

# EL DILATÓMETRO ÓPTICO SIN CONTACTO EN EL CONTROL DEL COMPORTAMIENTO CERÁMICO DE LAS MATERIAS PRIMAS

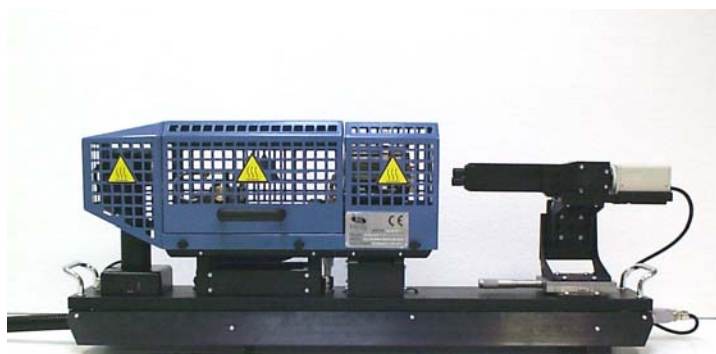
Expert System Solutions opera desde hace más de diez años en la investigación y el desarrollo de nuevas aplicaciones destinadas al sector cerámico.

Nuestra misión empresarial es la de contribuir al avance científico y tecnológico del sector cerámico, llevando a la práctica un viejo eslogan que dice “en vez de soñar los cerámicos avanzados dediquémonos a hacer avanzar los cerámicos tradicionales”.

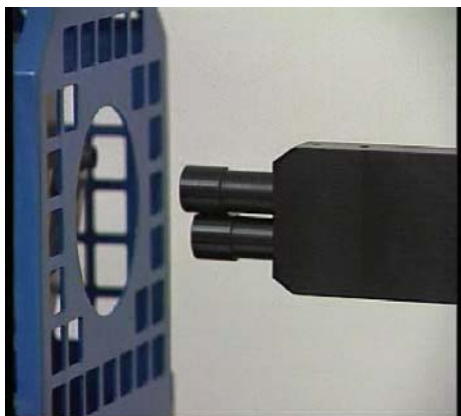
Un sector de investigación que nos ha dado grandes satisfacciones es el del análisis automático de imágenes a alta temperatura, obtenidas directamente al interno del ambiente de cocción. El desarrollo más reciente de esta tecnología es el dilatómetro óptico a doble rayo que representa seguramente una novedad a nivel mundial. Este instrumento completa la gama de los microscopios de calentamiento automáticos, los cuales han sido introducidos por Expert System en 1990.

Todos nuestros instrumentos tienen en común algunas características esenciales, son contruidos de manera modular, y están compuestos por tres grupos funcionales: ordenador de elevadas prestaciones con todas las interfaces y el software necesario para la gestión completamente automática del instrumento; una Unidad de Potencia directamente controlada por el ordenador que, de acuerdo al modelo, puede llegar hasta 2 KW de potencia; y el banco óptico, en donde son instalados los elementos del sistema de visión y el horno completado por un carro porta-muestra. Todas las partes calientes o bajo tensión son protegidas por una cobertura de seguridad. El horno opera a baja tensión y el instrumento en su totalidad es conforme a las normativas CE.

La gama de los instrumentos disponibles comprende el Microscopio de calentamiento, para las fritas y los esmaltes con óptica de bajo aumento dotada de zoom; el Microscopio para el estudio de la sinterización de los impastos dotado de óptica de alto aumento y motor paso-paso en condiciones de seguir la sinterización de la muestra hasta más allá del 30%.



Llevando a los límites de las posibilidades físicas la resolución del sistema óptico y aplicando el concepto del doble rayo -ya de por sí aprovechado ampliamente en muchos instrumentos científicos que se basan en medidas efectuadas con un rayo de luz (por ejemplo absorción atómica)- ha sido ideado y patentado el nuevo dilatómetro óptico sin contacto a doble rayo.



El corazón del dilatómetro a doble rayo es un sistema óptico capaz de encuadrar con el mismo aumento ambas extremidades de la muestra; todo el sistema es soportado por trineos micrométricos que consienten el perfecto posicionamiento.

La muestra se encuentra en posición vertical al interno de un horno al platino y el sistema óptico encuadra contemporáneamente tanto la extremidad alta de la muestra como la base de apoyo en proximidad de la base de la misma muestra. La muestra es constituida por un paralelepípedo de alrededor de 15 mm. de altura por 5 mm. de ancho y es encuadrada en ambas extremidades. La imagen es digitalizada con la resolución máxima alcanzable operando con luz blanca, o en otras palabras con 0,6 micrón.

La precisión de la medición está, por lo tanto, representada por la relación entre la resolución del sistema de medida y la altura de la muestra; vale decir es de 4 partes de 100.000.

La meticulosidad de la medida es 2 veces inferior cuanto existe una incerteza de más o menos 1 píxel en la lectura de la imagen.

Las medidas dilatométricas son normalmente complicadas por el hecho de que también el sistema de medición utilizado para obtener la dilatación sufre variaciones dimensionales debidas al calentamiento. Este hecho provoca un error que normalmente es eliminado utilizando una curva de corrección obtenida midiendo una muestra a una dilatación nota.

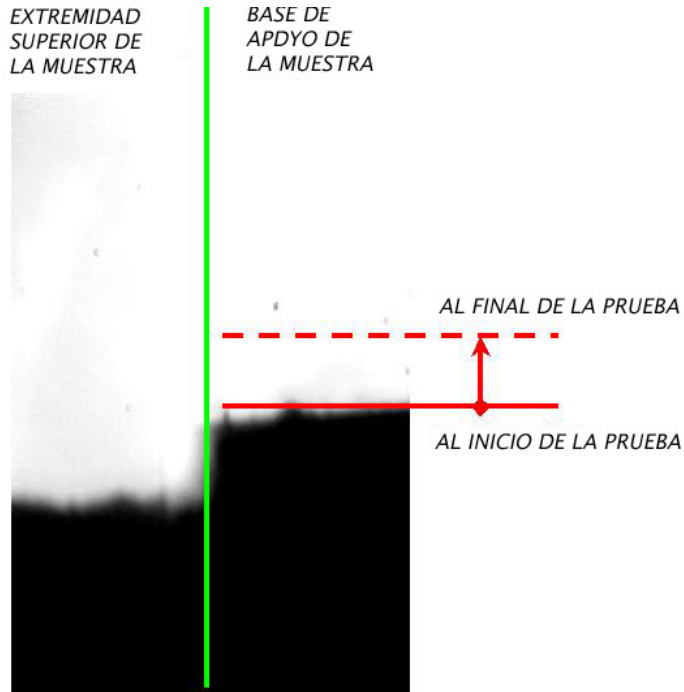
Esta técnica brinda resultados satisfactorios siempre que la curva de corrección sea efectuada frecuentemente. En todo caso es necesario efectuar de nuevo la curva de taraje cada vez que se cambia el ciclo de calentamiento. Es útil recordar que en los sistemas tradicionales, en donde la muestra está alojada al interno de una cuna que a su vez es calentada, la dilatación del sistema de medida puede ser del mismo orden de grandeza de la dilatación de la muestra en examen. Solamente en los sistemas que operan a baja temperatura es posible ignorar parcialmente el inconveniente utilizando un sistema de medición en vidrio de cuarzo que tiene una dilatación bajísima.

