

DEFORMACION BAJO CARGA A ELEVADAS TEMPERATURAS
DE MATERIALES REFRACTARIOS

Dr. Angel R. Rossini

Dr. Luis A. Mennucci

Tco. Qco. Juan Devoto Ramos

INTRODUCCION

La refractoriedad bajo carga, denominación con que también se conoce este ensayo, es una medida de la resistencia a la deformación que presenta un material refractario, cuando se lo somete a una carga constante y se va elevando progresivamente la temperatura. Es un ensayo tecnológico que permite conocer la temperatura a la cual el material refractario pierde su valor soporte. Este tipo de ensayo, descripto originalmente en la norma alemana DIN 1 064, tiene gran difusión en el continente europeo y ha sido adoptado, utilizando un sistema de medida diferencial, por la "International Organization for Standardization" (ISO), en su proyecto ISO/TC 33/WG2, del mes de octubre de 1967. La técnica de ensayo desarrollada en el LEMIT, permite obtener datos de deformación bajo carga similares a los de la norma ISO utilizando los antiguos equipos diseñados de acuerdo con la norma DIN 1 064.

OBJETO DEL TRABAJO

Debido a la necesidad de obtener valores de refractoriedad bajo carga, similares a los sugeridos por el proyecto ISO/TC 33/WG2, utilizando los equipos diseñados según norma DIN 1 064, se ha desarrollado un método de trabajo que permite adaptar, dentro de ciertos límites, los antiguos equipos a las exigencias de las normas ISO.

Con el método de ensayo propuesto, se han obtenido valores de aplastamiento bajo carga, en algunas arcillas refractorias argentinas y en los chamotes elaborados con ellas, con el objeto de conocer sus temperaturas de deformación.

También se realizaron ensayos sobre ladrillos sílico-

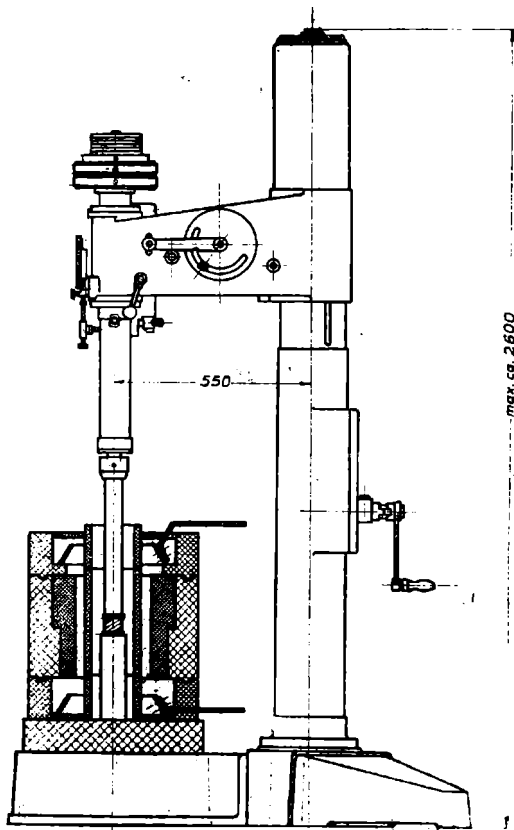


Fig. 1

Esquema del equipo
utilizado

aluminosos de fabricación nacional. Se presentan los resultados obtenidos con ambas técnicas para hacer notar sus diferencias.

PARTE EXPERIMENTAL

El equipo empleado es de fabricación alemana y ha sido construido de acuerdo a la norma DIN 1 064, por "Chemisches Laboratorium für Tonindustrie". Se utilizó sin modificaciones; pero se efectuó una calibración para conocer la dilatación que sufren las barras de carbón (grafito) durante el ensayo. En la figura 1, se observa un corte del horno de ensayo.

El horno se calienta eléctricamente, mediante una re-

sistencia de carbón granulado, a una velocidad de 8 a 10 °C/min, mediante control manual del transformador.

La probeta, es un cilindro de 50 mm de altura por 50 mm de diámetro, cortado mediante barreno diamantado de una pieza refractaria, o bien moldeada por prensado en semi-seco de una arcilla o mezcla refractaria cruda.

