

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE DISCOS EN VERDE DE MULLITA PREPARADOS POR CONSOLIDACIÓN TÉRMICA CON DISTINTOS ALMIDONES

M. H. Talou; A. G. Tomba Martinez; M. A. Camerucci

Laboratorio de Materiales Estructurales, División Cerámicos, INTEMA, (UNMdP–
CONICET) Av. J. B. Justo 4302 (7600), Mar del Plata, Argentina.

e-mail: mtalou@fi.mdp.edu.ar

RESUMEN

Se estudió el comportamiento mecánico en compresión diametral de discos porosos en verde de mullita obtenidos por consolidación térmica de suspensiones acuosas del polvo cerámico con almidones de mandioca y papa. Los discos (espesor/diámetro $\leq 0,25$) se prepararon por tratamiento térmico (70–80 °C, 2h) de suspensiones (40 %vol) de mullita (75 %vol)/almidón (25 %vol) pre-gelificadas a 55–60 °C y secado (40 °C, 24 h). La caracterización se realizó por medidas de porosidad (50–55 %) y análisis microestructural (SEM). Se determinaron los parámetros mecánicos: resistencia mecánica, módulo de Young, deformación a la fractura y límite elástico; se evaluaron los patrones típicos de fractura y se realizó el análisis fractográfico (SEM). Los resultados obtenidos se analizaron en función de las microestructuras desarrolladas, el comportamiento de los almidones en suspensión a temperatura y las propiedades de los geles. Con fines comparativos se evaluaron mecánicamente discos en verde de mullita sin almidón obtenidos por calcinación (650 °C, 2h).

Palabras clave: consolidación directa con almidón, mullita, microestructuras en verde, propiedades mecánicas, compresión diametral

1. INTRODUCCIÓN

Entre los métodos de conformado de cuerpos cerámicos por consolidación directa, en el cual una suspensión se consolida dentro de moldes no porosos, sin

compactación o eliminación de agua, existe un nuevo grupo de técnicas en las cuales el agente gelificante actúa como consolidante/ligante de la suspensión cerámica y como formador de poros a alta temperatura.⁽¹⁾ Tal es el caso del método que emplea almidón.⁽²⁻⁵⁾ Cuando los gránulos de almidón son calentados en presencia de agua, ocurre una serie de cambios en un proceso llamado 'gelatinización', el cual aumenta la viscosidad de la suspensión y permite la formación de un gel entre 55–85 °C. Así, cuando este proceso ocurre en una suspensión acuosa cerámica con almidón, los gránulos se hinchan por absorción de agua, disminuyendo la cantidad de agua libre disponible, lo que ocasiona la unión de las partículas cerámicas (normalmente de tamaño mucho menor que los gránulos de almidón) y, consecuentemente, la consolidación del sólido y el aumento de la resistencia mecánica del cuerpo en verde. Esta técnica ha sido empleada para producir cuerpos porosos de alúmina (Al_2O_3)⁽²⁾, cordierita ($2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2 \cdot 2\text{MgO}$)⁽³⁾ y mullita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)^(4,5), entre otros, a partir de la evaluación de varios tipos de almidón, en especial, almidones químicamente modificados (trigo, maíz, papa, mandioca, entre otros). La cantidad de almidón utilizado, sus características (morfología y tamaño de los gránulos)^(6,7) y su comportamiento en suspensión a temperatura (capacidad de hinchamiento, distribución de tamaños y morfología de los gránulos hinchados)⁽⁷⁾ determina la microestructura porosa final.

Debido a la alta dureza que poseen en general los materiales cerámicos, se prefiere el mecanizado de cuerpos cerámicos en verde antes que el de las piezas finales sinterizadas. Si bien esta alternativa reduce costos, puede incrementar en muchos casos el número de piezas descartadas debido a la baja resistencia mecánica que en general presentan los cuerpos en verde. Consecuentemente, la mejora de las propiedades mecánicas de los cuerpos en verde es clave para optimizar el ciclo de producción completo. El uso de agentes gelificantes mejora estas propiedades respecto de las de materiales preparados por métodos de conformado convencionales.^(8,9) Sin embargo, el mecanizado de los materiales en verde puede verse dificultado si se produce una elevada deformación plástica debido a la plasticidad de los aditivos orgánicos. Por lo tanto, se debe controlar la adición de los agentes gelificantes teniendo en cuenta un compromiso entre la mejora de la resistencia mecánica y la extensión de la plasticidad.⁽¹⁰⁾

