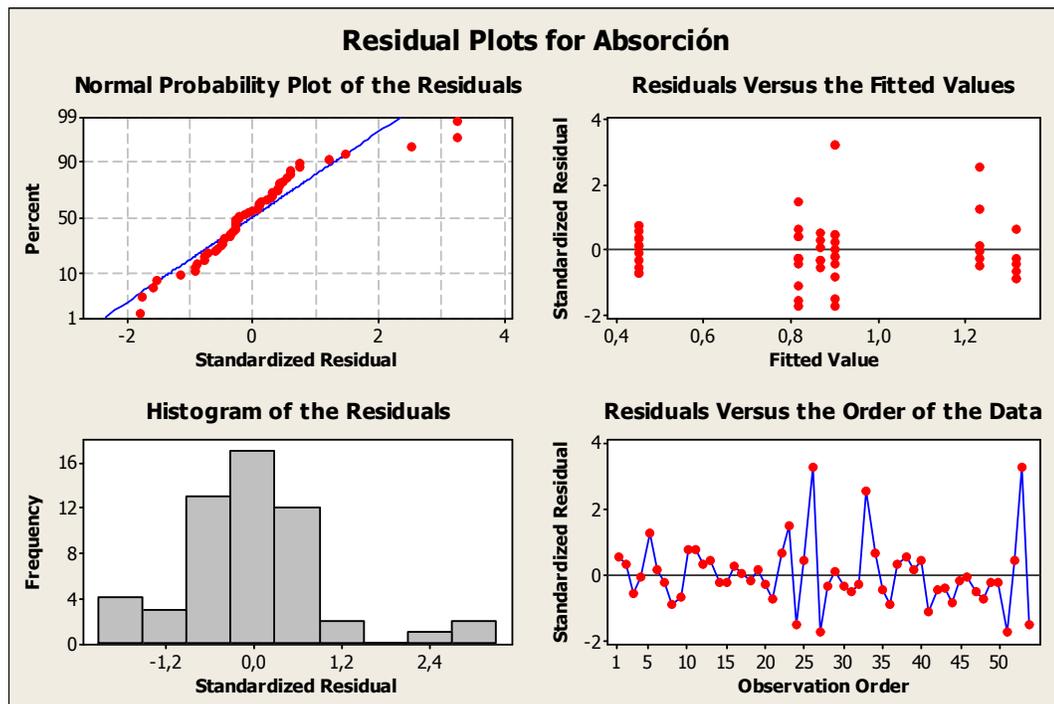


Figura 35: Gráfico de residuales Absorción (reducido)

En la figura 35, en las gráficas de residuales del modelo ya reducido efectivamente se observa una distribución aproximadamente normal y en general un encaje aceptable del modelo.

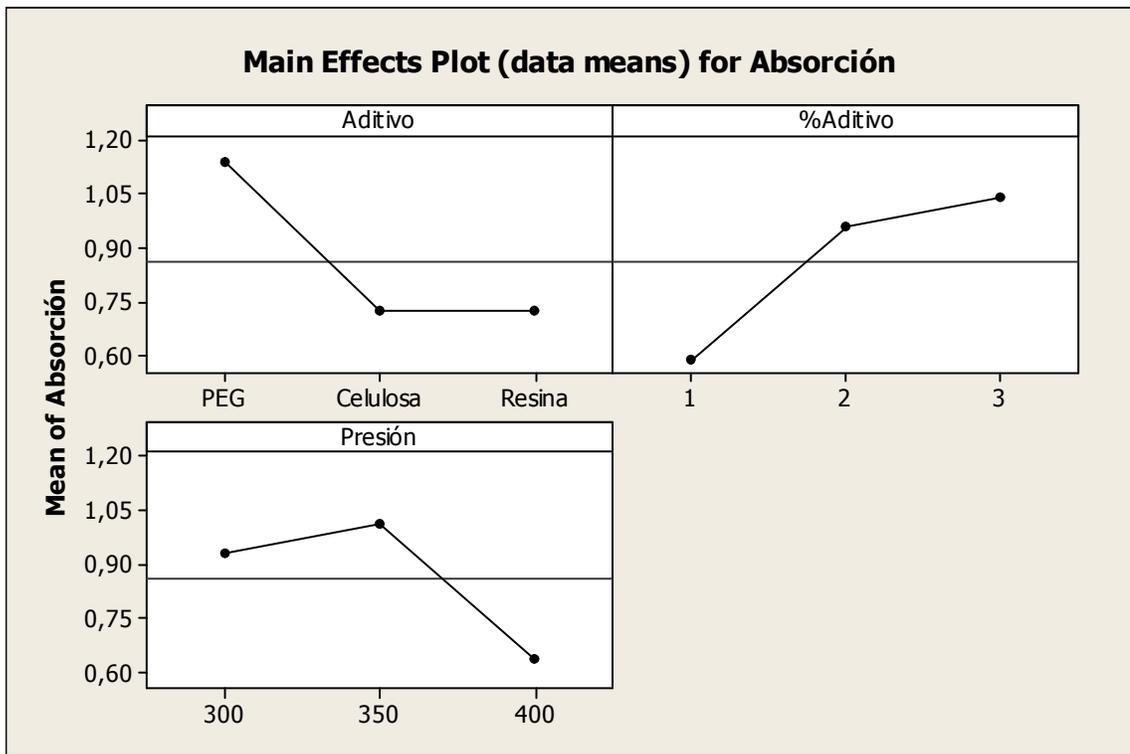


Figura 36: Grafica de Efectos principales - individuales Absorción (reducido)

La gráfica anterior interpretada de manera individual y buscando el menor valor de absorción (porosidad) arroja el siguiente resultado: para el factor Aditivo, el mejor nivel es la Resina, para el factor Presión el mejor nivel es 400, para el factor % Aditivo el mejor nivel es 1.

