
PREDICCIÓN DE LAS DIMENSIONES FINALES DE PIEZAS DE GRES PORCELÁNICO A PARTIR DE LA MEDIDA NO DESTRUCTIVA DE LA DENSIDAD APARENTE

J. Boix; J. Balaguer; J. M. Tiscar; A. Olmedilla

Instituto de Tecnología Cerámica (ITC). Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas (AICE).

Universitat Jaume I. Castellón. España.

RESUMEN

La contracción que experimentan las piezas de gres porcelánico durante la cocción es muy elevada y, además, muestra una gran variabilidad con la densidad aparente en seco definida durante la etapa de conformado. Este comportamiento del material obliga a realizar un control muy exhaustivo del proceso de fabricación para garantizar una buena estabilidad dimensional del producto terminado.

La técnica de medida no destructiva de la densidad aparente por absorción de rayos X ha demostrado ser una técnica idónea para controlar el proceso de conformado de baldosas cerámicas. En este estudio se plantea el uso de los mapas de distribución de espesores y densidad aparente de soportes industriales proporcionados por esta técnica, para alimentar un software de predicción de la sinterización viscosa basado en la técnica de elementos finitos y el modelo de comportamiento SOVS (Skorohod-Olevsky Viscous Sintering). El software de simulación mediante elementos finitos se convierte de este modo en una herramienta de gran utilidad para la fabricación de gres porcelánico, ya que permite anticipar el comportamiento que tendrá el material durante su cocción.

La metodología planteada ha sido validada a nivel industrial, lo cual evidencia su potencialidad para mejorar el control del proceso industrial de fabricación de este tipo de productos.

1. INTRODUCCIÓN

El gres porcelánico se ha convertido en los últimos años en uno de los productos cerámicos más demandados por sus excelentes prestaciones técnicas y estéticas, muchas de ellas asociadas a la elevada densificación conseguida por la sinterización en fase líquida que tiene lugar durante su cocción [1]. En este proceso físico, la reducción de la porosidad del material está acompañada de una contracción muchas veces superior al 7%, la cual, como se ha demostrado en diferentes trabajos de investigación [2], depende fundamentalmente de la densidad aparente en seco definida durante el conformado y de la temperatura máxima de cocción. Para garantizar una buena estabilidad dimensional del producto terminado, es imprescindible realizar un cuidadoso control de la operación de conformado. En efecto, el control durante la etapa de

prensado de variables críticas, como la humedad del polvo atomizado y la densidad aparente de los soportes, es clave para conseguir un producto con las propiedades físicas deseadas [3].

Las relaciones existentes entre las condiciones de conformado y el comportamiento en cocción del material son conocidas desde hace tiempo, de manera que es posible inducir qué comportamiento tendrán las piezas durante su cocción. Sin embargo, en un gran número de empresas el control del proceso de conformado se complementa con la realización de pruebas de cocción de soportes no esmaltados. Estos controles complementarios buscan, fundamentalmente, detectar problemas de descuadre en el seno de las piezas y/o diferencias de calibre entre las piezas obtenidas en un mismo ciclo de prensado. La realización de estos controles complementarios es una tarea compleja, ya que se debe interrumpir el flujo productivo y a su vez disponer de un horno con el ciclo de cocción adecuado. Una alternativa a los controles de cocción sería la predicción del comportamiento que tendrían los soportes a partir de sus propiedades en crudo, para unas condiciones de procesado dadas.

En un trabajo previo [4] se estudió la posibilidad de reproducir la densificación del gres porcelánico durante su cocción mediante el modelo de sinterización viscosa SOVS (Skorohod-Olevsky Viscous Sintering), definido por las ecuaciones (1) y (2).

$$\dot{\epsilon}_{ij}^{in} = \frac{\sigma'_{ij}}{2\eta_0\phi} + \frac{\sigma_{kk} - 3\sigma_s}{18\eta_0\phi\psi} \delta_{ij} \quad (1)$$

$$\frac{\dot{\rho}_r}{\rho_r} = -\dot{\epsilon}_{kk}^{in} \quad (2)$$

Siendo, $\dot{\epsilon}_{ij}^{in}$ el tensor de velocidad de deformación inelástica, σ'_{ij} la componente desviadora del tensor de tensiones, σ_{kk} la traza del tensor de tensiones, σ_s la tensión efectiva de sinterización, ϕ y ψ la viscosidad cortante normalizada y la viscosidad volumétrica normalizada del material, las cuales dependen de la densidad relativa (ρ_r), η_0 la viscosidad aparente y δ_{ij} el delta de Kronecker. Finalmente, $\dot{\rho}_r$ es la velocidad de variación de ρ_r , mientras que $\dot{\epsilon}_{kk}^{in}$ es la traza del tensor de velocidad de deformación inelástica.

Cabe destacar que el modelo SOVS original no incluía explícitamente el efecto del crecimiento de grano durante la sinterización, por lo que Argüello et al. [5] lo incluyeron de forma fenomenológica en la propia viscosidad aparente. Así, el crecimiento de grano propuesto por Argüello et al. se ha incorporado directamente a la ecuación (1) a través del parámetro ϕ , el cual depende de ρ_r y representa la relación volumétrica entre el tamaño de grano en un instante dado y el tamaño de grano inicial de la composición.

