

SINTERIZACION POR MICROONDAS DE PRECURSORES CERAMICOS DE CORDIERITA OBTENIDOS POR CONSOLIDACION DIRECTA CON ALMIDON

M. L. Sandoval¹; M.H. Talou¹; P. M. de Souto²; R. H. G. A. Kiminami²; M. A. Camerucci¹

¹Laboratorio de Materiales Estructurales - División Cerámicos, INTEMA-CONICET, Fac. de Ingeniería-UNMdP. Av. Juan B. Justo 4302 (7600) Mar del Plata, Argentina.

E-mail:andcamer@fi.mdp.edu.ar

²Departamento de Ingeniería de Materiales (DEMa), Universidad Federal de San Carlos, Av. Washington Luis km 235, CEP 13565-905 San Carlos, Brasil

RESUMEN

Se estudió el sinterizado por microondas de discos precursores de cordierita (mezcla de caolín, talco y alúmina) con almidón de papa. Los discos en verde se obtuvieron por consolidación térmica de suspensiones acuosas estables de los polvos cerámicos (29,6%vol.) con almidón de papa (11,5%vol.) a 75 y 85°C, 4h; secado (50°C, 12h) y calcinación (650°C, 2h). La reacción-sinterización en microondas (potencia: 2,45 GHz; velocidad de calentamiento: 50°C/min) se realizó a distintas temperaturas (1250-1330°C) y tiempos (10-20 minutos). Con fines comparativos, se analizó el proceso de reacción-sinterización por la vía convencional (1330°C, 4h a 3°C/min). Las fases desarrolladas en función de la temperatura y el tiempo se estudiaron por DRX. Las microestructuras desarrolladas (densas o porosas) se caracterizaron por medidas de densidad, porosidad y SEM. Los resultados se analizaron en relación a las características de las materias primas, al comportamiento del almidón en agua a temperatura y a las condiciones de consolidación y de sinterización empleadas.

Palabras claves: Consolidación con almidón, Cerámicos porosos, Cordierita, Sinterización por microondas.

1. INTRODUCCION

Los cerámicos porosos requieren del diseño de distribuciones de tamaños de poros específicas para cada una de sus diversas aplicaciones (catalizadores, aislantes térmicos, entre otros). Los aislantes térmicos poseen alta porosidad (>45%) asociada a pequeños poros (<10 μ m) de tamaño uniforme que originan conductividad térmica y permeabilidad bajas. La cordierita ($2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2 \cdot 2\text{MgO}$) se presenta como un potencial candidato para esta aplicación debido a sus bajos coeficiente de expansión térmica ($\alpha=1-3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) y conductividad térmica ^(1, 2). Dentro de las técnicas de conformado en las cuales la suspensión cerámica se consolida en un molde impermeable se encuentra un método de bajo costo y no-contaminante que emplea almidón como agente consolidante/ligante y formador de poros a alta temperatura ⁽³⁻⁶⁾. Así, con posterioridad a la calcinación y sinterizado, se obtiene un material poroso cuya microestructura está determinada por la cantidad y características de los almidones (forma, tamaño de los gránulos) y por su comportamiento en suspensión a temperatura (factor de hinchamiento, tamaño y forma de gránulo hinchado) ⁽⁴⁻⁶⁾.

En los últimos tiempos se ha reportado el empleo de tratamientos térmicos con microondas en el procesamiento de materiales cerámicos, en particular, para desarrollar cerámicos porosos con porosidad controlada. El calentamiento por microondas es una forma de procesamiento que, por características particulares, permite superar las limitaciones de la convencional rápido disparando. Estas características provienen de los mecanismos de generación de calor que participan en el uso de microondas, que permiten una calefacción volumétrica de la pieza, de forma rápida y más uniforme que en el caso de sinterizado convencional ⁽⁷⁻¹⁰⁾. El creciente interés en el estudio de procesamientos que usan esta clase de energía está asociado a la reducción de los tiempos involucrados debido a un calentamiento rápido, selectivo y volumétrico y a la obtención de microestructuras más uniformes con granos de menor tamaño. Además, la energía de microondas se transforma en calor en el material, lo que resulta, en general, en importantes ahorros de energía, que ha demostrando ser el factor decisivo para aceptar el uso de las microondas en muchas aplicaciones industriales ⁽¹¹⁻¹³⁾.