Este resultado coincide con la interpretación de la densidad en quema tal y como se esperaba, pues a una mayor densidad después de quema la absorción debe ser menor (porosidad).

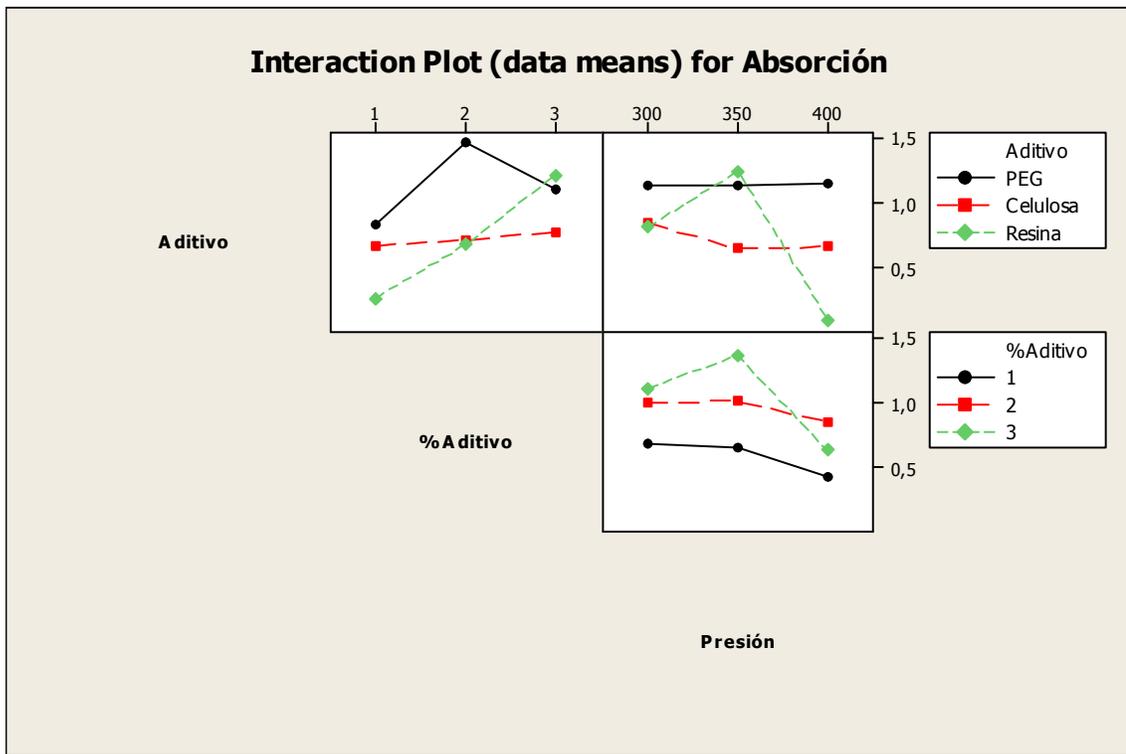


Figura 37: Grafica de Interacciones Absorción (reducido)

El gráfico anterior describe el comportamiento de las interacciones entre dos factores, de allí se rescatan aquellas que producen un valor de densidad crudo mayor:

- Interacción Aditivo * % Aditivo = Resina * 1
- Interacción Aditivo * Presión = Resina * 400
- Interacción % Aditivo * Presión = 1 * 400

7.3.4 ANÁLISIS DE PÉRDIDAS POR IGNICIÓN

En la figura 38 que se construyó con los cálculos descritos en la sección 7.2.5 se observa claramente que el aditivo con mayor pérdida por ignición presenta es el PEG.

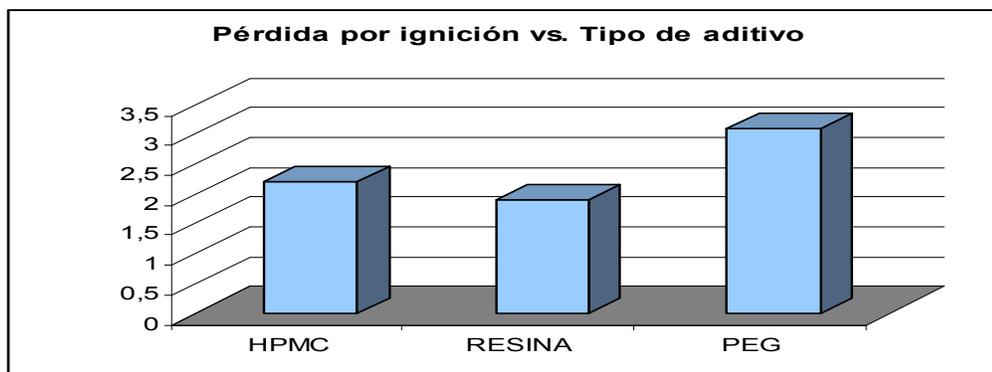


Figura 38: gráfico de pérdidas por ignición vs. Tipo de aditivo. Fuente: elaboración propia

7.3.5 VERIFICACIÓN DE COMBINACIÓN ÓPTIMA

Con el fin de confirmar que la combinación óptima es con Resina, a un porcentaje de 1, y presión de 400 MPa se realizó un nuevo ensayo teniendo sumo cuidado en imitar las condiciones de proceso. Los resultados que se obtuvieron para cada variable respuesta fueron los siguientes:

7.3.5.1 Densidad aparente en crudo

En la tabla 22 se muestran los datos obtenidos para dos pastillas denominadas A y B con los cuales se calcula la densidad aparente: peso de la rodaja seca (W1) y el empuje en el mercurio (W2) . Los datos obtenidos de densidad aparente siguen estando dentro del rango especificado de densidad crudo.

