

1. INTRODUÇÃO

As primeiras cerâmicas para revestimento arquitetônico só surgiram por volta de 500 a.C., permanecendo por vários séculos como materiais de uso restrito devido ao alto custo. Avanços no setor foram introduzidos pelos ceramistas italianos por volta de 1950 pela transformação dos processos de produção^[1].

Segundo a Abceram^[2] (Associação Brasileira de Cerâmica), a definição para materiais cerâmicos é a de materiais constituídos por produtos químicos inorgânicos, exceto os metais e suas ligas, que são obtidos geralmente após tratamento térmico em temperaturas elevadas.

A formulação de uma massa cerâmica para revestimento, com as devidas modificações pode ser composta, como a transcrita por Ferrari^[3], em:

- materiais argilosos, que dão suficiente plasticidade para se obter uma forma definida;
- materiais como o talco, quartzo, calcários e outros, que servem para obter qualidades particulares resultantes de suas composições químicas;
- aditivos, principalmente para melhorar a reologia das suspensões aquosas, podendo ser inorgânicos ou orgânicos.

Sendo as argilas a matéria-prima principal da cerâmica, é necessária sua definição, que, de acordo com a Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT, são compostas por partículas coloidais de diâmetro inferior a 0,005 mm, com alta plasticidade quando úmidas e que, quando secas, formam torrões dificilmente desagregáveis pela pressão dos dedos. Podem ser definidas quimicamente como silicatos de alumínio hidratados, na sua forma mais pura.

A caracterização físico-química das matérias-primas é fundamental para a obtenção de peças com propriedades finais desejadas, que juntamente ao conhecimento e controle de todas as etapas do processo industrial, podem eliminar ou reduzir defeitos de fabricação, tais como: trincas, retração, compactação, fundência, absorção de água e resistência mecânica.

A distribuição granulométrica das partículas do pó atomizado é determinada na maioria das indústrias do ramo de produção de revestimentos cerâmicos, devido à sua importância para o empacotamento das peças na etapa de

conformação, que se bem controlada, anule determinados tipos de defeitos. O pó atomizado nada mais é do que o conjunto de partículas de todos os argilo-minerais envolvidos na moagem da massa cerâmica.

Na indústria, o controle granulométrico do pó atomizado é feito periodicamente com auxílio de peneiras, sendo estas com aberturas de malhas diferentes e dispostas conforme padronizações.

Durante a sinterização da peça cerâmica, há a formação de materiais vítreos que recobrirão uma determinada quantidade de poros, resultando num produto de melhores qualidades intrínsecas, tais como: menor absorção de água, maior resistência mecânica, entre outras. Porém, a porosidade deve ser controlada, pois os poros fechados podem gerar tensões internas no material, resultando no surgimento de trincas e, conseqüentemente, diminui a resistência mecânica do corpo cerâmico. Podem gerar ainda, alterações dimensionais^[4].

A resistência mecânica do material sinterizado se deve normalmente às reações na sinterização, que conduzem à formação de compostos dotados de boas características mecânicas e que além disto, está influenciada pela estrutura da peça prensada e pela granulometria dos componentes da massa.

É evidente que para se obter de uma mistura de matérias-primas um produto compacto, de elevada resistência mecânica, a temperatura de queima deve ser tal que determine um forte desenvolvimento de fases fluidas cuja viscosidade seja suficiente para permitir um parcial (ou total) preenchimento dos poros sem que intervenham deformações nos queimados^[5].

A alta competitividade nos mercados consumidores de revestimentos cerâmicos, tanto no Brasil, quanto no mercado externo, assim como nos principais países produtores, China, Itália, Espanha, Indonésia, Turquia, México, entre outros^[6], fez com que a qualidade final dos produtos cerâmicos, tivesse que ser exigida ao máximo.

A partir de um produto cerâmico, um revestimento semivitrificado (semi-poroso), com absorção de água de 7,5%, o qual foi chamado de M-155, buscou-se outro, um revestimento vitrificado, com absorção de água menor que 3%, chamado de FP-58, assim foram estudados os comportamentos e os tipos das matérias-primas empregadas nas composições destas duas massas cerâmicas pelas caracterizações físico-químicas e suas necessidades de processamento.

A análise destas duas massas cerâmicas dá suporte técnico para o aumento da qualidade do produto final, principalmente na exportação para alguns países, como os Estados Unidos, que exigem produtos baseados na norma americana ASTM (American Society for Testing and Materials), sendo esta, mais rigorosa que as normas que regem o mercado nacional, como a ISO (Internacional Standard for Organization) 10545, própria para revestimentos cerâmicos.

O tipo de processo fabril também foi analisado, já que existem diferenças entre o modo de fabricação destes dois produtos e a indústria deve estar preparada para adequar as matérias-primas específicas às condições de processo, pois existem determinadas particularidades que refletem na qualidade dos revestimentos cerâmicos. Assim sendo, o desenvolvimento das massas cerâmicas deve seguir às especificações do revestimento cerâmico que se deseja fabricar, e a partir deste momento aplicar as matérias-primas que ofereçam comportamentos adequados e que atendam desta forma ao processamento.

Este trabalho tem os objetivos de rastrear produtos, estudar maneiras de obter revestimentos mais resistentes e com menor absorção de água, ficando aptos ao atendimento do mercado externo, e conseqüentemente, do mercado interno.

A ANFACER (Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica), mostra o perfil dos revestimentos cerâmicos no mercado nacional, distribuídos em:

- 4% de porcelanato (AA < 0,5%);
- 7% de grés (AA de 0,5 a 3,0%);
- 18% de semi-grés (AA de 3,0 a 6,0%);
- 30% de poroso (AA > 10%);
- 41% de semi-poroso (AA de 6 a 10%).

Produtos semi-porosos são aqueles pertencentes à faixa de absorção de água do produto de massa M-155 (6 a 10%) e que são os mais produzidos no mercado nacional. O produto desenvolvido, "grés", pertence à classe de produtos com absorção de água inferior a 3%, que é o mais próximo, tecnicamente, do porcelanato, um produto sofisticado com excelentes propriedades finais, tais como: absorção de água menor que 0,5% e elevada resistência mecânica.

O Brasil é, pela ANFACER, um dos cinco países que mais exportam revestimentos cerâmicos, com isso os produtos de grés se revelam uma boa alternativa para exportação, por suas características, ficando entre os produtos semi-

porosos e os porcelanatos.

Algumas análises e ensaios, tais como: fluorescência de raios X, carga de ruptura do material, absorção de água, queima e distribuição granulométrica, foram técnicas importantes para o apoio em todas as etapas de estudo da produção dos revestimentos cerâmicos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O futuro do cenário mundial dos centros produtores de revestimentos cerâmicos depende muito do comportamento dos centros consumidores, que estão se tornando cada vez mais exigentes em termos de “*design*” de produtos, mas principalmente, em qualidade. Por isso, se faz importante o desenvolvimento de produtos cerâmicos com características técnicas melhores, tais como baixa absorção de água e, conseqüentemente, alta resistência mecânica, que também possam agregar valores a esses produtos^[7].

O termo “revestimentos” é usado genericamente tanto para os revestimentos (parede) quanto para os pavimentos (chão) cerâmicos^[7]. O mercado consumidor atual aceita esta terminologia, adotando “revestimentos cerâmicos” como uma forma geral para materiais de acabamento^[7].

2.1. CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS

Os materiais cerâmicos são compostos por elementos metálicos e semimetálicos, freqüentemente óxidos, nitretos e carbetos. Os materiais compostos por minerais argilosos, cimentos e vidros, são os mais comuns. As principais características são a baixa condutividade térmica e elétrica, resistência mecânica a altas temperaturas e comportamento frágil quando submetidos a tensões^[8].

2.2. ALGUMAS CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS DOS REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Existem diferentes tipos de revestimentos cerâmicos sejam nos formatos, tipologias, mas principalmente, nas características técnicas do produto final. Assim sendo, os produtos são classificados quanto às classes de absorção de água.

Por meio das normas, americana ASTM/ANSI C 973-88^[9], e da norma ISO

10545-3^[10] pode-se distinguir materiais vitrificados de não-vitrificados, simplesmente pela absorção de água.

Os materiais denominados de “grés” podem ser definidos como materiais cerâmicos muito compactos, constituídos por várias fases cristalinas dispersas em matriz vítrea, e que pela norma ISO 10545-3^[10], que rege o mercado nacional, são classificados no grupo BIb de absorção de água.

As Tabelas 2.1 e 2.2 mostram a classificação dos produtos, segundo as normas, americana ASTM/ANSI C 973-88^[9] e ISO 10545^[10].

TABELA 2.1 – CLASSIFICAÇÃO DOS PRODUTOS PELA ABSORÇÃO DE ÁGUA SEGUNDO A NORMA ASTM/ANSI A.137.1

Revestimentos cerâmicos				
Absorção de água (%)	AA ≤ 0,5	0,5 < AA ≤ 3,0	3,0 < AA ≤ 7,0	7 < AA ≤ 18,0
Classificação	Muito vitrificado	Vitrificado	Semivitrificado	Não vitrificado*

* Revestimentos para parede (azulejos)

TABELA 2.2 – CLASSIFICAÇÃO DOS PRODUTOS PELOS GRUPOS DE ABSORÇÃO DE ÁGUA SEGUNDO A NORMA ISO 10545

Revestimentos Cerâmicos				
Absorção de água (%)	AA < 3,0	3,0 < AA < 6,0	6,0 < AA < 10,0	AA > 10,0
Grupos	BIb	BIla	BIlb	BIll *

* Revestimentos para parede (azulejos)

Existe uma relação entre a porosidade do corpo cerâmico e a sua resistência mecânica, medida pela carga de ruptura (N) ou pelo módulo de resistência à flexão do material (N/mm²), onde se pode verificar, experimentalmente, que quanto maior a porosidade menor a resistência mecânica e vice-versa. Então se nota pelas Tabelas 2.1 e 2.2 que um produto com maior resistência mecânica, ou seja, com uma qualidade técnica superior, necessita de uma absorção de água tendendo a zero, ou a menor possível.

Deve-se levar em consideração que o processamento dos revestimentos cerâmicos também contribui para que essas variáveis sejam inversamente proporcionais.

2.3. MATÉRIAS-PRIMAS CERÂMICAS

As matérias-primas usadas na fabricação de produtos cerâmicos têm origem na natureza, podendo citar alguns minerais: argilas, feldspatos, albitas, filitos, talcos, calcários entre outros^[11]. Algumas são empregadas em sua forma natural (bruta), outras são previamente beneficiadas e processadas, agilizando o processo.

Uma generalização que deve ser feita é a de que algumas matérias-primas para determinados produtos (tijolos, concretos, refratários, etc.) recebem pouco ou nenhum processamento prévio, enquanto que para outros são intensamente beneficiadas. Por outro lado, há uma tendência para o processamento adicional (trituração, britagem, etc.) das matérias-primas, porque, hoje existem maiores exigências quanto às propriedades dos materiais^[12]. Outro ponto importante é a seleção cuidadosa e detalhada das matérias-primas, a fim de obter produtos finais com as características desejadas e que atendam as exigências do mercado.

2.3.1. Argilas

A principal matéria-prima utilizada para a produção dos revestimentos cerâmicos é a argila, que é composta por partículas coloidais de diâmetro inferior a 0,005 mm, com alta plasticidade quando úmida, e que, quando seca, forma torrões dificilmente desagregáveis pela pressão dos dedos, segundo a ABNT.

Conforme Van Vlack^[12], outras matérias-primas também são diretamente usadas nos processos de conformação para obtenção de materiais cerâmicos para revestimento, tais como: calcário, quartzo e minerais semelhantes, já citados como:

feldspatos, talcos, filitos. A maioria desses materiais está abundantemente distribuída na natureza, e sua seleção se faz em dois critérios:

- 1) economia de mineração e transporte;
- 2) ausência (ou presença) de impurezas.

Pela identificação e quantificação dos diferentes elementos químicos que compõem os minerais de argilas, utilizando-se das técnicas de fluorescência de raios X, é possível direcionar a melhor utilização ou aplicação para processos industriais de materiais cerâmicos para revestimento. Para uma argila ser considerada de boa qualidade e ser usada para uma determinada função é necessário que a mesma apresente uma composição química apropriada e, também, sejam conhecidas as quantidades de SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Fe_2O_3 , Na_2O , MgO , CaO e mais alguns óxidos que podem estar presentes em menores quantidades. As argilas podem ser definidas, quimicamente, na sua forma mais pura, como silicatos de alumínio hidratados, $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Porém, impurezas encontradas na estrutura de uma argila, tal qual os óxidos de alguns elementos como o potássio, ferro, sódio, magnésio, cálcio e outros, determinam suas características ^[13,14]. Altos teores de Fe_2O_3 impõem à massa cerâmica uma coloração avermelhada.

2.3.2. Feldspatos

Os feldspatos são minerais que têm a função de diminuir a temperatura de formação de fase líquida durante a etapa de queima. Ou seja, são conhecidos por materiais fundentes. Quimicamente podem se distinguir em ^[14,15]:

- Ortoclásio: feldspato potássico - KAlSi_3O_8 ;
- Albita: feldspato sódico – $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$;
- Anortitas: feldspato cálcico – $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$.

São materiais, portanto, responsáveis pela diminuição da porosidade das peças cerâmicas, principalmente, para produtos de grés e grés porcelanato, abaixando os índices de absorção de água ^[15,16], e conseqüentemente aumentando

os valores de resistência mecânica (carga de ruptura) dos revestimentos cerâmicos.

