

INFLUENCIA DE LA NATURALEZA DE LOS GRÁNULOS EN LA FABRICACIÓN DE PIEZAS DE GRES PORCELÁNICO

**Fábio G. Melchiades, Lisandra R. dos Santos,
Suelen Nastri y Anselmo O. Boschi***

Laboratório de Revestimentos Cerâmicos (LaRC)
Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa)
Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)
Rod. Washington Luiz, Km. 235, 13574-970
São Carlos, SP, Brasil
[*e-mail: daob@ufscar.br](mailto:daob@ufscar.br)

RESUMEN

Tradicionalmente las baldosas de gres porcelánico se han conformado por prensado con gránulos obtenidos mediante secado por atomización. Sin embargo, en los últimos años, algunos estudios han investigado la posibilidad de uso de procesos vía seca como alternativa para la fabricación de baldosas de gres porcelánico. En este caso, gránulos de diferentes características – formas, tamaños, densidades, etc. – pueden obtenerse mediante la operación de granulación.

El presente trabajo evalúa la influencia de la densidad de los gránulos sobre el comportamiento de las baldosas de gres porcelánico durante las diferentes etapas del proceso de fabricación. Para ello, se han utilizado dos polvos granulados con la misma composición química y con forma y tamaños parecidos pero con diferencias importantes de densidad aparente.

En este estudio se han utilizado una composición industrial atomizada y un polvo microgranulado vía seca. Los gránulos procedentes de una composición industrial de gres porcelánico y los obtenidos por el otro método de granulación presentaban diferencias de densidad aparente en torno al 25%. Inicialmente se ha evaluado la distribución de tamaños, forma, densidad aparente y fluidez de los gránulos. A continuación, se han conformado probetas prismáticas y se ha evaluado el comportamiento en el prensado, secado y cocción de los polvos granulados mediante los diferentes métodos.

Los resultados indican que los gránulos de mayor densidad aparente preparados mediante el proceso vía seca son menos deformables durante el prensado. Como consecuencia de ello, la microestructura de las piezas prensadas a partir de este polvo presentaba un volumen apreciable de poros intergranulares incluso prensando a elevadas presiones. Por el contrario, la porosidad intragranular de este polvo era inferior a la del otro como consecuencia del empaquetamiento de partículas dentro del gránulo obtenido en el proceso de granulación. Como consecuencia de las características de las piezas crudas, su comportamiento en las etapas de secado y cocción difería apreciablemente del de las piezas conformadas a partir de polvos atomizados.

En este contexto, se ha observado que la densidad aparente de los gránulos es una variable importante en la fabricación de gres porcelánico, especialmente si se tiene en cuenta la creciente tendencia del sector cerámico hacia el procesado vía seca.

1. INTRODUCCIÓN

La preparación de las composiciones de soportes cerámicos prensados comprende dos etapas, molienda y granulación.

El objetivo de la molienda es aumentar la superficie específica de las materias primas [1], aumentar la homogeneidad de la mezcla de sus componentes y, en el caso de las pastas cerámicas obtenidas a partir de materias primas naturales, reducir el tamaño de partícula de las impurezas. La granulación, a su vez, tiene como objetivo aglomerar las partículas de la composición, de forma que se formen gránulos con tamaños y morfología adecuados para el llenado de los moldes de las prensas. En el proceso de granulación, simultáneamente se ajusta el contenido de humedad, la cual actúa como plastificante, con el objetivo de asegurar el éxito de la operación de compactación durante el prensado.

Tradicionalmente, las baldosas de gres porcelánico se han fabricado con gránulos preparados por atomización. Sin embargo, en los últimos años la bibliografía [2] ha señalado la posibilidad de utilizar procesos vía seca para la fabricación de baldosas de gres porcelánico. En este caso, mediante procesos de granulación pueden obtenerse gránulos con características distintas a los polvos atomizados.

Los gránulos obtenidos por atomización se caracterizan por su geometría esférica y por la existencia de grandes poros centrales, consecuencia de la eliminación de agua durante la atomización. Las características de las suspensiones afectan a las propiedades de los gránulos obtenidos en los atomizadores. Según Bertrand *et al.* [3], la tendencia a sedimentar de la suspensión, así como el estado de dispersión de las partículas y la naturaleza de los ligantes utilizados, influyen en la forma de los gránulos obtenidos en el proceso de granulación. Los resultados obtenidos por estos autores indican que el estado de desfloculación de las partículas influye en la formación de gránulos huecos o macizos.

