Cerâmica
Industrial

Acesse a versão colorida no site:
www.ceramicaindustrial.org.br

http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2015.032

Deformação Piroplástica de Porcelanatos: Influência da Rota de Fabricação (Via Úmida × Via Seca)

Lisandra R. dos Santos Conserva[a], Fábio G. Melchiades[a,b], Suelen Nastri[a], Anselmo O. Boschi[a]*, Michele Dondi[c], Guia Guarini[c], Mariarosa Raimondo[c], Chiara Zanelli[c]

[a] *Laboratório de Revestimentos Cerâmicos – LaRC, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil*

[b] *Centro Revestimentos Cerâmicos – CRC, São Carlos, SP, Brasil*

[c] *Istituto di Scienza e Tecnologia dei Materiali Ceramici – CNR-ISTEC, Faenza, Italy*

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

Resumo

O próprio processo de fabricação de porcelanatos contribui para o aparecimento da deformação piroplástica, pois para atingir as qualidades técnicas requeridas é necessário alto grau de densificação. A deformação piroplástica está relacionada com a fase líquida formada durante a queima, seja pelo volume ou características da mesma. Embora muito bem estudada em louças de mesa, muitos aspectos da deformação piroplástica em porcelanatos ainda são pouco esclarecidos, além disso, a possibilidade de produção de porcelanatos por via seca e suas consequências para a deformação piroplástica são desconhecidas. Desse modo, o principal objetivo desse trabalho foi agregar conhecimentos na identificação dos fatores que interferem na deformação piroplástica, além de avaliar os efeitos da rota de processamento. Os resultados obtidos indicam que massas produzidas por via seca apresentam menor tendência à deformação piroplástica em relação às produzidas por via úmida. Além disso, os mecanismos através dos quais a deformação ocorre é diferente nas duas rotas de fabricação.

Palavras-chave: porcelanatos, deformação piroplástica, porcelanato via seca.

1. Introdução

Os porcelanatos são placas cerâmicas para revestimento com alto valor agregado e grande aceitação no mercado devido às suas excelentes características técnicas e estéticas. Para garantir o alto desempenho técnico, deve apresentar porosidade bastante reduzida e isso é possível a partir de queima em altas temperaturas[1] através da formação de grande quantidade de fase líquida, em torno de 50 a 80%[2]. À medida que as reações ocorrem durante o ciclo térmico, a peça deve manter sua integridade ao percorrer os rolos refratários do forno e isso tem se tornado cada vez mais difícil devido às recentes inovações em porcelanatos como a produção de peças de espessura reduzida, grandes dimensões, formatos retangulares e ciclos térmicos acelerados. Em si, a manufatura dessa tipologia de produto, além das inovações mencionadas, intensifica a tendência à deformação piroplástica, isto é, a deformação da peça cerâmica durante o ciclo térmico provocada pelo próprio peso, perdendo assim, o seu formato original[3]. Tradicionalmente os porcelanatos são produzidos por via úmida, no entanto com a crescente preocupação de sustentabilidade na produção de revestimentos cerâmicos, há a possibilidade de uma nova rota de processamento, a via seca, reduzindo gastos energéticos e, consequentemente, benefícios ambientais[4], porém seus efeitos sobre a deformação piroplástica ainda são desconhecidos. Acredita-se que a modificação das propriedades da fase líquida de modo a favorecer a estabilidade da peça durante a queima possa contribuir para minimizar o problema, assim, para a execução deste trabalho, a partir de uma massa padrão, foram realizadas substituições de algumas matérias-primas e alterações na granulometria das mesmas no intuito de promover alterações na fase líquida e reduzir a deformação. O estudo foi ampliado para massas produzidas por via seca, podendo assim acrescentar conhecimentos para a produção através da nova rota de processamento. Nesse sentido, o objetivo central desse estudo foi comparar as rotas de processamento no que diz respeito aos seus efeitos sobre a deformação piroplástica, buscando identificar quais mecanismos predominam na via úmida e na via seca.

2. Revisão Teórica

A deformação piroplástica é atribuída principalmente ao volume e natureza da fase líquida bem como da estrutura porosa que acomodará a fase líquida. Airey e Birtles[5] definiram um padrão geral de comportamento representado por três estágios. No primeiro estágio ocorre uma ligeira deformação devido à quebra da estrutura do metacaulim. No segundo estágio, durante o aquecimento e após a formação da fase líquida, incide a maior parte da deformação associada à contração da peça e grande mobilidade da fase líquida com baixa viscosidade. Finalmente, no terceiro estágio, quando já não ocorre mais retração, o empacotamento fechado das partículas limita a deformação a uma taxa bastante lenta

e quase constante, além do aumento da viscosidade do líquido devido à dissolução de partículas que alteram sua composição química[5]. Vale lembrar que cerâmicas de mesa são sinterizadas em ciclos substancialmente longos (de 2 a 3 horas), ou seja, diferentes dos ciclos destinados à queima de porcelanatos, os quais são efetuados em tempos aproximados de 40 a 60 minutos.

A quantidade de fase líquida formada durante a queima é determinada principalmente pela quantidade de fundente e pela temperatura de patamar[3], esses aspectos são fundamentais para o desenvolvimento da microestrutura final de porcelanatos e que resultam nas características técnicas desejadas. A viscosidade do líquido formado, quando muito elevada não é desejável devido à baixa cinética de densificação, enquanto viscosidades baixas trazem problemas como aumento na porosidade fechada e/ou deformação piroplástica[6].