La carga de deformación es de 2 kg/cm^2 , transmitida directamente por el juego de pesas, a través de la barra de carbón superior, la probeta queda ubicada en la zona central del horno, apoyada sobre una columna inferior, también de carbón. Solidario a la columna de transmisión de la carga existe un mecanismo que transmite los movimientos de la misma a un dilatómetro de lectura directa y a un sistema registrador del movimiento en función del tiempo.

La temperatura del interior del horno y de la probeta se miden mediante una termocupla de Pt-Rh 18 %-Pt, que conectada a un registrador milivoltimétrico sincronizado con el registrador de movimiento permite automatizar el sistema de lecturas del equipo. La termocupla se coloca en la parte central de la probeta y lo más próxima posible a su superficie.

CALIBRACION DEL EQUIPO

Con el objeto de conocer las variaciones de longitud que sufre la probeta, independientemente de las elongaciones de las barras de carbón, cuando se mide el conjunto de ambos movimientos provocados por la elevación de la temperatura y la carga soportada, es necesario realizar una calibración con una probeta de dilatación conocida, que no experimente aplastamiento durante el ensayo. Para ello se empleó una probeta de ladrillo sílico, marca "Star" procedente de los Estados Unidos de Norteamérica, cuya dilatación absoluta fue medida hasta 1500°C mediante un dilatómetro automático (1).

En la figura 2, se graficaron el dilatograma de la

probeta de calibración (curva A) y la curva de deformación (B), del conjunto probeta-barras de carbón obtenida, en las condiciones de ensayo, con el equipo de deformación bajo carga. La diferencia entre las curvas A y B, expresada en dilatación por ciento a cada temperatura, es el valor de la dilatación de las barras de carbón en las condiciones de trabajo. Estos valores se restarán a los gráficos de aplastamiento obtenidos con el equipo según norma DIN 1 064, para obtener el valor real de aplastamiento de la probeta.

La tabla I, expresa en forma comparativa las principales variables de las técnicas de ensayo DIN, ISO y LEMIT, presentada en este trabajo.

Durante el ensayo se obtienen una serie de medidas de dilatación o aplastamiento y sus temperaturas correspondientes, con estos datos se calculan en por ciento los movimientos experimentados por el conjunto probeta-barras de carbón, a los que se les restan los valores respectivos de calibración. Con los resultados se traza un gráfico como el de la figura 3, sobre el que se marcan los puntos correspondientes a 600 y 900°C, los que se unen por una línea recta, que se tomará como base para los cálculos de los porcentajes de aplastamiento. Si alguna parte de la curva de aplastamiento supérase esta línea, la línea de base definitiva será una paralela a ella que pase por el punto máximo de dicha curva. De la misma manera que en la norma ISO indicaremos tres temperaturas en las cuales el aplastamiento alcanza el 0,5, el 2 y el 5 % del valor original de la probeta.

En la figura 4, puede observarse el gráfico de aplastamiento de un ladrillo sílico aluminoso, obtenido según norma DIN 1 064, del mismo, transformando la deformación expresada en milímetros a por ciento, y restando para cada temperatura los valores de calibración se obtiene la figura 3. La comparación de ellas demuestra inmediatamente el error sistemático que se comete, al no considerar la dilatación de las barras de carbón.

T. A. B. L. A. I

CUADRO COMPARATIVO DE LAS DISTINTAS TÉCNICAS DE ENSAYO

| Técnica | Medida de la deformación | El aplastamiento se expresa en: | Carga (kg/cm ²) | Veloc. de calentamiento (°C/min) | Se indican tempe- raturas a aplas- tamientos de: | Transmisión de la carga mediante: | Medida de la temperatura en la probeta |
|---------|--------------------------|---------------------------------|-----------------------------|----------------------------------|--|-----------------------------------|--|
| DIN | Total | mm | 2 | 8 | 0,5 y 20 mm | Barras de Carbón | Exterior |
| ISO | Diferencial | % | 2 | 4 | 0,5-2 y 5 % | Tubos de Alúmina | Interior |
| LEMIT | Diferencial Indirecta | % | 2 | 8-10 | 0,5-2 y 5 % | Barras de Carbón | Exterior |

