

## Caracterização Físico-Química de Massas Cerâmicas e suas Influências nas Propriedades Finais de Revestimentos Cerâmicos

Judson Ricardo Ribeiro Silva<sup>a</sup>, Kleber Franke Portella<sup>b\*</sup>

<sup>a</sup>*Eliane Revestimentos Cerâmicos, Avenida Tiradentes 5175, 86072-360 Londrina - PR*

<sup>b</sup>*Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento, C.P. 19067, 81591-990 Curitiba - PR*

\*e-mail: portella@lactec.org.br

**Resumo:** A competitividade nos mercados consumidores de revestimentos cerâmicos, tanto no mercado interno quanto no externo, tem obrigado as indústrias a investir em produtos cada vez mais sofisticados, seja no “*design*” ou na tecnologia, mas, principalmente, nas suas propriedades finais. Este trabalho teve como objetivo produzir e caracterizar uma massa cerâmica com características para a obtenção de produtos finais para a exportação, ou seja, pertencente ao grupo BIb (teor de absorção de água < 3%) e com resistência mecânica superior a 1112 N. Também, é mostrada toda a metodologia e resultados obtidos para esta massa cerâmica e outra com características de um produto semi-vitrificado (ou semi-poroso) com absorção de água entre 6 e 10%, pertencente ao grupo BIIb. Observou-se que para a obtenção de tais produtos necessitou-se trabalhar com melhor tecnologia de fabricação e matérias-primas com caráter mais fundente. Os resultados obtidos mostraram uma massa cerâmica pertencente ao grupo BIb e apresentando carga de ruptura média ao redor de 1471 N.

**Palavras-chave:** revestimento cerâmico, processo produtivo, caracterização físico-química

### 1. Introdução

As primeiras cerâmicas para revestimento arquitetônico surgiram por volta de 500 a.C., permanecendo por vários séculos como materiais de uso restrito devido ao seu alto custo e baixa tecnologia de fabricação. Avanços no setor foram introduzidos pelos ceramistas italianos, somente, na década de 1950, a partir do conhecimento dos processos de produção e das composições químicas das massas cerâmicas. Entendeu-se, a partir de então, que as matérias-primas deveriam ser criteriosamente selecionadas, caracterizadas por métodos físico-químicos e, suas composições, estequiometricamente, estabelecidas a fim de se obter um produto cerâmico com as propriedades finais desejadas. Tais conhecimentos, aliados ao controle de qualidade em todas as etapas de produção, vieram a reduzir ou mesmo eliminar defeitos de fabricação, tais como: trincas, altas taxas de retração e poros, problemas na compactação, fundência, defeitos como o “corpo negro”, elevado teor de absorção de água e menor resistência mecânica da peça fabricada. Também, o consumidor tornou-se mais exigente e, com isto, as especificações recomendadas nas normas técnicas, bem mais criteriosas, dificultando a disseminação de peças de menor qualidade no mercado nacional e, principalmente, internacional<sup>1-10</sup>.

Algumas características físico-químicas e mecânicas são particularmente exigidas para os revestimentos cerâmicos, principalmente, quanto ao teor de absorção de água (AA), sendo assim classificados, segundo a Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica – ANFACER, em: i) porcelanato – AA < 0,5%; ii) grés – 0,5% < AA < 3,0%; iii) semi-grés – 3,0% < AA < 6,0%; iv) semi-poroso 6,0% < AA < 10,0%; e, v) poroso – AA > 10,0%.

No Brasil, 41% dos revestimentos cerâmicos produzidos correspondem aos produtos semi-porosos. O grés, corresponde a 7% da produção nacional, sendo, tecnicamente, o mais próximo do porcelanato, um produto sofisticado com excelentes propriedades finais, menor absorção de água e elevada resistência mecânica.

Mesmo com estes índices de produção, o país segundo dados estatísticos relatados pela ANFACER, é um dos cinco países que mais

exportam revestimentos cerâmicos, tornando, do ponto de vista comercial, a produção de grés uma boa alternativa para a exportação.

Tais informações, instigaram ao estudo e desenvolvimento de um novo produto cerâmico, partindo-se, comparativamente, de uma composição para revestimento semivitrificado (semi-poroso), com absorção de água de 7,5%, o qual foi chamado de M-155, para um revestimento vitrificado, com absorção de água menor que 3%, chamado de FP-58, e com composição química diferenciada em relação à M-155.

Para esta nova composição foram estudados os comportamentos e os tipos de matérias-primas disponíveis, por técnicas físico-químicas, necessidades de processamento e disponibilidade fabril.