3. Procedimento Experimental

3.1. Preparação das amostras

Foram formuladas seis massas típicas de porcelanato técnico, cujas proporções podem ser visualizadas na Tabela 1. Na composição padrão (STD), foram utilizados feldspatos sódicos e potássicos com granulometria relativamente grosseira, os quais foram substituídos em 10% por outro tipo de matéria-prima e com granulometria diferente. As matérias-primas utilizadas nessas substituições foram: feldspato potássico micronizado, quartzo fino (<74µm) e quartzo micronizado. Essas alterações permitem o estudo dos efeitos químico/mineralógicos e das características físicas (tamanho de partículas) sobre a deformação piroplástica. Cada substituição nas demais massas em relação à STD foi efetuada no intuito de alterar as propriedades da fase líquida durante a queima para avaliar seus efeitos sobre a deformação. Desse modo, o quartzo, quando dissolvido na fase líquida aumenta sua viscosidade e sua dissolução é potencializada com a diminuição da granulometria. A diminuição da relação entre os óxidos Na_2O/K_2O através da utilização de feldspatos potássicos também promove aumento da viscosidade da fase líquida. Acredita-se que a modificação das propriedades da fase líquida de modo a favorecer a estabilidade da peça durante a queima possa contribuir para minimizar o problema de deformação piroplástica.

Após a dosagem, cada massa foi preparada por via úmida: moagem a úmido das matérias-primas em moinho de bolas com adição de 50% de água e 0,6% de defloculante, ajustando-se o tempo de moagem para obtenção de resíduo entre 0,5 e 2,0% retido em malha #325 (45 µm). As suspensões foram secas em estufa a 110 °C e granuladas em peneiras com adição de 6,5% de água.

As formulações STD, KM, QFKM e MKM foram dosadas e preparadas de acordo com o método de via seca de processamento a partir da moagem a seco das matérias-primas em moinho de bolas e umidificadas pelo método de microgranulação. A umidade da composição padrão STD foi ajustada para 6,5 e 9,0% de água. As demais massas, apenas com 9,0%. Assim, estendeu-se o estudo para avaliar o efeito das peculiaridades de cada processo sobre a microestrutura e o IP.

3.2. Ensaios realizados

Corpos de prova de dimensões 6 × 2 cm^2 foram compactados uniaxialmente em prensa automática Nannetti a 450 Kg.f/cm^2 e, após secagem em estufa a 110 °C por 2 horas, foram caracterizados quanto à densidade aparente e módulo de ruptura a flexão ($MRF=3xFxL/2xbxh^2$), onde F é a carga aplicada até a ruptura, L é a distancia entre os apoios, b é a largura do corpo de prova e h é a espessura[7]. Corpos de prova foram selecionados quanto à densidade aparente para sinterização em quatro diferentes temperaturas em ciclos aproximados de 45 minutos, com taxa de aquecimento de 60 °C e 8 minutos de permanência na temperatura máxima. Após a queima foram realizados ensaios de absorção de água e retração de queima para determinar a temperatura de máxima densificação (Tmd), temperatura na qual a peça atinge a máxima retração. O índice de piroplasticidade (IP) foi determinado para cada massa na Tmd através do método de flexão em três pontos [$IP=(4xh^2xS)/(3xL^4)$], onde h é a espessura da peça, S é a deformação máxima e L é a distância entre os suportes refratários) e esses corpos de prova foram caracterizados quanto à: porosidade aberta (PA) pelo método de Archimedes; densidade da peça queimada (Dq) (ISSO 10545-3); peso específico (PE) determinado por picnometria em gás Hélio (ASTM C-329); porosidade total

Tabela 1. Porcentagens em massa das matérias-primas utilizadas nas composições.

Matérias-primas (%)	STD	QF	QM	KM	QFKM	QMKM
Caulim	25	25	25	25	25	25
Argilas	12	12	12	12	12	12
Bentonita	4	4	4	4	4	4
Talco	4	4	4	4	4	4
Zirconita	3	3	3	3	3	3
Na FeldspatoG	26	21	21	21	21	21
Na-K Feldspato G	26	21	21	21	21	21
Quartzo F	-	10	-	-	5	-
Quartzo M	-	-	10	-	-	5
K Feldspato M	-	-	-	10	5	5

[PT=100x(1-(Dq/PE)]; porosidade fechada (PF=PT–PA); composição química por fluorescência de raios X e perda ao fogo a 1000 °C, identificação e quantificação de fases (RIR-Rietveld), composição química da fase vítrea (subtraindo-se da composição química a contribuição de cada fase presente)[8,9], viscosidade da fase líquida a altas temperaturas (princípio da aditividade)[10,11]. Foi realizada análise microestrutural em que as superfícies da sessão transversal dos corpos de prova foram atacadas com ácido fluorídrico e posteriormente polidas para avaliação em MEV e software de análise de imagens.

4. Resultados e Discussões

A densidade aparente e o módulo de ruptura à flexão (Tabela 2) são expressivamente superiores para as massas de via seca. Esse resultado já era esperado devido à alta densidade dos grânulos formados no processo de microgranulação[12].

Na Figura 1 podem ser visualizadas as curvas de gresificação das massas, a partir das quais determinaram-se a Tmd. Na Tabelas 3 e 4 estão contemplados os resultados da caracterização das peças queimadas à Tmd e composição química das mesmas, respectivamente.

