

Il dilatometro ottico senza contatto nel controllo del comportamento ceramico delle materie prime



M. Paganelli.

M. Paganelli: Expert System Solutions/Modena

Relazione presentata alla Giornata di Studio sul tema "Novità sulle materie prime per il gres porcellanato", organizzata a Sassuolo (MO) dal Gruppo Editoriale Faenza Editrice l'8 febbraio 2001.

Viene illustrato il principio di funzionamento del dilatometro ottico a doppio raggio che rappresenta sicuramente una novità a livello mondiale. Il cuore del dilatometro è il sistema ottico in grado di inquadrare con lo stesso ingrandimento entrambe le estremità del provino, costituito da un parallelepipedo di circa 15 mm d'altezza per 5 mm di lato. L'immagine viene digitalizzata con la risoluzione massima raggiungibile operando con luce bianca, ovvero 0,6 micron. La precisione della misura è rappresentata dal rapporto tra la risoluzione del sistema di misura e l'altezza del provino, quindi è di 4 parti su 100.000. Utilizzando il sistema a doppio raggio non è più necessario eseguire la curva di taratura anche cambiando il ciclo di riscaldamento; è possibili quindi simulare un ciclo di cottura industriale.

1 - INTRODUZIONE

La Expert System Solutions opera da più di dieci anni nella ricerca e nello sviluppo di nuove applicazioni destinate al settore ceramico. La nostra missione aziendale è quella di contribuire all'avanzamento scientifico e tecnologico del settore ceramico, traducendo in pratica un vecchio slogan "invece di sognare i ceramici avanzati dedichiamoci a far avanzare i ceramici tradizionali".

Uno dei settori di ricerca che ci ha dato grandi soddisfazioni è quello dell'analisi automatica d'immagini ad alta temperatura, rilevate direttamente all'interno dell'ambiente di cottura. Lo sviluppo più recente di questa tecnologia è il dilatometro ottico a doppio raggio che rappresenta sicuramente una novità livello mondiale. Questo strumento va a completare la gamma dei microscopi riscaldanti automatici, che sono stati introdotti per la prima volta da Expert System nel 1990.

Tutti i nostri strumenti hanno in comune alcune caratteristiche essenziali, sono costruiti in modo modulare, e sono composti da 3 gruppi funzionali: computer di elevate prestazioni con tutte le interfacce e il software necessario per la gestione completamente automatica dello strumento, una Unità di Potenza direttamente controllata dal Computer che, a seconda dei modelli, può arrivare fino a 2 kW di potenza e il banco ottico dove sono installati gli elementi del sistema di visione e il forno completo di carrello porta-campione. Tutte le parti calde o sotto tensione sono protette da una copertura di sicurezza. Il forno opera in bassa tensione e tutto lo strumento è conforme alle normative CE.

La gamma degli strumenti disponibili comprende ora il Microscopio riscaldante per le fritte e gli smalti con ottica di basso ingrandimento dotata di zoom, il Microscopio per lo