La resolución de este modelo constitutivo implica conocer previamente la evolución con la temperatura de las propiedades térmicas del material y disponer de una ley viscosa que describa adecuadamente la variación de su viscosidad a lo largo de la cocción. La caracterización térmica del material ha sido abordada previamente en diferentes trabajos [[4] [[8], sin embargo, para la ley viscosa se recurre generalmente a una ecuación de tipo Arrhenius. Desafortunadamente, se ha comprobado que esta ley no permite reproducir correctamente los complejos fenómenos físicos que tienen lugar durante la sinterización en fase líquida de las pastas porcelánicas [[4]. Una alternativa

plausible es considerar una ley viscosa aditiva que contemple los mecanismos de cambio de fase cristalina, cristalización de mullita y disolución de cuarzo [1], que se dan en el seno de la fase líquida en el rango entre 950 y 1100°C. No obstante, no existe actualmente ninguna teoría desarrollada que contemple una ley viscosa aditiva con dichos mecanismos de sinterización. Por ello, en este trabajo se ha utilizado una ley viscosa experimental, obtenida a partir de un ajuste multiparamétrico de la ecuación (1).

Conocidos los parámetros termomecánicos que se acaban de describir, partiendo de la geometría de una pieza cerámica cruda y de su distribución de densidades aparentes, podría obtenerse, utilizando un método numérico como el de los elementos finitos, la geometría de la pieza y su distribución de densidades aparentes tras haberla sometido a un determinado ciclo térmico. Con dicha finalidad, en el presente trabajo se plantea validar la metodología esquematizada en la figura 1, la cual permitiría anticipar el comportamiento del producto durante su cocción, minimizando o eliminando los controles de cocción complementarios habitualmente llevados a cabo por las empresas.

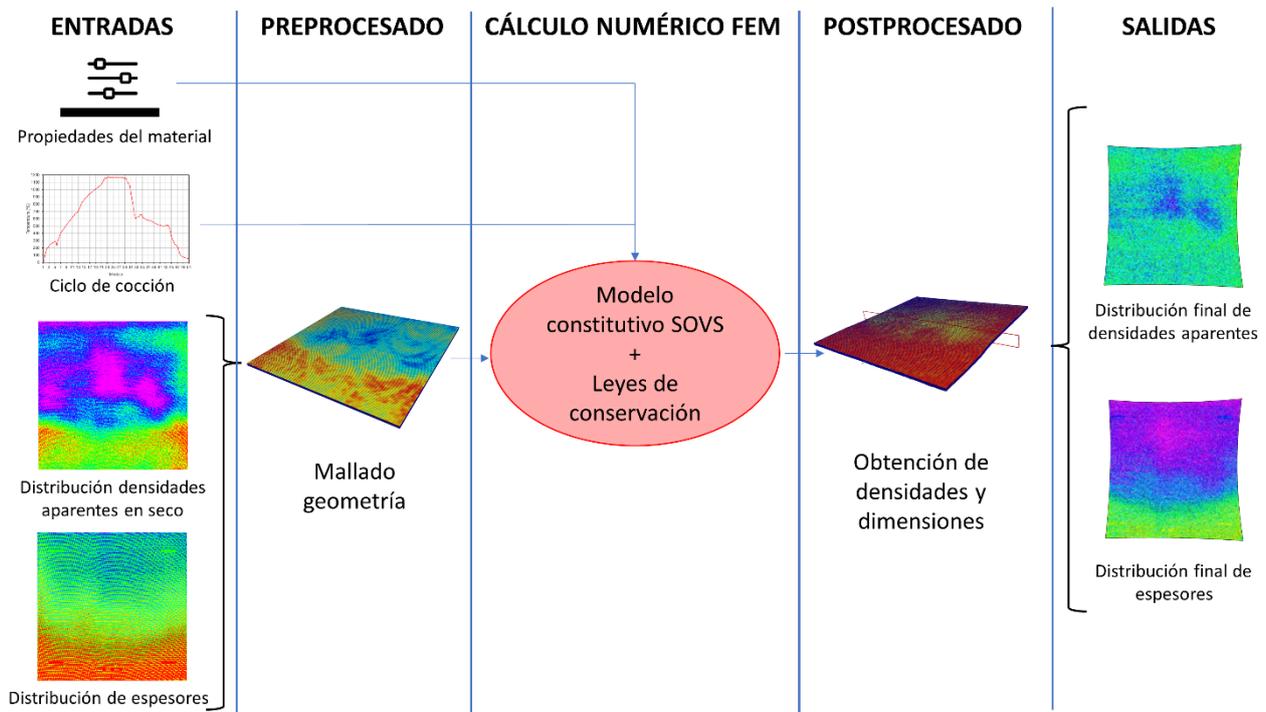


Figura 1. Esquema de la metodología propuesta para reproducir el comportamiento durante la cocción de piezas de gres porcelánico (deformaciones magnificadas con fines ilustrativos).

