

# INFLUENCIA DE LA REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA SOBRE LA REACTIVIDAD DE LA FRITA EN EL MEDIO DISPERSANTE

N. MARIN\*, A. MORENO\*\*, J. L. AMORÓS\*\*, A. BOSCHI\*

\*UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS (BRASIL), PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

\*\*INSTITUTO DE TECNOLOGÍA CERÁMICA. UNIVERSITAT JAUME I (ESPAÑA).



## 1. RESUMEN

En este trabajo se ha estudiado el efecto de la reducción del tamaño de partícula de algunos esmaltes industriales sobre su reactividad con el medio dispersante y sobre sus consecuencias en el producto acabado. Para ello, se han seleccionado seis fritas industriales: transparente de calcio y cinc, opaca de circón, mate de calcio, mate de bario, mate de estroncio y mate de bario y cinc. Las distribuciones de tamaño de partícula estudiadas presentaban un diámetro medio próximo a: 10 $\mu$ m, 5  $\mu$ m y 0,7 $\mu$ m. En los esmaltes, una vez cocidos, se determinaron las características microestructurales y visuales. Se confirmó que en el caso especial de la frita de bario se producían alteraciones importantes debido a su reactividad con el dispersante orgánico, lo que, de forma significativa, alteraba considerablemente su comportamiento en la fase de cocción y las características visuales del esmalte.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se han preparado seis esmaltes añadiendo un 8% de caolín a cada una de las fritas seleccionadas. Para cada esmalte se han preparado tres suspensiones de granulometrías diferentes. Las distribuciones de diámetro medio próximo a 10 $\mu$ m (T1) y 5 $\mu$ m (T2) se obtuvieron por molienda convencional. La más fina, de diámetro medio 0,7 $\mu$ m (T3), se obtuvo por molienda de T2 en un molino de alta eficacia, empleando un suspensionante orgánico (Figura 1). Para cada tipo de esmalte y granulometría se han obtenido las curvas de sinterización/fusión, determinando, en un microscopio de calefacción, a 25K/min, el área de la silueta de la probeta en continuo,  $A$ , y expresando los resultados como:  $\epsilon_A = \ln(A/A_0)$ , siendo  $A_0$  el área de la silueta de la probeta al inicio de la sinterización. Además, las suspensiones se aplicaron sobre soportes cerámicos convencionales y se cocieron en un horno de laboratorio siguiendo un ciclo estándar. Una vez cocidos, se determinaron las características microestructurales por MEB-EDX.

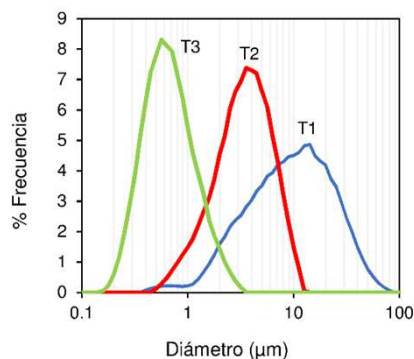


Figura 1. Distribuciones granulométricas correspondientes al esmalte preparado con la frita de alto contenido en bario.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se comprobó que únicamente la distribución T3 de la frita de bario presentaba un comportamiento anómalo tanto en la sinterización/fusión como en el aspecto visual y microestructura de la pieza cocida. Se observó (Figura 2a) que conforme se reducía el diámetro medio de la distribución, la sinterización comenzaba a temperaturas más bajas. Ahora bien, la paralización de este proceso (estabilización de la contracción), debido a la cristalización de celsiana, se producía, en el caso de T3, prácticamente cuando la densificación ya había finalizado. Por el contrario, para las granulometrías T1 y T2, dicho fenómeno ocurría cuando el esmalte era todavía muy poroso, reiniciándose la contracción a temperaturas más altas, cuando empezaba a fundir la celsiana.

