

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

**INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE PROCESSO NO SURGIMENTO DE
TRINCAS DE RESFRIAMENTO EM REVESTIMENTOS CERÂMICOS
PRODUZIDOS PELO PROCESSO DE BIQUEIMA**

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE
MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

WENCESLAU FERNANDES DAS NEVES

FLORIANÓPOLIS, ABRIL DE 1999

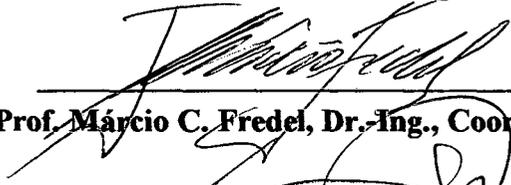
**INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE PROCESSO NO SURGIMENTO DE TRINCAS
DE RESFRIAMENTO EM REVESTIMENTOS CERÂMICOS PRODUZIDOS PELO
PROCESSO DE BIQUEIMA**

WENCESLAU FERNANDES DAS NEVES

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS,
NA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
MATERIAIS PARTICULADOS: CERÂMICA E METALURGIA DO PÓ,
E APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA
DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**



Prof. Dachamir Hotza, Dr.-Ing., Orientador



Prof. Márcio C. Fredel, Dr.-Ing., Coorientador

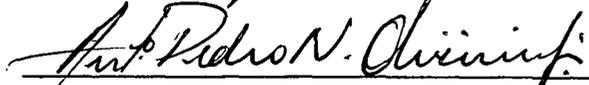


Prof. Carlos V. Speller, Dr. Ès-Sc., Coordenador do Programa

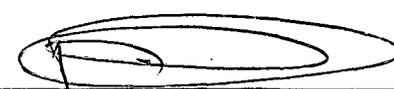
BANCA EXAMINADORA:



Prof. Márcio Fredel, Dr.-Ing., Presidente



Prof. Antônio Pedro Novaes de Oliveira, Dott.-Ing.



Prof. Daniel E. Garcia, Dr. Eng.

Agradecimentos

Ao meu Deus,

que me deu forças para continuar minha caminhada em prol da engenharia;

À minha esposa, Maria Luísa, e aos meus filhos, Paula, Júnior e Jean,

pela compreensão e apoio durante o período de realização do curso;

Ao Prof. Dachamir Hotza,

pela dedicação, incentivo, segurança e competência com que orientou este trabalho;

Ao Prof. Márcio C. Fredel,

pela coorientação e discussões gerais sobre o assunto deste trabalho;

Aos estagiários Almerindo e Patrice,

que me auxiliaram nas etapas de realização dos testes industriais;

Aos profissionais e amigos da Cecrisa, UI 02,

que contribuíram, direta ou indiretamente, tornando possível a realização deste trabalho, em particular, João Bittencourt e Sidenir do Amaral;

À empresa Cecrisa, UI 02,,

em particular ao Sr. Líbio L. Dacorégio, gerente geral de fábrica, pelo incentivo, apoio e por manter sempre abertas as portas, viabilizando o andamento do trabalho.

Sumário

1	INTRODUÇÃO.....	1
2	TRINCAS EM REVESTIMENTOS CERÂMICOS.....	3
2.1	CAUSAS DE TRINCAS EM PEÇAS CERÂMICAS	3
2.2	CARACTERÍSTICAS DAS TRINCAS DE SECAGEM E QUEIMA	5
2.2.1	<i>Trincas de Secagem</i>	5
2.2.2	<i>Trincas de Queima</i>	5
2.2.2.1	Fissuras.....	6
2.2.2.2	Trincas de Pré-aquecimento	7
2.2.3	<i>Trincas de Resfriamento</i>	7
2.3	PARÂMETROS DE CONTROLE DO PROCESSO	9
2.3.1	<i>Silica Livre na Massa Cerâmica</i>	9
2.3.2	<i>Resíduo de Moagem</i>	10
2.3.3	<i>Densidade e Viscosidade da Barbotina</i>	11
2.3.4	<i>Umidade do Pó Atomizado</i>	11
2.3.5	<i>Pressão de Compactação</i>	11
2.3.6	<i>Ciclo de Queima</i>	12
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	13
3.1	LEVANTAMENTO DOS TIPOS DE TRINCAS E SUA FREQUÊNCIA	13
3.2	AVALIAÇÃO PRÉVIA DO PROBLEMA E SUAS CAUSAS FUNDAMENTAIS.....	18
3.3	PLANEJAMENTO E EXPERIMENTAL.....	18
3.4	EXECUÇÃO EXPERIMENTAL.....	21
3.4.1	<i>Formulação da Massa</i>	21
3.4.2	<i>Moagem das Matérias-Primas</i>	23
3.4.3	<i>Atomização</i>	23
3.4.4	<i>Prensagem</i>	24
3.4.5	<i>Secagem</i>	24
3.4.6	<i>Queima</i>	25
3.4.7	<i>Propriedades Medidas</i>	26
3.4.7.1	Matérias-Primas.....	26
3.4.7.2	Moagem.....	27
3.4.7.3	Atomização	27
3.4.7.4	Prensagem	28
3.4.7.5	Secagem.....	31
3.4.7.6	Queima	32
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	37

4.1	SÍLICA LIVRE NA MASSA CERÂMICA.....	37
4.2	RESÍDUO DE MOAGEM.....	40
4.3	DENSIDADE E VISCOSIDADE DA BARBOTINA.....	40
4.4	UMIDADE DO PÓ ATOMIZADO.....	43
4.5	PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO.....	44
4.6	CICLO DE QUEIMA.....	48
4.7	EFEITO DOS PARÂMETROS DE PROCESSO SOBRE A OCORRÊNCIA DE TRINCAS DE RESFRIAMENTO.....	50
5	CONCLUSÕES.....	53
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	54
7	ANEXO.....	55
7.1	CÁLCULO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO.....	55

Resumo

Este trabalho apresenta um estudo, em escala industrial, sobre a influência dos parâmetros de processo no surgimento de trincas de resfriamento em revestimentos cerâmicos produzidos pelo processo de biqueima.

Foram avaliadas as influências de parâmetros de processo cerâmico sobre propriedades de interesse, relacionadas à barbotina, ao pó atomizado e às peças a verde e queimadas. Os parâmetros variados foram sílica livre, resíduo de moagem, densidade e tempo de escoamento da barbotina, umidade do atomizado, pressão de compactação e ciclos de queima.

No processo de biqueima, os parâmetros que tem influência direta sobre o surgimento de trincas de resfriamento após a primeira queima são o teor de quartzo livre presente na massa e a curva de resfriamento do forno. É recomendável uma formulação de massa com baixos teores de quartzo livre ($< 4,5\%$). Assim, a ocorrência de trincas de resfriamento pode diminuir, como também a produção do forno pode ser aumentada, sem prejuízo das características básicas do produto, como resistência mecânica, absorção d'água, retração, dilatação linear e expansão por umidade.

Além disso, foi observado durante a realização dos experimentos que se pode trabalhar com resíduos de moagem de até $7,0\%$. Isso reduz o tempo de moagem, consequentemente o consumo de energia, o material de manutenção e a mão de obra na preparação da barbotina, no caso em estudo, em até 20% , sem aumentar as perdas no processo produtivo e sem prejudicar as características básicas do produto.

Abstract

This work presents an industrial scale study on the influence of process parameters on the appearance of cooling cracks in ceramic tiles produced by the double fire process.

The influences of ceramics processing parameters on properties of interest – related to the slurry, atomized powder and green and burned pieces – were evaluated. The varying parameters were free silica, grinding residue, density and viscosity of the slurry, humidity of the atomized powder, compactation pressure and burning cycle.

The content of free silica in the mass formulation was varied for evaluating its influence on cooling cracks. For evaluation of the influence of the milling residue, the mills were discharged with three different residue values. For evaluation of the influence of the density and viscosity three mass formulations were elaborated by changing the amount of water. Through change of the spray dryer entrance temperature, the humidity of the dried powder was varied. To evaluate its influence, the pressing pressure was varied. To evaluate the influence of the firing step, the product was fired in two different cycles.

In the double fire process, the parameters that have direct influence on the appearance of cooling crack are the percentage of free silica in the mass and the curve of cooling of the kiln. In the case of tunnel kiln, the most convenient is the preparation of a mass formulation with low content of free silica (<4,5%). Doing this, not only the cooling crack frequency is decreased, but also the production of the kiln, without changing the basic characteristics of the product, like breaking strength, water absorption, contraction, linear thermal expansion and moisture expansion.

During the experiments was observed besides that it milling residues of up to 7,0% can be used. This reduces the milling time and consequently the consumption of energy, the equipment maintenance and the handwork in the slurry preparation step to up to 20%, without increasing the losses in the process and without changing the basic characteristics of the product.

1 Introdução

O processo de produção de revestimentos cerâmicas é um processo industrial que utiliza matérias-primas naturais para obtenção do produto acabado. A evolução tecnológica neste campo tem proporcionado desenvolvimentos significativos:

- A produtividade está aumentando constantemente;
- A qualidade dos produtos melhorou muito, tanto com relação às características técnicas quanto à estética;
- Os equipamentos estão cada vez mais sofisticados e automatizados.

Apesar de tudo isso, permanecem ainda grandes problemas para serem resolvidos. Por exemplo, algumas máquinas e alguns processos não são constantes e devem ser regulados com frequência.

Uma solução possível atualmente é um controle muito cuidadoso de todos os parâmetros que influenciam nas características do produto acabado. Para isto é necessário responder algumas perguntas práticas:

- Quais são os parâmetros que devem ser controlados?
- Qual é o valor ideal de cada parâmetro?
- Qual é o método mais eficaz para o seu controle?
- Qual deve ser a margem de variação (oscilação) admitida para cada parâmetro?

As respostas a estas perguntas podem ser diferentes, em função de diversas alternativas tecnológicas e econômicas, como:

- moagem a úmido ou a seco;
- Biqueima ou monoqueima;
- Forno túnel ou de rolos;
- Produto poroso ou denso, piso ou azulejo;

- Mercado para edificação popular, classe média ou classe alta.

No caso do presente estudo, trata-se de uma unidade industrial que produz azulejos (revestimentos de parede), classe de absorção B III (absorção d'água maior que 10%), por moagem a úmido pelo processo de biqueima, em forno túnel e produz um produto destinado ao mercado: classe média e popular.

Com o aumento da competição no mercado, a sobrevivência das indústrias depende fortemente da redução de seus custos e aumento da produtividade. Uma das principais formas de reduzir os custos e aumentar a produtividade é a redução das perdas.

A Cecrisa Revestimentos Cerâmicos S. A., unidade industrial 2, produz azulejos pelo processo de biqueima e tem uma perda na primeira queima em torno de 6,0% da sua produção, o que representa um prejuízo de aproximadamente US\$ 400.000,00 ao ano por problemas de trincas, que são visíveis somente após as peças saírem do forno.

Nesta unidade industrial, a produção é limitada pelo forno de primeira queima, por isso a existência de trincas nas peças é considerado hoje pela empresa como sendo o seu maior problema. Se este problema for reduzido em 1,5%, isso se refletirá, diretamente, num aumento de produção e representará um aumento de US\$ 430.000,00 no faturamento anual desta unidade.

Portanto, o objetivo principal deste trabalho é avaliar, através de testes em escala industrial, a influência dos parâmetros de processo no surgimento de trincas de resfriamento em revestimentos cerâmicos produzidos pelo processo de biqueima.

2 Trincas em Revestimentos Cerâmicos

2.1 Causas de Trincas em Peças Cerâmicas

O surgimento de trincas em uma peça cerâmica deve-se a diversos fatores. As mais frequentes são as trincas abertas nas bordas que podem ter como causa compactação insuficiente, massa excessivamente plástica ou extração deficiente da peça prensada. [Paganelli, 1998]

A resistência mecânica a cru é uma das propriedades mais importantes das peças conformadas, e é imprescindível que estas suportem os esforços térmicos e/ou mecânicos que sofrem durante as etapas anteriores à queima sem se deteriorarem. A extração das peças cerâmicas dos moldes, ao se interromper a força de prensagem, produz uma reação elástica da peça. A expansão elástica da peça depende fundamentalmente das etapas anteriores à prensagem, da forma de preparar o material que alimenta a prensa, assim como de sua umidade e composição. A força necessária para extrair a peça do molde depende das dimensões da peça e da natureza do lubrificante. Durante a extração da peça, o atrito desta com as paredes do molde pode originar trincas, deformações ou até rupturas se sua resistência mecânica não for suficientemente elevada para suportar o esforço mecânico. Durante a operação de secagem a peça está submetida a esforços do tipo mecânico (golpes devido ao transporte das peças) e térmico (aquecimento e resfriamento), sofrendo, também, tensões que se originam como consequência da contração própria da secagem. Todos esses fatores podem ocasionar defeitos na peça.

A trinca pode ser causada por uma conicidade insuficiente da matriz, desenho inadequado do lado externo da peça, regulagem deficiente, extração violenta ou desgaste do molde. As causas complementares estão diretamente relacionadas com a expansão que a peça sofre na saída do molde, o que origina uma maior ou menor tensão durante sua extração. A expansão é maior quando a massa apresenta uma elevada proporção de finos ou quando a umidade é muito baixa.

Também podem aparecer trincas por uma distribuição irregular de carga, uma curva de secagem inadequada ou uma composição inadequada para o tipo de secador e sua regulagem.

Os produtos cerâmicos, após conformados e secados, no chamado “estado a verde”, sofrem um tratamento térmico, denominado “queima”, em um forno para desenvolver as propriedades e microestruturas desejadas. A queima pode ser dividida em três estágios: pré-aquecimento, sinterização e resfriamento.

As mudanças que podem ocorrer no material antes da sinterização incluem secagem, decomposição dos aditivos orgânicos, vaporização da água, pirólise do material orgânico e decomposição de carbonatos e sulfatos. Neste estágio, as tensões produzidas pela expansão térmica das fases, quartzo- α para quartzo- β , não devem causar trincas ou fraturas no produto, pois o produto ainda não sinterizou e tem boa capacidade de deformação. Assim, suporta com facilidade as tensões internas sem fraturar. Durante a fase de resfriamento, o fator limitante é também o problema do comportamento termodilatométrico. A situação no resfriamento é muito mais crítica do que a no pré-aquecimento. O material já está consolidado, mas com resistência mecânica não tão alta quanto no pré-aquecimento. A diferença de temperatura, no entanto, pode criar tensões muito fortes a ponto de superar a resistência à tração do material, provocando trincas por choque térmico ou pela redução de volume com a transformação do quartzo- β para quartzo- α . Na fase de resfriamento, as tensões entre a superfície e o interior são de sentidos opostos aquelas que acontecem no pré-aquecimento. A superfície então encontra-se em estado de tração em relação ao centro da peça, aumentando consideravelmente o risco de ruptura da peça, o que limita a produção do forno. [Paganelli, 1998]

2.2 Características das Trincas de Secagem e Queima

2.2.1 Trincas de Secagem

Os defeitos que se originam na secagem são devidos, sobretudo, a uma secagem excessivamente rápida com a formação de condensados. Formam-se trincas nas bordas das peças cerâmicas, **Figura 1**, nos pontos onde são maiores as tensões produzidas pelas desuniformidades de retração. [Guerrieri, 1998]

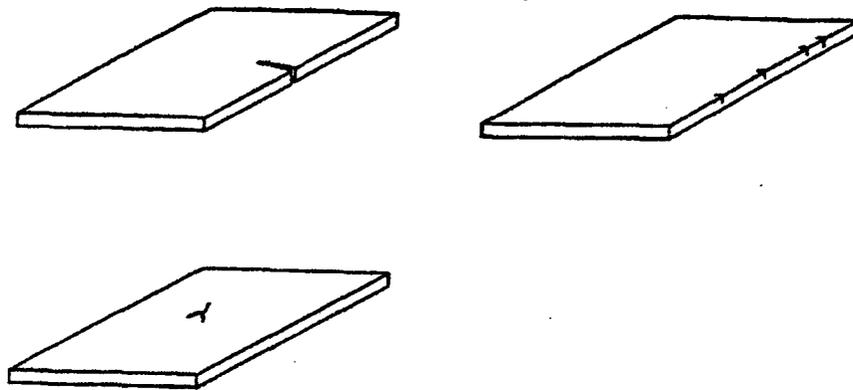


Figura 1 Defeitos típicos de secagem. [Guerrieri, 1998]

A condensação do vapor d'água pode ocorrer na superfície da peça cerâmica e se manifesta por trincas de pequenas dimensões e forma irregular. Frequentemente, apresentam-se com três ramificações ou mais que partem de um único ponto com direções diversas, conhecidos por "pés-de-galinha".

