

# Procesamiento de materiales por medio de microondas en la FIME

Juan A. Aguilar Garib \*

## Abstract

*The aim of this paper is to introduce the facilities that exist at FIME and present some representative cases as examples of the investigation that is being conducted on processing of materials. Then an overview of the principles that support this technology and the challenges that must be faced is presented. Although several materials have been tested, this paper is focused on magnesia-alumina spinel ( $MgAl_2O_4$ ), which is a ceramic widely employed in the refractory industry.*

**Keywords:** microwaves, ceramics, materials processing, spinel.

## INTRODUCCIÓN

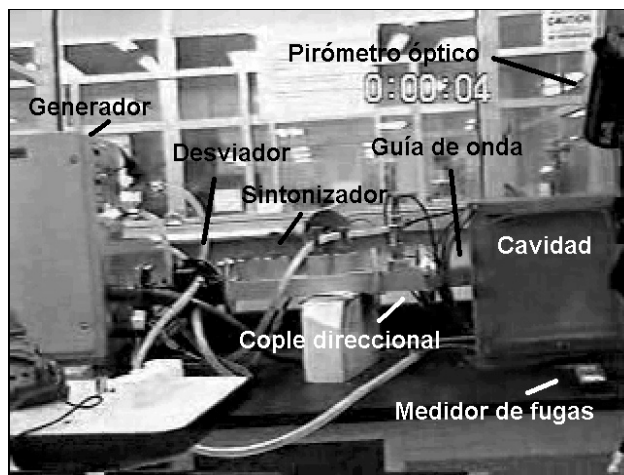
El propósito de este artículo es describir someramente el equipo para el procesamiento de materiales mediante el microondas con el que se cuenta en la FIME y presentar algunos casos que sean ejemplo de los logros alcanzados. Se presentan de modo general los principios que son la base de esta tecnología, así como los retos que deben ser enfrentados. Como ejemplo para ilustrar el tipo de investigación que se hace en la FIME se tomó el procesamiento de espinel magnesia-alúmina ( $MgAl_2O_4$ ) por su gran aplicación en la industria de los refractarios.

Las microondas corresponden a la porción del espectro electromagnético situado entre los 300 MHz y 300 GHz, pero para utilizarlas en el procesamiento de materiales se requiere una serie de equipos y accesorios, que van desde un dispositivo para generarlas y luego un sistema para conducir las hasta la muestra que se desea calentar. Se debe contar además con la posibilidad de medir la temperatura, la frecuencia y la energía

suministrada. A continuación se describe de modo general el laboratorio que existe en la FIME seguido de los aspectos básicos sobre los mecanismos que rigen el calentamiento mediante microondas.

## LA SECCIÓN DE PROCESAMIENTO DE MATERIALES MEDIANTE MICROONDAS

Esta sección se encuentra ubicada en las instalaciones del laboratorio del Programa de Doctorado en Ingeniería de Materiales de la FIME. La figura 1 muestra una imagen global del equipo existente en esta sección.



**Fig. 1.** Vista general del equipo para el estudio del procesamiento de materiales mediante microondas.

Se cuenta con dos generadores de microondas de 2.45 GHz, de potencia variable hasta 1.5 y 3 KW respectivamente. También se cuenta con guías de onda para dirigir la energía hacia la cavidad en la que se coloca la muestra, coples direccionales para

\* Profesor del Programa de Doctorado en Ingeniería de Materiales.

poder medir la eficiencia del sistema, sintonizadores para ubicar onda y desviadores o circuladores para evitar que la onda reflejada regrese al generador.

Adicionalmente se tienen dos hornos de tipo doméstico, uno de ellos instrumentado para poder medir y controlar la temperatura (Figura 2).

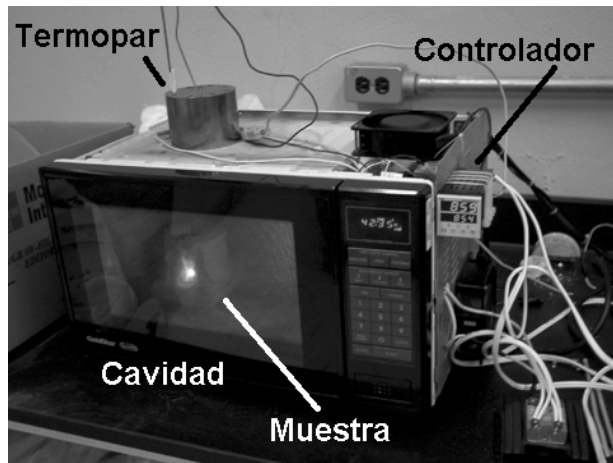


Fig. 2. Horno de microondas instrumentado en el que se aprecia una muestra calentándose.

