

# POST N° 153-DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA FICTICIA DE FRITAS MEDIANTE ESPECTROSCOPIA RAMAN

J. Rubio, A. Tamayo, F. Rubio, S. Mazo, S. Pérez-Villar,  
J. L. Oteo  
Instituto de Cerámica y Vidrio. CSIC. Madrid. España.  
e-mail: jrubio@icv.csic.es

**PALABRAS CLAVE:** Frita, Temperatura Ficticia, Raman, Microdureza.

## RESUMEN

Se ha determinado la temperatura ficticia de una frita y su relación con la microdureza superficial. Se ha observado que tanto el ángulo de enlace Si-O-Si como la microdureza disminuyen con la temperatura ficticia, resultado que se ha asignado a una separación de la fase de sílice del resto de los componentes de la frita cuando ésta es tratada térmicamente.

## INTRODUCCIÓN

La temperatura ficticia,  $T_f$ , de un material vítreo se puede definir como "aquella temperatura a la que el vidrio se encuentra en equilibrio si rápidamente fuera enfriado a dicha temperatura desde un estado determinado". Es bien conocido que muchas propiedades de los vidrios dependen de  $T_f$ , como por ejemplo la densidad, la viscosidad, la resistencia mecánica, la microdureza, coeficiente de dilatación térmica, índice de refracción, etc. Ya que algunas de estas propiedades aumentan y otras disminuyen con  $T_f$ , es de gran importancia conocer ésta para poder predecir a qué temperatura tratar al esmalte desarrollado con la frita para alcanzar una determinada propiedad o un conjunto de propiedades en esmalte final. En base a este hecho, en este trabajo se ha determinado la  $T_f$  de una frita cerámica comúnmente utilizada en la industria de pavimentos cerámicos.  $T_f$  se puede determinar a partir de los espectros infrarrojos (IR) o Raman, sin embargo dado que las fritas poseen espectros IR con bandas muy anchas, es mejor utilizar la espectroscopía Raman. Los resultados obtenidos en este trabajo muestran como  $T_f$  está relacionada directamente con la microdureza de la frita utilizada en el esmalte.

## EXPERIMENTAL

En este trabajo se ha utilizado una frita transparente comúnmente empleada en la industria de pavimentos y revestimientos cerámicos. La frita se ha tratado en horno eléctrico a las temperaturas de 380, 400, 420, 430, 440, 460 480, 500 y 520 °C durante 4 horas las tres primeras, 3 horas las dos siguientes y 2 horas las tres últimas temperaturas. Las fritas tratadas fueron posteriormente analizadas mediante espectroscopía Raman e indentación Vickers. Los espectros Raman se obtuvieron con un espectrofotómetro Renishaw in Via utilizando un láser de 514 nm. Cada espectro final es una media de 10 análisis realizados. Por otro lado, las medidas de microdureza se realizaron en un microdurómetro Leco utilizando una carga de 500 g durante 15 s. Se realizaron al menos 10 medidas para obtener un valor medio. La desviación estándar fue, en todos los casos, menor del 3 %.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 1 muestra los espectros Raman de las piezas de frita tratada a diferentes temperaturas. Puede observarse como los espectros son muy anchos con bandas

poco diferenciadas, tal y como corresponde a materiales vítreos multicomponentes. En estos espectros se aprecian dos bandas fundamentales situadas sobre los  $1030\text{ cm}^{-1}$  y  $480\text{ cm}^{-1}$ , correspondientes a las vibraciones  $\omega_4(\text{TO})$  y  $\omega_1$  de los enlaces Si-O-Si de la frita, respectivamente. La posición de estas bandas está relacionada con  $T_f$  tal y como se ha puesto de manifiesto en diferentes trabajos (1, 2, 3).

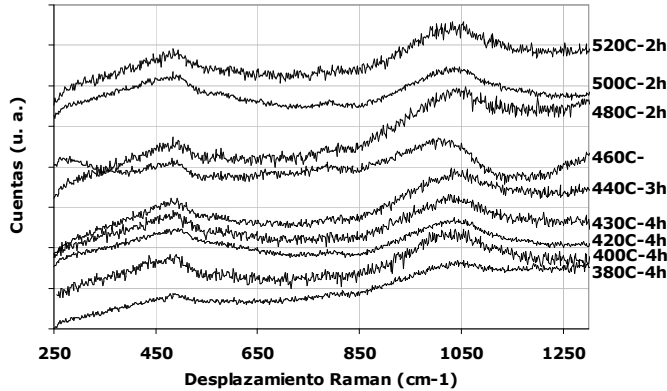


Fig. 1. Espectros Raman de Fritas tratadas

disminución del valor medio del ángulo de enlace Si-O-Si de la red vítrea así como a un aumento en el número de anillos de 3 y 4 miembros de la sílice (2).

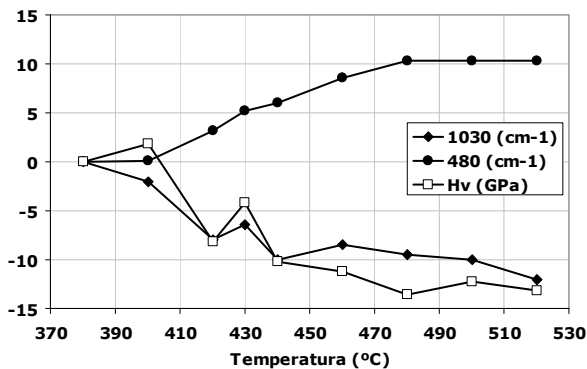


Fig. 2. Variación de las posiciones Raman y de la microdureza de fritas con  $T_f$

componentes y formar una fase rica en sílice del tipo de la sílice vítrea. Esta separación de la sílice del resto de componentes da lugar a una pérdida de cohesión en la red vítrea de la frita, hecho que produce una disminución de la microdureza del material.

## CONCLUSIONES

En este trabajo se ha mostrado la relación entre la temperatura ficticia de una frita y su microdureza superficial. Se ha observado que tanto el ángulo de enlace Si-O-Si como la microdureza decrecen con la temperatura, lo que es debido a una separación de la fase de sílice del resto de los componentes en la frita.

## REFERENCIAS

1. A. E. Geissberger, F. L. Galeener. Phys. Rev. B. 28 (1983) 2366-3271
2. T.M. Gross, M. Tomozawa. J. Non-Cryst. Solids 354 (2008) 4056-4062
3. S. Fujita, A. Sakamoto, M. Tomozawa. J. Non-Cryst. Solids 330 (2003) 252-258

En la Figura 2 se muestra la variación relativa de dichas bandas respecto a la posición inicial, es decir, la posición a la que aparece a la primera temperatura de análisis (de ahí que el primer valor sea 0). En esta Figura se observa como posición de la banda  $\omega_4$  (TO) disminuye con la temperatura, mientras que la banda  $\omega_1$  aumenta. Estos cambios son similares a los que se observan en la sílice vítrea y han sido atribuidos a una

En la Figura 2 también se muestra la variación porcentual del valor de microdureza de las fritas tratadas a diferentes temperaturas. Puede observarse que la microdureza disminuye con la temperatura tal y como ocurre con vidrios convencionales del tipo sodocálcico (3). La disminución de la microdureza debería estar acompañada por un aumento del ángulo de enlace Si-O-Si, sin embargo ocurre lo contrario, por lo que se puede concluir que en las fritas multicomponentes al aumentar la temperatura la sílice tiende a separarse del resto de los óxidos