Deve-se considerar, também, outros fatores que podem causar defeitos durante a secagem, como tempo e/ou temperatura insuficientes ou distribuição irregular de temperatura na peça. Os parâmetros que devem ser mantidos sob controle para evitar estas situações indesejáveis são temperatura, umidade e vazão de ar. [Guerrieri, 1998]

2.2.2 Trincas de Queima

As trincas que se evidenciam após a queima são raramente causadas por erros na construção do forno. Na maior parte dos casos, a origem desses defeitos são das etapas anteriores à

queima. A queima apenas os torna visíveis. Além disso, estes defeitos raramente são originados por uma causa única.

Alguns dos defeitos mais frequentes são apresentados a seguir.

2.2.2.1 Fissuras

Fissuras são defeitos que se apresentam como trincas abertas, as quais derivam do processo de fabricação. São visíveis na superfície da peça, começam na borda e continuam em direção ao centro, **Figura 2**. Seu comprimento é variável.

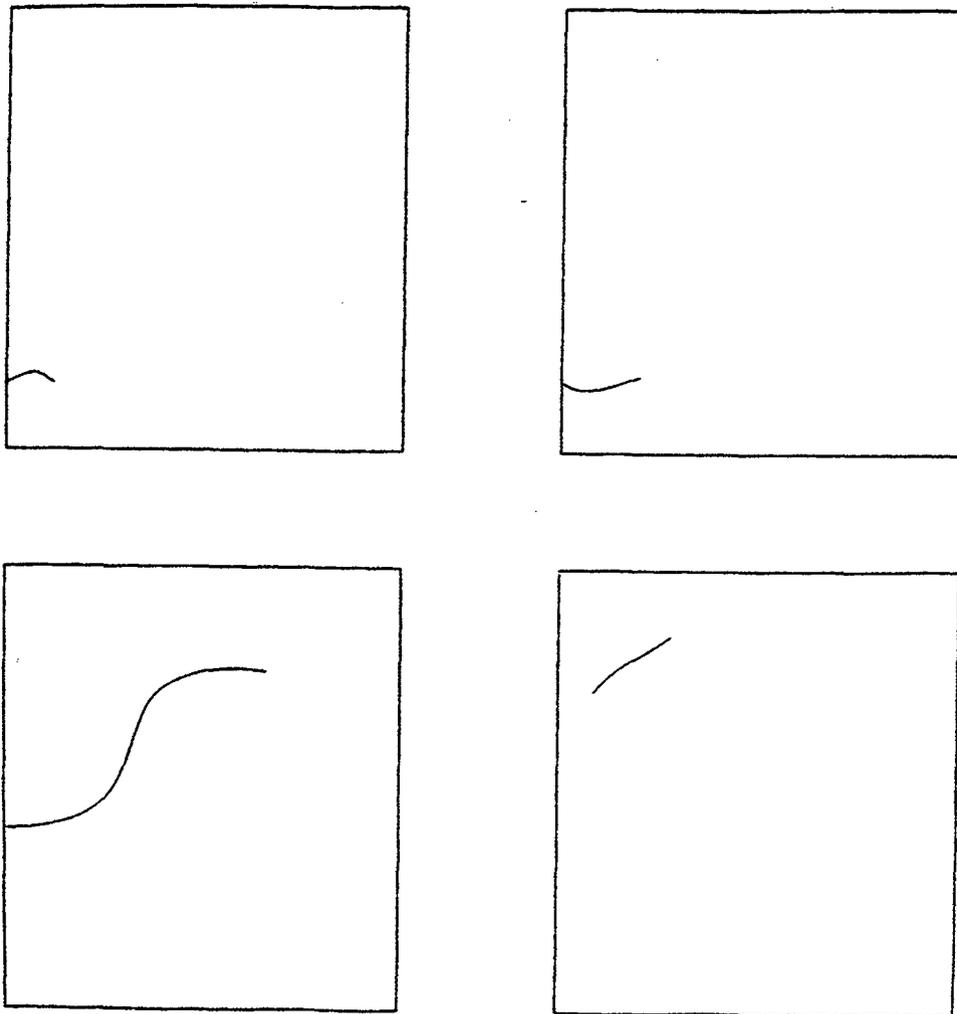


Figura 2 Fissuras típicas. [Guerrieri, 1998]

2.2.2.2 Trincas de Pré-aquecimento

Trincas de pré-aquecimento são fissuras ou fraturas causadas por excessivas tensões produzidas por um pré-aquecimento inadequado. São caracterizadas pelo fato das bordas da fissura serem abertas e a superfície da fratura rugosa, pois o material ainda não sinterizou. A **Figura 3** mostra uma forma típica de fissura de pré-aquecimento. A causa é o aquecimento muito rápido, em torno da temperatura de 573°C , que produz uma excessiva dilatação da parte externa da peça no instante do ponto de transformação do quartzo. A parte externa, sob temperatura mais elevada, transforma-se mais rapidamente que a interna, de temperatura mais baixa. Se a diferença de temperatura entre as partes interna e externa causar uma força maior que a correspondente carga de ruptura, a peça sofre a fratura em sentido transversal à direção na qual se manifesta o esforço de tração. Quando aparecem estas fraturas, é necessário aumentar a fase de pré-aquecimento e aumentar o calor fornecido pelos primeiros queimadores a fim de suavizar a curva na fase de passagem pelo ponto crítico (573°C).

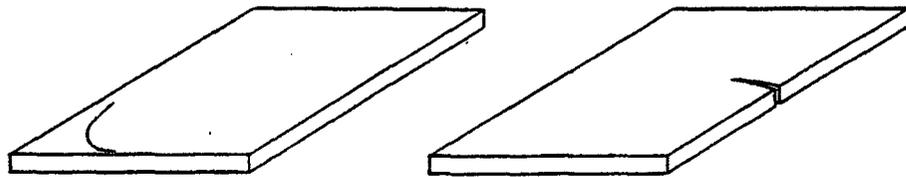


Figura 3 Trincas de pré-aquecimento. [Guerrieri, 1998]

2.2.3 Trincas de Resfriamento

Trincas de resfriamento são pequenas fissuras fechadas nas bordas das peças cerâmicas, difíceis de serem vistas sem o uso de um líquido (água ou querosene). Podem se apresentar com aspectos diferentes, como apresentado na **Figura 4**.

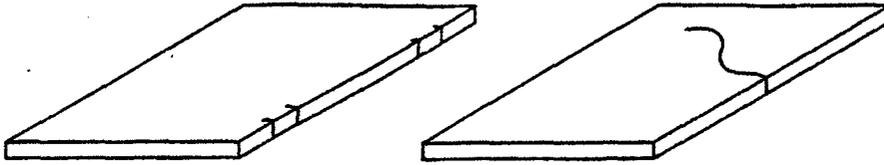


Figura 4 Trincas de resfriamento. [Guerrieri, 1998]

Examinando-se a superfície da fratura, esta se apresenta lisa em toda a espessura na parte próxima da borda (verdadeira trinca originada no resfriamento), seguida por uma parte mais rugosa (propagação da fratura). Uma vez que o vértice não é arredondado, esta se propaga ao longo de alguns meses, dependendo das tensões presentes no interior da peça. A causa é o resfriamento muito rápido que faz com que a parte externa atinja a temperatura de transformação do quartzo, enquanto que a parte interna ainda se encontra acima desse patamar. A transformação do quartzo de β para α é acompanhada de uma forte retração que gera tensões na peça cerâmica. Os pontos onde as solicitações de tração são máximas se encontram na proximidade do centro dos lados. É ali que se pode formar uma trinca, a qual se propaga em direção à parte interna, até que toda a massa tenha se transformado e as bordas da fratura tenham se fechado.

Para eliminar este defeito pode-se:

- aumentar a fase de queima até eliminar completamente o quartzo livre, o que é muito difícil, pois implica em uma redução na produção;
- reduzir a intensidade do resfriamento na zona onde a parte externa do produto se aproxima dos 600°C , isto é, suavizar a curva no ponto de transformação do quartzo (zona crítica).

As trincas de resfriamento se formam quando o material não é mais plástico e não pode se deformar senão elasticamente, gerando tensões muito elevadas, próximo ao vértice da fratura, onde essa concentração de tensões faz progredir a trinca. [Albero, 1985; Biffi, 1987; Sebastião, 1991; Reed, 1995; Guerrieri, 1998; Paganelli, 1998]

2.3 Parâmetros de Controle do Processo

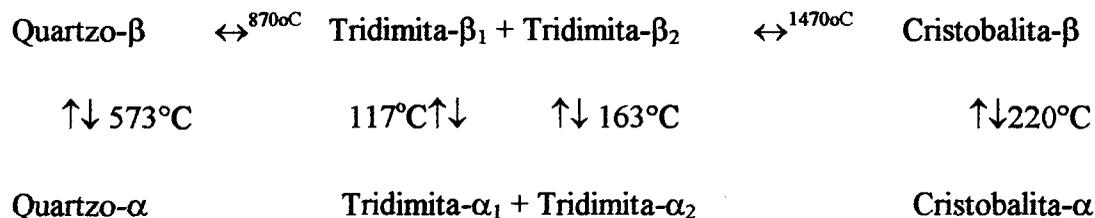
Ao longo do processo de fabricação de revestimentos cerâmicos podem ser variados parâmetros, cuja influência é determinante para propriedades de interesse, em particular, para o surgimento de defeitos nas peças produzidas. A seguir, estão relacionados alguns desses parâmetros e seu provável efeito no comportamento dos materiais estudados, de acordo com a literatura consultada, como sílica livre, resíduo de moagem, umidade do atomizado, pressão de compactação e ciclo de queima.

2.3.1 Sílica Livre na Massa Cerâmica

A sílica é constituída de átomos de silício e oxigênio ligados por ligações covalentes e iônicas. Dependendo do arranjo dos átomos, a sílica pode se apresentar em três formas ou fases cristalinas distintas: quartzo, tridimita e cristobalita. [Navarro, 1985]

A mudança de uma forma para outra produz variações de volume muito significativas. A sílica existe em todas as suas formas nos produtos cerâmicos. A resistência ao choque térmico depende da quantidade e da variedade cristalina presente na composição. As formas estáveis a temperaturas elevadas do quartzo, tridimita e cristobalita são mais simples e simétricas que as correspondentes a temperaturas baixas.

Os intervalos de estabilidade das diversas formas da sílica são apresentados a seguir: [Navarro, 1985]



O quartzo- α , que é encontrado na natureza, é uma versão deformada da forma β , estável a alta temperatura. A inversão do quartzo- α em quartzo- β ocorre a 573°C e produz um aumento de volume no sentido $\alpha \rightarrow \beta$ e uma redução de volume no sentido oposto.

A tridimita α_1 é estável a temperatura ambiente. A transformação para tridimita β_1 ocorre a 117°C e provoca um aumento de volume de 0,15%. A transformação da tridimita α_2 para tridimita- β_2 ocorre a 163°C com um aumento de volume de 0,20%. As duas tridimitas β_1 e β_2 são hexagonais e apresentam uma diferença muito grande em suas estruturas.

Na cristobalita, a transformação $\alpha \rightarrow \beta$ provoca um aumento de volume de 3%. A mudança ocorre a 220°C no aquecimento e entre 240 e 170°C no resfriamento. A cristobalita α é pseudo-cúbica e a cristobalita β é cúbica. A variação de volume da cristobalita confere aos produtos cerâmicos, ricos em cristobalita, uma elevada dilatação e uma sensibilidade ao choque térmico a baixas temperaturas.

2.3.2 Resíduo de Moagem

O objetivo da moagem não é unicamente reduzir o tamanho dos materiais sólidos, mas também de obter um conjunto de partículas com uma determinada distribuição granulométrica. As indústrias de revestimentos cerâmicos utilizam duas tecnologias de moagem: a seco ou a úmido. A moagem a úmido leva a uma maior homogeneização das matérias-primas e regularidade da forma dos grãos. Este é o processo empregado pela Cecrisa, unidade 2.

No processo de moagem a úmido da empresa em estudo são utilizados moinhos de bolas descontínuos. Neste tipo de moinho, o material a moer é submetido a inúmeras ações de pressão, de atrito e choque entre as bolas e as paredes do tambor. O efeito da moagem será tanto maior, quanto maior for o tempo de permanência do material no tambor.

As especificações para moagem a úmido variam em função do tipo de matéria-prima. O parâmetro mais importante industrialmente é o resíduo de moagem, medido em uma peneira padrão (malha ABNT 325, abertura 44 μm). Este parâmetro é definido em função do tipo de massa. Se as matérias-primas não contêm minerais secundários (impurezas), o resíduo pode ser alto. Se existirem impurezas indesejadas, é necessária uma moagem por mais tempo, para se diminuir o resíduo. [Navarro, 1985; Paganelli, 1998]

2.3.3 Densidade e Viscosidade da Barbotina

A densidade e a viscosidade da barbotina são duas variáveis importantes a serem controladas nas massas cerâmicas. Em barbotinas preparadas para atomização, nas quais é muito importante aumentar o conteúdo de sólidos para reduzir o consumo de energia do atomizador e aumentar a produtividade deste equipamento, deve-se trabalhar com a maior densidade possível. Isto significa trabalhar com o maior valor de densidade de barbotina, que permita uma moagem eficiente e maior rapidez na descarga dos moinhos. Por outro lado, o valor da viscosidade deve ser mantido o mais baixo possível, para permitir o transporte da barbotina através de bombas.

2.3.4 Umidade do Pó Atomizado

A atomização tem como objetivo secar a massa e obter um produto granular a fim de facilitar a prensagem. A fase de atomização é pouco influenciada pelas características das matérias-primas, sendo quase completamente controlada pelos parâmetros do processo. [Navarro, 1985]

O resultado da fase de atomização deve ser um produto granulado com distribuição granulométrica e umidade constante. Estes parâmetros devem ser controlados com frequência, mas para garantir que permaneçam constantes é necessário que a barbotina que é injetada tenha características constantes de viscosidade e densidade.

2.3.5 Pressão de Compactação

Este método de conformação de peças cerâmicas opera pela ação de uma compressão mecânica da massa em um molde e representa um dos meios mais econômicos de fabricação de produtos cerâmicos. Na prensagem, utilizam-se moldes metálicos e pós com umidade na faixa de 6 a 7%.

A compactação de pós cerâmicos pode ser divididos em três estágios: [Reed, 1995]

- arranjo dos grânulos;

- diminuição da porosidade intergranular por deformação e fratura dos grânulos;
- diminuição da porosidade intragranular por deslizamento de partículas no interior do grânulo, só observada em determinadas condições de compactação (pressão e umidade).

As variáveis do processo de prensagem estão relacionadas ao pó a prensar e aos parâmetros da prensa. A fase de prensagem determina grande parte das características mecânicas e geométricas do produto. É necessário, portanto, um controle rigoroso dos parâmetros de prensagem.