El instrumento propuesto está en condiciones de efectuar mediciones hasta una temperatura máxima de 1600° C, temperatura en la cual un sistema de medición tradicional en alúmina puede presentar una dilatación absoluta superior 2 ó 3 veces a la dilatación de la muestra bajo examen.

Utilizando el sistema a doble rayo ya no es necesario efectuar la curva de taraje, incluso cambiando el ciclo de calentamiento. Por lo tanto, resulta posible realizar el comportamiento dilatométrico simulando un ciclo de cocción industrial.

En la Fig. 1 vemos un ejemplo de medición efectuado sobre una mezcla de gres porcelánico empujada hasta la sinterización. Las imágenes se presentan divididas en 2 sectores: la parte izquierda muestra un segmento de la parte superior de la muestra, mientras la parte derecha encuadra la línea de base con el mismo aumento.

La línea roja continua, representa la posición de la placa de apoyo al inicio de la prueba; mientras la línea roja punteada, representa la posición de la placa de apoyo al final de la prueba.



**Fig 1**

El desplazamiento de la línea de base debido a la dilatación del soporte de la muestra es medido y sustraído al desplazamiento de la muestra.

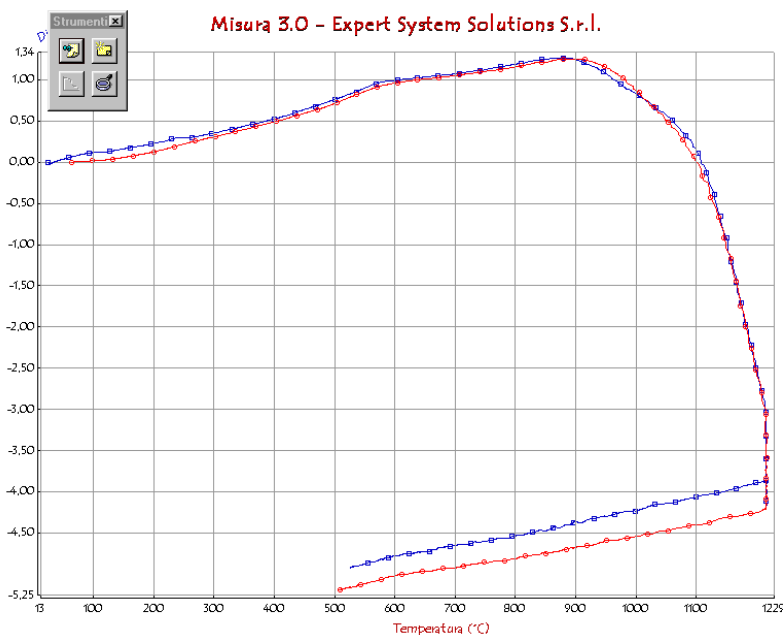
Imagínemos ahora que vemos en animación la Fig. 1, en donde a la izquierda se ve la dilatación de la muestra hasta el retiro sucesivo, mientras a la derecha se ve la dilatación del asta de soporte.

El desplazamiento provocado por la placa de soporte es automáticamente sustraído a la medición efectuada sobre la muestra.

El campo ideal de aplicación de la dilatometría óptica es ciertamente el del estudio de la sinterización. Todos los sistemas en los cuales el sistema de medición tiene contacto con la muestra brindan medidas precisas solamente mientras la muestra se mantiene rígida.

Cuando la muestra inicia a volverse plástica el sistema de medición a contacto perturba inevitablemente el comportamiento del material bajo examen.

El único modo para efectuar esta medición sin perturbar el comportamiento de la muestra es eliminar completamente el contacto físico. El ejemplo de la Fig. 2 muestra el comportamiento de dos muestras sometidas al mismo ciclo de cocción, del cual resulta que los dos materiales tienen un comportamiento muy similar: la única diferencia significativa pareciera ser un retiro inferior de la mezcla azul respecto de la mezcla roja.



**Fig 2**

El gráfico de la Fig.3 muestra los mismos datos, ya no en función de la temperatura, sino en función del tiempo y en sobreposición vemos el ciclo de cocción al cual han sido sometidas las dos muestras. Resulta evidente por tanto, que la mezcla azul cocida en las mismas condiciones de la mezcla roja sufre un sensible hinchamiento, explicación principal de su aparente inferior retiro. Es obvio que confrontando dos muestras idénticas después que han pasado el mismo ciclo de cocción podemos ser víctimas de engaño respecto de la medida del retiro.

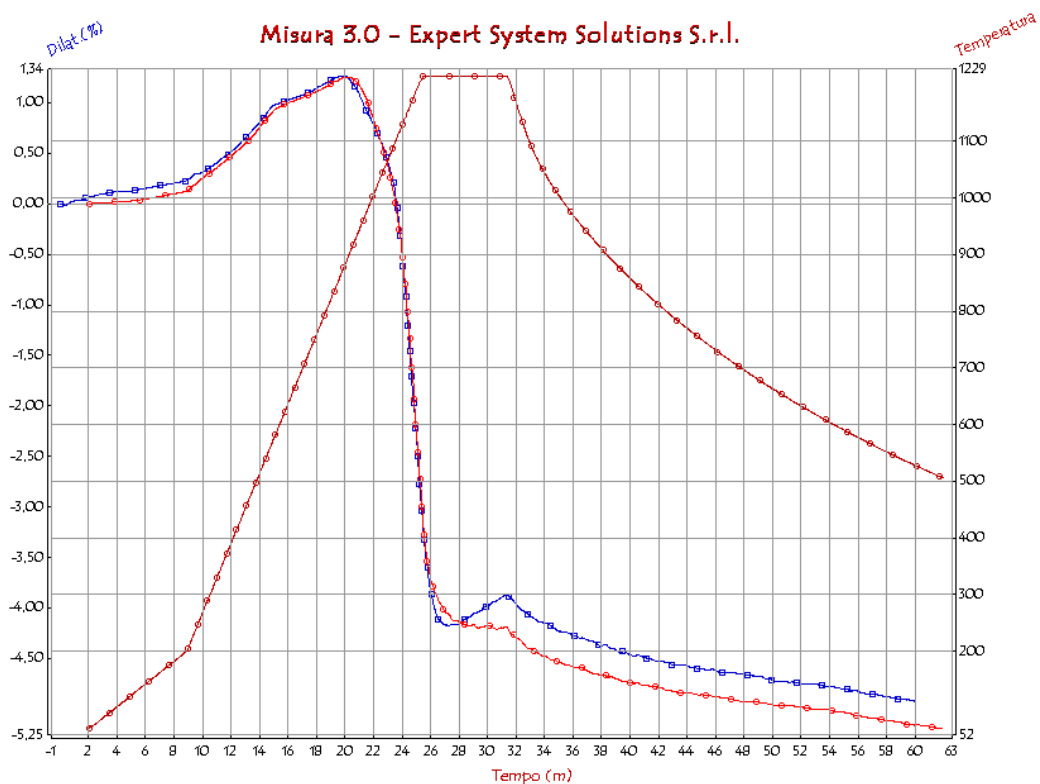


Fig 3

Utilizando la dilatometría sin contacto es posible descubrir las causas de la hinchazón y definir la temperatura óptima en cocción para la mezcla que en este caso ha hinchado. El gráfico de la Fig. 4 representa el comportamiento dilatométrico de la mezcla azul en función de la temperatura.