Como se pode observar (Figura 1 e Tabela 3), as massas de via seca apresentaram contração de queima inferior aos valores encontrados para as massas de via úmida devido à maior compacidade a verde das massas de via seca, isso ocorre, pois, os grânulos produzidos por microgranulação são mais densos e resultam em densidades de partida superiores. As temperaturas exigidas para atingir a máxima densificação, entretanto, não sofreram alterações devido às diferentes rotas de processamento. É importante notar que, como esperado, a substituição de feldspato por quartzo nas massas QF e QM aumentou a Tmd, e o incremento de feldspato na massa KM resultou em diminuição da Tmd.

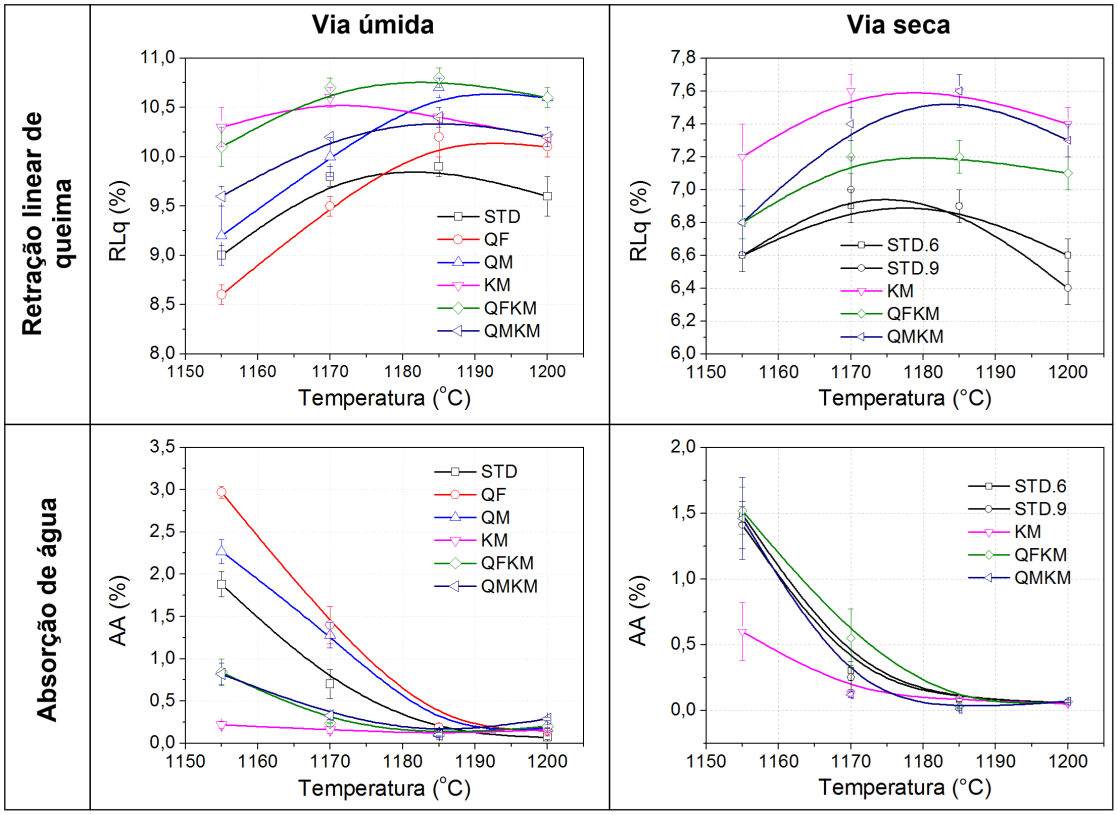

Figura 1. Absorção de água e retração de queima em diferentes temperaturas das massas produzidas por via úmida e por via seca.

Tabela 2. Densidades e resistências mecânicas dos compactos verdes.

Características	Rota	STD.6	STD.9	QF	QM	KM	QFKM	QMKM	i.e.
Densidade $(g \cdot cm^{-3})$	Wet	1,830	-	1,838	1,801	1,803	1,770	1,829	±0,010
	Dry	2,081	2,090	-	-	2,040	2,061	2,051	±0,011
MRFs $(Kg \cdot f \cdot cm^{-2})$	Wet	13	-	17	14	16	12	16	±2
	Dry	42	50	-	-	49	45	48	±3

i.e. = incerteza experimental.

Tabela 3. Caracterização das peças queimadas na Tmd.

Rota	Características	STD.6	STD.9	QF	QM	KM	QFKM	QMKM	i.e.
Via úmida	Tmd (°C)	1185	-	1195	1190	1170	1185	1185	±2
	IP [cm^{-1} (10^{-5})]	9,5	-	8,4	7,8	9,1	8,6	7,4	±0,1
	AA (% massa)	0,01	-	0,00	0,16	0,08	0,08	0,16	±0,02
	PA (% vol.)	0,1	-	0,0	0,4	0,2	0,2	0,4	±0,1
	PF (% vol.)	6,6	-	4,5	3,4	4,7	6,8	5,0	±0,1
	PT (% vol.)	6,7	-	4,5	3,8	4,9	7,0	5,4	±0,1
	PE ($g \cdot cm^{-3}$)	2,652	-	2,600	2,571	2,592	2,647	2,601	±0,005
	Dq ($g \cdot cm^{-3}$)	2,475	-	2,482	2,473	2,465	2,463	2,460	±0,005
	MRF ($N.mm^{-2}$)	61	-	62	60	55	55	60	±5
Via seca	Tmd (°C)	1185	1185	-	-	1170	1185	1185	±2
	IP [cm^{-1} (10^{-5})]	6,2	5,8	-	-	4,5	4,4	4,4	±0,1
	AA (% massa)	0,09	0,00	-	-	0,39	0,00	0,34	±0,03
	PA (% vol.)	0,2	0,0	-	-	1,0	0,0	0,8	±0,1
	PF (% vol.)	9,2	6,7	-	-	4,8	4,0	5,5	±0,1
	PT (% vol.)	9,4	6,7	-	-	5,8	4,0	6,3	±0,1
	PE ($g \cdot cm^{-3}$)	2,712	2,653	-	-	2,629	2,594	2,641	±0,005
	Dq ($g \cdot cm^{-3}$)	2,458	2,475	-	-	2,477	2,49	2,475	±0,005
	MRF (MPa)	50	51	-	-	52	51	60	±4

vol.: volume.

