CARACTERIZACIÓN DEL COMPLEJO CERÁMICO αSiC-αAl₂O₃-CaAl₄O₇ OBTENIDO POR VÍA SHS-AE

J.L.García-Jacomino^a*, G. González^b, R. Quintana-Puchol^a, M. Alvarez-Luna^a, A. Monsalve^b, R. Villalba^b

^a Centro de Investigaciones de Soldadura (CIS), Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Central "Marta Abreu" de Las Villas, Carretera a Camajuaní km 5½, Santa Clara, Villa Clara, CP. 54830, Cuba.

^bCentro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Apdo. 21827, Caracas 1020A, Venezuela

*Autor de correspondencia, email: jacomino@uclv.edu.cu

Recibido: Diciembre 2012. Aprobado: Marzo 2014. Publicado: Mayo 2014.

RESUMEN

El presente trabajo muestra los resultados experimentales al utilizar el sistema vidrio sódico-cálcico-Al-C para la obtención del complejo cerámico SiC-Al₂O₃-CaAl₄O₇ mediante el proceso SHS-AE (síntesis auto-sostenida de alta temperatura combinada con arco eléctrico). Se utilizó horno de arco eléctrico con atmósfera de argón para la reducción del contenido de sílice presente en el vidrio con aluminio. La combinación de la energía de la reacción de formación del Al₂O₃con la del arco eléctrico provee suficiente energía térmica para superar las barreras cinéticas asociadas con la reacción de formación de los componentes cerámicos. A partir de las relaciones estequiométricas de las materias primas involucradas, en polvo, se compactan en forma de pastilla y se efectúa la síntesis alcanzando una temperatura superior a los 2500 K formándose el complejo cerámico SiC-Al₂O₃-CaAl₄O₇. Las muestras obtenidas se caracterizaron por DRX y MEB-EDX confirmando la obtención simultánea de α SiC- α Al₂O₃-CaAl₄O₇.

Palabras claves: Sistema SiC-Al₂O₃-CaAl₄O₇, SHS-AE, MEB.

CHARACTERIZATION OF THE CERAMIC COMPOSITE SiC-Al₂O₃-CaAl₄O₇ THROUGH SHS-EA WAY

ABSTRACT

In the present work a study of the synthesis process of a ceramic composite SiC-Al₂O₃-CaAl₄O₇, using glass-Al-C system as raw materials, by the SHS-EA process (Self-Sustained High-Temperature Synthesis combined with an electric arc). An electric arc oven was used under argon atmosphere, to reduce the SiO₂existent in the glass with aluminum. The combination of the energy from the exothermic reaction of alumina with the electric arc allowed the threshold of the thermal energy to be overcome kinetics borders associate with formation reaction of composite. On the basis of the stoichiometric relations of the raw materials, in powder, to be pressed in pellets, the synthesis was performed reaching temperatures over 2500K, forming the composite SiC-Al₂O₃-CaAl₄O₇. The samples obtained were analyzed by XRD and MEB-EDX confirming the simultaneous production of α SiC- α Al₂O₃-CaAl₄O₇.

Keywords:SiC-Al₂O₃CaAl₄O₇System, SHS-EA, SEM.

INTRODUCCIÓN

La obtención simultánea del SiC y del Al₂O₃ -en forma de complejo mixto cerámico- por vía SHS (Self-Propagating High-Temperature Synthesis) activada por diversas vías, ha sido reportada en varios trabajos científicos [1-5]. Sin embargo es reciente la combinación de la energía del arco eléctrico sostenido durante todo el proceso SHS, para superar la barrera energética de las reacciones en la síntesis del complejo cerámico SiC-Al₂O₃[6]

Este proceso consiste en iniciar la reacción a partir de una fuente de energía externa (arco eléctrico). El calor exotérmico ayuda a que se propague a través de los

por todo el volumen y se realice reactantes energéticamente, el proceso auto-sostenido, a la vez que se mantiene aplicada la energía externa. Esta sinergia energética facilita la formación de fases simultáneas estrechamente asociadas en un corto lapso de tiempo [7]. Las características del proceso durante la reacción de los reactantes son la auto-generación de una alta temperatura (\approx 3500 K), una propagación rápida del frente de combustión (entre 5 y 10cm/s), altas velocidades de calentamiento (por encima de 10⁶K/s), y un gradiente térmico por encima de 10^7 K/cm en el frente de combustión [8]. Los valores de temperatura, velocidad de la combustión, etc. están en función directa de las características y preparación de las materias primas utilizadas y de los parámetros del proceso.

