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

# MODELAGEM MATEMÁTICA APLICADA AO CONTROLE DIMENSIONAL DE PLACAS CERÂMICAS DE MONOQUEIMA PROCESSADAS POR VIA ÚMIDA

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

## AGENOR DE NONI JUNIOR

FLORIANÓPOLIS, MARÇO-2005

### MODELAGEM MATEMÁTICA APLICADA AO CONTROLE DIMENSIONAL DE PLACAS CERÂMICAS DE MONOQUEIMA PROCESSADAS POR VIA ÚMIDA

AGENOR DE NONI JUNIOR

### ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

ESPECIALIDADE CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS E APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

PROF. DR-ING DACHAMIR HOTZA - ORIENTADOR

PROF. DR. ALEXANDRE LAGO - COORDENADOR DO CURSO

BANCA EXAMINADORA

DR. HAZIM ALI ALQURESHI PRESIDENTE

DR. ANSELMO ORTEGA BOSCHI

DR. JOÃO BATISTA RODRIGUES NETO

Dedico este trabalho aos meus pais Agenor De Noni e Marileia A. De Lorenzi De Noni e a minha noiva Renata Casagrande.

A forma segue a função Le Corbusier

### AGRADECIMENTOS

A Deus por ser o criador de tudo;

Aos meus pais Agenor De Noni e Marileia A. De Lorenzi De Noni pelo presente da minha vida; À minha noiva Renata Casagrande pelo amor, apoio e compreensão em todos os momentos; As minhas irmãs Andiara Cristina De Noni e Andréia Julie De Noni pela paciência;

Ao meu orientador Dr. Dachamir Hotza pela amizade e orientação deste a iniciação científica até o mestrado;

Aos membros da Banca Avaliadora;

- A todos colaboradores da unidade V da Cecrisa Revestimentos Cerâmicos em especial a Amauri Dal Molin e Célio Pisoni;
- A todos colaboradores da unidade III da Eliane Revestimentos Cerâmicos em especial a José Antonio Crepaldi, Adilson Cechinel, Hermes Mariot, Hilson Pereira Menegali;
- Aos colegas professores do Colégio Maximiliano Gaidzinski, Msc. Vilmar Menegon Bristot, Cláudio de Oliveira Modesto, Reginaldo Tassi e Sandra Tassi Mondardo;
- Aos alunos do Colégio Maximiliano Gaidzinski, Ernani Benicá Cardoso, Francine Pereira Menegali, Marilia Alamini e Pâmela Milak;
- Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais;
- Ao secretário do PGMAT, Rogério Antônio Campos, pelo pronto auxílio nas questões burocráticas;
- Ao Senai/CTCmat Centro de Tecnologia em Materiais e seus colaboradores.

### RESUMO

As placas cerâmicas devem ser produzidas dentro de tolerâncias dimensionais estabelecidas por normas. É crescente o uso de técnicas de modelagem matemática com o objetivo de quantificar a influência das variáveis de controle de processo. O modelo desenvolvido leva em consideração variáveis independentes e foi inspirado na teoria da incerteza máxima de medição, equacionado a partir de expansão em série de Taylor. Foram avaliados o material e o processo de duas empresas que produzem revestimentos de monoqueima pelo processo via úmida. O planejamento experimental foi executado avaliandose cada variável individualmente, em condições industriais e laboratoriais. Os ensaios estão baseados em medidas de tamanho, massa e densidade aparente dos corpos-de-provas. A definição dos limites ideais depende do tamanho das peças e da realidade de cada processo, mas pode-se dizer que variações maiores que 50g de massa da peça, 2ºC de temperatura de queima, 0,5% de umidade do pó atomizado e 8 kgf/cm<sup>2</sup> de pressão de compactação aumentam de forma significativa a variação do tamanho final das placas cerâmicas. Para a granulometria, é desejável que as frações classificadas em finos, médios e grossos não sofram variações maiores do que 20%. O retardo de extração foi a variável que apresentou menor influência sobre a variação dimensional.

### ABSTRACT

Ceramic tiles must be produced according to dimensional tolerances established by international standards. The use of mathematical modeling to quantify the influence of the control process variables has increasing in the last decade. The model developed takes into account independent variables, being inspired in the theory of the maximum uncertainty of measurement, using a Taylor's series expansion. The raw materials and processes of two companies that produce floor tiles by the single firing and wet milling route was investigated. The experimental design was done considering each variable individually, in both industrial and laboratoriais conditions. The measurements are based on size, mass and apparent density of the samples. Each plant has its own control limits to be improved and also depending on the tile sizes, but in general it can be said that tile weight variations higher than 50g, firing temperature higher than 2°C, humidity of spray-dryed powder higher than 0.5% and compacting pressure higher than 8 kgf/cm<sup>2</sup> increase significantly the variation range of the ceramic tiles final size. For the spray-dryed powder size distribution (classified into fine, medium and large) it is desirable that each fraction do not vary more than 20%. The extration time presented the lowest influence on the dimensional changes.

# ÍNDICE

1	INT	ſRODUÇÃO	11
2	со	INSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE CERÂMICA	13
3	TIF	POLOGIAS DE PLACAS CERÂMICAS	16
4	PR	OCESSO DE FABRICAÇÃO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS	19
	4 1		19
	4.2		20
	4.3	ESTOCAGEM DE MATÉRIAS-PRIMAS E DOSIFICAÇÃO	21
	4.4	Moagem	22
	4.5	ESTOCAGEM/PENEIRAMENTO	23
	4.6	SECAGEM DA SUSPENSÃO	24
	4.7	ESTOCAGEM DO PÓ ATOMIZADO	26
	4.8	Conformação	28
	4.9	Secagem	32
	4.10	ESMALTAÇÃO.	33
	4.11	Serigrafia	35
	4.12	QUEIMA	36
	4.13	CLASSIFICAÇÃO	39
5	СО	NTROLE DE QUALIDADE	41
6	ME	TODOLOGIA EXPERIMENTAL	44
7	RE	SULTADOS E DISCUSSÃO	49
	7.1	Modelagem Matemática	49
	7.2	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DA MASSA	55
	7.3	DADOS HISTÓRICOS DOS PROCESSOS	58
	7.4	PARÂMETROS EXPERIMENTAIS	64
8	co	NCLUSÃO	77
9	SU	GESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	79
1(	) RE	FERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS	80
1'	1 AN	IEXO	84

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 4.1 Fluxograma de produção de revestimentos cerâmicos de monoqueima por vi	а
úmida	19
Figura 4.2 Pátio de armazenagem de matéria-prima	20
Figura 4.3 Estocagem interna de matéria-prima	21
Figura 4.4 Dosagem e moagem via úmida das matérias-primas	22
Figura 4.5 Esquema do interior do moinho mostrando o movimento de cascata da posiç	ão
A para B <sup>11</sup>	23
Figura 4.6 Tanques e bombeamento da barbitna	24
Figura 4.7 Processo de secagem por atomização utilizando carvão como combustível	25
Figura 4.8 Etapas da secagem e granulação de suspensões cerâmicas em spray-dryer <sup>2</sup>	<sup>23</sup> 26
Figura 4.9 Silos para estocagem de pó atomizado e peneira	27
Figura 4.10 Silos para estocagem de pó atomizado. Operação de carga (1) e	
descarga(2) <sup>26</sup>	28
Figura 4.11 Esquema de uma prensa industrial	29
Figura 4.12 Esquema representativo do ciclo de prensagem contemplando as etapas de	9
carregamento (1), prensagem (2), extração (3) e carregamento (4) <sup>19</sup>	29
Figura 4.13 Microscopia Eletrônica de varredura do compactado cru <sup>33</sup>	31
Figura 4.14 Diagramas de compactação <sup>19</sup>	32
Figura 4.15 Representação esquemática de um secador horizontal	33
Figura 4.16 Representação clássica da linha de esmaltação e serigrafia	34
Figura 4.17 Representação esquemática de um forno a rolos	37
Figura 4.18 Diagrama de gresificação de massa para revestimentos semi-porosos em	
diferentes condições de densidade aparente <sup>38</sup>	39
Figura 4.19 Curva de dilatação térmica linear de duas formulações de massa	39
Figura 4.20 Esquema da máquina de escolha e paletização	40
Figura 5.1 Exemplos de gráficos de controle <sup>45</sup> .	42
Figura 5.2 Malha de controle para o processo de fabricação de placas cerâmicas	42
Figura 6.1 Representação do planejamento experimental da granulometria	45
Figura 7.1 Representação da esquemática da estimativa de parâmetros de controle de	
processo	49
Figura 7.2 Representação do cálculo da Eq. 7.3	50
Figura 7.3 Representação gráfica da Eq. 7.4	51

Figura 7.4 Analise térmica diferencial (ATD) e da termogravimetria (TG) para as fábricas A
e B
Figura 7.5 Dilatação térmica linear para as fábricas A e B
Figura 7.6 Microscopia ótica das placas cerâmicas, fábrica A e B57
Figura 7.7 Dados históricos de distribuição granulométrica do processo e regiões
experimentais para as fábricas A e B 58
Figura 7.8 Comparação entre o tamanho das regiões experimentas de granulometria para
as fábricas A e B
Figura 7.9 Dados históricos de umidade do pó atomizado do processo e distribuições
normais para as Fábricas A e B60
Figura 7.10 Comparação entre as curvas de distribuição normal de umidade das fábricas A
e B60
Figura 7.11 Dados históricos de massa da peça do processo e distribuições normais para
as fábricas A e B61
Figura 7.12 Comparação entre as curvas de distribuição normal de massa das fábricas A e
В61
Figura 7.13 Histograma de freqüência percentual e distribuição normal da variação natural
de pressão de compactação para o equipamento da fábrica B
Figura 7.14 Histograma de freqüência e distribuição normal da temperatura máxima de
queima, inferior e superior, fábrica B63
Figura 7.15 Diagrama de gresificação, Fábricas A e B67
Figura 7.16 Diagrama da densidade aparente em função da umidade, caso real 68
Figura 7.17 Diagrama da densidade aparente em função da umidade, caso hipotético 69
Figura 7.18 Contribuição percentual, das variáveis estudadas, sobre a variação
dimensional das fábricas A e B71
Figura 7.19 Exemplo das cartas de controle geradas pela simulação em planilha eletrônica
Figura 7.20 Histograma de freqüência e curva normal para o tamanho final, Lf, Fábrica B
bitola 30x3073
Figura 7.21 Curva de distribuição normal para o tamanho final, Lf, fábricas A e B,
condições C1 e C273
Figura 7.22 Gráfico de colunas para o intervalo de variação do tamanho final, $\Delta L$ , para as 6
condições simuladas76

# ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1 Tolerâncias geométricas admitidas pelas normas ISO13006 <sup>25</sup> e NBR 13818 <sup>11</sup> .18	;
Tabela 6.1 Valores das composições granulométricas testadas	ì
Tabela 6.2 Valores de umidade do pó atomizado, pressão de compactação e temperatura	
de queima dos ensaios laboratoriais46	;
Tabela 6.3 Condições experimentais das provas industriais	,
Tabela 6.4 Condições experimentais das corridas realizadas48	;
Tabela 7.1 Análise química das formulações de matéria-prima, fábrica A e B55	;
Tabela 7.2 Distribuição de tamanho de partículas57	,
Tabela 7.3 Resumo estatístico dos dados de umidade do pó atomizado e massa das peças	
para as fábricas A e B60	)
Tabela 7.4 Nível de qualidade dimensional de produção63	;
Tabela 7.5 Relações qualitativas entre as variáveis de controle e a suas influências ao	
longo do processo, fábricas A e B64	ļ
Tabela 7.6 Parâmetros do modelo obtidos experimentalmente	;
Tabela 7.7 Variação dimensional dL em função da variação da granulometria, fábricas A e	
B69	)
Tabela 7.8 Variação dimensional, dL, em função do intervalo de variação, dx, das variáveis	
de controle, fábricas A e B71	
Tabela 7.9 Intervalo de variação do tamanho final, $\Delta L$ , fábricas A e B, para diferentes	
condições de simulação74	ļ
Tabela 7.10 Intervalo de controle das variáveis na condição C3	;

### LISTA DE SIMBOLOS

- *Lf* Comprimento final da placa cerâmica (mm)
- $\Delta L$  Intervalo de variação do comprimento final da placa cerâmica (mm)
- *dL* Intervalo de variação do comprimento final da placa cerâmica provocada por uma variável individual (mm)
- *dl*<sub>vna</sub> Intervalo de variação do comprimento final da placa cerâmica provocada pelas variáveis não assinaláveis (mm)
- Li Comprimento da caixa matriz da prensa (mm)
- *Ex* Expansão da placa cerâmica após a prensagem
- Rs Retração da placa cerâmica após a secagem
- Rq Retração da placa cerâmica após a queima
- D Densidade aparente da placa cerâmica após a secagem (kg/m<sup>3</sup>)
- P Pressão de conformação (Kgf/cm2)
- M- Massa da placa cerâmica (Kg)
- *E* Retardo de extração (s)
- *G* Granulometria do pó atomizado
- U-Umidade do pó atomizado (%)
- *T* Temperatura máxima de queima (°C)

## 1 INTRODUÇÃO

Segundo dados da Anfacer<sup>1</sup> o setor cerâmico brasileiro é responsável por aproximadamente 1% do PIB, o que correspondeu um faturamento de 15,6 bilhões de reais em 2003. A cerâmica de revestimentos de parede (azulejo) e pavimento (piso), foi responsável por 27% deste total. A produção neste mesmo ano foi de 534 milhões de metros quadrados. A região sudeste foi responsável por 63% da produção, ao passo que a região sul participou com aproximadamente 30%. No mercado internacional o Brasil destaca-se como o quarto maior produtor mundial, depois de China, Itália e Espanha. Com relação ao consumo, o Brasil ocupa o segundo lugar, atrás apenas da China. Sua participação nas exportações é de aproximadamente 4%.

Em linhas gerais, os revestimentos e pavimentos cerâmicos são produzidos geralmente a partir de silicatos de alumínio de diversas formas (argila, feldspato, talco), quartzo, carbonatos entre outros<sup>2,3</sup>. O processamento de materiais a partir do pó é a técnica empregada. As etapas de preparação do pó, conformação e sinterização são executadas na mesma planta industrial para a grande maioria das empresas. Em alguns casos a jazida também está localizada na unidade industrial

Os requisitos de qualidade são estabelecidos por normas nacionais (NBR13818)<sup>4</sup> e internacionais (ISO 13006)<sup>5</sup>. Um desses requisitos está relacionado com a uniformidade dimensional das placas. Dentro da faixa de tolerância permitida para a comercialização dos produtos, os fabricantes estabelecem outras categorias de tamanho, geralmente 3, e classificam os tamanhos em pequeno (P), médio (M) e grande (G). A variação dimensional permitida dentro de cada categoria depende de cada fabricante mas normalmente é de 1,0 ou 1,2 mm. O desafio do controle dimensional está relacionado em obter a maior quantidade possível de peças dentro da categoria médio.

Apesar de não desclassificar propriamente o produto, as categorias pequeno e grande normalmente estão associadas a um aumento nos estoques de produto. Uma vez que existe demanda por determinada categoria de tamanho, a programação da produção deverá ser feita considerando que uma parte dela estará fora da especificação, havendo a necessidade de se produzir maior número de peças.

O tamanho final de uma placa cerâmica é o resultado das variações dimensionais que ela sofre ao longo do processo, desde sua conformação até a queima. Estas variações estão associadas a: tamanho da matriz de conformação, expansão pós-conformação, retração de secagem e retração de queima. Cada um destes fatores sofre influência de características tanto do material quanto do processamento. Qualitativamente, os técnicos das fábricas conhecem como um conjunto de fatores faz variar, para mais ou para menos, o tamanho final das peças. Melchiades et all<sup>6,7</sup>, relata que o fator mais relevante a ser controlado para se

produzir peças com uniformidade dimensional é a retração linear de queima através do controle da densidade aparente das peças secas e da temperatura de queima. Outros trabalhos da literatura apontam este mesmo caminho<sup>8,9</sup>.

Diferentes tipologias de produto apresentam diferentes pontos críticos de controle das variáveis que influenciam a variação dimensional. Esta diferenciação está diretamente ligada a porosidade do material depois da queima. Para revestimentos porosos de monoqueima, classe BIII, o fator crítico de controle está relacionado à falta de uniformidade na distribuição das temperaturas nas zonas de pré-aquecimento do forno (entre 800 e 950°). Nos casos de pavimentos gresificados de massa vermelha ou branca, classe BII, os pontos críticos apontados se referem às variações na densidade aparente das peças secas e na temperatura na zona de queima. Para pavimentos porcelânicos, classe BI, o ponto crítico apontado se refere às variações na densidade aparente das peças secas<sup>9</sup>.

Nos trabalhos mais recentes<sup>9,10</sup> sobre variação dimensional têm aumentado o uso de técnicas de modelagem matemática com o objetivo de quantificar as influências das variáveis críticas de controle. Uma vez que o sistema é quantificado as ações de controle tendem a ser mais precisas e o incremento na qualidade dos produtos cerâmicos cada vez maior. Dada complexidade do sistema, os pesquisadores têm optado por ajustes dos dados experimentais a modelos polinomiais, exponenciais ou logarítmicos ao invés de modelos fenomenológicos.

A proposta de estudo desta problemática, utilizando modelagem matemática, tem como objetivos: quantificar a influência que um determinado conjunto de variáveis exerce sobre a variação do comprimento final de peças cerâmicas de monoqueima, não esmaltada, processada por via úmida; condensar no modelo todas as variáveis consideras, para se seja possível a estimativa do comprimento final de uma placa cerâmica; efetuar simulações, com base em dados industriais que considerem o efeito das variáveis oscilando de forma simultânea; e partir dai, verificar e/ou definir novos intervalos de controle das variáveis de processo que proporcionem maior robustez quanto à variação dimensional.

