

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Dolly Santos Barbosa

**CONTROLE DO TAMANHO FINAL DE PORCELANATOS:
MODELAGEM E SIMULAÇÃO DAS ETAPAS
DE PRENSAGEM E SECAGEM**

**Florianópolis, SC
2011**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Dolly Santos Barbosa

**CONTROLE DO TAMANHO FINAL DE PORCELANATOS:
MODELAGEM E SIMULAÇÃO DAS ETAPAS
DE Prensagem e Secagem**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais

Orientador: Dachamir Hotza / UFSC

Coorientador: Ricardo Machado / UFSC

Supervisor: Gustavo Mallol / ITC-UJI

Florianópolis, SC

2011

Catálogo na fonte pela Biblioteca Universitária
da
Universidade Federal de Santa Catarina

S237c Santos Barbosa, Dolly
Controle do tamanho final de porcelanatos [tese] :
modelagem e simulação das etapas de prensagem e secagem /
Dolly Santos Barbosa ; orientador, Dachamir Hotza.
- Florianópolis, SC, 2011.
147 p.: grafs., tabs.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina,
Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais.

Inclui referências

1. Engenharia de materiais. 2. Porcelanatos - Secagem.
3. Revestimento cerâmico. 4. Prensas mecânicas. 5. Controle de
processo. I. Hotza, Dachamir. II. Universidade Federal de
Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais. III. Título.

CDU 620.1

Dolly Santos Barbosa

**CONTROLE DO TAMANHO FINAL DE PORCELANATOS:
MODELAGEM E SIMULAÇÃO DAS ETAPAS
DE Prensagem e Secagem**

Esta Tese foi julgada adequada para obtenção do Título de “Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais”, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 7 de outubro de 2011.

Prof. Dr. Carlos Augusto S. Oliveira
Coordenador do Curso

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Dachamir Hotza
Orientador- EMC/UFSC

Prof. Dr. Ricardo F. Machado
Co-Orientador- EQA/UFSC

Prof. Dr. Gustavo Mallol
Supervisor-ITC/UJI

Prof. Dr. Anselmo Boschi
DEMa/UFSCar

Prof. Dr. Agenor De Noni Jr
IMG/UNESC

Prof. Dr. Carlos R. Rambo
EEI/UFSC

Prof. Dr. Nestor Roqueiro
DAS/UFSC

*Con mucho amor y gratitud
a mis padres
Maribel Barbosa de Santos
y Daniel Santos Cruz
y a mi abuelita Zorayda Vergel.*

AGRADECIMENTOS

Gracias a la vida que me ha dado tanto...
-Violeta Parra-

A Dachamir Hotza pela experiência de vida.

A Ricardo Machado pela cálida hospitalidade e acolhida.

A Gustavo Mallol pela oportunidade do estágio na Espanha, pela confiança e grande compromisso com meu trabalho.

A Cintia Marangoni e seus pais, dona Lourdes e seu Carlos;
a Ledir Ribeiro e sua mãe dona Teresinha;
a Tatiana Lee, sua mãe Tania e sua avó dona Lusia;
pelo grande apoio e carinho ao fazer me sentir parte da família.

À Universidade Federal de Santa Catarina:

- Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, e em particular ao secretário Rogério Antonio Campos
- Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química e em especial ao secretário Edevilson Silva.
- Aos amigos e companheiros do Laboratório de Controle de Processos.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES/Brasil pela bolsa de doutorado.

À Universidad Nacional de Colombia pela oportunidade de realizar os estudos de doutorado na Universidade Federal de Santa Catarina e à Graciela Molano, pela ajuda e acompanhamento dos processos administrativos.

Este trabalho não teria sido possível sem a eficaz colaboração dos funcionários e técnicos das seguintes instituições:

- Instituto de Tecnología Cerámica da Universidad Jaume I (Castellón, España), em especial pelo apoio e excelente trabalho em equipe ao grupo de Máquinas e Protótipos liderado por Gustavo Mallol: María José Sánchez, Miguel Aguilera, Juan Boix e José María Arnau.
- Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial - SENAI/SC, Brasil pelo apoio técnico e pela disponibilidade das instalações da planta de produção de revestimentos cerâmicos onde foi realizado o trabalho experimental correspondente ao capítulo 4, especialmente a Benilson Vicente por sua dedicação e interesse.

- Cerâmica Portobello, cuja linha de produção serviu como estudo de caso para a análise do processo correspondente ao capítulo 3, com especial menção a Jorge Elias da Silva pela detalhada informação fornecida.
- ROCERSA – Roig Cerámica S.A., Espanha. Pela disponibilidade das instalações da fábrica de revestimentos cerâmicos para a execução dos experimentos em nível industrial correspondentes ao capítulo 6.

*While we may not be able to control
all that happens to us,
we can control
what happens inside us.*

Benjamin Franklin

*The greater the knowledge,
the greater the doubt.*

Johann Wolfgang Von Goethe

RESUMO

Inicialmente é utilizada uma análise de caso referente a uma linha de produção representativa em uma planta específica de porcelanatos para desenvolver um diagnóstico preliminar do estado de controle e automação desse segmento da indústria cerâmica do Brasil visando a integração do processo ao sugerir ações de controle que envolvam diferentes etapas simultâneas. A correção integrada do processo para eliminar os desvios existentes na linha de produção não é factível nas condições observadas atualmente, o que acarreta em perdas na produção e um alto custo operacional correspondente.

A metodologia de delineamento estatístico de experimentos é utilizada para analisar os efeitos dos fatores chaves sobre propriedades críticas nos suportes cerâmicos após as etapas de prensagem, secagem e queima em nível laboratorial e industrial e obter os modelos que relacionam os fatores de controle e suas interações estatisticamente significativas com as propriedades das peças. A interpretação dos resultados para a etapa de secagem é realizada mediante uma análise gráfica e estatística que versam sobre a média e a variabilidade.

Foi obtido e validado em escala de laboratório e industrial um modelo computacional que permite prever o tamanho final e a espessura das peças em escala industrial com suficiente precisão. O modelo também permite o cálculo das variáveis intermediárias (massa, densidade aparente a seco, tamanho e espessura) e leva em conta a influência da umidade do pó e/ou a pressão de compactação e/ou a temperatura máxima de queima sobre a densidade de preenchimento do molde, expansão pós-prensagem, retração de secagem, densidade aparente a seco e retração de queima. Assim, equações empíricas para correlacionar essas propriedades puderam ser obtidas.

O modelo validado em escala industrial permitiu analisar diferentes estratégias de controle de processos. O melhor cenário de controle analisado para manter constante o tamanho final da peça é aquele no qual se controla a densidade aparente a seco e o pior é aquele em que se controla a densidade aparente a úmido. A modificação da altura do leito do pó permite manter constante a espessura final das peças, no entanto não tem nenhum efeito sobre o tamanho final.

Palavras-chave: porcelanatos, revestimentos cerâmicos, delineamento estatístico de experimentos, prensagem, secagem, queima, controle dimensional.

ABSTRACT

First, a case study of a representative production line of porcelain tiles in a major industrial facility is used to preliminary develop a diagnosis on the current status of the control and automation in the Brazilian ceramic industry looking for a global integration by suggesting control actions that simultaneously involve several stages. The level of automation and control found does not allow integrated correction of the process to eliminate the existing deviations in the production line which leads to high losses related to production and operational costs.

The methodology of Statistical Design of Experiments is used to analyze at laboratorial and industrial scale the effect of the different key factors on the critical properties of the ceramic tiles after pressing, drying and firing stages. The models establishing relationships between the statistically significant controlled factors and their interactions and the properties of the tiles are developed. The interpretation of the results for drying stage is done by graphics and statistics on mean and variance.

A computational model that permits to predict the final size and thickness was obtained and validated in laboratory and industrial scales. This model also allows estimating the intermediate processing variables during the manufacture of ceramic tiles (mass, dry bulk density, size and thickness) and takes into account the influence of the powder moisture content and/or the maximum compaction pressure and/or the maximum firing temperature on filling density, springback, dry bulk density and drying and firing shrinkage. In this way, empirical equations to correlate those properties could be obtained.

The model validated at industrial scale permits analyzing different strategies of process control. The best of all scenarios of control which were analyzed to keep the final tile size constant is the one in which the dry bulk density is controlled and the worst is the one in which the wet bulk density is controlled. Changing the height of the power bed in press permits maintaining the final tile thickness constant; however, it has no effect on the final tile size.

Key words: porcelain tiles, ceramic tiles, statistical design of experiments, pressing, drying, firing, dimensional control.

LISTA DE FIGURAS

Fig. 3.1. Fluxograma de matéria para o processo de fabricação do porcelanato esmaltado (estudo de caso) Parte I.	16
Fig. 3.2. Fluxograma de matéria para o processo de fabricação do porcelanato esmaltado (estudo de caso) Parte II.	17
Fig. 3.3. Inter-relação entre as variáveis de processo, a densidade da peça seca e as características da peça queimada.	22
Fig. 3.4. Fatores que afetam a curva de queima.	25
Fig. 4.1. Planta Modelo do SENAI-SC.	38
Fig. 4.2. Esquema do secador utilizado.	40
Fig. 4.3. Delineamentos Experimentais 2^3 - Vista geométrica.	42
Fig. 4.4. Interação TP .	48
Fig. 4.5. Interação VT .	48
Fig. 4.6. Interação PV .	49
Fig. 4.7. Interação PV .	52
Fig. 4.8. Interação PT .	52
Fig. 4.9. Interação TP .	54
Fig. 4.10. Interação VT .	54
Fig. 4.11. Interação $H_{PÓ} P$.	57
Fig. 4.12. Interação $H_{PÓ} V$.	57
Fig. 4.13. Interação $H_{PÓ} P$.	59
Fig. 4.14. Interação $H_{PÓ} V$.	63
Fig. 4.15. Interação VP .	63
Fig. 4.16. Interação PV .	65
Fig. 5.1. Dimensional changes through the processing of porcelain tiles.	75
Fig. 5.2. Flow diagram and variables of porcelain tile fabrication process.	76
Fig. 5.3. Flow charts for calculating dimensional changes of ceramic tiles: (a) final length or diameter (X_d) and (b) final thickness (h_d).	79
Fig. 5.4. Granule size distribution for spray-dried powder.	80
Fig. 5.5. X-ray diffraction pattern for spray-dried powder.	81
Fig. 5.6. Fill density (D_0) as a function of the powder moisture content (W_0) with $CI_{95\%}$.	85

Fig. 5.7.	Springback (S_2) as a function of the powder moisture content (W_0) at compaction pressure (P_1) of 49.03MPa with $CI_{95\%}$ (dotted lines).	87
Fig. 5.8.	Dry bulk density (D_3) as a function of the compaction pressure (P_1) and powder moisture content (W_0) with $CI_{95\%}$ (dotted lines).	88
Fig. 5.9.	Linear firing shrinkage (S_4) as a function of the maximum firing temperature (T_4) and dry bulk density (D_3).	89
Fig. 5.10.	Three-dimensional response surface: linear firing shrinkage (S_4) as a function of the maximum firing temperature (T_4) and dry bulk density (D_3).	90
Fig. 5.11.	Influence of spray-dried powder moisture (W_0) on the fill mass (m_0) and tile mass (m_1 , m_2 and m_3).	92
Fig. 5.12.	Influence of spray-dried powder moisture (W_0) and maximum pressing pressure (P_1) on wet and sintered tile size (X_2 and X_4).	93
Fig. 5.13.	Influence of the powder moisture (W_0) on the tile thickness (h) along the fabrication steps, for a maxim pressure of 40 MPa.	94
Fig. 5.14.	Influence of powder moisture (W_0) and pressing pressure (P_1) on tile thickness (h).	95
Fig. 6.1.	Dry bulk density (D_3) as a function of the compaction pressure (P_1) and powder moisture content (W_0).	109
Fig. 6.2.	Linear firing shrinkage (S_4) as a function of dry bulk density (D_3) and the maximum firing temperature (T_4).	110
Fig. 6.3.	Final tile size (X_{I4}) as a function of dry bulk density (D_3), springback (S_2) and drying shrinkage (S_3).	113
Fig. 6.4.	Maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as a function of the format and the size tolerance (t_s).	115
Fig. 6.5.	Maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as a function of format, springback (S_2) and shrinkage (S_3 , S_4).	116
Fig. 6.6.	Variations of the effects of permissible tolerance (t_s), springback (S_2), dry shrinkage (S_3) and maximum moisture content variation (ΔW_0^*) on the maximum difference of dry bulk density (ΔD_3^*).	117
Fig. 6.7.	Graphical comparison of the model developed in this work (A) to obtain the maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as function of the format tile with two models (B and C) got in previous works [1] and [2] respectively.	118

Fig. 7.1.	Computational model to predict the final dimensions of the porcelain tiles.	123
Fig. 7.2.	Diagrams of cause and effect to analyse the final size of porcelain tile for a defined composition.	125
Fig. 7.3.	Dry bulk density control (D_3C).	128
Fig. 7.4.	Effect of moisture content on final size in function of the reference value for dry bulk density control (D_3C).	128
Fig. 7.5.	Wet bulk density control (D_2C).	130
Fig. 7.6.	Effect of moisture content on final size in function of the reference value for wet bulk density control (D_2C).	130
Fig. 7.7.	Diagram of cause and effect on wet bulk density.	131
Fig. 7.8.	Thickness control (h_1C).	132
Fig. 7.9.	Effect of moisture content on final size in function of the reference value for thickness control (h_1C).	133
Fig.7.10.	Thickness and dry bulk density control (h_1D_3C).	133
Fig.7.11.	Effect of moisture content on final size in function of the reference value for thickness and dry bulk density control (h_1D_3C).	134
Fig.7.12.	Comparative results of the effect of moisture content (W_0) on final size (X_4).	135
Fig.7.13	Comparative results of the effect of moisture content (W_0) on final thickness (h_4) and mass (m_3).	137
Fig.7.14.	Diagrams of cause and effect to analyse the final size of porcelain tile: different pathways from Fig. 7.2.	139

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1.	Matérias-primas para o processo de produção de porcelanato esmaltado (estudo de caso).	18
Tabela 3.2.	Malhas de controle automático nos equipamentos associados às etapas.	26
Tabela 4.1.	Valores dos fatores.	41
Tabela 4.2.	Definição de fatores e variáveis de resposta.	41
Tabela 4.3.	Matriz dos delineamentos Experimentais 2^3 .	41
Tabela 4.4.	Coefficiente de variação dos fatores.	42
Tabela 4.5.	Análise da variância para a umidade residual em função da temperatura do secador (T), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).	47
Tabela 4.6.	Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a umidade residual.	47
Tabela 4.7.	Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.	48
Tabela 4.8.	Análise de variância para a densidade aparente em função da temperatura do secador (T), a pressão de compactação (P), e a velocidade dos rolos (V).	50
Tabela 4.9.	Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a densidade aparente.	51
Tabela 4.10.	Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.	51
Tabela 4.11.	Análise da variância para a resistência mecânica em função da temperatura do secador (T), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).	53
Tabela 4.12.	Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a resistência mecânica.	53
Tabela 4.13.	Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.	54
Tabela 4.14.	Análise da variância para a umidade residual em função da umidade do pó atomizado ($H_{PÓ}$), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).	55
Tabela 4.15.	Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a umidade residual.	56
Tabela 4.16.	Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.	56
Tabela 4.17.	Análise da variância para a densidade aparente em função da umidade do pó atomizado ($H_{PÓ}$), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).	58

Tabela 4.18.	Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a densidade aparente.	58
Tabela 4.19.	Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.	59
Tabela 4.20.	Análise da variância para a resistência mecânica em função da umidade do pó atomizado ($H_{pó}$), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).	60
Tabela 4.21.	Fatores e interações significativas estatisticamente e seu nível de significância para os dois delineamentos experimentais a umidade do pó atomizado constante ($H_{pó}$ cte) e a temperatura do secador constante (T cte).	66
Tabela 4.22.	Resumo das condições de operação obtidas para cada experimento realizado para os dois delineamentos fatoriais a umidade do pó atomizado constante ($H_{pó}$ cte) e a temperatura do secador constante (T cte).	67
Tabela 4.23.	Classificação dos fatores de controle dependendo de seu efeito sobre a média e a variabilidade.	68
Tabela 4.24.	Valores médios da resistência mecânica.	68
Table 5.1.	Chemical analysis of spray-dried powder.	80
Table 5.2.	Rational mineralogical analysis of spray-dried powder.	80
Table 5.3.	Factor levels of processing parameters: powder moisture (W_0), compaction pressure (P_I) and firing temperature (T_4).	81
Table 5.4.	Experimental values of springback (S_2) as a function of the powder moisture content (W_0) and compaction pressure (P_I) with the data interval error at 95% confidence level.	86
Table 5.5.	Experimental and estimate errors in final diameter and thickness estimation.	91
Table 6.1.	Interval conditions of lab-model validity.	102
Table 6.2.	Operational conditions of the industrial experiments.	106
Table 6.3.	Experimental data obtained in industrial conditions.	108
Table 6.4.	Experimental and estimate errors in final length (Xl_4), width (Xw_4) and thickness (h_4) estimation.	111
Table 6.5.	Experimental and estimated errors in final length, width and thickness estimation for a value of drying shrinkage of 0.23%.	112
Table 6.6.	Comparative effect of springback (S_2), drying (S_3) and firing (S_4) shrinkage on the final tile size (X_4), both in laboratory and industrial levels.	112
Table 7.1.	Interval conditions of model validity.	124
Table 7.2.	Process control strategies summary.	134

Table 7.3.	Comparative parameters of different process control strategies.	136
Table 7.4.	Different process control strategies and number of calibres.	138

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	OBJETIVOS	2
1.1.1	Objetivo Geral	2
1.1.2	Objetivos Específicos	2
1.2	ESTRUTURA DA TESE	3
2	CONCEITOS GERAIS DE CONTROLE E DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	5
2.1	CONTROLE E AUTOMAÇÃO	5
2.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	8
2.3	REFERÊNCIAS	10
3	CONTROLE E AUTOMAÇÃO NA INDÚSTRIA CERÂMICA: ESTUDO DE CASO NA FABRICAÇÃO DE PORCELANATO NO BRASIL	13
3.1	INTRODUÇÃO	13
3.2	METODOLOGIA	14
3.3	ANÁLISE DO PROCESSO	15
3.3.1	Dosagem e moagem	15
3.3.2	Armazenamento e homogeneização de barbotina	19
3.3.3	Atomização	20
3.3.4	Armazenamento nos silos	21
3.3.5	Prensagem	21
3.3.6	Secagem	22
3.3.7	Esmaltação e decoração	23
3.3.8	Queima	24
3.3.9	Classificação	25
3.4	DISCUSSÃO	26
3.4.1	Ações de controle pontuais e locais para serem realizadas em cada etapa	27
3.4.1.1	Moagem	27
3.4.1.2	Armazenamento de barbotina	27
3.4.1.3	Atomização	27
3.4.1.4	Armazenamento nos silos	27
3.4.1.5	Prensagem	27

3.4.1.6	Secagem	28
3.4.1.7	Esmaltação e decoração	28
3.4.1.8	Queima e classificação	28
3.4.2	Ações de controle que envolvem etapas anteriores àquela onde foi realizada a medição.	29
3.4.2.1	Armazenamento de barbotina	29
3.4.2.2	Prensagem	29
3.4.2.3	Queima e classificação	29
3.5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	29
3.6	REFERÊNCIAS	31

4	ANÁLISE DO EFEITO DOS PARÂMETROS DE PROCESSO SOBRE AS PROPRIEDADES PÓS-SECAGEM DE PORCELANATOS	35
4.1	INTRODUÇÃO	35
4.2	MATERIAIS E MÉTODOS	38
4.2.1	Equipamentos e processo	38
4.2.2	Delineamento de Experimentos	39
4.2.3	Análise de variância	43
4.2.4	Obtenção e ajuste do modelo	44
4.2.5	Análise gráfica	45
4.3	ANALISE DE RESULTADOS	46
4.3.1	Umidade constante	46
4.3.1.1	Umidade residual da peça	46
4.3.1.2	Densidade aparente	50
4.3.1.3	Resistência Mecânica	52
4.3.2	Temperatura constante	55
4.3.2.1	Umidade residual da peça	55
4.3.2.2	Densidade aparente	57
4.3.2.3	Resistência Mecânica	60
4.3.3	Considerações Parciais	60
4.3.3.1	Umidade residual da peça	61
4.3.3.2	Densidade aparente	62
4.3.3.3	Resistência Mecânica	64
4.4	CONCLUSÕES	65
4.5	REFERÊNCIAS	69

5	MODELLING THE DIMENSIONAL CHANGES OF PORCELAIN TILES	73
5.1	INTRODUCTION	73
5.2	OBJECTIVE	79
5.3	MATERIALS AND METHODS	79
5.3.1	Raw materials	79
5.3.2	Experimental design	80
5.3.3	Processing	82
5.3.4	Modelling and analysis	83
5.4	RESULTS AND DISCUSSION	84
5.4.1	Equations in lab-scale	84
5.4.1.1	Die filling	84
5.4.1.2	Pressing	85
5.4.1.2.1	<i>Springback</i>	86
5.4.1.2.2	<i>Compaction Diagram</i>	87
5.4.1.3	Drying	88
5.4.1.4	Firing	89
5.4.2	Estimation of tile dimensions in lab-scale and behaviour analysis of intermediate variables	90
5.4.2.1	Estimation of tile dimensions in lab-scale	91
5.4.2.2	Behaviour analysis of intermediate variables	91
5.4.2.2.1	<i>Influence of powder moisture on tile mass</i>	91
5.4.2.2.2	<i>Influence of powder moisture and pressing pressure on tile dimensions</i>	92
5.4.2.2.3	<i>Influence of powder moisture and pressing pressure on tile thickness</i>	93
5.5	CONCLUSIONS	95
5.6	REFERENCES	97
6	INFLUENCE OF INDUSTRIAL PROCESS PARAMETERS ON THE DIMENSIONAL CHANGES OF PORCELAIN TILES	101
6.1	INTRODUCTION	101
6.2	MATERIALS AND METHODS	106
6.2.1	Raw materials	106
6.2.2	Experimental design and processing	106
6.3	RESULTS AND DISCUSSION	108
6.3.1	Model validation in industrial scale	108

6.3.2	Validation of the empirical regression equations	108
6.3.2.1	Compaction Diagram	109
6.3.2.2	Linear firing shrinkage	110
6.3.3	Estimation of tile dimensions in an industrial scale	111
6.3.4	Sensitivity analysis on the effect of S_3 on the final size	112
6.3.5	Calculation of the maximum dry bulk density variation	114
6.4	CONCLUSIONS	119
6.5	REFERENCES	120
7	SIMULATION AND CONTROL OF THE FINAL DIMENSIONS OF PORCELAIN TILES	121
7.1	INTRODUCTION	121
7.2	MATERIALS AND METHODS	124
7.2.1	Raw materials	124
7.2.2	Methodology	124
7.3	RESULTS AND DISCUSSION	125
7.3.1	Control strategies	125
7.3.1.1	Direct control on the final size	126
7.3.1.1.1	<i>Manipulating a variable of the firing stage</i>	126
7.3.1.1.2	<i>Manipulating a variable of a previous stage</i>	126
7.3.1.2	Indirect control of the final size	127
7.3.1.2.1	<i>Dry bulk density control</i>	127
7.3.1.2.2	<i>Wet bulk density control</i>	129
7.3.1.2.3	<i>Thickness control</i>	131
7.3.1.2.4	<i>Thickness and dry bulk density control</i>	133
7.3.1.3	Summary of process control strategies	134
7.3.2	Comparison of control strategies	135
7.4	CONCLUSIONS AND SUGGESTIONS	139
7.5	REFERENCES	140
8	CONCLUSÕES E SUGESTÕES	143
8.1	CONCLUSÕES	143
8.2	SUGESTÕES	146

1 INTRODUÇÃO

A tendência do mercado mundial de revestimentos cerâmicos é de crescimento. Incrementos na produtividade e flexibilidade da indústria dos revestimentos cerâmicos podem ser obtidos por meio do aumento no nível de automação de seus processos. Aumentar o índice de automação e controle dos processos produtivos permite não só incrementar a produção, mas também garantir elevados índices de qualidade, reduzir a quebra de produto, eliminar os gargalos pela supressão de tarefas manuais e aumentar o grau de segurança operacional.

O controle automático de processo não é fácil quando se trata de um processo como o de revestimentos cerâmicos, onde as relações entre as variáveis são complexas e não se têm desenvolvidos os instrumentos de medição *on-line* para todas as variáveis a se controlar. A possibilidade de implantar controles automáticos em muitas das etapas do processo de produção justifica uma análise detalhada de cada uma das etapas do ponto de vista de controle.

O controle e a automação nas etapas de secagem e queima da fabricação de revestimentos cerâmicos são abordados inicialmente estudando o processo da linha de produção para dar ênfase a duas etapas. A análise será realizada sobre as etapas de secagem e queima por serem consideradas as etapas mais comprometidas com o gasto de energia do processo dado que os setores de secagem e queima são responsáveis pela quase totalidade do consumo energético.

A metodologia de planejamento estatístico de experimentos é utilizada para analisar os efeitos dos fatores chaves sobre propriedades críticas nos suportes cerâmicos, mas os poucos trabalhos específicos encontrados para as etapas de prensagem, secagem e queima não fazem menção a experimentação em nível industrial.

Procura-se, neste trabalho, avaliar as diferentes etapas do processo de revestimentos cerâmicos do ponto de vista de controle e analisar algumas variáveis envolvidas no controle das etapas de secagem e queima visando responder as seguintes questões de pesquisa:

- Quais fatores afetam a variação da média da propriedade das peças cerâmicas estudadas?
- Quais são as interações dos fatores estatisticamente significativas?
- Quais fatores controláveis reduzem a variabilidade das propriedades das peças cerâmicas?

- Quais são os níveis das variáveis estudadas que proporcionam as melhores condições de operação, no contexto estudado?

É difícil encontrar referências de trabalhos enfocados no estudo, em nível industrial, das variáveis do processo associadas à fabricação dos revestimentos cerâmicos, em particular no Brasil. Há, ainda, menos estudos que considerem especificamente as variáveis que intervêm no controle e automação e que contemplem a interação entre as diferentes etapas do processo. Além de aportar informações importantes para o melhor conhecimento do comportamento do processo, pretende-se sugerir estratégias de controle de processo baseadas na análise estatística dos fatores sobre a média e a variabilidade das propriedades das peças cerâmicas após as etapas de prensagem, secagem e queima e que resultem em processos robustos.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Como objetivo geral da pesquisa deseja-se obter conhecimento sobre o processo industrial de fabricação de porcelanatos, ratificar a importância do controle em um processo não convencional e apontar idéias sobre como fazer que o controle e automação não sejam direcionados unicamente ao controle de qualidade de produto final e ao controle das variáveis de equipamento, mas sim que considerem as variáveis importantes que condicionam o comportamento do processo.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Fazer um diagnóstico preliminar do estado do Controle e Automação na Indústria de porcelanatos no Brasil;
- Analisar, a nível industrial, o efeito dos fatores de controle sobre a nas etapas de prensagem e secagem;
- Assentar as bases para o desenvolvimento de uma estratégia de controle de tamanho final dos porcelanatos a nível industrial.

1.2 ESTRUTURA DA TESE

A pesquisa encontra-se dividida em três fases:

- Estado do controle e automação na linha de produção de porcelanatos no Brasil (capítulo 3);
- Análise da etapa de secagem, incluindo as variáveis de controle sobre a média e a variabilidade de propriedades pós-secagem de porcelanatos (capítulo 4);
- Análise das etapas de prensagem, secagem e queima incluindo as variáveis de controle que podem influenciar as dimensões finais de porcelanatos (capítulo 5, 6 e 7).

Além disso, no capítulo 2, apresenta-se uma breve fundamentação teórica buscando esclarecer alguns termos presentes ao longo do documento. Por fim, no capítulo 8, é apresentado um resumo das conclusões gerais e sugestões para trabalhos futuros.

2 CONCEITOS GERAIS DE CONTROLE E DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

2.1 CONTROLE E AUTOMAÇÃO

O termo “automação” refere-se à utilização de equipamentos e sistemas automáticos, particularmente os sistemas de fabricação ou sistemas de processamento de dados, que exigem pouca ou nenhuma intervenção humana em suas operações normais. Já “controle de processos” significa atuar sobre o processo de modo a atingir algum objetivo, por exemplo, à manutenção do comportamento de variáveis de processo dentro de limites aceitáveis em torno do valor ótimo.

Embora se utilizem os termos “controle” e “automação” na indústria cerâmica, algumas vezes não são corretamente empregados e em outras nem sequer são considerados. Quando usados são pensados quase que exclusivamente para o controle dos equipamentos, as medições para o controle de qualidade e para proporcionar fluxo contínuo às matérias primas, produtos intermediários e subprodutos.

Fazendo uma pesquisa rápida na internet^[1-6] sobre a utilização do termo automação em instalações da indústria cerâmica há referências ao que pode ser chamado de “mecanização automatizada” associado a: linha de produção contínua utilizando equipamentos e robôs, sistema de interface com sinais luminosos e sonoros, proteções e controle de instalações com sistemas de segurança que verificam o funcionamento dos elementos *in loco*, quadro com display para memorizar dados e proteção de segurança. Encontram-se também sistemas computadorizados de controle e supervisão, redes de aquisição de dados em tempo real (Sistemas SCADA, *Supervisory Control and Data Acquisition*) com acesso aos dados de processo sem levar em conta a posição geográfica. Por exemplo: uma linha de esmaltação informatizada por meio de um autômato, o que permite a comunicação entre os elementos, a verificação do estado da linha, o controle dos tempos de produção e a melhoria da gestão dos dados obtidos. O “autômato” é um equipamento eletrônico programado, pode ser considerado como um computador cuja arquitetura, sistema operativo, linguagem de programação, entradas/saídas e forma construtiva estão especialmente adaptados para aplicações de controle industrial.

Os esforços para desenvolvimentos na área de controle de processo estão direcionados para o controle das variáveis de

equipamento. Encontram-se vários exemplos na etapa de esmaltação e decoração: equipamento que tem controle de velocidade dos motores para dar efeitos rústicos e equipamento de corte automático para realizar retificação ou arredondar cantos ou ainda fazer incisões sobre a peça cerâmica esmaltada com corpo cru sem limitar a velocidade de produção da linha de esmaltação.

Em contrapartida, encontram-se vários estudos com desenvolvimentos de medições em contínuo de algumas variáveis de controle como passo prévio para a automação (Capítulo 3) e outros com estudos de sistemas de controle automáticos para uma ou mais variáveis em uma etapa específica, como por exemplo:

- Controle de temperatura de secadores de revestimentos cerâmicos alimentados com gás natural^[7];
- Controle automático da densidade e a viscosidade em moinhos contínuos^[8];
- Estudo da operação de secagem por atomização de pós cerâmicos em escala industrial: seu controle e automatização^[9];
- Automatização do ciclo de prensado em semi-seco no processo de compactação dos revestimentos cerâmicos, mediante a implementação de uma malha de controle numa prensa hidráulica industrial^[10];
- Modelagem de um sistema de controle por lógica difusa empregado na secagem por atomização de produtos cerâmicos^[11];
- Proposta de controle da matéria-prima mineral utilizada na indústria de revestimento cerâmico^[12].

Como análise do processo global, Mallo^[13] fornece uma visão geral e aponta os aspectos que podem ajudar a definir a planta produtiva do futuro, analisando as possibilidades da automação nas etapas do processo de fabricação de revestimentos cerâmicos. O autor define os “níveis de automação” desde o controle puramente manual até o controle automático global, passando pelo controle das variáveis de equipamento e das variáveis de produto com o objetivo de quantificar a implantação do controle na indústria cerâmica. Conclui que o grau de automação não é igual em todas as etapas do processo de produção e que na maioria dos casos, o grau de implantação dos sistemas de controle em escala industrial é muito baixo.

No presente trabalho é proposto em sua primeira fase a análise do ponto vista de controle das etapas de processamento dos porcelanatos no Brasil, a geração de ações concretas de controle por etapas e a

possibilidade de integração do processo ao sugerir ações de controle que envolvem etapas anteriores aquela onde foi realizada a medição.

A seguir apresenta-se uma breve descrição desde diferentes pontos de vista de alguns termos referentes às variáveis e que são utilizados ao longo do trabalho:

- Do ponto vista de controle de processo pode-se definir:

- Variável controlada: é aquela, que por sua importância dentro do processo, se quer manter dentro de um intervalo ou das quais se deseja que tenha um comportamento específico;
- Variável manipulada: pode ser modificada para que a variável controlada se comporte de acordo com o planejado;
- Variáveis de perturbação ou ruído: são todas aquelas variáveis que afetam à variável controlada, fazendo-a desviar de seus valores objetivos.

- Do ponto vista do delineamento clássico de experimentos encontra-se a seguinte classificação^[14]:

- Variáveis de resposta: Variáveis que fornecem informação sobre o processo sob estudo. Podem ser associadas às possíveis variáveis controladas;
- Fatores:
 - Potenciais de projeto:
 - Projeto: selecionados para serem estudados no experimento;
 - Mantidos constantes: podem exercer um pequeno efeito, mas não são de interesse. São mantidos constantes durante a execução do experimento;
 - Podem variar: por ter um efeito pequeno se necessita que seu comportamento seja aleatório.
 - Indesejáveis:
 - Controláveis: seus níveis podem ser ajustados pelo experimentador;
 - Incontroláveis e medidos. Pode-se utilizar a análise de covariância para compensar seus efeitos;
 - De ruído: fatores que variam naturalmente e são incontroláveis.

- Na otimização de processos produtivos e de projetos de produtos se diferenciam^[15]:

- Efeitos de posição (*location effects*): produzidos por fatores que afetam a média da variável resposta;

- Efeitos de dispersão (*dispersion effects*) produzidos por fatores que afetam a variância da variável resposta.
- Do ponto de vista dos métodos de Taguchi, as variáveis (fatores) que afetam a qualidade ou as características de desempenho do produto (variáveis de saída) são classificadas como^[15-17]:
 - Fatores de controle: podem se manter em um dado nível durante o processo de produção e podem ser classificados em:
 - Afetam tanto a média quanto a variabilidade;
 - Afetam a média, mas não a variabilidade. São chamados fatores de sinal;
 - Afetam a variabilidade, mas não a média;
 - Não afetam nem a média nem a variabilidade. São chamados fatores de custo.
 - Fatores de ruído ou de perturbação: são todas as variáveis que fazem com que a característica de desempenho se afaste de seu valor nominal. Podem ser:
 - Ruído externo: correspondem às variáveis externas ao produto que o afetam, como variações ambientais e variações humanas na operação;
 - Ruído interno: ligados às características próprias do produto;
 - Ruído da produção: existem em função da variabilidade ocasional ou sistemática que ocasiona imperfeições nos produtos manufaturados sob as mesmas especificações.

2.2 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

O trabalho de Taguchi^[16,18] apresenta métodos com uma nova filosofia para o controle de qualidade e diminuição de custos. Ele também introduz ferramentas para implementar a redução da variabilidade e assim reduzir os efeitos negativos dos ruídos ou invés de eliminar esses fatores de perturbação.

O enfoque de Taguchi foi construído a partir dos conceitos tradicionais do delineamento de experimentos (*Design of Experiments*, DOE) como delineamento fatorial, fatorial fracionado e arranjos ortogonais. Taguchi criou técnicas novas como a relação sinal/ruído e cunhou os conceitos de delineamento robusto de parâmetros (*Robust Parameter Design*) e o de função de perda.

A relação sinal-ruído reúne a média e a variância de uma distribuição estatística de dados em um único número para medir o desempenho do produto e do processo^[6]. A função de perda é utilizada

para investigar tanto os parâmetros de produto como os fatores ambientais chave. O delineamento robusto de parâmetros caracteriza a busca das condições ótimas no desenvolvimento de produtos e processos produtivos^[15].

Dois aspectos destacados dos métodos de Taguchi relacionados com os conceitos clássicos de controle de processos e de controle robusto são:

- A qualidade é medida pelo desvio que uma característica funcional apresenta em relação ao valor estabelecido, ou seja, o conceito é baseado em produzir no valor nominal ou no ponto central da especificação ao invés de apenas produzir dentro dos limites da tolerância;
- A busca pela robustez, definida como a resistência do produto ou processo aos ruídos. Em um produto ou processo robusto suas características funcionais são menos sensíveis aos ruídos.

A principal meta da filosofia de Taguchi para melhorar a qualidade e robustecer o produto ou processo, é obter as condições para levar o processo a atingir o valor objetivo das respostas (média) minimizando a variabilidade (variância)^[17].

Para que os produtos e processos resultantes sejam robustos às variações dos fatores de ruído importantes, o *design* robusto de parâmetros considera necessário identificar os fatores de controle que:

- Afetam a dispersão da resposta, mas não a média; e
- Afetam a média, mas a variação do processo não se vê afetada pelo nível.

Adicionalmente deve-se encontrar o melhor conjunto dos níveis para os fatores que afetam a média da resposta assim como o melhor conjunto dos níveis para os fatores que afetam a variabilidade^[15,17,19].

Embora seja geralmente aceito que a filosofia de Taguchi tenha promovido o delineamento de experimentos, em escala mundial, para a melhoria da qualidade desde as primeiras etapas do *design* do processo^[20], também gerou uma grande controvérsia sobre seus métodos estatísticos, mas não sobre a filosofia nem sobre os conceitos concernentes à qualidade e a projeto robusto. As principais críticas são^[16,21,22]:

- A mistura de efeitos simples e complexos;
- A técnica da relação sinal/ruído não é ótima sob certas condições, segundo alguns autores;
- A abordagem de experimento diferenciada utilizando matrizes internas e externas para análise de dados.

Para se atingir um *design* de qualidade de produto econômico, Taguchi propôs três fases^[16-18,20]:

- Delineamento do sistema: Tem por objetivo criar um *design* funcional e viável com a utilização de princípios científicos e de engenharia além da experiência prática.
- Delineamento de parâmetro: procura determinar a combinação ótima dos fatores de controle que torna o produto ou processo insensíveis aos efeitos dos ruídos (reduzindo a variância) para e aperfeiçoar a qualidade do produto sem controlar nem eliminar as causas de variação.
- Delineamento de tolerância: procura aperfeiçoar a qualidade a um custo mínimo determinando a tolerância em torno do conjunto de níveis dos fatores identificados na fase anterior.

Relacionado com “robustez” deve-se mencionar “o controle robusto”. Esta estratégia é uma das linhas do controle avançado de processos que, além de simplesmente tolerar as variações sobre o sistema, busca dar solução ao problema quando as ferramentas clássicas não conseguem compensar as variações do sistema ou quando se quer diminuir o intervalo de variação da variável controlada. A típica estrutura de um controle robusto é composta de uma parte nominal (similar à linearização por realimentação ou a lei inversa de controle) e de termos adicionais que tem a ver com as incertezas. As incertezas podem ser:

- Estruturadas ou paramétricas como inexatidão no modelo; e
- Não estruturadas ou dinâmicas não modeladas como a subestimação da ordem do sistema.

Se forem definidas as condições (níveis) para as variáveis (fatores) que afetam a variância, mas não a média, pode-se projetar um controle onde a variável manipulada seja a variável de sinal (variável de controle que afeta a média, mas não a dispersão) para ajustar o processo no sentido de atingir o valor desejado.

