

# STUDYING FRITS WITH THE HEATING MICROSCOPE

## STUDIO DELLE FRITTE COL MICROSCOPIO RISCALDANTE

by Mariano Paganelli

Expert System - Modena (Italy)

**T**he heating microscope continues to be an extremely useful tool for studying the behaviour of materials undergoing heating cycles.

*In ceramics it is indispensable for studying frits and glazes.*

*Nonetheless, manual analysis is extremely laborious and is often limited to recording the so-called "softening temperature" and in any case gives a very subjective measurement.*

*Some years ago it was shown that a more complete analysis of the images provided by the microscope can yield more exhaustive information on the behaviour of the frit.*

*However, these considerations have been almost completely neglected because manual processing is simply too complex.*

*Now the use of computerised image analysis techniques allows all the data contained in the images provided by the heating microscope to be transformed rapidly into valuable and highly accurate information.*

*One of the limitations of the old manual instruments was the need to use a very low heating gradient.*

*Technological advances have brought firing cycles of the order of tens of minutes with heating gradients of more than 50°C per minute.*

*New generation heating microscopes can reach heating rates of 80°C per minute and are therefore able to reproduce the thermal stresses that actually occur in industrial kilns.*

*This article outlines some results that have been obtained with the new Misura heating microscope, which combines automatic image acquisition and processing with dedicated data processing software, together with a high heating speed kiln with automatic programmer.*

### Automatic image acquisition

*The heating microscope is able to automatically store images of the test piece recorded using a CCD TV camera at predetermined temperature or time intervals.*

*The images can be printed in various formats (fig. 1) using a laser printer or can be observed in rapid sequence to give an animation effect.*

*This test animation can also be conducted as a*

**I**l microscopio riscaldante rappresenta ancora uno strumento di grandissimo aiuto per lo studio del comportamento dei materiali sottoposti ad un ciclo di riscaldamento. In campo ceramico, poi, è uno strumento insostituibile per lo studio delle fritte e degli smalti. L'analisi eseguita in modo manuale, tuttavia, è molto gravosa e molto spesso ci si limita a registrare solamente il cosiddetto "punto di rammollimento", peraltro valutato in modo molto soggettivo. Oramai da molti anni è stato dimostrato che una più completa analisi delle immagini fornite dal microscopio può fornire informazioni più esaurienti sul comportamento del vetro; ciò nonostante questi preziosi suggerimenti sono stati quasi completamente ignorati perché l'elaborazione manuale risulta troppo laboriosa. Ora, grazie all'utilizzo di tecniche d'analisi computerizzata delle immagini, è possibile trasformare rapidamente in informazioni preziose e molto accurate tutti i dati contenuti nelle immagini fornite dal microscopio riscaldante. Una delle limitazioni legate all'utilizzo dei vecchi strumenti manuali era indubbiamente dovuta alla necessità di utilizzare un gradiente di riscaldamento troppo basso. L'evoluzione della tecnologia, infatti, ha consentito di raggiungere cicli di cottura dell'ordine di decine di minuti, con gradienti di riscaldamento di oltre 50 °C per minuto. I microscopi riscaldanti di nuova generazione consentono di raggiungere velocità di riscaldamento di 80 °C il minuto e sono quindi in grado di riprodurre le sollecitazioni termiche che si verificano effettivamente nei forni industriali. In questa nota illustriamo alcuni risultati ottenuti con il nuovo microscopio riscaldante Misura, che unisce l'acquisizione e l'elaborazione automatica delle immagini ad un software dedicato per l'elaborazione dei dati, insieme con un forno ad elevata velocità di riscaldamento dotato di programmatore automatico.

### Acquisizione automatica delle immagini

Il microscopio riscaldante è in grado di memorizzare automaticamente le immagini del provino riprese tramite una telecamera CCD ad intervalli prefissati di temperatura o di tempo. Le immagini possono poi essere stampate con una stampante laser in diversi formati (fig. 1), oppure

comparison between two different test pieces (fig. 2).

However, visual analysis of the images is not sufficient to provide a complete picture of the behaviour of the frit.

