

1. Título del proyecto.

Láminas cerámicas obtenidas por adhesión en frío de capas delgadas de naturaleza diferente.

2. Resultados.

Durante 2018, se realizó una exhaustiva búsqueda bibliográfica sobre la naturaleza, propiedades y mecanismos de adhesión de materiales que potencialmente pudieran ser utilizados como adhesivos para unir láminas cerámicas.

En base a esta búsqueda bibliográfica, durante 2018-2020 se preseleccionaron una serie de adhesivos comerciales de distinta naturaleza química y se procedió a la determinación de sus propiedades mecánicas, en concreto, su resistencia a la cizalla mediante ensayos de compresión (esta propiedad es la más representativa de la capacidad de adhesión y cohesión de los adhesivos). Para ello, también durante 2018, se puso a punto un procedimiento experimental para la determinación de esa propiedad, mediante ensayos de compresión en una máquina de ensayos universales. Finalmente, teniendo en cuenta estos resultados, se realizó una selección final de los adhesivos, aquellos que presentaban las mejores propiedades mecánicas, con los que se elaboraron los paneles cerámicos.

Durante 2019-2020, con los adhesivos seleccionados en el paquete de trabajo 2 (aquellos que presentaban las mejores propiedades mecánicas), se elaboraron los paneles cerámicos. Para ello, previamente, se estableció el método y las variables de operación para la obtención de estos materiales multicapa. A continuación, se estableció la metodología para la evaluación de sus propiedades mecánicas más importantes como son la resistencia a la flexión, módulo elástico, carga de rotura y deformación máxima antes de rotura. Se estudió la influencia del espesor de la lámina cerámica, número y naturaleza de las capas sobre estas propiedades. Asimismo, se estudió el efecto que las distintas herramientas y procedimiento de corte ejercen sobre los paneles cerámicos.

También se llevó a cabo el desarrollo de la lámina y del recubrimiento superficial de los paneles, de altas prestaciones mecánicas. Se efectuó el estudio de las cinéticas de sinter-cristalización de diferentes fritas y de sus mezclas, algunas de ellas con altas concentraciones de circonio (composites), mediante la realización de ensayos en un microscopio de calefacción y ensayos de análisis térmico diferencial (ATD). A continuación, se determinaron las propiedades superficiales de las láminas y recubrimientos desarrollados, mediante la realización de ensayos de microdureza. Se obtuvieron paneles con estos materiales y se determinaron sus propiedades mecánicas.

A continuación, se detallan los resultados de las tareas efectuadas durante la segunda anualidad del proyecto (2019-2020).

T2.3. Determinación de las propiedades de los adhesivos.

Efecto de la naturaleza del adhesivo

Se ha estudiado el comportamiento mecánico de distintos adhesivos, tras 7 días de maduración: silicona de alta resistencia a la temperatura, poliuretano, silicona de curado rápido a temperatura ambiente, acrílico, polímeros híbrido y epoxi. En concreto, se ha determinado su resistencia a la cizalla mediante ensayos de compresión en una máquina de ensayos universales (INSTRON) (Figura 1).



Figura 1. Montaje de las probetas en el soporte de ensayo a la cizalla de la máquina de ensayos universales.

Efecto del tiempo de maduración de los adhesivos

Se determinó la resistencia a la cizalla y la fuerza de rotura de cuatro de los adhesivos comerciales preseleccionados, a distintos tiempos de maduración del adhesivo. En la Figura 2 se muestran los resultados obtenidos para el caso del poliuretano y las dos siliconas.

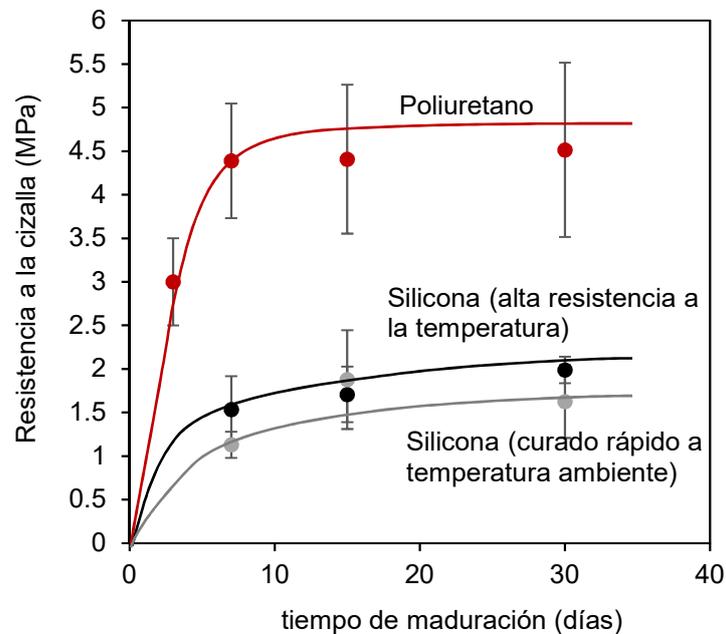


Figura 2. Evolución de la resistencia a la cizalla con el tiempo de maduración para tres adhesivos.



Del estudio de las propiedades mecánicas de los adhesivos se extrajeron las siguientes conclusiones:

- Los adhesivos epoxi y acrílico eran muy fuertes, pero extremadamente rígidos.
- El adhesivo poliuretano mostró un valor de resistencia a la cizalla elevado, para cualquier tiempo de maduración, superior a los de las siliconas (tanto la de curado rápido a temperatura ambiente como la de alta resistencia a la temperatura) y al de los polímeros híbridos.
- La resistencia a la cizalla de todos los adhesivos aumentaba con el tiempo de maduración, hasta alcanzar, para tiempos elevados (generalmente superiores a 10 días), un valor constante.
- En general, todos los adhesivos presentaban una fractura plástica y del tipo adhesivo-cohesiva. Conforme se incrementaba el tiempo de maduración, la fractura se hacía más cohesiva. La deformación máxima también aumentaba ligeramente con el tiempo de maduración siendo este aumento dependiente del tipo de adhesivo.