2.3 REFERÊNCIAS

- [1] FAENZA. New technologies at Gigacer. Disponível em: www.faenza.com/SuccedeChe.asp?ID=68&Genere=13&Flagk=1. Acesso em: jun. 2008.
- [2] MAINCER, SL. *Maquinaria y Automatismos Industriales*. Disponível em: www.maincer.es Acesso em: jun. 2008

- [3] TAIWAN TURNKEY PROJECT ASSOCIATION. Planta de producción de baldosas de cerámica. Disponível em: <http://turnkey.taiwantrade.com.tw/en/Content.aspx?ID=60>. Acesso em: fev. 2010.
- [4] ASICER S.A. Realización de plantas para la industria cerámica. Disponível em: www.asicer.com/Main_Sp.html . Acesso em: 9 jun. 2008.
- [5] EQUIPCERAMIC. Equipos y automatismos para a industria cerámica. Disponível em: <http://www.equipc Ceramic.com/producto/detalle.php?Id=94>. Acesso em: jun. 2008.
- [6] GARTEA INGENIERÍA, S.L Disponível em: <http://www.garte a.com/ESPANOL/Proyectos.html>. Acesso em: jun. 2008.
- [7] NORMEY-RICO, J.E; MÜLLER, J.F; BISTOL, V.M. Controle de temperatura de secadores de revestimentos cerâmicos alimentados com gás natural. In: 2º CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO & GÁS. 15 a 18 de junho de 2003, Rio de Janeiro.
- [8] SÁNCHEZ, E.; CANTAVELLA, V.; LLORENS, D.; MOLTÓ, C.; FOUCARD, L.; MIRALLES, L.; CUESTA, E. *Control automático de la densidad y la viscosidad en molinos continuos*. IX CONGRESO MUNDIAL DE LA CALIDAD DEL AZULEJO Y EL PAVIMENTO CERÁMICO. 2006, Castellón: Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, España, v.2, p.PBC 123-136.
- [9] F. NEGRE, J.C. JARQUE, C. FELIU, J.E. ENRIQUE. Estudo da Operação de Secagem por Atomização de Pós Cerâmicos em Escala Industrial: Seu Controle e Automatização. *Cerâmica Industrial*, v.5, n.2, p.47-52, 2000.
- [10] PORTOLÉS, J.; SANCHEZ, J.; SOLER, C.; BALLESTER, E. Automatización del ciclo de prensado en semiseco en el proceso de compactación de baldosas cerámicas, mediante la implantación de un lazo de control en una prensa hidráulica industrial. IV CONGRESO MUNDIAL DE LA CALIDAD DEL AZULEJO Y EL PAVIMENTO CERÁMICO, 1996, Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, p.673-675.
- [11] VIEIRA, M. L. H. *Modelagem de um sistema de controle por lógica difusa empregado na secagem por atomização de produtos cerâmicos*. Tese (doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção, Departamento de Engenharia de Produção e Sistemas, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1999.
- [12] SOUZA, P.E.C.; CHRISTOFOLETTI; S.R.; MORENO, M.M.T.; DE CARVALHO, S.G. Proposta de controle da matéria-prima

- mineral utilizada na indústria de revestimento cerâmico. *Cerâmica Industrial*, v.5, n.1, p.51-54, 2000.
- [13] MALLOL, G. Control y automatización en la industria cerámica. Evolución y Perspectivas. IX CONGRESO MUNDIAL DE LA CALIDAD DEL AZULEJO Y EL PAVIMENTO CERÁMICO, Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.1, p. Con 47-72, 2006.
- [14] MONTGOMERY, D.C. *Design and analysis of experiments*. 5th ed. New York: John Wiley & Sons, INC, 2001.
- [15] VIEIRA, A.F. de C. *Análise da média e dispersão em experimentos fatoriais não replicados para otimização de processos industriais*. 2004. Tese (doutorado) – Departamento de Engenharia Industrial, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Brasil, 2004.
- [16] FIOD, N.M.. *Taguchi e a melhoria da qualidade: uma releitura crítica*. Florianópolis: Editora da UFSC, Brasil, 1997.
- [17] ALMEIDA, V.M.C. de. *Otimização de experimentos fatoriais com múltiplas respostas*. 1997. Dissertação (mestrado) – Instituto de Matemáticas, Estatística e Computação científica, Universidade estadual de Campinas, 1997.
- [18] ROY, Ranjit. *A Primer on the Taguchi Method. Competitive manufacturing series*. 1 edition, USA: Society of Manufacturing, 1990, ISBN: 087263468X.
- [19] PHADKE, M. S. *Introduction to Robust Design (Taguchi Approach)*. Phadke Associates, Inc. Disponível em: www.PhadkeAssociates.com
- [20] TAGUCHI METHODS. Reference for Business. *Encyclopedia of Business*, 2nd. Ed. Disponível em: <http://www.referenceforbusiness.com/encyclopedia/Str-The/Taguchi-Methods.html#ixzz0e9CPcBtD>. Acesso em: fev. 2010.
- [21] ANDRADE, L.S. de. *Estudo comparativo de tecnicas para identificar fatores de ruído em experimentos fatoriais*. 2003. Dissertação (mestrado) – Instituto de Matemáticas, Estatística e Computação científica, Universidade estadual de Campinas, 2003.
- [22] GUEDES, T.A. *Procedimentos de otimização no planejamento e controle da qualidade de produtos e processos*. 1996. Tese (doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção, Departamento de Engenharia de Produção e Sistemas, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1996. Disponível em: www.eps.ufsc.br/teses96/guedes/index/index.htm. Acesso em: nov. 2009.

3 CONTROLE E AUTOMAÇÃO NA INDÚSTRIA CERÂMICA: ESTUDO DE CASO NA FABRICAÇÃO DE PORCELANATO NO BRASIL*

3.1 INTRODUÇÃO

A tendência do mercado mundial de revestimentos cerâmicos era de crescimento até a crise econômica de 2008¹ e desde 2010 se apresentaram os primeiros sinais de estabilidade e de restabelecimento da demanda². Incrementos na produtividade e flexibilidade da indústria dos revestimentos cerâmicos podem ser obtidos por meio do aumento no nível de automatização de seus processos. O Brasil é o segundo maior consumidor e produtor e o quinto maior exportador de revestimentos cerâmicos do mundo². Aumentar o índice de automação e controle dos processos produtivos permite não só incrementar a produção, mas também garantir elevados índices de qualidade, reduzir a quebra de produto, eliminar os gargalos pela supressão de tarefas manuais e aumentar o grau de segurança operacional.

O índice de automação pode ser aumentado utilizando máquinas e robôs para fazer as tarefas manuais, e também fazendo com que o transporte dos materiais através da linha de produção tenha menos intervenção humana e se realize de forma contínua. Mas esta é só uma parte da automação, outro aspecto permite manter dentro dos limites aceitáveis (em torno do valor ótimo) o comportamento de variáveis de processo (condições de operação) depois de encontrar seu valor ótimo para não se comprometer as características de qualidade do produto nem a produtividade da planta. Fazer de forma automática este controle não é fácil quando se trata de um processo como o de revestimentos cerâmicos, onde as relações entre as variáveis são complexas e não se tem desenvolvidos os instrumentos de medição em linha para todas as medições necessárias.

Essa possibilidade justifica uma análise detalhada de cada uma das etapas de produção do ponto de vista de controle. Em uma primeira etapa, pretende-se analisar uma linha de produção específica. Além de agregar melhor conhecimento do processo, em uma etapa posterior, pode-se validar essa análise com informações de outras plantas e elaborar um prognóstico e definir os possíveis cenários de atuação.

* Publicado em *Cerâmica Industrial*, v.13, p. 23-30, 2008.

Assim, pode-se partir de um caso de estudo com o propósito de extrapolar e formular soluções, não só para uma empresa como também para todo um setor industrial.

3.2 METODOLOGIA

Para a realização deste estudo foi revisada a literatura básica e específica, foram selecionados um produto e um processo de fabricação, com estado detalhado do processo *in loco* e entrevistas com engenheiros responsáveis pela produção.

Em cada etapa do processo, foram descritas onde e como ações de controle são executadas, independente destas serem realizadas manual ou automaticamente. Para cada uma das malhas de controle, se identificou qual é a variável controlada, como se realiza sua medição e como se efetua a ação correspondente quando a variável controlada se desvia de seu comportamento desejado. Assim, foi identificada a variável manipulada e o atuador ou elemento final de controle. É realizada uma descrição das variáveis medidas como potenciais variáveis controladas, e propondo-se ações de controle automáticas a serem efetuadas em cada etapa e são sugeridas algumas ações onde intervêm mais de uma etapa.

O processo selecionado corresponde a linhas de produção de grande parte das empresas do porcelanato no Brasil. Foram, para tanto, considerados dois critérios:

- Produto de alta comercialização no país e manufaturado por diversas empresas nacionais;
- Tecnologia de fabricação de ampla utilização nesse setor industrial.

O processo industrial analisado se refere à fabricação de porcelanato de tipo BI-A esmaltado, de dimensões de 30x30x1 cm produzido em uma planta localizada na região sul do Brasil. Esse porcelanato esmaltado natural pode ser usado tanto em pisos como em paredes, em ambientes residenciais e comerciais e para decoração tanto de interiores como de exteriores. O processo de produção é por via úmida, com moagem descontínua, conformação por prensagem e monoqueima. A linha de produção é praticamente contínua a partir da prensagem.

3.3 ANÁLISE DO PROCESSO

As etapas de extração e armazenamento das matérias-primas são fundamentais para garantir a qualidade do produto fabricado ou para se evitar os problemas de operação. Elas também incluem métodos de controle e ensaios de caracterização. No entanto, não serão analisadas neste trabalho porque são processos que geralmente não ocorrem nas instalações da planta de processamento cerâmico.

Para se atingir a qualidade desejada do produto acabado, deve-se seguir a norma brasileira ABNT NBR 15463 para placas cerâmicas de revestimento – porcelanato, publicada em 2007³.

As variáveis medidas que não correspondem às variáveis controladas são consideradas potenciais variáveis para controlar. Por sua importância, as variáveis medidas são identificadas ao longo de todo o processo e são apresentadas nas Figs. 3.1 e 3.2.

Nessas figuras se mostram seqüencialmente as diferentes etapas e sub-etapas, especificamente:

- Nome da etapa;
- Nome da matéria-prima, produto intermediário ou final dentro das setas de conexão entre etapas; Alguns intervalos das condições de operação, indicados entre colchetes;
- Variáveis medidas e periodicidade de sua medição indicada entre chaves.

Adicionalmente, na Fig. 3.1, pode-se observar um gráfico onde se acompanha a evolução da umidade (em base úmida) ao longo das diferentes etapas. Também se esquematiza em quais etapas podem-se identificar o estado de consistência do produto intermediário como “partículas independentes” ou “sólido contínuo”.

As etapas no processamento de revestimentos cerâmicos, direcionadas para a produção do produto especificado são: dosagem, moagem, armazenamento de barbotina, atomização, armazenamento de pó, prensagem, secagem, esmaltação, decoração, queima e classificação. Essas são apresentadas a seguir.

3.3.1 Dosagem e moagem

A dosagem é efetuada no momento em que se prepara a carga para moagem. Para se obter o produto desejado, a dosagem é realizada com base nas provas, obtidas na formulação desenvolvida pelo laboratório.

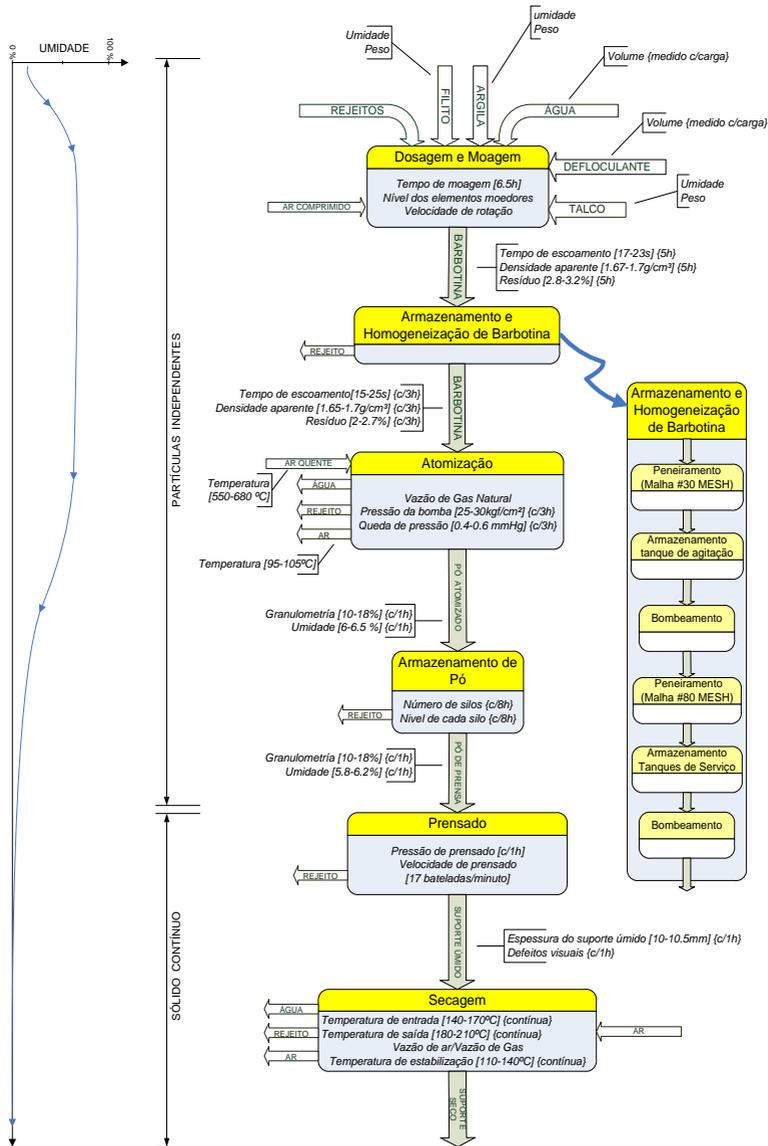


Fig. 3.1. Fluxograma de matéria para o processo de fabricação do porcelanato esmaltado (estudo de caso) Parte I.

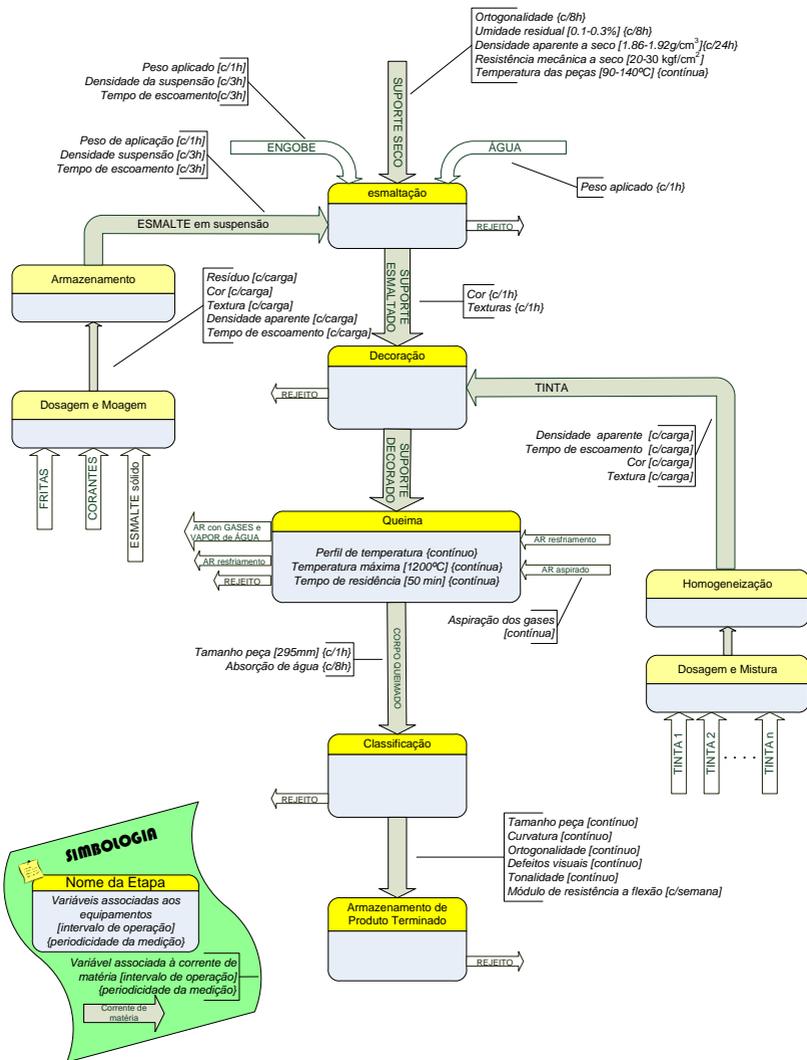


Tabela 3.1. Matérias-primas para o processo de produção de porcelanato esmaltado (estudo de caso).

Tipo	Matéria-prima	% em massa
Plástica	Argila	37
	Fillito*	25
Não plástica	Feldspato	15
	Talco	8

*Fillito: Fe_2O_3 (1.3 %), K_2O (3,2%), Al_2O_3 (21.7 %) e SiO_2 (> 61 %)⁴

Adicionalmente às matérias-primas citadas na Tabela 3.1, 15% do total da formulação corresponde a:

- “Chamote”, constituído por todos os resíduos em pó ou em peças, gerados entre as etapas de atomização e de queima;
- Resíduo das peneiras;
- “Caco”, composto de peças queimadas rejeitadas e previamente moídas;
- Resíduo sólido, procedente da planta de tratamento de efluentes.

Dependendo da umidade (em base úmida) de cada uma das matérias-primas, calcula-se quanto peso úmido é necessário (segundo a formulação) e se programa a balança. A adição de cada matéria-prima se realiza manualmente (com máquinas carregadoras) até o peso úmido indicado pela balança. Carregam-se alternadamente os materiais plásticos e não-plásticos para facilitar a operação de descarga⁵.

Para a moagem, utilizam-se moinhos de bolas descontínuos. A distribuição granulométrica das matérias-primas especifica a proporção dos tamanhos das bolas no moinho (grandes, médias e pequenas). O volume das bolas é controlado pela adição das bolas grandes e médias com base nas medições de seu nível cada mês. Esse nível é medido indiretamente como a diferença entre o diâmetro do moinho e a altura do espaço vazio. Contudo, quando aumenta o tempo de moagem não existindo variações na formulação, se considera como indicativo da diminuição do volume de bolas e executam-se os ajustes necessários.

Como se realiza o processo por via úmida, é preciso adicionar água e defloculante (silicato de sódio). Controla-se a viscosidade (tempo de escoamento) e a densidade manualmente por manipulação dos volumes de defloculante e da água, respectivamente. O volume de água adicionada depende da umidade da matéria-prima e é medido em um tanque com escala graduada em litros para ser bombeado ao moinho. A quantidade de defloculante corresponde a 0,7% peso seco e seu volume se mede em outro recipiente graduado, também em litros. A viscosidade

da barbotina é medida por meio do tempo de escoamento em um viscosímetro do tipo copo Ford #4 e a densidade aparente em um picnômetro de 100 ml. Mesmo que as medições sejam efetuadas depois de 5 h de iniciado cada lote, o ajuste só é realizado uma vez por dia. A manipulação dos valores desses volumes durante a execução de um lote só se realiza caso de se encontrar um erro.

O resíduo pode ser controlado por modificação do tempo de moagem ou da velocidade de rotação. Na prática, o tempo de residência no moinho (tempo de moagem) se determina dependendo do resultado das medições de resíduo, densidade aparente e tempo de escoamento (viscosidade), variáveis essas registradas após 5 h do início de produção do lote. A velocidade de rotação se controla por meio de um Controlador Lógico Programável (CLP), ou seja, segue-se uma programação de três velocidades definidas em tempos determinados previamente, segundo a composição da massa.

A barbotina, que é a suspensão resultante da mistura das matérias-primas com água e defloculante, é descarregada do moinho por injeção de ar comprimido a 2 kgf/cm².

3.3.2 Armazenamento e homogeneização de barbotina

Ao sair dos moinhos e antes de chegar aos tanques de agitação, a barbotina é peneirada com malha #60 (250 μm) para separar as partículas de maiores dimensões. Nos tanques agitados subterrâneos a barbotina é armazenada e homogeneizada (mistura da barbotina de diferentes bateladas para ajustar os parâmetros). A barbotina é transportada por bombas de membrana para uma bateria de peneiras vibratórias, com malhas mais fechadas (#80, 177 μm) e em seguida é conduzida por gravidade para os tanques pulmão. Para ser impulsionada para ao atomizador, a barbotina é sugada por uma bomba pneumática (chamada de “bomba de barbotina”). Para evitar o entupimento no bico do atomizador (caso a peneira tenha um furo maior que o especificado pela malha) e possíveis defeitos superficiais posteriores, a barbotina deve ser submetida a uma passagem por um filtro simples e a uma separação magnética antes da atomização. Para que sejam evitados defeitos superficiais no produto final, a barbotina também deve passar por ímãs para remoção de contaminações com ferro metálico⁵.

Realiza-se um controle basicamente para manter o balanço de matéria nos tanques e o correspondente à operação e segurança no funcionamento das máquinas e equipamentos. Na barbotina (antes de

entrar ao atomizador) se verificam as seguintes variáveis: resíduo, densidade aparente e tempo de escoamento. Se existem grandes variações, mistura-se a barbotina obtida em diferentes bateladas ou modificam-se as condições em etapas anteriores como a moagem ou a dosagem.

3.3.3 Atomização

Utiliza-se um atomizador de fluxo misto (primeiro em contracorrente e depois em paralelo), com capacidade de 16.000 kg de pó/h. Usa-se ar aquecido por gás natural e circulação forçada para extrair o vapor de água e o pó mais fino.

Os defeitos no produto final como: fora de esquadro, luneta, coração negro, esfolheamento, estampo sujo, variações de tamanho, trincas e quebras por baixa resistência; podem estar associados às variações na homogeneidade, tanto da distribuição granulométrica como da umidade do pó atomizado⁵. A combinação dessas duas variáveis também determina o ajuste ótimo dos parâmetros de prensagem. Controla-se a temperatura de entrada do ar, reduzindo o efeito das variações dessa sobre a umidade.

O controle é realizado medindo-se a temperatura com um termopar e atuando-se automaticamente sobre a válvula de gás natural com o objetivo de não permitir uma variação maior que 10°C. Para controlar a umidade, quando esta se desvia do intervalo de referência, realiza-se uma das seguintes ações:

- Ajuste da temperatura de entrada do ar (mudando o ponto de referência no controlador de temperatura);
- Mudança da pressão da bomba de barbotina (só no caso da umidade e a distribuição granulométrica terem valores altos);
- Troca da pastilha desgastada mais velha (se a densidade e a viscosidade são adequadas);
- Modificação da “depressão” (variação da queda de pressão, aumentando a vazão de ar no exaustor por meio de uma válvula de comporta).

Realiza-se um controle manual da distribuição granulométrica ajustando-se diferentes variáveis ao mesmo tempo e utilizando-se como dispositivos de medida peneiras manuais ou eletromecânicas. O conjunto de peneiras está montado em um sistema vibratório. Verifica-se o percentual de material retido em cada malha em relação ao total de material.

Praticamente todo o pó atomizado é retirado do atomizador por gravidade e segue através de esteiras transportadoras e elevadores de canecos até os silos. O pó mais fino sai junto com ar e vapor de água, devido à queda de pressão gerada pelo exaustor, e passa por um ciclone, onde o pó fino é retido e segue para o silo⁵.

3.3.4 Armazenamento nos silos

O transporte para os silos de estocagem é realizado continuamente e o controle de nível dos silos é manual. O nível é medido por corda e a decisão sobre qual silo preencher depende do registro dos níveis realizados no turno anterior. Aproveitando que se dispõe de oito silos em linha, com capacidade de 40 ton cada um, a atuação se realiza sobre comportas que desviam ou deixam passar o pó na esteira transportadora.

Com o objetivo de melhorar a homogeneização da umidade e da distribuição granulométrica, a permanência nos silos deve ser por no mínimo 24 h. Além disso, deve-se consumir o material de dois a quatro silos simultaneamente para alimentar as linhas de prensagem.

3.3.5 Prensagem

A conformação do material é feito por prensagem uniaxial diferenciada de duplo efeito. Utiliza-se uma prensa hidráulica de 2000 ton-f e duas linhas de prensagem com quatro cavidades. São prensadas quatro peças ao mesmo tempo. A prensa tem seu próprio controle automático de pressão. Para prevenir possíveis danos posteriores, é realizada a verificação da pressão a cada hora.

Deve-se garantir a homogeneidade da densidade aparente das peças prensadas não só para uma mesma peça, mas também entre peças situadas em diferentes cavidades⁵. Ainda que a densidade aparente seja um dos parâmetros de controle mais importante no processo, não é medida na saída dessa etapa para todas as peças, por ser o método de imersão de mercúrio um processo lento⁶.

A densidade da peça seca é determinada pelo teor de umidade e pela pressão de compactação⁷. Essa relação e seu efeito sobre a peça depois da queima são mostrados na Fig. 3.3.

Realizam-se medições da espessura do suporte utilizando um paquímetro e se faz uma inspeção visual de defeitos superficiais, somente para verificação.

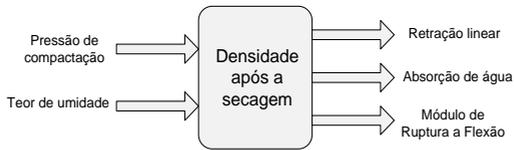


Fig. 3.3. Inter-relação entre as variáveis de processo, a densidade da peça seca e as características da peça queimada⁷.

A velocidade de prensagem é definida manualmente dependendo do consumo de suportes no forno. O controle automático dessa velocidade pode manter uma alta produtividade nessa etapa e assegurar a continuidade do processamento ao longo das seguintes. No entanto, esse controle compromete a interação das variáveis de pelo menos três etapas, as quais podem em qualquer momento ter problemas de produção. Essas considerações são feitas manualmente para variar a velocidade de prensagem.

3.3.6 Secagem

A secagem das peças cerâmicas tem por objetivo reduzir a quantidade de água do material de 5,4 a 6% para valores inferiores a 0,5%. Podem ser obtidos valores de até 0,1%⁵. A operação de secagem é realizada com um secador vertical mediante a circulação de ar quente, o qual gera os gradientes necessários tanto para a transferência de massa como para transporte de calor⁸. A troca de calor é realizada aproveitando a combustão do gás natural em dois queimadores e o ar quente procedente do forno.

O controle automático no secador consiste em medir temperaturas, por meio de termopares, em três seções: entrada (zona do primeiro queimador) saída (zona do segundo queimador) e estabilização (na saída efetiva das peças). Havendo variações nas temperaturas de entrada e saída, modifica-se a relação ar/combustível, até variações máximas de temperatura de 5°C. Na zona de estabilização, varia-se a quantidade de ar interno, dependendo da temperatura medida. Caso a temperatura esteja acima do valor de referência, o ar quente do secador é misturado com ar à temperatura ambiente. Com esse controle, obtém-se uma variação máxima de $\pm 10^\circ\text{C}$. Essa variação é suficiente para que as peças saiam do secador à temperatura exigida pelo processo de esmaltação. Além disso, verifica-se a temperatura das peças utilizando-se um sensor infravermelho. Só se atua em caso de falha, parando a

linha de transporte para a zona de esmaltação até que a temperatura de saída do secador se estabilize ou se modifique a referência das temperaturas do secador.

Para verificação ou controle manual, realizam-se as seguintes medições:

- Ortogonalidade, medida com um paquímetro; permite realizar correções em caso de defeito antes da etapa de queima.
- Umidade residual, quantificada com uma balança digital e uma estufa ou um forno (elétrico ou de microondas)⁶; devido ao seu efeito sobre o comportamento mecânico dos suportes crus; foi desenvolvido, especificamente para a medida da umidade residual, um dispositivo contínuo, em tempo real e por radiofrequência⁹.
- Densidade aparente, medida pelo método de imersão de mercúrio⁶; a densidade de uma peça, ou a densidade entre as peças de uma mesma prensagem, pode apresentar uma variação de 0,03 g/cm³.
- Módulo de resistência à flexão, medido com um deflectômetro digital, somente quando se apresentam problemas.

Apesar de serem variáveis que influenciam muito na secagem, a umidade inicial, a espessura e a permeabilidade do suporte não são medidas. O tempo de residência é também uma variável importante nessa etapa e depende da velocidade de prensagem definida previamente na operação.

3.3.7 Esmaltação e decoração

A esmaltação consiste basicamente na aplicação de uma camada de material vítreo no substrato cerâmico. Com a aplicação dos esmaltes se busca impermeabilizar, aumentar a resistência ao desgaste e incrementar a resistência mecânica das peças, além de desenvolver propriedades estéticas⁵. Essas etapas são críticas na determinação da qualidade do produto final.

A preparação, tanto dos esmaltes como das tintas, requer a verificação e medição da densidade aparente, cor, textura e tempo de escoamento (ver Fig. 3.2). Adicionalmente para a suspensão de esmalte, mede-se o resíduo.

Na etapa de aplicação sobre o suporte, realizam-se quatro aplicações: água, engobe, esmalte e tinta. Para uma rápida e boa absorção do engobe e do esmalte, necessita-se que a temperatura da peça seja adequada antes da aplicação da água, por isso seu controle é indispensável. Esse controle foi descrito na etapa anterior.

Um indicador da espessura da capa de esmalte e de tinta é o peso do recobrimento. Realiza-se um controle manual do peso de esmalte aplicado, medindo-o com uma balança digital. A aferição do peso é feita na peça crua a temperatura ambiente, sem e com recobrimento. Fazem-se os correspondentes ajustes a cada hora. No caso da aplicação de tinta por rolos de silicone, não é possível fazer medições precisas do peso aplicado de tinta.

Uma variação nos valores de densidade aparente e no tempo de escoamento da suspensão de esmalte e de tinta pode alterar a tonalidade e a cor do produto. Deve-se produzir uma correção se os valores se encontram fora dos limites ao realizar o registro e verificação dessas variáveis. Por exemplo, se a densidade se encontra abaixo de seu valor é adicionada água, para engobe e esmalte, ou o veículo serigráfico, para tintas. Por outro lado, se a densidade está acima de seu valor, adiciona-se suspensão com uma maior densidade⁵.

Uma inspeção visual e manual é efetuada para a separação das peças com defeitos superficiais antes que sejam consumidos energia e materiais em seu processamento nas etapas seguintes.

3.3.8 Queima

A queima é a fase central do processo cerâmico, onde se provoca uma modificação fundamental nas propriedades das peças cerâmicas, dando lugar a um material duro e resistente. Nessa fase se manifestam todos os efeitos das operações realizadas anteriormente.

Na queima do material utiliza-se um forno horizontal de rolos de 120 m e gás natural como combustível para gerar calor. O forno se divide em faixas ao longo de seu comprimento, cada uma das quais tem um termopar e um servomotor como atuador para modificar automaticamente a relação ar/combustível no queimador correspondente. As medições são centralizadas em um computador, e dependendo do ajuste das temperaturas em cada zona, um sinal proporcional ao erro (diferença entre a temperatura medida e a referência) é enviado a cada um dos atuadores. Segue-se um perfil de temperatura que corresponde ao comportamento da curva de queima. Na Fig. 3.4 são apresentados os fatores importantes para definir tal curva⁵.

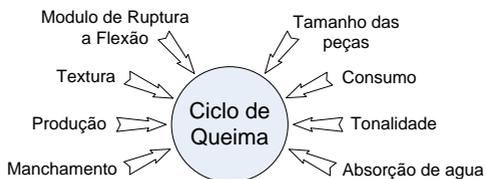


Fig. 3.4. Fatores que afetam a curva de queima.

O tamanho da peça é função da retração linear e é medido com um paquímetro a cada hora. Dependendo de seu valor, manipula-se a temperatura máxima do ciclo. Além disso, considerando a presença ou não de defeitos, podem-se manipular os motores de acionamento dos rolos, modificando o tempo de residência e conseqüentemente o ciclo de queima.

A absorção da água é medida uma vez em cada turno (8 h). Caso seu valor se encontre fora dos limites aceitos, verificam-se outras variáveis para decidir se a temperatura no forno ou a pressão de prensagem devem ou não ser modificadas.

Se no produto final existem defeitos devido à presença de matéria orgânica (coração negro)^{10,11} e trincas devido à umidade residual, deve-se manipular algum dos seguintes parâmetros:

- Vazão de ar do exaustor para modificar a aspiração dos gases na seção de pré-aquecimento do forno;
- Tempo de permanência no forno;
- Pressão de prensagem;
- Umidade do pó atomizado.

Deve-se trabalhar no limite mínimo de vazão de ar que permita uma menor possibilidade de presença de defeitos sem aumentar muito o gasto de gás natural. Outras ações sugeridas são as de otimizar o perfil de temperaturas no forno ou fazer que a atmosfera do mesmo seja mais oxidativa¹².

3.3.9 Classificação

A tolerância dimensional, a curvatura e os defeitos de ortogonalidade são medidos por meio de uma fotocélula na linha de separação e pré-seleção das placas cerâmicas. Se não são atingidas as referências estabelecidas, automaticamente se aciona uma comporta que retira as peças defeituosas.

Os defeitos superficiais e a definição da tonalidade são inspecionados visual e manualmente também de forma contínua. Semanalmente, verifica-se o valor do módulo de resistência a flexão por amostragem. Se estiver fora do intervalo permitido, as outras variáveis serão revisadas para atuar sobre a pressão de prensagem, a temperatura do forno ou na composição da massa.

Quando ocorre um desvio das especificações de curvatura, realizam-se ajustes na temperatura do forno. Tem-se comprovado que as mudanças na temperatura de referência nos módulos de máxima temperatura conduzem a modificações na curvatura¹².

3.4 DISCUSSÃO

A partir da análise realizada sobre o processo de fabricação de porcelanato para este estudo de caso pode-se afirmar que:

- A supervisão e o controle automático são realizados apenas localmente em cada etapa do processo. As malhas de controle automático encontrados em cada uma das etapas são resumidas na Tabela 3.2.
- Na prática, há uma só malha de controle automático por etapa. Naqueles casos onde se tem mais de uma malha de regulação, todas são referidas ao mesmo tipo de variável: temperatura. Nenhuma dessas malhas envolve variáveis de mais de uma etapa. Em sua maioria, essas etapas se encontram integradas aos equipamentos principais já fabricados, o que implica em uma dificuldade de interagir com as variáveis associadas às malhas.

Tabela 3.2. Malhas de controle automático nos equipamentos associados às etapas.

EQUIPAMENTO	MALHA DE CONTROLE AUTOMÁTICO
Moinho	Velocidade de rotação
Atomizador	Temperatura de entrada do ar
Prensa	Pressão de prensagem
Secador	Temperaturas de entrada, saída e estabilização
Forno	Temperaturas em diferentes pontos ao longo do forno

Propõem-se algumas ações de controle automáticas:

3.4.1 Ações de controle pontuais e locais para serem realizadas em cada etapa

3.4.1.1 Moagem

- Controlar o resíduo, manipulando-se a velocidade de rotação.
- Controlar a viscosidade e densidade para moinhos descontínuos. Para moinhos contínuos, é possível realizar um controle automático dessas duas variáveis¹³, com maior facilidade do que em moinhos por bateladas¹⁴.

3.4.1.2 Armazenamento de barbotina

- Controlar o resíduo, a densidade aparente e a viscosidade, misturando diferentes lotes já caracterizados.
- Automatizar o controle para manter o balanço de matéria nos tanques.

3.4.1.3 Atomização

- Controlar a umidade.
- Controlar a distribuição granulométrica; pode-se estudar a implementação de um controle automático, a partir de um sistema de medição baseado em um dispositivo óptico com tratamento de imagens. O controle da umidade e da distribuição granulométrica exige que se faça uma análise multivariável, pois a inter-relação entre as variáveis não é unívoca, ou seja, precisa-se verificar mais de uma variável para decidir sobre qual variável atuar e de que forma.

3.4.1.4 Armazenamento nos silos

- Ao controlar a distribuição granulométrica e a umidade na etapa de atomização, pode-se reduzir o tempo de residência de 24 h nos silos.

3.4.1.5 Prensagem

- Controlar a densidade aparente pela manipulação da pressão de prensagem. Já foram desenvolvidos estudos para medi-la por

radiação¹⁶, por ultra-som¹⁷ ou estimá-la por meio da medição da umidade¹⁴.

3.4.1.6 Secagem

- Como só é realizado controle automático de temperatura nas diferentes zonas do secador, propõe-se envolver as medições da densidade aparente e umidade residual no controle automático realizado. Pode-se aproveitar um estudo de medição de densidade aparente não invasiva por ultra-som¹⁸ para placas cerâmicas prensadas e secas.

3.4.1.7 Esmaltação e decoração

- Implementar um sistema ótico com processamento de imagens para o controle da tonalidade, cor e defeitos. Soluções desse tipo ainda não são implementadas com êxito por apresentarem dificuldades na detecção dos defeitos devido a presença de pó e água no ambiente da fábrica¹⁴.

3.4.1.8 Queima e classificação

- Variar o perfil de temperatura a partir de variações na curvatura da peça.
- Controlar o tamanho das peças pela variação da temperatura máxima e do tempo de permanência no forno, manipulando-se os motores de acionamento dos rolos.
- Controlar os defeitos pela presença de matéria orgânica e de trincas manipulando-se a vazão do ar para o extrator (aspiração na zona de pré-aquecimento), o tempo de permanência (motores de acionamento dos rolos), o perfil de temperatura, ou a atmosfera do forno.

Para diversos controles, deve-se manipular a curva de queima da peça. Isso gera interferências entre as malhas de controle e também condiciona o controle à realização de uma análise multivariável.

3.4.2 Ações de controle que envolvem etapas anteriores àquela onde foi realizada a medição.

3.4.2.1 Armazenamento de barbotina

- Controlar o resíduo, a densidade aparente e a viscosidade atuando sobre as condições da moagem ou dosagem (caso não se realize o controle automático nessas etapas)

3.4.2.2 Prensagem

- Controlar a velocidade de prensagem considerando-se o tempo de residência na prensa e a interação com variáveis de outras etapas, como o tempo de residência no secador e o consumo de peças no forno.

3.4.2.3 Queima e classificação

- Controlar defeitos devido à presença de matéria orgânica e de trincas por meio da modificação da pressão da prensagem.
- Controlar a absorção de água, considerando a medição de outras variáveis para modificar a temperatura no forno ou a pressão de prensagem

Quando se atua sobre uma variável da mesma etapa podem-se apresentar ações de controle mais drásticas que quando se atua sobre etapas anteriores. Por outro lado, quanto mais longe esteja a ação da variável medida, mais tempo o produto permanecerá fora de especificações. Nesses casos, é imprescindível uma análise multivariável^{19,20} e quase sempre deve-se empregar estratégias de controle avançado (não linear, preditivo, adaptativo, robusto ou uma estratégia baseada em técnicas de inteligência artificial utilizando redes neurais, sistemas especialistas ou algoritmos genéticos)²¹⁻²⁵.

3.5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O nível de automatização e controle encontrado na planta de fabricação de porcelanato analisada não permite a correção integrada do processo para eliminar os desvios existentes na linha de produção. Isso torna a planta menos eficiente do que poderia ser do ponto de vista

operacional e compromete a qualidade do produto final, pois pequenos desvios, que influenciam sua qualidade, não podem ser corrigidos ao longo do processo. Conseqüentemente, existem perdas elevadas na produção e um custo operacional que poderia ser minimizado por meio da integração dos processos produtivos e com a elevação do nível de automação.

Mesmo que se encontrem soluções para alguns problemas de medição em linha, ainda há dificuldades intrínsecas para se medir diversas outras variáveis. Para tornar o controle possível, e importante a utilização de ferramentas como as redes neurais, as quais, por meio de um processo de identificação, podem ser usadas como sensores virtuais^{23,24}.

