EFEITOS DO TEOR DE UMIDADE E DA PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO SOBRE O COMPORTAMENTO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS FABRICADOS POR VIA SECA COM MATÉRIAS-PRIMAS DA COLÔMBIA.

N. L. AGUDELO B[1], L. M. PRADA J[1]

Rua 7 # 15-96 Madrid - Cundinamarca. Tel. : 8289000 - Fax. :8289896

Email: nagudelo@corona.com.co; lprada@corona.com.co.

[1] *Revestimientos Corona*

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo avaliar a influência do teor de umidade da massa e da pressão de prensagem sobre as características de compactação e do produto acabado na fabricação por via seca de revestimentos cerâmicos com matérias-primas da zona de Bogotá, Colômbia. A metodologia desenvolvida faz uso de ferramentas estatísticas do módulo Análise de Metodologia Seis Sigma. Os dois fatores definidos foram: teor de umidade da massa e pressão específica de prensagem (cada fator avaliado em três níveis). Os valores mais altos de umidade dentro do intervalo avaliado melhoram a morfologia dos grânulos (mais esféricos), aumentam sua fluidez e seu empacotamento, aumentando a compacidade das peças com o correspondente incremento da resistência mecânica, diminuição da absorção de água e diminuição da retração de queima.

Palavras-chave: Teor de Umidade, Pressão de prensagem, Compactação, Revestimentos Cerâmicos, Via seca

1. INTRODUÇÃO

Um dos principais processos na fabricação de revestimentos cerâmicos é a prensagem, já que é aí em que se conferem características determinantes ao produto tais como forma, dimensão, espessura, resistência mecânica, absorção de água, etc. Essas características dependem fundamentalmente do teor de umidade da massa e da pressão aplicada. Na fabricação de revestimentos cerâmicos por via seca, a umidade e distribuição de tamanho dos grânulos do pó cerâmico são obtidos por um processo de umectação (asperção de água ao pó seco), isto faz com que a morfologia dos grânulos seja irregular e a fluidez do pó seja muito baixa (alta fricção entre grânulos por muitos pontos de contato), o que dificulta o processo de prensagem, devido à complexidade para o preenchimento homogêneo das cavidades do molde; enquanto que no processo de fabricação de revestimentos cerâmicos por via úmida, a umidade e a distribuição de tamanho dos grânulos são obtidos por pulverização de uma barbotina cerâmica, com a qual se obtém grânulos com morfologia próxima à de uma esfera, fazendo com que a fluidez seja mais alta e o processo de conformação seja facilitado.

Este estudo visa avaliar a influência da umidade e da pressão de prensagem sobre as características de compactação (densidade aparente e resistência mecânica do produto original) e do produto final (contração no de queima, absorção de água, coração negro, resistência mecânica após queima) na fabricação de revestimentos cerâmicos por via seca utilizando matérias-primas da Savana de Bogotá.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para o desenvolvimento experimental instrumentos estatísticos do módulo Análise de Metodologia Seis Sigmas foram usados para analisar a fase da metodologia Seis Sigma (Definir, Medir, Analisar, Melhorar, Controlar), sendo tais:

- Testes de hipóteses. Anova de duas vias
- Desenhos de experimentos Full factorial
- Curvas de regressão e correlação.

Os 2 fatores definidos foram a umidade da massa granulada e a pressão de prensagem, cada um dos

fatores foram avaliados em três níveis, sendo tais:

• Umidade do pó granulado (%): 6.5; 7.5 e 8.5.
• Pressão de prensagem (Bar): 200; 240 e 280.

Com as ferramentas utilizadas pode-se identificar a diferença estatisticamente significativa entre as médias de uma variável quando se modificam fatores em vários níveis. Além disso, essas ferramentas permitem encontrar a influência da variação das variáveis independentes na variação das variáveis dependentes.

