

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POST – GRADO



ESTUDIO SOBRE EL EFECTO DE MICROPARTÍCULAS DE
HEMATITA (Fe_2O_3) EN REFRACTARIOS BASE MAGNESIA (MgO)
PARA APLICACIONES EN HORNOS DE ARCO ELÉCTRICO.

POR

ING. ALEJANDRO ESTRADA DE LA VEGA

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA, DICIEMBRE DEL 2009

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POST – GRADO



ESTUDIO SOBRE EL EFECTO DE MICROPARTÍCULAS DE
HEMATITA (Fe_2O_3) EN REFRACTARIOS BASE MAGNESIA (MgO)
PARA APLICACIONES EN HORNOS DE ARCO ELÉCTRICO.

POR

ING. ALEJANDRO ESTRADA DE LA VEGA

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA, DICIEMBRE DEL 2009

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis “Estudio sobre el efecto de micropartículas de hematita (Fe_2O_3) en refractarios base magnesia (MgO) para aplicaciones en hornos de arco eléctrico” realizada por el Ing. Alejandro Estrada de la Vega sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis

Asesor

Dr. Tushar Kanti Das Roy

Co - asesor

Dra. Ana María Guzmán Hernández

Revisor

Dr. Guadalupe Alan Castillo Rodríguez

Vo. Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera
División de Estudios de Postgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Diciembre del 2009

Índice

	Página
Resumen	1
Capítulo 1. Introducción.	2
Objetivo.....	3
Hipótesis.....	3
Capítulo 2. Antecedentes de los refractarios	4
2.1.- Definición.....	4
2.2.- Clasificación de los refractarios de acuerdo a su composición.....	5
2.2.1.- Ácidos.....	5
2.2.2.- Básicos.....	5
2.2.3.- Neutros.....	6
2.2.4.- Especiales.....	7
2.3.- Clasificación de los refractarios de acuerdo a su presentación.....	9
2.3.1.- Ladrillos y bloques prefabricados.....	9
2.3.2.- Morteros.....	10
2.3.3.- Concretos refractarios.....	10
2.3.4.- Plásticos y apisonables.....	11
2.4.- Fabricación de productos refractarios.....	11
2.5.- Materias primas.....	12
2.5.1.- Magnesita (MgO)	12
2.5.1.1.- Generalidades.....	12
2.5.1.2.- Aplicaciones.....	13
2.5.2.- Óxido de hierro (III)	13
2.5.2.1.- Generalidades.....	13
2.5.2.2.- Aplicaciones.....	15
2.5.3.- Magnesio - ferrita.....	16
2.5.3.1.- Generalidades.....	16
2.6.- Antecedentes de los refractarios para la industria del acero.....	18
Capítulo 3. Experimentación	21
3.1.- Metodología experimental.....	21
3.2.- Caracterización de materias primas.....	21
3.2.1.- Magnesita (MgO).....	21
3.2.1.1.- Difracción de rayos – X.....	21
3.2.1.2.- Análisis químico.....	22
3.2.2.- Óxido de hierro (III).....	22
3.2.2.1.- Difracción de rayos – X.....	23
3.2.2.2.- Análisis químico.....	23
3.2.2.3.- Distribución del tamaño de partículas.....	24
3.3.- Formulaciones utilizadas.....	26

	Página
3.4.- Preparación de los ladrillos refractarios.....	27
3.4.1.- Adquisición de las materias primas.....	27
3.4.2.- Pesaje y mezclado.....	27
3.4.3.- Prensado.....	29
3.4.4.- Secado.....	30
3.4.5.- Sinterizado.....	31
3.5.- Caracterización de las probetas sinterizadas.....	32
3.5.1.- Análisis químico.....	32
3.5.2.- Difracción de rayos – X.....	33
3.5.3.- Porosidad abierta y densidad (ASTM C830 – 79).....	33
3.5.4.- Resistencia a la compresión en frío (DIN EN993 – 5:1998)...	34
3.5.5.- Módulo de ruptura en caliente a 1480 °C (ASTM C583 – 80)..	35
3.5.6.- Prueba estática de penetración y ataque por sustancias fundidas método del crisol (DIN -1069)	37
3.6.- Análisis químico de la escoria de horno eléctrico de arco	38
3.7.- Preparación de las muestras después del ataque químico.....	38
3.8.- Técnicas experimentales utilizadas en las muestras después del ataque por sustancias fundidas.	39
3.8.1.- Microscopía óptica.....	39
3.8.2.- Microscopía electrónica de barrido.....	40
Capítulo 4. Resultados y discusión.....	42
4.1.- Difracción de rayos – X.....	42
4.2.- Análisis químicos.....	44
4.3.- Pruebas realizadas.....	45
4.3.1.- Porosidad abierta y densidad.....	45
4.3.2.- Resistencia a la compresión en frío (CCS).....	47
4.3.3.- Módulo de ruptura en caliente a 1480 °C (HMOR).....	48
4.3.4.- Prueba estática de penetración y ataque por sustancias fundidas método del crisol (DIN -1069)	50
4.3.4.1.- Composición base.....	51
4.3.4.1.1.- Microscopio óptico.....	51
4.3.4.1.2.- Microscopio electrónico de barrido (MEB)....	51
4.3.4.2.- composición con aditivo.....	57
4.3.4.2.1.- Microscopio óptico.....	57
4.3.4.2.2.- Microscopio electrónico de barrido (MEB)....	57
Capítulo 5. Conclusiones.....	62
Capítulo 6. Recomendaciones.....	63
Anexo 1. Diagrama de fase.....	64
Listado de figuras.....	65
Listado de tablas.....	67
Bibliografía.....	68

Resumen

Actualmente las investigaciones se han centrado en el desarrollo de nuevos productos refractarios que puedan mantener buenas propiedades dentro de los hornos eléctricos de arco para la producción de acero debido al ataque por las escorias. En el presente estudio se realizó un desarrollo experimental basado en magnesia (MgO) a la cual se le adicionó óxido de hierro (III). Se desarrollaron formulaciones en donde el contenido del aditivo fue variando con la finalidad de apreciar su influencia en las propiedades tanto mecánicas como químicas.

Por medio de la compactación de polvos se obtuvieron ladrillos de 9 in de largo, 4.5 in de ancho y 3 in de alto los cuales fueron sinterizados en un horno túnel industrial a 1720 °C. Posteriormente, los ladrillos fueron caracterizados por medio de DRX y análisis químicos.

Se llevaron a cabo varios tipos de pruebas en los ladrillos sinterizados: prueba de porosidad abierta y densidad, resistencia a la compresión en frío, módulo de ruptura en caliente y prueba estática de penetración y ataque por sustancias fundidas. Al término de la prueba estática, los ladrillos se cortaron de forma transversal y se caracterizaron mediante microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido.

Con los resultados de las pruebas, se concluye que los materiales estudiados de cada una de las formulaciones que fueron evaluadas por el MEB presentan ataque de la escoria con la formación de merwinita (C_3MS_2) y monticellita (CMS) en cara caliente, sin embargo no se observa alteración en cara fría, por lo que pueden considerarse adecuados para esta aplicación, no obstante sería conveniente complementar esta información con una prueba dinámica.

Capítulo 1

Introducción

La tecnología de producción del acero ha cambiado extraordinariamente en los últimos años. Este cambio ha conducido a un incremento en las temperaturas de trabajo así como tiempos de residencia del acero en las unidades de trabajo, y debido que los revestimientos refractarios son un elemento clave para la fabricación del acero, esto implica la necesidad de desarrollar nuevos y mejores refractarios para el revestimiento de las paredes, el fondo y la línea de escoria de las mismas unidades debido a que su duración también determina la disponibilidad de los equipos y el costo de producción de la tonelada del acero.

Una de las zonas importantes de los hornos de acero es la zona de escoria. En esta zona, los ladrillos refractarios se ven afectados por la relación $\text{CaO} - \text{SiO}_2$ de la escoria en cuanto al desgaste del refractario debido a que pueden formar fases de bajo punto de fusión, además de ser afectados por el contenido del óxido de hierro de la escoria, debido a que en esta zona los ladrillos más usados son de $\text{MgO} - \text{C}$ y este material provoca la oxidación del grafito causando una reducción de la resistencia a la corrosión. ⁽¹⁾

El desempeño de un ladrillo de $\text{MgO} - \text{C}$ está ligado directamente al tipo, calidad y distribución de tamaño de partículas de las materias primas utilizadas en el proceso de fabricación, agentes antioxidantes, el sinterizado de los ladrillos así como métodos de fabricación. ⁽²⁾

De esta manera, los ladrillos refractarios utilizados en el revestimiento de hornos eléctricos de arco para la fabricación de acero se encuentran expuestos a condiciones de operación muy severas debido a las condiciones presentes del horno.

Con base en lo anterior, en el presente trabajo, se llevó a cabo un desarrollo experimental a nivel laboratorio basado en óxido de magnesio (MgO) como componente principal del ladrillo refractario con adiciones de óxido de hierro (III) como fundamento para futuros desarrollos de ladrillos refractarios que sean utilizados en los hornos eléctricos de arco para la producción de acero

Objetivo.

Desarrollar un estudio experimental sobre ladrillos densos y puros a partir de la alta pureza del MgO para evaluar la influencia del óxido de hierro (III) en las propiedades termomecánicas, resistencia a la corrosión por sustancias fundidas y bajo costo.

Hipótesis.

Las adiciones del óxido de hierro (III) contribuirán a mejorar las propiedades tanto mecánicas como químicas contra el ataque por sustancias fundidas.

Capítulo II

Antecedentes de los Refractarios.

2.1.- Definición.

Un material se considera refractario cuando su temperatura de fusión (ablandamiento) está por encima de 1500 °C ⁽³⁾. Los materiales refractarios cubren una amplia gama de composiciones así como de estructuras y son difíciles de caracterizar, puesto que la estructura es afectada por las condiciones de servicio.⁽⁴⁾

Los refractarios se distinguen por ser materiales estructurales que resisten altas temperaturas variando los esfuerzos mecánicos y ataques químicos por medio de gases o líquidos calientes, sustancias fundidas o semifundidas que conservan a su vez una buena estabilidad dimensional y química aunque también se nombran otras propiedades como abrasión, presión y rápidos cambios de temperatura. Se usan para delimitar y conformar espacios en los que existe transferencia de calor y donde se efectúan las reacciones involucradas en la manufactura de hierro, acero, vidrio, cemento así como la extracción de productos del petróleo y en la generación de energía eléctrica.⁽⁵⁾

Los refractarios comunes están compuestos de partículas gruesas de óxido unidas por un material refractario fino. El material refractario se sinteriza durante el horneado proporcionando la unión.⁽⁶⁾

Para un mejor aprovechamiento del refractario se debe tener en cuenta también el diseño del horno, la velocidad de fusión, el tipo de metal o chatarra cargada y las aleaciones deseadas, así como otras condiciones de operación. Se debe tener cuidado en la elección del refractario para una mejor economía.

Los refractarios y los productos resistentes al calor pueden ser ladrillos que son formados y quemados o sin quemar (químicamente enlazados) o más raramente derretidos y moldeados. Los productos sin formar se forran y queman en el lugar donde se van a usar y entonces se consiguen las propiedades requeridas para su uso.⁽⁷⁾

2.2.- Clasificación de los refractarios de acuerdo a su composición.

Los materiales refractarios de acuerdo a su composición química se clasifican en:

- Ácidos (Al_2O_3 , SiO_2).
- Básicos (MgO , olivina).
- Neutros (cromita)
- Especiales. zirconia (ZrO_2), zircón ($\text{ZrO}_2\cdot\text{SiO}_2$), SiC .

2.2.1.- Refractarios ácidos.

Los refractarios ácidos comunes incluyen las arcillas de sílice, de alúmina y refractarios de barro (caolinita impura). La sílice pura a veces se utiliza para contener metales fundidos. Si a la sílice se le agrega una pequeña cantidad de alúmina, el refractario contiene un micro constituyente eutéctico de bajo punto de fusión y no resulta adecuado para aplicaciones refractarias por arriba de $1600\text{ }^\circ\text{C}$, temperatura que frecuentemente es necesaria para la fabricación de aceros. Sin embargo, cuando se le agregan cantidades más grandes de Al_2O_3 , la microestructura contiene cantidades crecientes de mulita, $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$, con una alta temperatura de fusión. En general estos refractarios de arcilla son relativamente débiles, pero baratos. Las concentraciones de alúmina superiores a cerca de 50 % forman los refractarios de alta alúmina. ⁽⁵⁾

Estos refractarios debido a su elevada resistencia mecánica en altas temperaturas, pueden emplearse a temperaturas próximas a su punto de fusión, sin embargo son muy sensibles a cambios bruscos de temperatura especialmente bajo los $650\text{ }^\circ\text{C}$. ⁽⁵⁾

Los refractarios silico – aluminosos resisten bien los cambios bruscos de temperatura pero soportan poca presión; en las pruebas se ablandan mucho antes de alcanzar el punto de fusión ($1710\text{ }^\circ\text{C}$). Son los más usados en casi todos los tipos de hogares u hornos y de estufas especialmente para paredes. El revestimiento de hornos de cubilote se hace con masa refractaria o con ladrillos silico – aluminosos aunque también para fundiciones especiales se emplean con el revestimiento básico de dolomita o masa refractaria de sílice. ⁽⁵⁾

2.2.2.- Refractarios básicos.

Los refractarios básicos están basados en MgO (magnesia o periclasa). El MgO puro tiene punto de fusión de $2800\text{ }^\circ\text{C}$, buena capacidad refractaria y buena resistencia al ataque de los entornos básicos que contienen altas concentraciones de MgO y CaO que suelen encontrarse en los procesos de fabricación del acero. ⁽⁶⁾

Los refractarios de olivina contienen forsterita, es decir Mg_2SiO_4 y tienen alto punto de fusión. Otros refractarios de magnesia pueden incluir CaO o carbono. ⁽⁶⁾ La presencia de la sílice es perjudicial en alta temperatura.

También en este grupo de refractarios básicos están incluidos ladrillos manufacturados del mineral del cromo $[(MgFe)(AlCr)_2O_4]$, periclase (MgO), olivina $[(MgFe)_2SiO_4]$ y mezclas de estos materiales. ⁽⁴⁾

La composición y estructura de los ladrillos básicos cubren un amplio rango dependiendo de la materia prima usada, tamaño de partículas, cantidades relativas de periclase o de mineral de cromo, métodos de formado y técnicas de quemado. ⁽⁴⁾

En ladrillos de periclase pura la matriz tiende a incluir ortosilicatos calcio – magnesio de relativamente bajo punto de fusión como monticellita ($CaMgSiO_4$) y merwinita ($Ca_3Mg(SiO_4)_2$) los cuales hacen que se desgasten más los ladrillos en alta temperatura. ⁽⁴⁾

En general, las propiedades en alta temperatura son determinadas por la composición mineralógica. ⁽⁴⁾ Estos ladrillos se utilizan en hornos de arco eléctrico, ollas de metalurgia secundaria, hornos básicos de oxígeno, etc.

2.2.3.- Refractarios neutros.

Estos refractarios incluyen la cromita y la cromita – magnesita, pueden utilizarse para separar refractarios básicos de ácidos y evitar que se ataquen entre sí. ⁽⁴⁾ Los refractarios neutros son los que soportan bien las escorias y fundentes ácidos o básicos pero poseen poca resistencia a la compresión en caliente y a los cambios bruscos de temperatura. ⁽⁵⁾

El grafito es un refractario de comportamiento neutro, soporta temperaturas hasta de $1800\text{ }^\circ\text{C}$ y es sensible a variaciones de temperatura, pero debe estar en ambientes cerrados y que contengan óxidos de carbono para evitar su combustión. Se emplean para fabricar crisoles en la fusión de metales, en electrodos de hornos eléctricos, piqueras de colada y en el crisol del alto horno. ⁽⁵⁾

Cuando se usan refractarios del mineral de cromo es para tener resistencia al ataque de escorias silicosas en la cual la magnesia no tiene resistencia; de igual manera la magnesia tiene excelente resistencia a contaminantes de óxido de hierro lo cual el mineral de cromo no. Consecuentemente hay rangos de composición en la que el mineral de cromo y la magnesia predominan y tienen buenas propiedades. ⁽⁴⁾

Sin embargo, el mineral de cromo cuesta una tercera parte de lo que cuesta la magnesita; ⁽⁴⁾ aunque un inconveniente del mineral de cromo es que reacciona con el CaO y los álcalis en alta temperatura cambiando su valencia, es decir de cromo trivalente cambia a cromo hexavalente (cromo VI) el cual es caracterizado como peligroso. Se ha reportado que el consumo, la inhalación o el contacto con elevadas cantidades de Cr^{+6} provocan en el cuerpo humano varias enfermedades, como cáncer pulmonar así como daños al ADN e inducir a mutaciones genéticas. ⁽⁸⁾

2.2.4.- Refractarios especiales.

En algunas aplicaciones refractarias en las que no se involucra el oxígeno, se utiliza carbono o grafito. Otros materiales refractarios son la zirconia (ZrO_2), zircón ($\text{ZrO}_2 \cdot \text{SiO}_2$), así como la diversidad de nitruros, carburos y boruros. Los nitruros y boruros tienen elevadas temperaturas de fusión y son menos susceptibles a la oxidación. Algunos de los óxidos y nitruros son candidatos para uso en motores a reacción. ⁽⁶⁾

En la tabla 1 se muestran las composiciones de los refractarios comunes (% en peso). ⁽⁶⁾

Tabla 1.- Clasificación de los refractarios de acuerdo a la composición.