## DESCRIPCIÓN DE LOS COMPONENTES DE UN SISTEMA DE MICROONDAS PARA PROCESAMIENTO DE MATERIALES

### Generador

Es la parte principal del equipo ya que produce las microondas a la frecuencia deseada. Para este propósito se utiliza un magnetrón que requiere mantenerse a temperatura relativamente constante para que la onda generada sea estable.

### Guía de onda

La función de la guía de onda es conducir con un mínimo de pérdidas las microondas desde el generador hasta la cavidad en la que se encuentra la muestra. El material que se coloca en la cavidad se

conoce como “carga”. La guía de onda consiste en una sección a través de la cual pasan las microondas. El tamaño depende de la frecuencia y la potencia que se desea transmitir.

### Desviador

Las microondas que se conducen por medio de una guía de onda hasta la cavidad en la que se encuentra el material que va a ser calentado pueden ser reflejadas por éste. De hecho, como la absorción de energía nunca es total, siempre se tiene una parte que se refleja y que regresa por la misma guía hasta el generador o la fuente. Esta situación daña al generador y entonces lo que se hace para evitarlo es desviar mediante un desviador, llamado también circulador (Figura 3) la onda hacia una cámara de agua que absorbe esta energía.

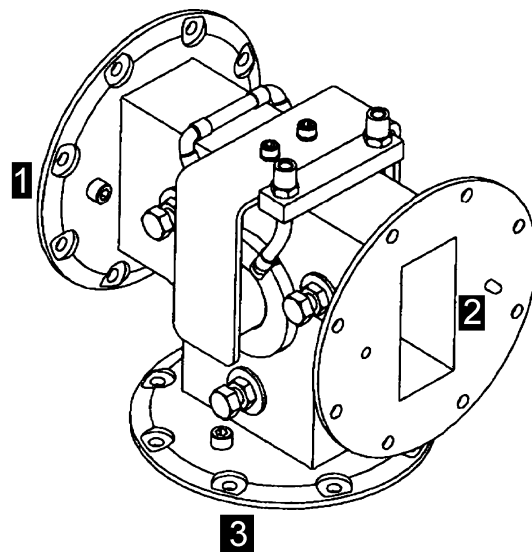


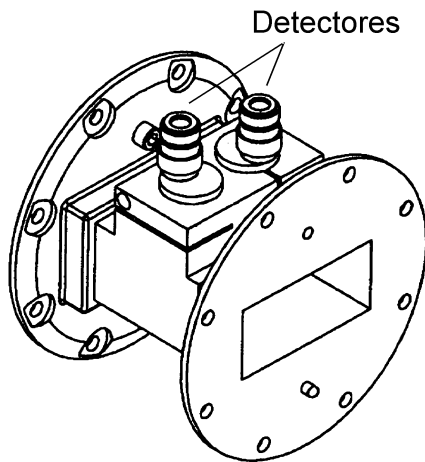
Fig. 3. Esquema de un desviador o circulador. La onda puede viajar del puerto 1 al puerto 2, pero cuando trata de viajar desde el puerto 2 hacia el 1, un campo magnético la desvía hacia el puerto 3.

### Cople direccional

Para poder estimar las propiedades dieléctricas de los materiales expuestos a microondas y hacer cálculos energéticos se requiere conocer la cantidad de energía que va desde el generador hacia la muestra y la que se refleja de ésta hacia el generador.

Para este fin se utiliza un cople direccional (figura 4), que tiene la capacidad para hacer la medición descrita. También sirve para calibrar otros dispositivos y para medir la eficiencia del sistema. También tiene la forma de la guía de onda por lo que es parte del sistema para suministrar energía.

La razón entre las energías, hacia la carga y la reflejada es suficiente para calcular la eficiencia con la que se está llevando a cabo el proceso mediante microondas.



**Fig. 4.** Esquema de un cople direccional, la onda viaja a través de la sección cuadrada pues es una guía de onda y tiene dos detectores, cada uno apunta a un extremo, de manera que se puede medir la potencia que viaja en cada dirección.

