

A Influência das Características do Engobe na Curvatura Central das Placas Cerâmicas Parte I: Desenvolvimento dos Engobes

**Ronaldo Crosio Gennari^{a,c}, Marcelo Dal Bó^b, Fábio Gomes Melchiadés^{a,c},
Anselmo Ortega Boschi^{a,c*}**

^aPrograma de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM,
Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil

^bPrograma de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PGMAT,
Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Florianópolis, SC, Brasil

^cLaboratório de Revestimentos Cerâmicos - LaRC, Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa,
Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Rod. Washington Luis, Km 235, Monjolinho,

CEP 13565-905, São Carlos, SP, Brasil

*e-mail: daob@ufscar.br

Resumo: Devido a importância da planaridade das placas cerâmicas para revestimento de pisos e paredes e a falta de informação na literatura à respeito do papel do engobe na curvatura central, o trabalho, dividido em duas etapas, visou identificar a influência dessa camada sobre o comportamento da curvatura central. Na primeira etapa, aqui mostrada, foi possível desenvolver composições de engobes com variações nas características de comportamento durante a queima (fusibilidade e coeficiente de expansão térmica linear). A técnica estatística de planejamento de experimentos (DOE) utilizada para o desenvolvimento dos engobes foi a análise fatorial misturado $2^k.3^k$.

Palavras-chaves: *engobes, curvatura central, coeficiente de expansão térmica linear, fusibilidade, planejamento de experimentos.*

1. Introdução

Os revestimentos cerâmicos devem possuir forma e dimensões definidas, com estreitos limites de tolerâncias nestas características, garantindo assim o efeito estético do ambiente onde são assentados. Distorções do formato e das dimensões em uma peça ou entre peças diferentes comprometem seriamente a regularidade do ambiente, especialmente quando se considera que as peças são assentadas consecutivamente, com distâncias muito pequenas entre si.

Estudos já foram realizados visando identificar os fatores responsáveis pela curvatura dos revestimentos cerâmicos. A maior parte destes estudos relaciona os efeitos produzidos pelas deformações pirolásticas¹ do suporte e pelas tensões oriundas do acoplamento esmalte-suporte². Neste último caso, as tensões mencionadas decorrem das diferenças de retração experimentadas pelo esmalte e pelo suporte cerâmico durante a etapa de resfriamento, ao final da queima. Entretanto, os estudos existentes sobre o acoplamento esmalte-suporte e suas conseqüências sobre a curvatura dos revestimentos cerâmicos desconsideram a camada de engobe, utilizada praticamente na totalidade dos produtos esmaltados fabricados atualmente. Apesar da importância da utilização do engobe para ocultar a cor do suporte e viabilizar a decoração em produtos que utilizam esmaltes transparentes (além de impedir reações indesejadas do suporte com o esmalte durante a queima), a forma como esta camada afeta as tensões desenvolvidas no esmalte e no suporte não é conhecida e os conceitos envolvidos no acoplamento esmalte-suporte² não podem ser diretamente aplicados pelo fato do engobe não apresentar os fenômenos de transição vítrea e amolecimento, que caracterizam os materiais de natureza vítrea, tais como os esmaltes. Existe uma grande ausência de informações sobre esse assunto na literatura científica apesar da relevância do tema para a compreensão de um fenômeno de clara aplicação tecnológica. Para estudo da influência da camada de engobe sobre a planaridade das placas cerâmicas, através do relacionamento das características do engobe como dilatação térmica linear e fusibilidade sobre a curvatura central, o trabalho foi dividido em duas partes complementares; na primeira parte, apresentada neste artigo, o objetivo foi desenvolver engobes cerâmicos

com características predefinidas com relação ao coeficiente dilatométrico e à fusibilidade; na segunda parte o objetivo foi avaliar a influência dessas características sobre a curvatura central de revestimentos cerâmicos.

2. A Curvatura dos Revestimentos Cerâmicos

Os estudos desenvolvidos e encontrados na literatura¹⁻³ sobre a curvatura central das placas cerâmicas mostram que o efeito pode ser ocasionado, principalmente, por três fatores: a distribuição de temperaturas internas do forno, a deformação pirolástica do suporte cerâmico e o acoplamento entre as camadas que cobrem o suporte cerâmico.

