



**REFORMULACIÓN E IMPLEMENTACIÓN DE GRANILLA EMPASTADA PARA SU
APLICACIÓN A NIVEL INDUSTRIAL**

Isabela Aguiar Restrepo

Trabajo de semestre de industria presentado como requisito parcial para optar al título de:
Ingeniera de Materiales

Asesor

Ivan David Franco Correa.

Doctor en Materiales Cerámicos y Tratamiento de Superficies.

Doctor en Ingeniería de Materiales.

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería de Materiales.

Pregrado

Medellín, Colombia.

2024

Cita	I. Aguiar Restrepo
Referencia Estilo IEEE (2024)	[1] I. Aguiar Restrepo, “Reformulación e implementación de granilla empastada para su aplicación a nivel industrial”, Trabajo de grado profesional, Ingeniería de Materiales, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2024



Centro de documentación e ingeniería CENDOI

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

Rector: John Jairo Arboleda Céspedes

Decano/Director: Julio César Saldarriaga Molina

Jefe departamento: Francisco Javier Herrera Builes

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

Dedicatoria

A mis padres, hermanas y a Dante, su presencia ha sido fundamental para mantenerme enfocada y motivada en cada etapa de mi formación académica.

Agradecimientos

A los técnicos de laboratorio que me han brindado su valiosa ayuda y apoyo en la realización de los experimentos y análisis necesarios para llevar a cabo mi trabajo de grado, a mi jefa y asesor por su acompañamiento y dedicación durante la realización de este trabajo. Asimismo, me gustaría extender mi gratitud a los compañeros y maestros que me acompañaron durante mi formación académica.

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN	9
ABSTRACT	10
I. INTRODUCCIÓN	11
II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	12
III. OBJETIVOS	13
<i>A. Objetivo general</i>	13
<i>B. Objetivos específicos</i>	13
IV. MARCO TEÓRICO	14
<i>A. Serigrafía</i>	14
<i>B. Fritas y granillas</i>	14
<i>C. Vehículos para granillas</i>	15
<i>D. Tipos de aplicaciones de granilla para cerámica</i>	15
<i>E. Reología</i>	16
<i>F. Tixotropía</i>	16
<i>G. Defectología</i>	16
V. ESTADO DEL ARTE	19
VI. METODOLOGÍA	20
<i>A. Revisión bibliográfica</i>	20
<i>B. Diseño de experimento de mezclas</i>	20
<i>C. Preparación de la granilla empastada</i>	21
<i>D. Medición de las propiedades</i>	21
<i>E. Fabricación de pantallas y aplicación.</i>	22
<i>F. Evaluación de desempeño y post cocción del DOE mix</i>	23
<i>G. Evaluación de resultado DOE mix</i>	24

H. Producción de listellos en línea	24
VII. RESULTADOS	25
A. Resultados de la medición de las propiedades:	25
B. Resultados de la medición del desempeño	28
C. Optimización de respuesta	32
D. Registro fotográfico de los resultados obtenidos	34
VIII. ANÁLISIS	37
A. Evaluación a nivel de laboratorio	37
B. Ensayo 1: Evaluación de la formulación obtenida en la optimización de respuesta	38
C. Ensayo 2: Implementación de una bomba de llenado de granilla para puesta a punto en línea.	39
IX. CONCLUSIONES	41
REFERENCIAS	43
ANEXOS	44

LISTA DE TABLAS

Tabla I Límites de los componentes de la mezcla.....	20
Tabla II Diseño de experimento de mezclas	21
Tabla III Resultados de la medición de las propiedades según el DOE mix.	25
Tabla IV Coeficientes de regresión estimados para densidad (g/L).....	26
Tabla V Coeficientes de regresión estimados para viscosidad (Cp)	26
Tabla VI Coeficientes de regresión estimados para sedimentación	27
Tabla VII Resultados del desempeño según el DOE mix.	29
Tabla VIII Coeficientes de regresión estimados para aplicabilidad.....	29
Tabla IX Coeficientes de regresión estimados para relieve	30
Tabla X Coeficientes de regresión estimados para transparencia	31
Tabla XI Solución global	33
Tabla XII Respuestas pronosticadas	33
Tabla XIII Propiedades y desempeño de la granilla GF1.	38

LISTA DE FIGURAS

Fig. 1. Montaje para evaluación de viscosidad en viscosímetro Brookfield.....	22
Fig. 2. Picnómetro metálico de 100ml.	22
Fig. 3. Pantallas micradas para aplicación de granilla. A) Pantalla delfines. B) Pantalla jarrón. ..	23
Fig. 4. Áreas medidas en ImageJ de las decoraciones para las pantallas A) Pantalla delfines. B) Pantalla jarrón.	23
Fig. 5. Gráfica de residuos para densidad	26
Fig. 6. Gráfica de contornos de mezcla para densidad.....	26
Fig. 7. Gráfica de residuos para viscosidad.....	27
Fig. 8. Gráfica de contornos de mezcla para viscosidad	27
Fig. 9. Gráfica de residuos para sedimentación	28
Fig. 10. Gráfica de contornos de mezcla para Sedimentación	28
Fig. 11. Gráfica de residuos para aplicabilidad.....	30
Fig. 12. Gráfica de contornos de mezcla para aplicabilidad	30
Fig. 13. Gráfica de residuos para relieve.....	31
Fig. 14. Gráfica de contornos de mezcla para relieve.	31
Fig. 15. Gráfica de residuos para transparencia.	32
Fig. 16. Gráfica de contornos de mezcla para transparencia.....	32
Fig. 17. Optimizador de respuestas de mintab.	33
Fig. 18. A. Borde irregular y grano de azúcar presentado por aplicación de granilla en polvo. B. Borde sin grano de azúcar con la granilla empastada.	34
Fig. 19. A) Punzadura por hervido. B) Encharcado y marcado de malla. C) Falta de llenado. D) Zona de concentración de defectos.	34
Fig. 20. A) Decoradora y espátula para aplicación manual del laboratorio. B) Decoradora automática utilizada en línea.	35
Fig. 21. A) Bomba de llenado de granilla.	35
Fig. 22. A) Acabado superficial obtenido para la aplicación de granilla empastada con bomba con la pantalla delfines. B).....	36
Fig. 23. A) exceso de aplicación de granilla empastada con bomba con la pantalla jarrón. B) Núcleo negro presentado por el exceso de granilla	36

SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

DOE Mix	Diseño de experimento de mezclas
GF1	Granilla empastada, formulación 1
Cm	Centímetros

RESUMEN

El presente trabajo se desarrolló a partir de un Diseño de Experimentos de Mezclas (DOE mix) para obtener una formulación de granilla empastada mediante el uso de los componentes granilla (35 – 55 % en peso), fundente (0% - 20 % en peso) y vehículo (45% - 60 % en peso). A partir de dicho DOE mix se ensayaron 18 formulaciones en laboratorio cuyo análisis en Minitab permitió obtener los coeficientes de regresión, gráficas de residuo y gráficas de contorno para la sedimentación, viscosidad, peso por litro, relieve, aplicabilidad y transparencia de la granilla, así como una optimización de respuesta que dio como resultado una nueva formulación denominada GF1 y unas respuestas pronosticadas para sedimentación, aplicabilidad y relieve. La granilla GF1 fue ensayada en línea y con esta se obtuvieron defectos de llenado, marcado de malla y hervido que fueron solucionados mediante la implementación de una bomba de llenado y un ajuste de la pantalla que permitió un área de aplicación de $23 \times 23 \text{ cm}^2$ según el recorrido de la espátula, y de $11,38 \text{ cm}^2$ por figura en el que se obtuvieron resultados sin defectos. El pronóstico de respuesta para sedimentación y relieve fueron bastante precisos, contrario al de aplicabilidad, esto debido a que las granillas de laboratorio fueron aplicadas manualmente y las de línea con una decoradora automática. Para el escalamiento a nivel industrial es necesario ajustar adecuadamente la decoradora para controlar el llenado para la puesta a punto en línea, la granilla fue aprobada para el traslado de listellos que cumplan con áreas de aplicación menores a las especificadas previamente.

***Palabras clave* — Granilla empastada, escalamiento, DOE Mix.**

ABSTRACT

The present work is based on a Design of Experiments of mixtures (DOE Mix) aiming to obtain a formulation for an agglomerated (bonded - filled) grit by using the components: grit (35 – 55 wt.%), flux (0 – 20 wt.%) and vehicle (45 – 60 wt.%), from which 18 formulations were tested in the laboratory whose analysis in Minitab allowed to obtain the regression coefficients, residue graphs and contour graphs for sedimentation, viscosity, weight per liter, relief, applicability and transparency of the grit, as well as an optimized response that resulted in a new formulation called GF1, and predicted responses for sedimentation, applicability and relief. The GF1 grit was tested in line and with this one, filling, mesh marking and boiling defects were obtained, which were solved by implementing a filling pump and a screen adjustment that allowed an application area of $23 \times 23 \text{ cm}^2$ according to the spatula path and $11,38 \text{ cm}^2$ per figure in which defect-free results were obtained. The response forecast for sedimentation and relief were accurate, contrary to that of applicability, this was due to the laboratory grits were applied manually and the line grits with an automatic decorator. For industrial scale-up, it is necessary to properly adjust the decorticator to control the filling for in-line fine-tuning. The grit was approved for the transfer of listellos that comply with application areas smaller than those previously specified.