### Reflectómetro

Este dispositivo (figura 5) se coloca como parte de la guía de onda y permite medir la energía que pasa a lo largo, de manera que si se conoce la longitud de onda y los valores de potencia en cuatro puntos de los cuales se conoce su ubicación, entonces es posible describir la ubicación de la onda, de manera que se puede confirmar la función del sintonizador. También es posible hacer estimaciones de las propiedades dieléctricas del material observando el comportamiento de la onda.



**Fig. 5.** Reflectómetro con cuatro detectores (arriba) colocado como parte de la guía de onda.

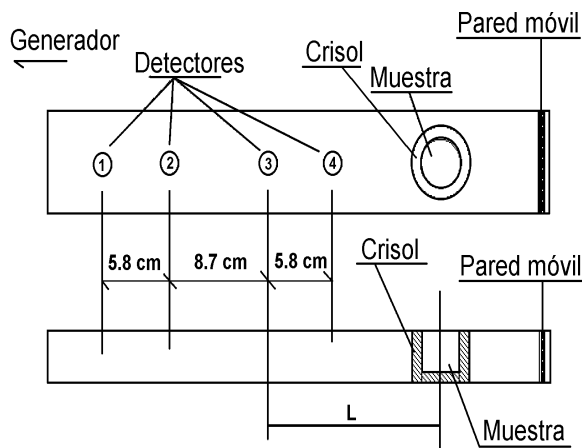
### Sintonizador

Este dispositivo permite ubicar el patrón de ondas dentro de la guía de onda o la cavidad de manera que se optimice la energía que se suministra al sistema. Se puede sintonizar la onda cambiando la longitud de la guía (figura 6) o poniendo obstáculos en ella.

### Cavidad

Es el lugar en el que se coloca el material a calentar o procesar, y es a este lugar al que llegan las microondas. Se puede utilizar un espacio cerrado como en la figura 1, o la misma guía de

onda como en la figura 6. Al mover la pared se tiene un cambio en la longitud de la guía. Dado que la onda sigue una función periódica es posible conocer el campo eléctrico en la muestra midiéndolo a una distancia  $L$  (figura 6).



**Fig. 6.** Esquema de la guía de onda utilizada como cavidad. Se muestra la ubicación de reflectómetro y de la pared móvil.

## PROCESAMIENTO DE MATERIALES MEDIANTE MICROONDAS

Una de las formas en que se explica el calentamiento de los materiales mediante microondas es relacionando la interacción del campo eléctrico y la materia, una de estas teorías se basa en que los materiales presentan un fenómeno llamado polarización, el cual consiste en la modificación de la distribución de las cargas eléctricas en un material.

Al aplicar un campo eléctrico a un material dieléctrico se origina un cambio en la orientación de la carga de las partículas, la cual induce dipolos que a su vez responden al campo aplicado. A este

fenómeno se le conoce como polarización. Existen varias formas, la polarización electrónica, que se produce al cambiar la distribución de la nube electrónica en el átomo, mientras que la polarización iónica consiste en que los iones se desplazan cambiando la interacción entre ellos. Algunos materiales cuentan con dipolos naturales, los cuales existen independientemente de la presencia del campo eléctrico. La relación que existe entre el calentamiento de los materiales y la polarización se presenta cuando se aplica un campo eléctrico alternativo a un material cuyos dipolos, ya sean naturales o inducidos, no son capaces de seguir totalmente la inversión del campo eléctrico, teniendo como consecuencia que la polarización de éstos se retrasa con respecto al campo aplicado, el resultado es que la energía se transfiere al material en forma de calor.

El mecanismo descrito se conoce como rotación dipolar, pero también puede darse calentamiento resistivo, calentamiento electromagnético y calentamiento dieléctrico. Dependiendo de la substancia, la respuesta puede deberse exclusivamente a un solo mecanismo o una combinación de ellos.

La rotación dipolar actúa sobre moléculas polares eléctricamente neutras con cargas eléctricas positivas y negativas espacialmente separadas. Las moléculas expuestas al campo responden rotando sus polos respectivos en la dirección del incremento de la amplitud del campo de microondas. La "fricción molecular" resultante genera calor instantáneamente y uniformemente a través del compuesto.