Así pues, los adhesivos se pueden clasificar por su naturaleza química (epoxi, poliuretano, acrílico, silicio, etc.) y también por su comportamiento mecánico (rígidos, flexibles y resistentes). Teniendo en cuenta el estudio de los adhesivos que se llevó a cabo en la primera parte de este proyecto, para la determinación del efecto del espesor, naturaleza y número de capas de los soportes cerámicos sobre sus propiedades mecánicas, se seleccionaron los siguientes adhesivos: dos flexibles, el poliuretano y la silicona de alta temperatura, y uno rígido, el epoxi.

Por otro lado, también en base a los resultados de este estudio, se seleccionó el adhesivo poliuretano para la elaboración de los paneles cerámicos e híbridos.

Paquete de trabajo N° 3. Obtención y comportamiento del material multicapa

Se desarrolló un método para la obtención de los paneles multicapa. Este consistía en la aplicación de una capa uniforme de adhesivo que cubría totalmente el envés de una de las láminas. A continuación, se colocaba sobre el adhesivo la otra lámina y se aplicaba una carga. El adhesivo que sobresalía por los bordes del conjunto se retiraba con una espátula.

Siguiendo este procedimiento se elaboraron tres tipos de paneles cerámicos:

- Cerámicos: constituidos por láminas de porcelánico
- Híbridos: constituidos por una lámina de pladur o madera y una lámina de porcelánico.
- Cerámicos avanzados: se empleó como lámina externa, composites y materiales vitrocrystalinos con excelentes propiedades químicas y mecánicas. Para ello, se estudiaron las cinéticas de sinter-cristalización de diferentes fritas y de sus mezclas, algunas de ellas con altas concentraciones de circon (composites), mediante la realización de ensayos en un microscopio de calefacción y ensayos de análisis térmico diferencial (ATD). Se determinaron sus características microestructurales por MEB-EDX y sus propiedades superficiales mediante la realización de ensayos de microdureza. Como resultado, se han elaborado tres artículos que han sido publicados en revistas científicas, de ámbito internacional y elevado índice de impacto.

- J. L. Amorós, E. Blasco, A. Moreno, C. Feliu. Mechanical properties obtained by nanoindentation of sintered zircon-glass matrix composites. *Ceramics International*.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.075>
- J. L. Amorós, E. Blasco, A. Moreno, N. Marín, C. Feliu. Sinter-crystallisation kinetics of a SiO₂-Al₂O₃-CaO-MgO-SrO glass-ceramic glaze. *Journal of Non-Crystalline Solids*. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 532 (2020) 119900.
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2020.119900>



- J. L. Amorós, E. Blasco, A. Moreno, N. Marín, C. Feliu. Effect of particle size distribution on the sinter-crystallisation kinetics of a SiO₂-Al₂O₃-CaO-MgO-SrO glass-ceramic glaze. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 542 (2020) 120148. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2020.120148>

Se determinaron las propiedades mecánicas de estos paneles multicapa mediante ensayos de flexión en tres puntos efectuados en una máquina de ensayos universales (INSTRON) (Figura 3).



Figura 3. Montaje para la realización del ensayo de flexión en tres puntos en una máquina de ensayos universales.

Del estudio del número de capas que constituían los paneles y de la naturaleza de éstas y del adhesivo empleando para la unión se obtuvieron las siguientes conclusiones:

- La fuerza de rotura aumentaba conforme lo hacía el espesor del panel, es decir, conforme se incrementaba el número de capas. Ahora bien, el ratio longitud/espesor no debe ser inferior a 16 para evitar que las tensiones de cizalla disminuyan su resistencia mecánica y módulo de Young.
- El comportamiento de los paneles multicapa, cerámicos e híbridos, durante el ensayo de flexión dependía de la naturaleza del adhesivo. En el caso de los adhesivos flexibles, como son el poliuretano y la silicona de alta temperatura, la rotura del panel se producía en varias etapas, una por cada una de las láminas que lo componían (Figura 4). Es decir, presentaban una curva carga-deformación constituida por varias etapas, cada una de las cuales estaba relacionada con la resistencia mecánica de cada lámina. A escala macroscópica, el sistema se comportaba como un material plástico.



Figura 4. Montaje para la realización del ensayo de flexión en tres puntos en una máquina de ensayos universales. Panel híbrido constituido por una lámina de porcelánico, adhesivo poliuretano y una lámina de pladur.

- Por el contrario, en el caso de los adhesivos rígidos, como el epoxi, la rotura del panel se producía en una sola etapa. Es decir, aunque poseían una mayor resistencia mecánica, su curva carga-deformación era la típica de un material elástico y rígido. La deformación alcanzada por el panel en el punto de rotura era pequeña.
- Finalmente, los paneles cerámicos obtenidos con poliuretano se sometieron a un ensayo de envejecimiento en una cámara climática, a 95% de humedad relativa y 45°C. Estas condiciones extremas no alteraron la resistencia mecánica del panel.

3. Conclusiones

Del estudio realizado se desprende que se pueden obtener paneles híbridos con buenas propiedades mecánicas compatibles con una elevada deformación antes de la rotura, empleando adhesivos flexibles comerciales (Figura 5).



Figura 5. Montaje para la realización del ensayo de flexión en tres puntos en una máquina de ensayos universales. Panel híbrido constituido por una lámina de porcelánico, adhesivo poliuretano y una lámina de pladur.