En este trabajo se estudió el comportamiento mecánico en compresión diametral de discos porosos en verde de mullita obtenidos por consolidación térmica de suspensiones acuosas del polvo cerámico con almidones nativos de mandioca y pa-

pa. Los resultados obtenidos se analizaron en función de las microestructuras desarrolladas y las propiedades de los geles. Con fines comparativos se evaluaron mecánicamente discos en verde de mullita sin almidón obtenidos por calcinación.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Preparación y caracterización de los cuerpos en verde

Se trabajó con un polvo comercial de mullita (Baikalox MULSM, Baikowski) y almidones nativos comerciales (Avebe S.A.) de mandioca y papa. El polvo de mullita presentó un muy bajo nivel de impurezas ($< 0,2$ % en peso), una densidad picnométrica, $\rho_p = 3,35$ g/cm³ mayor que la correspondiente a la mullita estequiométrica y una alta superficie específica (13,5 m²/g) determinada por el método BET de adsorción de nitrógeno en un punto (Monosorb, Quantachrome Co.). La distribución granulométrica resultó de tipo bimodal (Mastersizer S, Malvern Instruments Ltd.) con un bajo valor de diámetro medio ($D_{50} = 1,5$ μ m) y aglomerados de hasta 50 μ m, los cuales se atribuyeron a la presencia de un alto porcentaje de partículas muy finas (< 1 μ m). Por análisis cualitativo de fases por difracción de rayos X, DRX (Siemens D5000, radiación de CuK $_{\alpha}$ a 30 mA y 40 kV y a 1° 2 θ /min) se identificaron mullita (fase primaria), y α -alúmina y cristobalita (fases secundarias), resultado que está de acuerdo con el alto valor de densidad picnométrica medido que resultó intermedio entre los correspondientes a las densidades teóricas de las fases cristalinas: mullita estequiométrica (3,16 g/cm³) y α -alúmina (3,98 g/cm³).

Las densidades reales de los almidones nativos fueron determinadas por picnometría de He (Multipycnometer, Quantachrome Co.): 1,49 g/cm³ para el almidón de mandioca y 1,47 g/cm³ para el almidón de papa. Ambos almidones presentaron distribuciones granulométricas bimodales (Mastersizer S, Malvern Instruments Ltd.), con bajo porcentaje en volumen ($< 5\%$) de pequeñas partículas que pueden ser asociadas a impurezas o a gránulos rotos. El diámetro medio para el almidón de papa ($D_{50} = 47,8$ μ m) fue notablemente superior al de mandioca ($D_{50} = 13,6$ μ m). El análisis de la morfología de los gránulos secos de almidón se llevó a cabo por SEM (Jeol JSM-6460, Japón). El almidón de papa exhibió los gránulos más grandes, con superficies lisas y formas ovaladas o esféricas, mientras que el almidón de mandioca presentó gránulos con morfología poliédrica.

Se prepararon suspensiones acuosas de mullita-almidón (40 % vol. de carga sólida total, y fracción en volumen de almidón de 0,25 respecto del contenido total de

sólidos) por: (a) mezclado mecánico intensivo del polvo de mullita en agua (40 % vol.) con 0,45 % en peso de Dolapix CE-64 (Zschimmer & Schwarz) como dispersante con respecto al contenido de sólidos, (b) homogenización en molino de bolas durante 6 h para estabilizar la suspensión, y (c) agregado y mezclado mecánico de una suspensión acuosa de almidón (40 % vol.) durante 5 min. Las condiciones experimentales de estabilidad para la preparación de las suspensiones acuosas de mullita y mullita-almidón fueron determinadas en trabajos previos a partir de medidas de potencial zeta (Zetasizer Nano ZS, Malvern Instruments, UK) y del estudio del comportamiento reológico en corte (Haake RS50, Termo Electron Corp.) de las suspensiones a temperatura ambiente.⁽¹¹⁾

