

DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICION ADECUADA DE SILICE PIROGENICA  
PARA CONFORMADO A TRAVÉS DEL PROCESO DE PRENSADO UNIAXIAL EN  
SECO

NICOLÁS ALARCÓN VERJÁN

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
BUCARAMANGA

2018

DETERMINACION DE LA COMPOSICION ADECUADA DE SILICE PIROGENICA  
PARA CONFORMADO A TRAVÉS DEL PROCESO DE PRENSADO UNIAXIAL EN  
SECO

NICOLÁS ALARCÓN VERJÁN

Trabajo de grado (modalidad, proyecto de investigación) para optar al título de  
Ingeniero Metalúrgico

Director UIS

Dr. MILTON MANRIQUE GALLARDO

Ingeniero Metalúrgico

Codirector UIS

Dr. CRISTIAN CAMILO VIAFARA ARANGO

Ingeniero Mecánico

Director UFMG

Dr. WANDER LUIZ VASCONCELOS

Ingeniero Metalúrgico

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
BUCARAMANGA

2018

## AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer primeramente a Dios quien habita en mí y hace de mí una persona con mayores capacidades, por las bendiciones, protección, guía y amor.

A mis queridos padres quienes siempre creyeron en mí y mis proyectos, por la ayuda, dedicación y más que nada por el amor que me brindan.

A mis hermanos, que son un incentivo muy importante para mi vida

A mi familia por sus palabras de apoyo en todo momento

A Tatiana por el apoyo incondicional, por la compañía y decir en todo momento que soy capaz

Al profesor Wander Vasconcelos por las enseñanzas, consejos, acogimiento, contribución y disponibilidad para que este proyecto fuera posible

A la Universidad Industrial de Santander por la oportunidad de realizarme como ingeniero metalúrgico

A la Universidad Federal de Minas Gerais quienes hacen parte de este proyecto, por las experiencias vividas en ella y su campus maravilloso

Al personal del Laboratorio de Materiales Cerámicos quienes siempre tuvieron disposición de ayudarme, apoyar y enseñar

## CONTENIDO

|   | Pág |
|---|-----|
| INTRODUCCIÓN                              | 13  |
| 1. OBJETIVOS                              | 14  |
| 2. ANTECEDENTES Y MARCO TEÓRICO           | 15  |
| 2.1. GASES CONTAMINANTES                  | 15  |
| 2.2. ADSORCIÓN POR MATERIALES MESOPOROSOS | 15  |
| 2.3 SÍLICE PIROGÉNICA                     | 16  |
| 2.4 CONFORMADO POR PRENSADO               | 17  |
| 2.4.1 AGLUTINANTE Y PLASTIFICANTE         | 20  |
| 2.4.2 TRATAMIENTO TÉRMICO                 | 22  |
| 2.5 ENSAYO DE FLEXIÓN                     | 23  |
| 3. METODOLOGÍA                            | 26  |
| 3.1 REVISIÓN BIBLIOGRAFICA                | 27  |
| 3.2 PREPARACIÓN DE LOS AGLOMERADOS        | 27  |
| 3.3 PRENSADO Y TRATAMIENTOS TÉRMICOS      | 29  |
| 3.4 ENSAYO DE FLEXIÓN                     | 31  |
| 4 RESULTADOS Y DISCUSIONES                | 32  |
| 4.1 MATERIAL AGLOMERADO                   | 32  |

|     |                          |    |
|-----|--------------------------|----|
| 4.2 | CARACTERIZACIÓN MECÁNICA | 35 |
| 5.  | CONCLUSIONES             | 38 |
|     | BIBLIOGRAFÍA             | 39 |
|     | ANEXOS                   | 41 |

## LISTA DE TABLAS

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Tabla 1.</b> Características de los diferentes tipos de sílice pirogénica comercializadas por la empresa Sigma-Aldrich.                 | <b>16</b> |
| <b>Tabla 2.</b> Algunos parámetros que influyen en las propiedades mecánicas de Materiales cerámicos.                                      | <b>19</b> |
| <b>Tabla 3.</b> Lista de composiciones variando la cantidad de Methocel A4M como fase aglutinante.   | <b>28</b> |
| <b>Tabla 4.</b> Lista de composiciones variando la cantidad de Alcohol polivinílico (PVA) como fase aglutinante.                           | <b>29</b> |
| <b>Tabla 5.</b> Lista de composiciones variando la cantidad de Metasilicato como fase aglutinante.   | <b>29</b> |
| <b>Tabla 6.</b> Lista de los módulos de ruptura obtenidos para cada pastilla de composición # 11 sometida a ensayo de flexión de 3 puntos. | <b>36</b> |
| <b>Tabla 7.</b> Lista de los módulos de ruptura obtenidos para cada pastilla de composición # 16 sometida a ensayo de 3 puntos.            | <b>37</b> |

## LISTA DE FIGURAS

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Figura 1.</b> Diferentes secuencias para el conformado de materiales cerámicos. Adaptada de Materiales de Construcción Mecánica II. 2006. | <b>17</b> |
| <b>Figura 2.</b> Formación de grietas en la extracción de piezas.  | <b>22</b> |
| <b>Figura 3.</b> Curva esfuerzo deformación, donde LE: limite elástico.  | <b>24</b> |
| <b>Figura 4.</b> Esquema del ensayo de flexión en 3 puntos.  | <b>25</b> |
| <b>Figura 5.</b> Diagrama de flujo del desarrollo del proyecto.  | <b>26</b> |
| <b>Figura 6.</b> Esquema de prensado en la máquina de prensado SPECAC 15.  | <b>30</b> |
| <b>Figura 7.</b> Soportes y pines para el ensayo de flexión.   | <b>31</b> |
| <b>Figura 8.</b> Imagen de la muestra 1 vista a contra luz.  | <b>32</b> |
| <b>Figura 9.</b> Imagen de la muestra 11 vista a contra luz.   | <b>33</b> |
| <b>Figura 10.</b> Imagen de la muestra 15 vista a contra luz   | <b>34</b> |
| <b>Figura 11.</b> Imagen de la muestra 21.   | <b>35</b> |

## LISTA DE ANEXOS

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Anexo A.</b> Imágenes de las pastillas prensadas con el aglutinante Methocel A4M | <b>41</b> |
| <b>Anexo B.</b> Imágenes de las pastillas prensadas con el aglutinante PVA          | <b>43</b> |
| <b>Anexo C.</b> Imágenes de las pastillas prensadas con el aglutinante Metasilicato | <b>44</b> |
| <b>Anexo D.</b> Imagen de muestras sometidas a ensayo de flexión                    | <b>45</b> |

## RESUMEN

**TÍTULO:** DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN ADECUADA DE SÍLICE PIROGÉNICA PARA CONFORMADO MECÁNICO A TRAVÉS DEL PROCESO DE PRENSADO UNIAXIAL EN SECO \*

**AUTORES:** Nicolás Alarcón Verján \*\*

**PALABRAS CLAVES:** Sílice Pirogénica, aglutinante, prensado, tratamiento térmico

**DESCRIPCIÓN:** La adsorción a través de materiales mesoporosos con una gran área superficial se torna una solución interesante para reducir la emisión de gases contaminantes. Este proyecto consistió en obtener pastillas de sílice pirogénica con una composición adecuada para lograr un proceso de conformado eficiente. Se usó la sílice como sólido adsorbente, el cual fue fabricado por prensado uniaxial, junto con las fases aglutinantes y plastificantes que hacen parte de la composición del aglomerado. Es importante que las pastillas tengan una composición apropiada para que la estructura del material no se vea afectada. De esta manera se varió cada uno de los siguientes aglutinantes y su cantidad, como: methocel A4M, alcohol polivinílico (PVA) y metasilicato de sodio. La cantidad de agua adicionada fue también adicionada, como la fase plastificante del aglomerado. De las pastillas evaluadas visualmente, se escogieron las óptimas de cada aglutinante y fueron sometidas a un tratamiento térmico de sinterización parcial y la quema del aglutinante orgánico, para generar una buena resistencia mecánica y porosidad en el material al mismo tiempo. Posteriormente, se realizó un ensayo de flexión de 3 puntos para validar la resistencia mecánica de las pastillas según la fase aglutinante utilizada. Las pastillas que fueron fabricadas con el aglutinante methocel A4M mostró mayor homogeneidad, textura, forma y así mismo una mayor resistencia mecánica.

---

\*Proyecto de grado (modalidad, proyecto de investigación)

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.  
Directores: Milton Manrique Gallardo, Wander Luiz Vasconcelos. Codirector: Cristian Camilo Viafara Arango

## ABSTRACT

**TITLE:** DETERMINATION OF THE ADEQUATE COMPOSITION OF SILICA FUMED FOR MECHANICAL SHAPED THROUGH THE PROCESS OF DRY PRESSING UNIAXIAL.

**AUTHORS:** Nicolas Alarcon Verjan\*\*

**KEYWORDS:** Silica fumed, binder, pressing, heat treatment.

**DESCRIPTION:** The adsorption through mesoporous materials with a large surface area becomes an interesting solution to reduce the emission of polluting gases. This project consisted of obtaining pyrogenic silica pellets with a suitable composition to achieve an efficient forming process. Silica was used as an adsorbent solid, which was manufactured by uniaxial pressing, together with the binding and plasticizing phases that are part of the composition of the agglomerate. It is important that the tablets have an appropriate composition so that the structure of the material is not affected. In this way, each of the following binders and their quantity was varied, such as: methocel A4M, polyvinyl alcohol (PVA) and sodium metasilicate. The amount of water added was also added, as the plasticizing phase of the agglomerate. Of the pills evaluated visually, the optimal ones of each binder were chosen and they were submitted to a partial sintering heat treatment and the burning of the organic binder, to generate a good mechanical resistance and porosity in the material at the same time. Subsequently, a 3-point bending test was carried out to validate the mechanical strength of the pellets according to the binder phase used. The tablets that were manufactured with the methocel A4M binder showed greater homogeneity, texture, shape and also greater mechanical resistance.