### 2. Experimental

Este trabalho foi idealizado, partindo-se de uma massa cerâmica disponível, com características físico-químicas conhecidas e com absorção de água de 7,5%, alterando-se, primeiramente, o seu processamento e, finalmente, a composição química final, sendo todo o trabalho realizado em escala industrial, com exceção de alguns ensaios laboratoriais.

#### 2.1. Massas cerâmicas estudadas

Duas massas cerâmicas foram estudadas, a primeira, a M-155, cujo código foi utilizado para a composição de referência aos diversos parâmetros estudados e, a FP-58, massa com composição química diferenciada e cujo objetivo principal foi o de atender ao mercado internacional. Ambas as massas foram compostas a partir de 14 matérias-primas, sendo: seis argilas, três filitos, dois tipos de talcos, um caulim, um feldspato e uma albita. As misturas mineralógicas, com seus respectivos percentuais, encontram-se listados nas Tabelas 1 e 2, respectivamente, à cada formulação, sendo obtidas após atomização e secagem em estufa à (105 + 5) °C.

**Tabela 1.** Composição mineralógica da massa M-155 (AA = 7,5%), referência.

Material	Teores (%)
Argila Cr	14,0
Argila Ort	24,0
Argila F	26,0
Filito LV	20,0
Talco CR	6,0
Filito BC	10,0
Total	100,0

Nota: por motivos industriais as matérias-primas listadas encontram-se codificadas.

**Tabela 2.** Composição mineralógica da massa FP-58 (AA = 2,5%).

Material	Teores (%)
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
Total	100,0

Nota: por motivos industriais parte das matérias-primas listadas encontra-se codificada.

## 2.2. Caracterização físico-química

A caracterização das massas cerâmicas, incluiu:

- Análise química pelo método de fluorescência de raios X (FRX) em equipamento PHILIPS PW 3710;
- Distribuição do tamanho de partículas, determinada por granulômetro a laser, CILAS, modelo 1064, sem agente dispersante; e
- Diagramas de gresificação, 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.

## 2.3. Moagem

A moagem das massas cerâmicas foi realizada em escala industrial, utilizando-se moinhos de bolas.

O carregamento dos moinhos foi realizado conforme quantidades listadas na Tabela 3.

As densidades das bolas de AAD e de quartzo utilizadas foram de 3,6 e 2,5 g/cm<sup>3</sup> e nas proporções de 1:1, respectivamente. Os diâmetros utilizados foram 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, ofereceram 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 à base de silicato de sódio à 0,9% em peso (p/p), para o controle de defloculação das massas, de modo a atingir as condições normais de trabalho, tanto em densidade quanto em viscosidade da barbotina. O tempo de moagem para a massa FP-58 foi determinado por meio de testes industriais, variando-se de 5 a 8 horas, e avaliando-se os resíduos excedentes em cada hora

**Tabela 3.** Carregamento 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

\*AAD - Alumina de alta densidade.

registrada. Para a massa M-155, foi mantido o tempo de moagem de 5 horas, adotado como padrão para os produtos fabricados com absorção de água entre 6,0 e 10,0%.

O resíduo de moagem foi medido em 100 mL de barbotina passada em peneiras de malha 325 mesh. O material retido na peneira foi seco em estufa à temperatura de (105 + 5) °C. Por último, este material foi pesado em balança digital, com incremento de 0,01 g, e sua massa considerada percentualmente como o resíduo retido.

## 2.4. Medida da densidade

A densidade da barbotina foi obtida à partir da sua relação massa/volume determinada com auxílio de um picnômetro, com volume de 200 mL, e uma balança digital com incremento de 0,01 g.

## 2.5. Medida da viscosidade

O tempo de escoamento (viscosidade) da barbotina pelo Copo Ford nº 6, com capacidade para 100 mL de amostra e com orifício na parte inferior de 6 mm, foi medido com cronômetro digital.

## 2.6. Atomização

Com sua devida reologia, a barbotina foi atomizada em um atomizador (*spray-drier*) industrial da marca SACMI, com capacidade produtiva de 8 t/h. O controle da granulometria 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. Na seqüência determinou-se a quantidade de massa por faixa de distribuição dos seus respectivos tamanhos.

## 2.7. Medida do grau de umidade

A umidade do pó foi determinada em um equipamento METLER – Analisador de Umidade. O princípio desta técnica se resume na perda de massa do material 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.