Geralmente, parte dos problemas de curvatura apresentados pelas peças ocorrem na região de queima do forno e podem ser corrigidos através da regulagem de temperaturas dos mesmos. Os fornos contínuos a rolos, utilizados na atualidade em indústria de revestimentos, operam permanentemente aquecidos, divididos em zonas com temperaturas diferentes, por onde as peças são conduzidas. Deve-se objetivar a obtenção de temperaturas iguais acima e abaixo do plano de rolos do forno para garantir a planaridade das peças. Se as superfícies superior e inferior das mesmas permanecem expostas a temperaturas diferentes no forno, passam a ocorrer retrações diferentes entre partes de uma mesma peça; em razão desta diferença de retração, as peças apresentam tendência a curvar-se. O tipo e a intensidade da curvatura irá depender basicamente da superfície que permanece exposta à temperatura mais alta e da diferença de retração que será causada pelo gradiente de temperaturas. O tardoz da superfície não esmaltada e o esmalte aplicado na superfície superior das peças perturbam a homogeneidade das variações dimensionais que ocorrem em cada superfície durante a queima. Deste modo, as temperaturas programadas acima e abaixo do plano de rolos devem ser consideravelmente distintas ao logo do ciclo de queima para conferir a mesma retração nas duas superfícies das peças.

A deformação pirolástica surge como uma conseqüência do excesso de fases líquidas formadas durante a queima, ou mesmo da viscosidade

reduzida das mesmas, e é uma característica de massas altamente vitrificadas, tais como as massas de grês e porcelanato, no caso de revestimentos cerâmicos. Durante o transporte das peças no forno, através de rolos refratários, é possível que o suporte venha a curvar-se para acompanhar a rotação dos rolos, visto que o mesmo encontra-se submetido ao esforço vertical aplicado pelo seu próprio peso. Dentre as variáveis que controlam a deformação piropelástica estão a composição química da massa, a distribuição de tamanho de partículas, a compactação e o ciclo de queima¹. O aumento da compactação da massa é indicado como uma boa alternativa para evitar problemas de deformação piropelástica¹, pois é possível obter a porosidade almejada no produto final sem a necessidade da formação excessiva de fases líquidas durante a queima.

Por outro lado, podem ser geradas tensões no acoplamento dos distintos elementos que constituem o revestimento cerâmico: suporte, engobe e esmalte. Considerando que estes elementos são materiais de natureza distinta, durante a etapa de queima, os mesmos podem apresentar diferentes retrações. Como as camadas encontram-se fortemente ligadas entre si, as peças curvam-se como uma maneira de aliviar as tensões geradas no acoplamento.

2.1. O acordo esmalte-suporte

Quando um material recoberto por outro de natureza distinta é submetido a um tratamento térmico, é natural que as variações dimensionais entre os mesmos não sejam compatíveis. A diferença de tamanho gerada entre estes dois materiais fortemente ligados origina tensões, que podem ser aliviadas através da curvatura do conjunto. Durante o aquecimento da peça no forno, o suporte e o esmalte podem sofrer dilatações incompatíveis, pois existe um instante em que o esmalte amolece sobre o suporte e passa a comportar-se como um líquido que acompanha as variações dimensionais apresentadas pelo suporte. Esta situação prevalece até uma determinada etapa do resfriamento do forno, onde o esmalte volta a comportar-se como um sólido e apresenta a sua própria retração. A partir deste instante, se o suporte e o esmalte apresentarem retrações incompatíveis, serão geradas tensões responsáveis pela curvatura das peças². Na temperatura de queima do vidrado, as duas camadas apresentam dimensões iguais, pois o vidrado encontra-se em um estado viscoso e se acomodará de acordo com a redução de tamanho do suporte. Durante o resfriamento o comportamento é diferente, pois o vidrado passa a se solidificar gradualmente até tornar-se rígido e com forte adesão ao suporte. A temperatura na qual isso ocorre é conhecida como temperatura de acoplamento efetivo (T_a)². Abaixo dessa temperatura, durante o resfriamento, as retrações sofridas pelo suporte não são acompanhadas pelo vidrado, originando tensões entre eles. Para minimizar as tensões geradas ocorre curvatura da peça, que pode ser de natureza côncava ou convexa.