A preparação da massa com diferentes teores de umidade e os processos de prensagem (nos níveis de pressão específicos definidos), secagem, aplicação de esmalte, decoração e queima dos revestimentos cerâmicos, objetos deste estudo, foi feito em nível industrial, garantindo durante toda a experimentação que as únicas variações foram as que se provocaram intencionalmente nos fatores definidos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização da massa cerâmica

3.1.1. As características físicas do pó:

Existem variáveis que caracterizam uma massa utilizada na fabricação de revestimentos cerâmicos por via seca ou por via úmida e que fornecem informações sobre seu desempenho no processo de fabricação, sendo estas:

* Densidade de preenchimento e densidade de empacotamento: Densidade de enchimento (ρ_{LL}), é a relação entre a quantidade de pó cerâmico que enche uma proveta, fluindo livremente e o volume da mesma (A). A densidade de empacotamento (ρ_E) (B), corresponde à densidade, na qual não há mais redução no volume de material no interior da proveta depois de submetê-lo a sucessivos golpes sobre uma superfície plana.

$$\rho_{ll} = m / V_i \qquad (A)$$

$$\rho_E = m / V_f \qquad (B)$$

Onde m é a massa necessária para preencher a proveta; V_i é o volume ocupado pelo pó em fluxo livre e V_f é o volume final ocupado pelo pó (depois de submeter o conteúdo a sucessivos golpes sobre uma base plana).

* Fluidez : É determinada medindo o tempo que leva um volume conhecido de pó cerâmico, fluindo livremente para desocupar um funil (Figura 1); com esse tempo e o volume do recipiente se calcula a vazão volumétrica (cm^3/s).

* Índice de Hausner: É uma medida indireta da fluidez, mostrando de fato a maior ou menor dificuldade na acomodação dos grânulos, devido à ação das forças de atrito nos pontos de contato entre os mesmos.

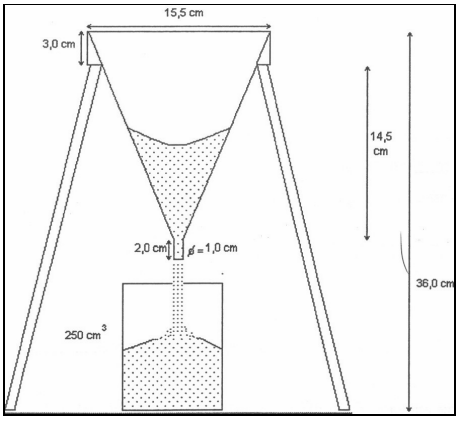


Figura 1. Equipamentos para medição do fluxo volumétrico (fluidez)

Sendo a fluidez uma consequência direta destas forças de atrito, os maiores valores de fluidez são manifestados para os menores índices de Hausner.

$$IH = V_i / V_f \qquad (C)$$

A determinação desse parâmetro é essencial para estimar a maior ou menor capacidade de um pó preencher uniformemente o molde. O menor valor possível para o IH é 1 e quanto maior for, maior é a variação de volume sofrida pelo pó durante os sucessivos golpes, ou seja, maior é o atrito interno entre as partículas, o que impede que as mesmas alcancem um empacotamento denso no preenchimento.

Na Tabela 1 pode-se observar que, dentro dos intervalos avaliados, o maior teor de umidade da massa fabricada por via seca gera uma maior densidade de preenchimento, maior densidade de empacotamento e menor índice de Hausner. Todos estes resultados podem ser explicados em função do maior teor de umidade favorecer a formação de grânulos com morfologia próxima à de uma esfera, a qual aumenta a fluidez da massa e melhora o empacotamento das partículas por redução do atrito entre elas (se reduz a área de contato).

Variable	Unidad	% Umidade da Massa		
		H 6.5	H 7.5	H 8.5
Densidade de preenchimento	g/cm^3	0.84	0.92	0.99
Densidade de empacotamento	g/cm^3	1.31	1.39	1.40
Índice de Hausner		1.56	1.51	1.41
Fluidez	s	0.00	0.00	0.00

Tabela 1. Características físicas da massa com diferentes teores de umidade para a produção de revestimentos cerâmicos por via seca.