La bibliografía [4, 5] describe dos métodos principales para la granulación de pastas cerámicas molturadas vía seca: granulación mediante la aplicación de fuerzas compresivas, y granulación en presencia de agua. En el segundo caso, el agua u otro líquido adicionado es responsable de unir las partículas, formando inicialmente un núcleo de partículas aglomeradas [1]. Las fuerzas capilares que se generan mantienen el aglomerado cohesionado y nuevas capas de partículas o de aglomerados de partículas se incorporan al núcleo original, provocando un aumento del tamaño de los gránulos. El propio movimiento de los aglomerados durante el proceso de granulación puede romper los gránulos que entran en contacto con la granuladora o que colisionan entre ellos. Sin embargo, la resistencia mecánica de los gránulos puede incrementarse de varias formas, como por ejemplo mediante el uso de ligantes, o mediante compuestos solubles mezclados con la composición, que conducen a la formación de puentes cristalinos entre gránulos tras la evaporación del agua [4].

A la vista de las diferencias existentes entre los mecanismos involucrados en la preparación de gránulos para el prensado de pastas cerámicas molturadas vía húmeda y vía seca, el objetivo de este estudio ha sido evaluar la influencia del uso de gránulos preparados mediante los dos procesos en la fabricación de baldosas de gres porcelánico. Los gránulos utilizados en el estudio mostraban diferencias importantes de densidad en función del método de preparación empleado.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En este estudio se ha utilizado una composición destinada a la fabricación de gres porcelánico esmaltado, cuya composición química se ha determinado mediante fluorescencia de rayos X. A partir de esta composición se obtuvieron gránulos mediante los dos procedimientos que se describen a continuación:

- Atomización: la composición se molturó vía húmeda en un molino de bolas hasta obtener un residuo inferior al 2.0% sobre tamiz de 63 μm de luz de malla, atomizándose posteriormente en un secadero por atomización industrial. Los gránulos obtenidos presentaban una humedad del 6.0%.
- Microgranulación: la composición se molturó vía seca en un molino de martillos y en un molino de bolas de forma que presentara el mismo rechazo y la misma distribución de tamaños de partícula que la composición molturada vía húmeda. El material resultante se desaglomeró en un molino de martillos y se granuló mediante la adición de un 12% de agua en una mezcladora intensiva - microgranuladora EIRICH tipo R. Los gránulos obtenidos se secaron al aire hasta que su contenido de humedad se redujo al 6.0%.

Los gránulos preparados mediante los dos métodos se caracterizaron mediante la determinación de sus propiedades y de su comportamiento en el prensado. Posteriormente se evaluaron las propiedades de las piezas prensadas antes y después de la sinterización.

Las propiedades de los gránulos se evaluaron mediante los siguientes ensayos:

- Distribución de tamaños: determinada mediante tamizado vía seca con una batería de tamices de las siguientes luces de malla: 500, 250, 125 y 63 μm . El tamizado se realizó en un vibrotamiz, siendo el tiempo de tamizado de 10 minutos.
- Morfología: mediante la observación en un microscopio óptico y en un microscopio electrónico de barrido. Para la observación en el microscopio electrónico de barrido (MEB) los gránulos se embutieron en una resina acrílica, puliéndose para poder analizar la sección interna de los mismos.
- Fluidiez: analizada a partir de los índices de Hausner [6] de las composiciones granuladas. La determinación se realizó mediante llenado por caída libre y

posterior empaquetamiento de los gránulos en una probeta graduada de 250 ml.

- Densidad: mediante porosimetría de mercurio, sin aplicar presión, para calcular el volumen aparente de los gránulos.

El comportamiento de los gránulos durante la compactación y el de las piezas prensadas se evaluó mediante los siguientes ensayos:

- Diagramas de compactación: variación de la densidad aparente de las piezas con la presión de prensado (103, 132, 169, 221, 302, 419 y 596 kg/cm²).
- Presión de fluencia: presión necesaria para deformar los gránulos en las etapas iniciales del prensado, determinada en una máquina de ensayos universales.
- Distribución de tamaños de poro: evaluada en las piezas prensadas mediante porosimetría de mercurio. Las piezas se conformaron a una presión de 370 kg/cm².
- Resistencia mecánica en seco, contracción de secado y diagrama de gresificación: evaluadas en piezas prensadas a 370 kg/cm² y posteriormente cocidas a diferentes temperaturas, con una velocidad de calentamiento de 70°C/min y con un tiempo de permanencia a temperatura máxima de 5 minutos.
- Observación de la microestructura: mediante difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido de las piezas cocidas a diferentes temperaturas, con los ciclos de cocción previamente mencionados.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Tabla I se muestra el análisis químico de la composición utilizada, el cual resulta similar al de las composiciones típicas de gres porcelánico esmaltado.

La Figura 1 muestra las distribuciones de tamaños de gránulo de los dos materiales utilizados en el estudio. Se aprecia que los dos materiales presentan distribuciones muy parecidas. El tamaño medio de los gránulos atomizados es de 420 μm , mientras que el de los gránulos preparados mediante microgranulación vía seca es de 460 μm . Los dos granulados presentan una baja proporción de gránulos pequeños (fracción inferior a 125 μm < 5.0%), lo cual debe proporcionarles una elevada fluidez.