Por otra parte, se determinaron las condiciones experimentales de consolidación de las suspensiones y conformado de los cuerpos a partir del estudio de las propiedades viscoelásticas (RDA-II, Rheometric Scientific) de las suspensiones acuosas de mullita-almidón en función de la temperatura (30–95 °C) y de los geles desarrollados en función de la deformación (0,1–625 %).⁽¹¹⁾ Los discos en verde se conformaron por colada de las suspensiones de mullita-almidón pre-gelificadas a 55–60 °C en moldes de acero inoxidable (diámetro = 2,2 cm; altura = 1 cm) previamente calentados a 70 y 80 °C en un baño de arena, y posteriormente se colocaron en estufa eléctrica con circulación forzada de aire (Memmert UFP 400) a dos temperaturas (70 y 80 °C) durante 2 horas. La etapa de pre-gelificado de las suspensiones se propuso con los siguientes objetivos: a) aumentar la viscosidad de las suspensiones de mullita-almidón y, así, minimizar la posible segregación de las partículas de mullita y de almidón, y b) disminuir el tiempo necesario para alcanzar una temperatura de consolidación uniforme en el volumen total de las suspensiones, y por lo tanto, minimizar posibles gradientes térmicos en la muestra los cuales pueden producir inhomogeneidades microestructurales y defectos causados principalmente por una contracción volumétrica diferencial.⁽⁵⁾ Una vez finalizado el proceso de consolidación, las muestras se desmoldaron y secaron en estufa eléctrica con circulación de aire a 40 °C por 24 h. Por último, se obtuvieron los cuerpos en verde calcinados de mullita a partir de la eliminación del almidón por calcinación. Este tratamiento térmico se llevó a cabo a una velocidad de calentamiento de 1 °C/min hasta 650 °C durante 2 h, en aire, empleando un horno eléctrico con elementos calefactores de SiC. La temperatura de calcinación se seleccionó a partir de los resultados obtenidos por análisis termogravimétrico de las muestras (Shimatzu TGA-50, Japón) llevados a cabo a 10 °C/min hasta 900 °C. Además, se empleó una velocidad de calentamiento muy baja

para minimizar durante la calcinación la generación de defectos en las piezas en verde o incluso la rotura de las mismas debido al elevado volumen de gases que se desprende, principalmente vapor de agua y dióxido de carbono, producto de la degradación térmica y oxidativa del almidón y del aditivo de procesamiento empleado. Las densidades en verde (ρ_v) de los discos obtenidos antes y después de la calcinación se determinaron por inmersión en Hg (método de Arquímedes) con un error asociado de $\pm 10\%$, y se calcularon las porosidades totales ($\% P_v$) a partir de $100 \cdot (1 - \rho_v / \rho_p)$. La densidad real de la mezcla en polvo de mullita y almidón ($\rho_p = 2,66 \text{ g/cm}^3$) se determinó por picnometría de He (Multipycnometer, Quantachrome Co.). Para los cálculos de porosidad de los materiales calcinados, se consideró la densidad picnométrica del polvo de mullita original ($\rho_p = 3,35 \text{ g/cm}^3$). En la Tabla 1 se muestran los valores de porosidad obtenidos antes ($\% P_{v-ac}$) y después ($\% P_{v-dc}$) de la etapa de calcinación de los discos en verde.⁽⁵⁾

La temperatura de consolidación y el tipo de almidón empleados en la consolidación de los discos no influyeron en los valores de porosidad obtenidos. Por otra parte, la porosidad de los discos en verde de mullita aumentó significativamente después de la eliminación del almidón por calcinación, alcanzando valores entre 68 y 71 %. Estos valores resultaron, en general, consistentes con aquellos obtenidos por cálculo ($\% P_{v-c} \approx 69$), suponiendo que todo el almidón añadido se eliminó durante el proceso de calcinación.

Tabla 1. Porosidad ($\% P_{v-ac}$ y $\% P_{v-dc}$) de los discos en verde consolidados a 70 y 80 °C.

Sistema	Temperatura de consolidación (°C)	$\% P_{v-ac}$	$\% P_{v-dc}$
mullita-mandioca	70	55	69
		55	68
	80	56	69
		56	69
mullita-papa	70	59	69
		59	70
	80	59	70
		59	71

Se realizó el análisis microestructural de los cuerpos obtenidos antes y después de la etapa de calcinación por SEM (Jeol JSM-6460, Japón) sobre las superficies de fractura. En la Figura 1 se muestran microestructuras típicas obtenidas a partir de cada almidón. No se observó variación de la porosidad con el aumento de la temperatura de consolidación, lo cual está de acuerdo con los valores de la Tabla 1. Se apreció que la porosidad está asociada, principalmente, a canales que tienen un

alto grado de tortuosidad en todo el espesor de los discos. Este resultado se atribuye a la presencia de una elevada proporción de gránulos involucrados en un proceso de gelatinización muy avanzado (pérdida total de la morfología de gránulo en la estructura de gel). En todos los materiales calcinados se observó un incremento significativo de la porosidad respecto a los cuerpos en verde con almidón, manteniéndose la morfología tortuosa de los canales desarrollados en todo el volumen de las muestras (Figuras 1c y 1d).

