

**Dilatometría de soportes crudos.****Técnicas de análisis térmico.**

Para el estudio y caracterización de las transformaciones sufridas por los materiales por la acción del calor, se hace imprescindible en análisis térmico de estos materiales. El término “análisis térmico” engloba una serie de técnicas en las cuales se mide una determinada propiedad del material (peso, temperatura, dimensiones) y su evolución con la temperatura. Los cambios experimentados por esta propiedad se relacionan con las transformaciones físico – químicas experimentadas por el material.

En la tabla se muestran las principales características de las principales técnicas de análisis térmicos empleadas en cerámica.

Técnica.	Parámetro medido	Representación gráfica
Análisis térmico diferencial (ATD)	Se mide diferencia de temperatura existente entre el material analizado y una sustancia inerte de referencia, cuando ambos materiales se someten, al mismo tiempo y en igual grado, a un calentamiento controlado. Las variaciones de temperatura ( $\Delta T$ ) (endotérmicas o exotérmicas) indican variaciones en la composición o en la estructura del material provocadas por la acción del calor, lo que permite identificar elementos y compuestos presentes.	$\Delta T = f(T)$
Termogravimetría (TG). Termogravimetría diferencial (DTG)	Se miden las variaciones de masa ( $\Delta m$ ) que sufre una muestra a medida que aumenta su temperatura ( $T$ ) y se relaciona con la presencia de componentes que se identifican. Este método de análisis complementa el ATD ya que permite distinguir entre reacciones que implican una pérdida de peso de las que no lo hacen. La DTG es la representación gráfica de la derivada de la curva de la TG respecto a la temperatura. La curva derivada es más característica del producto, ya que representa la velocidad de pérdida de peso en función de la temperatura, y es más precisa en la determinación de las temperaturas a las cuales ocurren las pérdidas de peso.	$\Delta m = f(T)$ $\frac{dm}{dT} = f(T)$
Dilatometría	Mide las variaciones relativas de dimensiones ( $\Delta L/L_0$ ) experimentadas por un material en función de la variación de temperatura y las relaciona con las transformaciones y reacciones físico – químicas que tienen lugar. Nota: $\Delta L/L_0$ es la variación de longitud ( $\Delta L$ ) respecto a la longitud inicial ( $L_0$ ) de la probeta.	$\frac{\Delta L}{L_0} = f(T)$
Microscopía de calefacción	Observación directa del comportamiento del material durante la cocción y medida de las dimensiones de una probeta (generalmente en forma de botón) y su relación con la temperatura. A partir de los datos obtenidos en el microscopio de calentamiento podemos representar las curvas de Allamamiento ( $\Delta h$ ) / Temperatura ( $T$ ) para diferentes muestras de distinta tensión superficial, Las curvas de la variación del Angulo de contacto ( $\Delta \alpha$ ) / Temperatura ( $T$ ) para distintos tipos de esmaltes.	$\Delta h = f(T)$ $\Delta \alpha = f(T)$

**Dilatometría de soportes crudos**

En un ensayo de dilatometría de una pasta o de un soporte cerámico en crudo se realiza la cocción completa, por lo que en las curvas obtenidas se tiene en primer lugar una dilatación del soporte crudo por la acción del calor, seguida de una contracción. Cuando se alcanza la temperatura de cocción se inicia el enfriamiento y la curva obtenida representa la contracción del soporte cocido a medida que desciende la temperatura. Cualquier cambio de tendencia o de pendiente en estas curvas, localizada en alguna temperatura, se debe a alguna reacción química o transformación física ocurrida a dicha temperatura.

La probeta se prepara molturando la muestra hasta un residuo del 10 % a 60  $\mu m$  y humectando el polvo hasta el 6 % de humedad. Se prensa el polvo resultante a 250 kg/cm<sup>2</sup> de presión específica, se seca y se mide la longitud de la probeta ( $L_0$ ).

La probeta se coloca en el portamuestra del dilatómetro y se programa un ciclo de cocción hasta la temperatura de cocción del soporte. La velocidad de calentamiento y la de enfriamiento ha de ser de 5 °C/min.

## Dilatometría de una arcilla caolinitica

A título de ejemplo, se muestra a continuación las imágenes de la dilatometría de una pasta illítico-caolinitica.