El calentamiento resistivo se provoca en conductores (o semiconductores) de conductividad relativamente baja. Dentro de éstos hay dos categorías que pueden experimentar este tipo de calentamiento cuando se exponen a energía de

microondas; (a) Aquellos materiales que tienen electrones libres o pares de electrón-vacancia, tales como el carburo de silicio, y (b) aquellos materiales que tienen suficientes iones con suficiente libertad de movimiento para generar corriente, tales como los radicales libres en soluciones electrolíticas o en matrices sólidas.

El calentamiento electromagnético ocurre en los materiales que poseen gran susceptibilidad magnética y que se exponen a la energía de las microondas. Los polos magnéticos de estos materiales se hacen rotar de una manera análoga a las moléculas polares en campos eléctricos oscilantes. Los óxidos magnéticos son un buen ejemplo de materiales en los que se presenta este fenómeno.

El calentamiento dieléctrico es una función de rotación dipolar y calentamiento resistivo. Efectos de relajación con los voltajes cargados asociados con el campo de microondas, determinan las propiedades dieléctricas y el factor de pérdida dieléctrico.

Dado que las propiedades dieléctricas son un buen indicativo de la interacción entre la onda y el material. Una manera de cuantificar la energía que absorbe un material es mediante la ecuación siguiente:

$$P = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon_r \tan(\delta) E^2 \quad (1)$$

En donde  $P$  es la potencia absorbida,  $f$  es la frecuencia,  $\epsilon_0$  es la permisividad del aire,  $\epsilon_r$  es la permisividad relativa del material,  $\tan(\delta)$  es el factor de pérdida y  $E$  es la magnitud del campo eléctrico.<sup>1</sup>

De esta ecuación se conoce con certeza únicamente la frecuencia de las microondas.

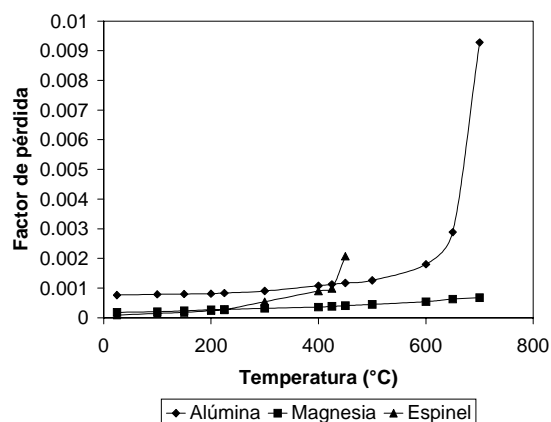
La permitividad y el factor de pérdida son función de la temperatura y deben ser calculados, en tanto que el campo eléctrico depende de la posición de la onda dentro de la muestra, pero ésta a su vez depende de la permitividad. Así resulta que aunque se cuenta con una ecuación que permite calcular la cantidad de energía que entra a un sistema el problema sigue siendo complejo.

## INVESTIGACIONES EN EL LABORATORIO DE LA FIME

A continuación se presentan algunos de los casos de estudio y las consideraciones que se enfrentaron. En este documento se utiliza el espinel  $MgAl_2O_4$  como ejemplo para mostrar parcialmente el tipo de investigación que se hace en este laboratorio. Se consideró el uso de auxiliares térmicos y aditivos. El propósito de este documento está más orientado a mostrar una metodología y una línea que a demostrar hipótesis específicas. Sin embargo en los casos que se muestran a continuación se trató de ser concluyente.

### Utilización de auxiliares térmicos para procesar materiales con microondas

Los cerámicos base alúmina, como el espinel  $MgAl_2O_4$ , son materiales que absorben las microondas de manera limitada. Sin embargo, su capacidad de absorción mejora significativamente a temperaturas alrededor de los 600 °C. Estos comportamientos pueden describirse de modo general a través del factor de pérdida ( $\tan \delta$ ) (figura 7), ya que la conversión de la energía de microondas en calor dentro del material es proporcional a este factor.



**Fig. 7.** Comportamiento del factor de pérdida ( $\tan \delta$ ) como función de la temperatura.<sup>2</sup>

Los espineles tienen la fórmula básica  $A^{2+}B_2^{3+}O_4$ . Los iones de oxígeno forman una red cúbica centrada en las caras y los iones A y B se pueden encontrar en los sitios tetraédricos y octaédricos, dependiendo del tipo del espinel.<sup>3</sup> La distribución de los cationes en los sitios tetraédricos y octaédricos en la estructura del espinel depende de las condiciones de procesamiento.<sup>4</sup> Esta distribución determina algunas de las propiedades prácticas de estos materiales.

