

## **Efeitos do Ciclo de Queima sobre as Temperaturas de Mínima Absorção de Água e Máxima Densificação de Porcelanatos**

**Mariane Magalhães<sup>a</sup>, Flavia Contartesi<sup>a,b</sup>, Lisandra Rafaela dos Santos Conserva<sup>a,b</sup>,  
Fábio Gomes Melchiadès<sup>a</sup>, Anselmo Ortega Boschi<sup>a,b\*</sup>**

*<sup>a</sup>Laboratório de Revestimentos Cerâmicos – LaRC, Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil*

*<sup>b</sup>Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil*

*\*e-mail: daob@ufscar.br*

**Resumo:** A queima corresponde à última etapa da fabricação dos porcelanatos, onde devem ocorrer de forma conveniente as reações necessárias para que os produtos apresentem o conjunto de propriedades especificado. Nos últimos anos, os ciclos de queima utilizados na fabricação de revestimentos cerâmicos sofreram drásticas reduções, o que resultou em consideráveis aumentos de produtividade e reduções de custos. O presente trabalho tem por objetivo avaliar os efeitos das condições de queima (sobretudo da taxa de aquecimento e tempo de patamar na zona de queima) sobre algumas importantes características dos porcelanatos esmaltados. Para isso, foi realizado um planejamento estatístico fatorial para se avaliar isolada e conjuntamente os efeitos de alguns parâmetros das curvas de queima de uma massa de porcelanato esmaltado sobre as características dos produtos finais obtidos. Os resultados apontam para a influência marcante do ciclo de queima sobre as temperaturas necessárias para que os porcelanatos apresentem a absorção de água requerida, efeitos importantes sobre a densidade e a porosidade fechada das peças obtidas, dentre outros resultados relevantes. Foi possível observar também que, para a maior parte dos casos, o tempo de patamar na máxima temperatura de queima é a variável de maior influência da curva de queima sobre as propriedades avaliadas.

**Palavras chave:** *tempo de patamar, taxa de aquecimento, porcelanato, densificação, ciclo de queima.*

### **1. Introdução**

Uma das principais razões para o crescimento espetacular do setor de revestimentos cerâmicos nas últimas décadas foi a implementação do ciclo de queima rápido<sup>1</sup>, em que os produtos chegam a períodos de permanência no forno muito menores do que aqueles usados tradicionalmente. Esta estratégia, adotada pela maior parte dos fabricantes, é crucial para o aumento de produtividade e redução dos custos de produção. Com o advento dos fornos a rolos e da monoqueima rápida<sup>2</sup>, produtos que eram queimados em ciclos de queima com duração de horas atualmente são queimados em ciclos com duração média de 25 minutos, chegando em alguns casos a se aproximar dos 15 minutos.

Os porcelanatos, por sua vez também estão passando por mudanças importantes nas condições de processamento, associadas ao crescimento de produção que tem apresentado nos últimos anos. Lançados no Brasil na segunda metade da década de 90, os porcelanatos<sup>3</sup> originalmente eram queimados em ciclos com duração aproximada de 60 minutos e temperaturas de queima superiores a 1200 °C. Entretanto, 20 anos depois já são almejados ciclos de queima que se aproximam dos 30 minutos (metade do tempo original) e temperaturas cada vez mais baixas. Tais mudanças foram motivadas pela competitividade do setor, onde um número crescente de empresas concorre no mercado e os volumes de produção crescem anualmente em taxas expressivas.

Os porcelanatos apresentam exigências bastante rígidas, estabelecidas por normalização específica (ABNT NBR 15463:2013)<sup>4</sup> sendo uma delas a absorção de água menor ou igual a 0,5% para os porcelanatos esmaltados; e menor ou igual a 0,1% para os porcelanatos técnicos. Atingir estas absorções reduzidas em ciclos

de queimas cada vez mais rápidos tem se tornado um desafio. No caso específico dos porcelanatos, outro agravante se manifesta: o fenômeno de sobrequeima. Como os porcelanatos são produtos de alto grau de vitrificação, naturalmente parte da porosidade aberta se converte em porosidade fechada nos estágios finais do processo de sinterização. Os gases aprisionados no interior dos poros fechados se expandem com o aumento da temperatura de queima e, a partir de determinadas temperaturas, provocam o “inchamento” das peças, caracterizado pelo aumento das dimensões das peças.

Idealmente, o fenômeno de sobrequeima deve ser evitado, pois além de alterações dimensionais nos porcelanatos, algumas propriedades técnicas sofrem prejuízos decorrentes do aumento do volume ocupado pelos poros fechados na microestrutura final das peças, tais como o módulo e a carga de ruptura à flexão e, no caso dos porcelanatos técnicos polidos, a resistência ao manchamento<sup>5</sup>. Por estas razões, almeja-se o desenvolvimento de massas e curvas de queima onde as baixas absorções de água especificadas para os porcelanatos sejam atingidas sem que o fenômeno de sobrequeima se manifeste.