As seguintes situações podem ocorrer, considerando o caso ideal, onde o vidrado e o suporte são sólidos homogêneos, isotrópicos, elásticos (obedecem a lei de Hooke) e não formam interface de reação entre eles;

- 1) Quando a retração do suporte e do vidrado é igual, não são geradas tensões nem ocorre curvatura da peça;
- 2) Quando a retração do suporte é maior que a retração do vidrado, são desenvolvidas tensões entre as camadas; o suporte comprime o vidrado e sofre tração por parte dele. Essas tensões são minimizadas pela curvatura da peça no sentido convexo.
- 3) Quando a retração do vidrado é maior que a retração do suporte também são desenvolvidas tensões entre as camadas, porém o vidrado sofre tração e comprime o suporte. A curvatura da peça é no sentido côncavo. Nos casos exemplificados acima também deve ser considerada a situação ideal onde o resfriamento da peça no forno é lento e as temperaturas das duas camadas são iguais.

3. Procedimento Experimental

Nesta etapa do trabalho foi utilizado o planejamento de experimentos^{4,5}, para determinar o número de engobes a serem desenvolvidos. O tipo de planejamento estatístico utilizado foi o fatorial misturado $2^k.3^k$, com auxílio do software Statistica, específico para tratamentos e análises estatísticas. A fusibilidade dos engobes foi estudada em dois níveis: refratários e fundentes e o coeficiente de dilatação térmica foi estudado em três níveis: baixo, intermediário e alto, apresentados na Tabela 1.

Para formulação e desenvolvimento dos engobes foram utilizadas amostras de matérias-primas industriais (com coeficientes dilatométricos previamente conhecidos), visando aproximação com a realidade industrial da fabricação de revestimentos cerâmicos. A faixa de valores escolhidos para as dilatações baixa, média e alta foram de ($55-60\text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), ($70-75\text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) e ($90-95\text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), respectivamente. As matérias-primas foram dosadas, homogeneizadas e moídas em moinho de bolas de laboratório até a obtenção de 2 a 3% de resíduo retido em peneira com malha #325 (abertura de $44\text{ }\mu\text{m}$). Os parâmetros de moagem utilizados são mostrados na Tabela 2.

Para realização dos ensaios de caracterização dos engobes quanto à expansão térmica linear e fusibilidade, foram preparados corpos de prova. A avaliação do grau de fusibilidade (refratariedade ou fundência) foi realizada através da curva de gresificação. Foram feitas as curvas de compactação de cada engobe, permitindo assim conhecer qual a pressão de compactação necessária para obtenção de corpos de prova com mesma densidade de compactação à seco; em seguida foram feitas as curvas de gresificação para cada engobe em 4 distintas temperaturas de queima. A preparação dos corpos de prova para a curva de compactação foi realizada através de moagem das matérias primas e posterior secagem em estufa à $110\text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 horas; desagregação do material seco até passagem em peneira com malha #45 (abertura de $350\text{ }\mu\text{m}$); granulação do pó com adição de 7% de água; obtenção dos corpos de prova, no formato de pastilhas cilíndricas, com dimensões de massa, diâmetro e altura de aproximadamente 1 g, 1,5 e 0,5 cm, respectivamente, através de prensagem uniaxial em molde metálico (as pressões de compactação utilizadas variaram entre 278 à 700 kgf.cm^{-2} ; secagem dos corpos de prova em estufa a $110\text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 horas; medidas das dimensões e cálculo da densidade geométrica aparente. O valor de densidade aparente alvo foi de $1,92\text{ g.cm}^{-3}$. Utilizou-se o mesmo procedimento para obtenção das curvas de gresificação, selecionando a pressão de compactação para cada engobe com base na curva de compactação. Os corpos de prova foram queimados em forno de laboratório de queima rápida em 4 diferentes temperaturas. Para determinação da expansão térmica linear dos engobes através do coeficiente dilatométrico, foram preparados corpos de prova seguindo o mesmo procedimento para curva de gresificação; porém os corpos de prova são de formato prismático obtidos através de compactação por prensagem do pó em moldes metálicos de dimensões $7,0 \times 1,0\text{ cm}^2$ e queimados em forno de laboratório de queima rápida até $1000\text{ }^\circ\text{C}$. A análise dilatométrica foi realizada em dilatômetro BP Engenharia, modelo RB3000, da temperatura ambiente até a $1000\text{ }^\circ\text{C}$.