Para promover a formação de fase líquida, os elementos mais eficazes são os óxidos de metais alcalinos, Na_2O e K_2O , e alcalinos terrosos, CaO e MgO . Porém nesta fase líquida, um ponto importante é a viscosidade, que pode ser determinada e/ou controlada pela proporção de óxidos formadores de vidro (SiO_2 e Al_2O_3) e dos óxidos modificadores de rede (Na_2O e K_2O)^[16].

Contribui ainda, a relação Na/K. A adição de albita (feldspato sódico) ao ortoclásio (feldspato potássico) favorece a formação da fase líquida, diminuindo a temperatura de sinterização, não só para os porcelanatos, mas também para produtos de grés. Assim, os revestimentos, sejam porcelanatos ou grés, em que se utilizaram deste fundamento, apresentaram maior resistência mecânica e menor absorção de água, mas a retração linear aumentou^[17].

A fase vítrea se apresenta a temperaturas mais baixas em corpos com proporções de sódio maiores que potássio, fazendo com que o material seja mais fundente. Este ponto é importante para uma análise em massas cerâmicas direcionadas à fabricação de produtos com valores menores de absorção de água.

Então, o líquido formado durante a queima por um material fundente em temperaturas mais baixas, tende a preencher os espaços vazios do corpo cerâmico, reduzindo ou eliminando a porosidade, dependendo da viscosidade de fusão^[15].

2.3.3. Materiais fundentes

Além dos feldspatos que são usados em composições de massas cerâmicas atuando como fundentes podem ser, ainda utilizados, os filitos e os talcos.

2.3.3.1. Filitos

São rochas metamórficas, constituídas por caulinita $[\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4]$,

quartzo (SiO_2) e mica $[\text{Al}_2\text{K}(\text{Si}_{1,5}\text{Al}_{0,5}\text{O}_5)_2(\text{OH})_2]$, e que são utilizados para substituição parcial dos feldspatos pelo alto teor de potássio que pode ser encontrado e verificado pela análise química de sua composição. Na natureza, são materiais facilmente friáveis, porém se apresentam como uma rocha dura (material rochoso). Com um grande valor prático para o processo cerâmico, os filitos têm baixo resíduo em peneiras de malha 200 Mesh (número de abertura por polegada linear^[18]), o que possibilita o seu uso sem praticamente nenhum beneficiamento prévio na composição de massas cerâmicas, em quaisquer que sejam as finalidades [14].

Podem ser encontrados na natureza com cores variadas, partindo do branco ou branco-acinzentado a avermelhado, passando pelo amarelo, bege ao verde claro [14].

2.3.3.2. Talcos

Também chamados de rochas talcosas, são rochas moles, com untuosidade ao tato, com estrutura lamelar ou em camadas. O nome talco, que é um silicato de magnésio hidratado, é aplicado preferencialmente à espécie mineralógica de composição $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [14].

Peças de revestimentos cerâmicos processados por prensagem e que contenham talco, podem adquirir certas características tecnológicas, tais como:

- i) maior resistência ao choque térmico, para ciclos rápidos de queima;
- ii) maior resistência mecânica;
- iii) menor retração de queima;
- iv) menor temperatura de fusão das massas cerâmicas dependendo da quantidade.

A alta resistência ao choque térmico se deve à formação de eutéticos de cordierita ($\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$), clino-esteatita e cristobalita (forma cristalina de alta

temperatura de SiO_2)^[14,18].

Reações eutéticas são termodinamicamente reversíveis, onde sob resfriamento abaixo da temperatura eutética, a fase líquida se dissocia em duas outras fases sólidas de composições completamente diferentes, conforme a reação^[18,19,20]:



2.4. MASSAS CERÂMICAS

Em geral as massas cerâmicas são compostas por materiais argilosos e não-argilosos; materiais fundentes e refratários; e aditivos que possam melhorar a reologia das suspensões aquosas, podendo ser orgânicos ou inorgânicos^[3].

Mas é necessária que, primeiramente, seja conhecida a propriedade final do produto que se deseja fabricar para que as massas cerâmicas sejam desenvolvidas para atender as especificações solicitadas, principalmente, pelos mercados consumidores.

As massas que compõem os corpos cerâmicos, também chamados de biscoito ou suporte, podem ser classificadas de acordo com as matérias-primas empregadas, em^[21]:

- i) **massa simples ou natural:** são aquelas que se referem à utilização de uma só matéria-prima, e que dispensa as necessárias proporções entre os minerais, permitindo a fabricação da peça cerâmica desejada. Como exemplo, pode-se citar as massas para o fabrico de telhas, tijolos e revestimentos via-seca. Podem ainda conter, às vezes, a mistura de mais de uma argila ou de materiais argilo-arenosos.
- ii) **massa composta ou artificial:** são aquelas compostas por uma mistura de diversas matérias-primas, cada uma com suas proporções devidamente estabelecidas em peso ou volume.

Referem-se, por exemplo, às massas de louças sanitárias e de revestimentos via-úmida.

As matérias-primas que compõem a massa, principalmente a massa composta, são agrupadas em *plásticas* e *não-plásticas*. Os materiais plásticos apresentam importantes características na etapa de conformação das peças cerâmicas, como moldagem e resistência mecânica a verde ^[21].

O termo plasticidade diz respeito à capacidade de um material ser deformado plasticamente sem romper, permanecendo no estado deformado ^[18].

Os materiais não-plásticos atuam também na etapa de conformação e secagem, com a função de diminuir a retração das peças e ajudando na secagem. Estes materiais trabalham em equilíbrio com os materiais plásticos, controlando as transformações e deformações. Os materiais não-plásticos podem se apresentar ainda como inertes, vitrificantes e fundentes, na fase de queima ^[21].

Os materiais fundentes e refratários devem ser dosados proporcionalmente nas massas cerâmicas, de modo que atendam as características do produto desejado. Uma aplicação demasiada em materiais fundentes, apesar das vantagens que aparentemente proporcionam em relação à diminuição da porosidade e conseqüentemente aumento na resistência mecânica e redução na absorção de água nos revestimentos cerâmicos, pode provocar alguns problemas, como falta de estabilidade dimensional e deformação nas peças obtidas ^[16].

Enfim, deve-se considerar três aspectos na avaliação e/ou desenvolvimento de uma massa, que são ^[16]:

- i) **a fabricabilidade:** que é a aplicação da massa desenvolvida no processo de fabricação, e que seu comportamento seja condizente com as situações reais de uma indústria cerâmica;
- ii) **as características do produto final:** as massas devem suprir as características desejadas para o produto final, tais como: resistência mecânica, absorção de água, planaridade e

- tamanho (estabilidade dimensional);
- iii) **aspectos econômicos:** adequar as características finais e a massa desenvolvida à logística de transporte das matérias-primas até a indústria, reduzindo assim custos de fabricação.

2.5. PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Não só da natureza química e dos comportamentos físicos das matérias-primas que os revestimentos cerâmicos dependem para atender suas características finais. Dependem, também, do processo produtivo e dos controles de suas variáveis, avaliando as interações entre os aspectos tecnológicos de origem físico-química e os parâmetros de processamento nas várias etapas do processo [22].

A seqüência deste processo de fabricação compreende algumas etapas, as quais estão descritas no fluxograma apresentado na Figura 2.1:

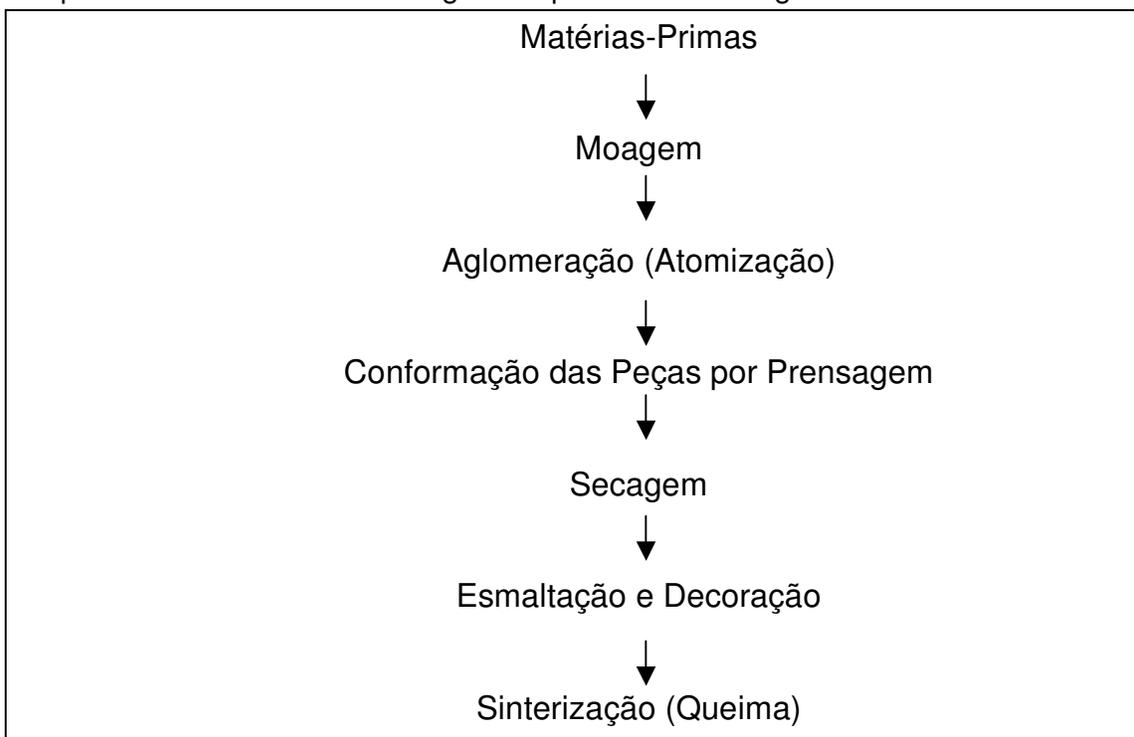


FIGURA 2.1 – FLUXOGRAMA DO PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS – VIA ÚMIDA.

2.5.1. Moagem

O objetivo da moagem é diminuir, o máximo possível, o tamanho das partículas das matérias-primas envolvidas no processo e garantir a homogeneização da massa cerâmica dentro de uma distribuição granulométrica definida. É uma etapa em que se deve ter um controle sobre a granulometria da barbotina, que é uma solução resultante da moagem e que consiste de matérias-primas e água, isto dentro de um processo de moagem chamado *via-úmido*. Um alto grau de moagem pode influenciar na reatividade entre os vários componentes durante a queima devido à maior área de contato superficial entre as partículas, e com isso contribuir na melhoria da resistência mecânica do material queimado [22, 23].

Na moagem das matérias-primas devem ser distinguidas diferentes etapas de redução, todas em função do seu tamanho médio de partículas e pode ser feito a partir de: britadores, cujo objetivo básico é a ruptura de material em tamanhos compreendidos entre 5 cm e 1 cm; os trituradores ou desagregadores, para tamanhos próximos ao milímetro, e os moinhos até a distribuição granulométrica desejada. A dureza das matérias-primas a moer passa a ser fator determinante na seleção do equipamento. Um dos equipamentos mais utilizados no processo de moagem é o moinho de bolas.

2.5.1.1. Moinhos de Bolas

Consistem em recipientes cilíndricos com carcaça metálica e que contém alojados em seu interior bolas de material duro e de tamanhos variados, conforme Figura 2.2. Estas bolas podem ser constituídas por materiais tais como seixos (quartzo) com densidade de $2,4 \text{ g/cm}^3$, porcelana com densidade de $2,4 \text{ g/cm}^3$ ou ainda alumina com densidade de $3,6 \text{ g/cm}^3$. O material e a distribuição destas bolas estão associados ao tipo de material que será moído. Geralmente são usados três diâmetros diferentes de esferas, e pode-se ainda, adotar o uso de um tipo de

material ou a mistura de dois tipos, seixos e alumina, por exemplo. A quantidade do meio de moagem também influencia na eficiência e otimização desta etapa do processo e pode ser calculada pela expressão 2.1^[24].

$$Q = \frac{V_u \cdot d \cdot p \cdot 0,60}{100} \quad (2.1)$$

Onde:

Q: quantidade do meio de moagem (Kg);

V_u: Volume útil do moinho (L);

d: densidade do meio de moagem (g/cm³);

p: percentual de ocupação aparente do meio de moagem;

0,60: fator que se considera para o volume ocupado por bolas, o restante são espaços vazios.



FIGURA 2.2 – MOINHO DE BOLAS ^[25].

Em relação à quantidade de produto a moer não existe uma regra geral, mas algumas indicações são importantes tais como: a barbotina formada deve cobrir ligeiramente as bolas e o mais eficaz ainda é o teste industrial, avaliando na prática

os resultados mais positivos para cada indústria.

Os moinhos são dotados de movimento de rotação, fazendo com que as bolas desloquem-se, produzindo a moagem por choque e atrito com o material a ser moído. Porém este movimento precisa ser controlado pela velocidade de rotação e deve ser tal que o material não sofra moagem excessiva e nem deixe de moer. Uma boa condição é quando a aceleração centrífuga gira em torno de 60% da aceleração da gravidade, chamado de efeito *cascata*, onde as esferas rolam umas sobre as outras atuando como máxima ação de moagem e tendo um desgaste mínimo das esferas. O valor ótimo da velocidade de moagem corresponde a valores próximos entre 50 a 70% da velocidade crítica, que pode ser calculada pela expressão 2.2 [24,26].

$$V_c = \frac{42,3}{D_i^{1/2}} \quad (2.2)$$

Onde:

V_c: velocidade crítica (rpm);

D_i: diâmetro interno do moinho (m)

Um tempo de moagem elevado não corresponde em regra, uma maior moagem conforme mostrado na Figura 2.3, pois dependendo da dureza das matérias-primas, o excesso no tempo de moagem, com a tentativa de baixar o resíduo, pode somente elevar os custos de processo. Por outro lado, uma escassa moagem pode provocar a presença de partículas grossas na massa, e desencadear variações de tamanho no produto final [5,24].