Pelas características do processo e a partir das observações de como se realizam as ações de controle (automático e manual) na planta, a integração do processo não pode ser realizada mediante uma somatória de estratégias de controle aparentemente independentes entre si. Pode-se conseguir que exista correção integrada do processo, controlando e supervisionando o processo integralmente, realizando os seguintes passos:

- Instrumentação em linha para sensores das variáveis de processo;
- Seleção das variáveis manipuladas e os correspondentes atuadores;
- Implementação dos controles automáticos nas etapas onde seja adequado atuar sobre uma variável da mesma etapa da medição;
- Obtenção dos modelos que representam todas e cada uma das etapas com ajuda dos modelos fenomenológicos e de ferramentas como as redes neurais. Validação do modelo;
- Simulação para prever os valores “críticos” das variáveis de processo selecionadas por ter efeito em mais de uma etapa e/ou efeito importante na qualidade do produto final;
- Implementação de um software supervisor que adicional as tarefas comuns (monitoramento, histograma, alarmas) cumpra com a importante tarefa de decidir sobre a melhor ação quando se comprometem variáveis de diferentes etapas e atuar automaticamente.

É possível, mas difícil, obter a mencionada ferramenta para controlar e supervisionar o processo integradamente porque existem as seguintes limitações:

- Ainda não se tem desenvolvida a tecnologia para sensores industriais em linha de algumas variáveis;

- Algumas implementações de malhas de controle automático em uma só etapa ainda tem que serem estudadas;
- Custo de investimento alto em sensores e atuadores em linha, em adequação de sinais e no software de supervisão.

Não obstante, é possível desenvolver uma ferramenta (sistema supervisor), sem o compromisso de nova instrumentação que, tomando as variações nas variáveis escolhidas por sua importância no processo, possa gerar as melhores alternativas das decisões sobre quais variáveis modificar manualmente e em que extensão. Pode-se obter a maior quantidade de dados das variáveis medidas em e fora de linha para controlar integralmente o processo e assim diminuir as interferências entre as malhas de controle e melhorar a resposta das ações feitas por engenheiros de processo e operários em presença de variações das variáveis medidas, quando estas afetam mais de uma etapa. Ações que atualmente são feitas com ineficácia pela descentralização e dificuldade em se ter acesso à informação. Para conseguir isso, o sistema supervisor pode utilizar: funções a serem otimizadas, conhecimento prévio (regras estruturadas em uma base de conhecimento), limitações e restrições operacionais.

3.6 REFERÊNCIAS

1. Sassi, S. **La industria cerámica mundial en la era de la globalización**. IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.1, p. Con 83- 99, 2006.
2. ANFACER. Associação Nacional de Fabricantes de Cerâmica para Revestimento. Disponível em: <http://www.anfacer.org.br> Acesso em setembro 2011.
3. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15463**: Placas cerâmicas de revestimento – porcelanato. ABNT, 2007.
4. Medeiros, M. F.; Lima, M. A. B.; Da Silva, R. J. **Filitos cerâmicos de Martinópolis (CE) - Potencialidade e aplicações tecnológicas** – Revista de Geologia, v.16, n.1, p. 49-62, 2003.
5. Silva, J. E. **Controle de processo**. Curso de Tecnologia Cerâmica. SENAI, Tijucas, Santa Catarina, 2001.
6. Amorós, J.L.; Sánchez, E.; García-Tem, J.; Sanz, V.; Monzó, M. **Manual para el control de la calidad de materias primas**

- arcillosas.** Instituto de Tecnología Cerámica – AICE, Castellón, España, 1998.
7. De 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, v.2, n.3/4, p. 28-31, 1997.
 8. Treybal, R.E. **Mass transfer operations.** Third Edition, McGraw-Hill, New York, 1980.
 9. Jarque, J.C.; Cantavella, V.; Segarra, C.; Mallol, G.; Cabrera, B.; Gascón, F. **Medida en continuo y en tiempo real de la humedad de baldosas cerámicas a su salida del secador mediante radiofrecuencia.** IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.2, p. PBC 291, 2006.
 10. Amorós, J.L.; Beltran, V.; Blasco, A.; Enrique, J.E.; Escardino, A.; Negre, F. **Defectos de fabricación de pavimentos y revestimientos cerámicos.** Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas e Instituto de Tecnología Cerámica, Universitat de València, 1991.
 11. Lucas, F. **Processos produtivos em revestimentos cerâmicos: variáveis de processo e possíveis causas de defeitos.** Cerâmica Industrial, v.9, n.5/6, p. 7-20, 2004.
 12. Jarque, J.C.; Cantavella, V.; Daroca, M.J.; Gómez, P.; Arrébola, C.; Carceller, A. **Influencia de las condiciones de operación del horno de rodillos sobre la curvatura de las peças.** VII Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.3, p. Pos 149-152, 2002.
 13. Sánchez, E.; Cantavella, V.; Llorens, D.; Moltó, C.; Foucard, L.; Miralles, L.; Cuesta, E. **Control automático de la densidad y la viscosidad en molinos continuos.** IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.2, p. PBC 123-136, 2006.
 14. Mallol, G. **Control y automatización en la industria cerámica. Evolución y Perspectivas.** IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.1, p. Con 47-72, 2006.

15. Di Giuseppe, A.; Revel, G.M. **Medida automatizada de la granulometría del polvo atomizado para el control del proceso en línea.** IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.3, p. PBC 363-378, 2006.
16. Amorós, J.L.; Feliú, C.; Llorens, D.; Cantavella, V.; Mezquita, A. **Medida no destructiva de la densidad aparente de peçes en crudo mediante absorción de rayos X.** IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.2, p. PBC 69-82, 2006.
17. Cantavella, V.; Llorens, D.; Mezquita, A.; Moltó, C.; Bhardwaj, M.C.; Vilanova, P.; Ferrando, J.; Maldonado-Zagal, S. **Uso de la técnica de ultrasonidos para medir la densidad aparente de las baldosas en crudo y optimizar el proceso de prensado.** IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.2, p. PBC 165-178, 2006.
18. Marchetti, B.; Revel G.M. **Medida en línea de la densidad en crudo de baldosas cerámicas.** VII Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.1, p PG1 11, 2002.
19. De Noni, Jr.A.; Modesto, C.; Novaes De Oliveira, A.P.; Hotza, D. **Dimensional modeling and control of ceramic tile.** American Ceramic Society Bulletin, v.85, n.11, p. 9201-9205, 2006.
20. Desphande, P.B., **Multivariable process control.** ISA, 1989.
21. Henson, M.A., Seborg, D.E., **Nonlinear process control.** Prentice Hall, New Jersey, 1997.
22. Slotine, J.E. **Applied nonlinear control.** Prentice hall, New Jersey, 1991.
23. Kosko, B. **Neural networks and fuzzy systems.** Prentice Hall, New York, 1992.
24. Haykin, S. **Neural networks.** Prentice Hall, New York, 1999.
25. Ogunaiké, B.A., Ray, W.H. **Process dynamics, modeling, and control,** Oxford University Press, 1994.

4 ANÁLISE DO EFEITO DOS PARÂMETROS DE PROCESSO SOBRE AS PROPRIEDADES PÓS-SECAGEM DE PORCELANATOS*

4.1 INTRODUÇÃO

O processo industrial analisado se refere à fabricação de porcelanato de tipo BI-a por via úmida, com moagem descontínua, mono-queima e conformação por pressão. A informação completa sobre as etapas do processo e as variáveis associadas se encontram no capítulo 3.

A densidade aparente é utilizada para expressar o grau de compactação [1] e determina algumas das características mais importantes do produto final [2], possibilitando a existência de defeitos [3]:

- Estruturais, como coração negro, trincas ou porosidade inadequada.
- Superficiais, como pequenas depressões, bolhas e orifícios.
- Dimensionais, como ortogonalidade.

Um estudo prévio [4] discutiu a influência da densidade aparente da peça sobre etapas posteriores do processo que incidem de forma determinante na qualidade do produto acabado.

Na análise do processo de fabricação de porcelanato para uma linha de produção industrial, desde o ponto de vista de controle (Capítulo 3 [5]), se identificou qual era a variável controlada, como se realizava sua medição e qual era a ação efetuada quando a variável de interesse saía do comportamento esperado. A densidade aparente a seco geralmente não é controlada apesar de ser uma variável muito importante, por afetar (como se ressaltou previamente neste trabalho) as características estéticas e funcionais do produto final. Adicionalmente se estabelece que:

- Deve-se garantir a homogeneidade da densidade aparente em toda a peça, nos diferentes suportes que saem de uma mesma cavidade e entre peças situadas em diferentes cavidades.
- É muito importante fazer uma análise global do processo baseando-se num estudo detalhado por etapas.
- As variáveis de interesse podem ser controladas manipulando variáveis na mesma etapa ou atuando sobre etapas anteriores. A

* Publicado parcialmente em: Actas del XI Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico, Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, Spain, 2010.

integração do processo não pode ser obtida somente realizando uma somatória de estratégias de controle aparentemente independentes entre si.

O primeiro passo para determinar uma possível rota de ação para o controle da densidade aparente a seco, é realizar uma análise desta frente aos fatores que a afetam. As relações entre as variáveis de prensagem com as características das peças obtidas a cru e queimado tem sido objeto de estudo de várias pesquisas.

Especificamente para a análise da densidade aparente a seco essas pesquisas:

- Examinam as influências da distribuição granulométrica do pó atomizado, a densidade de empacotamento deste pó e a velocidade do carro alimentador na prensa [6] [7].
- Estabelecem relações com posições, velocidades e pressões específicas de operação da prensa hidráulica [8].
- Concentram-se nas relações entre a umidade do pó atomizado e a pressão de prensagem com a densidade aparente [1] [7] [9] [10]. Nesses trabalhos se consideram que para um valor dado de pressão de compactação existe uma relação linear entre a compactação a seco e a umidade do pó, exceto para valores altos de pressão e umidade.

A maioria dos esforços enfocaram a implementação *on line* de um sensor de densidade aparente a seco, que seja contínuo, automático, ambientalmente seguro e com a precisão requerida para ser utilizado em um laço de controle automático. Foram desenvolvidos estudos para medi-la por ultra-som [11] [12], radiação [13], sensores extensiométricos [4] e através da medição da umidade. As estratégias existentes de controle automático da densidade aparente se baseiam em que a compactação final depende quase que exclusivamente da pressão de compactação e da umidade do material, comprometendo somente variáveis na etapa de prensagem [14] [2].

Os estudos mencionados sobre as relações entre as variáveis de prensagem com as características das peças foram realizados sob condições controladas e com equipamentos de laboratório. É evidente a dificuldade que se encontra quando se quer fazer este tipo de análise a nível industrial. Existe uma limitação, imposta pelas necessidades de produção das plantas industriais, para atuar sobre alguns parâmetros e obter significativas diferenças nas variáveis de resposta. Algumas dessas limitações são:

- Os níveis de variação nos fatores nem sempre podem ser alterados suficientemente para obter uma resposta mensurável e significativa, sem que se alterem as características do produto final. Para conseguir, algumas mudanças nas etapas de prensagem e secagem devem compensar-se com outros em etapas posteriores para manter as propriedades finais.
- O tempo em que as variáveis podem permanecer em um nível diferente do de operação, às vezes, não é suficiente para obter uma boa estabilização do processo. Desta maneira as mudanças esperadas podem ser mascaradas.

Os estudos se concentraram sobre a etapa de prensagem e não se encontraram trabalhos de análise da influência das variáveis da operação de secagem sobre a densidade aparente a seco. As etapas de secagem e queimas juntas são responsáveis por 95,5% do consumo energético total [15] [16]; por tal razão inicialmente se realiza uma análise sobre a operação de secagem para obter uma metodologia aplicável à etapa de queima posteriormente. Nesta fase foi utilizada a metodologia de delineamento estatístico de experimentos para analisar, a nível industrial, os efeitos de fatores como temperatura no secador, pressão de compactação e tempo de residência no secador sobre a densidade aparente a seco, a umidade residual da peça e a resistência mecânica. Além de aportar informações importantes para o melhor conhecimento do comportamento do processo, podem ser sugeridas estratégias de controle robustas baseadas na análise estatística dos fatores sobre a média e as variações das propriedades das peças cerâmicas depois da etapa de secagem.

Foi feita uma análise inicial com uma abordagem clássica e então se utilizou o conceito de robustez de Taguchi para encontrar os níveis dos fatores com os quais se pode conseguir o valor máximo da média da densidade aparente e reduzir a variabilidade. A metodologia proposta por Taguchi [18] pretende eliminar os efeitos negativos gerados pelos fatores de ruído, sem aumentar os custos de produção, realizando estudos experimentais que permitam encontrar os níveis adequados dos fatores controláveis do processo que minimizem a variância, enquanto se mantém a média em seu valor nominal.

O objetivo é determinar os parâmetros importantes para a implementação da tecnologia de controle e automatização aplicada à etapa de secagem do processo de fabricação de porcelanatos.

4.2 MATERIAIS E MÉTODOS

É realizada a análise estudando os efeitos das variáveis de controle (fatores) sobre a média e a variabilidade de algumas propriedades pós-secagem dos revestimentos cerâmicos.

4.2.1 Equipamentos e processo



(a) Linha entre prensa e secador



(b) Entrada das peças ao secador



(c) Linha pós-secagem

Fig. 4.1. Planta Modelo do SENAI-SC

O trabalho experimental é realizado na planta modelo de produção de revestimentos cerâmicos do SENAI/SC por ter a capacidade de reproduzir condições próximas às encontradas em nível industrial. A produção diária aproximada nessa planta é de 1000m² de porcelanato em formato de 10x10 cm e a linha de produção é contínua desde a etapa de prensagem. Na Fig. 4.1 podem ser observadas três fotos desta linha de produção.

A conformação do material é realizada por prensagem uniaxial de duplo efeito. Utiliza-se uma prensa hidráulica de 530 t e uma linha de prensagem com seis cavidades (ver Fig. 4.1). A pressão de compactação, P , é calculada a partir da pressão manométrica lida na prensa.

A operação de secagem é realizada com um secador horizontal de rolos (de 1,6m de largura por 8,4m de comprimento) mediante a

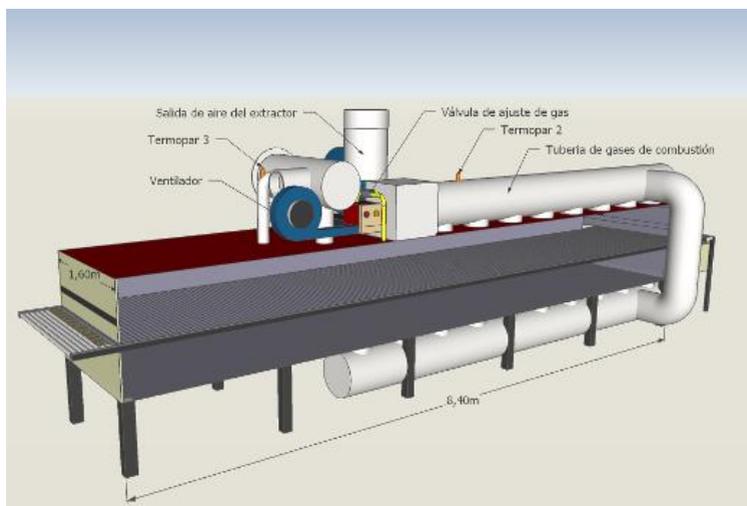
circulação de ar quente. Usa-se a combustão de gás natural no queimador para a transferência de calor. O esquema do secador utilizado é apresentado na Fig. 4.2. A temperatura do secador, T , corresponde àquela medida com o termopar 1 na Fig. 4.2b, localizado dentro da câmara do secador e essa temperatura pode ser modificada manipulando a válvula de ajuste de gás (ver Fig. 4.2a). A velocidade dos rolos, V , é uma medida indireta do tempo de residência das peças no secador e é lida em Hertz.

4.2.2 Delineamento de Experimentos

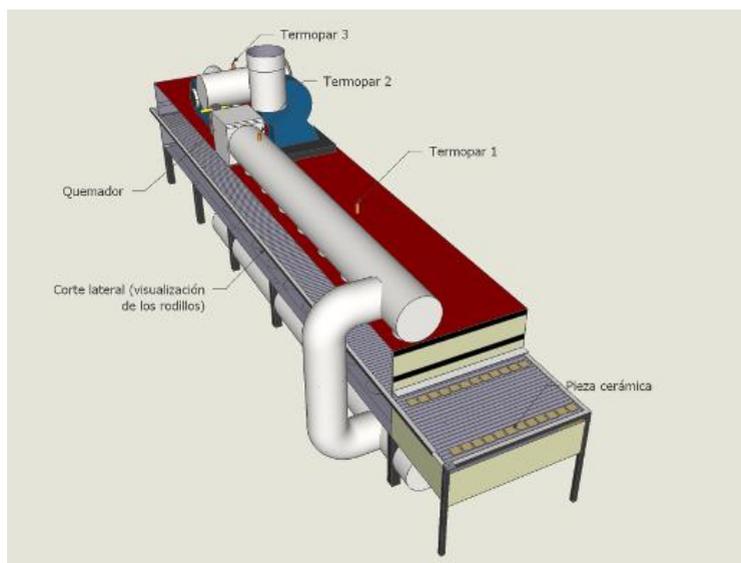
Dois delineamentos experimentais fatoriais completos foram realizados na planta semi-industrial do SENAI/SC com o objetivo de entender como algumas variáveis (fatores) afetam as propriedades das peças cerâmicas pós-secagem, além de descobrir como devem ser modificadas as variáveis de controle e encontrar as combinações ideais entre essas variáveis para obter um produto com melhor qualidade.

Após a análise do processo de produção de porcelanato a densidade aparente, a umidade residual dos suportes e a resistência mecânica das peças são selecionadas como variáveis de resposta à saída do secador. A densidade aparente a seco (D_{ap} [g/cm^3]) foi medida pelo método de Arquimedes e a resistência mecânica através do cálculo do módulo de resistência à flexão (MRF [kgf/cm^2]). As umidades de pó atomizado ($H_{pó}$ [%]) e dos suportes (H_s [%]) são expressas em base úmida e a amostra do pó atomizado é coletada na tremonha da prensa.

A pressão de compactação (P [kg/cm^2]), a umidade de pó atomizado ($H_{pó}$ [%]), a temperatura do secador (T [$^{\circ}\text{C}$]) e a velocidade dos rolos (V [Hz]) são selecionados como fatores de controle o ruído, depois duma análise detalhada das variáveis comprometidas na operação e no controle da etapa de secagem. Para realizar uma análise desses parâmetros sobre a média e a variabilidade das propriedades das peças secas foi feito um delineamento experimental completo com duas réplicas. Foram escolhidos dois níveis de variação para cada um dos fatores (Tabela 4.1), obtendo como resultado um delineamento experimental completo 2^4 . Os valores dos níveis foram escolhidos como os valores extremos dos intervalos possíveis das condições de trabalho na planta.



(a) Vista Lateral



(b) Vista superior

Fig. 4.2. Esquema do secador utilizado

Tabela 4.1. Valores dos fatores.

FATORES	Nível baixo (-)	Nível alto (+)
T [°C]	165	255
P [kgf/cm ²]	241	271
HPÓ [%]	4,61	5,86
V [Hz]	36	44

Pelas limitações mencionadas na introdução deste capítulo não foi possível realizar os experimentos correspondentes às condições de nível alto de umidade de pó e nível alto de temperatura do secador. O delineamento de 2^4 foi convertido em dois delineamentos completos de 2^3 , um a umidade de pó constante e outro a temperatura do secador constante. Na Tabela 4.2 são apresentadas as variáveis de resposta e os fatores para cada delineamento.

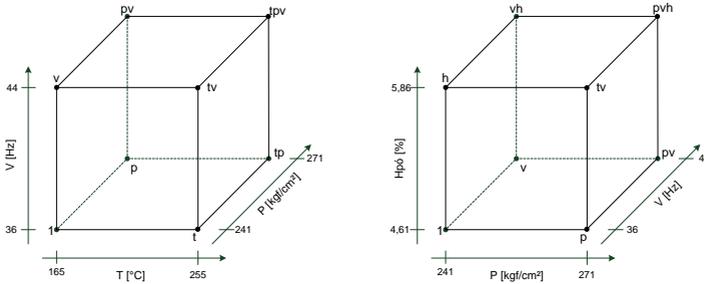
Tabela 4.2. Definição de fatores e variáveis de resposta.

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	FATOR	VARIÁVEL DE RESPOSTA
1. A HPÓ = 4,61% constante	P [kgf/cm ²]	Dap [g/cm ³] Hs [%] MRF [kgf/cm ²]
	T [°C]	
	V [Hz]	
2. A T = 165°C constante	P [kgf/cm ²]	$HPÓ$ [%] V [Hz]
	$HPÓ$ [%]	
	V [Hz]	

As combinações dos delineamentos são apresentadas na Tabela 4.3 como matriz e na Fig. 4.4 como uma vista geométrica. Para levar em conta as incertezas das medições e obter uma estimativa do erro experimental foram realizadas duas réplicas para cada ensaio.

Tabela 4.3. Matriz dos delineamentos Experimentais 2^3 .

H_{p0} constante					T constante				
#exp	T [°C]	P [kgf/cm ²]	V [Hz]	Rótulo	#exp	P [kgf/cm ²]	V [Hz]	HPÓ [%]	Rótulo
1	-	-	-	l	1	-	-	-	l
2	+	-	-	t	2	+	-	-	p
3	-	+	-	p	3	-	+	-	v
4	+	+	-	tp	4	+	+	-	pv
5	-	-	+	v	5	-	-	+	h
6	+	-	+	tv	6	+	-	+	ph
7	-	+	+	pv	7	-	+	+	vh
8	+	+	+	tpv	8	+	+	+	pvh

(a) Delineamento a $HPÓ$ constante(b) Delineamento a T constante**Fig. 4.3.** Delineamentos Experimentais 2^3 - Vista geométrica

Para os fatores de pressão de compactação P , umidade do pó atomizado $HPÓ$ e temperatura da câmara do secador T é difícil ajustar seus valores de operação nos níveis selecionados devido a restrições operacionais na planta durante a experimentação. Por isso, utiliza-se o valor médio para cada um desses fatores que são apresentados na Tabela 4.2 e para comprovar que a dispersão em torno do valor médio não é alta, calculam-se os coeficientes de variação da seguinte maneira:

$$C_v = \frac{s}{média} 100 \quad (4.1)$$

Na Tabela 4.4 encontram-se os valores mínimos (*min*) e máximos (*max*) de cada um dos intervalos, a *média*, o desvio padrão (*s*) e o coeficiente de variação (C_v) dos fatores. Os resultados mostram valores do coeficiente de variação menores ao 4,5% para P , $HPÓ$ e T .

Tabela 4.4. Coeficiente de variação dos fatores.

		<i>min</i>	<i>max</i>	<i>média</i>	<i>s</i>	C_v [%]
T [°C]	—	147	176	165	5,83	3,54
	+	248	266	255	5,83	2,29
P [kgf/cm ²]	—	226	251	241	8,41	3,48
	+	268	276	271	4,33	1,6
$HPÓ$ [%]	—	4,41	4,86	4,61	0,19	4,19
	+	5,70	6,04	5,86	0,17	2,82
<i>Passante #65</i> [%]		61,41	78,98	70,21	4,67	6,66

A distribuição granulométrica é um fator considerado constante nestes delineamentos experimentais. Analisando o coeficiente de

variação para este fator na Tabela 4.4 conclui-se que a distribuição tem baixa variabilidade ao ter um coeficiente de variação menor que 7%, validando a hipótese mencionada. O cálculo do coeficiente de variação para a análise da distribuição granulométrica é realizada com os rejeitos da malha #65 (abertura de 212 μ m), que é considerada a fração granulométrica predominante.

Os experimentos foram realizados aleatoriamente, na medida em que as condições de trabalho na planta o permitem. No entanto, as réplicas realizadas são consideradas genuínas por não serem repetições das medições dentro de um ensaio, mas sim por reproduzirem os métodos de medição e procedimentos com experimentos diferentes^[19]. As peças para amostragem são recolhidas sempre na mesma posição relativa à saída do secador. Para a resistência mecânica são consideradas 5 peças para o cálculo de cada valor medido em uma condição de operação específica.

É aplicado, com algumas modificações, o procedimento da análise generalizado^[17] para o caso de um delineamento fatorial 2^k . Inicialmente foi realizada uma análise de variância para formalmente testar a significância estatística dos efeitos principais e as interações. Depois é constituído o modelo removendo as variáveis e interações não significativas e feito uma análise de resíduos para verificar o ajuste do modelo. Por último é realizado uma análise gráfica aplicando os conceitos de robustez de Taguchi. A seguir apresenta-se uma descrição da metodologia de cada um destes passos.

4.2.3 Análise de variância

Para analisar se os efeitos dos fatores e suas interações sobre as variáveis de resposta são significativos estatisticamente é realizada uma análise de variância (ANOVA). Como ferramenta de cálculo para a análise de variância é utilizado o programa estatístico MINITAB. O teste F se baseia na comparação das variâncias devidas aos fatores e suas interações com o erro puro, E_p . F_C é o valor F é calculado com a relação dessas variâncias e F_{TAB} é o valor de F obtido da distribuição $F^{[17]}$, levando em conta os graus de liberdade (GL) envolvidos no erro estatístico tipo I (e_I).

Ao realizar o teste de hipóteses podem-se cometer dois tipos de erros estatísticos^[20]: Tipo I e tipo II . Incorre-se no erro tipo I ao afirmar que existe uma diferença verdadeira ou uma diferença entre as hipóteses, quando essa na realidade não existe (Ou a hipótese nula é

rejeitada). Quando se considera que não existe diferença e na realidade a diferença é o suficientemente grande para que tenha importância prática (Hipótese nula não é rejeitada sendo está falsa) se comete um erro tipo *II*. As probabilidades do erro são dadas por α e β para os erros tipo *I* e tipo *II*, respectivamente.

Levando em consideração as limitações de uma operação contínua e em nível industrial, para o cálculo do erro puro são realizados distintos números de réplicas em pontos diferentes do espaço experimental, sendo o erro puro igual à variância média global dessas replicações. O erro puro é a variação obtida quando se realizam replicações genuínas, é calculada como:

$$e_{puro} = \frac{\sum S_i^2 GL_i}{\sum GL_i} \quad (4.2)$$

Onde S_i^2 a variância das replicações no ponto experimental i e GL_i o número de graus de liberdade do ponto para o cálculo da variância do experimento i .

Nessa análise não foram levadas em consideração as interações de ordem três porque, em geral, as interações entre três ou mais variáveis são desprezíveis quando predominam os efeitos principais e as interações de ordem inferior^[17].

4.2.4 Obtenção e ajuste do modelo

Para obter o modelo matemático que evidencia a relação entre as variáveis significativas estatisticamente realiza-se outra ANOVA excluindo os fatores e as interações não significativas estatisticamente.

Para verificar se existe ou não falta de ajuste no modelo linear leva-se em consideração que além de medir o erro experimental, os quadrados médios (QM_{fa}) medem também a contribuição de uma possível falta de ajuste do modelo^[17,19]. Dessa maneira, a comparação dos quadrados médios da falta de ajuste (QM_{fa}) e do erro experimental (QM_{Ep}) servem para avaliar a falta de ajuste utilizando a prova F.

Deve-se calcular o valor de F para a falta de ajuste ($F_{C,fa}$) e ser comparado com o F obtido da distribuição F (F_{TAB}) para as novas condições. Essas condições referem-se aos novos valores da Tabela de análise sem contar com as interações. A seguir, apresenta-se o procedimento de cálculo:

- Com a informação da nova análise, calculam-se os novos valores de soma de quadrados, graus de liberdade e quadrado médio dos resíduos (SQ_R , GL_R , QM_R);
- A partir, da análise de variância inicial, extraem-se a informação da soma de quadrados, graus de liberdade e quadrado médio do erro puro (SQ_{Ep} , GL_{Ep} , QM_{Ep});
- Calcula-se o grau de liberdade e a soma dos quadrados da falta de ajuste:

$$SQ_{fa} = SQ_R - SQ_{Ep} \quad (4.3)$$

$$GL_{fa} = GL_R - GL_{Ep} \quad (4.4)$$

- Calcula-se o quadrado médio da falta de ajuste, QM_{fa} :

$$QM_{fa} = \frac{SQ_{fa}}{GL_{fa}} \quad (4.5)$$

- Obtem-se o F calculado para a falta de ajuste, $F_{C,fa}$:

$$F_{C,fa} = \frac{SM_{fa}}{QM_{Ep}} \quad (4.6)$$

- Obtem-se os valores de F_{TAB} para os diferentes erros. Considera-se como os graus de liberdade do numerador a GL_{fa} e os do denominador a GL_{Ep} ;
- Finalmente, compara-se $F_{C,fa}$ com F_{TAB} : Se $F_{C,fa} > F_{TAB}$, então se tem evidência da falta de ajuste do modelo.

4.2.5 Análise gráfica

São obtidos os gráficos das variáveis de resposta em função de dois fatores (gráficos de interação) para analisar os efeitos principais e as interações (quando informações provenientes da ANOVA são significativas). Para a análise da variabilidade é incluída a dispersão das médias nos gráficos.

Identificam-se os fatores de controle, sendo fatores de sinal (afetam a média, mas não a variabilidade), ou fatores que afetam a variabilidade e não a média ou fatores de custo (não afetam nem a média nem a variabilidade).

É característica própria da variável de resposta que a condição desejável de operação é aquela que proporciona o valor médio mínimo, máximo ou um determinado valor nominal. Aplicando o conceito de robustez de Taguchi, encontram-se os níveis adequados dos fatores controláveis do processo que fazem possível obter essa condição desejável e simultaneamente obter a mínima variância.

Finalmente, faz-se uma análise global visando apontar idéias para desenvolver uma estratégia de controle partindo de uma condição de operação que obedece à condição de mínima dispersão no valor desejado e manipulando o fator de sinal selecionado. O objetivo é manter a média em seu valor nominal com mínima variabilidade na presença dos ruídos para conseguir uma operação robusta (desempenho robusto).

4.3 ANÁLISE DE RESULTADOS

Aplicando o procedimento descrito na metodologia para a análise gráfica, a seguir apresentam-se os resultados. Inicialmente para o delineamento experimental 2^3 a umidade constante e logo para o delineamento 2^3 a temperatura constante. Para cada uma das variáveis de resposta se realiza uma análise de variância para separar as diferentes causas de variação e determinar suas magnitudes, constitui-se o modelo, removendo as variáveis e interações não significativas, verifica-se o ajuste do modelo (com análise de resíduos) e, por último, realiza-se uma análise gráfica aplicando os conceitos de robustez de Taguchi.

4.3.1 Umidade constante

No delineamento experimental fatorial 2^3 a umidade de pó atomizado constante, as variáveis de resposta analisadas são: A umidade residual dos suportes (H_s [%]), a densidade aparente (D_{ap} [g/cm^3]) e a resistência mecânica (MRF [kgf/cm^2]). Os fatores de controle a estudar são: pressão de compactação (P [kgf/cm^2]), velocidade dos rolos (V [Hz]) e temperatura da câmara do secador (T [$^{\circ}\text{C}$]).

4.3.1.1 Umidade residual da peça

Análise de variância

A ANOVA para a umidade residual é apresentada na Tabela 4.5 5 e pode-se concluir que:

- Os fatores que são significativos estatisticamente são: T e V considerando um erro tipo I , e_I , com um nível de significância do 1% e 5% respectivamente.
- A interação PV é significativa com 25% de e_I .

- Levando-se em conta o princípio de hierarquia deve-se incluir o fator P no modelo.

O princípio de hierarquia indica que se um modelo contém um termo de alta ordem (tal como A^2B), esse deve ter também todos os termos de ordem inferior que o compuser (neste caso A^2 y AB)^[17].

Tabela 4.5. Análise da variância para a umidade residual em função da temperatura do secador (T), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).

<i>Hs</i>					F_{TAB} 0,01;1,7 = 12,25	F_{TAB} 0,025;1,7 = 8,07	F_{TAB} 0,05;1,7 = 5,59	F_{TAB} 0,1;1,7 = 3,59	F_{TAB} 0,25;1,7 = 1,57
Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c					
T	1	278,882	278,882	88,70					
P	1	0,00392	0,00392	0,12					
V	1	0,23220	0,23220	7,39					
TP	1	0,00318	0,00318	0,10					
TV	1	0,02246	0,02246	0,71					
PV	1	0,05832	0,05832	1,85					
RESÍDUOS	8	0,29208	0,10342						
Falta de ajuste (fa)	1	0,07198	0,07198						
Erro puro (Ep)	7	0,22010	0,03144						
Total	14	340,098							

: $FC > FTAB$

Obtenção e ajuste do modelo

Da nova ANOVA obtida excluindo os fatores e as interações não significativas estatisticamente, se gera o modelo da Equação (4.7), com um coeficiente de correlação de 96,93%:

$$H_s = -14,13 + 0,013T + 12,81P + 0,3217V - 0,0014PV \quad (4.7)$$

Para verificar se existe evidência de falta de ajuste ao modelo linear ou não se realiza o procedimento descrito em 4.2.4 obtendo os valores das Tabelas 4.6 e 4.7.

Tabela 4.6. Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a umidade residual.

Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c
RESÍDUOS	10	0,3177	0,0640	
Falta de ajuste (fa)	3	0,0976	0,0325	1,03
Erro puro (Ep)	7	0,2201	0,0314	

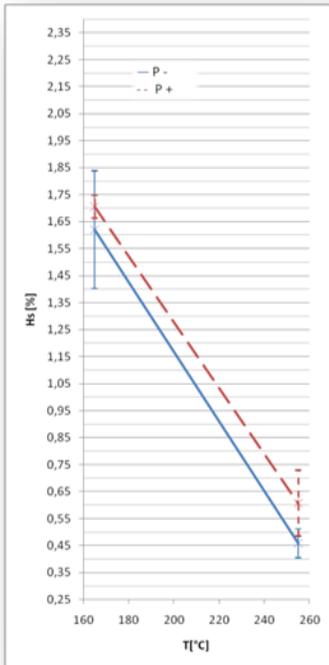
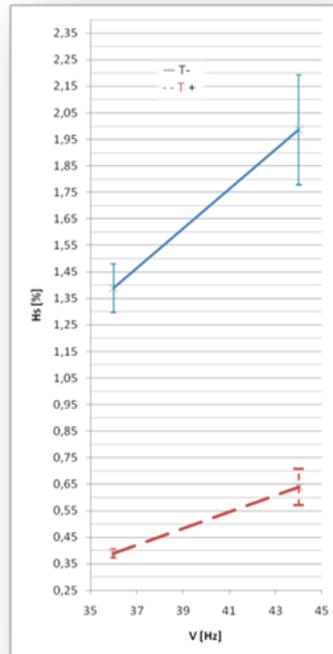
Tabela 4.7. Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.

$e_i; Gln, Gld$	0,01;2,7	0,025;2,7	0,05;2,7	0,1;2,7	0,25;2,7
F_{TAB}	9,55	6,54	4,74	3,26	1,70

Comparando $F_{C,fa}$ com F_{TAB} : Da Tabela 4.7 observa-se que o menor valor de F_{TAB} é 1,70. Como $F_{C,fa} = 1,03$ (ver Tabela 4.6), então $F_{C,fa} < F_{TAB}$ para qualquer valor de erro tipo I, e_i , menor que 25% e não se tem evidência de falta de ajuste do modelo linear.

Análise gráfica

Nas Figs. 4.4, 4.5 e 4.6 são apresentados os gráficos das interações dos fatores para a variável de resposta umidade residual dos suportes, H_s . Inclui-se também a dispersão dos valores das médias.

**Fig. 4.4.** Interação TP **Fig.4.5.** Interação VT

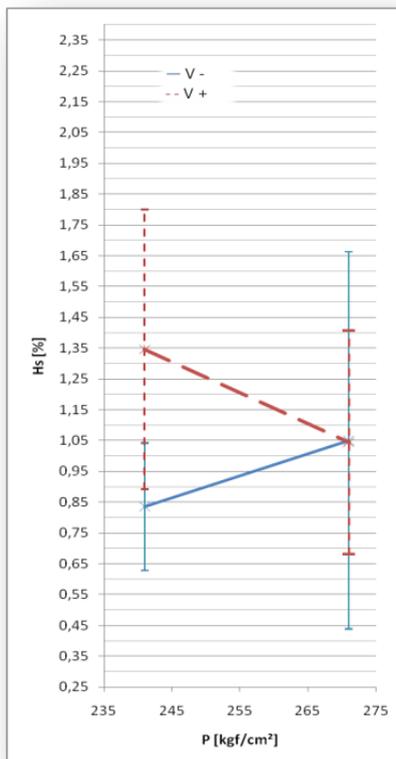


Fig.4.6. Interação PV

Fazendo a análise dos gráficos nas Figs. 4.4, 4,5 e 4.6 observa-se que:

- Na condição ($T+,V-$) é obtido o mínimo valor médio da umidade residual: 0,39%, com a menor dispersão: 0,03% (Fig. 4.5);
- As máximas variações da média da umidade residual são obtidas para variações de T , a:
 - $V+$ com $\Delta H_s = 1,35$ (Fig. 4.5);
 - $P-$ com $\Delta H_s = 1,16$ (Fig. 4.4);
 - $P+$ com $\Delta H_s = 1,0$ (Fig. 4.4).
- Embora exista um pequeno aumento na média de H_s ao variar P na condição de $T+$ (Fig. 4.4), não é possível concluir sobre a

influência de P sobre a média de H_s porque na Fig. 4.6 os dois intervalos tanto para $P+$ como para $P-$ se justapõem;

- Comprova-se que as interações entre os fatores T e P (Fig. 4.4) e, V e T (Fig. 4.5) são muito fracas;
- Das três interações entre dois fatores, as duas que são mais fracas são as que também não são estatisticamente significativas: TP e TV .

4.3.1.2 Densidade aparente

Análise de variância

A ANOVA para a densidade aparente é apresentada na Tabela 4.8 e pode-se concluir que:

- Os fatores que são significativos estatisticamente são: P e T considerando um erro tipo I (e_I) com um nível de significância do 2,5% e 25% respectivamente.
- As interações PV e TP são significativas com 1% e 10 % de e_I , respectivamente.
- Levando-se em conta o princípio de hierarquia deve-se incluir o fator V no modelo.

Tabela 4.8. Análise de variância para a densidade aparente em função da temperatura do secador (T), a pressão de compactação (P), e a velocidade dos rolos (V).

D_{ap}					F_{TAB} = 12,25	F_{TAB} = 8,07	F_{TAB} = 5,59	F_{TAB} = 3,59	F_{TAB} = 1,57
Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c					
T	1	3,20E-04	3,20E-04	1,91					
P	1	1,91E-03	1,91E-03	11,55					
V	1	4,00E-05	4,00E-05	0,25					
TP	1	7,60E-04	7,60E-04	4,58					
TV	1	1,40E-04	1,40E-04	0,84					
PV	1	2,07E-03	2,07E-03	12,49					
RESÍDUOS	8	1,20E-03	2,00E-04		<div style="border: 1px solid black; width: 20px; height: 10px; display: inline-block; margin-right: 5px;"></div> : $FC > FTAB$				
Falta de ajuste (f_a)	1	4,00E-05	4,00E-05						
Erro puro (E_p)	7	1,16E-03	1,70E-04						
Total	14	6,43E-03							

Obtenção e ajuste do modelo

Da nova ANOVA obtida excluindo os fatores e as interações não significativas estatisticamente, se gera o modelo da Equação (4.8) com um coeficiente de correlação de 99,65%:

$$D_{ap} = 5,167 - 0,0036F - 2,413P - 0,069M + 1,44 \times 10^{-5}TP + 2,68 \times 10^{-4}PV \quad (4.8)$$

Para verificar se existe evidência de falta de ajuste ao modelo linear ou não realiza-se o procedimento descrito em 4.2.4 obtendo os valores das Tabelas 4.9 e 4.10.