A temperatura de queima imediatamente anterior ao início do inchamento das peças é denominada temperatura de máxima densificação<sup>6,7</sup> (ou de máxima retração) e, muitas vezes, é utilizada como referência para determinar a temperatura de sinterização ideal dos porcelanatos, especialmente no caso dos porcelanatos técnicos. Embora a literatura técnica<sup>8</sup> indique que essa temperatura ocorre após a completa eliminação da porosidade aberta, industrialmente existem evidências de que o inchamento pode se manifestar em temperaturas inferiores às temperaturas necessárias para que as absorções de água

especificadas para porcelanatos sejam atingidas. A Figura 1 apresenta uma representação esquemática de uma curva de gresificação, com indicação das temperaturas de máxima densificação ( $T_{maxd}$ ) e de vitrificação ( $T_v$ ), que corresponde à temperatura mínima para que as especificações de absorção de água dos porcelanatos sejam atingidas.

Frete a isso, este trabalho teve por objetivo contribuir para uma melhor compreensão dos efeitos do ciclo de queima sobre as temperaturas de vitrificação e máxima densificação de porcelanatos, especialmente nos casos atuais onde ciclos de queima cada vez mais rápidos são praticados para a fabricação de porcelanatos.

## 2. Metodologia

O estudo foi realizado com uma composição de uma massa típica de porcelanato esmaltado envolvendo matérias primas nacionais, utilizadas industrialmente no setor cerâmico, preparada e atomizada industrialmente.

Para a realização do estudo, corpos de prova prensados com esta massa foram queimados em distintos ciclos de queima<sup>9</sup>, com variações planejadas na taxa de aquecimento e no tempo de permanência na máxima temperatura (tempo de patamar). Após o levantamento das curvas de gresificação da massa nos distintos ciclos de queima programados, determinou-se, em cada situação, a temperatura necessária para a obtenção de 0,5% de absorção de água (denominada TAA0,5) e a temperatura de máxima densificação ( $T_{maxd}$ ). A partir destes dados, foram calculadas as diferenças entre estas duas temperaturas ( $\Delta T$ ), para avaliação da diferença entre elas, o que representa o intervalo entre a temperatura em que a especificação de absorção de água dos porcelanatos esmaltados é atingida e a temperatura onde o processo de sobrequeima começa a se manifestar.

Os corpos de prova foram preparados com a mesma pressão de prensagem, 450 Kg.f/cm<sup>2</sup>, a fim de gerar densidades a verde semelhantes e, posteriormente, os corpos de prova foram submetidos à queima em diferentes condições.

Para a definição dos ciclos de queima, foi realizado um Planejamento Estatístico de Experimentos fatorial n<sup>k</sup>, com auxílio do software Minitab. Os dois parâmetros escolhidos para serem analisados foram tempo de patamar e taxa de aquecimento, em dois níveis extremos sendo:

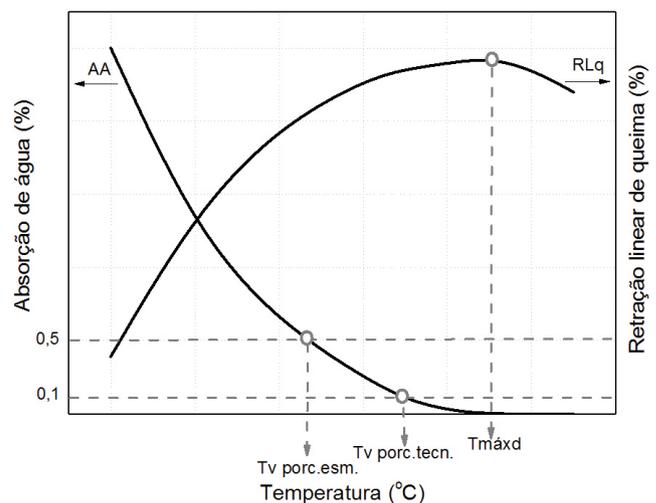
- Taxa de aquecimento: 5 °C/min e 70 °C/min
- Tempo de patamar: 3 minutos e 60 minutos

A taxa de aquecimento mais lenta (5 °C/min) e o maior tempo de patamar (60 minutos) correspondem a condições que se afastam bastante da prática industrial utilizada na fabricação de porcelanatos. Entretanto, são condições extrapoladas que, didaticamente, podem evidenciar com mais clareza os efeitos das variáveis de interesse para o estudo.

Com base no planejamento fatorial, foram geradas combinações dos níveis mínimos e máximos dos parâmetros inseridos, os quais configuram diferentes ciclos de queima, que foram executados na ordem aleatória gerada, com uma réplica de cada ciclo, além de um ciclo intermediário (ponto central). A Tabela 1 apresenta as combinações definidas e posteriormente executadas.