Refractario	SiO_2	Al_2O_3	MgO	Fe_2O_3	Cr_2O_3
Ácido					
Sílice	95 - 97				
Ladrillo refractario de alta resistencia	51 - 53	43 - 44			
Ladrillo refractario De alta Alúmina	10 - 45	50 - 80			
Básico					
Magnesita			83 - 93	2 - 7	
Olivina	43		57		
Neutral					
Cromita	3 - 13	12 - 30	10 - 20	12 - 25	30 - 50
Cromita - Magnesita	2 - 8	20 - 24	30 - 39	9 - 12	30 - 50

Cabe mencionar que la zirconia (ZrO_2) y el zircón ($\text{ZrO}_2 \cdot \text{SiO}_2$) son más caros en comparación a otros. ⁽⁵⁾

Las propiedades únicas de la cordierita, zirconia y $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ han sido útiles en reunir los requerimientos y tener aplicaciones futuras para un alto desempeño.⁽⁹⁾

La zirconia tiene excelente resistencia a la erosión por metales fundidos, es altamente refractario y es químicamente inerte en muchos ambientes aunque tiene pobre resistencia al choque térmico cuando es completamente estabilizado. Sin embargo la resistencia al choque térmico puede ser hecha a la medida sobre un amplio rango variando el grado de estabilización.⁽⁹⁾

Los componentes cerámicos vítreos de $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ pueden ser insensibles con buena resistencia al choque térmico pero son limitados a temperaturas de 1000 °C o menos debido a residuos vítreos. Se puede alcanzar un incremento en la temperatura sinterizando el mineral que ocurre naturalmente como la petalita, spodumene o por reacción del estado sólido del Li_2CO_3 , Al_2O_3 y SiO_2 dependiendo de la densidad y resistencia. Los refractarios especiales se pueden aplicar para la producción de metales ferrosos y no ferrosos, vidrio, para procesamiento de químicos y cerámicos así como para hornos, crisoles, toberas y partes resistentes al desgaste.⁽⁹⁾

La cordierita es un mineral que ocurre naturalmente, tiene la composición idealizada de $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$. Se usa donde se requiere baja expansión térmica y buena resistencia al choque térmico. La combinación de baja expansión térmica y alta resistencia resulta agregándole algún aditivo haciendo este material útil para intercambiadores de calor.⁽⁹⁾

La zirconia se forma en la naturaleza como mineral badeleyita el cual se usa como materia prima en los moldes para la fusión de los refractarios o en los granos abrasivos que contienen zirconia. La mayoría de la zirconia grado cerámico se produce del zircón; esta se utiliza para toberas y otras partes para la fusión del acero. Su baja conductividad térmica hace formas extremadamente efectivas de zirconia fibrosa para aislamientos en alta temperatura.⁽⁹⁾

La resistencia al choque térmico de la zirconia completamente estabilizada es muy baja debido a su alta expansión térmica y baja conductividad térmica. Los requerimientos se pueden reunir optimizando el nivel de estabilización de cada aplicación.⁽⁹⁾

El choque térmico requerido para crisoles usado para fundición de metales, especialmente mientras se vierte el metal al crisol relativamente frío, son de zirconia que contiene aproximadamente 40 % de zirconia cúbica. Un contenido de zirconia cúbica de 65 % resulta de buen desempeño para toberas en la fundición de aceros. La versatilidad de la zirconia es evidente debido a la amplia variedad de aplicaciones.⁽⁹⁾

2.3.- Clasificación de los refractarios de acuerdo a su presentación.

Los refractarios se clasifican de acuerdo a su presentación en:

- Ladrillos y bloques prefabricados.
- Morteros.
- Concretos.
- Plásticos y apisonables.

2.3.1.- Ladrillos y bloques prefabricados. ⁽⁴⁾

Para hacer ladrillos refractarios prefabricados consiste en obtener primeramente polvos ligeramente húmedos mezclados de forma homogénea para posteriormente colocarlos en unos troqueles metálicos de alta presión y así obtener una pieza refractaria densa. Este es un método económico. En la figura 1 se observan los pasos básicos para obtener ladrillos refractarios prefabricados.

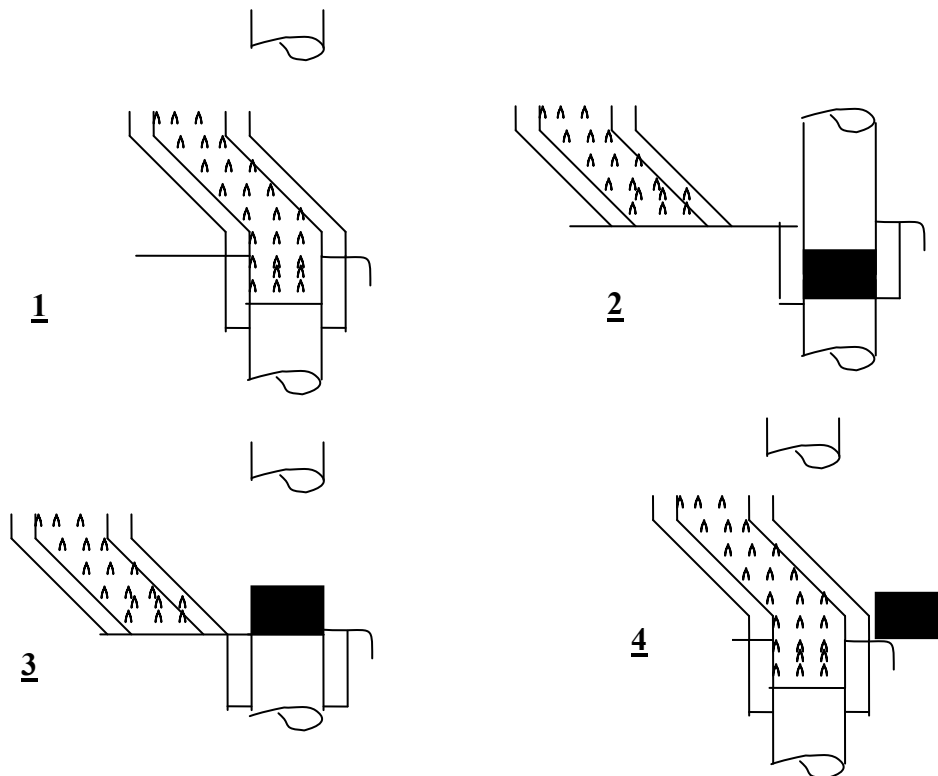


Figura 1.- Fabricación de ladrillos prefabricados.

Uno de los inconvenientes que presenta este método es la aparición de grietas en la compactación. Las grietas pueden ser causadas por el desgaste del troquel, aire atrapado, fricción excesiva, entre otras causas.

Secado.

Los productos refractarios formados por presión generalmente contienen humedad para hacer el proceso de formado. Estos deben ser secados y es entonces cuando se queman en alta temperatura para formar la pieza final. Muchos defectos de fabricación ocurren en el secado y quemado por ejemplo el desarrollo de grietas, torceduras, etc.

Sinterizado.

Después del secado las piezas elaboradas se sinterizan a altas temperaturas alrededor de 700 – 2000 °C dependiendo de la composición y propiedades deseadas. Durante este proceso se desarrolla un líquido viscoso o con suficiente movilidad atómica en el sólido permitiendo que las fuerzas de la tensión superficial se consoliden en la pieza y por ende se reduce la porosidad.

Estas piezas formadas en grandes cantidades normalmente se queman en hornos túneles los cuales son económicos y tienen un control de temperatura satisfactorio. En estos hornos, las piezas se colocan sobre un carro en donde la distribución de temperatura permanece constante.

2.3.2.- Morteros. ⁽⁵⁾

Estos materiales se emplean para unir los ladrillos refractarios; los tipos más empleados son de arcilla, alta alúmina. Sílice, dolomita y magnesita. Los morteros refractarios pueden ser de fraguado en caliente o en frío, dependiendo del tipo de liga a desarrollar.

El mortero refractario es una mezcla de materiales refractarios sin agregados gruesos en estados naturales y/o calcinados con agregados de otros productos que pueden ser o no refractarios. Se utilizan para asentar ladrillos. ⁽¹⁰⁾

La selección del mortero más adecuado depende de la composición del refractario, temperatura de uso, atmósfera involucrada, etc.

2.3.3.- Concreto refractario. ⁽¹⁰⁾

Es un producto constituido por una mezcla de materiales refractarios de adecuada granulometría, con agregado de un cemento resistente al calor que asegure el fraguado hidráulico cuando se mezcla con el agua, generalmente fragua en el lugar donde se coloca, tomando la forma o estructura rígida por la acción química.

2.3.4.- Plásticos y apisonables. ⁽⁵⁾

Materiales que se preparan con una consistencia plástica sin requerir ninguna preparación posterior para su uso. Su calidad es similar a los ladrillos de arcilla, de alta alúmina y dolomita. Para usar estos materiales, se apisonan en el lugar hasta una buena compactación, formando un revestimiento monolítico. Son utilizados en reparaciones de emergencia o en lugares de difícil acceso con otros materiales.

Todas estas presentaciones pueden combinarse con diferentes composiciones químicas como arcillas refractarias, alta alúmina, magnesita, cromita – magnesita, sílice, zirconia, carburo de silicio y grafito.

2.4.- Fabricación. ⁽¹¹⁾

La magnesita quemada a muerte es producida calcinando el mineral crudo o a partir de la magnesita del agua de mar a una temperatura de 1560 – 1760 °C para obtener un producto denso estable. ⁽⁴⁾ En el proceso de quemado a muerte del mineral natural, el $MgCO_3$ se disocia para formar magnesita (MgO) y dióxido de carbono gaseoso (CO_2); en el proceso de obtención desde salmueras, el hidróxido de magnesio $Mg(OH)_2$, se disocia para formar magnesita y vapor de agua. El producto quemado a muerte consiste principalmente de partículas de magnesita en forma de cristales de periclasa con una masa cristalina granular fina que usualmente consiste de silicato de magnesio y calcio.

La magnesita quemada a muerte la cual contiene un cierto porcentaje de óxido de hierro generalmente es de color café y la examinación microscópica muestra que los cristales de periclasa tienen inclusiones como musgo oscuro. Estas han sido identificadas como magnesita – ferritas. El color de la magnesita quemada a muerte de bajo óxido de hierro varía de color bronceado a un color más oscuro.

Los granos de magnesita quemada a muerte densa a menudo son verdes en su interior, cuando son enfriados fuera de contacto del aire los cuales contienen óxido ferroso en solución sólida y son de color café en la superficie cuando se exponen al aire durante el enfriamiento en los cuales los cristales contienen inclusiones de partículas de magnesita – ferritas.

Los granos porosos son menos probables para tener el centro verde que los granos densos.

2.5.- Materias primas.

En lo que respecta a esta parte, se hará mención acerca de las materias primas que se utilizaron en el desarrollo de la experimentación. Se describirán algunas de las características y propiedades.

2.5.1.- Magnesia.- el componente de MgO.

2.5.1.1.- Generalidades.

Este material tiene estructura tipo cloruro de sodio (NaCl) la diferencia es que los átomos “negros” en lugar de ser sodio son de magnesio y los átomos “blancos” en lugar de ser cloro son de oxígeno. En la figura 2 se muestra la estructura de la magnesia.

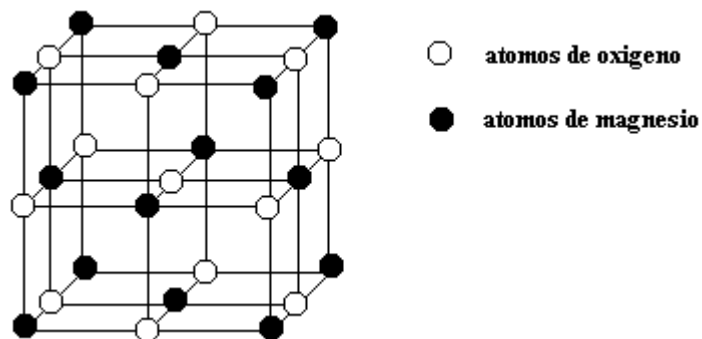


Figura 2.- Estructura de la magnesia.

El tipo de spot es indiferente cual sea tomado como átomos de oxígeno o como átomos de magnesio. ⁽¹²⁾

El nombre que se le da a la magnesia calcinada es periclase. Este compuesto presenta un elevado punto de fusión de 2, 800 °C razón por la cual se usa ampliamente como materia prima para elaborar ladrillos refractarios. ⁽³⁾

Esta estructura posee un número de coordinación tanto para los cationes como los aniones de 6, por consiguiente el cociente del radio del catión y del anión está comprendido entre .414 y .732. ⁽¹³⁾ Tiene estructura cristalina cúbica centrada en las caras.

2.5.1.2.- Aplicaciones.

En general, las aplicaciones más importantes de la magnesia se refieren a la elaboración de ladrillos refractarios. Los ladrillos refractarios de magnesia han sido ampliamente usados como revestimiento refractario en hornos de alta temperatura, debido a sus propiedades refractarias, tales como un alto punto de fusión y una buena resistencia a la corrosión causada por las escorias básicas, además de que su costo es relativamente bajo. Sin embargo, estos ladrillos exhiben una alta expansión térmica, una alta conductividad térmica y una pobre resistencia al choque térmico. ⁽³⁾ Es por eso que a los ladrillos refractarios de magnesia se les añaden distintos tipos de aditivos para cada caso y se hacen variaciones en los diferentes parámetros como tamaño de grano, porosidad, temperatura de sinterizado, entre otros factores.

2.5.2.- Óxido de hierro (III). ⁽¹⁴⁾

2.5.2.1.- Generalidades.

Inicialmente, la formación de óxido de hierro(III) involucra predominantemente ambientes aeróbicos de rocas magmáticas (principalmente de la corteza terrestre) en ambientes terráqueos o marinos.

Existen varios componentes de óxidos de hierro, estos componentes son óxidos, hidróxidos u óxido – hidróxidos colectivamente referidos como óxidos de hierro. En la tabla 2 se muestran los distintos tipos de óxidos de hierro.

Tabla 2.- Componentes del óxido de hierro.

Óxidos de hierro	
Óxido - hidróxidos e hidróxidos	Óxidos
Goetita α - FeOOH	Hematita α - Fe ₂ O ₃
Lepidocrocita γ - FeOOH	β - Fe ₂ O ₃
Akaganeita β - FeOOH	Maghemita γ - Fe ₂ O ₃
Schwertmannita Fe ₁₆ O ₁₆ (OH) _y (SO ₄) _z .nH ₂ O	ϵ - Fe ₂ O ₃
δ - FeOOH	Magnetita Fe ₃ O ₄ (Fe ^{II} Fe ^{III} O ₄)
Feroxyhyta δ' - FeOOH	Wüstita FeO
FeOOH alta presión	
Ferrihydrita Fe ₅ HO ₈ .4H ₂ O	
Bernalita Fe(OH) ₃	
Fe(OH) ₂	
Herrumbre verde Fe _x ^{III} Fe _y ^{II} (OH) _{3x+2y-z} (\bar{A}) _z ; A ⁻ = Cl ⁻ ; 1/2 SO ₄ -2	

Los óxidos de hierro consisten de arreglos de aniones de empaquetamiento compacto (usualmente en hcp o ccp) en el cual los intersticios son parcialmente llenados con hierro divalente o trivalente predominantemente octaédricos (VI) – $\text{Fe}(\text{O}, \text{OH})_6$ – pero en algunos casos tetraédricos (IV) – FeO_4 .

Existen 5 óxidos que presentan polimorfismo de FeOOH y 4 de Fe_2O_3 .

Otras de las características de estos componentes incluyen la baja solubilidad (= alta estabilidad) de los óxidos de hierro ^{III}, colores brillantes, reemplazo parcial de hierro en la estructura por otros cationes. Tienen una alta área superficial a menudo $> 100\text{m}^2/\text{g}$.

Descripción de los diferentes óxidos de hierro.

Hematita α - Fe_2O_3 .- su color es rojo sangre (del griego haima = sangre) si es dividido finamente o de color gris centellante si tiene cristales gruesos. Tiene estructura tipo corundum (α - Al_2O_3), la celda unitaria es hcp con parámetros de red $a = b = .5034 \text{ nm}$ y $c = 1.375 \text{ nm}$. Es extremadamente estable y es a menudo el miembro final de las transformaciones de otros óxidos de hierro. En la figura 3 se observa la estructura de la hematita.

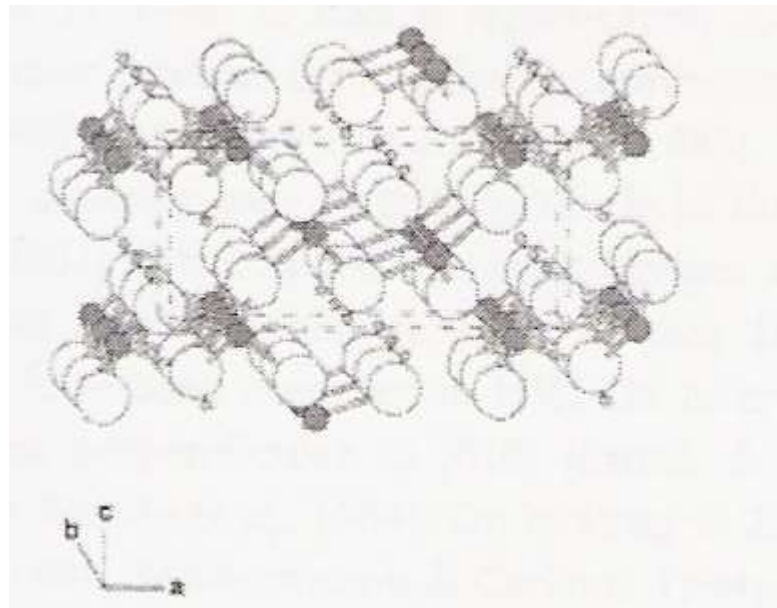


Figura 3.- Estructura del óxido de hierro (III).

Otros nombres de la hematita son óxido de hierro (III), óxido férrico, sesquióxido de hierro, ocre rojo, especularita, mineral de hierro especular, azafrán martis y martita.

Magnetita (Fe_3O_4).- es un mineral ferrimagnético de color negro conteniendo Fe^{II} y Fe^{III} . Tiene estructura tipo espinel inverso. Otros nombres de la magnetita son óxido de hierro negro, tetróxido de hierro, ferrita ferrosa, piedra de hércules y magnetisenerz (alemán).

Maghemita ($\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$).- es un mineral ferrimagnético isoestructural con la magnetita y que es de color café, pero con sitios deficientes de cationes.