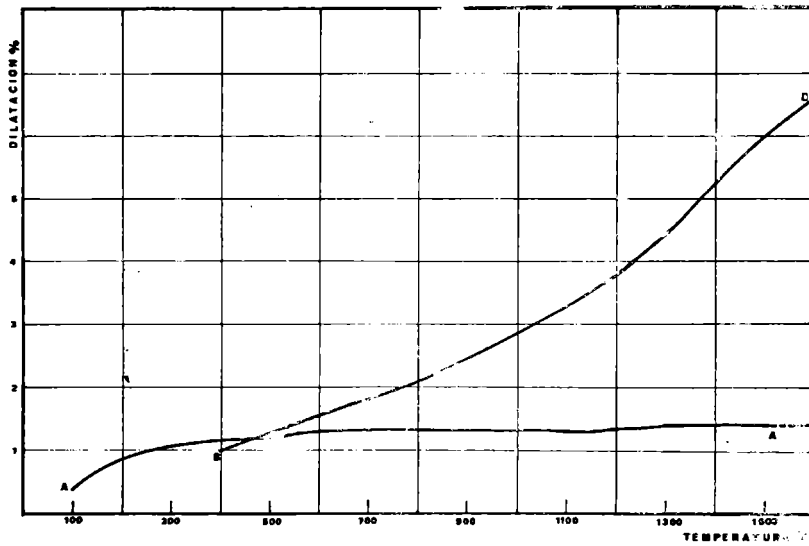


Fig. 2
Gráficos de calibración

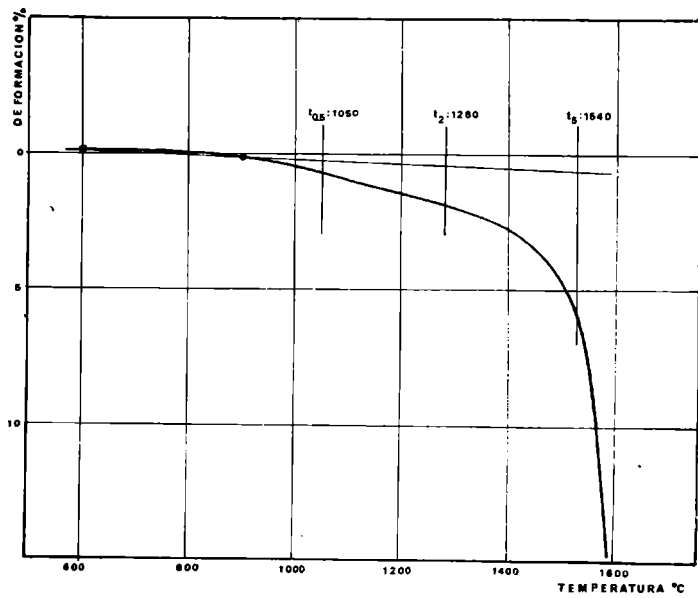


Fig. 3
Curva de aplastamiento según norma ISO
adaptada por LEMIT

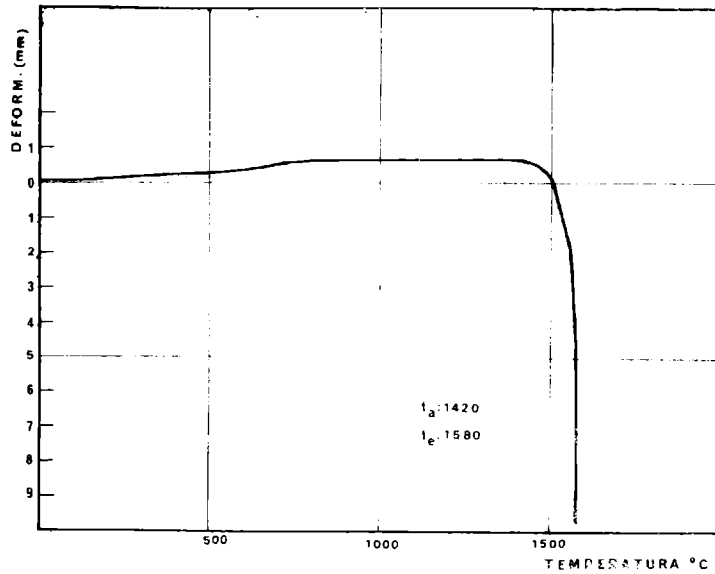


Fig. 4

Curva de aplastamiento según norma DIN 1 064

APLICACION DE LA TECNICA PROPUESTA

a) Sobre arcillas refractarias

La arcilla refractaria generalmente está constituida por caolinita, cuarzo e impurezas. La calcinación de este material a temperaturas superiores a $1\ 200^{\circ}\text{C}$ da un producto, conocido industrialmente como chamote, que está formada por mullita, cristobalita y fase vítrea. Las impurezas en la mayoría de los casos son silicatos poco refractarios que contienen cantidades variables de cationes Fe^{++} , Fe^{+++} , Ti^{++++} , Ca^{++} , Mg^{++} , Na^{+} y K^{+} , los que durante el tratamiento térmico funden o reaccionan total o parcialmente dando origen a una fase vítrea, que aglomera los componentes cristalinos del chamote, de la viscosidad y cantidad de esta fase vítrea dependerá la resistencia a la deformación bajo carga a alta temperatura, del material en estudio.