---

\*Degree project (modality, research project)

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.

Advisers: Milton Manrique Gallardo, Wander Luiz Vasconcelos. Coadviser: Cristian Camilo Viafara Arango

## INTRODUCCIÓN

Actualmente a nivel global se está presentando un cambio climático resultado de la contaminación ambiental producida por medios de transporte y por la industria misma. Por este motivo se ha reconocido la importancia de reducir el efecto causado por los gases de efecto invernadero. Una de las alternativas para el tratamiento de gases de efecto invernadero es la adsorción de estos con materiales mesoporosos. Los sólidos adsorbentes desempeñan un papel importante, pues el material mesoporoso debe poseer una superficie interna considerable para que el mecanismo de adsorción pueda ser efectuado.

Para evitar la pulverización del material aglomerado en lechos fijos o móviles fluidizados, es importante garantizar una estructura adecuada para lograr la resistencia mecánica requerida y facilitar la manipulación del material. Para cumplir con la exigencia de la resistencia mecánica, se considera fundamental el proceso de conformado, y así mismo el poseer una estructura interna con capacidad de adsorción (porosidad adecuada). Es por esto que la fracción volumétrica de las fases que constituyen el material aglomerado influye en el comprimido obtenido y así mismo en su capacidad de adsorción. El prensado uniaxial en seco es el proceso utilizado para obtener el material aglomerado con la composición previamente preparada. La composición del aglomerado determina el comportamiento físico y químico del material y de esta manera la optimización de dicha composición permite obtener el mejor comprimido posible.

En este trabajo se estudió la influencia de las fases tanto aglutinantes como la fase plastificante en el proceso de compactación por prensado uniaxial. Las fases aglutinantes y la plastificante son variadas para evaluar el comprimido obtenido por medio de criterios como homogeneidad, contenido de fisuras, textura superficial, hundimientos, pérdida de masa, etc, y así ser seleccionada la mejor composición de cada aglutinante utilizado. El prensado también influye en la microestructura y las propiedades de los materiales cerámicos obtenidos, no solo las fases que constituyen el material sino también las variables del proceso de compactación, de modo que la optimización de estas permite la obtención del mejor resultado posible. Este constituye el objetivo del presente trabajo.

## **1. OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Analizar el proceso de compactación en seco de la sílice pirogénica variando la fuerza aplicada, la fase aglutinante o plastificante y su composición

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Estudiar los cambios generados en el comprimido según la fase aglutinante utilizada
- Caracterizar con base a la resistencia mecánica los aglomerados obtenidos en el proceso de compactación.
- Determinar el efecto del tratamiento térmico de eliminación de humedad y evaporación de fase orgánica en la resistencia mecánica

## **2. ANTECEDENTES Y MARCO TEÓRICO**

### **2.1 GASES CONTAMINANTES**

El dióxido de carbono es el segundo gas contaminante más abundante en la atmósfera. En 2013, el metano, un gas con una gran capacidad de adsorción de calor, fue responsable del 10% de las emisiones de gases contaminantes como resultado de la actividad humana en los Estados Unidos. Los automóviles presentes en las ciudades también son grandes responsables por las emisiones de gases llamados también contaminantes primarios, que son los siguientes: Monóxido de Carbono (CO), Óxido de Nitrógeno (NOx), Hidrocarburo (HC) y material particulado (MO) .

Los gases contaminantes también están relacionados al fenómeno de la lluvia ácida, que provoca corrosión severa en las piezas metálicas. Las principales causas de la lluvia ácida son los óxidos de azufre y de nitrógeno generados en la combustión: SO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, NO y NO<sub>2</sub>, siendo el primero el más abundante en regiones urbanas e industriales. El agua de la lluvia es ligeramente ácida, porque el agua y el dióxido de carbono del aire forman ácido carbónico, que tiene un pH entre 5,7 y 7. En lugares contaminados con ácido sulfúrico y ácido nítrico, el pH de la lluvia varía entre 5 y 3.

El nivel de contaminantes depende del grado de emisiones para la atmósfera a partir de fuentes diferentes, lo que aumenta su concentración en la atmósfera.

### **2.2 ADSORCIÓN POR MATERIALES MESOPOROSOS**

La adsorción ocurre por fuerzas de interacción entre sólido y fluido. Básicamente estas fuerzas son de dos tipos: física y química, en este caso lo importante es la adsorción por cuenta de fuerzas físicas. Variables como la temperatura, la presión de vapor y la naturaleza misma del sólido, determinan la cantidad de sólido adsorbido.

Usualmente el fenómeno de adsorción se valida a través de ensayos a temperatura constante (isoterma de adsorción), midiéndose entre la cantidad de gas o líquido adsorbido y la presión (o la presión relativa P/P<sub>0</sub>).

Uno de los mecanismos de adsorción es la condensación capilar. Es la etapa final del proceso de adsorción de un vapor en un sólido poroso y a través de ella se puede determinar la distribución de tamaños de poros en sólidos mesoporosos (es decir, un material nanoestructurado). Esto es posible gracias a el efecto que produce la curvatura de interface sobre la presión de condensación de vapor.

Algunos trabajos previos (Carmody et al., 2007; Alayande et al.2016) se centraron en la síntesis de zeolitas hidrofóbicas como una alternativa para los absorbentes de carbón activado. Las zeolitas naturales son minerales de aluminosilicatos con una estructura tridimensional. Sus poros anchos y su gran superficie permiten la eliminación de impurezas del agua y el aire (Al-Haddad et al., 2007).

### 2.3 SÍLICE PIROGÉNICA

También conocida como humo de sílice porque se produce en forma de llama, consiste en gotitas microscópicas de sílice amorfa fusionadas en partículas secundarias tridimensionales ramificadas, en forma de cadena, que luego se aglomeran en partículas terciarias.

La sílice pirogénica es constituida por esferas de tamaños submicron de sílice amorfa. El área de superficie, que varía con el tamaño de partícula, da una buena aproximación del diámetro de la esfera. Cuanto más pequeñas son las partículas, mayor el área superficial estimada, como lo muestra la Tabla 1.

Debido a sus características de partículas únicas, y a la gran área superficial, la sílice pirogénica proporciona un buen desempeño para muchos tipos de aplicaciones industriales y de consumo, incluyendo adhesivos, plásticos, revestimientos, tintas, tóner, cosméticos, tintas, adictivos alimentares y antiespumantes.

**Tabla 1.** Características de los diferentes tipos de sílice pirogénica comercializadas por la empresa Sigma-Aldrich.

| Sigma Product | Particle Size (mm) | Surface area (m <sup>2</sup> /g) |
|---------------|--------------------|----------------------------------|
| S5130         | 0.007              | 390                              |
| S5255         | 0.008              | 325                              |

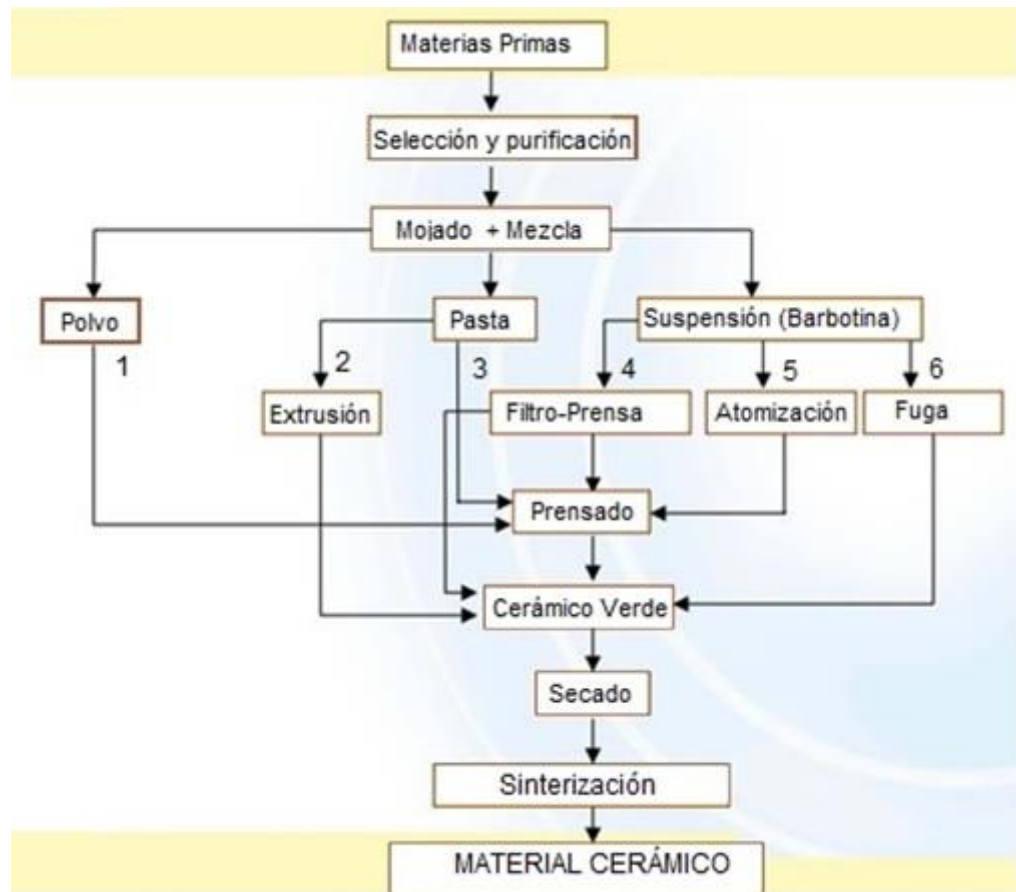
|       |       |     |
|-------|-------|-----|
| S5380 | 0.011 | 255 |
| S2128 | 0.012 | 200 |
| S5505 | 0.014 | 200 |

Por su elevada área superficial específica, la sílice pirogénica es capaz de adsorber materiales gaseosos, líquidos o sólidos, estos últimos en forma disuelta. Ésta adsorbe preferencialmente los compuestos capaces de formar aleaciones de hidrógenos con los grupos silanol en su superficie o también es capaz de mantener cantidades substanciales de líquido dentro de la estructura microporosa de sus aglomerados, permitiéndole así actuar como un transportador. Líquidos y pastas pueden ser convertidos en forma de polvo por este método, volviéndose considerablemente más fácil de dosificar y manipular.