El objetivo de este trabajo consiste en estudiar la obtención de cerámicos porosos de cordierita, desarrollados a partir de un procesamiento basado en el conformado por consolidación térmica con almidón y empleando un sinterizado por microondas como vía alternativa al sinterizado convencional.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materias primas

Se emplearon polvos comerciales de caolín (C-80, Piedra Grande S.A., Arg.), talco micronizado (Talc 40, China) y alúmina (A2G Alcoa, USA) con tamaños de partículas $< 5 \mu\text{m}$ para formular la mezcla precursora (37 % de caolín, 41 % de talco y 22 % de alúmina) de cordierita en una relación cercana a la de cordierita estequiométrica (51,4 % de SiO_2 ; 34,8 % de Al_2O_3 y 13,8 % de MgO) y almidón comercial de papa (Avebe Arg.)⁽¹⁴⁾. La caracterización de las materias primas se realizó por análisis cualitativo de difracción de rayos X (DRX) (Philips PW3710, radiación Cu K_α a 20 mA y 40 kV). Se determinaron caolinita (File 06-0221) como fase mayoritaria, α -cuarzo (File 5-0490) y vestigios de ortoclasa (File 31-0996) en el difractograma del caolín; talco como fase principal (File 19-0770) junto a dolomita (File 34-0517) y vestigios de tremolita (File 02-0455) en el mineral de talco, y corindón (File 42-1468) en la alúmina.

Como agente consolidante/ligante se empleó un almidón de papa, comercialmente disponible en Argentina (Avebe, Arg.). La densidad real ($1,47 \text{ g/cm}^3$) se determinó por picnometría en kerosene a 37°C . La distribución granulométrica se obtuvo (equipo láser Malvern) empleando una suspensión acuosa del almidón con agregado de Dolapix CE-64 (Zschimmer & Schwarz, Alemania) y aplicación de ultrasonido (15 min) para dispersar y estabilizar las partículas. El almidón presentó una distribución bimodal ($D_{50} = 48 \mu\text{m}$), con bajo porcentaje en volumen de gránulos de menor tamaño ($1\text{-}10 \mu\text{m}$) que fueron asociados a gránulos rotos e impurezas. Como una medida del ancho de la distribución se consideró el parámetro $W = D_{90}\text{-}D_{10}/D_{50}$ (donde D_{90} y D_{10} son los diámetros de los gránulos correspondientes al 90 y 10% vol.), obteniéndose un valor de $W=1,3$. El porcentaje en peso de humedad (14,4 %) se determinó por análisis termogravimétrico, ATG (Shimatzu, TGA-50) a $10^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta 1200°C , en aire. Por microscopía electrónica de barrido (SEM) (Jeol JSM-6460) se analizó la morfología de los gránulos secos. Los gránulos exhibieron formas oval y esférica con superficies de bordes lisos.

2.2 Preparación y caracterización de los discos en verde

Los discos en verde se prepararon por consolidación térmica de suspensiones acuosas de la mezcla precursora de cordierita (29,6 vol.%) con almidón de papa.

Las suspensiones se prepararon por: a) mezclado intensivo de los polvos que se adicionaron en forma secuencial (primero se agregó el caolín dejando un día para desleir; luego el talco y la alúmina) con 1% de Dolapix CE-64 (Zschimmer & Schwarz, Alemania) y 0,5 % en peso de naftalenosulfonato de sodio, ambos porcentajes con respecto al contenido de sólidos, y 11,5 vol.% almidón; b) homogenización en molino de bolas 2h y c) desaireado en vacío durante 20 minutos. Los discos se consolidaron a dos temperaturas: 75 y 85 °C durante 4h en una estufa eléctrica (Memmert) con circulación de aire forzado, previo vertido de las suspensiones en moldes cilíndricos de acero recubiertos con cinta de Teflón para evitar la pérdida de agua por evaporación, y se secaron a 50 °C durante 12h. Los discos en verde obtenidos se mecanizaron en su cara lateral empleando una broca de acero (diámetro interno de 15 mm) diseñada para tal fin, resultando discos con diámetro = 1,3 cm y espesores entre 0,3 - 0,15 cm.