El objetivo de este trabajo se enmarca en obtener un complejo cerámico $SiC-Al_2O_3-CaAl_4O_7$ mediante el proceso SHS-AE a partir del sistema vidrio sódico-cálcico-Al-C.

MATERIALES Y METODOS

Las materias primas utilizadas fueron: vidrio sódicocálcico, carbón vegetal y aluminio

El vidrio sódico-cálcico se utiliza como fuente de silicio y oxígeno. Este juega un papel estabilizador del arco eléctrico, actuando como agente fundente en la síntesis e influye en el carácter ácido-básico de la reacción.

Proveniente de botellas de desecho doméstico, el vidrio se muele en tambor cerámico rotatorio de 250 mm de diámetro, a una velocidad de 150 rpm durante 30 minutos con 25 bolas de cerámica $\emptyset \approx 25$ - 30 mm para minimizar el efecto triboquímico y de contaminación. Para estandarizar el tamaño de partícula [9] se tamiza con malla de acero inoxidable No. 200 según ASTM E11 -09e1 (75 µm) [10], en la tamizadora sónica tipo ATM Sonic Sifter con una amplitud de vibración de 8 y en un tiempo de 10 minutos. Disminuir el tamaño del grano permite aumentar la superficie específica>360 cm²/g (aumento de energía superficial) y aumentar la reactividad-velocidad de la reacción a través de mecanismos difusivos [11].

Para obtener el carbón vegetal, las maderas fueron pirolizadas en un horno Thermoline Modelo F200 a 973 K en atmósfera de argón, con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de 283 K/min y 310 K/min, respectivamente. Cuando se alcanzan los 550 K la madera comienza espontáneamente a pirolizarse, produce carbón más vapor de agua, ácido acético y compuestos químicos orgánicos más complejos, fundamentalmente en la forma de alquitranes y gases, que consisten principalmente en H₂, CO y CO₂. El carbón vegetal se muele siguiendo el procedimiento similar al utilizado en el vidrio, pero con una velocidad trituración de 100 rpm durante 45 minutos y se tamiza con una amplitud de vibración de 10 y en un tiempo de 10 minutos con malla de acero inoxidable No. 200 según ASTM E11 - 09e1 (75 μm) [10] para estandarizar el tamaño de partícula.

El aluminio empleado es de la firma alemana Merck con una pureza $\geq 99 \%$ (aluminio para síntesis) de color gris plateado con tamaño de partícula $< 20 \mu m$. El aluminio no solo tiene la función de reducir la "sílice" presente estructuralmente en el vidrio sódico-cálcico, sino que su reacción REDOX genera una alta energía que es aprovechada en el proceso, aspecto que se abordará en detalle más adelante.

Los reactantes se pesaron en una balanza analítica digital, para una carga máxima de 200 mg y una confiabilidad de $\pm 0,05$ mg y se mezclaron en túrbula modelo WAB T2A durante 15 minutos para lograr una mezcla homogénea.

Los resultados del balance de masa en base a la estequiometria de la reacción se exponen en la tabla 1.

