

UTILIZACIÓN DE LA CÁMARA DE ALTA TEMPERATURA (HTK-XRD) PARA EL ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE FASES CRISTALINAS EN ESMALTES CERÁMICOS

Instituto de Tecnología Cerámica (ITC). Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas (AICE). Universitat Jaume I. Castellón. España.

Email: pilar.gomez@itc.uji.es

La presencia de unas determinadas fases cristalinas en el seno de un vidriado cerámico condicionará tanto sus características técnicas como estéticas. Es por esta razón, que el conocimiento de la evolución de fases cristalinas con la temperatura ha sido tradicionalmente un campo de interés dentro de la industria cerámica.

Actualmente, este tipo de estudios, dentro del marco de investigación y desarrollo de nuevos esmaltes, se realiza preparando por colado de pequeñas probetas o "botones" de fusión del esmalte a estudiar, las cuales son tratadas térmicamente a diferentes temperaturas en un horno de laboratorio. Estas probetas se molturan para obtener una muestra en polvo que es analizada mediante difracción de rayos X. Este tipo de metodología requiere un elevado trabajo de preparación de muestra y análisis, por lo que es posible llegar a perder información de las cinéticas de formación de fases cristalinas, ya que la posibilidad de preparación de probetas y su posterior análisis es limitado en trabajos a corto o medio plazo.

La técnica de difracción de rayos X en condiciones de temperatura no ambiente (HTK-DRX), es una técnica muy utilizada en el estudio de múltiples procesos que necesitan ser investigados in situ, tales como reacciones en estado sólido, transiciones cristalinas, expansión térmica... no obstante, esta técnica ha sido de limitada aplicación en el campo de los esmaltes cerámicos por dos razones fundamentalmente, en primer lugar por la baja sensibilidad de los detectores para obtener elevadas señales de difracción a tiempos cortos y amplios intervalos de ángulos de difracción, y por otro lado, por el carácter fundente de estos materiales, ya que podían reaccionar con algunas partes del equipo tales como termopares, limitando su análisis.

La introducción de mejoras instrumentales en el ámbito de los detectores de rayos X (sensibles a la posición) y cambios en los diseños de las cámaras de alta temperatura, ha posibilitado la utilización de esta técnica para el estudio de esmaltes cerámicos. Se ha podido investigar la evolución de las fases cristalinas con la temperatura in situ, de una forma rápida y reproducible, obteniendo difractogramas de elevada resolución, que permiten la identificación y cuantificación de las estructuras cristalinas presentes.

En el presente trabajo, se ha llevado a cabo el estudio de la evolución de fases cristalinas in situ con la temperatura, de un esmalte industrial utilizado en la fabricación de gres porcelánico esmaltado para la obtención de superficies vidriadas satinadas. Además se ha realizado una comparación de los resultados obtenidos, tanto con los obtenidos con la metodología tradicional de botones de fusión como con los obtenidos en piezas sometidas a ciclos industriales de cocción.

Palabras clave: Difracción de rayos X, Cámara de alta temperatura, esmaltes, desvitrificación.

Tipo de contribución: póster