Pastilla	Peso Rodaja seca(g)	Empuje (g)	Densidad aparente en crudo (g/cm ³)
A	27,35	125,54	2,96
B	26,99	124,01	2,96

Tabla 22: verificación de la densidad aparente en crudo

7.3.5.2 Densidad aparente después de quema

En la tabla 23 se muestran los datos para calcular la densidad aparente: peso de la rodaja seca (W1) y el empuje en el mercurio (W2). Las dos pastillas A y B alcanzan una densidad después de quema están dentro del rango especificado.

Pastilla	Peso Rodaja seca(g)	Empuje (g)	Densidad aparente en crudo (g/cm ³)
A	27,87	70,03	5,41
B	27,62	69,80	5,38

Tabla 23: verificación de la densidad aparente después de quema

7.3.5.3 Absorción

La tabla 24 muestra los pesos de ambas rodajas con los cuales se calcula el % de absorción de las pastillas. El valor obtenido es 0% de absorción para ambos casos.

Rodaja	Peso Rodaja en quema y seca (g)	Peso Rodaja húmeda (g)	Absorción (%)1100°C
A	27.87	27,86	0,0
B	27.62	27,61	0,0

Tabla 24: verificación de la absorción

Con este nuevo ensayo se confirma claramente que las condiciones bajo las cuales se produce una alta densificación en crudo y quema son reproducibles.

8. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Con los ensayos exploratorios se identificaron los factores críticos y realmente influyentes en la obtención de las pastillas cerámicas. Factores como el porcentaje de humedad del material resultaron no influir en la densidad aparente de la pastilla, por lo tanto no se tuvo en cuenta en el posterior diseño de experimentos (multinivel factorial). Finalmente se eligieron como factores para los ensayos de la segunda etapa, el tipo de aditivo, el porcentaje de aditivo y la presión de compactación.

Con los ensayos exploratorios también se definió el tiempo de molienda del material de 12 horas para garantizar un correcto tamaño de partícula micrométrico (como lo muestra el dato de área superficial), para las proporciones de agua y Óxido de zinc determinadas.

De los ensayos del diseño de experimentos multinivel factorial 3^3 para la variable respuesta densidad en crudo resultó:

- La densidad en crudo de las pastillas cerámicas es altamente influenciada por el tipo de aditivo que se emplee, teniendo en cuenta que la función de éste es mejorar la adherencia de las partículas del polvo cerámico de las piezas conformadas.
- La mayor densidad en crudo se obtuvo combinando el aditivo Polietilenglicol (PEG) con una presión de 300 MPa e igualmente las gráficas de interacciones y efectos principales muestra que el buen desempeño del PEG es directamente proporcional al porcentaje que se agregue de éste. Los valores de densidad en crudo obtenidos con la combinación óptima (PEG, 3%, 300MPa para Tipo de aditivo, porcentaje y presión de compactación respectivamente) fueron 2.94

g/cm^3 y 3.0 g/cm^3 , valores que están dentro del rango especificado de 2.5 a 3.0 g/cm^3 .(ver tabla 13).

- La Hidroxipropilmetilcelulosa y la Resina en cualquier combinación con el resto de factores arrojaron los valores mínimos de densidad aparente en crudo. Incluso la resina combinada con el mayor porcentaje de aditivo (3%) y la mayor presión (400MPa) da un valor de densidad de 2.67 a 2.68 gramos por centímetro cúbico. (ver tabla 13).
- El buen resultado que produce usar Polietilenglicol como aditivo para densificar las pastillas cerámicas en crudo, puede ser debido al hecho que aunque los tres aditivos ensayados son solubles en agua, el Polietilenglicol se solubiliza con mayor facilidad y por tanto se homogeniza mejor cuando se mezcla con el Óxido de zinc y el agua y en efecto si el aditivo está mejor distribuido en el polvo cerámico a compactar, la densificación en crudo será mejor.

De los ensayos del diseño de experimentos multinivel factorial 3^3 para la variable respuesta densidad después de quema resultó:

- El factor más influyente en la obtención del mayor valor de densidad aparente después de quema es el tipo de aditivo, seguido del porcentaje de aditivo y por último la presión.
- La combinación óptima de Tipo de aditivo, % Aditivo y presión para obtener el mayor valor de densidad aparente después de quema fue: Resina, 1% y 400 MPa respectivamente (ver tabla 14). Esta combinación es diferente a la combinación óptima para la densidad en crudo.

Con el fin de establecer la razón por la cual el aditivo óptimo para la densificación en crudo es diferente a su equivalente para la densificación después de quema se calculó la pérdida por ignición en cada ensayo. La pérdida por ignición cuantifica mediante porcentajes la pérdida de peso durante la sinterización de la siguiente manera: *Pérdida por ignición =*

*((PPI = (W pastilla crudo – W pastilla quemada) / W pastilla crudo) *100* , por lo tanto, aquellos ensayos en los cuales la pérdida por ignición es alta, tienen en común un aditivo que combuste fácilmente y deja espacios de aire en la pastilla sinterizada, lo cual se traducen en una disminución de la densidad y en un aumento de la porosidad.

Entonces, teniendo en cuenta que una alta pérdida por ignición genera menores densidades, se puede deducir que el polietilenglicol (PEG) con la mayor pérdida por ignición produce pastillas con las más bajas densidades; por el contrario, con la resina, con la más baja pérdida por ignición se obtiene mayor densificación luego de la quema.