Logo, foram realizadas queimas em diversas temperaturas para cada ciclo, determinadas de acordo com cada um dos casos. Após a queima, avaliaram-se os corpos de prova quanto à absorção de água e densidade aparente e as curvas de gresificação foram plotadas para cada ciclo, a fim de avaliar o comportamento das massas durante a queima. Dessa forma, foi possível avaliar a temperatura onde a máxima densificação foi atingida, bem como aquela onde a absorção de água chegou a 0,5%, valor exigido pela norma para porcelanatos.

## 3. Resultados



**Figura 1.** Representação da curva de gresificação de uma massa de porcelanato, com indicações das temperaturas de máxima densificação e de vitrificação.

**Tabela 1.** Combinações entre a taxa de aquecimento e o tempo de patamar dos ciclos de queima definidas por meio de planejamento estatístico fatorial.

|   | C5               |               | C6               |               |
|---|------------------|---------------|------------------|---------------|
|   | Taxa aquecimento | Tempo patamar | Taxa aquecimento | Tempo patamar |
| 1 | 70,0             | 3,0           | 70,0             | 3,0           |
| 2 | 5,0              | 3,0           | 70,0             | 3,0           |
| 3 | 70,0             | 3,0           | 70,0             | 3,0           |
| 4 | 5,0              | 60,0          | 70,0             | 60,0          |
| 5 | 37,5             | 31,5          | 70,0             | 31,5          |
| 6 | 70,0             | 60,0          | 70,0             | 60,0          |
| 7 | 5,0              | 60,0          | 70,0             | 60,0          |
| 8 | 5,0              | 3,0           | 70,0             | 3,0           |
| 9 | 70,0             | 60,0          | 70,0             | 60,0          |

As Figuras 2 a 5 mostram as curvas de gresificação obtidas para cada ciclo de queima e estão agrupadas em pares que representam o mesmo ciclo, tendo em vista que o estudo foi realizado em duplicata (com uma réplica de cada ciclo de queima, para aumentar a confiabilidade dos resultados). A Tabela 2 apresenta a compilação dos dados de temperatura onde a máxima densificação foi atingida ( $T_{maxd}$ ), temperatura onde se alcançou a absorção de 0,5% (TAA0,5), e a diferença entre elas ( $\Delta T$ ).

É possível observar boa semelhança entre as réplicas dos ciclos, que indica alta reprodutibilidade nos testes e ausência de erros experimentais graves. No entanto, há uma variação bastante grande entre ciclos distintos, o que evidencia os efeitos das condições de queima sobre o comportamento da massa.

Os ciclos 1 e 3 apresentam as temperaturas  $T_{maxd}$  e TAA0,5 mais altas e também bastante próximas, ou seja, a absorção de água mínima e a máxima densidade são obtidas em um intervalo muito pequeno de temperaturas. Além disso, o ciclo 1 apresenta uma inversão, com a máxima densidade sendo atingida antes mesmo da absorção de água atingir o limite máximo exigido pela norma. Destaca-se que estes são os ciclos mais rápidos praticados no estudo, onde o resfriamento é iniciado após menos de 20 minutos decorridos entre o início do aquecimento e o término do patamar na zona de queima.

Os ciclos 2 e 8, como os anteriores, apresentam também temperaturas elevadas e proximidade entre elas. Já os demais ciclos (Figuras 4 e 5) começam a apresentar temperaturas mais baixas e um intervalo entre elas bem mais largo.