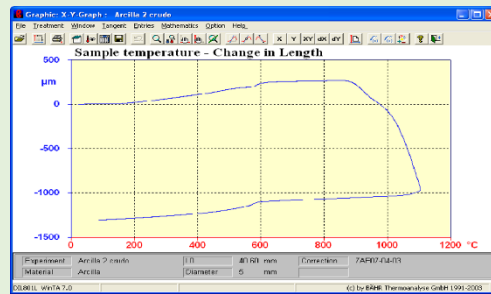


Figura 1. Dilatometría de una arcilla caolinitica

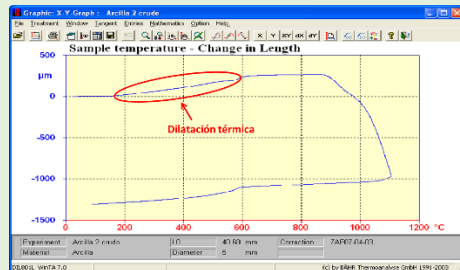


Figura 2. Dilatación térmica

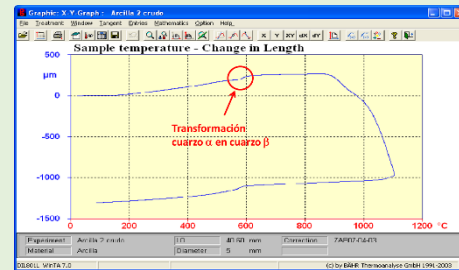


Figura 3. Transformación alotrópica del cuarzo α en cuarzo β

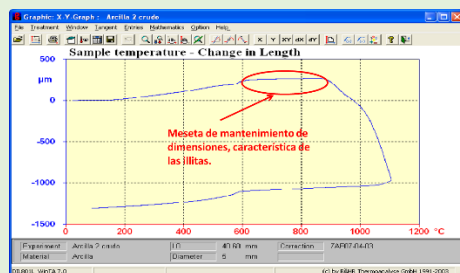


Figura 4. Meseta (Illitas)

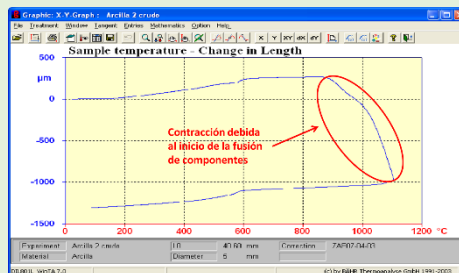


Figura 5. Contracción.

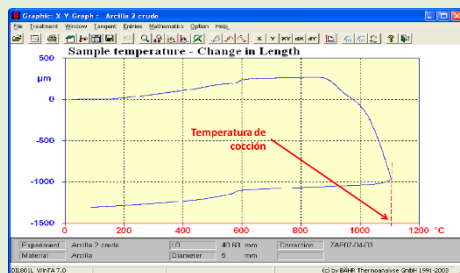


Figura 6. Temperatura de cocción.

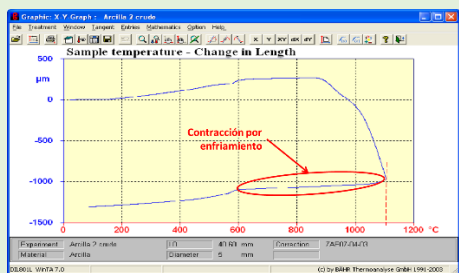


Figura 7. Contracción por enfriamiento (1).

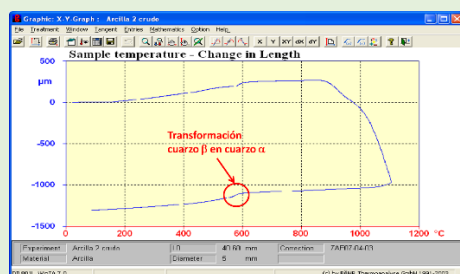


Figura 8. Transformación alotrópica del cuarzo β en cuarzo α.

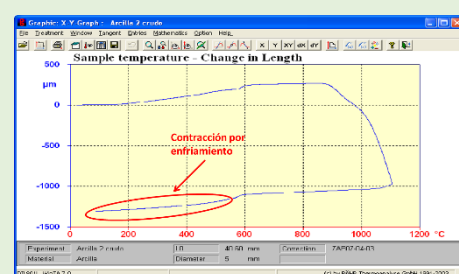


Figura 9. Contracción por enfriamiento (2).

#### Bibliografía

- (1) ENRIQUE NAVARRO, J.E. et al. *"Controles de fabricación. Mayólica, gres y porcelana artística"*. Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas (AICE). València (s.f.).
- (2) ENRIQUE NAVARRO, J.E. et al. *"Controles de fabricación. Pavimentos y revestimientos cerámicos"*. Instituto de Química Técnica. València (1989).
- (3) FERNÁNDEZ NAVARRO, J.M. *"El vidrio"*. Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC). Fundación Centro Nacional del Vidrio. Madrid. (1991).