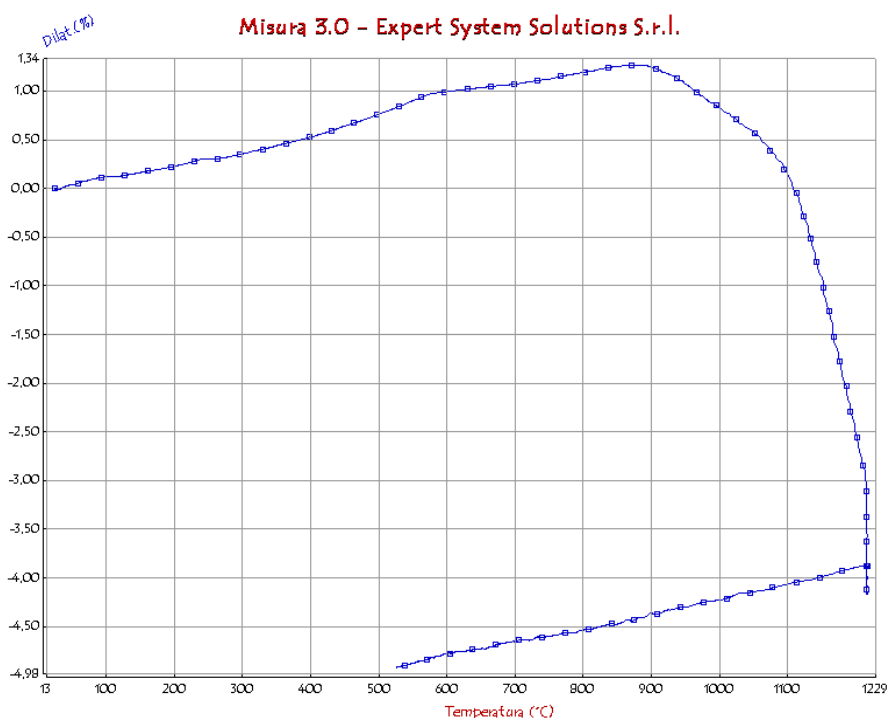


Fig 4

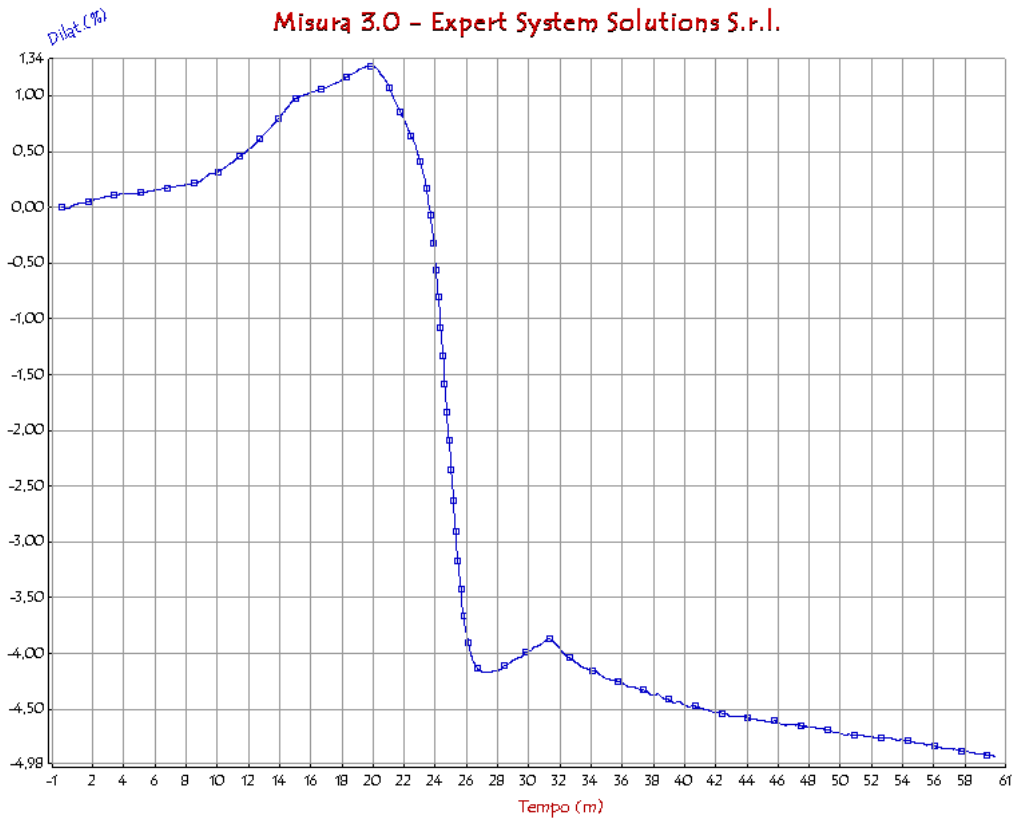


Fig 5

Lo convertimos en base tiempo en modo de reflejar de manera evidente el hinchamiento Fig 5.