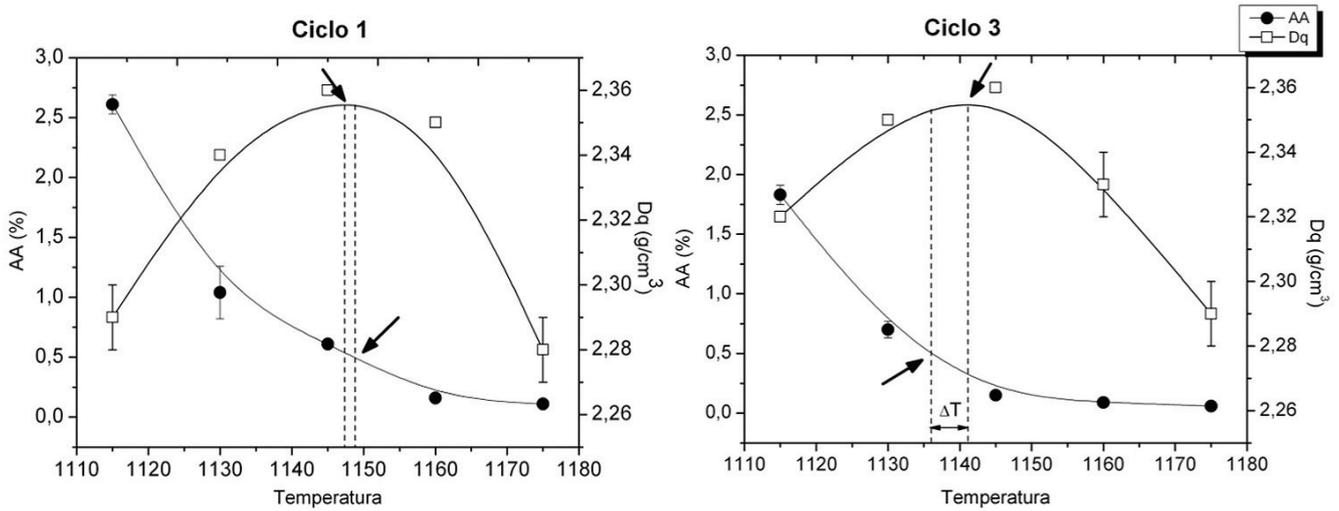


Figura 2. Curvas de gresificação para ciclos de queima realizados com taxa de aquecimento de 70 °C/min e 3 minutos de patamar, com indicações de T<sub>maxd</sub> e TAA0,5.

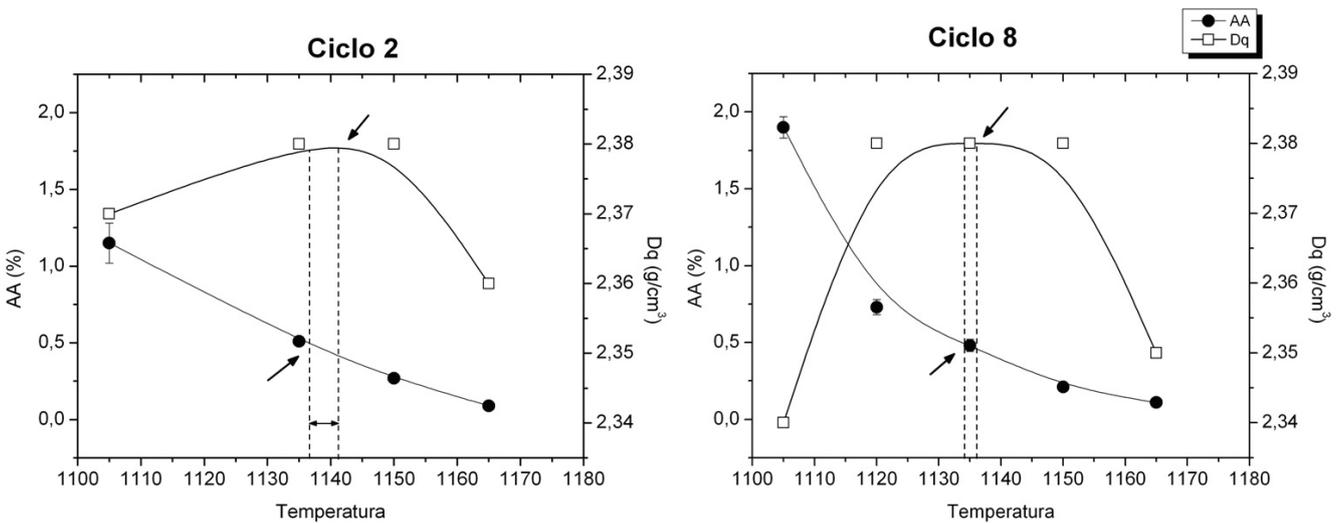


Figura 3. Curvas de gresificação para ciclos de queima realizados com taxa de aquecimento de 5 °C/min e 3 minutos de patamar, com indicações de T<sub>maxd</sub> e TAA0,5.