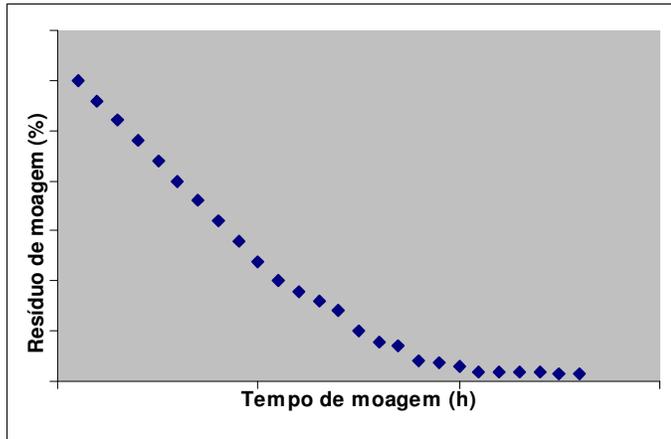


FIGURA 2.3 – GRÁFICO DO RESÍDUO DE MOAGEM.

2.5.1.2. Densidade e viscosidade da barbotina

Em suspensões cerâmicas, preparadas para a atomização (etapa posterior à moagem, ver Figura 2.1) é importante conhecer o teor de sólidos e, em consequência, a densidade já que a capacidade produtiva do atomizador é totalmente limitada pela quantidade máxima de água a evaporar, portanto, um maior conteúdo em sólidos na barbotina, gera menor consumo energético e maior produção. A expressão 2.3 descreve a relação de densidade:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2.3)$$

Onde:

ρ : densidade (g/cm^3);

m: massa (g);

V: volume (cm^3).

A viscosidade é uma variável importante nas massas cerâmicas. Em barbotinas preparadas para a atomização onde é necessário aumentar o conteúdo

de sólidos até onde seja possível, este parâmetro tem um papel importante no rendimento da moagem. Pode-se definir viscosidade como a dificuldade que apresenta um fluido ao movimento ^[27].

Na moagem a adição de água é limitada, como já descrito anteriormente, e com isso há um aumento na viscosidade da barbotina. Como a densidade não pode ser variada a única solução consiste na adição de um agente defloculante, que é um produto químico que pode atuar de duas maneiras: por troca iônica (silicato de sódio – Na_2SiO_3) ou por encapsulamento usando um defloculante polimérico. Com isso, as suspensões cerâmicas fluem melhor e aceleram as descargas dos moinhos industriais, dando ritmo ao processo nas indústrias ^[28,29].

2.5.2. Atomização

Nesta etapa do processo é realizada a evaporação parcial da água da barbotina, acarretando assim a formação de aglomerados esféricos (também conhecido por *pó atomizado*) com características e propriedades adequadas como o tamanho e o formato, para as operações seguintes como a alimentação da prensa e a prensagem ^[23,27].

A distribuição granulométrica das massas cerâmicas e dos aglomerados deve ser perfeitamente controlada, que é ponto importante para a etapa de prensagem. Esta variação nos tamanhos dos aglomerados formados é resultado da operação de atomização e consiste em três etapas: formação das gotículas, secagem das gotículas em ar quente e separação do pó seco. A formação dos aglomerados se dá então pela retirada da água e os seus tamanhos são previamente determinados pelos diâmetros das aberturas dos bicos pulverizadores do equipamento ^[24,27]. A Figura 2.4 mostra a forma “arredondada” de um aglomerado.

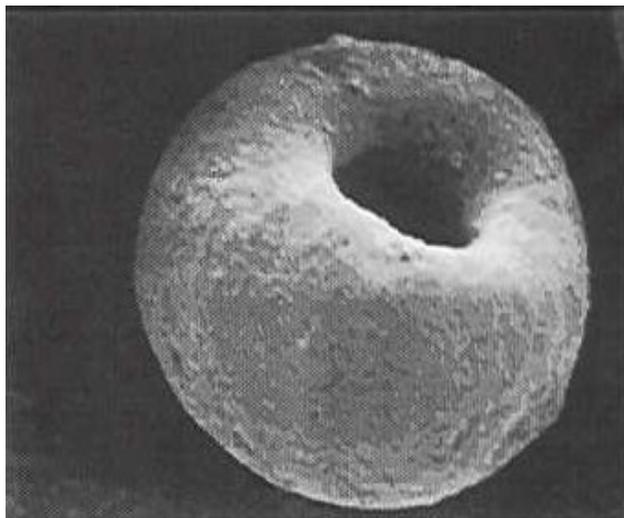


FIGURA 2.4 – AGLOMERADO^[25].

2.5.2.1. Atomizadores (“*Spray-drier*”)

São equipamentos que apresentam, uma câmara de secagem, uma parte interna em aço inox, uma parte intermediária com revestimento de lã de vidro de camada dupla e uma parte externa em chapa de alumínio (Figura 2.5). São projetados para a retirada de água pela pulverização da barbotina a contra corrente de ar quente dentro da câmara, cuja temperatura varia entre 400 e 550 °C. Podem ser equipamentos compostos por coroa porta bicos ou ainda de lanças porta bicos. Pela pressão que é injetada a barbotina para dentro da câmara, pelos diâmetros destes bicos pulverizadores, densidade e viscosidade da barbotina se determina a distribuição granulométrica dos aglomerados. As gotículas formadas apresentam um movimento ascendente em fluxo de ar quente em forma de espiral ^[24,28,30].



FIGURA 2.5 – ATOMIZADOR^[25].

2.5.2.2. Defeitos relacionados a atomização

A variação na umidade do pó atomizado pode gerar defeitos nas características mecânicas a cru das peças prensadas e trincas na etapa de secagem. Todavia, são defeitos provenientes da atomização. Para isentar ou diminuir estas anomalias, a determinação do teor de umidade dos pós deve ser realizada com frequência dentro da indústria. Outro ponto a avaliar é a determinação da resistência a cru e, ainda, controlar os equipamentos de distribuição da água nos atomizadores, a temperatura do ar dentro da câmara e, por último, deixar o pó atomizado (úmido) em “descanso” nos silos de estocagem por alguns dias, a fim de uniformizar a umidade. Este conceito se aplica para pós excessivamente úmidos e para os extremamente secos. Um excesso de umidade pode gerar baixo escorrimento dos grãos, sujeira nos estampos das prensas e o aparecimento de

“coração negro” em alguns casos ^[5].

“Coração negro” consiste em uma região escura (geralmente cinza) que se estende, paralelamente à face e próxima a meia altura da espessura, ao longo da peça. A sua origem está relacionada à presença de compostos de carbono (matéria orgânica), óxido de ferro nas argilas e excesso de umidade no pó atomizado ^[31].

2.5.3. Prensagem (compactação)

É uma das etapas mais importantes do processo de fabricação de revestimentos cerâmicos, pois uma má compactação dos aglomerados pode acarretar vários defeitos nas peças cerâmicas.

As partículas das matérias-primas (aglomerados) são comprimidas até um menor volume possível, por meio de uma pressão exercida, obtendo-se um empacotamento e agregação destas partículas. O empacotamento vem a ser o preenchimento total ou parcial dos espaços, com o uso de partículas que podem ser de formatos irregulares ou arredondados. Sendo assim, pode-se obter alta densidade aparente a cru, mas que seja compatível com os problemas de “coração negro” ou desgaseificação, que podem ocorrer durante a etapa de queima (sinterização) ^[13,22].

O que pode contribuir para um bom empacotamento é a forma, o arranjo e a distribuição dos tamanhos das partículas. Uma completa caracterização da barbotina, habitualmente composta por partículas sólidas em suspensão aquosa suficientemente defloculada (dispersa), preparada para a atomização é importante para o processo de produção do pó atomizado, isto inclui sua densidade e viscosidade ^[30].

Na Figura 2.6 é mostrado teoricamente, como deve se comportar a distribuição granulométrica do pó atomizado para uma boa compactação.

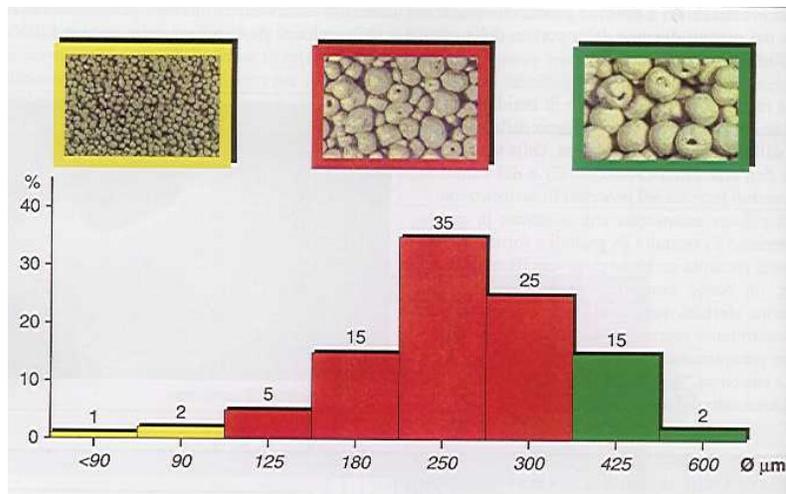


FIGURA 2.6 – DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA [25].

2.5.3.1. Prensas

Para a fabricação de peças de revestimentos cerâmicos são utilizadas prensas hidráulicas (Figura 2.7) para a compactação dos aglomerados, conferindo-lhes além da resistência mecânica a cru, a forma geométrica desejada.

As prensas hidráulicas são equipamentos onde a ação da prensagem se dá mediante a transformação de energia hidráulica em força de deformação. Um pistão de duplo efeito que se move no interior de um êmbolo, é o órgão principal do movimento da máquina. Estas prensas têm como características principais a *constância na força de prensagem*, que influencia diretamente na retração das peças cerâmicas após a queima pela pressão de compactação, ou seja, quanto maior a pressão de prensagem, menor será a retração do produto acabado e vice-versa; a granulometria; a umidade e a distribuição de pó nos estampos, que são condições que afetam o pó a prensar e, a *constância no tempo do ciclo de prensagem* que dá condição à alta produtividade^[21,24,28].

Pode-se dizer ainda que em peças com alta densidade aparente a cru, são encontrados valores de umidade do pó elevados ou uma maior pressão de compactação. Estas três variáveis são importantes, pois determinam as características do módulo de ruptura das peças cruas e queimadas, a absorção de água e a retração linear após a queima.



FIGURA 2.7 - PRENSA HIDRÁULICA^[25].

2.5.3.2. Considerações sobre a prensagem

Outro conceito de prensagem é a densificação da peça a cru, no sentido de eliminação dos vazios existentes entre as partículas da massa. A total eliminação dos chamados vazios é impossível, pois a massa teria seu peso específico real devido a ausência da deformação plástica.

- *Alimentação do pó e estampos*

O carrinho alimentador consiste em uma grelha que transporta o pó que vêm dos silos da prensa e o transfere por queda na cavidade do estampo,

previamente regulada para a espessura desejada, da forma mais uniforme possível^[5,32].

- *Produtos cerâmicos*

Parte dos defeitos no produto acabado têm origem na prensagem, porém as suas causas podem ser as mais variadas, podendo ser ^[5,32]:

- i) baixa carga na prensagem: encontram-se, algumas vezes, vazios que determinam macroscopicamente laminações ou trincas nas peças. Estes defeitos provêm da impossibilidade de eliminar parte do ar contido entre as diversas partículas do pó, não dependendo da composição ou da moagem, mas da insuficiente homogeneidade da granulometria e umidade dos mesmos. Quando muito baixa, a umidade pode fazer com que as peças não alcancem a compactação suficiente para suportar as operações sucessivas à conformação;
- ii) laminação: ocorre devido à incorporação de ar no corpo da peça. Defeito que obviamente acontece quanto maior for a quantidade de ar presente na carga em que se concentra alta porcentagem de finos;
- iii) geometria: podem ser originados pela composição da massa, pelo método de preparação dos pós, umidade e granulometria dos pós e a densidade do material prensado;
- iv) sujeira no estampo: quanto mais úmido for o pó, maior a tendência de sujar o estampo.

Deve-se evitar em primeiro lugar, o aparecimento dos defeitos, e não individualizar as causas quando eles já tenham se manifestado. Para o controle do processo, é importante implantar na etapa de prensagem, uma metodologia de trabalho, que se traduza posteriormente em benefícios para a indústria ^[5].

2.5.4. Secagem

A operação de secagem é considerada aparentemente simples, uma vez que os fenômenos físicos que são verificados durante a evaporação de umidade residual das massas cerâmicas são evidentes e controláveis. O único problema neste caso é exclusivamente do equipamento a ser utilizado nesta etapa. Com a evaporação da água residual, nota-se um aumento na resistência mecânica da peça cerâmica crua, e que é atribuída pela densificação provocada pelo empacotamento e atração de partículas que aumentam as forças de ligação entre elas ^[23,24].

É um processo térmico que realiza a eliminação de grande parte da água de constituição e de adição, e depende de alguns fatores: estado do ar (temperatura e umidade), a quantidade de ar em contato com o material a secar, a superfície específica do material (relação superfície/volume) e a natureza do material ^[28].