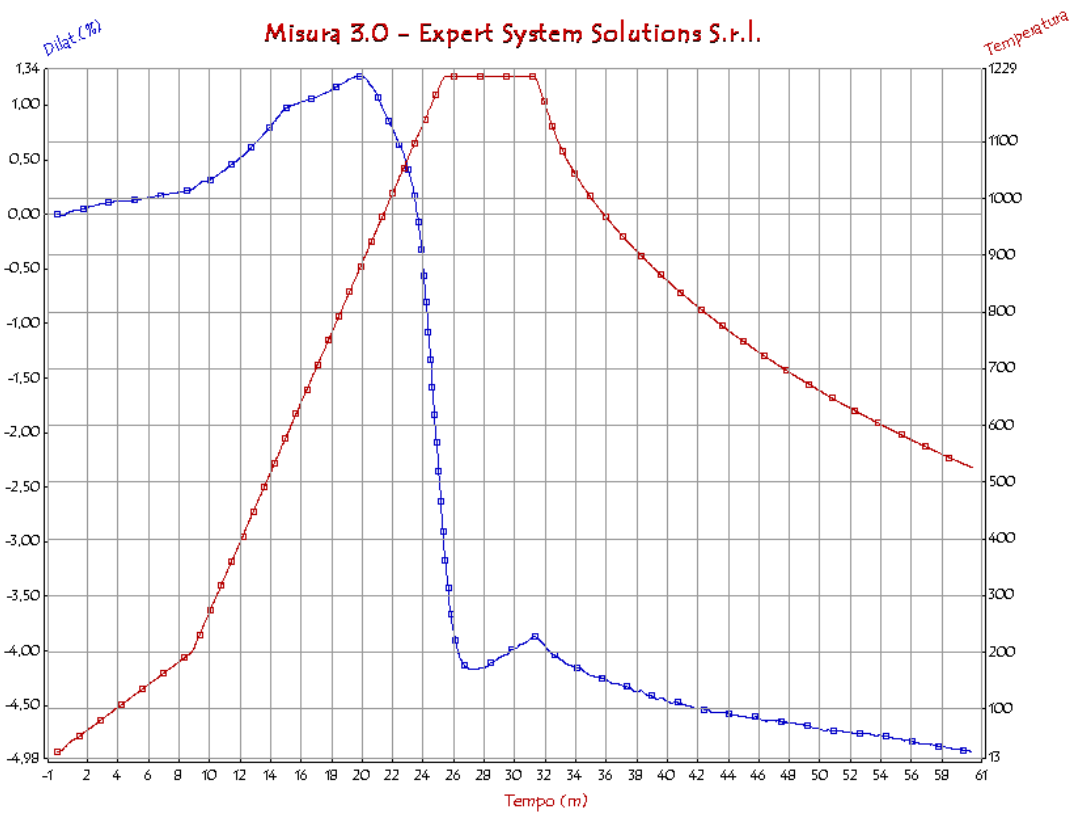


Fig 6

Sobreponemos la curva de cocción (roja) Fig. 6 y calculamos la derivada de la curva de sinterización, Fig. 7.

Ahora el pico negativo de la derivada representa el punto de máxima velocidad de sinterización.

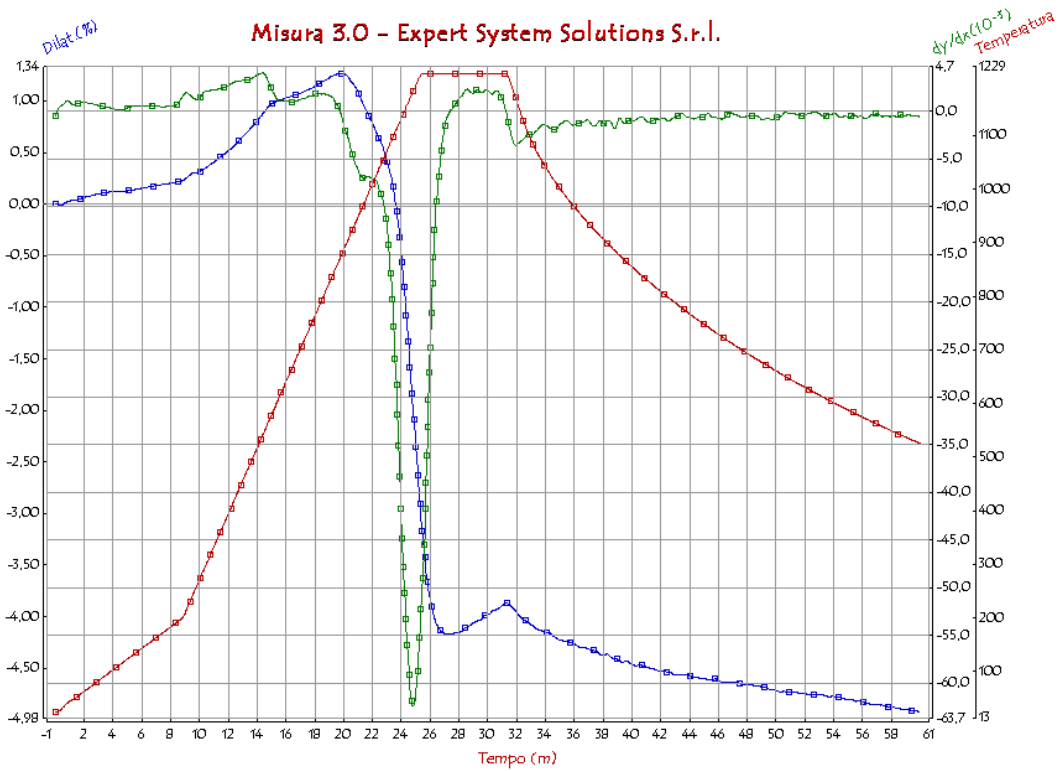


Fig7

Fig. 8 Diseñamos la interceptada entre la proyección del ápice de la derivada de la curva de sinterización y lo proyectamos sobre el eje de las temperaturas. Resulta evidente que esta mezcla ha sido cocida a una temperatura abundantemente superior a la que provoca el hinchamiento. La temperatura de cocción ideal para obtener la máxima velocidad de sinterización sin incurrir en el peligro del hinchamiento, corresponde a la de máxima velocidad di sinterización.