Las densidades en verde (δ_v) se determinaron por inmersión en Hg y las porosidades se calcularon ($\%P_V = 100 (1 - \delta_v / \delta_{pic. verde})$) empleando la densidad picnométrica de la mezcla precursora con almidón ($\delta_{pic. verde} = 2,44 \text{ g/cm}^3$) determinada por picnometría en kerosén a 37 °C. El análisis microestructural se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido SEM (Jeol JSM-6460) y análisis elemental de C por EDAX (Genesis XM-2-Sys).

2.3 Preparación de los materiales cerámicos porosos por sinterización en microondas

Teniendo en cuenta la conveniencia de evitar la presencia de impurezas o segundas fases en los materiales, tanto inorgánicas como orgánicas, que puedan ser volatilizadas durante la sinterización en microondas incidiendo tanto en el material (presión interna generada por la formación de gases, gradientes de temperatura) como en el funcionamiento del horno, se descartó la posibilidad de sinterizar los discos en verde con almidón. Por tal motivo, previamente al tratamiento en microondas, los discos fueron calcinados a 1°C/min hasta 650°C, 2h para permitir la eliminación completa de aditivos de procesamiento y almidón. Este ciclo térmico se diseñó en base a resultados previos obtenidos por termogravimetría (Shimatzu, TGA-50) y por dilatometría de la mezcla precursora, y teniendo en cuenta que durante este tratamiento se producen la eliminación de los aditivos orgánicos de procesamiento y el almidón (hasta 500-600°C) ^(15, 16).

Previamente a la sinterización en microondas (SM) se evaluaron y seleccionaron las variables: temperatura, tiempo de permanencia, potencia y velocidad de calentamiento. Además, para iniciar el calentamiento por microondas y minimizar los gradientes de temperatura (control de la sinterización ultra-rápida) se utilizó un material susceptible, adecuado al sistema, como elemento auxiliar de calentamiento (calentamiento híbrido). Las temperaturas fueron medidas usando una termocupla `Inconel-sheathed` tipo-R.

Así, los discos consolidados con almidón de papa a 75 o 85°C y calcinados se sinterizaron en un horno de microondas (Horno microondas Cober Electronics MS6K con cavidad multimodo) empleando una potencia de 2,45 GHz, y velocidad de calentamiento de 50°C/min. Para analizar la influencia de la temperatura y el tiempo de permanencia sobre las microestructuras desarrolladas se realizaron tratamientos a 1300 y 1330°C durante 15 minutos, y a 1325°C durante 20 minutos.

Con fines comparativos, se realizó la reacción-sinterización de los discos calcinados (1°C/min hasta 650°C, 2h) por la vía convencional (SC) en un horno eléctrico con elementos calefactores de SiC (Carbolite) empleando el siguiente ciclo: 3°C/min hasta 1330°C, 4h y enfriamiento a 5°C/min hasta temperatura ambiente.

Por análisis cualitativo de fases por DRX (Siemens, D500) se estudió la evolución de las fases en función del tipo de sinterizado y de la temperatura y tiempo empleados. La densidad aparente (δ_s) y porosidad (%P) de cada material se determinó por el método de Arquímedes en agua y el análisis microestructural (distribución de tamaños y morfología de poros, homogeneidad, fases) se realizó por SEM (Jeol JSM 6460). La preparación de las superficies para su observación por microscopía comprendió el embutido bajo vacío en resina epoxi (DGEBA con isoforonodiamina como entrecruzador) de las muestras porosas y en resina poliéster de las muestras densas; desbaste con papel de SiC de 600 grit y pulido sucesivo con pastas de diamante de 6, 3 y 1 μm .

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Caracterización de los discos en verde

En la Tabla 1 se muestran los valores promedios de las densidades (δ_v) y porosidades (%P_v) de los discos en verde consolidados con almidón de papa a 75°C y 85°C.

Tabla 1: Densidades (δ_v) y porosidades (% P_v) de los discos en verde.

T consolidación (°C)	δ_v (g/cm ³)	% P_v
75	1,27 ± 0,04	47,8 ± 1,5
85	1,28 ± 0,08	48,4 ± 2,5

En la Figura 1 se presentan las imágenes de SEM de las microestructuras de los discos consolidados a las dos temperaturas empleadas. En la imagen correspondiente al material consolidado a 75°C se observan gránulos de almidón que fueron confirmados por análisis elemental de C (EDAX) ⁽¹⁷⁾ cuyos tamaños (~ 30µm) y morfología se corresponden con los almidones secos y gelatinizados a las distintas temperaturas ⁽¹⁴⁾. No se aprecian diferencias en la cantidad de porosidad lo cual resulta consistente con los valores determinados (Tabla 1).