3.1.2 Frações granulométricas

Para a análise das diferentes frações granulométricas, foi feita uma classificação de acordo com o tamanho esférico equivalente das partículas:

Grossos (G) = 850-355 μm

Médios (M) = 250-125 μm

Finos (F) = <75 μm

3.1.3 Morfologia dos grânulos

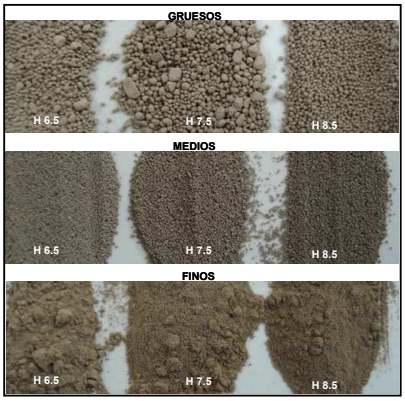
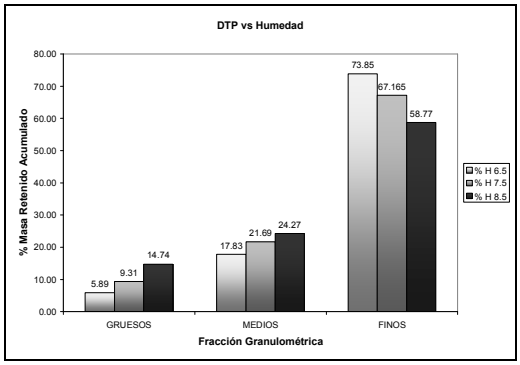


Figura 2. Morfologia dos Grânulos de diferentes frações granulométricas com diferentes teores de umidade.

A Figura 2 mostra como os grânulos das frações Grossos e Médios correspondentes ao maior teor de umidade testado (8,5%) tem morfologia mais próxima a de uma esfera, além de possuírem grânulos de tamanhos mais homogêneos. Em contrapartida, não foi observada diferença significativa na morfologia dos grânulos da fração correspondente aos finos nas diferentes umidades testadas.

Pode-se observar na Figura 3 que ao aumentar a porcentagem de umidade de uma massa cerâmica preparada por via seca se modificam as frações granulométricas; ou seja, aumenta a porcentagem de Grossos e Médios, e diminui a porcentagem de finos. Estas variações na porcentagem de cada fração melhora o desempenho do pó cerâmico já que aumenta a fluidez do mesmo, melhorando assim as condições de preenchimento do molde e compactação da peça cerâmica.

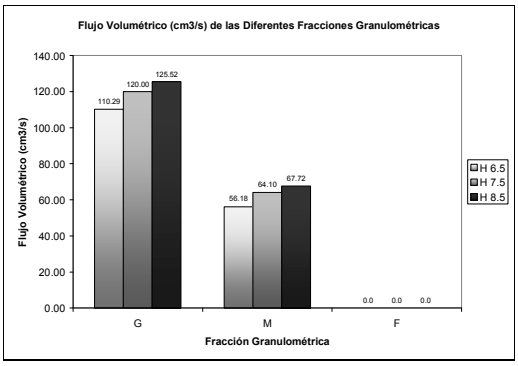


% masa retenido acumulado: % Massa retida acumulada

% Fracción granulométrica: fração granulométrica

Figura 3. Frações Granulométricas de uma massa preparada por via seca com diferentes teores de umidade.

A Figura 4 mostra que a fração correspondente aos Grossos, é a que apresenta maior fluidez, seguida pelos Médios; no caso dos Finos a fluidez é zero. Devido aos grânulos finos serem a fração majoritária que compõe as massas preparadas por via seca, sua fluidez total é zero.