	-						
3(60)	4(27)	3(12)		3(40)	2(102)	Relaciór	. Molar
3 SiO ₂ +	4 A1 +	+ 3 C	\rightarrow	3 SiC	+ 2 Al ₂ O ₃	3:4:3	3:2
100	60	20		66,67	113.3		
55.56%	33.33%	11.11%		37,04 %	62.96%		
						Reactantes	Productos
2.65	2.70	2.22		3.2	4.00	2.62	3.70
7	2.5	1		9.5	9.0	4.83	9.19
	3(60) 3 SiO ₂ + 100 55.56% 2.65 7	$\begin{array}{cccc} 3(60) & 4(27) \\ \hline 3 & SiO_2 + 4 & A1 \\ \hline 100 & 60 \\ \hline 55.56\% & 33.33\% \\ \hline \hline 2.65 & 2.70 \\ \hline 7 & 2.5 \\ \end{array}$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$3(60)$ $4(27)$ $3(12)$ $3(40)$ $3 \operatorname{SiO}_2 + 4\operatorname{Al} + 3\operatorname{C} \rightarrow 3\operatorname{SiC}$ 100 60 20 $66,67$ 55.56% 33.33% 11.11% $37,04\%$ 2.65 2.70 2.22 3.2 7 2.5 1 9.5	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$

	Fabla 1	. Balance	de masa	de la	carga	de	reactantes
--	---------	-----------	---------	-------	-------	----	------------

n: factor estequiométrico

Los polvos, una vez pesados, son compactados mediante un molde de acero en una prensa hidráulica a 386 MPa, a partir del peso y dimensiones volumétricas, en 10 de las pastillas (diámetro 10 mm y altura 3 mm), se obtienen valores de densidad que oscilan entre los 1,79 y 2,05 g/cm³, con porosidades aparentes que oscilan entre los 21,92 % a 10,31 %, respectivamente. Estas porosidades dependen de la presión de compactación de la pastilla.

Esto posibilita una intimación intragranular adecuada y favorece que la reacción se propague eficientemente en todo el volumen, aumentando el rendimiento y la calidad de los productos obtenidos.

El comprimido o pastilla es colocado en crisol de grafito dentro del horno de fusión por arco eléctrico y se comienza a suministrar gas inerte (argón) al interior del horno, desplazando de esta forma el contenido de aire que se encuentra, garantizando que la reacción ocurra por vía aluminotérmica [12]. Se conecta la fuente, suministrando una corriente de 100 A y una tensión de 36 V, se establece el arco eléctrico entre los electrodos de tungsteno-crisol-pastilla. El arco se mantiene encendido durante 2 minutos.

Cuando se enfría el reactor se extrae la pastilla, se tritura manualmente en un mortero de ágata y se homogeniza. Se tamiza por malla de 325 Mesh (45 μ m) antes de ser caracterizada mediante DRX.

Las fases de los productos fueron identificadas por difracción de rayos X, empleando un equipo SIEMENSD5000 usando radiación $\lambda Cu(K_{\alpha 1}) = 1,5406$ Å, barriendo de 15° hasta 100°, con un paso de 0,02° y un tiempo de 0,43 s, la energía del tubo ajustada en 40 kV y 30 mA . El análisis de microscopia electrónica de barrido se realizó en un equipo Phillips XL30 dotado con EDX-DX4 operado desde 20 hasta 25 kV.

RESULTADOS Y DISCUSION

La composición química del vidrio sódico-cálcico se muestra en la Tabla 2, usando métodos volumétricos, gravimétricos para determinar SiO₂ Al₂O₃ y espectroscopia de absorción atómica (EAA) para determinar Na₂O y el CaO. El polvo de este vidrio presenta una densidad picnométrica experimental es de 2,05 g/cm³, una dureza de 6,5 Mohs, la capacidad calorífica de 0,85 kJ/(kg·K), conductividad térmica de 0,63 W/(m·K).

Tabla 2: Composición química del vidrio sódico-cálcico empleado.

bource cardice impreade.						
"Óxidos"	SiO ₂	Na_2O	CaO	Al_2O_3		
Valores (% en masa)	74,08	12,60	11,82	1,50		
moles	1,233	0,203	0,211	0,015		

La Figura 1 muestra el difractograma de rayos X del vidrio sódico-cálcico usado, se observan dos bandas anchas en el rango de 7° a 15° y otro más intenso entre 15° y 40°, característico de un material aluminosilicático amorfo, con un desorden atómico que propicia que las reacciones de reducción se efectúen con mayor facilidad.



Fig.1. Difractograma de rayos-X del vidrio sódicocálcico.