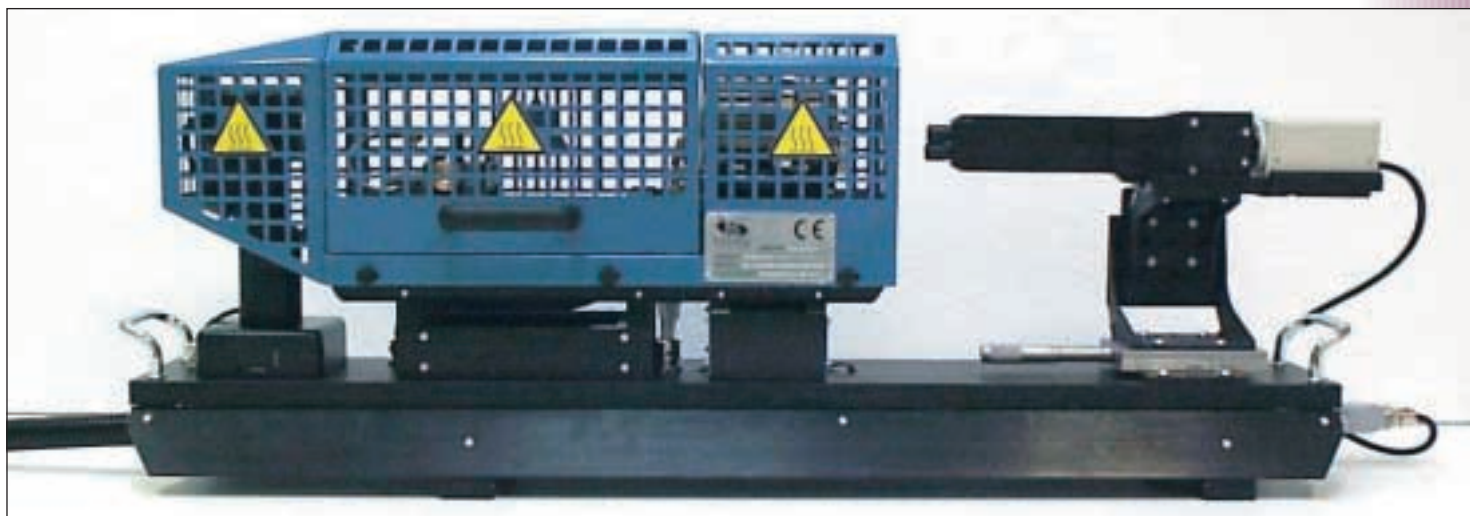


Fig. 1 - Dilatometro ottico a doppio raggio.

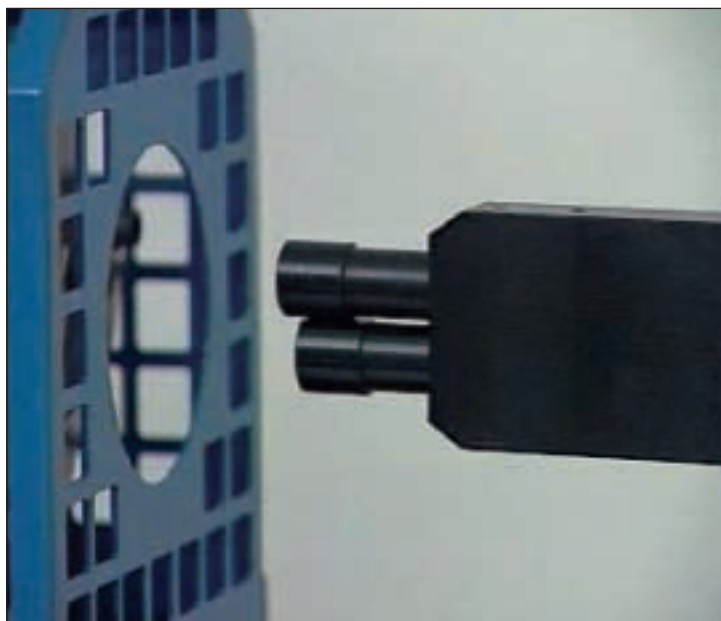
studio della sinterizzazione degli impasti dotato di ottica di alto ingrandimento e motore passo-passo in grado di seguire la sinterizzazione del provino fino a oltre il 30%.

2 - IL DIATOMETRO OTTICO A DOPPIO RAGGIO

Spingendo ai limiti delle possibilità fisiche la risoluzione del sistema ottico e applicando il concetto del doppio raggio, già di per se sfruttato ampiamente in molti strumenti scientifici che si basano su misure eseguite con un raggio di luce (ad esempio assorbimento atomico), è stato ideato e brevettato il nuovo dilatometro ottico senza contatto a doppio raggio.