Tabela 4. Composição química das peças queimadas de cada formulação.

Oxidos (%)	STD	QF	QM	KM	QFKM	QMKM	i.e.
SiO_2	66,98	69,42	69,42	66,10	67,75	67,75	±0,25
ZrO_2	2,06	2,05	2,05	2,05	2,05	2,05	±0,02
TiO_2	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	±0,01
Al_2O_3	22,44	21,25	21,25	23,11	22,18	22,18	±0,20
Fe_2O_3	0,85	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83	±0,02
MgO	1,89	1,73	1,73	1,73	1,73	1,73	±0,02
CaO	1,35	1,05	1,05	1,06	1,06	1,06	±0,02
Na_2O	3,39	2,68	2,68	2,98	2,83	2,83	±0,02
K_2O	0,70	0,63	0,63	1,79	1,21	1,21	±0,02
P_2O_5	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	±0,01

A identificação e quantificação das fases estão exibidas na Tabela 5, bem como a viscosidade da fase líquida da Tmd. A composição química da fase vítrea das diferentes massas estão expostas na Tabela 6.

As massas de via úmida apresentaram valores expressivamente mais elevados de IP (7,4 a 9,5 $cm^{-1} \cdot 10^{-5}$) do que as massas de via seca (4,4 a 6,2 $cm^{-1} \cdot 10^{-5}$), como pode ser visualizado na Figura 2. Para analisar essas diferenças, a discussão dos resultados foi dividida em duas partes com objetivos complementares. Na primeira parte foi analisada a natureza da fase líquida sobre o comportamento de deformação e, na segunda parte, os efeitos da microestrutura, buscando assim avaliar as principais diferenças entre as rotas de processamento e sua influência sobre o IP.

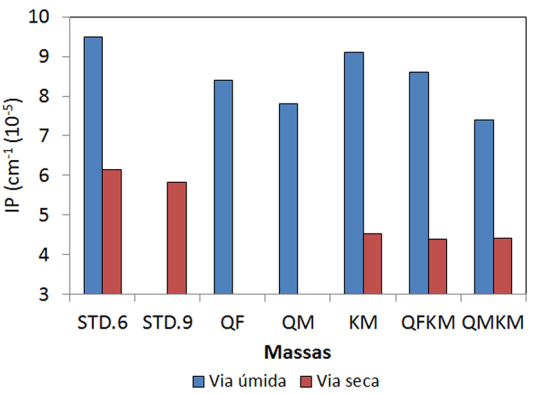

Figura 2. Índice de piroplasticidade das massas preparadas por via úmida e via seca.

Tabela 5. Identificação e quantificação das fases formadas após a queima.

Rota	Fases (%)	STD.6	STD.9	QF	QM	KM	QFKM	QMKM	i.e.
Via úmida	Quartzo	17,0	-	21,0	17,0	14,0	18,0	16,0	±0,5
	Mulita	13,0	-	12,0	11,0	11,0	13,0	12,0	±0,5
	Plagioclásio	2,0	-	2,5	2,0	2,0	2,5	3,0	±0,25
	Zircão	3,0	-	2,5	2,0	3,0	2,5	2,0	±0,25
	Fase vítrea	65,0	-	62,0	68,0	70,0	64,0	67,0	±1,0
	$\eta T_{md}\left(KPa \cdot s\right)$	4,75	-	4,77	4,80	4,97	4,78	4,81	±0,02
Via seca	Quartzo	16,0	16,0	-	-	13,0	14,5	15,0	±0,5
	Mulita	10,0	11,0	-	-	11,0	10,0	11,0	±0,5
	Plagioclásio	3,4	3,0	-	-	3,0	1,6	4,0	±0,25
	Zircão	2,0	2,0	-	-	2,0	2,0	2,0	±0,25
	Fase vítrea	68,6	68,0	-	-	71,0	71,9	68,0	±1,0
	$\eta T_{md}\left(KPa \cdot s\right)$	4,90	4,85	-	-	4,96	4,88	4,85	±0,02

η: viscosidade.

Tabela 6. Composição química estimada da fase vítrea.