A partir de la composición química del vidrio sódicocálcico (Tabla 2), se calculan las relaciones molares de los óxidos y se determina la fórmula cristaloquímica hipotética del vidrio sódico-cálcico:

 $(Na_{0,407}, Ca_{0,211})[Si_{1,233} Al_{0,029}]O_{2,924}$ (1)

A partir de esta fórmula se valora el potencial reactivo de la relación O:(Si+Al) del vidrio y como base de cálculo estequiométrico para el balance de sustancias en la síntesis de la cerámica compleja.

El equipo de MEB-EDX se operó a 25 kV y se toman imágenes de electrones secundarios a 200X, que muestran la morfología de los granos (Figura 2); así como un análisis semi-cuantitativo de los elementos químicos presentes.



Fig. 2. Imagen MEB-EDX del vidrio sódico-cálcico usado.

Acta Microscopica Vol. 23, No.2, 2014, pp. 128 - 135

Los granos tienen una morfología con caras rectas y terminaciones angulosas, típicas de estos materiales de fractura irregular concoidea, cuando son sometidos a un proceso de molienda, su tamaño $\leq 75 \ \mu m$ propicia una energía superficial que favorece su reactividad. El silicio es parte de la materia prima básica y es el ión formador del retículo desordenado del vidrio, el sodio y el calcio rompen determinados enlaces del andamiaje reticular, disminuyen la temperatura de fusión y aumentan la reactividad química.

Las dos reacciones principales involucradas en el sistema vidrio-Al-C (la parte activa de la red del vidrio expresada como: $SiO_2+0,3O$), se muestran a continuación:

$$3SiO_2 + 4Al \rightarrow 3Si + 2Al_2O_3$$

$$\Delta G_{r(2)} = -928,83 - 0,27T, (kJ/mol) [13]$$
(2)

3Si+3C→3SiC

$$\Delta G_{r(3)} = -335,30 - 0,95T, (kJ/mol) [13]$$
(3)

Estas reacciones se pueden expresar como:

$$3SiO_{2}+4Al+3C \rightarrow 3SiC+2Al_{2}O_{3}$$
$$\Delta G_{r(4)}=-1264,13 - 1,22T, (kJ/mol) [13]$$
(4)

En ausencia de oxígeno libre atmosférico, la reducción del SiO_2 del vidrio se realiza por la reacción exotérmica del aluminio acorde con la Ecuación (2) y este calor generado por la oxidación del aluminio propicia la formación del SiC acorde con la Ecuación (3). No se descarta la concurrencia de reacciones de ecuación:

 $\Delta G_{r(3.1)} = 493,67 - 0,15T,(kJ/mol)$ [13]

Si la reducción del SiO₂ ocurre por vía carbotérmica (Ecuación 5) desprende CO (debido a la alta temperatura que circunda al sistema), que es además, un agente reductor e influye en el rendimiento final de la reacción. Para conocer la probabilidad de que la reacción de reducción del vidrio ocurra por vía carbotérmica o por vía aluminotérmica, se calcula la variación de la energía libre en función del incremento de la temperatura (Figura 3).

(5)



Fig. 3. Gráfico de Energía Libre respecto a la Temperatura para las reacciones de reducción por vía aluminotérmica (2) y carbotérmica (3) en el sistema vidrio sódico-cálcico-Al-C.

En la Figura 3 se puede observar que a temperatura ambiente (298 K), las condiciones termodinámicas para que ocurra la reducción del vidrio por vía aluminotérmica, según la Ecuación (2), son probables, ya que $\Delta G < 0$ y en el caso de la reducción por vía carbotérmica, según la Ecuación (5), sería muy poco probable, pues $\Delta G > 0$. A esta temperatura existe probabilidad que ocurra la reacción (2), pero la velocidad de la reacción sería muy lenta, provocando que la eficiencia del proceso sea baja.