4. Resultados Experimentais

A Tabela 3 apresenta o resultado do número de experimentos necessários para a análise fatorial $2^1.3^1$ completa, de acordo com o software Statistica. De acordo com a tabela, para verificação dos efeitos de todas as combinações de níveis e variáveis é necessário a realização de seis experimentos, ou seja, desenvolvimento de seis diferentes formulações de engobes. As formulações dos engobes desenvolvidas e utilizadas

Tabela 1. Variáveis e níveis das características dos engobes.

Planejamento experimental = $2^k.3^k$				
Variáveis		Níveis		
A	Alfa	A1	A2	A3
B	RLq	B1	B2	-

Tabela 2. Parâmetros utilizados na moagem dos engobes.

Moagem dos engobes	
Composição (MPs)	74% 300 g
T.P.F.	0,2% 0,6 g
C.M.C.	0,2% 0,6 g
Água	26% 110 g
Tempo de moagem (minutos)	7 - 8
Densidade (g.cm^{-3})	1,80 - 1,85
Viscosidade (s)	40 - 60
Resíduo em peneira com malha #325 (%)	2,0 - 3,0

Tabela 3. Experimentos necessários para análise fatorial completa.

	Alfa (A)	RLq (B)
01	Baixo	Fundente
02	Baixo	Refratário
03	Médio	Fundente
04	Médio	Refratário
05	Alto	Fundente
06	Alto	Refratário

Tabela 4. Proporção das matérias-primas para diferentes composições (% em peso).

Matérias primas	$\alpha(^{\circ}\text{C}^{-1})$	Engobes					
		DBF (%)	DBR (%)	DMF (%)	DMR (%)	DAF (%)	DAR (%)
Alumina	59	-	10,0	-	17,5	-	-
Argila	37	17,0	30,0	15,5	-	15,0	16,0
Feldspato	43	43,0	15,0	32,0	28,0	5,0	10,0
Frita A	78	-	-	-	-	-	7,0
Frita B	63	12,0	-	18,5	-	5,0	-
Frita C	98	-	-	-	-	20,0	13,0
Frita D	54	19,0	26,0	-	18,5	-	-
Frita E	74	3	-	-	-	-	-
Nefelina	90	-	-	-	-	10,0	-
Talco	107	-	-	3,0	3,0	5,0	3,0
Quartzo	134	-	13,0	25,0	27,0	34,0	45,0
Zircônia	36	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
Total (%)		100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Alfa $\times 10^{-7}(^{\circ}\text{C}^{-1})$		57,5	58,9	70,6	67,8	90,0	89,6

neste estudo são mostradas na Tabela 4, assim como os resultados de seus coeficientes dilatométricos.

A análise geral desses dados tabelados é complementada com as curvas dilatométricas apresentadas na Figura 1 onde é possível observar a existência de 3 pares de curvas distintas: alta, intermediária e baixa; permitindo concluir que os valores obtidos estão de acordo com o desejado e proposto para o trabalho, ou seja a obtenção de engobes com 3 níveis de dilatometria e com valores os mais próximos possíveis para cada nível. As curvas de retração linear em função da temperatura de queima apresentadas na Figura 2 permitem a análise comparativa da retração linear. Os engobes apresentaram comportamento dentro do esperado, considerando que a faixa de temperatura utilizada para análise foi de 1080 à 1120 °C (mais próximas da realidade industrial).

5. Considerações Finais

Os dados gerados na parte experimental e suas análises levaram a conclusões importantes satisfazendo os objetivos desta primeira etapa do trabalho e que podem ser resumidos a seguir:

- O planejamento de experimentos com análise fatorial misturado $2^k.3^k$ se mostrou útil como ferramenta estatística, fornecendo informações a respeito do número de formulações de engobes a serem desenvolvidas com diferentes características de coeficiente dilatométrico e de fusibilidade.
- Os engobes desenvolvidos apresentaram características em concordância com as faixas predeterminadas com relação ao coeficiente de expansão térmica e à fusibilidade.