Rota	Óxidos (%)	STD.6	STD.9	QF	QM	KM	QFKM	QMKM	i.e.
Via úmida	SiO_2	67,7	-	68,7	69,7	66,7	68,2	68,3	±0,5
	TiO_2	0,5	-	0,5	0,5	0,4	0,5	0,5	±0,1
	ZrO_2	0,0	-	0,4	0,9	0,0	0,4	0,9	±0,1
	Al_2O_3	19,6	-	19,7	19,1	21,2	19,4	19,4	±0,3
	Fe_2O_3	1,3	-	1,4	1,2	1,2	1,3	1,3	±0,2
	MgO	2,9	-	2,8	2,6	2,5	2,7	2,6	±0,2
	CaO	2,1	-	1,7	1,6	1,5	1,7	1,6	±0,2
	Na_2O	4,9	-	3,9	3,6	3,9	4,0	3,7	±0,2
	K_2O	1,1	-	1,0	0,9	2,6	1,9	1,8	±0,1
Via seca	SiO_2	66,0	66,6	-	-	66,8	67,9	68,2	±0,5
	TiO_2	0,5	0,5	-	-	0,4	0,4	0,5	±0,1
	ZrO_2	0,8	0,8	-	-	0,8	0,8	0,8	±0,1
	Al_2O_3	21,3	20,6	-	-	20,6	20,5	19,9	±0,3
	Fe_2O_3	1,2	1,2	-	-	1,2	1,2	1,2	±0,2
	MgO	2,8	2,8	-	-	2,4	2,4	2,6	±0,2
	CaO	2,0	2,0	-	-	1,5	1,5	1,6	±0,2
	Na_2O	4,4	4,5	-	-	3,7	3,7	3,5	±0,2
	K_2O	1,0	1,0	-	-	2,5	1,7	1,8	±0,1

4.1. Efeito das características da fase líquida sobre o IP

Intuitivamente espera-se que quanto maior o volume de fase líquida formada durante a queima. Ao observar rapidamente a Figura 3a, aparentemente a quantidade de fase vítrea formada após a queima apresenta uma relação inversa com o IP, porém ao avaliar o R^2, tais variáveis estão fracamente correlacionadas independente da rota de processamento, apresentando ainda maior dispersão quando cada rota é avaliada isoladamente. As massas preparadas por via seca apresentaram volume de fase vítrea ligeiramente superior às massas de via úmida e seus valores de IP's são menores. Desse modo, cabe avaliar a interferência de outras variáveis, pois isoladamente o volume de fase vítrea não explica a deformação piroplástica.

A natureza da fase líquida, avaliada a partir de sua viscosidade na Tmd (Figura 3b), apresentou uma relação inversa com o IP. Esse comportamento era esperado e fica claro que, para o caso de massas preparadas por via úmida, a viscosidade da fase líquida exerce papel fundamental no comportamento de deformação. É necessário mencionar que a viscosidade à Tmd da massa KM não está apresentada na Figura 3b, pois a mesma se desviou significativamente da tendência geral, ou seja, viscosidade e IP altos. A alta viscosidade nesse caso é decorrente da maior quantidade de feldspato potássico em relação ao sódico e menor quantidade de quartzo remanescente na peça queimada à Tmd indicando sua maior dissolução na fase líquida. Ao contrário das demais amostras, a alta viscosidade da fase líquida em KM não garantiu baixo

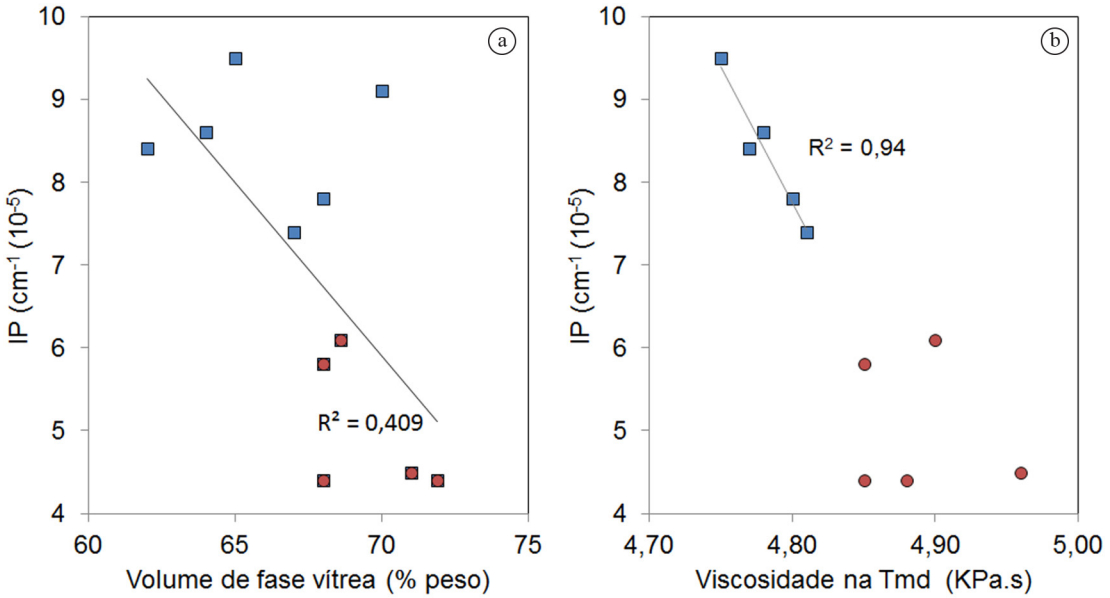

Figura 3. Efeito da quantidade de fase vítrea (a) e viscosidade da fase líquida na Tmd (b).

IP, desse modo, esse comportamento deve ser avaliado concomitante a outras peculiaridades desta amostra: 10% de sua composição é constituída de feldspato micronizado, sendo este o primeiro componente a formar fase líquida através de uma cinética muito favorável devido à maior área superficial (menor Tmd e alto volume de fase vítrea). A rápida formação de grande volume de fase líquida nesse caso, pode ter sido um fator decisivo para a deformação.