Las Figuras 2 a 4 muestran micrografías de la morfología de los gránulos. Las imágenes de las Figuras 2 y 3, obtenidas mediante microscopía óptica, confirman los resultados de las distribuciones de tamaños de gránulo, ya que muestran que los gránulos presentan tamaños similares. Sin embargo, estas imágenes también permiten apreciar la mayor esfericidad de los gránulos atomizados. Aunque los gránulos preparados mediante microgranulación presentan una morfología más

irregular, su esfericidad es también elevada en comparación con las morfologías típicas de los gránulos preparados mediante procesos vía seca [2]. Las micrográficas obtenidas mediante MEB de la Figura 4 muestran la sección interna de los gránulos. Se observa que los gránulos preparados mediante microgranulación son macizos, mientras que los gránulos atomizados contienen grandes poros. Según la bibliografía [4, 6], estos poros predominan en los gránulos de mayor tamaño.

Óxidos	Composición de gres porcelánico
P.p.c. (%)	5.59
SiO ₂ (%)	68.02
Al ₂ O ₃ (%)	17.72
Fe ₂ O ₃ (%)	1.24
TiO ₂ (%)	0.42
CaO (%)	1.05
MgO (%)	1.50
Na ₂ O (%)	2.20
K ₂ O (%)	2.02
MnO (%)	-
P ₂ O ₅ (%)	0.02

Tabla I – Análisis químico de la composición de gres porcelánico utilizada en este estudio

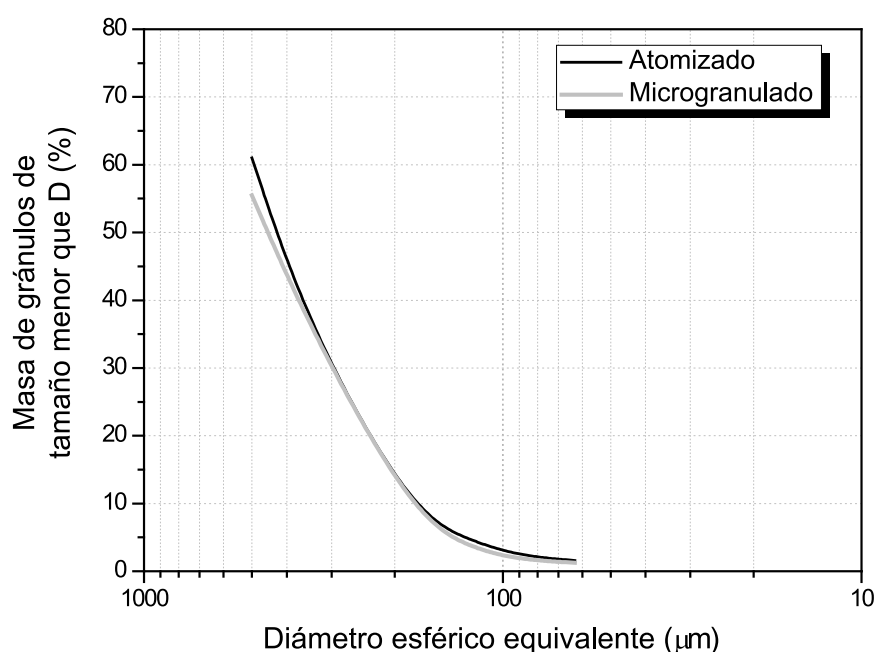


Figura 1 – Distribuciones de tamaños de los dos granulados empleados en el estudio