## 2.4 CONFORMADO POR PRENSADO

Existe una serie de etapas para la conformación de un material cerámico. Esas etapas, bien como algunas alternativas posibles para la conformación son presentadas en la Figura 1. La conformación para las pastillas en este trabajo es hecha siguiendo la secuencia número 1. El prensado es la operación de conformación basada en la compactación de un polvo granulado (masa) contenido en el interior de una matriz rígida o de un molde flexible, a través de la aplicación de presión. La operación comprende tres etapas o fases: (a) llenado de la cavidad del molde, (b) compactación de la masa y (c) extracción de la pieza.

**Figura 1.** Diferentes secuencias para el conformado de materiales cerámicos. Adaptada de Materiales de Construcción Mecánica II. 2006.



Tanto la cantidad de cada componente como la homogeneización y preparación del polvo son importantes en el prensado, porque los gránulos deben ser suficientemente deformables en presiones moderadas.

El objetivo del prensado no es solo dar una forma a la pieza a obtener, es también proporcionar una uniformidad en su textura y una resistencia mínima para la manipulación de ella durante todo el proceso sin sufrir afectaciones. Las propiedades que se obtienen del prensado son otorgadas por cada una de las fases presentes en la mezcla del polvo, inclusive su microestructura depende fuertemente del procesamiento, materias primas utilizadas, relaciones de equilibrio, cinética, etc. Además de la microestructura se debe enfatizar que las condiciones ambientales afectan las propiedades mecánicas de materiales cerámicos y deben ser mantenidas constantemente bajo revisión cuando se efectúan comparaciones generales.

En la tabla 2 se ilustra algunas variables en la resistencia mecánica de los materiales cerámicos.

**Tabla 2.** Algunos parámetros que influyen en las propiedades mecánicas de materiales cerámicos.

| <b>Parámetros del material</b>        | <b>Medio ambiente</b>               |
|---------------------------------------|-------------------------------------|
| <b>Composición</b>                    | <b>Temperatura</b>                  |
| <b>Microestructura</b>                | <b>Atmósfera</b>                    |
| <b>Defectos / Fallas</b>              | <b>Taza de deformación</b>          |
| <b>Condiciones superficiales</b>      | <b>Fatiga estática o cíclica</b>    |
| <b>Tensiones internas</b>             | <b>Estado de tensión, es decir,</b> |
| <b>Tamaño y geometría de la pieza</b> | <b>uniaxial o multiaxial</b>        |

Las características de las partículas propias del material influyen considerablemente sobre la compacidad de los empaques que forman los granos, ejerciendo un efecto importante tanto en la evolución de la compacidad y de la estructura porosa en función de la aplicación de la carga como sobre la microestructura de la pieza resultante.

La compacidad del molde depende de la distribución de poros, el tamaño y como el volumen cambian a través de la secuencia de los tres mecanismos: Mecanismo I, reordenamiento de los granos; Mecanismo II, deformación y destrucción de los granos; Mecanismo III, Reordenamiento de las partículas en el interior de los granos hasta llegar a un máximo empaquetamiento de las partículas a presiones muy altas.

Las relaciones que se establecen directamente entre las variables de operación de una determinada etapa del procesamiento y las propiedades de un producto intermediario o final son totalmente empíricas y validas solamente para cada sistema concreto estudiado. Griffith con las debidas modificaciones al análisis del comportamiento de las piezas a verde, de forma cualitativa, indica que la resistencia mecánica de la pieza aumenta a la medida que se eleva el área efectiva de contacto entre los aglomerados y la fuerza de adhesión entre estas por unidad de superficie de contacto, o mejor, la resistencia mecánica de la fase aglutinante una

vez que ambas características determinan la resistencia del material a la propagación de grietas.

Las principales variables que inciden sobre la compactación de las piezas prensadas pueden ser divididas en dos grupos: Las variables asociadas al polvo y las variables relacionadas con la propia operación de prensado. Dentro del primer grupo se destacan como más significativas, las materias primas de la composición y las características físico-morfológicas de lo granulado (tamaño, forma, humedad, fluidez, etc.).

**2.4.1 Aglutinante y plastificante.** Las características de los granos, tales como naturaleza y proporción de aglutinantes y plastificantes, contenido en humedad, estructura (hueca o maciza), y compacidad ejercen influencia sobre el comportamiento mecánico del aglomerado (dureza, resistencia mecánica- afectando) también el proceso de compactación de la masa.

La influencia de los adictivos es muy importante, pues la resistencia mecánica de la fase aglutinante, su comportamiento mecánico (frágil / dúctil), y el valor máximo de deformación plástica antes de la ruptura dependen todavía de la naturaleza del aglutinante propiamente dicho (por ejemplo, agua o polietilenoglicol, PEG).

El polímero, cuando no posee plastificante, o con bajo tenor, es rígido, se deforma elásticamente en bajas presiones y tiene resistencia mecánica elevada. A la medida en que se aumenta la cantidad de agua absorbido en el polímero, su comportamiento va ser cada vez más plástico, aumentando su ductilidad y disminuyendo su resistencia mecánica.

En estas composiciones, la distribución del tamaño de partículas que componen los aglomerados es mucho más larga que en las demás, por lo que la compacidad final de la pieza también es más alta. Por esto, durante la compactación de las composiciones, empleándose presiones de prensado elevadas y humedad de masa también elevada, el agua puede venir a saturar los poros existentes en la pieza, impidiendo su posterior compactación.

Por otro lado, con el aumento del tenor de humedad, aumenta la relación de volumen líquido/volumen de poros, también llamada grado de saturación, hecho que reduce la efectividad de la carga aplicada, especialmente en valores próximos a la saturación, una vez que parte de esta carga pase a aumentar la presión del agua en los poros, y no a aumentar la tensión en los puntos de contacto existentes entre las partículas.

Los aglomerantes orgánicos tienen la función de conferir al grano y la pieza conformada una resistencia mecánica suficiente, y deben ser empleados en proporciones inferiores a 5% en peso. Los plastificantes aumentan la deformabilidad del aglutinante y reducen su capacidad de adsorción de la humedad ambiente. La humedad normalmente actúa como plastificante secundario, factor por el cual debe ser controlada su cantidad adsorbida en el intervalo entre las etapas de granulación y prensado.

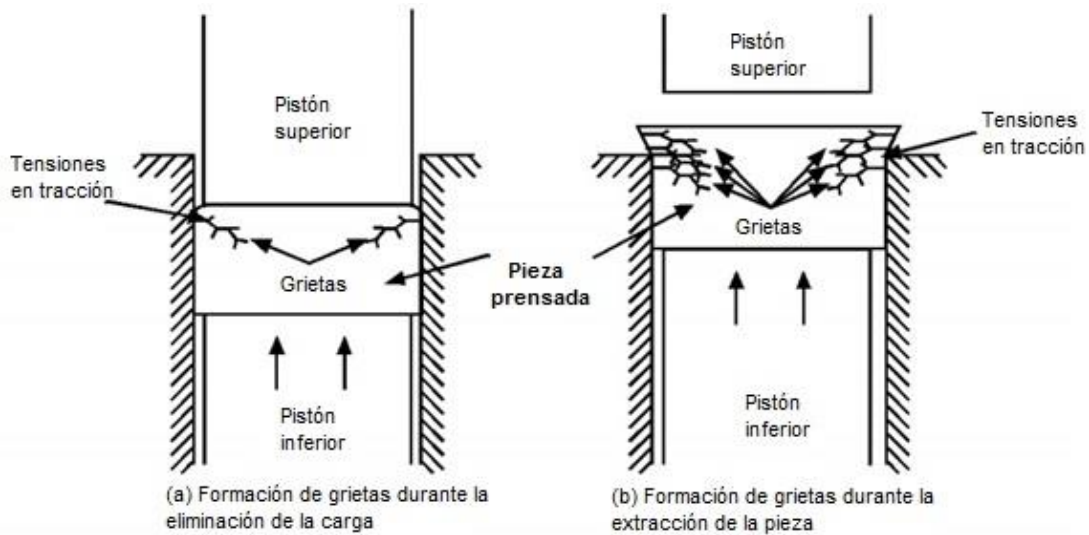
El lubricante tiene como función reducir la fricción entre los granos de masa y la pared del molde durante la etapa de compactación, y también reducir la fricción entre la pieza conformada y la pared del molde durante la etapa de extracción de la pieza, los lubricantes pueden ser adicionados durante la formación de los granos o posteriormente, como forma de recubrimiento. Algunos aglutinantes, como aquellos formados por mezcla de ceras y polietilenglicol, presentan también propiedades lubricantes. En el caso de los aditivos orgánicos, como el PVA, la proporción a ser utilizada es limitada por el factor costo que incide tanto en el precio del aditivo, como también en el costo indirecto de eliminación asociado a su combustión, durante la etapa de quema.

Algunos de los problemas y defectos más frecuentes que aparecen a lo largo del proceso de fabricación de piezas cerámicas conformadas por prensado uniaxial debidos a una inadecuada realización de esta operación son:

- Compacidad inadecuada de la pieza: este defecto puede estar relacionado a una falta de control en la preparación de la masa.
- Desgaste del molde por abrasión: Este problema provoca un cambio progresivo en las dimensiones de la pieza y un deterioramiento de su textura superficial.
- Formación de grietas: El surgimiento de las grietas puede ser debido a el diseño inadecuado del molde, exceso de aire aprisionado durante la fase de compactación, excesiva expansión de pieza durante su extracción del molde, fricción elevada entre la pieza y la pared del molde durante la extracción, etc. (ver Figura 2)
- Falta de uniformidad de la compacidad en el interior de la pieza y/o entre piezas: las variaciones excesivas en la compacidad en el interior de una pieza causan

deformaciones y distorsiones en las piezas, inclusive quiebra de piezas durante la quema.