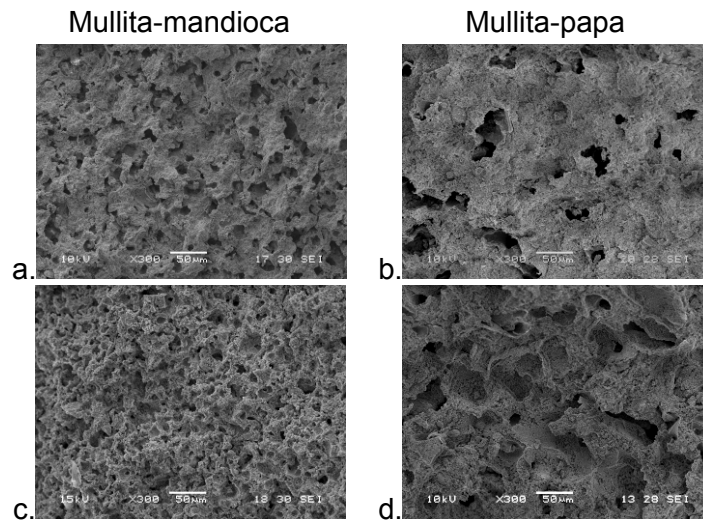


Figura 1. Imágenes de SEM de las superficies de fractura de discos en verde: (a) y (b) sin calcinar; (c) y (d) calcinados.

2.2. Ensayos mecánicos

Se utilizó una máquina universal de ensayos mecánicos servohidráulica INSTRON modelo 8501, con platos de acero y una celda de carga de ± 5 kN (exactitud mayor a 0,25% en la lectura de todo el rango de carga). Para todos los ensayos se usaron discos separadores de acero tratado térmicamente (HRC 65) con superficies transversales planas. Entre la probeta y los discos separadores se colocaron un papel blanco y un papel carbónico como material 'padding', y una capa delgada de grasa de MoS_2 sobre la superficie de los separadores, para disminuir la fricción durante el ensayo. Los ensayos se realizaron sobre un número estadístico de discos (11-15), en control por posición, con velocidades de desplazamiento de 0,8 mm/min para los discos en verde con almidón de mandioca y de 0,6 mm/min para los obtenidos con almidón de papa. Los discos calcinados fueron ensayados a 1 mm/min. Los valores de velocidad se determinaron teniendo en cuenta que no ocurran procesos dependientes del tiempo (crecimiento subcrítico de fisuras, por ejemplo) y que se logre un adecuado acomodamiento del tren de carga, sin generar impacto sobre la probeta. La duración de los ensayos fue de aproximadamente 1 minuto.

A partir de las curvas carga (P) vs. desplazamiento (d) registradas en los ensayos se obtuvieron los gráficos esfuerzo (σ) en función de la deformación (ϵ).^(9,12) El esfuerzo se calculó a partir de la ecuación (A) mientras que el valor de deformación (ϵ) se obtuvo a partir de la relación (B) donde d es el desplazamiento del actuador y el D el diámetro de la probeta.

$$\sigma_F = \frac{2P}{\pi Dt} \quad (\text{A})$$

$$\epsilon = \frac{d}{D} \quad (\text{B})$$

El diámetro (D) de los discos ensayados fue 4 veces mayor que el espesor (t) para asegurar que los ensayos transcurran bajo condiciones de esfuerzo plano y disminuir la no uniformidad de la distribución axial de la carga aplicada, de modo de validar el uso de la ecuación (A). A partir de las curvas σ vs. ϵ , se determinaron:

- la resistencia a la fractura (σ_F), obtenida a partir del esfuerzo máximo.
- la deformación a la fractura (ϵ_F), considerada como la deformación correspondiente al esfuerzo máximo.
- el módulo de Young aparente (E_a), determinado como la pendiente de la parte lineal de la curva.
- el límite elástico aparente (σ_Y), definido como el valor del esfuerzo que corresponde a un apartamiento en deformación del 1 % respecto del comportamiento elástico lineal.⁽¹²⁾
- la relación porcentual σ_Y/σ_F , considerada como el grado de apartamiento del comportamiento elástico lineal causado por algún mecanismo de deformación irreversible (plasticidad global y/o localizada, compactación, microfisuración, etc.).