***Keywords* — Grit filled, scaling, DOE Mix.**

I. INTRODUCCIÓN

La fabricación de baldosas cerámicas consta de: 1) La preparación de la pasta, 2) El prensado, 3) El secado, 4) La humectación, 5) El esmaltado, 6) El decorado y 7) La cocción. Particularmente, el proceso de decorado puede realizarse mediante técnicas de coloreado e insumos que permiten lograr distintos acabados. La compañía Colcerámica S.A.S. - Planta La Estrella, dedicada a la manufactura de baldosas cerámicas decoradas para piso y pared, para lograr productos diferenciadores en el mercado, hace uso de insumos que puedan dar un valor agregado a sus productos, entre los que se destacan los craquelados, metalizados, lustres y granillas.

Los listellos son baldosas en formato $8 \times 25 \text{ cm}^2$ que son utilizados en la decoración de paredes. Para dar un espesor dado y un acabado brillante a ciertas zonas de estas baldosas se hace uso de granillas en polvo, las cuales son materiales obtenidos a partir de la rotura de fritas. Desde años anteriores, la planta busca cambiar de granilla en polvo a granilla empastada por temas de calidad, por lo cual previamente se han realizado formulaciones para granilla empastada que han dado muy buenos resultados a nivel de laboratorio, sin embargo, han presentado distintos defectos en su utilización a nivel industrial, razón por la cual el presente trabajo busca reformular la granilla empastada y lograr su escalamiento a nivel industrial dentro de la planta.

La reformulación de la granilla empastada se realiza a partir de la mezcla de 3 insumos base, los cuales son: 1) La granilla en polvo, 2) La base serigráfica que sirve como fundente y 3) El vehículo que corresponde a la fase líquida de la suspensión. Para obtener una fórmula con los mejores propiedades y desempeño posibles, se realizó un diseño de experimentos de mezclas con los insumos previamente mencionados, para posteriormente obtener una formulación mediante una optimización de respuesta; esta nueva fórmula se evaluó en línea sobre listellos con áreas de aplicación por figura de $3,46 \text{ cm}^2$, $11,38 \text{ cm}^2$ y $25,44 \text{ cm}^2$. Con la puesta a punto en línea de la granilla empastada se espera asegurar un acabado estético satisfactorio, eliminando los defectos presentados por las anteriores granillas (núcleo negro, grano de azúcar, marcado, entre otros).

II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La compañía Colceramica S.A.S se dedica a la fabricación y comercialización de distintos productos cerámicos entre los que se encuentran distintos tipos de baldosas decoradas para piso y pared. Los procesos de decoración de las baldosas requieren de distintos insumos como lustres, pigmentos, tintas y/o granillas según sea el diseño.

Actualmente la granilla es altamente utilizada debido a su alta versatilidad de aplicación para la generación de relieves sobre la superficie de la baldosa, la empresa cuenta con más de 70 productos cuyo diseño implica la aplicación de granilla en polvo mediante una pantalla de serigrafía, sin embargo, al realizarse en seco puede presentar diversos problemas como dispersión de la granilla (“granos de azúcar”), así como regado debido a las vibraciones generadas por las bandas de transporte que llevan las piezas con la granilla hacia el horno, lo que genera que el producto migre a zonas no deseadas.

Con la finalidad de lograr una mejor aplicación, un acabado más estético y evitar que el producto migre a zonas indeseadas de la baldosa, se propone implementar granillas empastadas en el proceso de producción, por lo cual en el pasado se formuló una granilla empastada que al utilizarse en la línea de producción presentó problemas de aplicación tales como: marcado de la pantalla, poco relieve y núcleo negro, por lo cual se propone un cambio de formulación que permita la utilización de granilla empastada a nivel industrial, además de determinar la extensión de las áreas en las cuales se puede aplicar y los distintos parámetros a considerar para su industrialización.

III. OBJETIVOS

A. Objetivo general

Implementar una nueva fórmula de granilla empastada para su utilización a nivel industrial en la empresa Colceramica S.A.

B. Objetivos específicos

- Desarrollar una nueva formulación de granilla empastada mediante la utilización de un nuevo vehículo.
- Evaluar el comportamiento de la granilla empastada y determinar las áreas admisibles para aplicación de esta.
- Escalar a nivel de producción el uso de la nueva formulación de granilla empastada sobre las baldosas.

IV. MARCO TEÓRICO

A. Serigrafía

Es un proceso de decoración basado en el principio del cruce de un pigmento o color cerámico mezclado con un vehículo por medio de una o varias pantallas serigráficas; cada pantalla permite el paso de un pigmento, por lo cual las imágenes policromadas implican el uso de varias pantallas de serigrafía [1].

Al realizarse un proceso de decoración mediante serigrafía, los elementos que intervienen directamente en la estampación, y que tienen una mayor influencia en la reproducción del decorado son: La pantalla serigráfica, el empastado serigráfico y la máquina serigráfica [2].

Pantalla serigráfica: Está compuesta por un marco, telas con tejidos de mallas regulares de distintos materiales y una emulsión fotosensible. Para grabar la imagen con la emulsión serigráfica se hace uso de una fotomecánica que cuenta con la imagen de interés en formato positivo (tinta negra al 100%), esta se ubica sobre la malla, donde la imagen en positivo bloqueará la luz en el área donde no se quiere que se endurezca la emulsión, y será esta la zona que posteriormente deja pasar la tinta. El número de hilos de la malla se selecciona según el insumo a utilizar; a menor número de hilos mayor será el paso del insumo [2].

Pasta serigráfica: La tinta o pasta serigráfica es el conjunto de sustancias que se depositan sobre la pieza al realizarse una serigrafía, está compuesta por una o más sustancias solidas (Pigmentos en polvo) dispersas en un fluido (Vehículo) y algunos aditivos, de los cuales dependerá su viscosidad y aplicabilidad [2].

Máquina serigráfica: Existen distintos tipos de máquinas serigráficas, las planas, que hacen uso de una pantalla plana, se caracterizan por que durante la decoración la pantalla y la pieza permanecen fijas. Las unidades serigráficas rotativas cuentan con un cilindro rotativo con varias pantallas que giran junto con las piezas [2].

B. Fritas y granillas

En la práctica industrial las fritas hacen referencia a una mezcla vítrea fundida a temperaturas elevadas (alrededor de 1500 °C) y posteriormente enfriada bruscamente en aire o agua. Las granillas por su parte son fritas con un tamaño de partícula que oscila entre 0.2 y 0.8 mm

que se producen mediante la trituración mecánica y tamizado de la frita, con lo cual, a partir de una misma frita se pueden obtener granillas de distintas granulometrías [3], [4].

En la decoración de baldosas cerámicas existen distintos tipos de fritas según características como fusibilidad, brillo, opacificación y matización. Por características y tipologías se pueden reagrupar así: 1) Fritas brillantes, transparentes y viscosas, 2) Fritas brillantes, opacificadas y viscosas, 3) Fritas brillantes, transparentes de fusibilidad media, 4) Fritas fundentes reactivas, 5) Fritas mate y 6) Fritas coloreadas en fusión.

Un tipo particular de granilla denominada cristalina es aquella que viene aplicada como una ligera película encima de la decoración sobre el esmalte, y que le confiere un mayor brillo. Estas son realizadas a partir de fritas como las definidas a continuación:

Fritas brillantes, transparentes y viscosas: Son estas de baja fusibilidad, compuestas de un alto porcentaje de SiO_2 (50-60%) [2] y dan un bajo porcentaje de elementos fundentes y el resto de la composición está constituido por elementos estabilizantes, casi siempre están todos presentes en porcentajes singularmente bajos (max. 7-9%) [2].

Fritas brillantes, transparentes de fusibilidad media: Estas fritas se diferencian de las cristalinas viscosas en cuanto son más fusibles. Por tanto, disminuye la sílice a un 35-50% [2] y aumentado el porcentaje de los elementos fundentes hasta un 30-40% [2].

C. Vehículos para granillas

El vehículo serigráfico constituye la fase líquida del empastado y transforma el polvo colorante en una suspensión fluida. Bajo el aspecto serigráfico, los vehículos representan el factor determinante para la característica del empastado y para conseguir una buena reproducción del dibujo. Un buen estampado depende en gran medida de la elección correcta del vehículo en relación al tipo de aplicación [2].