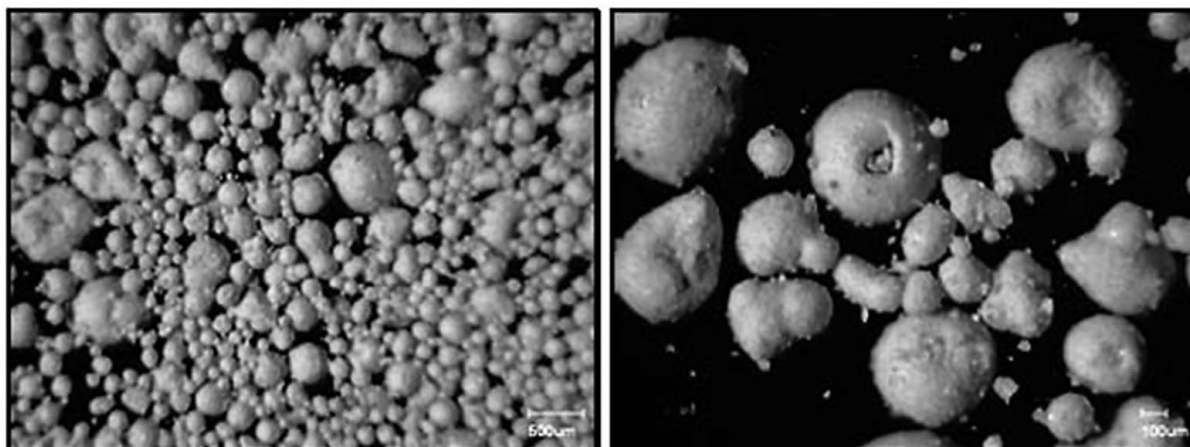


Figura 2 – Micrografías mediante MEB de los gránulos atomizados

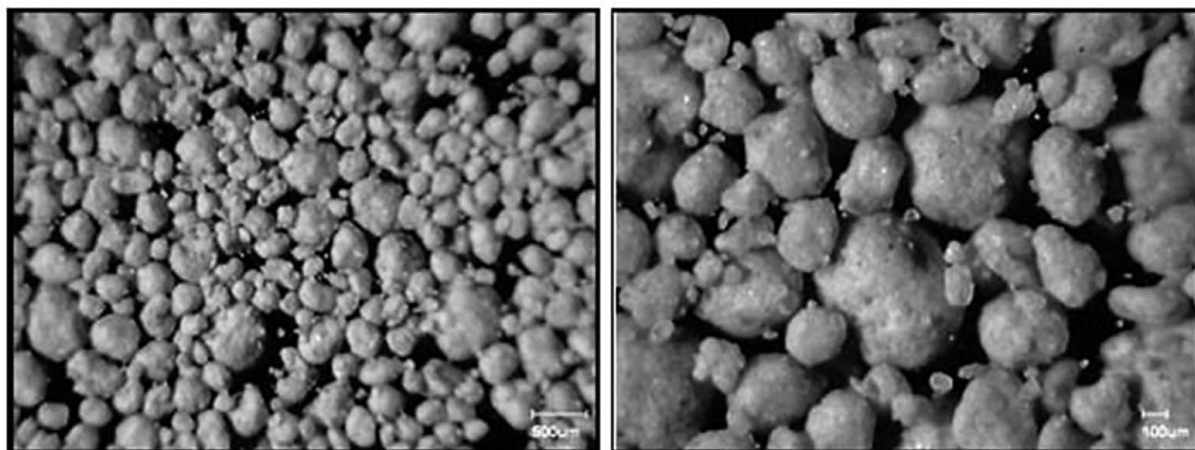


Figura 3 – Micrografías mediante MEB de los gránulos preparados mediante microgranulación

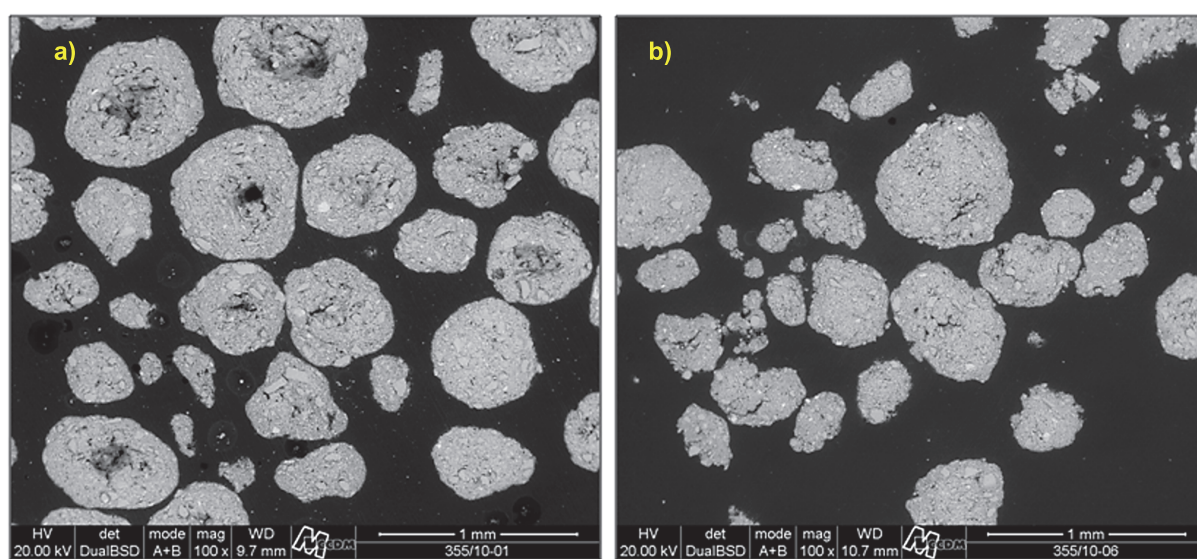


Figura 4 – Micrografías mediante MEB de la sección interna de los gránulos:
a) Atomizados; b) Microgranulados

La semejanza entre las distribuciones de tamaños y morfología de los gránulos preparados por los dos métodos utilizados en este estudio (atomización y microgranulación) explican su similar fluidez, como puede apreciarse por los índices de Hausner (I.H.) que se muestran en la Tabla II. Sin embargo, esta misma Tabla muestra que los gránulos presentan diferencias significativas de densidad aparente (Dap). Estas diferencias provienen de los métodos empleados en la preparación de los dos tipos de gránulos. El movimiento generado en el proceso de microgranulación es el responsable de la mayor densidad del empaquetamiento de partículas en el interior de los gránulos preparados mediante este proceso. En el caso de los gránulos atomizados, además de la menor densidad del empaquetamiento de partículas, los poros del interior de los gránulos de mayor tamaño contribuyen a reducir su densidad aparente.