Durante el ensayo se registraron las características de la falla y sobre los discos ensayados se analizaron los patrones y las superficies de fractura por SEM.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las curvas esfuerzo-deformación obtenidas para los discos en verde sin calcinar y calcinados se presentan en la Figura 2, y en la Tabla 2 se muestran los valores promedios y la desviación estándar de los parámetros mecánicos.

No se registraron diferencias significativas en los valores de los parámetros mecánicos determinados para los discos en verde conformados a las dos temperatu-

ras de consolidación, en acuerdo con la similitud en las características microestructurales de los materiales (en particular con respecto a la cantidad, tamaño y morfología de los poros). Por esta razón, los valores de los parámetros para las dos series de probetas se consideraron pertenecientes a una misma población y se trataron en forma conjunta para obtener el valor medio y la desviación estándar.

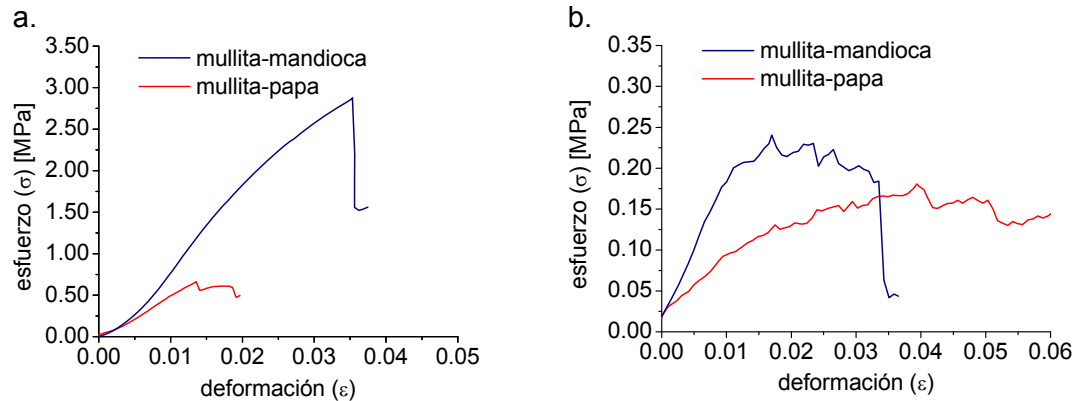


Figura 2. Curvas características de esfuerzo (σ) vs. deformación (ϵ): (a) discos en verde de mullita-almidón; (b) discos de mullita calcinados.

Tabla 2. Valores promedio de los parámetros mecánicos.

Sistema	Probeta	σ_F (MPa)	ϵ_F	$(\sigma_V/\sigma_F) \cdot 100$	E_a (GPa)
mullita-mandioca	en verde	$2,5 \pm 0,6$	$0,035 \pm 0,004$	53 ± 8	$0,11 \pm 0,02$
	calcinada	$0,21 \pm 0,03$	$0,03 \pm 0,01$	77 ± 9	$0,017 \pm 0,002$
mullita-papa	en verde	$0,8 \pm 0,2$	$0,016 \pm 0,004$	80 ± 10	$0,05 \pm 0,01$
	calcinada	$0,18 \pm 0,05$	$0,05 \pm 0,01$	61 ± 6	$0,007 \pm 0,001$

Las curvas esfuerzo-deformación de compactos en verde sin calcinar (Figura 2a) muestran una desviación del comportamiento lineal, en especial aquellos cuerpos consolidados con almidón de mandioca, que se atribuye a la ocurrencia de cierto grado de deformación irreversible (se confirmó la existencia de deformación permanente en la zona de contacto de las probetas ensayadas, como se describe más adelante, aunque no se descarta que estos materiales también puedan presentar un comportamiento elástico no lineal). Esta característica puede atribuirse al aporte de comportamiento plástico del almidón, procesos de microfisuración y una eventual densificación por compactación.⁽¹²⁾ Estos dos últimos mecanismos ocurrirían predominantemente en los puntos de contacto de los cuerpos en verde con los platos de compresión. Por lo tanto, puede afirmarse que el comportamiento presentado por estas muestras, especialmente en las consolidadas con almidón de mandioca, es frágil-dúctil, ya que la curva cae abruptamente luego de la carga máxima, lo que in-

dica una fractura frágil. La relación σ_V/σ_F (Tabla 2) es una estimación cuantitativa del grado de desviación de la linealidad, siendo más elevada en los discos con almidón de papa (menor apartamiento del comportamiento elástico lineal). Este hecho se atribuye a la baja capacidad de soportar carga de éstos últimos, que impide que se desarrollen los mecanismos que llevan a la deformación permanente.