D. Tipos de aplicaciones de granilla para cerámica

En la industria cerámica existen distintos métodos para aplicar granilla sobre baldosas, la aplicación puede realizarse en seco o en húmedo; ambos se pueden llevar a cabo mediante pantallas serigráficas sobre la pieza de interés, la principal diferencia radica en que la aplicación en húmedo implica el uso de una granilla más fina mezclada con un vehículo tipo gel creando una suspensión

de granilla con propiedades reológicas similares a las de un esmalte de cerámica, dando una mejor definición, pero un menor espesor. La aplicación en seco se realiza aplicando la granilla en polvo sobre las áreas en las que se desea obtener el acabado, da un mayor espesor, pero su aplicación es menos precisa. [5], [6]

E. Reología

La reología es definida como el estudio de la deformación y el flujo de materia, es decir, es la parte de la física que estudia la relación entre el esfuerzo y la deformación en los materiales que son capaces de fluir, esta representa una relación entre las fuerzas externas aplicadas a un cuerpo y las reacciones internas de este. El parámetro más característico de la reología es la viscosidad, que mide la resistencia interna que un líquido ofrece al movimiento relativo de sus distintas partes. [7]. En la industria de la cerámica, la reología se utiliza ampliamente como una herramienta fundamental para estudiar y caracterizar suspensiones, es utilizada tanto para el conformado húmedo, como en "colaje" y otras técnicas relacionadas, al igual que en procesos de molienda y mezcla, preparación de polvos para prensado en seco, como la atomización, y la preparación de engobes, esmaltes [8] y por supuesto, granillas.

F. Tixotropía

Es un tipo de comportamiento reológico, muy frecuente en el campo cerámico, este hace referencia a la tendencia de las suspensiones a modificar su comportamiento reológico en función del régimen de fluencia al que fueron sometidas con anterioridad [9]. La propiedad de la tixotropía ofrece menor viscosidad al fluido cuando se le aplica agitación constante en el tiempo y esto se ve reflejado en beneficios tanto durante el proceso como en la pieza final permitiendo que se obtengan relieves mucho más definidos debido a que la gota no se expande al entrar en contacto con el soporte [10].

G. Defectología

En las baldosas después de la cocción, se pueden identificar defectos estructurales, superficiales, estéticos y de proceso, entre estos se encuentran los siguientes:

Burbujas: Pueden suceder debido a un fritado incompleto debido a la salida de productos gaseosos que no se descompusieron totalmente en la fusión o por solubilidad parcial de los componentes que, químicamente, no han sido ligados por completo [9].

Pegado de la baldosa a la pantalla o marcado de malla: Este se presenta como la marca de los hilos de la pantalla sobre la decoración aplicada, puede suceder debido a varios factores como lo son: condiciones de trabajo inadecuadas, baja altura de la pantalla sobre la pieza (suele usarse una altura de 4-5 mm de la pantalla sobre la pieza, pero esto puede variar en función de la tensión de la pantalla), el número de hilos de la pantalla y la viscosidad de la pasta serigráfica [9].

Núcleo negro: Una de las razones por las que se da este defecto en las bases es debido a que el esmalte o granilla alcanza demasiado pronto la temperatura de reblandecimiento, impidiendo la desgasificación de la parte de la composición debajo de estas [9].

Espesor irregular y granos de azúcar: El movimiento de la baldosa en la línea de transporte tras la aplicación de granillas en polvo puede llevar al movimiento de la granilla, lo que lleva a que se den zonas con una mayor deposición (Espesor irregular) y a la dispersión de la granilla en la que los granos individuales generan una dispersión de la tinta (grano de azúcar) [9].

Hervido: Cuando el bizcocho cocido en un ciclo rápido puede presentar problemas cuando sigue un largo tiempo de espera después del esmaltado. La causa puede derivar de la reacción del agua de la aplicación o la absorbida por higroscopia, con el óxido de calcio (CaO) residual en el soporte después de la primera cocción [9]. El fenómeno se manifiesta con hervidos espumosos, agujeros incluso llamativos y zonas de soporte descubiertas. En estos casos, siempre resulta favorable la prolongación de la permanencia a temperaturas inferiores a 550 ± 600 °C: tanto retardando la subida de la temperatura, como ralentizando el ciclo [2].

Encharcado: La aplicación con pantalla serigráfica puede producir encharcado cuando la fase líquida pasa por debajo de la malla y mancha la baldosa sin llegar a aplicar la parte sólida, esto sucede debido a exceso de vehículo o una altura de pantalla insuficiente [2].

Llenado incompleto: Si la presión de la regleta es demasiado débil, puede decorar de modo impreciso o incompleto generando zonas sin deposición de producto; si es irregular, genera depósitos de espesor irregular y zonas con vacíos. Las decoraciones imprecisas y/o incompletas pueden tener su origen en pantallas defectuosas, una distancia demasiado grande entre tejido y baldosa, guía de las baldosas fuera de nivel. Diferencias de espesor en el dispositivo se producen

por: diferencias de velocidad de expulsión, baldosas de espesor inconstante, pantalla desgastada, variaciones en la composición y/o en la viscosidad de producto [9].

V. ESTADO DEL ARTE

Las fritas dentro de la decoración cerámica son altamente utilizadas tanto en aplicación en húmedo como en seco; la vía húmeda es utilizada especialmente para esmaltes y cubiertas que tienen un espesor definido según el método de aplicación [9], mientras que la vía seca se enfoca en la decoración mediante granillas con las que se puede lograr un acabado brillante con un relieve sobre la baldosa.

En la vía húmeda el enfoque principal son los esmaltes y cubiertas; como lo presentan R. Cassola, et al. [11], el uso de fritas cerámicas dentro de suspensiones debe garantizar factores de compatibilidad, que puedan dar como resultado una capa compacta, libre de porosidad y con unas propiedades mecánicas que dependen de su posterior aplicación. La tendencia a cristalizar y la velocidad de cristalización dependen, entre otros factores, de la composición química de la frita; cuanto más similar sea la composición del vidrio a un mineral similar al silicato, que sólo puede obtenerse en forma cristalina, más rápido se formará la fase cristalina [11].

En su trabajo sobre la utilización de fritas en la decoración de baldosas cerámicas, L. Tobón [12] resalta la importancia de evaluar experimentalmente la compatibilidad de las granillas con la superficie sobre las que son aplicadas. Mediante la adición de vidrio sobre bases serigráficas y esmaltes es posible lograr un espesor dado sobre la superficie de las baldosas, concluyendo que un alto porcentaje de fundente implica una disminución en el espesor y un posible defecto de regado, además recomienda disminuir la relación de vehículo para aumentar el empastado [12].

A partir de la evaluación de distintas mezclas de granilla empastada en la empresa corona, se estableció que el procedimiento correcto para la elaboración de estas es el listado a continuación:

- 1) La adición del vehículo en el recipiente,
- 2) Adición de la base serigráfica
- 3) Mezclado mecánico
- 4) Adición de la granilla en polvo y
- 5) Mezclado mecánico.

El procedimiento anterior con la finalidad de evitar problemas de disolución con la base serigráfica (que se ve reflejado en puntos blancos que no se disuelven bien) para lograr un acabado más uniforme y estético [13].

VI. METODOLOGÍA

Para el desarrollo del presente trabajo, se hizo uso de la metodología presentada a continuación:

A. Revisión bibliográfica

Se realizó una búsqueda bibliográfica sobre los temas correspondientes al proyecto, mediante el uso de bases de datos, bibliografía especializada y normas aplicadas por la empresa.

B. Diseño de experimento de mezclas

La formulación de la granilla empastada se realizó a partir de tres componentes: el vehículo A proporcionado por la empresa, la granilla A, la cual según evaluaciones previas presentó un aspecto más uniforme al fundir, y un fundente A. Con los materiales proporcionados se realizó un diseño de experimentos de mezclas mediante Minitab (ver Tabla I).

El diseño de mezcla seleccionado fue de vértices extremos tomando restricciones mínimas y máximas para cada insumo según lo observado en los ensayos de granilla empastada realizados previamente en el laboratorio, según los cuales se definieron los límites de los componentes de la mezcla que se presentan en la Tabla I.

TABLA I
LÍMITES DE LOS COMPONENTES DE LA MEZCLA

Componentes	Cantidad	
	Inferior	Superior
Vehículo	0,45	0,60
Granilla	0,35	0,55
Fundente	0,00	0,20

A partir de los límites establecidos se obtuvo un diseño de tres factores con dos niveles cada uno, y dos replicas por experimento; el diseño de mezclas establecido por Minitab se presenta en la Tabla II.

TABLA II
DISEÑO DE EXPERIMENTO DE MEZCLAS

Orden Estadístico	Orden Corrida	Vehículo [%]	Granilla [%]	Fundente [%]
7	1	56,25	38,13	5,62
6	2	48,75	38,13	13,12
9	3	56,25	40,63	3,12
1	4	45,00	35,00	20,00
14	5	52,50	41,25	6,25
11	6	60,00	35,00	5,00
16	7	56,25	38,13	5,62
8	8	48,75	48,13	3,12
12	9	45,00	55,00	0,00
10	10	45,00	35,00	20,00
18	11	56,25	40,63	3,12
13	12	60,00	40,00	0,00
4	13	60,00	40,00	0,00
17	14	48,75	48,13	3,12
15	15	48,75	38,13	13,12
5	16	52,50	41,25	6,25
2	17	60,00	35,00	5,00
3	18	45,00	55,00	0,00

C. Preparación de la granilla empastada

Se prepararon 330 gramos de cada una de las 18 formulaciones presentadas en la Tabla II, esto se hizo llevando a cabo la preparación y evaluación de cada formulación de principio a fin antes de comenzar con la siguiente. La preparación de cada granilla se llevó a cabo según las recomendaciones presentadas por J. Rios [13], las cuales consisten grosso modo en: 1) La adición del vehículo en el recipiente, 2) Adición de la base serigráfica 3) Mezclado mecánico 4) Adición de la granilla en polvo y 5) Mezclado mecánico.