*Flujo volumétrico:*fluxo volumétrico

% Fracción granulométrica: fração granulométrica

Figura 4. Fluxo Volumétrico (fluidez) das frações granulométricas da massa preparada por via seca a diferentes teores de umidade

3.2. Densidade aparente

A densidade aparente foi determinada por imersão de amostras (frações de azulejos de 8x8 cm) em mercúrio, com base no princípio de Arquimedes, no qual se determina o peso do volume de mercúrio deslocado pela amostra.

A densidade aparente ρ é calculada a partir da seguinte expressão [1]

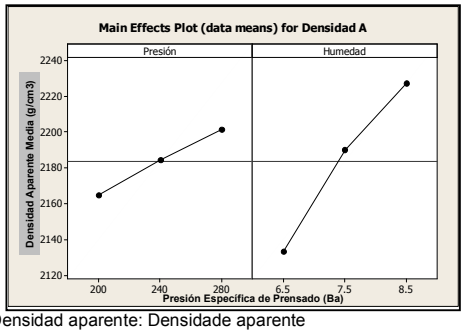
$$\rho = (M_S / M_l).\ \rho_{Hg}$$

M_S: massa da amostra

M_L: massa de mercúrio deslocado pela peça (empuxo)

ρ_{Hg}: densidade do mercúrio

Verifica-se na Figura 5 que há uma diferença significativa da variação da densidade do pó com umidade (P-Value 0,002), enquanto que para a pressão específica de prensagem o P-value é 0,051, o que não produz uma diferença estatisticamente significativa nos intervalos de pressão avaliados, isso pode ser visto nas Figuras 5 e 6.



Densidad aparente: Densidade aparente

Humedad: Umidade

Pressión esp: Pressão específica

Figura 5. Densidade aparente versus porcentagem de umidade e pressão específica de prensagem.

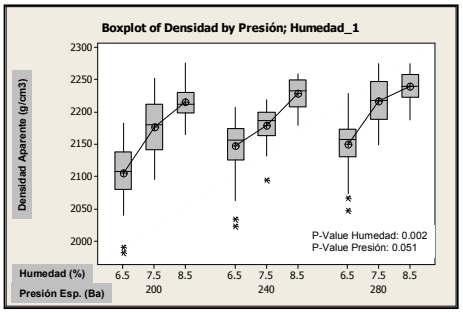


Figura 6. Efeito principal da pressão e a umidade do pó cerâmico em densidade aparente.

Uma alteração de dois pontos na umidade representa uma mudança de 100 pontos na densidade aparente, enquanto uma alteração de 40 pontos na pressão específica de prensagem apenas representa uma mudança de

40 pontos na densidade aparente (Figura 6).

Além disso, na Figura 7 pode-se observar o efeito combinado da pressão específica de prensagem e da umidade da massa sobre a densidade aparente.

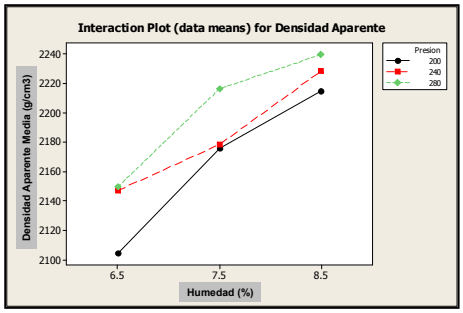


Figura 7. Efeitos da umidade e da pressão de prensagem sobre a densidade aparente.

Este gráfico é de grande utilidade para o controle do processo industrial, dado que para variações na umidade é possível encontrar uma pressão tal que mantenha constante a densidade aparente, sendo esta última variável fundamental na qualidade do produto cerâmico.

A equação que descreve o gráfico apresentado na figura 8 explica com um percentual de ajuste de 97,3% a variação na densidade aparente pela variação da umidade do pó cerâmico.