Las curvas obtenidas para los cuerpos calcinados (Figura 2b) presentan una significativa desviación de la linealidad, comportamiento que resulta más marcado para las muestras consolidadas con almidón de papa, y que puede atribuirse a los mecanismos de microfisuración y compactación (la cual se verificó en el análisis fractográfico, como se describe más adelante). Las curvas de las muestras calcinadas obtenidas con ambos almidones mostraron una caída gradual de la carga con la deformación, aunque sólo en el caso de los cuerpos consolidados con almidón de mandioca se observó una posterior caída abrupta, lo que evidenció un cierto comportamiento frágil. A diferencia de los discos en verde, el valor de σ_V/σ_F fue mayor para las probetas obtenidas con almidón de mandioca. En este caso, la diferencia entre los máximos esfuerzos que soportan los dos tipos de discos calcinados es menor, siendo igualmente posible activar los mecanismos de deformación irreversible en uno y otro caso.

De acuerdo con los resultados de la Tabla 2, los discos en verde sin calcinar presentaron resistencias mecánicas significativamente mayores a las de las probetas calcinadas, lo cual se atribuye a la menor porosidad de los primeros y a la función ligante del almidón. Por otra parte, el orden de σ_F en los discos en verde sin calcinar resultó: mullita-mandioca > mullita-papa (70 % mayor en el primer sistema). El gran tamaño de los poros presentes en las probetas en verde de mullita-papa (Figuras 1a y 1b), sumado a las diferentes características que presentan ambos geles en presencia de las partículas cerámicas, son los principales factores que determinan la diferencia en los valores de σ_F entre ambos sistemas. A partir de medidas reológicas reportadas en un trabajo previo,⁽¹¹⁾ se determinó que la estructura desarrollada por el sistema mullita-mandioca consiste de una red de gel tridimensional con inclusión de partículas cerámicas, presentando un elevado valor de resistencia y una alta susceptibilidad a ser deformado. En cambio, la estructura desarrollada por el sistema mullita-papa consiste en un gel de almidón con una escasa adición de partículas cerámicas y agregados de estas partículas unidas por débiles fuerzas de interacción, como consecuencia de la fuerte desestabilización de la suspensión de partida ocasionada por una elevada y rápida segregación de los componentes.

Los discos calcinados obtenidos a partir de almidón de mandioca también resultaron más resistentes que los preparados con almidón de papa, aunque la diferencia de la resistencia mecánica fue menor que en el caso las probetas sin calcinar (14 % mayor en discos calcinados obtenidos a partir de mandioca). El menor valor de σ_F de los cuerpos obtenidos con almidón de papa se atribuye al mayor tamaño de los poros presentes en este material. Al haberse eliminado el almidón durante el proceso de calcinación, las distintas características de los poros presentes en las muestras (en particular, su tamaño) parecen ser el factor dominante sobre la diferencia de los valores de resistencia entre los cuerpos en verde, por un lado, y los calcinados, por otro, justificando que dicha diferencia sea menor para éstos últimos.

Los valores de módulo de Young para los discos en verde sin calcinar fueron mayores que los de las probetas calcinadas. La menor porosidad de los discos en verde y la presencia de los geles de almidón son los responsables de la mayor rigidez de estos materiales. Por otro lado, el orden de E_a para los cuerpos sin calcinar resultó el mismo que el observado para la resistencia mecánica respecto a cada tipo de almidón: mullita-mandioca > mullita-papa (55 % mayor en el primer sistema). Los discos calcinados obtenidos a partir de almidón de mandioca también presentaron valores de E_a mayores que los preparados con almidón de papa lo cual se asocia a las características, tamaño y morfología, de los poros presentes.

En la Figura 3 se muestran patrones de fractura característicos de cada tipo de compacto.