2.5.4.1. Secadores

Os secadores utilizados no processo industrial para a fabricação de revestimentos cerâmicos são equipamentos de secagem por meio de calor, e podem ser divididos em secadores contínuos *horizontais* ou *verticais* ^[24]. A Figura 2.8 mostra o esquema de um secador tipo vertical.

As peças cerâmicas entram no secador com o objetivo de retirarem certa quantidade de água, necessária na etapa de prensagem. Com isso, as peças sofrem uma redução no volume, pela retração linear e conseqüentemente aumentam a resistência mecânica a cru.

Os secadores verticais têm um princípio de funcionamento que foi criado essencialmente para realizar um fluxo de ar em contra corrente ao fluxo do material a secar. Assim sendo, as peças cerâmicas ao entrarem no secador, são cobertas por ar moderadamente quente e estão bastante úmidas; durante o processo as “regiões” são cada vez mais quentes e menos úmidas. O sistema de circulação do ar

é ajustado mediante uma série de “janelas” (reguláveis) situadas ao longo de todo o secador.

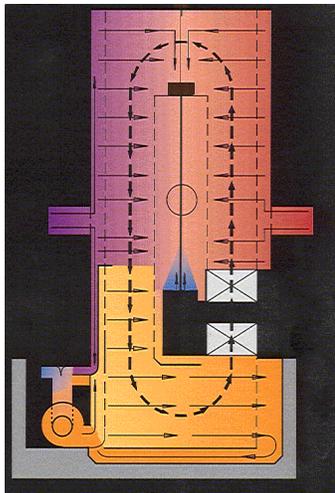


FIGURA 2.8 – ESQUEMA DE UM SECADOR TIPO VERTICAL^[25].

2.5.5. Esmaltação e decoração

Esta é uma etapa onde as peças cerâmicas a verde e secas, recebem aplicações de esmaltes cerâmicos, tintas e decorações. É onde se dá o efeito estético do produto final.

A linha de esmaltação é composta por estruturas metálicas, polias e correias e dos equipamentos de aplicação dos esmaltes e tintas (cabines de aplicação e máquinas serigráficas)^[24].

Os esmaltes cerâmicos são compostos por fritas, caulins, argilas, feldspatos, entre outros. São vidros tratados térmica e quimicamente, e que conferem à peça o brilho vítreo característico. Os esmaltes cerâmicos têm a função de higienizar o produto, dar a resistência à abrasão, além do efeito estético já mencionado^[22]. A Figura 2.9 mostra uma linha de esmaltação.



FIGURA 2.9 – LINHA DE ESMALTAÇÃO [25].

2.5.6. Sinterização (queima)

A queima dos materiais cerâmicos é uma etapa do processo, onde se manifestam todas as operações realizadas durante a fabricação, aparecendo freqüentemente defeitos nas peças acabadas ocasionados em etapas anteriores, mas que até então não haviam sido detectados.

Na sinterização as partículas se aglomeram formando uma massa coerente que trazem mudanças significativas ao produto cerâmico, sugerido por Van Vlack [12] como:

- i) redução na área específica total;
- ii) redução no volume aparente total (diminuição da porosidade);
- iii) aumento na resistência mecânica.

Pode-se definir como sinterização o processo de tratamento térmico a temperaturas elevadas, onde um sistema de partículas individuais ou um corpo poroso sofrem modificações em algumas de suas propriedades no sentido de chegar num estado de máxima densificação possível, reduzindo conseqüentemente, a porosidade do material. Devido a densificação, o material sofre uma retração (que se pode chamar de retração de queima do material), influenciando na estabilidade dimensional e na resistência mecânica final do produto cerâmico [12,29].

Quando as partículas se unem em um contato mais íntimo, o que reduz a porosidade, iniciam-se os mecanismos de sinterização, que podem ser divididos em três estágios, conhecidos também como teoria da sinterização^[29,33,34]:

- i) etapa inicial ou formação da área de contato (*necking stage*): as partículas começam a unir-se entre si. Nesta etapa da sinterização não há um crescimento visível das partículas e a retração macroscópica é praticamente imperceptível.
- ii) diminuição do volume dos poros: com o tempo de sinterização, os poros (fases vazias) diminuem, e se tem um sistema formado por um material maciço e poros. Os poros são na realidade um reservatório de vazios, os vazios se difundem dentro da matriz e são aniquilados nos poros maiores no estágio intermediário, do qual os poros ainda são maiores e ao mesmo tempo ainda há bastante contorno de grão. Neste estágio a retração e a diminuição da porosidade apresentam uma velocidade maior que no estágio final.
- iii) formação da porosidade fechada: neste estágio, os poros tendem a conseguir uma forma esférica. A velocidade de sinterização diminui e o aumento da retração da peça cerâmica é muito menor do que na etapa anterior, sendo difícil determinar o término do processo de sinterização.

Na Figura 2.10 são ilustrados estes estágios de sinterização.

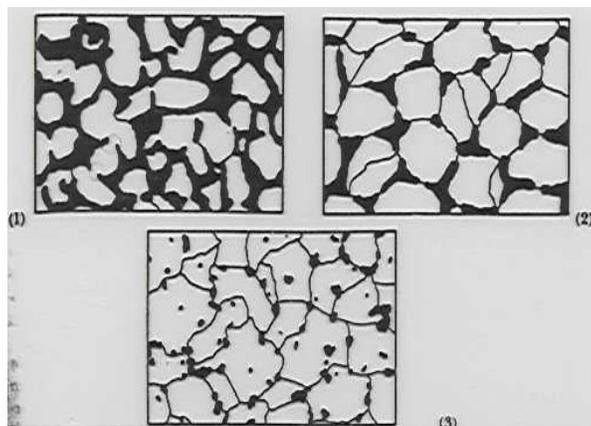


FIGURA 2.10 – ESTÁGIOS DE SINTERIZAÇÃO [25].

- (1) Formação da área de contato;
- (2) Diminuição do volume de poros;
- (3) Formação da porosidade fechada.

Os átomos dos grãos menores são transferidos para os maiores, e os poros são substituídos por materiais sólidos. Essa transferência de massa pode ser acompanhada por quatro mecanismos distintos, porém algumas vezes simultâneos.

Na Figura 2.11 estão exemplificados os mecanismos de transporte de matéria.

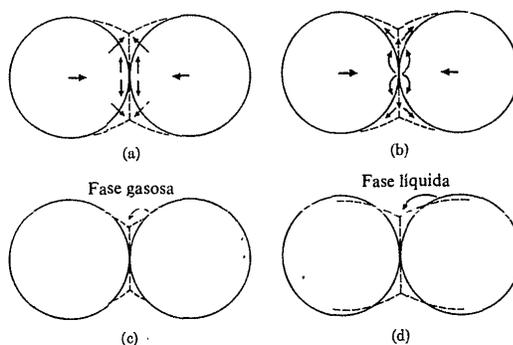


Figura 14-5. Esquema dos mecanismos de sinterização: (a) escoamento viscoso ou plástico das partículas; (b) difusão; (c) vaporização e condensação; (d) solução e precipitação

FIGURA 2.11 – MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO [12,33]

- (a) **Escoamento viscoso:** prevalece no processo de sinterização das partículas vítreas. Na sinterização de produtos vidrados obtidos de barbotinas, pequenas partículas de vidro são aglomeradas em um produto pouco poroso através do escoamento viscoso e devido a tensões superficiais. As temperaturas elevadas aumentam intensamente a velocidade de sinterização, pois a velocidade do fluxo, comparativamente à viscosidade, está relacionada logaritmicamente com o inverso da temperatura.
- (b) **Difusão:** aparentemente é o principal mecanismo de sinterização dos produtos cerâmicos com fases simples, os materiais cerâmicos magnéticos e ferroelétricos, por exemplo. A difusão envolve o movimento dos átomos e o movimento, em sentido contrário, dos vazios do reticulado. Há uma redução do volume total devido ao contato entre partículas, de modo tal que os centros dos grãos fiquem mais próximos uns dos outros.
- (c) **Vaporização e condensação:** este mecanismo é aparentemente significativo na sinterização de ZnO e SiC. Os princípios da sinterização por transporte de vapor são iguais àqueles da sinterização por transporte de líquido.
- (d) **Solução e precipitação:** a sinterização na fase líquida envolve a remoção dos íons ou átomos das superfícies de maior energia, e deposição dos mesmos nas superfícies de menor energia. As superfícies de energia mais elevada são aquelas que apresentam pequeno raio de curvatura convexo; as superfícies de energia mais baixa são aquelas que apresentam pequeno raio de curvatura côncava. As superfícies com grande raio e as superfícies planas são intermediárias. Os grãos sólidos são sempre separados por um filme líquido, pois o ângulo diedro de penetração do líquido, ao longo do

contorno do grão, é 0° . Neste caso a resistência necessária para resistir às tensões externas a altas temperaturas é somente uma consequência das forças capilares e da viscosidade do líquido. Os grãos sólidos formam contornos de grão sólido-sólido, de tal forma que os ângulos diedros finitos apresentam as configurações de menor energia, assim mantém uma resistência mecânica pelo contato sólido-sólido, mesmo que o líquido esteja presente. Em baixas temperaturas, a solidificação ou aumento da viscosidade do líquido contribui para a resistência mecânica nos dois casos.

2.5.6.1. Fornos

Os equipamentos utilizados para a queima dos materiais cerâmicos são os fornos. Para as indústrias de revestimentos são comumente usados os fornos a rolos intermitentes, que por meio de calor, realizam transformações físico-químicas nos materiais cerâmicos. São compostos por queimadores, que são utilizados para a combustão de combustíveis gasosos, como gás natural ou GLP (gás liquefeito de petróleo) ^[24].

A Figura 2.11 mostra a saída de um forno a rolo monocanal.



FIGURA 2.12 – FORNO A ROLO MONOCANAL ^[25].

2.5.6.2. Controles da operação de queima

Deve-se ter um rigoroso controle sobre a operação de queima, pois muitos defeitos de fabricação estão ligados diretamente a esta etapa. Por isso alguns fatores devem ser controlados, como o intervalo de queima, a operação gradual de aquecimento, seguida de um tempo de permanência na temperatura máxima especificada e o resfriamento adequado para que variáveis como retração linear e absorção de água estejam sob controle. Os constituintes de alguns produtos podem apresentar variações de volume durante o aquecimento, assim como a transformação de inversão entre as formas polimórficas de quartzo de alta e baixa temperaturas, cristobalita e tridimita, respectivamente. Isto se traduz em um sério problema, uma vez que os produtos cerâmicos apresentam uma velocidade de aquecimento limitada e um elevado gradiente térmico pode provocar trincas e deve ser evitado ^[12].

Por isso, as variáveis, tempo e temperatura, passam a ser regras básicas no controle da queima dos materiais cerâmicos. É possível a construção de uma curva de queima ideal para cada material, respeitando suas propriedades e características.

2.6. PROPRIEDADES FINAIS DOS REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Os revestimentos cerâmicos adquirem suas propriedades finais tão logo tenha sido concluído todo o seu processamento, principalmente após a fase de sinterização ou queima, cujo objetivo maior é desenvolver as microestruturas adequadas por meio da transformação físico-química das massas cerâmicas.

A resistência mecânica de um material, uma das principais propriedades dos materiais cerâmicos, se comporta inversamente proporcional com a absorção de água. Isto porque, a absorção de água tem relação direta com a porosidade e seu

tamanho de grão; em outras palavras, uma maior resistência mecânica é obtida quando há simultaneamente baixa porosidade e pequeno tamanho de grão. Todavia, deve-se limitar, o tanto quanto possível, a porosidade do material, uma vez que na tentativa de baixá-la pode-se provocar uma deformação, já é uma função específica da temperatura e do tempo de queima ^[12].

O que se busca são materiais mais resistentes mecanicamente e com baixas absorções de água, o que dá um incremento técnico e comercial aos revestimentos cerâmicos.

Para a determinação da resistência mecânica pelo método da carga de ruptura dos revestimentos cerâmicos, é utilizada a norma americana ASTM C-648-98 ^[35].

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. OBJETIVO

Desenvolver uma massa cerâmica com absorção de água inferior a 3%, e com resistência mecânica que atenda a norma ASTM C-648-98^[35].

3.2. DESENVOLVIMENTO

Este trabalho foi realizado analisando-se duas massas cerâmicas distintas, uma com absorção de água de 7,5%, e outra, desenvolvida, com absorção de água de 2,5%, comparando assim, as diferentes propriedades finais dos revestimentos cerâmicos. Todo o trabalho foi realizado em escala industrial, com exceção de alguns ensaios laboratoriais.

Até chegar à massa desejada, que atendesse o objetivo deste trabalho, alguns passos foram seguidos.

Sem alteração na composição, usando-se a massa padrão (M-155), foram realizados testes de queima, aumentando o ciclo (tempo x temperatura) do forno industrial no intuito de sinterizar mais o material e assim diminuir a absorção de água e aumentar a carga de ruptura. Porém, estes testes não resultaram em valores esperados.

O próximo passo foi então desenvolver novas matérias-primas, mais fundentes e que juntamente às adaptações ao processo fabril, mostrassem os comportamentos desejados à realização do objetivo.

As composições destas duas massas estão nas tabelas 3.1 e 3.2.

TABELA 3.1 – COMPOSIÇÃO DA MASSA M-155 (AA = 7,5%)

Material	%
Argila Cr	14,0
Argila Ort	24,0
Argila F	26,0
Filito LV	20,0
Talco CR	6,0
Filito BC	10,0

TABELA 3.2 – COMPOSIÇÃO DA MASSA FP-58 (AA = 2,5%)

Material	%
Argila Ort B	10,0
Argila TV	10,0
Argila M3	20,0
Talco	8,0
Caulim	7,0
Filito 02	20,0
Albita	18,0
Ortoclásio	7,0

O estudo realizado seguiu a seguinte seqüência:

- caracterização química das matérias primas;
- caracterização físico-química das massas cerâmicas;
- análise das condições do processo fabril;
- avaliação e conclusão dos resultados.