$\beta - \text{Fe}_2\text{O}_3$ y $\epsilon - \text{Fe}_2\text{O}_3$.- son componentes raros que sólo han sido sintetizados en el laboratorio. El componente $\beta - \text{Fe}_2\text{O}_3$ ha sido obtenido por deshidroxidación de $\beta - \text{FeOOH}$ bajo alto vacío a 170°C . Este último existe como una forma pura desordenada y una forma ordenada la cual su estructura está entre hematita y maghemita. Puede ser preparada en varias formas y transformarse a hematita entre $500 - 700^\circ\text{C}$, dependiendo del método de preparación.

Wüstita (FeO).- es otro de los óxidos de hierro que contiene solamente Fe^{II} . Usualmente es no - estequiométrico. Tiene estructura similar a la de NaCl . Es de color negro. Es un importante intermedio en la reducción de minerales de hierro.

2.5.2.2.- Aplicaciones.

La amplia distribución de óxidos de hierro es debido a que muchas disciplinas científicas tienen interés en los óxidos de hierro. En la figura 4 se muestra el esquema de las distintas disciplinas y sus diferentes aplicaciones.

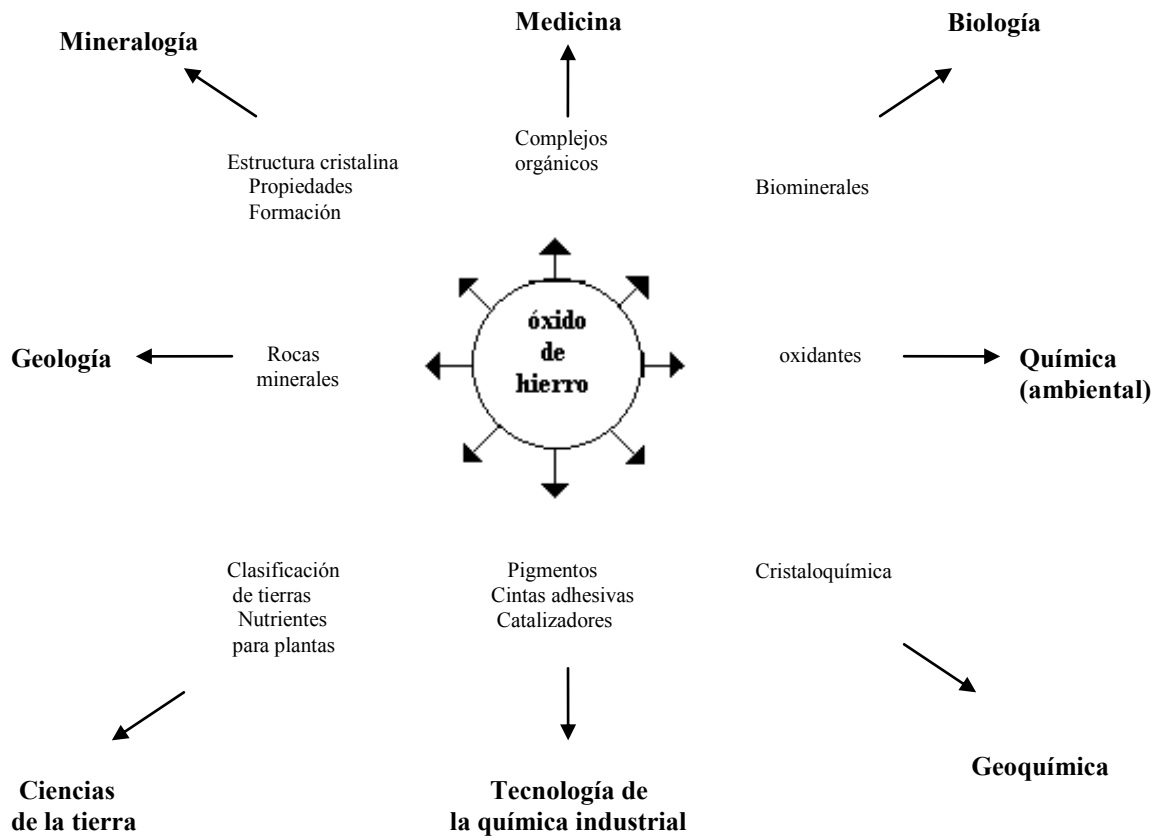


Figura 4.- Multidisciplinas del óxido de hierro.

2.5.3.- Magnesio – Ferrita ⁽⁴⁾.

2.5.3.1.- Generalidades.

Se le conoce como óxido ferrimagnético o como ferritas; tiene la fórmula general $M^{2+} \cdot O \cdot Fe_2^{3+} O_3$ donde M^{2+} es un ión metálico divalente como Fe^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Mg^{2+} . Tiene una estructura tipo espinel. En una celda unitaria la cual contiene 32 iones de oxígeno, existen 32 sitios octaédricos y 64 sitios tetraédricos; de estos, 16 de los sitios octaédricos son llenados (sitios b) y 8 de los sitios tetraédricos son llenados (sitios a). En la figura 5 se observa la estructura del espinel.

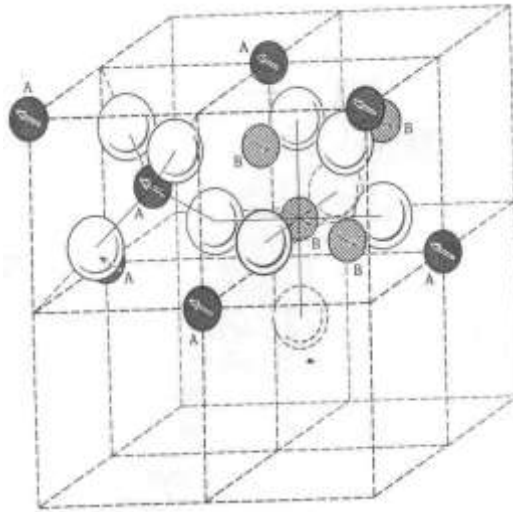


Figura 5.- Estructura cristalina del espinel AB_2O_4 .

Existen 2 estructuras idealizadas. En el espinel normal todos los iones divalentes están sobre los sitios tetraédricos a, $Mg^{2+}(Fe^{3+})_2O_4$. En el espinel inverso los 8 sitios tetraédricos se llenan con iones trivalentes y los 16 sitios octaédricos son igualmente divididos entre iones divalentes y trivalentes, $Mg(Fe^{3+}Fe^{2+})O_4$.

Todos los espineles ferrimagnéticos son más o menos inversos; esto es, alguno de los iones trivalentes ocupan los sitios octaédricos b y una fracción igual de los iones trivalentes ocupan los sitios tetraédricos a, debido a la tendencia de los iones divalentes más largos para ocupar las posiciones octaédricas mayores.

En las transformaciones de magnesio – ferritas en alta temperatura en la estructura del espinel normal con iones de Mg^{2+} , la magnetización es fuertemente influenciada por la velocidad de enfriamiento. El templado retiene la estructura del espinel normal; el enfriamiento lento permite a la estructura de espinel inversa ocurrir debido a que el suficiente tiempo y energía térmica que se obtienen para permitir que los iones de magnesio emigren hacia los sitios preferenciales “b”.

2.6.- Antecedentes en refractarios para la industria del acero.

El revestimiento refractario óptimo para la totalidad del horno de acero sólo se puede conseguir mediante la selección adecuada del revestimiento refractario de tal manera que dependiendo de las condiciones de operación de las diferentes zonas del horno sería el tipo de refractario a utilizar.

En lo que respecta a la composición de los ladrillos refractarios a utilizarse en este trabajo, hay poca información para ladrillos de hornos de acero con este tipo de composición. Se ha reportado acerca de ladrillos básicos de $MgAl_2O_4$ con una proporción de 1 % de Fe_2O_3 pero para hornos de cemento donde muestran alta resistencia a la flexión a elevadas temperaturas y buena resistencia al choque térmico en la cual se utilizan en la zona caliente del horno, siendo esta zona la que presenta las condiciones más severas de operación como son el resistir las elevadas temperaturas además de que deben ser estables ante las reacciones químicas por los álcalis. ⁽¹⁵⁾

El horno eléctrico de arco para aceros se divide en 2 zonas: la parte donde se encuentra el metal líquido y la línea de escoria (slagline) como se observa en la figura 6.

Boher, et al ⁽¹⁶⁾ realizaron un estudio en la zona de línea de elaboración de metal líquido encontrando que los refractarios en ésta zona desempeñan un papel importante en la producción de aceros limpios. Los refractarios deben tener ciertas condiciones en cuanto al servicio que se vaya a tener como la resistencia en alta temperatura, la acción química y mecánica.

En esta zona se emplean ladrillos de espinel $MgAl_2O_4$ pero estos conducen a la formación de inclusiones que tienen efectos dañinos en las propiedades de los aceros de grado. ⁽¹⁶⁾

Por otro lado con respecto a la zona de escoria, los ladrillos deben soportar diversas condiciones de servicio como lo es la acción térmica, química y mecánica de la escoria para proteger la coraza de acero.

El análisis de la escoria es debido a que al momento en que se funde el metal, la escoria flota sobre el metal fundido porque es más liviana y el metal líquido se queda en el fondo del crisol. ⁽¹⁷⁾

Los ladrillos refractarios se ven afectados por la relación de $\text{CaO} - \text{SiO}_2$ de la escoria en cuanto al desgaste del refractario debido a que pueden formar fases de bajo punto de fusión y también se ven afectados por el contenido del óxido de hierro de la escoria debido a que en ésta zona los ladrillos más usados son de $\text{MgO} - \text{C}$ y este material provoca la oxidación del grafito causando una reducción de la resistencia. ⁽¹⁾

Los revestimientos de las paredes consisten principalmente de un forro de trabajo y un forro atrás del mismo. La principal razón para incorporar el forro trasero es para actuar como barrera de seguridad para prevenir accidentes por causa del acero. El forro aislante o forro trasero también ayuda al reemplazo del forro de trabajo. Tanto el espesor del forro trasero como la técnica de uso de ladrillos dependen de las condiciones de operación como el tamaño del horno, programa de producción y el tiempo que se espera que el acero esté en contacto con el refractario. ⁽⁷⁾

La disolución de los óxidos sólidos en la escoria fundida es gobernada por las reacciones químicas de la interfase refractario – escoria. Para reducir el desgaste del refractario, se puede usar una escoria saturada con el fin de mejorar la calidad de la espuma de la escoria e incrementar la eficiencia energética. También puede reducir la frecuencia de la reparación del horno eléctrico de arco.

Se ha reportado que los refractarios de MgO son severamente atacados por la escoria poco saturada de MgO del EAF. ⁽¹⁸⁾

En la figura 6 se muestra la línea de escoria de las cucharas de acero. ⁽²⁾

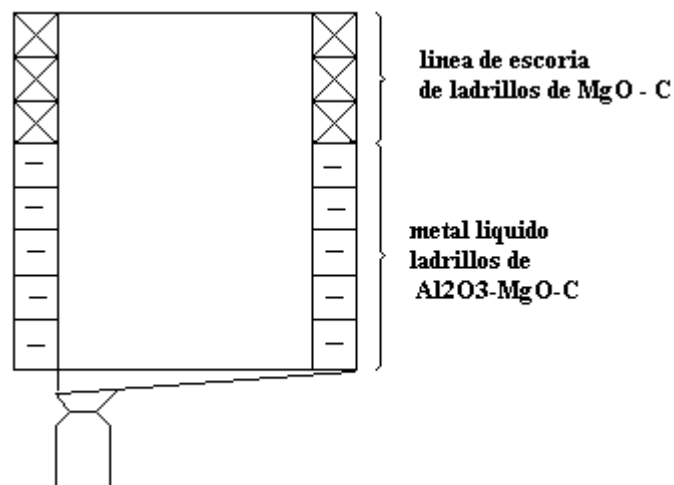


Figura 6.- Zonas de interacción del refractario, metal y la escoria.

En lo que se refiere a la escoria del horno eléctrico de arco (EAF) contiene típicamente 5 óxidos principales:

- a) CaO.
- b) MgO.
- c) SiO₂.
- d) FeO.
- e) Al₂O₃.

El valor de saturación del MgO en la escoria es importante cuando son usados refractarios con material base de MgO para resistencia de la escoria. ⁽¹⁸⁾

El grado de pureza de las materias primas que componen el ladrillo refractario es sumamente importante, ya que al tener un refractario elaborado con materias primas que presentan muchas impurezas, estas pueden formar nuevos compuestos dentro de la matriz del producto refractario. Algunos de estos compuestos presentan temperaturas de fusión bajas, lo cual reduce considerablemente la refractariedad del ladrillo refractario.

Capítulo III

Experimentación

3.1.- Metodología experimental.

En este capítulo se explica el procedimiento seguido en la realización de la experimentación. Se describen de igual manera las técnicas de análisis utilizadas así como también las pruebas realizadas y los equipos donde se llevaron a cabo.

3.2.- Caracterización de las materias primas.

El primer paso en la realización de la experimentación fue la caracterización de los polvos a utilizarse, esto con el fin de conocer el grado de pureza de cada uno de los componentes, las impurezas presentes en las materias primas y para conocer la distribución de tamaño de partículas del óxido de hierro (III).

La caracterización de los polvos de magnesia y del óxido de hierro (III) fue por medio de difracción de rayos X y análisis de tamaño de partículas por láser.

3.2.1.- Magnesia (MgO).

Los polvos de magnesia fueron proporcionados por la empresa RHI refractories. El tipo de magnesia que se utilizó fue la llamada “quemada a muerte” debido a que se sinteriza en alta temperatura con el fin de facilitar el uso de ladrillos refractarios sin que sufran hidratación. ⁽³⁾

3.2.1.1.- Difracción de rayos – X.

En la figura 7 se muestra la difracción de rayos X de los polvos de magnesia que se utilizaron en el presente estudio.

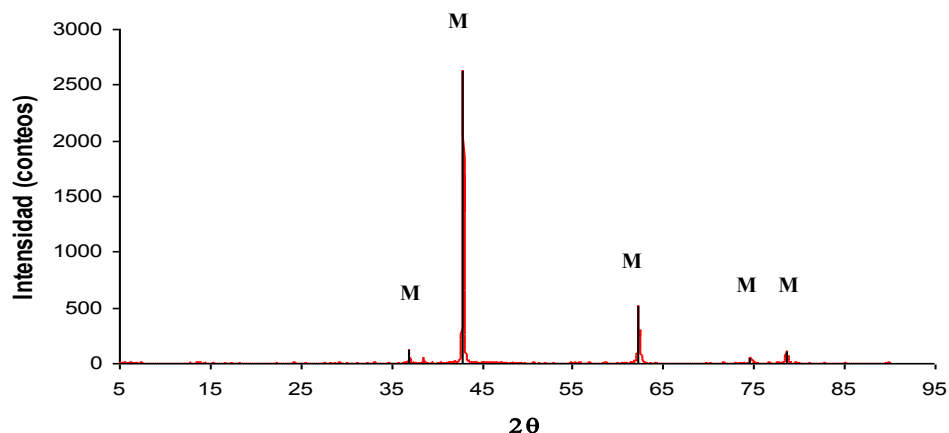


Figura 7.- Patrón de difracción de la magnesia utilizada. M) MgO.

En el difractograma se puede apreciar solamente las reflexiones características de la periclasa (tarjeta ASTM 045 – 0946) las cuales se encuentran en los ángulos 2θ de 42.9, 62.25, 36.9, 78.55 y 74.6°. El análisis por difracción de rayos X se llevó a cabo por el método de polvos, en ángulos de 5 – 90 ° y conteos cada segundo durante 30 minutos.

3.2.1.2.- Análisis químico.

En la tabla 3 se muestra la ficha técnica del análisis químico del óxido de magnesio.

Tabla 3.- Análisis químico de la magnesia utilizada.

Análisis químico del MgO	
Parámetro	% composición
MgO	>98.34
Fe ₂ O ₃	<.2
CaO	<1
SiO ₂	<.25
Al ₂ O ₃	<.2
B ₂ O ₃	<.01

3.2.2.- Óxido de hierro (III).

El óxido de hierro (III) que se utilizó en la experimentación contiene un 99.5 % de pureza y un tamaño de partícula pequeño (malla -325 = 45 μm).

3.2.2.1.- Difracción de rayos – X.

La figura 8 muestra el difractograma para la muestra de polvos de óxido de hierro (III) en el cual se pueden apreciar solamente las reflexiones hkl características del óxido de hierro (III) que se encuentra como hematita en ángulos 2θ de 35.75° , 33.15° , y 54° (tarjeta ASTM 033 – 0664). De igual manera el análisis por difracción de rayos – X fue por el método de polvos, en ángulos de $5 - 90^\circ$ y conteos cada segundo durante 30 minutos.

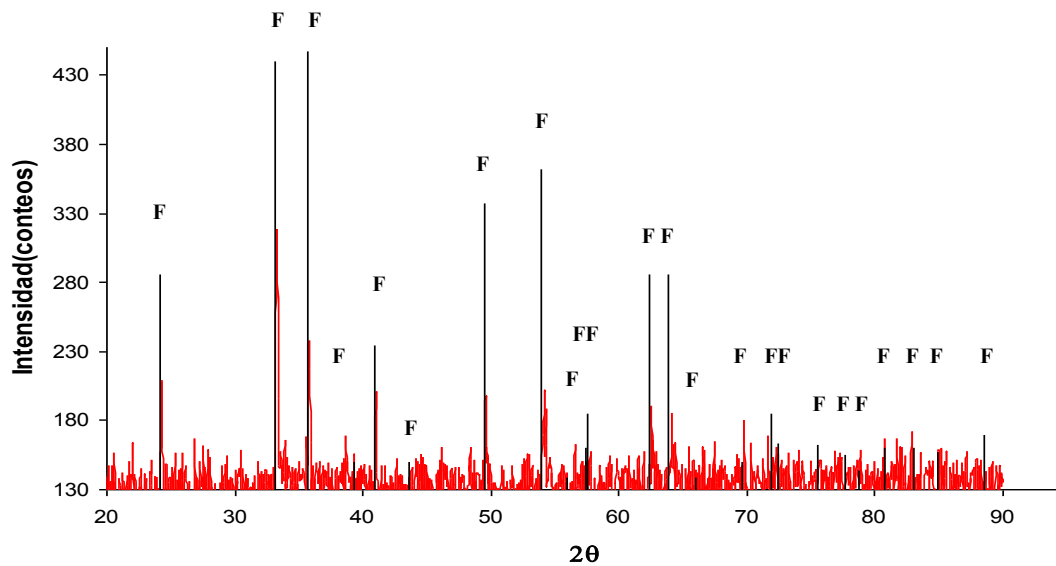


Figura 8.- Patrón de difracción del óxido de hierro (III). F) α - Fe_2O_3 .