El diseño de experimentos multinivel factorial 3^3 para la variable respuesta absorción resultó mostró que la combinación óptima de Tipo de aditivo, % Aditivo y presión para obtener cero por ciento de absorción fue: Resina, 1% y 400 MPa respectivamente (ver tabla 14). Esta combinación es igual a la combinación óptima para la densidad después de quema.

9. CONCLUSIONES

1. Las principales variables de entrada que deben considerarse en la fabricación de pastillas cerámicas para varistores son:

- Tipo de aditivo aglutinante.
- Porcentaje en peso del aditivo con relación a los sólidos secos del óxido de zinc.
- Presión aplicada durante la conformación o compactación del polvo cerámico.

2. La investigación permitió identificar tres aditivos ligantes PEG 400, Hidroxipropilmetilcelulosa y una resina estireno acrílica; todos, adecuados para el material y el proceso.

3. Debido a que se obtuvieron pastillas cerámicas de alta densidad con absorción cero, puede concluirse que tanto los factores como el diseño de experimentos elegidos fueron adecuados para alcanzar propiedades determinantes en el desempeño final del varistor.

4. La humedad del material no es una variable determinante para la densificación de las pastillas cerámicas, pero si es importante para facilitar la fluidez del polvo en la prensa.

5. Los resultados de la prueba de densidad aparente en crudo no son definitivos para decidir qué aditivo, porcentaje de aditivo y presión produce la pastilla cerámica más apropiada para los varistores pues la pastilla finalmente será usada después de pasar por un

proceso de sinterización y por lo tanto la variable determinante es la densidad después de quema.

6. Dado que el uso de las pastillas para varistores serán utilizadas habiéndose sometido a sinterización, es importante tener en cuenta, que uno de los parámetros que determinará la alta densidad, es la pérdida por ignición del aditivo.
7. De los tres aditivos evaluados, la Resina estireno acrílica brinda un poder ligante más efectivo que los demás aditivos orgánicos evaluados, por presentar una pérdida por ignición menor que el resto de aglutinantes.
8. La resina estireno acrílica además de conferir altas densidades a las pastillas de óxido de zinc, se requiere en el menor porcentaje evaluado en la fabricación, lo que representaría menores costos por insumos.
9. La resina estireno acrílica se convierte en una nueva alternativa de aditivo ligante diferente a los comúnmente reportados en la literatura (Glicoles, celulosas y Vinílicos).

10. RECOMENDACIONES

1. Evaluar otros aditivos que puedan cumplir la función de densificar este tipo de materiales cerámicos, con el fin de ampliar la base de datos existente hasta el momento que permita tomar decisiones de los más convenientes desde el punto de vista económico y de acuerdo al tipo de proceso cerámico en el cual se vaya a aplicar y en los costos.
2. Realizar un escalado del proceso que se planteó en este proyecto para determinar los recursos y viabilidad técnica y económica del proceso.
3. Estimar los costos de fabricación de pastillas cerámicas en un proceso a escala industrial basándose en los resultados técnicos derivados de la presente investigación.
4. Se recomienda realizar para posteriores investigaciones análisis termogravimétrico de los aditivos que se pretendan evaluar, con el fin de encontrar magnitudes exactas de las temperaturas de ignición del aditivo y de este modo diseñar curvas individuales en el horno para cada aglutinante.
5. Realizar pruebas mecánicas y eléctricas que den continuidad a los resultados de densidad aparente y absorción (porosidad) obtenidos en esta investigación con el fin de ratificar el buen desempeño técnico de las pastillas para varistores proporcionado por las condiciones óptimas descritas en este trabajo.

BIBLIOGRAFIA

- 1 PEITEADO, M. (2005). Varistores cerámicos basados en óxido de zinc. EN: Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio. Vol.44. pp 77-87.
- 2 ANONIMO 1.
http://www.accefyn.org.co/PubliAcad/Encuentro/Full_text/materiales.
[consulta: Abril 4 de 2006].
- 3 SCHULZ B. M.(2004). Effect of natural and synthetic organics on processing of clay-based ceramics. Tesis. (Doctor in ceramic science). New york. Universidad de Alfred.
- 4 ANONIMO 2. Fabricación y aplicaciones de la cerámica . [Artículo de Internet]. <http://www.textoscientificos.com/quimica/ceramicas-avanzadas/fabricacion-aplicaciones>. [consulta: Julio 2 de 2006]
- 5 CARTY , W.C. SINTON, C.W. (1998). Proceedings of the Science of whitewares II conference. Alfred University. Estados Unidos. Mayo 31- Junio 2.
- 6 REED, J. S. (1995) .Principles of ceramics processing. Estados Unidos.Segunda edición. Editorial Wiley – Interscience.
- 7 W.J. Walker and J.S. Reed, "Polyethylene Glycol Binders for Advanced Ceramics," *Ceram. Engineer. Science. Process.*; p.p 58-79, 1993. Citado por: SCHULZ B. M.(2004). EN: Effect of natural and synthetic organics on