## 2.8. 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 e igual a 28 MPa.

## 2.9. Densidade aparente das peças cerâmicas a cru

Para a determinação da densidade aparente das peças cerâmicas foi utilizado um aparelho baseado 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 suas extremidades e seu centro. Na seqüência,

estes corpos-de-prova cortados foram pesados e suas massas, devidamente, anotadas. O recipiente contendo o mercúrio foi colocado sobre a balança e descontada sua massa (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, sendo o peso resultante devidamente anotado. Utilizando a Equação 1, pode-se calcular a densidade aparente das peças cerâmicas.

$$Dap = \frac{M. \text{sólido} \times \text{densidade do mercúrio}}{\text{Empuxo}} \quad (1)$$

onde: Dap = densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>), M. sólido = massa do material seco (g), Empuxo = massa do material sob imersão (g), e Densidade do mercúrio = 13,5335 g/cm<sup>3</sup>.

## 2.10. Secagem e queima

Depois de prensadas, as peças cerâmicas passaram por um ciclo de secagem que 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 à verde.

Cada uma das massas cerâmicas foi trabalhada com um determinado patamar de temperatura e ciclo de queima, devido às suas características físico-químicas e propriedades finais desejadas. A temperatura de trabalho para as massas foi determinada por testes em escala industrial em diferentes patamares, sendo para a massa M-155 a temperatura máxima de 1165 °C, com ciclo de 20 minutos e, para a massa FP-58, 1185 °C, com ciclo de 26 minutos.

## 2.11. Ensaios realizados após a queima

Cada lote de peça cerâmica foi analisado segundo critérios normalizados, sendo:

- Absorção de água. Ensaio realizado por intermédio das normas ASTM C 973<sup>7</sup> e ISO 10545-3<sup>8</sup>, por serem as mais utilizadas pelo mercado consumidor internacional e nacional, respectivamente; e
- 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 Equação 2:

$$R = \frac{(L_{\text{inicial}} - L_{\text{final}}) \times 100}{L_{\text{inicial}}} \quad (2)$$

onde: R, é a retração de queima obtida (%), L<sub>inicial</sub>, comprimento inicial ou medida da peça crua (mm), e L<sub>final</sub>, comprimento final ou medida da peça queimada (mm).

## 2.12. Resistência mecânica da peça queimada

Para obter os valores da resistência mecânica das peças queimadas foi utilizado um equipamento chamado Crômetro, da marca GABRIELLI, com três pontos de apoio para as peças. Para este caso, foi adotado o método de ensaio da norma ASTM C-648-98<sup>11</sup>, tanto para as peças da massa M-155, quanto para as peças da massa FP-58.

## 3. Resultados e Discussão

### 3.1. Matérias-primas

Os resultados das análises químicas (em %) das matérias-primas estão apresentados nas Tabelas 4 e 5.

O objetivo principal desta caracterização físico-química foi conhecer a composição mineralógica das argilas, a quantidade de produtos voláteis na massa e os teores de álcalis presentes, a fim de que se pudesse balancear, estequiometricamente, a composição final

**Tabela 4.** Análise química das matérias-primas da massa M-155.

Óxidos	Argila Cr	Argila Ort	Argila F	Filito LV	Talco CR	Filito BC
SiO <sub>2</sub>	74,28	69,46	66,53	69,06	64,11	67,95
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,88	17,12	17,26	17,84	4,14	19,26
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	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
Na <sub>2</sub> O	0,06	0,05	0,53	0,01	0,04	0,20
K <sub>2</sub> O	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
TiO <sub>2</sub>	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
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	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 5.** Análise química das matérias-primas da massa FP-58.

Óxidos	Argila Ort B	Argila M3	Argila TV	Filito 02	Talco G	Caulim	Albita	Feldspato
SiO <sub>2</sub>	73,86	56,63	72,76	75,13	64,72	61,91	64,32	69,54
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,52	27,52	15,11	13,99	2,07	21,02	21,62	17,35
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	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
Na <sub>2</sub> O	0,10	0,04	0,09	0,12	0,02	4,31	9,66	4,47
K <sub>2</sub> O	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	-
TiO <sub>2</sub>	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
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	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.

desejada para a massa cerâmica, adequando as técnicas de produção que vão desde a etapa de homogeneização das massas até a etapa de queima e embalagem do produto acabado<sup>3,10,12-18</sup>.

### 3.2. Massas cerâmicas

Na Tabela 6 estão apresentados os resultados das análises químicas (em %) das massas cerâmicas M-155 e FP-58, após cominuidas e homogeneizadas em moinho de bolas.

Pode-se observar que as matérias-primas empregadas na formulação da massa M-155 são diferentes das empregadas na formulação da FP-58, pela necessidade química de utilização de materiais mineralógicos com maior teor de álcalis ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{MgO} = 10,55\%$ ). Isto proporcionou a fundência necessária, ajudando na obtenção de uma peça de maior densidade e com o menor teor de absorção d'água possível, preferencialmente, abaixo dos 3% indicados em norma.