A viscosidade da fase líquida das massas de via seca apresentaram valores mais elevados, esse fato é condizente com as menores quantidades de quartzo e mulita nas peças queimadas comportando, sobretudo, o aumento de alumina na composição da fase líquida, justificando sua alta viscosidade a temperaturas elevadas. A deformação piroplástica no caso de massas preparadas por via úmida ocorre por meio do mecanismo de fluxo viscoso no qual a deformação ocorre por processos de difusão, esse fenômeno fica evidenciado pela correlação altamente interdependentes entre viscosidade da fase líquida na Tmd e o IP. No entanto, quando se trata de via seca, outros fatores atuam no mecanismo de deformação e contribuem no sentido de diminuir esse fenômeno. Por conseguinte, foi realizado um estudo da microestrutura no intuito de buscar identificar tais fatores.

4.2. Efeito da microestrutura sobre o IP

As microestruturas foram avaliadas por MEV e análise do esqueleto a partir dos grânulos com tamanhos superiores a 5 µm. Na Figura 4 está apresentada a massa KM, onde é possível observar aspectos diferentes entre as duas rotas de processamento. Na massa produzida por via úmida há grãos menores e arredondados de quartzo e fase vítrea com relativa uniformidade. Em KM via seca há a presença de grãos mais grosseiros de quartzo com formatos mais angulares e fase vítrea heterogênea. A análise do esqueleto permitiu quantificar várias características apresentadas nas Tabelas 7 e 8.

Durante a queima, a fase líquida ao ser formada inicia o preenchimento dos espaços vazios entre os grânulos e também a interpenetrar os mesmos, dissolvendo as partículas presentes. Esse mecanismo está visível na microestrutura de via úmida, aparentando um ataque relativamente uniforme da fase vítrea às partículas em todas as regiões da peça. Na via seca, no entanto, observa-se regiões de ataque como "bolsas" isoladas onde a fase líquida inicia a dissolução das partículas semelhante ao mecanismo encontrado na via úmida (região 1 indicada na Figura 5) e outras regiões onde observa-se a partícula de quartzo parcialmente atacada e interpenetrada por fase vítrea (região 2 indicada na Figura 5). Esses aspectos da microestrutura das massas de via seca indicam uma baixa mobilidade da fase líquida durante a queima isolando as reações de sinterização em determinadas regiões resultando na heterogeneidade constatada. Uma possível explicação é a rigidez dos grânulos produzidos pela microgranulação que dificultaria a fase líquida de transpor as paredes internas dos grânulos e permear os espaços vazios intergranulares.

A Figura 6 mostra graficamente como algumas características do esqueleto podem ser relacionadas com o IP. A distância entre os grãos e o arredondamento dos mesmos pode ser um indicativo da efetividade da sinterização bem como da mobilidade da fase líquida, desse modo, espera-se maior deformação para distâncias mais longas e grãos mais arredondados. Esse foi o resultado obtido na via úmida (Figuras 6a e 6b). Na via seca, tais variáveis estão menos correlacionadas, porém, nota-se

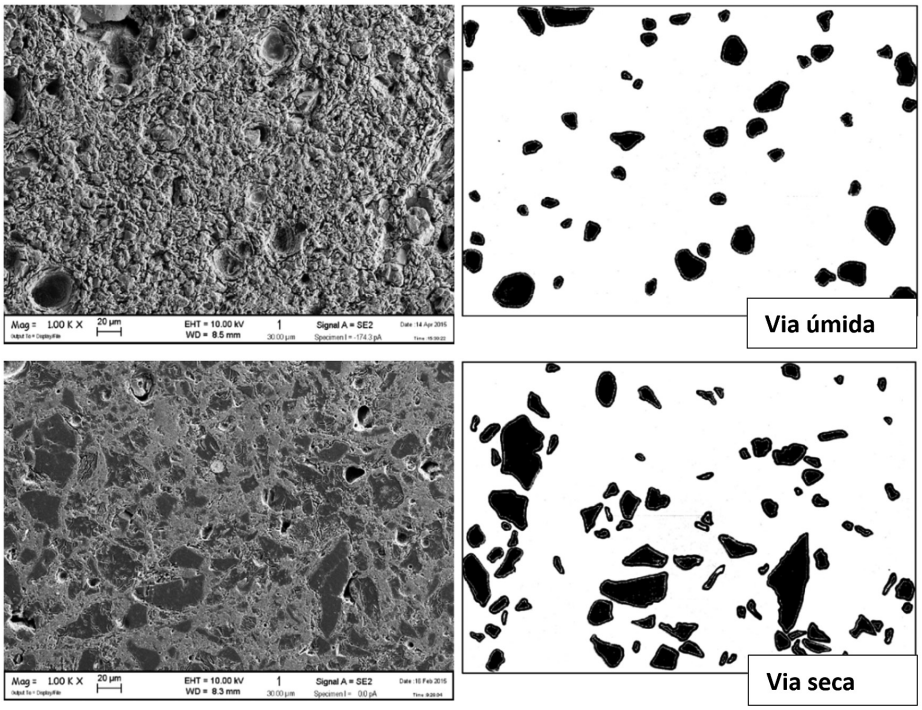

Figura 4. Microestruturas obtidas por diferentes rotas de processamento da massa KM avaliadas por MEV (esquerda) e análise do esqueleto (direita).

Tabela 7. Características das massas produzidas por via úmida obtidas a partir da análise do esqueleto.