3.2.2.2.- Análisis químico.

En la tabla 4 se muestran los datos técnicos del análisis químico del óxido de hierro (III).

Tabla 4.- Análisis químico del óxido de hierro (III).

Parámetro	% composición
Óxido de hierro (III)	99.5
Otras impurezas	0.5

Como se observó por medio de las difracciones y revisando el análisis químico de la magnesia y del óxido de hierro (III) se puede apreciar que son materiales de alta pureza.

3.2.2.3.- Distribución del tamaño de partículas.

El análisis de la distribución del tamaño de partículas se realizó en un analizador de distribución de partículas láser LA – 950 por el método de polvos.

Este equipo se basa en la técnica por difracción laser para analizar la distribución de tamaño de partículas en el cual se mide el patrón angular de luz dispersa de cierta cantidad de partículas dispersas en aire o en un líquido transparente en un rango de concentración especificada. Este patrón se convierte en una distribución de tamaño de partículas por medio de algún modelo óptico de luz dispersa de partículas (usualmente esféricas).

El modelo basado en la teoría de Mie es el más usado para analizar partículas esféricas. Su aplicación requiere información de la parte real e imaginaria del índice refractivo de las partículas y el medio de dispersión.⁽¹⁹⁾

Aspectos de calidad.

- Las mediciones se pueden realizar en emulsiones, suspensiones o aerosoles.
- El rango general de tamaño de partículas por difracción laser está en el rango de 0.1 a 10, 000 μm .
- El rango de concentración es alrededor de 0.001 a 1%.
- El tiempo de medición es de 0.01 a 30 segundos.
- Los resultados de las repeticiones son excelentes (alrededor del 0.5 % relativo).
- El rendimiento en la sensibilidad del detector disminuye a lo largo de todas las corridas (varios años). La intensidad del laser disminuirá gradualmente pero no tiene influencia en los resultados de la distribución de tamaño de partículas.

En la figura 9 se observa la distribución del tamaño de partículas del óxido de hierro (III).

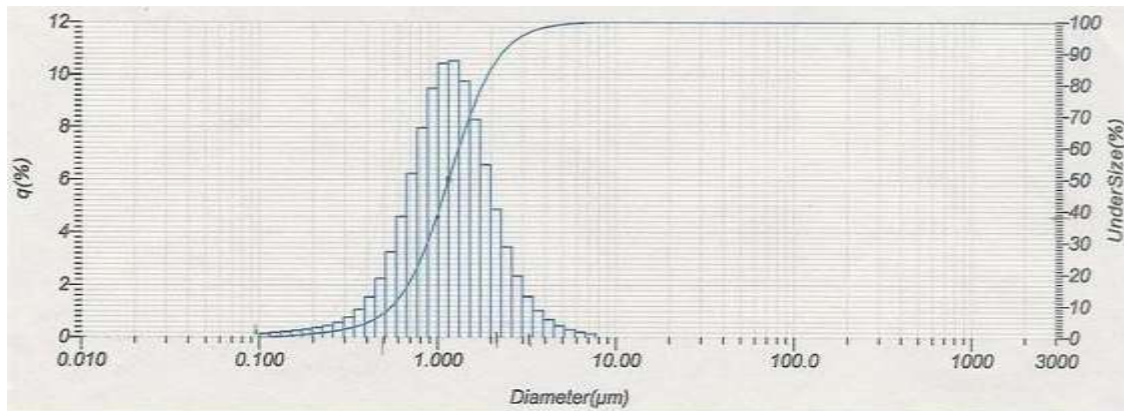


Figura 9.- Curva de la distribución del tamaño de partícula seleccionado.

Como se observa en la figura 9 y en la tabla 5 la mayor densidad de probabilidad (q), está alrededor de 10.514 % y el tamaño de partícula es de 1.318 μm con decrementos regulares en la cantidad del rango.

Tabla 5.- Análisis de Distribución del tamaño de partícula del óxido de hierro (III).

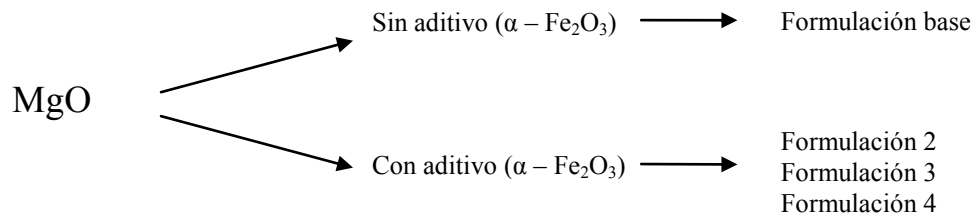
Num.	Distribución del tamaño de partícula			Num.	Distribución del tamaño de partícula		
	Diámetro (μm)	q (%)	Acumulativo (%)		Diámetro (μm)	q (%)	Acumulativo (%)
1	0.115	0.14	0.14	17	1.005	9.476	39.549
2	0.131	0.182	0.322	18	1.151	10.42	49.969
3	0.15	0.218	0.54	19	1.318	10.514	60.483
4	0.172	0.253	0.793	20	1.51	9.728	70.211
5	0.197	0.3	1.093	21	1.729	8.285	78.496
6	0.226	0.363	1.456	22	1.981	6.548	85.044
7	0.259	0.441	1.897	23	2.269	4.857	89.901
8	0.296	0.563	2.46	24	2.599	3.427	93.328
9	0.339	0.757	3.217	25	2.976	2.334	95.662
10	0.389	1.063	4.28	26	3.409	1.554	97.216
11	0.445	1.536	5.816	27	3.905	1.024	98.24
12	0.51	2.242	8.058	28	4.472	0.674	98.914
13	0.584	3.25	11.308	29	5.122	0.446	99.36
14	0.669	4.592	15.9	30	5.867	0.299	99.659
15	0.766	6.219	22.119	31	6.72	0.203	99.862
16	0.877	7.953	30.072	32	7.697	0.14	100

Se seleccionó este tamaño de partícula debido a que se deseaba trabajar con el óxido de hierro (III) de tamaño muy fino y ver como era la interacción cuando se le adiciona a la magnesia.

3.3.- Formulaciones utilizadas.

Como se mencionó anteriormente, el objetivo de esta investigación es evaluar la influencia que tiene el óxido de hierro (III) en las propiedades de los ladrillos de magnesita, por eso se decidió evaluar el experimento con 4 formulaciones: la formulación base y las formulaciones en la que se agrega el óxido de hierro (III).

Es importante evaluar la influencia de la variación en la proporción del aditivo en la matriz de la magnesita, por eso se trabajó con 3 distintos porcentajes del aditivo en las formulaciones que contienen aditivo dando una matriz de experimentos compuesta de 4 formulaciones.



En la tabla 6 se muestran las composiciones en porcentaje en peso para cada una de las 4 formulaciones utilizadas en el presente estudio.

Tabla 6.- % en peso de composición de las formulaciones utilizadas.

Formulación	malla de MgO			Óxido férrico	Lignina+agua
	-10+28	-28+200	-325		
1	50	22	28	0	4
2	50	22	28	0.2	4
3	50	22	28	0.5	4
4	50	22	28	1	4

Según lo reportado en la literatura, para que haya menor porosidad y se tenga un mejor empaquetamiento la composición debe tener cerca de 50 % en peso de tamaño de grano grueso, 25 % de medios y 25 % de finos así como una humedad de aproximadamente 5 %.⁽⁴⁾

3.4.- Preparación de los ladrillos refractarios.

Una vez que se determinaron los diferentes porcentajes en peso de las 4 formulaciones se procedió a la preparación de los ladrillos.

El procedimiento para determinar las propiedades de los ladrillos fue el siguiente:

- Adquisición de materias primas.
- Pesaje y mezclado.
- Prensado.
- Secado.
- Sinterizado.
- Cortar ladrillos para realizar las diferentes pruebas y definir propiedades.

3.4.1.- Adquisición de las materias primas.

La magnesia utilizada para la preparación de las formulaciones fue proporcionada por la empresa RHI y se utilizó en tres tamaños de grano (-10+28, -28+200 y -325).

3.4.2.- Pesaje y mezclado.

Se pesaron las tres fracciones de grano de acuerdo a lo establecido en la tabla 6. Primeramente los polvos de cada uno de los compuestos fueron pesados cuidadosamente de acuerdo al peso correspondiente a su porcentaje en una balanza electrónica marca Toledo Scale Co. de México serie 3536 con una capacidad máxima de 60 Kg. Ver figura 10.



Figura 10.- Balanza electrónica Toledo Scale Co. de México.

Una vez seleccionados y pesados los distintos tamaños de grano de la magnesia junto con su respectivo porcentaje de aditivo se mezclaron cada una de las 4 formulaciones en un mezclador de uso de laboratorio tipo Eirich SKG – 1 por un periodo de 30 minutos, este se observa en la figura 11.



Figura 11.- Mezclador de uso de laboratorio marca Eirich SKG – 1.

Cabe destacar que la lignina utilizada para la homogeneización de las mezclas, es el polímero orgánico más abundante del mundo vegetal. Esta es una sustancia que impregna los tejidos de la madera y les da su consistencia. Proviene del latín “lignum” que significa madera, así, las plantas que tienen mucha lignina se les llama leñosas. ⁽²⁰⁾

En este caso se utilizó la lignina mezclada con agua en los ladrillos usando un 4 %. La humedad contenida en los ladrillos ayuda básicamente al proceso de formado para que los granos del material fluyan más fácilmente y se compacten de forma más eficiente, además de que se desgasta menos el troquel que se utiliza para la formación del artículo.

3.4.3.- Prensado.

Después de mezclar el material se hizo el prensado del ladrillo recto en una prensa Bucher Guyer AGCH 8166 de tipo industrial a una presión de 161 bares. Esta forma de ladrillo se hizo conforme a la norma ASTM C909 – 79 “Dimensions of a modular series of refractory brick and shapes”.⁽²¹⁾

El prensado consistió de polvos ligeramente húmedos en un troquel a una presión lo suficientemente alta como para hacer una pieza densa y fuerte. Este método no es caro y se pueden formar piezas con buenas tolerancias dimensionales.

Antes de depositar los polvos, se utilizó también diesel para evitar en gran medida la fricción por parte del troquel. Los ladrillos refractarios son comúnmente hechos con altas velocidades de presión mecánica. Los troqueles pueden ser hechos de acero duro, acero cromado – plateado, aleaciones resistentes a la abrasión y carburo de tungsteno, dependiendo de la mezcla usada y vida requerida del troquel.⁽⁴⁾

Debido a que se deseaba saber la resistencia del ladrillo, se necesitó fabricar ladrillos de ángulos rectos como lo marca la norma de las siguientes medidas:

- 9X4 ½ X3 in.
- 9X6X3 in.
- 9X6 ¾ X3 in.
- 9X9X3 in.

En este experimento se utilizaron ladrillos de 9X4 ½ X3 in que se muestra en la figura 12.

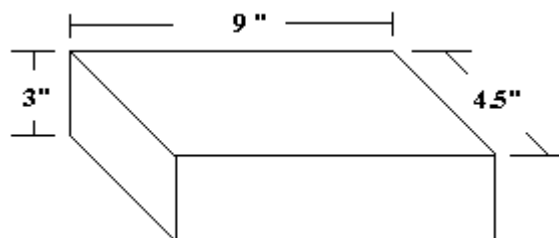


Figura 12.- Dimensiones de los ladrillos de magnesia.

La forma del proceso se mostró en la figura 1 en la que el paso 1 representa los polvos mezclados cuando son vertidos en el molde; en el paso 2 baja el troquel para hacer el prensado y tomar la forma que se desea; en el paso 3 sale la pieza por medio de un pistón que está por debajo del molde y empuja la pieza hacia fuera; finalmente en el paso 4 se retira la pieza para depositarse nuevamente los polvos y empezar con el ciclo.

3.4.4.- Secado.

Una vez que se obtuvieron los ladrillos en verde y debido a que se mezclaron los polvos con una cierta humedad, se procedió al secado de los mismos.

Este procedimiento se realizó en un secador marca Trent de uso de laboratorio que se muestra en la figura 13 con una velocidad de secado de 2.143 °C/min hasta estabilizarse a 180 °C durante 44 horas. Posterior a ese tiempo, se dejaron enfriar los ladrillos a una temperatura ambiente durante 90 minutos para luego ser llevados al horno túnel para el sinterizado.



Figura 13.- Secador de uso de laboratorio marca Trent.

3.4.5.- Sinterizado.

Después del secado, las probetas en verde de cada una de las 4 formulaciones fueron sinterizadas en un horno túnel industrial dentro de las instalaciones de la empresa RHI refractories.

Las probetas fueron expuestas a una temperatura máxima de 1760 °C por un lapso de 6 horas en unos carros que van hacia adentro del horno túnel para procesarse. Debido a que se consideró que pudieran existir algunas impurezas en el ambiente interno del horno túnel, se procedió a un acomodo de las probetas de tal forma que se protegieran, colocándose las probetas base en las orillas, simulando una cerca protectora para las muestras con aditivo además de verter debajo de las muestras polvos de MgO.

En la figura 14 se observa el perfil de temperaturas dentro del horno túnel industrial.

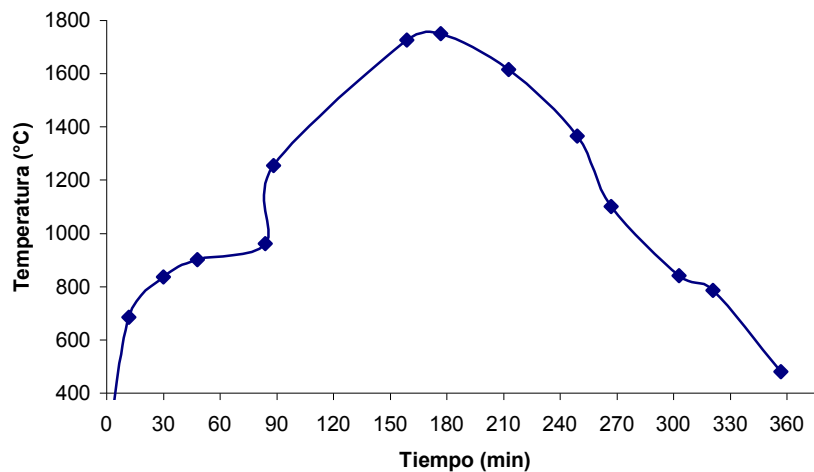


Figura 14.- Gráfica del sinterizado de los ladrillos refractarios.

En la figura 15 se muestra la apariencia en la coloración de las muestras base contra las muestras que contienen algún porcentaje de aditivo de tal manera que se observa la diferencia en la coloración.



Figura 15.- Ladrillos refractarios sinterizados.

Una vez que se obtuvieron los ladrillos sinterizados se realizó el corte de los mismos para caracterizarlos utilizando agua para evitar levantamiento de polvos y, posteriormente se introdujeron en el secador de la figura 13. Después de que se secaron las probetas, éstas se sometieron a la prueba correspondiente a realizarse.

3.5.- Caracterización de las probetas sinterizadas.

La caracterización de las probetas sinterizadas se llevó a cabo de acuerdo a lo siguiente:

- a) Análisis químico.
- b) Difracción de rayos X.
- c) Determinación de Porosidad abierta y densidad. (ASTM C 830 – 79)
- d) Determinación de Resistencia a la compresión en frío. (DIN EN993 – 5: 1998)
- e) Determinación de Módulo de ruptura en caliente. (ASTM C583 – 80)
- f) Prueba estática de penetración y ataque por sustancias fundidas, método de crisol (DIN – 1069)

3.5.1.- Análisis químico.

Se realizaron análisis químicos a las probetas sinterizadas de cada una de las formulaciones, con la finalidad de determinar el porcentaje de cada uno de los compuestos presentes en las probetas después del proceso de sinterizado en el horno túnel industrial por lo que las muestras se pulverizaron en un molino de bolas marca Herzog tipo HSM 100 H de 1.9 KVA dentro de las instalaciones de la empresa RHI.

3.5.2.- Difracción de rayos X.

Esta técnica se emplea para identificar las fases presentes en una muestra. Esta identificación se logra por la comparación del patrón de difracción de rayos X (difractograma) obtenido de la muestra analizada con el patrón de referencia que se tiene registrado en una base de datos. ⁽³⁾

3.5.3.- Porosidad abierta y densidad. (ASTM C830 – 79). ⁽²¹⁾

Para hacer esta prueba se realizaron cortes cilíndricos de diámetro (ϕ) de 50 mm y altura (h) de 50 mm, como los cortes se realizaron con agua, las muestras se secaron para posteriormente realizar la prueba de porosidades.

La metodología de la prueba se hizo primeramente tomando los valores de los pesos secos de cada una de las muestras para luego colocarse dentro de una vasija de presión de vacío a una presión de 21 in de Hg y mantenerla por un tiempo de 15 minutos, esto sin agua. Posteriormente se dejó entrar agua 50 mm arriba de las muestras y luego se cierra la válvula manteniendo la presión de vacío con esta cantidad de agua por 30 minutos. Luego se depura la vasija para que entre la presión atmosférica y se deje reposar por 30 minutos a las muestras.

Una vez terminada la prueba, se colocaron las muestras en un recipiente con agua, el cual tiene un alambre suspendido que está conectado con la báscula para tomar los datos del peso suspendido. Posteriormente se secaron las muestras con un paño ligeramente húmedo y se vuelven a pesar en la báscula para tomar los resultados del peso saturado de las muestras.