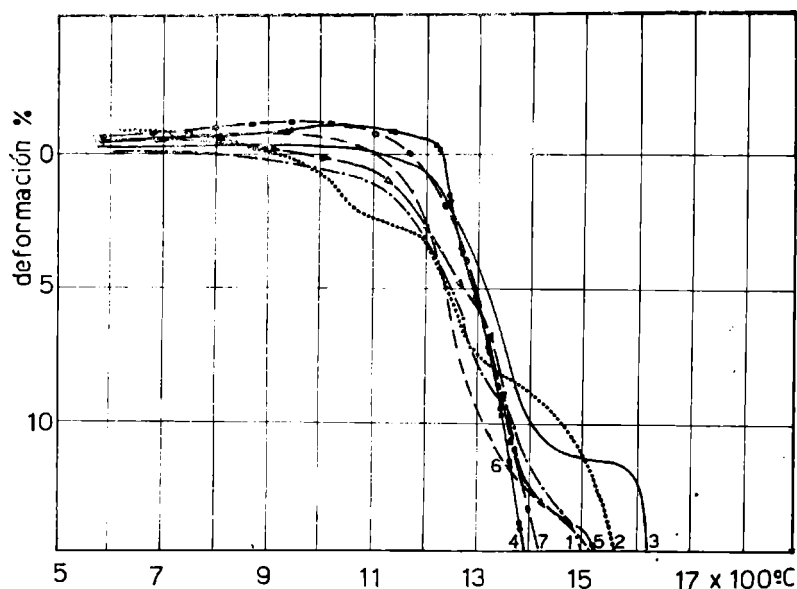


Fig. 5

Curvas de aplastamiento de arcillas refractarias crudas

Todos los chamotes refractarios, elaborados a partir de arcillas, contienen cristobalita, aunque se utilicen arcillas libres de cuarzo, debido a la liberación de sílice que se produce durante el proceso de mullitización (2 - 3).

Se estudiaron siete arcillas refractarias argentinas, seleccionadas entre las más representativas de las actualmente en uso, las características físico-químicas de las mismas se encuentran en las tablas II y III.

Las muestras se molieron hasta pasar malla ASTM nº 70, y se elaboraron probetas por prensado a 400 kg/cm^2 , con una humedad del 8 % (4), las medidas normalizadas corresponden a un cilindro de 5 cm de diámetro por 5 cm de altura.

Se prepararon 4 probetas de cada arcilla, dos de las cuales fueron secadas a 100°C (muestras crudas) y las otras dos se calcinaron a 1450°C durante 5 h (muestras calcinadas). Los resultados de estas dos series de ensayos permiten comparar la resistencia a la deformación bajo carga del material crudo y cocido (chamote).