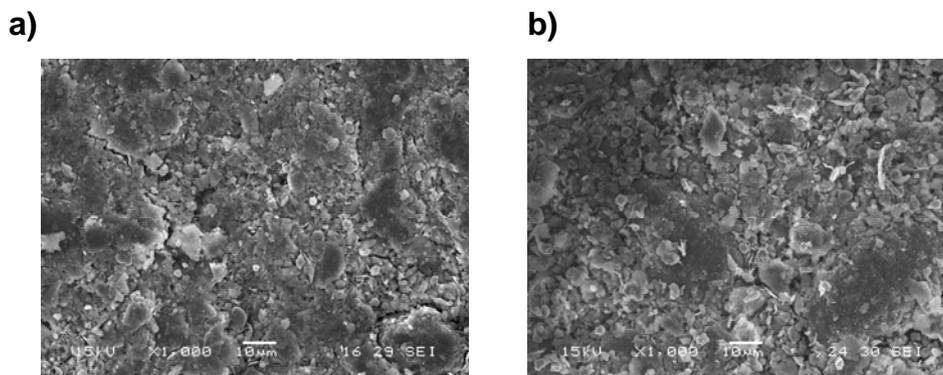


Figura 1: Microestructuras en verde de los discos consolidados a: a) 75°C y b) 85°C.

3.2. Sinterización por microondas (SM)

Caracterización de los discos:

En la Tabla 2 se presentan los valores promedios de las densidades y porosidades para los discos sinterizados por SM y SC.

Tabla 2: Densidades y porosidades de los discos sinterizados.

T consolidación (°C)	Tipo de sinterizado	T sinterización (°C)	Tiempo (min)	δ_s (g/cm ³)	% P_s
75	SM	1300	15	1,6 ± 0,1	40,5 ± 1,3
		1330		1,7 ± 0,3	36,2 ± 5,3
	SC	1325	20	1,6 ± 0,001	39,8 ± 0,4
85	SM	1330	15	1,2 ± 0,1	55,1 ± 1,5
		1300		2,2 ± 0,1	5,5 ± 0,1
		1330		2,2 ± 0,1	1,37 ± 0,9
	SC	1325	20	2,2 ± 0,1	2,3 ± 0,5
	SC	1330	144	1,3 ± 0,1	50,4 ± 1,5

Los materiales obtenidos por SM presentaron menor porosidad que aquéllos obtenidos por SC siendo adecuados para su uso como aislantes aquéllos que alcanzaron porosidades > 40%.

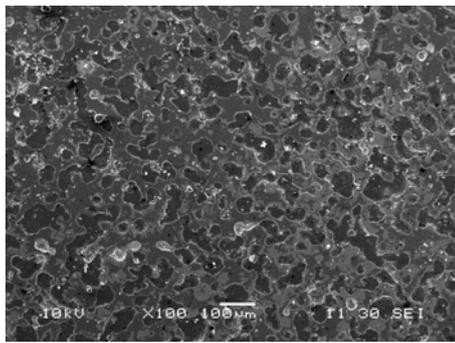
En los materiales sinterizados por ambas rutas e independientemente de las temperaturas y tiempos empleados, la temperatura de consolidación de los discos en verde incide en los niveles de porosidad obtenidos. Este hecho resulta extremadamente marcado en las muestras sinterizadas por microondas. Por un lado, a la menor temperatura de consolidación se alcanzaron porosidades del orden de 40% mientras que cuando la temperatura de consolidación fue de 85 °C se desarrollaron materiales densos con porosidades de ~ 1-5%. En los discos obtenidos por consolidación a 75°C y sinterizados por microondas, las variaciones en temperatura y tiempo de permanencia evaluadas no producen cambios significativos en las porosidades desarrolladas. De estos resultados se infiere que la microestructura de los materiales calcinados, en particular, la morfología de los poros (los valores de porosidad resultaron similares para ambos materiales), originada a partir de la eliminación, principalmente del almidón, incide notablemente en la densificación del material por microondas al punto de producir en algunos casos materiales de muy baja porosidad. El desarrollo de una morfología de poro diferente en los materiales calcinados obtenidos a partir de la consolidación a 75 o 85°C se puede atribuir a las diferentes características que presentan los gránulos gelatinizados (tamaño, morfología e identidad de los gránulos) a estas temperaturas como consecuencia del diferente comportamiento que sufren en suspensión acuosa en función de la temperatura (proceso de gelatinización). Si bien, para ambas temperaturas no se han determinado diferencias significativas en los altos factores de hinchamiento ⁽¹⁷⁾, a 75°C, los gránulos gelatinizados que han incrementado considerablemente su tamaño respecto del original presentan una morfología oval con bordes menos deformados y menor fragmentación que a 85°C, temperatura a la cual la mayoría de los gránulos han perdido su identidad (bordes difusos) exhibiendo una morfología muy poco definida. Así, en el primer caso se infiere la formación de poros con morfología similar a los gránulos que a 85°C, y en este último caso, poros con forma más irregular. Teniendo en cuenta que la porosidad volumétrica no es diferente en ambos materiales (Tabla 1) y considerando que en presencia de poros con morfología oval se incrementan las distancias de difusión entre poros y bordes de grano respecto de aquéllos de morfología más irregular, sumado a los posibles cambios en la distribución de los factores de disipación de la radiación de microondas en función de la disposición de las dis-