Agradecimentos

Ao PPGCEM - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da UFSCar, à CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior.

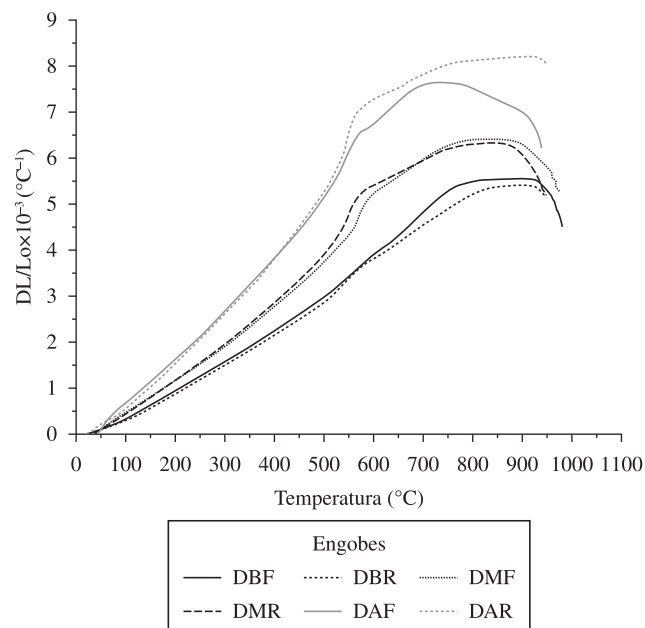


Figura 1. Curvas dilatométricas dos engobes.

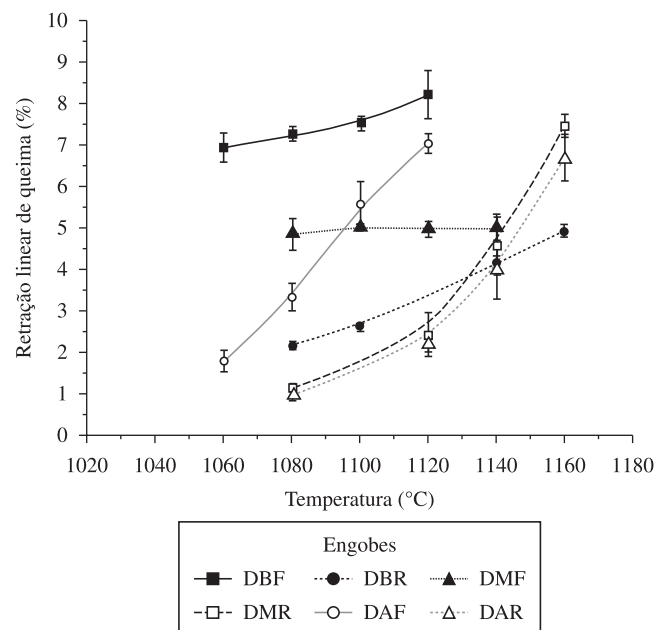


Figura 2. Curvas de retração linear de queima dos engobes.

Referências

1. ESCARDINO, A. et al. Defectos de planaridad en las piezas de pavimento gresificado motivados por deformación piropiástica. Influencia de las variables de proceso. *Taulels*, v. 3, p. 3-9, 1985.
2. AMORÓS, J. L. et al. Acordo esmalte-suporte (I): A falta de acordo como causa do empenamento. *Cerâmica Industrial*, v. 1, n. 4-5, p. 6-13, 1996.
3. TÉCNICOS DO CENTRO EXPERIMENTAL DA SACMI-IMOLA. Defeitos de revestimentos cerâmicos como uma consequência de regulagem errada do forno. *Cerâmica Industrial*, v. 2, n. 1-2, p. 17-22, 1997.
4. MONTGOMERY, D. C. *Design and Analysis of Experiments*. 2. ed. New York: John Wiley and Sons, 1984.
5. BOX, G. E. P.; HUNTER, W. G.; HUNTER, J. S. *Statistics for experimenters*. New York: John Wiley and Sons, 1978.