To access all the information actually contained in the visual sequence it is necessary to carry out a series of accurate measurements on each photo frame.

We shall provide a series of graphs illustrating these measurements and give an explanation for each of them on facing page.

**Conclusions**

Automatic analysis of the images provided by the heating microscope can yield a great deal of information on the behaviour of frit when subjected to a high heating gradient.

These data are obtained indirectly from calculations using geometric parameters based on the shape of the test piece.

The heating microscope is the only analytical technique available for evaluating these parameters on frit test pieces subjected to heating conditions that are a long way from equilibrium.

These operations can now be performed entirely automatically using automatic image analysis in conjunction with the heating microscope.

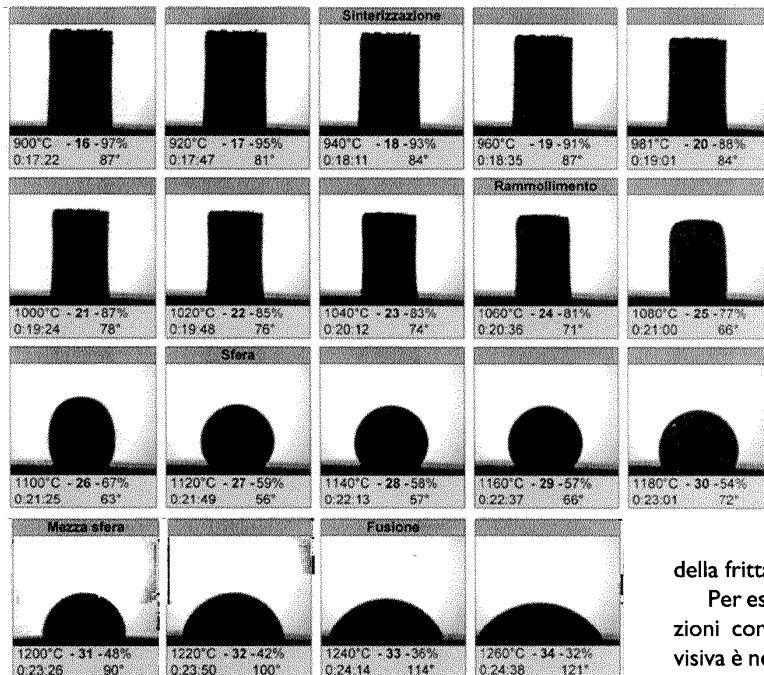


Fig. 1

possono essere osservate in seguito in rapida sequenza, con un effetto d'animazione.

L'animazione della prova può essere eseguita anche come confronto tra due prove diverse (fig. 2). L'analisi visiva delle immagini non è però sufficiente a fornire un quadro completo del comportamento

della frita.

Per estrarre tutte le informazioni contenute nella sequenza visiva è necessario eseguire su di ogni fotogramma una serie di misure accurate che illustriamo graficamente e per ognuna delle quali forniamo relativa spiegazione nella pagina accanto.

**Conclusioni**

L'analisi automatica delle immagini fornite dal microscopio riscaldante è in grado di fornire moltissime informazioni sul comportamento della frita sottoposta ad un elevato gra-

diente di riscaldamento. Questi dati sono ottenuti in modo indiretto, utilizzando funzioni di calcolo che si basano sui parametri geometrici della forma del provino. La microscopia riscaldante è l'unica tecnica analitica disponibile per la valutazione di questi parametri su provini di vetro sottoposti a condizioni di riscaldamento molto lontane dall'equilibrio. Ora tutte queste operazioni possono essere eseguite automaticamente, grazie all'impiego dell'analisi automatica dell'immagine applicata al microscopio riscaldante.