D. Medición de las propiedades

Se evaluaron los valores de viscosidad, densidad y sedimentación a las 24 horas para cada uno de los experimentos. La viscosidad (cP - centipoises) se midió mediante un viscosímetro digital

de la marca Brookfield, con aguja #4 a 30 Rpm tomando el valor dado a los 30 segundos, el montaje y equipo correspondiente se muestran en la Figura 1. La densidad (g/L) se obtuvo mediante un picnómetro metálico de 100 ml (Ver Figura 2) y la sedimentación fue evaluada de manera cualitativa tras 24 horas de reposo pasando una espátula por el fondo del recipiente y revisando cuanto material sólido hay en el fondo, utilizando un rango de 0 a 5 donde 0 es una nula sedimentación y 5 una alta sedimentación.



Fig. 1. Montaje para evaluación de viscosidad en viscosímetro Brookfield.



Fig. 2. Picnómetro metálico de 100ml.

E. Fabricación de pantallas y aplicación.

Se revisaron los distintos diseños de listellos que requerían aplicación de granilla y se escogieron dos diseños que contaban con áreas de interés; para estos se mandaron a realizar pantallas con malla #6 y un micrado de 450 micras de espesor. Con estas pantallas (Ver Figura 3) se realizó la aplicación manual de las 18 formulaciones sobre baldosas de listellos en crudo y se sinterizaron en la curva de horno correspondiente definida por la empresa.

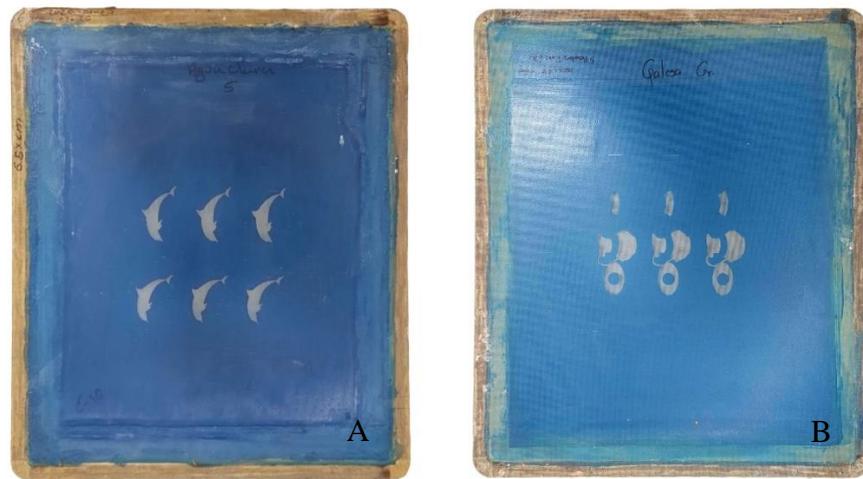


Fig. 3. Pantallas micradas para aplicación de granilla. A) Pantalla delfines. B) Pantalla jarrón.

La pantalla A cuenta con un área de aplicación por figura de $11,38 \text{ cm}^2$ y la pantalla B de $28,90 \text{ cm}^2$, siendo su figura más grande de $25,44 \text{ cm}^2$ y la más pequeña de $3,46 \text{ cm}^2$, esto medida mediante imageJ (Ver Figura 4); la decoración completa en las pantallas ocupa un área de $23 \times 23 \text{ cm}^2$ y $17 \times 23 \text{ cm}^2$ respectivamente.

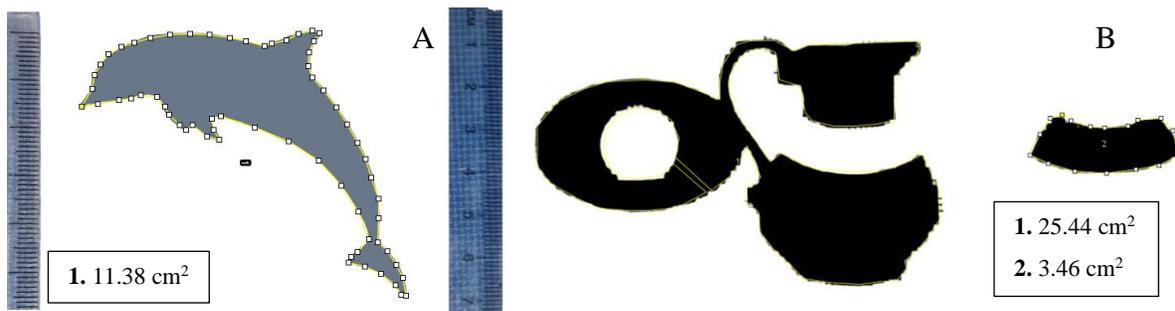


Fig. 4. Áreas medidas en ImageJ de las decoraciones para las pantallas A) Pantalla delfines. B) Pantalla jarrón.

F. Evaluación de desempeño y post cocción del DOE Mix

Para evaluar la funcionalidad de la granilla, se revisó la aplicabilidad de las mismas con ayuda de un inspector de materiales y desarrollo, dándole un valor de 1 a 5 según que tan bien pasa la malla, se deposita, si encharca o tapona la pantalla. Posterior a la quema se revisaron los resultados según su transparencia y relieve de manera cualitativa.

G. Evaluación de resultado DOE Mix

Los resultados mencionados previamente en las secciones D y F se analizaron con Minitab para obtener los resultados estadísticos que indican la importancia y efecto de los distintos componentes dentro de la formulación, así como la formulación sugerida para obtener los mejores resultados.

H. Producción de listellos en línea

El ensayo de la granilla empastada se realizó con la formulación definida a partir del diseño de experimentos sobre listellos con y sin cubierta en la línea 1 o línea 2 de la planta según disponibilidad; a partir de los resultados estéticos obtenidos se definieron los ajustes y mejoras en la fórmula que haya tenido un mejor desempeño.

VII. RESULTADOS

A. Resultados de la medición de las propiedades:

En la Tabla III se presentan los resultados obtenidos en lo referente a la viscosidad, la densidad y la sedimentación. En las Tablas IV-VI se presentan los análisis ANOVA para cada una de las propiedades, y en las Figuras 5-10 se presentan los análisis de residuales y las gráficas de contorno de cada uno de los modelos. Cabe destacar que para las formulaciones 9 y 18 los valores de viscosidad son significativamente más altos que los obtenidos para el resto de las formulaciones, estos dos valores coinciden con las formulaciones que llevan 45% vehículo, 55% granilla y 0% de fundente, este alto porcentaje de granilla hace que a sedimentación sea mayor por lo cual la granilla sedimentada en el fondo opone más resistencia a la aguja del viscosímetro elevando sus valores.

TABLA III
RESULTADOS DE LA MEDICIÓN DE LAS PROPIEDADES SEGÚN EL DOE MIX.

Orden	Propiedades		
	P/L [g/L]	Viscosidad [cP]	Sedimentación [Escala 0-5]
1	1542,00	3280,00	1,00
2	1615,89	4500,00	0,50
3	1536,28	3800,00	2,00
4	1663,49	4700,00	0,00
5	1577,31	4260,00	2,00
6	1500,08	2800,00	2,50
7	1537,95	3260,00	2,00
8	1626,05	6520,00	3,00
9	1638,68	13600,00	4,00
10	1662,10	4580,00	0,00
11	1542,09	3540,00	3,00
12	1502,58	3640,00	3,50
13	1493,60	3420,00	3,00
14	1616,64	6300,00	3,50
15	1619,28	4000,00	0,50
16	1579,51	4680,00	2,00
17	1493,09	2640,00	2,00
18	1644,10	13460,00	4,50

TABLA IV
COEFICIENTES DE REGRESIÓN ESTIMADOS PARA DENSIDAD (G/L)

Término	Coefficientes	EE del coeficiente	Valor T	Valor p
Vehículo	933	273	*	*
Granilla	1845	330	*	*
Fundente	2129	343	*	*
Vehículo*Granilla	844	1227	0,69	0,50
Vehículo*Fundente	-416	1227	-0,34	0,74
Granilla*Fundente	1070	1570	0,68	0,50