O modelo leva em consideração variáveis independentes e foi inspirado na teoria da incerteza máxima de medição, equacionado a partir expansão em série de Taylor. Cada termo da série foi determinado a partir de dados experimentais, ajustados a modelos matemáticos polinomiais.

## 2 CONSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE CERÂMICA

Este capítulo contém informações extraídas das referências 11 à 16. A palavra cerâmica vem do grego "keramos" que significa coisa queimada. Em 5.000 a.C já se produziam artefatos de cerâmica a partir de argilas. Em 3.500 a.C surgiu o torno de oleiro; em 1.000 a.C, a porcelana chinesa. A partir do século 18, os materiais cerâmicos começaram a ser compreendidos e desenvolvidos de forma mais intensa<sup>11</sup>. Partindo da colagem e extrusão, hoje considerados tradicionais, até a automação da produção e o uso de matérias-primas sintéticas com o desenvolvimento de cerâmicas com propriedades ótimas e elétricas.

Numa definição clássica os materiais cerâmicos são: "minerais de composição inconstante e pureza duvidosa, expostos a um tratamento térmico não-mensurável, que dura o suficiente para permitir que reações desconhecidas ocorram de modo incompleto, formando produtos heterogêneos e não-estequiométricos"<sup>12</sup>. Na definição moderna "materiais cerâmicos são compostos sólidos formados pela aplicação de calor, algumas vezes calor e pressão, constituídos por ao menos: um metal e um sólido elementar não-metálico ou um não-metal; dois sólidos elementares não-metálicos; ou um sólido elementar não-metálico e um não-metal"<sup>13</sup>.

Os materiais cerâmicos são fabricados a partir de matérias-primas naturais e sintéticas. As naturais mais utilizadas industrialmente são: argila, caulim, quartzo, feldspato, filito, talco, calcita, dolomita, magnesita, cromita, bauxita, grafita e zirconita. As sintéticas incluem, entre outras, alumina sob diferentes formas (calcinada, eletrofundida e tabular); carbeto de silício e produtos químicos inorgânicos os mais diversos. Em geral, pode-se dizer que para produção de cerâmica aplica-se uma determinada tecnologia de processamento para se desenvolver determinada estrutura dos materiais e como conseqüência produzir propriedades de interesse para à aplicação necessária. Estes três fatores associados determinam as vias do desenvolvimento da indústria cerâmica. Trata-se de um setor abrangente que pode ser dividido em:

<u>CERÂMICA VERMELHA</u> - materiais com coloração avermelhada empregados na construção civil (tijolos, blocos, telha e tubos cerâmicos / manilhas) e também argila expandida (agregado leve), utensílios domésticos e adorno.

<u>CERÂMICA TRADICIONAL OU MATERIAIS DE REVESTIMENTO</u> - materiais usados na construção civil para revestimento de paredes, piso e bancadas tais como azulejos, placas ou ladrilhos para piso e pastilhas.

<u>CERÂMICA BRANCA</u> – tradicionalmente constituídos por um corpo branco e em geral recobertos por uma camada vítrea transparente: louça sanitária; louça de mesa; isoladores elétricos para linhas de transmissão e de distribuição; cerâmica técnica para fins diversos, tais como: químico, elétrico, térmico e mecânico.

<u>MATERIAIS REFRATÁRIOS</u> - este grupo compreende uma gama grande de produtos, que têm como finalidade suportar temperaturas elevadas, revestimentos de fornos, nas condições específicas de processo e operação, que, em geral, envolvem esforços mecânicos, ataques químicos, variações bruscas de temperatura e outras solicitações. São materiais geralmente constituídos por: sílica, sílica-alumina, alumina, mulita, magnésia-crômia, carbeto de silício, grafita, carbono, zircônia e zirconita.

ISOLANTES TÉRMICOS - os produtos deste segmento podem ser classificados em:

- Refratários isolantes que se enquadram no segmento de refratários;
- Isolantes térmicos não refratários, compreendendo produtos tais como vermiculita expandida, sílica diatomácea, diatomito, silicato de cálcio, lã de vidro, lã de escória e lã cerâmica, que são obtidos por processos distintos do item anterior e que podem ser utilizados, dependendo do tipo de produto, até 1100°C;
- Fibras ou lãs cerâmicas que apresentam características físicas semelhantes às citadas no item anterior, porém apresentam composições tais como sílica, sílica-alumina, alumina e zircônia, que dependendo do tipo, podem chegar a temperaturas de utilização de 2000°C ou mais.

*FRITAS E CORANTES* - Estes dois tipos de produtos são importantes matérias-primas para diversos segmentos cerâmicos cujos produtos requerem determinados acabamentos.

- Frita (ou vidrado fritado) é um vidro moído produzido partir da fusão da mistura de diferentes matérias-primas. Este material constitui os esmaltes cerâmicos que são aplicados na superfície de corpos cerâmicos ou metálicos, que, após a queima, adquirem aspecto vítreo. Este acabamento tem por finalidade aprimorar a estética, tornar a peça impermeável e aumentar a resistência mecânica e a corrosão.
- Pigmentos são constituídos por óxidos puros ou pigmentos inorgânicos sintéticos obtidos a partir da mistura de óxidos ou de seus compostos. A obtenção geralmente

envolve a mistura das matérias-primas, calcinação e moagem. Os corantes são adicionados aos vidrados ou aos corpos cerâmicos para conferir-lhes colorações das mais diversas tonalidades e efeitos.

<u>ABRASIVOS</u> - Parte da indústria de abrasivos, por utilizarem matérias-primas e processos semelhantes ao da cerâmica, constitui-se num segmento cerâmico. Entre os produtos mais conhecidos podemos citar o óxido de alumínio eletrofundido e o carbeto de silício. São geralmente destinados a operações de polimento em rochas ornamentais, porcelanatos, metais, madeira e outros.

<u>VIDRO. CIMENTO E CAL</u> - São três importantes segmentos cerâmicos e que, por suas particularidades, são muitas vezes considerados à parte da cerâmica.

<u>CERÂMICA DE ALTA TECNOLOGIA / CERÂMICA AVANÇADA</u> - O aprofundamento dos conhecimentos da ciência dos materiais proporcionaram o desenvolvimento de novas tecnologias e aprimoramento das existentes nas mais diferentes áreas, como aeroespacial, eletrônica, nuclear e muitas outras e que passaram a surgir materiais com qualidade excepcionalmente elevada. Tais materiais passaram a ser desenvolvidos a partir de matérias-primas sintéticas de altíssima pureza e por meio de processos rigorosamente controlados.

Eles são classificados de acordo com suas funções em: eletroeletrônicas, magnéticas, ópticas, químicas, térmicas, mecânicas, biológicas e nucleares. Como alguns exemplos, podese citar: naves espaciais, satélites, usinas nucleares, implantes em seres humanos, aparelhos de som e de vídeo, suportes de catalisadores para automóveis, sensores (umidade, gases e outros), ferramentas de corte, brinquedos, acendedores de fogão, etc.

### 3 TIPOLOGIAS DE PLACAS CERÂMICAS

Este capítulo contém informações extraídas das referências 4,15,16,17. Entende-se por placas cerâmicas aqueles produtos confeccionados a partir de materiais cerâmicos e que são destinados ao revestimento de paredes e pisos. A produção pode ser realizada a partir de diferentes operações unitárias:

- Processo de moagem: via úmida (moagem do material em suspensão aquosa) ou via seca (moagem do material a seco).
- Processo de conformação: via extrusão (A), compactação (B), colagem (C)
- Processo de queima: biqueima (duas queimas, a primeira para queimar somente o suporte e a segunda para queimar o esmalte); monoquema (um único processo térmico que queima simultaneamente o suporte e o esmalte); terceira queima (processo aplicado a peças com decorações especiais realizadas sobre produtos já manufaturados, seja por monoqueima ou biqueima). O processo de biqueima pode ser dividido em: biqueima tradicional (utilização de fornos tipo túnel nos dois processos térmicos); biqueima rápida (utilização de pelo menos um forno a rolo, normalmente aplicado na segunda queima). Já a monoqueima subdivide-se em monoqueima porosa, ou monoporosa (fabricação de placas para parede) e monoqueima gresificada, ou simplesmente monoqueima (fabricação de placas para pavimentos). Na terceira queima a classificação pode ser feita de acordo com o tipo de técnica decorativa.

A norma NBR 13818<sup>4</sup> classifica os produtos conforme suas propriedades finais, tais como:

- Resistência ao desgaste (classificação que determina o número de ciclos de desgaste, via esferas padronizadas de aço, suportado pelo material, e que faz referência à especificação do local de utilização):
  - PEI 0 uso para parede;
  - PEI 1 banheiros residenciais;
  - PEI 2 ambientes residenciais exceto entradas;
  - PEI 3 cozinhas, halls, sacadas e quintais;
  - PEI 4 hotéis, show rooms, salões de vendas;
  - PEI 5 shoppings, aeroportos, passagens públicas, padarias e lanchonetes.

 Absorção de água (classificação que determina a quantidade percentual de água absorvida por unidade de massa seca do produto):

grupo la - menor que 0,5%; grupo lb - de 0,5 a 3%; grupo lla - de 3 a 6%; grupo llb - de 6 a 10%; grupo lll - maior que 10%.

 Resistência mecânica à flexão (classificação que determina a carga máxima suportada pela peça, em experimento denominado ensaio de flexão de três pontos):

Ia - 350 a 500 kgf/cm<sup>2</sup>; Ib - 300 a 450 kgf/cm<sup>2</sup>; IIa - 220 a 350 kgf/cm<sup>2</sup>; IIb e III - 150 a 220 kgf/cm<sup>2</sup>.

 Resistência a manchas (classificação que dertermina a maior ou menor facilidade na remoção de manchas da superfície do material):

classe 1 - impossibilidade de remoção da mancha; classe 2 - mancha removível com ácido clorídrico; classe 3 - mancha removível com produto de limpeza forte; classe 4 - mancha removível com produto de limpeza fraco; classe 5 - máxima facilidade de remoção de manchas.

 Resistência ao ataque químico (classificação que determina a estabilidade química da superfície do material):

classe A - resistência química elevada; classe B - resistência química média; classe C - resistência química baixa.

 Características geométricas. Dois aspectos estão relacionados com as características geométricas: características dimensionais e características relativas à forma das peças. A Tabela 3.1 apresentas as tolerâncias geométricas admitidas pela norma ISO13006<sup>25</sup> e NBR 13818<sup>11</sup>.

Característica	Classes E	Bla, Blb, B	lla, Bllb, S	Classe BIII		
Geométrica	S < 90	90 <s<1< td=""><td>190<s<< td=""><td>S&gt;410</td><td>Sem</td><td>Com</td></s<<></td></s<1<>	190 <s<< td=""><td>S&gt;410</td><td>Sem</td><td>Com</td></s<<>	S>410	Sem	Com
		90	410		Espaçador	Espaçador
Tamanho de	± 1,2%	± 1,0%	$\pm$ 0,75%	± 0,6%	L<12cm $\pm 0,75\%$	-0,3% +0,6%
Fabricação					L>12cm $\pm 0,5\%$	
Tamanho Médio	$\pm$ 0,75%	$\pm 0,5\%$	$\pm$ 0,5%	$\pm 0,5\%$	L<12cm ± 0,5%	± 0,25%
					L>12cm $\pm 0,3\%$	
Espessura Média	± 10,0%	± 10,0%	± 5,0%	± 5,0%	± 10,0%	± 10,0%
Retitude dos Lados	± 0,75%	± 0,5%	± 0,5%	± 0,5%	± 0,3%	± 0,3%
Ortogonalidade	± 1,0%	± 0,6%	± 0,6%	± 0,6%	± 0,5%	± 0,3%
Curvatura Central	± 1,0%	$\pm 0,5\%$	$\pm$ 0,5%	$\pm 0,5\%$	-0,3%	-0,2%
					+0,5%	+0,8%
Curvatura Lateral	± 1,0%	± 0,5%	± 0,5%	± 0,5%	-0,3%	-0,2%
					+0,5%	+0,8%
Empeno	± 1,0%	± 0,5%	± 0,5%	± 0,5%	± 0,5%	$S{<}250\pm0,5\%$
						$\texttt{S<250}\pm0,75\%$

Tabela 3.1 Tolerâncias geométricas admitidas pelas normas ISO13006<sup>25</sup> e NBR 13818<sup>11</sup>.

Os limites estabelecidos pela norma correspondem às tolerâncias mínimas exigidas para que o produto possa ser comercializado. Dessa forma, aqueles produtos que não atendem às exigências não deveriam ser comercializados. No mercado, principalmente para os produtos de maior valor agregado, a exigência dos fabricantes com relação aos seus processos supera as exigências da norma. Como exemplo, pode-se destacar a variação do tamanho médio: os fabricantes estabelecem em geral três classes de tamanho dentro dos limites estabelecidos pela norma. Dessa maneira, para uma peça de tamanho 40x40 cm, cuja norma estabelece um tolerância de  $\pm$  0,5% ou  $\pm$  2,05 mm, os fabricantes operam em geral com tolerâncias de  $\pm$  0,5 mm ou  $\pm$  0,6 mm para cada classe de tamanho.

## 4 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Este capítulo contém informações extraídas das referências 2,3,11,17. De maneira geral, o processamento de um material cerâmico é efetuado de acordo com as seguintes etapas: extração das matérias-primas, beneficiamento, conformação, tratamento térmico e acabamento. A seguir, descreve-se mais detalhadamente cada etapa citada para a produção de placas cerâmicas para revestimentos, processadas via úmida pelo processo de monoqueima.

### 4.1 Fluxograma de produção

A Figura 4.1 mostra esquematicamente o fluxograma de produção que em geral se aplica na obtenção de revestimentos cerâmicos por processo de moagem via úmida e monoqueima.



Figura 4.1 Fluxograma de produção de revestimentos cerâmicos de monoqueima por via úmida.

### 4.2 Mineração

Esta seção contém informações extraídas da referência 2, 3, 19. A rota produtiva inicia-se com a extração dos materiais que constituirão a massa das placas cerâmicas. A localização das jazidas é um aspecto que deve se levar em consideração, pois o custo elevado com o transporte pode encarecer o produto. Uma placa de cerâmica tradicional é em geral constituída por argila, quartzo e feldspato. Argilas dão plasticidade à mistura, bem como são formadoras de fases de interesse durante a queima. Quartzo é responsável por facilitar a secagem e conferir estabilidade dimensional durante a queima, em relação a deformações piroplásticas. Feldspato é aplicado como agente fundente formador de fase vítrea<sup>2,3</sup>.

Para atingir os padrões de qualidade desejados as matérias-primas precisam ser homogeneizadas na própria jazida. Uma prática usual entre os fornecedores está relacionada com a formação de grandes lotes para garantir propriedades constantes. Na extração industrial empregam-se tratores de esteira, retro-escavadeiras, pás carregadeiras, etc. O beneficiamento e a homogeneização podem ser feitos na jazida ou no pátio da fábrica. No período de formação do lote, as argilas, principalmente, passam por um processo denominado sazonamento, que corresponde à ação dos agentes do tempo (chuva, vento e sol) sobre a argila, eliminando o excesso de matéria orgânica e sais solúveis. Esta exposição pode se estender por períodos entre um mês e um ano, dependendo do grau de contaminação da argila. A Figura 4.2 é uma representação de um pátio de matéria-prima.



Figura 4.2 Pátio de armazenagem de matéria-prima

#### 4.3 Estocagem de Matérias-Primas e Dosificação

As matérias-primas ao chegarem na empresa são pesadas ainda no caminhão. Em seguida, são levadas até o local de armazenamento, Figura 4.3. A cada novo lote uma amostra de cada matéria-prima é coletada para ensaios de liberação. Os ensaios comumente realizados são:

- Determinação da umidade;
- Resistência mecânica;
- Retração de queima;
- Perda ao fogo;
- Cor de queima.



Figura 4.3 Estocagem interna de matéria-prima

Os ensaios são realizados a partir das matérias-primas moídas, umidificadas, prensadas em laboratório e queimadas no forno industrial. Eventualmente, quando necessário, realizam-se outros ensaios, como por exemplo a determinação da tendência de formação de coração negro. Este ensaio é realizado aplicando-se sobre a peça seca uma camada de esmalte transparente a base de chumbo. O resultado é avaliado visualmente comparando o tamanho da mancha escura formada com um padrão conhecido.

A dosagem é feita no momento que se está realizando a carga a ser alimentada no moinho. O transporte até a balança é realizado por máquinas carregadeiras, Figura 4.4. Um dos principais cuidados a serem tomados nessa etapa diz respeito à correta pesagem dos componentes da formulação, sobretudo dos aditivos empregados em menor proporção.

Variações na composição química das matérias-primas interferem nas características finais das placas cerâmicas. A forma mais comum de contornar este problema está relacionada com a regulagem da temperatura de queima do formo. Em caso das variações serem muito bruscas, de modo a não ser possível ajustes no formo sem prejudicar alguma propriedade,

estuda-se uma maneira de corrigir o problema alterando-se a formulação da massa. O primeiro caso é o que ocorre com maior freqüência.

#### 4.4 Moagem

Nesta seção contém informações extraídas das referências 11, 17 à 22. A moagem é a operação unitária aplicada ao processo cerâmico com o objetivo de reduzir, seja por dispersão ou ruptura, o tamanho de partículas e homogeneizar a formulação de massa. Esta operação pode ser realizada de forma continua ou descontínua, via seca ou via úmida. Cerca de 47% dos revestimentos cerâmicos no Brasil são produzidos via úmida. A suspensão resultante da moagem via úmida é denominada barbotina. A Figura 4.4 mostra um esquema do processo.