- processing of clay-based ceramics. Tesis. (Doctor in ceramic science).
New york. Universidad de Alfred.
- 8 A.S. Barnes, J.S. Reed, and A.M. Anderson, "Using Cobinders to Improve Manufacturability," *Am. Ceram. Soc. Bull.*; p.p 77-82, 1997. Citado por: SCHULZ B. M.(2004). EN: Effect of natural and synthetic organics on processing of clay-based ceramics. Tesis. (Doctor in ceramic science).
New york. Universidad de Alfred.
- 9 Ingeniero Químico Ramiro Restrepo. Ingeniero de Tecnología Ltda.
Medellín, Marzo 2 de 2006.
- 10 Ingeniero cerámico David Mesa. Técnico cerámico de la organización corona. Medellín, Marzo 11 , 2006.
- 11 HUNT M. (1983).The effects of fabrication processes on oxide varistors.
Tesis. (Bachelor of science in ceramic engineering. New York.
Universidad de Alfred.
- 12 ANÓNIMO 3.
www.virtual.unal.edu.co/cursos/sedes/manizales/4070035/lecciones/cap3/cap3.htm - 9k [CONSULTA: Febrero 13 de 2006]
- 13 VÉLEZ G,M.C. (1997). Aplicación de la metodología Taguchi para el diseño de experimentos en un proceso de producción. Proyecto de grado.
Universidad EAFIT.
- 14 NELLY, J.E. (1992). Materiales y procesos de manufactura. Primera Edición. México. Editorial Limusa.

- 15 DOYLE, L.E.(1998). Procesos y materiales de manufactura para Ingenieros. Primera Edición. México .Editorial Prentice Hall Hispanoamericana S.A.
- 16 McCABE, Warren L. (1995). Operaciones unitarias en ingeniería Química. Cuarta edición. España .Editorial McGraw-Hill.
- 17 NAVARRO J.E. et al. (1987). Características de polvos cerámicos para prensado. EN: Curso de Fabricación de Baldosas cerámicas. Tomo III. Biblioteca Dpto. Técnico Electroporcelana Gamma
- 18 NAVARRO J.E. et al .(1982). Variables en la compactación de soportes cerámicos de pavimento y revestimiento. EN: Curso de Fabricación de Baldosas cerámicas. Tomo III. Biblioteca Dpto. Técnico Electroporcelana Gamma.
- 19 BAGAN V. et al. (1988). La operación de prensado en la fabricación de pavimentos por monococción I y II. EN: Curso de Fabricación de Baldosas cerámicas. Tomo III. Biblioteca Dpto. Técnico Electroporcelana Gamma.
- 20 BLASCO A. et al. (1988). Estudio de la compactación de soportes cerámicos de pavimento y revestimiento. EN: Curso de Fabricación de Baldosas cerámicas. Tomo III. Biblioteca Dpto. Técnico Electroporcelana Gamma
- 21 ANÓNIMO 1 (2005).. Materials Handbook. www.ceramicindustry.com. [consulta: Agosto 3 de 2005].

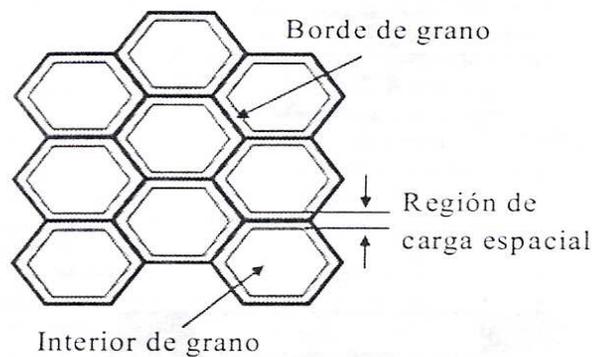
- 22 UNGSOO, K. (2002) .The role of polymer compatibility in ceramic processing. New York. Tesis. (Doctor in ceramic science). New york. Universidad de Alfred.
- 23 Anónimo3
http://www.oepm.es/pdf/2/05%5C12%5C2051232_a2.pdf#search=%22DENSIDAD%20APARENTE%2C%20MERCURIO%22 . [consulta: junio de 2006].
- 24 Anónimo 4. Densidad aparente: DIN EN 993-1 .ABSORCION DE AGUA: DIN EN 993-1 ò DIN EN ISO 10545-3 (Método de cocción). [consulta: junio de 2006].
- 25 American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products. EN: Designation: C 373 – 88 (Reapproved 1999). United States.
- 26 MONTGOMERY. D. (2004). Diseño y análisis de experimentos. Segunda edición. México. Editorial Limusa.

ANEXOS

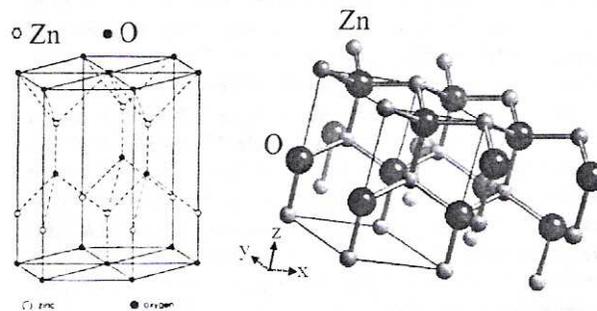
Anexo 1. Conformación interna de granos de óxido de Zinc en un varistor.

Fuente: HUNT M. (1983). *The effects of fabrication processes on oxide varistors. Tesis. (Bachelor of science in ceramic engineering. New York. Universidad de Alfred.*

VARISTORES CERÁMICOS BASADOS EN ÓXIDO DE ZINC



Anexo 2. Estructura del óxido de Zinc. Fuente: HUNT M. (1983). *The effects of fabrication processes on oxide varistors. Tesis. (Bachelor of science in ceramic engineering. New York. Universidad de Alfred.*



Anexo 3. Ficha técnica de Hidroxipropil metil celulosa .