2.3.6 Ciclo de Queima

A primeira queima do processo de biqueima de azulejos é a fase do ciclo produtivo destinada a conferir ao produto sua microestrutura e todas as suas características físicas definitivas e estáveis, como absorção d'água, resistência mecânica e coeficiente de dilatação térmica. [Navarro, 1985].

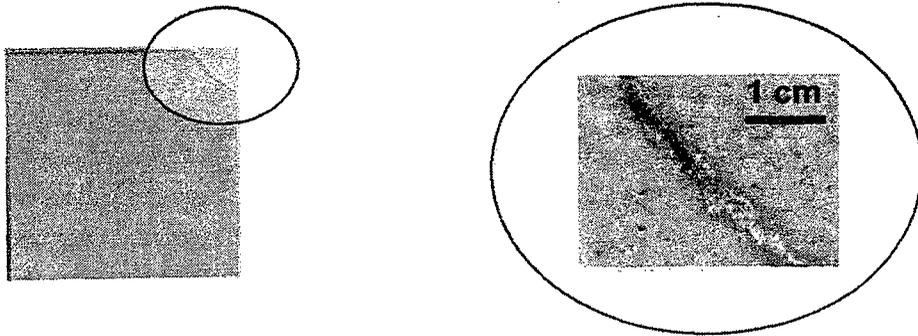
3 Procedimento Experimental

O procedimento experimental consistiu, inicialmente, em uma análise da tipologia e da frequência de defeitos do tipo trincas na unidade industrial 2 da Cecrisa Revestimentos Cerâmicos. Através de instrumentos de planejamento da qualidade total (gráfico de Pareto e diagrama de causa e efeito), definiu-se qual o principal problema a ser atacado e suas principais causas. Por fim, fez-se um planejamento experimental de modo a caracterizar com mais detalhes o problema de pesquisa e propor soluções adequadas.

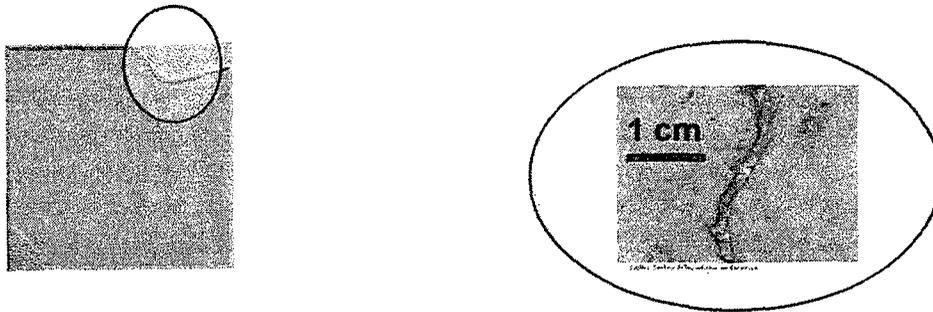
3.1 Levantamento dos Tipos de Trincas e sua Frequência

Os tipos de trincas mais frequentes, encontradas nos azulejos produzidos pela processo de biqueima, são apresentados na **Figura 5**.

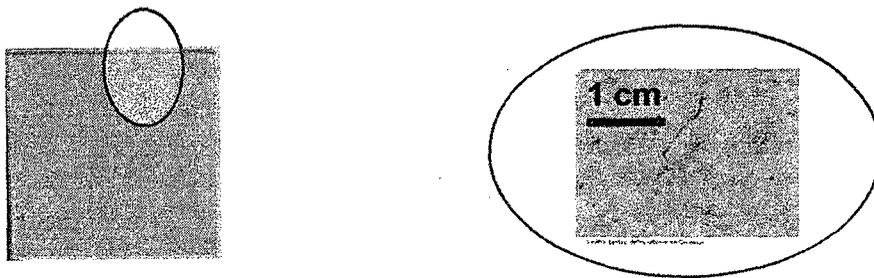
As perdas devidas aos vários tipos de defeitos nas peças cerâmicas (substratos) estão resumidas nas **Figuras 6 e 7**, referentes ao período de 1995 a maio de 1998. Os valores referentes aos de 1995, 1996 e 1997 são médias.



(a)



(b)



(c)

Figura 5 Trincas de manuseio de esmaltadeira (a), de prensa (b) e de resfriamento (c), encontradas em peças da Cecrisa Revestimentos Cerâmicos, unidade industrial 2.

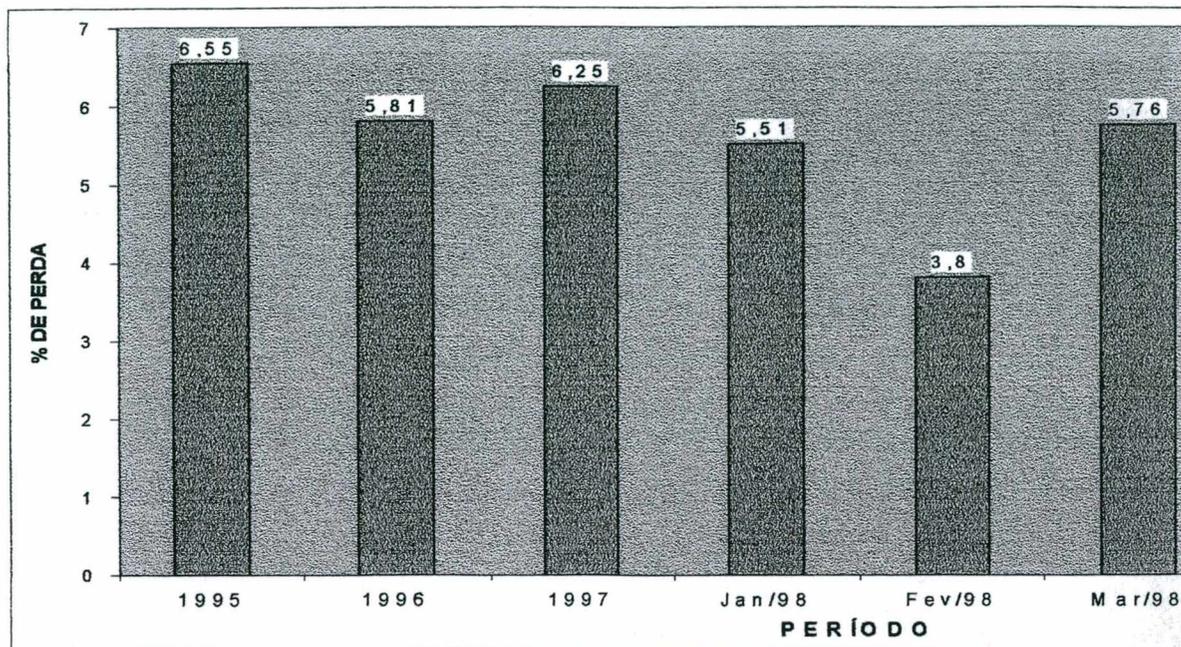


Figura 6 Percentual de perda de substrato em relação à produção em m^2 na Cecrisa, unidade 2, de 1995 a maio/98.

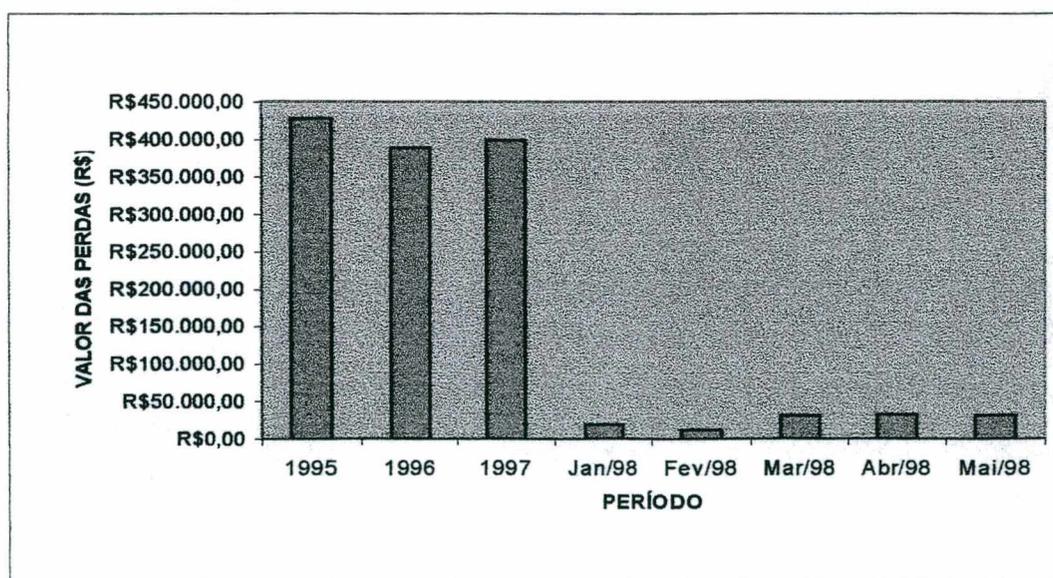


Figura 7 Valor das perdas de substrato em relação à produção em m^2 na Cecrisa de substrato na Cecrisa, unidade 2, de 1995 a maio/98.

Através de um levantamento de dados nos arquivos da empresa, no período de março a setembro de 1997, foi montado um gráfico de Pareto [Kume, 1993], **Figura 8**, que destaca a trinca de resfriamento como o principal defeito.

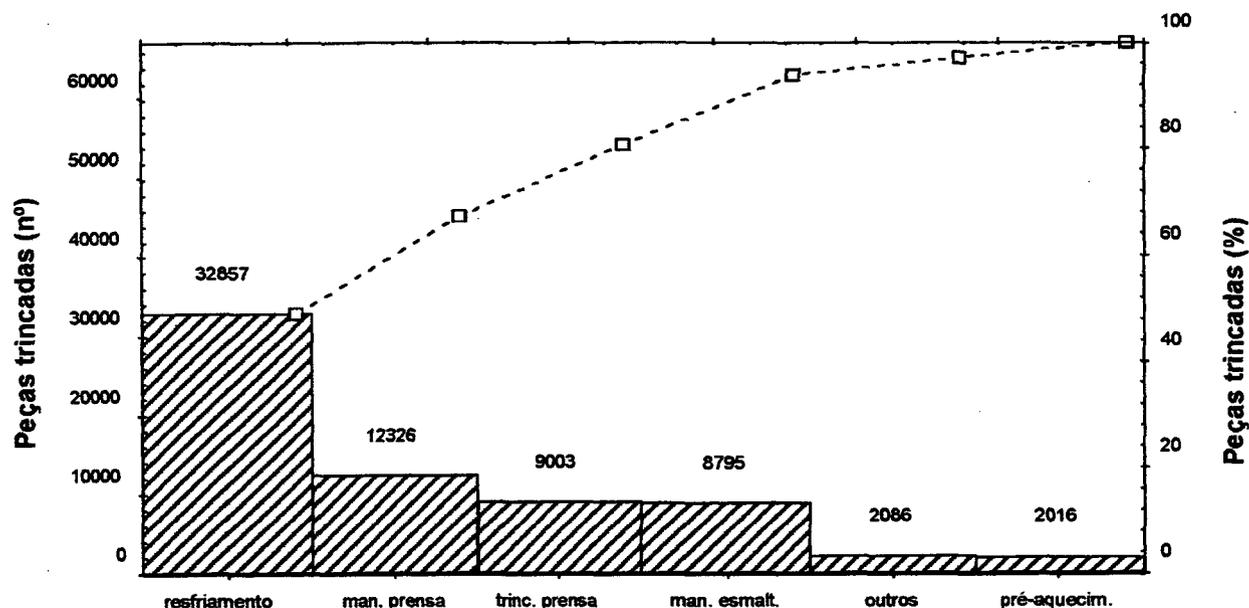


Figura 8 Gráfico de Pareto de frequência de causas de quebra de substrato na Cecrisa, unidade 2, de março a setembro/97.

Para confirmar os dados apresentados na **Figura 8**, foram coletadas amostras, no período de 1 a 31 de dezembro/97, da seguinte maneira:

- foram escolhidos aleatoriamente 75 carros (17.400 m² de azulejos), intercalados 4 a 4;
- as peças foram retiradas das pilhas, conforme esquema da **Figura 9**.

As regiões escuras representadas correspondem à posição das peças a serem retiradas. A intenção deste procedimento foi a de ter uma amostragem representativa dos defeitos a serem avaliados.

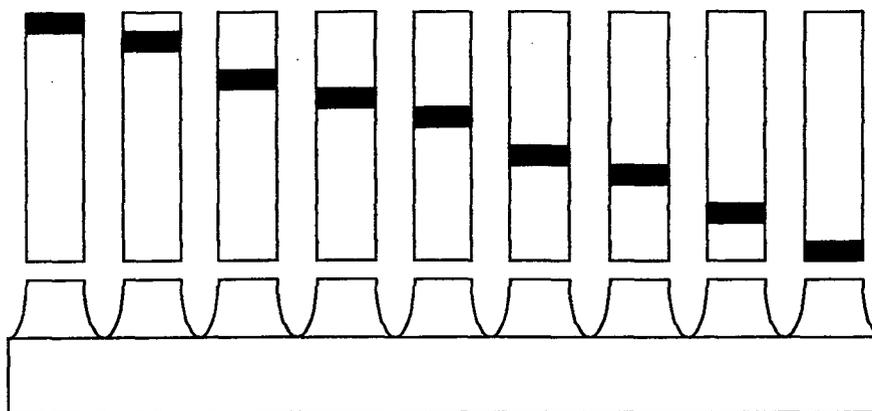


Figura 9 Posições no carro onde foram coletadas as amostras para análise.

Como cada carro possui cinco colunas transversais, as regiões foram descritas conforme esquema a seguir, **Figura 10**. As regiões são demarcadas em colunas externas (E_1 e E_2), coluna do meio (M) e centros médios (CM_1 e CM_2).

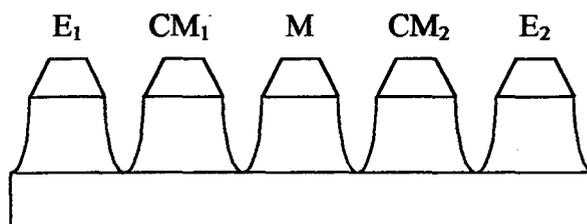


Figura 10 Denominações das colunas do carro onde foram coletadas as amostras para análise.

As peças foram retiradas do carro manualmente para detectar todo e qualquer tipo de trinca. As peças sem defeitos foram devolvidas para o processo, e as peças com trinca foram separadas, analisadas e fotografadas, **Figura 5**. Os resultados desta análise estão apresentados na **Figura 11**, que confirma os resultados apresentados na **Figura 8**, do gráfico de Pareto do histórico da empresa em anos anteriores.

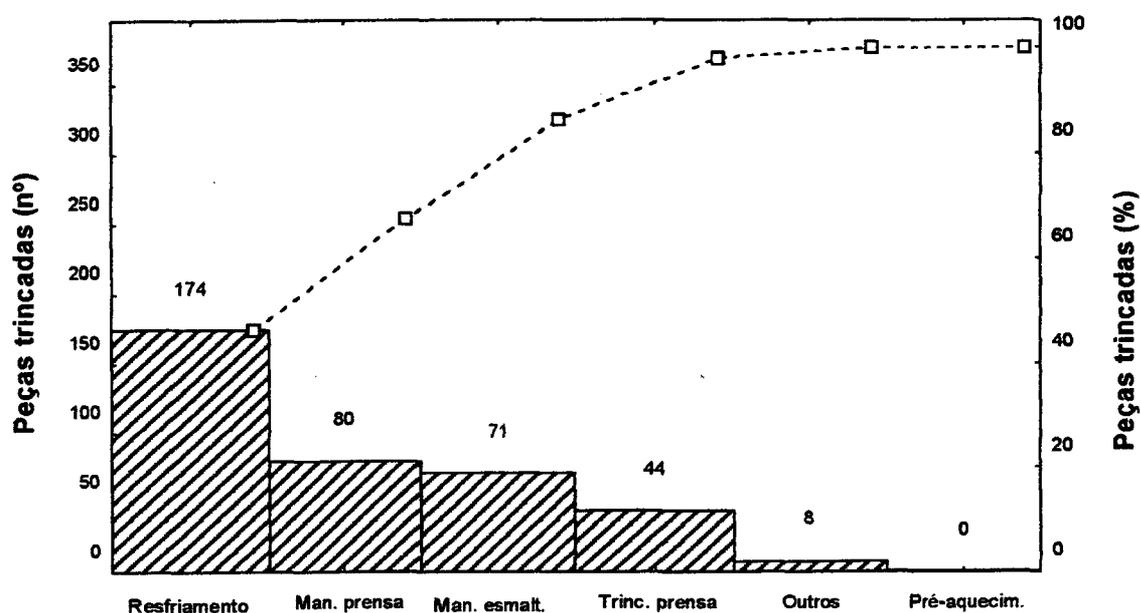


Figura 11 Gráfico de Pareto de frequência de causas de quebra de substrato na Cecrisa, unidade 2, em dezembro/97.

