

# Producción de cerámicos triangulares base alúmina por la técnica de extrusión

Enrique Rocha Rangel, Roberto T. Hernández López,  
Elizabeth Refugio García  
Departamento de Materiales, UAM-Azc.  
E-mail: enrocha@yahoo.com

Martín Rodríguez Cruz  
Departamento de Ciencias Básicas, UAM-Azc.  
Av. San Pablo # 180, Col. Reynosa, México, D. F. 02200, México.



## ABSTRACT

*Ceramic materials with both high superficial area and porosity have been frequently employed in catalytic applications such as: water treatment, gas control emissions and percolation process. The present paper describes the fabrication of a monolithic ceramic by the extrusion technique. Transversal section of the final product is formed by small equilateral triangles; the product itself is also triangular in shape. The form of the monolith allows stacking for building the catalytic reactors. Likewise, its cross section exhibit high specific surface area. The material used for the fabrication of the monolith was alumina, because of its high chemical stability in different mediums, it also allows to obtain high porosity values after sintering by an appropriated heated cycle. Aspects of the fabrication technique, as well as results of the characterization made by textural analysis, density, microscopy and mechanical properties will be analyzed.*

## KEYWORDS

Production, alumina, ceramics, extrusion.

## RESUMEN

*Los materiales cerámicos con altas áreas superficiales y porosidades son frecuentemente empleados en aplicaciones catalíticas tales como: tratamiento de aguas, control en la emisión de gases y procesos de percolación. El presente artículo describe la fabricación de un monolito cerámico por la técnica de extrusión. La sección transversal del producto final está formada por pequeños triángulos equiláteros, el producto en sí también tiene forma triangular. La forma del monolito permite su apilamiento para la construcción de reactores catalíticos. Igualmente, su sección transversal facilita la obtención de altas superficies específicas. El material usado para la fabricación del monolito fue alúmina, ya que este material es muy estable químicamente en medios acuosos, así mismo*

*con este material es posible obtener altos valores de porosidad después de la sinterización mediante un ciclo de calentamiento apropiado. Aspectos de la técnica de fabricación, así como resultados de la caracterización hecha por análisis de texturas, densidad, microscopía y propiedades mecánicas serán aquí analizados.*

### **Palabras clave**

Producción, alúmina, cerámicos, extrusión.

## **INTRODUCCIÓN**

El uso de materiales cerámicos en la construcción de soportes catalíticos es cada vez más común, debido a que se pueden fabricar en una gran diversidad de formas geométricas al mismo tiempo que su porosidad y área superficial específica puede ser controlada. Existen diferentes técnicas para conformar los materiales cerámicos en barras, tubos y perfiles.<sup>1-3</sup> Para que después de acuerdo a su forma se puedan apilar para la construcción de reactores catalíticos. La extrusión es una de estas técnicas de conformado, en la cual se hace una masa constituida por una mezcla de diferentes compuestos entre los cuales se tienen: polvos cerámicos, plastificantes, solventes y dispersantes. Esta masa será deformada plásticamente haciéndola pasar a través de un dado cuya sección transversal dará a la masa la forma geométrica final deseada. Después de su extrusión el perfil cerámico es secado y sinterizado de manera controlada para obtener en el mismo las propiedades físicas deseadas.

El objetivo de este trabajo es la fabricación por extrusión de perfiles cerámicos monolíticos con sección transversal triangular hechos a base de alúmina. La alúmina es una materia prima de bajo costo y su estudio ha sido tan amplio que en la actualidad puede ser sinterizada controlando sin problemas su porosidad y área superficial específica.

## **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

### **Fabricación del monolito cerámico**

La técnica empleada para la obtención del monolito cerámico es la extrusión directa combinada con un proceso de sinterizado. El dispositivo para la extrusión directa fue diseñado y fabricado por los autores y antes ya ha sido bien descrito.<sup>4</sup>