Il cuore del dilatometro a doppio raggio è il sistema ottico in grado di inquadrare con lo stesso ingrandimento entrambe le estremità del provino; tutto il sistema è supportato da slitte micrometriche che ne consentono il perfetto posizionamento. Il provino si trova in posizione verticale

Fig. 2 - Doppia ottica.



all'interno di un forno al platino e il sistema ottico inquadra contemporaneamente sia l'estremità alta del provino che la base di appoggio in prossimità della base del provino stesso. Il campione è costituito da un parallelepipedo di circa 15 mm d'altezza per 5 mm di lato e viene inquadrato su entrambe le estremità. L'immagine viene digitalizzata con la risoluzione massima raggiungibile operando con luce bianca, ovvero 0,6 micron. La precisione della misura è quindi rappresentata dal rapporto tra la risoluzione del sistema di misura e l'altezza del provino, quindi è di 4 parti su 100.000. L'accuratezza della misura è 2 volte inferiore in quanto esiste un'incertezza di più o meno 1 pixel, nella lettura dell'immagine.

Le misure dilatometriche sono normalmente complicate dal fatto che anche il sistema di misura utilizzato per rilevare la dilatazione subisce delle variazioni dimensionali dovute al riscaldamento. Questo fatto provoca un errore che viene normalmente eliminato utilizzando una curva di correzione ottenuta misurando un campione a dilatazione nota. Questa tecnica fornisce risultati soddisfacenti a patto che la curva di correzione venga eseguita frequentemente. In ogni caso è necessario eseguire di nuovo la curva di taratura ogni volta che si cambia il ciclo di riscaldamento. È utile ricordare che nei sistemi tradizionali dove il provino è alloggiato all'interno di una culla che viene a sua volta riscaldata, la dilatazione del sistema di misura può essere dello stesso ordine di grandezza della dilatazione del provino in esame. Soltanto nei sistemi che operano a bassa temperatura è possibile ovviare parzialmente all'inconveniente utilizzando un sistema di misura in vetro di quarzo che ha una dilatazione bassissima.

Lo strumento proposto è in grado di eseguire misure fino a una temperatura massima di 1600°C, temperatura alla quale un sistema di misura tradizionale in allumina può presentare una dilatazione assoluta superiore di 2 o 3 volte alla dilatazione del provino sotto esame!

Utilizzando il sistema a doppio raggio non è più necessario eseguire la curva di taratura anche cambiando il ciclo di riscaldamento. Diventa quindi possibile seguire il comportamento dilatometrico simulando un ciclo di cottura industriale.

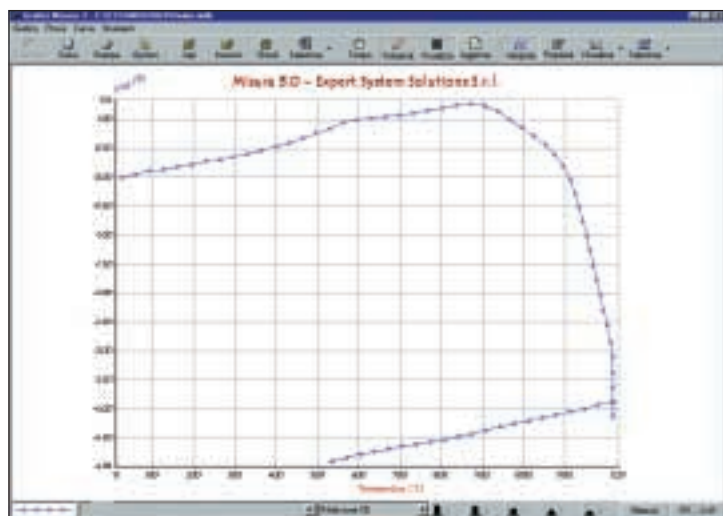


Fig. 6 - Comportamento dilatometrico dell'impasto blu in funzione della temperatura.