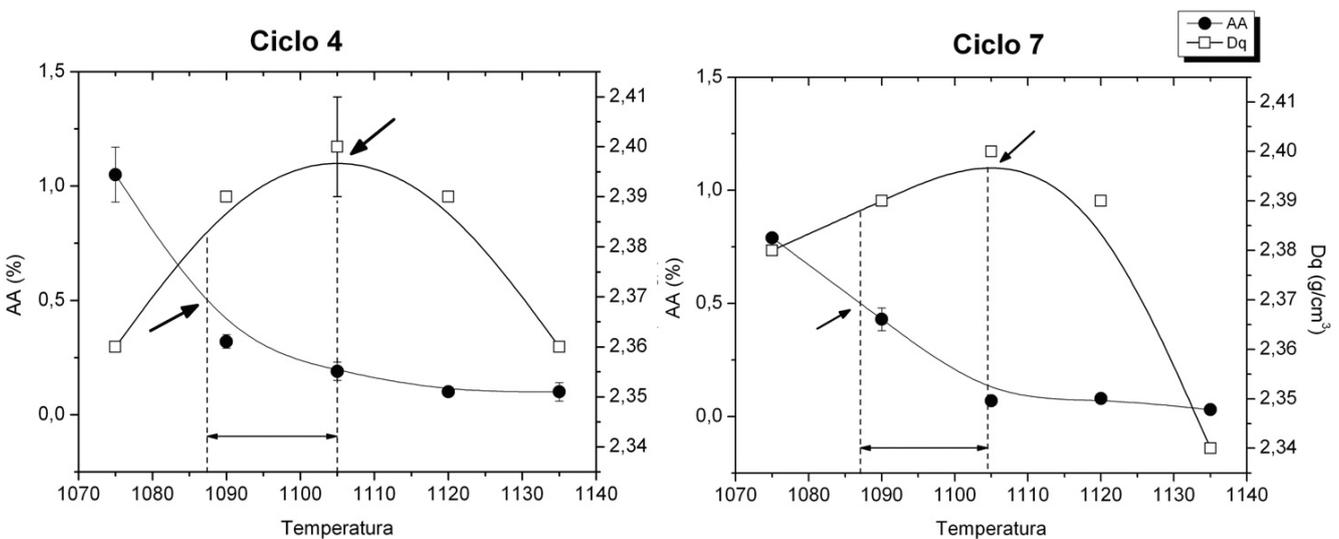


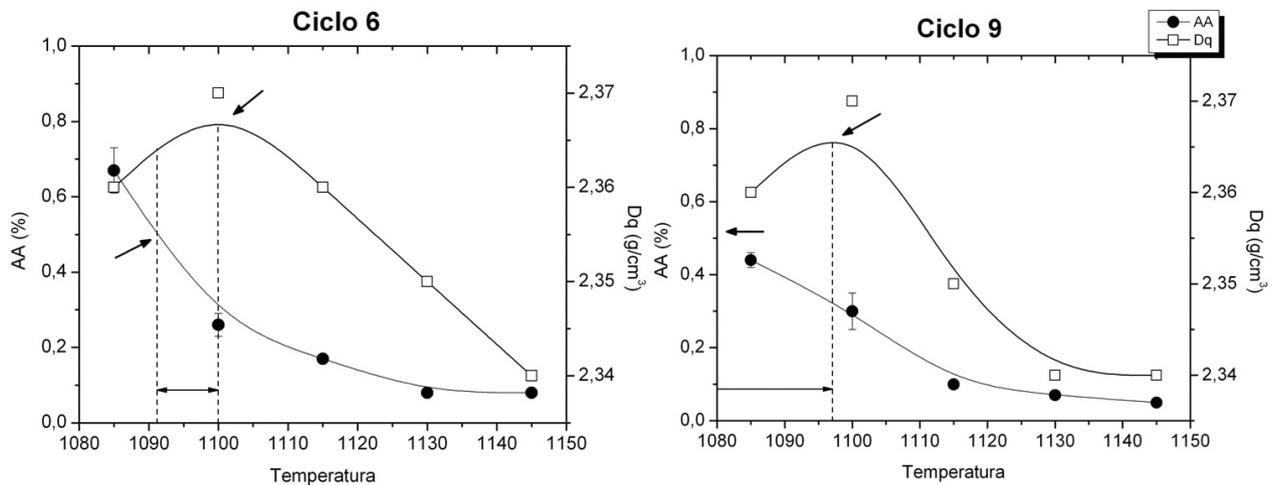
Figura 4. Curvas de gresificação para ciclos de queima realizados com taxa de aquecimento de 5 °C/min e 60 minutos de patamar, com indicações de T<sub>maxd</sub> e TAA0,5.

A análise dos resultados indica que ciclos de queima mais rápidos (1 e 3) apresentam as temperaturas mais altas e  $\Delta T$  muito pequeno, ou seja, elas são muito próximas. Com isso, pequenas variações durante a queima podem levar a inversão das curvas, onde a sobrequeima acontece antes mesmo da absorção necessária ser atingida, como no caso 1, o que exige maior precisão do forno e seus parâmetros. Já os ciclos mais lentos têm as temperaturas mais baixas e o intervalo mais amplo, gerando maior segurança com relação às variações de queima.

Além disso, é possível notar que as densidades máximas obtidas, em valores absolutos, apresentam certa variação entre os ciclos. A Figura 6 representa todas as curvas de densidade vs. temperatura

de queima em uma única imagem, a fim de analisá-las de maneira mais próxima.