3.2 Avaliação Prévia do Problema e suas Causas Fundamentais

Com base na literatura e num *brainstorming* feito pelas pessoas envolvidas no processo, foi elaborado um diagrama de causa e efeito [Kume, 1993], para a identificação do problema e suas causas fundamentais, **Figura 12**.

3.3 Planejamento e Experimental

A partir do diagrama de causas e efeitos, elaborou-se um planejamento experimental, destacando as variáveis de processo cujo efeito parece ser relevante sobre o surgimento de trincas de resfriamento, **Tabela 1**. Aqui, os valores das variáveis foram ajustados para mais (T+) e para menos (T-) em relação ao valor inicial padrão (T0), adotado na produção.

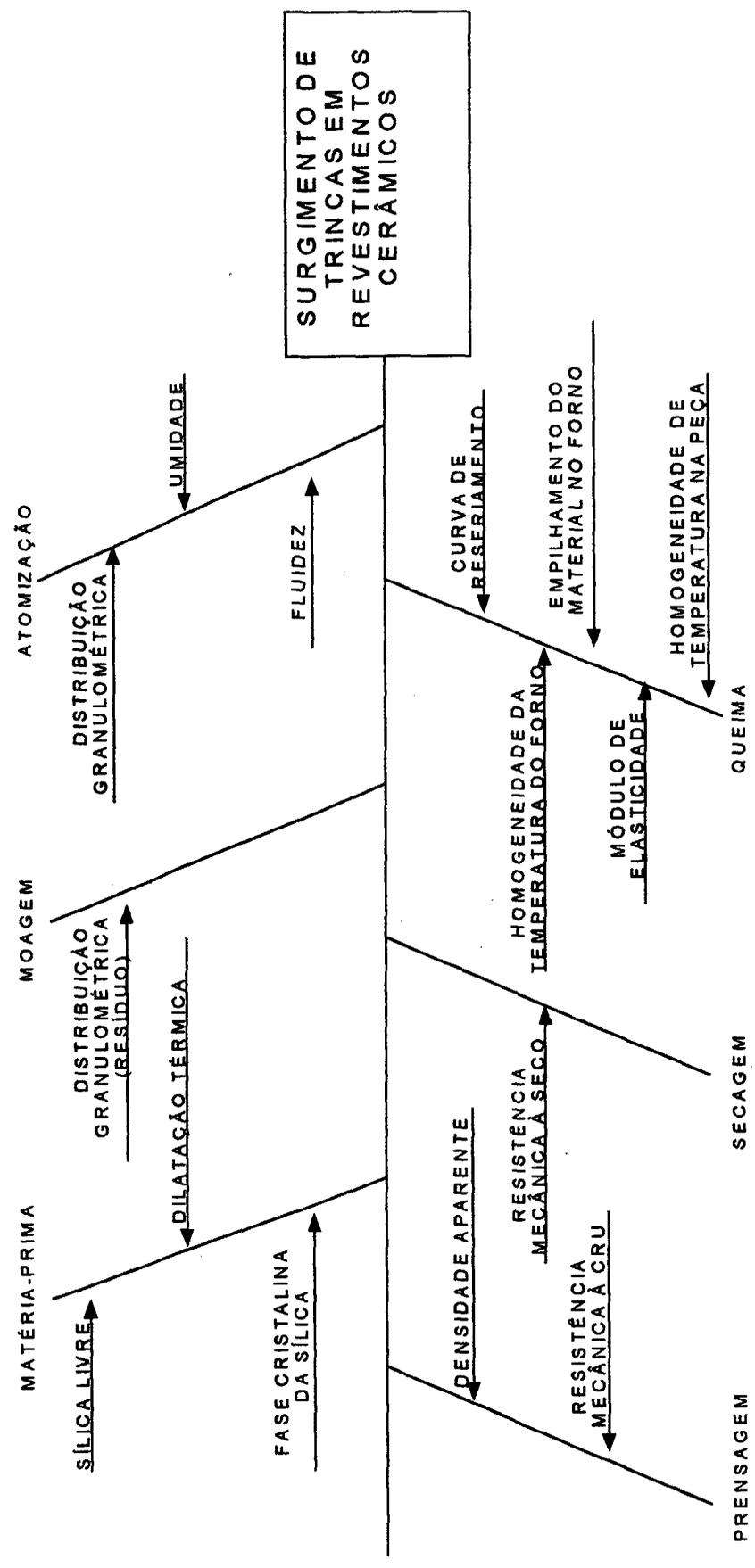


Figura 12 Diagrama de causa e efeito para o surgimento de trinca de resfriamento em azulejos na Cecrisa, unidade 2.

3.4 Execução Experimental

Por se tratar de um experimento em escala industrial, foram utilizados os equipamentos do processo de produção de azulejos da Cecrisa Revestimentos Cerâmicos, unidade industrial 2.

3.4.1 Formulação da Massa

As formulações utilizadas nos experimentos foram variações para mais (T+) e para menos (T-) em relação a um padrão (T0), variando-se o teor de quartzo livre, **Tabela 2**. As análises químicas e mineralógicas das matérias-primas utilizadas estão resumidas nas **Tabelas 3 e 4**. A matéria-prima G, ausente nestas tabelas, corresponde ao chamote reciclado do processo. O teor de quartzo livre de cada matéria-prima está na **Tabela 5**.

Tabela 2 Composição da massa.

MATÉRIA-PRIMA	T- (%)	T0 (%)	T+ (%)
A	0,0	6,0	30,0
B	15,0	15,0	10,0
C	22,0	22,0	22,0
D	14,0	14,0	14,0
E	10,0	12,0	8,0
F	33,0	25,5	10,0
G	6,0	5,5	6,0
TOTAL	100,0	100,0	100,0

Tabela 3 Análise Química das Matérias-Primas

COMPOSTOS	M.P. A (%)	M.P. B (%)	M.P. C (%)	M.P. D (%)	M.P. E (%)	M.P. F (%)
SiO ₂	82,63	45,18	10,16	57,70	60,39	64,79
Al ₂ O ₃	10,29	35,55	1,52	6,39	24,32	21,34
Fe ₂ O ₃	0,44	1,27	0,84	3,41	2,65	2,03
CaO	0,07	0,16	27,66	2,07	0,04	0,05
Na ₂ O	0,45	0,30	0,07	0,39	0,55	0,40
K ₂ O	1,07	0,22	0,17	0,58	2,36	2,84
MnO	< 0,01	0,01	0,04	0,13	< 0,01	< 0,01
TiO ₂	0,67	2,12	0,08	0,38	1,06	0,76
MgO	0,25	0,26	19,82	20,77	0,60	0,88
P ₂ O ₅	0,02	0,01	0,04	0,15	0,05	0,03
Perda ao Fogo	4,11	14,92	39,60	8,04	7,97	6,88

Tabela 4 Fases cristalinas

MATÉRIAS-PRIMAS	FASES IDENTIFICADAS
A	quartzo e caulinita
B	quartzo, dolomita, caulinita, feldspato sódico e clorita
C	dolomita, calcita, clorita e ilita
D	talco, quartzo, dolomita, clorita e anatase
E	feldspato sódico, feldspato potássico, quartzo, caulinita e ilita
F	caulinita, quartzo, ilita e magnetita
G	quartzo, dolomita, caulinita, feldspato sódico, clorita, talco, ilita e calcita

Tabela 5 Teor de quartzo livre.

MATÉRIAS-PRIMAS	% DE QUARTZO LIVRE
A	5
B	13
C	0
D	6
E	35
F	<2
G	3

3.4.2 Moagem das Matérias-Primas

O processo de preparação de massa utilizado foi a moagem a úmido. Foram utilizados moinhos de bolas revestidos com sílex, com elementos moedores de ágata de densidade de 1,8 kg/l. A distribuição das bolas foi de 35% com diâmetro de 25 mm, 45% com diâmetro de 38 mm e 20% com diâmetro de 50 a 76 mm. O moinho de bolas tem capacidade de 26.000 litros e 11.500 kg de carga seca. As matérias-primas, a água e os aditivos foram colocados no moinho por um período de tempo pré-determinado em uma velocidade de 12 rpm, até o resíduo atingir o valor desejado. Após a moagem, a barbotina foi descarregada, passando por peneiras vibratórias, malha ABNT 100 (149 μ m), imãs e, então, foi depositada num tanque de concreto sob agitação constante por 24 horas.

3.4.3 Atomização

A barbotina foi secada em um atomizador constituído por um cone sobreposto por um cilindro fechado. No interior existe uma coroa circular de bicos que pulverizam a barbotina sob pressão, reduzindo-a a gotas de diâmetros muito pequenos em direção ao ar quente em contracorrente. As gotículas secam, em contato com o ar, e as partículas finamente moídas, nelas contidas, aglomeram-se num grânulo. A sucessiva queda e atrito contra as paredes do atomizador favorece

a obtenção de uma forma quase esférica e oca, o que garante uma boa capacidade de deslizamento do pó e, portanto, um bom preenchimento do estampo na fase de prensagem. [Escardino, 1988]

O atomizador da Cecrisa, unidade 2, utiliza calor produzido por uma fornalha de carvão mineral. Foram controlados nesta etapa do processo a umidade e a distribuição granulométrica a cada 30 minutos. O pó atomizado, após passar por uma peneira vibratória malha ABNT 10, foi transportado por correias até o silo onde permaneceu por 24 horas.

3.4.4 Prensagem

O pó atomizado, retirado do silo, com umidade entre 6,0 e 6,5%, após passar por uma peneira vibratória malha ABNT 8 (1,2 mm), foi depositado em uma tremonha e, então, compactado em uma prensa hidráulica do tipo IC 530, com uma pressão efetiva em torno de 42 MPa. Foram produzidas peças no tamanho 15×15 cm e 4,2 mm de espessura, com uma velocidade de 22 batidas/minuto. Os azulejos, após compactados, foram empilhados face com face e muratura com muratura em um carro (vagoneta) com capacidade para 232 m², distribuídos em 45 pilhas, com uma altura de 217 peças.

3.4.5 Secagem

A secagem se deu em um secador túnel, de 110 metros comprimento e capacidade de 56 carros. O percurso foi de 32 horas, com um perfil de temperatura representado na **Figura 13**, de modo a se obter uma umidade residual menor que 1,5%.

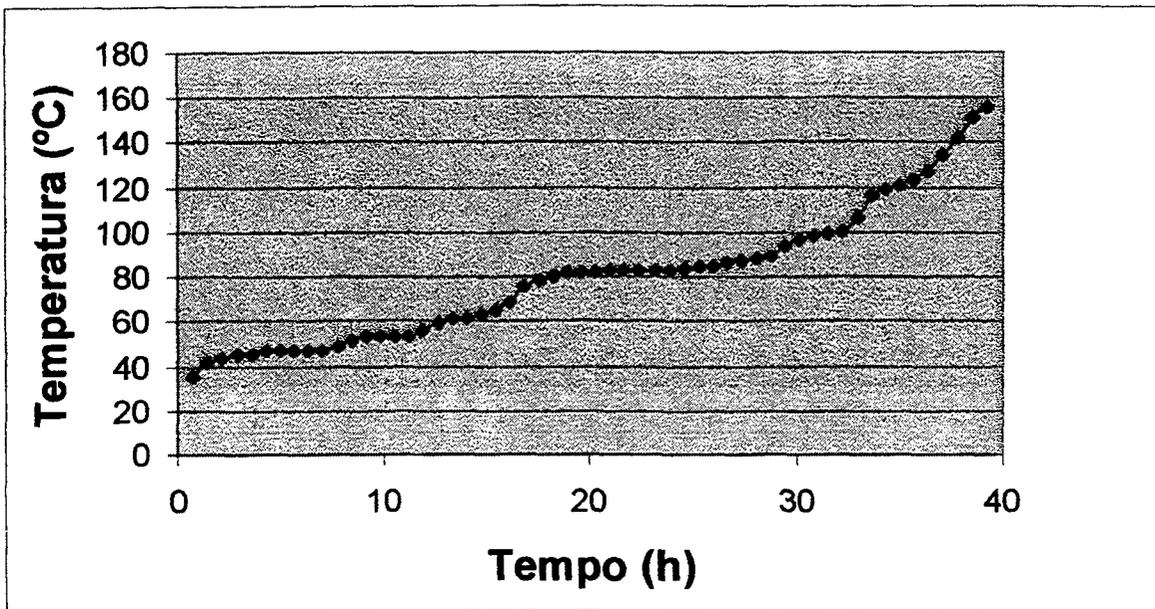


Figura 13 Curva de secagem.

3.4.6 Queima

As peças foram queimadas em forno túnel com comprimento de 110 metros e capacidade para 56 carros. Para um percurso de 32 horas, a curva de queima foi a apresentada na Figura 14, com um patamar máximo em torno de 1060 a 1080 °C.

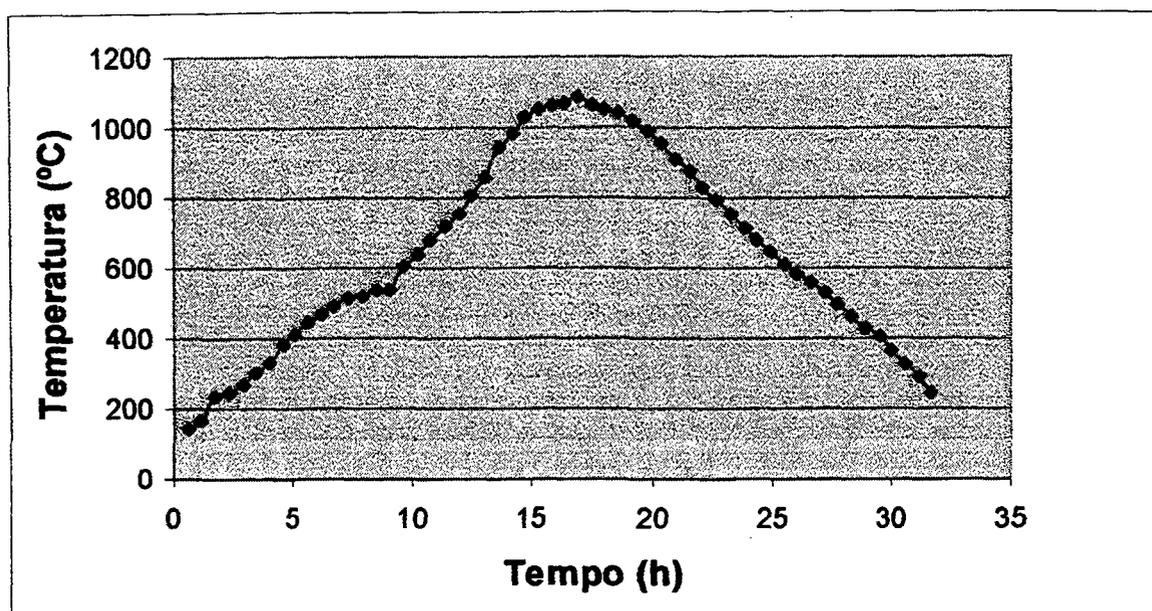


Figura 14 Curva de queima.