A quantidade de álcalis obtida na massa M-155 foi 5,6%, resultando em uma massa com teor de absorção d'água de 7,5%, ou seja, podendo ser classificado como um produto final semivitrificado ou semiporoso.

**Tabela 6.** Análise química das massas cerâmicas: M-155 e FP-58.

Óxidos	M-155	FP-58
$\text{SiO}_2$	68,34	67,07
$\text{Al}_2\text{O}_3$	16,08	15,43
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	3,64	1,14
$\text{CaO}$	0,28	0,22
$\text{Na}_2\text{O}$	0,60	1,96
$\text{K}_2\text{O}$	2,86	1,87
$\text{MnO}$	0,04	0,02
$\text{TiO}_2$	0,82	0,71
$\text{MgO}$	2,17	6,22
$\text{P}_2\text{O}_5$	0,06	0,05
PF*	5,12	5,32

\*PF: Perda ao fogo.

O teor de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na massa foi de 3,6% e propiciou à obtenção de uma peça de tonalidade escura e cor marrom-avermelhada, diferentemente da peça obtida com a composição FP-58, de tonalidade mais clara e esverdeada, facilitando, também, à aplicação de esmaltes cerâmicos.

Na Figura 1 estão mostradas as diferenças de tonalidade entre as duas massas cerâmicas, sendo: a Figura 1a) com a composição M-155 (tonalidade escura; e, a Figura 1b) com a composição FP-58 (tonalidade clara).

Para a obtenção de um teor de álcalis mais elevado na massa FP-58, foi necessário adicionar ortoclásio (feldspato potássico) e albita (feldspato sódico), que contém em sua composição química 9,66% de  $\text{Na}_2\text{O}$ , auxiliando no abaixamento do ponto de fusão.

O talco utilizado na FP-58 apresentou um teor de  $\text{MgO}$  de 26,13%, enquanto que, na composição M-155, o valor de  $\text{MgO}$  foi de 21,90%. Com isso, o talco empregado na FP-58, juntamente com a albita e o ortoclásio, formaram um eutético, interessante do ponto de vista industrial. Também, o talco ajudou na estabilidade térmica do material, principalmente, nos ciclos de queima rápidos, controlando o chamado “choque térmico”.

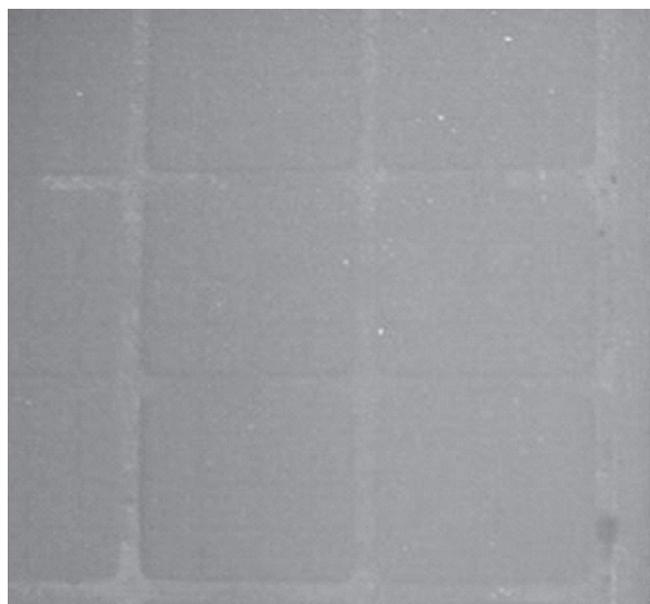
Os dois tipos de filito adicionados à composição da massa M-155, num total de 30,0% na composição, contribuiu para:

- Aumentar os teores de  $\text{K}_2\text{O}$  (fundente);
- Melhorar as características reológicas da barbotina, principalmente, na defloculação, otimizando a descarga dos moinhos, por serem materiais com baixa plasticidade. Tal adição foi necessária devido ao alto teor de material argiloso presente, cerca de 64%, para abaixar a viscosidade da solução; e
- Utilizar fornecedores alternativos, com possível redução dos custos de produção.