A maior influência da umidade da massa na densidade aparente, deve-se ao impacto que tem sobre a morfologia dos grânulos (Figura 2), em que os grânulos com maiores umidades apresentam morfologias mais esféricas que os grânulos com menor umidade. Ao mesmo tempo, a maior esfericidade contribui para um melhor o acondicionamento das partículas, resultando no aumento da densidade aparente.

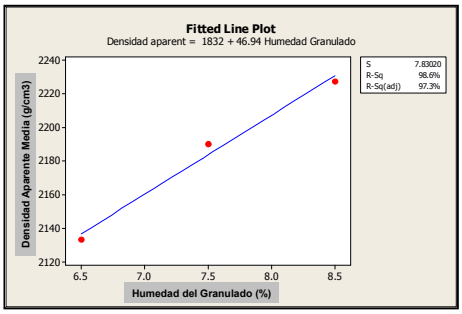


Figura 8. Regressão linear entre a umidade do pó cerâmico e a densidade aparente.

3.3 Resistência mecânica

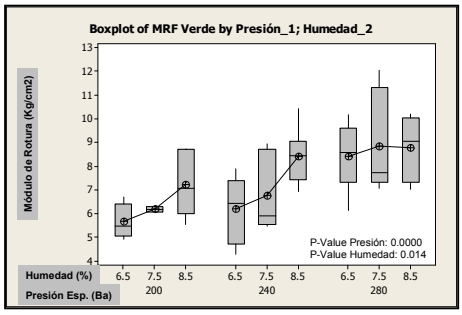
Na fabricação de revestimentos cerâmicos é essencial medir e controlar a resistência mecânica do produto nas diferentes etapas do processo (antes e depois do processo de secagem, e como produto acabado). Nas duas primeiras etapas, um valor aceitável desta característica determina a resistência da peça aos sucessivos processos de transporte, secagem, aplicação de esmalte, decoração e queima. O valor exigido pela NTC-919 [2] para a resistência à flexão de placas cerâmicas, depende

do grupo de absorção de água em que o produto é classificado e com a espessura das peças.

A medição e cálculo de resistência mecânica após queima se faz segundo o procedimento NTC 4321-4 [3].

Para a resistência mecânica a verde e a seco, não existem normas que estabeleçam a especificação, no entanto, na prática, é importante obter os maiores valores possíveis.

Nas Figuras 9-14 pode-se ver o comportamento da resistência mecânica a verde, a seco e após queima da massa preparada por via seca em 3 níveis diferentes de umidade, e prensada com 3 diferentes níveis de pressão específica.



Módulo de rotura: módulo de ruptura

Figura 9. Resistência mecânica a verde versus umidade e pressão específica de prensagem.

Nas Figuras 9 e 10, se observa que a resistência mecânica a verde aumenta com o aumento da umidade do pó cerâmico e da pressão exercida sobre ele.

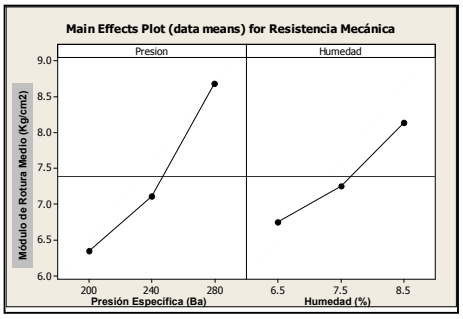


Figura 10. Efeito principal da pressão e da umidade da massa na resistência mecânica a verde.

As Figuras 11 e 12 mostram que a resistência mecânica a seco aumenta com o incremento da umidade da massa e com a pressão exercida sobre ele.

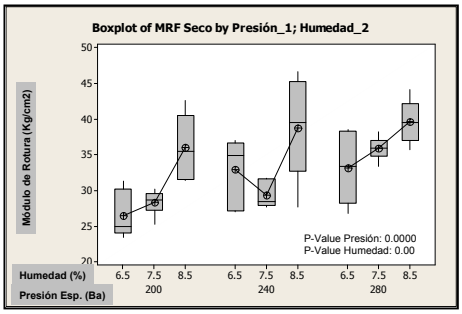


Figura 11. Resistência mecânica a seco versus Umidade e pressão específica de prensagem.