3.4.7 Propriedades Medidas

3.4.7.1 *Matérias-Primas*

O teor de quartzo livre foi medido por calorimetria de varredura diferencial (ou DSC – Differential Scanning Calorimetry), no Centro de Tecnologia em Cerâmica – CTC, em Criciúma. O princípio de medida se baseia na energia liberada ou absorvida em uma reação. Através de um gráfico avaliou-se a área de transformação do quartzo- α para o quartzo- β e então foi calculado o percentual de quartzo livre presente na amostra. Foram traçados dois gráficos, um com a amostra pura e outro com adição de quartzo puro à amostra. Por diferença da área é calculado o percentual de quartzo livre. Adicionalmente, foi feita uma análise de fases por difração de raios-x, no Labmat, em Florianópolis.

3.4.7.2 *Moagem*

A densidade da barbotina foi medida por meio de um picnômetro de 100 ml, com o uso de uma balança eletrônica digital com resolução de 0,01 g. O tempo de escoamento foi avaliado em

um medidor de índice de viscosidade do tipo copo Ford número 4. Para a medição do resíduo de moagem, foi coletada uma amostra de 100 ml de barbotina do moinho. Esta foi despejada em uma peneira malha ABNT 325 (44 μm). Com pressão d'água, fez-se com que todo o material passasse pela peneira, ficando retido apenas o resíduo. Este, após secagem em estufa a 120°C, foi pesado em uma balança digital, obtendo-se o percentual de resíduo. Os três ensaios foram realizados na própria empresa.

Curvas de distribuição granulométrica foram obtidas através de um analisador de distribuição de partículas a laser, Sympatec-Helos 12la, no CTC.

3.4.7.3 Atomização

Para a determinação da umidade, foram coletadas amostras de aproximadamente 500 g na correia transportadora. Através de quarteamento foram separados 100 g, e levados a uma estufa de lâmpada infravermelha a 110°C, deixada até massa constante. A umidade foi calculada pela equação:

$$U = [(m_u - m_s) / m_u] 100 \quad (1)$$

onde:

U = umidade percentual

m_u = massa da amostra úmida

m_s = massa da amostra seca

3.4.7.4 Prensagem

Para a medição da densidade aparente a seco, foram coletadas amostras de substrato (compactado cru), e cortadas em cinco partes, nos quatro cantos e uma no meio. Estas foram levadas a uma estufa a 110°C até secagem total das peças. Então, com auxílio de uma pinça te-

naz, as peças foram levadas a um recipiente com mercúrio, que está sobre uma balança eletrônica digital com resolução de 0,01 g, **Figura 15**. O cálculo da densidade foi feito da seguinte forma:

$$D_a = (m_o D_{Hg}) / (m_i - m_h) \quad (2)$$

onde:

D_a = densidade aparente

D_{Hg} = densidade do mercúrio (13,59 g/cm³)

m_o = massa da peça

m_i = massa da peça imersa no mercúrio

m_h = massa da haste do aparelho de teste

Para a regulagem da pressão de compactação procedeu-se da maneira seguinte. As prensas apresentam uma força máxima em toneladas transmitidas da máquina ao estampo. Nas prensas hidráulicas esta força provém de um cilindro que recebe óleo hidráulico sob pressão. O estampo transmite esta força através da placa e dos punções ao pó, transformando-se em pressão sobre as peças cerâmicas, chamada de pressão de conformação. Para se calcular a pressão de conformação, aplica-se a **Equação 3**.

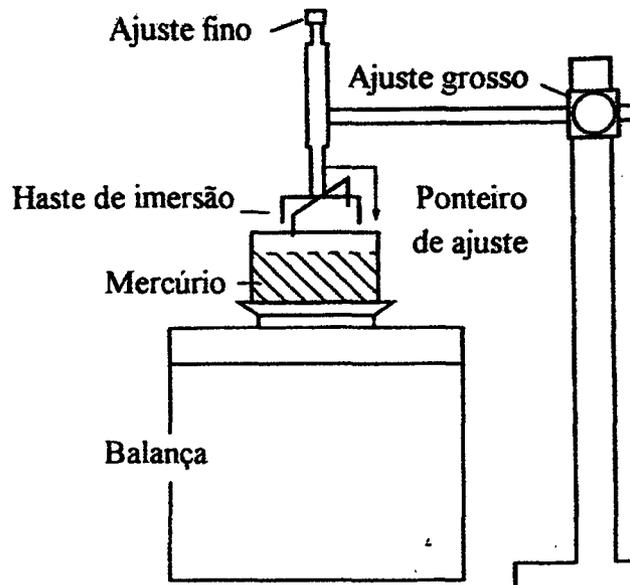


Figura 15 Densímetro de mercúrio. [Sebastià, 1991]

$$P = F/A$$

(3)

onde:

P = pressão de compactação

F = pressão manométrica multiplicada pela área do pistão

A = número de cavidades multiplicado pela dimensão da peça

A resistência mecânica foi medida conforme a norma ISO DIS 10545-4 [Palmonari, 1995]. A resistência mecânica a cru foi determinada pelo ensaio de flexão em três pontos, **Figura 16**. Aleatoriamente foram coletadas dez peças inteiras e levadas até o deflectômetro. Estas foram colocadas sobre os apoios, com a superfície de uso para cima e com a largura paralela aos apoios com uma pequena saliência para fora das barras de apoio. A barra central foi posicionada no centro da peça (equidistante dos apoios). A força foi aplicada de maneira gradativa numa velocidade de aumento de carga de $1 \pm 0,2 \text{ N/mm}^2 \cdot \text{s}$. A força F de ruptura registrada no aparelho foi, então,

anotada. A espessura foi medida na seção de ruptura. O cálculo do módulo de ruptura (R), expresso em N/mm^2 foi calculado pela média das dez peças ensaiadas, utilizando-se a **Equação 4**:

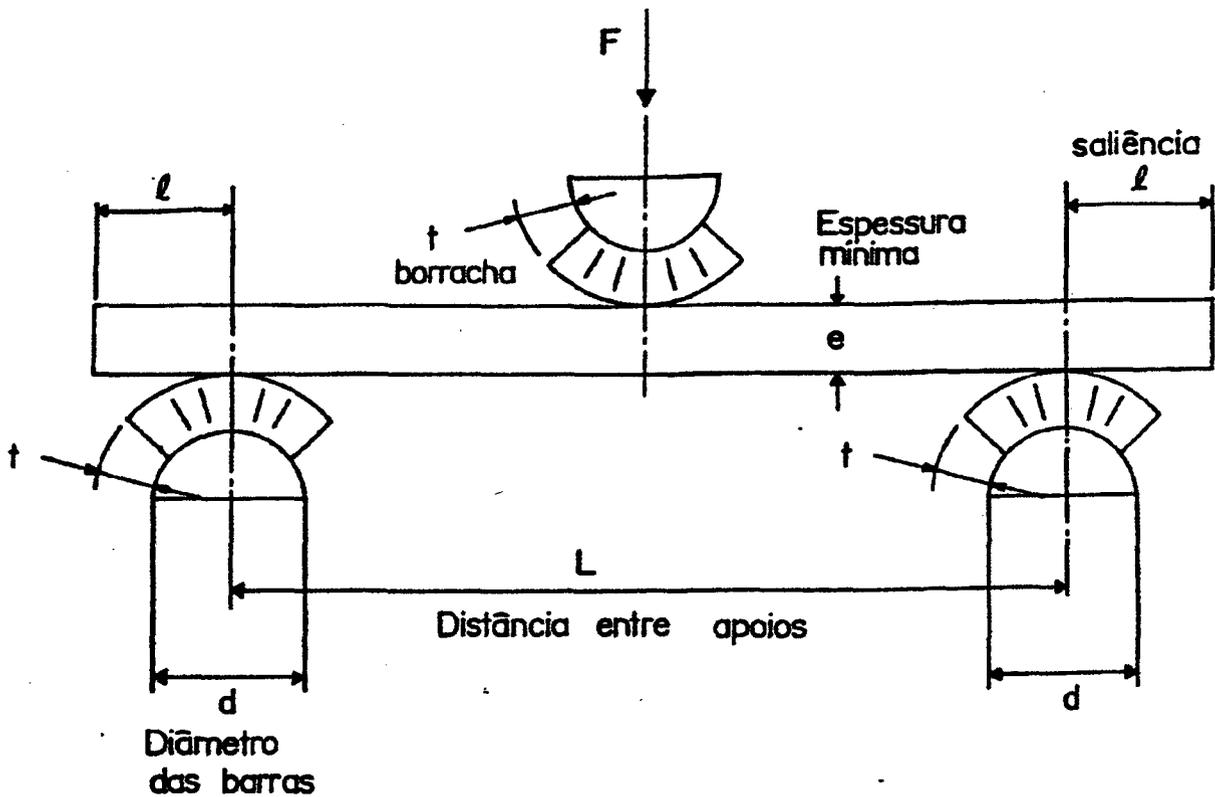


Figura 16 Esquema do aparelho para medir resistência em três pontos (deflectômetro). [Palmonari, 1995]

$$R = 3 \cdot F \cdot L / (2 \cdot b \cdot h^2) \quad (4)$$

onde:

R = módulo de ruptura (resistência mecânica) em N/mm^2

F = força de ruptura em N

L = distância entre os suportes em mm

b = comprimento da peça ensaiada em mm

h = mínima espessura medida na seção de ruptura em mm

A expansão de prensagem pôde ser medida pela diferença entre as dimensões da peça após a extração e a caixa matriz:

$$E_p = [(A_c - A_m) \cdot 100] / A_c \quad (5)$$

onde:

E_p = expansão por umidade

A_c = área do compactado

A_m = área da matriz

3.4.7.5 *Secagem*

A resistência mecânica a seco foi medida conforme a norma ISO DIS 10545-4 [Palmonari, 1995], de maneira análoga à resistência mecânica a cru pelo ensaio de flexão em três pontos, **Figura 16**, utilizando-se a **Equação 4**.

A retração de secagem foi medida através da diferença entre as dimensões da peça úmida e da peça após sair do secador:

$$R_s = [(A_u - A_s) \cdot 100] / A_u \quad (6)$$

onde:

R_s = retração de secagem

A_u = área da peça úmida

A_s = área da peça seca

Para a determinação da umidade residual, a peça após sair do secador industrial foi pesada em balança eletrônica e levada a um secador de laboratório a 110°C de temperatura até massa constante. O cálculo é feito pela diferença entre a massa da peça na saída do secador industrial e a massa da peça (massa constante):

$$U_s = [(m_{si} - m_{sl}) / m_{si}] 100 \quad (7)$$

onde:

U_s = umidade residual pós-secagem

m_{si} = massa da peça na saída do secador industrial

m_{sl} = massa da peça (massa constante)

3.4.7.6 *Queima*

A resistência mecânica das peças queimadas foi medida, também, de acordo com a norma ISO DIS 10545-4 [Palmonari, 1995], **Equação 4**.

A expansão por umidade foi determinada conforme a norma ISO DIS 10545-0 [Palmonari, 1995]. Cada corpo de prova foi preparado cortando-se a peça cerâmica na região central com auxílio de uma serra de metal duro, nas dimensões de 65 a 65,3 mm de comprimento por 5 a 10 mm de largura, medidos com paquímetro de resolução de 0,05 mm. As faces e extremidades do corpo de prova foram polidas de forma a ficarem planas e paralelas. O corpo de prova foi colocado dentro de um cesto apropriado e o cesto com o corpo de prova levado a uma autoclave, **Figura 17**.

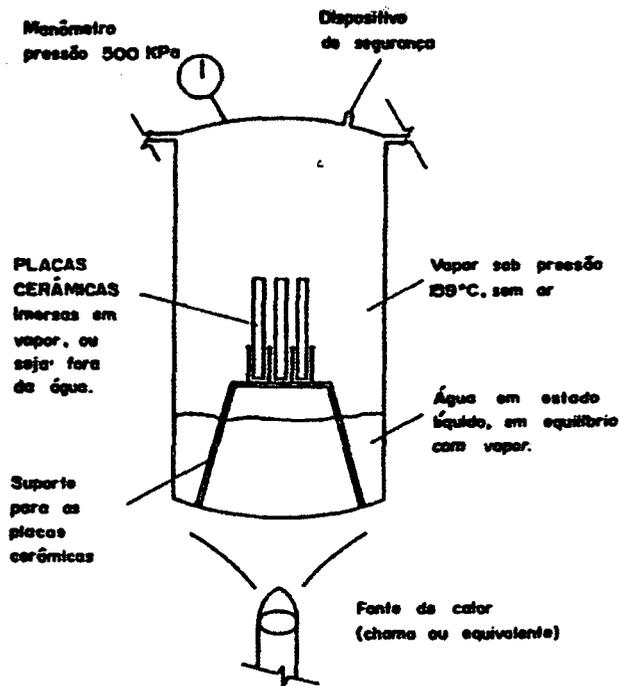


Figura 17 Esquema de uma autoclave para medição de expansão por umidade. [Palmonari, 1995]

Após atingida uma pressão de $5,3 (\pm 0,6) \text{ kg}_f/\text{cm}^2$, a mesma foi mantida por 10 horas. Então, a válvula de alívio de pressão foi aberta, e o corpo de prova foi retirado e levado a um recipiente com água até atingir a temperatura ambiente. Em seguida, foi retirado o excesso de água do corpo de prova com um pano limpo e úmido. O corpo de prova foi, então, posicionado em um dilatômetro, **Figura 18**, no laboratório industrial da Cecrisa.

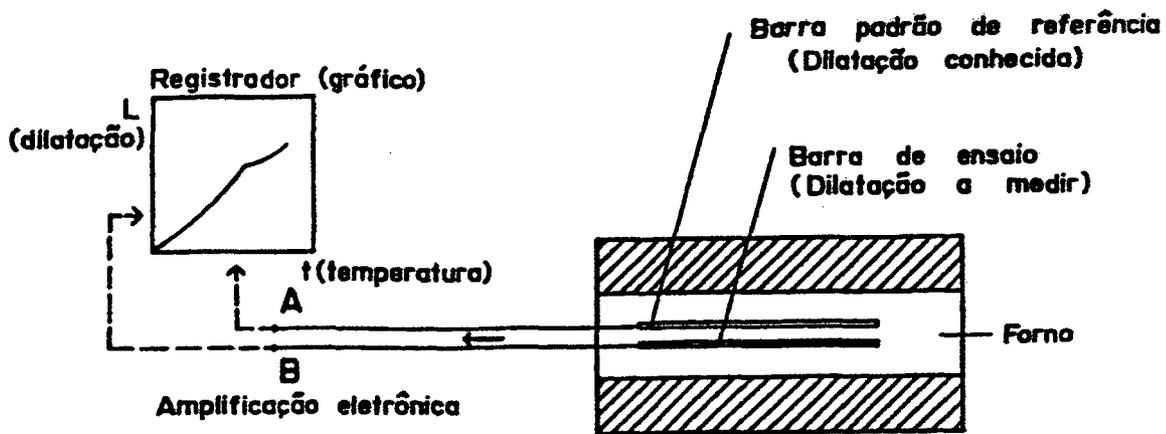


Figura 18 Esquema de um dilatômetro para medição de expansão por umidade. [Palmonari, 1995]

O dilatômetro foi ligado, posicionando-se a agulha registradora em 25°C. Quando se atingiu a temperatura de 450°C, o aparelho foi desligado deixando que a agulha retornasse ao ponto inicial (25°C). Com auxílio de um paquímetro de resolução de 0,05 mm, foi medida a distância entre as linhas de dilatação e retração no ponto de 25°C. A expansão por umidade foi calculada pela equação:

$$E_Q = D \cdot k \quad (8)$$

onde:

E_Q = expansão por umidade pós-queima

D = medida entre as linhas

k = constante do padrão (0,01046)

Para a determinação da absorção d'água pela norma ISO DIS 10545-3 [Palmonari, 1995], foram coletadas dez peças inteiras, aleatoriamente. As amostras foram secas em estufa (110±5)°C até atingirem massa constante, isto é, até que a diferença entre as sucessivas pesagens efetuadas num intervalo de 2 horas fosse menor que 0,1%. As peças foram deixadas esfriar até a temperatu-

ra ambiente e, então, colocadas em um recipiente metálico apropriado para fervura **Figura 19**, que contém um cesto metálico no qual as peças são colocadas em posição vertical.