**Figura 2.** Formación de grietas en la extracción de piezas.



**2.4.2 Tratamiento térmico.** Posterior a la etapa de formación, las piezas en general continúan con agua, proveniente de la preparación de la masa. Para evitar tensiones y consecuentemente, defectos en las piezas, es necesario eliminar esa agua de forma lenta y gradual en secadores intermitentes o continuos, a temperaturas variables entre 80°C y 120°C. El termino sinterización es utilizado para referirse a el proceso por el cual los polvos son consolidados fuertes, y usualmente más densos por causa de la temperatura. Durante la sinterización muchos cambios ocurren. Los agregados crecen más fuertes y normalmente encojen. Los poros mudan de forma y al final pueden desaparecer. La media de tamaños de poros aumenta. Esas son las características por las cuales las interrelaciones, las fuerzas y los mecanismos son deseados para ser estudiados.

El precursor de sílice puede incluir al menos uno seleccionado del grupo que consiste en alcoxilano, sílice coloidal, sílice pirógena y silicato de sodio. Además, si el precursor moldeado incluye el aglutinante inorgánico, el precursor moldeado puede incluir además un

aditivo orgánico, que se elimina junto con la estructura derivada cuando el artículo moldeado se calcina. El aditivo orgánico incluye uno seleccionado del grupo que consiste en PVA, CMC, MCE y una mezcla de los mismos. La calcinación se realiza en el intervalo de temperatura de aproximadamente 400°C a aproximadamente 800°C mientras se inyecta aire. Esta temperatura depende de la composición de la pieza y de las propiedades deseadas. Durante la quema ocurre un aumento de la densidad y de la resistencia mecánica debido a la combinación de diversos factores.

En la quema ocurre los siguientes fenómenos:

- Eliminación de material orgánico (dispersantes, aglutinantes, material orgánico en las arcillas).
- Descomposición y formación de nuevas fases de acuerdo con el diagrama de fases.
- Sinterización y/o calcinación.

## **2.5 ENSAYO DE FLEXION**

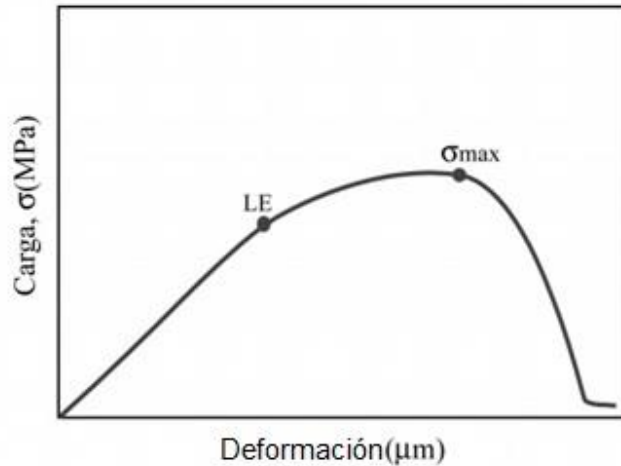
La cerámica tiene su aplicabilidad limitada en ciertos aspectos debido a sus propiedades mecánicas, que en muchos aspectos son inferiores a aquellas presentadas por los metales. La principal desventaja es una disposición a la fractura catastrófica de una manera frágil, con muy poca absorción de energía (baja tenacidad). Las propiedades mecánicas (módulo de elasticidad, límite de fluencia, límite de resistencia, alargamiento y reducción en área) de materiales con comportamiento dúctil generalmente son determinadas en ensayo de tracción. En el caso de materiales con comportamiento mecánico frágil, como las cerámicas, usualmente se determina la resistencia a la fractura en ensayo de flexión.

Los ensayos tradicionales de flexión admiten apenas como existentes o significativas las tensiones originarias de la flexión en la región estudiada. Como consecuencia la formulación utilizada para convertir una carga aplicada en tensión refleja apenas este componente del estado de tensiones reinantes.

Al determinar, a través de un ensayo de flexión en tres puntos, la relación entre la carga y la deformación de piezas prensadas a verde (antes del secado), parcialmente secas o totalmente

secas (después del secado), se obtiene una curva de formato patrón, como la representada en la Figura 3.

**Figura 3.** Curva esfuerzo deformación, donde LE: limite elástico.

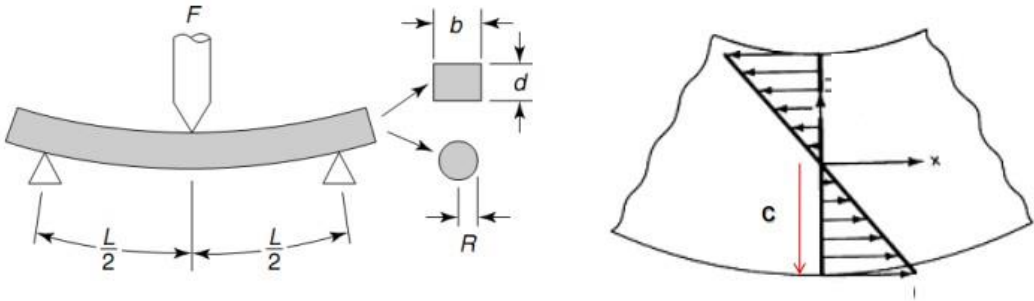


El ensayo de flexión consiste en la aplicación de una carga creciente en determinados puntos de una barra. En el punto de aplicación de carga, la parte superior del cuerpo de prueba es colocada en un estado de compresión, en cuanto a la superficie inferior se encuentra en tracción.

Una vez que los límites de resistencia a la tracción de los materiales cerámicos equivalen aproximadamente a un décimo de sus resistencias a la compresión, y una vez que la fractura ocurre en la fase del cuerpo de prueba que está siendo sometido a tracción, el ensayo de flexión es sustituto razonable para el ensayo de tracción. La tensión en el momento de la fractura en el ensayo de flexión es conocida como resistencia a la flexión, módulo de ruptura, resistencia a la fractura, y es un parámetro importante para materiales frágiles.

En la Figura 4 se esquematiza la ubicación de los pines de carga del ensayo de flexión, para una sección transversal rectangular.

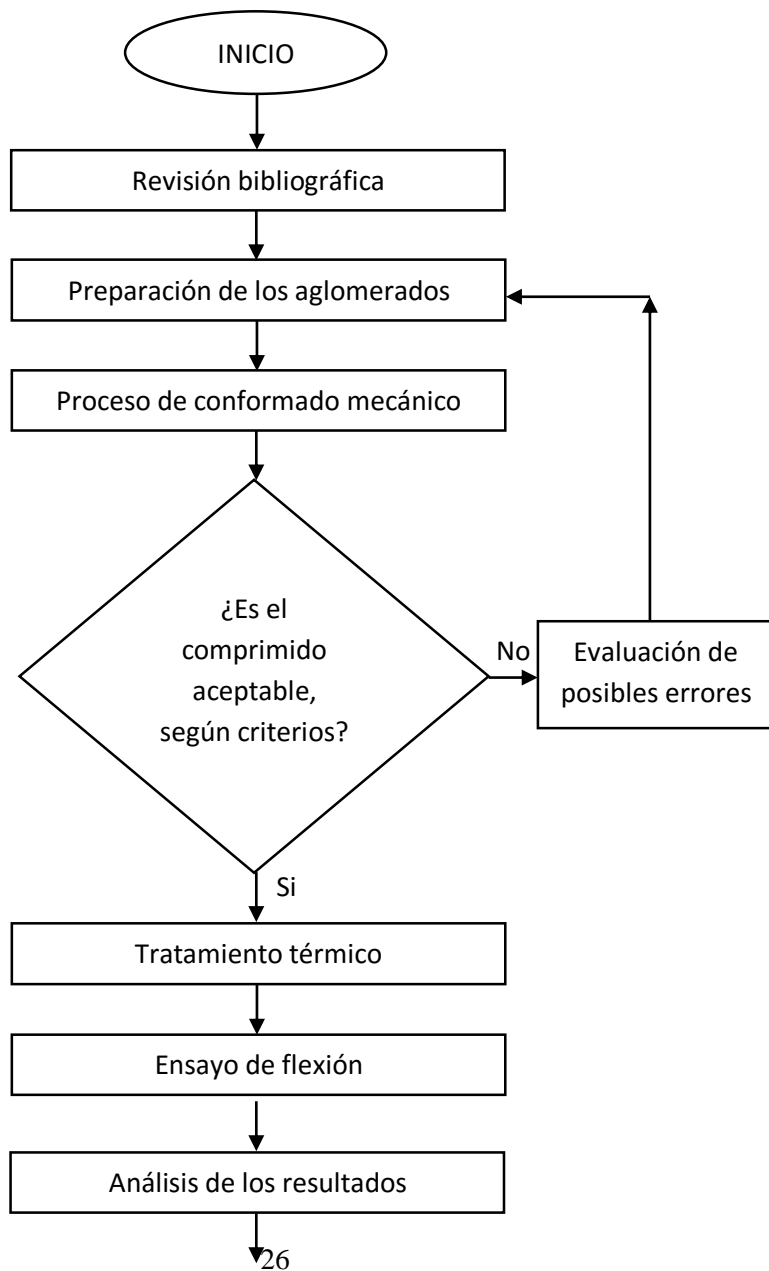
**Figura 4.** Esquema del ensayo de flexión en 3 puntos.

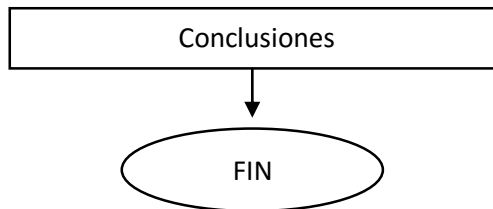


### 3 METODOLOGÍA

En este capítulo se describen todas las actividades realizadas durante el desarrollo del proyecto. En la Figura 5 se presenta un diagrama de flujo con las etapas por las que transcurrió la investigación y la secuencia en que fueron realizadas.