De esta manera obtenemos los valores de los pesos en seco, suspendido y saturado, ya con estos datos se calcula la porosidad y la densidad en base a las ecuaciones siguientes:

$$P_{\text{abierta}} = \frac{(W_{\text{sat}} - W_{\text{seco}})}{W_{\text{sat}}} \times 100$$

Donde:

P_{abierta} = porosidad abierta.

W_{sat} = peso saturado.

W_{seco} = peso en seco.

Y de igual forma la densidad se calculó de la manera siguiente después de usar agua:

$$\rho = \frac{W_{\text{seco}}}{W_{\text{sat}} - W_{\text{susp}}}$$

Donde:

ρ = densidad.

W_{seco} = peso en seco.

W_{sat} = peso saturado.

W_{susp} = peso suspendido.

3.5.4.- Resistencia a la compresión en frío (DIN EN993-5:1998). ⁽²²⁾

Después de calcular las porosidades, se procedió a secar las muestras a 120° C durante 24 horas, una vez que se secan las muestras se dejan enfriar a temperatura ambiente y se procede a realizar la determinación. En la figura 16 se observan las medidas de las muestras utilizadas para la compresión en frío.

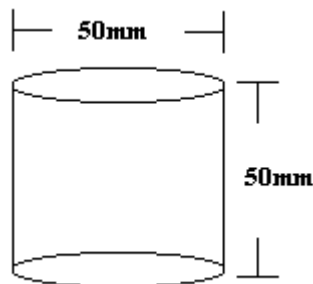


Figura 16.- Dimensiones de probetas para ensayo de compresión.

De las probetas sinterizadas de la figura 15 se extraen muestras cilíndricas de las dimensiones indicadas en la figura 16 y se colocan en el centro del plato para aplicar la carga.

La máquina que se utilizó en esta prueba fue una Tinius Olsen con un rango de 30,000 Kg_f, con una velocidad de carga de 1 MPa/seg hasta lograr fracturar las muestras; las pruebas se realizaron a temperatura ambiente.

Los resultados obtenidos de la resistencia a la compresión en frío se compararon entre si para ver como era el efecto del óxido de hierro (III) en las propiedades del ladrillo. Así, de acuerdo al esfuerzo máximo a la compresión, se estableció el efecto del óxido de hierro (III) en cuanto a las propiedades mecánicas del ladrillo.

3.5.5.- Módulo de ruptura en caliente (HMOR) a 1480° C (ASTM C583 – 80).⁽²¹⁾

Se obtuvieron varias probetas de los ladrillos refractarios sinterizados de cada una de las formulaciones utilizadas para hacer los ensayos del módulo de ruptura en caliente. Los especímenes fueron de forma rectangular cuyas dimensiones son de largo de 5 ¾ in, alto de 1 in y de ancho 1 in como se muestra en la figura 17.

Los cortes se realizaron en una cortadora de disco de diamante utilizando agua para evitar levantamiento de polvos y debido a eso, las muestras nuevamente se tuvieron que colocar en el secador por un lapso de 24 horas a una temperatura de 180 °C. Una vez transcurrido ese tiempo se guardaron las muestras en un lugar seco y libre de suciedad para posteriormente realizar las pruebas en alta temperatura.

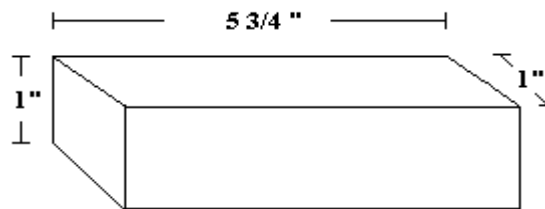


Figura 17.- Dimensiones de probetas para prueba de módulo de ruptura en caliente.

Para realizar la prueba se utilizó un horno tipo Netzsch Geratebau SELB (horno eléctrico), termopares tipo R (Platino – Rodio) y una fuente de poder.

El horno se calentó a una velocidad de 5 °C/min hasta llegar a 1480° C, una vez que llegó a esa temperatura, se colocaron las muestras dentro del horno aleatoriamente para eliminar parte del error y en forma paralela en dirección al prensado como se observa en la figura 18.

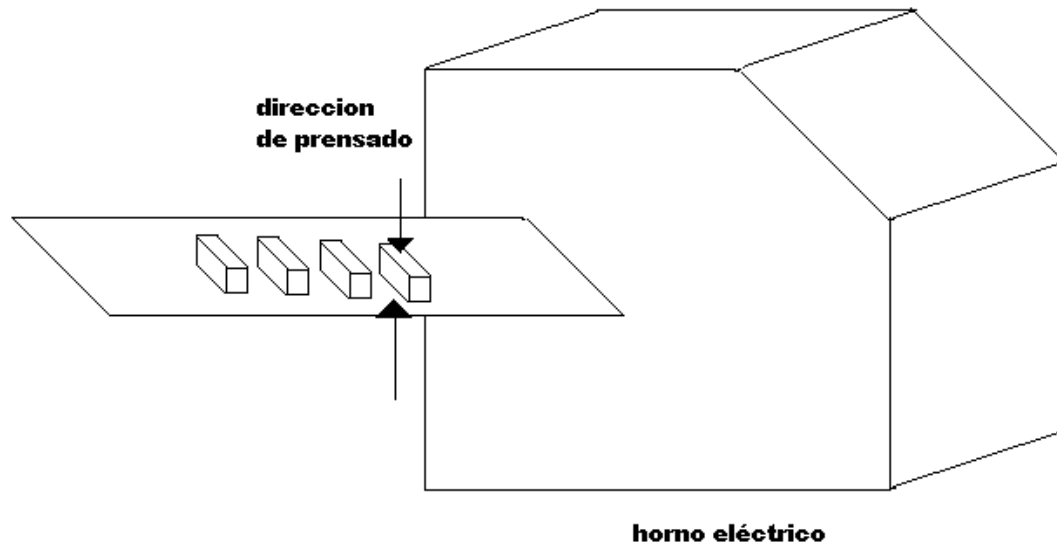


Figura 18.- Forma de colocación de las muestras.

Posteriormente se dejaron dentro del horno por un tiempo de 20 minutos para que se estabilizaran y evitar de esta manera el choque térmico. En la figura 19 se presenta un esquema de la realización de la prueba en el horno eléctrico.

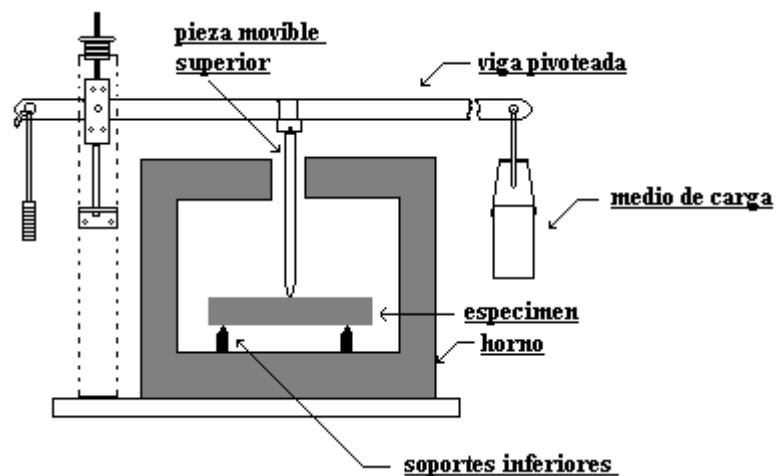


Figura 19.- Sección transversal del horno eléctrico (no se muestra fuente de calor).

3.5.6.- Prueba estática de penetración y ataque por sustancias fundidas, método del crisol (Norma alemana DIN – 1069).⁽²³⁾

Se tomaron probetas de los ladrillos sinterizados para realizar la prueba estática con escoria de horno eléctrico de arco proporcionada por la empresa HYLSA que utilizaba chatarra como materia prima. Esta prueba consiste de una pieza con dimensiones de 80X80X65 mm en la que se hace una perforación en la parte central de un diámetro de 44 mm y una altura de 35 mm como se observa en la figura 20.

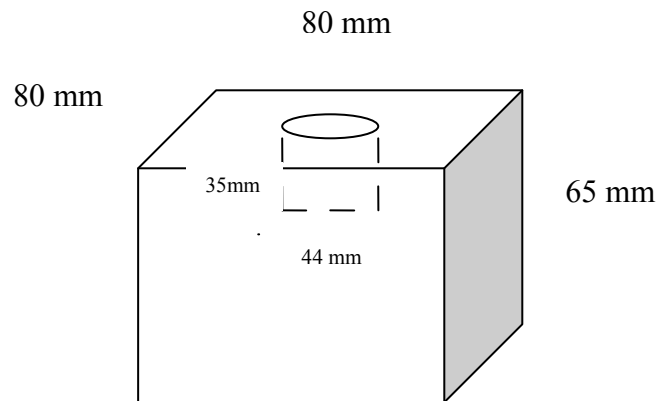


Figura 20.- Dimensiones de las probetas en la prueba estática en alta temperatura.

En la cavidad cilíndrica se introdujeron 50 gr de polvos de escoria y las probetas se colocaron en el horno a 1650° C durante 2 horas. Esta prueba se realizó en un horno de laboratorio marca Lindberg Blue tipo caja con resistencias de disiluro de molibdeno con una velocidad de calentamiento de 5° C/min.

La prueba de ataque químico se llevó a cabo con el objetivo de apreciar la estabilidad química de las formulaciones en presencia de la escoria de chatarra de horno eléctrico de arco para hornos de acero la cual fue proporcionada por la empresa HYLSA como ya se mencionó.

Al momento de realizar las pruebas en las formulaciones 1, 3 y 4 a 1650 °C por 2 horas, estas reaccionaron con el revestimiento refractario del horno, por lo cual cuando se realizó la prueba en la muestra 2 se utilizó la norma ASTM C 874 – 77 a una temperatura de 1450 °C durante 4 horas en una parte de las muestras evitando de esta manera alguna reacción entre el revestimiento del horno de prueba y la muestra utilizada.

3.6.- Análisis químico de la escoria de horno eléctrico de arco.

En la tabla 7 se muestran los resultados obtenidos del análisis químico de la escoria de chatarra de horno eléctrico de arco.

Tabla 7.- Análisis químico de la escoria de chatarra de horno de acero.

compuesto	composición % en peso
CaO	24.5
MgO	7.5
SiO ₂	12.9
Al ₂ O ₃	6.1
Fe	29.1

3.7.- Preparación de las muestras después del ataque químico.

La preparación de las muestras después de la prueba de penetración y ataque químico con la escoria se realizó de la siguiente manera:

- Se realizó un corte transversal de las probetas.
- Se seleccionó una de las mitades y se realizaron cortes para poder evaluar el ataque en cada sección de la probeta, identificándose como cara caliente y fría.
- Una vez obtenidas las muestras se utilizó una resina epóxica para su montaje, las cuales se introdujeron en una bomba de vacío para extraer el aire atrapado en los poros de la muestra y que ese lugar lo ocupara la resina.
- Una vez que las muestras solidificaron, fueron extraídas para realizar el desbaste en una pulidora utilizando lijas de carburo de silicio número: 80, 120, 220, 320, 400, 500, 600, 800, 1200, 4000 y con un paño PEFA utilizando pasta de diamante de 6, 3 y 1 μ m hasta obtener acabado espejo.

Las muestras utilizadas en el análisis por el microscopio óptico fueron limpiadas en ultrasonido y con acetona por un lapso de 15 minutos.

3.8.- Técnicas experimentales utilizadas en las muestras después del ataque por sustancias fundidas.

3.8.1.- Microscopía óptica.

Esta técnica trata de la visualización de las cosas muy pequeñas que se sirve de la luz visible para crear una imagen aumentada de la misma. Está compuesto de dos sistemas de lentes, el objetivo y el ocular encontrados en extremos opuestos de un tubo cerrado. El lente objetivo consta de varios lentes que crean una imagen real aumentada del objeto examinado y con aumentos por encima de las 2, 000 veces con una resolución de $.2 \mu\text{m}$, unas mil veces la del ojo humano. ⁽⁵⁾

Esta técnica se utilizó para hacer un análisis de la microestructura de fases presentes y nivel de penetración de las muestras. Se analizaron 2 zonas:

- a) **Zona en caliente:** es la zona donde hubo mayor interacción de la escoria con el refractario.
- b) **Zona fría:** es la zona que se encuentra al otro extremo de la muestra.

Nivel de penetración.

El nivel de penetración fue notable a simple vista en cada una de las muestras, por tal motivo se evaluó el nivel de penetración por medio del microscopio óptico y el microscopio electrónico de barrido.

Por medio del microscopio óptico se utilizaron técnicas de iluminación como son el campo claro y campo oscuro. ⁽⁵⁾

Cuando se utiliza el campo claro, la luz pasa directamente a la muestra analizada, la cual se observa sin coloración a menos que ésta contenga detalles que estén naturalmente coloreados. Por este campo, se pueden observar detalles en la muestra que a menudo tienen poco contraste.

Por otra parte, el campo oscuro utiliza una luz muy intensa en forma de cono hueco concentrado sobre la muestra. El campo de visión del objetivo se encuentra en la zona hueca del cono de luz, por ello se logra que entre al lente sólo la luz difractada o refractada de la muestra. Por eso, las porciones claras de la muestra

aparecen como un fondo oscuro y las partes oscuras aparecen como una luz de intensidad fuerte sobre el fondo.

Utilizando el campo oscuro se puede obtener mayor contraste de imágenes. En la figura 21 se muestra el microscopio óptico utilizado.



Figura 21.- Microscopio óptico utilizado en las micrografías marca Nikon.

3.8.2.- Microscopía electrónica de barrido (MEB).

Por medio del microscopio electrónico de barrido también se analizaron las muestras de este experimento. Esta técnica es una de las más conocidas de caracterización de materiales y usadas en la observación de superficies, que resulta muy atractiva desde el punto de vista agilidad y economía.

Consiste en enviar un haz de electrones sobre la muestra y mediante un detector apropiado registrar el resultado de la interacción. A medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma pantalla. Las imágenes que se obtienen en el microscopio electrónico de barrido corresponden a electrones secundarios o electrones retrodispersados emitidos tras la interacción con la muestra de un haz incidente de entre 5 y 30 keV.

Por esta misma técnica los rayos – X que se generan en una muestra sometida al bombardeo electrónico permiten identificar los elementos presentes y establecer su concentración mediante la espectroscopia por dispersión de energía (EDS). Cuando la luz de los electrones interacciona con la superficie, estos excitan los electrones de la superficie que saltan a estados energéticos superiores. Estos al relajarse, emiten una radiación electromagnética que es propia de cada elemento.

En nuestro caso, se tomaron micrografías a diferentes magnificaciones de las microestructuras de las probetas y se identificaron las fases presentes por medio de la técnica de espectrometría de dispersión de energía de rayos – X (EDS).

En la figura 22 se muestra el microscopio electrónico de barrido utilizado para el análisis de las probetas.



Figura 22.- Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM – 6510 LV.

Para analizar una muestra por medio del microscopio electrónico de barrido (MEB) es necesario que la muestra sea eléctricamente conductora, en caso de que la muestra no sea conductora se recubre la superficie con un material conductor, por lo general se utiliza el oro o grafito.

En este caso, las probetas fueron recubiertas con una capa de grafito antes de ser analizadas por el MEB ya que estas no son conductoras.

Capitulo IV

Resultados y discusión

Resultados.

En este capítulo se presentarán los resultados obtenidos de la caracterización de las muestras sinterizadas de cada una de las cuatro formulaciones, así como los resultados de las pruebas que se llevaron a cabo. También se pone en evidencia la influencia que tiene el óxido de hierro (III) en cuanto a las propiedades de los ladrillos refractarios sinterizados.

Resultados de la caracterización de las probetas sinterizadas.

4.1.- Difracción de rayos – X.

En los difractogramas obtenidos para las cuatro formulaciones sinterizadas se indican las fases cristalinas presentes de cada una de las probetas.

En la figura 23 se observa el patrón de difracción del **compuesto base** donde se aprecia solamente la fase presente de la periclusa (MgO) con las reflexiones hkl características en los ángulos 2θ 42.9, 62.25 y 36.9.

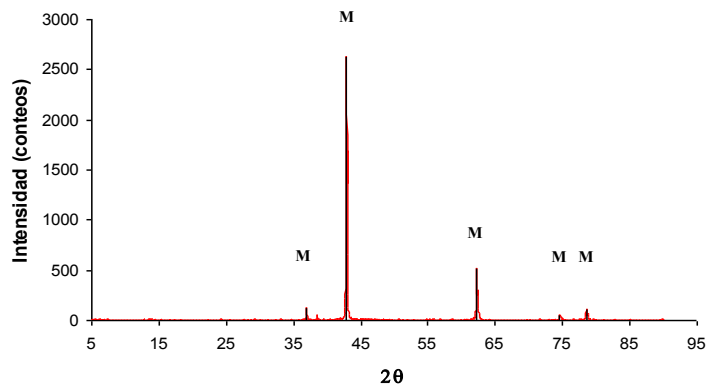


Figura 23. Patrón de difracción de rayos X de la muestra base sinterizada. M) MgO.

En las figuras 24, 25 y 26 se muestra a modo comparativo las difracciones realizadas de las diferentes composiciones con su respectivo % en peso del aditivo los cuales indican la presencia de MgO como periclasa.

En estos patrones no se aprecia el aditivo agregado ni las impurezas, esto es debido a que el difractor no detecta fases cuyo contenido sea inferior al 5 % en peso. Debido a esto, se procedió a realizar un análisis químico para verificar que otros componentes están presentes.

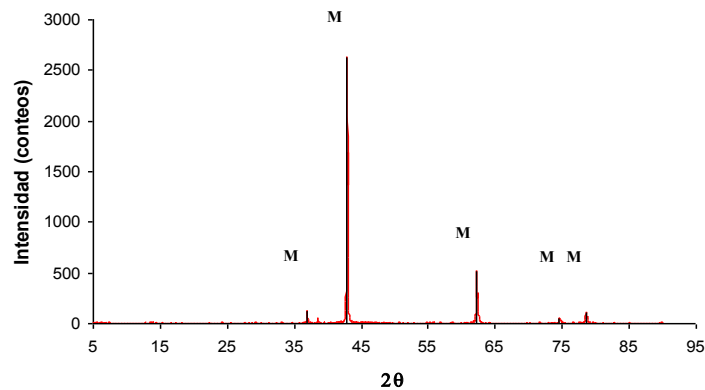


Figura 24.- Patrón de difracción de rayos – X de la composición 2. M) MgO.