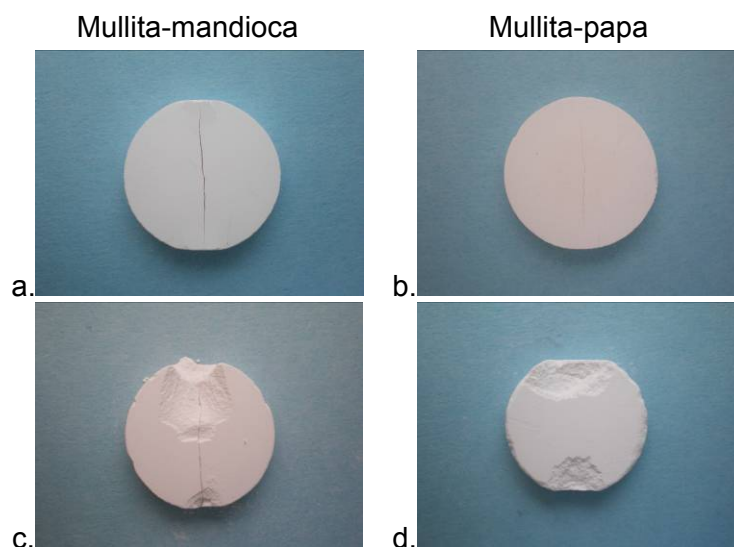


Figura 3. Probetas fracturadas en compresión diametral: (a) y (b) sin calcinar; (c) y (d) calcinadas.

Respecto a la secuencia de falla, a bajos valores de carga, los cuerpos sin calcinar consolidados con almidón de mandioca presentaron una deformación leve en

las zonas de contacto con los platos de compresión, seguida de una pequeña delaminación superficial en estas regiones. La existencia de deformación permanente en la zona de contacto de las probetas ensayadas confirma la presencia de mecanismos de deformación irreversible (compactación, microfisuración). Posteriormente, a mayores valores de carga, se registró la fractura de la muestra, cuya fisura principal comenzó en el centro de la misma y que, en la mayoría de los casos (67 %), resultó de tipo diametral. En algunos de estos discos (33 %) se observó también la presencia de fisuras secundarias. Por otra parte, los eventos antes mencionados se dieron de manera simultánea en los cuerpos conteniendo almidón de papa. Todas estas probetas presentaron una fisura diametral principal y, en la mayoría de los casos (57 %), no se evidenció deformación en los apoyos. Esto último está de acuerdo con la baja capacidad de soportar carga que presentaron los discos consolidados con almidón de papa, lo que impidió que se desarrollen los mecanismos necesarios para producir deformación permanente.

Por su parte, todas las probetas calcinadas obtenidas con cualquiera de los dos almidones presentaron una extensa deformación en el área de contacto con los platos de compresión. Además, se observó rotura y pérdida de material por delaminación en las zonas cercanas a los apoyos, lo que evidenció la concentración de esfuerzos de corte en la región comprendida entre los contactos y el centro del disco.

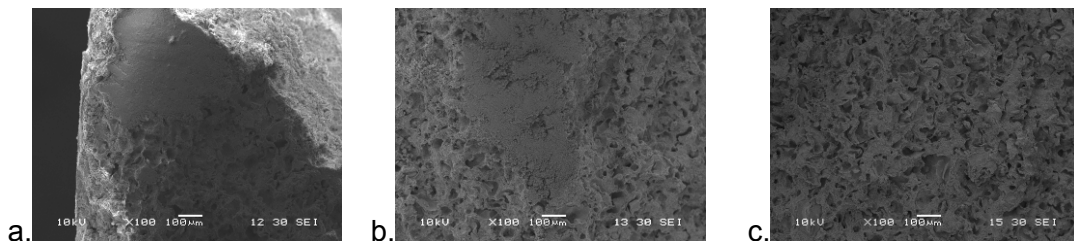


Figura 4. Micrografías de SEM de la (a) zona superior, (b) región media superior y (c) zona central de la superficie de fractura de un disco calcinado y ensayado mecánicamente.

A partir de las imágenes obtenidas por SEM de las superficies de fractura de las muestras calcinadas sometidas a ensayo mecánico (Figura 4) se confirmó el desarrollo de procesos de compactación y densificación del material en las zonas cercanas a los contactos con los platos de compresión.