La metodología propuesta parte de los mapas de distribución de densidad aparente y espesor de una pieza de gres porcelánico obtenidos mediante inspección no destructiva por absorción de rayos X [6]. Estos datos, junto con las dimensiones externas de la pieza y sus propiedades termomecánicas, determinadas en una caracterización previa de laboratorio, se introducen en un programa de simulación numérica por elementos finitos a través del software Salome-Meca, que resuelve el modelo SOVS y las ecuaciones de conservación para el ciclo térmico con el que se procesa la pieza. Como resultado del cálculo se obtiene la distribución de densidades aparentes y la geometría, incluyendo tanto espesor como dimensiones de los lados que tendría la pieza tras la cocción.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para validar el método propuesto se planteó, por un lado, reproducir el comportamiento de una composición de gres porcelánico al ser sometida a una serie de ensayos dilatométricos, lo cual permite, a su vez, obtener una ley viscosa. Por otro lado, se verificó el procedimiento de control propuesto sobre piezas de gres porcelánico procesadas, en condiciones industriales, a partir de la misma composición. A continuación, se describen los materiales empleados y el procedimiento experimental seguido en estos experimentos.

2.1. Materiales

En la realización del trabajo se ha empleado una composición de polvo atomizado habitualmente utilizada en la fabricación de gres porcelánico. Con el fin de conocer sus condiciones óptimas de procesado, se determinó su diagrama de compactación y su diagrama de gresificación. Según estos, el intervalo óptimo de cocción de la composición era de $1190 \pm 5^\circ\text{C}$, para una densidad aparente en seco de conformado de $1950 \pm 5 \text{ kg/m}^3$.

Además, siguiendo el procedimiento descrito en [4], se obtuvo su conductividad térmica, la cual resultó ser de $0,6 \text{ W/(m K)}$, para una capacidad calorífica asumida como constante e igual a 1250 J/(kg K) .

2.2. Obtención de la ley viscosa

Con el fin de obtener una ley viscosa que permita reproducir el comportamiento del material durante su sinterización, se llevó a cabo el análisis dilatométrico de la composición para distintos grados de densificación de partida (ρ_0). Se conformaron probetas de dimensiones en crudo $30 \text{ mm} \times 5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ a tres densidades aparentes en seco diferentes y se realizó un registro de su densificación utilizando un dilatómetro de contacto.

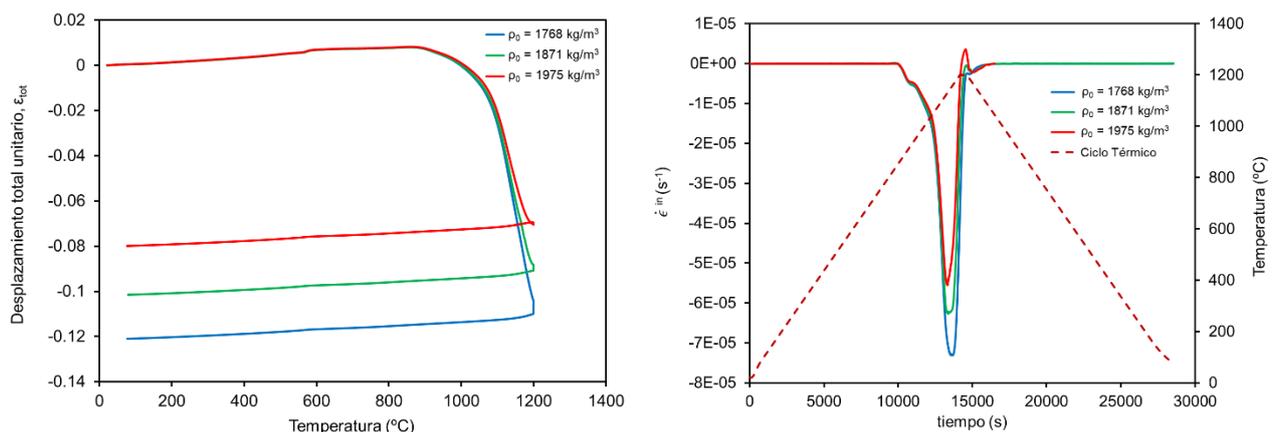


Figura 2. Izquierda: dilatometrías de tres probetas de gres porcelánico a tres densidades iniciales distintas. Derecha: tasa de deformación inelástica y ciclo térmico de tres probetas de distinta densidad aparente inicial, obtenida a partir de las dilatometrías.

Las tres dilatometrías se muestran en la figura 2 (izquierda) y a partir de ellas puede calcularse la tasa de cambio de la componente inelástica en la dirección medida por el dilatómetro ($\dot{\epsilon}^{in}$), representada en la figura 2 (derecha), junto con el ciclo térmico empleado en los ensayos. Nótese el sobreimpulso experimentado por $\dot{\epsilon}^{in}$ a la máxima

temperatura, el cual es mayor cuanto mayor es la densidad inicial de la probeta. Este fenómeno puede ser debido a la liberación a alta temperatura de ciertos componentes volátiles que generan una pequeña expansión del soporte, alterando ligeramente la evolución habitual de la contracción durante el proceso de sinterización. En todo caso, este fenómeno debe omitirse para obtener una la ley viscosa consistente.