3.3. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS E FÍSICO-QUÍMICA DAS MASSAS CERÂMICAS

- **Preparo**

- a) *Matérias-primas*

Para a composição das duas massas cerâmicas, foram utilizadas 14 matérias-primas. Destas, seis são argilas, três são filitos, dois são talcos, uma é caulim, uma é feldspato e uma é albita.

Uma quantidade de cada um destes materiais foi coletada nos boxes de armazenamento da indústria e em bandejas metálicas foram colocados para secagem total em estufa de laboratório a uma temperatura de 105 ± 5 °C. Após, uma amostra de cada uma das matérias-primas foi encaminhada ao laboratório do CTC-Labmat em Criciúma – SC para as devidas caracterizações.

- b) *Massas cerâmicas*

As duas massas cerâmicas foram chamadas de M-155 (produtos para mercado interno) e FP-58 (produtos para o mercado externo). As amostras foram coletadas na saída do atomizador, e colocadas para a secagem total em estufa de laboratório a uma temperatura de 105 ± 5 °C.

- **Caracterização**

- a) *Matérias-primas*

As matérias-primas foram caracterizadas quimicamente, com intuito de avaliar o teor de álcalis presentes, avaliando qual das duas massas poderia apresentar maior caráter fundente teoricamente, e se na prática isto se concretiza.

A análise química foi então determinada pelo método de fluorescência de raios X (FRX) em equipamento PHILIPS PW 3710.

b) Massas cerâmicas

A caracterização das massas cerâmicas incluiu:

- i) análise química pelo método de fluorescência de raios X (FRX) em equipamento PHILIPS PW 3710, o mesmo empregado na análise química das matérias-primas;
- ii) a distribuição do tamanho de partículas foi determinada por granulômetro a laser, CILAS, modelo 1064. O princípio desta técnica utiliza um feixe de luz colimado que incide sobre às partículas dispersas em meio líquido. Por meio de teorias de difração e métodos matemáticos, estima-se o tamanho das partículas. Este equipamento é composto basicamente de um reservatório acoplado a um ultra-som, lentes, um feixe de laser e lentes receptoras de imagem;
- iii) diagramas de gresificação, foram obtidos, com intuito de analisar o comportamento das massas cerâmicas antes da etapa de queima, relacionando a absorção de água, retração e densificação do material queimado em diferentes patamares de temperatura. Este ensaio foi realizado com forno Explorer de laboratório.

3.4. CARACTERIZAÇÃO DAS MASSAS CERÂMICAS DURANTE AS ETAPAS DO PROCESSO FABRIL

3.4.1. Moagem

As moagens das massas cerâmicas foram realizadas sempre em escala industrial, utilizando-se moinhos de bolas.

O carregamento das cargas dos moinhos para as moagens encontra-se listada na Tabela 3.3.

TABELA 3.3 – CARREGAMENTO DAS CARGAS DOS MOINHOS.

Quantidade de material (Kg)	Quantidade de água (Kg)	Carga de bolas (ton)	Tipo do material das bolas
8000	4307	10	AAD* e quartzo

* Alumina de alta densidade

A densidade das bolas de AAD e de quartzo utilizadas foi de 3,6 e 2,5 g/cm³ respectivamente. A proporção de cada uma das bolas foi de 1:1, com diâmetros de 50 mm para as bolas de AAD e de 50 a 70 mm para as bolas de quartzo. Como as bolas de AAD são mais densas, oferecem otimização à moagem, reduzindo o tempo de giro dos moinhos. A escolha pela utilização de bolas com diferentes materiais foi devido ao custo, pois as de AAD apesar de serem mais eficazes, são bem mais caras.

O problema da contaminação com quartzo na massa foi controlado pelo percentual do resíduo de moagem. Quanto maior este resíduo maior o percentual de quartzo na massa.

Além das quantidades de material e água, fez-se necessário o uso de um aditivo químico (silicato de sódio) com 0,9% em peso, para o controle de defloculação das massas, de modo a atingir as condições normais de trabalho de densidade e viscosidade da barbotina. O tempo de moagem para a massa FP-58 foi determinado por meio de testes industriais, variando o tempo de moagem de 5 a 8 horas, e avaliando-se os resíduos de moagem para cada um destes horários. Para a massa M-155, manteve-se o tempo de moagem de 5 horas, adotado como padrão da indústria para os produtos fabricados com absorção de água entre 6 e 10%.

Também adotou-se o uso de peneiras de malha 325 mesh para o ensaio

de resíduo de moagem. Para isto, separou-se uma amostra de 100 ml de barbotina que é peneirada com auxílio de água, até que a água passasse clara através da peneira. O material retido na peneira foi seco em estufa a uma temperatura de 105 ± 5 °C. Por último, este material foi pesado em balança digital com incremento de 0,01 g. O peso obtido foi o percentual de resíduo encontrado.

Com um picnômetro com volume de 200 ml. Usando-se uma balança digital com incremento de 0,01g e mantendo-se a relação massa/volume, determinou-se a densidade da barbotina.

O tempo de escoamento (viscosidade) foi determinado pelo equipamento chamado Copo Ford Nº 6, que um recipiente com capacidade de 100 ml de amostra e que, tem um orifício na parte inferior, com abertura de 6mm. Com o auxílio de um cronômetro digital, foi possível medir o tempo que a barbotina levou para escoar pelo equipamento. Sendo assim, quanto maior o tempo de escoamento, mais “viscoso” e vice-versa.

3.4.2. Atomização

Com sua devida reologia, a barbotina foi atomizada em um atomizador (*Spray-Drier*) industrial da marca SACMI com capacidade produtiva de 8 ton/h. O equipamento foi regulado para atender a distribuição granulométrica e umidade padrão do pó atomizado.

O controle da granulometria do pó atomizado foi feito com auxílio de peneiras, sendo estas com aberturas de malhas diferentes e dispostas na seqüência iniciando com as malhas de aberturas maiores para as de aberturas menores, havendo a separação por tamanhos dos grânulos relacionados às aberturas das respectivas malhas. Determinou-se a quantidade de cada tamanho de grânulo.

A umidade do pó foi determinada com um equipamento METLER – ANALISADOR DE UMIDADE. O princípio desta técnica se resume na perda de massa que o material sofre quando deixado por um período de 10 minutos a uma

temperatura constante de 120 °C, proporcionada por dois emissores de radiação infravermelho com potência de 250 W cada. Sabendo-se o peso inicial e o peso final depois do tempo programado, o equipamento calcula automaticamente o percentual de umidade (expressão 3.1).

$$\%Umidade = \frac{P_{final} - P_{inicial}}{P_{inicial}} \times 100 \quad (3.1)$$

Onde:

P_{final} : peso final da amostra (g);

$P_{inicial}$: peso inicial da amostra (g).

3.4.3. Conformação por prensagem

O processo de conformação por prensagem das massas cerâmicas em estudo foi realizado em uma prensa hidráulica industrial SACMI PH 980.

As peças cerâmicas (biscoitos) da massa M-155 foram prensadas nas dimensões médias de (325,0 x 325,0 x 7,1) mm. A pressão específica de compactação sobre a peça foi de 28 MPa. Para as peças da massa FP-58 a espessura de prensagem foi alterada para 8,2 mm ficando nas dimensões médias de (331,0 x 331,0 x 8,0) mm. A pressão específica de compactação foi a mesma, 28 MPa.

- *Densidade aparente das peças cerâmicas a cru*

Para a determinação da densidade aparente das peças cerâmicas foi utilizado um aparelho e cujo método se baseia no empuxo que a peça experimenta quando imersa em mercúrio. O aparelho consiste em um recipiente contendo mercúrio, uma balança digital com incremento de 0,01 g e um conjunto de hastes

metálicas com função de imergir a peça. Os corpos-de-prova foram inicialmente cortados em posições previamente definidas pela indústria e que reproduzem os pontos mais críticos de prensagem, nas extremidades e centro das peças. A seguir estes corpos-de-prova cortados foram pesados e seus pesos devidamente anotados. Depois o recipiente contendo o mercúrio foi colocado sobre a balança, e descontado seu peso (tarando a balança). Então os corpos-de-prova foram colocados dentro deste recipiente e com o auxílio das hastes metálicas, foram forçados a imergir no mercúrio, o que gerou um peso, devidamente anotado. Utilizando a expressão 3.2 pode-se calcular a densidade aparente das peças cerâmicas.

$$Dap = \frac{M. \text{ Sólido} \times \text{Densidade do Mercúrio}}{\text{Empuxo}} \quad (3.2)$$

Onde:

Dap: densidade aparente (g/cm³);

M. sólido: massa do material seco (g);

Empuxo: massa do material sob imersão (g);

Densidade do Mercúrio: 13,5335 g/cm³.

3.4.4. Secagem e queima

- *Secagem*

Depois de prensadas, as peças cerâmicas passaram por um secador horizontal a rolos contínuo da marca WELKO. O ciclo de secagem durou 14 minutos para a massa M-155 e 17 minutos para a massa FP-58. As peças saíram com uma temperatura aproximada de 90 °C. Além de retirar quase toda a umidade, deixando as peças com 0,8% de água no máximo, a secagem aumentou a resistência mecânica da peça a verde, devido a retração de secagem, que une as partículas e diminuiu a porosidade.

- *Queima (sinterização)*

A queima das peças cerâmicas foi realizada em um forno industrial a rolos contínuo marca WELKO, com 82 m de comprimento e 1,5 m de largura útil. Cada uma das massas cerâmicas trabalhou com um determinado patamar de temperatura e um ciclo de queima devido às suas características físico-químicas e suas propriedades finais desejadas. A temperatura de trabalho para a massa FP-58 foi determinada por testes em escala industrial em diferentes patamares e, até o resultado esperado. É mostrado no capítulo 4.

A massa M-155 foi trabalhada a uma temperatura máxima de 1165 °C com ciclo de 20 minutos. Já a massa FP-58 à temperatura máxima de 1185 °C com ciclo de 26 minutos.

3.4.4.1. Ensaio realizados após a queima

- *Absorção de água*

Ensaio realizado através das normas ISO 10545-3^[10] e ASTM C 973-88^[9].

A massa M-155 foi submetida ao ensaio baseado na norma ISO 10545-3^[10] e que consiste em pesar as peças já queimadas anotando seus valores. Em seguida estas peças foram colocadas em um recipiente em banho de água fervente (100 °C) e mantidas durante 2 horas. Ao término deste tempo, o aquecimento foi interrompido e as mesmas ficaram resfriando por 4 horas. As peças foram então retiradas uma a uma, secadas superficialmente e pesadas. O cálculo para os valores de absorção de água foi feito pela expressão (3.3).

$$\% \text{ A.A.} = \frac{P_{\text{final}} - P_{\text{inicial}}}{P_{\text{inicial}}} \times 100 \quad (3.3)$$

Onde:

A.A.: absorção de água (%);

P_{final}: peso final da peça úmida (g);

P_{inicial}: peso inicial da peça seca (g).

Já a massa FP-58 foi submetida ao ensaio de absorção de água baseado na norma ASTM C 973 – 88 ^[9], que é exigida por alguns mercados consumidores, EUA, por exemplo. Este método consiste em pesar as peças e anotar os devidos valores, posteriormente estas peças são colocadas em banho de água fervente (100 °C) por 5 horas, deixando-as resfriar por 24 horas. O cálculo da absorção de água é o mesmo da expressão (3.3).

- *Retração de queima (retração linear)*

A retração de queima das peças cerâmicas foi calculada pela diferença entre as medidas da peça crua e da peça queimada, como mostra a expressão (3.4).

$$\% R = \frac{L_{inicial} - L_{final}}{L_{inicial}} \times 100 \quad (3.4)$$

Onde:

R: retração de queima (%);

L_{inicial}: comprimento inicial ou medida da peça crua (mm);

L_{final}: comprimento final ou medida da peça queimada (mm).

- *Resistência mecânica da peça queimada*

Para obter os valores da resistência mecânica das peças queimadas foi utilizado um equipamento chamado CRÔMETRO, de marca GABBRIELLI, com três pontos de apoio para as peças.

Para este caso, foi adotado o método de ensaio baseado na norma ASTM

C-648-98 ^[35] tanto para as peças da massa M-155 quanto para as peças da massa FP-58, por ser mais rígida, exigindo altos valores de carga de ruptura para os revestimentos cerâmicos.

Este método consiste em colocar a peça cerâmica em três pontos de apoio. A travessa inferior que contém a peça, por meio de ar comprimido, sobe lentamente até começar a exercer uma força sobre uma esfera que se encontra localizada na parte superior do equipamento e é fixa. A força transmitida contra esta esfera é convertida em uma carga de ruptura traduzida pela leitura de um manômetro. Quando a peça se rompe, o manômetro trava e é marcado o valor, em Kgf. Como pela norma ASTM C-648-98 os valores de carga de ruptura são expressos em Lbf (libras-força), os resultados em Kgf são multiplicados pelo fator de conversão 2,20465. Porém a unidade de medida adotada neste trabalho foi N (Newton), pelo SI – Sistema Internacional de Unidades. Para isso, os valores foram transformados, multiplicando-se ao resultado em Lbf, o valor de 4,448 N.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS E MASSAS CERÂMICAS

a) *Matérias-Primas*

Os resultados das análises químicas (em %) das matérias-primas estão apresentados nas Tabelas 4.1 e 4.2.