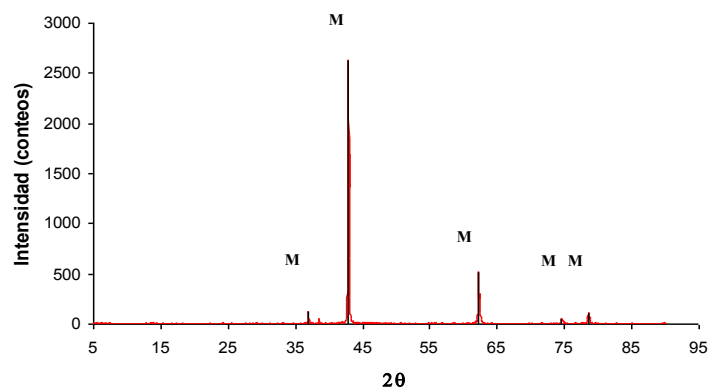


Figura 25.- Patrón de difracción de rayos – X de la composición 3. M) MgO.

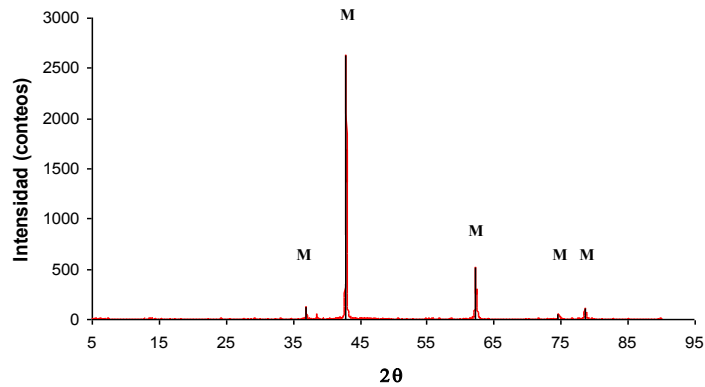


Figura 26.- Patrón de difracción de rayos – X de la composición 4. M) MgO.

4.2.- Análisis químicos.

Los resultados de los análisis químicos realizados a una de las probetas de cada una de las formulaciones posterior al proceso de sinterizado se muestra en la tabla 8.

Tabla 8.- Análisis químicos de las probetas después del proceso de sinterizado.

Parámetro	Muestras			
	Base (1)	composición 2	composición 3	composición 4
SiO ₂	0.25	0.25	0.25	0.25
Al ₂ O ₃	0.01	0.01	0.01	0.01
Fe ₂ O ₃	0.1	0.2	0.5	1.0
CaO	0.8	0.8	0.8	0.8
MgO	98.82	98.72	98.42	97.92
B ₂ O ₃	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
LOI	0,01	0,01	0,01	0,01

4.3.- Pruebas realizadas.

4.3.1.- Porosidad abierta y densidad.

Un grupo de 4 probetas sinterizadas por formulación se examinaron para verificar la porosidad abierta, tomando todos los datos correspondientes de los pesos secos, suspendidos y saturados de los cuales a su vez se compararon entre sí para de esta manera apreciar la influencia que tiene el óxido de hierro (III) cuando se le adiciona a los ladrillos refractarios de magnesia.

En la figura 27 se observan las muestras que se utilizaron para hacer la prueba de porosidades, densidades y posteriormente usarse en los ensayos de resistencia a la compresión en frío.



Figura 27.- Muestras utilizadas en los ensayos de porosidad, densidad y resistencia a la compresión en frío.

Los resultados de los ensayos para el cálculo de la porosidad de cada formulación son mostrados en la tabla 9.

Tabla 9.- Resultados de las pruebas de porosidades.

probeta	% de porosidad abierta			
	base(1)	composición 2	composición 3	composición 4
1	16.17	15.11	16.43	15.24
2	16.01	15.75	16	15.57
3	17.89	16.7	15.59	15.74
4	17.07	15.4	14.54	15.9
promedio	16.785	15.74	15.645	15.612
Sstandar	0.872	0.6914	0.8096	0.2825

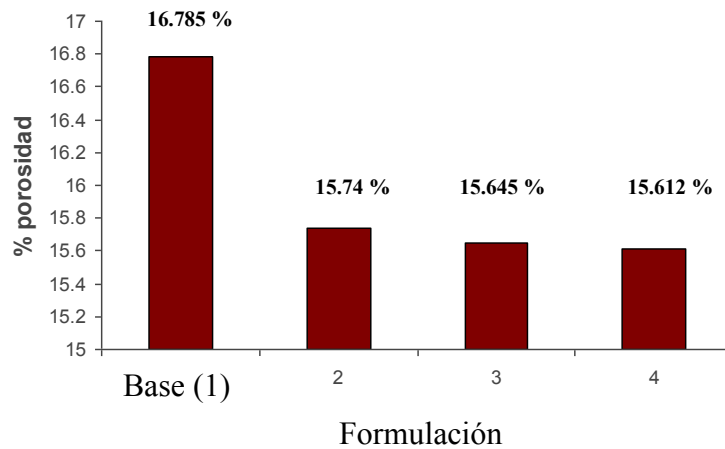


Figura 28.- Gráfica del comparativo de las porosidades abiertas.

Como se observa en la figura 28, la porosidad tiende a disminuir cuando se le agrega el óxido de hierro (III) a los ladrillos de magnesia, esto es debido a que las partículas finas del aditivo ocupan los lugares donde existen poros de ese tamaño.

Adicional a los promedios de las porosidades, se calculó la desviación estándar de cada una de las composiciones presentándose una ligera variación, ya que según la norma ASTM, para calcular el peso saturado, este se hace rodando los especímenes en un trapo ligeramente húmedo, pero hay ciertos factores que pueden afectar los resultados, por ejemplo:

- Paño demasiado seco.
- Paño con exceso de humedad.
- Secado excesivo o el hacer presión al momento de rodar los especímenes.

Además de igual manera se calculó la densidad de los ladrillos para observar la influencia del aditivo. En la tabla 10 se muestran los resultados de las densidades de las probetas utilizadas.

Tabla 10.- Tabla de densidades.

probeta	Densidad (gr/cm ³)			
	base (1)	composición 2	composición 3	composición 4
1	2.9553	2.9766	2.923	2.98
2	2.9416	2.952	2.94	2.966
3	2.8726	2.9202	2.96	2.963
4	2.8656	2.966	2.994	2.9575
promedio	2.91	2.9537	2.954	2.966

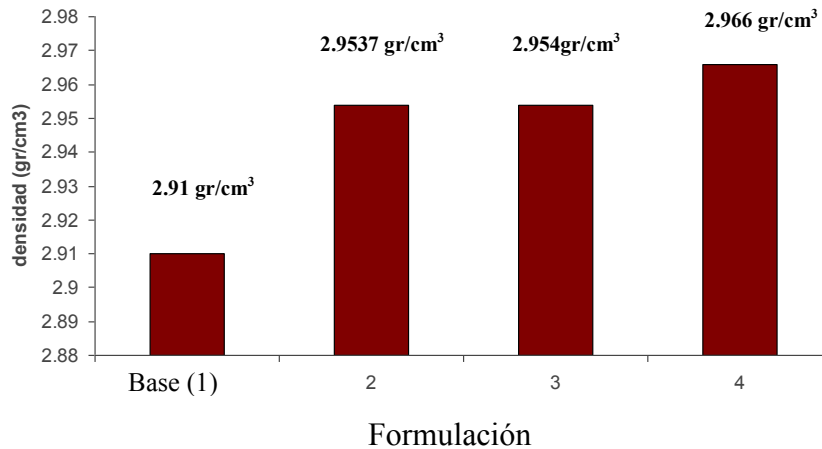


Figura 29.- Gráfica del comparativo de las densidades.

En la figura 29 se observa que la densidad tiende a incrementarse cuando se le agrega el aditivo esto es debido a que hay menor porosidad en los ladrillos y por consecuencia los ladrillos son más densos.

4.3.2.- Prueba de resistencia a la compresión en frío (CCS).

El grupo de probetas que se utilizó en la prueba de porosidad fue ensayado a la compresión hasta lograr fracturar las probetas, tomando los valores de esfuerzo máximo a la compresión de cada probeta que se muestran en la tabla 11, para posteriormente obtener un promedio el cual se comparó entre todas las formulaciones para ver la influencia del óxido de hierro (III) en los ladrillos refractarios de magnesita.

Tabla 11.- Resultados de la prueba CCS.

probeta	Esfuerzo máximo a la compresión en frío (MPa)			
	base (1)	composición 2	composición 3	composición 4
1	65.95	50.7	66.67	72.1
2	58.26	59.93	64.76	56.97
3	42.05	65.4	57.2	70.53
4	42.67	65.85	63.06	61.92
promedio	52.23	60.47	62.92	65.38
Sstandar	11.827	7.047	4.09	7.1736

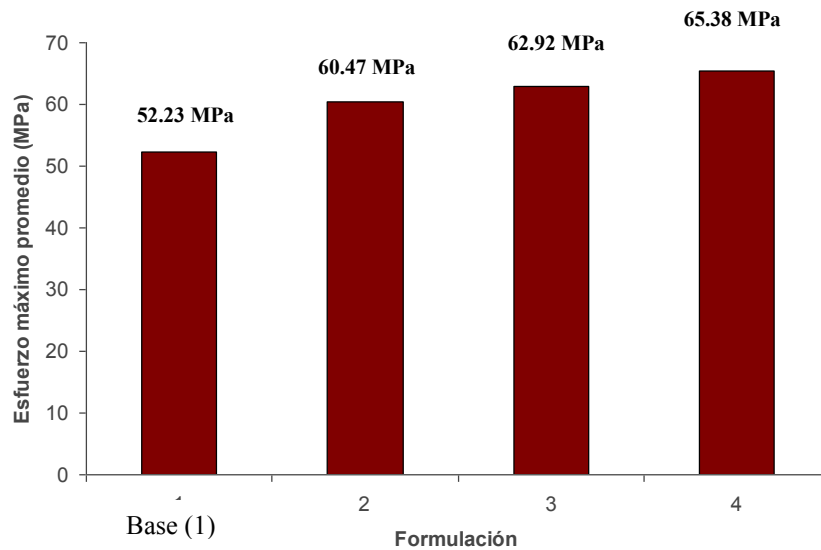


Figura 30.- Gráfica del comparativo de los ensayos en las pruebas CCS.

De acuerdo a los resultados de la tabla 11, se observa en la figura 30 que el esfuerzo máximo promedio a la compresión incrementa cuando se le agrega el óxido de hierro (III), de igual manera también aumenta cuando la cantidad del aditivo va aumentando debido a que el óxido de hierro (III) actúa como un enlace entre los mismos granos de MgO incrementando de esta manera la resistencia a la compresión en frío.

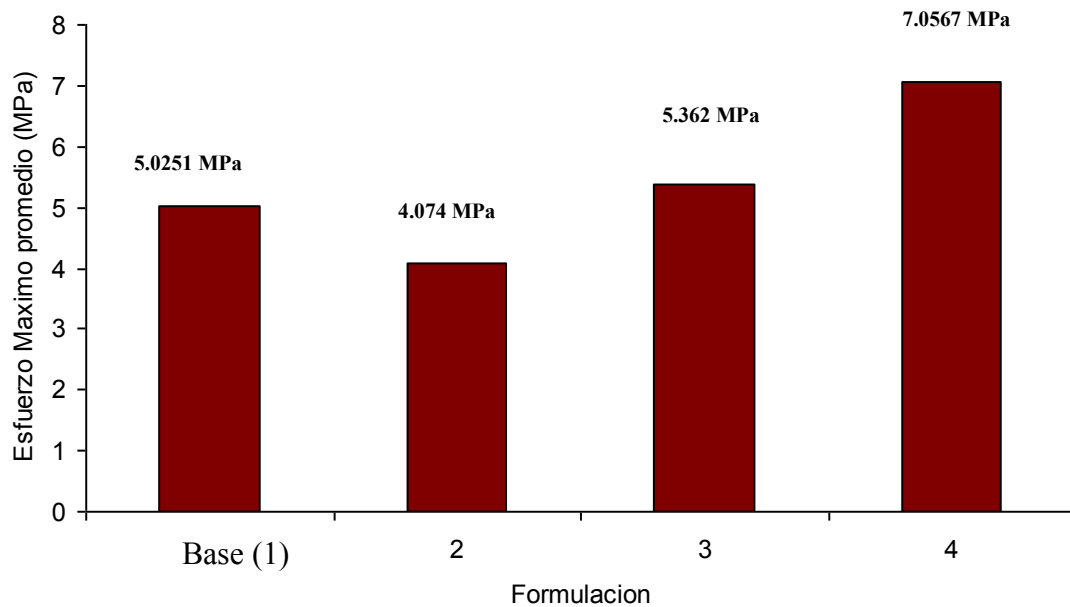
En adición a los promedios de la resistencia a la compresión en frío se calculó la desviación estándar de cada composición dando resultados muy variados, debido a eso se compararon con los resultados de los promedios de las porosidades y se observó que a medida que la porosidad disminuye, la resistencia a la compresión en frío aumenta

4.3.3.- Prueba de módulo de ruptura en caliente a 1480 °C (HMOR).

Se utilizó un grupo de 3 probetas por cada formulación hasta lograr fracturarlas, tomando los valores de esfuerzo máximo de cada probeta para obtener un promedio, el cual se comparó entre las formulaciones y de esta manera apreciar la influencia del óxido férrico en la matriz del MgO. En la tabla 12 se muestran los resultados de esta prueba.

Tabla 12.- Resultados del HMOR.

Ensayo	HMOR (MPa)			
	Base(1)	Composición 2	Composición 3	Composición 4
1	6.1454	3.293	5.23	7.35
2	4.21	2.99	5.16	6.68
3	4.72	5.94	5.696	7.14
Promedio	5.0251	4.074	5.362	7.0567
Sstándar	1.0031	1.623	0.2913	0.3427

**Figura 31.-** Gráfica del comparativo de los ensayos del módulo de ruptura en caliente a 1480 °C.

Como se puede observar en la figura 31, en ésta prueba de alta temperatura aumenta la resistencia al ir aumentando gradualmente la cantidad del aditivo debido a que el óxido de hierro (III) actúa como un enlace entre los mismos granos de MgO incrementando de esta manera el módulo de ruptura en caliente.

En los resultados del HMOR de igual manera se observa que de la composición base a la composición 2 hay una disminución de la resistencia a la flexión y de la composición 2 a la 4 hay una tendencia ascendente, esta es debido que antes de que se realizaran las pruebas, también se hicieron pruebas internas de calidad de la misma empresa. Esto trajo como consecuencia una disminución de la temperatura del horno. Estas variaciones del HMOR con respecto a la temperatura en los ladrillos

refractarios de magnesia están documentados según Odegard et al ⁽²⁴⁾ en donde se observa una variación del HMOR según la temperatura.

También se calculó la desviación estándar de cada una de las composiciones presentando una ligera variación de los resultados. En sí, los ladrillos que contienen óxido de hierro (III) mostraron mayor resistencia a la flexión que los ladrillos sin el aditivo.

Posteriormente se compararon los resultados de los promedios de la porosidad, resistencia a la compresión en frío y modulo de ruptura en caliente con otra fuente de información dando resultados muy semejantes según Donghan Kim et al. ⁽¹⁵⁾

4.3.4.- Prueba estática de penetración y ataque por sustancias fundidas, método del crisol (Norma alemana DIN – 1069).

A otra porción de las probetas sinterizadas se les realizaron pruebas de ataque por sustancias fundidas para determinar la estabilidad química y penetración de cada una de las formulaciones en presencia de la escoria de chatarra para acerías.

Al finalizar la prueba estática, se observó a simple vista que existe una fuerte adherencia entre las probetas sinterizadas y la escoria del acero, esto quiere decir que hubo penetración de la escoria en el material refractario, posteriormente se hizo una evaluación del análisis elemental para verificar si se generaron otras fases.

En la figura 32 se muestran los resultados después de la prueba de ataque químico de cada una de las composiciones en la cual se pueden apreciar la formación de grietas. Generalmente las grietas son formadas por el cambio volumétrico. ⁽¹⁵⁾



Figura 32.- Formación de grietas después de la prueba de ataque químico.

Después del montaje de las muestras preparadas al finalizar la prueba, se observó una fuerte adherencia de la escoria con el refractario en las 4 composiciones además del ataque químico por parte de la escoria, lo cual se pudo verificar en el análisis por el microscopio óptico y el microscopio electrónico de barrido.

4.3.4.1.- Composición base (1).

4.3.4.1.1.- Microscopio óptico (MO).

En la figura 33 se muestra la probeta base con el ataque de la escoria en la cara caliente, esta se revisó por medio del microscopio óptico (MO) en campo claro.

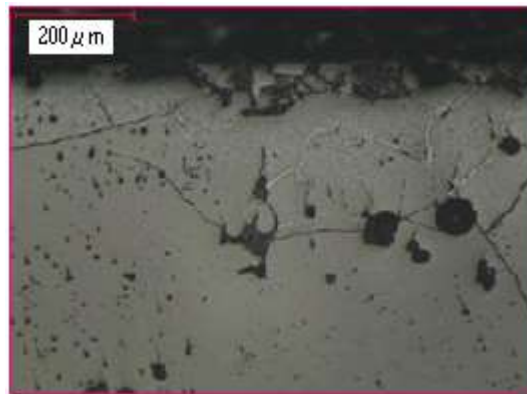


Figura 33.- Disolución de la escoria en el refractario. MO 100 X.

El estudio mediante microscopía óptica confirmó la penetración así como la presencia de ataque químico por parte de la escoria con el refractario presentándose disolución que posteriormente fue evaluado por el M.E.B.

4.3.4.1.2.- Microscopio electrónico de barrido (MEB).