Figura 4.4 Dosagem e moagem via úmida das matérias-primas

No processo descontínuo via úmida utiliza-se um moinho de tambor rotativo. Os elementos moedores podem ser bolas de alta-alumina ou pedras tipo seixos em tamanhos variados para proporcionar maior rendimento. Os elementos moedores preenchem aproximadamente 50% do volume aparente do moinho. Os revestimentos dos moinhos podem ser de borracha, pedra ou tijolos de alta-alumina.

Para moagem a úmido em moinho de tambor rotativo, a velocidade angular geralmente é em torno de 50 – 65% da velocidade crítica. A velocidade crítica, determinada matematicamente, representa a velocidade acima da qual a força centrífuga impede o movimento de cascada dos elementos moedores no interior do moinho, o que prejudica a eficiência da moagem. Na Figura 4.5 pode ser visualizado um esquema do interior do moinho mostrando o movimento de cascata da posição A para B.



Figura 4.5 Esquema do interior do moinho mostrando o movimento de cascata da posição A para B<sup>11</sup>.

O processo de moagem pode durar de 3 a 8 horas, dependendo do tipo de formulação de massa. Para grês porcelanato, muitas vezes o tempo excede 10 horas. Os parâmetros controlados são: resíduo de moagem em malha de 44 μm ou 63 μm, tempo de escoamento em Copo Ford nº 4 e densidade aparente da barbotina em picnômetro de 100 ml. Na eventualidade do resíduo ou densidade estarem abaixo do padrão estabelecido, uma nova carga é preparada contento maior densidade e resíduo para compensar a outra fora das especificações. No caso da densidade estar acima do padrão, adiciona-se água. Já se o resíduo estiver maior que o padrão prolonga-se o tempo de moagem. Quando a viscosidade apresenta-se acima do padrão, normalmente se adiciona água.

Juntamente com a carga a ser moída empregam-se agentes defloculantes com o objetivo de reduzir a viscosidade da suspensão. Esta ação torna possível o processamento de suspensões com conteúdo de sólido mais elevado. O defloculante mais empregado, mas não o mais eficiente, é o silicato de sódio.

A granulometria da massa, controlada pelo resíduo de moagem, determina a maior ou menor fundência do material durante a queima. Quanto mais fino, menor o resíduo, mais reativo. A viscosidade e densidade interferem diretamente nas operações de peneiramento, bombeamento e secagem da barbotina.

#### 4.5 Estocagem/Peneiramento

Nesta seção contém informações extraídas da referência 19. Uma vez processada a moagem, o material segue para tanques de homogeneização. A finalidade destes tanques, como o próprio nome sugere, é misturar as cargas de várias bateladas a fim de melhorar o grau

de homogeneização da massa e também possibilitar as correções necessárias às propriedades da barbotina.

Ao sair dos moinhos o material é peneirado antes de chegar aos tanques de agitação. A força motriz para este deslocamento é a ação da gravidade e o ar comprimido injetado dentro dos moinhos. Posteriormente a barbotina é bombeada por bombas de membrana para peneiras vibratórias, semelhantes as anteriores porém com malha mais fechada. Após o peneiramento, o material segue por gravidade até os tanques de serviço, onde então é novamente bombeado para os atomizadores. Este bombeamento é realizado por bombas de pistão confeccionadas em porcelana devido ao caráter abrasivo da massa, Figura 4.6.



Figura 4.6 Tanques e bombeamento da barbitna

### 4.6 Secagem da Suspensão

Nesta seção contém informações extraídas das referências 23, 24 e 25. A secagem da barbotina para a obtenção de um pó com características de granulometria e umidade desejadas é realizada por meio de secadores do tipo spray-dryer, também conhecidos por atomizadores, Figura 4.7.



Figura 4.7 Processo de secagem por atomização utilizando carvão como combustível

Como resultado da secagem, obtém-se granulados (aglomerados) de partículas de tamanhos variados e determinado percentual de umidade. A Figura 4.8. ilustra a evolução da atomização de uma suspensão cerâmica: 1 - formação da gota logo à saída do bico de pulverização, 2 - evaporação do líquido e inchamento (formação de um "balão" interno), nesta fase existe ainda movimentação das partículas sólidas, 3 - explosão provocada pela elevada pressão interna da fase vapor e 4 - formação do aglomerado sólido. O formato esférico possibilita que a massa apresente boa fluidez e trabalhabilidade.

A maioria dos granulados obtidos a partir da atomização de suspensões cerâmicas apresentam um vazio ou cavidade interna. Sua formação se deve fundamentalmente a quatro mecanismos<sup>43</sup>:

- A formação de um filme elástico de baixa permeabilidade ao redor das partículas pulverizadas, que reduz a velocidade de evaporação e origina um aumento da temperatura no interior das partículas atomizadas, provocando o seu "inchamento".
- Presença de sais solúveis, que precipitam na superfície dos grãos após migração para a periferia das partículas e evaporação da água.
- Migração do líquido contendo sólidos insolúveis (caso típico das suspensões argilosas) para a superfície dos grãos atomizados sob ação da capilaridade, com arrastamento das partículas sólidas. A posterior evaporação origina uma porosidade interna no granulado.
- Ar retido na barbotina.





Os principais controles realizados para manter monitoradas as características dos grânulos (umidade e distribuição de tamanho) são: temperatura da câmara de combustão e temperatura da câmara de secagem que controlam principalmente a umidade; desgaste das pastilhas dos bicos pulverizadores que controla principalmente a distribuição de tamanhos; densidade e viscosidade da barbotina e pressão de pulverização que influem conjuntamente o tamanho e a umidade.

### 4.7 Estocagem do Pó Atomizado

Nesta seção contém informações extraídas da referência 26. Após a secagem e granulação, o material segue para silos de estocagem, onde permanece por um determinado tempo com o objetivo de obter a homogeneização da umidade, Figura 4.9. Os silos industriais possuem de 10 a 13 m de altura com capacidades de armazenamento de 60 a 220 toneladas.

A alimentação é feita por correias transportadoras ou elevadores de canecos. Dependendo do sistema de gestão industrial, as fábricas podem operar consumindo o material de um a três silos simultaneamente. O objetivo de trabalhar com maior número de silos é minimizar variações bruscas de umidade e granulometria, melhorando ainda mais a homogeneização do material.

Alguns pesquisadores<sup>9</sup> têm estudado o comportamento dinâmico do pó atomizado durante a carga e a descarga dos silos. Durante a operação de carregamento o problema mais comum é a segregação entre finos e grossos. Os grossos, de maior fluidez e maior umidade, tendem a se concentrar junto as paredes do silo. Os finos tendem a se concentrar no centro, local onde geralmente o material incide após a queda no interior do silo. Durante a descarga, dependendo principalmente do ângulo de saída do cone dosador, o material posicionado no centro do silo tende a ser primeiramente descarregado, caracterizando um sistema de escoamento laminar. A Figura 4.10 apresenta experimentos de carga e descarga de silos piloto onde se observa o comportamento exposto acima.



Figura 4.9 Silos para estocagem de pó atomizado e peneira



Figura 4.10 Silos para estocagem de pó atomizado. Operação de carga (1) e descarga(2)<sup>26</sup>.

### 4.8 Conformação

Nesta seção contém informações extraídas das referências 27-34. Em função de sua produtividade e economia, a compactação por prensagem uniaxial é a técnica de conformação mais empregada na produção de placas cerâmicas. Ela consiste na compactação do pó atomizado contido em uma cavidade rígida, mediante a aplicação de pressão em apenas uma direção axial através de um punção rígido. A cavidade rígida é composta pela base móvel, denominada punção inferior, e pelas paredes, chamadas de matriz do molde. No caso de placas cerâmicas, em função de sua geometria simples, a prensagem uniaxial de ação simples é a técnica comumente empregada. A pressão é aplicada através do punção inferior, os quais permanecem imóveis nesta etapa. Uma vez compactada a placa, o punção superior é retirado e o deslizamento do punção inferior permite a extração da peça do molde. A Figura 4.11 é uma representação de uma prensa industrial.



Figura 4.11 Esquema de uma prensa industrial

O ciclo de compactação normalmente empregado na conformação de placas cerâmicas é constituído pelas seguintes etapas:

- Carregamento do molde;
- Aplicação da primeira prensagem;
- Período de desaeração;
- Aplicação da segunda prensagem;
- Extração da peça.

A Figura 4.12 mostra um esquema representativo do ciclo de prensagem incluindo as etapas de carregamento (1), prensagem (2), extração (3) e carregamento (4).



Figura 4.12 Esquema representativo do ciclo de prensagem contemplando as etapas de carregamento (1), prensagem (2), extração (3) e carregamento (4)<sup>19</sup>.

O pó deve possuir características apropriadas para ser devidamente processado. Tais características são: boa fluidez e empacotamento, para que na etapa de preenchimento do molde a massa rapidamente caia, por gravidade, e preencha todos os espaços necessários de maneira homogênea; umidade e plasticidade para permitir deformações plásticas durante a aplicação da pressão e resistência mecânica principalmente durante a extração da peça e transporte até a etapa seguinte do processo.

Mecanismos de Compactação

Quando uma pressão de compactação é aplicada sobre o pó atomizado contido numa matriz os seguintes fenômenos são observados:

- Uma consolidação permanente do material, ou seja, um aumento na compactação do corpo, que persiste depois de retirada a carga.
- Uma compressão elástica das partículas, ligantes e lubrificantes líquidos, bem como do gás presente no corpo. Esta deformação se desfaz quando a carga é eliminada, sendo a responsável pela expansão do material
- Um fluxo de líquidos e gases através dos poros do corpo por fluxo viscoso
- Atrito entre as partículas e entre estas e as paredes do molde que provoca uma distribuição heterogênea da pressão de compactação no volume do material.

Durante a aplicação da pressão sobre material granular, em especial sobre os pós duros como é o caso dos cerâmicos, a compactação se dá através de três estágios:

 O primeiro estágio corresponde a uma intensa reordenação dos grânulos sem que eles sejam desagregados. Ocorre uma grande redução de volume do material e normalmente, após essa etapa o punção superior, responsável pela aplicação da força, recua levemente antes de prosseguir até o estágio final. Esse recuo do punção corresponde a etapa de desaeração.

 O segundo estágio é caracterizado pela redução do volume e tamanho dos espaços intergranulares por deformação plástica e/ou destruição dos grânulos, dependendo das características mecânicas do grânulo (dureza, deformabilidade, resistência mecânica). Neste mecanismo se inclui o esmagamento de grânulos ocos, geralmente presentes nas massas cerâmicas

 No terceiro estágio ocorre a diminuição de volume e tamanho dos poros intragranulares pelo deslizamento e reordenação das partículas buscando alcançar um empacotamento mais denso. Apesar dos materiais cerâmicos constituírem pós rígidos o sistema argila-água apresenta comportamento plástico, não a nível estrutural de movimentação de discordâncias como nos metais mais pelo escorregamento entre as próprias partículas lamelares característica das argilas. Quanto maior a quantidade de água mais fácil torna-se a deformação. Nos processo de compactação industrial os grânulos formados na atomização não chegam a ser completamente destruídos. Isto pode ser observado na Figura 4.13 que apresenta uma imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura de um compactado cru.



Figura 4.13 Microscopia Eletrônica de varredura do compactado cru<sup>33</sup>.

Os principais controles da etapa de compactação são as medidas de densidade aparente, peso e espessura das peças.

#### Diagramas de Compactação

O binômio pressão-umidade é o maior responsável pelo comportamento durante a compactação dos pós cerâmicos granulados contendo argila. Em processos industrias, a umidade dos pós varia de 5 a 8% e as pressões máximas de compactação de 200 a 450 kgf/cm<sup>2</sup>, dependendo da tipologia do produto e da bitola desejada. Os diagramas de compactação demonstram o comportamento da densidade aparente a cru ou a seco das placas cerâmicas frente as variações de pressão e umidade. Estes diagramas normalmente são apresentados com os dados de densidade no eixo das coordenadas ou como linhas de densidade constante frente ao binômio pressão-umidade. A Figura 4.14a apresenta o primeiro caso e a Figura 4.14b o segundo caso.



Figura 4.14 Diagramas de compactação<sup>19</sup>

Problemas Associados à Operação de Compactação

Os problemas mais freqüentes relacionados com a operação de prensagem são:

 Densificação ineficiente ou heterogênea entre as peças ou entre regiões de uma peça.
Este problema normalmente está associado a variações da umidade e da granulometria do pó atomizado. Um carregamento heterogêneo causa variações de densidade na própria peça.
Normalmente estratificação dos finos dentro da cavidade do molde é a principal causa deste problema. As variações na densidade aparente causam variações dimensionais no produto acabado.

 Formação de trincas. A falta de resistência mecânica do compactado aliada a uma demasiada expansão pós-prensagem são os principais causadores de trincas de prensagem.
Velocidades de extração muito lentas e desenho inadequado do molde potencializam o surgimento desses defeitos.

 Desgaste excessivo da matriz de compactação. A falta de um material lubrificante adequado ocasiona maior atrito entre o material e a caixa matriz. O desgaste muito acelerado eleva o custo com manutenção e favorece o aparecimento de trincas e defeitos de variação dimensional.

#### 4.9 Secagem

Nesta seção contém informações extraídas da referência 19. A secagem das peças cerâmicas tem por objetivo reduzir a quantidade de água do material de 6 a 8% para aproximadamente 1%. Com a retirada da água, as placas adquirem maior resistência e suportam as solicitações mecânicas das etapas de esmaltação e serigrafia. Peças quentes e secas são pré requisitos para que a etapa de esmaltação se processe adequadamente.

Industrialmente, a operação de secagem é realizada mediante a circulação de ar quente. Os secadores podem ser do tipo horizontal ou vertical, A Figura 4.15 apresenta um esquema de um secador horizontal



Figura 4.15 Representação esquemática de um secador horizontal

As variáveis que mais influenciam o processo de secagem são: temperatura e velocidade do ar; espessura e permeabilidade da peça; umidade inicial e tempo de residência. Normalmente, a secagem não é uma operação onde exista muita intervenção humana. Quando surgem problemas que possam estar relacionados a uma secagem deficiente, são verificados os teores de umidade residual das placas secas. Outro fator que deve ser levado em consideração é a taxa de secagem. Para uma maior produção quando maior a taxa de secagem melhor, porém, taxas muito elevadas podem causar trincas e até explosões das peças. Outro inconveniente que freqüentemente ocorre é a parada nas linhas de produção. Durante a parada, as peças que estão dentro do secador permanecem lá por mais tempo e saem mais secas e quentes em relação às demais. Essa maior temperatura pode causar problemas nas etapas de esmaltação e serigrafia.

4.10 Esmaltação.

Nesta seção contém informações extraídas das referências 19,21,22. O processo de esmaltação tem por objetivo a aplicação de uma camada de material vítreo sobre o suporte cerâmico de modo a desenvolver propriedades estéticas. Além disso, os esmaltes impermeabilizam, aumentam a resistência ao desgaste, ao ataque químico e também aumentam a resistência das peças.

Os materiais empregados como esmaltes são materiais mais nobres e com elevado grau de pureza e vitrificação. Eles apresentam comportamento físico e químico diferentes dos materiais que constituem o suporte. Como conseqüência, podem ser gerados problemas de acoplamento em função de uma interface relativamente brusca. Além disso, coloração e

pigmentação do suporte podem interferir negativamente no pleno desenvolvimento das propriedades estéticas desejadas. Para resolver ou amenizar estes problemas, uma camada intermediária de material é aplicada. Este material é denominado engobe e possui propriedades intermediárias entre o suporte cerâmico e a camada vítrea. Os engobes também são empregados com o objetivo de melhorar a resistência ao fenômeno de mancha d'água, defeito ocasionado pela infiltração de água através do suporte que escurece a superfície vidrada no ponto de manchamento.

Existem inúmeras tecnologias de aplicação tanto de engobe quanto de esmalte. A maioria delas aplicam o material sólido em suspensão aquosa (Figura 4.16). Tecnologias mais recentes empregam o esmalte a seco.



Figura 4.16 Representação clássica da linha de esmaltação e serigrafia

Os principais controles de esmaltes e engobes dizem respeito a densidade, tempo de escoamento e resíduo de moagem da suspensão. Estes materiais são preparados via moagem a úmido, similar ao processo de moagem do material do suporte. A diferença é que, neste caso, os moinhos são menores, os elementos moedores e o revestimento são confeccionados em alta-alumina.

Ao chegar um novo lote de matérias-primas, uma bateria de ensaios é realizada com o objetivo de liberá-lo. Dentre os testes realizados estão: tonalidade e dilatação térmica. Os esmaltes transparentes são submetidos ao ensaio de transparência ao invés de tonalidade.

Durante a aplicação, inúmeros cuidados devem ser tomados para assegurar a deposição de camadas sempre constantes de material. Tais cuidados dizem respeito ao ajuste dos equipamentos e acessórios empregados na aplicação. Alguns cuidados dizem respeito à temperatura da peça na saída do secador e à aplicação de água para homogeneizar as características de absorção da superfície das peças.
#### 4.11 Serigrafia

Nesta seção contém informações extraídas das referências 19,21,22. A etapa de serigrafia compreende um conjunto de técnicas utilizadas para desenvolver estampas sobre os revestimentos cerâmicos. Dependendo do tipo de produto, podem ser aplicadas até quatro estampas sucessivamente. Existem basicamente duas tecnologias de serigrafia bastante difundidas, a plana e a rotativa. A plana é a tecnologia mais tradicional, uma tela plana contendo a estampa recebe uma quantidade de tinta. A decoração acontece mediante a passagem de uma espátula que força a passagem da tinta pelas aberturas da tela. Na tecnologia rotativa, a estampa está impressa numa tela cilíndrica. A tinta pode ser alimentada no interior do cilindro, onde também existe uma espátula para forçar a passagem do material.