tintas fases se podrían explicar las diferencias en densificación observadas en ambos materiales.

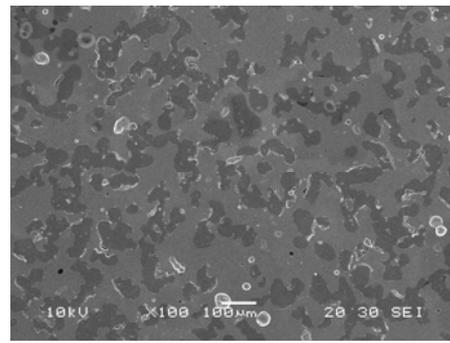
Por otro lado, los discos sinterizados por microondas que resultaron porosos exhibieron porosidades significativamente mayores que el contenido de almidón adicionado pero menores que las obtenidas en los discos en verde lo cual indica la ocurrencia de un cierto grado de densificación como consecuencia del tratamiento de sinterizado. En los discos sinterizados por la vía convencional también se registró un cierto grado de densificación (contracción volumétrica 5%), pero resultó menor que en los discos sinterizados por microondas. Teniendo en cuenta que los poros provenientes del almidón resultan, como consecuencia del hinchamiento de los gránulos, de mayor tamaño (ver imágenes de SEM) que aquéllos presentes entre las partículas cerámicas, se infiere que en ambos tipos de sinterizado es fundamentalmente la matriz cerámica la que densifica durante el sinterizado ⁽²⁶⁾.

En la Figura 2 se presentan las micrográficas de SEM de las microestructuras de los materiales sinterizados por SM y SC.

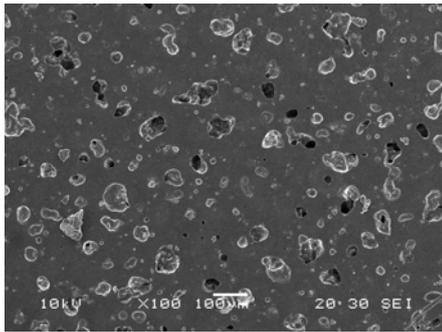
Se aprecian las diferencias registradas en los niveles de porosidad entre los materiales sinterizados por microondas obtenidos por consolidación a 75 y 85°C. En estos últimos materiales se observa escasa porosidad con poros entre 10 y 40 μm y morfología más esférica. En los materiales porosos obtenidos por sinterización en microondas (discos consolidados a 75°C) a distintas temperaturas no se observan diferencias significativas en la porosidad desarrollada. En estos materiales al igual que en el material obtenido por sinterizado convencional la porosidad está asociada a cavidades interconectadas que presentaron una compleja morfología producto del solapamiento de varios poros que da origen a la formación de canales los cuales se encuentran rodeados por la matriz cerámica más densa. Los canales desarrollados en los materiales obtenidos por SM presentan un menor grado de interconexión y menor tortuosidad que en el material obtenido por SC. Será objeto de estudios futuros abordar una caracterización más rigurosa de la compleja distribución de tamaños y formas de poros a partir del análisis de las imágenes de SEM para establecer un parámetro que permita cuantificar la forma y el tamaño de los poros desarrollados.