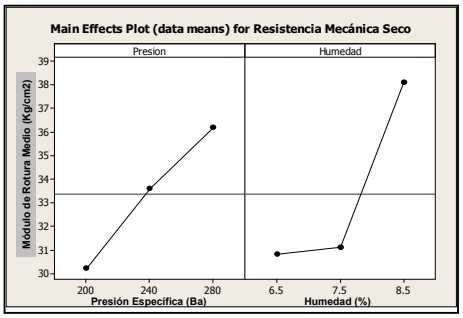


Figura 12. Efeito principal da pressão e da umidade da massa sobre a resistência mecânica a seco.

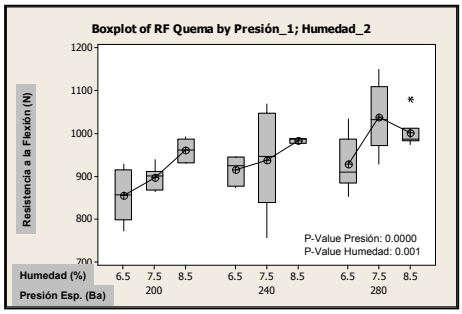


Figura 13. Resistência mecânica após queima versus Umidade e Pressão específica de prensagem.

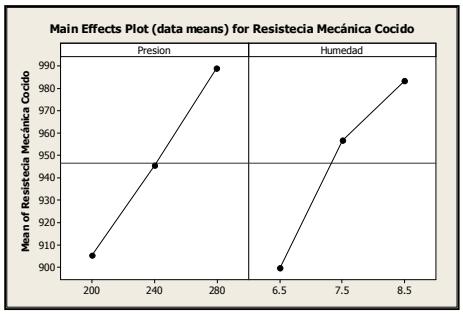


Figura 14. Efeito principal da pressão e da umidade da massa sobre a resistência mecânica após queima.

As Figuras 13 e 14 mostram que a resistência mecânica após queima aumenta ao aumentar a umidade do da massa e a pressão de prensagem exercida.

Em todos os casos (a verde, a seco e após queima), verifica-se que o aumento da resistência mecânica é influenciado tanto pela pressão específica exercida sobre a massa cerâmica como pela umidade do pó (as diferenças nos valores de resistência mecânica são estatisticamente significativas tanto para a pressão como para a umidade).

Durante o processo de compactação, a pressão faz com que os grânulos se deformem plasticamente chegando a reduzir significativamente os interstícios existentes entre eles, com isto se forma uma estrutura que é mais compacta com o aumento da pressão. De maneira análoga, a umidade contida nos grânulos agem como lubrificante ou plastificante e em maiores teores faz com que se reduza o esforço necessário para que as partículas comecem a deslizar uma sobre as outras, e consequentemente aumenta o empacotamento (densidade aparente) das peças, o que leva a um aumento da resistência mecânica.

3.4 Absorção de Água

A absorção de água (medida segundo procedimento NTC 4321-3 [3]) é um parâmetro que se utiliza para medir a porosidade aberta de um material cerâmico e fornece ideia da fundência deste [4].

A Figura 15 mostra que à medida em que se consegue maior compactação dos grânulos na prensagem (maior densidade aparente), se reduz a

porosidade aberta da microestrutura da peça, o que facilita no processo de queima a reatividade das partículas por aumento do contato entre as mesmas, favorecendo a vitrificação, com a qual se reduz a porosidade aberta e o grau de absorção de água do produto acabado.