A etapa de serigrafia, juntamente com a esmaltação, é a etapa mais crítica no que diz respeito à qualidade do produto final. O material pode ser desclassificado devido a falhas na criação do desenho ou diferentes tonalidades. Além de uma máquina perfeitamente alinhada e sincronizada, um dos principais fatores a serem controlados na serigrafia é o peso da aplicação da tinta. Existem vários tipos de ajustes para manter a qualidade da serigrafia. Podem ser citados: distância entre a tela e a peças, velocidade de aplicação, força aplicada pela espátula, estado de conservação e alinhamento da espátula e tela e características reológicas das tintas

As tintas decorativas nada mais são do que uma mistura de pigmentos, material vítreo micronizado e veículo serigráfico. Os veículos podem ser constituídos por materiais oleosos ou hidrossolúveis. Atualmente os hidrossolúveis são preferidos tanto pelos aspectos técnicos quanto econômicos. Eles também são ecologicamente corretos, não fazendo mal para quem os manuseia.

Um dos maiores desafios no que diz respeito à produtividade da indústria cerâmica está relacionada com a manobra de troca de referência. Está cada vez mais ampla a quantidade de produtos comercializados pelas indústrias e os lotes de produção estão cada vez menores. A troca de referência consiste em retirar uma material da linha de produção para inserir outro. Nesta operação são lavados todos os equipamentos para evitar contaminações. Além disso, os equipamentos são ajustados de acordo com as características do próximo produto. Naturalmente, esta operação faz parte da produção, não devendo ser caracterizada como tempo ocioso. No entanto, a troca não pode ser muito lenta de modo a causar a falta de peças para alimentação do forno. As linhas são equipadas com carros-pulmão para manter a alimentação do forno mesmo com a linha de esmaltação parada.

### 4.12 Queima

Nesta seção contém informações extraídas das referências 34-41. O objetivo da queima em cerâmica é transformar um material friável num produto resistente através da ação do calor. Durante a queima o material sinteriza. As partículas em contato mecânico criam continuidade da matéria na região do contato, insto é, as partículas se unem umas as outras a nível atômico. Os contatos formados crescem em função do transporte dos átomos ou íons para esta região<sup>37</sup>. Este transporte pode ocorrer por vários mecanismos; nas placas cerâmicas ocorrem principalmente devido à formação de fase líquida e escoamento viscoso. Além da sinterização, ocorre uma série de transformações químicas. Paralelo a essas transformações existe a necessidade de ser um processo estável de modo a não prejudicar o desenvolvimento das características técnicas e estéticas dos produtos.

Como citado anteriormente, ao longo do processo de queima ocorre uma série de transformações químicas e físicas no material. Basicamente, perda de massa associada a transformações químicas, densificação e vitrificação associada a transformações físicas. Das transformações físicas podem ser citadas:

- Desidratação: perda de umidade de capilaridade e água adsorvida;
- Dilatação térmica: variação nas dimensões das placas com o aquecimento e resfriamento;
- Transformações alotrópicas: mudança do arranjo cristalino de determinados materiais.
   A mais conhecida é a transformação do quarto de α para β a 573°C.
- Fusão: mudança de estado físico do sólido para o líquido.
- Sinterização: transporte de material ainda no estado sólido de uma região qualquer para a região de interface entre duas ou mais partículas.

Das transformações químicas podem ser citadas:

- Perda de água de constituição: água que faz parte da estrutura cristalina dos argilominerais.
- Decomposição de matéria orgânica: CnHm + (2\*n + m/2)O2 → nCO2 + (m/2)H2O
- Decomposição de carbonatos: CaCO3 → CaO +CO2;
- Aumento no estado de oxidação dos óxidos de ferro e enxofre.
- Formação de novas fases: mulita, por exemplo.

Juntamente a todas estas transformações o acordo dilatométrico entre o esmalte e o suporte é uma característica de fundamental importância para se evitar problemas de empeno e trincas do produto final. Normalmente, esmaltes trabalham com menor coeficiente de dilatação que o suporte. Esta característica permite que, no produto acabado, eles estejam sob força de compressão, apresentando maior resistência que da situação contrária. A transformação do quartzo é um fenômeno reversível e que envolve variação de volume. Durante o aquecimento, isto não gera maiores complicações, porém, no resfriamento, se não for dado o tempo necessário, as peças podem trincar devido à velocidade da transformação.

Quanto às transformações químicas, se a decomposição dos carbonatos não se completar antes da selagem do esmalte podem surgir problemas de furos superficiais. Um fenômeno similar pode ocorrer com a matéria orgânica. A escassez de oxigênio juntamente com a presença de óxido de ferro provoca o aparecimento do fenômeno denominado coração negro. Na falta de oxigênio a matéria orgânica reduz o óxido de ferro. O resultado é o aparecimento de uma mancha escura no interior das peças (região com menor disponibilidade de oxigênio). Dependendo da intensidade, o coração negro não causa danos ao material, mas se em excesso por causar empeno e deformações piroplásticas<sup>35</sup>.

Após a queima, normalmente se manifestam os problemas nas peças. No entanto, as causas normalmente estão associadas às etapas anteriores ou até mesmo nas matériasprimas. Como ação corretiva, são executados ajustes no forno, até certo limite, para manter a qualidade dos produtos. A Figura 4.17 apresenta o esquema de um forno a rolos, atualmente largamente empregado na fabricação de revestimentos.



Figura 4.17 Representação esquemática de um forno a rolos

A queima de materiais cerâmicos não implica simplesmente em levá-los a uma determinada temperatura. O ciclo envolvendo a velocidade de aquecimento, o tempo de permanência à temperatura máxima e a velocidade de resfriamento são igualmente importantes

Este plano preestabelecido de queima é o que se conhece com o nome de curva de queima ou também diagrama de queima. É a representação gráfica da temperatura em função

do tempo ou do comprimento do forno. Dentre os fatores a serem controlados na etapa de queima destacam-se:

- Intervalos de queima;
- Tempo de permanência temperatura máxima;
- Uniformidade da temperatura no forno;
- Controle da curva de queima;
- Atmosfera do forno;
- · Constância no carregamento do forno;
- Variação dimensional das placas queimadas nas laterais e no centro;
- Tonalidade das placas

A temperatura ideal de sinterização é aquela na qual a velocidade de transporte de matéria é suficientemente elevada para que a microestrutura desejada para uma dada aplicação seja alcançada em um tempo relativamente curto para a prática industrial<sup>26</sup>. No caso de revestimentos cerâmicos a microestrutura formada deve apresentar absorção de água, medida indireta da porosidade aberta, compatível com a tipologia do produto desejado, conforme apresentado na seção 3. Em relação à retração de queima, quanto menor o seu valor e principalmente quando menor a taxa de variação com a temperatura mais estável se torna o processo do pondo de vista do controle de variação dimensional. O estudo do comportamento de queima dos materiais cerâmicos destinados a aplicações em placas normalmente está vinculado a duas técnicas principais, o diagrama de gresificação e a dilatação térmica linear.

O diagrama de gresificação consiste em submeter um conjunto de corpos-de-prova a diferentes temperaturas de queima. As propriedades analisadas são a retração linear de queima e a absorção de água. Os resultados são expressos de forma gráfica conforme mostrado na Figura. 4.18. A utilização da dilatação térmica linear permite acompanhar toda a evolução cinética da queima, deste a temperatura ambiente até temperaturas superiores àquelas empregadas no processo. Todas as transformações que resultam em alguma variação dimensional podem ser detectadas através dessa técnica. Um exemplo dela pode ser visualizado na Figura 4.19.

Outras técnicas como análise térmica diferencial e termogravimetria também auxiliam no estudo da sinterização dos materiais cerâmicos.



Figura 4.18 Diagrama de gresificação de massa para revestimentos semi-porosos em diferentes condições de densidade aparente<sup>38</sup>



Figura 4.19 Curva de dilatação térmica linear de duas formulações de massa.

4.13 Classificação

Na etapa de classificação é feita a escolha das peças dentro de critérios préestabelecidos em normas internas das fábricas, definidas a partir das normas NBR13818 e ISSO 13006. Os seguintes aspectos são levados em consideração:

- Defeitos superficiais;
- Definição de tonalidade;
- Defeitos de ortogonalidade;
- Defeitos de planaridade;
- Aspectos dimensionais

Os dois primeiros itens são avaliados visualmente e podem variar de acordo com quem executa a operação. Os demais são analisados por uma máquina de escolha, sendo necessária apenas a calibragem do equipamento, Figura 4.20.



Figura 4.20 Esquema da máquina de escolha e paletização.

Normalmente as empresas classificam os seus produtos em duas categorias. A categoria A, associada aos produtos que são fabricados dentro dos padrões qualidade pré definidos e a categoria B, associada aos produtos que não atingiram os referidos níveis de qualidade. Estes últimos são comercializados como pontas de estoque por preços cerca de 50% do produto A. Além dessas duas classes, chegam até a classificação produtos que são descartados por não apresentarem condições de comercialização devido a trincas e falhas muito grandes no vidrado e decoração.

Os defeitos que rebaixam os produtos da classe A para B normalmente estão associados a planaridade, ortogonalidade e pequenos defeitos superficiais como falha na decoração, pontos pretos, furos entre outros.

As variações de tonalidade e dimensional normalmente não rebaixam o produto para a categoria B; os produtos são classificados em diferentes tons e tamanhos. Atualmente é comum uma empresa operar com até 5 classes de tom e 3 de tamanho. Em conseqüência disso, podem gerar pontas de estoque nas fábricas, o que demanda maior esforço da equipe comercial e eventualmente ocorre diminuição de preço de venda.

# 5 CONTROLE DE QUALIDADE

Neste capítulo contém informações extraídas das referências 6, 42-49. Atualmente o senso de qualidade não está simplesmente relacionado ao produto mas também o impacto social e ambiental que sua obtenção provoca. Falando especificamente da qualidade de um produto, ela está associada a dois aspectos: em primeiro lugar o produto deve atender as solicitações de seu uso; o segundo está relacionado com a produção em escala com o menor índice de defeitos possível. Um defeito pode ser entendido como uma característica do produto que não atendeu as normas de especificação.

O controle de qualidade de produtos manufaturados começou a ganhar importância principalmente após a segunda guerra mundial. Os japoneses foram os principais precursores em termos do desenvolvimento e aplicação de ferramentas e metodologias de controle de fabricação. De modo geral, estas ferramentas estão baseadas em princípios estatísticos. Com o aumento substancial da qualidade, os produtos japoneses começaram a ter outro posicionamento no mercado mundial até chegar no atual nível de excelência.

Ao estudar o controle de qualidade uma das primeiras perguntas a serem feitas é: O que causa produtos defeituosos? A resposta desta pergunta reside no fato de que existem causas específicas para qualquer produto defeituoso, e que pode-se eliminar o defeito desde que essas causas sejam descobertas e eliminadas. Apesar dos milhares de produtos e processos existentes, um fator é universalmente aceito como responsável pelo aparecimento de produtos defeituosos, *a variação*. Variações nos materiais, nas condições dos equipamentos, no método de trabalho, e na inspeção são as causas dos defeitos. Se nenhuma dessas variações existisse, todos os produtos seriam idênticos e não haveria nenhuma variação<sup>45</sup>. Dessa maneira todos os produtos seriam igualmente defeituosos ou não-defeituosos.

As causas de variação de um processo pode ser classificadas em dois tipos:

- Causas não assinaláveis: são aquelas cujo a variação é inevitável e ocorre num processo mesmo que a operação seja executada por métodos padronizados.
- Causas assinaláveis: a variação devida a causa assinalável significa que existem fatores relevantes a serem investigados. É evitável e não deve ser negligenciada: existem casos gerados pelo não cumprimento de certos padrões ou pela aplicação de padrões inadequados<sup>45</sup>.

Uma das ferramentas mais empregadas no controle de qualidade em processos de fabricação são os gráficos de controle.

O gráfico de controle foi originalmente proposto em 1924, por W. A. Shewhart<sup>48</sup>, que trabalhou no Bell Telephone Laboratories, com a intenção de eliminar variações anormais pela diferenciação entre variações devidas a causas assinaláveis e aquelas devidas a causas não assinaláveis. Um gráfico de controle consiste em uma linha central, um par de limites de controle, um dos quais localiza-se abaixo e outro acima da linha central, e valores característicos marcados no gráfico representando o estado de um processo. Se todos esses valores marcados estiverem dentro dos limites de controle, sem qualquer tendência particular, o processo é considerado sob controle. Entretanto, se os pontos incidirem fora dos limites de controle ou apresentarem uma disposição atípica; o processo é julgado fora de controle. Dois exemplos são mostrados na Figura 5.1



Gráfico de controle para processo fora de controle

Figura 5.1 Exemplos de gráficos de controle<sup>45</sup>.

Em um processo de fabricação, cada vez que um ponto fora dos limites de controle é identificado, uma ação de controle é efetuada no sentido de manter o processo dentro dos limites de especificação. A Figura 5.2 mostra uma representação de uma malha de controle para o processo de fabricação de placas cerâmicas.



Figura 5.2 Malha de controle para o processo de fabricação de placas cerâmicas

Para cada etapa do processo, existem um ou mais parâmetros de controle que são monitorados através das cartas de controle (informação de processo). A ação de controle pode ser efetuada em três diferentes posições do processo: na mesma etapa em que a variação foi identificada, nas etapas anteriores e/ou nas etapas posteriores. Quanto mais longe do ponto de identificação da variação a ação de controle for tomada, normalmente, maior serão as perdas de qualidade. Uma das práticas mais comuns em processo cerâmico é tomar ações de controle alterando-se as condições de queima. Muitas vezes o problema é resolvido, mas pode, com freqüência, ocasionar outros problemas. Por exemplo pode-se efetuar o ajuste do tamanho das peças aumentando ou diminuindo a temperatura de queima mas em conseqüência pode-se estar causando problemas de variação de tonalidade<sup>6</sup>.

As informações de processo e a conseqüente carta de controle são tomadas com base em informações de amostras. A amostragem geralmente é sistemática, ou seja, a cada intervalo regular de tempo, toma-se uma quantidade de produto para analisar. Dessa forma, a carta de controle reflete o comportamento dinâmico de um processo. Por outro lado, um histograma de freqüência pode ser construído com base nos dados históricos registrados pelas cartas de controle. A forma ideal dos histogramas deveria ser simétrica podendo ser representado por uma curva de distribuição normal de probabilidade, curva de Gauss, Eq 5.1.

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma}} \cdot e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$$

Eq. 5.1

Onde: μ - média aritmética da população σ - desvio-padrão da população

Este princípio estatístico é empregado nas cartas de controle. Num processo considerado sob controle, a distância entre os limites superior e inferior de controle em relação a média é de três desvios-padrão,  $3\sigma$ . Alguns processos para produtos de alta tecnologia empregam distâncias de até  $6\sigma$  entre a média da população e os limites de controle.

## 6 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

O planejamento experimental foi realizado com base em informações extraídas das referências 49-50. A álgebra envolvida na concepção do modelo matemático resultou num conjunto de equações. Para estas equações serem utilizadas na quantificação do comprimento final das placas cerâmicas, é necessário um conjunto de experimentos para a determinação dos seus parâmetros. Optou-se por estudar os processos de duas fábricas diferentes que produzem placas cerâmicas de monoqueima, via úmida, pertencente ao grupo IIa, bitola 30x30. Uma das fábricas pertence ao grupo Eliane Revestimentos Cerâmicos e a outra ao grupo Cecrisa Revestimentos Cerâmicos. Resumidamente, o trabalho experimental pode ser divido em quatro estágios:

- Coleta de dados históricos dos processos;
- Caracterização física e química das massas;
- Ensaios laboratoriais;
- Ensaios industriais;

Os dados históricos foram coletados a partir das cartas de controle disponíveis nas unidades industriais por amostragem aleatória simples. As informações coletadas dizem respeito a: índice qualidade dimensional, granulometria e umidade do pó atomizado; pressão de compactação; peso das peças e temperatura de queima. O conhecimento dos dados históricos é necessário para se determinar as condições padrões das variáveis de controle, valor das médias, e planejamento experimental dos ensaios laboratoriais e industriais.

Os ensaios de caracterização física e química foram realizados no SENAI/CTCmat de Criciúma-SC. Com o objetivo de avaliar as diferenças existentes entre as duas composições de matéria-prima, foram determinados:

- Curva de distribuição de tamanho de partículas por difração de laser (Cilas, modelo 1064). O meio dispersor das partículas foi a água.
- Análise química por fluorescência de raios X (Phillips, modelo PW 2400).
- Análise térmica diferencial e termogravimetria (Netzsch modelo STA 409 EP).
   Temperatura máxima de ensaio 1100°C e taxa de aquecimento de 10°C/min.
- Dilatação térmica linear. (Netzsch modelo DIL 402 PC). Temperatura máxima de ensaio 1200°C e taxa de aquecimento de 10°C/min.
- Estereoscopia ótica (Equipamento Olympus). Aumento de 64x.

No laboratório foram estudados os efeitos de quatro variáveis de processamento: granulometria do pó atomizado (G); umidade do pó atomizado (U); pressão de compactação (P) e temperatura de queima (T). Os ensaios realizados foram de expansão pós-prensagem, retração de secagem e densidade aparente a seco e retração de queima. Esta última apenas para a variável temperatura de queima. O pó atomizado utilizado dos ensaios laboratoriais foi coletado no processo com umidade de 8,5%. Os corpos-de-prova de 70g e 50x100mm, foram compactados e armazenados em sacos plásticos, para evitar a secagem, onde permanecera 30 minutos em repouso para a expansão se completar. Em seguida foram medidos com paquímetro analógico com resolução ±0,02mm e levados para secar na estufa a 110°C por 24 horas. Após a secagem, os corpos-de-prova permanecera em dessecador ou em bandejas metálicas isoladas por um saco plástico para o resfriamento até a temperatura ambiente para não adquirirem umidade. Em seguida, eram medidos e submetidos ao ensaio de densidade aparente por empuxo de mercúrio utilizando balança de resolução de ±0,01g. Os corpos-deprova utilizados no estudo da retração de queima em função da temperatura de queima passaram pelo mesmo processo de secagem dos demais, porém não foram feitos os ensaios a cru. Para a queima, utilizou-se um forno a rolo de laboratório com ciclo de 50 min.