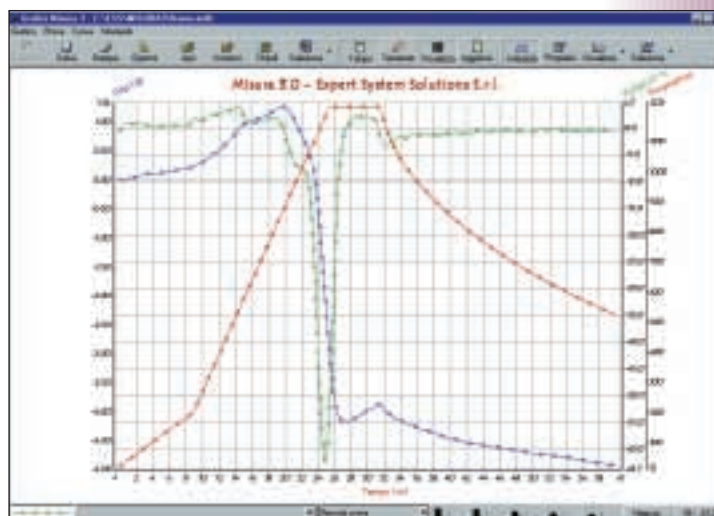


Fig. 9 - Curve dilatometriche dell'impasto blu e dell'impasto rosso e relative derivate in funzione del tempo.

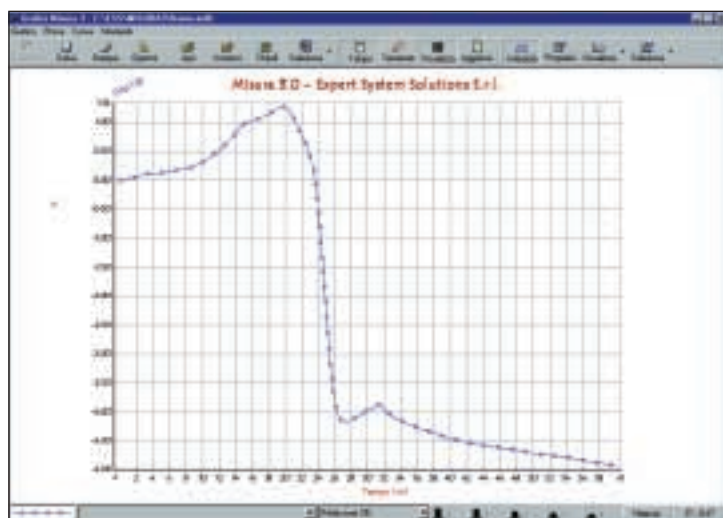


Fig. 7 - Comportamento dilatometrico dell'impasto blu in funzione del tempo.

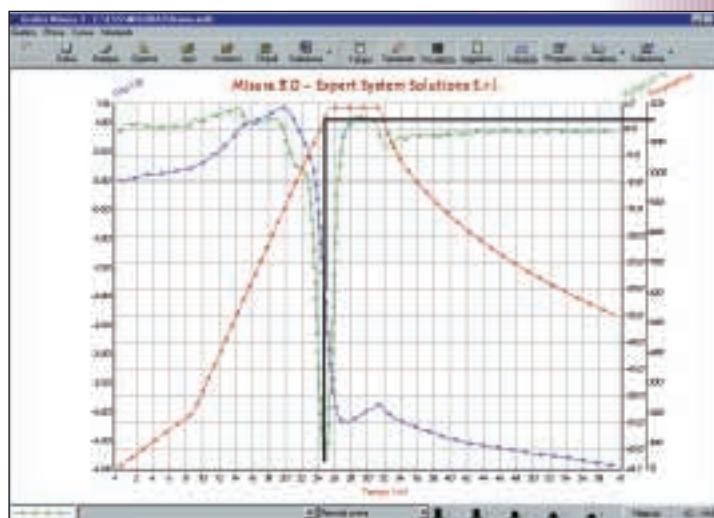
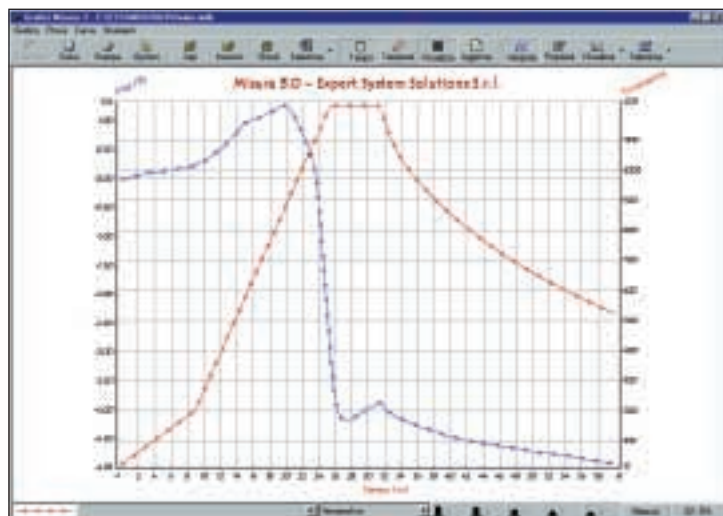