Esencialmente el dispositivo consiste de un contenedor, émbolo, dado y el soporte del dado, fabricado todo en acero inoxidable 316. El sistema es ensamblado a una máquina de ensayos universales (Instron modelo, 1125, EUA). La pasta cerámica fue preparada usando un 75% peso de alúmina -  $Al_2O_3$  (A12 Alcoa, ~ 5mm, EUA), un 18% peso agua destilada y un 7% peso de un plastificante cuyo nombre comercial es methocel (Tecnomold, S.A., México), este compuesto es un polímero cuya temperatura de descomposición es de 150°C. Estos constituyentes fueron amasados manualmente hasta obtener una pasta homogénea y consistente. La pasta se coloca en el contenedor y se aplica en la misma una precarga de 200 Kgf para eliminar aire atrapado en la misma. A continuación la pasta es extruida aplicando presiones de 500 Kgf y velocidades de 200 mm/s. De aquí se obtienen los monolitos en verde con forma triangular, estos monolitos entonces son secados al aire durante 72 horas. El siguiente paso consiste en la sinterización de los monolitos en verde para la cual se ocupa un horno eléctrico de resistencias con capacidad de calentamiento de 1,600°C (Carbolite, RHF17/3E, EUA). Resultados preliminares<sup>5-9</sup> indican que 1,100°C es una buena temperatura de trabajo para evitar distorsiones en la geometría del producto. Así los monolitos se sinterizan a 1,100°C durante (2, 4, 6 y 8 horas). La variación del tiempo de sinterización tiene el propósito de determinar su efecto en la porosidad y área superficial específica del producto final.

### **Caracterización del monolito cerámico**

La caracterización de los monolitos sinterizados se hace mediante las técnicas siguientes: La densidad y porosidad abierta se determinan a través del método de Arquímedes. El área superficial específica se evalúa por medio de la absorción física de nitrógeno. La morfología de la microestructura se observa por microscopía electrónica de barrido utilizando electrones secundarios. La dureza del monolito se midió con ayuda de un durómetro empleando escala Rockwell F.

## **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

### **Tamaño y forma del monolito**

Observaciones visuales de las piezas recién extruidas permiten afirmar que el monolito conformado presenta la geometría y tamaño del diseño original.

Observaciones de las mismas después del secado al aire durante 72 horas muestran en las piezas pequeños defectos superficiales como rugosidades y rebabas. La figura 1 presenta dos vistas del monolito obtenido después de la etapa de sinterización a  $1,100^{\circ}\text{C}$  durante 4 horas.

Como puede observarse después de la sinterización la forma geométrica del monolito se mantiene, igualmente no se aprecian distorsiones en el mismo. Por esta razón es factible el apilamiento de varias piezas de manera tal que se pueden construir reactores de diferentes tamaños y formas mediante el apilamiento de varios monolitos. Cada monolito triangular mide 2.54 cm de lado, la longitud en este caso es de 15 cm. Sin embargo, la misma puede ser modificada durante la extrusión. En su sección transversal el monolito está constituido por 81 triángulos equiláteros de 0.3 cm de lado y con un espesor de pared de 0.05 cm. Esta geometría permite la obtención de un área superficial muy grande, requerimiento importante en la construcción de reactores catalíticos.

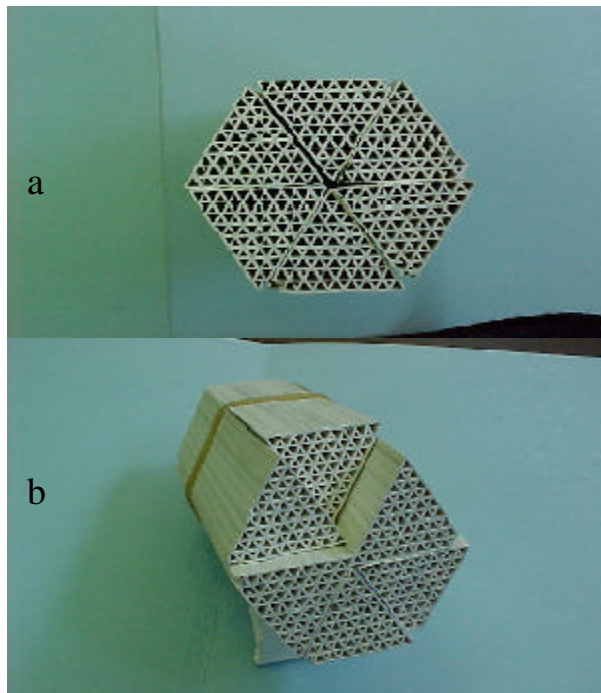


Fig. 1. Monolitos cerámicos triangulares fabricados mediante extrusión y sinterización a  $1,100^{\circ}\text{C}$  por 4 horas. (a) vista sección transversal, (b) arreglo de varios monolitos.