Gránulos	I.H.	Dap (g/cm ³)	Pf (kg/cm ²)
Atomizados	1.140	1.700	2.2
Microgranulados	1.152	2.197	5.7

Tabla II – Propiedades de los gránulos

Las diferencias de densidad aparente de los gránulos preparados por los dos métodos influyen de forma acusada en su comportamiento en la etapa de compactación. Tal como muestra la Figura 5, existen diferencias importantes de densidad entre las piezas prensadas con los dos granulados. Las densidades aparentes de las piezas conformadas a partir de los granulados obtenidos vía seca en el intervalo más bajo de presiones son superiores a las densidades aparentes de las piezas conformadas con el polvo atomizado, incluso cuando este último se prensa a elevadas presiones.

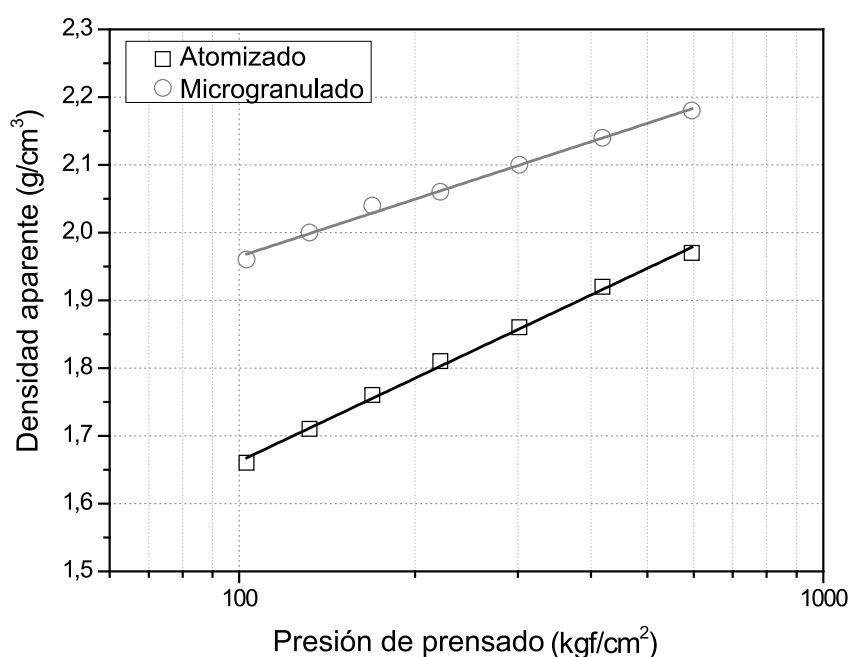


Figura 5 – Influencia de la presión de prensado en la densidad aparente de las piezas prensadas

El análisis de la Figura 5 también indica que los gránulos atomizados presentan mayor velocidad de densificación con el aumento de la presión de prensado que los gránulos preparados mediante granulación vía seca. Esto permite establecer que los gránulos atomizados son más deformables, probablemente debido a su menor densidad. Estas conclusiones se ven confirmadas por la menor presión de fluencia (P_f) de los gránulos atomizados, tal como se muestra en la Tabla II, lo cual está de acuerdo con los datos que se encuentran en la bibliografía [7, 8].

La Figura 6 muestra las distribuciones de tamaños de poro de las piezas prensadas con los dos granulados. El volumen de intrusión total de mercurio muestra que el volumen total de poros es inferior en el caso de las piezas conformadas a partir del granulado vía seca. Por el contrario, estas piezas presentan una fracción significativa de poros grandes. Los poros con diámetros de intrusión superiores a $0.5\ \mu\text{m}$ representan un 22% de la porosidad total en las piezas conformadas a partir de los granulados procesados vía seca, mientras que estos poros sólo representan un 8% de la porosidad total en las piezas conformadas a partir de los gránulos atomizados.