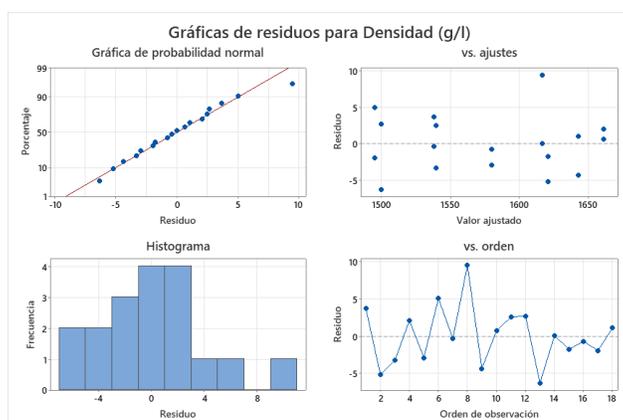


Fig. 5. Gráfica de residuos para densidad

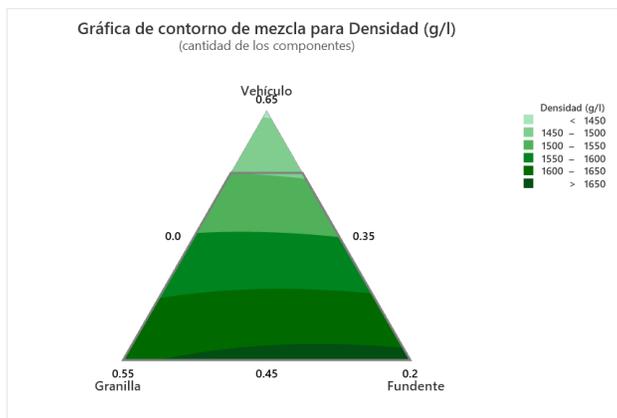


Fig. 6. Gráfica de contornos de mezcla para densidad

TABLA V
COEFICIENTES DE REGRESIÓN ESTIMADOS PARA VISCOSIDAD (CP)

Término	Coefficiente	EE del coeficiente	Valor T	Valor p
Vehículo	10161	27639	*	*

Granilla	84935	33421	*	*
Fundente	98192	34821	*	*
Vehículo*Granilla	-153561	124350	-1,23	0,240
Vehículo*Fundente	94615	124350	0,76	0,461
Granilla*Fundente	-477867	159200	-3,00	0,011

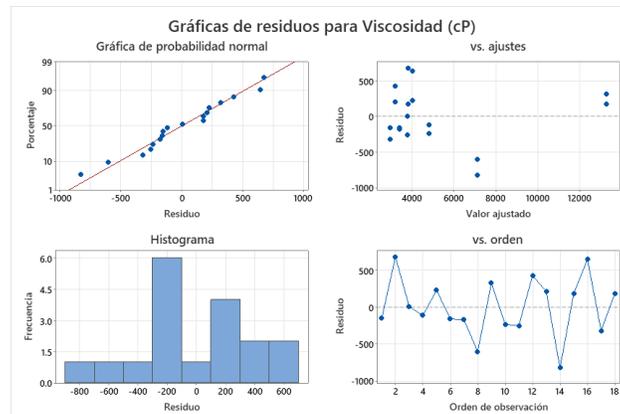


Fig. 7. Gráfica de residuos para viscosidad.

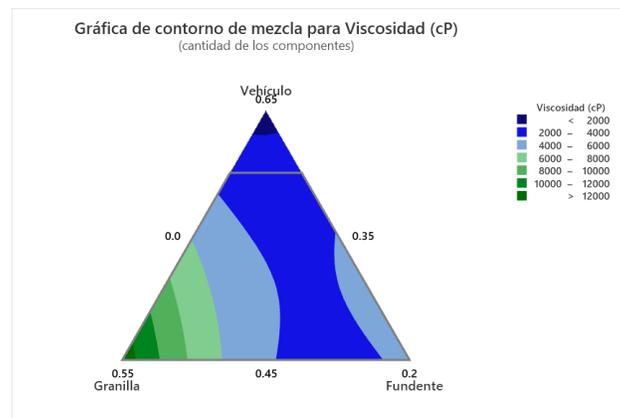


Fig. 8. Gráfica de contornos de mezcla para viscosidad

TABLA VI
COEFICIENTES DE REGRESIÓN ESTIMADOS PARA SEDIMENTACIÓN

Término	Coefficiente	EE del coeficiente	Valor T	Valor p
Vehículo	32,4	24,0	*	*
Granilla	45,6	29,1	*	*
Fundente	9,9	30,3	*	*
Vehículo*Granilla	-143	108	-1,32	0,21
Vehículo*Fundente	-175	108	-1,61	0,13
Granilla*Fundente	80	139	0,58	0,57

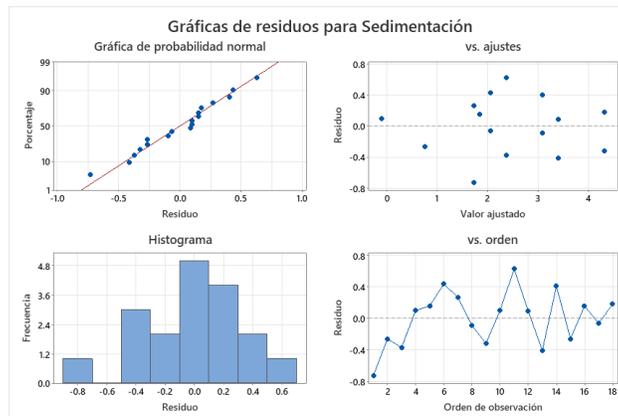


Fig. 9. Gráfica de residuos para sedimentación

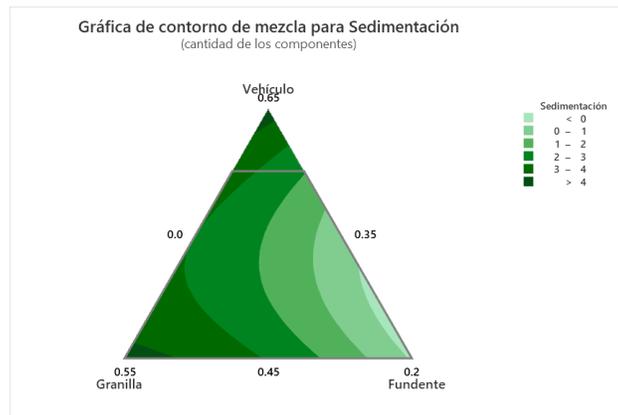


Fig. 10. Gráfica de contornos de mezcla para Sedimentación

Es de notar que en las Tablas IV-VI, se evidencia la relevancia estadística de los factores de primer grado: Vehículo, Granilla y Fundente (Valor $p < 0.05$) sobre las respuestas: viscosidad, densidad y sedimentación, mientras que ninguna de las interacciones de segundo grado (Vehículo-Granilla, Vehículo-Fundente y Granilla-Fundente) son relevantes estadísticamente (Valor $p > 0.05$). De igual forma, en las Figuras 5, 7 y 9, se puede determinar que todos los modelos obtenidos son estadísticamente válidos, pues los residuos son normales, aleatorios e independientes.

B. Resultados de la medición del desempeño

En la Tabla VII se presentan los resultados obtenidos en lo referente a la aplicabilidad, la transparencia y el relieve. En las Tablas VIII-X se presentan los análisis ANOVA para cada una de

las propiedades y en las Figuras 11-16 se presentan los análisis de residuales y las gráficas de contorno de cada uno de los modelos.

TABLA VII
RESULTADOS DEL DESEMPEÑO SEGÚN EL DOE MIX.

Orden	Desempeño		
	Aplicabilidad [Escala 1-5]	Transparencia [Escala 1-5]	Relieve [Escala 1-5]
1	1	1	3
2	4	1	3
3	2	1	1
4	4	2	2
5	2	2	2
6	1	1	1
7	4	1	1
8	5	1	2
9	2	2	4
10	4	2	2
11	2	1	1
12	2	1	2
13	2	1	1
14	5	2	3
15	2	2	3
16	3	1	3
17	1	1	1

TABLA VIII
COEFICIENTES DE REGRESIÓN ESTIMADOS PARA APLICABILIDAD

Término	Coficiente	EE del coeficiente	Valor T	Valor p
Vehículo	5,10	66,50	*	*
Granilla	17,30	80,40	*	*
Fundente	2,80	83,80	*	*
Vehículo*Granilla	-32	299	-0,11	0,92
Vehículo*Fundente	-207	299	-0,69	0,50
Granilla*Fundente	267	383	0,70	0,50

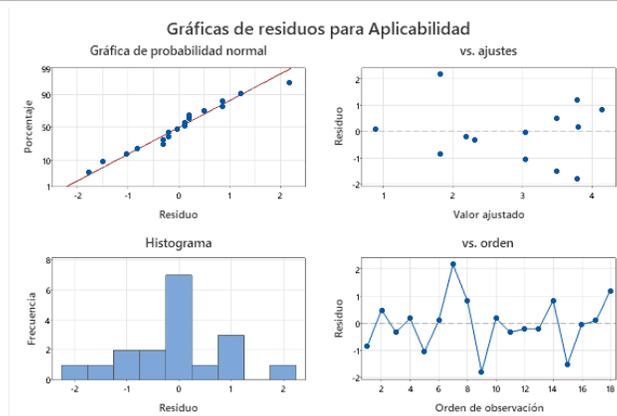


Fig. 11. Gráfica de residuos para aplicabilidad.