Fuente: www.ronasgroup.com/hydroxypropyl-methyl-cellulose.asp

CHEMICAL LAND21.com

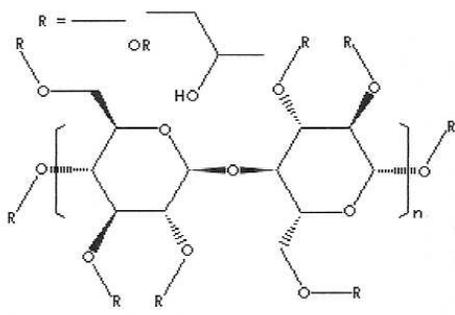
OFFER TO SELL

OFFER TO BUY

PRODUCT > SPECIALTY CHEMICALS > FINE CHEMICALS >

HYDROXYPROPYL METHYL CELLULOSE

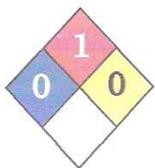
PRODUCT IDENTIFICATION	
CAS NO.	9004-65-3
EINECS NO.	unlisted
FORMULA	
MOL WT.	
H.S. CODE	3912.39
TOXICITY	
DERIVATION	
CLASSIFICATION	
SYNONYMS	Hypromellose;
	2-hydroxypropyl methyl ether Cellulose; Hydroxypropyl Methyl Cellulose;
PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES	
PHYSICAL STATE	white to off-white powder
MELTING POINT	
BOILING POINT	
SPECIFIC GRAVITY	
SOLUBILITY IN WATER	swells to form viscosity colloidal solution.
SOLVENT SOLUBILITY	Soluble in most organic solvents, Insoluble in hot water, alcohol
DECOMPOSITION	220 C
pH	
VAPOR DENSITY	
NFPA RATINGS	
FLASH POINT	
STABILITY	Stable under ordinary conditions
APPLICATIONS	
Hydroxypropyl Methyl Cellulose is an enteric film coating material or a matrix binder in solid dosage forms. It is used as a viscosity control agent, gelling agent, film former, stabilizer, dispersant, lubricant, binder, emulsifying agents, and suspending agent. End applications include adhesives and glues, agriculture, building materials, personal care products, detergents and surfactants, paints, printing inks, and coatings, pharmaceuticals, food products, polymerization and textiles.	
SALES SPECIFICATION	
APPEARANCE	white to off-white powder
ACTIVE MATTER	98.0% min (Dry basis)
MOISTURE	8.0% max
ASH	2.0% max
VISCOSITY	50 - 50,000 cps (2% sol.)
TRANSPORTATION	
PACKING	
HAZARD CLASS	
UN NO.	
REMARKS	



- 108 -

Anexo 4. Ficha técnica Polietilenglicol.

Fuente: www.dojindo.com/msdspd/MSDSF017Ferroceny/PEG.



Health	1
Fire	1
Reactivity	0
Personal Protection	G

Material Safety Data Sheet Polyethylene glycol 400 MSDS

Section 1: Chemical Product and Company Identification	
Product Name: Polyethylene glycol 400	Contact Information:
Catalog Codes: SLP5452	Sciencelab.com, Inc. 14025 Smith Rd. Houston, Texas 77396
CAS#: 25322-68-3	US Sales: 1-800-901-7247 International Sales: 1-281-441-4400
RTECS: TQ3675000	Order Online: ScienceLab.com
TSCA: TSCA 8(b) inventory: Polyethylene glycol 400	CHEMTREC (24HR Emergency Telephone), call: 1-800-424-9300
Cl#: Not available.	International CHEMTREC, call: 1-703-527-3887
Synonym: PEG-8; PEG 400; Poly(oxy-1,2-ethanediyl).alpha.-hydro.-omega.-hydroxy-	For non-emergency assistance, call: 1-281-441-4400
Chemical Name: Polyethylene Glycol 400	
Chemical Formula: H(OCH ₂ CH ₂) _n OH	

Section 2: Composition and Information on Ingredients		
Composition:		
Name	CAS #	% by Weight
Polyethylene glycol 400	25322-68-3	100
Toxicological Data on Ingredients: Polyethylene glycol 400: ORAL (LD50): Acute: 30200 mg/kg [Rat]. 28915 mg/kg [Mouse]. 26800 mg/kg [Rabbit]. DERMAL (LD50): Acute: >20000 mg/kg [Rabbit]. VAPOR (LC50): Acute: >13 ppm 8 hours [Rat].		

Section 3: Hazards Identification
Potential Acute Health Effects: Slightly hazardous in case of skin contact (irritant, permeator), of eye contact (irritant), of ingestion, of inhalation.
Potential Chronic Health Effects: CARCINOGENIC EFFECTS: Not available. MUTAGENIC EFFECTS: Not available. TERATOGENIC EFFECTS: Not available. DEVELOPMENTAL TOXICITY: Not available. Repeated or prolonged exposure is not known to aggravate medical condition.

Section 4: First Aid Measures

Eye Contact:

Check for and remove any contact lenses. In case of contact, immediately flush eyes with plenty of water for at least 15 minutes. Cold water may be used. Get medical attention if irritation occurs.

Skin Contact:

Wash with soap and water. Cover the irritated skin with an emollient. Get medical attention if irritation develops. Cold water may be used.

Serious Skin Contact: Not available.

Inhalation:

If inhaled, remove to fresh air. If not breathing, give artificial respiration. If breathing is difficult, give oxygen. Get medical attention.

Serious Inhalation: Not available.

Ingestion:

Do NOT induce vomiting unless directed to do so by medical personnel. Never give anything by mouth to an unconscious person. If large quantities of this material are swallowed, call a physician immediately. Loosen tight clothing such as a collar, tie, belt or waistband.

Serious Ingestion: Not available.