A partir de los resultados de estos ensayos, y haciendo uso de métodos de ajuste multiparamétrico, se obtuvo η_0 a partir de las ecuaciones (1) y (2), para la relación propuesta por Argüello que relaciona φ con ρ_r [5]. Estos mismos ensayos fueron posteriormente simulados siguiendo la metodología propuesta en la figura 1 para evidenciar la correlación entre los resultados experimentales y los resultados simulados considerando la ley viscosa planteada.

2.3. Reproducción del comportamiento del gres porcelánico en condiciones industriales

Con el objetivo de evidenciar la utilidad de la metodología propuesta para controlar el proceso de fabricación de baldosas de gres porcelánico, se llevó a cabo la simulación del comportamiento durante su procesado de 4 soportes industriales. Los resultados de las simulaciones se compararon con los resultados experimentales obtenidos mediante el procesado de los soportes. En concreto, las piezas utilizadas, con dimensiones nominales en cocido 600 mm x 600 mm, fueron moldeadas por prensado uniaxial en semiseco en una prensa industrial dotada de un molde con dos cavidades. Por una parte, para unas condiciones de regulación estándar de la prensa, se obtuvieron, en un mismo ciclo de prensado, las piezas referenciadas como 1 y 2, correspondientes, respectivamente, a cada uno de los alveolos del molde en el que fueron conformadas. Por otra parte, para unas condiciones de regulación del sistema de alimentación de la prensa con las que se buscó, voluntariamente, depositar una carga heterogénea del polvo en los alveolos, se prepararon los soportes referenciados como 1X y 2X.

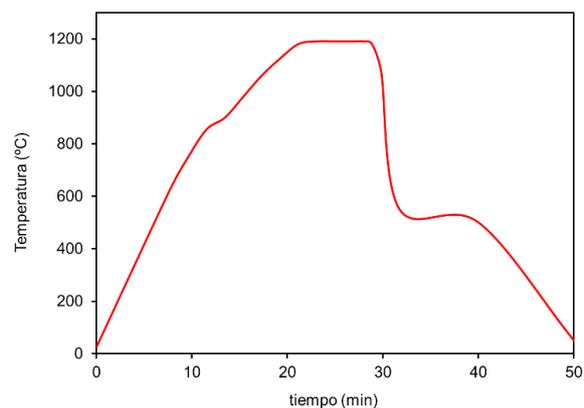


Figura 3. Equipo de medida no destructiva de densidad aparente utilizado en el estudio (izquierda) y ciclo térmico industrial empleado en la cocción de los soportes (derecha).

Tras su secado en estufa a 110°C hasta pesada constante, los soportes fueron analizados con un equipo de medida no destructiva de la densidad aparente por absorción de rayos X (figura 3). Tras el análisis se obtuvieron los mapas de distribución de su densidad aparente en seco y su espesor (figura 4 y figura 5). Esta información junto con las propiedades termomecánicas de la composición y el ciclo térmico de cocción se utilizaron como variables de entrada del modelo.

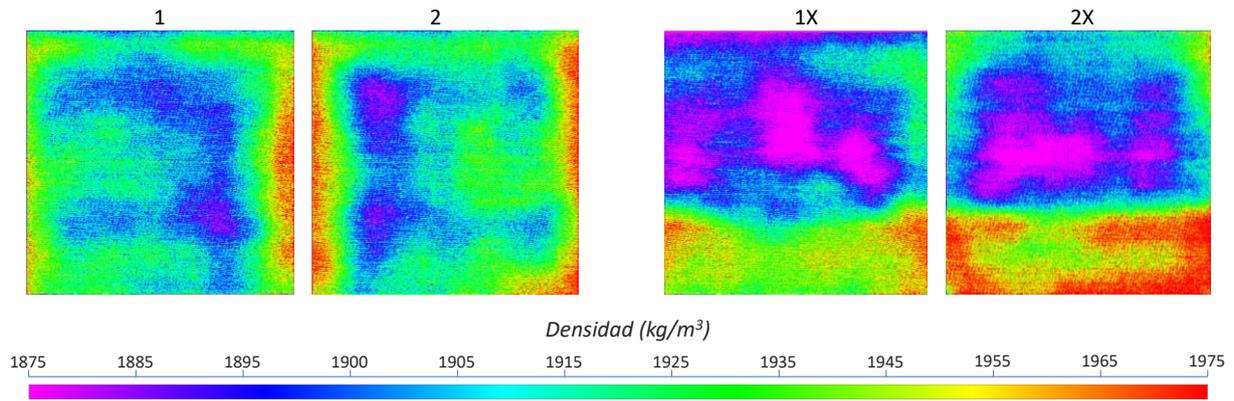


Figura 4. Mapas de distribución de densidad aparente en seco de los soportes industriales utilizados en la verificación de la metodología.