Al aplicar el arco eléctrico (AE) a la pastilla de reactantes, se incrementa la temperatura violentamente y se alcanzan los 933 K casi instantáneamente, temperatura a la que funde el aluminio. En la Figura 3 se observa que para esta temperatura, ($\Delta Gr_{(2)} \ll \Delta Gr_{(3)}$) por lo que queda demostrado, desde el punto de vista termodinámico, que la reacción REDOX va a efectuarse preferentemente por vía aluminotérmica. El difractograma de rayos X de los productos finales de la síntesis empleando la relación molar (RM) 3:4,2:3 (estequiométrica, según la Ecuación 4), se muestra en la Figura 4. Se observa un producto multifásico, complejo, compuesto fundamentalmente por Al₂O₃, SiC, Si, SiO₂ y CaAl₄O₇. En la Tabla 3 se muestran las reflexiones principales identificados en el difractograma.

Tabla 3. Reflexiones principales y fases asociadas.

141	<i>Ma</i> 0. Itel	nexiones p	interputes y luses usoeludus.
No.	d (Å)	Int. Rel. (%)	Fase
1	4,4531	14,59	CaAl ₄ O ₇
2	3,5094	100,00	Al ₂ O ₃ ; CaAl ₄ O ₇
3	3,1430	57,84	Si
4	3,0870	22,69	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
5	2,8821	16,80	CaAl4O7
6	2,7566	42,74	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
7	2,7122	30,06	CaAl ₄ O ₇
8	2,6290	44,17	SiC
9	2,5967	65,70	CaAl ₄ O ₇
10	2,5538	32,05	Al ₂ O ₃
11	2,5216	36,11	SiC; CaAl ₄ O ₇
12	2,4783	81,73	SiO ₂
13	2,4392	12,72	CaAl ₄ O ₇
14	2,3824	19,17	Al ₂ O ₃ ; CaAl ₄ O ₇
15	2,3398	14,98	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
16	2,2830	8,98	SiO ₂
17	2,1857	38,98	SiC; SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
18	2,0875	51,01	Al ₂ O ₃ ; CaAl ₄ O ₇
19	2,0120	26,68	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
20	1,9658	10,61	CaAl ₄ O ₇
21	1,9235	59,09	Si; SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
22	1,8698	15,66	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
23	1,8014	12,86	CaAl ₄ O ₇
24	1,7642	8,72	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
25	1,7419	24,03	Al ₂ O ₃ ; CaAl ₄ O ₇
26	1,6377	21,30	Al ₂ O ₃ ; Si; SiO2; CaAl ₄ O ₇
27	1,6034	48,09	Al ₂ O ₃
28	1,5745	16,66	SiO ₂
29	1,5414	39,37	SiC; Al ₂ O ₃ ; SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
30	1,5352	37,78	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
31	1,5154	12,90	Al_2O_3 ; $CaAl_4O_7$
32	1,4572	5,56	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
33	1,4061	13,47	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
34	1,3912	15,93	CaAl ₄ O ₇
35	1,3758	34,41	SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
36	1,3146	23,57	SiC; SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
37	1,2439	6,71	Si; CaAl ₄ O ₇
38	1,1895	4,40	Al ₂ O ₃ ; SiO ₂ ; CaAl ₄ O ₇
39	1,1088	5,47	Si; CaAl ₄ O ₇
40	1,0430	11,08	SiC; Si

El contenido de los componentes abrasivos en la cerámica compleja puede oscilar entre 50 y 60 %. El resto de los componentes (SiO₂ y Si) constituyen abrasivos de menor categoría. En general esta cerámica, por su composición fásica, presenta una dureza promedio de 8 en la escala de Mohs [14], lo que significa un abrasivo de dureza típica de amplio espectro de

utilización como polvo abrasivo para devastar metales o como pasta para bruñirlos.

La presencia del corindón (α -Al₂O₃), (Referencia: 01-1296), confirma la ocurrencia de la reacción REDOX por vía aluminotérmica, según la Ecuación (2). La formación de CaAl₄O₇ (dialuminato de calcio), (Referencia: 023-1037), que se obtiene por la recombinación del CaO presente en la red del vidrio con el óxido de aluminio, confirma la predicción de la posibilidad de formación de espinelas, las cuales no constituyen impureza por su alta dureza.