Section 5: Fire and Explosion Data

Flammability of the Product: May be combustible at high temperature.

Auto-Ignition Temperature: Not available.

Flash Points: CLOSED CUP: 226.67°C (440°F). OPEN CUP: 231.11°C (448°F).

Flammable Limits: Not available.

Products of Combustion: These products are carbon oxides (CO, CO₂).

Fire Hazards in Presence of Various Substances: Slightly flammable to flammable in presence of open flames and sparks, of heat.

Explosion Hazards in Presence of Various Substances:

Risks of explosion of the product in presence of mechanical impact: Not available.

Risks of explosion of the product in presence of static discharge: Not available.

Fire Fighting Media and Instructions:

SMALL FIRE: Use DRY chemical powder.

LARGE FIRE: Use water spray, fog or foam. Do not use water jet.

Special Remarks on Fire Hazards: Not available.

Special Remarks on Explosion Hazards: Not available.

Section 6: Accidental Release Measures**Small Spill:**

Dilute with water and mop up, or absorb with an inert dry material and place in an appropriate waste disposal container. Finish cleaning by spreading water on the contaminated surface and dispose of according to local and regional authority requirements.

Large Spill:

Absorb with an inert material and put the spilled material in an appropriate waste disposal. Finish cleaning by

spreading water on the contaminated surface and allow to evacuate through the sanitary system. Be careful that the product is not present at a concentration level above TLV. Check TLV on the MSDS and with local authorities.

Section 7: Handling and Storage

Precautions:

Keep away from heat. Keep away from sources of ignition. Ground all equipment containing material. Do not ingest. Do not breathe gas/fumes/ vapor/spray. Wear suitable protective clothing. If ingested, seek medical advice immediately and show the container or the label. Keep away from incompatibles such as oxidizing agents, acids, alkalis.

Storage: Keep container tightly closed. Keep container in a cool, well-ventilated area.

Section 8: Exposure Controls/Personal Protection

Engineering Controls:

Provide exhaust ventilation or other engineering controls to keep the airborne concentrations of vapors below their respective threshold limit value. Ensure that eyewash stations and safety showers are proximal to the work-station location.

Personal Protection:

Safety glasses. Lab coat. Vapor respirator. Be sure to use an approved/certified respirator or equivalent. Gloves.

Personal Protection in Case of a Large Spill:

Splash goggles. Full suit. Vapor respirator. Boots. Gloves. A self contained breathing apparatus should be used to avoid inhalation of the product. Suggested protective clothing might not be sufficient; consult a specialist BEFORE handling this product.

Exposure Limits:

TWA: 10 (mg/m³) from AIHA

Consult local authorities for acceptable exposure limits.

Section 9: Physical and Chemical Properties

Physical state and appearance: Liquid. (viscous)

Odor: Odorless.

Taste: Not available.

Molecular Weight: 400 (380 - 420) g/mole

Color: Clear

pH (1% soln/water): Not available.

Boiling Point: Not available.

Melting Point: 4°C (39.2°F) - 6 C.

Critical Temperature: Not available.

Specific Gravity: 1.1254 (Water = 1)

Vapor Pressure: Not available.

Vapor Density: Not available.

Volatility: Not available.
Odor Threshold: Not available.
Water/Oil Dist. Coeff.: Not available.
Ionicity (in Water): Not available.
Dispersion Properties: See solubility in water.
Solubility:
Soluble in cold water, hot water.
Readily soluble in aromatic hydrocarbons.
Slightly soluble in aliphatic hydrocarbons.

Section 10: Stability and Reactivity Data

Stability: The product is stable.
Instability Temperature: Not available.
Conditions of Instability: Incompatible materials (strong oxidizers), excess heat.
Incompatibility with various substances: Reactive with oxidizing agents, acids, alkalis.
Corrosivity: Non-corrosive in presence of glass.
Special Remarks on Reactivity: Slightly Hygroscopic
Special Remarks on Corrosivity: Not available.
Polymerization: Will not occur.

Section 11: Toxicological Information

Routes of Entry: Absorbed through skin. Eye contact.
Toxicity to Animals:
Acute oral toxicity (LD50): 26800 mg/kg [Rabbit].
Acute dermal toxicity (LD50): >20000 mg/kg [Rabbit].
Acute toxicity of the vapor (LC50): >13 8 hours [Rat].
Chronic Effects on Humans: Not available.
Other Toxic Effects on Humans: Slightly hazardous in case of skin contact (irritant, permeator), of ingestion, of inhalation.
Special Remarks on Toxicity to Animals: Not available.
Special Remarks on Chronic Effects on Humans: Not available.
Special Remarks on other Toxic Effects on Humans:
Acute Potential Health Effects:
Skin: It may cause mild skin irritation. It may be absorbed through the skin, but absorption of harmful amounts is unlikely.
Eyes: It may cause mild eye irritation.
Inhalation: At room temperature, exposure to vapor is minimal due to low volatility. A single exposure is not likely to be hazardous.
Ingestion: Low toxicity. Harmful effects not anticipated from swallowing small amounts. Ingestion of larger amounts may cause nausea, vomiting, cardiac arrhythmias, hypotension. It may also affect the urinary system.

Ficha de datos técnicos

108849 Cinc óxido p.a. ACS, Reag. Ph Eur

Aplicaciones:

Reagent for urobilin.