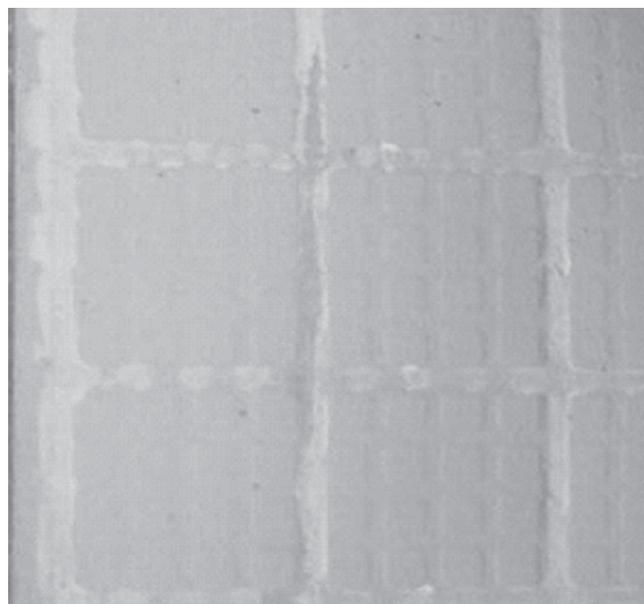
Na FP-58 o filito usado apresentou índices mais baixos de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , proporcionando à massa uma cor de queima mais clara, sendo este seu principal objetivo.

O caulim, que é uma argila ilitica-caulinítica, foi utilizado na FP-58 como um fundente, pois apresentava 1,36% de  $\text{K}_2\text{O}$  e 2,09% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Sua cor de queima não foi tão clara devido à proporção de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na mistura, resultando na tonalidade esverdeada.

O material argiloso da FP-58 representou 40,0% da composição e, neste caso, teve como função, dar a plasticidade mínima ao material



(a)



(b)

**Figura 1.** Comparação de tonalidades das duas peças cerâmicas: a) com a M-155 (maior teor de óxido de ferro, por isso contém a tonalidade mais escura); e b) com a FP-58, respectivamente (tonalidade mais clara).

para a etapa de prensagem. Estas argilas também tiveram baixos índices de  $Fe_2O_3$ , se comparadas às argilas da massa M-155 pois, como serão utilizadas como produtos de grés esmaltados deverão ter coloração mais clara. Em contrapartida, a cor final da massa M-155, de revestimento esmaltado semivitrificado, não foi motivo de preocupação, uma vez que as argilas de partida continham teores de  $Fe_2O_3$  mais elevados.

### 3.3. Distribuição do tamanho de partículas das massas cerâmicas

Os resultados dos ensaios de distribuição do tamanho de partículas das massas cerâmicas, realizados com o pó já atomizado e, após a moagem, encontram-se apresentados na Tabela 7.

Comparativamente, as duas massas apresentaram distribuição de tamanhos de partículas bem próximos. Ambas, foram moídas em moinhos contendo a mesma distribuição granulométrica e os mesmos tipos de elementos mascinantes.

### 3.4. Resíduos de moagem

Apesar da moagem da massa cerâmica ser uma etapa importante no processo, uma vez que esta influencia na reatividade e nas conseqüentes propriedades finais da peça (densificação, absorção de água e retração linear), o controle desta etapa de produção em uma indústria de revestimentos deve ser rápido e prático, e uma maneira de definição de sua eficácia vem da quantificação dos resíduos de moagem que ficam retidos em peneira de malha 325 mesh (44  $\mu m$ ).

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, em virtude, possivelmente, das suas matérias-primas, compostas de 40,0% de material argiloso e 60,0% de material "duro" (não-argiloso) o que pode ter dificultada a moagem.

Por sua vez, o processo de moagem da massa M-155 foi mais eficaz em função do tempo, possivelmente, por causa da sua composição (64,0% de material argiloso e 36,0% de material não-argiloso).

Resultados das análises do teor de absorção de água e resistência mecânica à ruptura da peça cerâmica com a composição FP-58, não corresponderam ao especificado para um produto tipo grés, quando os resíduos de moagem foram mais elevados, ou seja no intervalo de tempo entre 5 e 8 horas. Na Tabela 8, encontram-se apresentados os resultados do percentual do resíduo e o tempo de moagem, em conjunto com o teor de absorção de água e a resistência mecânica (carga de ruptura) da massa cerâmica FP-58.

Além destes controles, outros foram necessários, tais como a densidade e a viscosidade da barbotina para melhorar o desempenho na etapa de atomização. Para isto, necessitou-se de uma proporção fixa de sólidos (65%) e de água (35%). Nestas proporções em peso foi obtida uma densidade média da barbotina de 1,67  $g/cm^3$  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. Por outro lado, na FP-58 mediram-se 18 segundos usando o mesmo viscosímetro. Isso refletiu a menor quantidade de material argiloso que esta composição apresentava, 40,0%.