**Figura 5.** Diagrama de flujo del desarrollo del proyecto.





El proyecto se llevó a cabo en el laboratorio “Laboratory of Ceramic Materials (LCM)” del departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Federal de Minas Gerais (UFMG) en Brasil. Este trabajo hizo parte del proyecto de doctorado (en curso) de la estudiante Jessica Notorio y con la asesoría del director del laboratorio, el profesor Wander Vasconcelos.

### **3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA**

Se llevó a cabo un estudio acerca de la sílice pirogénica, del prensado uniaxial en seco, del tratamiento térmico en materiales cerámicos y del ensayo de flexión, a través de una revisión bibliográfica de artículos científicos y tesis relacionadas con el tema.

### **3.2 PREPARACIÓN DE LOS AGLOMERADOS**

Como materia prima para el sólido adsorbente se utilizó la sílice pirogénica, junto con los aglutinantes alcohol polivinílico (PVA), methocel A4M, metasilicato y como fase plastificante el agua desionizada. La sílice pirogénica se colocó dentro de un recipiente plástico donde se agregó el aglutinante y se mezcló en cantidades variables hasta conseguir una masa homogénea en cada una de las mezclas.

Todas las tomas de pesos fueron realizadas en una balanza de precisión PCE-BS 300, de igual forma la adición de agua (comenzando la primera prueba con 2,5 mL) fue hecha con una micropipeta. Las tablas 3, 4 y 5 muestran una lista de las composiciones utilizadas con cada fase aglutinante según sea la tabla, la presión aplicada para cada muestra y la pérdida de masa después del proceso de prensado. En todas las muestras preparadas la cantidad de sílice pirogénica utilizada fue de 1 g.

En la Tabla 3 se muestra la lista de composiciones evaluadas, utilizando el Methocel A4M como fase aglutinante. Se resalta la muestra 11, como la composición seleccionada con base a los criterios descritos anteriormente.

La adición de agua fue realizada con mesura mezclando entre gota y gota, evitando la formación de grumos. La mezcla fue también realizada para los 3 diferentes aglutinantes variando entre composición la cantidad de cada fase y el agua que hacía las veces de plastificante.

**Tabla 3.** Lista de composiciones variando la cantidad de Methocel A4M como fase aglutinante.

| # MUESTRA | A4M [g] | AGUA [mL] | PRESIÓN [MPa] | PÉRDIDA DE MASA [%] |
|-----------|---------|-----------|---------------|---------------------|
| 1         | 0,2     | 2,5       | 73,94         | -                   |
| 2         | 0,2     | 2,5       | 88,65         | 36,32               |
| 3         | 0,2     | 2,5       | 73,94         | 39,32               |
| 4         | 0,2     | 1,5       | 73,94         | 27,74               |
| 5         | 0,2     | 1,5       | 36,97         | 45,2                |
| 6         | 0,2     | 1,5       | 36,97         | 45,4                |
| 7         | 0,2     | 1,5       | 73,94         | 57,6                |
| 8         | 0,1     | 2,5       | 73,94         | 71,6                |
| 9         | 0,1     | 2,5       | 36,97         | 58,2                |
| 10        | 0,2     | 0,6       | 29,51         | 8,7                 |
| 11        | 0,2     | 0,6       | 44,32         | 5,7                 |
| 12        | 0,2     | 0         | 73,94         | 0                   |

En la Tabla 4 se muestra la lista de composiciones estudiadas para el aglutinante PVA, en ella se resalta la muestra 16 como la composición seleccionada con base a los criterios descritos.

**Tabla 4.** Lista de composiciones variando la cantidad de Alcohol polivinílico (PVA) como fase aglutinante.

| # MUESTRA | PVA [g] | AGUA [mL] | PRESION [MPa] | PERDIDA DE MASA [%] |
|-----------|---------|-----------|---------------|---------------------|
| 13        | 0,08    | 1,2       | 59,03         | 60,5                |
| 14        | 0,15    | 0,8       | 44,32         | 4,7                 |
| 15        | 0,15    | 0,6       | 44,32         | 4                   |
| 16        | 0,13    | 0,6       | 44,32         | 3,4                 |
| 17        | 0,13    | 0,8       | 44,32         | 18,2                |
| 18        | 0,1     | 0,8       | 51,68         | 20                  |
| 19        | 0,1     | 0,6       | 51,68         | 17,5                |

En la Tabla 5 se muestra las composiciones evaluadas cuando fueron fabricadas las pastillas con el Metasilicato. En ella no se resalta ninguna composición debido al resultado obtenido

**Tabla 5.** Lista de composiciones variando la cantidad de Metasilicato como fase aglutinante.

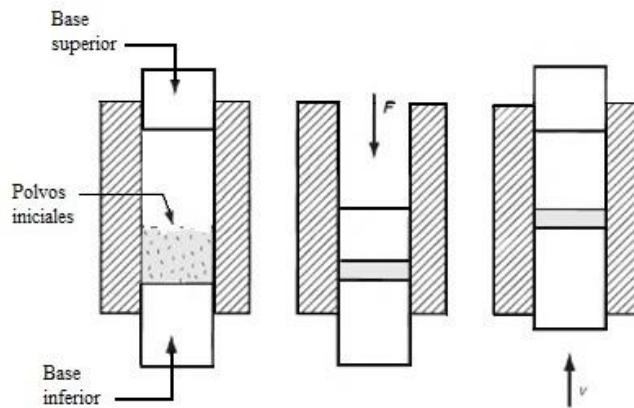
| # MUESTRA | METASILICATO [g] | AGUA [mL] | PRESION [MPa] |
|-----------|------------------|-----------|---------------|
| 20        | 0,18             | 1         | 36,97         |
| 21        | 0,18             | 0,8       | 36,97         |
| 22        | 0,15             | 1         | 36,97         |
| 23        | 0,15             | 0,8       | 36,97         |

### 3.3PRENSADO Y TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Una vez preparados los aglomerados, se colocaron en la cavidad de la máquina de prensado SPECAC de 15 Ton de carga máxima. En la figura 6 se presenta un esquema del funcionamiento de la máquina de prensado. Los discos compactos que hacían las veces de base inferior y superior tenían que permanecer paralelos uno del otro y evitar sobrecargar un lado de la muestra o el material sufriría zonas de mayor compresión que perjudicaría el proceso. Esta máquina cuenta con la opción de montar una bomba de vacío para evitar pérdidas de energía en el prensado por causa del aire presente en el molde cilíndrico. Antes

del prensado se aplicó vacío por un minuto y también durante todo el proceso de compactación.

**Figura 6.** Esquema de prensado en la máquina de prensado SPECAC 15.



Posterior al llenado de la cavidad se comenzó con el prensado, aplicando una carga de 1,5 Ton y se mantuvo durante un periodo de 2 a 3 minutos. Como se observa en las tablas 3, 4 y 5, la carga aplicada eventualmente varió y produjo las presiones allí indicadas. Todas las pastillas tienen 13 mm de diámetro y 2,5 mm de espesor. Al extraer la pastilla prensada, se prosiguió verificar su peso final para observar si había pérdidas de masa por prensado.

Las pastillas prensadas fueron evaluadas por medio del análisis de sus superficies. El criterio para la evaluación fue la presencia de irregularidades en la textura superficial, fisuras internas, falta de consistencia y pérdida de masa significativa (mayor a 7%). Aquella pastilla con presencia de alguna de estas irregularidades era descartada su composición. El procedimiento se realizó hasta llegar a la mejor composición.

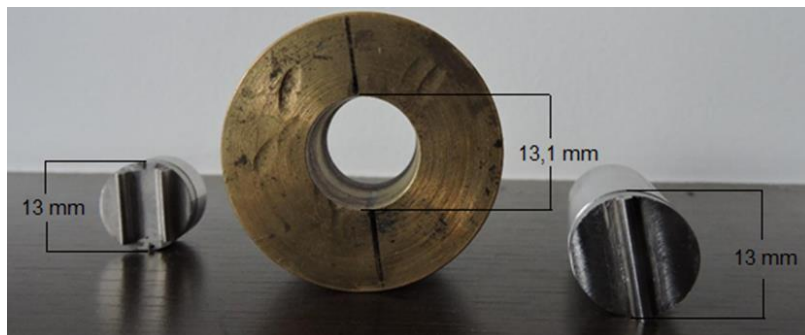
Las pastillas seleccionadas con los aglutinantes Methocel A4M y PVA se sometieron a un tratamiento térmico de secado. En cada composición seleccionada (No. 11 para Methocel A4M y No.16 para PVA), se realizó el tratamiento a 12 pastillas a una temperatura de 60°C por 8 horas y así retirar la mayor cantidad de agua.

Cuando las pastillas fueron retiradas del tratamiento de secado se sometieron cada una de ella nuevamente a un tratamiento de sinterización, en donde se colocaron las muestras a la etapa de quema en un horno a temperatura inicial de 20°C con una velocidad de calentamiento de 1°C por minuto, hasta alcanzar los 800°C, es decir, 780 minutos después. A esa temperatura se mantuvieron las pastillas por un tiempo de 60 minutos, y una vez más el enfriamiento a 1°C por minuto hasta conseguir la temperatura ambiente y poder retirar las muestras del horno.