Da Tabela 4.10 observa-se que o menor valor de F_{TAB} é 1,7. Como $F_{C,fa} = 0,18$ (ver Tabela 4.9), então $F_{C,fa} < F_{TAB}$ para qualquer valor de erro tipo I, e_I , menor que 25% e não se tem evidência de falta de ajuste do modelo linear.

Tabela 4.9. Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a densidade aparente.

Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c
RESÍDUOS	9	0,0037	0,00041	
Falta de ajuste (<i>fa</i>)	2	0,0002	0,00009	0,18
Erro puro (<i>Ep</i>)	7	0,0035	0,00050	

Tabela 4.10. Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.

$e_I; GL_n, GL_d$	0,01; 2,7	0,025; 2,7	0,05; 2,7	0,1; 2,7	0,25; 2,7
F_{TAB}	9,55	6,54	4,74	3,26	1,7

Análise gráfica

Na Fig. 4.7 pode-se observar que uma variação da média de D_{ap} devida a uma variação de V do nível baixo ao alto é menor que uma variação devida a uma mudança de nível de P . Na Fig. 4.8 se visualizam os efeitos de variações de P e T sobre a D_{ap} . Esses são maiores que os correspondentes de V na Fig. 4.7.

Também se observa (Fig. 4.8) que para a condição de (P^- , T^-) é obtido o valor médio máximo de D_{ap} , $1,95 \text{ g/cm}^3$. Essa condição é economicamente desejável por ser um ponto de operação com menos consumo de energia tanto no prensado como na secagem. Então, a melhor condição será operando com pressão de compactação e temperatura do secador baixas.

No entanto, nessa condição (Fig. 4.8) encontra-se um valor indesejavelmente alto de dispersão correspondente a $0,032 \text{ g/cm}^3$. Aplicando os conceitos de Taguchi sobre robustez, busca-se um compromisso entre o maior efeito sobre a média e a menor dispersão

dos dados. A dispersão mostrada nesse ponto é influenciada pelos efeitos de V . Assim sendo para P^- observa-se, na Fig. 4.7, que a dispersão diminui ao trabalhar em um nível alto de velocidade, V^+ . Nessa condição (P^-, V^+) o valor da dispersão é de $0,01 \text{ g/cm}^3$.

Deste modo a melhor situação de desempenho do processo produtivo será a que considere o fator P no nível baixo, o fator T no nível baixo e o fator V no nível alto (P^-, T^-, V^+), isto é, trabalhando a pressão de compactação baixa, temperatura do secador baixa e velocidade dos rolos alta.

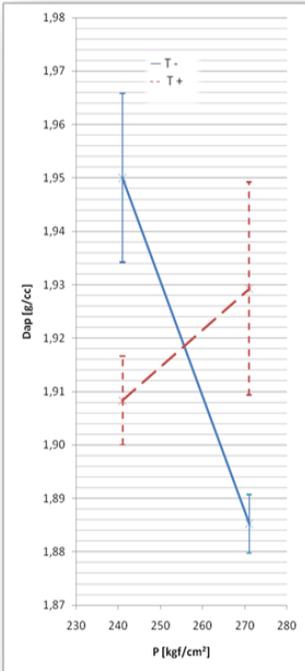


Fig.4.7. Interação PV

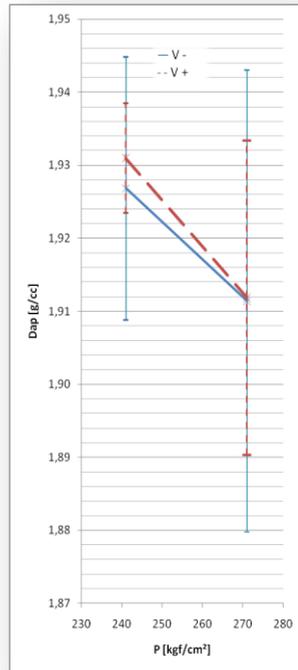


Fig. 4.8. Interação PT

4.3.1.3 Resistência Mecânica

Análise de variância

A ANOVA para a resistência mecânica é apresentada na Tabela 4.11.

Tabela 4.11. Análise da variância para a resistência mecânica em função da temperatura do secador (T), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).

MRF					F_{TAB} 0,01;1,7 = 12,25	F_{TAB} 0,025;1,7 = 8,07	F_{TAB} 0,05;1,7 = 5,59	F_{TAB} 0,1;1,7 = 3,59	F_{TAB} 0,25;1,7 = 1,57
Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c					
T	1	110,21	110,21	306,14					
P	1	5,22	5,22	14,51					
V	1	0,01	0,01	0,03					
$T*P$	1	8,54	8,54	23,71					
$T*V$	1	0,03	0,03	0,09					
$P*V$	1	0,02	0,02	0,06					
RESÍDUOS	8	52,46	7,803		<div style="border: 1px solid black; width: 50px; height: 20px; display: inline-block;"></div> : $FC > FTAB$				
Falta de ajuste (fa)	1	0,36	0,36						
Erro puro (Ep)	7	52,10	7,443						
Total	14	176,49							

Da Tabela 4.11 pode-se concluir que:

- Os fatores que são significativos estatisticamente são: T e P considerando um erro tipo I , e_I , com um nível de significância do 1%.
- A interação TP é significativa com 1 % de e_I .

Obtenção e ajuste do modelo

Da nova ANOVA obtida excluindo os fatores e as interações não significativas estatisticamente, se gera o modelo da Equação (4.9) com um coeficiente de correlação de 99,66%:

$$MRF = 127,67 - 0,4743T - 0,3752P + 0,0015TP \quad (4.9)$$

Para verificar se existe evidência de falta de ajuste ao modelo linear ou não realiza-se o procedimento descrito em 4.2.4 obtendo os valores das Tabelas 4.12 e 4.13:

Tabela 4.12. Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a resistência mecânica.

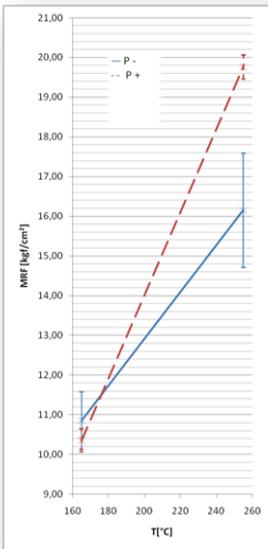
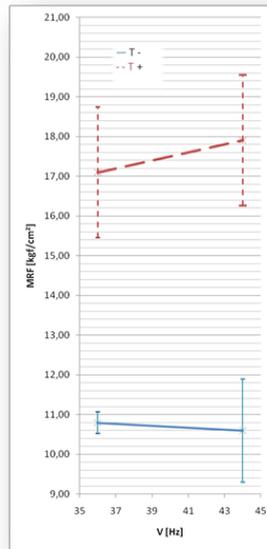
Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c
RESÍDUOS	11	52,52	7,55	
Falta de ajuste (fa)	4	0,42	0,11	0,01
Erro puro (Ep)	7	52,10	7,44	

Tabela 4.13. Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.

$e;GLn,GLd$	0,01;3,7	0,025;3,7	0,05;3,7	0,1;3,7	0,25;3,7
F_{TAB}	8,45	5,89	4,35	3,07	1,72

Comparando $F_{C,fa}$ com F_{TAB} : Da Tabela 4.13 observa-se que o menor valor de F_{TAB} é 1,72. Como $F_{C,fa} = 0,01$ (ver Tabela 4.12), então $F_{C,fa} < F_{TAB}$ para qualquer valor de erro tipo I, e_I , menor que 25% e não se tem evidência de falta de ajuste do modelo linear.

Análise gráfica

**Fig. 4.9.** Interação TP **Fig. 4.10.** Interação VT

Baseia-se a análise nas Figs. 4.9 e 4.10 onde se observa:

- A mínima variabilidade é obtida em três condições: $(P+, T-)$, $(V-, T-)$ e $(P+, T+)$. Embora a dispersão das duas primeiras condições apresente os valores menores ($0,59 \text{ kgf/cm}^2$ e $0,54 \text{ kgf/cm}^2$ respectivamente), esses correspondem a valores muito baixos de MRF ;
- No entanto, na condição $(P+, T+)$ o valor da dispersão é $0,62 \text{ kgf/cm}^2$ e o valor da média de MRF é $19,76 \text{ kgf/cm}^2$ (Fig. 4.9),

correspondendo ao valor máximo da média nas condições estudadas;

- A variação da média de MRF causada por uma modificação do nível de V (Fig. 4.10) é menor que as variações produzidas por alterações em P e em T (Fig. 4.9).

4.3.2 Temperatura constante

No delineamento experimental fatorial 2^3 a temperatura do secador constante as variáveis de resposta analisadas são: a umidade residual dos suportes (H_s [%]), a densidade aparente (D_{ap} [g/cm^3]) e a resistência mecânica (MRF [kgf/cm^2]). Os fatores de controle a estudar são: pressão de compactação (P [kgf/cm^2]), velocidade dos rolos (V [Hz]) e umidade de pó atomizado ($H_{Pó}$ [%]).

4.3.2.1 Umidade residual da peça

Análise de variância

A ANOVA para a resistência mecânica é apresentada na Tabela 4.14 e pode-se concluir que os fatores que são significativos estatisticamente são: $H_{Pó}$ e V considerando um erro tipo I , e_I , com um nível de significância do 1% e 10% respectivamente.

Tabela 4.14. Análise da variância para a umidade residual em função da umidade do pó atomizado ($H_{Pó}$), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).

<i>H_s</i>					F_{TAB} 0,01;1,6 =13,75	F_{TAB} 0,025;1,6 =8,81	F_{TAB} 0,05;1,6 =5,99	F_{TAB} 0,1;1,6 =3,78	F_{TAB} 0,25;1,6 =1,62
Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c					
<i>P</i>	1	0,02260	0,02260	0,72					
<i>V</i>	1	0,16860	0,16860	5,35					
<i>H_{Pó}</i>	1	123,620	123,620	39,23					
<i>PV</i>	1	0,00940	0,00940	0,30					
<i>PH_{Pó}</i>	1	0,02400	0,02400	0,76					
<i>VH_{Pó}</i>	1	0,04810	0,04810	1,53					
RESÍDUOS	7	0,35800	0,20051						
Falta de ajuste (<i>fa</i>)	1	0,16900	0,16900						
Erro puro (<i>Ep</i>)	6	0,18900	0,03151						
Total	13	186,690							

: $F_c > F_{TAB}$

Obtenção e ajuste do modelo

Da nova ANOVA obtida excluindo os fatores e as interações não significativas estatisticamente, se gera o modelo da Equação (4.10) com um coeficiente de correlação de 83,72%:

$$H_s = 6,841 - 0,6289H_{PÓ} - 0,0363V \quad (4.10)$$

Para verificar se existe evidência de falta de ajuste ao modelo linear ou não realiza-se o procedimento descrito em 4.2.4 obtendo os valores das Tabelas 4.15 e 4.16. Comparando $F_{C,fa}$ com F_{TAB} : Da Tabela 4.16 observa-se que o menor valor de F_{TAB} é 1,79. Como $F_{C,fa} = 1,73$ (ver Tabela 4.15), então $F_{C,fa} < F_{TAB}$ para qualquer valor de erro tipo I, e_I , menor que 25% e não se tem evidência de falta de ajuste do modelo linear.

Tabela 4.15. Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a umidade residual.

Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c
RESÍDUOS	11	0,4622	0,0861	
Falta de ajuste (<i>fa</i>)	5	0,2732	0,0546	1,73
Erro puro (<i>Ep</i>)	6	0,1890	0,0315	

Tabela 4.16. Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.

$e_I; GL_n, GL_d$	0,01;5,6	0,025;5,6	0,05;5,6	0,1;5,6	0,25;5,6
F_{TAB}	8,75	5,99	4,39	3,11	1,79

Análise gráfica

Embora a análise de variância não apresentasse evidência de alguma interação entre os fatores, analisam-se os efeitos principais nas Figs. 4.11 e 4.12. Observa-se que:

- As máximas variações da média da umidade residual são obtidas para variações de $H_{PÓ}$, a:
 - V- com $\Delta H_s = 1,11\%$ (Fig. 4.12);
 - P- com $\Delta H_s = 0,98\%$ (Fig. 4.11);
 - P+ com $\Delta H_s = 0,74\%$ (Fig. 4.11).
- Na condição ($H_{PÓ}$ -, V-) é obtido o mínimo valor médio da umidade residual: 1,39%; mas não com a menor dispersão (Fig. 4.12); Aplicando os conceitos de Taguchi sobre robustez, busca-se um compromisso entre o maior efeito sobre a média e a menor dispersão dos dados. A dispersão mostrada nesse ponto é influenciada pelos efeitos de P.

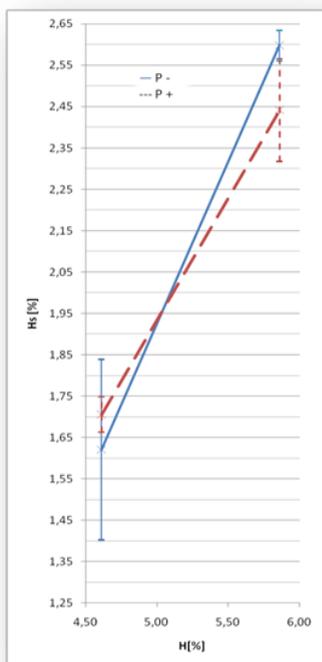


Fig. 4.11. Interação $H_{P\phi} P$

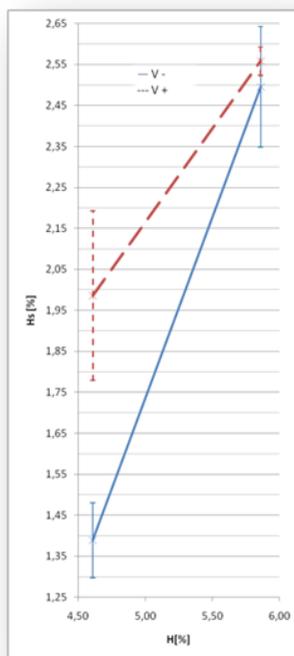


Fig. 4.12. Interação $H_{P\phi} V$

4.3.2.2 Densidade aparente

Análise de variância

A ANOVA para a densidade aparente é apresentada na Tabela 4.17 e pode-se concluir que:

- O fator que é significativo estatisticamente é: $H_{P\phi}$ considerando um erro tipo I, e_I , com um nível de significância do 10%.
- A interação $PH_{P\phi}$ é significativa com 10% de e_I .
- Levando-se em conta o princípio de hierarquia deve-se incluir o fator P no modelo.

Tabela 4.17. Análise da variância para a densidade aparente em função da umidade do pó atomizado ($H_{PÓ}$), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).

D_{ap}					F_{TAB} 0,01;1,6 =13,75	F_{TAB} 0,025;1,6 =8,81	F_{TAB} 0,05;1,6 =5,99	F_{TAB} 0,1;1,6 =3,78	F_{TAB} 0,25;1,6 =1,62
Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c					
P	1	3,45E-04	3,45E-04	0,36					
V	1	2,10E-06	2,10E-06	0,002					
$H_{PÓ}$	1	4,45E-03	4,45E-03	4,58					
PV	1	6,84E-05	6,84E-05	0,07					
$H_{PÓ}P$	1	4,99E-03	4,99E-03	5,13					
$H_{PÓ}V$	1	2,03E-05	2,03E-05	0,02					
RESÍDUOS	7	6,00E-03	1,14E-03		<div style="border: 1px solid black; width: 50px; height: 20px; display: inline-block; background-color: #cccccc;"></div> : $FC > FTAB$				
Falta de ajuste (fa)	1	1,73E-04	1,73E-04						
Erro puro (Ep)	6	6,31E-03	1,05E-03						
Total	13	0,01587							

Obtenção e ajuste do modelo

Da nova ANOVA obtida excluindo os fatores e as interações não significativas estatisticamente, se gera o modelo a Equação (4.11) com um coeficiente de correlação de 97,37%:

$$D_{ap} = -40,51 - 0,7194H_{PÓ} - 1,153V + 0,0027H_{PÓ}P \quad (4.11)$$

Para verificar se existe evidência de falta de ajuste ao modelo linear ou não realiza-se o procedimento descrito em 4.2.4 obtendo os valores das Tabelas 4.18 e 4.19. Comparando $F_{C,fa}$ com F_{TAB} : Da Tabela 4.19 observa-se que o menor valor de F_{TAB} é 1,62. Como $F_{C,fa} = 0,33$ (ver Tabela 4.18), então $F_{C,fa} < F_{TAB}$ para qualquer valor de erro tipo I, e_I , menor que 25% e não se tem evidência de falta de ajuste do modelo linear.

Tabela 4.18. Valores obtidos para o cálculo de $F_{C,fa}$ para a densidade aparente.

Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c
RESÍDUOS	7	0,0067	0,0014	
Falta de ajuste (fa)	1	0,0003	0,0003	0,33
Erro puro (Ep)	6	0,0063	0,0011	

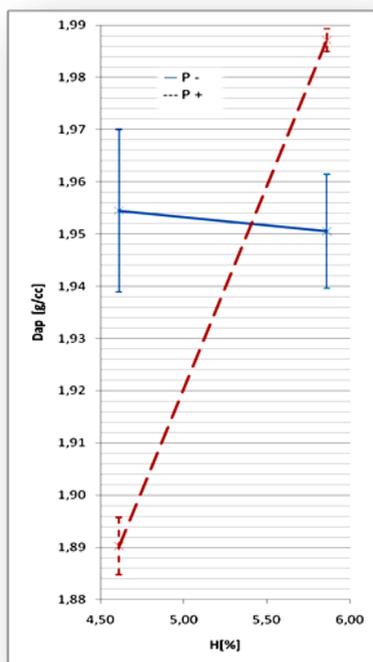
Tabela 4.19. Valores obtidos para o F_{TAB} para a distribuição F.

$e;Gln,GLd$	0,01;1,6	0,025;1,6	0,05;1,6	0,1;1,6	0,25;1,6
F_{TAB}	3,75	8,81	5,99	3,78	1,62

Análise gráfica

Analizando a Fig. 4.13 correspondente à interação $H_{P\phi}P$, significativa estatisticamente, observa-se que:

- O máximo valor de Dap é obtido na condição ($P+$, $H_{P\phi}+$) com um valor médio de $1,986 \text{ g/cm}^3$ e uma dispersão pequena de $0,004 \text{ g/cm}^3$.
- O coeficiente angular para uma variação de $H_{P\phi}$ na condição de nível alto de P é bastante maior que a variação de P na condição de nível alto de $H_{P\phi}$.

**Fig. 4.13.** Interação $H_{P\phi}P$

- A variação da média de Dap causada pela variação de $H_{PÓ}$ na condição de nível alto de P (0,098) é bastante maior que à causada por uma variação de P na condição de nível alto de $H_{PÓ}$ (0,038).
- Um valor igual o maior a $1,95 \text{ g/cm}^3$ é atingido nas condições de $(P-, H_{PÓ+})$ e $(P-, H_{PÓ-})$.

4.3.2.3 Resistência Mecânica

Análise de variância

A ANOVA para a resistência mecânica é apresentada na Tabela 4.20 e pode-se concluir que não existem fatores nem interações que sejam significativas estatisticamente considerando um erro tipo I , e_I . A análise de variância não justifica nem obter o modelo nem fazer a análise gráfica da média e da dispersão, pois os resultados podem ser consequência de variações devidas ao experimento, mas não por variações dos fatores.

Tabela 4.20. Análise da variância para a resistência mecânica em função da umidade do pó atomizado ($H_{PÓ}$), pressão de compactação (P), e velocidade dos rolos (V).

MRF					F_{TAB} 0,01;1,6 =13,75	F_{TAB} 0,025;1,6 =8,81	F_{TAB} 0,05;1,6 =5,99	F_{TAB} 0,1;1,6 =3,78	F_{TAB} 0,25;1,6 =1,62
Fonte	GL	Soma de Quadrados [SQ]	Quadrado Médio [QM]	F_c					
P	1	0,00	0,00	0,00					
V	1	0,16	0,16	0,06					
$H_{PÓ}$	1	1,10	1,10	0,44					
PV	1	3,44	3,44	1,38					
$H_{PÓ}P$	1	0,22	0,22	0,09					
$H_{PÓ}V$	1	1,37	1,37	0,55					
RESÍDUOS	7	15,04	2,56		<div style="border: 1px solid black; width: 20px; height: 10px; display: inline-block; margin-right: 5px;"></div> $: F_c > F_{TAB}$				
Falta de ajuste (f_a)	1	0,06	0,06						
Erro puro (Ep)	6	14,98	2,50						
Total	13	21,33							

4.3.3 Considerações Parciais

Apresentam-se as idéias que servem de base para classificar os fatores de controle dependendo de se afetam ou não a média e/ou a

variabilidade. Também se explicitam as coincidências para a análise da mesma variável de resposta nos dois delineamentos e se resumem as melhores condições de operação.

4.3.3.1 Umidade residual da peça

Delineamento a $H_{PÓ}$ constante:

- Tanto T como V afetam a média de H_s , mas T afeta em uma magnitude maior. Como também T tem 1% de nível de significância, pode ser considerado o fator de sinal.
- Na análise do item 4.3.1.1 encontra-se ($T+, V-$) como a melhor condição de desempenho de processo. É lógico porque com um maior tempo de residência ($V-$) e uma maior carga térmica no secador ($T+$) obtém-se uma menor umidade residual nas peças na saída do secador.
- Por não afetar nem a média nem a variabilidade a pressão (P) pode ser considerada um fator de custo. Assim, a escolha de sua condição de operação será a de menos custo: nível baixo de P . Verifica-se a dispersão nesse nível de operação: No nível baixo de P tanto para $T+$ (Fig. 4.4) como para $V-$ (Fig. 4.6) a dispersão é menor que no nível alto de P .
- Dessa maneira a melhor condição de operação será ($T+, V-, P-$)

Delineamento a T constante:

- Tanto $H_{PÓ}$ como V afetam a média, mas $H_{PÓ}$ afeta em uma magnitude maior
- Da análise do item 4.3.2.1 obtém-se que na condição ($H_{PÓ-}, V-$) se atinge o valor mínimo de umidade residual. Isso é explicado pela causalidade existente entre as variáveis: com menor umidade de pó atomizado e com maior tempo de residência no secador obtém-se uma menor umidade residual nas peças.
- P quase não tem efeito sobre a média da umidade residual, mas tem efeito sobre a dispersão (Fig. 4.11). Então pode-se ajustar a melhor situação de desempenho do processo produtivo considerando a umidade do pó atomizado no nível baixo, a velocidade dos rolos no nível baixo e a pressão de compactação no nível alto ($H_{PÓ-}, V-, P+$).
- Na classificação dos fatores ficam:

- P : fator que afeta a dispersão, mas não a média
- H_{P0} e V afetam tanto a média como a variabilidade
- H_{P0} por ser a variável que mais afeta a média (segundo a análise gráfica) e com 1% de significância (segundo a ANOVA) pode ser chamada de fator de sinal.

Análise conjunta dos delineamentos:

Analisando H_s para os dois delineamentos pode-se concluir:

- Nos dois delineamentos a análise coincide em que:
 - V é significativa estatisticamente
 - P não afeta a média
- A H_{P0} constante se obtém o mínimo valor de umidade e a máxima variação da média.
- Pode-se concluir que a variável que mais afeta a umidade residual é a temperatura porque se obtém baixas umidades residuais quando consideramos o nível alto de temperatura no delineamento experimental a H_{P0} constante.

4.3.3.2 Densidade aparente

Delineamento a H_{P0} constante:

- A melhor situação de desempenho de processo obtida é (P -, T -, V +);
- Nessas condições a variável que mais afeta a média é P e a que menos afeta a média é V ;
- P , T e V afetam a dispersão
- V pode ser classificado como o fator que afeta a dispersão, mas não a média
- P por ser o fator que mais afeta a média (principalmente valido ao nível baixo de temperatura) e ter um nível de significância alto pode ser escolhido como fator de sinal.
- Nenhuma variável pode ser chamada de fator de custo.

Delineamento a T constante:

- A melhor situação de desempenho de processo obtida é (P +, H_{P0} +) e tem menor dispersão;

- Do ponto de vista estatístico não deve ser considerado o efeito da variável V , mas como deve ser escolhida uma condição de operação para essa variável, procura-se a condição de V que tenha a menor dispersão nas condições de $(P+, H_{P\phi+})$ e isso se cumpre para $V+$ (ver Figs. 4.14 e 4.15). Então a melhor condição de operação é: $(P+, H_{P\phi+}, V+)$

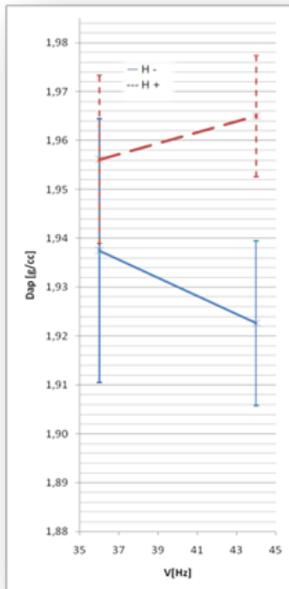


Fig. 4.14. Interação $H_{P\phi} V$

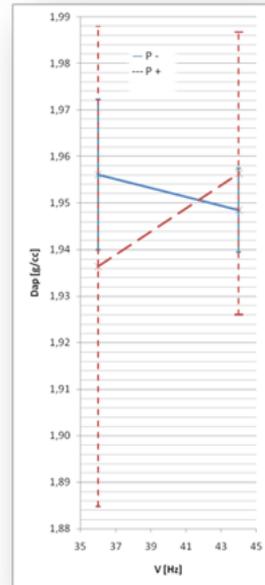


Fig. 4.15. Interação VP

- Como $H_{P\phi}$ é o fator que mais afeta a média e tem um bom nível de significância, pode-se classificar como fator de sinal

Análise conjunta dos delineamentos:

- O delineamento experimental à temperatura constante é realizado ao nível baixo de temperatura ($T-$). Nesse delineamento encontrou-se que a condição de operação de melhor desempenho é: $(P+, H_{P\phi+}, V+)$ obtendo um valor máximo de $1,986 \text{ g/cm}^3$.

- O delineamento experimental a umidade de pó atomizado constante é realizado ao nível baixo de umidade ($H_{p\acute{o}-}$). Nesse delineamento encontrou-se que a condição de operação de melhor desempenho é: ($P-, T-, V+$) obtendo um valor máximo de $1,95 \text{ g/cm}^3$.
- No delineamento experimental a temperatura constante ($T-$) pode-se atingir um valor de $1,95 \text{ g/cm}^3$ nas condições de ($P-, H_{p\acute{o}+}$) e ($P-, H_{p\acute{o}-}$),
- A condição ($T-, V+$) é coincidente para os dois delineamentos.
- Pode-se concluir, então, que é possível trabalhar nas condições encontradas para o delineamento experimental a umidade de pó atomizado constante ($P-, T-, V+$), independentemente do valor de $H_{p\acute{o}}$ se é considerado que $1,95 \text{ g/cm}^3$ é um valor mínimo aceitável de Dap .

4.3.3.3 Resistência Mecânica

Delineamento a $H_{p\acute{o}}$ constante:

- O máximo valor de resistência mecânica é obtido à condição de ($P+, T+$) com um dos menores valores de dispersão obtidos no delineamento para a resistência mecânica;
- A variável que mais afeta a média nas condições ($P+, T+$) é a temperatura.
- Ao igual que para o caso de densidade aparente, do ponto de vista estatístico não deve ser considerado o efeito da variável V , mas como deve ser escolhida uma condição de operação para essa variável, procura-se a condição de V que tenha a menor dispersão nas condições de ($P+, T+$). Analisando o nível de $T+$ na Fig. 4.10 observa-se que V não afeta a variabilidade da média de MRF, mas na Fig. 4.16 pode-se ver que para a condição de $P+$ a dispersão é menor para o nível alto de V . Então a condição de operação é: ($P+, T+, V+$).

Análise conjunta dos delineamentos:

Procurando uma explicação para o fato de que os resultados das ANOVAS dos dois delineamentos experimentais sejam marcadamente opostos reexaminaram-se os dados. Encontrou-se que para alguns experimentos a manipulação das peças prévia ao ensaio de flexão foi

diferente (buscando não mudar as condições das peças por ter que esperar mais tempo para fazer o ensaio de resistência à flexão). Coincidentemente esses ensaios só estão presentes no delineamento a H_{P0} constante. O anterior deixa com dúvida a aceitação da resposta como legítima.

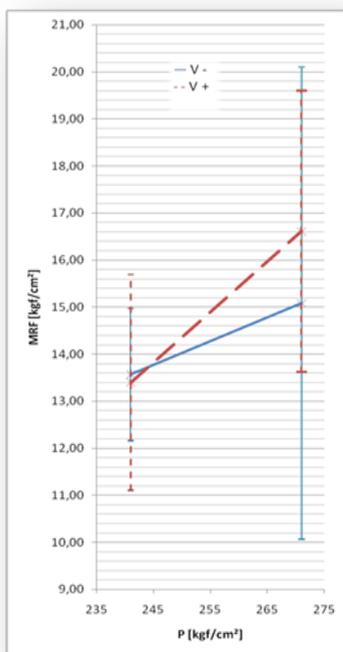


Fig. 4.16. Interação PV

4.4 CONCLUSÕES

Existe uma limitação, imposta pelas necessidades produtivas das plantas industriais, para atuar sobre algumas variáveis e obter diferenças significativas nas variáveis de resposta. Algumas de essas limitações são:

- Os níveis de variação nos fatores nem sempre podem ser alterados suficientemente para obter uma resposta mensurável e significativa sem que modifiquem as características do produto

final. Para consegui-lo, algumas mudanças nas etapas de prensagem e secagem devem compensar-se com outras modificações em etapas posteriores visando manter as propriedades finais do produto.

- O tempo no qual as variáveis podem permanecer em um nível diferente ao de operação, às vezes, não é suficiente para obter uma boa estabilização do processo. De essa forma, as variações esperadas podem ser mal interpretadas.

Embora existam limitações na execução do experimento em nível industrial, é possível utilizar as ferramentas do delineamento clássico de experimentos para analisar o efeito dos fatores de controle sobre as propriedades das peças cerâmicas na etapa de secagem.

Com a análise estatística formal baseada na ANOVA pode-se concluir sobre a significância dos fatores e das interações sobre as variáveis de resposta. Na tabela 4.21 é apresentado o resumo dos fatores e das interações que são significativas estatisticamente e seu nível de significância para as três variáveis de resposta, diferenciando os dois delineamentos experimentais.

Para conseguir elementos de decisão prática combina-se a ferramenta estatística clássica com os conceitos de robustez de Taguchi e analisam-se o efeito dos fatores de controle sobre a média e a variabilidade de propriedades das peças cerâmicas na etapa de secagem. Obtêm-se com essa análise as condições de operação sugeridas como ótimas.

Tabela 4.21. Fatores e interações significativas estatisticamente e seu nível de significância para os dois delineamentos experimentais a umidade do pó atomizado constante ($H_{pó}$ cte) e a temperatura do secador constante (T cte).

Nível significância	<i>Hs</i>		<i>Dap</i>		<i>MRF</i>	
	<i>HPÓ</i> cte	<i>T</i> cte	<i>HPÓ</i> cte	<i>T</i> cte	<i>HPÓ</i> cte	<i>T</i> cte
1%	<i>T</i>	<i>H_{pó}</i>	<i>PV</i>		<i>T - P - T</i> <i>P</i>	
2.50%			<i>P</i>			
5%	<i>V</i>					
10%			<i>TP</i>	<i>H_{pó} - H_{pó}P</i>		
25%	<i>PV</i>		<i>T</i>			

Na Tabela 4.22 é apresentado o sumário das condições de operação, onde 1 simboliza o nível alto e -1 o nível baixo. Pode-se considerar que são valores ótimos por não apresentar evidência de falta

de ajuste ao modelo linear no intervalo dos níveis escolhidos dos fatores. Nesta Tabela os valores em cinza estão relacionados com variáveis que não são significativas estatisticamente; são uma aproximação ao escolher o nível que satisfaz a menor dispersão nas condições ótimas das outras variáveis que sim são significativas estatisticamente.

Tabela 4.22.Resumo das condições de operação obtidas para cada experimento realizado para os dois delineamentos fatoriais a umidade do pó atomizado constante ($H_{pó}$ cte) e a temperatura do secador constante (T cte).

Fatores de Controle	<i>Hs</i>		<i>Dap</i>		<i>MRF</i>
	$H_{pó}$ cte	T cte	$H_{pó}$ cte	T cte	$H_{pó}$ cte
H_{pó}	-1	-1	-1	1	-1
T	1	-1	-1	-1	1
P	-1	1	-1	1	1
V	-1	-1	1	1	1

A abordagem clássica não permite sacar conclusões de dois delineamentos experimentais realizados com diferentes condições de operação (A umidade do pó atomizado constante ($H_{pó}$ cte) e a temperatura do secador constante (T cte)). Outro elemento de análise prático encontra-se nas considerações parciais (4.3.3) quando se analisa a densidade aparente simultaneamente para os dois delineamentos. E é possível concluir que existe uma condição de operação que satisfaz, com mínima dispersão, um mínimo aceitável do valor da média da propriedade ($Dap = 1,95 \text{ g/cm}^3$) para os dois delineamentos experimentais independentemente do valor de $H_{pó}$: (P -, T -, V +).

Identificam-se os fatores de controle e são resumidos na Tabela 4.23, dependendo de que sejam:

- Fatores de sinal: afetam a média, mas não a variabilidade; ou
- Fatores que afetam a variabilidade e não a média; ou
- Fatores de custo: não afetam nem a média nem a variabilidade.

Tabela 4.23. Classificação dos fatores de controle dependendo de seu efeito sobre a média e a variabilidade.

Fatores de Controle que afetam	Hs		Dap		MRF
	H _{p0} cte	T cte	H _{p0} cte	T cte	H _{p0} cte
a média	T V	H _{p0} - V	P - T	H _{p0} - P	P - T
a dispersão	T V	H _{p0} - V - P	P - T - V	H _{p0} - P	P - T
a média, mas não a dispersão					
a média e a dispersão	T - V	H _{p0} - V	T - P		P - T
a dispersão, mas não a média		P	V		V
FATOR DE SINAL	T	H _{p0}	P	H _{p0}	T
CUSTO (nem a média nem a dispersão)	P				

As variáveis em cinza, da Tabela 4.23, unicamente podem dar uma idéia de quais variáveis podem “afetar a dispersão, mas não a média”. Conforme a ANOVA realizada essa consideração não pode ser conclusiva por não serem essas variáveis significativas estatisticamente. É difícil encontrar um fator que só afete a dispersão sem afetar a média ou um que afete a média sem afetar a variabilidade. Pode ser devido a que nos gráficos de interação os efeitos da terceira variável sobre a média podem-se encontrar dissimulados. Por exemplo, na análise feita para a resistência mecânica a umidade constante se concluiu que o máximo valor da média (19,76 kgf/cm²) da resistência era obtido na condição (P+, T+). No entanto ao serem analisados os valores médios levando em conta a interação dos três fatores simultaneamente (ver Tabela 4.24), encontra-se que o valor máximo de MRF (20,10 kgf/cm²) é obtido na condição de operação (P-, T-, V+).

Tabela 4.24. Valores médios da resistência mecânica.

MRF [kgf/cm ²]	T -		T +	
	P -	P +	P -	P +
V +	20,10	19,59	16,10	16,23
V -	11,04	10,06	10,57	10,65

Os fatores de sinal se empregam para modificar a média da variável de resposta e levá-la para o valor desejado. Em uma malha de controle a variável manipulada cumpre com esse papel. Deve-se modificar a variável manipulada para manter a variável de resposta em seu valor objetivo quando os fatores de ruído perturbam o sistema. Pela definição de *fator de sinal* dada anteriormente, nenhuma das variáveis poderia ser considerada um fator de sinal. Contudo, é possível sugerir como fatores de sinal às variáveis que mais afetam a média e que tem um bom nível de significância (Tabela 4.23).

Embora $H_{P\hat{O}}$ seja o fator que mais afeta a média, em alguns casos, e tenha um bom nível de significância, não pode ser utilizado como um fator de sinal por não ser manipulável. Assim $H_{P\hat{O}}$ é considerado um fator de ruído e deve ser controlado na etapa anterior.

Para conseguir um desempenho robusto pode-se sugerir uma proposta de controle baseada em que devem ser satisfeitas as condições de operação na qual a média atinge o valor nominal com a menor dispersão e depois desenhar uma estratégia de controle que mantenha essa condição manipulando o fator de sinal.

Mas pode-se observar na Tabela 4.22 que os níveis que satisfazem essa condição ideal não coincidem para as diferentes variáveis de resposta. Embora coincidissem não é possível fazer uma malha de controle para manipular uma variável só esperando que todas e cada uma das variáveis de resposta tenham o comportamento adequado ante uma variação da variável manipulada.

Sendo esta uma primeira fase da experimentação falta corroborar e gerar mais informação, levando em consideração que as conclusões produzidas dos delineamentos fatoriais são unicamente válidas sobre o intervalo de condições do experimento

4.5 REFERÊNCIAS

1. Navarro, J.E.; Amoros, J.L.; Monzo, M. *Tecnología cerámica: Pastas cerámicas*. v.2, Instituto de Química Técnica, Universidad de Valencia, España.
2. Mallol, G. “Control y automatización en la industria cerámica. Evolución y perspectivas”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.1, p. Con 47-72, 2006.
3. Lucas, F. “Processos produtivos em revestimentos cerâmicos: variáveis de processo e possíveis causas de defeitos”. *Cerâmica Industrial*, v.9, p. 7-20, 2004.
4. Blasco, A; Llorens, D.; Mallol,-G.; Jarque, J.C. “Estudio experimental de la determinación, en continuo y en tiempo real, de la compactación en seco de peças conformadas por prensado unidireccional”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, p. 325-345, 1992.
5. Santos-Barbosa, D.; Da Silva, J. E.; Machado, R. A. F.; Hotza,

- D. “Controle e automação na indústria cerâmica: Estudo de caso na fabricação de porcelanato no Brasil”. *Cerâmica Industrial*, v.13, p. 23-30, 2008.
6. Dos Santos, B.D.; Saviato, D.; Martins, E.; De Mello, E.; Sartor, R.; Barbosa, T.; Cargnin, M.; De Noni, A.Jr.; Modesto, C.O.; Tassi, R. “Estudo da influência das variáveis do pó atomizado e da prensa nas características técnicas do produto final”. *Cerâmica Industrial*, 12 (6), 2007.
 7. Bagán, V.; Enrique, J.E, Mallol, G.; Sanchez, E. “Gres porcelánico. Influencia de las variables de proceso sobre la calidad del producto acabado”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, p. 357-389, 1990.
 8. Sánchez, J.; Portolés, J.; Negre, F.; Mallol, G.; Monzó, M.; Monfort, E. “Estudio de la dinámica del ciclo de prensado y su influencia sobre la compactación de baldosas cerámicas mediante la sonorización de una prensa industrial”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, p.63-91, 1994.
 9. De 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*, v.2, p. 28-31, 1997.
 10. Novaes de Olivera A.P., Manfredini, T. “Un modelo para predecir la resistencia mecánica de una peça cerámica en crudo”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, p.439-448, 1996.
 11. Cantavella, V.; Llorens, D.; Mezquita, A.; Moltó, C.; Bhardwaj, M.C.; Vilanova, P.; Ferrando, J.; Maldonado-Zagal, S. “Uso de la técnica de ultrasonidos para medir la densidad aparente de las baldosas en crudo y optimizar el proceso de prensado”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.2, p. PBC 165-178, 2006.
 12. Pietroni, P.; Revel G.M. “Ultrasonidos por laser para el control de calidad en La industria cerámica”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara

- Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.3, p PBC 345-358, 2008.
13. Amorós, J.L.; Feliú, C.; Llorens, D.; Cantavella, V.; Mezquita, A. “Medida no destructiva de la densidad aparente de peças en crudo mediante absorción de rayos X”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, v.2, p. PBC 69-82, 2006.
 14. Portolés, J.; Sanchez, J; Soler, C; Ballester, E. “Automatización del ciclo de prensado en semiseco en el proceso de compactación de baldosas cerámicas, mediante la implantación de un lazo de control en una prensa hidráulica industrial”. *IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y el Pavimento Cerámico*. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, España, p. 673-675, 1996.
 15. Alves, H.J.; Melchiades, F.G. Boschi, A.O. “Levantamento inicial do consumo de energias térmica e elétrica na indústria brasileira de revestimentos cerâmicos”. *Cerâmica Industrial*, 12 (1/2), 2007.
 16. Enrique, J.E. Mallol, G. Monfort, E. e Cantavella, V. “Racionalização de energia em fornos de revestimentos cerâmicos”. *Cerâmica Industrial*, 5 (1), 2000.
 17. Montgomery, D.C. *Design and analysis of experiments*. 5th ed., John Wiley & Sons Inc., New York, 2001.
 18. Taguchi, G. *System of experimental design: Engineering methods to optimize quality and minimize costs*. 2nd ed., New York, 1987.
 19. Box, G. E.P.; Hunter, W.G.; Hunter, J.S. *Statistics for Experimenters: An introduction to design, data analysis, and model building*. USA: John Wiley and Sons, 1978.
 20. Davies, O.L. *Métodos estadísticos aplicados a la Investigación y a la producción con especial referencia a la Industria Química*. 2. ed. Madrid: Aguilar, España, 1965.