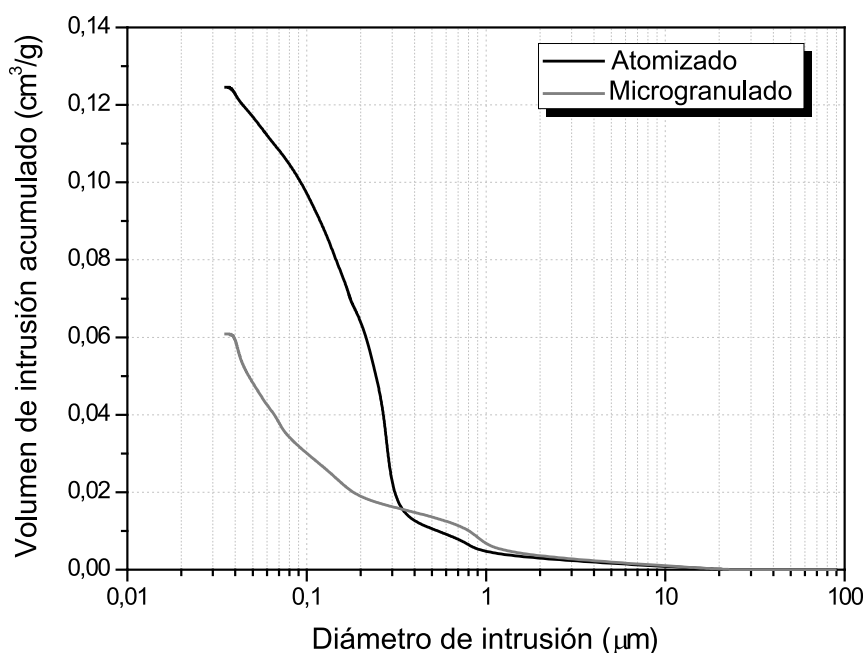


Figura 6 – Distribuciones de tamaños de poro de las piezas prensadas

Estos resultados indican que las piezas prensadas a partir de gránulos atomizados presentan generalmente menor porosidad intergranular residual tras la compactación. Por el contrario, las piezas conformadas a partir de gránulos obtenidos mediante microgranulación presentan menor porosidad intragranular y una fracción significativa de poros intergranulares, aunque su porosidad total es menor que la de las piezas conformadas a partir de gránulos atomizados.

Estas diferencias en la microestructura de las piezas prensadas, asociadas a la naturaleza de los gránulos utilizados, afecta de forma directa a su comportamiento

en el resto de etapas del proceso productivo. Tal como se muestra en la Tabla III, los valores de contracción de secado (C.S.) y de resistencia mecánica a la flexión (RM) de las piezas secas son muy diferentes. La contracción de secado es mucho mayor en las piezas conformadas a partir del material granulado vía seca debido al mayor porcentaje de poros intergranulares presentes en esas piezas. Sin embargo, su menor porosidad total les proporciona una mayor resistencia mecánica.

Gránulos	Dap (g/cm^3)	C.S. (%)	RM (MPa)
Atomizados	1.935	0.03	2.6
Microgranulados	2.090	0.22	3.5

Tabla II – Propiedades en seco de las piezas prensadas

Durante la cocción, vuelven a observarse diferencias importantes en la velocidad de densificación y en la contracción total de las piezas de gres porcelánico obtenidas (Figura 7). Las piezas conformadas con el material microgranulado alcanzan la máxima densificación con menor contracción lineal (aproximadamente 5.5%), como consecuencia del menor volumen total de poros en las piezas prensadas. Además, las piezas conformadas con este material presentan menor velocidad de densificación que las preparadas con el polvo atomizado, aunque su porosidad tras la cocción es menor y la máxima densificación se alcanza a temperaturas parecidas.