As condições experimentais foram diferenciadas para cada fábrica, em função dos dados históricos do processo, mas seguiu-se um padrão de escolha.

Os dados históricos das distribuições granulométricas, realizadas por peneiramento, foram agrupados em finos, médios e grossos com diâmetros de corte respectivamente < 300  $\mu$ m, 300 – 400  $\mu$ m e > 500  $\mu$ m. Dessa maneira, foi possível confeccionar diagramas triaxiais com estes dados. A Figura 6.1 mostra como foram definidas as granulometrias testadas. Uma região triangular cercou os pontos do processo e a partir dela foi realizado o delineamento de misturas simplex-centróide com três fatores. Os valores podem ser visualizados na Tabela 6.1.



Figura 6.1 Representação do planejamento experimental da granulometria.

		Fábrica A		Fábrica B		
Condição	Grossos	Médios	Finos	Grossos	Médios	Finos
1	0,15	0,46	0,40	0,18	0,54	0,28
2	0,07	0,61	0,32	0,04	0,82	0,14
3	0,30	0,38	0,32	0,46	0,40	0,14
4	0,07	0,38	0,55	0,04	0,40	0,56
5	0,19	0,50	0,32	0,25	0,61	0,14
6	0,19	0,38	0,44	0,25	0,40	0,35
7	0,07	0,50	0,44	0,04	0,61	0,35

Tabela 6.1 Valores das composições granulométricas testadas.

A Tabela 6.2 apresenta os valores de umidade do pó atomizado, pressão de compactação e temperatura de queima dos ensaios laboratoriais. No caso da umidade, o intervalo, definido pelos valores extremos, corresponde a aproximadamente 8 e 5 desvios-padrão da média obtida com os dados históricos das fábricas A e B, respectivamente. Para obtenção da umidade, tomaram-se amostras de pó atomizado com aproximadamente 8,5% de umidade. Deixou-se secar ao ar livre, realizando um monitoramento da perda de massa. Quando a perda de massa atingiu o ponto desejado, a amostra foi armazenada em sacos plásticos para maturação por 24 h. Após esse tempo foram determinados os valores reais de umidade por secagem em forno de microondas.

Tabela 6.2 Valores de umidade do pó atomizado, pressão de compactação e temperatura de queima dos ensaios laboratoriais.

	Umidade	Umidade	Pressão	Pressão	Temperatura	Temperatura
	Fábrica A	Fábrica B	Fábrica A	Fábrica B	Fábrica A	Fábrica B
Condição	(%)	(%)	(kgf/cm <sup>2</sup> )	(kgf/cm <sup>2</sup> )	(°C)	(°C)
1	7,7	6,7	194	370	1140	1107
2	6,5	6,0	158	254	1145	1094
3	6,9	6,4	176	313	1152	1120
4	8,1	7,1	211	429	1160	1133
5	-	7,5	-	486	1165	-

As corridas experimentais no laboratório foram executadas para que cada variável fosse analisada individualmente. Como exemplo, para o ensaio de variação de granulometria as demais variáveis, pressão e umidade, permaneceram na condição 1 mostrada na tabela 6.2, correspondente à condição padrão, Eq. 6.7a. Como exceção tem-se os ensaios que envolveram pressão e umidade da fábrica A. Neste caso, foi realizado um planejamento fatorial completo, ou seja, 16 corridas experimentais. Foram confeccionados 10 corpos-de-prova por corrida experimental. No total, foram realizadas 48 corridas experimentais no laboratório.

Quanto aos ensaios industriais, a dinâmica dos equipamentos revela detalhes que em laboratórios convencionais dificilmente podem ser observados com rigor. Dentre as variáveis de prensagem, destacam-se o tempo de extração (E), conhecido também por retardo de extração. Na queima, dentre as variáveis testadas, que podem influenciar em grande parte a retração de queima, destaca-se a massa da peça e a densidade aparente a seco. O forno a rolos laboratorial, embora versátil, não é capaz de representar com o rigor necessário as condições de processo, principalmente devido ao seu próprio tamanho, dimensões dos corpos-de-prova e das condições de pressão e fluxo de gases de combustão que dão uma dinâmica bastante peculiar ao processo industrial.

A Tabela 6.3 apresenta as condições experimentais empregadas da prova industrial das duas fábricas. A marca da prensa da fábrica A é SACMI PH9800 e da fábrica B é SACMI PH14000. Na prensa da fábrica A não foi possível determinar quantitativamente o valor do retardo; foram então considerados os pontos extremos do ajuste disponível e atribuídos os valores lógicos 0 e 1. A condição 0 representa a extração praticamente sem retardo, <0,5s e a condição 1 representa uma situação com tempo longo, 1,5-2s. A Tabela 6.4 apresenta as condições experimentais das corridas realizadas. Por simplificação, o retardo de extração da condição 0 será considerado 0,5 s e da condição 1, 1,5 s.

	Fábrica A			Fábrica B			
Pressão	Massa	Retardo	Pressão	Massa	Retardo		
(kgf/cm <sup>2</sup> )	(g)		(kgf/cm <sup>2</sup> )	(kg)	(S)		
169	1293	0,5	306	1517	0,4		
188	1510	1,5	350	1620	0,8		
206			423	1699	1,5		
234							

Tabela 6.3 Condições experimentais das provas industriais.

Foram analisadas a expansão após prensagem, retração de secagem, massa a crú, densidade aparente a seco e retração de queima. Para cada corrida, foram coletadas 15 peças de apenas um estampo da prensa, cuja caixa matriz continha três. A temperatura de queima na fábrica A foi 1160°C e ciclo de 32 min e na fábrica B 1145°C e ciclo de 35 min. Foi utilizado um paquímetro analógico com resolução  $\pm 0,02$  mm e balança digital com resolução  $\pm 0,1$  g.

	Fábrica A			Fábrica B		
Corrida	Pressão	Massa	Retardo	Pressão	Massa	Retardo
	(kgf/cm <sup>2</sup> )	(g)		(kgf/cm <sup>2</sup> )	(kg)	(s)
	$\pm$ 3 kgf/cm <sup>2</sup>	$\pm$ 5 g		$\pm$ 3 kgf/cm <sup>2</sup>	$\pm$ 5 g	
1	206	1367	1	350	1620	0,80
2	188	1367	1	350	1699	0,80
3	169	1367	1	350	1517	0,80
4	169	1367	0	350	1620	0,40
5	188	1367	0	350	1620	1,50
6	234	1367	0	306	1620	0,80
7	206	1510	1	306	1620	0,40
8				423	1620	0,80
9				423	1620	0,40

Tabela 6.4 Condições experimentais das corridas realizadas.

## 7 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 7.1 Modelagem Matemática

A especificação das características de um produto é feita baseada da definição de um valor nominal y e de um limite de especificação ∆y, Eq. 7.1

O princípio do modelo matemático está baseado no conhecimento de uma relação quantitativa que relacione a propriedade de interesse com as variáveis de controle. A Figura 7.1 representa como este processo é estabelecido para o caso de uma propriedade y qualquer ser função de apenas uma variável x qualquer.



Figura 7.1 Representação da esquemática da estimativa de parâmetros de controle de processo

De acordo com a Figura 7.1, para um processo sob controle, a variável x oscila dentro dos limites de controle de maneira normal. Conseqüentemente a propriedade não excede os limites de especificação. Sua variação é descrita pela f(x), que pode apresentar uma resposta igualmente normal. Considerando que a resposta corresponde a uma distribuição normal é possível estimar o valor do desvio-padrão,  $\sigma_y$ , para a propriedade y conforme a equação 7.2

$$\sigma_y = \frac{\Delta y}{6}$$
 Eq. 7.2

Para o caso apresentado na Figura 7.1 pode-se considerar que 100% dos produtos são produzidos dentro das especificações. Existem casos onde se admitem índices de qualidade inferior a 100%, ou seja, uma parte dos produtos extrapola os limites de especificação, mas de maneira controlada. Para um índice de qualidade desejado, pode-se determinar o novo intervalo de controle,  $\Delta y^*$  do processo através da Eq. 7.3

$$\Delta y^* = \frac{3 \cdot \Delta y}{z^*}$$
 Eq. 7.3

Na equação acima  $z^*$  é o valor determinado a partir da curva de distribuição normalpadrão de probabilidade. A área sob a curva delimitada por  $\pm z^*$  representa o índice de qualidade desejado do processo. A Tabela 7.1 apresenta alguns valores de  $z^*$  para diferentes índices de qualidade. A Figura 7.2 representa graficamente a cálculo da Eq. 7.3. Uma vez conhecido dos novos limites de especificação do produto, os novos limites de controle para a variável x pode ser determinados.

Índice de Qualidade	Ζ*
90,0%	1,65
95,0%	1,96
98,0%	2,33
99,0%	2,58
99,7%	3,00

Tabela 7.1 Valores de z\* para diferentes índices de qualidade<sup>49</sup>



Figura 7.2 Representação do cálculo da Eq. 7.3

Na maioria das situações industriais, inúmeras variáveis, não assinaláveis e assinaláveis, estão associadas às causas dos defeitos. Para estes casos, é importante determinar os limites de controle para cada uma delas. Seguindo a linha de cálculo apresentada anteriormente, uma das maneiras de realizar esta determinação é permitir que cada variável influencie uma parcela dy da tolerância  $\Delta y$  do produto. Naturalmente, algumas variáveis causam maior variação nas características do produto final do que outras e dessa forma podem apresentar maior ou menor facilidade de controle. Como a princípio não se conhecem as relações entre as variáveis e a propriedade de interesse, uma aproximação inicial conforme a Eq. 7.4 pode ser considerada.

$$dy = \frac{\Delta y}{n+1}$$
 Eq. 7.4

onde: n = número de variáveis assinaláveis e independentes entre si

O valor 1 (um) no denominador foi acrescido com o objetivo de levar em consideração as variações provocadas pelas variáveis não assinaláveis. A Figura 7.3 representa graficamente esta operação.



Figura 7.3 Representação gráfica da Eq. 7.4

No caso do presente estudo a propriedade de interesse é a variação dimensional,  $\Delta L$ . Consideraram-se seis variáveis assinaláveis: granulometria (G) e umidade (U) do pó atomizado, pressão de compactação (P), tempo de extração (E), massa da peça (M) e temperatura de queima (T). De acordo com trabalhos da literatura<sup>6,7,8,9</sup> a densidade aparente das placas secas e a temperatura de queimas correspondem aos principais fatores a serem controlados para placas do tipo grês. Por esta razão optou-se por estudar as variáveis G, U, P e T. As variáveis M e E foram consideradas a partir de observações industriais que apontaram como sendo fatores relevantes e passível de serem controlados. Estas variáveis foram consideradas como sendo independentes entre si, pois no processo, elas são controladas de forma independente.

As fábricas consideradas no presente estudo operam com uma faixa de tolerância de 1,2 mm ( $\pm$  0,6 mm) para as classes de tamanho. Dessa maneira:

$$dL = \frac{1,2}{6+1} \rightarrow 0,171 \text{ mm}$$
 Eq 7.5

Este resultado significa que os limites de controle das variáveis do processo precisam ser tais que não causem, individualmente, uma variação superior a 0,171 mm no comprimento final das placas cerâmicas. Esta determinação foi baseada numa analogia ao princípio da propagação de erro. Segundo este princípio, o cálculo da incerteza máxima de medição para uma situação geral pode ser equacionada através expansão em série de Taylor<sup>51</sup>. Seja, por exemplo, uma grandeza  $\beta$ , calculada em função de diversas grandezas independentes relacionadas por:

$$\beta = f(a, b, c, d,...)$$
 Eq. 7.6

Após a expansão em série de Taylor e eliminação de termos de ordens mais altas chega-se a:

$$\Delta\beta = \Delta a \cdot \left| \frac{\partial\beta}{\partial a} \right| + \Delta b \cdot \left| \frac{\partial\beta}{\partial b} \right| + \Delta c \cdot \left| \frac{\partial\beta}{\partial c} \right| + \Delta d \cdot \left| \frac{\partial\beta}{\partial d} \right| + \dots$$
 Eq. 7.7

Outra possibilidade de escrever esta equação para se determinar o valor absoluto de  $\beta$ ao invés da variação  $\Delta\beta$  pode ser:

$$\beta = f(a) + \Delta b \cdot \left| \frac{\partial \beta}{\partial b} \right| + \Delta c \cdot \left| \frac{\partial \beta}{\partial c} \right| + \Delta d \cdot \left| \frac{\partial \beta}{\partial d} \right| + \dots$$
 Eq. 7.8

Para o contexto do presente estudo:

$$\beta = Ex, Rs, Rq, D$$

$$a, b, c, ... = P, M, E, G, U, T$$

$$\Delta b, \Delta c, ... = (b - \overline{b}), (c - \overline{c}), ...$$
Eq. 7.8a
$$\overline{b}, \overline{c}, ... = \text{condições padrão de processo}$$

$$D = \text{Densidade Aparente}$$

Diante da complexidade do sistema, modelos puramente fenomenológicos são difíceis de serem demonstrados. Por outro lado, técnicas puramente estatísticas, Taguchi por exemplo, poderiam não deixar evidente aspectos fenomenológicos importantes na análise dos resultados. O modelo foi desenvolvido possui parâmetros ajustáveis mas preserva alguma identidade fenomenológia importante.

O comprimento final das peças cerâmicas pode ser descrito matematicamente de acordo com a Equação 7.1<sup>11</sup>

$$Lf = Li \cdot (1 + Ex) \cdot (1 - Rs) \cdot (1 - Rq)$$
 Eq 7.9

onde: Lf - Comprimento final das placas cerâmicas

Li – Comprimento inicial, tamanho da matriz de conformação

- *Ex* Expansão pós-prensagem
- Rs Retração de secagem
- Rq Retração de queima

A expansão pós-prensagem, retração de secagem e retração de queima estão definidas como a relação entre a variação dimensional ocorrida na respectiva operação. Matematicamente tem-se:

$$Ex, Rs, Rq = \left| \frac{L'i - L'f}{L'i} \right|$$
Eq. 7.10

As Equações 7.11-14 correspondem às equações explicitadas para cada parâmetro. Os valores da derivada parcial podem ser tanto uma constante como uma função do primeiro grau, por simplificação. Todos os parâmetros são determinados experimentalmente através do ajuste

de curva aos pontos experimentais por mínimos quadrados, aproximado ao polinômio de menor grau possível.

$$Ex = f(P) \bigg|_{\overline{E}, \overline{M}, \overline{U}} + \Delta E \cdot \frac{\partial Ex}{\partial E} \bigg|_{\overline{P}, \overline{M}, \overline{U}} + \Delta M \cdot \frac{\partial Ex}{\partial M} \bigg|_{\overline{E}, \overline{P}, \overline{U}} + \Delta U \cdot \frac{\partial Ex}{\partial U} \bigg|_{\overline{E}, \overline{P}, \overline{M}} \qquad \text{Eq 7.11}$$

$$Rs = f(P)\Big|_{\overline{E},\overline{M},\overline{U}} + \Delta E \cdot \frac{\partial Rs}{\partial E}\Big|_{\overline{P},\overline{M},\overline{U}} + \Delta M \cdot \frac{\partial Rs}{\partial M}\Big|_{\overline{E},\overline{P},\overline{U}} + \Delta U \cdot \frac{\partial Rs}{\partial U}\Big|_{\overline{E},\overline{P},\overline{M}}$$
Eq. 7.12

$$Rq = f(D) \bigg|_{\overline{T}, \overline{M}, \overline{E}} + \Delta T \cdot \frac{\partial Rq}{\partial T} \bigg|_{\overline{D}, \overline{M}, \overline{E}} + \Delta M \cdot \frac{\partial Rq}{\partial M} \bigg|_{\overline{D}, \overline{T}, \overline{E}} + \Delta E \cdot \frac{\partial Rq}{\partial E} \bigg|_{\overline{D}, \overline{T}, \overline{M}}$$
 Eq 7.13

$$D = f(G) \bigg|_{\overline{P}, \overline{U}} + \Delta P \cdot \frac{\partial D}{\partial P} \bigg|_{\overline{G}, \overline{U}} + \Delta U \cdot \frac{\partial D}{\partial U} \bigg|_{\overline{G}, \overline{P}}$$
 Eq 7.14

Para o caso em que a derivada parcial da expansão, retração de secagem, retração de queima ou densidade aparente ( $\beta$ ), em relação a qualquer variável, x, for uma função do primeiro grau do tipo:

$$\frac{\partial \beta}{\partial x} = ax' + b$$
 Eq. 7.15

tem-se:

$$x' = \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{x^2 - \overline{x}^2}{x - \overline{x}} \right)$$
 Eq 7.16

Por simplicidade, as simulações serão realizadas considerando a Eq 7.9 conforme a Equação 7.17

$$Lf = Li \cdot (1 + Ex) \cdot (1 - Rs) \cdot (1 - Rq) + dl_{vna}$$
 Eq. 7.17

onde:  $dl_{\textit{vna}}$  representa a contribuição das variáveis não assinaláveis sobre  $L\!f$ 

### 7.2 Caracterização Física e Química da Massa

Os resultados das análises químicas das duas formulações de massa estão apresentados na Tabela 7.1. Observa-se que há uma semelhança muito grande entre elas. A formulação da fábrica A possui maior teor de óxido de ferro e a fábrica B maior teor de óxidos alcalinos e alcalino-terrosos. Dessa forma, a formulação da fábrica B é levemente mais fundente. Ela provavelmente também contenha menor percentual de sílica na forma de quartzo.