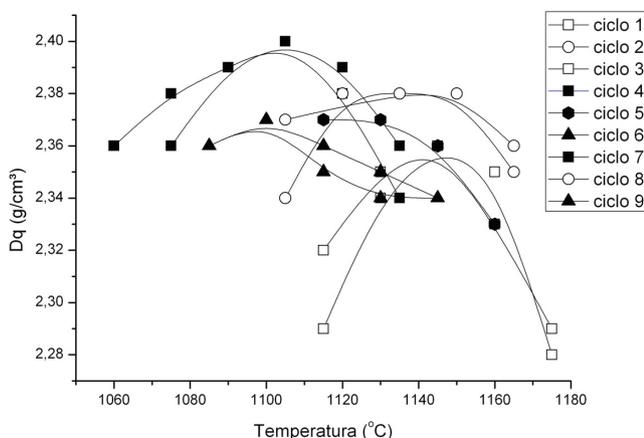
Para ciclos iguais as curvas coincidem, porém alguns apresentam densidades máximas mais altas que outros. Uma vez que se trata da mesma massa e todas chegaram à absorção de água muito próxima de zero, essa diferença pode ser explicada pela porosidade fechada das peças. Isso quer dizer que as mudanças nos parâmetros de queima geram uma evolução da microestrutura distinta para cada caso, o que pode ser crucial quando se trata de porcelanatos polidos. Durante o polimento, poros fechados podem ser abertos na



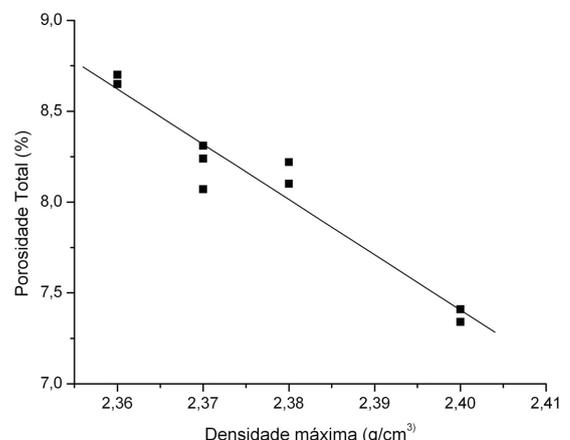
**Figura 5.** Curvas de gresificação para ciclos de queima realizados com taxa de aquecimento de 70 °C/min e 60 minutos de patamar, com indicações de Tmáxd e TAA0.5.

**Tabela 2.** Temperaturas obtidas para densidade máxima e absorção de água de 0,5%.

|         | Taxa (°C/min) | tempo(min) | Tmáxd   | TAA0.5  | $\Delta T$ |
|---------|---------------|------------|---------|---------|------------|
| Ciclo 1 | 70            | 3          | 1147,69 | 1149,05 | -1,36      |
| Ciclo 2 | 5             | 3          | 1141,5  | 1136,73 | 4,77       |
| Ciclo 3 | 70            | 3          | 1141,43 | 1136,12 | 5,31       |
| Ciclo 4 | 5             | 60         | 1105,1  | 1087,55 | 17,55      |
| Ciclo 5 | 37,5          | 31,5       | 1117,37 | 1115,13 | 2,24       |
| Ciclo 6 | 70            | 60         | 1100,68 | 1091,42 | 9,26       |
| Ciclo 7 | 5             | 60         | 1102,82 | 1087,5  | 15,32      |
| Ciclo 8 | 5             | 3          | 1136,06 | 1134,7  | 1,36       |
| Ciclo 9 | 70            | 60         | 1097,55 | 1080    | 17,55      |