Información general sobre producto:

Fórmula empírica según (Hill):	OZn
Fórmula empírica estructurada:	ZnO
Densidad:	5.61 g/cm ³ (20 °C)
Masa molar:	81.37 g/mol
Densidad aparente:	~ 200 - 700 kg/m ³
Número CAS:	1314-13-2
Código HS:	28170000
Número EG:	215-222-5
Categoría de almacenamiento:	Sin limitaciones.
FDS	disponible
RTECS:	ZH4810000
Frase R:	R 50/53
Frase S:	S 60-61

Prod. Químicos / Datos físicos:

Olor:	inodoro
Forma:	sólido
Color:	blanco
Valor de pH:	~ 7 (50 g/l 20 °C) (pasta húmeda)
Solubilidad en agua:	0.0016 g/l (29 °C)
Solubilidad en etanol:	Insoluble
Punto de fusión:	1975 °C
Presión de vapor:	(20 °C) reducida

Datos toxicológicos:

LD 50 oral:	LD 50 oral rata > 5000 mg/kg
LD Inferior:	LDLO oral hombre 500 mg/kg

Ficha de datos técnicos

108849 Cinc óxido p.a. ACS, Reag. Ph Eur

Información sobre embalajes:

Núm. artículo	Envase	Envases por paleta	Material de embalaje primario
1.08849.0500	500 G		Frasco de plástico
1.08849.1000	1 KG		Frasco de plástico
1.08849.9025	25 KG	12	Caja de cartón ondulado

Especificación

Assay		
complexometric, calc. on the ignited basis	99.0 - 100.5	%
complexometric	>= 99.0	%
Identity	passes test	
Carbonate and color of solution	passes test	
Substances insoluble in diluted sulfuric acid	<= 0.01	%
Alkalinity	passes test	
Chloride (Cl)	<= 0.001	%
Nitrate (NO ₃)	<= 0.003	%
Sulfur compounds (as SO ₄)	<= 0.01	%
Total nitrogen (N)	<= 0.0005	%
As (Arsenic)	<= 0.0001	%
Ca (Calcium)	<= 0.001	%
Cd (Cadmium)	<= 0.0005	%
Cu (Copper)	<= 0.0005	%
Fe (Iron)	<= 0.0005	%
K (Potassium)	<= 0.01	%
Mg (Magnesium)	<= 0.005	%
Mn (Manganese)	<= 0.0005	%
Na (Sodium)	<= 0.001	%
Pb (Lead)	<= 0.002	%
Substances reducing potassium permanganate (as O)	<= 0.001	%
Loss on ignition (500 °C)	<= 1.0	%

Anexo 6. Ficha técnica de Resina Ligante estireno acrílico.

Fuente: Química AMTEX. Medellín.



Resinas AMTEX®

Construcción y textiles

APLICACIÓN:

Como regla general, se debe dispersar previamente la mezcla de cargas. Posteriormente se incorporan los demás auxiliares y finalmente, a baja velocidad de agitación se adiciona **AMTEX RE-2**.

Con el fin de obtener una buena estabilidad del producto final al almacenamiento, se recomienda utilizar nuestros dispersantes de cargas AMTEX PIN-35 o AMTEX DPC.

Antiespumante:

AMTEX RE-2 ya ha sido formulado para no producir espuma, sin embargo, si durante la mezcla con pigmentos y cargas se llegara a formar, se recomienda adicionar un Antiespumante de uso general, previa dilución en al menos su mismo peso en agua.

Biocida:

Se recomienda adicionar un agente biocida a los productos finales que vayan a ser almacenados por largos periodos de tiempo.

COMPATIBILIDAD:

AMTEX RE-2 es compatible con dispersiones no iónicas y aniónicas.

La compatibilidad con espesantes debe ser cuidadosamente medida ya que pueden alterarse las propiedades del producto final.

El producto también es compatible con hidrocarburos alifáticos, aromáticos y ésteres.

ALMACENAMIENTO

AMTEX RE-2 en ambientes normales de almacenamiento tiene una estabilidad de 6 meses.

El producto se debe proteger de las heladas y no debe entrar en contacto con el Hierro, Zinc, Aluminio o sus aleaciones; los recipientes deben permanecer bien tapados.

Página 2 de 4

Planta 1: Carrera 51 No. 13-66 Medellín Colombia Tel: (57 4) 265 6911 Fax:(57 4) 265 7252
Planta 2: Calle 46 No. 41-69 Itagüí Colombia Tel: (57 4) 372 0098 Fax:(57 4) 372 3312
E-mail: gac@amtex.com.co - ventas@amtex.com.co Website: www.amtex.com.co



SEGURIDAD:

Para el manejo de **AMTEX RE-2** se deben observar las medidas de seguridad usuales para la manipulación de productos químicos.

Se debe tener buena ventilación en el área de trabajo y uso de gafas de protección y guantes de caucho. **AMTEX RE-2** no es perjudicial para la salud siempre y cuando se manipule correctamente y se utilicen las medidas de seguridad.

Para información completa de los riesgos asociados a éste producto, favor solicitar y consultar la Hoja de Seguridad AMTEX RE-2.

Las indicaciones, información técnica y recomendaciones de uso se basan en nuestro conocimiento y experiencias actuales. Se dan a título de orientación y sin garantía de nuestra parte debido a que la aplicación, procesamiento y uso de nuestros productos están fuera de nuestro control. Es responsabilidad del cliente efectuar sus propios ensayos para determinar las condiciones de trabajo más adecuadas a sus necesidades.

Atentamente.

Ing. Augusto Silva H

Técnico Desarrollo y Aplicación

Polímeros Funcionales

QUIMICA AMTEX S.A. (planta polímeros funcionales)

Tel: 3720098 / Celular 3103747011

Fax: 3723312

Dir: Calle 46 # 41-69

Itagui-Antioquia

E-mail: ash@amtex.com.co