Características	STD.6	QF	QM	KM	QFKM	QMKM
Grãos > 5µm (mm^{-2})	506	521	522	274	495	633
Grãos > 5µm (% vol.)	7,8	7,4	12,7	7,3	9,2	13,0
Esfericidade (1)	1,81±0,67	1,36±0,20	1,38±0,29	1,66±0,59	1,62±0,43	1,29±0,14
Distância méida (µm)	12,9	13,0	10,1	18,1	12,5	8,3

Tabela 8. Características das massas produzidas por via seca obtidas a partir da análise do esqueleto.

Características	STD.6	STD.9	KM	QFKM	QMKM
Grãos > 5µm (mm^{-2})	726	790	746	746	911
Grãos > 5µm (% vol)	19,9	16,9	13,5	18,3	17,6
Esfericidade (1)	1,70±0,58	1,38±0,23	1,42±0,24	1,48±0,45	1,36±0,27
Distância média (µm)	5,3	5,9	7,7	6,5	5,9

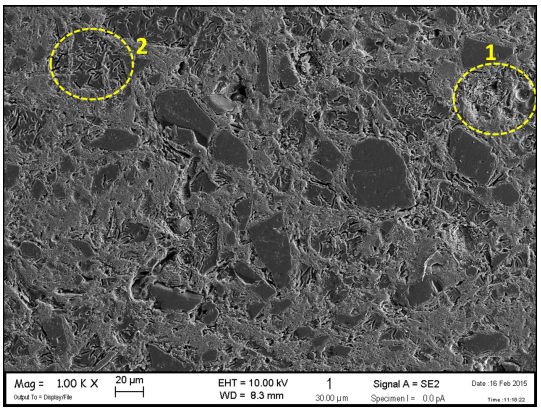

Figura 5. Microestrutura da massa KM observada em MEV.

que a distância entre os grãos e o IP apresentaram valores baixos, coerentes com a tendência geral.

O volume de grãos de tamanhos superiores a 5 µm apresentou nítida correlação com o IP para ambas as rotas de processamento. A interpretação das micrografias permitiu obter curvas granulométricas, Figura 7, mostrando nas peças de via seca uma distribuição com muitos grãos acima de 40 µm, enquanto na via úmida são praticamente inexistentes. Esses resultados constatam uma maior heterogeneidade da microestrutura obtida por processamento via seca, devido à granulometria ligeiramente mais grosseira. Assim, os grãos acima de 40 µm são retidos após a queima, sendo pouco afetados pela dissolução da fase líquida, reforçando a estrutura do esqueleto resultando nos IP's reduzidos.

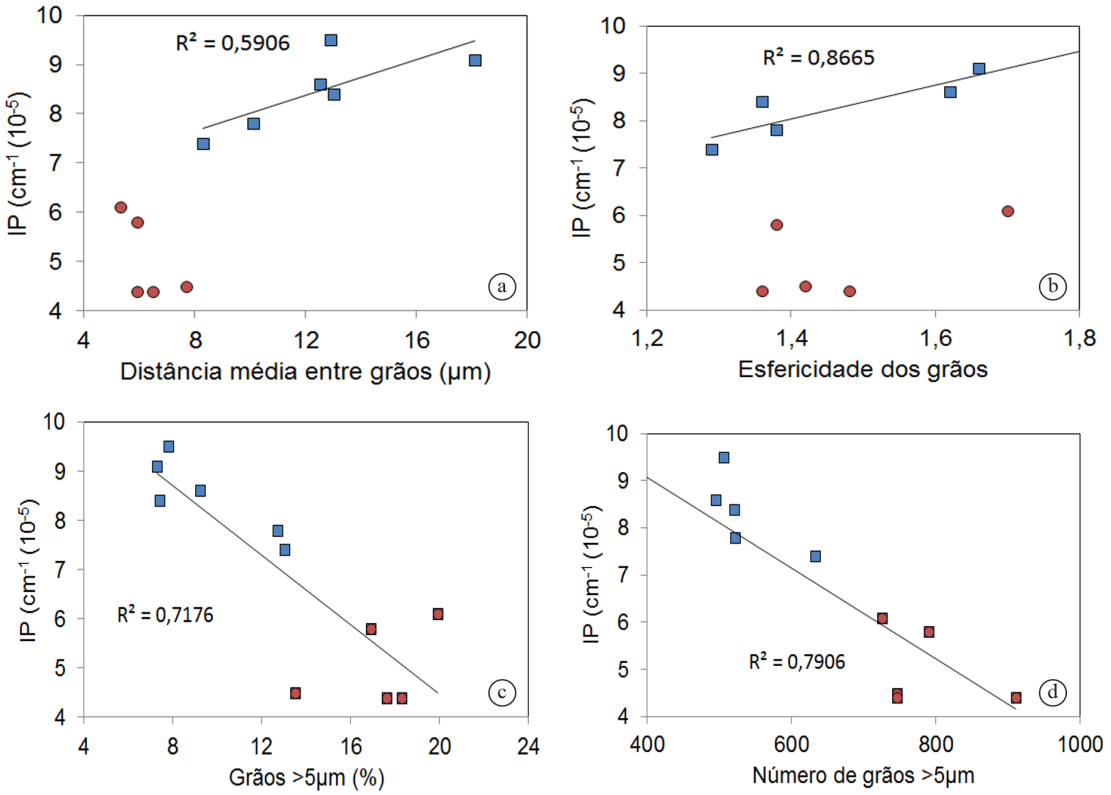

Figura 6. Características das microestrututas de via úmida e via seca em relação ao índice de piroplasticidade: a) Distância média entre grãos; b) Esfericidade dos grãos; c) % de grão superiores a 5µm e d) Número de grãos superiores a 5 µm.