5 MODELLING THE DIMENSIONAL CHANGES OF PORCELAIN TILES[†]

5.1 INTRODUCTION

The integration of control in the ceramic tile industry has advanced in the last decades but it is still behind the traditional chemical industry. This is partly because the ceramic sector works with solids, and the level of knowledge in unit operations involving solids has progressed far less than in fluids [1]. The second point that makes automatic control difficult stems from the structural nature of the ceramic product, making the required end characteristics to be multiple and complex, unlike most chemical processes in which the most important feature is usually the chemical composition, as revised by [2]. In the case of ceramic tiles, the end product must meet a number of requirements that range from purely technical characteristics (low porosity, wear resistance) to aesthetic qualities (gloss, design), often restricting the implementation of control systems. Finally another aspect that makes automation difficult in this type of industry is the wide variety of products that the same company usually needs to produce.

An implementation of techniques of control and automation in the ceramic tile industry would be justified for high value products, which must present a strict tolerance of properties, particularly regarding geometrical dimensions. Among the different types of ceramic tiles that are produced, as defined by the Spanish Ceramic Tile Manufacturers' Association [3], the porcelain tiles best meet these requirements. A porcelain tile is characterized by low water absorption, usually less than 0.5% for the BIa group [4], high mechanical strength and frost resistance, high hardness, high chemical and stain resistance, with a broad spectrum of aesthetic possibilities (body colouring with soluble stains, pressed relief, polishing, glazing, etc), according to a recent review [5].

The usual industrial wet-route processing of porcelain tile covers three main stages: (1) milling/mixing and spray drying of the raw materials; (2) pressing, drying and decoration of the green body; and (3) firing and classifying of the finished product. The first stage starts with the homogenization and wet milling of raw materials, followed by

[†] A ser submetido para publicação.

spray-drying of the resulting suspension. In the second stage the spray-dried powder with moisture content between 0.05 and 0.07 kg water/kg dry solids is pressed using uniaxial presses at a maximum pressure from 40 to 50 MPa. In the sequence, the resulting body is dried and decorated. Finally, in the third stage, the decorated body is fired in a single layer roller kiln using cycles of 40 to 60 min at a maximum temperature from 1180 to 1220°C for obtaining the maximum densification. After firing, the tiles are classified according to aesthetic properties and dimensional aspects, which are naturally related to processing and composition characteristics [6]. Some industries comprise in a single plant the steps 1 to 3; other ones purchase the granulated powder from a third part processing unit, being restrict to steps 2 and 3. The latest approach is followed in this paper.

One of the main concerns is related to dimensional uniformity of the tile (size and form). In the case of size, the manufacturers generally divide the standard tolerance into different categories. The challenge of dimensional control is to produce the highest amount of tiles within a standardized specification to reduce storage lots.

The dimensional changes of ceramic tiles have been broadly studied in the last decades, using different approaches. The final size of fired bodies has been related to the composition of raw materials and/or processing parameters, including preparation, forming and firing steps. Some of these works could be associated to tentative approaches to provide data for future automated control of unit operations in the ceramic tile industry. Particularly, pressing and firing steps have been studied more deeply.

The characteristics of an industrial powder and the influence of its particle size distribution on the wet and fired densities were studied by Amorós et al.[7]. Extensive density and porosity measurements were carried out both in the green and the fired states. A proposal was made for the optimization of pressing conditions, including adjustment of pressure if the humidity changes [8]. Any excessive deviation from required dimensions of the fired product might be corrected by adjusting the green density and density distribution with the help of experimentally determined dependence on moisture content and compacting pressure and on the basis of the relationship between green density and firing shrinkage [9]. Dimensional variations of only 0.1% are enough to cause significant deformations on large tiles. This fault was traced to non-uniform temperature in the preheating zone [10].

A system for effective control of pressing was proposed by Amorós et al. [11], based on modifying maximum pressing pressure to correct the variations in spray-dried powder moisture content, which needs to be measured on-line in the pressed bodies. The validity of this method was verified, and it was shown that the maximum fluctuations of moisture content in typical tile manufacturing conditions sometimes exceed the admissible variation for this variable. De Noni Jr. et al. [12] applied a mathematical modelling to quantify the influence of process control variables on the length of fired tile manufactured from raw materials and processes used by two floor-tile producers.

During the manufacturing process, ceramic tiles suffer dimensional changes in different stages, as shown in Fig. 5.1. Step 0 corresponds to die filling, in which the dimensions (thickness, h , and diameter or length, X) are related to the matrix volume (h_0 and X_0). In pressing, step 1, compaction occurs, the volume decreases and the body dimensions correspond to h_1 and X_1 , where $X_1=X_0$. After pressing, step 2, an expansion – also known as springback – takes place. The thermal treatments – drying and sintering (steps 3 and 4, respectively) – lead to shrinkages.

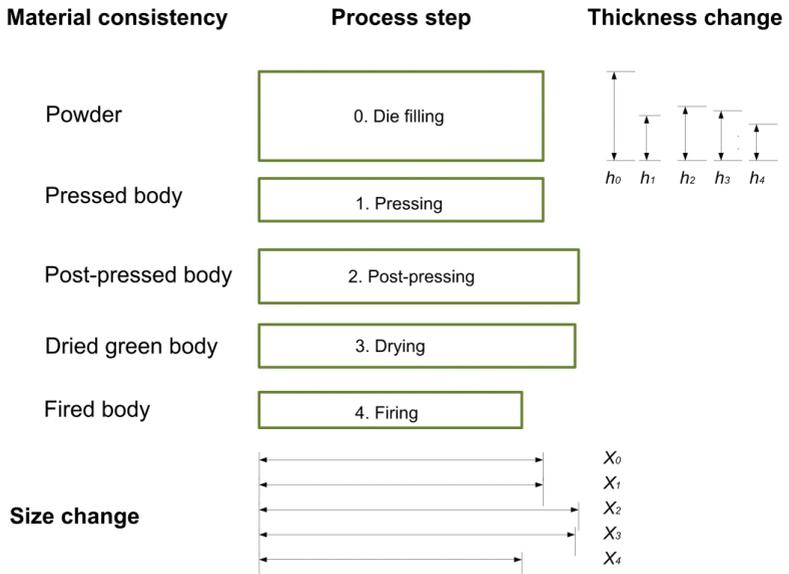


Fig. 5.1. Dimensional changes through the processing of porcelain tiles.

The dimensional changes experienced by tiles after pressing and drying (post-pressing expansion and drying shrinkage, respectively) are determined for a given composition by pressing conditions (powder moisture and maximum compaction pressure, primarily), according to Amorós [13]. The dry bulk density of the tile (directly related to the maximum pressure and powder moisture) and the maximum firing temperature determine the dimensional changes experienced by the tile during firing (firing shrinkage), after studies of Escardino et al. [14]. An equation was obtained by Amorós et al. [15], which calculates the final size of the pieces from their dry bulk density and maximum firing temperature, taking into account the firing shrinkage.

Studies usually focus their attention on the largest of the tile dimensions, the length (X), because it features one of the main properties of the final product's size. However, since the shrinkage occurs in three dimensions, the final thickness of tiles (h_4) is affected by the process variables as well. This parameter is conditioned not only by the dimensional changes experienced by the compacted tile during manufacture (Fig. 5.1), but also by the initial thickness of the bed in the press (h_0), i.e. the spray-dried powder mass deposited in the press before compacting. Studies have shown the influence of the fill density of press powder beds, which will further affect the final thickness of the ceramic tile [16].

In Fig. 5.2 different variables are shown, which will be taken into account to analyse the volume changes that undertaken by the ceramic bodies along the processing steps, according to Fig. 5.1.

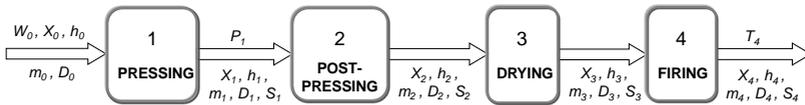


Fig. 5.2. Flow diagram and variables of porcelain tile fabrication process.

In Fig. 5.2 the processing variables are:

- W_0 : Dry-basis spray-dried moisture content (%)
- X : General characteristic size (mm); in lab-scale it corresponds to diameter of a cylindrical sample and in industrial scale, to width or length of rectangular tiles
- h : Thickness (mm)
- m : Mass (g)
- D : Density (kg/m^3)
- P_1 : Maximum compaction pressure (MPa)

- S : Linear dimensional change based on length or diameter (%)
 T_4 : Maximum firing temperature (°C)

The subscripts stand for the sequential number related to the respective unit operation. In this work, the variables over the arrow in Fig. 5.2 correspond to independent ones, whose values are fixed, while the variables under the arrow are the dependent ones, whose values are estimated.

The sample dimensional changes, namely springback after pressing and shrinkage after drying and firing, were calculated in percentage as:

$$S_i = 100(X_{i-1} - X_i) / X_{i-1}, \quad (5.1)$$

where the subscript corresponds to the stage number.

The lateral dimensions of the body associated to compaction pressing are considered unchanged since the powder compact is limited by the matrix physical boundaries. The springback effect corresponds to an expansion after removing the body from the press (S_2 is negative). Following drying and firing, respective shrinkages occur (S_3 and S_4 are positive). Applying Eq.(5.1) to the processing steps, the following equation is obtained:

$$R_4 = (100 - S_2)(100 - S_3)(100 - S_4)10^{-6} R_1, \quad (5.2)$$

where

- R_1 : Length/diameter or thickness after pressing (mm)
 R_4 : Length/diameter or thickness after firing (mm)

In this case, it is assumed that the expansion (S_2) and shrinkages (S_3 or S_4) are independent of the direction. Thus, the body final dimension (R_4) may be obtained from the body dimensions after pressing (step 1), when the values of S_2 , S_3 and S_4 are known.

For a given composition, springback (S_2) and drying shrinkage (S_3) are basically dependent on powder moisture (W_0) and maximum compaction pressure (P_1) (Amorós, 1987). Firing shrinkage (S_4) is mainly a function of dry bulk density (D_3) and maximum firing temperature (T_4) and D_3 depends on W_0 and P_1 . These relationships might be obtained empirically for each composition.

$$S_2 = f(W_0, P_1) \quad (5.3)$$

$$S_3 = f(W_0, P_1) \quad (5.4)$$

$$S_4 = f(D_3, T_4) \quad (5.5)$$

$$D_3 = f(W_0, P_1) \quad (5.6)$$

Thus, S_2 , S_3 , S_4 and D_3 may be calculated for a certain composition from the independent variables W_0 , P_1 and T_4 , using Eqs. (5.3) to (5.6).

Considering that after pressing and before mould extraction the body length or diameter (X_1) is the same mould dimension (X_0), the equation to calculate the characteristic size of the body after firing (X_4) may be written as:

$$X_4 = (100 - S_2)(100 - S_3)(100 - S_4) 10^{-6} X_0 \quad (5.7)$$

Eq.(5.7) and Eqs. (5.3) to (5.6) allow estimating the final size of bodies as a function of independent variables W_0 , P_1 , T_4 and X_0 . Similarly, to calculate the body thickness after firing (h_4), Eq.(5.2) may be rewritten as:

$$h_4 = (100 - S_2)(100 - S_3)(100 - S_4) 10^{-6} h_1 \quad (5.8)$$

Eq.(5.8) is not directly applied, since the thickness after pressing (h_1) is not the same thickness of the powder bed (h_0), which is the independent variable. To calculate h_1 it is assumed that the body mass (m) is changed only during drying (Eq.(5.9)), so that the density definition after each i step is considered (Eq.(5.10)), where A_i is the body area (m^2) after step i .

$$m_0 = m_1 = m_2 \quad (5.9)$$

$$D_i = m_i / h_i A_i \quad (5.10)$$

The fill density, D_0 , is fundamentally affected by the way the powder is prepared, since the pre-processing steps define the particle or granule size distribution, as well as their shape and moisture content. For spray-dried powders whose size and shape is maintained relatively constant, D_0 depends solely on the moisture content (Eq.(5.11)). This equation is also empirically obtained for a specific powder bed.

$$D_0 = f(W_0) \quad (5.11)$$

After previous assumptions, Eq.(5.8) might be redefined as:

$$h_4 = \frac{h_0 D_0 (100 - S_4) 10^8}{D_3 (100 + W_0) (100 - S_2)^2 (100 - S_3)^2} \quad (5.12)$$

From Eq.(5.12) the final body thickness may be calculated directly from independent variables (h_0 and W_0) and from dependent variables (S_2 , S_3 , S_4 , D_0 and D_3), which by their turn may be obtained from Eqs. (5.3) to (5.6) and (5.11).

Fig. 5.3 presents flow charts indicating the sequential steps to calculate the dimensional changes of ceramic tiles (X_4 and h_4) from

independent variables (X_0 , h_0 , W_0 , P_1 and T_4), and from Eqs. (5.3) to (5.7), (5.11) and (5.12).

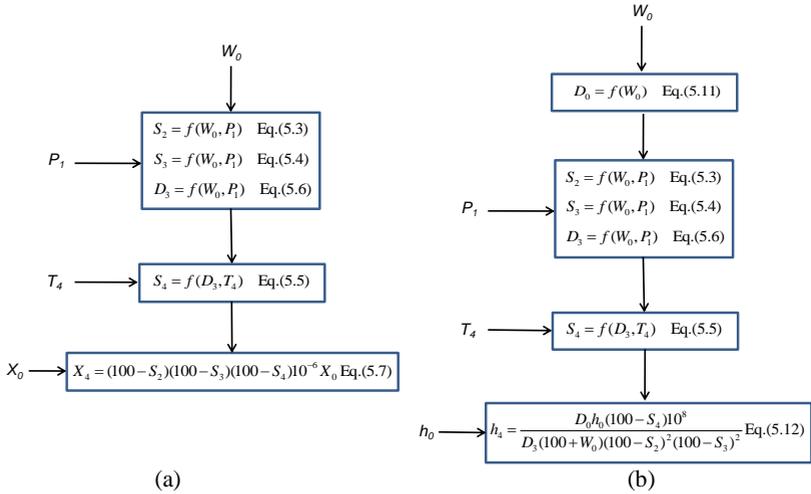


Fig. 5.3. Flow charts for calculating dimensional changes of ceramic tiles: (a) final length or diameter (X_4) and (b) final thickness (h_4).

5.2 OBJECTIVE

The scope of this work is developing empirical relationships for S_2 , S_3 , S_4 , D_0 and D_3 to obtain a model for predicting the final dimensions of tiles (diameter and thickness) in lab-scale taking into account the dimensional changes experienced along the manufacturing steps. Furthermore, the influence of the main process variables (compaction pressure and powder moisture) on the final and intermediate characteristics of the tiles (mass, size and thickness) will be also accomplished.

5.3 MATERIALS AND METHODS

5.3.1 Raw materials

A spray-dried powder with standard porcelain tile composition was used. The particle size distribution is represented in Fig. 5.4. The larger fraction (~60%) corresponds to particles between 300 and 500 μm , as usually employed in the porcelain tile industry.

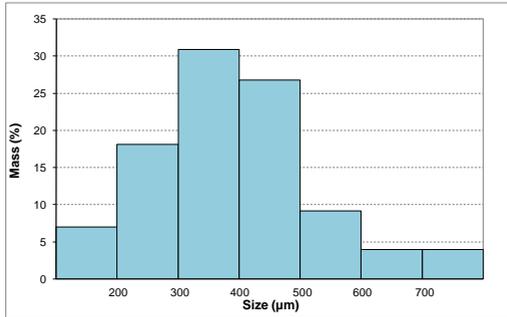


Fig. 5.4. Granule size distribution for spray-dried powder

The chemical analysis and X-ray diffraction pattern of the studied ceramic powder are shown in Table 5.1 and Fig. 5.5, respectively. The main crystalline phases were identified. From the mineralogical and chemical analysis of the samples a rational analysis was carried out, according to the method developed by Coelho et al. [17]. The percentages of crystalline phases so obtained are presented in Table 5.2.

Table 5.1. Chemical analysis of spray-dried powder.

Chemical compound	Mass (%)
SiO ₂	65.8
Al ₂ O ₃	20.6
Fe ₂ O ₃	0.66
CaO	0.66
MgO	1.34
Na ₂ O	4.48
K ₂ O	1.6
MnO	<0.01
P ₂ O ₅	0.09
Loss on fire at 1025°C	3.91

Table 5.2. Rational mineralogical analysis of spray-dried powder.

Crystalline phase	Mass (%)
Albite	38
Quartz	24
Kaolinite	18
Muscovite/illite	14
Chlorite	5
Other	1

5.3.2 Experimental design

Experiments were performed in order to find the regression equations relating the fill density (D_0), dry bulk density (D_3), springback (S_2), and drying and firing shrinkage (S_3 and S_4) of porcelain tiles to the independent variables – powder moisture (W_0), compaction pressure (P_1) and firing temperature (T_4) – under constant raw material characteristics. In other words, the aim is to define the functions of Eqs. (5.3) to (5.6) and (5.12).

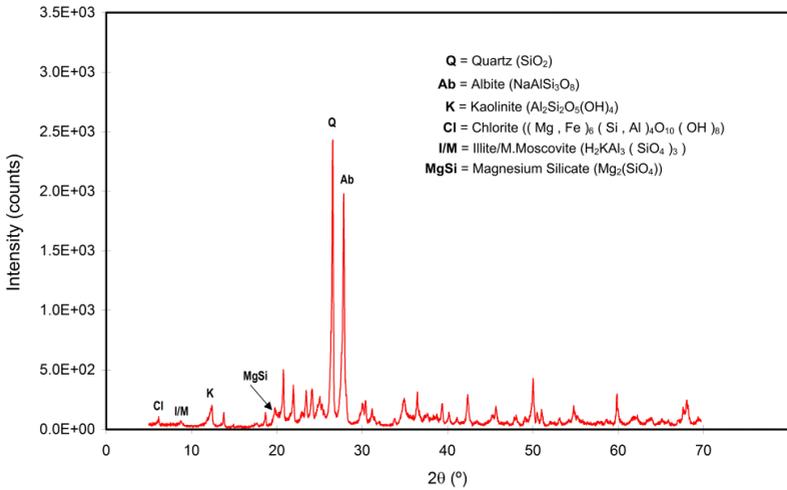


Fig. 5.5. X-ray diffraction pattern for spray-dried powder.

An experimental design with 4 levels was initially used to characterize the non-linear relationship among variables, Table 5.3. For each thermal treatment, a combination of pressure and moisture content was applied, and three cylindrical test bodies were pressed.

Table 5.3. Factor levels of processing parameters: powder moisture (W_0), compaction pressure (P_1) and firing temperature (T_4).

Factors	Levels			
	1	2	3	4
W_0 (%)	3.11	4.59	5.67	7.18
P_1 (MPa)	16.61	29.42	39.23	49.03
T_4 (°C)	1150	1176	1200	1220

Since three factors (W_0 , P_1 and T_4) and four levels were chosen, a complete experimental design would require 64 experiments without replicates. Considering that the output variables D_0 , D_3 , S_2 and S_3 are related to W_0 and P_1 but not to T_4 , a reduced experimental set comprising of two factors and four levels was applied.

Test bodies were simultaneously used to find the relation between S_4 and the output variables D_3 and T_4 . After drying all samples were reorganized in four groups, one for each level of temperature. A

selection was done so that each group contained pieces within all range of dry bulk density.

5.3.3 Processing

The processing methodology used closely follows the conventional porcelain tile industrial practice from pressing to firing stages. However, since the decorating stage is not significant to the dimensional changes, it was not included.

The industrial standard powder was separated into four bags. Each one had the moisture content adjusted by adding water or drying in a muffle oven. For each W_0 and P_1 shown in Table 5.3, three cylindrical specimens (40×7 mm) were formed by uniaxial pressing in a hydraulic laboratory press with electronic pressure control (Nannetti), using about 20 g of material for each specimen. Right after body pressing, the sample was weighted, marked and carefully placed into a bag for 30 min. Then the diameter, thickness and bulk density were measured.

After compaction, the test pieces were oven dried at $110 \pm 5^\circ\text{C}$ until reaching a constant mass. The moisture content of the bodies was calculated as a difference of mass before and after drying. Afterwards they were fired in a laboratory electrical kiln (Pirometrol, maximum operating temperature range 1250°C) using heating cycles similar to the industrial practice (fast heating to 500°C and at $25^\circ\text{C}/\text{min}$ from 500°C until reaching the maximum temperatures shown in Table 5.3). The pieces were kept to the maximum temperature during 6 min, afterwards they were cooled with forced air using a fan. The mass, dimensions and bulk density of the dried and fired samples were measured. The water absorption of the fired bodies was measured additionally. The apparent densities (D_2 , D_3 and D_4) of the bodies were measured by the Archimedes immersion method.

The linear shrinkage was calculated from the change in diameter (measured with 0.02 mm resolution digital calliper) of the cylindrical test pieces. Water absorption (WA) was determined after immersion in boiling water for 2 h and using a digital analytical scale with a resolution of 0.03 g. The mass of the tiles was measured both before and after immersion to determine the percentage of water absorption.

For determining fill density, the industrial standard powder was adjusted to the selected highest water content by moisturizing. The graduated cylinder was filled by pouring the powder and the fill density was calculated as the ratio of mass to the cylinder volume. Then the

moisture content was reduced by natural drying. For each value of moisture content, the weighing was made three times with different powders to calculate the experimental error.

5.3.4 Modelling and analysis

When the physical, chemical and mineralogical characteristics of the raw material are kept constant, the properties of dried and fired bodies are basically determined by the process conditions. For a given set of raw materials and processing conditions, an equation could be sought for each property, relating that property with such conditions.

Equations for estimating D_3 and S_4 are found in the literature as proposed by Amorós et al. [15] and Amorós [13]. For the remaining variables new equations were proposed. After analyzing different regressions (polynomial, exponential and logarithmical), the equation which provided the lowest standard deviation of the residuals was chosen, provided that the expected physical behaviour was adequately described.

For each W_0 and P_I , the response values used in the experimental design represent the average of three measured values, respectively. A regression was fitted to the experimental values and the regression adequacy was checked. The assumption of normal distribution was proved when the residuals were uncorrelated and randomly distributed with a zero mean value [18]. In most cases, it was known that there was a relation among three variables.

The regression uncertainty at 95% confidence level was calculated based on a global experimental error. If it is considered that the experimental error is the same throughout the whole region of interest [19], a weighted average (estimate of the standard deviation of the population) can be calculated based on the local experimental errors and the corresponding degrees of freedom. The value of the variable will be equal to the value predicted by the regression plus or minus the half of the 95% confidence interval ($CI_{95\%}$) calculated as:

$$CI_{95\%} = 2ts_G / \sqrt{n} , \quad (5.13)$$

where s_G is the global (or weighted average) experimental error, n is the sample size and t is the t distribution value as a function of the chosen level of confidence (95%) and the degrees of freedom. The significant digits of the coefficients were adjusted following an error analysis.

5.4 RESULTS AND DISCUSSION

This section is structured in two parts. In the first one, Eqs. (5.3) to (5.6) and (5.11) are presented, which characterize the behaviour of the studied composition in each manufacturing step where dimensional changes occur. In the second one, those equations are used to predict the final diameter (X_4) and thickness (h_4) in lab-scale and to analyse the influence of main process variables (powder moisture (W_0) and maximum compaction pressure (P_1)) on the intermediate variables (mass, size and thickness) and the final dimensions of ceramic tiles.

5.4.1 Equations in lab-scale

Measured values for D_0 , S_2 , D_3 and S_4 were obtained at the different levels of the three factors W_0 , P_1 and T_4 shown in Table 5.3. The regression equations (5.3) to (5.6) and (5.11) were fitted with these values and confidence intervals ($CI_{95\%}$) were calculated. The final results are analyzed as follows.

5.4.1.1 Die filling

The way how the moisture content, W_0 , affects the fill density, D_0 , (Eq.(5.11)) is presented in Fig. 5.6. Experimental values of D_0 were correlated to W_0 by an exponential equation:

$$D_0 = B + C \exp(E W_0), \quad (5.14)$$

where B , C and E are adjusting experimental parameters.

Eq.(5.15) represents the regression obtained for the particular composition of porcelain tile used in this work with a correlation coefficient, R^2 , of 0.9887.

$$D_0 = 1008.6 - 8.1000 \times 10^{-3} \exp(1.117 W_0) \quad (5.16)$$

The estimation of the fill density corresponding to the 95% confidence level is defined by Eq.(5.16). In Fig. 5.6 the upper and lower limits of the curves that correspond to 95% confidence for the regression are presented as well. To validate the assumption of normality, the residues were uncorrelated and randomly distributed with a 0.06 kg/m^3 mean value and standard deviation of 1.07 kg/m^3 .

$$D_0|_{95\%} = D_0 \pm CI_{95\%} / 2 = D_0 \pm 7 \text{ kg/m}^3 \quad (5.16)$$

The experimental data are well adjusted by Eq.(5.15). Moreover, the constant B corresponds to the fill density, so that when $W_0 = 0$, $D_0 \approx B$. From Fig. 5.6 the density decreases as the moisture increases, what is more noticeable for moisture contents $>5\%$. In practice, the mould volume is constant, so that a moisture increase is related to a decrease of the dry powder feed to the mould, especially for $W_0 > 5\%$, which is the usual working range for this kind of ceramic tiles. This effect on fill density for moisture values between 5% and 6% is also described by Amorós for traditional ceramic tiles [13]. According to Reed [20], the fill density depends directly on the granule density and the packing behaviour.

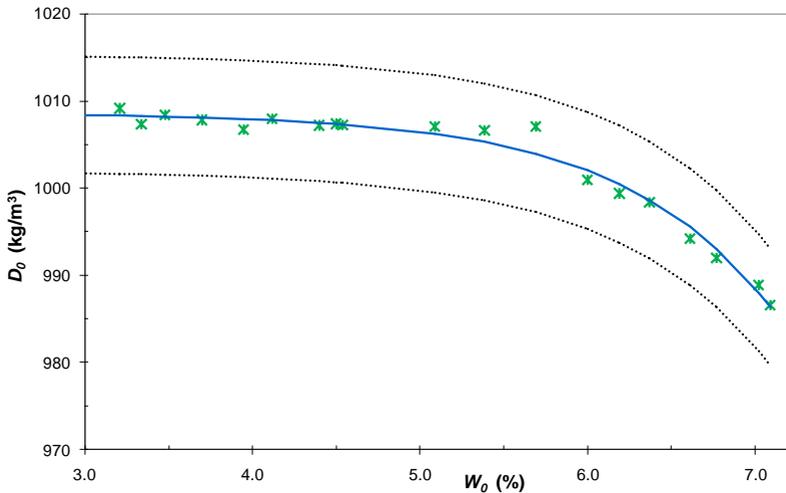


Fig. 5.6. Fill density (D_0) as a function of the powder moisture content (W_0) with $CI_{95\%}$.

5.4.1.2 Pressing

In this section the adjusted equations corresponding to springback ($S_2 = f(P_1, W_0)$) and compaction diagram ($D_3 = f(P_1, W_0)$) are included. Although D_3 is the dry bulk density of the green and dried body, i.e. after drying, the depending variables in this case are P_1 and W_0 , i.e. pressing-related variables. The pressing stage mainly determines D_3 , so that drying operating parameters (time, temperature) have minor influence [21]. This approach will be followed in this work.

5.4.1.2.1 Springback

Elastic energy stored in the compacted powder produces an increase in the dimensions of the pressed tile on ejection, called springback (S_2). An excessive linear springback may cause compact defects on ejection [20]. The springback experimental values for the porcelain tile powder used in this study are presented in Table 5.4 and Fig. 5.7, in which for convenience, $-S_2$ was used.

Table 5.4. Experimental values of springback (S_2) as a function of the powder moisture content (W_0) and compaction pressure (P_1) with the data interval error at 95% confidence level.

$-S_2$ (%)		W_0 (%)			
		3.11	4.59	5.67	7.18
P_1 (MPa)	19.61	1.21 ± 0.05	1.08 ± 0.04	1.07 ± 0.01	1.00 ± 0.02
	29.42	1.23 ± 0.09	1.14 ± 0.04	1.10 ± 0.01	1.02 ± 0.06
	39.23	1.27 ± 0.02	1.14 ± 0.09	1.14 ± 0.13	1.03 ± 0.06
	49.03	1.29 ± 0.01	1.21 ± 0.04	1.16 ± 0.04	1.05 ± 0.02

It is observed from Table 5.4 that, as expected, the springback ($-S_2$) increases when P_1 is raised and W_0 is reduced. The results are consistent with the literature [20]. Amorós [13] found that for the same compaction pressure, $-S_2$ decreases when W_0 is increased up to a level of 9%, due to the influence of the moisture over mechanical properties of the spray-dryer granules. It is expected that $-S_2$ raises with increasing values of P_1 , but this effect is less pronounced at higher W_0 .

A linear relationship between $-S_2$ and W_0 can be established, and changes of P_1 affect the intercept and slope of this regression. An adequate correlation of the three variables (Eq.(5.17) was found corresponding to a residuals standard deviation of 0.017% and a residual mean slightly over zero (2.3×10^{-5} %).

$$-S_2 = (-3.999 \times 10^{-4} P_1 - 0.04025) W_0 + 4.926 \times 10^{-3} P_1 + 1.244 \quad (5.17)$$

With a global experimental error of 0.023%, the estimation of the springback with 95% confidence level will be defined by Eq.(5.18).

$$-S_2|_{95\%} = -S_2 \pm CI_{95\%} / 2 = -S_2 \pm 0.06\% \quad (5.18)$$

For easy visualization, the relationship between S_2 and W_0 is shown only at one compaction pressure (for 49.03 MPa) in Fig. 5.7. Upper and lower limits of the curves that correspond to 95% confidence for the regression at 49.03 MPa are presented as well. Similar curves might be built for remaining pressures from Table 5.4 and Eqs. (5.17) and (5.18).

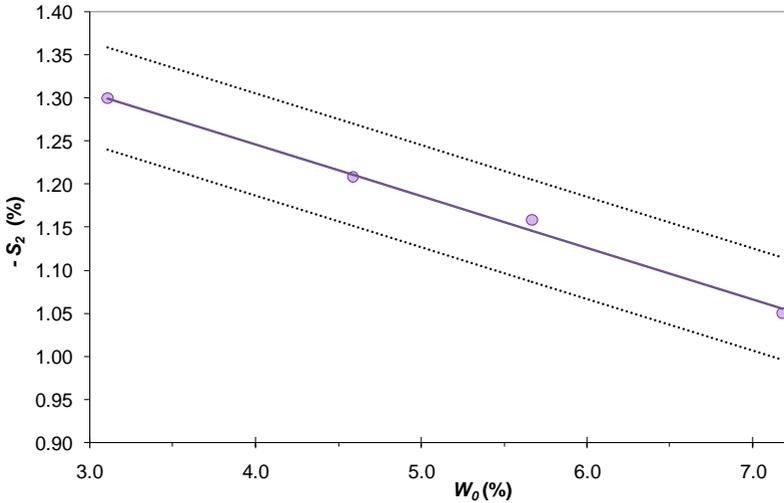


Fig. 5.7. Springback (S_2) as a function of the powder moisture content (W_0) at compaction pressure (P_1) of 49.03MPa with $CI_{95\%}$ (dotted lines).

5.4.1.2.2 Compaction Diagram

For a fixed composition, D_3 depends on P_1 and W_0 according to a relation known as compaction diagram [22], which might be expressed as Eq.(5.19).

$$D_3 = Q W_0^q \ln P_1 + R W_0^r, \quad (5.19)$$

where Q , q , R and r are empirical constants dependent on powder composition. The experimental data and the respective regression curves are shown in Fig. 5.8.

The results show a significant influence of W_0 on D_3 . To analytically express the influence of P_1 on D_3 the following equation was fitted (Eq.(5.20)):

$$D_3 = 174.85 W_0^{-0.1324} \ln P_1 + 1219.2 W_0^{0.10188} \quad (5.20)$$

Eq.(5.21) is used to estimate D_3 within a 95% confidence level. The curves corresponding to a $CI_{95\%}$ for each P_1 are also shown in Fig. 5.8.

$$D_3|_{95\%} = D_3 \pm CI_{95\%} / 2 = D_3 \pm 3kg/m^3 \quad (5.21)$$

The residuals of the correlation shown in Eq. (5.20) have a mean of -0.39 kg/m^3 and a standard deviation of 0.19 kg/m^3 , values that validate the normality hypothesis. The small magnitude of the

experimental error (1.82 kg/m^3) is verified with the quantification of the relative standard deviation (RSD). RSD was calculated in percentage for each experimental point as the ratio between standard deviation and the mean of the measurements. The calculated values were less than 0.18%.

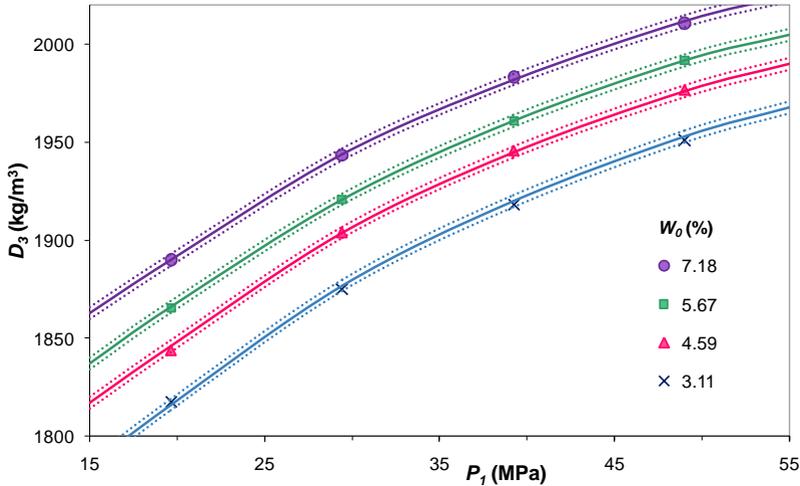


Fig. 5.8. Dry bulk density (D_3) as a function of the compaction pressure (P_1) and powder moisture content (W_0) with $CI_{95\%}$ (dotted lines).

5.4.1.3 Drying

Linear drying shrinkage (S_3) occurs as the liquid between the particles is removed and the interparticle separation decreases [20]. As reported by Amorós [13], a linear correlation between S_3 and W_0 was expected. Shrinkage significantly increases when W_0 is raised and slightly decreases when the pressure is increased.

The maximum experimental mean value of S_3 was 0.04% while the standard deviation ranged between 0.01% and 0.07% resulting in large RSD values varying between 35 to 1054%. On this basis, the experimental error was considered relatively high.

Additionally, by comparing the orders of magnitude of S_2 , S_3 and S_4 , it is concluded that the contribution of S_3 to the dimensional change is not significant. This result is consistent with the literature data that reports a volume shrinkage in the range of 3-12% for extruded and slip cast parts but 0 for dry pressed and injection moulded parts [20].

5.4.1.4 Firing

As shown in Figs. 5.9 and 5.10, for constant D_3 , when T_4 is increased, the linear firing shrinkage (S_4) reaches a maximum value and then decreases. The maximum value is reached at a higher temperature as D_3 decreases. The same tendency was observed by Amorós et al. [23] and Escardino et al. [14]. This behaviour, owing to the sintering mechanism of porcelain tiles, supposes the decomposition of some clay components generating gases inside the samples causing swelling, as analysed by Bagán [24] and Orts [25] to a certain extent and then decreasing S_4 during sintering, since the gases are released. Likewise, for the same T_4 , S_4 increases proportionally to D_3 , i.e., according to the initial porosity. Although only six curves are present in Fig. 5.9, eleven different dry densities were taken into account to adjust the equation.

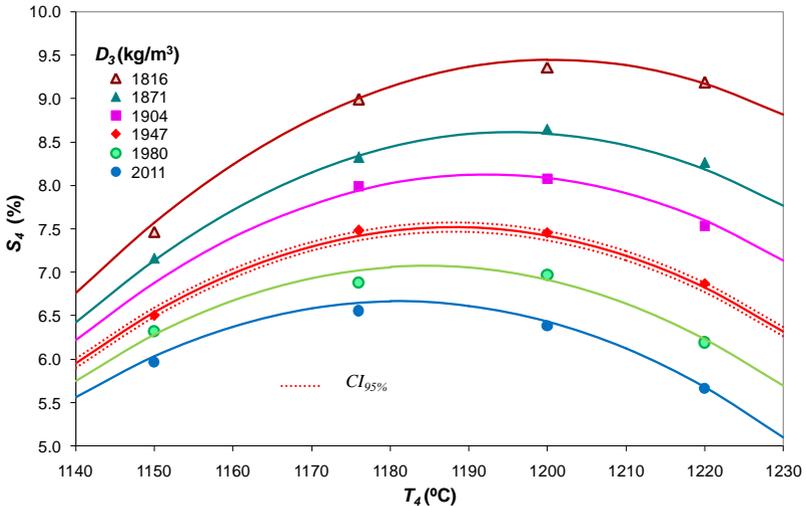


Fig.5 9. Linear firing shrinkage (S_4) as a function of the maximum firing temperature (T_4) and dry bulk density (D_3).

Porcelain tiles are required to have water absorption values lower than 0.5% [4] as well as to keep the dimensional changes with temperature within a specific range, so that a compromise must be found combining those two properties according to T_4 and D_3 . Lower absorption values are obtained at higher values of T_4 and D_3 .