TABELA 4.1 – ANÁLISE QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS DA MASSA M-155.

Óxidos	Argila Cr	Argila Ort	Argila F	Filito LV	Talco CR	Filito BC
SiO₂	74,28	69,46	66,53	69,06	64,11	67,95
Al₂O₃	13,88	17,12	17,26	17,84	4,14	19,26
Fe₂O₃	2,75	4,39	4,49	1,61	2,16	2,64
CaO	0,17	0,05	0,19	0,04	0,85	0,04
Na₂O	0,06	0,05	0,53	0,01	0,04	0,20
K₂O	1,50	1,30	3,40	5,50	0,10	4,25
MnO	0,01	0,04	0,07	0,01	0,16	0,02
TiO₂	0,42	0,76	0,67	1,60	0,20	0,90
MgO	0,92	0,79	1,41	1,01	21,90	0,29
P₂O₅	0,03	0,07	0,06	0,03	0,15	0,04
PF*	5,98	5,94	5,40	3,29	6,19	4,41

*PF: Perda ao fogo

TABELA 4.2 – ANÁLISE QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS DA MASSA FP-58.

Óxidos	Argila	Argila	Argila	Filito	Talco	Caulim	Albita	Feldspato
	Ort B	M3	TV	02	G			
SiO₂	73,86	56,63	72,76	75,13	64,72	61,91	64,32	69,54
Al₂O₃	15,52	27,52	15,11	13,99	2,07	21,02	21,62	17,35
Fe₂O₃	1,87	1,34	2,31	1,46	0,87	2,09	0,14	0,14
CaO	0,06	0,06	0,08	0,03	0,67	0,81	0,37	0,14
Na₂O	0,10	0,04	0,09	0,12	0,02	4,31	9,66	4,47
K₂O	1,26	0,51	3,32	4,58	0,09	1,36	0,07	7,4
MnO	0,01	0,01	0,01	0,01	0,08	0,06	0,01	-
TiO₂	0,83	2,06	0,50	0,56	0,11	0,26	0,76	0,01
MgO	0,60	0,08	1,01	1,20	26,13	2,80	0,01	0,01
P₂O₅	0,06	0,03	0,06	0,04	0,03	0,03	0,04	-
PF*	5,84	11,72	4,74	2,89	5,21	5,35	3,01	0,98

*PF: Perda ao fogo

b) Massas cerâmicas

Na Tabela 4.3 estão mostrados os resultados das análises químicas (em %) das massas cerâmicas M-155 e FP-58.

TABELA 4.3 – ANÁLISE QUÍMICA DAS MASSAS CERÂMICAS: M-155 E FP-58

Óxidos	M-155	FP-58
SiO₂	68,34	67,07
Al₂O₃	16,08	15,43
Fe₂O₃	3,64	1,14
CaO	0,28	0,22
Na₂O	0,60	1,96
K₂O	2,86	1,87
MnO	0,04	0,02
TiO₂	0,82	0,71
MgO	2,17	6,22
P₂O₅	0,06	0,05
PF*	5,12	5,32

*PF: Perda ao fogo

Pode-se observar que as matérias-primas empregadas na formulação da massa M-155 são diferentes das empregadas na formulação da massa FP-58. Isto traduz, quimicamente, uma necessidade de utilização de matérias-primas com maior teor de álcalis (Na₂O, K₂O e MgO = 10,55%) na FP-58 proporcionando a fundência necessária, e ajudando a diminuir a temperatura onde a peça alcança absorção de água menor que 3%, tornado-se assim um produto vitrificado.

A quantidade de álcalis presentes na massa M-155 é de 5,63%, e é uma massa que apresenta absorção de água de 7,5% sendo uma composição para

produtos semi-vitrificados, podendo ser chamados de produtos semi-porosos. Pode-se considerar ainda a proporção de Fe_2O_3 de 3,64% que participa neste caso como um fundente, porém com temperaturas não tão elevadas. O Fe_2O_3 em concentrações mais altas, confere à massa uma coloração mais escura, e que nesta composição adquire uma tonalidade marrom-avermelhado. Já na massa FP-58, as quantidades de Fe_2O_3 são menores, dando a esta massa uma coloração bem mais clara, que dá ao revestimento cerâmico um maior valor comercial, além de favorecer o desenvolvimento das cores dos esmaltes cerâmicos que são aplicados sobre as peças.

Na Figura 4.1 é mostrada a diferença de cor entre as duas massas cerâmicas.

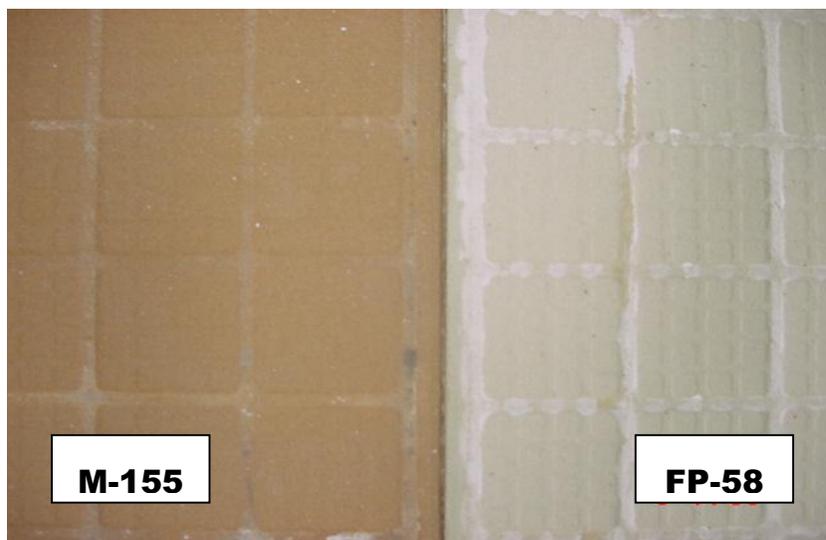


FIGURA 4.1 – COMPARAÇÃO DE COR DAS DUAS MASSAS.

Para a obtenção de um teor de álcalis mais elevado na massa FP-58, foi necessário adicionar não só ortoclásio (feldspato potássico), mas também albita (feldspato sódico) que contém em sua composição química 9,66% de Na_2O , abaixando o ponto de fusão da massa cerâmica.

O talco utilizado na FP-58 apresenta um teor de MgO de 26,13% enquanto

que na M-155 o valor de MgO é de 21,90%. Com isso, o talco empregado na FP-58 juntamente com a albita e o ortoclásio, formou um eutético diminuindo a temperatura de queima das peças. Além disso, o talco ajudou na estabilidade térmica do material, principalmente em ciclos de queima rápidos, controlando o chamado “choque térmico”.

Em relação aos filitos, na massa M-155 foi trabalhado com dois tipos, num total de 30,0% na composição, de forma a:

- contribui para a massa cerâmica, com altos teores de K_2O ;
- por serem materiais com baixa plasticidade, ajudaram nas características reológicas da barbotina, principalmente na defloculação, otimizando a descarga dos moinhos, uma vez que a massa M-155 apresenta 64,0% de material argiloso, o que aumenta a viscosidade da solução;
- utilizar fornecedores alternativos, com possível redução dos custos de produção.

Na FP-58 o filito usado apresentou índices mais baixos de Fe_2O_3 , proporcionando à massa uma cor de queima mais clara, sendo este seu principal objetivo.

O caulim, que é uma argila ílítica-caulinítica, foi utilizado na FP-58 como um fundente, pois apresentava 1,36% de K_2O e 2,09% de Fe_2O_3 . Sua cor de queima não é tão clara devido à proporção de Fe_2O_3 , queimando para uma tonalidade esverdeada.

O material argiloso da FP-58 representou 40,0% da composição e, neste caso, tem como função dar a plasticidade mínima ao material para a etapa de prensagem. Estas argilas também tiveram baixos índices de Fe_2O_3 , se comparadas às argilas da M-155, pois como são de um produto de grés esmaltado devem ter uma coloração mais clara. Em contra partida a massa M-155 de revestimento esmaltado semivitrificado, não tem a preocupação com a coloração, e suas argilas têm teores de Fe_2O_3 mais elevado.

4.2. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DAS MASSAS CERÂMICAS E PARÂMETROS DO PROCESSO INDUSTRIAL

4.2.1. Distribuição do tamanho de partículas das massas cerâmicas

O ensaio de distribuição do tamanho das partículas das massas cerâmicas foi realizado com o pó já atomizado após a moagem.

As Tabelas 4.4 e 4.5 são listados os valores encontrados neste ensaio tanto para a M-155, quanto para a FP-58, que foram medidos pelo método de difração a laser.

TABELA 4.4 – DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS DA MASSA M-155

10,0% das partículas abaixo de	1,17 μm
50,0% das partículas abaixo de	6,76 μm
90,0% das partículas abaixo de	26,41 μm
100,0% das partículas abaixo de	56,00 μm

TABELA 4.5 – DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS DA MASSA FP-58

10,0% das partículas abaixo de	1,20 μm
50,0% das partículas abaixo de	6,63 μm
90,0% das partículas abaixo de	23,06 μm
100,0% das partículas abaixo de	56,00 μm

Comparativamente, as duas massas apresentaram uma distribuição de tamanhos de partículas bem próximos. Ambas, foram moídas nos mesmos moinhos

contendo a mesma distribuição e os mesmos tipos de elementos mascinantes, 50,0% de bolas de alumina de alta densidade (AAD) e 50,00% de bolas de quartzo.

A moagem da massa cerâmica é uma etapa importante, pois o grau de moagem pode influenciar no grau de reatividade que acontecerá com a massa durante a queima e que tem ligação direta com a densificação da peça queimada, absorção de água e retração linear do produto final.

Porém, o controle da moagem em uma indústria de revestimentos deve ser rápido e prático, e uma maneira é a quantificação do resíduo de moagem que fica retido em peneira de malha 325 mesh (44 μm), que é uma forma de padronização do tempo do grau de moagem, chegando em um tempo estimado de moagem. Após a descarga dos moinhos, foram realizados ensaios do resíduo de moagem, densidade e viscosidade da barbotina.

Enquanto a M-155 foi moída em 5 horas e com o resíduo de moagem de 11,0%, a FP-58 necessitou de 8 horas. Tendo em vista esta informação, que as partículas da massa FP-58 deviam ser menores, pois moeram mais. Todavia, há de se considerar que as matérias-primas da FP-58 são compostas em 40,0% de material argiloso e 60,0% de material “duro” (não-argiloso) e isso dificulta a moagem.

Já na massa M-155 teve-se o contrário, uma composição de 64,0% de material argiloso e 36,0% de material não-argiloso. Assim sendo, a moagem se tornou mais eficaz e, com isso, tem-se em tempos de moagens diferentes uma mesma distribuição de tamanhos de partículas.

O tempo de moagem de 5 horas para a massa FP-58, não foi suficiente o que foi verificado realizando-se moagens variando os tempos de 5 a 8 horas. A cada uma destas moagens avaliou-se o resíduo em malha 325 mesh. Com o resíduo de moagem mais alto, os valores de absorção de água e resistência mecânica não satisfizeram às especificações de um produto tipo grés.

Na Tabela 4.5 estão apresentados os resultados do tempo de moagem, percentual do resíduo de moagem, da absorção de água e da resistência mecânica

(carga de ruptura) da massa cerâmica FP-58.

TABELA 4.6 – VARIAÇÃO NO TEMPO DE MOAGEM DA MASSA FP-58

Tempo de moagem (h)	Resíduo de moagem (%) #325 mesh	Absorção de água (%)	Carga de ruptura (N)
5	11	6,0	1245
6	8	4,4	1299
7	5	3,2	1359
8	4	2,5	1471

Além destes controles, outros foram necessários, tais como a densidade e a viscosidade da barbotina, pois a etapa de atomização dependeu muito destes dois fatores para cumprir bem o seu desempenho.

Para isto, necessitou-se de uma proporção fixa de percentual de sólidos e de água para cada moagem, e uma condição adequada foi usar 65,0% de material sólido e 35,00% de água. Sendo assim, obteve-se uma densidade da barbotina de 1,67 g/cm³ e uma viscosidade que variou em relação às duas massas. A massa M-155, por apresentar uma quantidade de 64,0% de material argiloso de difícil defloculação, registrou um tempo de escoamento de 45 segundos em viscosímetro Copo Ford com abertura de 6,00 mm de diâmetro. Por outro lado, na FP-58 mediu-se 18 segundos usando o mesmo viscosímetro. Isso refletiu a menor quantidade de material argiloso que esta composição apresentava, 40,0%.

4.2.2. Distribuição granulométrica do pó atomizado

As barbotinas das massas M-155 e FP-58 foram atomizadas em atomizador industrial.

Vários fatores influenciaram na granulometria do pó atomizado como:

pressão da bomba de barbotina, diâmetro dos bicos de pulverização, altura dos caracóis, entre outros.

A distribuição granulométrica do pó atomizado para as duas massas cerâmicas está mostrada nas Figuras 4.2 e 4.3. As variáveis do processo de atomização se mantiveram as mesmas, com isso observou-se uma tendência a obtenção de uma distribuição com tamanhos de grãos menores na FP-58, principalmente, na primeira malha (32 mesh), devido à sua barbotina ter ficado com tempo de escoamento menor em relação à M-155. A pressão da bomba, que leva a barbotina para o atomizador se manteve a mesma (40 Kgf/cm²) para as duas massas, e foi o que provocou essa diminuição nos tamanhos.