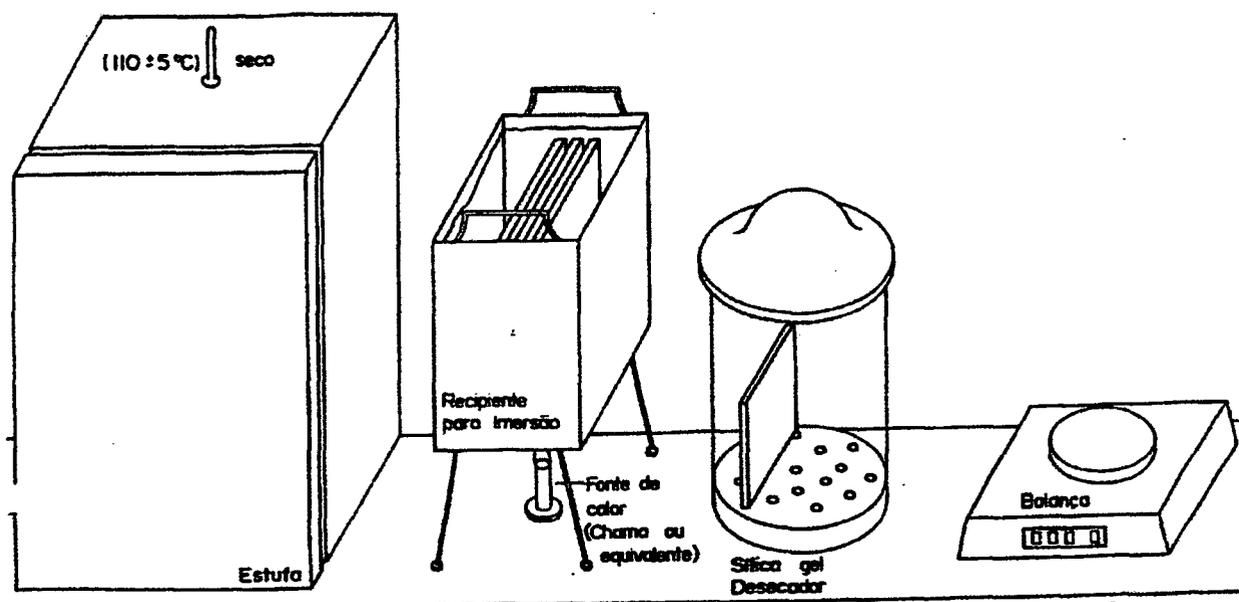


Figura 19 Esquema do aparelho para medição de absorção d'água. [Palmonari, 1995]

O cesto foi colocado a uma altura de 6 cm do fundo do recipiente. Após o recipiente ser completado com água destilada, o mesmo foi aquecido e deixado em fervura por 2 horas. Para resfriar as peças após o tempo de fervura, foi utilizada água corrente à temperatura ambiente. Posteriormente, com um pano limpo foi retirado o excesso de água e os corpos de prova foram pesados em uma balança eletrônica. Foi calculado o percentual de absorção d'água pela equação:

$$A_a = [(m_{pu} - m_{ps}) / m_{ps}] 100 \quad (10)$$

onde:

A_a = absorção de água

m_{pu} = massa da peça úmida

m_{ps} = massa da peça seca

Para se determinar o percentual de peças trincadas, foram retiradas para cada ensaio 9.744 peças do carro. Com auxílio de um bastão de madeira, todas as peças foram batidas e separadas as peças trincadas pelo som emitido. Em seguida, as peças trincadas foram classificadas visualmente de acordo com o tipo de superfície da fratura. Aquelas com superfície lisa foram consideradas trincas de resfriamento e as com superfície rugosa, trincas de pré-aquecimento.

4 Resultados e Discussão

4.1 Sílica Livre na Massa Cerâmica

Nesta pesquisa, foi variado o teor de sílica livre, sob a forma de quartzo- α , na formulação da massa cerâmica, segundo o procedimento experimental, em três níveis, T- (4,46%), T0 (6,36%) e T+ (13,22%). Fixadas as demais variáveis do processo, foram medidas as propriedades de interesse ao longo das etapas da fabricação de azulejos por biqueima em escala industrial, cujos resultados estão resumidos na **Tabela 6**.

A resistência a cru diminui com o aumento do teor de quartzo livre, quando se aumentou o teor de quartzo na massa, porque foi necessário acrescentar matérias-primas com menor plasticidade. A redução da plasticidade na massa dificultou a prensagem, diminuindo o agrupamento das partículas, o que fez com que a resistência tenha diminuído. Pelo mesmo motivo, há um aumento do número de peças trincadas no pré-aquecimento.

Durante a secagem ocorre o transporte de água do interior da peça até sua superfície quando, então, ocorre a secagem. Este transporte de água é dificultado pela redução da porosidade que diminui com o aumento da plasticidade da massa.

O resíduo de moagem das massas cerâmicas é constituído principalmente de quartzo, que é o material mais duro entre as matérias primas que constituem as massas. O quartzo não apresenta retração na temperatura de queima (1060°C) e por isso interfere muito pouco nas reações de retração [Paganelli, 1999].

Quando se diminui o percentual das matérias-primas que contém maior teor de quartzo, para manter o resíduo no valor padrão é preciso reduzir o tempo de moagem, com isso as partículas de calcário presentes na massa permanecem mais grossas, dificultando a reação do carbo-

nato de cálcio e magnésio com a sílica e a alumina que é responsável pelo bloqueio da retração da fase argilosa; com isso, há um aumento na retração [Paganelli, 1999].

Ao se aumentar o teor de quartzo livre na massa tem-se um aumento de material mais duro. Para que o resíduo seja mantido é necessário um aumento do tempo de moagem, e isso faz com que os materiais argilosos sofram uma moagem excessiva, aumentando a fundência da massa e conseqüentemente sua retração após a queima. [Paganelli, 1999].

O percentual de quartzo livre tem grande influência sobre o coeficiente de dilatação linear e, por conseqüência, sobre a variação de volume durante o aquecimento/resfriamento. Durante a transformação de quartzo β para α a 573°C há uma retração volumétrica de 2,4% [Singer, 1971: p. 169]. Esta variação brusca de volume é determinante para o surgimento de trincas de resfriamento e pode causar ruptura de uma peça cerâmica que contenha quartzo. Outras transformações entre fases de sílica, p. ex., quartzo para tridimita (870°C , variação de volume 12,7%), não ocorrem rapidamente e assim não rompem o corpo cerâmico. [Singer, 1971: p. 168].

As demais propriedades medidas não apresentaram um comportamento que tenha sofrido aparente influência pela variação do teor de quartzo livre na massa. Portanto, o uso de uma formulação com menores teores de quartzo livre não altera significativamente as demais propriedades de interesse e garante uma redução sensível das perdas durante o resfriamento.

Tabela 6 Variação de propriedades ao longo do processo de fabricação de revestimento cerâmico produzidos por biqueima em função da % de quartzo livre.

Etapa do Processo ↓	Parâmetros (unidade) ↓	Propriedades Medidas																
		Moagem			Atomização		Prensagem		Secagem			Primeira Queima						
Níveis	Etapa do Processo ↑	densidade (Mg/m ³)	tempo de escoamento (s)	resíduo (%)	unidade (%)	densidade apar. (Mg/m ³)	expansão (%)	res. mecânica (MPa)	res. mecânica (MPa)	retração linear (%)	unidade (%)	absorção de água (%)	coef. dilatação linear (K ⁻¹)	expansão por unidade (%)	peças trincadas no pré-aquecimento. (%)	peças trincadas no resfriamento. (%)	Res. mecânica (MPa)	retração linear (%)
		T-	4,5	1,63	16	5,5	7,2	1,88	0,64	1,3	2,4	0,09	0,20	21,9	6,5 · 10 ⁻⁵	0,05	0,23	0
T0	6,4	1,64	16	5,3	5,4	1,84	0,73	1,2	2,5	0,07	0,20	22,4	6,9 · 10 ⁻⁵	0,05	0,45	0,09	13,0 ± 0,6	0,34
T+	13,2	1,58	14	5,0	6,9	1,87	0,73	1,1	2,3	0,09	0,10	21,0	7,2 · 10 ⁻⁵	0,04	0,61	7,11	14,4 ± 0,8	0,45

Estão indicados na tabela, quando disponíveis, os erros associados às respectivas medidas, calculados conforme Anexo 1.

4.2 Resíduo de Moagem

Nesta pesquisa, foi variado o percentual de resíduo de moagem da massa cerâmica através da alteração do tempo de moagem, T- (2,2%) para um tempo de moagem de 16 horas, T0 (5,2%) para 10 horas e T+ (6,8%) para 8 horas. Os resíduos foram medidos em peneira 325 ABNT.

As propriedades de interesse, medidas ao longo das etapas do processo cerâmico de bi-queima, em escala industrial, e seus respectivos resultados e discussão estão resumidos na **Tabela 7**.

O tempo de moagem reduzido produz partículas maiores de calcário, o que, como discutido anteriormente, causou um aumento na retração. [Paganelli, 1999]. Analogamente, o transporte de água durante a secagem é dificultado pela redução da porosidade que diminui com o aumento da plasticidade da massa.

As demais propriedades medidas não apresentaram um comportamento que tenha sofrido aparente influência pela variação do teor de quartzo livre na massa.

O percentual de resíduo na faixa de 2,0 a 7,0% não tem influência sobre o percentual de peças trincadas e também sobre as propriedades de interesse, mas influencia muito no tempo de moagem e conseqüentemente nos custos de preparação da massa. Neste experimento, se for usado um resíduo em torno de 2,0% em vez de 7,0%, tem-se um aumento de 100% no tempo de moagem, isto é, de 8 horas para 16 horas o tempo de moagem, sem que haja melhoria nas características do produto.

4.3 Densidade e Viscosidade da Barbotina

Neste trabalho, foram variadas a densidade e a viscosidade da barbotina em três níveis: o padrão, um abaixo e outro acima deste. Os valores foram escolhidos de forma que fossem possí-

veis de aplicar em escala industrial. Os valores de densidade foram alterados mediante adição de água no moinho, obtendo-se então T- ($1,54 \text{ g/cm}^3$), T0 ($1,64 \text{ g/cm}^3$) e T+ ($1,71 \text{ g/cm}^3$).

O índice utilizado para avaliar indiretamente a viscosidade foi o tempo de escoamento, medido em copo Ford de diversos tamanhos. O comportamento reológico da barbotina foi alterada mediante adições de quantidades distintas de defloculante no moinho. Os valores utilizados neste experimento foram T- (13 segundos), T0 (17 segundos) e T+ (30 segundos), medidos através de viscosímetro copo Ford número 4.

Fixadas as demais variáveis do processo, foram medidas as propriedades de interesse ao longo das etapas da fabricação de azulejos por biqueima em escala industrial, cujos resultados estão apresentados na **Tabela 7**.

A densidade e o tempo de escoamento da barbotina influenciam no tempo de moagem, tempo este que ajustado mantém o percentual de resíduo nos padrões especificados. A densidade e o tempo de escoamento da barbotina influenciam nas regulagens do atomizador, mas através de ajustes na operação as propriedades do atomizado são mantidas nos padrões estabelecidos.

A densidade e o tempo de escoamento da barbotina não exercem nenhuma influência direta sobre as propriedades do produto, pois as diferenças são compensadas durante o processo de preparação do pó.

Tabela 7 Variação de propriedades ao longo do processo de fabricação de revestimento cerâmico produzidos por biqueima em função do resíduo e da densidade/tempo de escoamento da barbotina.

Etapa do Processo ↓	Parâmetros (unidade) ↓	Propriedades Medidas																		
		Moagem			Atomização		Prensagem		Secagem			Primeira Queima								
		Etapa do Processo ↑	densidade (Mg/m ³)	tempo de escoamento (s)	resíduo (%)	unidade (%)	densidade apar. (Mg/m ³)	expansão (%)	res. mecânica (MPa)	res. mecânica (MPa)	retração linear (%)	unidade (%)	absorção de água (%)	coef. dilatação linear (K ⁻¹)	expansão por unidade (%)	peças trincadas no pré-aquecimento (%)	peças trincadas no resfriamento (%)	Res. mecânica (MPa)	retração linear (%)	
Moagem	Resíduo (% # 325)/tempo (h)	Níveis	T- 2,2/ 16	1,59	14	2,2	5,4	1,89± 0,04	0,63± 0,03	1,4± 0,2	2,2± 0,5	0,05± 0,01	0,30	22,9 ±0,4	6,4 10 ⁻⁶	0,04	1,04	0,02	14,0 ±0,2	0,50
			T0 5,2/ 10	1,64	16	5,2	5,6	1,89± 0,03	0,66± 0,02	1,4± 0,1	2,2± 0,5	0,09± 0,04	0,20	22,9 ±0,4	6,3 10 ⁻⁶	0,04	0,89	0,05	13,3 ±0,4	0,53
			T+ 6,8/ 8	1,61	15	6,8	5,8	1,89± 0,01	0,66± 0,02	1,5± 0,1	2,3± 0,2	0,08± 0,05	0,10	22,2 ±0,5	6,5 10 ⁻⁶	0,02	1,00	0,03	13,2 ±0,2	0,56
Moagem	Densidade (kg/l) / tempo de escoamento (s)	Níveis	T- 1,54 / 13	1,54	13	4,8	5,9	1,84	0,73	1,2	2,5	0,02	0,30	22,3	6,6 10 ⁻⁶	0,04	1,04	0,02	12,6	0,55
			T0 1,64 / 17	1,64	17	4,9	5,9	1,84	0,73	1,2	2,5	0,02	0,30	22,4	6,6 10 ⁻⁶	0,04	0,89	0,03	12,6	0,54
			T+ 1,71 / 30	1,71	30	4,9	5,8	1,84	0,73	1,2	2,5	0,02	0,30	22,0	6,6 10 ⁻⁶	0,04	1,00	0,03	12,6	0,54

Estão indicados na tabela, quando disponíveis, os erros associados às respectivas medidas, calculados conforme Anexo 1.

4.4 Umidade do Pó Atomizado

Foi variada a umidade do pó durante a atomização através do controle da temperatura de entrada, que determina a quantidade de água evaporada, nos níveis T- (4,85%), T0 (6,0%) e T+ (7,4%). Foram medidas as propriedades de interesse ao longo das etapas do processo cerâmico de biqueima, em escala industrial, e mantidas as demais condições normais do processo.

Fixadas as demais variáveis do processo, foram medidas as propriedades de interesse ao longo das etapas da fabricação de azulejos por biqueima em escala industrial, cujos resultados estão apresentados na **Tabela 8**.

A umidade do atomizado influencia significativamente a densidade aparente da peça, devido à sua influência no empacotamento e porosidade. O comportamento observado é semelhante ao relatado por Navarro [1986: 273]: a compactação máxima é obtida a um teor de umidade crítico que depende da pressão aplicada. Para o atomizado estudado, a densidade máxima alcançada foi de 1,93 Mg/m³ para uma pressão de 40 MPa.