An adequate correlation of the variables S_4 , T_4 and D_3 was found with a residuals standard deviation of 0.07% and a residual mean nearly

zero (-0.02%). The mathematical regression and the corresponding graphical representation are shown in Eq.(5.22) and Fig. 5.9 respectively. Three-dimensional response surface showing the expected S_4 as a function of T_4 and D_3 is presented in Fig. 5.10.

$$S_4 = (3.9389 \times 10^{-7} T_4^2 - 1.07704 \times 10^{-7} T_4 + 0.70975 D_3 - 1.44726 \times 10^{-3} T_4^2 + 3.71134 \sigma_4 - 23345) \quad (5.22)$$

According to the regression and for a dry bulk density of 1947 kg/m^3 , a confidence interval of 0.20% was found with a weighted average experimental error of 0.042%. The curves corresponding to the upper and lower limits of the confidence interval (for $D_3=1947 \text{ kg/m}^3$) are shown in Fig 5.9. It was not possible to determine a confidence interval for each dry bulk density curve due to lack of replicated data.

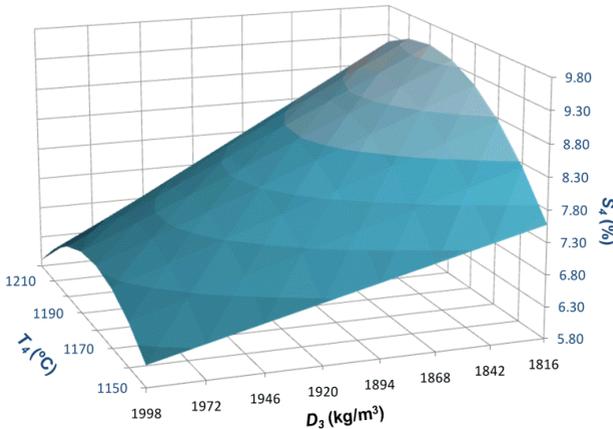


Fig. 5.10. Three-dimensional response surface: linear firing shrinkage (S_4) as a function of the maximum firing temperature (T_4) and dry bulk density (D_3).

5.4.2 Estimation of tile dimensions in lab-scale and behaviour analysis of intermediate variables

In this section, the influence of main process variables (W_0 and P_1) on the intermediate variables (mass, size and thickness) and on the final dimensions of ceramic tiles was analysed following the study of the model adequacy to estimate the final dimensions (h_4 and X_4) of ceramic tiles in lab-scale.

5.4.2.1 Estimation of tile dimensions in lab-scale

Using the proposed equations (subsection 5.4.1) and following the scheme presented in Fig. 5.3, the final piece dimension (h_4 and X_4) was estimated. Those values were calculated for each one of the operational conditions (W_0 , P_1 and T_4 , presented in Table 5.3) and the matrix dimensions ($h_0 = 14.27$ mm and $X_0 = 40.01$ mm). The estimated values were compared with measured values. To validate the assumption of normality, the residues were uncorrelated and randomly distributed with a standard deviation and mean value slightly over zero presented in Table 5.5. To validate the methodology, the average of the absolute value of the residuals (the mean absolute error, MAE) was also calculated and compared with the experimental absolute error (EAE). Their values are also presented in Table 5.5. EAE was calculated as an error associated to the half of the confidence interval with the same probability used through this work (0.95).

Table 5.5. Experimental and estimate errors in final diameter and thickness estimation.

	Residuals Mean (mm)	Residuals Standard Deviation (mm)	Experimental Absolute Error (mm)	Mean Absolute Error (mm)
X_4	0.01	0.04	0.02	0.03
h_4	0.00	0.18	0.50	0.14

The regression can be considered adequate if the mean absolute error is smaller than the experimental absolute error. That is the case for h_4 . Although the MAE, for X_4 , is larger than EAE their values are close.

5.4.2.2 Behaviour analysis of intermediate variables

The influence of P_1 and W_0 on the mass, size and thickness of the porcelain tile through the manufacturing process was studied following the methodology proposed with the previous equations (subsection 5.4.1). For calculations, the values of h_0 and X_0 were assumed to be typical lab-scale values (15 mm and 40 mm, respectively).

5.4.2.2.1 Influence of powder moisture on tile mass

According to Eq.(5.14), W_0 affects D_0 . During industrial pressing, the volume of the press matrix (X_0 , h_0) is kept constant, so that the variations in D_0 will modify the amount of feed powder (m_0) and the

mass of the green pressed and sintered tile. P_1 does not affect the tile mass during the manufacturing process.

In Fig. 5.11, it can be observed that m_0 as well as the dried tile mass (m_3) are lower due to the higher W_0 and consequent lower D_0 , caused by the reduced flowability of the powder. This effect is more pronounced for higher moistures, especially for m_0 , since the variation in bed density is summed up with the water loss after drying. A change in $\pm 0.5\%$ in moisture content, which is usual in industrial practice, will cause a variation of $\pm 0.5\%$ in m_0 , considering the range of operation moistures usually employed (5-7%). This variation will influence mainly the thickness of tiles, as later analyzed, and m_3 in about 1%.

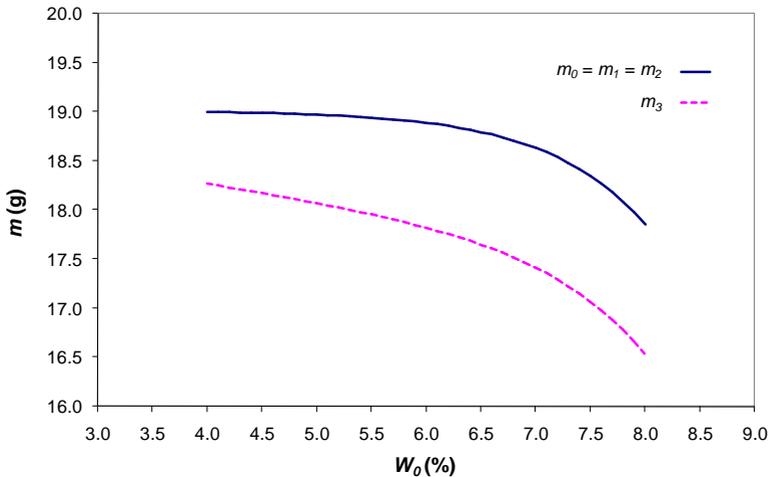


Fig. 5.11. Influence of spray-dried powder moisture (W_0) on the fill mass (m_0) and tile mass (m_1 , m_2 and m_3).

5.4.2.2.2 Influence of powder moisture and pressing pressure on tile dimensions

W_0 and P_1 will affect the size of the wet tile after pressing (X_2), the size of the dried tile (X_3) and the size of the sintered tile (X_4), since $X_1 = X_0$. Moreover, considering that $X_2 \approx X_3$, the influence of W_0 and P_1 on those values is practically the same. In Fig. 5.12 the variation of X_2 and X_4 is presented as a function of W_0 for 3 different P_1 . For a certain moisture and pressure, the wet tile size is larger than the sintered tile size, due to the higher shrinkage (7-8%) comparing to the springback (1-1.5%). The influence of W_0 is much larger on X_4 than on X_2 , being in

both cases a practically linear dependency, in the range of studied powder moisture. The effect of W_0 is opposite when wet and sintered tiles are compared: for higher moisture X_2 is diminished, while X_4 is augmented. This is due to the different behaviour caused by water in wet or sintered tiles. In wet bodies, water works as a binder of particles, reducing the elastic response after pressing (lowering the springback) and enhancing D_3 . When S_2 is reduced, the wet bodies present a lower size. When D_3 is increased, the bodies present a lower initial porosity so that sintering shrinkage is lower, and the final dimensions of tiles are higher.

The effect of P_1 is similarly much higher on the sintered tiles when compared to the wet tiles. Nevertheless, the influence is directly proportional in both cases, for wet and sintered tiles, in contrast to the effect of W_0 .

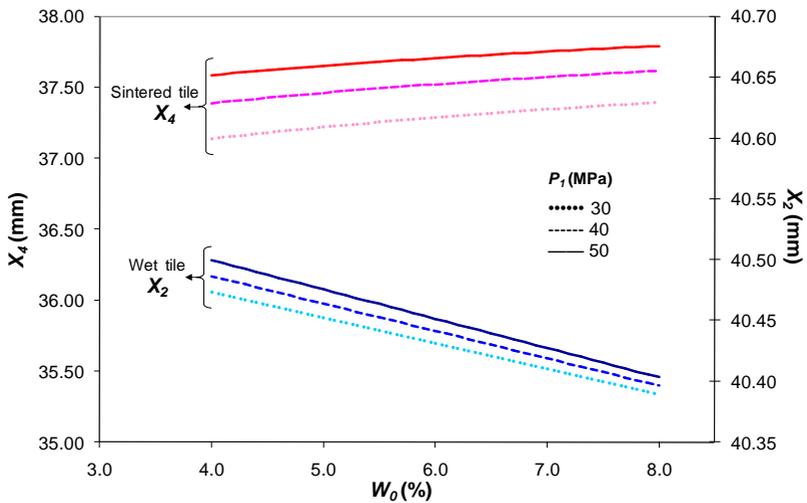


Fig. 5.12. Influence of spray-dried powder moisture (W_0) and maximum pressing pressure (P_1) on wet and sintered tile size (X_2 and X_4).

5.4.2.2.3 Influence of powder moisture and pressing pressure on tile thickness

In Fig. 5.13 the variation of h_1 , h_2 and h_4 as a function of W_0 is shown for a P_1 of 40 MPa. As mentioned before, for this particular composition $h_2 \cong h_3$ so that the effect of W_0 and P_1 will be similar.

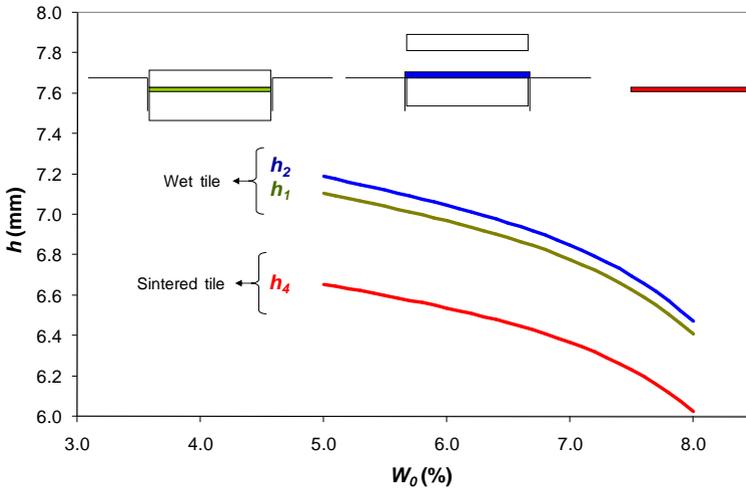


Fig. 5.13. Influence of the powder moisture (W_0) on the tile thickness (h) along the fabrication steps, for a maxim pressure of 40 MPa.

For higher W_0 , the tile thickness is reduced, being this effect similar for h_1 , h_2 , and h_4 , since the curves present the same trend. This behaviour is markedly different from the one observed for the size (Fig. 5.12) and it can be explained neither taking into account only the springback, such as in the case of wet bodies, nor by the combined effect of both springback and porosity, such as in the case of sintered bodies. The variation of the thickness of tiles with W_0 seems to depend to a greater extent on the mass variations of the powder fed to the matrix during filling. Indeed, the trends of curves in Figs. 5.13 and 5.11 are comparable. This indicates that m_0 into the press matrix has a larger effect on h than S_2 and S_4 , explaining the behaviour observed in Fig. 5.13.

Fig. 5.14 shows the variation of h as a function of W_0 for 3 different P_1 (30, 40 and 50 MPa). For convenience, only the results for h_2 and h_4 are presented, since h_1 values are similar to those of h_2 .

For a certain W_0 , when P_1 is increased, the tile thickness is reduced, both for a wet body (h_2) and for a sintered body (h_4). The effect of pressure is decreased for higher pressure values, since the particles are closer. The influence of pressure on the thickness is higher for the wet body than for the sintered body, since the curves are closer in this case when compared to the curves of the wet body.

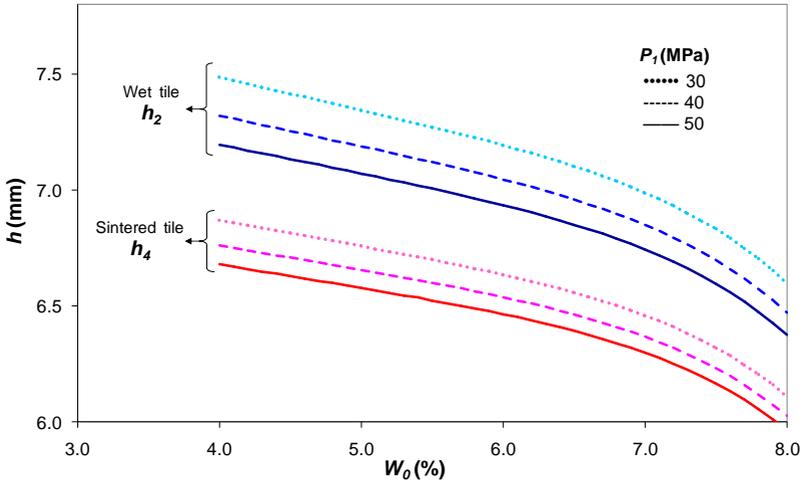


Fig. 5.14. Influence of powder moisture (W_0) and pressing pressure (P_1) on tile thickness (h)

5.5 CONCLUSIONS

Empirical equations were obtained correlating the dependent properties to independent variables for fixed raw materials composition and processing conditions.

It was observed that S_2 , S_3 and S_4 presented different orders of magnitude suggesting that the contribution of S_3 to the dimensional change is not significant under the studied experimental conditions. The correlations were chosen by the lowest deviation standard value, implying minimal lack of fit and experimental error. In all cases, the residuals could be considered randomly distributed around a zero mean value, corresponding to a common constant variance and normal distribution.

On the basis of the statistical analysis, the regression equations obtained were accepted to describe the effect of:

- Powder moisture content (W_0) on fill density (D_0).
- Powder moisture content (W_0) and compaction pressure (P_1) on springback (S_2).
- Powder moisture content (W_0) and compaction pressure (P_1) on dry bulk density (D_3).

- Maximum firing temperature (T_4) and dry bulk density (D_3) on firing shrinkage (S_4).

A computational model that permits predicting the intermediate variables of ceramic tiles during their processing (mass, dry bulk density, size and thickness) and their final dimensions properties (size and thickness) was obtained. The multivariable model found makes use of both material balance equations and correlated equations. The used methodology proved to be a useful tool for planning and analyzing experiments to find the influence of the mean press operational conditions on the variables of the empirical relationships needed to complete de calculation model. The analysis of the data obtained shows that:

- When the powder moisture (W_0) is increased, the amount of powder fed into the press (m_0) is decreased. The same effect, with a higher intensity, is also observed for the dried mass of compacted tiles (m_3).
- The sizes of green bodies (X_2 and X_3) are slightly reduced when the powder moisture (W_0) is increased, and they augment for higher pressing pressure (P_1), as a result of the springback (S_2)
- The final tile size (X_4) is larger for higher powder moisture contents (W_0) and the pressing pressure values (P_1) due to the increase of density (D_3). The effect of both variables on X_4 is higher than on X_2 and X_3 .
- The thickness of both green (h_1 , h_2 and h_3) and sintered tiles (h_4) decreases for lower powder moisture (W_0) and pressing pressure (P_1).

For the operational conditions considered, the regression equations represent the behaviour of the studied variables at laboratory scale within a high confidence level. Therefore, before using them to evaluate different press control conditions and strategies, their efficiency should be verified to reproduce industrial data. This is going to be accomplished in a further work, including a computational model to be established according to pressing operational conditions and control strategies in industrial scale. The aim is that the variables of the final product – particularly the tile thickness and size – are kept within a specific quality range.

5.6 REFERENCES

- [1] T.F. Edgar, Control of unconventional processes, *J. Proc. Cont.* 6(2/3) (1996) 99-110.
- [2] G. Mallo, Control y automatización en la industria cerámica - Evolución y perspectivas, in: *Actas del IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico*, Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, Spain, v.1 (2006) Con-47-72.
- [3] ASCER et al., *Guía de la Baldosa Cerámica*, Instituto Valenciano de la Edificación, ISBN:84-96602-20-6 - DL:A-1086-2006, Spain, 2006.
- [4] ISO13006:1998(E), *Ceramic tiles - Definitions, classification, characteristics and marking*, 01 12 1998.
- [5] E. Sánchez, J. García-Ten, V. Sanz, A. Moreno, Porcelain tile: Almost 30 years of steady scientific-technological evolution, *Ceram. Int.* 36(3) (2010) 831-845.
- [6] A. De Noni Jr., D. Hotza, V. Cantavella, E. Sánchez, Influence of composition on mechanical behaviour of porcelain tile - Part I: Microstructural characterization and developed phases after firing, *Mater. Sci. Eng. A* 527(7-8) (2010) 1730-1735.
- [7] J.L. Amorós, A. Blasco, J.E. Enrique, A. Escardino, Estudio de la compactación de soportes cerámicos (bizcochos) de pavimento y revestimiento -I: Influencia del tamaño de gránulo de atomizado, *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio.* 21(4/5) (1982) 245-250.
- [8] J.L. Amorós, V. Beltran, F. Negre, A. Escardino, Estudio de la compactación de soportes cerámicos (bizcochos) de pavimento y revestimiento -II: Influencia de la presión y humedad de prensado, *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio.* 22(1) (1983) 8-18.
- [9] J.L. Amorós, A. Escardino, V. Beltrán, J.E. Enrique, Quality control in tile production, *Interceram.* 33(2) (1984) 50-54.
- [10] J.L. Amorós, A. Escardino, E. Sánchez, F. Zaera, Stabilità delle dimensioni nelle piastrelle porose monocotte, *Ceram. Inf.* 324 (1993) 56-67.
- [11] J.L. Amorós, G. Mallo, A. Mezquita, D. Llorens, F. Castro-Lopes, A. Cerisuelo, M. Vargas, Melhoria da estabilidade dimensional de peças de grês porcelânico através da medida contínua da umidade dos suportes prensados, *Cerâm. Ind.* 9(2) (2004) 6-15.

- [12] A. De Noni Jr., C.O. Modesto, A.P.N. Oliveira, D. Hotza, Dimensional modelling and control of ceramic tile, *Am. Ceram. Soc. Bull.* 85 (2006) 9201-9207.
- [13] J.L. Amorós, Pastas cerámicas para pavimentos de monococción - Influencia de las variables de prensado sobre las propiedades de la peça en crudo y sobre su comportamiento durante el prensado y la cocción, Ph.D. Thesis, Universitat Jaume I, Castellón, Spain, 1987.
- [14] A. Escardino, J.L. Amorós, J.E. Enrique, El diagrama de gresificación en la fabricación de pavimentos de gres, *Cerám. Inf.* 84 (1981) 211-220.
- [15] J.L. Amorós, A. Escardino, V. Beltrán, J.E. Enrique, Control de la compactación durante el proceso de fabricación de pavimentos y revestimientos cerámicos, *Téc. Cerám.* 118 (1983) 1307-1314.
- [16] J.L. Amorós, A. Blasco, J.E. Enrique, F. Negre, Características de polvos cerámicos para prensado, *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio.* 26(1) (1987) 31-37.
- [17] C. Coelho, C.A. Scopel, N. Roqueiro, D. Hotza. Quantitative mineralogical analysis of ceramic raw materials: An alternative approach, *J. Mater. Sci. Letters.* 20(11) (2001) 1041-1042.
- [18] D.C. Montgomery, *Designed and Analysis of Experiments*, 5th ed. Wiley, New York, 2001.
- [19] O.L. Davies, *Métodos estadísticos aplicados a la investigación y a la producción con especial referencia a la industria química*, 2nd ed. Aguilar, Madrid, 1965.
- [20] J.C. Reed, *Introduction to the Principles of Ceramics Processing*, 2nd ed. Wiley Interscience, New York, 1993.
- [21] D. Santos-Barbosa, B. Vicente, D. Hotza, R.A.F. Machado, Análisis de los parámetros de proceso sobre la media y la variabilidad de la densidad aparente pos secado de revestimientos cerámicos, in: *Actas del XI Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico*, Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, Spain, 2010.
- [22] J.L. Amorós, A. Blasco, J.E. Enrique, V. Beltrán, A. Escardino, Variables en la compactación de soportes cerámicos de pavimento y revestimiento, *Téc. Cerám.* 105 (1982) 792-812.
- [23] J.L. Amorós, A. Moreno, M.J. Orts, A. Escardino, La operación de prensado en la fabricación de pavimentos por monococción - II: Influencia de la naturaleza del polvo de prensas sobre las

- propiedades de las peñas en cocido, Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio. 29(3) (1990) 151-158.
- [24] V. Bagán, Efecto de las condiciones de operación en las diferentes etapas del proceso sobre las propiedades y características de un pavimento de muy baja porosidad, Ph.D. Thesis, Universitat Jaume I, Castellón, Spain, 1991.
- [25] M.J. Orts, Sinterización de peñas de pavimento gresificado, Ph.D. Thesis, Universitat Jaume I, Castellón, Spain, 1991.

6 INFLUENCE OF INDUSTRIAL PROCESS PARAMETERS ON THE DIMENSIONAL CHANGES OF PORCELAIN TILES*

6.1 INTRODUCTION

In a former work a mathematical model to predict some relevant physical properties of ceramic tiles along the fabrication process was developed and validated in a laboratory scale [1]. Adjustable process parameters related to powder preparation, pressing and firing steps were the input data to predict intermediate and final properties of ceramic tiles, particularly the dimensions of products after firing. In addition to the studies found in the literature, the present model takes into account the influence of powder moisture and maximum compaction pressure on the density of the bed in the pressing die, the expansion of the pressed body after ejection, and the shrinkage after drying.

The motivation of this approach is to keep the tile fabrication process under control, in special aiming to maintain the final dimensions within narrow tolerances admitted by tile specifications. Nevertheless, the models available in the literature are not able to predict the final size of ceramic tiles in industrial scale within the required precision ($<0.1\%$). Such a process model would be of great value as a tool to design the adequate control strategy.

According to the current state of the technology it is not feasible to keep the industrial manufactured tiles within the narrow size ranges (± 0.5 mm), particularly for increasingly nominal dimensions of tiles (up to 600 mm). As a consequence, the same batch of manufacture presents usually tiles of different sizes, which must be identified, sorted and stored separately. This complicates the managing of the end product, increases the frequency of customers' complaints, and definitely raises the production costs.

Performing a complete experimental design at industrial level is usually not possible, due to restrictions in changing the operational variables at proper levels or times needed to obtain a noticeable response to the change. The same conditions must be maintained during the experimental time to assure that the results are valid. This is a difficult task in an industrial environment. Processing in lab-scale is

* A ser submetido para publicação.

much simpler and less restrictive than it would be in a ceramic tile manufacturing industry. Particularly, it is extremely complex to handle unfired large tiles due to their low mechanical strength.

The processing variables that will be taken into account to analyse the dimensional changes undertaken by the ceramic bodies along the processing steps are:

- W_0 : Dry-basis spray-dried moisture content (%)
 X : General characteristic size (mm); in lab-scale it corresponds to diameter of a cylindrical sample and in industrial scale, to width X_w or length X_l of rectangular tiles
 h : Thickness (mm)
 D : Density (kg/m^3)
 P_1 : Maximum compaction pressure (MPa)
 S : Linear dimensional change based on length or diameter (%)
 T_4 : Maximum firing temperature ($^{\circ}\text{C}$)

The subscripts stand for the sequential number related to the respective unit operation.

Measurements are needed to obtain an adequate regression equation. In a previous work [1] equations were adjusted in lab-scale. In this work, those equations are going to be validated in an industrial level. In this way, the samples will be scaled up from 40×7 mm cylindrical lab specimens to $750 \times 470 \times 10$ mm industrial tiles. A porcelain tile manufactured by the wet milling/spray-drying route will be considered at the conditions shown in Table 6.1.

(6.5)

Table 6.1. Interval conditions of lab-model validity.

Factors	Level	
	Minimum	Maximum
Powder moisture W_0 (%)	3.11	7.18
Compaction pressure P_1 (MPa)	16.6	49.0
Firing temperature T_4 ($^{\circ}\text{C}$)	1150	1220

The specific empirical regressions are described by the following equations:

$$D_0 = f(W_0) \quad (6.1)$$

$$D_3 = f(W_0, P_1) \quad (6.2)$$

$$S_2 = f(W_0, P_1) \quad (6.3)$$

$$S_3 = f(W_0, P_1) \quad (6.4)$$

$$S_4 = f(D_3, T_4) \quad (6.5)$$

The tile final dimensions were estimated from Eqs. (6.6) to (6.8) [1]. The dimensions of the fired tiles (XL_4 , XW_4 and h_4) were calculated directly from the independent variables h_0 , XW_0 , XL_0 and W_0 , indirectly from the independent variables T_4 and P_1 through the dependent variables (S_2 , S_3 , S_4 , D_0 and D_3).

$$XW_4 = (100 - S_2)(100 - S_3)(100 - S_4) 10^{-6} XW_0 \quad (6.6)$$

$$XL_4 = (100 - S_2)(100 - S_3)(100 - S_4) 10^{-6} XL_0 \quad (6.7)$$

$$h_4 = \frac{h_0 D_0 (100 - S_4) 10^8}{D_3 (100 + W_0) (100 - S_2)^2 (100 - S_3)^2} \quad (6.8)$$

Dry bulk density (D_3) is frequently used to control the ceramic tile fabrication process [2]. The value of D_3 determines the behaviour of the tile during de fabrication cycle and some of the most important final properties such as the tile size [3].

To avoid dimensional stability problems in the final product, the maximum dry bulk density variation (ΔD_3^*) might be calculated so that the size difference should not be larger than the permissible tolerance (t_s).

Amorós et al. [2,3] demonstrated that ΔD_3^* is related to XL_4 , t_s , D_3 , T_4 and its maximum variation (ΔT_4^*). Their equations only take into account the firing shrinkage (S_4). In this work similar equations were obtained taking into account not only the firing shrinkage, but also the springback and drying shrinkage, as well as the influence of spray-dried powder moisture content on the fill density.

Normally the largest tile dimension, length (XL_4), is used to establish the final size of the industrial tile and the respective tolerance, t_s . From the lab-scale work [1] is deduced that $XL_4 = f(W_0, P_1, D_3 \text{ and } T_4)$ so the differential equation obtained from Eq.(6.7) is:

$$dXL_4 = \left. \frac{\partial XL_4}{\partial P_1} \right|_{op} dP_1 + \left. \frac{\partial XL_4}{\partial T_4} \right|_{op} dT_4 + \left. \frac{\partial XL_4}{\partial W_0} \right|_{op} dW_0 + \left. \frac{\partial XL_4}{\partial D_3} \right|_{op} dD_3 \quad (6.9)$$

The development of Eq.(6.9) is complex due the product structure of Eq.(6.7). To simplify the Eq.(6.9), ΔP_1 and ΔT_4 may be considered negligible. The hydraulic press technology used in tile fabrication can keep the maximum pressure programmed within a narrow range (< 0.4%), then $\Delta P_1 \cong 0$. [4] For porcelain tiles, it is not recommend using the maximum firing temperature as a control variable for adjusting the

linear firing shrinkage, since temperature variations may lead to formation of liquid phases and consequent modifications in their viscosity causing remarkable changes in the dimensions of a fired tile.[5,6] Thus, in industrial practice, it is admitted that the differences in the maximum firing temperature are due to on the kiln features, such as temperature gradients through the cross section, [2,3] which could be considered negligible in this case; so that $\Delta T_4 \approx 0$. Then the Eq.(6.9) can be simplified as:

$$dXl_4 = \left. \frac{\partial Xl_4}{\partial W_0} \right|_{op} dW_0 + \left. \frac{\partial Xl_4}{\partial D_3} \right|_{op} dD_3 \quad (6.10)$$

To solve the Eq.(6.10) analytically, the relationships of Eqs. (6.3) to (6.5) could be expressed as Eqs. (6.11) to (6.13). According to previous work and consulted references, the springback (S_2) and drying shrinkage (S_3) might be adjusted by a linear regression with the moisture content (W_0), where the ordinate at the origin and the slope are a linear function of the compaction pressure (P_1). In this way, the firing shrinkage (S_4) was adjusted by a first order model with the dry bulk density (D_3). Additionally the coefficients were adjusted by a quadratic polynomial regression with the maximum firing temperature (T_4), as follows:

$$S_2 = -AW_0 - B, \text{ where } A = aP_1 + b \text{ and } B = cP_1 + d \quad (6.11)$$

$$S_3 = CW_0 + E, \text{ where } C = eP_1 + f \text{ and } E = gP_1 + j \quad (6.12)$$

$$S_4 = FD_3 + G, \text{ where } F = kT_4^2 + lT_4 + n \text{ and } G = qT_4^2 + rT_4 + u \quad (6.13)$$

From Eqs. (6.11) to (6.13), Eq.(6.7) can be written as Eq.(6.14):

$$Xl_4 = (\dot{A}W_0 + \dot{B}W_0D_3 + \dot{C}W_0^2 + \dot{E}W_0^2D_3 + \dot{F}D_3 + \dot{G})Xl_0, \quad (6.14)$$

where:

$$\dot{A} = (A - C)10^{-2} + (-AE - BC + CG - AG)10^{-4} + (BGC)10^{-6} \quad (6.15)$$

$$\dot{B} = F(C - A - 0.01(AE + BC))10^{-4} \quad (6.16)$$

$$\dot{C} = AC(0.01G - 1)10^{-4} \quad (6.17)$$

$$\dot{E} = (ACF)10^{-6} \quad (6.18)$$

$$\dot{F} = 0.01F(0.01E - 1 + 0.01B(0.01E - 1)) \quad (6.19)$$

$$\dot{G} = 1 + 0.01(0.01EG(1 + 0.01(B + A)) + B(1 - 0.01G - 0.01E) - E - G) \quad (6.20)$$

Differentiating Eq.(6.14) and substituting the differential terms by the finite increments, Eq.(6.21) was obtained.

$$\Delta X_{L4}^* = X_{L0}(\dot{A} + \dot{B}D_3 + 2\dot{C}W_0 + 2\dot{E}W_0D_3)\Big|_{op} \Delta W_0^* + X_{L0}(\dot{B}W_0 + \dot{E}W_0^2 + \dot{F})\Big|_{op} \Delta D_3^* \quad (6.21)$$

Considering that

$$\beta = (\dot{A} + \dot{B}D_3 + 2\dot{C}W_0 + 2\dot{E}W_0D_3)\Big|_{op}, \quad (6.22)$$

$$\gamma = (\dot{B}W_0 + \dot{E}W_0^2 + \dot{F})\Big|_{op}, \quad (6.23)$$

and that $\Delta X_{L4}^* = t_s$, Eq.(6.24), ΔD_3^* , was found to satisfy the size tolerance as:

$$\Delta D_3^* = \frac{t_s - |\beta|X_{L0} \Delta W_0^*}{|\gamma|X_{L0}} \quad (6.24)$$

Eq.(6.24) allows the calculation of the maximum variation of dry bulk density in function of the matrix size, operational conditions (W_0 , P_1 , D_3 and T_4), ΔW_0^* and permissible size tolerance.

The equations to find S_2 , S_4 , D_0 and D_3 were obtained previously [1]. It was concluded that the contribution of S_3 to the dimensional change is not significant at laboratory level. Those regression equations are presented, Eqs. (6.25) to (6.28), and will be validated in industrial level (section 4.1.1):

$$D_0 = 1008.6 - 8.1000 \times 10^{-3} \exp(1.1171W_0) \quad (6.25)$$

$$-S_2 = (-3.999 \times 10^{-4}P_1 - 0.04025)W_0 + 4.926 \times 10^{-3}P_1 + 1.244 \quad (6.26)$$

$$D_3 = 174.85W_0^{-0.1324} \ln P_1 + 1219.2W_0^{0.10188} \quad (6.27)$$

$$S_4 = (3.9389 \times 10^{-7}T_4^2 - 1.07704 \times 10^{-7}T_4 + 0.70975)D_3 - 1.44726 \times 10^{-3}T_4^2 + 3.711346T_4 - 2334.5 \quad (6.28)$$

In this work, regression equations obtained in lab-scale will be validated using the values measured at industrial scale. Moreover, the individual contribution of the drying shrinkage to the dimensional change will be evaluated at industrial scale. An expression that allows the calculation of the maximum variation of dry bulk density in function of the matrix size, operational conditions and permissible size tolerance will be deduced taking into account springback, and shrinkage after drying and firing.

6.2 MATERIALS AND METHODS

6.2.1 Raw materials

A spray-dried powder with a standard porcelain tile composition was used. The corresponding chemical and physical characterization (chemical and phase composition, particle size distribution,) was presented in a former work [1].

6.2.2 Experimental design and processing

Experiments were performed in order to obtain a validation of regression equations at industrial level. Eqs. (6.25) to (6.28) were applied correlating fill density (D_0), dry bulk density (D_3), springback (S_2), and drying and firing shrinkage (S_3 and S_4) of porcelain tiles to the independent variables – powder moisture (W_0), compaction pressure (P_1) and firing temperature (T_4) – under constant raw material characteristics.

The narrow interval in which the operational conditions can be handled in industrial scale limited the interval of conditions to validate the model. The industrial experiments were conducted using a hydraulic press (SACMI, PH6200) in a plant located in Castellón (Spain). The measurements were carried out with unglazed porcelain tiles bodies. The drying and firing conditions in the vertical dryer (SACMI, EVA984) and the single layer roller kiln (SACMI, EWS600) were fixed. Only the maximum pressure press was possible to be changed in a small interval around the operational average value (38.52 MPa) without affecting the final conditions of the tile. The pressing pressure (P_1) was calculated from the press pressure gauge reading. The operational conditions including the matrix dimensions and the pressure levels used in the industrial experiments are presented in Table 6.2.

Table 6.2. Operational conditions of the industrial experiments.

Compact pressure	P_1	33.8 - 38.5 - 44.2	(MPa)
Spray-dried powder moisture content	W_0	6.12	(%)
Tile matrix length	Xl_0	754.5	(mm)
Tile matrix width	Xw_0	503.0	(mm)
Tile matrix thickness	h_0	22.1	(mm)
Maximum firing temperature	T_4	1200	(°C)

Before each experiment, a sample of the spray-dried industrial powder was conditioned in a bag. The moisture content of the powder was measured after drying in a muffle oven to 110 °C till the mass remained unchanged. An average value was used for W_0 (Table 6.2). The relative standard deviation (RSD, 1.51%) was quantified as the ratio between global standard deviation and the mean measured value.

After pressing, for each experimental pressure, 4 specimens were considered. As the press has two cavities, two tiles (at the same line) were marked and allowed to continue their way to the dryer and the other two were separated to make the measurements (mass, dimensions, moisture content and bulk density). After drying, the two marked tiles were taken, weighted and dimensionally measured. The dried tiles were located in the same transversal position in the kiln. The firing cycle is of 47 min and the maximum firing temperature was 1200 °C during 7.4 min. After firing, the tiles were collected, weighted and dimensionally measured.

The value of a certain property was the average corresponding to two tiles pressed at the same time, considering the pressure distribution over the cavities. In a common industrial hydraulic press is not possible to get individual pressure values for each one of the cavities. For this reason it could be a source of error to take into account the property value of only one tile in the same position. The average length and width of one rectangular tile consists in the average of the measurements of two opposite sides, so that the average length and width of the sample corresponds to the average of four measurements of each dimension. The thickness is the average of the measurements in the four sides of the tile, so the average thickness considered at least 8 measurements. The bulk density is the average of 24 measurements: 12 samples (~50×50 mm) were cut from each tile.

The experimental design specified at least one genuine replicate for each pressure level and one additional replicate for the operational condition. Due to the difficulty in manipulating large tiles and their fragility before firing, not all the runs could be replicated. In this way, the tiles were pressed at 33.82 (1 run, 2 tiles), 38.52 (4 runs, 8 tiles) and 44.16 MPa (2 runs, 4 tiles).

6.3 RESULTS AND DISCUSSION

6.3.1 Model validation in industrial scale

For the operational conditions considered, the regression equations (Eqs. (6.25) to (6.28)) represent the behaviour of the studied variables at laboratory scale within a high confidence level (95 %) [1]. Therefore, before using them to evaluate different press control conditions and strategies, their efficiency should be verified to reproduce industrial data.

The model was validated in three steps. First, the regression equations developed in lab-scale were validated using the values obtained at industrial scale. Secondly, the values of thickness, length and width were calculated from the model and compared with experimental values. Finally, the sensitivity of S_3 towards the final size was analyzed.

6.3.2 Validation of the empirical regression equations

Industrial experiments were performed with the same standard porcelain tile composition to validate Eqs. (6.25) to (6.28) which were obtained originally in lab-scale.

The fill density, D_0 , is fundamentally affected by the moisture content, as well as the granule size distribution and shape. Since the determination of D_0 in laboratory and industrial scale was the same and a spray-dried powder with standard porcelain tile composition was used, scaling up was not necessary. The values of S_2 at industrial scale were impossible to obtain due to operational restrictions. For this reason, only Eqs. (6.27) and (6.28) could be validated.

The values measured in industrial conditions are presented in Table 6.3. In order to determine whether the equations represent the industrial behaviour, the values of D_3 and S_4 were put together with the model representation at the industrial conditions of the experiments.

Table 6.3. Experimental data obtained in industrial conditions.

PRESSING		DRYING				FIRING			
P_1 (MPa)	D_2 (kg/m ³)	D_3 (kg/m ³)	Xl_3 (mm)	Xw_3 (mm)	h_3 (mm)	Xl_4 (mm)	Xw_4 (mm)	h_4 (mm)	S_4 (%)
33.8	2060	1955	761.8	508.2	10.6	704.6	470.1	10.1	8.1
38.5	2076	1972	761.6	508.1	10.6	707	471.7	10.1	7.7
44.2	2094	1990	761.9	508.3	10.6	708.5	472.8	10	7.5

6.3.2.1 Compaction Diagram

For a fixed composition, D_3 depends on P_1 and W_0 according to a relationship known as compaction diagram. This diagram including the empirical equation obtained in lab-scale (Eq.(6.27)) and the industrial data are presented in Fig. 6.1.

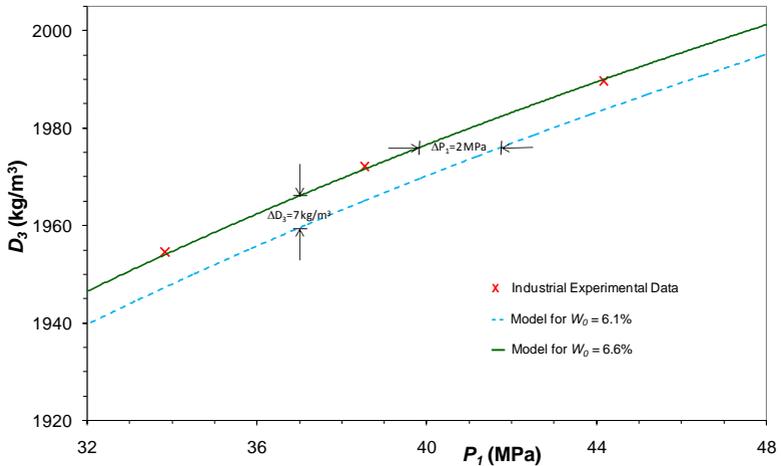


Fig. 6.1. Dry bulk density (D_3) as a function of the compaction pressure (P_1) and powder moisture content (W_0).