El anión se caracteriza por un parámetro de posición, cuya magnitud exacta depende del grado de distorsión de la red. La celda elemental del espinel tiene 32 aniones, 64 sitios tetraédricos (A) y 32 sitios octaédricos (B). Los cationes ocupan solo 1/8 de los sitios A y la mitad de los sitios B. Por eso en la estructura se puede tener diferentes tipos de la distribución de los cationes, los cuales dependen de la temperatura de formación y de factores energéticos.<sup>5</sup>

Termodinámicamente el MgO y la  $Al_2O_3$  pueden reaccionar para formar el espinel  $MgAl_2O_4$  a 1200 °C.<sup>6</sup> En trabajos<sup>7</sup> se ha demostrado que la producción del espinel  $MgAl_2O_4$  mediante

microondas utilizando el grafito como auxiliar térmico es posible.

El espinel se puede tener en un intervalo de composiciones bastante amplio en el diagrama de equilibrio MgO- $Al_2O_3$  y la temperatura mínima a la que se encuentra una fase fundida es de 2135 °C.

Los resultados de esta investigación confirman que es posible producir espinel  $MgAl_2O_4$  utilizando grafito como auxiliar térmico. El comportamiento del grafito y las mezclas muestra que en efecto el comportamiento es exclusivamente el que corresponde a un auxiliar, ya que la muestra se calienta más allá de lo que el grafito podría lograr y que éste no aparece ni en solución ni formando fases. Este comportamiento sugiere que el grafito podría utilizarse como auxiliar en la reacción de otros materiales cerámicos. Para el caso del espinel se requiere de este agente para poder producirlo en el orden de horas en lugar de días.

### **Influencia de los componentes de la mezcla de inicio para obtener un material cerámico**

Aún sabiendo que la capacidad de absorción de estos materiales mejora con la temperatura, los estudios que se han llevado a cabo no han permitido dilucidar sobre argumentos tales como el efecto “catalizador” y la mejora de las reacciones químicas<sup>8</sup> y el de difusión que se argumenta que se da en algunos materiales simplemente por ser expuestos a las microondas.<sup>9</sup> Una suposición que se ha enunciado en otros trabajos<sup>10</sup> es que el contenido de alúmina tiene influencia en el grado de conversión de los reactivos alúmina y magnesia a espinel.

La ganancia de calor por microondas está relacionada con el factor de pérdida. De manera que éste se incrementa cuando hay precalentamiento y por eso se dice que la alúmina puede influir en tal comportamiento, incluso presenta el fenómeno de

corrimiento térmico, es decir, hay una temperatura en la cual la absorción de energía de microondas cambia drásticamente, elevándose la temperatura hasta el punto en que se puede sinterizar<sup>4</sup> o fundir.

Los experimentos que se llevaron a cabo para este trabajo se basaron en el planteamiento de que al aumentar la cantidad de alúmina en la mezcla de reactivos se favorece la formación de espinel,<sup>10</sup> ya que ésta es la encargada de absorber la energía en el sistema. Debido a que se tiene que observar la influencia de la alúmina en una reacción expuesta a microondas, se realizaron experimentos tanto en un horno de microondas como en un horno convencional para ver realmente cual es la influencia de la adición de la alúmina y cual es la influencia de la aplicación de microondas.

Los resultados de esta investigación permitieron decir que es posible conocer la temperatura a la cual se estaban procesando los materiales. Por otra parte se tiene una comparación realista entre los procesos de microondas y convencional.

Se conocen además las cantidades de espinel que se pueden formar en 20 minutos y a 1200 °C a partir de varias composiciones iniciales, utilizando microondas como fuente de energía y un proceso de calentamiento convencional. En cuanto al efecto catalizador se puede decir que éste está relacionado a efectos térmicos.