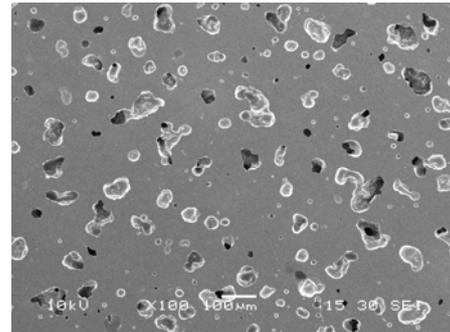
75°C -1300°C-15-min (SM)



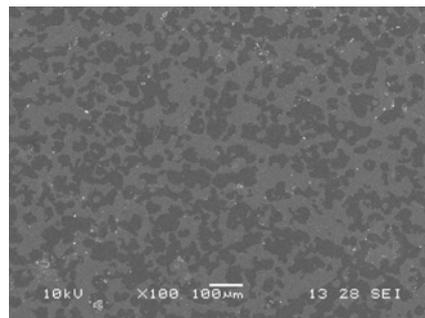
75°C -1325°C-20 min (SM)



85°C -1300°C-15 min (SM)



85°C -1325°C-20 min (SM)



85°C - 1330°C- 144 min (SC)

Figura 2: Microestructuras de las probetas sinterizadas.

Evolución de las fases:

En la Tabla 2 se reportan las fases generadas por reacción de los materiales de partida (caolín, alúmina y talco) a partir del tratamiento térmico en microondas a las distintas temperaturas y tiempos, junto a las fases desarrolladas por SC.

En los materiales sinterizados por la ruta convencional se identificaron por DRX cordierita como fase (75-1439) principal junto a espinela (84-0378) y se infirió la presencia de fase vítrea silícea a partir de la presencia de una banda de muy baja intensidad entre 20-30 °2θ (zona que corresponde a los picos de difracción más intensos característicos de los espectros de las fases cristalinas de sílice). Las fases cristalinas desarrolladas durante la sinterización por microondas en los materiales obtenidos por consolidación a las dos temperaturas dependen de la temperatura y el

tiempo de exposición a las microondas observándose en todos los materiales, independientemente de la temperatura y el tiempo, la presencia de fase vítrea sílicea.

Tabla 2: Fases presentes en los materiales sinterizados.

<i>Tipo de sinterizado</i>	<i>T consolidación (°C)</i>	<i>T sinterización (°C)</i>	<i>Tiempo (min)</i>	<i>Fases cristalinas</i>
SM	75	1300	15	Cordierita, Espinela, Pyrope, Talco, Alúmina
		1330	15	Cordierita, Espinela, Alúmina
		1325	20	Cordierita, Espinela, Alúmina
SC		1330	144	Cordierita, Espinela
SM	85	1300	15	Cordierita, Espinela, Talco (muy escaso), Alúmina, Pyrope
		1330	15	Cordierita, Espinela, Alúmina
		1325	20	Cordierita, Espinela, Alúmina
SC		1330	144	Cordierita, Espinela

En los materiales sinterizados a la menor temperatura (1300°C) se identificaron cordierita (75-1439) y espinela (84-0378) junto a picos de baja intensidad de pyrope (83-0189) (fase metaestable a presión atmosférica; estable a presiones > 10 GPa), alúmina (42-1468) y talco (74-0816) (materias primas que aún no han reaccionado) que indican un escaso avance de la reacción química. La absorción de las energías de microondas varía con la composición y estructura de las diferentes fases. Este calentamiento selectivo da lugar a la aparición de distintas fases estables e incluso metaestables (por ejemplo pyrope) que no se registran por calentamiento convencional. Al incrementar la temperatura de sinterización (1325 y 1330°C) se produce la desaparición de pyrope ⁽¹⁸⁾ y talco y la formación de más cordierita que se identificó como fase principal junto a picos de espinela de menor intensidad que a 1300 °C y muy escasa cantidad de alúmina. La presencia de esta fase indica que la reacción aún no se completó totalmente. Además, y a diferencia de lo observado en los materiales sinterizados por la vía convencional, al variar la temperatura de consolidación de 75 a 85°C, para las temperaturas de sinterización más altas y un tiempo fijo, si bien se identificaron las mismas fases se observó una disminución considerable (~ 70%) de la intensidad y ancho de los picos de cordierita en el diagrama correspondiente al material sinterizado obtenido a 85°C, no así en los picos de las restantes fases (fase intermedia y materias primas sin reaccionar). Esto indica un pobre desarrollo de los núcleos de cordierita consistente con el menor grado de cristalinidad observado en esta fase. Así, la cinética de la reacción entre el caolín, la alúmina y el