## Porosidad abierta y textura

La figura 2 muestra las gráficas de los valores de porosidad abierta y área superficial específica en función del tiempo de sinterizado a  $1,100^{\circ}\text{C}$ . El efecto del tiempo en ambas curvas es evidente. Principalmente, después de 4 horas de tratamiento el valor del área superficial específica tiene una marcada disminución. Este efecto también se refleja en la porosidad y en el tamaño de poro de los monolitos sinterizados que se presenta en la tabla I. Se tiene que el tamaño de poro disminuye aproximadamente  $4 \text{ \AA}$  al pasar de 2h a 8h de sinterización. Estas disminuciones con el tiempo de la porosidad abierta, área superficial específica y tamaño de poro son debidas al fenómeno de sinterización que siempre viene acompañado de la formación de cuellos entre partículas adyacentes, coalescencia de las mismas y finalmente crecimiento de ellas. Lógicamente mayores tiempos de sinterización implican que el efecto de éste sea más marcado. Como consecuencia de esto se obtendrán productos más densos, situación que también se puede corroborar al observar la tabla I en donde se presentan los valores de densidad del monolito en función del tiempo.

El proceso de sinterizado es muy importante en el procesamiento de los materiales cerámicos ya que a través del mismo se consigue la consolidación de los productos y se obtienen las mejores características físicas y mecánicas en los mismos. Sin embargo, este debe ser controlado eligiendo las temperaturas y los tiempos de tratamiento de tal manera que se alcancen las propiedades deseadas en los productos. Por lo mismo, altas temperaturas o tiempos largos de tratamiento no siempre son lo mejor para la consolidación de los productos. Caso particular el de

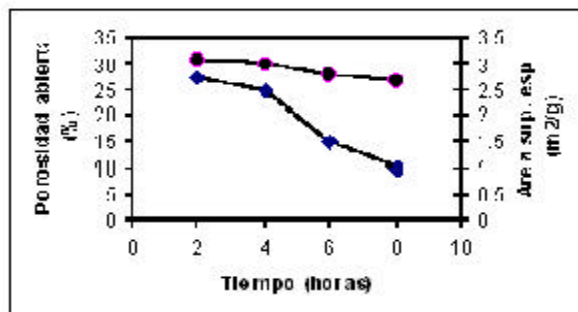


Fig. 2. Gráficas que muestran la variación de la porosidad abierta y área superficial específica del monolito sinterizado a  $1,100^{\circ}\text{C}$  en función del tiempo de sinterización.

Tabla I. Valores de tamaño de poro, densidad y dureza en los monolitos sinterizados a 1,100°C como una función del tiempo de sinterizado.

Tiempo de sinterización (Horas)	Tamaño de poro (Å)	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	Dureza Rockwell F
2	85 +/- 3	3.06	233
4	85 +/- 2	3.10	235
6	85 +/- 4	3.17	248
8	82 +/- 3	3.20	250

este trabajo, en donde se desea fabricar un cerámico con fines catalíticos, para lo cual es necesario que el mismo presente áreas superficiales grandes, propiedad que a su vez depende de la porosidad y tamaño de poro en el material. Por lo que de acuerdo a la figura 2 y tabla I, tiempos de sinterizado mayores a 4h no son recomendables en la obtención del monolito cerámico aquí deseado.

### Dureza

Los resultados de las mediciones de dureza se muestran en la tabla I. Aquí se observa que no hay grandes variaciones en esta propiedad toda vez que los valores son reportados en escala Rockwell F. Sin embargo, si se tiene presente una secuencia ascendente en la medida que el tiempo de sinterizado es mayor. Este comportamiento es lógico ya que una mayor consolidación del producto se obtiene con mayores tiempos de tratamiento (ver tabla I -valores de densidad- y figura 2) lo que implica mayores propiedades mecánicas en el cerámico fabricado.

### Microestructura

La microestructura del monolito triangular sinterizado a 1,100°C durante 4h se presenta en la Figura 3. Aquí se tienen dos fotografías tomadas a diferentes aumentos en un microscopio electrónico de barrido. En ambas fotos se observa una microestructura muy homogénea constituida por partículas de alúmina con formas alargadas y tamaños que varían entre 1 y 5 µm. No se alcanza a apreciar la presencia de poros muy grandes en la muestra. Sin embargo, sí se tiene una buena distribución de la porosidad misma que se aprecia