**Figura 6.** Comparação entre as curvas de densidade vs. temperatura de queima para todos os ciclos de queima.

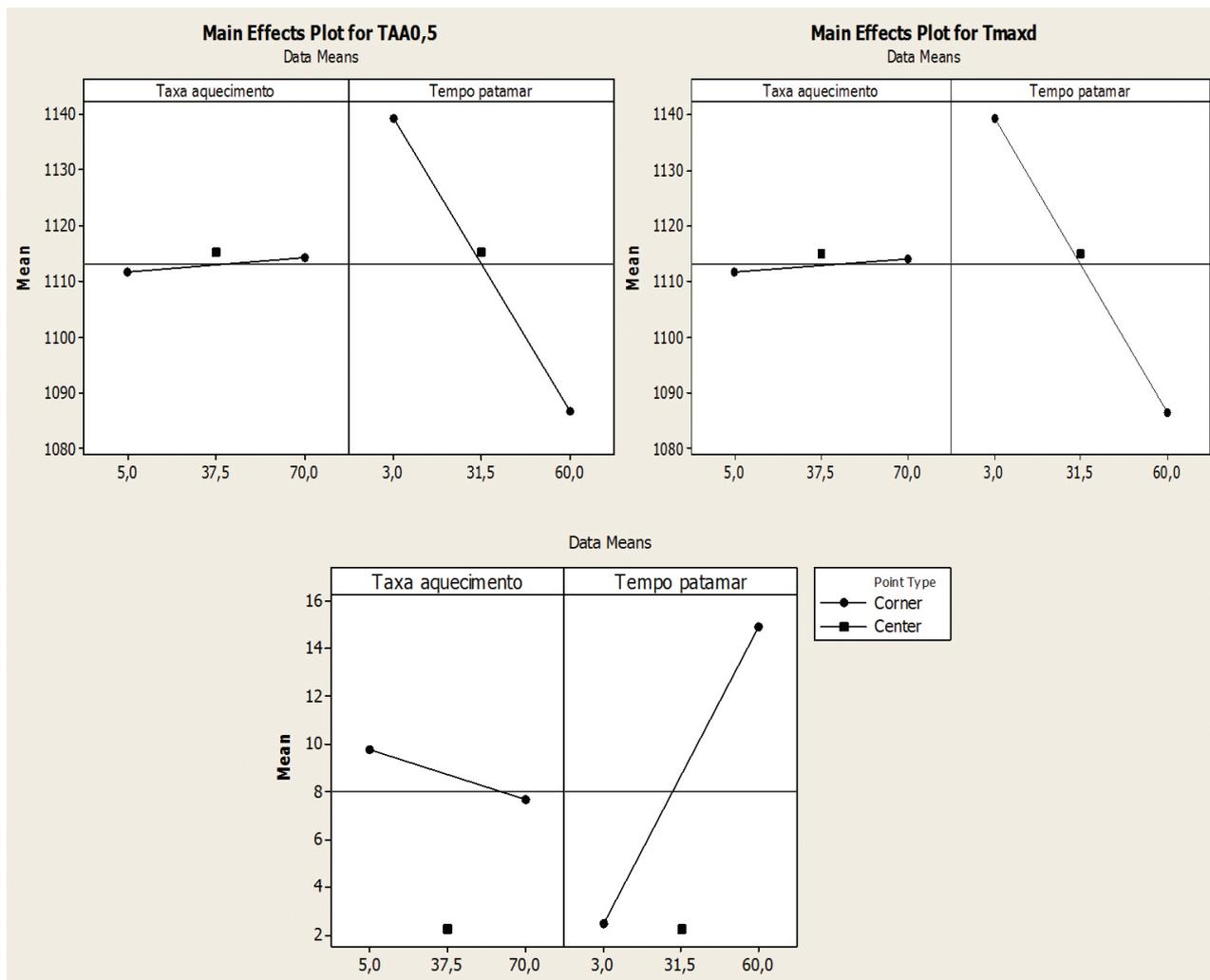


**Figura 7.** Relação entre a densidade máxima atingida com a porosidade total correspondente da amostra.

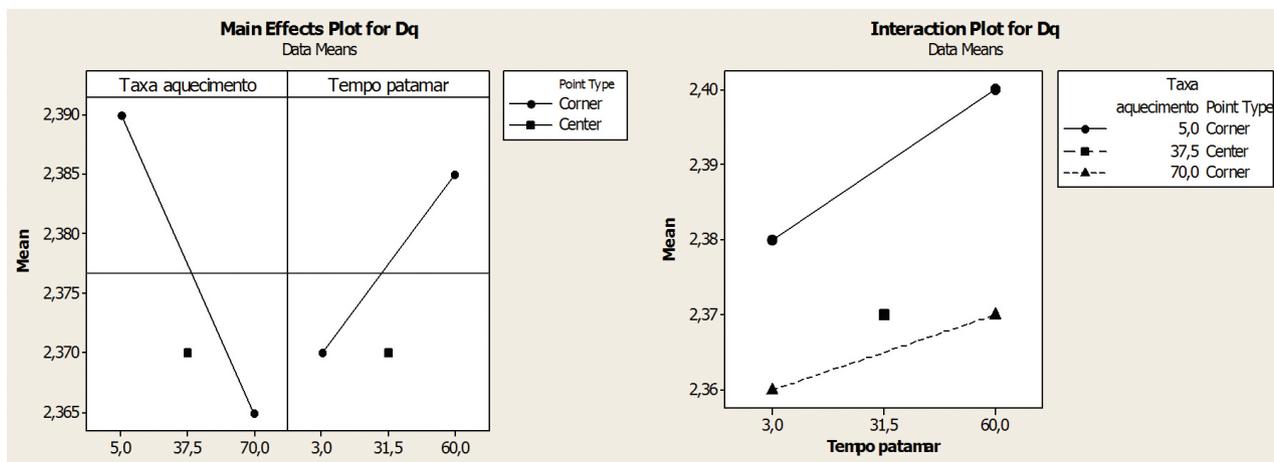
superfície, tornando-se os principais responsáveis pelo fenômeno de manchamento<sup>5</sup>.

Apesar de a absorção de água ser muito próxima de zero em todos os casos, ainda existe alguma diferença entre elas, por isso a porosidade total foi utilizada para analisar comparativamente os efeitos da porosidade sobre as densidades máximas das amostras.

Como se nota na Figura 7, é possível verificar claramente como os corpos de densidades maiores têm porosidades totais menores. Lembrando que porcelanatos idealmente buscam porosidades o mais próximas de zero, observa-se que alguns casos estão longe desta idealização.



**Figura 8.** Efeito dos fatores de entrada, taxa de aquecimento e tempo de patamar, sobre Temperatura de absorção de água 0,5% (TAA0,5), Temperatura de máxima densidade (Tmaxd) e diferença entre elas ( $\Delta T$ ).