### **Influencia del hierro en la producción del espinel $MgAl_2O_4$**

Aquí la idea fue aprovechar el efecto que tiene el hierro, agregado como hematita, en el equilibrio químico del espinel, así como para tomar energía de las microondas. Se probaron una serie de mezclas con diferentes composiciones en el sistema  $MgO-Al_2O_3-Fe_2O_3$  y en el sistema  $MgO-Al_2O_3-Fe$  a partir de precursores  $Fe_2O_3$ ,  $Fe$ ,  $MgO$  y  $Al_2O_3$ . En trabajos anteriores las pruebas se llevaron a cabo colocando

la mezcla de reactivos en un crisol sobre un lecho de grafito como auxiliar térmico en contacto con los reactivos, en este caso éste no formó ningún compuesto nuevo. En cambio aquí, dado que la hematita puede tener reacción con el grafito, se decidió colocarlo de manera que no tuviera contacto con la mezcla de alúmina ( $Al_2O_3$ )-magnesia ( $MgO$ )-hematita ( $Fe_2O_3$ ) o alúmina ( $Al_2O_3$ )-magnesia ( $MgO$ )-hierro ( $Fe$ ).

La primera observación que se desprende de este trabajo es que la presencia del  $Fe$  influye en el calentamiento y en la morfología de las superficies de las muestras y también en el tipo de espinel que se presenta en los productos. En los lugares donde el contenido de hierro disminuye, los granos tienen menor tamaño y menor grado de sinterización. Esto hace que en estas zonas haya una mayor probabilidad de tener grietas. La presencia de defectos en los límites de granos favorece la difusión de hierro hacia esos sitios. Lo mismo se puede decir de los planos cristalinos incompletos o menos compactos. Esta situación está de acuerdo con la morfología de terrazas y escalones que se presentó en algunas muestras. En cuanto a las diferencias que se tienen cuando se utiliza hierro puro en lugar de hematita, se pueden deber a la diferencia en gradientes térmicos dentro del sistema al ser calentado por las microondas.

### **COMENTARIOS FINALES**

Como se habrá apreciado a lo largo de este escrito, la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL cuenta con la infraestructura necesaria para realizar investigación sobre el procesamiento de materiales cerámicos utilizando microondas. Se pueden hacer estimaciones energéticas, y se pueden alcanzar y medir temperaturas del orden de los 2000 °C. Por otra parte, la tarea que se ha venido realizando durante

los últimos años ha llevado a la formación de recursos humanos que tienen en su mente este método como una alternativa para suministrar energía a un sistema.

## REFERENCIAS

1. J. Thuery.- Microwaves: Industrial, Scientific and Medical Applications. Ed. Artech House, King's College, London, p.p. 103. (1992)
2. W. Wesphetal .- Tables of Dielectric Materials, Vol. VII, Laboratory of Insulation Research, MIT, Cambridge Massachusetts, (1977).
3. W. D. Kingery.- Introduction to Ceramics, Second Edition, John Wiley and Sons, U.S.A. p.p. 64, 132 (1976)
4. J, Katz, J. Blake.. Microwave Sintering of Multiple Alumina and Composite Components. Ceramic Bulletin, 70(8), 1304-1308. (1991)
5. Della Giusta, S. Carbonin, Temperature-dependent disorder in a natural Mg-Al-Fe spinel, Mineralogical Magazine, August, Vol 60, pp.603-616
6. R. West, Chemistry of Solid State and its Applications, John Wiley, , pp. 5-17 (1975)
7. J. Aguilar, J. Pearce, Study of the thermal behavior of materials exposed to microwaves achieving temperatures over 650 °C , 33<sup>rd</sup> Microwave Power Symposium, International Microwave Power Institute, Chicago, ILL. Jul., pp.47-50.(1998)
8. G. Fanslow Microwave enhancement of chemical and physical reactions. Materials Research Society Symposium Proceedings, 189, 43-48. (1991).
9. M. Janney, H. Kimrey. Diffusion-controlled processes in microwave-fired oxide ceramics. Materials Research Society Symposium Proceedings, 189, 215-227. (1991).
10. J. Aguilar, S. Salazar. Producción de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, utilizando grafito como auxiliar en el calentamiento. XX Encuentro de Investigación Metalúrgica y V Congreso Internacional en Materiales, Instituto Tecnológico de Saltillo, pp 544-555. (1998).

## RECONOCIMIENTOS

Los ejemplos que se presentaron en este artículo corresponden al tema desarrollado por el autor en conjunto con Oxana Kharissova, Ubaldo Ortiz y Zarel Valdez.

## AGRADECIMIENTOS

El autor agradece al CONACYT el apoyo otorgado para la compra de los equipos mayores y el financiamiento de estas investigaciones. Por otra parte también se reconoce el apoyo brindado por la propia Universidad a través del PAICYT para continuar con esta línea de investigación.