Se mantida constante a pressão de compactação, a umidade do atomizado influencia significativamente na expansão de prensagem, devido à variação na energia elástica acumulada na prensagem que aumenta com o aumento da umidade.

Na realização dos ensaios desta pesquisa, por se tratar de um volume relativamente pequeno de pó atomizado (16 ton, aproximadamente), a massa não pode ser separada em mais de um silo para fins de homogeneização. Durante a descarga do silo ocorre a separação da massa em partículas maiores e menores, mais ou menos úmidas. Na prática industrial, faz-se uma compensação dessa variação quando se tem a disposição de descargas de mais de um silo. Neste caso, a condição padrão de umidade (6,0%) apresentou os menores percentuais de peças trincadas provavel-

mente por que a homogeneização da massa foi mais efetiva, já que foram utilizados 3 silos simultaneamente.

O comportamento observado é análogo ao relatado por Navarro [1986: 276]: a porosidade e retração mínimas é obtida a um teor de umidade crítico, que corresponde a umidade de máxima compactação. Para uma determinada pressão de compactação, a retração linear e a absorção d'água diminuem com umidade, desde que não seja atingida a umidade crítica.

As demais propriedades medidas não apresentaram um comportamento que tenha sofrido aparente influência pela variação da umidade no atomizado.

4.5 Pressão de Compactação

Nesta parte da pesquisa, foi variada a pressão de compactação do pó nos seguintes níveis: T- (32 MPa), T0 (42 MPa) e T+ (57 MPa). Em seguida, foram medidas as propriedades de interesse ao longo das etapas do processo cerâmico de biqueima, em escala industrial, e discutidos os respectivos resultados, **Tabela 9**.

As condições normais das etapas anteriores foram mantidas, a saber:

- tempo de moagem de 10 horas e resíduo em malha 325 mesh (ABNT) de 5,0%.
- umidade do pó atomizado entre 6,0 e 6,5% e resíduo de 8,0 a 20% em malha ABNT 35 e quantidade de finos abaixo da malha ABNT 120 menor que 3,0%.

Tabela 8 Variação de propriedades ao longo do processo de fabricação de revestimento cerâmico produzidos por biqueima em função do umidade do pó atomizado.

Etapa do Processo		Propriedades Medidas																	
		Moagem			Atomização		Prensagem		Secagem			Primeira Queima							
Etapa do Processo	Parâmetros (unidade)	densidade (Mg/m ³)	tempo de escoamento (s)	resíduo (%)	umidade (%)	densidade apar. (Mg/m ³)	expansão (%)	res. mecânica (MPa)	res. mecânica (MPa)	retração linear (%)	umidade (%)	absorção de água (%)	coef. dilatação linear (K ⁻¹)	expansão por unidade (%)	peças trincadas no pré-aquecimento. (%)	peças trincadas no resfriamento. (%)	Res. mecânica (MPa)	retração linear (%)	
																			Etapa do Processo
Atomização	Umidade (%)				4,8	1,89± 0,01	0,76± 0,01	1,3± 0,1	1,7± 0,5	0,06± 0,02	0,20	22,3 ±0,3	6,4 10 ⁻⁶	0,05	1,04	0,02	14,1 ±0,6	0,66	
		T-	4,8																
		T0	6,0			6,0	1,93± 0,02	0,69± 0,01	1,3± 0,2	1,9± 0,7	0,06± 0,02	0,20	21,7 ±0,7	6,4 10 ⁻⁶	0,05	0,27	0,01	14,2 ±0,6	0,30
	T+	7,4			7,4	1,91± 0,02	0,56± 0,01	1,5± 0,1	2,5± 0,6	0,06± 0,03	0,20	20,6 ±0,5	6,4 10 ⁻⁶	0,04	0,54	0,01	14,2 ±0,5	0,44	

Estão indicados na tabela, quando disponíveis, os erros associados às respectivas medidas, calculados conforme Anexo 1.

A pressão de compactação influencia significativamente a densidade aparente da peça, devido a sua influência no empacotamento e porosidade. O comportamento observado é semelhante ao relatado por Navarro [1986: 273]: para uma umidade de prensagem determinada, a densidade aparente aumenta com o aumento da pressão de compactação. Pelo mesmo motivo, há um aumento da resistência mecânica a verde e queimado.

Se a umidade for mantida constante, a pressão de compactação do atomizado influencia significativamente na expansão de prensagem, devido à variação na energia elástica acumulada na prensagem que aumenta com o aumento da umidade, como comentado na literatura [Reed, 1995: p. 434].

O comportamento foi também observado na literatura [Navarro, 1986: p. 278]: uma maior densidade aparente provocada por uma maior pressão de compactação origina uma absorção d'água e uma retração linear menores no produto queimado.

A variação da pressão de compactação tem um efeito significativo sobre a expansão de prensagem, devido à variação da energia elástica acumulada na peça durante a compactação, e sobre a densidade aparente, a retração, a absorção d'água e a resistência mecânica, devido à variação no empacotamento e, conseqüentemente na de porosidade.

A variação da pressão de compactação entre 32 e 57 MPa não tem influência significativa sobre o percentual de peças trincadas após a queima. A variação da pressão de compactação não tem influência sobre as características: expansão por umidade e dilatação, visto que estas propriedades estão relacionadas com as fases presentes e não ao empacotamento ou porosidade da peça.

Tabela 9 Variação de propriedades ao longo do processo de fabricação de revestimento cerâmico produzidos por biqueima em função do da pressão de compactação e do ciclo de queima.

Etapa do Processo	Parâmetros (unidade)	Propriedades Medidas																					
		Moagem			Atomização		Prensagem		Secagem			Primeira Queima											
↓	↑	Etapa do Processo	↑	resíduo (%)	tempo de escoamento (s)	densidade (Mg/m ³)	expansão (%)	res. mecânica (MPa)	res. mecânica (MPa)	res. mecânica (MPa)	umidade (%)	umidade (%)	retração linear (%)	retração linear (%)	absorção de água (%)	coef. dilatação linear (K ⁻¹)	expansão por unidade (%)	peças trincadas no pré-aquecimento (%)	peças trincadas no resfriamento (%)	Res. mecânica (MPa)	retração linear (%)		
Prensagem	Pressão (MPa)	T-	32			1,94± 0,01	0,59± 0,03	1,8± 0,1	2,4	0,09	0,20	22± 2	6,5 10 ⁻⁶	0,04	2,15	0,03	15,7 ±0,4	0,76					
		T0	42			1,98± 0,03	0,63± 0,03	2,0± 0,1	2,5	0,09	0,20	20,3 ±0,5	6,4 10 ⁻⁶	0,04	1,60	0,04	16,6 ±0,3	0,64					
		T+	57			2,00± 0,02	0,70± 0,02	2,2± 0,2	2,5	0,10	0,30	18,9 ±0,4	6,5 10 ⁻⁶	0,02	2,42	0,02	17,7 ±0,3	0,57					
Queima*	Curva de queima (h)	T0	27												6,41								
		T+	39													4,42							

* Estão indicados na tabela, quando disponíveis, os erros associados às respectivas medidas, calculados conforme Anexo 1. As percentagens de peças trincadas com a variação da curva de queima se referem aos dados de produção de toda a fábrica.

4.6 Ciclo de Queima

Por se tratar de um experimento em escala industrial, aplicado em uma empresa que utiliza forno túnel para queima do substrato foi impraticável realizar os testes de alteração na curva de queima, sem alterar a produção da fábrica. Este tipo de forno tem uma inércia muito grande, isto é, se a curva de queima for alterada para a realização de um teste poderá levar até dez dias para se voltar às condições normais de queima. Naturalmente, isto provoca um prejuízo muito grande para a empresa.

No entanto, aproveitou-se uma oportunidade em que a fábrica estava com sua produção reduzida por motivo de férias de final de ano e então foram comparados os resultados do forno com sua produção normal (percurso de 27 horas) e com a produção reduzida (percurso de 39 horas e 12 minutos), que corresponde a uma redução de aproximadamente 40% da sua capacidade.

As temperaturas de queima foram medidas fazendo-se passar pelo interior do forno um carro (vagoneta) com um termopar instalado no meio da pilha de material. As temperaturas foram registradas por um aparelho registrador digital com erro de 0,01%, acoplado através de um cabo até o termopar. O perfil de temperaturas nas duas condições está apresentado na **Figura 20**.

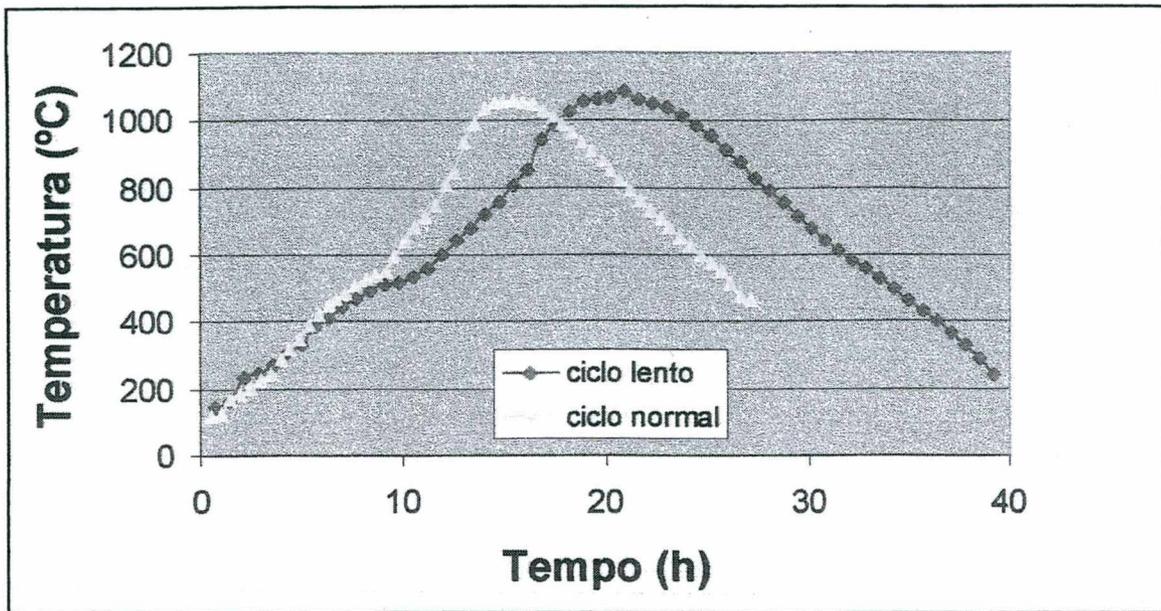


Figura 20 Comparação entre curvas de queima do forno túnel.

O percurso do forno tem uma influência muito significativa sobre o aparecimento de trincas de resfriamento, conforme **Figura 21**. Nos meses em que o forno estava com percurso reduzido (fevereiro, junho, setembro, outubro e novembro/98), passou de uma média de aproximadamente 6,0% para 4,5% de perdas.

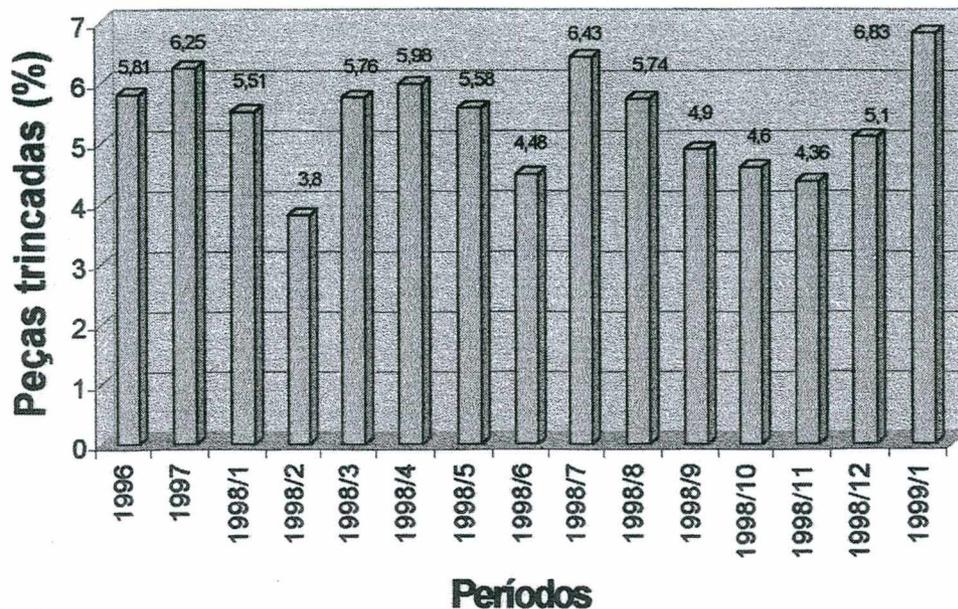


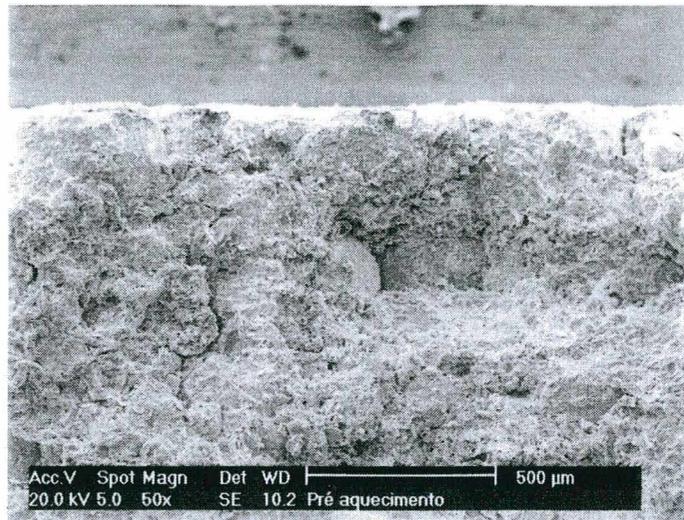
Figura 21 Perdas de substrato na Cccrisa, unidade 2, em meses de produção reduzida.

4.7 Efeito dos Parâmetros de Processo sobre a Ocorrência de Trincas de Resfriamento

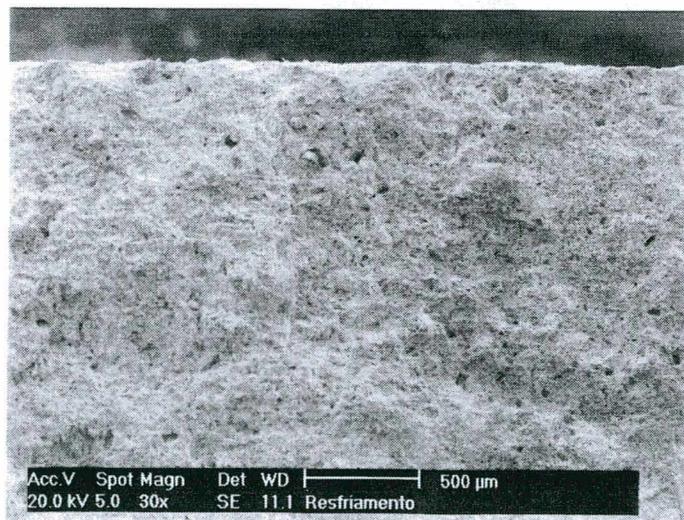
Pela análise comparativa das tabelas anteriores, nota-se que os efeitos significativos sobre o número de peças trincadas são causados pela variação do teor de quartzo livre e pela modificação da curva de queima.