### 3.4 ENSAYO DE FLEXIÓN

Para determinar la resistencia mecánica de cada composición seleccionada, las pastillas fueron sometidas a un ensayo de flexión de 3 puntos esquematizado en la Figura 4. En la Figura 7 se muestra el soporte en donde las pastillas fueron sometidas al ensayo de flexión de 3 puntos. Cada muestra se introdujo en la cavidad del soporte y así cada pastilla fue sometida al ensayo. Los pines fueron alineados de tal manera que al realizar la carga sobre la pastilla la máquina indicara, la carga máxima a la cual fracturó. Este valor se tomó como la resistencia a la fractura de la pastilla

Figura 7. **Soportes y pines para el ensayo de flexión**



## 4 RESULTADOS Y DISCUSIONES

### 4.1 MATERIAL AGLOMERADO

A partir del proceso de fabricación utilizando el Methocel A4M como fase aglutinante se obtuvieron muestras (de la 1 a la 12) que se pueden observar en el anexo A. En la Figura 8 se evidencia la muestra 1 correspondiente a la composición 1 que se especifica en la Tabla 3. Esta muestra exhibió una estructura interna no homogénea cuando es vista a contra luz. Se plantea que este resultado se debió a zonas de mayor y menor presión dentro de la cavidad y para corregir este inconveniente todas las siguientes muestras fueron sometidas a vacío durante la compactación del material aglomerado.

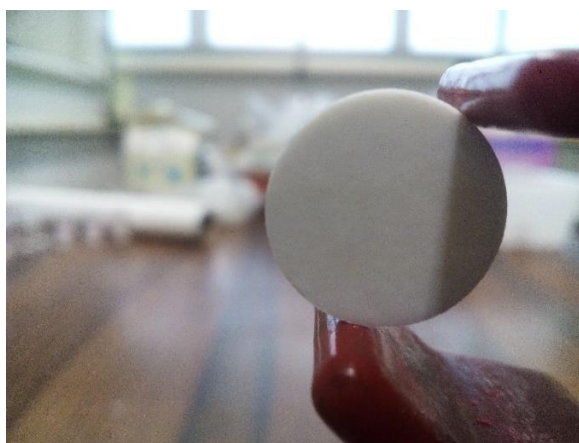
**Figura 8.** Imagen de la muestra 1 vista a contra luz.



Otra falencia en la primera composición fue la gran pérdida de masa, ya que al momento de la extracción gran cantidad de material aglomerado se quedó pegado en las paredes de la cavidad y en la base de la cavidad de compactación. En este caso se tomó menos agua para las futuras composiciones para disminuir la humedad de la muestra. Este proceso de análisis y descarte se continuó durante las siguientes muestras hasta que se completó la tabla 3 correspondiente a las composiciones estudiadas, donde se encontró la muestra No.11 como la más eficiente. En las imágenes presentadas en el anexo A se puede observar cada una de las pastillas fabricadas con el aglutinante Methocel A4M.

En la preparación de la muestra 10 el comportamiento mejoró, pero todavía había pérdida de masa significativa (8,7%). La composición de la muestra 11 fue seleccionada debido a la poca pérdida de masa (5,7%), a su aspecto físico (sin rugosidad, compactación uniforme a lo largo de la pieza, sin grietas, sin hundimientos). La muestra 12 presentó una rugosidad superior a pesar de haber sido sometida a una mayor presión, esto posiblemente es debido a la naturaleza propia del material.

**Figura 9.** Imagen de la muestra 11 vista a contra luz.



En el caso del aglutinante PVA se estudiaron desde la composición No. 13 hasta la 19, especificando la composición de cada una de ellas en la Tabla 4. En las imágenes presentadas en el anexo B se puede observar cada una de las pastillas fabricadas con el aglutinante PVA. La primera muestra (13) perdió un 60,5 % de masa después del proceso de compactación, esto nuevamente por la cantidad de plastificante utilizado (agua) de modo que se aumentó la cantidad de aglutinante para las futuras muestras y se disminuyó la cantidad de plastificante para mejorar el proceso.

En la figura 16 se presenta una imagen de la composición No. 15 de la Tabla 4. En esta composición se encontraron deformaciones en el contorno de la pastilla obtenida, como se evidencia en la imagen.

Estas deformaciones son causadas posiblemente en el momento del llenado del molde o en la ubicación de las bases superior e inferior, por lo tanto, la composición fue descartada. Corroborando según L. Amorós Albaro et al, que si el prensado es uniaxial y el material granulado es sometido a una considerable presión, la fricción entre las partículas y entre ellas y las paredes provocan una distribución heterogénea de la presión de compactación en el volumen del material. Un fenómeno usual en las muestras obtenidas con este aglutinante fue la alta rugosidad superficial de estas pastillas.

**Figura 10.** Imagen de la muestra 15 vista a contra luz.



Las muestras 14 y 15 tuvieron una pérdida de masa pequeña de 4,7 y 4% respectivamente, pero cada una tuvo algún tipo de alteración (fisuras, hundimientos, textura rugosa). Las muestras 17, 18 y 19 perdieron masa entre 17 y 20% durante el prensado. Lo contrario ocurrió en la muestra 16, que no presentó pérdida de agua y tanto su textura como apariencia fueron consideradas satisfactorias según los parámetros ya establecidos para la selección.

Las muestras hechas con el aglutinante inorgánico Metasilicato no presentaron una consistencia adecuada y presentaron problemas de disolución en el agua, perjudicando la homogeneidad en la muestra. Las pastillas desde la composición No. 20 hasta la 23, preparadas con el aglutinante Metasilicato se fracturaron durante su extracción después del proceso de prensado. Por este motivo las muestras con este aglutinante fueron descartadas y no se continuó estudiando más posibles composiciones.

En la Figura 11 se muestra la imagen de la pastilla de composición No. 20. Allí se evidencia el resultado del proceso de compactación una vez extraída la pieza de la cavidad.

**Figura 11.** Imagen de la muestra 21.



Con la muestra 23 se intentó diluir el aglutinante en el agua antes de mezclarlo con la sílice pirogénica con la intención de esperar un mejor resultado en el prensado del aglomerado, sin embargo, esa muestra también se fracturó después de ser retirada de la prensa. En el anexo C se pueden observar las imágenes de las muestras fabricadas con metasilicato.

#### **4.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA**

Los resultados de carga de fractura para el Methocel A4M como fase aglutinante se encuentran en la Tabla 6, donde se muestra la carga máxima soportada por la probeta antes de fracturar.

**Tabla 6.** Lista de los módulos de ruptura obtenidos para cada pastilla de composición # 11 sometida a ensayo de flexión de 3 puntos.

| <b>Muestras de Methocel A4M</b> |                    |
|---------------------------------|--------------------|
| Número de pastilla              | Carga Máxima (kgf) |
| 1                               | 0,9                |
| 2                               | 1,8                |
| 3                               | 2,6                |
| 4                               | 2,3                |
| 5                               | 1,7                |
| 6                               | 2,9                |
| 7                               | 1,0                |
| 8                               | 2,0                |
| 9                               | 1,6                |
| 10                              | 0,7                |
| 11                              | 1,6                |
| 12                              | 2,5                |
| Promedio                        | 2                  |
| Desviación Estándar             | 0,54               |

La variación de las cargas se produjo posiblemente a la poca sensibilidad de la máquina que se adaptó para el ensayo de flexión. Además de un posible error humano porque la aplicación de la carga se hizo manualmente, ocasionando variaciones significativas en los resultados. Para evitar un coeficiente de variación alto se eliminó el ensayo 1 y 10 de la Tabla 6, basándose en el criterio de Chauvenet.

Los resultados de carga de fractura para las pastillas prensadas con el aglutinante PVA se encuentran en la Tabla 7, donde se muestra la carga máxima soportada por la probeta antes de fracturar.

**Tabla 7.** Lista de los módulos de ruptura obtenidos para cada pastilla de composición # 16 sometida a ensayo de 3 puntos.

| <b>Muestras de PVA</b> |                    |
|------------------------|--------------------|
| Número de pastilla     | Carga Máxima (kgf) |
| 1                      | 0,4                |
| 2                      | 1                  |
| 3                      | 2                  |
| 4                      | 1,3                |
| 5                      | 1,7                |
| 6                      | 1,5                |
| 7                      | 1,6                |
| 8                      | 1,4                |
| 9                      | 1,2                |
| 10                     | 2,2                |
| 11                     | 1,1                |
| 12                     | 2,4                |
| Promedio               | 1,5                |
| Desviación Estándar    | 0,36               |

Para evitar un coeficiente de variación alto se eliminó el ensayo 1 y 12 de la Tabla 7, basándose en el criterio de Chauvenet.

El promedio de las cargas máximas de fractura para este aglutinante resultaron menores que el promedio de las cargas encontradas con el Methocel A4M. Esto muestra una mayor resistencia mecánica de las pastillas fabricadas con Methocel A4M en comparación con las de PVA.

Según Maheshwari y Roehling, el proceso de compactación de pastillas utilizando Silica SBA-15 tendría que ser hecho con una presión mínima de 10,6 MPa y la sinterización entre 600°C y 1000°C. Eso quiere decir que los parámetros utilizados en este trabajo se desarrollaron de manera correcta.

## 5 CONCLUSIONES

La cantidad de agua fue fundamental para el proceso de prensado, debido a el comportamiento y apariencia de las muestras cuando su cantidad es superior.

En el transcurso del trabajo se verificó que el proceso de prensado a verde es una etapa crítica en la elaboración de piezas cerámicas, los defectos del compacto a verde serian maximizados en las etapas posteriores.

El comportamiento frágil de las pastillas con aglutinante metasilicato, se debió a su lenta disolución en agua, afectando las mezclas y también por la cantidad de SiO<sub>2</sub> (30%) que contienen el metasilicato hace que sea muy frágil.

Las variables de la operación de prensado (carga aplicada, tenor de humedad, granulometría, tipo de aditivos) sobre la resistencia mecánica de la pieza prensada fueron evidenciadas basándose en el efecto que las variables de operación ejercen sobre las características de la pieza prensada, por ejemplo, la fase aglutinante Methocel A4M tuvo una resistencia a la fractura mayor que el PVA gracias a su propiedad (básicamente por su estructura cristalina) como aglutinante.

## 6 BIBLIOGRAFIA

AMORÓS ALBARO, J.L. A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas. Universitat Jaume I, Castellón, Espanha

AMORÓS ALBARO, J.L. Pastas cerámicas para pavimentos por monococción. Influencia de las variables de prensado sobre las propiedades de la pieza en crudo y sobre su comportamiento durante el prensado y la cocción. Tesis doctoral. Valencia, 1987.