talco y la evolución de las fases producidas depende no sólo de la temperatura y tiempo de tratamiento sino también de la temperatura de consolidación del material en verde, a pesar de que las muestras son sinterizadas en microondas sin la presencia de almidón ni aditivos de procesamiento. Esto indica nuevamente que la microestructura del material calcinado ejerce un efecto significativo en el avance de la reacción durante el sinterizado por microondas. La distinta estructura de los geles que desarrolla el almidón y la porosidad (tamaño, morfología) originada podrían proporcionar una distinta disposición (mezcla) de los materias primas y por consiguiente un contacto diferente entre ellas que podría afectar la cinética de la reacción. Sumado a esto, debe tenerse en cuenta que la cinética de densificación de los materiales consolidados a 85°C resultó superior a la de los materiales consolidados a 75°C lo cual podría también afectar el avance de la reacción.

4. CONCLUSIONES

A partir de la sinterización por microondas, y a diferencia del sinterizado convencional, se desarrollaron materiales que presentaron elevada porosidad, y materiales que alcanzaron niveles muy bajos dependiendo de la temperatura de consolidación empleada. La menor densificación del material por microondas se registró a la temperatura de consolidación más baja. Para ambas condiciones de consolidación, un incremento en la temperatura y el tiempo de tratamiento no produjo cambios significativos en las porosidades desarrolladas.

Por sinterización convencional se desarrollaron materiales que alcanzaron porosidades ligeramente superiores a las obtenidas por microondas en los materiales consolidados a la menor de temperatura. Si bien, para este último tipo de sinterizado, los materiales porosos se obtuvieron a temperaturas no muy inferiores a la empleada por la vía convencional, el tiempo se redujo considerablemente.

Por otro lado, en los materiales sinterizados por microondas la evolución de las fases en función de la temperatura y el tiempo resultó diferente a lo registrado por tratamiento convencional determinándose una cinética de reacción que también dependió de la temperatura de consolidación del material. La cinética de reacción más lenta se evidenció en el material consolidado a la máxima temperatura.

5. REFERENCIAS

1. A.R. Studart, U.T. Gonzenbach, E. Tervoort, L.J. Gauckler. Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review. *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 89, n. 6, p.1771-1789, 2006.