The curves of the model (Eq. (6.27)) for $W_0 = 6.1\%$ and $W_0 = 6.6\%$ were shown, the latter was adjusted to the experimental data. The experimental behaviour of D_3 with P_1 presents a mean absolute error of 7 kg/m^3 and a mean relative error of 0.34%. The following deviations were found:

- 2 MPa for ΔP_1 , due to the uncertainties in the measurement of the cylinder diameter to calculate specific pressure; this variation might correspond to a diameter variation of 34.4 mm, which is equivalent to 2.5% of relative error of diameter measurement.
- 0.5% for ΔW_0 , possibility due to changes in the moisture content until the bulk density measurement was made.
- While in lab-scale the density of the whole body may be measured due to its small size, in industrial scale the tiles must be cut into pieces. As unfired green tiles are very fragile it is virtually impossible to obtain samples which represent exactly

the whole piece. In addition part of the material is lost during cutting and handling. As a result, 12 measures for the apparent density were obtained and the respective average is associated to the whole tile. This procedure incorporates naturally an experimental error, when compared to the values obtained in lab-scale.

6.3.2.2 Linear firing shrinkage

Eq. (6.28) represents the firing shrinkage as a function of the dry bulk density of the tile (directly related to the maximum compaction pressure and powder moisture) and the maximum firing temperature. Based on this regression the blue dotted line in Fig. 6.2 was obtained for $T_4 = 1200\text{ }^\circ\text{C}$. The industrial data were also represented in this figure as well as the corresponding regression equation (green continuous line).

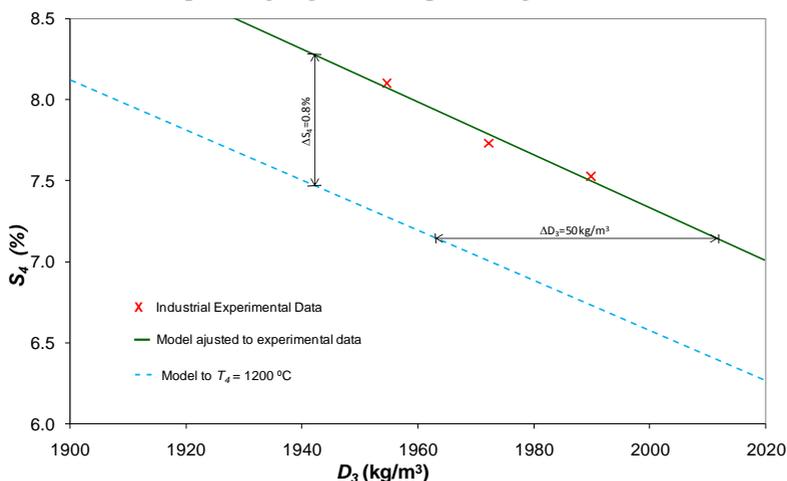


Fig. 6.2. Linear firing shrinkage (S_4) as a function of dry bulk density (D_3) and the maximum firing temperature (T_4).

For S_4 a residual mean of 0.8 % (mean relative error of 10%) was determined. The curves in Fig. 6.2 are practically parallel and it can be concluded that there is no deviation due to T_4 , since in Eq. (6.13) it is explicit that the slope is only function of T_4 . With a correction of this deviation $\Delta S_4 = 0.93\%$ and $\Delta D_3 = 57\text{ kg/m}^3$ were found. From Fig. 6.2 a deviation of 50 kg/m^3 of D_3 was observed.

6.3.3 Estimation of tile dimensions in an industrial scale

In this section, the adequacy of the previously obtained model [1] to estimate the final dimensions (Xl_4 , Xw_4 and h_4) of ceramic tiles in industrial scale is discussed. Those values were calculated for the conditions established in Table 6.2. To validate the assumption of normality, the mean and standard deviation of the residuals (comparison of measured and estimated values) were calculated and their uncorrelated and randomly distribution verified. To validate the methodology, the average of the absolute value of the residuals (the mean absolute error, MAE) was also calculated and compared with the experimental absolute error (EAE). Their values are presented in Table 6.4. EAE was calculated as an error associated to the half of the confidence interval with a probability of 0.95.

Table 6.4. Experimental and estimate errors in final length (Xl_4), width (Xw_4) and thickness (h_4) estimation.

	Residuals Mean (mm)	Residuals Standard Deviation (mm)	Experimental Absolute Error (mm)	Mean Absolute Error (mm)
Xl_4	-1.61	0.41	0.8	1.6
Xw_4	-0.67	0.22	0.7	0.7
h_4	0.28	0.013	0.3	0.3

The results of this model are not acceptable since the mean absolute error (MAE) for Xl_4 is higher than the defined tolerance of the 1 mm. The regression can be considered adequate if the mean absolute error is lower than the experimental absolute error, which is not the case. Additionally the residuals were not randomly distributed. It can be suggested that the effect of the drying shrinkage is important in industrial scale, and a probable value of S_3 may be found.

As mentioned before, it was not possible to obtain the measurements of pressed tiles dimensions to calculate S_3 , but it is feasible to calculate it to achieve a linear regression with the minimum mean square error. The experimental and estimated errors as well as the residuals were recalculated (Table 6.5) with the values of S_3 of 0.23% obtained previously.

In this case MAE is higher than EAE and the residues were uncorrelated and randomly distributed with a standard deviation and mean value around zero. Therefore the effect of the drying shrinkage is important in industrial scale and should be taken into account for the

model calculation in order to estimate the final size with the desired precision.

Table 6.5. Experimental and estimated errors in final length, width and thickness estimation for a value of drying shrinkage of 0.23%.

	Residuals Mean (mm)	Residuals Standard Deviation (mm)	Experimental Absolute Error (mm)	Mean Absolute Error (mm)
Xl_4	0.02	0.41	0.8	0.3
Xw_4	0.42	0.22	0.7	0.4
h_4	0.24	0.014	0.3	0.2

6.3.4 Sensitivity analysis on the effect of S_3 on the final size

As it could be observed in Eq. (6.8) the effect of D_3 on h_4 is more important than any of the other variables (S_2 , S_3 , S_4 , D_0 or W_0). The effect of S_3 on the final size, both in laboratory (Xd_4) and industrial (Xl_4) scale are compared in Table 6.5. Differentiating Eq. (6.7) and substituting the differential terms by the finite increments, the contributions of S_i on the change of the tile final size were obtained.

$$\Delta Xl_4 = \left(\frac{\partial Xl_4}{\partial S_2} \right)_{op} \Delta S_2 + \left(\frac{\partial Xl_4}{\partial S_3} \right)_{op} \Delta S_3 + \left(\frac{\partial Xl_4}{\partial S_4} \right)_{op} \Delta S_4 \quad (6.29)$$

$$\frac{\partial Xl_4}{\partial S_2} = -(100 - S_3)(100 - S_4) 10^{-6} Xl_0 \quad (6.30)$$

$$\frac{\partial Xl_4}{\partial S_3} = -(100 - S_2)(100 - S_4) 10^{-6} Xl_0 \quad (6.31)$$

$$\frac{\partial Xl_4}{\partial S_4} = -(100 - S_2)(100 - S_3) 10^{-6} Xl_0 \quad (6.32)$$

From Eqs. (6.30) to (6.32) the variations of S_i in operational conditions needed to modify 1 mm the final size, both laboratory and industrial levels are shown in Table 6.6.

Table 6.6. Comparative effect of springback (S_2), drying (S_3) and firing (S_4) shrinkage on the final tile size (X_4), both in laboratory and industrial levels.

SCALE	$\Delta S_2/\Delta X_4$ (%/mm)	$\Delta S_3/\Delta X_4$ (%/mm)	$\Delta S_4/\Delta X_4$ (%/mm)
Laboratory	2.685	2.663	2.475
Industry	0.143	0.141	0.131

The variation of S_i in Table 6.6 was independent of the S_3 value. Analogously to Eq. (6.31), Eq. (6.33) was written and Eq. (6.34) was obtained from the relation between Eqs. (6.31) and (6.33).

$$\frac{\partial Xd_4}{\partial S_3} = -(100 - S_2)(100 - S_4) 10^{-6} Xd_0 \quad (6.33)$$

$$\frac{\partial Xl_4}{\partial S_3} = \frac{Xl_0}{Xd_0} \frac{\partial Xd_4}{\partial S_3} = 18.86 \frac{\partial Xd_4}{\partial S_3} \quad (6.34)$$

Thus, from Eq. (6.34) the effect of a S_3 variation on the final size at industrial scale is almost 19 times the same variation in laboratory scale. In this way, although it was concluded that the contribution of S_3 to the dimensional change is not significant at laboratory level, it is important to take into account the value of S_3 to the model calculation at industrial scale.

To analyse the effect of S_2 and S_3 on the final size (Xl_4) as a function of W_0 and D_3 Fig. 6.3 were constructed with four models that either consider S_2 and S_3 or not.

From Fig. 6.3 it is observed that when S_2 is not considered, Xl_4 (in operational conditions) is reduced by around 6 mm, and if S_3 is not taken into account, Xl_4 is increased in 1.4 mm. In consequence if both are not taken into account, the final size is reduced by 4.6 mm.

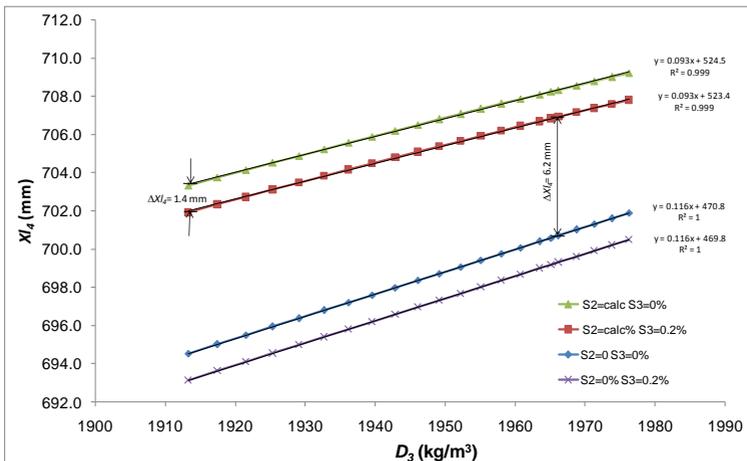


Fig. 6.3. Final tile size (Xl_4) as a function of dry bulk density (D_3), springback (S_2) and drying shrinkage (S_3).

The linear adjusts for the curves are shown in Fig. 6.3. The models including S_2 presented the smallest slope. Similar behaviour is observed when the effect of S_2 and S_3 on Xl_4 was analysed. To justify that behaviour, the following analysis was made.

Differentiating the Eq. (6.13), substituting the differential terms by the finite increments, the contributions of D_3 over S_4 were obtained.

$$\Delta S_4 = (kT_4^2 + lT_4 + n) \Big|_{op} \Delta D_3 \quad (6.35)$$

To find the analytical relationship between the slopes, Eqs. (6.32) and (6.35) were substituted in Eq. (6.29) with ΔS_2 and ΔS_3 equal to zero.

$$\Delta Xl_4 = -(100 - S_2)(100 - S_3) 10^{-6} Xl_0 (kT_4^2 + lT_4 + n) \Big|_{op} \Delta D_3 \quad (6.36)$$

$$\frac{\Delta Xl_4}{\Delta D_3} \Big|_{S_2, S_3, S_4} = -(100 - S_2)(100 - S_3) 10^{-6} Xl_0 (kT_4^2 + lT_4 + n) \quad (6.37)$$

$$\frac{\Delta Xl_4}{\Delta D_3} \Big|_{S_2=0, S_3, S_4} = -(100 - S_3) 10^{-4} Xl_0 (kT_4^2 + lT_4 + n) \quad (6.38)$$

$$\frac{\Delta Xl_4}{\Delta D_3} \Big|_{S_2, S_3, S_4} = (100 - S_2) 10^{-2} \frac{\Delta Xl_4}{\Delta D_3} \Big|_{S_2=0, S_3, S_4} \quad (6.39)$$

Since $(100 - S_2) 10^{-2} < 1$, then $\frac{\Delta Xl_4}{\Delta D_3} \Big|_{S_2, S_3, S_4} > \frac{\Delta Xl_4}{\Delta D_3} \Big|_{S_2=0, S_3, S_4}$.

Analogously, that conclusion is validated for

$$\frac{\Delta Xl_4}{\Delta W_0} \Big|_{S_2, S_3, S_4} > \frac{\Delta Xl_4}{\Delta W_0} \Big|_{S_2=0, S_3, S_4} \quad \text{and for } S_3 = 0. \text{ It means that the effect of}$$

the variations of the powder moisture content and the dry bulk density were lower when S_2 and S_4 were considered, instead of only taking S_4 into account.

6.3.5 Calculation of the maximum dry bulk density variation

As it was deduced in the introduction, Eq. (6.24) allows the calculation of the maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as a function of the matrix size, operational conditions (W_0 , P_l , D_3 and T_4), ΔW_0^* and permissible size tolerance (t_s). At operational conditions defined before, Eq. (6.40) is obtained from Eq. (6.24):

$$\Delta D_3^* = \frac{t + 6.008 \times 10^{-4} Xl_0}{1.565 \times 10^{-4} Xl_0} \Delta W_0^* \quad (6.40)$$

To satisfy the size tolerance of 1 mm (usual for this kind of products) with $\Delta W_0^* = 1\%$ and for $Xl_0 = 754.50$ mm, a maximum variation of dry bulk density of 12 kg/m^3 was calculated (from Eq. (6.40)). The maximum density variations due to the precision of the Archimedes immersion method is 8 kg/m^3 .

Differentiating Eq. (6.24) and substituting the differential terms by the finite increments, the contributions produced by ΔW_0^* , t_s and Xl_0 over the variation of ΔD_3^* were obtained in Eqs.(6.41) and (6.42).

$$\Delta(\Delta D_3^*) = \left(\frac{\partial \Delta D_3^*}{\partial Xl_0} \right)_{op} \Delta Xl_0 + \left(\frac{\partial \Delta D_3^*}{\partial \Delta W_0^*} \right)_{op} \Delta(\Delta W_0^*) + \left(\frac{\partial \Delta D_3^*}{\partial t_s} \right)_{op} \Delta t_s \quad (6.41)$$

$$\Delta(\Delta D_3^*) = \left(\frac{-t}{\gamma Xl_0^2} \right)_{op} \Delta Xl_0 + \left(\frac{-\beta}{\gamma} \right)_{op} \Delta(\Delta W_0^*) + \left(\frac{1}{\gamma Xl_0} \right)_{op} \Delta t_s \quad (6.42)$$

To analyse the effect of the permissible tolerance on ΔD_3^* , Fig. 6.4 was constructed. To get the same ΔD_3^* , when the tile size is incremented (from medium to large format) the size tolerance would be increased.

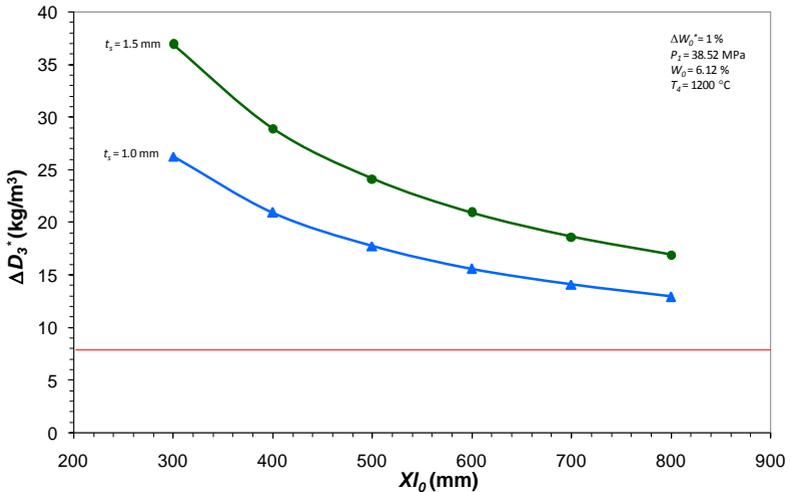


Fig. 6.4. Maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as a function of the format and the size tolerance (t_s).

The variation of ΔD_3^* produced by Δt_s depends on Xl_0 and for the same format is larger for smaller tiles as could be checked in Eq. (6.42). A graphical representation of the variation of ΔD_3^* caused by Δt_s is shown in Fig. 6.6.

To compare the model obtained when $S_2 = 0\%$ or $S_3 = 0\%$ or both are zero, Fig.6.5 is presented. For specific size tile, both lower S_2 and lower S_3 gave lower variation of ΔD_3^* . The effect of S_2 on ΔD_3^* (from Fig.6.5) is 1.5 times larger than the effect of S_3 .

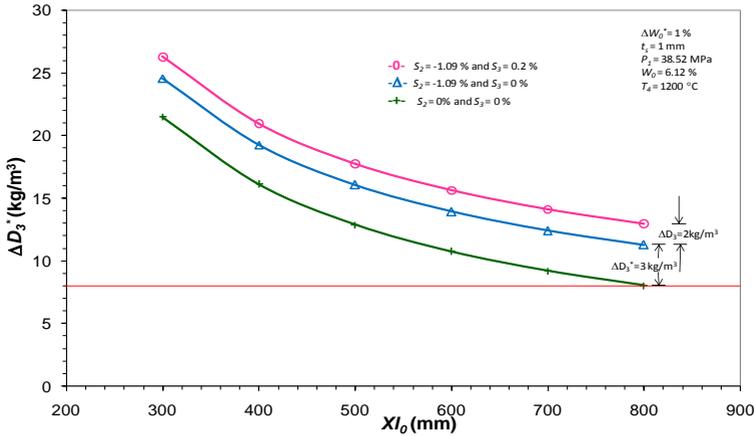


Fig. 6.5. Maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as a function of format, springback (S_2) and shrinkage (S_3, S_4).

Omitting the values of S_2 and S_3 , the value of ΔD_3^* obtained for a specific tile size is lower than it really is. When S_2 and S_3 are zero, the effects of variations of moisture content were not reflected in ΔD_3^* . Analyzing Eqs. (6.11) to (6.23), β is zero when S_2 and S_3 are zero and Eq. (6.24) is reduced to Eq.(6.43) where ΔD_3^* is not more a function of ΔW_0^* .

$$\Delta D_3^* = \frac{t_s}{\gamma Xl_0} \tag{6.43}$$

The variation of ΔD_3^* as a function of Xl_0 with variations of t_s, S_2, S_3 and ΔW_0^* are presented in Fig. 6.6. The variation of t_s produces the highest variation over ΔD_3^* whereas the variations of S_3 produce the lowest.

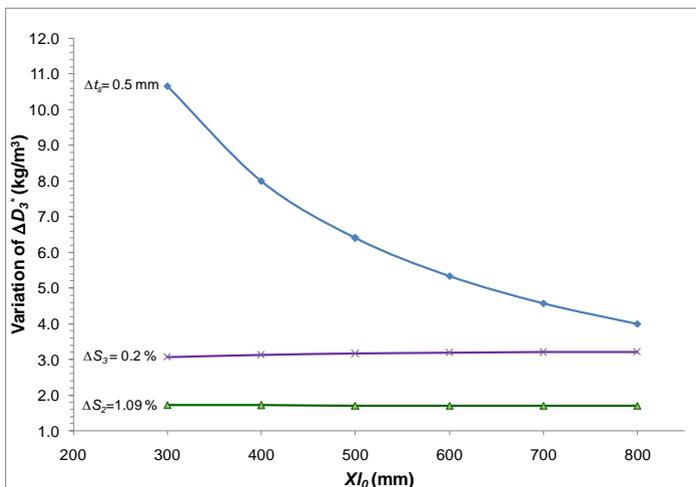


Fig. 6.6. Variations of the effects of permissible tolerance (t_s), springback (S_2), dry shrinkage (S_3) and maximum moisture content variation (ΔW_0^*) on the maximum difference of dry bulk density (ΔD_3^*).

As mentioned in the introduction, Amorós et al. [1,2] found expressions of ΔD_3^* as a function of the final size of the tile, ΔS_4^* (which depends on t_s), D_3 , T_4 and its maximum variation (ΔT_4^*). Eq. (6.44) was adapted from the equations developed by Amorós et al. [1] in lab-scale. It is valid for pressures from 15 to 60 MPa, for moisture content from 3.5 to 7.5 % and for maximum firing temperatures from 1080 to 1130 °C.

$$\Delta D_3^* \Big|_{\Delta T_4^* = 0} = \frac{2 \times 10^5 t_s}{Xl_0 \left| (1374.9085 - 2.2997T_4 + 9.4978 \times 10^{-4} T_4^2) \right|_{op}} \quad (6.44)$$

Eq. (6.45) was adapted from the equations developed by Amorós et al. [2] in lab-scale. It is valid for pressures from 29 to 57 MPa, for moisture content from 4 to 7 % and for maximum firing temperatures from 1100 to 1200 °C.

$$\Delta D_3^* \Big|_{\Delta T_4^* = 0} = \frac{t_s (100 - S_4)}{Xl_4 \left| (kT_4^2 + lT_4 + n) \right|_{op}} \quad (6.45)$$

Both Eqs.(6.44) and (6.45) took into account the firing shrinkage, but worked with the assumption that springback and drying shrinkage were negligible. The curves in Fig. 6.7 for the models A, B

and C were obtained from de Eqs. (6.40), (6.44) and (6.45) respectively for $T_4 = 1200\text{ }^\circ\text{C}$ and $t_s = 1\text{ mm}$. Additionally for Eqs. (6.40) and (6.45) the following conditions were considered: $P_1 = 38.52\text{ MPa}$ and $W_0 = 6.12\%$.

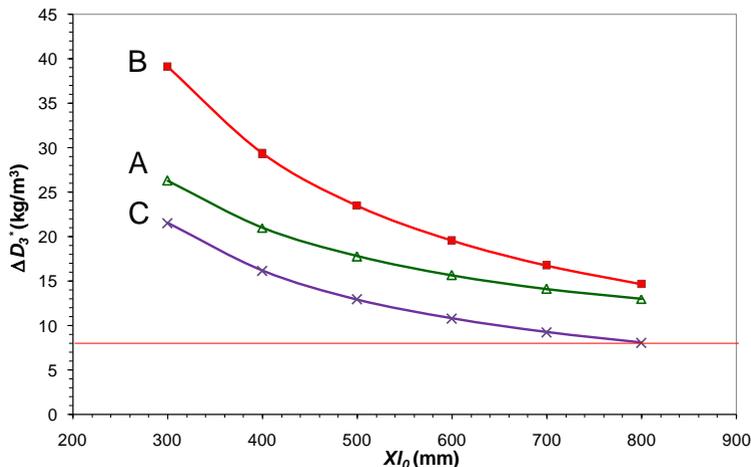


Fig. 6.7. Graphical comparison of the model developed in this work (A) to obtain the maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as function of the format tile with two models (B and C) got in previous works [1] and [2] respectively.

The value of ΔD_3^* obtained for a specific tile size is lower for model C and higher for model B than the value obtained with the Model A. The behaviour of the model C is similar to the curve in Fig. 6.5 for the case where S_2 and S_3 are zero justifying the lower value of ΔD_3^* . It cannot be concluded more from the behaviour of model B because it was not possible to fit the coefficients to the new compaction and firing shrinkage versus dry bulk density diagrams. Those relations should be accomplished for the specific dried powder and process conditions (press and furnace).

This result shows that for a rigorous control of the final size of the tile, according to the current product requirements, the effect of S_2 and S_3 cannot be neglected, as done in former works. [2,3]

6.4 CONCLUSIONS

For the operational conditions considered, the adequacies of the regression equations that represent the behaviour of the studied variables at laboratory scale within a high confidence level (95 %) were verified.

The regression equations obtained in lab-scale were validated using the values measured at industrial scale. The experimental behaviour of D_3 with P_1 presents a smaller mean absolute error (7 kg/m^3) than the maximum density variations (8 kg/m^3) due to the precision of the Archimedes immersion method.

The contribution of S_3 to the dimensional change is not significant at laboratory level but it is important to take into account the value of S_3 for the model calculation at industrial scale. When the S_3 value was taking into consideration the model developed at laboratory scale to predict the final size and thickness of the tiles at industrial scale was validated with a sufficient precision (0.3 to 0.2 mm respectively).

An expression that allows the calculation of the maximum variation of dry bulk density (ΔD_3^*) as a function of the matrix size, operational conditions (W_0 , P_1 , D_3 and T_4), ΔW_0^* and permissible size tolerance (t_s) was deduced not only taking into account S_4 , but S_2 and S_3 as well. It is usual in industrial environments to use models considering firing shrinkage only, but not to take into account that S_2 and S_3 may lead to some errors in the prediction of the final tile size.

As usual for industrial tiles, the same tolerance is required regardless of the size. It was found that for large formats it is more difficult to achieve dimensional uniformity and, there is a size for which it is physically impossible to meet the required specification for a permissible size tolerance of 1 mm.

As a suggestion, when it is not possible to obtain a regression equation for S_3 from the size measurements in lab-scale and shrinkage is isotropic, it would be feasible to estimate it volumetrically (S_{3vol}) using Eq. (6.46) deduced from the definition of density and from Eqs. (6.47) to (6.49). Then the Eq. (6.50) could be used to calculate S_3 as a function of the measurements of pressed tiles dimensions [7].

$$S_{3vol} = 100 \left(1 - 3 \sqrt{\frac{m_3 D_2}{m_2 D_3}} \right) \quad (6.46)$$

$$Xl_3 = Xl_2(100 - S_3) \cdot 10^{-2} \quad (6.47)$$

$$Xw_3 = Xw_2(100 - S_3) \cdot 10^{-2} \quad (6.48)$$

$$h_3 = h_2(100 - S_3) \cdot 10^{-2} \quad (6.49)$$

$$S_3 = 1 - (1 - S_{3vol})^{1/3} \quad (6.50)$$

6.5 REFERENCES

- [1] Chapter 5.
- [2] J.L. Amorós, G. Mallol, A. Mezquita, D. Llorens, F. Castro-Lopes, A. Cerisuelo, M. Vargas, Melhoria da estabilidade dimensional de peças de grês porcelânico através da medida contínua da umidade dos suportes prensados, *Cerâmica Industrial*, 9(2) (2004) 6-15.
- [3] J.L. Amorós, A. Escardino, V. Beltrán, J.E. Enrique, Quality control in tile production, *Interceram*, 33(2) (1984) 50-54.
- [4] G. Mallol, Control y automatización en la industria cerámica - Evolución y perspectivas, in: *Actas del IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico*, Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, Spain, v.1 (2006) Con-47-72.
- [5] F.G. Melchiades, C. Del Roveri, J. Sotério, L.L. Silva, A.O. Boschi, Controle Dimensional de Revestimentos Cerâmicos - Parte I: Dimensões, *Cerâmica Industrial*, 6(5) (2001) 27-33.
- [6] F.G. Melchiades, C. Del Roveri, J. Sotério, L.L. Silva, A.O. Boschi, Estabilidade das Dimensões e do Formato de Revestimentos Cerâmicos - Parte II: Formato, *Cerâmica Industrial*, 6(6) (2001) 11-17.
- [7] J.C. Reed, *Introduction to the Principles of Ceramics Processing*, 2nd ed. Wiley Interscience, New York, (1993) 411-412, 552.

7 SIMULATION AND CONTROL OF THE FINAL DIMENSIONS OF PORCELAIN TILES[†]

7.1 INTRODUCTION

In the most part of ceramic tile industries the control of the pressing step is made measuring discontinuously and manually the powder moisture and the apparent bulk density of pressed tiles. Usually the press operator carries out every hour a manual sampling of the feed powder and measures the moisture in a discontinuous way. Samples are dried on scales equipped with an infrared heating system, in which the temperature is ~120 °C. The whole process including sampling and moisture measuring takes ~15 min.

According to the measured value, the press operator adjusts the compaction pressure following an experimental schedule obtained in lab-scale with the aim to keep constant the bulk density of pressed tiles. When the moisture variation is significant, what is relatively frequent in the industrial practice, a new measure is carried out before adjusting the compaction pressure. When the second measure confirms the initial detected variation, the maximum compaction pressure is changed. The bulk density of the pressed tile is then measured to check the effectiveness of the control.

In the tile manufacturing industry, process data are registered in sheets manually and used generally along the same working shift. It is not usual to find on-line records of operation data provided by equipment. Nevertheless, a data managing technology is available [MACER, 2011] for on-line monitoring, inventories and some maintenance functions, but they haven't been implemented in this industry sector.

The processing variables, which will be taken into account to analyse the volume changes undertaken by the ceramic bodies along the processing steps are:

W_0 : Dry-basis spray-dried moisture content (%)

X_i : General characteristic size (mm); in industrial scale it corresponds to length or width of rectangular tiles. Normally the largest tile dimension, length, is used to establish the final size of the industrial tile.

[†] A ser submetido para publicação.

- h_i : Thickness (mm)
 m_i : Mass (g)
 D_i : Density (kg/m^3)
 P_1 : Maximum compaction pressure (MPa)
 S_i : Linear dimensional change based on length or diameter (%)
 T_4 : Maximum firing temperature ($^{\circ}\text{C}$)

The subscript i stands for the respective unit operation (0= before pressing; 1= during pressing; 2= after pressing; 3= drying and 4= firing).

To compare the different strategies of process control it is necessary to have a model that represents the behaviour of the variables related with the dimensional changes through the process stages. Moreover, the model should permit predicting the intermediate processing variables of during the manufacture of ceramic tiles (mass, dry bulk density, size and thickness) and their final dimensions properties (size and thickness). This multivariable model was obtained in lab-scale [Chapter 5] and previously validated in industrial scale [Chapter 6], and is schematically shown in Fig. 7.1. The powder moisture content (W_0), the maximum compaction pressure (P_1), the maximum firing temperature (T_4) and the die dimension (X_0 and h_0) were defined in the computational model as input variables. Those input variables are shown in orange in Fig.7.1. In the same figure, the intermediate and the interest variables are presented in blue and green, respectively.

This multivariable model makes use of both material balance equations and correlated equations. The empirical relationships needed to complete de calculation model correspond to the Eqs. (7.1) to (7.4) [Mallol, 2006].

$$D_0 = 1008.6 - 8.1000 \times 10^{-3} \exp(1.1171 W_0) \quad (7.1)$$

$$-S_2 = (-3.999 \times 10^{-4} P_1 - 0.04025) W_0 + 4.926 \times 10^{-3} P_1 + 1.244 \quad (7.2)$$

$$D_3 = 174.85 W_0^{-0.1324} \ln P_1 + 1219.2 W_0^{0.10188} \quad (7.3)$$

$$S_4 = (3.9389 \times 10^{-7} T_4^2 - 1.07704 \times 10^{-7} T_4 + 0.70975) D_3 - 1.44726 \times 10^{-3} T_4^2 + 3.71134 T_4 - 23345 \quad (7.4)$$

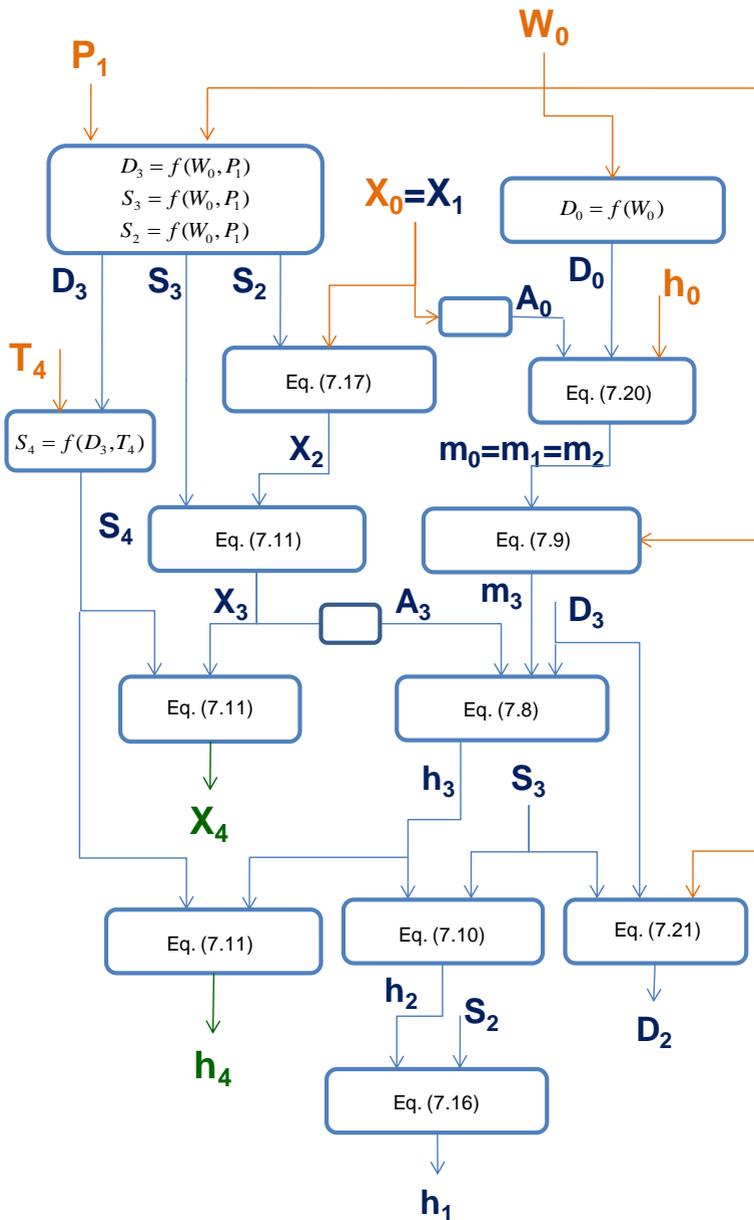


Fig. 7.1. Computational model to predict the final dimensions of the porcelain tiles.

The scope of this work is developing simulations under variable pressing parameters to evaluate different press control conditions and strategies in a ceramic tiles industry using the computational model obtained previously. A single or combined way of controlling different process variables is used to reach the highest amount of tiles within a standardized dimensional specification to reduce storage lots.

7.2 MATERIALS AND METHODS

7.2.1 Raw materials

A spray-dried powder with standard porcelain tile composition was used to obtain the model at lab-scale [Chapter 5] and to validate it at industrial scale [Chapter 6]. The corresponding chemical and physical characterization (chemical and phase composition, particle size distribution,) was presented in a former work [Chapter 5].

To simulate the behaviour of the process the operational conditions used correspond to those in which the computational model was obtained and validated (Table 7.1) [Chapters 5, 6].

Table 7.1. Interval conditions of model validity.

Factors	Level	
	Minimum	Maximum
Powder moisture W_o (%)	3.11	7.18
Compaction pressure P_c (MPa)	16.61	49.03
Firing temperature T_f (°C)	1150	1220

In this particular case, the final size obtained in the industrial experiments [Chapter 5] was used (707.0 × 471.7 mm).

7.2.2 Methodology

The methodology used includes modelling in lab-scale to estimate the dimensional changes through the process stages [Chapter 5]. Then the multivariable model was validated in industrial scale [Chapter 6].

The controlled, manipulated and disturbance variables were identified to generate the control strategies. To select these variables the industrial experience as well as a cause-effect analysis over the process

variables were taken into account. The control laws were simulated and acting on the manipulated variables in the computational model.

Using the model with each strategy of control, the intermediate and final process variables could be represented as a function of W_0 . The simulation was run for values of moisture content in the interval usually employed in the industrial environment. Since the variation of W_0 presented at tile ceramic industry in a shift of 8h is usually between 0.5 and 1.5%, the simulations were carry out every 0.5% from 4.5 to 7.5%.

7.3 RESULTS AND DISCUSSION

7.3.1 Control strategies

The purpose of the control is to keep the final size of the tile within the range of permissible tolerance in order to reduce the number of classification groups according to the tile size without significant variation of thickness. The strategies of control are compared to achieve the minimum change of final size subjected to powder moisture content variation. The behaviour of the process variables are also compared with the model without control.

The cause and effect relations between X_4 and the process variables of the stages which are associated with the dimensional changes are shown in Fig. 7.2 to analyse the probable controlled and manipulated variables.

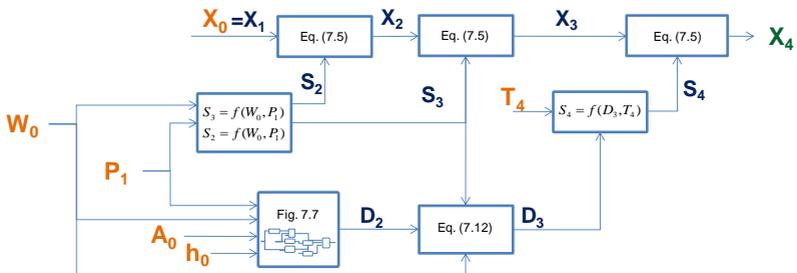


Fig. 7.2. Diagrams of cause and effect to analyse the final size of porcelain tile for a defined composition.

The final size of the tile can be found from the die dimensions and the variations that took place through the manufacturing process as it is presented in Fig 7.2 and by Eq. (7.5)

$$X_i = X_{i-1}(100 - S_i)/100 \quad (7.5)$$

7.3.1.1 Direct control on the final size

Directly control means that the interest variable X_4 is measured to generate the control action.

7.3.1.1.1 *Manipulating a variable of the firing stage*

Firing shrinkage (S_4) mainly depends on dry bulk density, mass composition and firing conditions [Amorós et al., 1984; Melchiades et al., 2001]. For a constant mass composition and from Fig. 7.2, the possible variables to select from firing stage are S_4 and the maximum firing temperature (T_4). S_4 is not possible to manipulate directly. For porcelain tiles compositions it is not advisable to change T_4 for adjusting the final size. In fact, as shown in another work [Amorós et al., 2004], for those compositions S_4 is relatively insensitive to variations of T_4 in the working range needed for obtaining the water absorption characteristic of those kind of products (<0.1%). On the other hand, in stoneware compositions S_4 is sensitive to changes of T_4 , and it is not recommended to use T_4 to control the final size variations, in opposition to industrial practice, since temperature variations affect the characteristics of a glazed tile [Melchiades et al., 2001].

7.3.1.1.2 *Manipulating a variable of a previous stage*

Acting on a variable of a stage which is previous to the one in which the measurement is being made is might be a problem. The further is the action of the measured variable, the longer is the time the product is being processed outside specifications. Moreover, the processing time is an important factor to take into account. In the porcelain tile manufacturing, drying times are usually 20 to 90 min and firing times 40 to 60 min. In some factories, the line of production is interrupted since the pressed and dried tiles are stored for some days before firing.

An alternative is to use expert-system techniques and control theory to design control systems that can automate some of the tasks currently performed by human experts, and which cannot be carried out by traditional control systems. Such approach is usually referred as expert control (or knowledge-based control) [Linkens & Chen, 1995],

which might be used in the case of tile manufacturing to help predict problems and correct defects.

7.3.1.2 Indirect control of the final size

From Fig. 7.2(b) possible controlling variables were found. X_4 is the variable of interest and W_0 is the disturbance since its value is changing randomly.

A combined feedback-feedforward model based control scheme is used. Feedforward controller produces its control action based on a measurement of the disturbance and an instantaneous correction applied to manipulated variable without considering dynamic effects (steady-state feedforward control). The feedforward controller takes care of the major disturbance, and the feedback controller takes care of everything else that might cause the process variable to deviate from its set point when is given feedback of the controlled variable measurement. Since a process model is embedded in the control algorithm to better achieve the objectives of control it could be termed a model-based control.

The concept of model-based control, which is also categorized in other fields as “intelligent” control, utilizes an integrated view of the control strategy, incorporating a process model, multiple measurements, and an integrated control algorithm [Edgar, 1996].