La presencia de la fase SiO₂, (Referencia: 01-083-1413), es indicador de que las reacciones previstas ocurren parcialmente, además de que sucede un fenómeno de reordenamiento atómico, pues los tetraedros [SiO4]⁴⁻, formadores de la red tectosilicática amorfa del vidrio, van a tomar posiciones ordenadas a mayor alcance (estado cristalino).

Este comportamiento probablemente ocurre por dos factores: el primero relacionado directamente con la reacción REDOX, pues el aluminio al reducir el vidrio en una primera etapa, forma preferentemente Al_2O_3 y una parte de éste interactúa con el CaO, que se encontraba en forma iónica como estabilizante de los oxígenos puentes, formando Ca Al_2O_4 (monoluminato de calcio). A temperaturas superiores \approx 1473,15 K estos dos compuestos reaccionan entre sí formando definitivamente

el CaAl₄O₇ [15]. El segundo factor estrechamente relacionado con el primero, se debe a que simultáneamente, los cationes de $R-O-SiO_2^-$ (radical de la cadena silicática) o anión complejo tienden a formar estructuras estables.

El escaso contenido de O_2 del argón y el ocluido en los poros de la pastilla interacciona a las temperaturas presentes con el C formando CO. La otra fuente, de obtención del CO es la interacción del carbono con el SiO₂, formado tanto en estado líquido, como sólido.

Con el incremento de la temperatura, se puede inferir una competencia de los elementos reductores (Al y C) por el oxígeno, donde el aluminio es el agente iniciador y el carbono finaliza el proceso con la formación de SiC.

La fase SiC, constituye el producto de menor cantidad, (Referencia: 00-031-1232), se forma preferentemente a altas temperaturas por la infiltración del Si₁, en el carbón vegetal. El rendimiento es consecuencia directa de que parte del silicio no reacciona, quedando en estado libre y en forma de sílice.

La presencia de Si y SiC es indicador del desarrollo de la reacción de reducción del vidrio por parte del aluminio y del rendimiento de la reacción de formación de la fase SiC, este último aspecto está relacionado posiblemente por la insuficiencia del carbón vegetal, lo que indica que se debe aumentar la cantidad de carbono.



Fig. 4. Difractograma de rayos-X del producto de la síntesis del sistema vidrio sódico-cálcico-Al-C con relación molar 3:4,2:3.

En la Figura 5, se muestra un análisis más detallado (MEB-EDX) de los granos del producto final de la síntesis (a) y (b), así como un análisis semi-cuantitativo (c) de un área determinada ($\approx 400 \ \mu m^2$). Se observa la morfología de los granos (Figura 5 (a)) donde predominan las caras rectas y ángulos agudos, típicos de la fractura de este tipo de material, con una distribución irregular de los tamaños de granos ($\approx 1,5 - 35 \ \mu m$). En la Figura 5 (b) se observa que los pequeños granos tienen una morfología similar a las de mayor tamaño, con bordes y superficies irregulares producida por la fractura frágil durante el proceso de trituración.

Acta Microscopica Vol. 23, No.2, 2014, pp. 128 - 135

El análisis por EDX (Figura 5 (c)) muestra los elementos presentes (C, O, Al, Si y Ca) en rangos de valores (Wt-% y At-% expresados en porcientos de masa y atómico del elemento respectivamente), que indican la presencia en los productos de la síntesis y reafirma la volatilización total del sodio como Na₂O. La presencia de Au se debe a que las muestras fueron cubiertas por vaporización con este elemento altamente conductor y cuyo espesor afecta muy poco las relaciones másicas y atómicas de todos los productos.



Fig. 5. Micrografía de electrones secundarios (a) y (b) con EDX (c) del producto final de la reacción del sistema vidrio sódico-cálcico-Al-C con relación molar 3:4,2:3

CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos se concluye que el uso de vidrio sódico-cálcico constituye una fuente activa para la síntesis del complejo cerámico por su carácter dual como portador de los elementos básicos (Si y Ca) y oxidante lo que permite alcanzar en el proceso (SHS-AE) una temperatura superior a los 2500 K en 2 minutos.