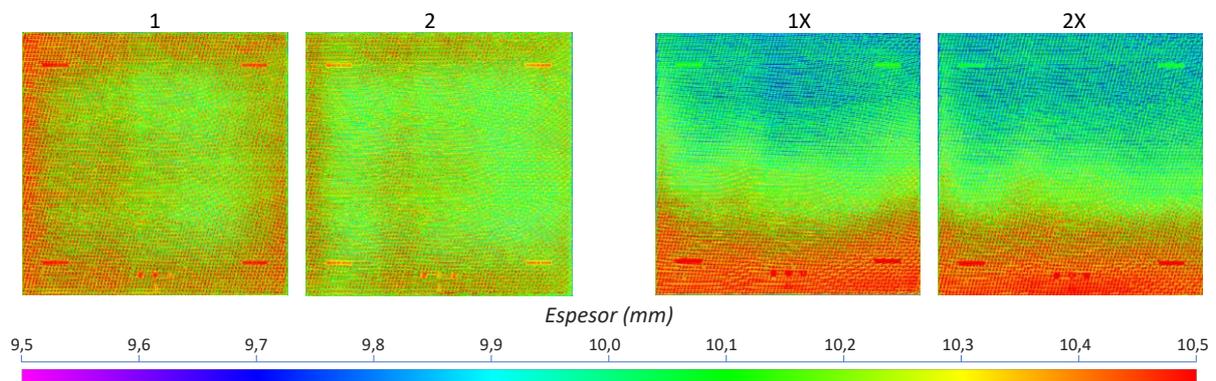


Figura 5. Mapas de distribución de espesor de los soportes industriales crudos utilizados en la verificación de la metodología.

Como puede apreciarse, los mapas de distribución de densidad de los soportes 1 y 2 son mucho más homogéneos que los de los referenciados como 1X y 2X. En efecto, el ciclo de prensado en el que se conformaron estos últimos presentaba una alimentación de polvo desplazada hacia la parte frontal de los alveolos (parte inferior de los mapas) para simular un posible defecto de carga durante el proceso de conformado. Esta heterogeneidad en la carga también se traslada a los mapas de espesor en crudo, en los cuales se observa que tanto el soporte 1X, como el 2X presentan un mayor espesor en su parte delantera.

Finalmente, los soportes secos fueron cocidos en un horno industrial de rodillos dotado de quemadores de gas natural y siguiendo un ciclo térmico (figura 3) con una duración total de 50 minutos y 5 minutos de permanencia a la temperatura máxima de 1190°C. Los soportes cocidos, una vez a temperatura ambiente, se caracterizaron de nuevo con el equipo de inspección no destructiva por absorción de rayos X determinándose sus distribuciones de densidad aparente y espesores. Además, haciendo uso de un equipo de caracterización dimensional, se determinaron sus características dimensionales de acuerdo con la norma UNE-EN ISO 10545-2:1998.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación, se describen los resultados obtenidos durante la determinación de la ley viscosa para la composición de gres porcelánico utilizado y la reproducción de su comportamiento a escala industrial.

3.1. Obtención de la viscosidad aparente, η_0

A partir de la figura 2 (derecha) y las ecuaciones (1) y (2) es posible aislar la viscosidad aparente (η_0) para representar únicamente su dependencia de la temperatura. Para ello se ajustaron los parámetros correspondientes al crecimiento de grano utilizando un optimizador multiparamétrico desarrollado en Python™, con el objetivo de asegurar que η_0 fuese independiente de la microestructura del material durante la sinterización.

La figura 6 muestra la variación con la temperatura de la viscosidad aparente experimental de la composición de gres porcelánico utilizada, para los tres valores de ρ_0 ensayados. Las tres curvas presentan un comportamiento similar, con una disminución exponencial del logaritmo de la viscosidad con la temperatura desde 850°C y una disminución menos acusada de la misma a partir de 1000°C. Los resultados denotan que la variación de la viscosidad de la baldosa con la temperatura no se ajusta correctamente a una ley de Arrhenius, dada la complejidad de las transformaciones físicas y químicas involucradas.

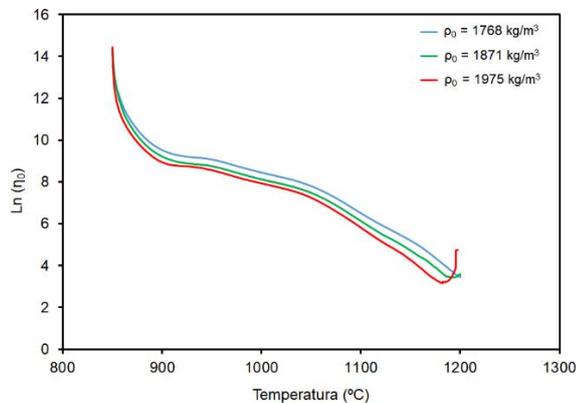


Figura 6. Viscosidad aparente experimental de la composición de gres porcelánico en función de su densidad aparente inicial.

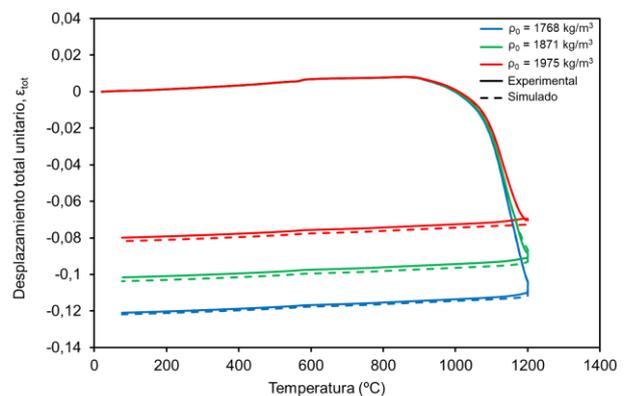


Figura 7. Comparación de las dilatometrías experimentales y simuladas con la ley viscosa propuesta.