Pode-se notar também através de uma análise microestrutural, as características diferenciadas das superfícies de fratura nas trincas de pré-aquecimento e de resfriamento, **Figura 22**. Na trinca de pré-aquecimento, a superfície é rugosa, podendo-se observar a presença de grãos inteiros e de espaços vazios, que podem estar relacionados a uma compactação insuficiente, **Figura 22a**. Nas trincas de resfriamento, a superfície é lisa, **Figura 22b**, podendo-se observar a presença

de grãos de quartzo, **Figura 22c**, que podem ter sido a origem da trinca, devido à transformação de quartzo β para α , durante o resfriamento.

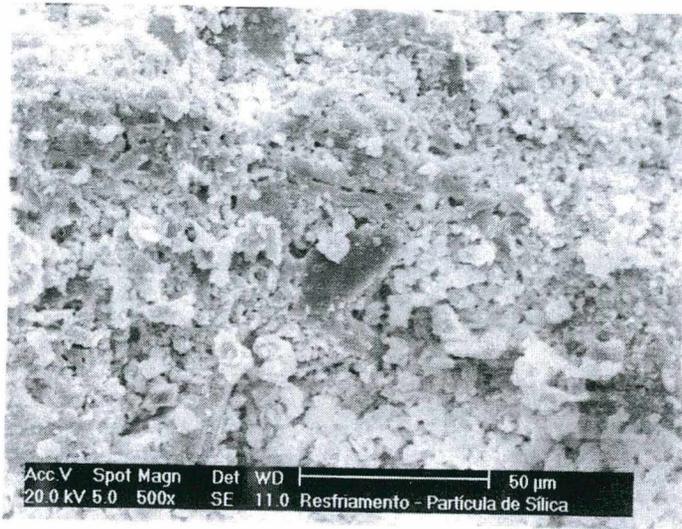


(a)



(b)

Figura 22 Superfícies de fratura de trincas de (a) pré-aquecimento, (b) resfriamento.



(c)

Figura 22 (cont.) Superfícies de fratura de trincas e (c) resfriamento (detalhe).

Nesta pesquisa, no entanto, o percentual de peças trincadas observadas foi inferior à média registrada pela empresa nos últimos anos. Uma possível causa está relacionada ao procedimento de avaliação utilizado nos experimentos, o qual é distinto da avaliação na produção. Nos experimentos, foi selecionada uma prensa entre onze, e um entre dois fornos, os quais apresentavam uma menor variabilidade na qualidade de seus produtos. Além disso, a avaliação das peças trincadas foi feita manualmente, sem passar pelo processo normal que inclui além do manuseio do operador uma etapa de avaliação mecânica.

6 Referências Bibliográficas

- ALBERO, J. L. Amorós. *Defectos de Fabricacion de Pavimentos y Revestimientos Cerámicos*. Valencia: Instituto de Tecnología Ceramica, Universitat de Valencia, 1985
- BIFFI, Giovanni. *Difetti di Fabbricazione delle Piastrelle*. Faenza: Faenza Editrice, 1987.
- ESCARDINO, A.; ALBARO, J. L. A.; ORTS, M. J.; BAGAN, V. “A Operação de Prensagem na Fabricação de Pavimentos por Monoqueima.. Influência da Natureza do Pó de Prensagem sobre as Propriedades das Peças a Cru”, *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.*, 27 [5] (1988), 273-282.
- GUERRIERI, Giuliano; CARNEVALI, Gianfranco. *A Tecnologia de Produção na Indústria de Pisos e Azulejos*. São Paulo, Ed., 1998.
- ICON – Industrial Conventos. *Catálogo de Prensas*. Criciúma: ICON, 1975
- KUME, Hitochi. *Métodos Estatísticos para Melhoria da Qualidade*. São Paulo, Ed. , 1993.
- NAVARRO, J. E. Enrique, ALBARO, J. L. Amorós, FUSTER, M. Mongo. *Tecnología de la Fabricación Cerámica*. Vol. 4: Secado y Cocción. Valencia: Instituto de Química Tecnica, Universitat de Valencia, 1985.
- NAVARRO, J. E. Enrique, *Tecnología de la Fabricación Cerámica*. Vol. 3: Preparación da Pastas y Processos de Formación de Pieza. Valencia: Instituto de Química Tecnica, Universitat de Valencia, 1986.
- NAVARRO, J. E. Enrique, *Tecnología de la Fabricación Cerámica*. Vol. 2: Pastas Cerámicas. Valencia: Instituto de Química Tecnica, Universitat de Valencia, 1986.
- NAVARRO, J. E. Enrique, *Tecnología de la Fabricación Cerámica*. Vol. 1: Introdução a la Tecnología Ceramica – Matérias Primas Cerámicas. Valencia: Instituto de Química Tecnica, Universitat de Valencia, 1984.
- PAGANELLI, Mariano. *Comunicação pessoal*. 1999.
- PAGANELLI, Mariano. *I meccanismi chimico-fisici, cinetici e termodinamici alla base di processi di cottura delle piastrelle ceramiche*. Modena, Università di Modena, 1998.
- PALMONARI, Carlo. *Ceramic Tiles the International Standards*. S. loc., Ed. Inter.CERLabs, 1995.
- REED, J. S. *Principles of Ceramic Processing*. 2nd. Ed. New York: Wiley/Interscience, 1995.
- SEBASTIÀ, Amparo C. e RENAU, Rafael G. *Apuntes de Operaciones Básicas en la Fabricación de Pavimentos y Revestimientos Cerámicos*. Castellon: Instituto de Formacion Profesional, 1991.
- SINGER, F.; SINGER, S. S. *Industrial Ceramics*. London: Chapman and Hall, 1971.

7 Anexo

7.1 Cálculo de incertezas de medição

Tabela A1 Resistência mecânica pós-queima (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Teor de quartzo livre (%)	4,5	6,4	13,2
Média	13,538	12,992	14,348
Desvio padrão	1,262	1,444	1,361
Nº de amostras	100	100	100
Desvio padrão da média (Dpm)	0,126	0,144	0,136
t de Student (95% confiabilidade)	0,196	0,396	0,596
t.Dpm	0,247	0,572	0,811
Valor da grandeza	13,5	13,0	14,4
Incerteza de medição (+/-)	0,2	0,6	0,8

Tabela A2 Densidade aparente (Mg/m³).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
Média	1,893	1,893	1,893
Desvio padrão	0,026	0,017	0,005
Nº de amostras	4	4	4
Desvio padrão da média (Dpm)	0,013	0,009	0,003
t de Student (95% confiabilidade)	3,18	3,18	3,18
t.Dpm	0,042	0,027	0,008
Valor da grandeza	1,89	1,89	1,89
Incerteza de medição (+/-)	0,04	0,03	0,01

Tabela A3 Expansão pós-prensagem (%).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
<i>Média</i>	0,631	0,655	0,662
<i>Desvio padrão</i>	0,063	0,053	0,052
<i>Nº de amostras</i>	21	21	21
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,014	0,012	0,011
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,08	2,08	2,08
<i>t.Dpm</i>	0,029	0,024	0,023
<i>Valor da grandeza</i>	0,63	0,66	0,66
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,03	0,02	0,02

Tabela A4 Resistência mecânica a verde (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
<i>Média</i>	1,445	1,442	1,468
<i>Desvio padrão</i>	0,420	0,202	0,281
<i>Nº de amostras</i>	20	20	20
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,094	0,045	0,062
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,209	0,209	0,209
<i>t.Dpm</i>	0,196	0,094	0,131
<i>Valor da grandeza</i>	1,4	1,4	1,5
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,2	0,1	0,1

Tabela A5 Resistência mecânica a seco (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
<i>Média</i>	2,222	2,246	2,264
<i>Desvio padrão</i>	0,394	0,402	0,160
<i>Nº de amostras</i>	5	5	5
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,176	0,180	0,071
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,278	0,278	0,278
<i>t.Dpm</i>	0,490	0,500	0,199
<i>Valor da grandeza</i>	2,2	2,2	2,3
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,5	0,5	0,2

Tabela A6 Retração de secagem (%).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
<i>Média</i>	0,055	0,092	0,078
<i>Desvio padrão</i>	0,017	0,055	0,069
<i>Nº de amostras</i>	10	10	10
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,006	0,018	0,022
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,26	2,26	2,26
<i>t.Dpm</i>	0,012	0,040	0,049
<i>Valor da grandeza</i>	0,05	0,09	0,08
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,01	0,04	0,05

Tabela A7 Absorção d'água (%).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
<i>Média</i>	22,926	22,438	22,173
<i>Desvio padrão</i>	0,468	0,467	0,607
<i>Nº de amostras</i>	9	9	9
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,156	0,156	0,202
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,31	2,31	2,31
<i>t.Dpm</i>	0,360	0,359	0,468
<i>Valor da grandeza</i>	22,9	22,4	22,2
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,4	0,4	0,5

Tabela A8 Resistência mecânica pós-queima (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
<i>Média</i>	14,025	13,283	13,150
<i>Desvio padrão</i>	1,116	1,949	1,149
<i>Nº de amostras</i>	100	100	100
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,111	0,194	0,114
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,196	0,196	0,196
<i>t.Dpm</i>	0,218	0,382	0,225
<i>Valor da grandeza</i>	14,0	13,3	13,2
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,2	0,4	0,2

Tabela A9 Resistência mecânica pós-queima (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Resíduo # 325 (%) / Tempo de moagem (h)	2,2 / 16	5,2 / 10	6,8 / 8
<i>Média</i>	14,025	13,283	13,1501
<i>Desvio padrão</i>	1,116	1,949	1,1491
<i>Nº de amostras</i>	100	100	100
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,111	0,194	0,114
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,196	0,196	0,196
<i>t.Dpm</i>	0,218	0,382	0,225
<i>Valor da grandeza</i>	14,0	13,3	13,2
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,2	0,4	0,2

Tabela A10 Resistência mecânica pós-queima (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Umidade do atomizado (%)	4,8	6,0	7,4
<i>Média</i>	1,887	1,927	1,909
<i>Desvio padrão</i>	0,008	0,013	0,014
<i>Nº de amostras</i>	5	5	5
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,004	0,006	0,006
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,78	2,78	2,78
<i>t.Dpm</i>	0,010	0,016	0,017
<i>Valor da grandeza</i>	1,89	1,93	1,91
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,01	0,02	0,02

Tabela A11 Expansão pós-prensagem (%).

Níveis	T-	To	T+
Umidade do atomizado (%)	4,8	6,0	7,4
<i>Média</i>	0,760	0,689	0,565
<i>Desvio padrão</i>	0,021	0,023	0,023
<i>Nº de amostras</i>	20	13	20
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,005	0,006	0,005
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,09	2,09	2,09
<i>t.Dpm</i>	0,010	0,013	0,011
<i>Valor da grandeza</i>	0,76	0,69	0,56
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,01	0,01	0,01

Tabela A12 Resistência mecânica a verde (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Umidade do atomizado (%)	4,8	6,0	7,4
<i>Média</i>	1,294	1,316	1,517
<i>Desvio padrão</i>	0,171	0,320	0,230
<i>Nº de amostras</i>	12	12	20
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,0496	0,0924	0,051
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,22	0,22	0,209
<i>t.Dpm</i>	0,109	0,203	0,107
<i>Valor da grandeza</i>	1,3	1,3	1,5
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,1	0,2	0,1

Tabela A13 Resistência mecânica a seco (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Umidade do atomizado (%)	4,8	6,0	7,4
<i>Média</i>	1,665	1,974	2,477
<i>Desvio padrão</i>	0,289	0,433	0,377
<i>Nº de amostras</i>	4	4	4
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,145	0,2168	0,188
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,318	0,318	0,318
<i>t.Dpm</i>	0,461	0,689	0,600
<i>Valor da grandeza</i>	1,7	1,9	2,5
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,5	0,7	0,6

Tabela A14 Retração de secagem (%).

Níveis	T-	To	T+
Umidade do atomizado (%)	4,8	6,0	7,4
<i>Média</i>	0,055	0,060	0,064
<i>Desvio padrão</i>	0,035	0,030	0,055
<i>Nº de amostras</i>	16	16	16
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,009	0,008	0,014
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,14	2,14	2,14
<i>t.Dpm</i>	0,019	0,016	0,029
<i>Valor da grandeza</i>	0,06	0,06	0,06
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,02	0,02	0,03

Tabela A15 Absorção d'água (%).

Níveis	T-	To	T+
Umidade do atomizado (%)	4,8	6,0	7,4
<i>Média</i>	22,330	21,740	20,600
<i>Desvio padrão</i>	0,408	0,967	0,678
<i>Nº de amostras</i>	10	10	10
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,129	0,306	0,214
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,26	2,26	2,26
<i>t.Dpm</i>	0,292	0,691	0,485
<i>Valor da grandeza</i>	22,3	21,7	20,6
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,3	0,7	0,5

Tabela A16 Resistência mecânica pós-queima (MPa).

Níveis	T-	To	T+
Umidade do atomizado (%)	4,8	6,0	7,4
<i>Média</i>	14,142		14,191
<i>Desvio padrão</i>	1,466		1,333
<i>Nº de amostras</i>	2,500		2,500
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,293		0,266
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,206		0,206
<i>t.Dpm</i>	0,604		0,549
<i>Valor da grandeza</i>	14,1	14,2	14,2
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,6	0,55	0,5

Tabela A17 Densidade aparente (Mg/m³).

Níveis	T-	To	T+
Pressão de compactação (MPa)	32	42	57
<i>Média</i>	1,938	1,975	2,006
<i>Desvio padrão</i>	0,008	0,026	0,016
<i>Nº de amostras</i>	5	5	5
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,004	0,012	0,007
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,78	2,78	2,78
<i>t.Dpm</i>	0,010	0,032	0,020
<i>Valor da grandeza</i>	1,94	1,98	2,00
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,01	0,03	0,02

Tabela A18 Expansão pós-prensagem (%).

Níveis	T-	To	T+
Pressão de compactação (MPa)	32	42	57
<i>Média</i>	0,595	0,628	0,699
<i>Desvio padrão</i>	0,088	0,079	0,068
<i>Nº de amostras</i>	32	32	32
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,016	0,014	0,012
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	1,96	1,96	1,96
<i>t.Dpm</i>	0,030	0,027	0,024
<i>Valor da grandeza</i>	0,59	0,63	0,7
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,03	0,03	0,02

Tabela A19 Resistência mecânica a verde (MPa)

Níveis	T-	To	T+
Pressão de compactação (MPa)	32	42	57
<i>Média</i>	1,8227	1,9523	2,2347
<i>Desvio padrão</i>	0,4247	0,4324	0,4692
<i>Nº de amostras</i>	32	32	32
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,0751	0,0764	0,0829
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,196	0,196	0,196
<i>t.Dpm</i>	0,1472	0,1498	0,1626
<i>Valor da grandeza</i>	1,8	2,0	2,2
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,1	0,1	0,2

Tabela A20 Absorção d'água (%)

Níveis	T-	To	T+
Pressão de compactação (MPa)	32	42	57
<i>Média</i>	22,157	20,257	18,887
<i>Desvio padrão</i>	2,294	0,688	0,611
<i>Nº de amostras</i>	10	10	10
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,725	0,218	0,193
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	2,26	2,26	2,26
<i>t.Dpm</i>	1,639	0,492	0,437
<i>Valor da grandeza</i>	22	20,3	18,9
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	2	0,5	0,4

Tabela A21 Resistência mecânica pós-queima (MPa)

Níveis	T-	To	T+
Pressão de compactação (MPa)	32	42	57
<i>Média</i>	15,696	16,627	17,651
<i>Desvio padrão</i>	1,798	1,599	1,488
<i>Nº de amostras</i>	100	100	100
<i>Desvio padrão da média (Dpm)</i>	0,179	0,159	0,148
<i>t de Student (95% confiabilidade)</i>	0,196	0,196	0,196
<i>t.Dpm</i>	0,352	0,313	0,291
<i>Valor da grandeza</i>	15,7	16,6	17,7
<i>Incerteza de medição (+/-)</i>	0,4	0,3	0,3