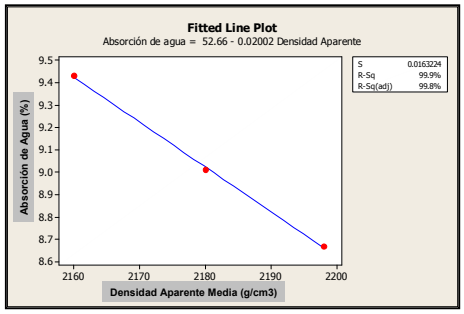


Figura 15. Regressão linear entre a densidade aparente e a absorção de água.

A equação que descreve o gráfico da figura 15 explica com um percentual de ajuste de 97,3% a variação na absorção de água pela variação na densidade aparente do pó cerâmico.

3.5. Contração de secagem e contração de queima

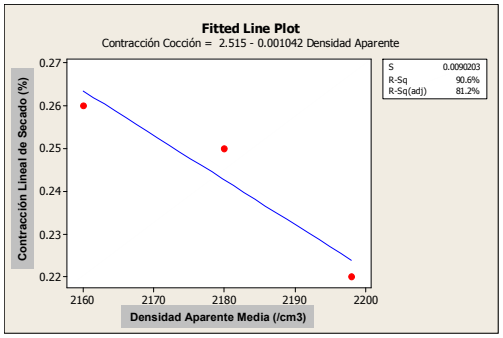


Figura 16. Regressão linear entre a densidade aparente e a contração de secagem.

A equação que descreve o gráfico da figura 16 explica com uma porcentagem de ajuste de 99,8% a variação na contração de secagem pela variação na densidade aparente do pó cerâmico. É mostrado na Figura 16 que a contração de secagem é inversamente proporcional à densidade da peça.

A contração de secagem é um fenômeno no qual as partículas de pó cerâmico entram em contato umas com as outras, a medida que a água é eliminada pela ação do processo de secagem [5]. Na medida em que o empacotamento peça é maior (maiores valores de densidade aparente) há menos espaços entre as partículas ocupados pela água, o que faz com que a variação de volume por remoção da água da peça durante o processo de secagem se reduza e, portanto, se obtenha uma menor retração de secagem.

Por outro lado, a retração linear de queima depende de dois fatores principais que são: a composição mineralógica da argila presente na massa cerâmica e a compacidade alcançada pela peça no processo de prensagem. [6]

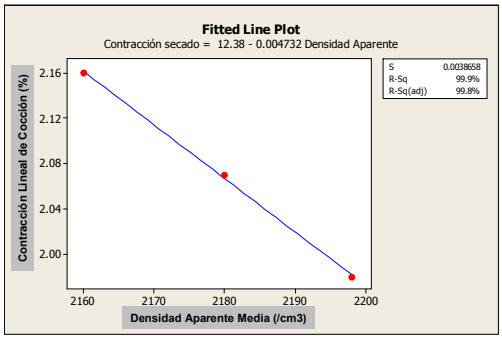


Figura 17. Regressão Linear entre a densidade aparente e a contração linear de queima

A equação que descreve o gráfico da figura 17 explica com um percentual de ajuste de 81,2% a variação na contração de queima produzida pela variação de densidade aparente do corpo prensado.

Ao aumentar a densidade aparente das peças, se reduz a contração linear de queima, devido aos espaços entre as partículas serem cada vez menores, isto faz com que a variação do volume da peça durante os processos de vitrificação seja reduzida, uma vez que não há grandes espaços livres a serem preenchidos pela fase vítrea (líquida) formada durante o processo de queima das peças.

3.7 Coração Negro

O coração negro é um núcleo escuro que aparece nas peças quando se realiza o processo de queima. Este fenômeno pode estar relacionado à presença de matéria orgânica e óxidos de ferro na composição, que são fornecidos principalmente pelas materiais-primas argilosas [7]

Um ciclo de queima mal planejado (combinação do tempo e temperatura de queima), e um aumento da densidade aparente, dificultam a combustão da matéria orgânica e favorecem a formação do coração negro.