Asimismo, alrededor de la temperatura máxima de cocción se aprecia un incremento brusco de la viscosidad, mayor cuanto mayor es el valor de ρ_0 , el cual es debido a un artificio numérico asociado al sobreimpulso observado en la figura 2 (derecha). Este inconveniente puede minimizarse extrapolando el tramo recto de la figura 6 situado entre los 1100 y 1150°C.

Con esta ley viscosa, las dilatometrías de la figura 2 (izquierda) pueden reproducirse con precisión tal y como se muestra en la **Error! No s'ha trobat l'origen de la referència..** Nótese cómo las principales diferencias entre los resultados experimentales y simulados surgen al inicio del enfriamiento, fruto de la extrapolación realizada para minimizar el efecto del sobreimpulso descrito previamente.

3.2. Verificación industrial de la metodología

En la figura 8 se muestran los mapas de espesor de los soportes cocidos, obtenidos por análisis no destructivo de los mismos, comparados con los resultantes de la simulación de su comportamiento mediante la resolución del modelo SOVS, para el ciclo térmico empleado industrialmente. Como puede observarse, el acuerdo entre los datos

experimentales y las simulaciones es bueno, siendo en ambos casos las piezas 1X y 2X las que presentan mayores heterogeneidades, tal y como cabía esperar.

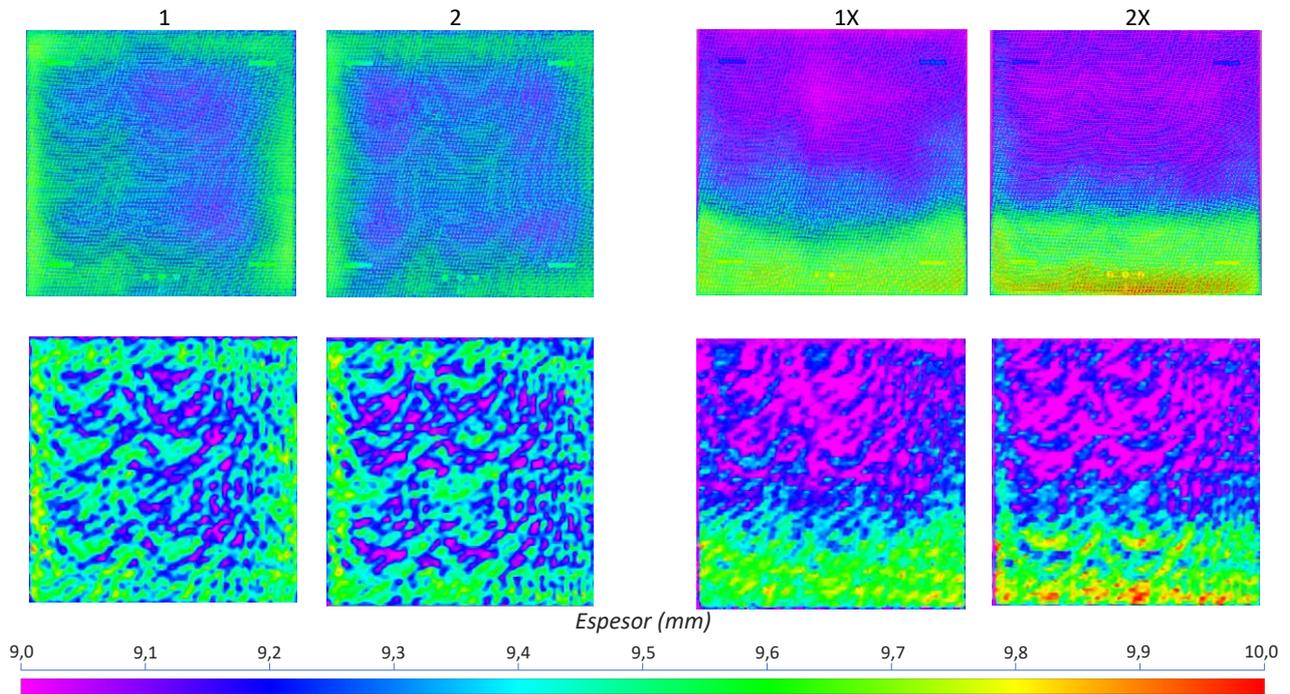


Figura 8. Mapas experimentales (parte superior) de distribución de espesor de los soportes cocidos comparados con los resultantes de las simulaciones (parte inferior).