Fig. 12. Gráfica de contornos de mezcla para aplicabilidad

TABLA IX
COEFICIENTES DE REGRESIÓN ESTIMADOS PARA RELIEVE

Término	Coefficiente	EE del coeficiente	Valor T	Valor p
Vehículo	24,40	42,7	*	*
Granilla	45,80	51,6	*	*
Fundente	-67,60	53,8	*	*
Vehículo*Granilla	-133	192	-0,69	0,502
Vehículo*Fundente	-60	192	-0,31	0,762
Granilla*Fundente	213	246	0,87	0,403

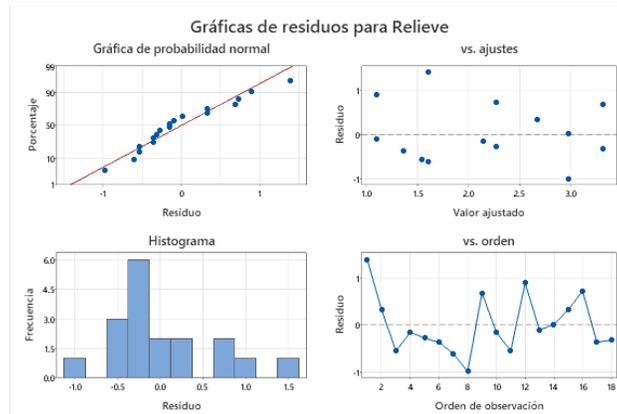


Fig. 13. Gráfica de residuos para relieve.

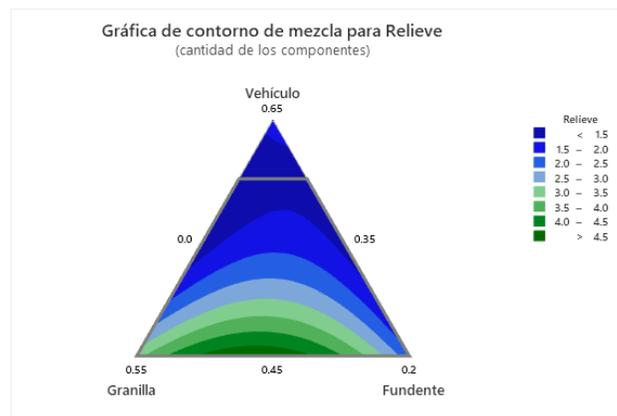


Fig. 14. Gráfica de contornos de mezcla para relieve.

TABLA X
COEFICIENTES DE REGRESIÓN ESTIMADOS PARA TRANSPARENCIA

Término	Coefficiente	EE del coeficiente	Valor T	Valor p
Vehículo	-1,0	23,6	*	*
Granilla	5,9	28,5	*	*
Fundente	5,9	29,7	*	*
Vehículo*Granilla	-3	106	-0,03	0,975
Vehículo*Fundente	-3	106	-0,03	0,975
Granilla*Fundente	0	136	0,00	1,000

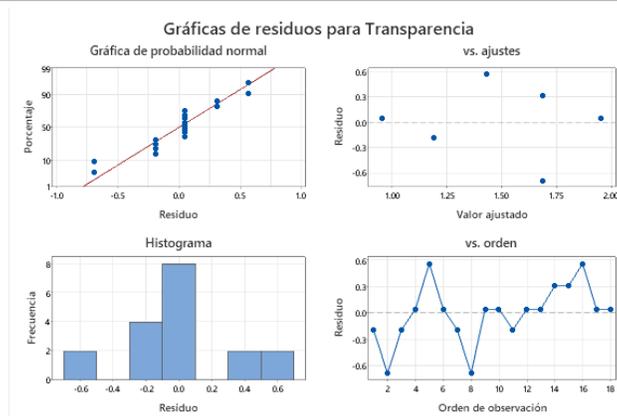


Fig. 15. Gráfica de residuos para transparencia.

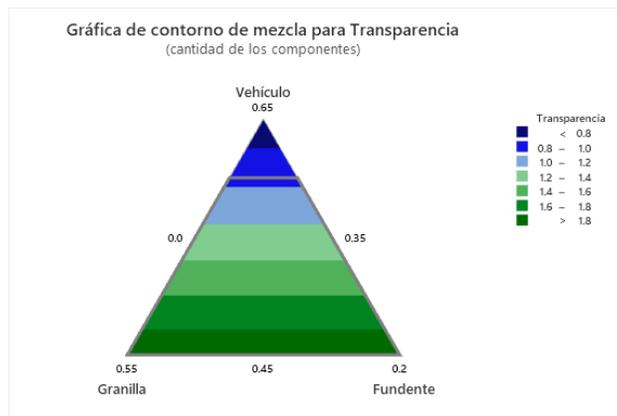


Fig. 16. Gráfica de contornos de mezcla para transparencia.

Es de notar que en las Tablas VIII-X, se evidencia de nuevo la relevancia estadística de los factores de primer grado: Vehículo, Granilla y Fundente (Valor $p < 0.05$) sobre las respuestas: aplicabilidad, transparencia y relieve, mientras que, de nuevo, ninguna de las interacciones de segundo grado (Vehículo-Granilla, Vehículo-Fundente y Granilla-Fundente) son relevantes estadísticamente (Valor $p > 0.05$). De igual forma, en las Figuras 11, 13 y 15, se puede determinar que todos los modelos obtenidos son estadísticamente válidos, pues los residuos son normales, aleatorios e independientes.

C. Optimización de respuesta

A partir de los resultados obtenidos experimentalmente se implementa una optimización de respuesta para lograr los mejores resultados con respecto a la sedimentación, el desempeño y el relieve, obteniéndose la formulación presentada en la Tabla XI, según la cual se pronostican las respuestas que se muestran en la Tabla XII.

TABLA XI
SOLUCIÓN GLOBAL

Vehículo	0,45
Granilla	0,38
Fundente	0,17

TABLA XII
RESPUESTAS PRONOSTICADAS

Sedimentación	1,00	deseabilidad	0,99
Aplicabilidad	5,19	deseabilidad	1,00
Relieve	3,44	deseabilidad	0,48

Nota: Deseabilidad compuesta = 0.79

La optimización de la respuesta fue realizada buscando minimizar la sedimentación y maximizar la aplicabilidad y el relieve, esto debido a que fueron estas las condiciones más críticas con respecto al desempeño de las granillas y el resultado estético final, esto se puede ver en la Figura 17 muestra.

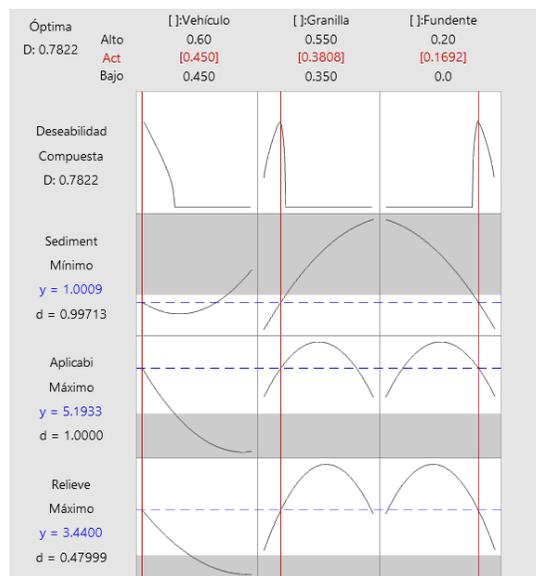


Fig. 17. Optimizador de respuestas de mintab.

D. Registro fotográfico de los resultados obtenidos

La granilla empastada permite lograr un acabado muy distinto al que se logra con la granilla en polvo tradicional, en la Figura 18 se puede ver la comparación entre los resultados estéticos de las mismas.

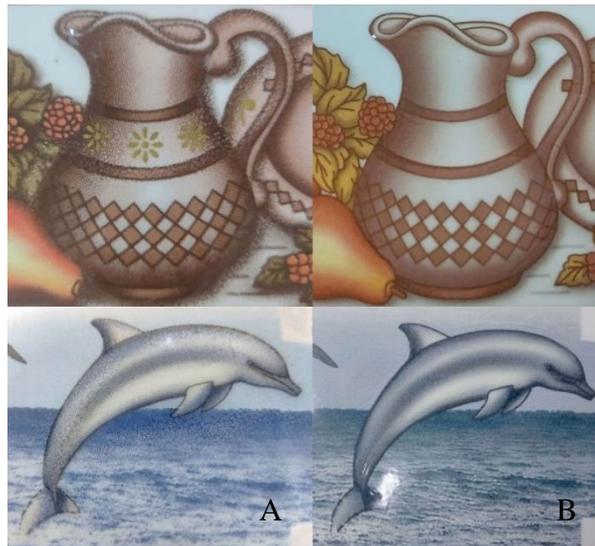


Fig. 18. A. Borde irregular y grano de azúcar presentado por aplicación de granilla en polvo. B. Borde sin grano de azúcar con la granilla empastada.

La granilla empastada presentó distintos defectos luego de su aplicación en línea, los cuales están los presentados en la Figura 19; estos son hervido, marcado de malla, encharcado y llenado incompleto.



Fig. 19. A) Punzadura por hervido. B) Encharcado y marcado de malla. C) Falta de llenado. D) Zona de concentración de defectos.

La granilla es aplicada mediante decoradoras sobre las cuales se ajusta la pantalla para posteriormente verter la granilla y distribuirla mediante una espátula, en a Figura 20 se pueden ver las dps decoradoras utilizadas para probar la granilla empastada.



Fig. 20. A) Decoradora y espátula para aplicación manual del laboratorio. B) Decoradora automática utilizada en línea.