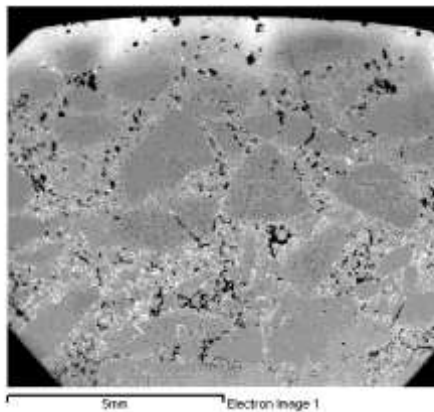


Figura 34.- Vista general de la muestra base en la cara caliente. MEB 25 X.

En la figura 34 se observa en la micrografía por medio del MEB una vista general de la cara caliente a pocas magnificaciones. En esta imagen se observa en ciertas zonas parte de porosidad así como la liga entre las partículas de MgO. En la parte superior central de la figura, se siguió el perfil de penetración que se muestra en la figura 35 a mayor magnificación (200 X).

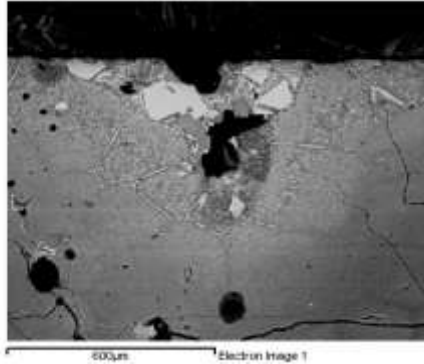


Figura 35.- Interfase refractario – escoria. MEB 200 X.

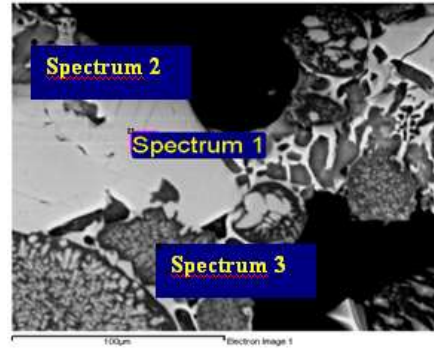


Figura 36.- Fases presentes en la interfase. MEB 800X.

En la figura 35 se muestra la interfase refractario – escoria en la que se aprecian algunas fases (diferentes tonalidades) que se generaron por la reacción misma de los componentes presentes, los cuales se observan con más detalle en la micrografía 36 en donde se analizaron los elementos presentes en las diferentes tonalidades en la que el espectro 1 es la fase más clara, el espectro 2 es la fase oscura y el espectro 3 es la fase de color gris. El análisis elemental se presenta en la tabla 13.

Tabla 13.- Análisis elemental de la figura 36.

Elemento	% en peso de los espectros		
	1	2	3
O	41.88	51.5	41.35
Mg	15.91	7.97	32.67
Al	4.52	0.53	1.72
Si	0.68	12.15	0.55
Ca	1.36	21.69	1.27
Cr	4.49	0.44	2.04
Mn	5.27	1.25	4.72
Fe	25.88	4.47	15.68

Se puede observar en la tabla 13 que el espectro 1 es una fase en mayoría de magnesio – ferrítica, en el espectro 2 se detecta la presencia de la fase merwinita (C_3MS_2) que se puede apreciar en el diagrama de fases $CaO - MgO - SiO_2$ (ver anexo 1) y el espectro 3 se detectó la fase magnesio – ferrítica. En la zona del espectro 3 se observa que hay formas tipo esqueléticas o dendríticas y se decidió hacer un acercamiento el cual se puede ver en la figura 37 a 3000X, en este caso se realizó el análisis de la zona clara – dendrítica (espectro 1) y oscura (espectro 2), las cuales presentan una composición de $MgO - Fe_2O_3$ en diferentes proporciones. (ver tabla 14).

Tabla 14.- Análisis elemental de la figura 37.

Elemento	% en peso de los espectros	
	1	2
O	40.98	39.94
Mg	30.34	39.74
Al	2.1	1.09
Si	0	0
Ca	0.43	0.44
Cr	2.83	1.9
Mn	4.76	3.73
Fe	18.56	13.16

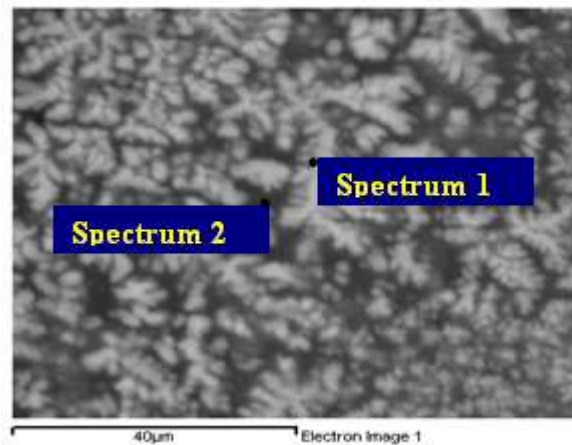


Figura 37.- Visualización de la estructura dendrítica. MEB 3000 X.

Posteriormente se fue siguiendo el perfil de penetración y se tomó una micrografía a 800 X que se muestra en la figura 38, en donde se aprecian las formas más definidas de los granos de MgO y una menor disolución de la escoria en el refractario; solo se aprecia la interacción en los bordes de los granos. El análisis elemental de cada uno de los espectros se muestran en la tabla 15.

Tabla 15.- Análisis elemental de la figura 38.

Elemento	% en peso de los espectros			
	1	2	3	4
O	43.46	48.33	47.44	47.15
Mg	50.57	21.64	40.27	30.1
Al	0.42	0.36	0.33	0
Si	0.35	9.78	2.34	7.24
Ca	0.72	17.58	6.08	11.79
Mn	1.15	0.49	0.85	0.82
Fe	3.33	1.54	2.69	2.6
P	0	0.28	0	0.29

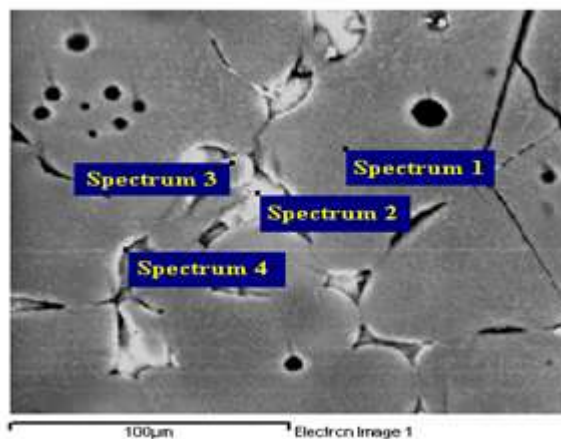


Figura 38.- Disminución gradual de la disolución de la escoria. MEB 800 X.

En la tabla 15 se muestra que el espectro 1 corresponde a la fase magnesio – ferrita, el espectro 2 muestra la fase merwinita (C_3MS_2) ver anexo 1, así como en el espectro 3 y 4 en donde se detectan las fases de MgO como periclasa y forsterita (M_2S).

Continuando con el perfil de penetración, se tomó una imagen y se realizó un análisis elemental general, el cual se presenta en la tabla 16, figura 39. el espectro 1 – zona gris y el espectro 3 – zona más oscura corresponden a fases $\text{MgO} - \text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Fe}_2\text{O}_3$ de composición semejante, sin embargo el espectro 2 – zona clara presenta altas concentraciones de CaO que pueden corresponder a la fase merwinita (C_3MS_2) de bajo punto de fusión, la cual si se encuentra en exceso en el refractario puede provocar problemas durante su aplicación en servicio.

Tabla 16.- Análisis elemental de la figura 39.

Elemento	% en peso de los espectros		
	1	2	3
O	43.12	49.3	42.9
Mg	50.59	28.32	50.99
Al	0	0	0.54
Si	0.38	6.32	0
Ca	0.29	13.54	0.26
Mn	1.43	0.55	1.35
Fe	4.19	1.8	3.96
Ti	0	0.17	0

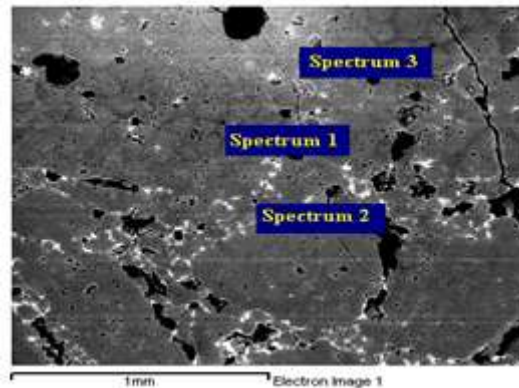


Figura 39.- Fases presentes en la vista general de la cara caliente. MEB 100 X.

En estas zonas del refractario, los resultados indican que hubo una disminución gradual de la penetración así como el ataque por la escoria.

Se ha establecido que el ataque tiene lugar por difusión de la escoria a través de la porosidad abierta y de los bordes de los granos.

Además el contenido de $\text{CaO} - \text{SiO}_2$ en la escoria fue muy alto el cual reaccionó con el refractario de MgO generando fases de bajo punto de fusión como la merwinita (C_3MS_2). En el diagrama de fases del anexo 1 se muestra el sistema $\text{CaO} - \text{MgO} - \text{SiO}_2$ en el cual se aprecian las fases de bajo punto de fusión cuando se realizó la prueba estática.

Luego de analizar la muestra baso del lado caliente, se analizó la cara fría para evaluar el ataque y penetración de las sustancias fundidas, la cual se observa que sólo aparece la matriz del refractario y la microestructura no fue alterada por la escoria como se muestra en la figura 40.

Tabla 17.- Análisis elemental de la cara fría.

Elemento	% en peso
C	19.64
O	26.32
Mg	50.23
Al	3.01
Ca	0.8

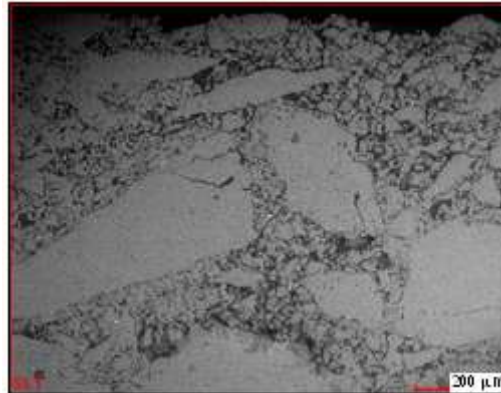


Figura 40.- Micrografía de la cara fría. MEB 100 X.

Además el análisis de la composición base, se analizó la muestra de la composición 2 para observar si hubo cambios en la microestructura del ladrillo refractario por las fases de la escoria.

4.3.4.2.- Composición 2.

4.3.4.2.1.- Microscopio óptico (MO).

En la figura 41 y 42 se observan las micrografías de la cara caliente por microscopía óptica (MO) en la interfase escoria – refractario. En la figura 41 se observa la línea de división entre la escoria y el refractario, en donde se ve que el ataque tiene lugar por difusión de la escoria a través de la porosidad abierta y de los bordes de los granos. Posteriormente, en la figura 42 se muestra la disolución de la escoria con el refractario.

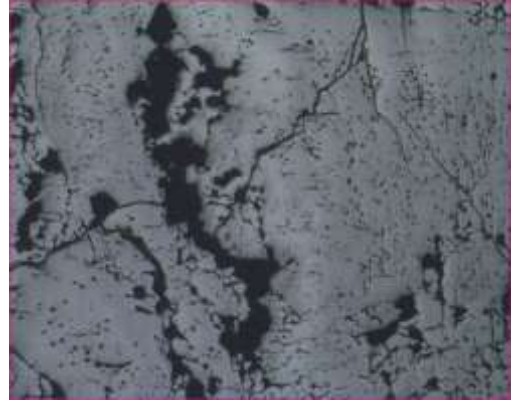
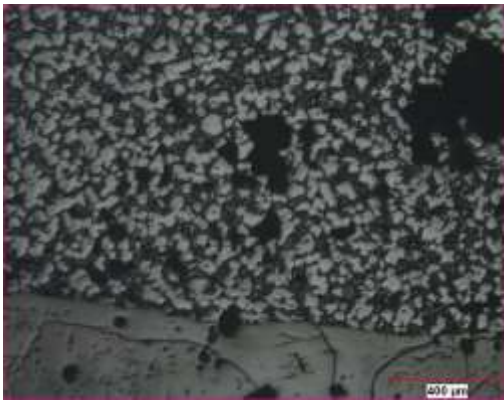


Figura 41.- Micrografía de la muestra 2 en la interfase. 50 X. (campo claro)

Figura 42.- Micrografía 50 X (campo claro).

La disolución de la magnesia fue acelerada por la formación en solución sólida de magnesia – óxido de hierro. A pesar de que el óxido de hierro migra hacia las partículas de la magnesia, los componentes de Ca y Si están presentes en las fronteras ya que estas especies forman fases de bajo punto de fusión y debilitan el enlace entre las partículas. ⁽¹⁾

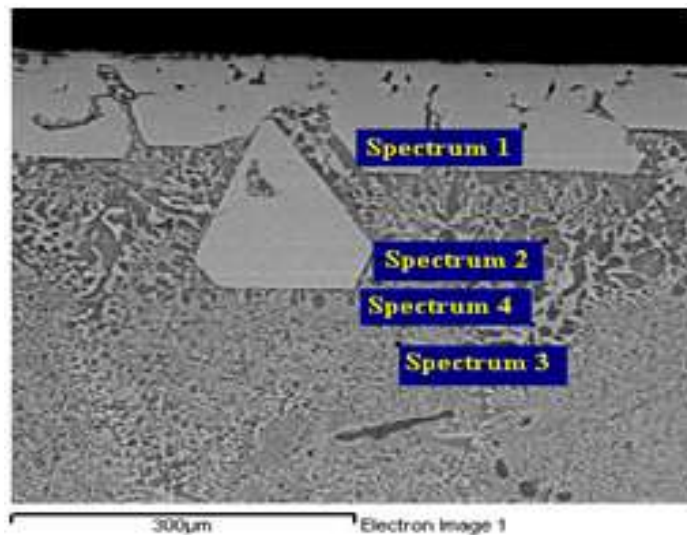
4.3.4.2.2.- Microscopio electrónico de barrido (MEB)

De igual manera se hizo un análisis elemental por MEB – EDS en la composición 2 para verificar qué elementos están presentes. Las imágenes se muestran de las figuras 43 a la 48.

En la figura 43 se muestra un análisis general de la zona de la escoria en la que se aprecian diferentes fases. El espectro 1 corresponde a fases de MgO – MnO – Fe₂O₃, el espectro 2 Fe₂O₃ – CaO – SiO₂, el espectro 3 MgO – CaO – SiO₂ – Fe₂O₃ y el espectro 4 Al₂O₃ - CaO – SiO₂ - Fe₂O₃ los cuales se pueden apreciar en la tabla 18.

Tabla 18.- Análisis elemental de la figura 43.

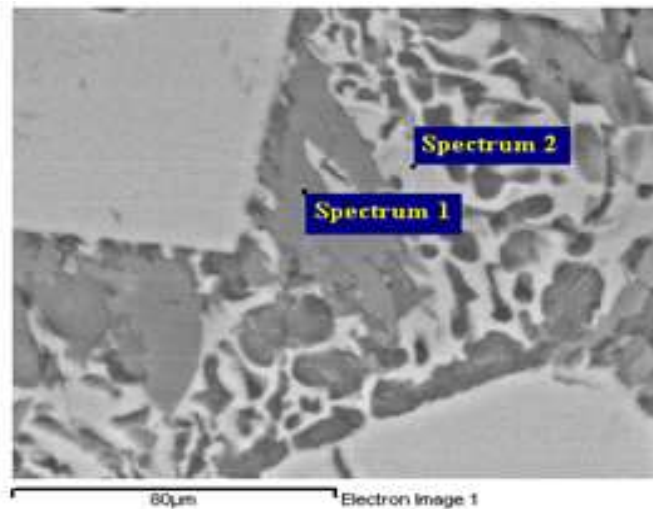
Elemento	% en peso de los espectros			
	1	2	3	4
O	40.66	45.59	46.6	49.88
Mg	8.88	2.91	5.43	1.7
Al	4.2	1.65	3.07	9.14
Si	1.47	10.76	6.15	5.11
Ca	3.97	25.37	16.69	17.02
Mn	7.35	2.72	4.1	2.9
Fe	32.26	11	17.97	12.78
Cr	1.21	0	0	0
Ti	0	0	0	1.47

**Figura 43.-** Micrografía de la cara cliente, composición 2. MEB 400 X.

Posteriormente se realizó una mayor magnificación de la figura 43 para verificar la composición más a detalle, la cual se muestra en la figura 44 en la que se observa el espectro 1 – zona oscura y el espectro 2 – zona clara. El espectro 1 corresponde a una combinación de MgO – CaO - Fe₂O₃. Estas composiciones se pueden ver en la tabla 19.

Tabla 19.- Análisis elemental de la figura 44.