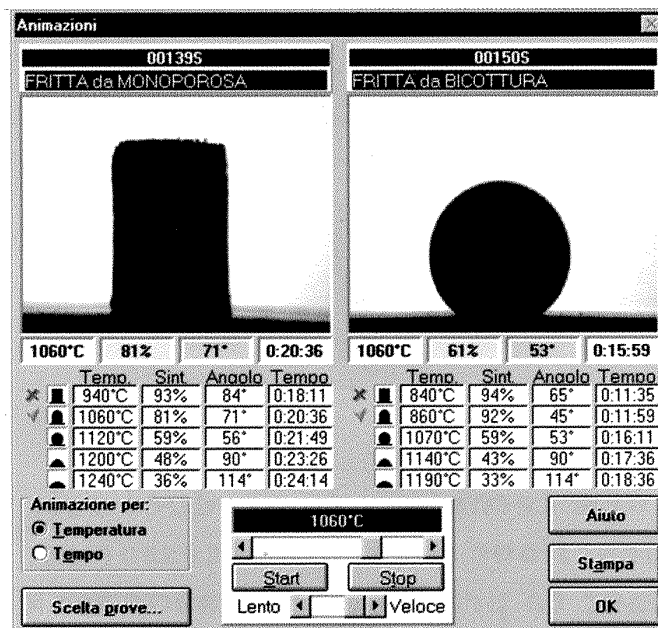
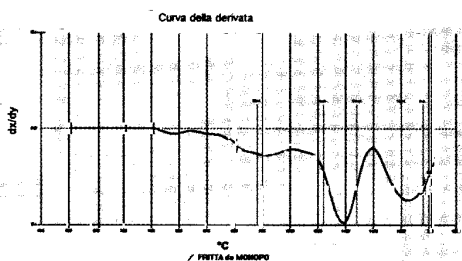


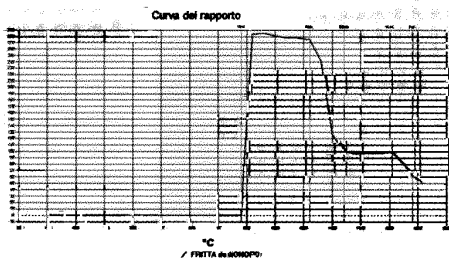
Fig. 2

Characteristic diagram of frit behaviour / Diagrammi caratteristici del comportamento del vetro

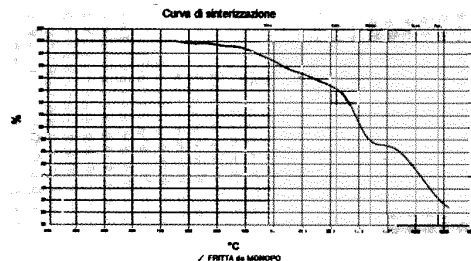
All images recorded by the microscope are automatically analysed to identify the characteristic points. The dimensional parameters are also measured: height, width, angle of contact. All the information is available in graphic form immediately after the test. / Ogni immagine registrata dal microscopio è analizzata automaticamente per identificare i punti caratteristici, ma viene anche misurata in tutti i suoi parametri dimensionali: altezza, larghezza, angolo di contatto. Immediatamente dopo la fine della prova è possibile ottenere tutte le informazioni sotto forma grafica.



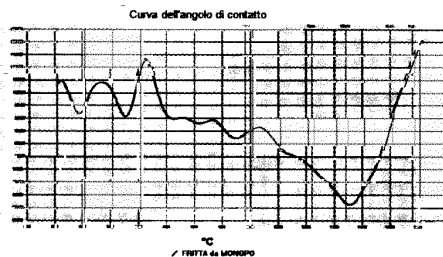
**Graph 2 - Diagram of the derivative of the sintering curve:**  
 Diagramma della derivata della curva di sinterizzazione:  
 Important pieces of information shown on graph 1 are the temperatures at which the transformation rate is highest. For a given heating gradient, they can be identified by plotting the derivative of the sintering curve. Graph 2 shows the graph of the derivative of the sintering curve of the previously analysed frit, where the negative peaks represent the maximum sintering temperature. Un'informazione importante del grafico 1 sono le temperature di massima velocità di trasformazione che, per un dato gradiente di riscaldamento, possono essere identificate con la derivata della curva di sinterizzazione. Il grafico 2 rappresenta il grafico della derivata della curva di sinterizzazione della frittta precedente, dove i picchi negativi identificano le temperature di massima sinterizzazione.