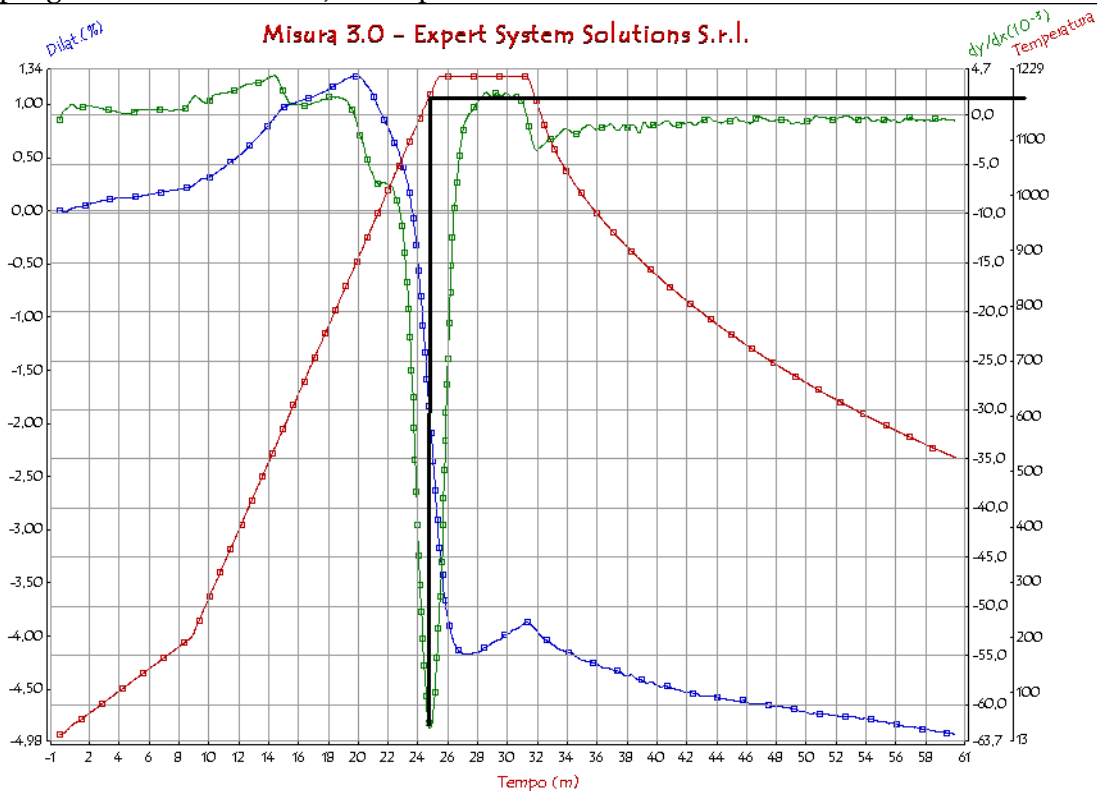


Fig 8

La otra mezcla en cambio se comporta en modo diferente Fig 9

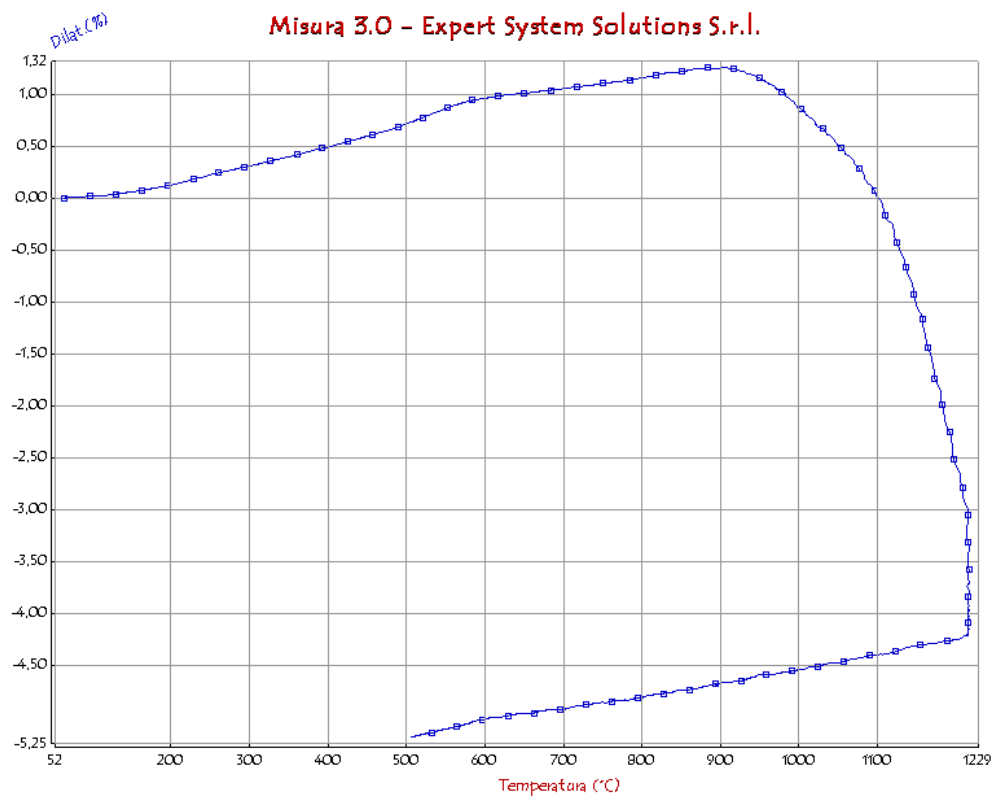


Fig 9

Transformamos ahora la curva en base tiempo, (Fig. 10) resulta evidente que la sinterización ocurre completamente y sin hincharse.

Sobreponemos la curva de cocción y efectuamos la derivada de la curva de sinterización Fig.11.