### 3.5. Distribuição granulométrica do pó atomizado

Vários fatores influenciaram na granulometria do pó atomizado das duas composições, 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 2 e 3. As variáveis do processo de atomização se mantiveram as mesmas, com isso, observou-se uma tendência à obtenção de uma distribuição de 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 levava a barbotina para

o atomizador se manteve a mesma (40  $kgf/cm^2$ ) para as duas massas, e foi o que provocou essa diminuição nos tamanhos.

A distribuição granulométrica do pó atomizado teve de ser controlada, pois foi extremamente importante na etapa de prensagem junto com a sua umidade.

### 3.6. Diagramas de gresificação

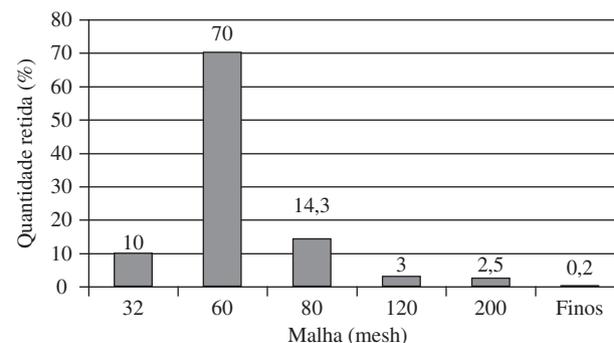
As duas massas cerâmicas em estudo foram submetidas a uma análise da absorção de água e retração de queima em relação aos patamares de temperatura. Nas Tabelas 9 e 10 estão listados os valores resultantes desta análise de gresificação. A umidade de prensagem

**Tabela 7.** Distribuição do tamanho de partículas da massa M-155.

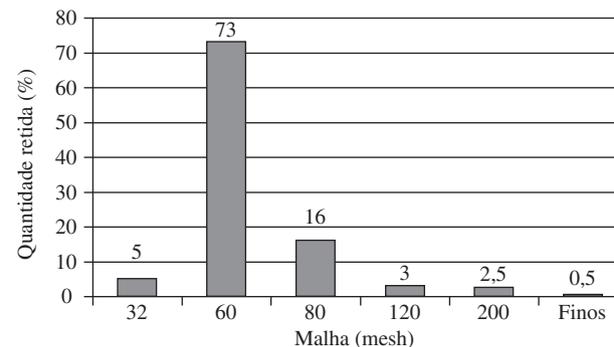
Percentual médio de partículas da massa	Tamanho médio de partículas ( $\mu m$ )	
	M-155	FP-58
10,0	< 1,17	< 1,20
50,0	< 6,76	< 6,63
90,0	< 26,41	< 23,06
100,0	< 56,00	< 56,00

**Tabela 8.** 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



**Figura 2.** Distribuição granulométrica do pó atomizado da massa M-155.



**Figura 3.** Distribuição granulométrica do pó atomizado da massa FP-58.

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

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.

Na Figura 4 estão mostrados os diagramas de gresificação das duas massas cerâmicas. Comparando-se estes resultados, observa-se

**Tabela 9.** Valores de absorção de água, retração e DAP da massa M-155 em função das temperaturas de queima.

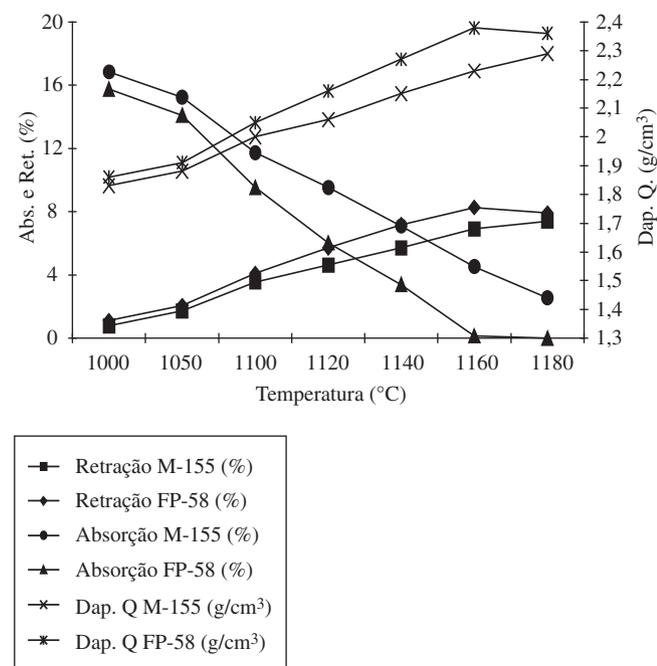
Temperatura (°C)	Retração (%)	Absorção (%)	*Dap. Q. (g/cm <sup>3</sup> )
1000	0,77	16,84	1,83
1050	1,71	15,23	1,88
1100	3,57	11,73	2,00
1120	4,63	9,54	2,06
1140	5,72	7,10	2,15
1160	6,91	4,52	2,23
1180	7,39	2,56	2,29

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

**Tabela 10.** Valores de absorção de água, retração e DAP da massa FP-58 em função das temperaturas de queima.

Temperatura (°C)	Retração (%)	Absorção (%)	*Dap. Q. (g/cm <sup>3</sup> )
1000	1,11	15,74	1,86
1050	206,00	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.