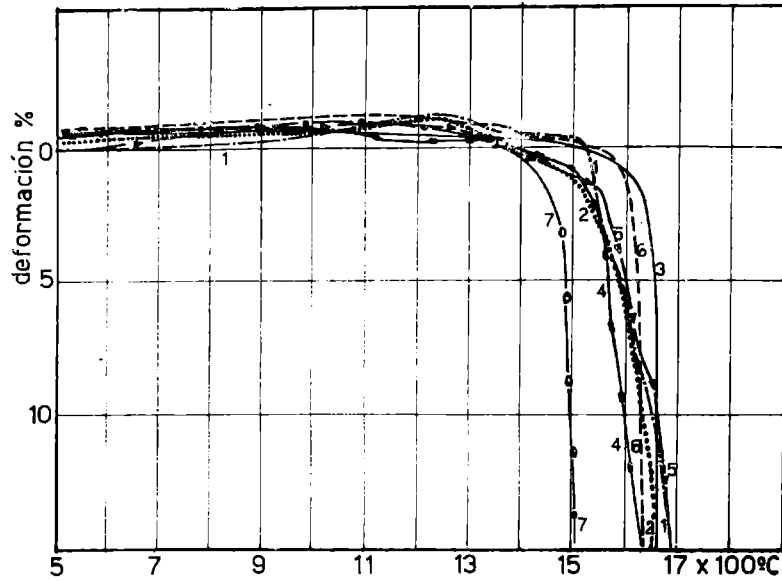


Fig. 6

Curvas de aplastamiento de arcillas calcinadas

REFERENCIAS. Fig. 5 y 6

| | | |
|---------------------|---------------|---|
| Amaná Gris | ----- | 1 |
| Claraz | | 2 |
| López | ———— | 3 |
| Barker | —••••• | 4 |
| Norquinco | —▷▷▷▷▷ | 5 |
| Plástica de Neuquén | — — — — — | 6 |
| Chapadmalal | —○—○—○—○—○—○— | 7 |

La figura 5 permite observar el comportamiento de las arcillas crudas, y la figura 6 el de las arcillas calcinadas.

En la tabla IV se dan las temperaturas correspondientes de acuerdo con la norma ISO adaptada por el LEMIT.

b) Sobre ladrillos sílico-aluminosos:

Se ensayaron cinco ladrillos refractarios sílico-alu-

T A B L A II

COMPOSICION QUIMICA Y C.P.E. DE LAS ARCILLAS ESTUDIADAS

| Arcilla Nº | Denominación | Pérdida por cal- cinación a 960°C - % | SiO ₂ % | Al ₂ O ₃ % | Fe ₂ O ₃ % | TiO ₂ % | CaO % | MgO % | Na ₂ O % | K ₂ O % | C.P.E. | Temperatura Equivalente °C |
|---------------|------------------------|--|-----------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|-----------------------|----------|----------|------------------------|-----------------------|--------|----------------------------------|
| 1 | Amaná | 14,20 | 42,00 | 38,90 | 1,10 | 1,40 | 0,50 | 0,30 | 0,35 | 0,50 | 33/34 | 1743/1755 |
| 2 | Claraz | 13,20 | 43,50 | 37,00 | 1,20 | 3,10 | 0,40 | 0,20 | 0,10 | 1,40 | 32/33 | 1717/1743 |
| 3 | López | 11,30 | 49,00 | 35,40 | 1,80 | 1,30 | ---- | ---- | 0,32 | 1,80 | 32/32½ | 1717/1724 |
| 4 | Barker | 8,00 | 46,40 | 35,50 | 1,60 | 1,40 | 0,80 | 0,40 | 0,50 | 4,50 | 31/32 | 1685/1717 |
| 5 | Norquincó | 13,30 | 44,00 | 36,00 | 1,50 | 1,80 | 2,50 | ---- | 0,50 | 0,20 | 32½/33 | 1724/1743 |
| 6 | Plástica de Neuquén | 9,50 | 58,40 | 25,00 | 3,20 | 0,60 | 0,50 | 0,30 | 0,40 | 1,40 | 26/27 | 1621/1640 |
| 7 | Chapadmalal | 6,80 | 65,00 | 23,20 | 0,50 | 1,20 | ---- | ---- | 0,32 | 2,30 | 26/27 | 1621/1640 |