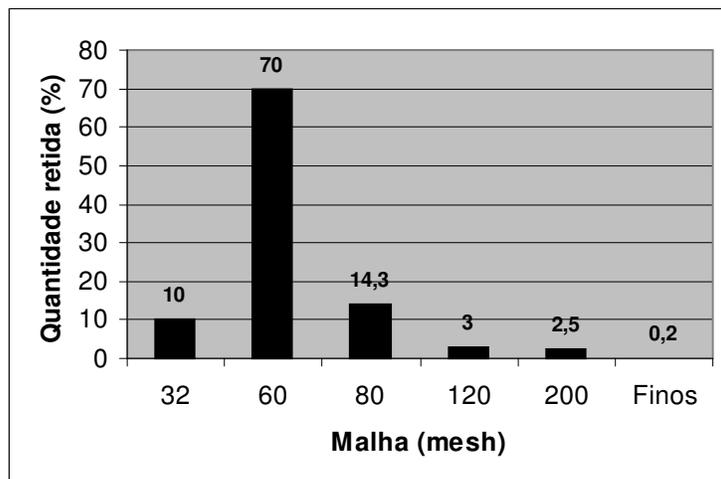


FIGURA 4.2 – DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DO PÓ ATOMIZADO DA MASSA M-155.

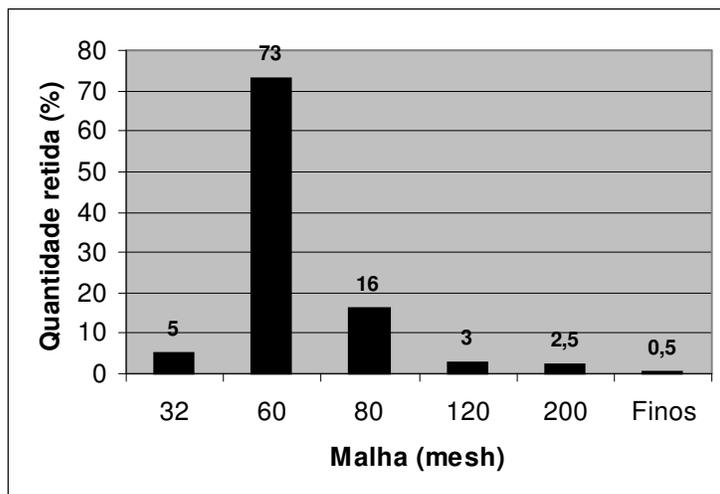


FIGURA 4.3 – DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DO PÓ ATOMIZADO DA MASSA FP-58.

A distribuição granulométrica do pó atomizado deve ser controlada, pois é extremamente importante na etapa de prensagem. Outra variável que influenciou na prensagem foi a umidade do pó atomizado.

4.2.3. Diagramas de gresificação

As duas massas cerâmicas em estudo foram submetidas a uma análise da absorção de água, retração de queima em relação a patamares de temperatura, e foi realizado em um forno de laboratório Explorer.

Nas Tabelas 4.7 e 4.8 estão demonstrados os valores resultantes desta análise de gresificação.

TABELA 4.7 – VALORES DE ABSORÇÃO, RETRAÇÃO E DAP. QUEIMADO DA MASSA M-155 EM RELAÇÃO ÀS TEMPERATURAS.

Temperatura (°C)	Retração (%)	Absorção (%)	*Dap. Q. (g/cm ³)
1000	0,77	16,84	1,83
1050	1,71	15,23	1,88
1100	3,57	11,73	2,00
1120	4,63	9,54	2,06
1140	5,72	7,10	2,15
1160	6,91	4,52	2,23
1180	7,39	2,56	2,29

**Dap. Q.: densidade aparente do material queimado.*

A umidade de prensagem para este ensaio foi de 5,7%, e a pressão de compactação foi de 24,5 MPa em prensa hidráulica de laboratório.

TABELA 4.8 – VALORES DE ABSORÇÃO, RETRAÇÃO E DAP. QUEIMADO DA MASSA FP-58 EM RELAÇÃO ÀS TEMPERATURAS.

Temperatura (°C)	Retração (%)	Absorção (%)	*Dap. Q. (g/cm ³)
1000	1,11	15,74	1,86
1050	2,06	14,10	1,91
1100	4,11	9,52	2,05
1120	5,70	6,04	2,16
1140	7,18	3,40	2,27
1160	8,25	0,13	2,38
1180	7,93	0,00	2,36

**Dap. Q.: densidade aparente do material queimado.*

A umidade de prensagem para o ensaio desta massa foi de 5,0%, mantendo-se a mesma pressão de compactação, 24,5 Mpa utilizada para a massa

M-155.

Nas Figuras 4.4 e 4.5 são mostrados os diagramas de gresificação das duas massas.

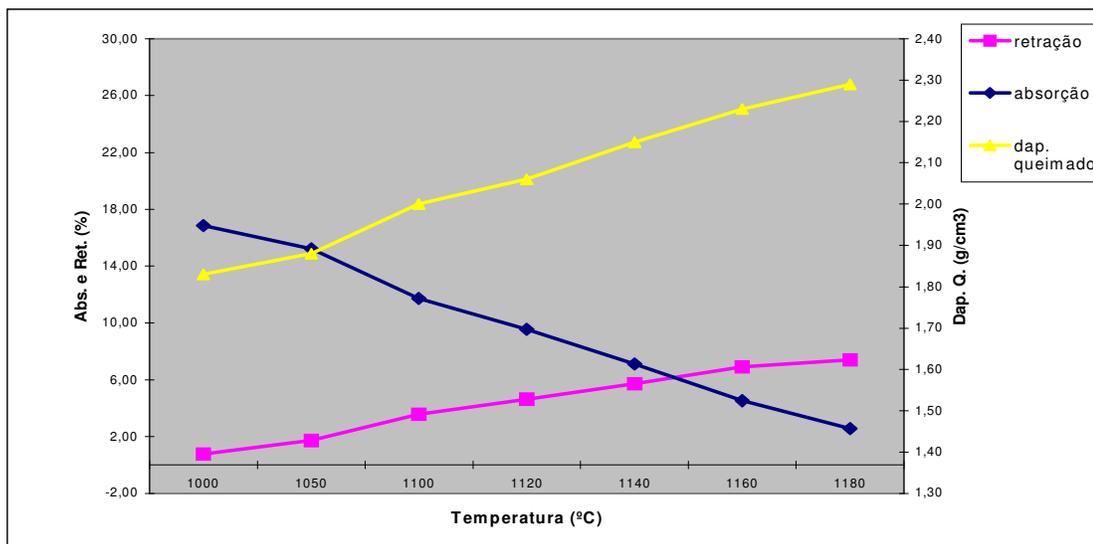


FIGURA 4.4 – DIAGRAMA DE GRESIFICAÇÃO DA MASSA M-155

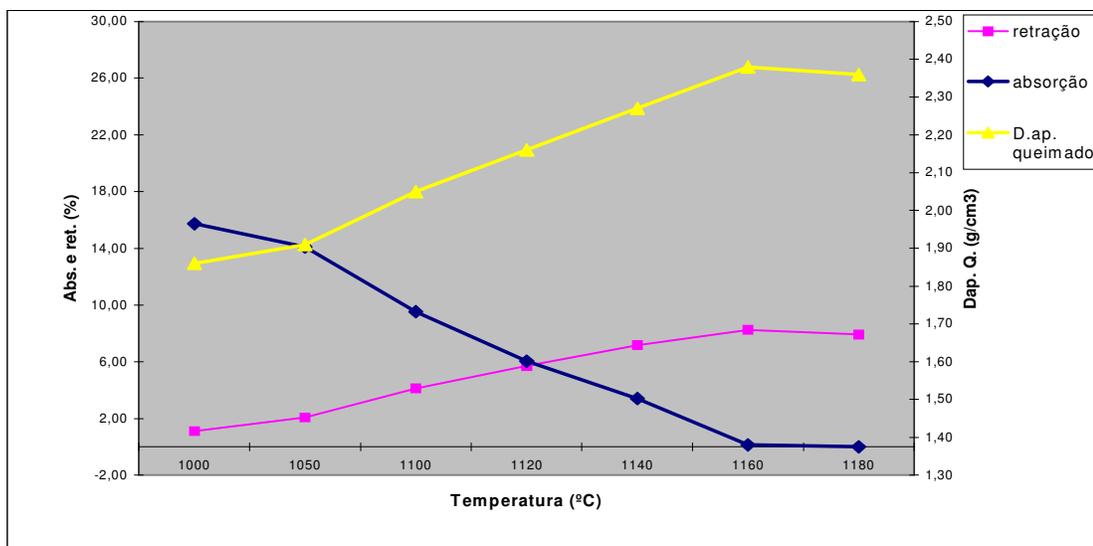


FIGURA 4.5 – DIAGRAMA DE GRESIFICAÇÃO DA MASSA FP-58

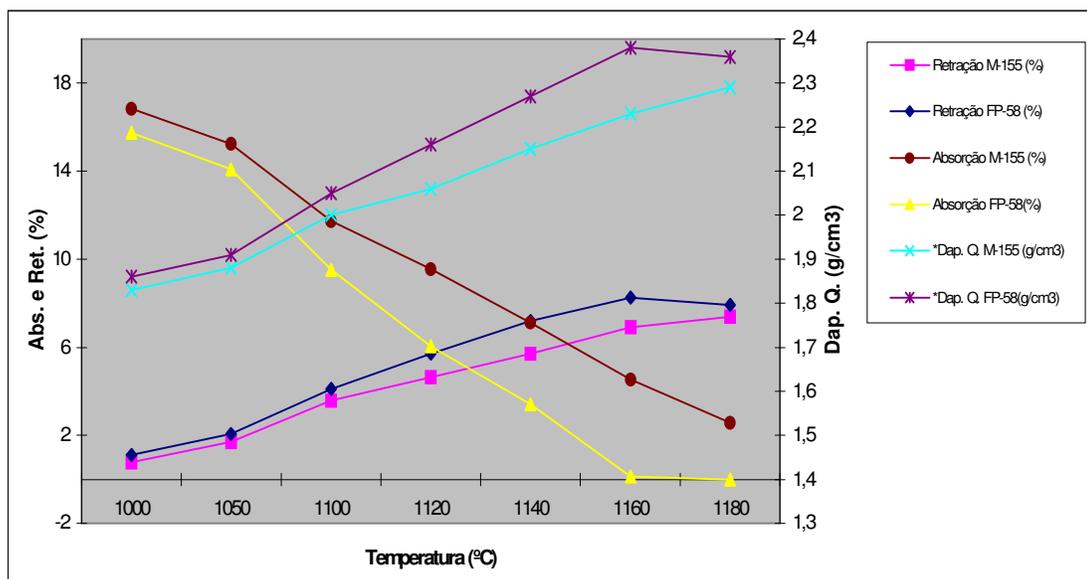


FIGURA 4.6 – DIAGRAMA COMPARATIVO ENTRE AS MASSAS M-155 E FP-58.

Comparando-se estes resultados, observa-se pela Figura 4.6 que já a 1000 °C, a massa FP-58, apresenta uma maior retração de queima (1,11%), conseqüentemente uma menor absorção de água (15,74%) e uma maior densificação do material queimado (1,86%). Em todos os patamares até a temperatura máxima do ensaio que é de 1180 °C, esta relação se manteve, com valores de retração em 7,93%, absorção de água de 0,0% e uma densidade aparente de 2,36 g/cm³. Conclui-se que a massa FP-58 tem um comportamento mais reativo, ou seja, mais fundente do que a M-155. A massa FP-58 a 1160 °C atinge o valor de 0,13% de absorção de água, enquanto que a M-155 com esta temperatura tem valor de 4,52%.

Estes diagramas de gresificação foram feitos com intuito de avaliar o comportamento destas massas antes dos processos de prensagem e queima e, orientou os trabalhos no sentido de indicar a temperatura de queima para a massa FP-58.

4.2.4. Caracterização das peças cerâmicas a cru

As duas massas cerâmicas foram analisadas pela densidade aparente das peças prensadas, averiguando o grau de compactação adquirido. Além disso, outro fator importante também foi analisado, que é a umidade do pó atomizado para a prensagem. Quanto maior a umidade do pó, maior a compactação mantendo-se a mesma pressão de prensagem.

Utilizando-se prensas industriais, o pó atomizado da massa M-155 foi prensado com uma umidade de 6,5%, enquanto que o pó da massa F-58 foi prensado com umidade de 5,6%.

Empregou-se uma pressão específica sobre a peça de 28 MPa para as duas situações. As dimensões das cavidades da prensa foram as mesmas, (321,9 x 321,9) mm, variando apenas a espessura, onde a M-155 foi compactada com 7,1 mm e a massa FP-58, prensada com 8,2 mm de espessura.

Depois que as peças foram prensadas, foi realizado o ensaio de densidade aparente do material cru.

Conservando-se a pressão de compactação (28,42 MPa), mas com umidades diferentes, resultou em uma densidade aparente menor para a massa FP-58 (1,94 g/cm³), pois foi prensada com umidade mais baixa (5,6%). Porém, foram realizados testes de prensagem, onde as duas massas, M-155 e FP-58, estavam com a umidade padrão de trabalho da fábrica (6,5%), a mesma pressão de compactação (28 MPa) e, as suas densidades aparentes foram de 1,99 g/cm³ e 1,98 g/cm³, respectivamente. Isto não interferiu nas propriedades finais dos produtos, dando um aumento na resistência mecânica a cru, devido a maior compactação, onde a água ocupa os interstícios entre os aglomerados, dando volume ao corpo cerâmico compactado, e conseqüentemente, aumento a densificação sem incremento de pressão.