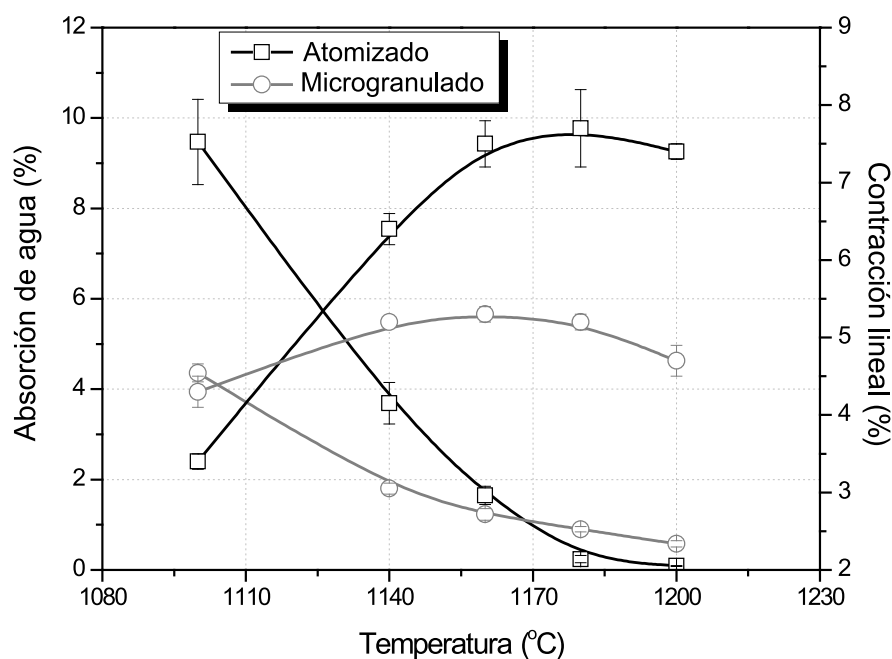


Figura 7 – Diagramas de gresificación

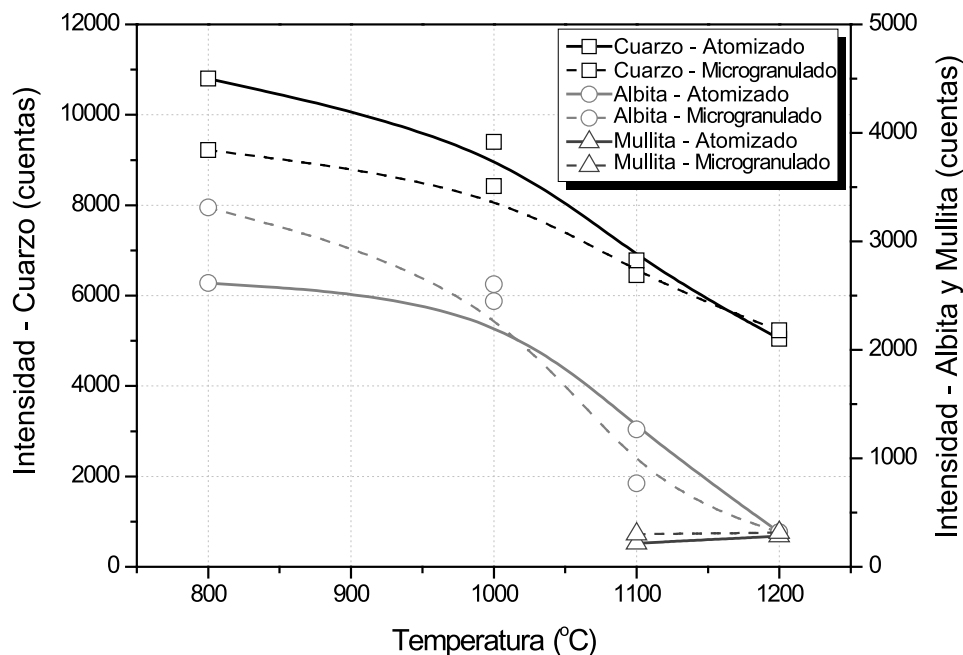


Figura 8 – Influencia de la temperatura de cocción en la intensidad de los picos mayoritarios de las fases cristalinas presentes en las piezas

Este fenómeno puede explicarse de nuevo por la diferencia en porosidad de las piezas prensadas como consecuencia del granulado utilizado. Las piezas prensadas con el polvo microgranulado presentaban menor porosidad intragranular y mayor porosidad intergranular. Durante la sinterización, la dificultad para eliminar los poros es mayor en la composición preparada mediante microgranulación vía seca, aunque la fase vítrea formada presenta las mismas características que la formada en las piezas preparadas con el polvo atomizado. Estos resultados se ven confirmados por el análisis microestructural de las piezas cocidas a diferentes temperaturas, el cual indica que las fases cristalinas son las mismas en las dos composiciones, y que aparentemente sus porcentajes también varían de forma parecida con el aumento de la temperatura de cocción. Estos resultados se muestran en la Figura 8, en la que se ha representado la variación en la intensidad del pico mayoritario de las fases cristalinas, identificadas mediante DRX, con la temperatura de cocción. La Figura 9 revela la existencia de poros residuales en la microestructura de las piezas cocidas a partir de la composición microgranulada vía seca, como consecuencia de la menor deformabilidad de los gránulos durante la etapa de compactación.