Se hizo uso de una bomba del mezclado (ver Figura 21) y llenado para mantener las pantallas con suficiente material para una correcta aplicación de granilla empastada, con esta se logró la eliminación de defectos para áreas menores a $11,38 \text{ cm}^2$ como se muestra en la Figura 22, mientras que se dio un defecto denominado: exceso de deposición de material, que daba paso al regado y la aparición de núcleo negro (ver Figura 23), lo cual pudo ser solucionado a partir de un ajuste de alturas para las pantallas.



Fig. 21. A) Bomba de llenado de granilla.

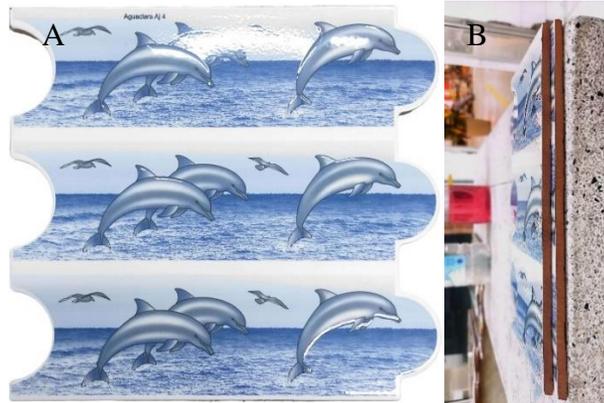


Fig. 22. A) Acabado superficial obtenido para la aplicación de granilla empastada con bomba con la pantalla delfines. B) Baldosas que no presentaron núcleo negro.

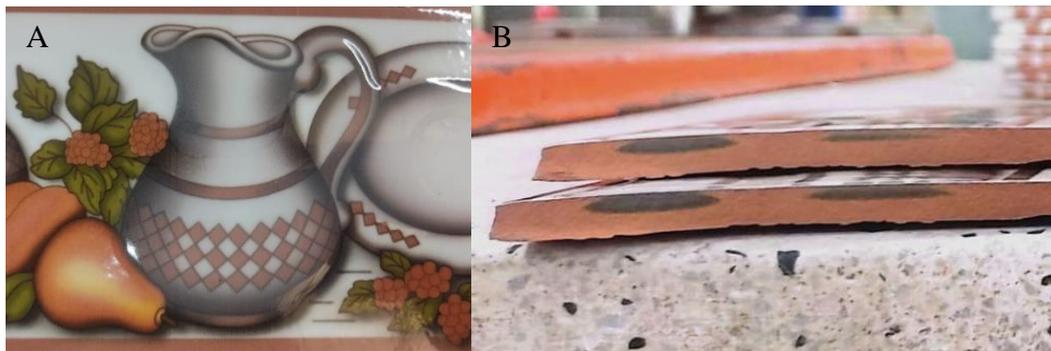


Fig. 23. A) exceso de aplicación de granilla empastada con bomba con la pantalla jarrón. B) Núcleo negro presentado por el exceso de granilla

VIII. ANÁLISIS

A. Evaluación a nivel de laboratorio

A partir del diseño de mezclas realizado en el programa Minitab se obtuvieron las gráficas de contorno presentadas en las Figuras 6, 8, 10, 12, 14 y 16, en donde se observa cómo el porcentaje de cada uno de los componentes de la mezcla afecta de manera específica las distintas variables evaluadas.

Según la Figura 6, se observa que la densidad aumenta según se tiene un mayor porcentaje de sólidos (granilla o fundente). Los valores de viscosidad presentan sus valores máximos cuando el porcentaje de granilla es mayor, mientras que a mayores cantidades de vehículo o fundente su valor tiende a disminuir.

La sedimentación es uno de los factores más importantes con respecto a la granilla empastada, puesto que un alto valor de la misma implica que hay una gran separación de la fase líquida y sólida de la formulación, lo cual está relacionado con la aplicabilidad [9]. Una alta sedimentación implica que la suspensión no es estable, lo que trae consigo problemas de mezclado, encharcamiento y aplicabilidad; la Figura 10 muestra que altos porcentajes de granilla o vehículo favorecen la sedimentación, por lo cual se debe procurar usar los porcentajes de los componentes en los rangos en que la sedimentación toma valores entre 0 y 2.

Como se muestra en la Figura 12, la aplicabilidad de cada formulación toma mejores valores cuando el porcentaje de vehículo es menor, y cuando el porcentaje de granilla se encuentra por un 45%, esto se pudo evidenciar en la aplicación de las distintas granillas debido a que los experimentos con un mayor porcentaje de vehículo tendían a encharcar la pantalla y las baldosas, mientras que los que contaban con un alto porcentaje de granilla presentaban el problema de que se quedaran sólidos retenidos por la malla de la pantalla.

La Figura 14 evidencia cómo el relieve muestra un mejor resultado cuando hay un menor porcentaje de vehículo, esto puede deberse a que se permite una mayor deposición de sólidos (especialmente de granilla). De la Figura 16 se puede observar que la transparencia se ve afectada principalmente por el porcentaje de sólidos presentes en la formulación, siendo más lechosa cuando

hay más granilla y base; sin embargo, la lechosidad presentada es mínima, por lo cual el resultado de todos los ensayos se considera aceptable para los estándares de la planta.

B. Ensayo 1: Evaluación de la formulación obtenida en la optimización de respuesta

Se hizo uso de la formulación optimizada por Minitab para probar su desempeño en línea 1, donde las baldosas pasan por el proceso normal de conformación (Prensado, secado, humectación, engobado, esmaltado, decorado con InkJet y granillado) el proceso de granillado requiere de una decoradora en la que se ajustan las pantallas, junto con variables cómo lo son la espátula, altura y velocidad, éstas realizadas por un operador con ayuda de ángulos y galgas, para esto se aplica la granilla individualmente hasta lograr un resultado satisfactorio antes de comenzar con la producción.

En la primera puesta a punto en línea se probó la granilla con la formulación presentada en la Tabla XI, la cual se denomina GF1. Esta granilla fue probada sobre listellos con y sin cubierta con la finalidad de observar si la granilla presenta efectos sobre el color aplicado por la InkJet, puesto que, según ensayos previos realizados por la planta, la granilla en polvo tiende a generar defectos de cambio de color y grano de azúcar, ninguno de los ensayos presentó este defecto, por lo que se establece que no hay necesidad de usar cubierta en los listellos a producir; en la Tabla XIII, se presentan los resultados obtenidos para la granilla evaluada.

TABLA XIII
PROPIEDADES Y DESEMPEÑO DE LA GRANILLA GF1.

Orden	P/L	Viscosidad	Sedimentación	Aplicabilidad	Relieve	Transparencia
GF1	1656,43	5240	1	3	3	si

El valor de la aplicabilidad puede diferir entre las Tablas XII y XIII debido a que la aplicación de las 18 granillas de prueba fue realizada manualmente en el laboratorio, por lo cual la velocidad y presión de la espátula dependieron de la persona que realizó la aplicación, mientras que la granilla GF1 fue aplicada en línea mediante una decoradora bajo la supervisión de un decorador, por lo que los requerimientos para que la granilla sea aplicada correctamente pueden variar ligeramente.

De la Figura 18 se puede ver que la utilización de granilla empastada permite obtener tanto un borde más limpio como un mejor centrado, además de la eliminación del grano de azúcar presentado al utilizar la granilla tradicional, se puede observar que se logra un acabado más estético. Las baldosas evaluadas en el ensayo presentaron distintos defectos superficiales tales como marcado de la malla y falta de llenado, esto se debe especialmente a la tixotropía de la granilla, las cuales se muestran en la Figura 19, la mayor diferencia se encuentra en la transparencia de la granilla; la granilla empastada GF1 presentó un cambio ligero del color, esto debido a que su superficie presentaba punzaduras pequeñas que pueden deberse a hervido en el horno (Ver Figura 19), lo cual afectaba su transparencia,

Las baldosas presentaron problemas de llenado en la zona inferior y central de la pantalla, mientras que en la parte superior el llenado fue completo, esto puede darse debido a que la espátula debe arrastrar la granilla desde la parte superior hacia la parte inferior de la pantalla, y el llenado se hace desde la parte superior y los laterales superiores, por lo que la zona con defectos es donde el producto es arrastrado (Ver Figura 19 D); según esto, el área de aplicación se ve limitada tanto por el área de la figura como por la zona de arrastre. Las zonas con mejor acabado fueron las más pequeñas como la zona 2 de la pantalla jarrón (Ver Figura 4B) y la granilla fue aplicada correctamente hasta 10 cm de arrastre de la espátula, lo que equivale a un área de $10 \times 23 \text{ cm}^2$ sobre la baldosa.

Cabe destacar que las primeras baldosas obtenidas tuvieron un mejor acabado estético que las finales, esto puede deberse a que al estar la granilla mucho tiempo al aire se va sedimentando y/o secando; lo cual se ve relacionado con que la tixotropía es una propiedad que presentan algunos fluidos que tienen una consistencia similar a un gel cuando están estacionarios, pero que se adelgazan cuando se someten a un esfuerzo cortante [10], en el caso de la granilla esta es sometida a un esfuerzo cortante al pasar por la malla de la pantalla, pero debe sostener su forma una vez depositado sobre la baldosa y la sedimentación y/o evaporación del líquido puede hacer que este comportamiento se vea afectado.