4. CONCLUSIÓN

Los cuerpos en verde obtenidos por consolidación térmica con almidón de mandioca presentaron propiedades mecánicas superiores a aquéllos en los que se empleó almidón de papa. Esto se atribuyó a las características de los geles desarro-

llados y a la porosidad (cantidad, morfología y, en particular, tamaño de poros) presente en cada material. Después de eliminado el almidón, se mantuvo la superioridad mecánica de los discos conformados con almidón de mandioca, debido principalmente al menor tamaño de poro generado.

5. REFERENCIAS

1. STUDARD, A.R.S.; GONZENBACH, U.T.; TERVOORT, E.; GAUCKLER, L.J. Processing routes to macroporous ceramics: a review. **J Am Ceram Soc**, v.89, n.6, p.1771-1789, 2006.
2. LYCKFELDT O.; FERREIRA, J.M.F. Processing of porous ceramics by 'starch consolidation'. **J Eur Ceram Soc**, v.18, n.2, p.131-140, 1998.
3. ALVES, H.M.; TARÌ, G.; FONSECA, A.T.; FERREIRA, J.M.F. Processing of porous cordierite bodies by starch consolidation. **Mater Res Bull**, v.33, n.10, p.1439-1448, 1998.
4. BAREA, R.; OSENDI, M.I.; MIRANZO, P.; FERREIRA, J.M.F. Fabrication of highly porous mullite materials. **J Am Ceram Soc**, v.88, n.3, p.777-779, 2005.
5. TALOU, M.H.; CAMERUCCI, M.A. Two alternative routes for starch consolidation of mullite green bodies. **J Eur Ceram Soc**, v.30, n.14, p.2881-2887, 2010.
6. GREGOROVÁ, E.; PABST, W.; BOHAČENKO, I. Characterization of different starch types for their application in ceramic processing. **J Eur Ceram Soc**, v.26, n.8, p.1301-1309, 2006.
7. TALOU, M.H.; VILLAR, M.A.; CAMERUCCI, M.A. Thermogelling behaviour of starches to be used in ceramic consolidation processes. **Ceram Int**, v.36, n.3, p.1017-1026, 2010.
8. SANTACRUZ, I.; BAUDÍN, C.; NIETO, M.I.; MORENO, R. Improved green properties of gelcast alumina through multiple synergistic interaction of polysaccharides. **J Eur Ceram Soc**, v.23, n.11, p.1785-1793, 2003.
9. SANDOVAL M.L.; PUCHEU M.A.; TALOU, M.H.; TOMBA MARTINEZ, A.G.; CAMERUCCI, M.A. Mechanical evaluation of cordierite precursor green bodies obtained by starch thermogelling. **J Eur Ceram Soc**, v.29, n.16, p.3307-3317, 2009.
10. WESTERHIDE, R. et al. Advances in characterization of machined green compacts. **J Eur Ceram Soc**, v.17, n.2-3, p.467-472, 1997.
11. TALOU, M.H.; VILLAR, M.A.; CAMERUCCI, M.A.; MORENO, R. Rheology of aqueous mullite–starch suspensions. **J Eur Ceram Soc**, En Prensa.
12. PROCOPIO, A.T., ZAVALIANGOS, A; CUNNINGHAM, J.C. Analysis of the diametrical compression test and the applicability to plastically deforming materials. **J Mater Sci**, v.38, p.3629-3639, 2003.

MECHANICAL BEHAVIOR OF MULLITE GREEN DISKS PREPARED BY THERMAL CONSOLIDATION WITH DIFFERENT STARCHES

ABSTRACT

Mechanical behavior of porous green disks obtained by thermal consolidation of mullite suspensions with cassava and potato starches was studied by diametral compression testing. Disks (thickness/diameter ≤ 0.25) were prepared by thermal treatment (70-80 °C, 2h) of mullite (75 vol%)/starch (25 vol%) of suspensions (40 vol%) pre-gelled at 55–60 °C, and dried (40 °C, 24 h). Samples were characterized by porosity measurements (50-55%) and microstructural analysis (SEM). Several mechanical parameters were determined: mechanical strength, Young's modulus, strain to fracture and yield stress. Typical crack patterns were analyzed and the fractographic analysis was performed by SEM. Mechanical results were related to the developed microstructures, the behavior of the starches in aqueous suspension, and the properties of the formed gels. For comparative purposes, mullite green disks obtained by burning out the starch (650 °C, 2h) were also mechanically evaluated.

Key-words: starch direct consolidation, mullite, pre-firing microstructures, mechanical properties, diametral compression.