A Figura 18 mostra que a tendência para formação de coração negro aumenta com o aumento da umidade da massa e da pressão específica de prensagem; condições que favorecem a compactação e dificultam a saída de gases da peça.

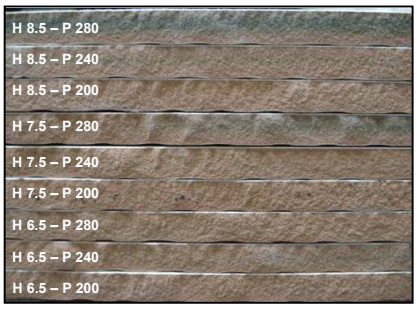


Figura 18. Coração Negro versus Umidade e pressão específica de prensagem

4. CONCLUSÕES

• O teor de umidade de uma massa cerâmica preparada por via seca é determinante para obter melhores valores nas propriedades físicas do pó granulado e nas propriedades físico-cerâmicas do produto nas diferentes fases do processo de fabricação de revestimentos cerâmicos. Os maiores valores de umidade dentro do intervalo avaliado ajudam a melhorar a morfologia dos grânulos e a distribuição de tamanho das partículas da massa. Estes parâmetros melhoram a densidade da massa e aumentam o empacotamento e a posterior compacidade da peça conformada, com correspondente aumento na resistência mecânica, diminuição do grau de absorção de água e diminuição da contração de secagem e retração linear de queima.

• Com este trabalho conseguiu-se uma ótima ferramenta de controle para que o operador do processo de prensagem da indústria de revestimentos cerâmicos encontre as condições de trabalho para manter a densidade aparente dentro das especificações estabelecidas.

• Como não há estudos suficientes sobre a fabricação de revestimentos cerâmicos por seca, este trabalho se fundamenta nos conhecimento de parâmetros básicos de tal processo, o qual tem mostrado grande competitividade na indústria cerâmica.

4. AGRADECIMENTOS

Os autores expressam sua gratidão a *Revestimentos Corona* por facilitar os recursos físicos e humanos para o desenvolvimento deste trabalho.

5. REFERÊNCIAS

[1], [4], [5], [6], [7] BARBA, A.; BELTRAN, V.; FELIU, C., GARCIA, J. Materias Primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas. Instituto de Tecnología Cerámica, Castellón, España 2002. p 232-234, 243, 256-257, 286-287.

[2] Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). Norma Técnica Colombiana NTC-919, Cuarta Actualización, Bogotá, 2000.

[3] Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). Norma Técnica Colombiana NTC 4321-3, NTC 4321-4, Bogotá, 2000.

EFFECT OF MOISTURE CONTENT AND COMPACTION PRESSURE ON THE BEHAVIOR OF CERAMIC TILES MANUFACTURED BY DRY WAY WITH RAW MATERIAL OF COLOMBIA

N. L. AGUDELO B[1], L. M. PRADA J[1]

Rua 7 # 15-96 Madrid - Cundinamarca. Tel. : 8289000 - Fax. :8289896

Email: nagudelo@corona.com.co; lprada@corona.com.co.

[1] *Revestimientos Corona*

ABSTRACT

This study aims to evaluate the influence of moisture content of ceramic dust and the pressure pressing in the characteristics of compaction and finished product in the manufacturing of ceramic tiles by dry way with raw materials from Colombia. The methodology developed makes use of statistical tools from the module Analysis of Six Sigma Methodology. The two factors defined were: moisture content of ceramic dust and specific pressure of pressing (each factor evaluated at three levels). The highest moisture content within the range evaluated improves the granules morphology (more spherical), increasing their fluidity and their packaging, obtaining the increase of the compaction of particules with a corresponding increase in breaking strength (18%), decreased water absorption (9%) and decreased firing contraction (9%).

Key-words: Moisture Content, Compaction Pressure, Compaction, Ceramics Tiles, Dry Way.