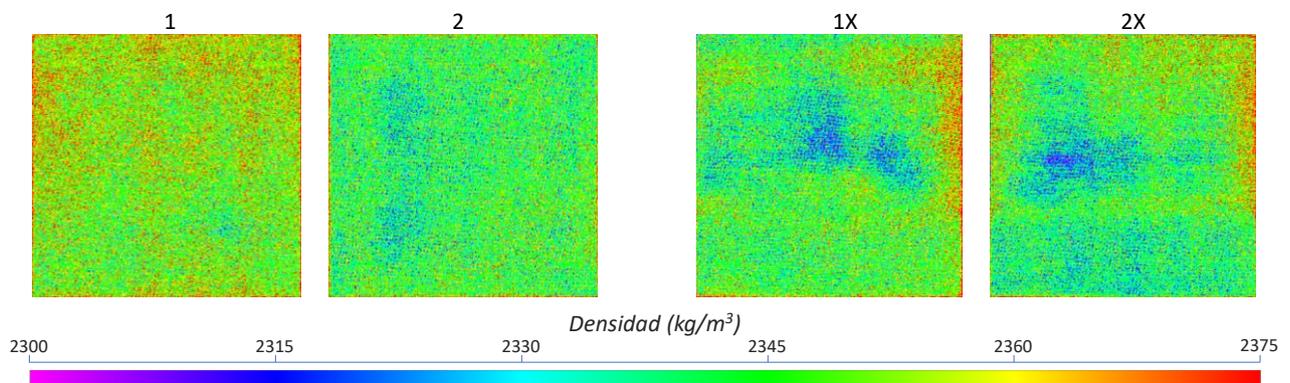


Figura 9. Mapas experimentales de distribución de densidad aparente de los soportes cocidos.

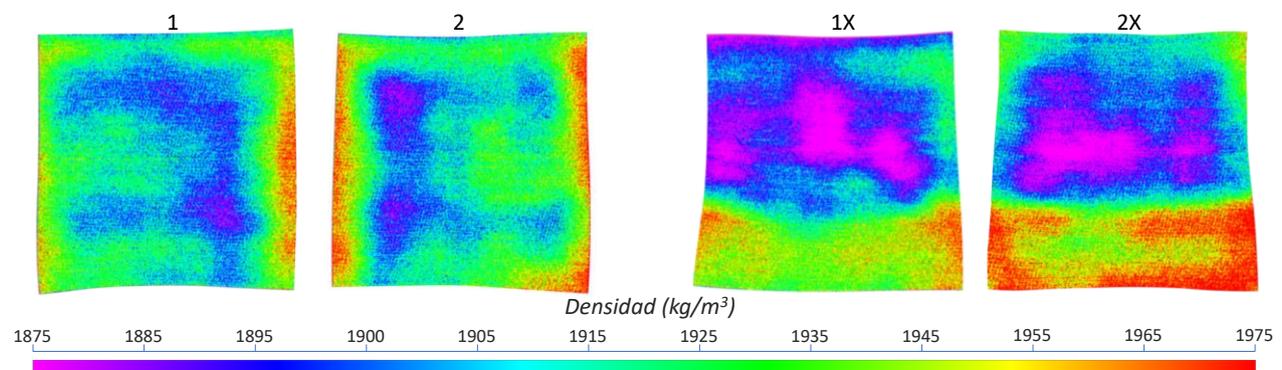


Figura 10. Morfología final simulada de los soportes cocidos obtenida magnificando x5 los desplazamientos durante el proceso de sinterización.

En la figura 9 se representan los mapas de distribución de la densidad aparente de los soportes cocidos obtenidos por absorción de rayos X. Comparados con los mapas de densidad aparente en seco, son sensiblemente más homogéneos, debido a que la sinterización tiende a homogeneizar la distribución de porosidad del material, a costa de generar diferencias de contracción, tanto más acusadas, cuanto mayores son las heterogeneidades de densidad iniciales. Esto mismo se comprueba en las imágenes mostradas en la figura 10 en las que se representa la morfología final simulada para los cuatro soportes. Con fines ilustrativos, las deformaciones han sido magnificadas x5 y se ha incluido sobre la morfología el mapa de distribución de la densidad aparente del soporte seco. Puede apreciarse como las deformaciones predichas son acordes, en todos los casos, a la de distribución de densidades aparentes.

Para evaluar la precisión del modelo en la estimación de las dimensiones finales de las piezas, se han comparado los resultados proporcionados por este con medidas experimentales realizadas sobre los soportes cocidos. En concreto, se han comparado los espesores medios de unas franjas de 5 cm de ancho paralelas a cada uno de los lados de las piezas y la longitud de cada uno de los lados según la norma UNE-EN ISO 10545-2:1998. En la figura 11 se han representado las dimensiones experimentales en función de las predichas por el modelo de simulación. Como puede observarse, el ajuste entre los datos experimentales y los simulados es bueno, con un error absoluto en la estimación de espesores para un intervalo de confianza del 95% de $\pm 0,09$ mm y de ± 2 mm en la estimación de la longitud de lado. La precisión en la estimación de la longitud es relativamente baja, sin embargo, observando las piezas en su conjunto, las predicciones proporcionan una información de gran valor para conocer cómo se comportarán las piezas durante su cocción.