	Fábrica A	Fábrica B
	[%]	[%]
SiO <sub>2</sub>	67,00	66,13
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17,18	17,60
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,77	3,07
Na <sub>2</sub> O	0,73	1,63
K <sub>2</sub> O	3,52	3,31
MgO	1,84	1,83
CaO	0,24	0,55
TiO <sub>2</sub>	0,70	0,59
$P_2O_5$	0,06	0,05
MnO	0,04	0,06
Perda ao fogo	4,92	5,18

Tabela 7.1 Análise química das formulações de matéria-prima, fábrica A e B.

A Figura 7.4 apresenta a analise térmica diferencial (ATD) e a termo-gravimetria (TG) para as duas formulações. As curvas são muito semelhantes, apresentando um paralelismo ao longo de toda faixa de temperatura. Esse paralelismo não foi observado na curva de ATD abaixo de 250°C devido à imprecisão do equipamento nesta faixa de temperatura. Todavia podem ser observadas as regiões características de formulações contendo argilominerais, tais como a perda de umidade adsorvida na região 150 – 250°C (endotérmico); a perda de água de constituição, entre 450 – 600°C (endotérmico); e o início da formação da mulita, a partir dos 940°C (exotérmico).



Figura 7.4 Analise térmica diferencial (ATD) e da termogravimetria (TG) para as fábricas A e B

As semelhanças tanto na composição química quanto no comportamento térmico registrados por ATD e TG podem ser observados novamente nas curvas de dilatação térmica linear apresentadas na Figura 7.5. Observa-se um paralelismo entre as curvas, caracterizando taxas de sinterização semelhantes. A sinterização da massa da fábrica B iniciou aos 941°C, com taxa máxima aos 1046°C, e da fábrica A aos 954°C, com taxa máxima aos 1048°C. A quantidade de óxidos alcalinos e alcalinos-terrosos levemente maior em B justifica o este resultado.



Figura 7.5 Dilatação térmica linear para as fábricas A e B

O resultado do ensaio de distribuição de tamanho de partículas por difração de laser, Tabela 7.2, mostra que a formulação da fábrica A é mais fina que a formulação da fábrica B. Provavelmente, o uso de partículas mais finas seja uma alternativa para amenizar a menor fundência da formulação A.

Faixa Granulométrica	Fábrica A	Fábrica B
10% abaixo de [μm]	0,85	0,91
50% abaixo de [μm]	5,17	6,01
90% abaixo de [µm]	20,50	24,26
100% abaixo de [µm]	45,00	56,00

Tabela 7.2 Distribuição de tamanho de partículas de pó atomizado.

As microscopias óticas realizadas com peças industriais podem ser visualizadas na Figura 7.6. A massa da fábrica B é levemente mais escura. Mesmo após a queima os contornos do pó atomizado, que não são destruídos durante a conformação, podem ser identificados. Pode-se observar que os contornos delimitam regiões maiores para a peça da fábrica B, que provavelmente possui maior tamanho de grânulo do pó atomizado.



Figura 7.6 Microscopia ótica das placas cerâmicas, fábrica A e B.

De maneira geral, pode-se dizer que, mesmo constituídas por matérias-primas diferentes, as massas apresentam característica química e comportamento térmico muito semelhantes. Existem diferenças quanto à granulometria de partículas e o aspecto microestrutural das peças, provavelmente para se obter ao final do processo produtos semelhantes. Naturalmente, os processos industriais são executados com diferentes condições de controle e geridos de maneira igualmente diferenciada.

### 7.3 Dados históricos dos processos

A Figura 7.7 apresenta os dados de variação de granulometria do pó atomizado para as fábricas A e B e as respectivas regiões do planejamento experimental executado. A Figura 7.8 apresenta uma comparação entre ambas regiões experimentais. Observa-se que a região de variação de granulometria da fábrica A é menor que a região da fábrica B. Dessa maneira, pode-se esperar que a variação da granulometria seja mais crítica para a variação dimensional em B do que em A. Nos dois casos, observa-se que a granulometria varia preferencialmente na direção dos finos. Na maioria dos casos, o pó atomizado da fábrica B apresenta maior fração de médios e grossos, o que comprova a diferença da microestrutura mostrada na Figura 7.6.



Figura 7.7 Dados históricos de distribuição granulométrica do processo e regiões experimentais para as fábricas A e B



Figura 7.8 Comparação entre o tamanho das regiões experimentas de granulometria para as fábricas A e B

A Tabela 7.3 apresenta o resumo estatístico dos dados de umidade do pó atomizado e massa da peça para as fábricas A e B. As Figuras 7.9, 7.10, 7.11 e 7.12 trazem os histogramas de freqüência percentual e o ajuste à distribuição normal destas variáveis nos dois processos. Os dados mostram que a fábrica A opera com unidade maior do que a fábrica B, e conseqüentemente com pressão menor, Tabela 6.4, corrida 1. Tanto o desvio padrão quanto o intervalo de variação da unidade da fábrica B são maiores do que na fábrica A. Os histogramas de freqüência apresentam uma região de máximo, mas não se comportam muito bem em relação a normal. Porém, a fábrica B apresenta uma tendência mais semelhante à normal do que a fábrica A.

A massa da peça da fábrica B é maior tanto em magnitude quanto em variação. Nos dois casos, o histograma apresenta uma região de máximo, mas comportamento diferente da curva normal. Os coeficientes de variação são aproximadamente iguais. Embora a massa da peça possa ser ajustada de forma independente, ela sofre influência da variação da distribuição granulométrica. Quanto maior a variação da granulometria, maior a possibilidade de variação da massa da peça.

	Umidade do pó	atomizado [%]	Massa da peça [g]		
	Fábrica A	Fábrica B	Fábrica A	Fábrica B	
Média	7,7	6,7	1352	1622	
Desvio-padrão	0,2	0,3	25	42	
Máximo	8,1	7,5	1396	1698	
Mínimo	7,3	6,2	1300	1531	
Intervalo	0,8	1,3	96	167	
Coef.de variação	3,9	5,0	3,8	4	

Tabela 7.3 Resumo estatístico dos dados de umidade do pó atomizado e massa das peças para as fábricas A e B.



Figura 7.9 Dados históricos de umidade do pó atomizado do processo e distribuições normais para as Fábricas A e B



Figura 7.10 Comparação entre as curvas de distribuição normal de umidade das fábricas A e B



Figura 7.11 Dados históricos de massa da peça do processo e distribuições normais para as fábricas A e B



Figura 7.12 Comparação entre as curvas de distribuição normal de massa das fábricas A e B.

Comparando-se os dados de granulometria, umidade e massa da peça pode-se esperar que o processo da fábrica A seja mais estável do que o da fábrica B. Esta tendência pode ser confirmada, caso as taxas de variação das propriedades de interesse em relação a estas variáveis forem iguais.

Quanto à variação de pressão, as fábricas normalmente trabalham com um ajuste fixo. Apesar do ajuste permanecer fixo, ocorre uma variação natural na pressão de compactação. A Figura 7.13 mostra o histograma de freqüência percentual e a curva normal para o equipamento da fábrica B. O histograma apresenta freqüência zero para dois valores de pressão que estão sob a curva normal. Isso ocorre quando existe uma tendência a arredondamento dos valores<sup>27</sup>. A média é 370 kgf/cm<sup>2</sup>, o desvio –padrão 1,7 kgf/cm<sup>2</sup> e o intervalo 7 kgf/cm<sup>2</sup>. Estatisticamente, pode-se considerar que a pressão de compactação neste processo varia  $\pm 4$  kgf/cm<sup>2</sup> em relação à pressão ajustada. Por simplificação, este valor será adotado para o equipamento da fábrica A, tendo em vista que não foi possível obter as informações por limitação do equipamento em questão. Existe uma diferença na forma de gerir a operação de conformação das duas fábricas. Na fábrica A a pressão é ocasionalmente ajustada em um intervalo de  $\pm 20$  kgf/cm<sup>2</sup>, em degraus de 10 kgf/cm<sup>2</sup>. Isso é feito na tentativa de amenizar a variação de umidade do pó atomizado. Na fábrica B a pressão não sofre ajustes.



Figura 7.13 Histograma de freqüência percentual e distribuição normal da variação natural de pressão de compactação para o equipamento da fábrica B.

A queima é a etapa onde tradicionalmente são corrigidos alguns desvios do processo. Dessa maneira, o ciclo de queima sofre ajustes freqüentes. Além disso, dependendo do tipo de esmalte utilizado, o ciclo também sofre ajustes. A Figura 7.14 apresenta, como exemplo, o histograma de freqüência e distribuição normal da temperatura máxima de queima, inferior e superior, da fábrica B. Pode-se observar que o histograma não apresenta regiões de máximo e não há uma tendência normal, como conseqüência dos ajustes freqüentes. O intervalo de variação é de 23°C para a parte inferior, abaixo das peças, e 26°C na parte superior. A diferença de temperatura entre a parte inferior e superior varia entre 9 a 13°C, em módulo. A fábrica A opera com temperatura em torno de 5 a 10°C maior do que a fábrica B, como conseqüência da menor fundência da massa e principalmente pela menor densidade aparente a cru. As variações na temperatura de queima, que prejudicam a obtenção de peças de mesmo tamanho, estão principalmente relacionadas com o gradiente de temperatura existente entre as laterais e o centro do forno e por falha de carregamento de peças. De acordo com os técnicos das fábricas estudadas, a falha de carregamento é a maior responsável pela variação de

tamanho. A falta de placas causa elevação localizada na temperatura real de queima, tanto pelo atraso do sistema de controle quanto pela troca térmica entre a parte inferior e superior. As peças retraem mais e seu tamanho fica menor que o padrão. As fábricas monitoram mensalmente o percentual de utilização da capacidade máxima do forno. A fábrica A opera em média com 93% ao passo que na fábrica B o valor médio é 89%. Este parâmetro oferece um indicativo da maior ou menor incidência de falhas no carregamento do forno, sendo maior em B.



Figura 7.14 Histograma de freqüência e distribuição normal da temperatura máxima de queima, inferior e superior, fábrica B.

A Tabela 7.4 apresenta os dados de qualidade da produção em termos da variação dimensional para as fábricas A e B. O Tamanho M representa o padrão de qualidade. A Fábrica A apresenta maior uniformidade dimensional.

	Fábr	ica A	Fábrica B		
	30x30	40x40	30x30	40x40	
Pequeno [%]	0,7	4,5	2,4	6,1	
Médio [%]	98,9	92,5	95,5	89,2	
Grande [%]	0,4	3,0	2,1	4,7	

Tabela 7.4 Nível de qualidade dimensional de produção

### 7.4 Parâmetros Experimentais

A Tabela 7.5 apresenta as relações qualitativas entre as variáveis de controle e a suas influências ao longo do processo. A Tabela 7.6 apresenta os parâmetros do modelo matemático que foram obtidos com os ensaios laboratoriais e industriais. Os gráficos estão apresentados em anexo. De maneira geral, os resultados foram coerentes com informações da literatura. Apesar das formulações possuírem composição química e comportamento término semelhantes elas são constituídas por argilas que se comportam de forma diferente ao longo do processo produtivo. As condições operacionais também diferem de uma fábrica para outra, sendo que cada uma apresenta suas particularidades.

Tabela 7.5 Relações qualit	ativas e	entre as	variáve	eis de c	ontrole	e a s	uas inf	fluênci	ias a	o longo	do
processo, fábricas A e B.											
	_		_	**				**	_		

		Densidade	Expansão	Retração	Retração	Tamanho
		aparente	pós	de	de queima	final
			prensagem	secagem		
↑ Tamanho F	inal	$\uparrow$	$\uparrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	
↑ Retardo – E	FA		$\downarrow$	$\uparrow$	$\downarrow$	$\downarrow$
	FB		$\downarrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	$\uparrow$
↑ Pressão – P	FA	$\uparrow$	$\uparrow$	$\uparrow$	$\downarrow$	$\uparrow$
	FB	$\uparrow$	$\uparrow$	$\uparrow$	$\downarrow$	$\uparrow$
↑ Massa – M	FA		$\uparrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	$\uparrow$
	FB		$\uparrow$	$\downarrow$ / $\uparrow$	$\downarrow$	$\uparrow$
↑ Umidade – U	FA	$\uparrow$	$\downarrow$	$\uparrow$	$\downarrow$	$\uparrow$
	FB	$\uparrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	$\uparrow$
↑ Temperatura	FA				$\uparrow$	$\downarrow$
Т	FB				$\uparrow$	$\downarrow$

Símbolos:  $\uparrow$  aumenta;  $\downarrow$  diminui; o não altera;  $\downarrow$  /  $\uparrow$  aumenta ou diminui

		Fábrica A (FA)	Fábrica B (FB)
Expansão pós prensagem	$f(P)\Big _{\overline{E},\overline{M},\overline{U}}$	$1,600^{-}10^{-6}P + 7,407^{-}10^{-3}$ $R^2 = 0,964$	2,746 <sup>.</sup> 10 <sup>-6.</sup> P+9,428 <sup>.</sup> 10 <sup>-3</sup> R <sup>2</sup> = 0,964
	$\frac{\partial Ex}{\partial E}\Big _{\overline{P},\overline{M},\overline{U}}$	$-9,823 \cdot 10^{-4}$ R <sup>2</sup> = 1	-9,135 <sup>-</sup> 10 <sup>-4</sup> R <sup>2</sup> = 0,923
	$\frac{\partial Ex}{\partial M}\Big _{\overline{E},\overline{P},\overline{U}}$	$1,324 \cdot 10^{-5}$ R <sup>2</sup> = 1	2,035 <sup>-</sup> 10 <sup>-6</sup> R <sup>2</sup> = 0,901
	$\left \frac{\partial Ex}{\partial U}\right _{\overline{E},\overline{P},\overline{M}}$	$-5,156\cdot10^{-4}$ R <sup>2</sup> = 0,998	-4,896 <sup>-</sup> 10 <sup>-4</sup> R <sup>2</sup> = 0,975
Retração de Secagem	$f(P)\Big _{\overline{E},\overline{M},\overline{U}}$	2,443 <sup>·</sup> 10 <sup>-5.</sup> P – 2,356 <sup>·</sup> 10 <sup>-3</sup> R <sup>2</sup> = 1	-4,065 <sup>·</sup> 10 <sup>-8·</sup> P <sup>2</sup> +2,956 <sup>·</sup> 10 <sup>-5·</sup> P - 3,270 <sup>·</sup> 10 <sup>-3</sup> R <sup>2</sup> = 0,997
	$\frac{\partial Rs}{\partial E}\Big \overline{P},\overline{M},\overline{U}$	1,050 <sup>-10-3</sup> R <sup>2</sup> = 1	7,101 <sup>.</sup> 10 <sup>-4.</sup> E-1,521 <sup>.</sup> 10 <sup>.3</sup> R <sup>2</sup> = 1
	$\left \frac{\partial Rs}{\partial M}\right  \overline{E}, \overline{P}, \overline{U}$	-1,574 <sup>-</sup> 10 <sup>-6</sup> R <sup>2</sup> = 0,995	2,451 <sup>·</sup> 10 <sup>-8</sup> ·M-7,835 <sup>·</sup> 10 <sup>-5</sup> R <sup>2</sup> = 1
	$\left \frac{\partial Rs}{\partial U}\right \overline{E},\overline{P},\overline{M}$	4,884 $10^{-4}$ R <sup>2</sup> = 1	$5,802 \cdot 10^{-4}$ R <sup>2</sup> = 0,942
Retração de Queima	$f(D)\Big _{\overline{T},\overline{M},\overline{E}}$	-8,204 <sup>.</sup> 10 <sup>-5.</sup> D + 2,261 <sup>.</sup> 10 <sup>-1</sup> R <sup>2</sup> = 0,996	-8,886 <sup>·</sup> 10 <sup>-5</sup> +2,438 <sup>·</sup> 10 <sup>-1</sup> R <sup>2</sup> =0,992
	$\left \frac{\partial Rq}{\partial T}\right _{\overline{D},\overline{M},\overline{E}}$	$4,433^{-}10^{-4}$ R <sup>2</sup> = 0,971	$5,466^{-10^{-5}}$ R <sup>2</sup> = 0,995
	$\left  \frac{\partial Rq}{\partial M} \right _{\overline{D},\overline{T},\overline{E}}$	$-5,144 \cdot 10^{-6}$ R <sup>2</sup> = 1	-4,746 <sup>·</sup> 10 <sup>-8</sup> +1,459 <sup>·</sup> 10 <sup>-4</sup> R <sup>2</sup> = 1
	$\left \frac{\partial Rq}{\partial E}\right _{\overline{D},\overline{T},\overline{M}}$	$-3,711\cdot10^{-4}$ R <sup>2</sup> = 1	$-8,207 \cdot 10^{-4}$ R <sup>2</sup> = 0,764
Densidade aparente	$f(G)\Big _{\overline{P},\overline{U}}$ (FA)	1743 f+1758 m+1639 g+417,4 fı	m+152,0fg+523,6mg
	$f(G)\Big _{\overline{P},\overline{U}}$ (FB)	1948 f+1947 m+1952 g-5,426 f n	n-76,87 fg-30,83 m g
	$\left  \frac{\partial D}{\partial P} \right  \bar{G}, \bar{U}$	-4,390 <sup>·</sup> 10 <sup>-2.</sup> P + 10,02 R <sup>2</sup> = 0,999	$4,642.10^{-1}$ R <sup>2</sup> = 991
	$\left  \frac{\partial D}{\partial U} \right _{\overline{G},\overline{P}}$	24,64 $R^2 = 0,998$	22,36 $R^2 = 0,985$
$\overline{E} - \overline{U} - \overline{P} - \overline{M} - \overline{T}$		1,5 - 7,2 – 205 – 1293 - 1152	0,8 - 6,5 - 350 - 1620 - 1115

Tabela 7.6 Parâmetros do modelo obtidos experimentalmente.