**Figura 4.** Diagramas comparativos de gresificação entre as massas M-155 e FP-58.

que a 1000 °C, a massa FP-58, apresentou maior retração de queima (1,11%), menor teor de absorção de água (15,74%) e maior taxa de densificação (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/cm<sup>3</sup>. Concluiu-se que a massa FP-58 teve um comportamento mais reativo, ou seja, mais fundente do que a massa M-155. À 1160 °C a massa FP-58 atingiu o valor de 0,13% de absorção de água, enquanto que a M-155, nesta temperatura, o valor de 4,52%.

Estes diagramas de gresificação tiveram o objetivo de avaliar o comportamento destas massas antes dos processos de prensagem e queima e, orientaram no sentido de indicar a temperatura de queima para a massa FP-58.

### 3.7. Caracterização das peças cerâmicas a cru

As duas massas cerâmicas foram analisadas pela densidade aparente das peças prensadas, averiguando-se o grau de compactação adquirido. Além disso, outro fator importante também foi analisado, que foi a umidade do pó atomizado. Quanto maior foi a umidade do pó, maior resultou a compactação para uma mesma pressão de prensagem. O pó atomizado da massa M-155 foi prensado com umidade de 6,5%, enquanto que o pó da massa FP-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-se, apenas, a espessura, onde a M-155 foi compactada com 7,1 mm e a massa da FP-58 com 8,2 mm de espessura. Depois que as peças foram prensadas, foi realizado o ensaio de densidade aparente do material cru.

### 3.8. Medida da densidade aparente

Conservando-se a pressão de compactação de 28 MPa e as umidades relativas em 6,5% para ambas as massas M-155 e FP-58, obtiveram-se as densidades aparentes de 1,99 g/cm<sup>3</sup> e 1,98 g/cm<sup>3</sup>, respectivamente, não interferindo nas propriedades finais dos produtos.

### 3.9. Secagem das peças cerâmicas

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 ofereceu 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 teve o secador industrial trabalhando com um ciclo de 17 minutos, e a M-155 com ciclo de secagem em 14 minutos, determinados experimentalmente até alcançar a melhor relação tempo/umidade.

### 3.10. Caracterização das peças após a queima

O objetivo principal foi o de analisar as características finais dos revestimentos cerâmicos. 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<sup>7</sup>, ou um produto de grés com absorção de água menor que 3%, enquadrando-se no grupo BIIb pela norma ISO 10545-3<sup>8</sup>.

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<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 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, aproximadamente, 783 N.

A FP-58, por ter sido preparada com teores mineralógicos contendo mais álcalis e à base de ortoclásio, albíta e talco, que atuam como fundentes, o seu patamar de temperatura de queima foi de 1185 °C e com um ciclo maior de 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, aproximadamente, 1471 N.

Pelos diagramas de gresificação apresentados na Figura 4, pode ser observado que, independentemente da composição da massa, quanto maior foi a temperatura de queima, menor a absorção de água. Também, observou-se que a composição da massa influenciou, juntamente com as características finais desejadas, na temperatura ideal de queima, sendo determinada por testes industriais.

Outro ponto que comprovou a maior fundência da FP-58, foi a sua retração de queima de 8,06% contra 5,38% da massa M-155.

O ensaio de densidade aparente foi efetuado com as peças já queimadas, confirmando a maior densificação da massa FP-58, cujo valor médio foi 2,30 g/cm<sup>3</sup>. As peças da massa M-155 tiveram resultados médios de 2,10 g/cm<sup>3</sup>.

#### 4. Conclusões

Foram analisadas duas situações: a primeira classificada no grupo BIIb de absorção de água e que apresentou uma carga de ruptura de, aproximadamente, 783 N; e, a segunda, com uma massa no grupo BIb, apresentando uma carga de ruptura mais elevada e ao redor de 1471 N.

O melhor desempenho observado para as peças fabricadas com a massa FP-58 foi decorrência da combinação das matérias-primas idealizadas, mesclando-se materiais argilosos, com baixos teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e materiais ricos em álcalis (K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O e MgO), principalmente, a albíta, o ortoclásio e o talco, aliados ao processamento adequado. Estes materiais deram à massa a coloração mais clara e as propriedades finais desejadas, absorção de água de 2,5% e a carga de ruptura de 1471 N, como relatado. Com este resultado, o produto obtido agregou valores técnicos e comerciais, abrangendo tanto o mercado nacional quanto o externo de revestimentos cerâmicos.