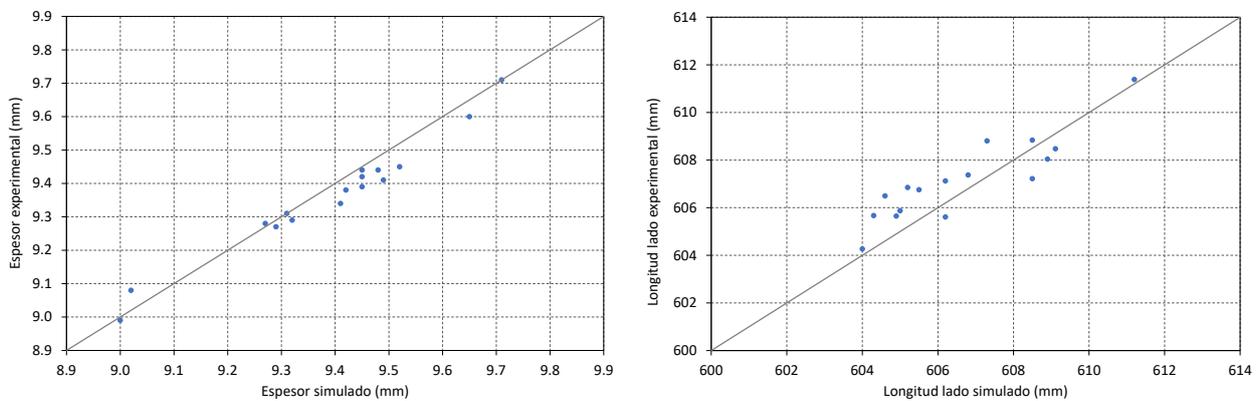


Figura 11. Comparación entre las dimensiones experimentales de las piezas (izquierda: espesores; derecha: tamaño de lados) y las predichas por el modelo de simulación.

Finalmente, la Tabla 1 recoge los tiempos de cálculo empleados para cada una de las simulaciones industriales realizadas. El equipo informático utilizado disponía de un procesador de 32 núcleos Intel® Core™ i9-7960X a 2.8GHz y 128Gb de Memoria RAM DDR4-2666, utilizándose para cada simulación 4 núcleos de procesamiento y 3,5 Gb de RAM. Es de esperar que con las tecnologías actuales estos tiempos de simulación pudieran reducirse fácilmente hasta las 2 h.

Tabla 1. Tiempo de cálculo para cada una de las simulaciones de los soportes industriales.

Simulación	Tiempo de cálculo (h)
1	5,02
1X	5,04
2	5,04
2X	5,05

4. CONCLUSIONES

Las conclusiones que se extraen del presente trabajo son las siguientes:

- Es posible reproducir el comportamiento de una pasta de gres porcelánico durante su sinterización utilizando el modelo SOVS modificado y una ley viscosa experimental.
- Es viable simular con el modelo SOVS el comportamiento en cocción de piezas industriales de gres porcelánico a partir de sus propiedades termomecánicas y de sus mapas de distribución de espesor y densidad aparente en seco.
- Los tiempos de cálculo proporcionados por los actuales sistemas de cómputo permitirían utilizar la metodología de simulación planteada para predecir de manera rutinaria el comportamiento del gres porcelánico durante el proceso de cocción, anticipándose a la aparición de defectos, fundamentalmente de carácter dimensional.

4. BIBLIOGRAFIA

- [1] SÁNCHEZ, E.J. Consideraciones técnicas sobre el producto y el proceso de fabricación del gres porcelánico. *Cerámica Información*, 285, 73-91, 2002.
- [2] AMORÓS, J.L.; CASTRO-LOPES, F.; CERISUELO, J.A.; LLORENS, D.T.; MALLOL, J.G.; MEZQUITA, A.; VARGAS, M. Mejora de la estabilidad dimensional de piezas de gres porcelánico a través de la medida en continuo de la humedad de los soportes prensados. *Cerámica Información*, 311, 117-126, 2004.
- [3] BOIX, J.; DACHAMIR HOTZA; DOLLY SANTOS; MALLOL, J.G. Dimensional changes of porcelain tiles under different processing conditions. Part I: Laboratory-Scale models. *Ceramics International*
- [4] BALAGUER, J.; TISCAR, J.M.; SABURIT, A.; QUEREDA, F.; AGUILELLA, M. Modelización de la sinterización de baldosas cerámicas mediante el modelo SOVS. *ACTAS QUALICER 2020*, 2020.
- [5] ARGÜELLO, J. et al.; Verification, Performance, Validation, and Modifications to the SOVS Continuum Constitutive Model in a Nonlinear Large-Deformation Finite Element Code. July 2009, *Journal of the American Ceramic Society*; 92(7):1442 – 1449
- [6] AMORÓS, J.L.; BOIX, J.; FELÍU, C.; FUENTES, I.H.; LLORENS, D.T.; MALLOL, J.G. Non-destructive measurement of bulk density distribution in large-sized ceramic tiles. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 30, 2927-2936, 2010.
- [7] SKOROHOD, V.V., Rheological basis of the theory of sintering, *Naukova Dumka*, Kiev, 1972
- [8] CANTAVELLA, V. (1998). Simulación de la deformación de baldosas cerámicas durante la cocción. *Universitat Jaume I*.

Agradecimientos

Los autores de este trabajo quieren agradecer al Instituto Valenciano de Competitividad Empresarial (IVACE) el apoyo económico brindado, a través de fondos FEDER, para poder llevar a cabo esta investigación mediante el programa de ayudas a Centros Tecnológicos de la Comunidad Valenciana para el desarrollo de proyectos de I+D.