A fábrica B apresenta maior expansão após prensagem devido à menor umidade do pó atomizado e à maior pressão de compactação. Nesta fábrica, a taxa de variação da expansão em função da pressão também é maior. Quanto maior o retardo de extração e a umidade, menor a expansão após prensagem. Para as duas fábricas os valores das taxas de variação foram semelhantes. A maior diferença entre os dois processos, no que diz respeito à expansão após prensagem, está relacionada com a influência da massa da peça. A fábrica A opera com peso médio aproximadamente 17% menor. Em ambos os casos, quanto maior a massa da peça, maior a expansão. Peças mais pesadas são mais espessas e apresentam maiores obstáculos para a saída do ar do interior do material. Observou-se que a taxa de variação da expansão em função da massa na fábrica A foi 6,5 vezes maior do que na fábrica B. O ciclo de compactação e as taxas de aplicação de pressão, influenciam na capacidade de eliminação do ar contido no interior das peças. Quanto maior a taxa de aplicação da pressão maior a expansão em função do maior aprisionamento de ar. Embora estas características não tenham sido mensuradas, parece haver diferenças entre o ciclo de compactação das fábricas.

Quanto maior a umidade da peça compactada, maior a retração de secagem. As taxas para as duas fábricas são semelhantes. A pressão de compactação faz aumentar a retração de secagem. Essa relação é observada provavelmente em função do aumento da expansão com a pressão. Durante a secagem, ocorre a retração de parte do que expandiu em função do aumento de pressão. De modo geral, pode-se dizer que a fábrica A sofre maior variação da retração de secagem do que a fábrica B para as variáveis pressão, retardo e massa.

A retração de queima corresponde à maior variação de tamanho sofrida pelas placas ao longo do processo. Como apresentado nas seções anteriores, durante a queima as placas cerâmicas perdem massa e reduzem significativamente sua porosidade. Quanto menor a porosidade inicial, maior a densidade aparente a cru, menor a retração de queima. Quanto maior a temperatura de queima, maior a retração. Quanto maior a massa da peça, o processo de transferência de calor é mais lento e dessa forma a placa retrai menos. Também foi observado que quanto maior o retardo de extração, menor a retração de queima. Comparando os resultados entre as fábricas, pode-se observar algumas diferenças. A taxa de variação da retração de queima em função da densidade aparente a cru e do retardo é maior na fábrica B. Foi observado que a retração de queima em função da massa na fábrica B segue uma relação polinomial de ordem 2; dessa maneira, a derivada é uma equação do primeiro grau com inclinação negativa. Para a variação da massa da peça abaixo do valor padrão, os valores da derivada são menores do que a fábrica A e para variações acima de valor padrão o valor da derivada é maior.

A avaliação da retração de queima em função da temperatura foi realizada em forno laboratorial. Dessa maneira, existem diferenças entre a dinâmica de transferência de calor em

relação a um forno industrial e em relação às dimensões dos corpos-de-provas. Uma das formas de se obter uma equivalência de queima está relacionado com o monitoramento da absorção de água. Para mesmos valores de absorção de água, admite-se que as queimas são equivalentes, mesmo que as condições de temperatura e tempo sejam diferentes. Este critério foi considerado apenas para a fábrica B. Para a fábrica A, adotou-se o critério da equivalência de temperatura e ciclo. O resultado está apresentado no diagrama de gresificação da Figura 7.15. Pode ser observado que os valores de absorção de água obtidos para a massa da fábrica A são muito baixos em relação à fábrica B. Como conseqüência, a taxa de variação da retração de queima foi subavaliada. É interessante observar que os pontos experimentais das duas fábricas parecem pertencer a uma mesma linha de tendência. Tendo em vista o resultado do diagrama de gresificação e a semelhança nas curvas de dilatação térmica linear, será considerado que a taxa da retração de queima com a temperatura da fábrica A é igual a taxa da fábrica B, 4,433<sup>-10<sup>4</sup> oC<sup>-1</sup>.</sup>



Figura 7.15 Diagrama de gresificação, Fábricas A e B

Os resultados da densidade aparente também estão de acordo com os resultados encontrados na literatura. Dentro da faixa estudada, tanto o aumento da pressão de compactação quanto da umidade do pó atomizado faz aumentar a densidade aparente. As taxas de variação são maiores na fábrica A devido à menor pressão de compactação e às características de plasticidade da massa. Dessa forma, a operação industrial de conformação na fábrica A requer um controle mais rigoroso do que em B.

Para demonstrar, de maneira simples, como o modelo proposto funciona, será considerado o exemplo do diagrama de compactação da fábrica A. Escrevendo-se a densidade aparente em função da pressão e umidade, a equação fica como segue:

$$D = f(P) + (U - \overline{U}) \cdot \frac{\partial D}{\partial U}\Big|_{\overline{P}}$$
 Eq 7.1

Sendo:

A Figura 7.16 é o diagrama da densidade aparente em função da umidade para alguns valores de pressão. Neste caso, se obtém retas paralelas porque a derivada da densidade em relação a umidade é uma constante. No caso da derivada ser, ao invés de constante, uma função de primeiro grau da pressão de compactação a equação será:

$$\left. \frac{\partial D}{\partial U} \right|_{\overline{P}} = d \cdot P + f$$
 Eq 7.3

O resultado gráfico pode ser visualizado na Figura 7.17. Observa-se que as retas não são mais paralelas entre si. Mesmo assim o modelo é capaz de acompanhar esta tendência.



Figura 7.16 Diagrama da densidade aparente em função da umidade, caso real.



Figura 7.17 Diagrama da densidade aparente em função da umidade, caso hipotético.

Os modelos obtidos para a variação da densidade aparente em função da granulometria mostram maior sensibilidade para a formulação da fábrica A. Como a amplitude de variação da granulometria da fábrica A é menor do que na fábrica B, o efeito sobre a variação do compartimento final passa a ser menor em A.

A Tabela 7.7 apresenta o resultado da variação dimensional, dL, para ambas as fábricas em duas condições distintas de variação de granulometria. A condição C1 representa os limites naturais de variação para cada fábrica. Pode ser observado que a variação da granulometria na fábrica A afeta menos a variação dimensional. Na condição C2, o efeito da variação da granulometria esta sendo avaliado na mesma região de variação para os dois casos. Esta região é maior do que C1 da fábrica A e menor do que C1 da fábrica B. O resultado comprova o exposto no parágrafo anterior.

		Fábrica A				Fábrica B			
		Min.	Máx.	dL [mm] 30x30	dL [mm] 40x40	Min.	Máx.	dL [mm] 30x30	dL [mm] 40x40
C1	Finos	0,32	0,50			0,14	0,51		
	Médios	0,45	0,54	0,063	0,087	0,40	0,67	0,206	0,285
	Grossos	0,06	0,16			0,04	0,36		
C2	Finos	0,30	0,50			0,30	0,50		
	Médios	0,44	0,64	0,171	0,237	0,44	0,64	0,158	0,218
	Grossos	0,06	0,26			0,06	0,26		

Tabela 7.7 Variação dimensional dL em função da variação da granulometria, fábricas A e B.

A Tabela 7.8 apresenta os valores numéricos da variação dimensional,dL, que representa o efeito de variação das variáveis de controle, dx, em duas condições diferentes, C1, C2.

A condição C1 representa o intervalo de variação, dx, que ocorre naturalmente no processo. Para a variável retardo de extração, admitiu-se uma variação de 0,15 s embora esta não tenha sido efetivamente determinada. Para a variável temperatura, admitiu-se dT = 3°C, baseado em informação publicada por Amorós<sup>8</sup>, que afirma que um dT de 3°C corresponde a um funcionamento deficiente do forno. Os intervalos das demais variáveis foram determinados a partir de dados do processo, já apresentados anteriormente.

A condição C2 representa a variação dx que corresponde a uma variação dimensional dL  $\approx 0,175$  mm, conforme o estabelecido pela Eq. 6.5. A condição C2 da granulometria, Tabela 7.7, foi determinada a partir da variação dL = 0,171mm para a bitola 30x30 da fábrica A e mantida constante para a fábrica B e bitola 40x40.

A avaliação industrial foi realizada com a bitola 30x30, mas o modelo obtido foi extrapolado para a bitola 40x40. Os resultados, Tabela 7.8 condição C1, apontam que a variável que mais interfere no comprimento final é a massa da peça, seguida da temperatura e umidade. A pressão para a fábrica A influencia mais que a granulometria: na fábrica B o efeito é o contrário. Comportamento que é justificado pela maior variação de granulometria que a fábrica B apresenta. Estas informações estão representadas no gráfico de pizza da Figura 7.18.

As variações de pressão e retardo na condição C1 já apresentam um patamar menor do que C2, o que indica que são variáveis que já operam industrialmente em condições adequadas. O mesmo efeito pode ser atribuído a granulometria da fábrica A.

Comparando-se o somatório das variações, dL, das condições C1 e C2 pode-se observar que, para todos os casos, o valor de C1 é maior do que C2. Isso mostra que, para aumentar o nível de qualidade da produção, é necessário reduzir os limites de variação das variáveis de controle, cujo valor da variação, dL, na condição C1 é maior do que na condição C2.
		FA			FB				
		30x30		40x40		30x30		40x40	
		dx	dL [mm]	dx	dL [mm]	dx	dL [mm]	dx	dL [mm]
Retardo – E	C1	0,15	0,071	0,15	0,098	0,15	0,016	0,15	0,022
(s)	C2	0,37	0,176	0,27	0,175	1,30	0,172	1,05	0,175
Pressão – P	C1	8,0	0,157	8,0	0,264	8,0	0,108	8,0	0,154
(kgf/cm <sup>2</sup> )	C2	9,0	0,175	6,5	0,176	13,0	0,176	9,0	0,174
Umidade – U	C1	0,80	0,277	0,80	0,382	1,30	0,411	1,30	0,567
(%)	C2	0,50	0,173	0,36	0,172	0,56	0,177	0,40	0,175
Massa – M	C1	96	0,570	96	0,788	167	0,461	167	0,631
(g)	C2	30	0,178	22	0,181	64	0,178	46	0,176
Temp – T	C1	3,0	0,419	3,0	0,581	3,0	0,422	3,0	0,581
(°C)	C2	1,2	0,174	0,9	0,174	1,2	0,174	0,9	0,174
Granulometria	C1	-	0,063	-	0,087	-	0,206	-	0,285
G	C2	-	0,171	-	0,237	-	0,158	-	0,218
Outras	C1	-	0,150	-	0,15	-	0,15	-	0,15
	C2	-	0,150	-	0,15	-	0,15	-	0,15
Somatório	C1	-	1,71	-	2,35	-	1,77	-	2,39
	C2	-	1,20	-	1,27	-	1,19	-	1,24
Estimativa da	C1	-	96,5	-	87,4	-	95,8	-	86,8
Qualidade [%]	C2	-	99,7	-	99,6	-	99,8	-	99,6

Tabela 7.8 Variação dimensional, dL, em função do intervalo de variação, dx, das variáveis de controle, fábricas A e B.





A estimativa da qualidade da Tabela 7.8 considera que o valor do intervalo de variação do comprimento final corresponde ao somatório de dL das variáveis de controle. De fato, existe uma probabilidade muito baixa de coincidir todos os parâmetros de modo a resultar no intervalo de variação atribuído a este somatório. Uma avaliação mais precisa pode ser realizada a partir de simulação numérica. A maioria dos softwares de planilha eletrônica possui o recurso de geração de números aleatórios. No presente estudo, utilizou-se o Microsoft Excel. A simulação foi realizada partindo-se da atribuição do valor padrão de cada variável e o respectivo intervalo de variação (dx) desejado. Dessa maneira, o limite inferior de controle (LIC) e o limite superior de controle (LSC) foram determinados. A ferramenta de geração de números aleatórios foi aplicada dentro do intervalo de controle de modo a gerar 350 combinações para cada simulação. A Figura 7.19 apresenta um exemplo das cartas de controle geradas pelo software. A variação da granulometria esta representada pela variação da fração de finos. O exemplo apresentado representa a condição C1 da Fábrica B.



Figura 7.19 Exemplo das cartas de controle geradas pela simulação em planilha eletrônica

O histograma de freqüência da Figura 7.20 mostra o resultado da simulação em termos do tamanho final das placas cerâmicas para a bitola 30x30. Pode-se observar que a resposta comporta-se muito próxima de uma distribuição normal. A Figura 7.21 apresenta um gráfico comparativo entre as distribuições de tamanho final obtidas para as fábricas A e B na condição C1 e C2. Pode ser mais uma vez observado que a amplitude de variação é maior na condição C1 do que em C2. Comparando-se as fábricas, os valores de amplitude não foram muito diferentes.



Figura 7.20 Histograma de freqüência e curva normal para o tamanho final, Lf, Fábrica B bitola 30x30.



Figura 7.21 Curva de distribuição normal para o tamanho final, Lf, fábricas A e B, condições C1 e C2.

A Tabela 7.9 apresenta os valores numéricos do resultado do intervalo de variação dimensional total,  $\Delta$ L, e a estimativa da qualidade para as condições C1 e C2. Comparando os resultados dessa tabela com os resultados da Tabela 7.8, pode-se observar que numa situação real, a determinação do somatório da contribuição de cada variável sobre o tamanho final requer uma consideração probabilística. Com essa consideração, o intervalo de variação é menor do que o somatório aritmético dos efeitos individuais. Para a condição de variação natural do processo, é possível obter 99% de qualidade para a bitola 30x30 e aproximadamente 95% para a bitola 40x40. No caso do processo operar com os limites de controle conforme a condição C2, obtém-se qualidade de 100% dentro de um intervalo de variação menor do que 1,0 mm para as duas bitolas. Estes intervalos de variação são bastante estreitos e a realização prática, tendo em vista a realidade das fábricas em questão, pode resultar num custo muito elevado.

		F.	A		FB				
	30>	<b>‹</b> 30	40x40		30x30		40x40		
	∆L [mm]	Quali. [%]	∆L [mm]	Quali. [%]	∆L [mm]	Quali. [%]	∆L [mm]	Quali. [%]	
C1	1,39	99,1%	1,86	94,7%	1,40	99,0%	1,85	94,8%	
C2	0,84	100%	0,91	100%	0,85	100%	0,93	100%	
C1 / C2 – D	1,27	99,5%	1,69	96,7%	1,23	99,7%	1,63	97,3%	
C1 / C2 – T	1,17	99,8%	1,51	98,3%	1,20	99,7%	1,61	97,4%	
C1 / C2 – M	1,05	99,9%	1,32	99,4%	1,17	99,8%	1,54	98,0%	
C3	0,98	100%	1,32	99,3%	0,98	100%	1,32	99,3%	

Tabela 7.9 Intervalo de variação do tamanho final, ∆L, fábricas A e B, para diferentes condições de simulação

A diferença encontrada entre o índice de qualidade calculado pelo modelo e o resultado real está relacionada com os seguintes fatores:

- A simulação não levou em consideração as falhas de carregamento do forno, que ocorrem com freqüência;
- A influência das variáveis não assinaláveis pode ter sido subdimensionada.
- Não foi levado em consideração o sistema de gestão da produção, desde o sistema de aquisição de dados até a execução das ações de controle;
- O modelo não leva em consideração a ocorrência de empeno das peças;
- Os parâmetros experimentais relacionados a retração linear de queima foram obtidos com peças não esmaltadas.

Os resultados obtidos podem ser considerados como o nível máximo de qualidade a ser atingido para os limites de controle estabelecidos. O controle de variação dimensional requer o controle da densidade aparente, da massa da peça e da temperatura de queima. O modelo proposto permite simular inúmeras condições de controle e avaliar o nível de eficácia de cada uma delas. A Tabela 7.9 apresenta ainda os resultados de 4 novas condições de controle.

O primeiro caso apresentado, C1/C2 – D, está relacionado com o controle da densidade aparente na condição C2 e as demais variáveis na condição C1. Para a fábrica A, essa condição é estabelecida reduzindo-se o intervalo de variação da umidade da condição C1 para a condição C2, já que a pressão e a granulometria mesmo em C1 encontram-se num intervalo de variação menor do que C2. Para a fábrica B, os intervalos de variação da umidade e granulometria são reduzidos de C1 para C2. No segundo caso, C1/C2 – T, a variação da temperatura foi reduzida para C2 e no terceiro, C1 / C2 – M, a massa da peça. Comparando-se estas três condições, pode-se observar que o controle da massa da peça resulta em maior incremento na qualidade, seguido da temperatura e densidade aparente. Esta ordem significa que a variação natural da massa da peça está mais longe do nível adequado do que as demais variáveis.

A condição C3 representa uma redução no intervalo de variação de todas as variáveis simultaneamente. O valor dos intervalos foi calculado a parir da média entre C1 e C2. Para as variáveis que se encontram naturalmente em intervalos adequados foi mantida a condição C1, retardo e pressão; e granulometria da fábrica A. Os resultados mostraram que esta ação conjunta foi mais efetiva do que as anteriores. Outra vantagem é que os intervalos de variação são mais estreitos do que C1 mas não tão estreitos quanto C2. A Tabela 7.10 apresenta os intervalos de variação na condição C3 para as fábricas A e B e bitolas 30x30 e 40x40. A Figura 7.22 é um gráfico de colunas do intervalo de variação dimensional, para a bitola 30x30, comparando as cinco condições de simulação avaliadas. Pode-se observar mais uma vez que o controle da variação de massa é mais significativo. Na fábrica A, ela apresenta um resultado mais expressivo. Cada processo apresenta comportamento distinto e dessa maneira os intervalos de controle são igualmente distintos, para que seja possível atingir níveis equivalentes de qualidade. Uma vez definidos os limites de controle que assegurem um aumento no nível de qualidade, o próximo passo é executar ações para garantir a manutenção do processo dentro desses limites.