C. Ensayo 2: Implementación de una bomba de llenado de granilla para puesta a punto en línea.

Para evitar los defectos por falta de llenado se implementó una bomba de mezclado (Ver Figura 21) y llenado que se encarga tanto de evitar la sedimentación como de mantener la pantalla con granilla empastada suficientemente llena para su correcta deposición sobre las baldosas, en el ensayo se configuró que la bomba enviase 40 impulsos por cada 10 baldosas decoradas. Con esta modificación fue posible realizar una aplicación uniforme de la granilla por los 23 cm de arrastre de la pantalla obteniéndose una aplicación sobre baldosa de $23 \times 23 \text{ cm}^2$, además de esto, se lograron obtener de manera satisfactoria las figuras de las pantallas delfín sin los defectos previamente mencionados, como se muestra en la Figura 22, por lo cual, el área por figura admisible pasa de ser $3,46 \text{ cm}^2$ a $11,38 \text{ cm}^2$; las baldosas cuya granilla se aplicó con la pantalla Jarrón siguieron presentando problemas de llenado, posiblemente debido al tamaño del área por figura a llenar.

En este ensayo se ajustó igualmente la curva de calentamiento aumentando el tiempo del ciclo y la temperatura de la curva de calentamiento, lo cual ayudó que se diera una mejor desgasificación de la baldosa eliminando el núcleo negro que presentó en los ensayos anteriores, esto debido a que el núcleo negro se da por a una combustión incompleta de residuos orgánicos que quedan engobados dentro de la pasta cerámica, estas suelen ser formaciones carbonosas que se dan por la sustracción del oxígeno de la materia orgánica y a los compuestos de carbono, estos se pueden formar por elementos que afectan la permeabilidad a los gases de la pieza [2], en este caso la granilla es la que causa este efecto, por lo que el aumento del ciclo y del precalentamiento permite que la pasta esté el suficiente tiempo en el horno para que se dé correctamente la combustión del material orgánico.

Es necesario destacar que el exceso de granilla aplicada en las baldosas presentadas en la Figura 23 generan problemas tanto de lechosidad cómo de núcleo negro, esta aplicación se dio de esta manera debido a que la altura de la pantalla permitió que se depositara más granilla, por lo cual se debe tener esta consideración para el ajuste de la altura de la pantalla para la producción en línea.

IX. CONCLUSIONES

El Doe Mix fue realizado con los insumos establecidos de manera satisfactoria logrando resultados a nivel de laboratorio que permitieron la obtención de una nueva formulación de granilla empastada para su posterior escalamiento a nivel industrial; las mediciones realizadas propiciaron la información necesaria para entender los efectos de los distintos insumos utilizados sobre el comportamiento reológico de la granilla empastada al emplearse tanto a nivel de laboratorio cómo en línea.

El escalamiento de la formulación a línea pudo lograrse hasta nivel de ensayo en línea sobre baldosas cuya área de aplicación por figura fuese menor que $11,38 \text{ cm}^2$, siendo esta una restricción que se debe implementar para el traslado de futuras referencias. A partir de los ensayos realizados se determinó que la formulación obtenida puede ser utilizada para producción en línea con los diseños de listellos que cumplan con la restricción de área previamente establecida y con una bomba de mezclado y llenado configurada a 40 impulsos por cada 10 baldosas decoradas y con los ajustes de altura de pantalla y velocidad definidos en los ensayos.

X. RECOMENDACIONES

Para lograr un acabado estético satisfactorio con la aplicación de la granilla empastada se propone: 1) Evaluar la granilla de planta a un menor ciclo con la finalidad de asegurar el proceso para luego aumentar la velocidad gradualmente. 2) Hacer uso de una granilladora en lugar de una decoradora 3) Hacer un documento con las especificaciones para el correcto ajuste de la pantalla en la línea.

REFERENCIAS

- [1] R. Giovannini, *La serigrafía en la cerámica - Escuela Arte Industria*, Ediciones Omega, S.A., vol. 1. 1989.
- [2] SCAMI y Asociación Española Técnicos Cerámicos, *Tecnología de la fabricación de azulejos*, IMPIVA. 1986.
- [3] E. Sánchez, J. García-Ten, y M. Regueiro, “Materias para la industria cerámica española. Situación actual y perspectivas”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, vol. 45, núm. 1, pp. 1–12, feb. 2006, doi: 10.3989/cyv.2006.v45.i1.322.
- [4] J. A. Labarta Reyes, “Cerámica Industrial: Producción de Pavimento y Revestimiento Cerámico”, *Revista VirtualPRO*, 2011.
- [5] M. Valverde, “El papel de la cola de granilla en la decoración cerámica: aplicaciones y beneficios”. [En línea]. Disponible en: <https://www.zschimmer-schwarz.es/noticias/que-es-la-tixotropia-en-la-ceramica/>.
- [6] Sicer, “Decoración cerámica: el uso de las granillas Sicer”. [En línea] Disponible en: <https://blog.sicer.es/decoracion-ceramica-el-uso-de-las-granillas-sicer/>
- [7] A. Y. Malkin y A. I. Isayev, *Rheology: Concepts, methods, and applications*, 4a ed. Elsevier, 2022.
- [8] R. Botella, *Reología de suspensiones cerámicas*, Editorial CSIC., vol. 17. 2005.
- [9] SCAMI IBERICA S.A y Asociación Española Técnicos Cerámicos, *Tecnología cerámica aplicada*, vol. 2. Faenza Editrice Ibérica, 2004.
- [10] M. Valverde, “¿Qué es la tixotropía en la cerámica?” [En línea] Disponible en: <https://spiegato.com/es/que-es-la-tixotropia>
- [11] R. Casasola, J. M. Rincón, y M. Romero, “Glass–ceramic glazes for ceramic tiles: a review”, *J Mater Sci*, vol. 47, núm. 2, pp. 553–582, ene. 2012, doi: 10.1007/s10853-011-5981-y.
- [12] L. F. Acevedo Tobón, “Escalamiento a nivel semi-industrial del proceso de adecuación del tamaño de partícula de residuos”, [Tesis de pregrado] Universidad de Antioquia, Medellín, 2020.
- [13] J. A. Rios Parra, “Alternativa para sustituir el método de aplicación de granilla en la decoración de baldosas cerámicas”, [Tesis de pregrado] Universidad Nacional de Colombia, Medellín, 2022.

ANEXOS

Con la finalidad de obtener un mejor desempeño y resultado estético se llevaron a cabo distintos ensayos y pruebas a partir de los resultados obtenidos por el DOE Mix.

Ensayo 3

En la primera puesta a punto en línea se probó la granilla empastada, la GF1; a partir de esta formulación se propuso probar otra mezcla de granilla empastada que maneja las mismas proporciones de vehículo, granilla y base (Tabla XI), pero con una base diferente, pues se introdujo a la planta un nuevo fundente establecido como fundente B que según ensayos realizados en la planta Sumicol, permite obtener un mejor acabado estético (superficie más lisa) y una mayor transparencia, por lo que se propone su uso para la granilla empastada.

TABLA XIV
PROPIEDADES Y DESEMPEÑO DE LA GRANILLA GF2

Orden	P/L	Viscosidad	Sedimentación	Aplicabilidad	Transparencia	Relieve
GF2	1660,2	4760	1	3	Si	3

A partir de la retroalimentación del decorador encargado de llenar la pantalla se concluye que, si bien la granilla es manejable, una mayor viscosidad puede ayudar a tener un mejor manejo y control sobre la misma, por lo que refiriéndonos a la Figura 8, procuramos aumentar la cantidad de granilla en la formulación, sin embargo, con el objetivo de no aumentar significativamente la sedimentación se decide aumentar también la cantidad de fundente esto según lo presentado en la Figura 10.

La granilla empastada GF2 con el fundente B presentó un mayor brillo y transparencia por lo que se propone seguir utilizando esta base para proyectos futuros con la granilla empastada.

Ensayo 4

A partir de los resultados obtenidos en el ensayo 3 se propone ensayar nuevamente la granilla GF2 y una nueva formulación nombrada granilla GF3 (Tabla XV) que se realizó según las

recomendaciones previamente mencionadas; la Tabla XVI presentan las características de propiedades y desempeño para las granillas evaluadas.

TABLA XV
FORMULACIÓN DE LA GRANILLA GF3

Vehículo	0,40
Granilla	0,413
Fundente	0,187

TABLA XVI
PROPIEDADES Y DESEMPEÑO DE LA GRANILLA GF3.

Orden	P/L	Viscosidad	Sedimentación	Aplicabilidad	Transparencia	Relieve
GF2	1667	4020	1	4	Si	2
GF3	1738	6100	1	1	Si	4

La granilla GF2 presentó un buen desempeño en línea, mostrando las mismas dificultades que en el ensayo anterior, mientras que la granilla 3 no pudo ser evaluada debido a que al utilizarse en la decoradora comenzó a taponar la pantalla haciendo que se generara un llenado incompleto y por lo tanto una aplicación no uniforme, razón por la cual se ajustó la línea solo con la granilla GF1 o GF2 según sea definido por el centro de costos y con los ajustes establecidos para el ensayo 2.