2. J.S. Woyansky, C.E. Scott, W.P. Minnear. Processing of porous ceramics. Am. Ceram. Soc. Bull., v. 71, n. 11, p. 1674-1682, 1992.
3. O. Lyckfeldt, J.M.F. Ferreira. Processing of porous ceramics by 'starch copnsolidation'. J. Eur. Ceram. Soc., v. 18, p. 131-140, 1998.
4. H. M. Alves, G. Tari, A.T. Fonseca, J.M.F. Ferreira. Processing of porous cordierite bodies by starch consolidation. Mat. Res.Bull., v. 33, n. 10, p. 1439-1448, 1998.
5. E. Gregorová, W. Pabst, I. Bohacenko. Porosity and pore-size control in starch consolidation casting of oxide ceramics-Achievements and problems. J. Eur. Ceram. Soc., v. 26, p. 1301-1309, 2006.
6. A. Díaz, S. Hampshire. Characterisation of porous silicon nitride materials produced with starch. J. Eur. Ceram. Soc., v. 24, p. 413-419, 2004.
7. SUTTON, W. H. Microwave processing of ceramic materials. Am. Ceram. Soc. Bull., v. 68, n. 2, p. 376-386, 1989.
8. CLARK, D. E.; SUTTON, W. H. Microwave processing of materials, Annual Review in Materials Science, v. 26, p. 299-331, 1996.
9. SOUTO, Pollyane Márcia de ; MENEZES, Romualdo R ; KIMINAMI, R. H. G. A. . Microwave Hybrid Sintering of Mullite Powders. Am. Ceram. Soc. Bull., v. 86, n. 1, p. 9201-9206, 2007.
10. MENEZES, R.R. & Kiminami, R.H.G.A., Microwave sintering of alumina-zirconia nanocomposites, J. Materials Processing Technology, vol. 203, p. 2 513-517, 2008.
11. DÉ, A. S. et al. Microwave (hybrid) heating of alumina at 2,45 GHz I: Microstructural uniformity and homogeneity. In: THEORY AND APPLICATION IN MATERIALS PROCESSING, I, 1991, Cincinnati. Ceramic Transactions, Microwaves: Theory and applications in materials processing. Westerville: American Ceramic Society, 1991. v. 21, p. 319-328.
12. DÉ, S. A. et al. Microwave (hybrid) heating of alumina at 2,45 GHz I: effect of processing variables, heating rates and particle size. In: THEORY AND APPLICATION IN MATERIALS PROCESSING, I, 1991, Cincinnati. Ceramic Transactions, Microwaves: Theory and applications in materials processing. Westerville: American Ceramic Society, 1991. v. 21, p. 329-339.
13. MENEZES, R.R, Souto, P.M. e Kiminami, R. H.G.A., Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte III: Sinterização de zircônia, mulita e alumina, Cerâmica, vol.53, p.218-226, 2007.
14. M.L. Sandoval, M.A. Camerucci, A.L. Cavalieri, A.N. Scian. Conformado por consolidación directa con almidón de precursores de materiales porosos de cordierita. Anales 51° Congreso Brasileiro de Cerámica, Sao Pablo, ABC, 2007, p. 1-12.
15. S. de Aza, J. Espinosa de los Monteros. Materiales cerámicos de cordierita. Conferencia, VIII Semana de Estudios Cerámicos, Barcelona, España, 1-4 de junio de 1966.
16. G. Rohr. M. A: Camerucci, A. L. Cavalieri, A. N. Scian. Respuesta mecánica a alta temperatura de materiales basados en cordierita. Actas CONAMET-SAM 2006, noviembre 2006, Santiago, Chile.
17. M. Talou, M. Villar, M. A. Camerucci. "Comportamiento de suspensiones de almidón para su aplicación en el procesamiento de materiales cerámicos porosos". Anales 52° Congreso Brasileiro de Cerámica, junio 2008, Florianópolis, Brasil.
18. T. Fockenbergl. Pressure-temperature stability of pyrope in the system MgO-Al₂O₃-SiO₂-H₂O. European J. Mineralogy, 20 (5), 735-744 (2008).

MICROWAVE SINTERING OF CORDIERITE CERAMIC PRECURSORS OBTAINED BY STARCH DIRECT CONSOLIDATION

M. L. Sandoval¹; M.H. Talou¹; P. M. de Souto²; R. Kiminami²; M. A. Camerucci¹

¹Laboratorio de Materiales Estructurales - División Cerámicos, INTEMA-CONICET,
Fac. de Ingeniería-UNMdP. Av. Juan B. Justo 4302 (7600) Mar del Plata, Argentina.

E-mail:andcamer@fi.mdp.edu.ar

²Departamento de Ingeniería de Materiales (DEMa), Universidad Federal de San
Carlos, Av. Washington Luis km 235, San Carlos, Brasil

ABSTRACT

Microwave sintering of cordierite disk precursors (mixture of kaolin, talc and alumina) with potato starch was studied.

Green disks were obtained by thermal consolidation of stable aqueous suspensions of the ceramic powders (29.6%vol.) with potato starch (11.5%vol.) at 75 and 85°C, 4h; drying (50°C, 12h) and calcination (650°C, 2h). The reaction-sintering by microwave heating (power: 2.45 GHz; heating rate: 50°C/min) at different temperatures (1250-1330°C) and dwell times (10-20 min) was carried out. For comparative purposes, the reaction-sintering by conventional heating was analyzed (1330°C, 4h a 3°C/min). The evolution of the phases as a function of temperature and time was studied by XRD analysis. The developed microstructures (dense or porous) were characterized by density and porosity measurements, and SEM. The obtained results were analyzed in relation to the characteristics of starch behavior in aqueous suspension at temperature and the employed consolidation and sintering conditions.

Keywords: Starch consolidation, Porous ceramics, Cordierite, Microwave sintering.