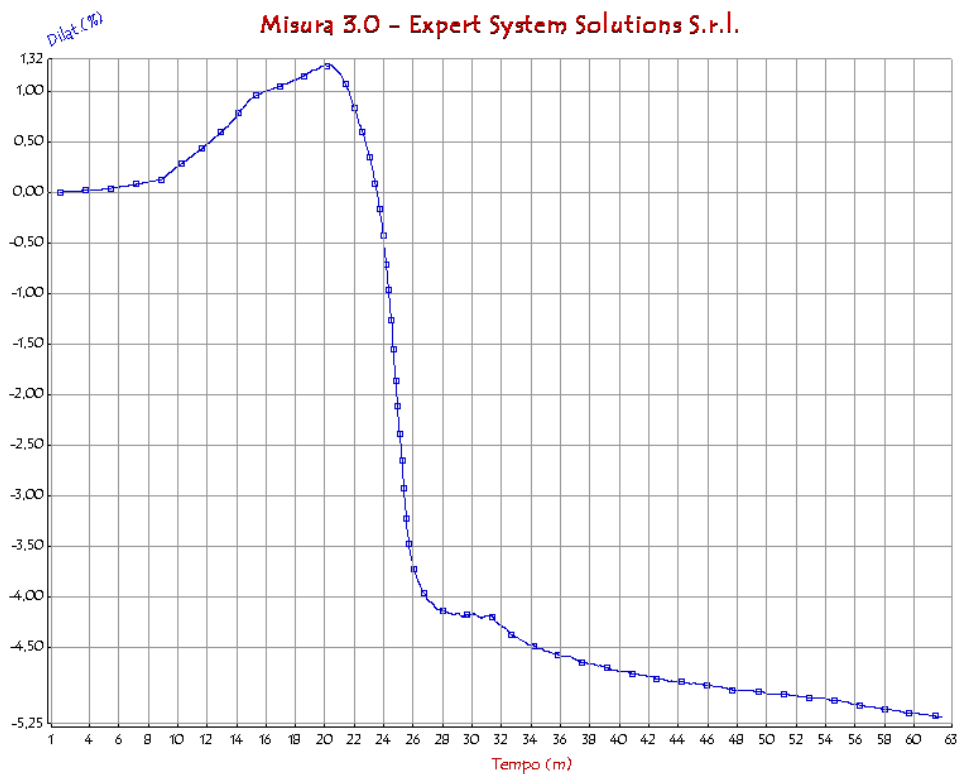


Fig 10

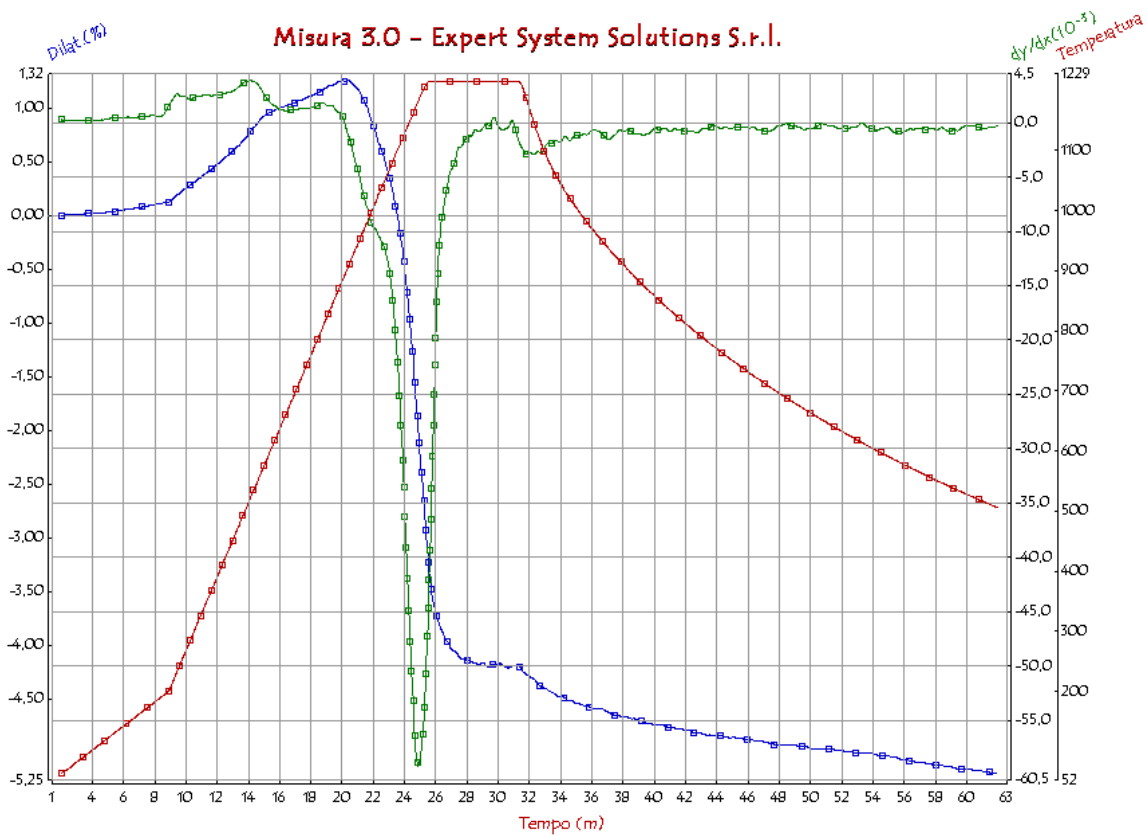


Fig11

Trazando la interceptada entre el ápice de la curva de la derivada sobre la curva de cocción se ve bien que en este caso corresponde exactamente a la temperatura máxima de cocción. La mezcla por lo tanto sinteriza completamente en el menor tiempo posible, pero sin entrar en hinchamiento. Fig. 12

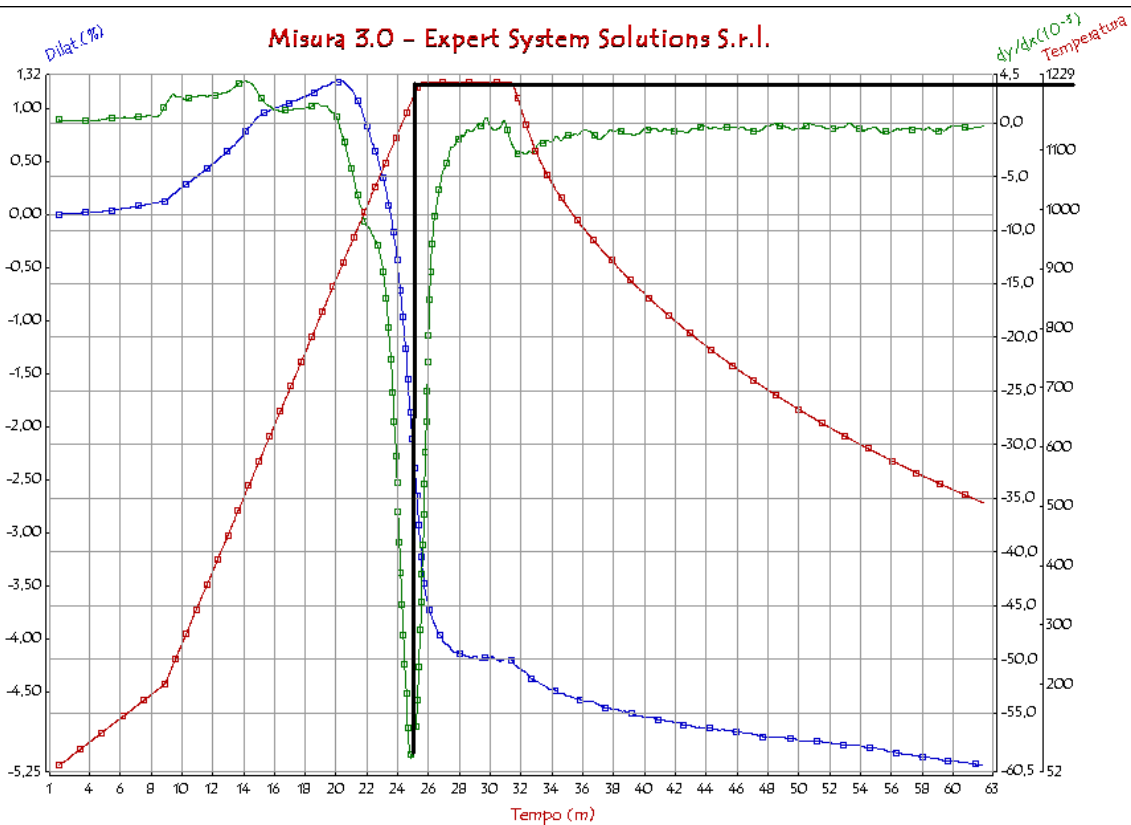


Fig.12

Otro campo de aplicación ideal para el dilatómetro sin contacto está representado por el estudio del comportamiento de los vidrios y de los vitrocerámicos. El gráfico ilustrado corresponde a un vidrio. En el gráfico son identificadas las temperaturas de transición vidriosa ( $T_g$ ) y de ablandamiento dilatométrico ( $T_r$ ) utilizando la técnica de las derivadas. La  $T_g$  es identificada en base al pico en la derivada segunda, mientras la  $T_r$  es identificada en base al punto de intersección entre la derivada primera y su línea de cero. Fig. 13