Após a prensagem, a etapa seguinte foi a da secagem, onde as peças tiveram uma pequena redução no tamanho, devido à retração de secagem ficando

submetidas à temperatura que oferece às peças uma melhor resistência mecânica à verde e a capacidade de percorrer o trajeto da linha de esmaltação e decoração para receber as camadas de esmaltes e tintas.

A FP-58 por ter sido prensada com espessura maior (8,2 mm), conseqüentemente, mais massa a secar, teve o secador trabalhando com um ciclo de 17 minutos, e a M-155 que foi prensada com 7,1 mm, trabalhou com ciclo de secagem em 14 minutos. Estes tempos de secagem foram determinados experimentalmente, até chegar na melhor relação tempo/umidade.

4.2.5. Caracterização das peças após a queima

O objetivo principal deste trabalho foi o de analisar as características finais dos revestimentos cerâmicos. Portanto neste tópico deve-se discutir tais características.

A massa M-155 representou um revestimento cerâmico semivitrificado ou semiporoso com absorção de água de 7,5% e se enquadrou no grupo BIIb. Já a massa FP-58 representou um revestimento cerâmico vitrificado pela norma ASTM C-973-88^[9], ou um produto de grés com absorção de água menor que 3% , enquadrando-se no grupo BIb pela norma ISO 10545-3 ^[10].

Antes da discussão dos resultados, é importante a análise das temperaturas de queima das duas composições.

A M-155 contém materiais mais refratários em sua formulação, mas com argilas ricas em Fe_2O_3 , o que imprimiu à massa uma certa fundência, com um valor de temperatura mais baixo. Assim, a massa M-155 trabalhou com uma temperatura de queima máxima de 1165 °C e com um ciclo de queima de 20 minutos. Com estes parâmetros, as peças de revestimentos cerâmicos da massa M-155, resultaram em valores de absorção de água médios de 7,5% e uma carga de ruptura média de 782,8 N.

A FP-58 apresentou materiais com teores mais elevados de álcalis, como já foi visto na seção 4.1, e são materiais como ortoclásio, albita e talco, que atuam como fundentes, mas que para isso necessitam de uma temperatura máxima de queima mais elevada. Por isso, esta massa trabalhou com patamar máximo de temperatura em 1185 °C e com um ciclo maior de queima, dando o tempo necessário para as desgaseificações, em 26 minutos. Por intermédio deste processamento chegou-se a valores de absorção de água de 2,5%, com carga de ruptura de 1470,9 N.

Pelos diagramas de gresificação (Figuras 4.4 e 4.5), observa-se que, independentemente da composição da massa, quanto maior for a temperatura de queima, menor a absorção de água. Mas, a composição da massa influenciou, juntamente, com as características finais desejadas, na temperatura ideal de queima.

A temperatura de queima para a massa FP-58 foi determinada por testes industriais, no entanto já se esperava que fosse mais alta comparada à temperatura de queima da massa M-155, devido a sua composição apresentar maior teor de álcalis. Estes testes iniciaram com a mesma temperatura de queima da massa M-155, 1165 °C, depois com 1175 °C e por fim 1185 °C, e sempre analisando a absorção de água e a carga de ruptura.

Na Tabela 4.9 são mostrados os resultados destes testes industriais com diferentes patamares de queima para a massa FP-58.

TABELA 4.9 - DIFERENTES PATAMARES DE QUEIMA PARA A MASSA FP-58.

Temperatura (°C)	Absorção de água (%)	Carga de ruptura (N)
1165	6,0	1223,2
1175	3,6	1325,5
1185	2,5	1470,9

Outro ponto que comprova a maior fundência da FP-58, é o tamanho do produto final. Como já foi abordado, as dimensões das cavidades da prensa foram as mesmas para as duas massas, assim sendo, a FP-58 teve uma retração de queima de 8,06%, contra uma retração de 5,38% da massa M-155.

O ensaio de densidade aparente também foi efetuado com as peças já queimadas, confirmando a maior densificação das peças da massa FP-58, ficando com valor médio de 2,30 g/cm³. As peças da massa M-155 tiveram resultados médios de 2,10 g/cm³.

A Tabela 4.10 resume todos os resultados dos ensaios físicos obtidos neste estudo, tanto da massa M-155 quanto da FP-58.

TABELA 4.10 – RESUMO DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS FÍSICOS.

Parâmetros	M-155	FP-58
% de sólidos	65,0	65,0
Tempo de moagem (h)	5,0	8,0
Resíduo de moagem (%)	11,0	4,0
Densidade (g/cm ³)	1,67	1,67
Tempo de escoamento (s)	45,0	18,0
Pressão específica (MPa)	28,0	28,0
Umidade de prensagem (%)	6,5	5,6
Espessura de prensagem (%)	7,1	8,2
Dap a cru (g/cm ³)	2,0	1,94
Peça úmida (mm)	325,0	331,0
Patamar de queima (°C)	1165,0	1185,0
Ciclo de queima (min)	20,0	26,0
Espessura do material queimado (mm)	6,9	8,2
Peça queimada (mm)	307,5	298,80
Retração de queima (%)	5,38	8,06
Absorção de água (%)	7,5	2,5
Carga de ruptura (N)	782,8	1470,9
Secagem (min)	14,0	17,0
Cor de queima	Marrom-avermelhado	Bege-esverdeada clara

5. CONCLUSÕES

Foram analisadas duas situações, a primeira classificada como uma massa de um produto do grupo BIIb de absorção de água e que apresenta uma carga de ruptura de 782,8 N, e a segunda com uma massa de um produto do grupo BIb de absorção de água, apresentando uma carga de ruptura mais elevada, 1470,9 N.

O comportamento observado com a FP-58 foi decorrência, na verdade, da combinação das matérias-primas corretas, mesclando materiais argilosos com baixos teores de Fe_2O_3 e materiais ricos em álcalis (K_2O , Na_2O e MgO), principalmente a albita, o ortoclásio e o talco aliado ao processamento adequado. Estes materiais deram à massa a coloração mais clara e as propriedades finais desejadas, absorção de água (2,5%) e a carga de ruptura (1470,9 N). Com este resultado, o produto obtido agregou valores técnicos e comerciais, no que abrange tanto o mercado nacional, quanto o externo de revestimentos cerâmicos.

O processamento se refere à moagem mais eficaz (maior tempo de moagem – 8,0 h), utilizando elementos moedores mistos, AAD e quartzo, moinhos industriais dando condições reais de processamento, e que diminuiu os valores do resíduo de moagem de 11,0 para 4,0%. Ponto importante que aumentou a reatividade da massa, pois as partículas ficaram menores, e com os teores de álcali, já citados, contribuiu para os resultados propostos.

A atomização manteve suas variáveis controladas obtendo uma distribuição granulométrica apropriada, com perfeito empacotamento na etapa de prensagem, sendo padronizada a pressão de 28 MPa tanto para a massa M-155 quanto para a FP-58. Foi observado que a umidade para a compactação da FP-58, a princípio foi menor, 5,6%, sendo que o padrão adotado foi de 6,5%. Todavia, testes complementares demonstraram que aumentando a umidade de prensagem para 6,5%, houve uma densificação maior do corpo cerâmico prensado, mas que, no resultado final, após a queima, não representou interferências quanto às

propriedades finais do revestimento cerâmico proposto.

O controle de secagem, a queima uniforme e com os parâmetros, temperatura e ciclo, mais elevados (1185 °C com 26 minutos), deu à massa o tempo necessário para a densificação, reduzindo a porosidade e resultando em valores de absorção de água menores que 3%, mais precisamente 2,5%.

Todas estas variáveis, desde as matérias-primas até a etapa de queima foram importantes para o resultado do trabalho, entretanto, uma dependeu exclusivamente da outra.

Por fim, o produto proposto atingiu as expectativas relacionadas às suas propriedades finais, que eram de diminuir a absorção de água para valores inferiores a 3%, e aumentar a carga de ruptura para valores acima de 1112 N, que é o mínimo exigido pela norma ASTM C-648-98^[28] para os revestimentos cerâmicos.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CORPO TÉCNICO DA CERÂMICA PORTO FERREIRA. Análise Crítica das normas técnicas de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 1, p. 7-21, jan/fev, 2000.
- [2] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA. **Informações Técnicas**. Disponível em: <http://www.abeceram.org.br> Acesso em: 23 fev. 2004.
- [3] FERRARI, K. R. et al. Transformação das matérias-primas do suporte durante a queima de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 5, n. 2, p. 53-58, mar/abr, 2000.
- [4] NORTON, F. H. **Introdução à tecnologia cerâmica**. Tradução Jefferson Vieira de Souza, São Paulo, Editora da Universidade de São Paulo, 1973.
- [5] BIFFI, G. **Defeitos de fabricação das placas cerâmicas**. Tradução: Jaime Pedrassani. São Paulo: Faenza Editrice do Brasil, 2000.
- [6] SEZZI, G. Produção e consumo mundial de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 5, p. 20-28, set./out. 2002.
- [7] BOSCHI, A. O. Uma análise crítica do setor de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 2, p. 8-13, mar/abr, 2002.
- [8] CALLISTER JR, W. D. **Materials science and engineering an introduction**, 2nd ed. New York [USA], John Wiley e Sons Inc, 1991.
- [9] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C-973-88. Water Absorption.
- [10] INTERNATIONAL STANDARD FOR ORGANIZATION. ISO 10545 – Parte 3. Ensaio de absorção de água.
- [11] BARBOSA JR, J. C. **Controle da distribuição de tamanho de partículas cerâmicas no processamento de pavimentos gresificados**. Florianópolis, 1997. 185 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Setor de Tecnologia. Universidade Federal de Santa Catarina.
- [12] VAN VLACK, L. H. **Propriedades dos materiais cerâmicos**. Tradução: Cid Silveira e Shiroyuki Oniki. São Paulo: Edgard Blucher, 1973.
- [13] LABORATÓRIO DE ANÁLISE DE MINERAIS E ROCHAS. **Análises de Argilas**. Disponível em <http://www.lamir.ufpr.br/analiseargilas.htm> Acesso em 23 fev. 2004.
- [14] SANTOS, P. S. **Tecnologia de Argilas: aplicada às argilas brasileiras**. São Paulo: Universidade de São Paulo, 1975. v. 2: Aplicações.
- [15] RIELLA, H. G.; FRANJNDLICH, E. U. de C.; DURAZZO, M. Caracterização e utilização de fundentes em massas cerâmicas. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 3, p. 33-36, mai/jun, 2002.
- [16] PIANARO, S. A. et al. Propriedades de matérias-primas selecionadas para a produção de grés porcelanato. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 9, n.1, p. 33-38, jan/fev, 2004.

- [17] CHATTERJEE, A. et al. Efeito da razão entre o feldspato sódico e potássico no desenvolvimento de fases e microestrutura de porcelanatos queimados. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 6, n.1, p. 23-26, set/out, 2001.
- [18] VAN VLACK, L. H. **Princípios de ciência dos materiais**. Tradução: Luiz Paulo Camargo Ferrão. São Paulo: Edgard Blucher, 1970.
- [19] KINGERY, W.D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. Introduction to ceramics. 2 ed. John Wiley Sons, New York, 1976. 1032 p.
- [20] BARSOUN, M. W. Fundamentals of ceramics. McGraw-Hill, Singapore, 1997. 670 p.
- [21] MOTTA, J. F. M. et al. As matérias-primas cerâmicas. Parte II: Os minerais industriais e as massas da cerâmica tradicional. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 1, p. 33-40, jan/fev, 2002.
- [22] OLIVEIRA, A. P. N. Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 5, n, 6, p. 37-47, nov/dez, 2000.
- [23] HECK, C. Gres porcelanato. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 1, n. 4/5, ago/dez, 1996.
- [24] BRISTOT, V. M. **Máquinas e equipamentos para cerâmica**. Criciúma: Luana, 1996.
- [25] COLÉGIO MAXIMILIANO GAIDZINSKI. **Fotos do processo**. 2003. Um álbum (7 fot.): color.; várias dimensões.
- [26] RIBEIRO, M. J. P. M.; ABRANTES, J.C.C. Moagem em moinho de bolas: Estudo de algumas variáveis e otimização energética do processo. **Revista Cerâmica Industrial**, v.6, n.2, p. 7-11, mar/abr, 2001.
- [27] NEGRE, F.; SANCHEZ, E. Avanços no processamento de pós atomizados para a fabricação de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 3, n. 1/2 jan./abril 1998.
- [28] NAVARRO, J. E.; ALBARO, J. L. A.; FUSTER, M. M. **Tecnologia ceramica**. Valencia: Instituto de Química Técnica Universidad de Valencia, [s.n.]. V.2: Pastas ceramicas.
- [29] GRUPPO EDITORIALE FAENZA EDITRICE. **Tecnologia ceramica le piastrelle**. Cap. 8: Produzione.
- [30] RIBEIRO, M.J.; VENTURA, J. M.; LABRINCHA, J. A. A atomização como processo de obtenção de pós para a indústria cerâmica. **Revista Cerâmica Industrial**, v.6, n.5, set/out, 2001.
- [31] DAMIANI, J. C. et al. Coração negro em revestimentos cerâmicos: Principais causas e possíveis soluções. **Revista Cerâmica Industrial**, v.6, n.2, mar/abr, 2001.
- [32] ALBARO, J. L. A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte IV: Extração da peça e resistência mecânica a verde. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 6, n. 2, p. 46-50, mar/abr, 2001.

[33] RICHERSON, D.W. **Modern ceramic engineering**. Marcel Dekker, inc. New York, 1982.

[34] SILVA, A. G. P.; ALVES, C. J. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Revista Cerâmica**, v.44, n.290, p. 225-232, nov/dez, 1998.

[35] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C-648-98. Break Strength.