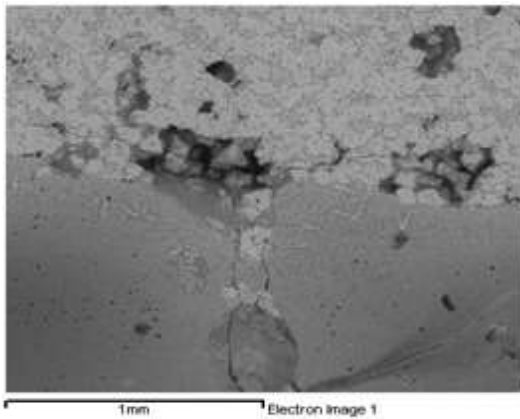
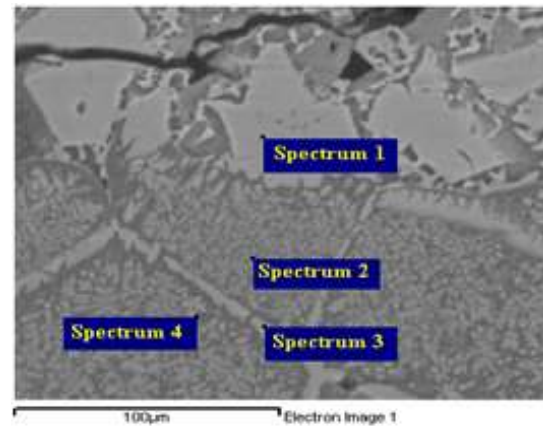
Elemento	% en peso de espectros	
	1	2
O	48.02	43.67
Mg	6.99	6.41
Al	0	4.08
Si	10.61	3.55
Ca	22.79	9.57
Mn	2.38	5.96
Fe	9.22	26.03
Ti	0	0.72

**Figura 44.-** Micrografía de cara caliente de composición 2. MEB 1600 X.

Siguiendo con el perfil de penetración se observa en la figura 45 una micrografía por medio del MEB a 400 X en la interfase refractario – escoria que existe disolución de la escoria en el refractario además se generaron nuevas fases por la reacción misma del ambiente y los componentes los cuales se observan con más detalle en la figura 46 en donde se analizaron los elementos presentes en las diferentes tonalidades en la que el espectro 1 corresponden a fases $\text{MgO} - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{MnO}$ de composición semejante y el espectro 4 – fase más oscura presenta una composición de $\text{MgO} - \text{Fe}_2\text{O}_3$ de distinta proporción. El análisis elemental se presenta en la tabla 20.

Tabla 20.- Análisis elemental de la figura 46.

Elemento	% en peso de espectros			
	1	2	3	4
O	39.98	36.98	37.27	38.76
Mg	13.68	28.74	21.94	36.69
Ca	2.52	1.7	1.77	1.42
Cr	5.13	3.05	3.78	2.46
Mn	6.25	5.62	5.18	4.61
Fe	28.54	21.21	26.89	16.06
Al	3.9	2.71	3.17	0

**Figura 45.-** Micrografía de muestra 2 en la interfase. MEB 400 X.**Figura 46.-** Micrografía de muestra 2 en la interfase. MEB 800 X.

De manera semejante, se siguió con el perfil de penetración y se tomó una micrografía a 800 X que se muestra en la figura 47, en la cual se aprecian las formas más definidas de los granos de MgO y una menor disolución de la escoria con el refractario en el borde de los granos. El análisis elemental de cada uno de los espectros se muestra en la tabla 21.

Tabla 21.- Análisis elemental de la figura 47.

Elemento	% en peso de espectros			
	1	2	3	4
O	43.3	50.6	49.2	44.64
Mg	53.06	37.82	21.62	48.31
Ca	1.29	6.94	19.95	3.69
Fe	2.35	2.14	0	3.35
Si	0	2.5	9.23	0

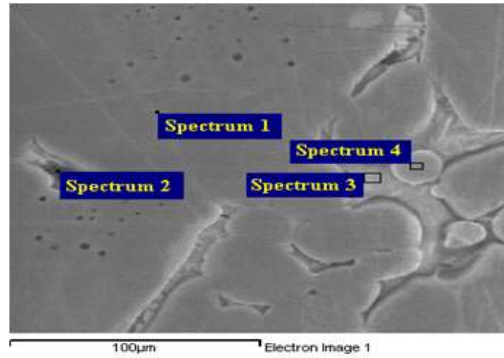


Figura 47.- Micrografía de cara caliente. MEB 800 X.

En la tabla 21 se muestra que el espectro 1 y 4 corresponden a la fase magnesio – ferrita de composición semejante, el espectro 2 a la fase de MgO como periclasa y forsterita (M_2S), sin embargo el espectro 3 presenta altas concentraciones de CaO que puede corresponder a la fase de merwinita (C_3MS_2) así como monticellita (CMS) de bajos puntos de fusión con respecto a la temperatura de uso del servicio. Ver anexo 1.

Al igual que la muestra de la composición 1 se evaluó la cara fría en la cual no se presentó ninguna alteración de la microestructura, solo la matriz del refractario como se muestra en la figura 48 y en el análisis elemental de la tabla 22.

Tabla 22.- Análisis elemental de la figura 48.

Elemento	% en peso de espectros		
	1	2	3
C	25.01	69.01	15.38
O	21.86	16.9	25.84
Mg	50.99	11.35	58.79
Si	0.66	1.14	0
Ca	1.48	1.59	0

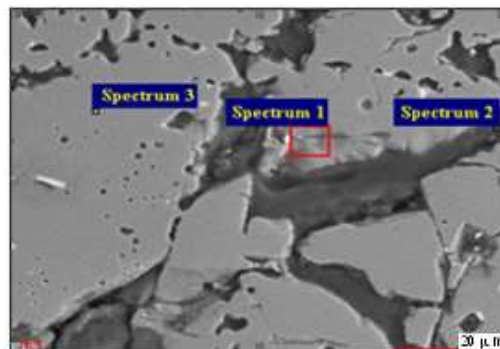


Figura 48.- Micrografía de la cara fría de composición 2. MEB 350 X.

Capítulo V

Conclusiones

- A medida que se le adiciona el óxido de hierro (III), la porosidad disminuye y por consecuencia la resistencia a la compresión es favorable, ya que de acuerdo con los resultados de los ensayos a la compresión realizados a las probetas se concluye que el valor de esfuerzo máximo promedio a la compresión se incrementa cuando se adiciona el óxido de hierro (III) a los ladrillos de magnesia, así mismo cuando el contenido de este compuesto es incrementado en dicha combinación.
- El mecanismo de corrosión expuesto se ha confirmado utilizando la información suministrada por el sistema $\text{CaO} - \text{MgO} - \text{SiO}_2$. A la vista de todos los resultados obtenidos, se concluye que la corrosión se inicia en la interfase refractario – escoria por disolución a través de la porosidad abierta y en los límites de grano.
- Cada una de las formulaciones que fueron evaluadas por el MEB presentan ataque de la escoria con la formación de merwinita (C_3MS_2) y monticellita (CMS) en cara caliente, sin embargo no se observa alteración en cara fría, por lo que pueden considerarse adecuados para esta aplicación, no obstante sería conveniente complementar esta información con una prueba dinámica.

Capítulo VI

Recomendaciones

- De acuerdo a los resultados obtenidos en el presente estudio, se recomienda modificar la distribución granulométrica de los ladrillos refractarios de magnesia para reducir la porosidad e incrementar la resistencia al ataque por sustancias fundidas.
- Se recomienda trabajar con el aditivo de óxido de hierro (III) con una distribución de tamaño de partícula más fina.
- Se recomienda evaluar las formulaciones con una prueba dinámica.

Anexo 1

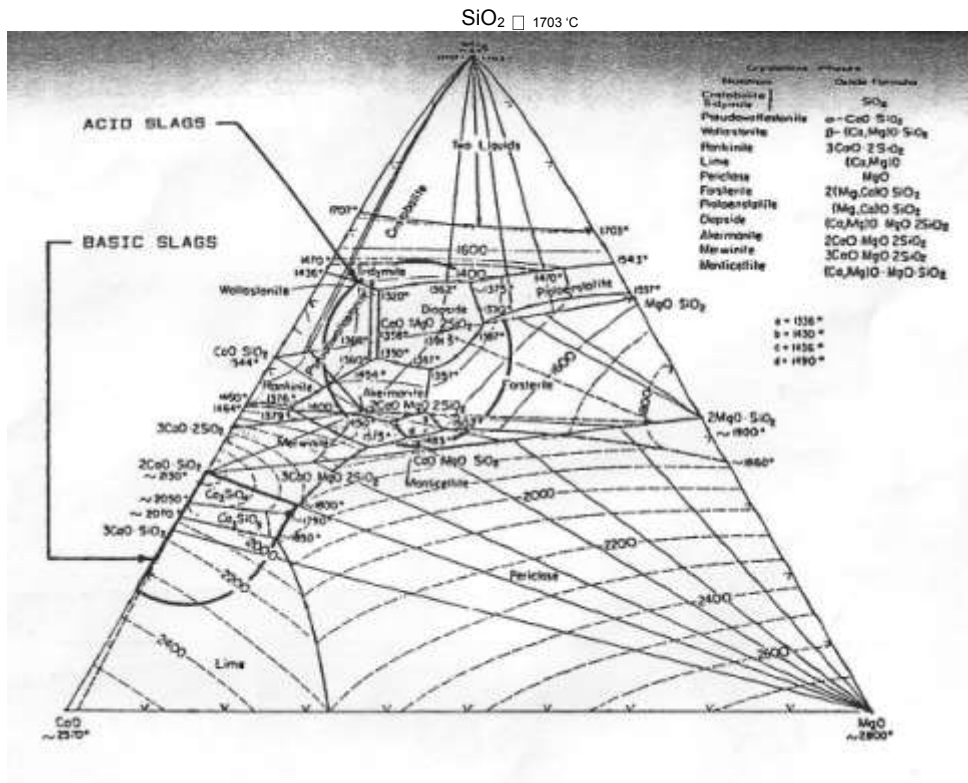


Figura 1.- Diagrama de fases del sistema $\text{CaO} - \text{MgO} - \text{SiO}_2$.

Listado de figuras

	Página
Figura 1.- Fabricación de ladrillos prefabricados.....	9
Figura 2.- Estructura de la magnesia.....	12
Figura 3.- Estructura de la hematita.....	14
Figura 4.- Multidisciplinas del óxido de hierro.....	16
Figura 5.- Estructura del espinel AB_2O_4	17
Figura 6.- Zonas de interacción del refractario, el metal y la escoria.....	19
Figura 7.- Patrón de difracción de la magnesia utilizada.....	22
Figura 8.- Patrón de difracción del óxido de hierro (III).....	23
Figura 9.- Curva de la distribución del tamaño de partículas del óxido..... de hierro (III).	25
Figura 10.- Balanza electrónica.....	28
Figura 11.- Mezclador de laboratorio.....	28
Figura 12.- Dimensiones de ladrillos de magnesia.....	29
Figura 13.- Secador de laboratorio.....	30
Figura 14.- Gráfica del sinterizado de los ladrillos refractarios.....	31
Figura 15.- Ladrillos refractarios sinterizados.....	32
Figura 16.- Dimensiones de probetas de ensayos a compresión.....	34
Figura 17.- Dimensiones de probetas para ensayos de módulo de ruptura en caliente.	35
Figura 18.- Forma de colocación de las muestras en ensayos de módulo... de ruptura en caliente	36
Figura 19.- Sección transversal del horno eléctrico de prueba.....	36
Figura 20.- Dimensiones de probetas en la prueba estática.....	37
Figura 21.- Microscopio óptico.....	40
Figura 22.- Microscopio electrónico de barrido.....	41
Figura 23.- Difracción de rayos – X de muestra base sinterizada.....	42
Figura 24.- Difracción de rayos – X de composición 2 sinterizada.....	43
Figura 25.- Difracción de rayos – X de composición 3 sinterizada.....	43
Figura 26.- Difracción de rayos – X de composición 4 sinterizada.....	44
Figura 27.- Muestras utilizadas en ensayos de compresión, porosidad y .. densidad.	45
Figura 28.- Gráfica del comparativo de porosidades.....	46
Figura 29.- Gráfica del comparativo de densidades.....	47
Figura 30.- Gráfica del comparativo de la prueba de compresión.....	48
Figura 31.- Gráfica del comparativo de la prueba de módulo de ruptura en caliente.	49
Figura 32.- Formación de grietas después de la prueba estática.....	50
Figura 33.- Disolución de la escoria en el refractario. MO 100X.....	51
Figura 34.- Vista general de la muestra base en la cara caliente. MEB 25X.	51

Listado de figuras

	Página
Figura 35.- Interfase refractario – escoria. MEB 200 X.....	52
Figura 36.- Fases presentes en la interfase. MEB 800X.....	52
Figura 37.- Visualización de la estructura dendrítica. MEB 3000X.....	53
Figura 38.- Disminución gradual de la disolución de la escoria. MEB 800X..	54
Figura 39.- Fases presentes en vista general de cara caliente. MEB 100X..	55
Figura 40.- Micrografía de cara fría en composición 1. MEB 100X.....	56
Figura 41.- Micrografía de composición 2 en interfase. MO 50 X.....	57
Figura 42.- Micrografía MO 50 X.....	57
Figura 43.- Micrografía de cara caliente en composición 2. MEB 400X.....	58
Figura 44.- Micrografía de cara caliente en composición 2. MEB 1600X...	59
Figura 45.- Micrografía de composición 2 en interfase. MEB 400X.....	60
Figura 46.- Micrografía de composición 2 en interfase. MEB 800X.....	60
Figura 47.- Micrografía de cara caliente. MEB 800X.....	61
Figura 48.- Micrografía de cara fría. MEB 350X.....	61

Listado de tablas

	Página
Tabla 1.- Clasificación de refractarios de acuerdo a su composición	7
Tabla 2.- Componentes del óxido de hierro.....	13
Tabla 3.- Análisis químico de la magnesia utilizada.....	22
Tabla 4.- Análisis químico del óxido de hierro (III).....	23
Tabla 5.- Análisis de la distribución de tamaño de partícula del óxido de... hierro (III).	25
Tabla 6.- Porcentaje en peso de las formulaciones utilizadas.....	26
Tabla 7.- Análisis químico de la escoria.....	38
Tabla 8.- Análisis químico de las muestras sinterizadas.....	44
Tabla 9.- Resultados de la prueba de porosidades.....	45
Tabla 10.- Resultados de las densidades.....	46
Tabla 11.- Resultados de resistencia a la compresión en frío.....	47
Tabla 12.- Resultados de módulo de ruptura en caliente.....	49
Tabla 13.- Análisis elemental de la figura 36.....	52
Tabla 14.- Análisis elemental de la figura 37.....	53
Tabla 15.- Análisis elemental de la figura 38.....	54
Tabla 16.- Análisis elemental la figura 39.....	55
Tabla 17.- Análisis elemental de cara fría en composición 1.....	56
Tabla 18.- Análisis elemental la figura 43.....	58
Tabla 19.- Análisis elemental la figura 44.....	59
Tabla 20.- Análisis elemental la figura 46.....	60
Tabla 21.- Análisis elemental la figura 47.....	60
Tabla 22.- Análisis elemental la figura 48.....	61

Bibliografía.

- 1) Wear of MgO – C refractories in EBT type furnaces experienced at Iranian Mobarakeh steel plant. Alireza Rezaie and Farhad Golestani_Fard. Iranian University of Science&Technology, Iran.
- 2) Caracterización de ladrillos refractarios de MgO – C. Camelli S.; Gorosurreta C.; Brandaleze E.; Topolevzky R. y Labadie M.
- 3) José Eulalio Contreras de León. Investigación sobre el efecto de la hercynita en la microestructura y propiedades de una combinación refractaria base MgO – CaZrO₃.
- 4) W.D. Kingery. Introduction to ceramics.
- 5) Rodrigo Puente Ornelas. Factibilidad de uso de los ladrillos refractarios Al₂O₃ y Al₂O₃ - MgAl₂O₄ en la gasificación del coque del petróleo.
- 6) Donald P. Askeland, Pradeep P. Phulé. Ciencia e ingeniería de los materiales.
- 7) Erwing Plöckinger. Electric Furnace Steel Production.
- 8) //dpi.eq.ufrj.br/ctmi2004/pdf_files/Vanesa%20Bazan%20-%20Argentina.pdf. Environmental considerations in the use of MgO – Cr refractories in pyrometallurgical process.
- 9) Handbook materials ceramics.
- 10) www.pemex.com/files/content/NRF-124-PEMEX-2007%20FINAL%2005%20Octubre%202007.pdf
- 11) Harbison – Walker, refractories company.
- 12) J.C. Chesters, steel plants refractories. 2nd. Edition 1963.
- 13) Introducción a los materiales cerámicos. Ana B. Pérez Díaz, Elena Camejo Pérez, Ramón J. Álvarez Hernández, Carlos Fortes Ortega, José Luis Galante Martín.
- 14) The Iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses. Second completely revised and extended Edition. R.M. Cornell, U. Schwertmann.
- 15) The high temperature properties of basic bricks for cement kilns with Fe₂O₃ bearing magnesia clinker. Donghan Kim, Changjung Uym, and Suengje Lee. Posco refractories & environment Co. Ltd.
- 16) An experimental study of magnesium transfer between tundish refractory lining and liquid steel. M. Boher, J Lehmann, C. Gatellier.
- 17) www.proz.com/kudoz/english_to_spanish/metallurgy_casting/1875454-slagline.html
- 18) Extending MgO refractory service life by using an MgO saturated slag in the electrical arc furnace. Jasper Kwong and James P. Bennett. Albany research center USDOE, USA.
- 19) Particle size measurements. Fundamentals, practice, quality. Henk G. Merkus.
- 20) www.fibra-salud.com/obra/9.htm

- 21) Annual book of ASTM standards 1981, part 17. Refractories, glass and other ceramics materials; manufactured carbon and graphite products.
- 22) Norma alemana DIN EN 993-5 1998, Método de prueba para formas densas de productos refractarios parte 5: Determinación de la resistencia a la compresión en frío.
- 23) Los parámetros de refractarios moldeables y prefabricados. Barromex, S.A. de C.V. Knizek I. 1989.
- 24) Magnesia silica hydrate bonded MgO castables. C. Odegard, H. Feldburg, B. Myhre.

RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Alejandro Estrada de la Vega

Candidato para el Grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería de Materiales

Tesis: Estudio sobre el efecto de micropartículas de hematita (Fe_2O_3) en refractarios base magnesia (MgO) para aplicaciones en hornos de arco eléctrico.

El Ing. Alejandro Estrada de la Vega nació en San Nicolás de los Garza, Nuevo León el día 02 de Febrero de 1980. Es hijo del Sr. Ramón Estrada Santos[†] y la Sra. Concepción de la Vega viuda de Estrada. Cursó la carrera de Ingeniero Mecánico Administrador en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León en el periodo comprendido de Agosto de 1997 y Julio del 2002. Posteriormente ingresó al programa doctoral en Ingeniería de Materiales FIME – UANL en Agosto de 2004.