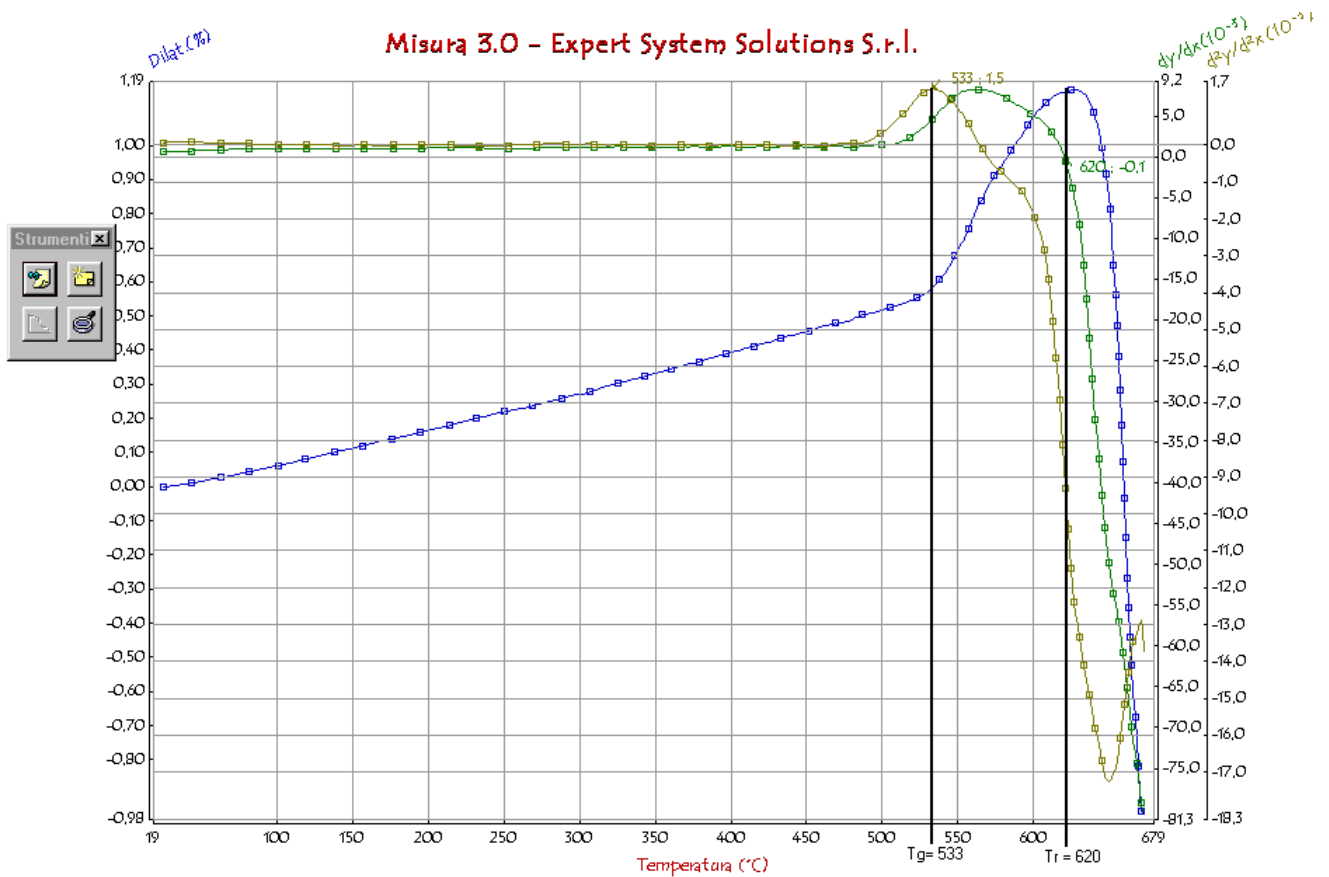
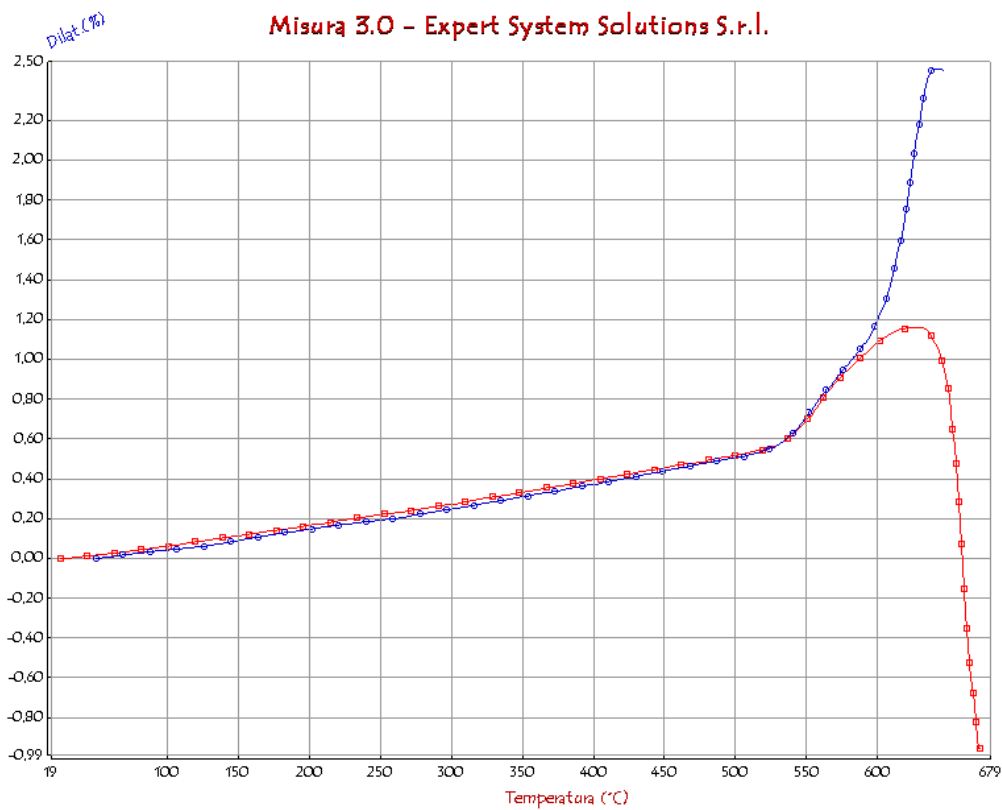


Fig.13

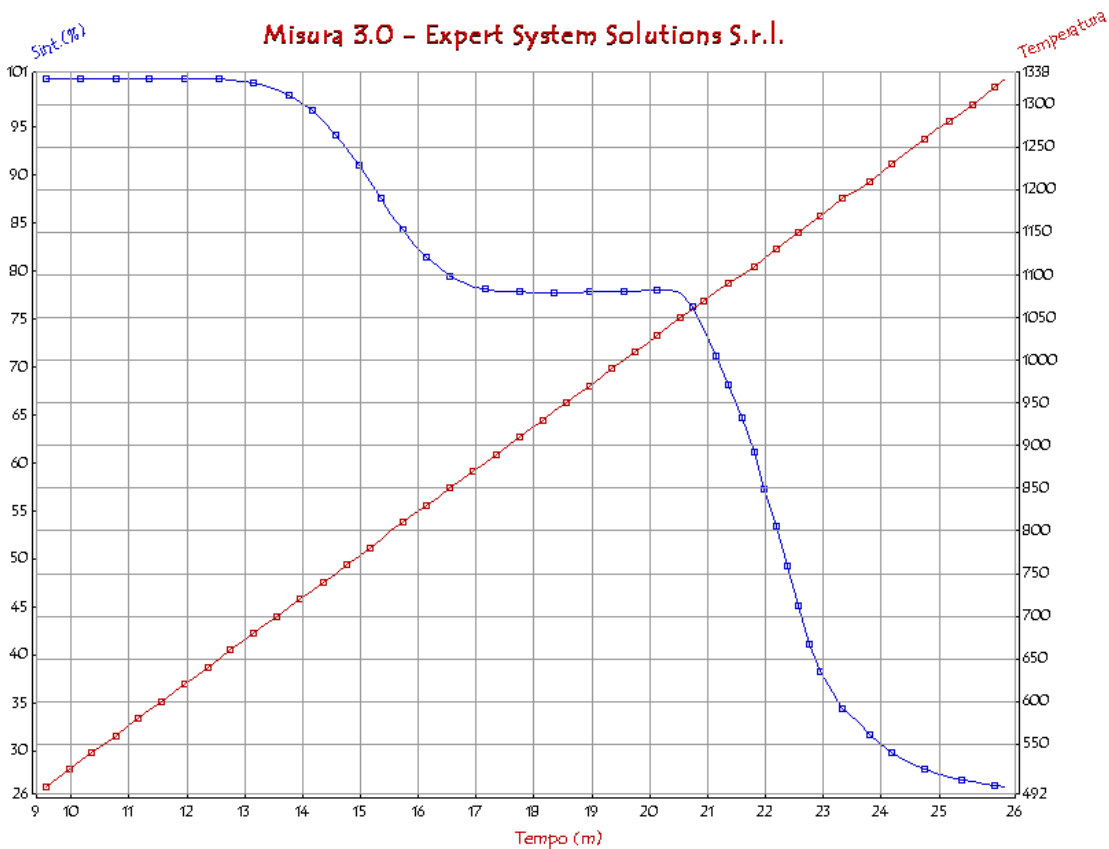
Si durante el tratamiento térmico, se crean condiciones tales de provocar fenómenos de cristalización masiva al interno del vidrio, el comportamiento dilatométrico cambia radicalmente. Un vez superada la temperatura de transición vidriosa la muestra se comporta de manera similar al precedente por algunas décadas de grados y luego, en vez de ablandar inicia una fase de expansión.