		F.	A		FB				
	30x30		40x40		30x30		40x40		
	dx	dL [mm]	dx	dL [mm]	dx	dL [mm]	dx	dL [mm]	
Retardo (s)	0,15	0,071	0,15	0,098	0,15	0,016	0,15	0,022	
Pressão	8,0	0,157	8,0	0,264	8,0	0,108	8,0	0,154	
(kgf/cm <sup>2</sup> )									
Umidade (%)	0,65	0,225	0,58	0,277	0,93	0,294	0,85	0,371	
Massa (g)	63	0,374	59	0,484	116	0,320	107	0,403	
Temp (°C)	2,1	0,296	1,95	0,378	2,1	0,298	1,95	0,378	
Granulometria	-	0,063	-	0,087	-	0,182	-	0,252	
Outras	-	0,150	-	0,15	-	0,15	-	0,15	

Tabela 7.10 Intervalo de controle das variáveis na condição C3.



Figura 7.22 Gráfico de colunas para o intervalo de variação do tamanho final, ∆L, para as 6 condições simuladas.

### 8 CONCLUSÃO

O modelo matemático desenvolvido pôde ser aplicado no estudo da variação dimensional de planas cerâmicas. Matematicamente, ele pode ser escrito utilizando-se um número infinito de variáveis, desde que sejam independentes entre si. As variáveis consideradas são chamadas de variáveis assinaláveis. No caso em questão foram consideradas: a distribuição granulométrica e umidade do pó atomizado, pressão de compactação, retardo de extração, massa da peça e temperatura de queima.

O modelo permitiu que o planejamento experimental fosse realizado de forma individual para cada variável, mantendo-se as demais na condição estabelecida como padrão. Dessa maneira, ocorre uma redução significativa no número de ensaios necessários para a determinação dos parâmetros experimentais, sem prejuízo para a confiabilidade dos resultados. Isso foi possível principalmente porque o sistema é avaliado, via simulação numérica, dentro de intervalos de respostas estreitos. O modelo proposto não impede que sejam considerados planejamentos fatoriais mais completos. Os dados experimentais obtidos se ajustaram satisfatoriamente aos polinômios de primeira ou segunda ordem aplicados.

A realização de ensaios nas linhas de produção foi um dos principais fatores que garantem a confiabilidade dos resultados. Nem todos os parâmetros puderam ser obtidos dessa forma. Para os estudos das variações de umidade, granulometria e temperatura de queima foram necessários experimentos laboratoriais, que resultaram em informações igualmente confiáveis.

As formulações de massas das fábricas analisadas apresentaram composição química e comportamento térmico semelhante, mas são constituídas por argilas de procedências variadas. Mesmo com as semelhanças observadas, as formulações apresentam comportamentos diferentes em cada processo. Existem diferenças significativas nos tipos de equipamentos e suas condições de ajuste, nos limites de controle e na forma de gerir cada uma das fábricas. O nível de qualidade registrado na fábrica A é maior do que na fábrica B. O resultado da simulação numérica apontou intervalos de variações menores que os observados na realidade industrial pelas seguintes razões:

- A simulação não levou em consideração as falhas de carregamento do forno, que ocorrem com freqüência;
- A influência das variáveis não assinaláveis pode ter sido subdimensionada.
- Não foi levado em consideração o sistema de gestão da produção, desde o sistema de aquisição de dados até a execução das ações de controle;

- O modelo não leva em consideração a ocorrência de empeno das peças;
- Os parâmetros experimentais relacionados a retração linear de queima foram obtidos com peças não esmaltadas.

Mesmo com estas limitações, o modelo foi capaz de diferenciar com clareza a influência das variáveis assinaláveis mas condições simuladas. Estes resultados apontaram que as variações da massa da peça, temperatura de queima e densidade aparente da peça são, nesta ordem, as principais responsáveis pela variação dimensional nos processos estudados. Isto significa que o atual intervalo de variação da massa da peça está mais afastado do intervalo que representa uma situação adequada.

A simulação mostrou que, restringindo os intervalos de variação das variáveis, a qualidade do processo aumenta. Este aumento ocorre de maneira mais eficaz quando todas as variáveis foram elevadas simultaneamente a intervalos de variação mais estreitos. Pode-se observar também que estes limites devem ser mais estreitos para a bitola 40x40 do que para a bitola 30x30. A definição dos limites ideais depende do tamanho das peças e da realidade de cada processo, mas pode-se dizer que variações maiores que 50g de massa da peça, 2°C de temperatura de queima, 0,5% de umidade do pó atomizado e 8 kgf/cm<sup>2</sup> de pressão de compactação aumentam de forma significativa a variação do tamanho final das placas cerâmicas, e conseqüente redução da qualidade. Para a granulometria, é desejável que as frações não sofram variações maiores do que 20%. Das variáveis estudadas o retardo foi a que apresentou menor influência sobre a variação dimensional. Mesmo assim, para a fábrica A ele representa uma alternativa para corrigir eventuais desvios do processo.

Uma vez que o modelo para a simulação tenha sido estabelecido, é possível estudar e planejar diferentes formas de gestão do processo para contornar eventuais deficiências técnicas e/ou econômicas de manter o processo operando em intervalos mais estreitos que o atuais níveis.

O controle de processo é uma atividade que demanda recursos, principalmente na área de automação. Porém, grande parte do controle ainda depende de operações realizadas pelos operadores de máquinas. Dessa maneira, todo o ciclo, desde a coleta de informação até a tomada de ação, está sujeito a falhas que resultam em perda de qualidade. Esta realidade faz com que o treinamento, a conscientização e os incentivos por parte da gerência constituam importantes ferramentas que potencializam as ações de controle e a melhoria do processo.

## 9 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O modelo desenvolvido para controle de variação dimensional de placas de monoqueima não esmaltadas processadas por via úmida poderia ser aplicado para outras tipologias de revestimentos cerâmicos e para processos que empregam moagem por via seca.

Outras variáveis que não foram consideradas, tais como: variação do resíduo de moagem, composição das matérias-primas e camada de esmaltes poderiam ser acrescentados ao modelo.

O efeito das falhas de carregamento do forno na variação dimensional poderia ser quantificado e também fazer parte do modelo.

A metodologia empregada poderia ser utilizada para o estudo da variação de tonalidade de placas cerâmicas.

O modelo sofreu várias simplificações para ser possível um balanço global do processo produtivo. Modelos mais abrangentes poderiam ser desenvolvidos para cada etapa individualmente.

## 10 REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] ANFACER. Produção e Consumo Mundiais. Mundo Cerâmico. Ano XII, num 102, p. 10
  14, Nov/Dez 2004.
- [2] BARBA, A. BELTRÁN, V. FELIU, C. GARCÍA, J. GINÉS, F. SANCHEZ, E. SANZ, V. Matérias Primas para la Fabricacion de Soportes de Baldosas Cerámicas. Instituto de Tecnología Cerámica, Castellón, 1997.
- [3] MORELLI, M. Formulação de materiais cerâmicos. São Carlos: CCDM/UFSCar, 1999.
- [4] Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 13818: Placas cerâmicas para revestimento - Especificação e métodos de ensaios, Rio de Janeiro: ABNT, 1997.
- [5] ISO 13006. Ceramic Tiles. The International Standards. Ed. Int. CERLabs, 1992.
- [6] MELCHIADES, F.G. ROVERI, C. D. SOTÉRIO, J. SILVA, L.L. BOSCHI A.O. Controle Dimensional e do Formato de Revestimentos Cerâmicos, Parte I: Dimensões. Cerâmica Industrial, p 27-33, 6 (5) Setembro/Outubro, 2001.
- [7] MELCHIADES, F.G. ROVERI, C. D. SOTÉRIO, J. SILVA, L.L. BOSCHI A.O. Controle Dimensional e do Formato de Revestimentos Cerâmicos, Parte II: Formato. Cerâmica Industrial, p 11-17, 6 (6) Novembro/Dezembro, 2001.
- [8] AMORÓS, J.L. ESCARDINO, A. SÁNCHEZ, E. ZAERA, F. Stabilità delle Dimensioni nelle Piastrelle Porose Monocotte. Ceramica Informazione, p 156-167, nº 324, marzo,1993.
- [9] AMORÓS, J.L. MALLOL J.G. MEZQUITA, A. LLORENS, D. LOPES, F.C. CERISUELO J. A. VARGAS, M. Melhoria da Estabilidade Dimensional de Peças de Grês Porcelânico através da Medida Contínua da Umidade dos Suportes Prensados. Ver. Cerâmica Industrial, 9 (2) Março/Abril, 2004.
- [10] TSENG. J.W. Statistical analysis of process parameters influencing dimensional control in ceramic injection molding. Journal of Materials Processing Technology, p 242–250, 79, 1998.
- [11] REED, J. S. Principles of Ceramics Processing. 2<sup>a</sup> ed, Wiley Interscience, New York, 1994.
- [12] CLAUSSEN, N. Mechaniche Eigenschasten Keramischer Werkstofte. Technische Universitat Hamburg-Harmburg, 1995.
- [13] BARSOUM, M. W. Fundamentals of Cerâmics. McGraw Hill, New York, 1997.
- [14] CALLISTER, W. D. Jr, Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução, 5a edição, LTC - Livros Técnicos e Científicos, Rio de Janeiro, 2002.

- [15] GLADSTONE M. B., BRESSIANI J. C. A indústria cerâmica brasileira. Associação Brasileira de Cerâmica (ABC). São Paulo, junho de 2000.
- [16] CERÂMICA PORTO FERREIRA. Análise Crítica das Novas Normas Técnicas de Revestimentos Cerâmicos – Capítulo Segundo: O Fundamental das Normas ISO/NBR Sobre Placas Cerâmicas para Revestimento. Cerâmica Industrial, p 7-16, 5 (2) Março/Abril, 2000.
- [17] OLIVEIRA, A.P.N. Tecnologia de Fabricação de Revestimentos Cerâmicos. Cerâmica Industrial, 37-47, 5 (6), Novembro/Dezembro, 2000.
- [18] VAN VLACK, L. H. Propriedades dos Materiais Cerâmicos. Edgard Blucher, São Paulo, 1973.
- [19] VECCHI, G. Collana di Tecnologia Ceramica. Faenza Editrice, Faenza.
- [20] PANTOLFELLI, V. C. Dispersão e Empacotamento de Particulas. São Paulo, Editora Fazendo Arte, 2000.
- [21] POZZI, P. & GALASSI, C. La Reologia dei Materiali Ceramici Tradizionali. Gruppo Editoriale Faenza Editrice S.p.A., Faenza, 1994.
- [22] RAVAGIOLI, A et all. Reologia Ceramica Applicata. Faenza Editrice S.p.A, Faenza, 1989.
- [23] CAO, X.Q. VASSEM, R. SCHWARTZ, S. JUNGEN. W. TIETZ, F. STÖEVER, D. Spraydrying of ceramics for plasma-spray coating. Journal of the European Ceramic Society, p 2433-2439, 20, 2000.
- [24] NEGRE, F. JARQUE, J.C. FELIU, C. ENRIQUE, J.E. Estudo da Operação de Secagem por Atomização de Pós Cerâmicos em Escala Industrial: Seu Controle e Automatização. Cerâmica Industrial, p 47-52., 5 (2) Março/Abril, 2000.
- [25] RIBEIRO, M.J. VENTURA, J. M. LABRINCHA, J. A. A Atomização como Processo para a Obtenção de Pós para a Indústria Cerâmica. Cerâmica Indusitrial, p 34-40, 6 (5), Setembro/Outubro, 2001.
- [26] AMORÓS, J.L. MALLOL, G. SANCHÉS, E. GARCIA, J. Projeto de Silos para Armazenamento de Materiais na Forma de Pó. Problemas Associados a Etapa de Descarga. Cerâmica Industrial, p 12-23, 7 (1) Janeiro/Fevereiro, 2000.
- [27] AMORÓS, J.L, Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte 1: O Preenchimento das Cavidades do Molde. Cerâmica Industrial, p 23-28. 5 (5) Setembro/Outubro, 2000.
- [28] AMORÓS, J.L, Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte 2: Compactação. Cerâmica Industrial, p 14-22, 5 (6) Novembro/Dezembro, 2000.

- [29] AMORÓS, J.L, Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte 3: Variáveis do Processo de Compactação. Cerâmica Industrial, p 15-23, 6 (1) Janeiro/Fevereiro, 2001.
- [30] AMORÓS, J.L, Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte 3: Variáveis do Processo de Compactação. Cerâmica Industrial, p 15-23, 6 (1) Janeiro/Fevereiro, 2001.
- [31] AMORÓS, J.L, Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte 4: Extração da Peça e Resit6encia Mecânica a Verde. Cerâmica Industrial, p 46-50, 6 (2) Março/Abril, 2001.
- [32] AMORÓS, J.L, Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte 5: Descrição da etapa de Prensagem. Cerâmica Industrial, pp 27-35, 6 (3) Maio/Junho, 2001.
- [33] PAULA, G.R. QUINTEIRO, E. BOSCHI A. O. Efeito do Teor de Umidade e da Pressão de Prensagem Sobre as Características de Revestimentos Cerâmicos. Cerâmica Industrial, 28-31, 2 (3/4), Maio/Agosto, 1997.
- [34] THÜMMLER, F. OBERACHER, R. Introduction to Powder Metallurgy, The Institute of Materials, London, 1993.
- [35] CAVA, S., LONGO, E., PASKOCIMAS, C. A. VARELA, J.A. TASCA, A. MENDONÇA, T. HERTER, C.G. BARBOSA JR., J.C. Influência da cinética de oxidação no controle da atmosfera de fornos de revestimentos cerâmicos. *Cerâmica*, p.56-60, vol.46, no.298, Jun 2000.
- [36] DE NONI JR, A. HOTZA, D. GARCIA, D.E. Metodologia de Resolução de Problemas de Defeitos em Revestimentos Cerâmicos: Um Estudo de Caso. Cerâmica Industrial, 19-22, 5 (5) Setembro/Outubro, 2000.
- [37] KLEIN, A. N. Processamento de Materiais a partir do Pó: Possibilidades do Uso da Dilatometria no Estudo da Cinética de Sinterização e no Desenvolvimento de Novos Materiais. Monografia para concurso de prof. titular, Departamento de Engenharia Mecânica/UFSC, Florianópolis, 1992.
- [38] MELCHIADES, QUINTEIRO, E. BOSCHI A.O. A Curva de Gresificação: Parte I. Cerâmica Industrial, p 30-31, 1 (04/05) agosto/dezembro, 1996.
- [39] MELCHIADES, QUINTEIRO, E. BOSCHI A.O. A Curva de Gresificação: Parte II. Cerâmica Industrial, p 23-26, 2 (01/02) Janeiro/Abril, 1997.
- [40] PADOA, L. La Cottura dei Prodotti Ceramici. 2<sup>ª</sup> ed, Faenza, Faenza, 1975.
- [41] UPADHYAYA, G. S. Sintered Metallic and Ceramic Materials. Wiley Interscience, New York, 1999.

- [42] BERTO, M.J. ROSSI, G.A. Fundamentos Administrativos e Técnicos do Controle de Processo: Parte I. Cerâmica Industrial, p 44-46, 8 (5/6) Setembro/Dezembro, 2003.
- [43] BERTO, M.J. ROSSI, G.A. Fundamentos Administrativos e Técnicos do Controle de Processo: Parte II. Cerâmica Industrial, p 7-15, 9 (1) Janeiro/Fevereiro, 2003.
- [44] CAHN, R.W. HAASEN, P. KRAMER, E.J. Materials Sciente and Technology: Processing of Ceramics; Part I. vol 17a, VCH, New York, 1996.
- [45] KUME, H. Métodos Estatísticos para Melhoria da Qualidade. 8ª ed, Gente, São Paulo, 1993.
- [46] LOURENÇO FILHO, R de C.B. Controle Estatístico da Qualidade, 15<sup>a</sup> ed, LTC Livros Técnicos e Científicos, Rio de Janeiro, 1986.
- [47] ROSS, P.J. Aplicações das Técnicas Taguchi na Engenharia da Qualidade. 4<sup>ª</sup> ed, McGraw-Hill, São Paulo, 1991.
- [48] TAGUCHI, G. ELSAYED, E. A. HSIANG, T. C. Engenharia da Qualidade em Sistemas de Produção. McGraw-Hill, São Paulo, 1990.
- [49] MONTGOMERY, D. C. Design and analysis of experiments. 4. ed. J. Wiley, New York, 1997
- [50] BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. E.; BRUNS, R. E. Planejamento e otimização de experimentos. 2 ed. Campinas: Unicamp, 1996.
- [51] SANTOS JUNIOR, M. J. IRIGOYEN, E. R. C. Metrologia Dimensional: Teoria e Prática. Ed. da UFRGS, Porto Alegre, 1985.



Figuras A1, A2 e A3 Expansão após prensagem em função da pressão de compactação, retardo de extração e massa da peça, respectivamente.



Figuras A4, A5 e A6 Expansão após prensagem em função da umidade. Retração de secagem em função da pressão de compactação e retardo de extração, respectivamente.



Figuras A7, A8 e A9 Retração de secagem em função massa da peça e umidade, respectivamente. Retração de queima em função da densidade aparente.



Figuras A10, A11 e A12 Retração de queima em função da temperatura dequeima, massa da peça e retardo de extração, respectivamente.





Figuras A13 e A14 Densidade aparente em função da fração de finos médios e grossos, fábrica A e B respectivamente.



Figuras A15, A16, A17 Densidade aparente em função da pressão de compactação e umidade, respectivamente.



# A ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA

de conformidade com seu Estatuto Social confere o

## Prêmio de Melhor Trabalho Apresentado no 49° Congresso Brasileiro de Cerâmica aos autores do trabalho

Modelagem matemática aplicada ao controle de variação dimensional de placas cerâmicas de monoqueima do grupo blla.

Agenor De Noni Junior, Claudio de Oliveira Modesto; Antônio Pedro Novaes de Oliveira; Dachamir Hotza

São Pedro, 9 de junho de 2005

Urames Pires dos Santos Presidente da Associação Brasileira de Cerâmica