**Figura 9.** Influência dos fatores de entrada sobre a densidade máxima. a) Efeitos principais e b) Interação entre os fatores.

A análise dos resultados pode ser explorada de forma mais profunda, através da análise estatística dos dados. Através do planejamento fatorial realizado, pode-se avaliar a influência de cada fator de entrada sobre as temperaturas analisadas. Tais análises são apresentadas na forma gráfica através das Figuras 8 e 9. Como pode ser verificado, os resultados evidenciam que para as duas temperaturas analisadas ( $T_{maxd}$  e  $TAA0,5$ ), bem como para a diferença entre elas, o fator mais significativo é o tempo de patamar.

Especial atenção deve ser dada às diferenças entre as temperaturas de máxima densificação e de obtenção da especificação da absorção de água. Nota-se que esta diferença diminui drasticamente quando o tempo de patamar é reduzido, ao passo que patamares mais longos na máxima temperatura do ciclo de queima favorecem intervalos maiores entre estas temperaturas.

Dessa maneira, aumentar a taxa de aquecimento ao máximo da capacidade do forno, a fim de acelerar o ciclo sem causar grande influência às características finais do produto parece plausível, no que diz respeito às variáveis analisadas neste trabalho. No entanto, analisando essa influência sobre a densidade máxima, o cenário muda um pouco, pois sobre esta característica ambos os fatores (taxa de aquecimento e tempo de patamar) apresentam influência significativa (Figura 9). Nota-se que taxas de aquecimento mais lentas geram densidades mais elevadas, mesmo quando associadas com tempos de patamar mais longos.

#### 4. Conclusões

O estudo permite as seguintes conclusões acerca dos efeitos dos parâmetros do ciclo de queima sobre as características da própria queima e do produto final.

- De modo geral, ciclos de queima mais lentos favorecem a redução das temperaturas necessárias para a obtenção das propriedades almejadas nos porcelanatos;
- Ainda que no estudo em questão tenham sido praticadas variações extremas nos ciclos de queima, torna-se evidente a importância do design da curva de queima para que uma determinada massa efetivamente apresente o desempenho técnico esperado;
- O tempo de patamar na temperatura de queima é o parâmetro do ciclo de queima que influencia mais expressivamente as temperaturas onde são atingidas a absorção de água de 0,5%, a densidade máxima dos porcelanatos e, também, a distância entre estas duas temperaturas;

- O uso de ciclos de queima muito rápidos e, especialmente, de tempos muito curtos de patamar na zona de queima, implicam na necessidade de temperaturas de queima mais elevadas e intervalos muito pequenos entre a temperatura de máxima densificação e a temperatura necessária para se atingir a especificação de absorção de água dos porcelanatos esmaltados. Nestes casos, podem ser encontradas dificuldades para se atingir as absorções de água requeridas aos porcelanatos sem que o fenômeno de sobrequeima se manifeste;
- Os resultados indicam também que variações nas condições de queima podem afetar de maneira expressiva a densidade e, conseqüentemente, a porosidade fechada dos porcelanatos;
- Apesar da absorção de água muito próxima de zero, ciclos muito rápidos podem levar à alta porosidade fechada, ocasionando problemas de manchamento em produtos polidos e prejuízos para o desempenho mecânico dos porcelanatos em geral.

#### Referências

1. VERDUCH, A. G. Algunos conceptos básicos de lacoccción rápida. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, v. 23, n. 6, p. 387-392, 1984.
2. BIFFI, G.; BONAVENTURA, O. La monoccción rápida porosa en "pasta blanca". *Técnica Cerâmica*, n. 113, p. 1129-1135, 1984.
3. HECK, C. Gres Porcelanato. *Cerâmica Industrial*, v. 1, n. 4-5, p. 21-24, 1996.
4. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 15463**: Placas cerâmicas para Revestimento - Porcelanato. Rio de Janeiro: ABNT, 2013. 11 p.
5. ALVES, H. J. et al. Porosidade Susceptível ao Manchamento em Porcelanato Polido. *Cerâmica Industrial*, v. 14, n. 1, 2009.
6. ESCARDINO, A. et al. Estudio de Pastas de Gres Para Pavimentos. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, v. 20, n. 1, p. 17-24, 1981.
7. MELCHIADES, F. G.; QUINTEIRO, E.; BOSCHI, A. O. A curva de gresificação. Parte I. *Cerâmica Industrial*, v. 1, n. 4-5, p. 30-31, 1997.
8. NORRIS, A. W.; TAYLOR, D.; THORPE, I. Range curves an experimental method for the study of vitreous pottery bodies. *Transactions and Journal of the British Ceramic Society*, n. 78, p. 102-108, 1979.
9. FUNK, J. E. Designing the optimum firing curve for porcelains. *Ceramic Bulletin*, v. 62, n. 6, p. 632-635, 1982.