La curva azul de la Fig. 14 representa los efectos provocados por la cristalización: antes de la fase de ablandamiento inicia una fase de violenta expansión. Este efecto claramente medible con el dilatómetro sin contacto no es normalmente observado con un dilatómetro mecánico, en cuanto la presión del sistema de medición altera completamente el comportamiento del material.



**Fig 14**

El análisis de los fenómenos de vetrificación efectuado con el microscopio de calentamiento a bajo aumento lleva normalmente a la obtención de curvas de ablandamiento caracterizadas por un amplio intervalo de estabilidad dimensional: la muestra pasa del estado vidrioso al cristalino y cesa completamente de sinterizar. Fig. 15



**Fig 15**

El análisis del mismo material con el dilatómetro óptico a doble rayo brinda informaciones mucho más precisas. En el ejemplo ilustrado (Fig. 16) se ve claramente que la muestra sufre las típicas transformaciones ligadas a su estructura vidriosa (  $T_g$  y  $T_r$ ), pero después de un breve intervalo de ablandamiento inicia una nueva fase de expansión provocada por el crecimiento de fases cristalinas. Es por tanto posible determinar meticulosamente los niveles térmicos y las transformaciones mecánicas en función de los parámetros de calentamiento de la muestra.

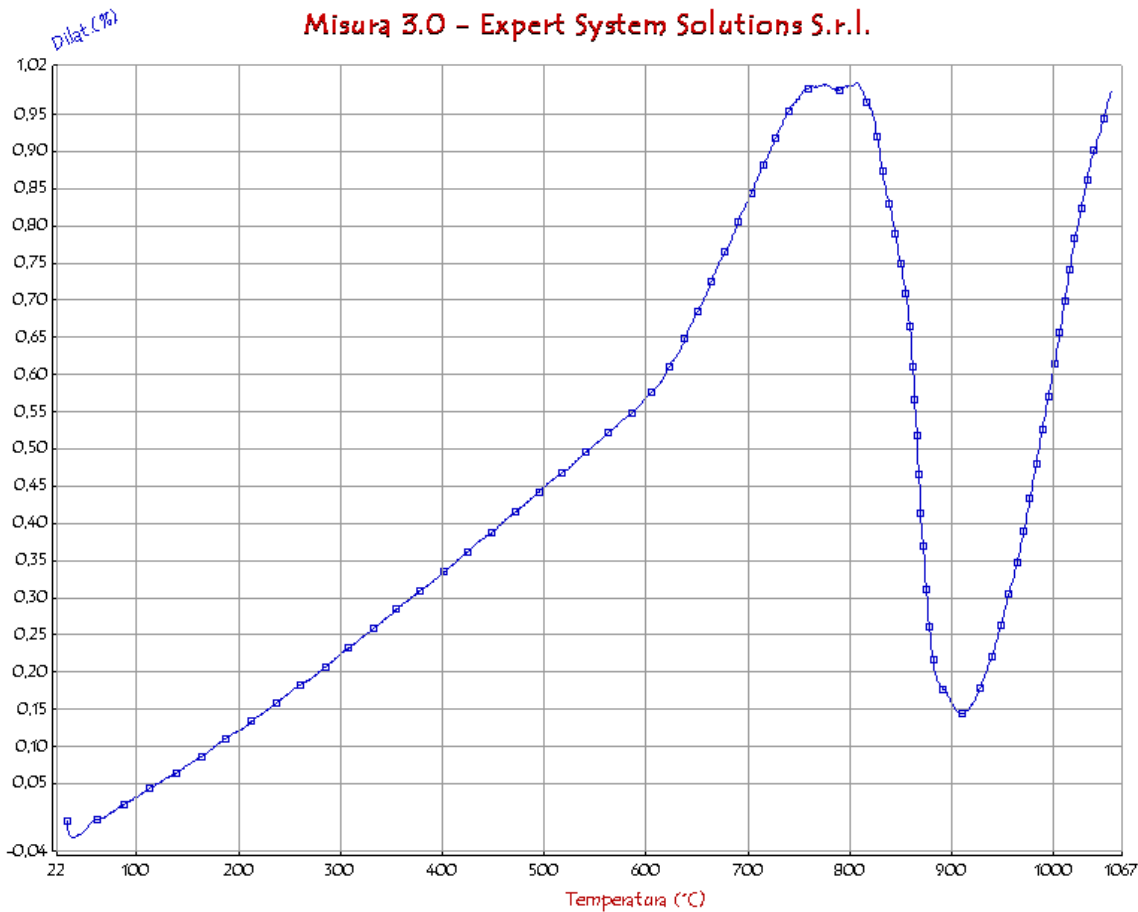


Fig 16

### Conclusiones

La posibilidad de utilización de un instrumento que efectúa mediciones absolutas sin contacto de ambas extremidades de la muestra, capaz de obtener mediciones incluso después de la temperatura de ablandamiento, es una evidente innovación. La capacidad de reproducir fielmente el ciclo térmico industrial, la posibilidad de cambiar la curva de calentamiento sin efectuar la curva de taraje, es sin lugar a dudas una exclusiva oportunidad de profundización en el análisis de los materiales, para cada laboratorio de investigación y desarrollo.

**Expert System Solutions S.r.l.**

Via Virgilio, 56/T 41100 Modena Italia Tel +39 059 8860020 Fax +390598860024

Web: [www.expertsystemsolutions.com](http://www.expertsystemsolutions.com) E-mail: [info@expertsystemsolutions.com](mailto:info@expertsystemsolutions.com)