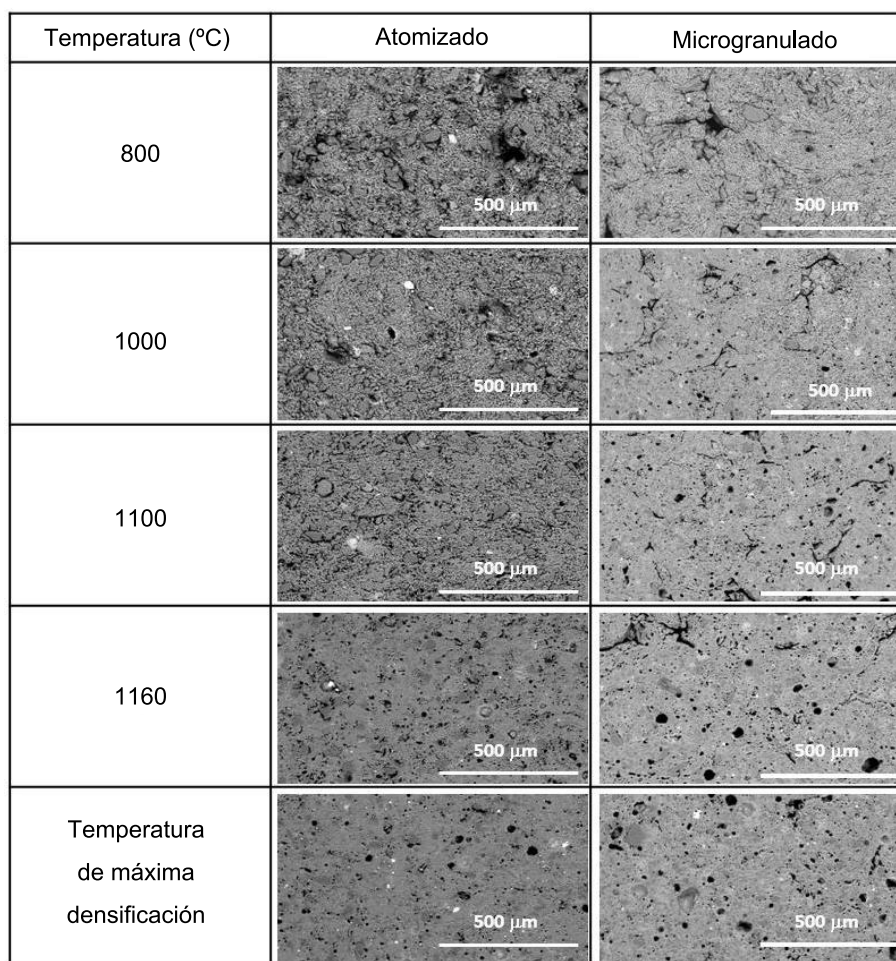


Figura 9 – Micrografías mediante MEB de la microestructura de las piezas conformadas a partir de los dos materiales y cocidas a diferentes temperaturas

4. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en este estudio indican que la naturaleza de los gránulos utilizados en la fabricación de baldosas de gres porcelánico afecta de forma significativa al comportamiento de la composición en el proceso productivo.

En base a estos análisis, puede concluirse que los gránulos producidos mediante microgranulación son considerablemente más densos y menos deformables que los producidos mediante atomización, aunque los dos tipos de gránulos presentan tamaños y morfología similares.

Estas diferencias influyen considerablemente en el comportamiento de la composición en el proceso de compactación, produciendo piezas muy diferentes en función del método de granulación utilizado. Debido a la mayor densidad y menor deformabilidad de los gránulos preparados mediante microgranulación, las piezas conformadas con estos gránulos presentan una apreciable porosidad intergranular residual, así como un menor volumen de poros intragranulares. Durante el resto de etapas del proceso productivo, estas piezas presentan mayor contracción de seca-

do, mayor resistencia mecánica antes de la cocción, menor contracción de cocción, y menor velocidad de vitrificación durante la cocción.

Teniendo en cuenta que muchas de estas características pueden resultar favorables para la fabricación de baldosas de gres porcelánico, resulta evidente que las propiedades de los gránulos utilizados deben considerarse variables de alta relevancia en la fabricación de baldosas de gres porcelánico mediante procesos vía seca.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] REED, J.S. **Principles of ceramics processing**. John Wiley & Sons, Inc. Second Edition, Nueva York, EE.UU., 1995, 658 p.
- [2] MELCHIADES, F.G.; BOSCHI, A.O. Study of the feasibility of producing porcelain tiles by the dry route. **Ceramic Forum International**, v.87, n.1-2, p. 43-49, 2010.
- [3] BERTRAND G. *et al.* Spray-dried ceramic powders: A quantitative correlation between slurry characteristics and shapes of the granules. **Chemical Engineering Science**, v. 60, p.95-102, 2005.
- [4] STANLEY-WOOD, N.G. **Enlargement and compaction of particulate solids**. Butterworth & Co Ltd, 1ª Edición, Cambridge, UK, 1983, 294 p.
- [5] NASSETI, G.; TENAGLIA, A.; TIMELLINI, G. **La granulazione nell'industria delle piastrelle ceramiche**. Ed. Int. Centro Ceramico, Bologna, 1987, 263 p.
- [6] QUINTEIRO, E. **Efeito das características de pós atomizados sobre as características e qualidade de revestimentos cerâmicos**. Dissertação de mestrado, UFSCar, São Carlos, 1996.
- [7] ECKHARD, S.; NEBELUNG, M. Investigations of the correlation between granule structure and deformation behavior. **Powder Technology**. n.206, p.79-87, 2011.
- [8] AMORÓS, J.L. *et al.* Fracture properties of spray-dried powder compacts: Effect of granule size. **Journal of the European Ceramic Society**, 28 p. 2823–2834, 2008.