7.3.1.2.1 Dry bulk density control

As stated previously, the firing shrinkage (S_4) mainly depends on dry bulk density (D_3) and maximum firing temperature (T_4). Since T_4 is considered constant, when controlling D_3 , S_4 is controlled as well. From Fig. 7.2, S_2 and S_3 are function of P_1 and W_0 , as well as D_3 . For the strategy of dry bulk density control (D_3C) it was defined that D_3 is the controlled variable, P_1 is the manipulated variable and W_0 is the main disturbance. A combined feedback-feedforward model based control scheme is presented in Fig 7.3. From Eq. (7.3) a generalization was made in Eq. (7.6), and the control law was defined in Eq. (7.7)

$$D_3 = Q W_0^q \ln P_1 + R W_0^r \quad (7.6)$$

$$P_1 = e^{\left[\frac{D_3 - R W_0^r}{Q W_0^q} \right]} \quad (7.7)$$

In Fig. 7.4, the response of the dry bulk density control on final size is shown when the reference (D_{3ref}) change.

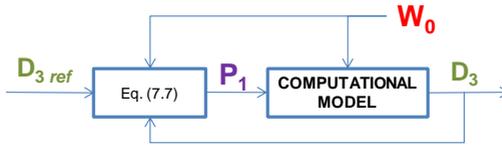


Fig. 7.3. Dry bulk density control (D_3C).

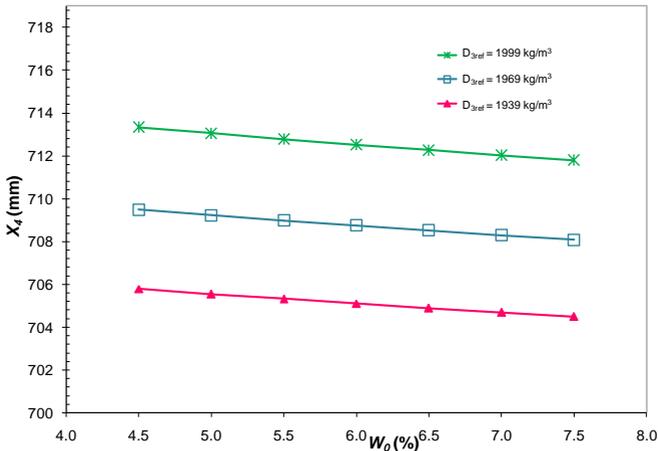


Fig. 7.4. Effect of moisture content on final size in function of the reference value for dry bulk density control (D_3C).

In Fig. 7.4 it is observed that when the moisture (W_0) is increased, the final tile size (X_4), is slightly decreased, practically in a linear way, for all reference bulk densities. This behaviour is due to the influence of S_2 and S_3 on the tile final size. In fact, when the moisture is higher the control D_3C changes the pressure to maintain D_3 constant, providing a good stability in the tile final size, when S_4 is held constant. If S_2 and S_3 would not depend on powder moisture and on compaction pressure, the fact of keeping the dry bulk density constant would permit that tiles of the same size were obtained. However, this is not true, as seen in Fig. 7.4: adjusting pressure, as necessary to compensate the changing in powder moisture, causes modifications on S_2 and S_3 , which are not taken into account in this control, making it impossible to keep the final tile size constant (Fig. 7.4).

Moreover, the straight line slopes in Fig. 7.4 are practically the same indicating that, for this kind of control, the effect of moisture on the tile final size does not depend on the set point bulk, but rather on the effect of the modifications in pressure and moisture on springback and drying shrinkage. For a certain powder moisture, when the dry bulk density is higher the final tile size increases, due to the decrease in the initial porosity of tiles. The fact that the distance between the straight lines is practically constant indicates a linear relationship between the dry shrinkage (S_d) and the porosity or dry bulk density (D_3) of the tiles.

7.3.1.2.2 Wet bulk density control

At most companies, dry bulk density is generally not controlled despite being a very important variable, since it affects the aesthetic and functional characteristics of the end product [Lucas, 2004; Mallo, 2006]. Nevertheless the control of pressing is based on the manual adjustment of wet bulk density, measuring W_0 and D_2 and modifying P_1 [Poyatos et al., 2010]. As mentioned before, the drying times is in the magnitude of hours resulting that any action on the press by measuring D_3 would be out of phase and the amount of tiles out of specification would be very high. Thus, in industry environment D_2 is measured so that the required information is obtained to provide a fast response.

As shown in Fig. 7.2 D_3 is function of D_2 , W_0 and S_3 . To find D_3 as a function of D_2 (Eq. (7.12)), substitutions of Eqs. (7.9) to (7.11) in Eq. (7.8) were made with $i = 3$.

$$D_i = m_i 10^6 / (h_i A_i) \quad (7.8)$$

$$m_3 = 100 m_2 / (100 + W_0) \quad (7.9)$$

$$h_i = 10^{-2} h_{i-1} (100 - S_i) \quad (7.10)$$

$$A_i = 10^{-4} A_{i-1} (100 - S_i)^2 \quad (7.11)$$

$$D_3 = 10^8 D_2 (100 + W_0)^{-1} (100 + S_3)^{-3} \quad (7.12)$$

For the strategy of wet bulk density control (D_2C) it can be defined that D_2 is the controlled variable, P_1 is the manipulated variable and W_0 is the main disturbance. A combined feedback-feedforward model-based control scheme is represented in Fig 7.5.

From the Eq. (7.12) the control law is defined in Eq. (7.13).

$$P_1 = e^{-\left[\frac{D_2 10^8 (100 + W_0)^{-1} (100 + S_3)^{-3} - R W_0^q}{Q W_0^q} \right]} \quad (7.13)$$

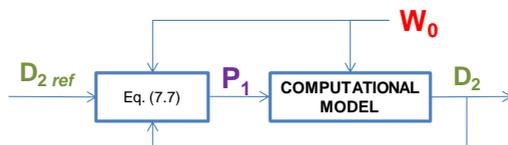


Fig. 7.5. Wet bulk density control (D_2C).

In Fig. 7.6, the response of the wet bulk density control on final size described in Fig. 7.5 is shown when the wet bulk density reference change (for different values of D_{2ref}).

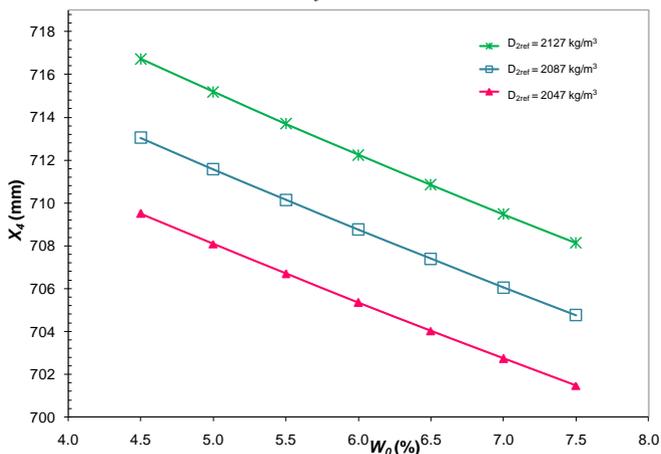


Fig. 7.6. Effect of moisture content on final size in function of the reference value for wet bulk density control (D_2C).

In Fig. 7.6 it can be observed that when the moisture (W_0) is increased the final tile size (X_4) decreases, practically in a linear fashion, for all reference bulk densities. This behaviour is related basically to the fact that when changing the powder moisture, even maintaining the wet bulk density (D_2) constant, the dry bulk density (D_3), which is the property of the directly related to porosity and which determines the firing linear shrinkage (S_4) (Eq. 7.4), is significantly changed. In fact, as seen in Eq. 7.2, when W_0 is changed and D_2 is held constant (D_2C), D_3 must change, since S_3 is low (about 0.2%) and is slightly affected by moisture.

Obviously the comments on the effect of S_2 and S_3 in the last section are equally valid in this case, contributing to the slopes in Fig. 7.6. The that the straight lines are more distant than in the case of the

dry bulk density (Fig. 7.4), is due to that the reference dry bulk densities corresponding to the wet bulk densities Fig. 7.6 are likewise more distant. In effect, the difference between the reference densities in Fig. 7.4 is 30 kg/m^3 ; when this value is calculated in Fig. 7.6 the difference reaches 40 kg/m^3 .

7.3.1.2.3 Thickness control

After an analysis of cause and effect with respect to D_2 (Fig. 7.7) can be observed that h_0 affect D_2 through h_1 . In this way, it is possible to control de the thickness of the tile before it is extracted from the die, manipulating h_0 .

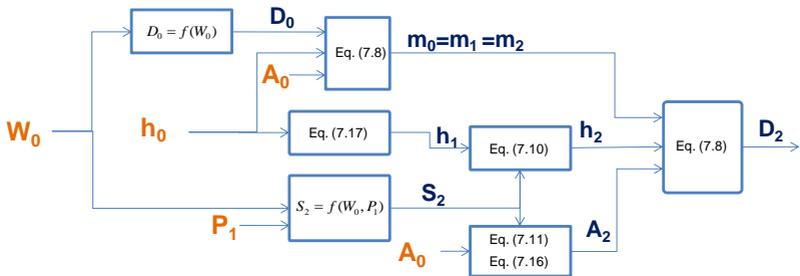


Fig. 7.7. Diagram of cause and effect on wet bulk density.

The moulds commonly used in ceramic tiles manufacturing do not allow modifying the position that determine the volume of powder independently for each cavity. Nevertheless, a press with improvements in the mould cavity to regulate autonomously the load of ceramic powder in each cavity is available commercially [Poyatos et al., 2010; MACER, 2011]. Then it is possible to check the movements of the mobile blocks in the mould and to measure the thickness of the compacted tile even within the cavity (h_1).

For the strategy thickness control (h_1C) it can be defined that h_1 is the controlled variable and W_0 is the main disturbance. Since the position of the lower punches is changed in function of the measurement of h_1 , h_0 is the manipulated variable. A combined feedback-feedforward model based control scheme is illustrated in Fig 7.8.

The compaction ratio (CR) [Reed, 1993] is defined as the relation between D_1 and D_0 (Eq. (7.14)).

$$CR = D_1 / D_0 \quad (7.14)$$

To calculate D_1 is assumed that the body mass is not changed before drying (Eq. (7.15)) and the following equations with Eq. (7.8) applied for $i = 0,1,2$ and Eqs. (10) and (11) for $i = 2$ are considered.

$$m_0 = m_1 = m_2 \quad (7.15)$$

$$A_0 = A_1 \quad (7.16)$$

$$h_0 = \frac{h_1 D_1}{D_0} \quad (7.17)$$

$$D_1 = D_2(100 - S_2)^3 10^{-6} \quad (7.18)$$

To provide the control law in Eq. (7.19) the Eqs. (7.8), (7.10), (7.11) and Eqs.(7.14) to (7.18) are used.

$$h_0 = h_1 D_2 (100 - S_2)^3 10^{-6} / D_0 \quad (7.19)$$

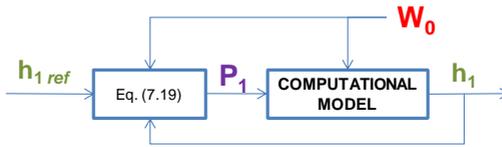


Fig. 7.8. Thickness control (h_1C).

In Fig. 7.9, the response of the wet bulk density control on final size described in Fig. 7.8 is shown when the thickness reference change (h_{1ref}). It can be seen that when the moisture (W_0) is higher the final tile size (X_4) increases. This is related to the control scenario, because the compaction pressure is held constant, regardless the moisture values, since the only variable changing with the moisture is h_0 in order to keep h_1 constant (Fig. 7.8). Therefore, when moisture is increased, keeping the compaction pressure constant, a decrease in porosity and an increase in size of tiles are produced.

This behaviour is identical to that one observed when no control (NC) is provided to pressing, what indicates that there is no effect of h_1 on X_4 . This is confirmed by the fact that for all values of h_{1ref} , the representative straight lines on the control strategies are superposed (Fig. 7.9). As it will be observed in the following sections, changing h_0 to maintain h_1 constant, permits keeping h_4 constant, but has no effect on X_4 .

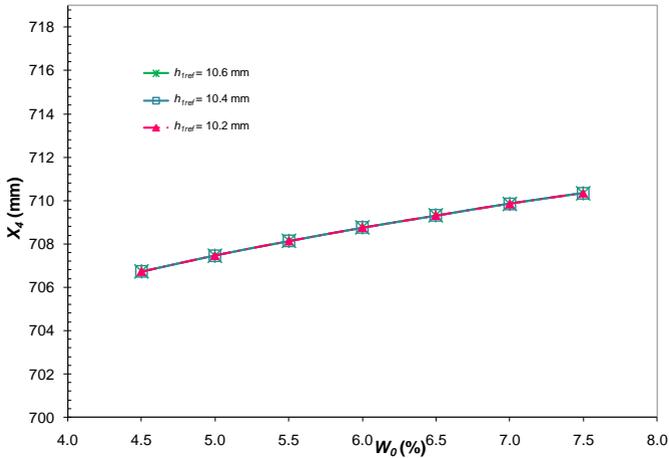


Fig. 7.9. Effect of moisture content on final size in function of the reference value for thickness control (h_1C).

7.3.1.2.4 Thickness and dry bulk density control

Both loops D_3C and h_1C (Figs. 7.3 and 7.8) are apparently independent of each other, but the manipulated variable of one loop becomes disturbance for the other. The combined thickness and dry bulk density control (h_1 - D_3C) is presented in Fig. 7.10, where W_0 is the main disturbance, D_3 and h_1 are the controlled variables and P_1 and h_0 the corresponding manipulated variables. The control law for each loop is the same for the corresponding single strategy.

In Fig. 7.11, the response of the thickness and dry bulk density control on final size described in Fig. 7.10 is shown when the references change.

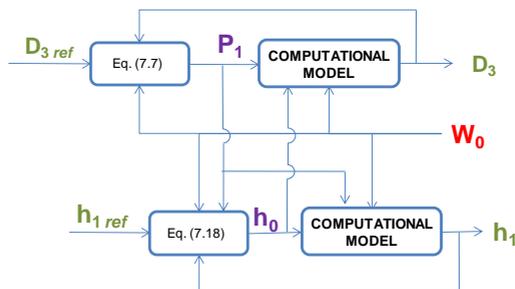


Fig. 7.10. Thickness and dry bulk density control (h_1 - D_3C).

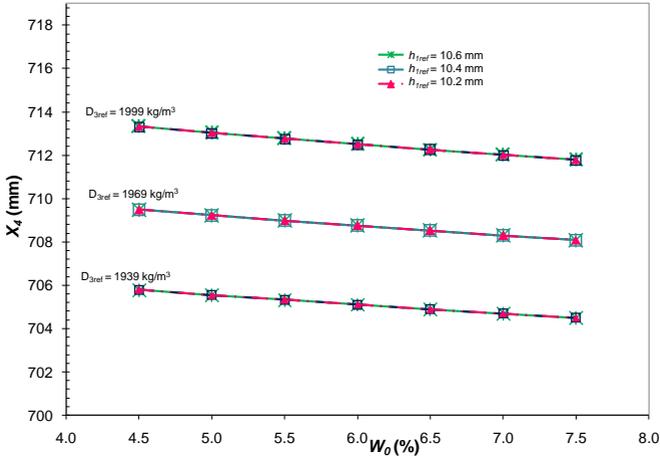


Fig. 7.11. Effect of moisture content on final size in function of the reference value for thickness and dry bulk density control (h_1D_3C).

The tendency in Fig 7.11 is the same observed for D_3C . In fact, controlling h_1 has no effect on the final tile size, since the corresponding curves of distinct values of h_{1ref} are superposed with respective D_{3ref} . This behaviour follows the picture observed in the former section, concluding that controlling tile thickness has no effect on the final tile size.

7.3.1.3 Summary of process control strategies

In Table 7.2 the specifications of the strategies of control to be studied are summarized

The efficacy of the proposed algorithm will be demonstrated through the simulation of the control strategies with the multivariable non-linear model. The control algorithm acts over the computational model.

Table 7.2. Process control strategies summary.

	Dry bulk density control (D_3C)	Wet bulk density control (D_2C)	Thickness control (h_1C)	Dry bulk density and thickness control (h_1-D_3C)
Parameters	$X_0 h_0 T_4$	$X_0 h_0 T_4$	$X_0 T_4 P_1$	$X_0 T_4$
Interested variables	$X_4 h_4$	$X_4 h_4$	$X_4 h_4$	$X_4 h_4$
Controlled variable	D_3	D_2	h_1	$h_1 \quad D_3$
Manipulated variable	P_1	P_1	h_0	$h_0 \quad P_1$
Disturbance	W_0	W_0	W_0	$P_1 W_0 \quad h_0 W_0$

7.3.2 Comparison of control strategies

In Fig. 7.12 a comparison of the different control scenarios considered in this work is presented. This figure shows the final tile size (X_4) as a function of moisture (W_0) for alternative control conditions: D_3C , D_2C , h_1C and h_1D_3C . For comparison purposes, a “no control” (NC) situation was included as well, i.e., regardless the values of powder moisture (W_0), the maximum compaction pressure (P_I) and the thickness (h_0) were kept constant.

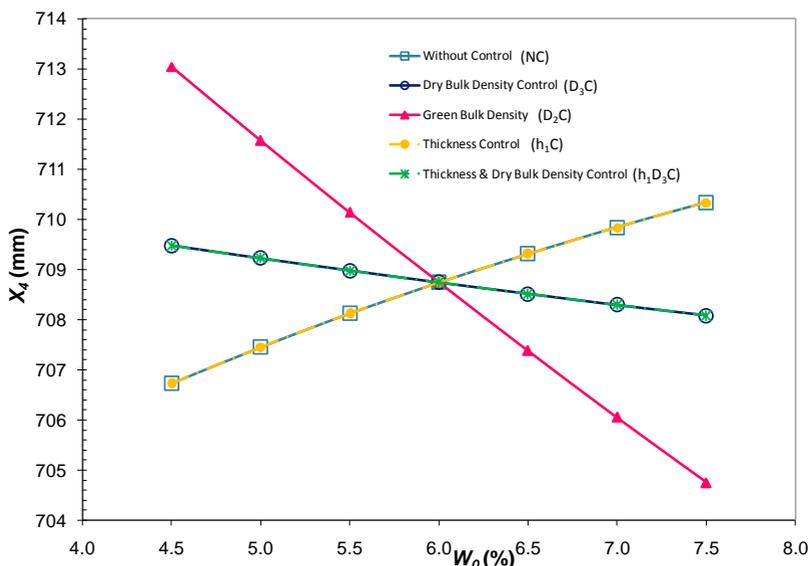


Fig. 7.12. Comparative results of the effect of moisture content (W_0) on final size (X_4).

The set point values in each case (P_I , D_3 , D_2 and h_1), were chosen so that for 6% moisture, which is usual in industrial scale, the same final size of tiles was obtained, corresponding to the one obtained for this moisture content at industrial scale ($X_4 = 708.7$ mm). Thus, all curves meet in a point, which corresponds to $W_0 = 6\%$ and $X_4 = 708.7$ mm. In Table 7.3 the values of set point are shown for each case.

Table 7.3. Comparative parameters of different process control strategies.

Control Scenario	P ₁ (MPa)	D ₂ (kg/m ³)	D ₃ (kg/m ³)	h ₁ (mm)	ΔX ₄ /ΔW ₀ (mm/%)
NC	40	Variable	Variable	Variable	1.2
D ₃ C	Variable	Variable	1969	Variable	-0.5
D ₂ C	Variable	2090	Variable	Variable	-2.8
h ₁ C	40	Variable	Variable	10.4	1.2
h ₁ D ₃ C	Variable	Variable	1969	10.4	-0.5

Firstly, it can be seen that the effect of the different control scenarios on the final size is very distinctive, and that the influence of W_0 on X_4 is practically linear in all cases, at least in this work range. This behaviour allows obtaining the slopes of the regression straight lines $X_4 = f(W_0)$, which are listed for each control scenario in Table 7.3. The slopes reflect the effect of W_0 on X_4 , so that a high slope indicates a higher influence of moisture on the size and a lower stability in the final size, with a higher probability of manufacturing products out of tolerance specifications. On the other hand, low slopes indicate a better control situation and allow manufacturing products with a higher dimensional stability.

Results shown in Table 7.3 indicate that the effect of W_0 on X_4 is the same for the D₃C and h₁-D₃C strategies with a minimum slope of mean value of 0.5 mm/%. It is the same for the thickness control (h₁C) and for no control (NC), which have the opposite and higher effect (1.2 mm/%). This is because that the control of h₁ causes no effect on the final tile size (X_4). For the wet bulk density control (D₂C) it was found that the variation per unit of X_4 with respect of W_0 is the highest, 2.8 mm/%.

Those results indicate that the control strategy usually employed in industries, the control of the wet bulk density (D₂C) is the worst control strategy, even when compared to no control (NC) at all. When the wet bulk density (D₂C) is controlled, the variation in size with moisture is 2.8 mm/%, while without control (NC) the variation causes a much lower effect (1.2 mm/%) on the size. According to those results, the efforts employed to control the industrial presses taken into account the wet bulk density (D_2) as set point, which is the most widespread technique found, is ineffective. In fact, it is better not acting at all against moisture changes of the powder (NC strategy) than modifying the pressure to keep the wet bulk density (D_2) constant.

The variation of X_4 is higher when controlling the wet bulk density than if there is no control. The minimum effect of W_0 on X_4 (0.5

mm/%) is obtained when the dry bulk density is controlled in a simple or combined way.

In this work it was shown that it is possible to implement a combined control (h_1D_3C) which – keeping D_3 and h_1 constant – allows maintaining X_4 as well as h_4 within the required tolerance ranges. Thus, comparing the studied scenarios h_1-D_3C would be preferred, since it not only keeps practically constant the final tile size (Fig. 7.12), but also maintain the thickness with almost no variation in the mass (Fig. 7.13).

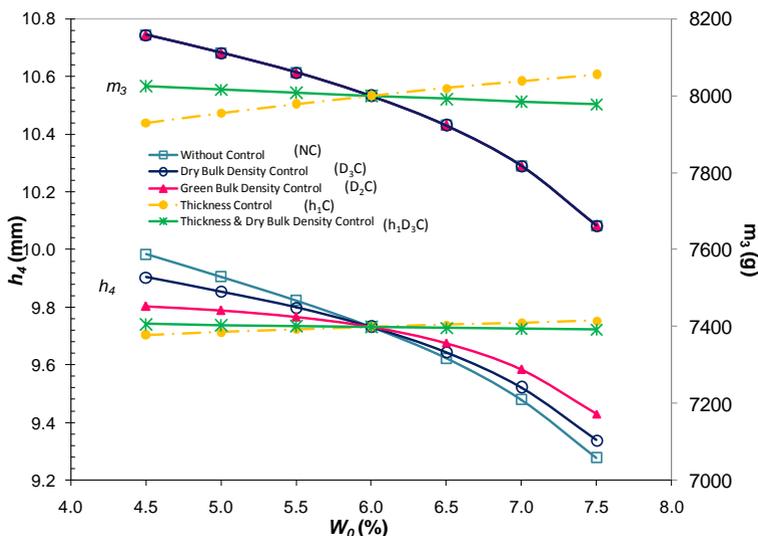


Fig. 7.13 Comparative results of the effect of moisture content (W_0) on final thickness (h_4) and mass (m_3).

The measurement of the dry bulk density (D_3) is a problem for this selected strategy (h_1-D_3C) due to the long drying time (20 to 90 min). To avoid that, it is possible to estimate D_3 through the measurement of wet bulk density (D_2) using Eq. 7.12 with the moisture content (W_0) and the dry shrinkage (S_3) values.

To illustrate the previous results from the point of view of calibres, the maximum size variation was calculated (ΔX_4^*) which would be obtained in each one of the control situation analyzed when considering a moisture variation of ± 0.5 % in the powder in the press (usual in industrial conditions) and the number of calibres (nc) considering a tolerance of 1 mm. For this tolerance the maximum

moisture variation that generates a calibre was also calculated (ΔW_0^*) in Table 7.4.

Table 7.4. Different process control strategies and number of calibres.

	$h_1C = NC$	$D_3C = h_1D_3C$	D_2C
ΔX_4^* (mm)	1.2	0.5	2.8
nc	2	1	3
ΔW_0^* (%)	± 0.4	± 1.0	± 0.2

In Table 7.4 it can be observed that the best results – lowest size variation ($\Delta X_4^* = 0.5$ mm), lower number of calibres ($nc = 1$) and highest maximum range of moisture variation for generating a calibre ($\Delta W_0^* = \pm 1.0$ mm) – correspond to the control scenario in which the dry bulk density is kept constant (D_3C). The worst results are obtained for the scenario in which the control variable is the wet bulk density (D_2C), being the no control (NC) option intermediate. This result is a direct consequence from the effect of the moisture on the final tile size, reflected by the slopes of the straight lines in Fig. 7.12.

In recently published works [Amorós et al, 2004; Mallol, 2006; Poyatos et al, 2010] the control of the dry bulk density is presented as the most suitable to maintain the final tile size constant (X_4). Nevertheless, even considering that in this work this is the best of all analyzes control scenarios; it does not allow keeping the final size of tiles constant (X_4). In fact, even if the line slope in $X_4 = f(W_0)$ for D_3C is the lowest of all (0.5 mm/%), it is not zero, and thus, keeping the dry bulk density constant does not assure that the final tile size will be held constant, just as shown in Table 7.4 ($\Delta X_4^* = 0.5$ mm).

This is due to the fact that, for keeping the tile bulk density constant, the maximum compaction pressure is changed as a function of the powder moisture in press according to the compaction diagrams. This modification affects the values of springback and drying shrinkage, changing the final size of tiles, even if the dry bulk density is kept constant. This effect was taken into account in former works. According to the results in Table 7.4., for the studied composition, this effect causes a variation of 0.5 mm in the final tile size when the moisture is changed in $\pm 0.5\%$. This means that – along the whole range of size variation (1 mm) – the margin of tolerance is reduced to the half.

This behaviour might be explained from some diagrams of cause and effect in Fig. 7.2. The classical control of dry bulk density (D_3C)

takes into account the pathway described by the bottom part of this diagram (Fig. 7.14 (b)), in which the pressure modifies the dry bulk density to keep the final size constant. However, the effect of changing pressure and moisture on S_2 and S_3 is left out, which is described by the pathway at the top part of the diagram Fig. 7.14 (a)).

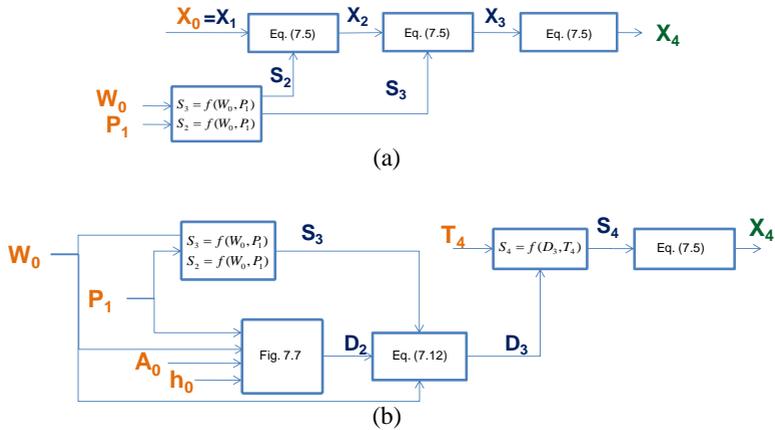


Fig. 7.14. Diagrams of cause and effect to analyse the final size of porcelain tile: different pathways from Fig. 7.2.

This result allows proposing a more advanced control of the pressing step taking into account the effect of moisture and pressure on S_2 and S_3 . The current control – based on the so-called “diagrams of isocompaction” [Amorós et al., 1982] – would be converted in a control based on “diagrams of isosize”, in which the pressing conditions would be fixed to achieve the same final tile size instead of a constant dry bulk density. In fact, the dry bulk density would not be kept constant, but would be varied slightly to compensate the variations originated from springback and drying shrinkage, in order to hold the final size constant.

7.4 CONCLUSIONS AND SUGGESTIONS

The relevant conclusions might be summarized as follows:

- The best of all scenarios of control which were analyzed to keep the final tile size constant (X_4) is the one in which the dry bulk density (D_3) is controlled and the worst is the one in which the wet bulk density (D_2) is controlled.
- For the composition analyzed (porcelain tile) and the processing conditions (moisture range from 5.5% to 7.5 %) it is better not to control the pressure (NC) than changing it to keep the wet bulk density constant (D_2).
- Even though the press control based on isodensity diagrams is among the options analyzed the suitable one to keep the final tile size within the required tolerances, it does not allow keeping the size constant, due to modifications of springback and drying shrinkage when the maximum compaction pressure is changed to keep D_3 constant.
- Changing the height of the power bed in press (h_1) permits maintaining the final tile thickness (h_4) constant; however, it has no effect on the final tile size (X_4).
- The dry bulk density (D_3) might be precisely calculated from the measured wet bulk density (D_2), the powder moisture (W_0) and the drying shrinkage (S_3).

It is suggested for further work:

- To propose a control based on diagrams of isosize which takes into account the variations in springback (S_2) and drying shrinkage (S_3) caused by changing the pressure (P_1) to keep the dry bulk density (D_3) constant as a consequence of the variations in powder moisture (W_0).
- To design a self learning system in the manufacturing plant based on former experience, since a direct control of size in industry is not viable, basically due to the time lag between pressing and firing, which might be days long. This system should provide a data base in which the distribution of sizes in each production batch, the moisture of powder, the pressure of compaction and the bulk density. In this way, the fabrication results of former batches would serve to generate an intelligent control system.

7.5 REFERENCES

- [1] F.G. Melchiades, C. Del Roveri, J. Sotério, L.L. Silva, A.O. Boschi. Controle dimensional e do formato de revestimentos cerâmicos. Parte I: dimensões. *Cerâmica Industrial*, v.6, n.5, p. 27-33, 2001.
- [2] A. Poyatos, R. Bonaque, G. Mallol, J. Boix, Nuevo sistema y metodología para la eliminación de los calibres en el proceso de fabricación de baldosas cerámicas. *Bol. Soc. Esp. Ceram.*, v.49, n.2, p. 147-151, 2010.
- [3] Chapter 5.
- [4] Chapter 6.
- [5] G. Mallol, Control y automatización en la industria cerámica - Evolución y perspectivas, in: *Actas del IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico*, Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación, Castellón, Spain, v.1 (2006) Con-47-72.
- [6] F. Lucas, Processos produtivos em revestimentos cerâmicos: variáveis de processo e possíveis causas de defeitos. *Cerâmica Industrial*, v.9, p. 7-20, 2004.
- [7] MACER S.L. in www.macer.es, 30/09/2011.
- [8] J.L. Amorós, G. Mallol, A. Mezquita, D. Llorens, F. Castro-Lopes, A. Cerisuelo, M. Vargas. Melhoria da estabilidade dimensional de peças de grês porcelânico através da medida contínua da umidade dos suportes prensados, *Cerâmica Industrial*, v.9, n.2, p. 6-15, 2004.
- [9] J.L. Amorós, A. Escardino, V. Beltrán, J.E. Enrique, Quality control in tile production. *Interceram*, v.33, n.2, p. 50-54, 1984.
- [10] J.L. Amorós, A. Blasco, J.E. Enrique, V. Beltrán, A. Escardino, Variables en la compactación de soportes cerámicos de pavimento y revestimiento. *Téc. Cerám.*, v.105, p. 792-812, 1982.
- [11] J.C. Reed. Introduction to the principles of ceramics processing. 2. ed. New York: Wiley Interscience, 1993.
- [12] D.A. Linkens, M. Chen. Expert control systems—I. Concepts, characteristics and issues. *Engineering Applications of Artificial Intelligence*, v.8, n.4, p. 413-421, 1995.
- [13] T.F. Edgar, Control of unconventional process. *J. Proc. Control*, v.6, n.2/3, p. 99-110, 1996.

8 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

8.1 CONCLUSÕES

Com respeito ao panorama geral da fabricação de porcelanato no Brasil no que se refere a controle e automação, têm-se as seguintes conclusões:

- A correção integrada do processo para eliminar os desvios existentes na linha de produção não é factível nas condições observadas atualmente, o que acarreta em perdas na produção e um alto custo operacional correspondente.
- A partir das observações de como se realizam as ações de controle (automático e manual) numa planta típica, a integração do processo não pode ser realizada mediante uma somatória de estratégias de controle aparentemente independentes entre si.
- A possibilidade de implantar controles automáticos em muitas das etapas do processo de produção justifica uma análise detalhada de cada uma etapa do ponto de vista de controle visando a integração do processo ao sugerir ações de controle que envolvam diferentes etapas simultâneas.

Em relação à análise e controle da etapa de secagem da fabricação de porcelanato, para a condição típica analisada em nível industrial, pode-se afirmar que:

- Os níveis de variação nos fatores nem sempre podem ser alterados suficientemente para obter uma resposta mensurável e significativa sem que se modifiquem as características do produto final. Para consegui-lo, algumas mudanças nas etapas de prensagem e secagem devem compensar-se com outras modificações em etapas posteriores visando manter as propriedades finais do produto.
- O tempo no qual as variáveis podem permanecer em um nível diferente ao de operação, às vezes não é suficiente para obter uma boa estabilização do processo. De essa forma, as variações esperadas podem ser mal interpretadas.
- Existe uma condição de operação que satisfaz, com mínima dispersão, um mínimo aceitável do valor da média da densidade aparente independentemente do valor de umidade do pó, que corresponde ao nível alto da velocidade dos rolos

do secador e nível baixo de pressão de compactação e temperatura do secador.

- Podem ser identificados fatores de controle como fatores de sinal (afetam a média, mas não a variabilidade), fatores que afetam a variabilidade e não a média, fatores de custo (não afetam nem a média nem a variabilidade). No entanto, é difícil encontrar um fator que só afete a dispersão sem afetar a média ou um que afete a média sem afetar a variabilidade.

Por fim, considerando os resultados obtidos para o modelamento e controle das etapas de prensagem, secagem e queima visando à manutenção das dimensões finais de um porcelanato, pode-se concluir o seguinte:

- Foi obtido e validado em escala de laboratório um modelo computacional que permite prever as variáveis intermediárias dos porcelanatos (massa, densidade aparente a seco, tamanho e espessura) e suas dimensões finais (tamanho e espessura). O modelo leva em conta a influência da umidade do pó (W_0) e/ou a pressão de compactação (P_1) e/ou a temperatura máxima de queima (T_4) sobre a densidade de preenchimento do molde (D_0), expansão pós-prensagem (S_2), retração de secagem (S_3), densidade aparente a seco (D_3) e retração de queima (S_4), de modo que equações empíricas para correlacionar essas propriedades foram obtidas para uma composição da massa definida e constante.
- Foi observado que S_2 , S_3 e S_4 apresentam diferentes ordens de grandeza sugerindo que a contribuição de S_3 para a variação dimensional não é significativa em condições de laboratório.
- A metodologia usada provou ser uma ferramenta útil para planejar e analisar experimentos para determinar a influência das condições operacionais típicas sobre as variáveis das relações empíricas necessárias para completar o modelo de cálculo. A análise dos dados obtidos mostra que:
 - Quando a umidade do pó (W_0) é aumentada, a quantidade de pó alimentada na prensa (m_0) diminui. O mesmo efeito, com uma maior intensidade, é também observado para a massa seca de peças compactadas (m_3).
 - Os tamanhos dos corpos a verde (X_2 e X_3) são levemente reduzidos quando a umidade do pó (W_0) é

- maior, e aumentam para maiores pressões de compactação (P_1), como resultado da expansão pós-prensagem (S_2)
- O tamanho final das peças (X_4) é maior para maiores umidades do pó (W_0) e pressões de compactação (P_1) devido ao aumento de densidade (D_3). O efeito de ambas as variáveis sobre X_4 é maior que sobre X_2 e X_3 .
 - A espessura das peças a verde (h_1 , h_2 e h_3) e sinterizadas (h_4) diminui para menores umidades do pó (W_0) e pressões de compactação (P_1).
- A contribuição de S_3 para a variação dimensional não é significativa em nível laboratorial, mas é importante considerar o valor de S_3 para o cálculo do modelo em escala industrial. Foi demonstrada a validade do modelo desenvolvido em escala de laboratório para prever o tamanho final e a espessura das peças em escala industrial com suficiente precisão (0,3 e 0,2 mm, respectivamente), quando se tem em conta o valor de S_3 .
 - Uma expressão que permite o cálculo da máxima variação da densidade aparente a seco (ΔD_3^*) como função do tamanho da matriz, condições operacionais (W_0 , P_1 , D_3 and T_4), ΔW_0^* e tolerância permitida de tamanho (ts) foi deduzida levando em conta não somente S_4 , mas também S_2 e S_3 . É usual em ambiente industrial que se usem modelos considerando apenas a retração de queima, não levando em conta que S_2 e S_3 podem levar a alguns erros na predição do tamanho final das peças. Entre outras razões, quando S_2 e S_3 são considerados, o valor de ΔD_3^* obtido para um tamanho específico de peça é maior do que realmente é.
 - Como usualmente em revestimentos industriais, a mesma tolerância é requerida independentemente do tamanho, foi determinado que para formatos grandes é mais difícil atingir uniformidade dimensional e que há um tamanho para o qual é fisicamente impossível atingir a especificação requerida para uma tolerância de tamanho permitida de 1 mm.
 - O modelo validado em escala industrial permitiu analisar diferentes cenários de controle. O melhor cenário de controle analisado para manter constante o tamanho final da peça (X_4) é aquele no qual se controla a densidade aparente a seco (D_3) e o pior é aquele em que se controla a densidade aparente a úmido (D_2).

- Para a composição estudada (porcelanato) e as condições de trabalho (intervalo de umidade entre 5.5 e 7.5 %) é melhor não controlar a pressão que modificá-la para manter constante a densidade aparente a úmido (D_2) das peças.
- Ainda que o controle da prensa baseado nos diagramas de isodensidade é dentre os analisados o melhor para manter o tamanho final das peças nas tolerâncias requeridas, não permite mantê-lo constante, devido às modificações da expansão pós-prensagem e retração de secagem ao mudar a pressão máxima de prensagem para manter constante D_3 .
- A modificação da altura do leito do pó (h_1) permite manter constante a espessura final das peças (h_4), no entanto não tem nenhum efeito sobre o tamanho final (X_4).
- A densidade aparente a seco das peças (D_3) pode ser calculada com precisão a partir da medida da densidade aparente em úmido (D_2), da umidade do pó a ser prensado (W_0) e do valor da retração de secagem (S_3).

8.2 SUGESTÕES

Sugerem-se para a continuidade dos trabalhos as seguintes ações:

- Desenvolver uma ferramenta (sistema especialista) que a partir das informações (variações nas variáveis escolhidas por sua importância no processo) possa gerar as melhores alternativas das decisões sobre quais variáveis modificar e em que extensão. Utilizar funções a ser otimizadas baseadas em conhecimento prévio, limitações e restrições operacionais.
- Conseguir um desempenho robusto baseado nas condições de operação na qual a média atinge o valor nominal com a menor dispersão e depois desenhar uma estratégia de controle que mantenha essa condição manipulando o fator de sinal.
- Apresentar uma estratégia de controle baseada em diagramas de isotamanho que tenha em conta as variações na expansão pós-prensagem (S_2) e na retração de secagem (S_3) provocadas pela mudança na pressão (P_1) para manter constante o valor da densidade aparente a seco das peças (D_3) como consequência das variações da umidade do pó (W_0).

- Gerar um sistema de auto-aprendizagem do sistema de fabricação baseado nas experiências anteriores, já que não é possível um controle industrial direto do tamanho, devido à defasagem temporal existente entre as operações de prensagem e queima (dias). Este sistema deve dispor de uma base de dados que reflita a distribuição dos tamanhos de cada lote de fabricação, a umidade do pó na prensa durante o processamento do lote, a pressão na qual as peças tenham sido prensadas e sua densidade aparente. Desse modo, os resultados de fabricação de lotes anteriores servem para gerar um sistema de controle inteligente.