O processamento à moagem foi eficaz, com um tempo de moagem máximo de 8,0 horas, utilizando-se elementos moedores mistos à base de AAD e quartzo, em moinhos industriais. As condições reais de processamento diminuíram os valores do resíduo de moagem de 11,0 para 4,0% para a composição FP-58, estudada.

A atomização foi mantida controlada, obtendo-se uma distribuição granulométrica apropriada, com perfeito empacotamento na etapa de prensagem. A pressão foi padronizada em 28 MPa tanto para a massa M-155 quanto para a FP-58. Foi observado que a umidade para a compactação da FP-58 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<sup>14</sup>.

O controle de secagem, a queima uniforme e os parâmetros de 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%.

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 de aumentar a carga de ruptura

para valores acima de 1112 N, que é o mínimo exigido pela norma ASTM C-648<sup>11</sup> para os revestimentos cerâmicos, mantendo boas as condições superficiais das peças.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem ao LACTEC, à UFPR/Programa de Pós-Graduação em Engenharia (PIPE) e ao corpo técnico da Eliane Revestimentos Cerâmicos – Unidade Paraná, pela infra-estrutura e apoio técnico e financeiro para a execução deste trabalho de pesquisa.

#### Referências

1. CORPO TÉCNICO DA CERÂMICA PORTO FERREIRA. Análise Crítica das normas técnicas de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 1, p. 7-22, jan./fev., 2000.
2. Ferrari, K. R. et al. Transformação das matérias-primas do suporte durante a queima de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 5, n. 2, p. 53-58, mar./abr., 2000.
3. Norton, F. H. **Introdução à tecnologia cerâmica**. Tradução Jefferson Vieira de Souza, São Paulo, Edgard Blücher, Ed. da Universidade de São Paulo, 1973. 324 p.
4. Biffi, G. **Defeitos de fabricação das placas cerâmicas**. Tradução: Jaime Pedrassani. São Paulo: Faenza Editrice do Brasil, 2000.
5. Sezzi, G. Produção e consumo mundial de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 5, p. 20-28, set./out. 2002.
6. Boschi, A. O. Uma análise crítica do setor de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 2, p. 8-13, mar./abr., 2002.
7. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C-973**. Standard Practice for Preparing Test Specimens From Basic Refractory Gunning Products by Pressing, 1988.
8. INTERNATIONAL STANDARD FOR ORGANIZATION. **ISO 10545**. Ceramic tiles - Part 3: Determination of water absorption, apparent porosity, apparent relative density and bulk density, 1995.
9. Barbosa Jr, J. C. **Controle da distribuição de tamanho de partículas cerâmicas no processamento de pavimentos gresificados**. 1997. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Campus da UFSC, SC: UFSC, Setor de Tecnologia, 1997. 185 p.
10. Kingery, W. D.; Bowen, H. K.; Uhlmann, D. R. **Introduction to ceramics**. 2. ed. John Wiley Sons, New York, 1976. 1032 p.
11. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 648**, Standard Test Method for Breaking Strength of Ceramic Tile, 1998.
12. Santos, P. S. **Ciência e Tecnologia das Argilas**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1989. 4 p.
13. Riella, H. G.; Franjndlich, E. U. de C.; Durazzo, M. Caracterização e utilização de fundentes em massas cerâmicas. **Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 3, p. 33-36, mai./jun., 2002.
14. Silva, J. R. R da. **Caracterização Físico-Química de Massas Cerâmicas e suas Influências nas Propriedades Finais de Revestimentos Cerâmicos**. 2005. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Campus da UFPR, PR: UFPR, 2005. 67 p.
15. Rodriguez A. M.; Pianaro, S. A.; Berg, E. A. T.; Santos, A. H. dos Propriedades de matérias-primas selecionadas para a produção de grés porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 9, n.1, p. 33-38, jan./fev., 2004.
16. Chaterjee, A.; Chitwadgi, S.; Kulkarni, M.; Kaviraj, A.K. Efeito da razão entre o feldspato sódico e potássico no desenvolvimento de fases e microestrutura de porcelanatos queimados. **Cerâmica Industrial**, v. 6, n. 1, p. 23-26, set./out., 2001.
17. Oliveira, A. P. N. Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 6, p. 37-47, nov./dez., 2000.
18. Heck, C. Grés porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 1, n. 4-5, ago./dez., 1996.