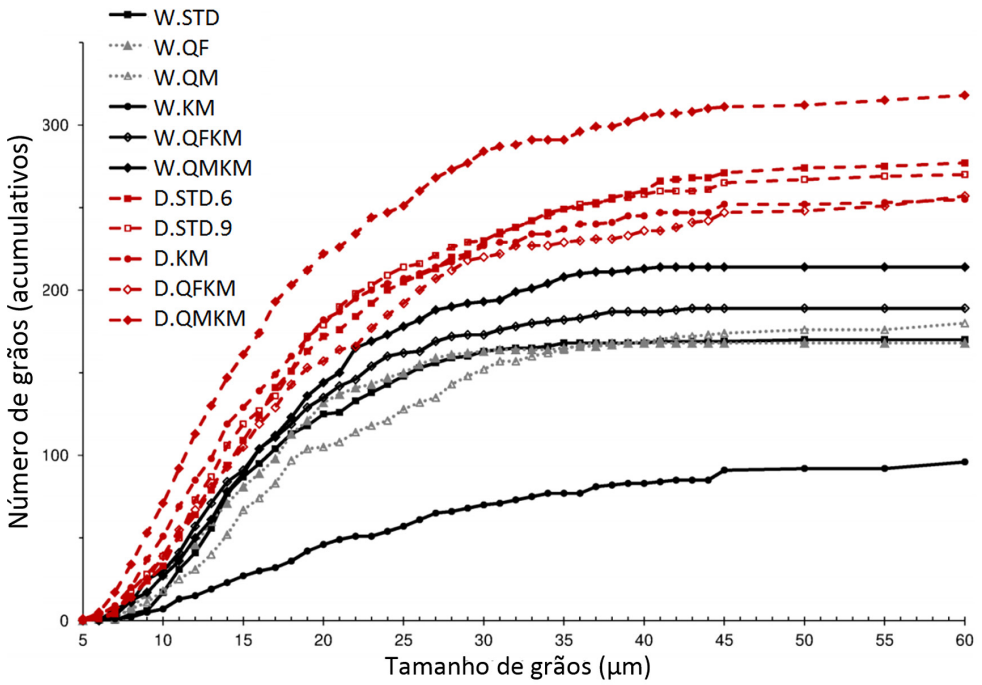

Figura 7. Distribuição por tamanho de partículas das massas.

5. Conclusões

A partir dos resultados obtidos no presente trabalho, podemos concluir:

- Massas produzidas por moagem via seca e microgranulação apresentam menor tendência à deformação piroplástica em relação a massas produzidas por via úmida;
- O mecanismo segundo o qual a deformação ocorre é diferente para as duas rotas de processamento;
- No caso da via úmida, as características da fase líquida têm papel fundamental no mecanismo de deformação, sendo que fase líquida de alta viscosidade diminui a tendência à deformação, ao passo que o volume de fase líquida não apresentou correlação com o IP independente da rota de processamento;
- Massas produzidas por via seca resultam em microestrutura bastante heterogênea com papel fundamental no IP, indicando baixa mobilidade da fase líquida devido à rigidez dos grânulos. A maior compacidade e menor retração de queima também contribuem para diminuir a deformação.

Referências

1. BANNIER, E. et al. Delayed curvature and residual stresses in porcelain tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 33, n. 3, p. 493-501, 2013. http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.09.018.
2. BIFFI, G. **Porcelain stoneware**: production manual and method of use. Faenza: Gruppo Editoriale, 1999.
3. BERNARDIN, A. M.; MEDEIROS, D. S.; RIELLA, H. G. Pyroplasticity in porcelain tiles. **Materials Science and Engineering: A**, v. 427, n. 1-2, p. 316-319, 2006. http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.073.
4. ALVES, H. J. et al. Análise do consumo de energia térmica no setor brasileiro de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 15, n. 4, p. 7-13, 2010.
5. AIREY, A. C.; BIRTLES, J. F. Pyroplastic deformation of whiteware bodies. In: HENKES, V. E.; ONODA, G. Y.; CARTY, W. M. **Science of whitewares**. England: American Ceramic Society, 1996. p. 225-234.
6. RAMBALDI, E. et al. Using waste glass as a partial flux substitution and pyroplastic deformation of a porcelain stoneware tile body. **Ceramics International**, v. 33, n. 5, p. 727-733, 2007. http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2005.12.010.
7. BARBA, A. et al. **Materias primas para la fabricación de suportes de baldosas cerámicas**. 2. ed. Castellón: Instituto de Tecnología Cerámica, 2002.
8. GUALTIERI, A. F. Accuracy of XRPD QPA using the combined Rietveld–RIR method. **Journal of Applied Crystallography**, v. 33, n. 2, 267-278, 2000. http://dx.doi.org/10.1107/S002188989901643X.
9. ZANELLI, C. et al. The vitreous phase of porcelain stoneware: composition, evolution during sintering and physical properties. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 357, n. 16-17, p. 3251-3260, 2011. http://dx.doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2011.05.020.
10. LAKATOS, T.; JOHANSSON, L. G.; SIMMINGSKÖLD, B. The effect of some glass components on the viscosity of glass. **Glastecknisk Tidskrift**, v. 27, n. 2, p. 25-28, 1972.
11. FLUEGEL, A. Glass viscosity calculation based on a global statistical modelling approach. **Glass Technology**, v. 48, n. 1, p. 13-30, 2007.
12. MELCHIADES, F. G. **Estudo comparativo entre as tecnologias via úmida e via seca para a preparação de massas de porcelanato**. 2011. 186 f. Tese (Doutorado)–Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2011.