La caracterización mediante DRX y MEB-EDX corroboran la obtención del complejo cerámico SiC- Al_2O_3 -Ca Al_4O_7 mediante el proceso SHS-AE con relaciones estequiométricas de los reactantes y aunque persisten fases de Si y SiO_2 , estas pueden ser disminuidas con el incremento de carbono en la mezcla inicial.

AGRADECIMIENTOS

A los compañeros del Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), por sus importantes aportes en la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

 Bandyopadhyay, D., L.C. Pathak., I. Mukherjee., S.K. Das., R.G. Ganguly., and P. Ramachandrarao., (1997)

Fabrication of Al2O3-SICW in situ composite through a new combustion technique. *Journal of the American Ceramic Society*, **32**(1):75-82.

- [2] Lee, J.H., C.Y. An, C.W. Won, S.S. Cho, and B.S. Chun,(2000) Characteristics of Al2O3–SiC composite powder prepared by the self-propagating hightemperature synthesis process and its sintering behavior. *Materials Research Bulletin*, **35**(1):945-954.
- [3] Pathak, L.C., D. Bandyopadhyay, S. Srikanth, S.K. Das, and P. Ramachandrarao, (2001) Effect of Heating Rates on the Synthesis of Al2O3-SiC Composites by the Self-Propagating High-Temperature Synthesis (SHS) Technique. *Journal of the American Ceramic Society*, 84(5):915-920.
- [4] Kim, S.-B., (2002) Synthesis of Al2O3/SiC composites by the SHS microwave heating process. *Metals and Materials International*, 8(5):455-458.
- [5] Podbolotov, K., SHS in the Al-SiO2-C system: The effect of additives. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 2010. 19(4): p. 244-252.
- [6] García-Jacomino, J.L., G. González, R. Quintana-Puchol, R. Villalba, and A. Monsalve, (2009) Caracterización de la Ceramica Compuesta SiC-Al2O3 Obtenida Mediante Proceso EA-SHS Acta Microscopica, 18(C):243 - 244.
- [7] Garcia-Jacomino, J.L., I.G.D.L. Fuente, G. González, and R. Quintana-Puchol, (2009) Obtención y Caracterización del Compuesto Cerámico SiC-Al2O3 a Partir de Mineral de Cuarcita y Carbón Vegetal Mediante Proceso Aluminotérmico con Asistencia del Arco Eléctrico (PA+EAE). *QUIMICA HOY, Chemistry Sciences*, 1(0):48-53.
- [8] Lee, J.H., S.K. Ko, and C.W. Won, (2001) Sintering behavior of Al2O3-TiC composite powder prepared by SHS process. *Materials Research Bulletin*, 36: p. 989-996.

Acta Microscopica Vol. 23, No.2, 2014, pp. 128 - 135

- [9] Hernández, R.J., (2005)Utilización de aluminosilicatos cubanos no tradicionales en la vidrio fabricación de sódico-cálcico, in Departamento de Materiales., IMRE: Ciudad Habana.
- [10] ASTM, Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes. 2009, ASTM International: West Conshohocken, Pennsylvania 19428-2959, United States.
- [11] Vaniukov, A.V., Teoría de los procesos pirometalúrgicos, ed. Metalurgia. 1973.
- [12] García-Jacomino, J.L., G. González, R. Quintana-Puchol, R. Villalba, and A. Monsalve, (2009) Obtención y Caracterización del Compuesto Cerámico SIC-AL2O3 a Partir de Mineral de Cuarcita y Carbón Vegetal. *Acta Microscopica*, **18**(1): p. 59-66.
- [13] Perry, R.H., D.W. Green, and J.O. Maloney, *Perry Manual del Ingeniero Químico*. Vol. 1. 2001: McGRAW-HILL. 2577.
- [14] Jacobs, F.B., *Abrasive Handbook*, ed. A. Industry. 1928, Cleveland, USA: The Penton Publishing Co. 561.
- [15] Aza, A.H.d., M. Moset, and P. Pena, (2002) Materiales de Al2O3 - MgAl2O4 - CaAl12O19 -Ca2Mg2Al28O46 obtenidos mediante un proceso de sinterización reactiva entre Al2O3 y CaMg(CO3)2. *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio*, **41**(4):361-366.