

VI REUNIÓN NACIONAL DE MATERIALES



**Editores: M. Elizegi,
I. Garuz y F. Peñalba**

TENDENCIAS DE LA CIENCIA DE LOS MATERIALES

LIBRO DE RESÚMENES



VI REUNIÓN NACIONAL DE MATERIALES

SAN SEBASTIÁN, 22, 23 y 24 de
Junio de 1999

Editores:

Maidier Elizegi, Israel Garuz y Félix Peñalba

Fundación INASMET
Departamento de Materiales

© INASMET

Depósito Legal: SS - 598/99
I.S.B.N: 84-923445-7-1

Michelena Artes Graficas, S.L.

TRANSICION DE FASE DE VARISCITA MESSBACH EN EL INTERVALO 60°C-80°C POR DIFRACCION DE RAYOS X BAJO ESTIMULACION TERMOFOTONICA

Javier Garcia-Guinea y Cesar Quecedo

La variscita de Palazuelo de las Cuevas (Zamora) es $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ con un 0.08% de Cr_2O_3 que le comunica un color verde esmeralda (en árabe Zamorat=Esmeralda), se trata de un ejemplar tipo incluido en el Dana System, en la ficha de DRX de la ASTM Messbach 25-18 y en American Mineralogist desde 1972. Sin embargo, la caracterización de la muestra de variscita por DRX es compleja porque además de variscita Messbach (rómico del grupo espacial Pcab) contiene algo de variscita Lucin (polimorfo del mismo grupo espacial Pcab, ASTM 25-19) y un 15% de metavariscita (Monoclinico, ASTM 15-311). En el presente trabajo, se muestran transiciones de fase irreversibles a corto plazo, a bajas temperaturas (entre 60°C y 80°C), que pudieran explicar la complejidad de las determinaciones y clasificaciones por DRX. Para el estudio de estas transformaciones de fase se ha creado un accesorio termo-criogénico para difractómetros de rayos X antiguos que permite estabilizar in situ la temperatura de la muestra desde 8°C a 215°C durante el análisis por DRX. Funciona por irradiación termofotónica y refrigeración por aire con una lámpara halógena lo que permite simular alteraciones y solarizaciones de materiales en condiciones medioambientales. Este nuevo sistema denominado SOSXRD (del inglés Simultaneously Optical Stimulated X-Ray Diffraction) es una modificación del método del polvo de DRX que incluye: a) un sistema de refrigeración externo por aire acondicionado focalizado hacia la cámara de rayos X, b) un termopar y una lámpara halógena dentro de la cámara de difracción, c) un controlador electrónico de temperatura y d) unos tiristores para regular el voltaje en modo de ángulo de fase. El método SOSXRD en rampa termal detectó una transición de

F08034

fase en el intervalo 60°C-80°C. Posteriormente, los análisis isotermales (a 60°C, 65°C, y a 70°C) mostraron que el proceso es extremadamente gradual, progresivo e irreversible tanto en temperatura como en el tiempo produciéndose los mayores cambios durante la secuencia isothermal a 65°C (25 perfiles durante 8.30 horas). Estas observaciones sugieren cambios de fase temporalmente irreversibles en condiciones naturales para las variscitas expuestas al sol y la existencia de centenares de términos intermedios entre los clásicos polimorfos de variscitas Messbach y Lucin.