Fig. 10 - L'intercetta tra la proiezione dell'apice della derivata della curva di sinterizzazione proiettata sull'asse delle temperature.

Fig. 8 - Comportamento dilatometrico dell'impasto blu e dell'impasto rosso in funzione del tempo.



perature (Fig. 10). Risulta evidente che questo impasto è stato cotto ad una temperatura abbondantemente superiore a quella che ne provoca il rigonfiamento. La temperatura di cottura ideale per ottenere la massima velocità di sinterizzazione senza incorrere nel pericolo del rigonfiamento, corrisponde a quella di massima velocità di sinterizzazione.

L'altro impasto invece si comporta in modo diverso (Fig. 11). Trasformiamo ora la curva in base tempo (Fig. 12); risulta evidente che la sinterizzazione avviene completamente e senza rigonfiamento. Sovrapponiamo la curva di cottura ed eseguiamo la derivata della curva di sinterizzazione (Fig.13).

Tracciando l'intercetta tra l'apice della curva della derivata sulla curva di cottura si vede bene che in questo caso corrisponde esattamente alla temperatura massima di cottura. L'impasto quindi sinterizza completamente nel minore tempo possibile ma senza entrare in rigonfiamento (Fig. 14).

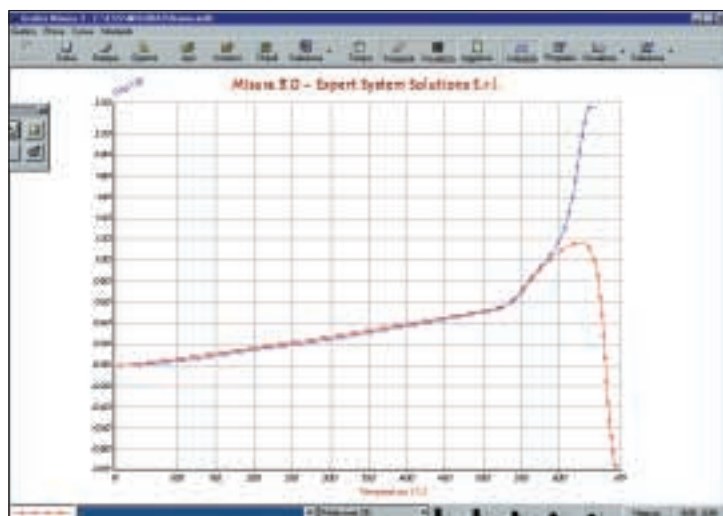


Fig. 16 - Comportamento dilatometrico di un vetro con effetti provocati dalla cristallizzazione.