CALLISTER, William D. Materials Science and Engineering: An Introduction. New York. John Wiley, 2000.

CHOI et al. Granular mesoporous silica and preparation method thereof. United States Apr. 18, 2013.

DUTRA E., RUBENS, A. Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos. Departamento de Engenharia de Materiais. Universidade Federal de São Carlos. 1991.

F. R. Morral, Emilio Jimeno, P. Molera. Metalurgia general, volumen 2, página 993.

GRIFFITH, A.A. The phenomena of rupture and flow in solids. Philosophical transactions, Series A, v. 221, p. 163-198, 1920.

José Tadeu Braz. Emissão de gases poluentes / curvas tipo. Companhia de Engenharia de Tráfego. São Paulo. Disponível em <http://www.drcet.net/Notas%20T%E9cnicas/NT165.pdf>

KINGERY, W.D. Ceramic Fabrication Processes. Cambridge. Ed. MIT Press.1963.

MAHESHWARI H., ROEHLING J. D. Robust mesoporous silica compacts: multi-scale characterization of microstructural changes related to physical–mechanical properties. Springer Science+Business. New York. 8 febrero del 2016.

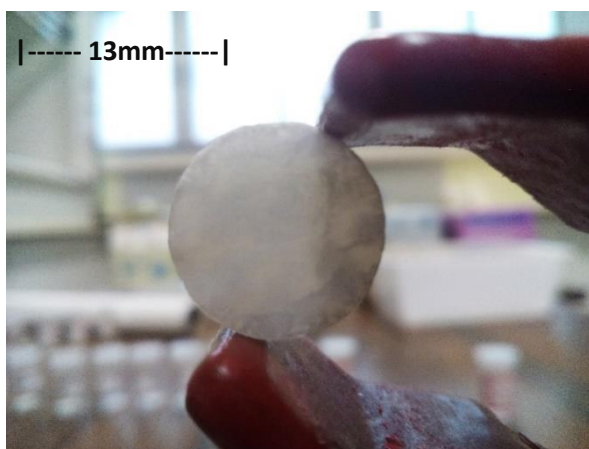
MARTINS, C. R.; de Andrade, J. B.; Quim. Nova. Pág. 25- 259. 2002.

PERFORMANCE PROCESS, Inc. - Mundelein, IL. Nottingham (Div. of Performance Process, Inc.). Atlanta, GA. Disponible en <[http://www.ppiatlanta.com/pdfs/Silica/Silica\\_Fumed\\_Web.pdf](http://www.ppiatlanta.com/pdfs/Silica/Silica_Fumed_Web.pdf)>.

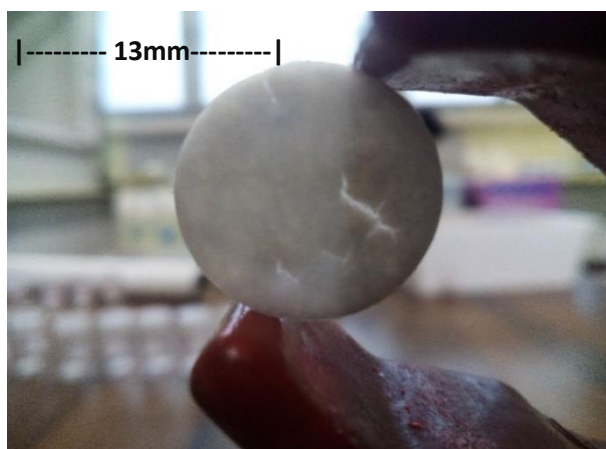
SHACKELFORD, F.J. Introdução à Ciência dos Materiais para Engenheiros. São Paulo. Pearson Prentice Hall, 2008.

## ANEXOS

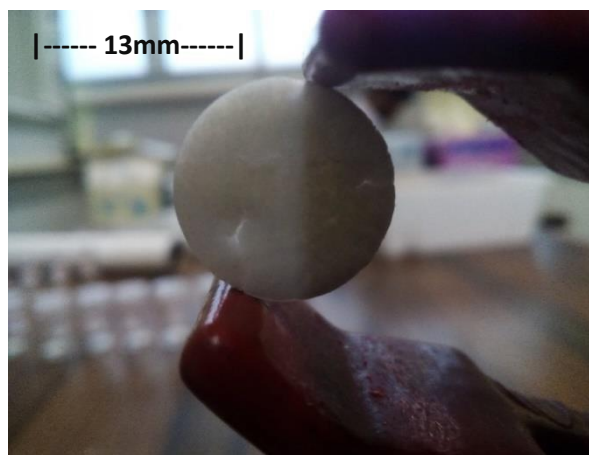
**Anexo A.** Imágenes de las pastillas prensadas con el aglutinante Methocel A4M, enumeradas según el orden de la composición de cada una ya descrito en la Tabla 3.