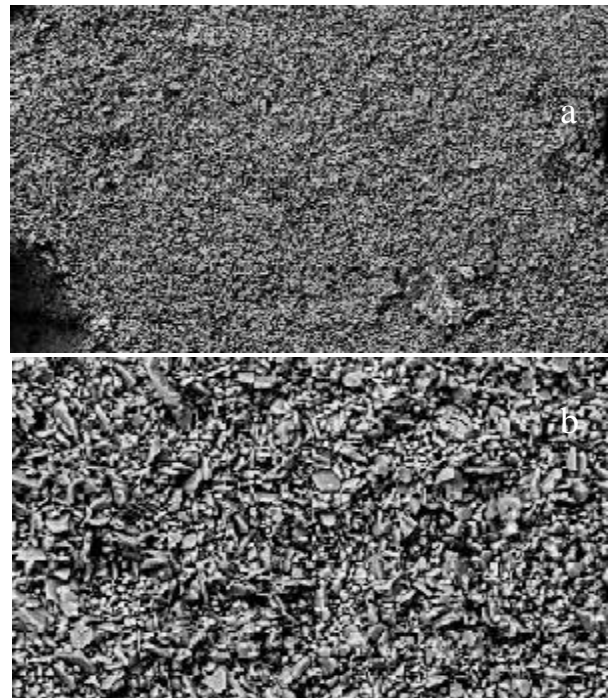


Fig. 3. Microestructura de los monolitos cerámicos sinterizados a 1,100°C por 4 horas.

mejor en la foto (b) el tamaño de los poros es muy pequeño en algunos casos y esto hace que el área superficial específica sea grande. El efecto de la sinterización se alcanza a observar por la formación de cuellos entre algunas de las partículas de la figura (b). Es probable también que las partículas más grandes aquí presentes se deban al crecimiento y coalescencia de las mismas durante el sinterizado. Lógicamente los tamaños principales de poros de algunos amstrongs reportados en la tabla I no son posibles de distinguir en estas fotografías.

### CONCLUSIONES

Dos características importantes que deben reunir los soportes catalíticos son presentar grandes porosidades y áreas superficiales específicas. En este trabajo se describió la fabricación de un monolito cerámico cuya sección transversal está formada por pequeños triángulos equiláteros, y el producto en sí también tiene forma triangular, esta forma geométrica se establece con el propósito de poder apilar diferentes piezas para la construcción de reactores catalíticos en donde se vean magnificadas las dos propiedades físicas que se comentan líneas arriba. Una situación importante durante la sinterización del

material es controlar las condiciones de tiempo y temperatura de manera tal que la forma geométrica del monolito se mantenga y se alcancen altos valores de porosidad y superficie específica en un material cuya densidad permita buenos valores de propiedades mecánicas. De esta forma para el material aquí fabricado se establecen como las condiciones de sinterizado tiempos de 4 horas a 1,100 °C de temperatura.

## REFERENCIAS

1. J.S. Bradley, O. Vollmer, R. Rovai and F. Lefebre, "Microporous Silicon Nitride - Based Solid Bases", *Advanced Catalytic Materials* - 1998, ed. P.W. Lednor, D.A. Nagki and L.T. Thompson, vol 549, Materials Research Society.
2. K.R. Butcher and G.R. Pickrell, "A New Generation of Ceramic Foams with Small Pore Size", *Advanced Catalytic Materials* - 1998, ed. P.W. Lednor, D.A. Nagki and L.T. Thompson, vol 549, Materials Research Society.
3. J.W. Halloran, "Role of Powder Agglomerates in Ceramic Processing", *Advances in Ceramics*, vol. 9, *Forming of Ceramic*, ed. By J.A. Mangels and G.L. Messing, pp. 67-75, 1983.
4. R. Hernández López, E. Rocha Rangel and M. Rodríguez Cruz, "Production and Characterization of Hexagonal Ceramic Packing", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 2001, vol. 22, [3], pp.209-214
5. R. Hernández López, E. Rocha Rangel and M. Rodríguez Cruz, "Production of Honey-Comb", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 2000, vol. 21, [4], pp.415-420
6. J.R. Peshek, "Ceramic Components by Injection Molding", *Advances in Ceramics*, vol. 9, *Forming of Ceramic*, ed. By J.A. Mangels and G.L. Messing, pp. 220-233, 1983.
7. I.M. Lachman, R.D. Bagley and R.M. Lewis, "Thermal Expansion of Extruded Cordierite Ceramics", *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 60, [2], pp. 202-205, 1981.
8. I.M. Lachman and R.N. McNally, "High-Temperature Monolithic Supports for Automobile Exhaust Catalysis", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 2, [5-6], pp.337-351, 1981.
9. J. Vara, "Woodburning: The Catalytic Combustor Comes of Age", *Country Journal*, pp. 92-99, 1982.



**Universidad Autónoma de Nuevo León**  
**Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica**  
**División de Ingeniería Mecánica**



**Congreso de**  
**Sistemas Integrados de Manufactura**  
**y**  
**Máquinas-Herramienta**





**Asiste a las conferencias y talleres de**  
**Robótica, PLCs, CNC, Elemento Finito, Automatización,**  
**Manufactura, Diseño geométrico**  
**el 21, 22 y 23 de mayo 2003**  
**(Información: tel. 8329-4020 ext. 5850)**