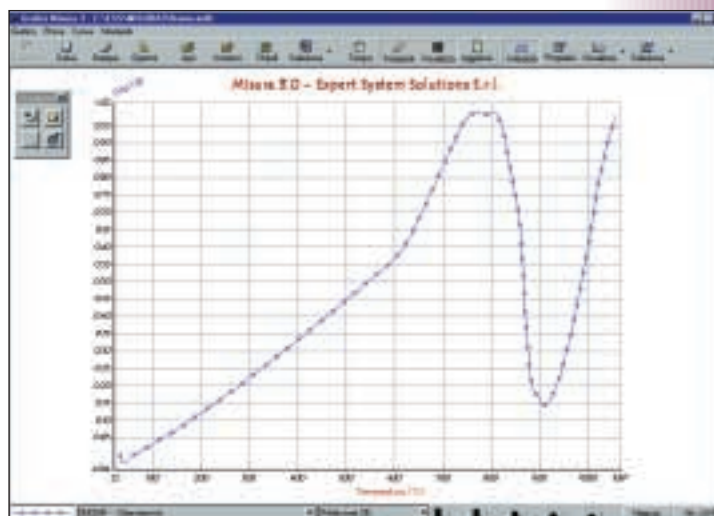


Fig. 18 - Analisi dei fenomeni di devetrificazione eseguita con dilatometro ottico a doppio raggio.

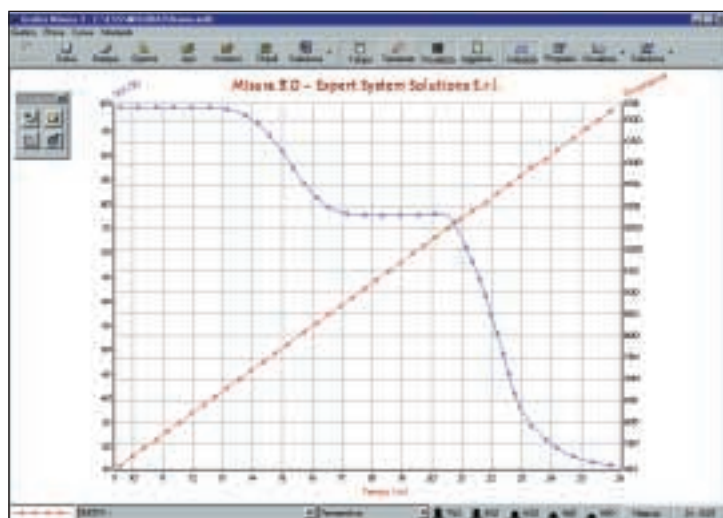


Fig. 17 - Analisi dei fenomeni di devetrificazione eseguita con microscopio riscaldante a basso ingrandimento.

Una volta superata la temperatura di transizione vetrosa il provino si comporta in modo simile a quello precedente per alcune decine di gradi e poi invece di rammollire inizia una fase di espansione. La curva blu della Fig. 16 rappresenta gli effetti provocati dalla cristallizzazione: prima della fase di rammollimento inizia una fase di violenta espansione. Questo effetto chiaramente misurabile con il dilatometro senza contatto non viene normalmente osservato con un dilatometro meccanico, in quanto la pressione del sistema di misura altera completamente il comportamento del materiale.

L'analisi dei fenomeni di devetrificazione eseguita con il microscopio riscaldante a basso ingrandimento porta normalmente all'ottenimento di curve di rammollimento caratterizzate da un ampio intervallo di stabilità dimensionale: il provino passa dallo stato vetroso a quello cristallino e cessa completamente di sinterizzare (Fig. 17).

L'analisi dello stesso materiale con il dilatometro ottico a doppio raggio fornisce informazioni molto più accurate. Nell'esempio illustrato (Fig. 18) si vede chiaramente che il provino subisce le tipiche trasformazioni legate alla sua struttura vetrosa (T_g e T_r), ma dopo un breve intervallo di rammollimento inizia una nuova fase di espansione provocata dalla crescita di fasi cristalline. È quindi possibile determinare accuratamente i livelli termici e le trasformazioni meccaniche in funzione dei parametri di riscaldamento del provino stesso.

3 - CONCLUSIONI

La possibilità d'impiego di uno strumento che esegue misure assolute senza contatto di entrambe le estremità del campione, in grado di rilevare misure anche dopo la temperatura di rammollimento, è una evidente innovazione. La capacità di riprodurre fedelmente il ciclo termico industriale, la possibilità di cambiare la curva di riscaldamento senza eseguire la curva di taratura, è senza dubbio una esclusiva opportunità di approfondimento nell'analisi dei materiali, per ogni laboratorio di ricerca e sviluppo.