T A B L A III

COMPOSICION MINERALOGICA ESTIMADA POR DIFRACCION DE RAYOS X

| Arcilla Nº | Denominación | Caolinita % | Halloisita % | Illita % | Pirofillita % | Montmorillonita % | Cuarzo % | Feldespatos % | Observaciones |
|---------------|---------------------|----------------|-----------------|-------------|------------------|----------------------|-------------|------------------|---------------------------------------|
| 1 | Amaná | 90-95 | --- | --- | --- | --- | Rastros | Rastros | Contiene material carbonoso |
| 2 | Claráz | 85-90 | --- | --- | --- | --- | 5-10 | --- | --- |
| 3 | López | 85-90 | --- | 5-10 | --- | --- | 5-7 | --- | --- |
| 4 | Barker | 50-60 | --- | 20-25 | 15-20 | --- | --- | --- | --- |
| 5 | Norquincó | 40-60 | 30-50 | Rastros | --- | --- | --- | Rastros | --- |
| 6 | Plástica de Neuquén | 40-50 | --- | --- | --- | 15-20 | Rastros | --- | Elevado contenido de material amorfo. |
| 7 | Chapadmalal | 40-50 | --- | 20-30 | --- | --- | 10-15 | --- | --- |

T A B L a . IV

RESULTADOS OBTENIDOS SOBRE ARCILLAS

| Arcilla Nº | Denominación | Arcilla Cruda | | | Arcilla Calcinada a 1 450° C | | |
|---------------|---------------------|---|-------|-------|---|-------|-------|
| | | Temperaturas de aplastamiento en ° C 0,5 % | 2 % | 5 % | Temperaturas de Aplastamiento en ° C 0,5 % | 2 % | 5 % |
| 1 | Amaná | 1 075 | 1 175 | 1 265 | 1 325 | 1 515 | 1 565 |
| 2 | Claráz | 975 | 1 060 | 1 130 | 1 310 | 1 480 | 1 575 |
| 3 | López | 1 135 | 1 235 | 1 315 | 1 530 | 1 635 | 1 660 |
| 4 | Barker | 1 165 | 1 235 | 1 280 | 1 375 | 1 530 | 1 570 |
| 5 | Marquincó | 1 075 | 1 190 | 1 290 | 1 290 | 1 475 | 1 580 |
| 6 | Plástica de Neuquén | 1 075 | 1 175 | 1 235 | 1 300 | 1 520 | 1 625 |
| 7 | Chapadmalal | 1 060 | 1 180 | 1 265 | 1 225 | 1 420 | 1 480 |

T A B L A V

RESULTADOS OBTENIDOS SOBRE LADRILLOS REFRACTARIOS LITICO-ALUMINOSOS

| Ladrillo | Norma DIN 1 064 | | Norma ISO adaptada : | | LEMIT | C.P.E. | Temperatura Equivalente °C | Módulo kg/cm ² | Porosidad % |
|----------|--------------------------------|------------------------------|----------------------|-------|-------|--------|----------------------------|---------------------------|-------------|
| | t _a = 0,3 mm (0,6%) | t _b = 20 mm (40%) | 0,5 % | 2 % | | | | | |
| A | 1 510 | 1 660 | 1 000 | 1 225 | 1 530 | 33 | 1 743 | 68,7 | 21,8 |
| B | 1 410 | 1 585 | 1 165 | 1 415 | 1 480 | 33 | 1 743 | 57,7 | 23,6 |
| C | 1 420 | 1 580 | 1 050 | 1 280 | 1 540 | 33 | 1 743 | 102,1 | 20,3 |
| D | 1 410 | 1 570 | 1 150 | 1 385 | 1 495 | 32 | 1 710 | 65,5 | 18,9 |
| E | 1 320 | 1 450 | 1 075 | 1 310 | 1 405 | 31 | 1 683 | 98,0 | 20,0 |

NOTA: El ladrillo C corresponde a las figuras 3 y 4.

minosos para observar las diferencias entre las temperaturas de aplastamiento según norma DIN e ISO adaptada por LEMIT. En la tabla V pueden observarse los resultados obtenidos, con ciertas características físicas de los ladrillos experimentados.