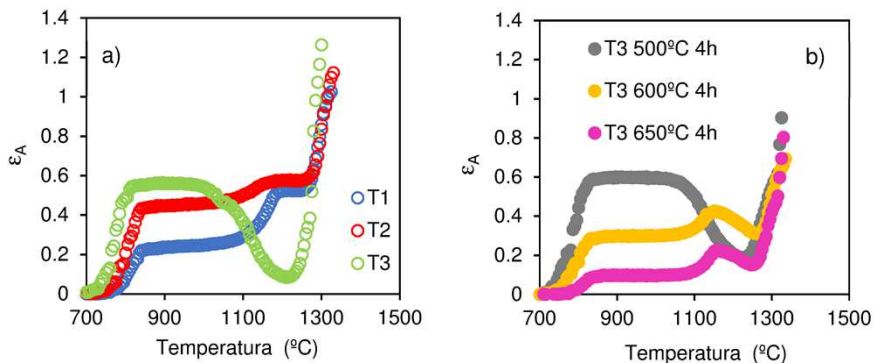


Figura 2. Evolución de la contracción superficial de la silueta de la probeta,  $\epsilon_A = \ln(A/A_0)$ : a) correspondiente a las tres distribuciones granulométricas del esmalte de bario y b) T3 con distintos tratamientos térmicos previos.

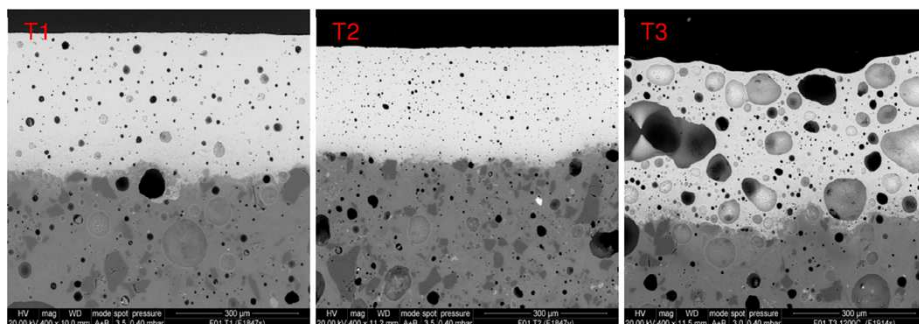


Figura 3. Microestructura de los esmaltes obtenidos con la frita de alto contenido en bario a diferentes granulometrías: T1, T2 y T3.

Este comportamiento es el habitual en fritas que desvitrifican abundante fase cristalina. La anomalía residía en que, para la distribución T3, cuando comenzaba la fusión parcial de celsiana, la pieza expandía de forma exagerada, lo que se manifestaba, en el esmalte cocido, por un crecimiento excesivo de los poros cerrados (Figura 3). Con vistas a eliminar la posible materia orgánica residual, procedente de la molienda, ya que ésta podía ser la causa del hinchamiento, se precalentó el esmalte a temperaturas inferiores a la de transformación vítrea. Se comprobó que a temperaturas superiores a 500°C (Figura 2b) solo se conseguía favorecer la cristalización (la paralización de la contracción se producía a contracciones más bajas), debido a que en el intervalo de temperaturas comprendido entre 500°C y 650°C, un aumento del tiempo de permanencia conducía a un incremento del número de núcleos superficiales de las partículas, lo que provocaba, a su vez, que la cristalización de celsiana se produjera a temperaturas más bajas. Ahora bien, la expansión se producía igualmente. Dicho comportamiento parece deberse a una interacción entre el bario del esmalte y el medio orgánico utilizado durante la molienda.

## 4. CONCLUSIONES

Se ha estudiado el efecto de la reducción del tamaño de partícula sobre las características del producto acabado de seis esmaltes preparados con seis fritas industriales: transparente de calcio y cinc, opaca de circón, mate de calcio, mate de bario, mate de estroncio y mate de bario y cinc. Se confirmó que únicamente en la frita mate de bario, la molienda de alta eficacia, en un molino de microbolitas, empleando un suspensionante orgánico, conducía a la obtención de un esmalte muy poroso. Esta anomalía parecía deberse a la interacción entre el bario de la frita y el material orgánico.

## Agradecimientos

This study was co-funded by the ERDF Operational Programme for the Valencia Region and the Valencian Institute for Business Competitiveness (IVACE).