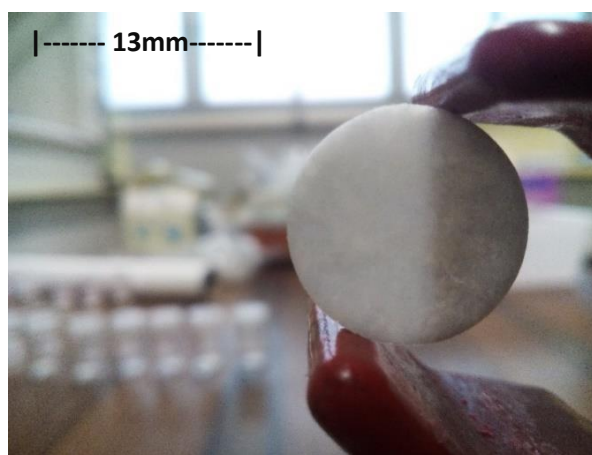
Muestra 1



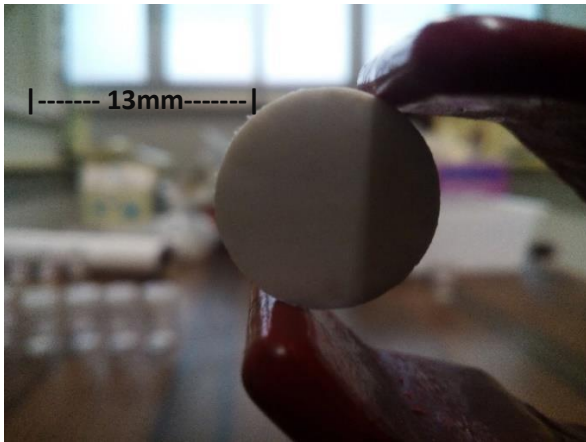
Muestra 2



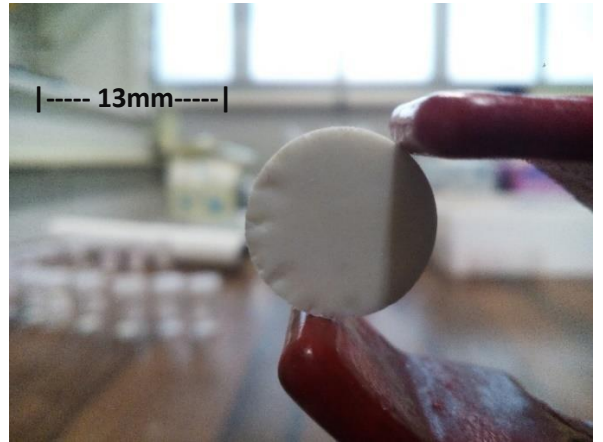
Muestra 3



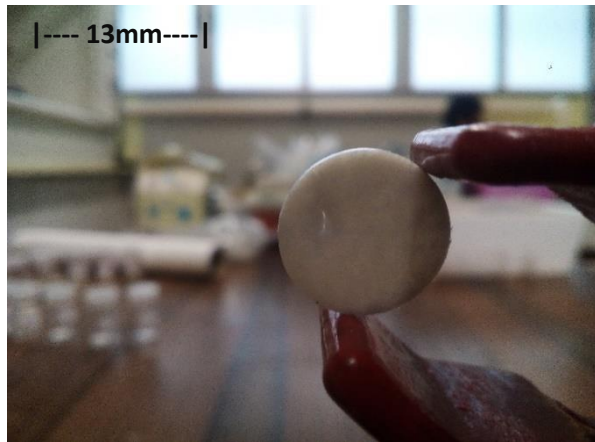
Muestra 4



Muestra 5



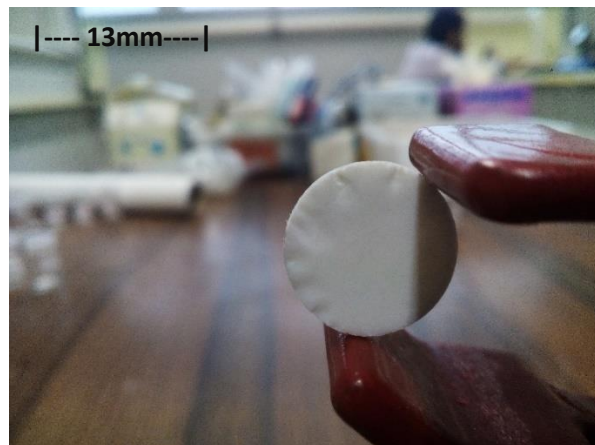
Muestra 6



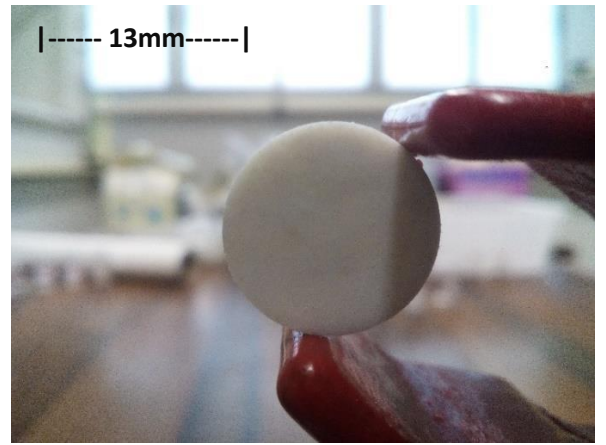
Muestra 7



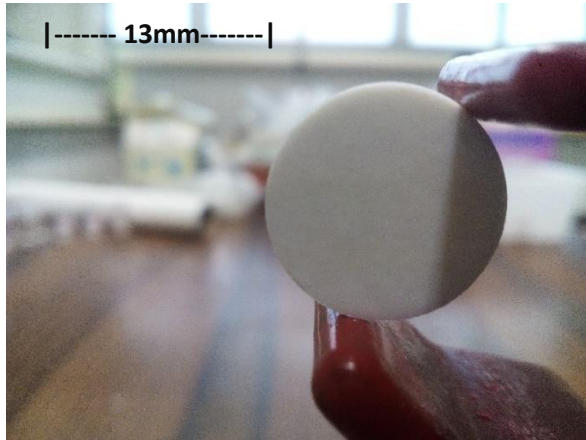
Muestra 8



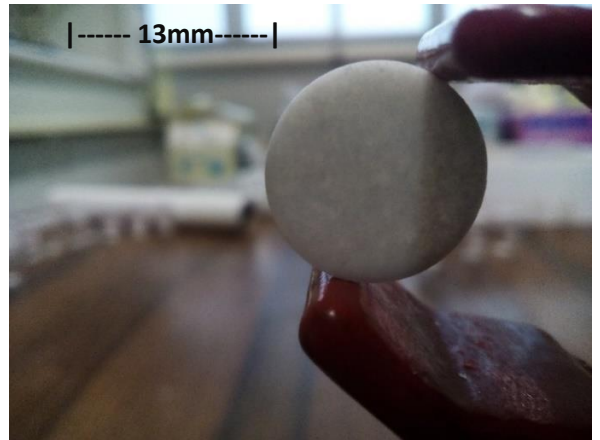
Muestra 9



Muestra 10

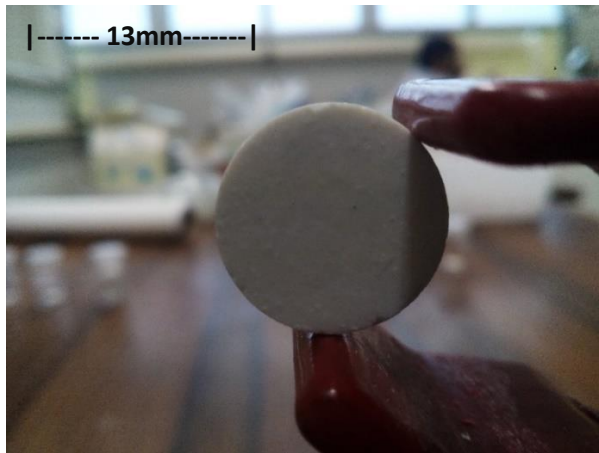


Muestra 11

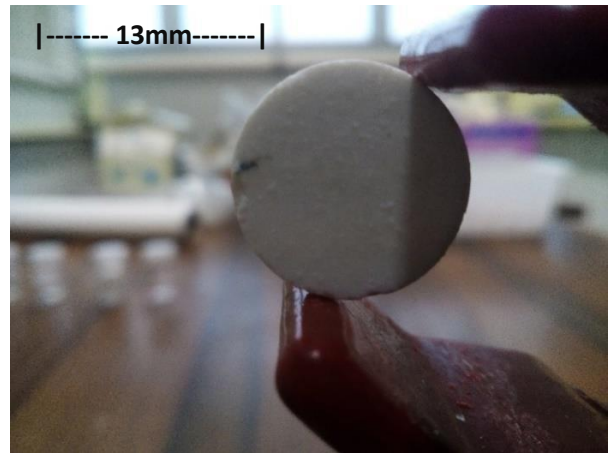


Muestra 12

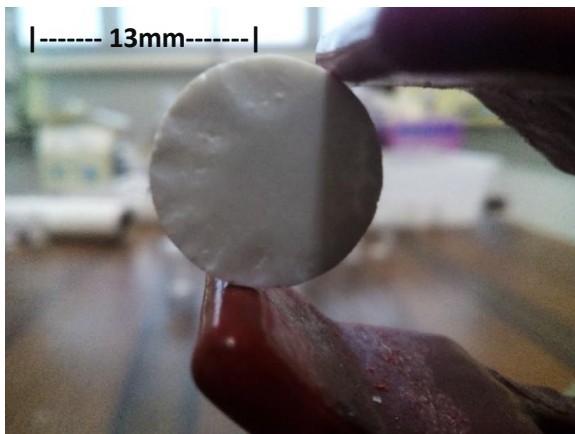
**Anexo B.** Imágenes de las pastillas prensadas con el aglutinante PVA, enumeradas según el orden de la composición de cada una ya descrito en la Tabla 4.



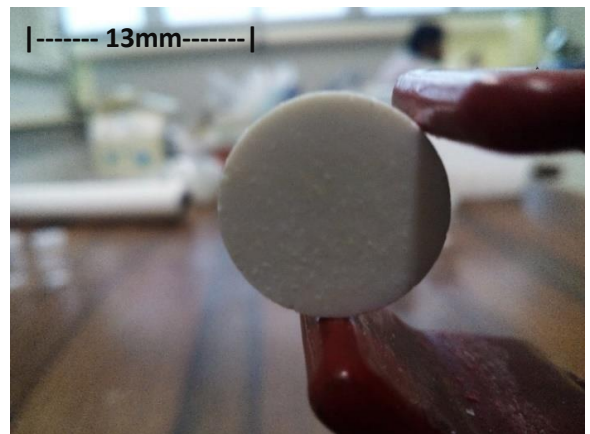
Muestra 13



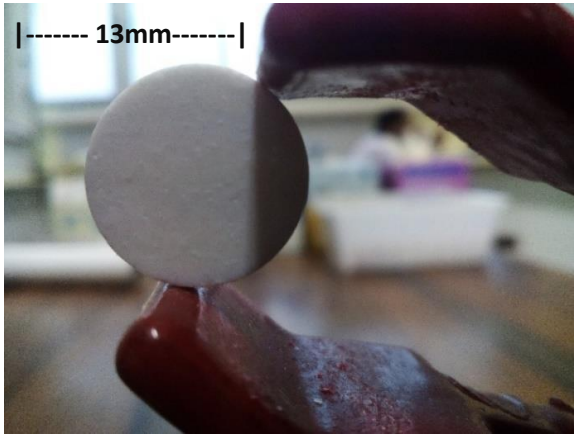
Muestra 14



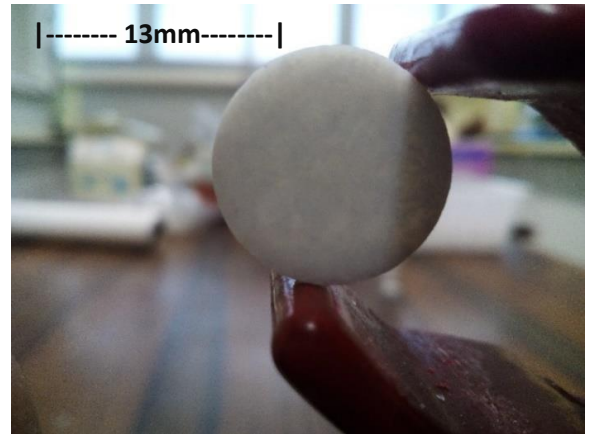
Muestra 15



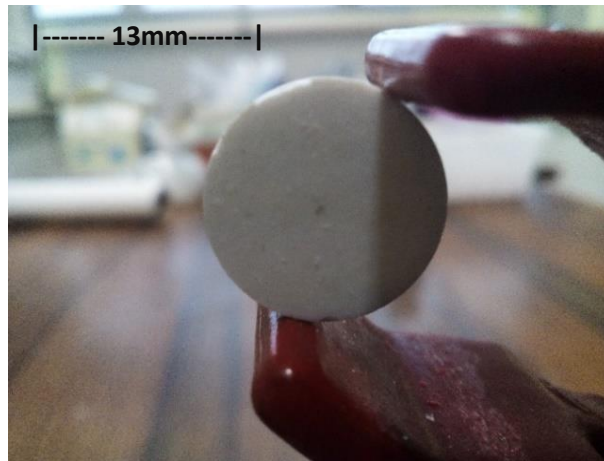
Muestra 16



Muestra 17



Muestra 18



Muestra 19

**Anexo C.** Imágenes de las pastillas prensadas con el aglutinante Metasilicato, enumeradas según el orden de la composición de cada una ya descrito en la Tabla 5.



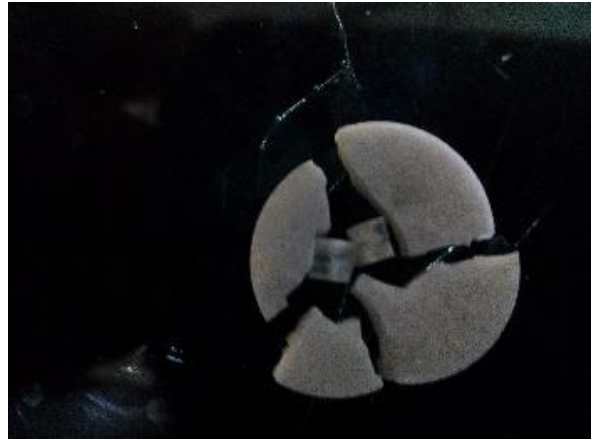
Muestra 20



Muestra 21



Muestra 22



Muestra 23

**Anexo D.** Imagen de muestras sometidas a ensayo de flexión. (a) pastillas con aglutinante Methocel A4M y (b) pastillas con aglutinante PVA.