DISCUSION DE RESULTADOS

a) El método propuesto permite utilizar los hornos de deformación bajo carga DIN 1 064, para obtener valores más exactos de temperaturas de aplastamiento, similares a los de la norma ISO/TC 33/WG2, ver tabla I.

b) Comparando las temperaturas de aplastamiento de un mismo ladrillo, expresadas de acuerdo a una u otra técnica se observan importantes diferencias, por lo que en todos los resultados deberá dejarse indicaca la técnica de ensayo empleada y el porcentaje de aplastamiento correspondiente a cada temperatura.

c) La calibración propuesta es válida únivamente si la probeta utilizada como patrón no sufre ningún aplastamiento durante el ensayo y si la dilatación de la misma es igual con cargas de 40 g/cm^2 , como la utilizada en el dilatómetro, o de $2\ 000 \text{ g/cm}^2$ como la empleada en el ensayo de deformación bajo carga. Estas condiciones pueden lograrse con probetas de materiales cristalinos que contengan solamente pequeñísimas cantidades de fase vítrea, como en el caso del ladrillo de sílice utilizado.

d) El sistema de calentamiento, a resistencia de carbón granulado, presenta los inconvenientes que se enumeran a continuación:

- 1) Dificil regulación de la temperatura.
- 2) Poca uniformidad de calentamiento, por formación de arcos dentro de la resistencia de carbón granulado.
- 3) Atención continúa de la resistencia de carbón gra-

nulado, para evitar en lo posible la formación de arcos.

- 4) Excesivo consumo de las barras de carbón que transmiten la carga.
- 5) Atmósfera con elevado contenido de monóxido de carbono.

e) Los porcentajes de aplastamiento expresados según norma ISO, se ven influenciados por la forma de la curva entre 600 y 900°C, por lo que pueden apreciarse discrepancias entre los valores tabulados en la tabla IV y las lecturas obtenidas directamente de las figuras 5 y 6.

f) En las muestras de arcillas crudas las manifestaciones observadas son similares a las obtenidas en dilatometría (1) ya que este ensayo es en realidad una dilatometría bajo carga. Los resultados son influenciados por la composición mineralógica, como puede apreciarse en la muestra nº 4, constituida por 20-25 % de illita que es un componente expansivo en el rango de temperaturas que va de 600 a 1 000°C.

g) Analizando las curvas obtenidas sobre materiales cocidos, se observa que las temperaturas correspondientes al 0,5 - 2 y 5 % de aplastamiento no tienen relación con las composiciones químico-mineralógicas de las arcillas. Para aplastamientos superiores al 10 % comienza a existir cierta relación entre valores de temperatura soporte y composición, como se observa en las arcillas 1-2-3 y 5, que son las más refractarias y de menor contenido en óxidos fundentes.

h) Debido a la complejidad de la fase vítrea existente en los materiales sílico-aluminosos, la cual va variando en calidad y cantidad durante el ensayo, resulta arriesgado intentar correlacionar temperaturas de aplastamiento y composición química o cristalográfica de los materiales estudiados.

BIBLIOGRAFIA

1. Rossini A. R., Mennucci L. A. y Figueras R. - Dilatometría de arcillas refractarias nacionales. LEMIT, 3-1969 (Se-

rie II, nº 141), p. 31.

2. Rossini A. R., Cohen Arazzi S. y Krenkel T. G. - Mullitización de mezclas de arcilla caolinítica e hidróxido de aluminio. Bol. Soc. Esp. Cerámica, Vol. 9, nº 5, p. 581, 1970.
3. Brindley G. W. and Nakahira. - Kaolinite-Mullite Reaction Series. J. Am. Ceram. Soc. 42 (7) 1959, p. 311.
4. Rossini A. R., Mennucci L. A. y Figueras R. - Estudio de algunas variables en la densificación de arcillas refractarias nacionales. LEMIT, 3-1970 (Serie II, nº 163), p. 3.