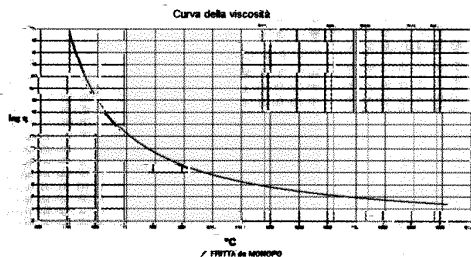
**Graph 4 - Diagram showing ratio between width and height of test piece:**  
 Diagramma del rapporto tra larghezza e altezza del provino:  
 During the softening process the frit test piece takes on an increasingly spherical shape, then flattens out until it has melted completely. During this process it is possible to identify a parameter that does not change over a wide temperature range, even though the test piece changes shape from a sphere to a hemisphere. This is the ratio between segment A (half the maximum width of the test piece) and segment B (distance between the centre of the widest segment and the highest point on the test piece). The ratio B/A remains equal to 1 over the entire interval between a sphere and a hemisphere and provides a useful indication of the surface tension. The wider the interval, the higher the surface tension. The graph shows the ratio B/A as a function of temperature. / Durante il processo di rammollimento il provino di vetro si porta progressivamente ad una forma sferica per poi abbassarsi fino alla completa fusione. Durante questo processo può essere identificato un parametro che non varia in un ampio intervallo di temperatura, anche se il provino si modifica dalla forma di sfera a quella di mezza sfera. Il parametro corrisponde al rapporto tra il segmento A (metà della massima larghezza del provino) e il segmento B (distanza tra il centro del segmento di massima larghezza e il punto più alto del provino). Il rapporto B/A si mantiene uguale a 1 in tutto l'intervallo tra il punto di sfera e quello di mezza sfera e fornisce un'utile indicazione sulla tensione superficiale. Più ampio è l'intervallo, più elevata è la tensione superficiale. Il grafico mostra l'andamento della curva B/A in funzione della temperatura.



**Graph 1 - Sintering diagram:/Diagramma di sinterizzazione:**  
 The sintering curve represents the variation in height of the test piece during the heating cycle. The graph represents the sintering diagram or the flattening of a monoporosa frit. The temperatures of the characteristic points are given automatically. / La curva di sinterizzazione rappresenta l'andamento dell'altezza del provino durante il ciclo di riscaldamento. Il grafico rappresenta il diagramma di sinterizzazione o d'appiattimento di una frittta da monoporosa dove sono riportate automaticamente le temperature dei punti caratteristici.



**Graph 3 - Diagram of angle of contact:**  
 Diagramma dell'angolo di contatto:  
 The curve in this graph was obtained by automatic image processing and shows the variation in angle of contact for the same frit, which can yield important information for understanding its behaviour. As is to be expected, the external angle of contact is reduced to a minimum when a spherical shape is reached, then it rises to 90° when it reaches a hemisphere, after which it continues to rise. / La curva in questo grafico, ottenuta dall'elaborazione automatica delle immagini, mostra l'andamento dell'angolo di contatto per la stessa frittta, che può fornire informazioni utili per comprendere il comportamento del vetro. Come ci si può aspettare, l'angolo di contatto esterno si riduce al minimo al raggiungimento del punto di sfera, quindi inizia a risalire per trovarsi intorno a 90° C al punto di mezza sfera per poi continuare a salire.



**Graph 5 - Viscosity diagram:/Diagramma della viscosità:**  
 This graph shows the variation in viscosity for the same monoporosa frit. Determining the viscosity of ceramic frits at the effective temperatures of use is still a tough problem to solve. Using the data provided by the heating microscope together with those obtained from the expansion meter and making some extrapolations, it is possible to calculate the viscosity of the frit over the entire temperature range under examination. / La determinazione della viscosità delle fritte ceramiche alle temperature effettive d'utilizzo rappresenta ancora un problema di difficile soluzione. Utilizzando i dati forniti dal microscopio riscaldante congiuntamente con quelli forniti dal dilatometro e facendo alcune estrapolazioni è possibile calcolare la viscosità del vetro in tutto l'intervallo di temperatura esaminato.