

## A Influência das Características do Engobe na Curvatura Central das Placas Cerâmicas Parte II: a Curvatura Central

Ronaldo Crosio Gennari<sup>a,c</sup>, Marcelo Dal Bó<sup>b</sup>,

Fábio Gomes Melchiadès<sup>a,c</sup>, Anselmo Ortega Boschi<sup>a,c,\*</sup>

<sup>a</sup>Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Rod. Washington Luiz, Km 235, Monjolinho, CEP 13565-905, São Carlos, SP, Brasil

<sup>b</sup>Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PGMAT, Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Campus Universitário, CP 476, CEP 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil

<sup>c</sup>Laboratório de Revestimentos Cerâmicos – LaRC, Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Rod. Washington Luiz, 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. Nesta segunda etapa estudou-se os efeitos das características dos engobes como a fusibilidade e a dilatação térmica, além da espessura da camada aplicada, sobre a curvatura central das placas cerâmicas. Os resultados permitiram melhor compreensão do papel do engobe sobre a planaridade das placas cerâmicas.

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

### 1. Introdução

Os estudos realizados e encontrados na literatura<sup>1,2</sup> sobre o acoplamento esmalte-suporte e suas consequências sobre a curvatura dos revestimentos cerâmicos consideram apenas a influência do esmalte, desconsiderando a presença da camada de engobe, utilizado quase na totalidade das tipologias de placas cerâmicas.

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 anteriormente, o objetivo foi desenvolver engobes cerâmicos com características predefinidas com relação ao coeficiente dilatométrico e à fusibilidade; nesta segunda parte o objetivo foi avaliar a influência dessas características dos engobes sobre a curvatura central de revestimentos cerâmicos.

### 2. Procedimento Experimental

Após a etapa de desenvolvimento e caracterização das composições de engobes, apresentada na primeira parte deste trabalho, foi realizada a moagem em escala industrial por empresa produtora de esmaltes e engobes; as amostras desses engobes foram caracterizadas em laboratório quanto à retração linear de queima e coeficiente dilatométrico e comparadas com as características dos engobes moídos em laboratório, visando assim garantir reprodutibilidade da escala laboratorial com a industrial. Os engobes foram aplicados em campana, em escala industrial, obtendo camadas uniformes e regulares sobre a superfície das peças. Foram preparadas placas de revestimentos cerâmicos esmaltados a partir do mesmo suporte cerâmico e do mesmo esmalte, variando-se a composição do engobe e sua espessura durante a aplicação. As camadas de engobe aplicadas

foram de 100 e 135 g em suportes cerâmicos de dimensões nominais de 44 × 44 cm prensados em condições industriais, correspondendo respectivamente a 516 e 697 g de engobe úmido.m<sup>-2</sup> de peça. A densidade de aplicação dos engobes foi de 1,85 g.cm<sup>-3</sup> com tempo de escoamento entre 45 e 55 segundos em copo Ford nº 4 e resíduo de 2% em malha #325. O esmalte transparente industrial utilizado foi obtido a partir de fritas de monoqueima e as placas cerâmicas utilizadas foram de revestimento semi-poroso BIIb (com 6 a 10% de absorção de água), adotados como padrão para o estudo. As seguintes configurações de placas foram preparadas antes da queima com os engobes:

- Suportes cerâmicos sem engobe e sem esmalte;
- Suportes cerâmicos com aplicação dos diferentes engobes e não esmaltados;
- Suportes cerâmicos com aplicação dos diferentes engobes e esmaltados.

As placas cerâmicas foram queimadas em forno industrial de ciclo rápido, tomando-se a precaução de que todas as peças fossem queimadas na mesma posição do forno para tentar minimizar a influência de possíveis gradientes de temperatura. A relação que fornece o número total de peças gerado no teste está descrita por (Equação 1):

$$\{[6e \times 2c \times 5pe] + [6e \times 2c \times 5pn] + [5 ps]\} = \{60 + 60 + 5\} = 125 \text{ placas cerâmicas} \quad (1)$$

Onde:

- e: engobes diferentes;
- c: espessuras de camadas;

- pe: placas esmaltadas;
- pn: placas não esmaltadas;
- ps: placas sem engobe e sem esmalte.

Devido à necessidade de minimizar quaisquer variáveis ou efeitos externos ao estudo e que poderiam prejudicar os resultados e suas análises, como grandes variações na composição da argila ou da massa constituinte do suporte, mudanças na tipologia do esmalte industrial aplicado, diferentes regulagens nas curvas de queima do forno industrial, entre outros – a realização do teste completo foi feito em um mesmo dia; apesar do grande volume de amostras de engobe, da “logística” envolvida na preparação e realização e também do grande número de peças geradas, este procedimento tornou os resultados mais confiáveis diminuindo o número de erros envolvidos.

Os ensaios de curvatura central foram realizados em todas as placas cerâmicas por laboratório especializado seguindo os procedimentos da norma específica para revestimentos cerâmicos<sup>3</sup>. Para cada placa cerâmica foram obtidos quatro medidas em dataplucômetro de curvatura individual (em mm) e de curvatura central em relação à diagonal W (em %).

Para melhor compreensão da influência de cada um dos fatores (isolados e em conjunto) sobre a curvatura central, foi utilizada a análise de experimentos fatorial completa 2<sup>k</sup>. A análise foi feita com 3 fatores em 2 níveis cada (exceto para o coeficiente dilatométrico com 3 níveis), 8 tratamentos individuais e 60 tratamentos no total, com 20 pontos centrais; cada tratamento individual representando a combinação possível para cada um dos engobes com relação as três variáveis estudadas. Os tratamentos foram replicados quatro vezes, totalizando 5 ensaios para cada engobe. Para que fosse possível realizar a análise em 2 níveis para a variável coeficiente dilatométrico (com 3 níveis), para efeito de estudo através do fatorial 2<sup>k</sup>, que considera apenas 2 níveis, a técnica utilizou o valor de alfa intermediário como ponto central, permitindo a realização da análise de forma correta. As seguintes técnicas estatísticas foram utilizadas: ANOVA (análise de variância)<sup>4</sup>, que permitiu estimar o grau de significância entre cada umas das variáveis de maneira isolada e em conjunto; a *estimativa de efeitos* e *gráfico de pareto* permitindo avaliar o grau de contribuição de cada uma das variáveis sobre a curvatura e as *análises residuais* permitindo avaliar a adequação do método estatístico utilizado com os valores experimentais.

### 3. Resultados Experimentais

Os dados apresentados na Tabela 1 mostram os resultados obtidos das caracterizações comparativas entre os engobes moídos em laboratório e em escala semi-industrial por empresa colorificia. Os resultados industriais apresentaram valores bem próximos aos de laboratório com relação à fusibilidade e ao coeficiente dilatométrico, indicando boa reprodutibilidade dos engobes desenvolvidos e moídos em escala laboratorial.

A Tabela 2 apresenta os parâmetros de moagem para cada um dos engobes no momento da aplicação por campana em linha piloto. Na etapa de aplicação por campana, vale destacar:

- Devido ao alto teor de argila presente na composição do engobe DBR houve dificuldade em utilizar o material com densidade em torno de 1,85 g.cm<sup>-3</sup>, o principal problema apresentado foi a dificuldade no bombeamento do material a partir do tanque (vasca) para o ponto superior da campana (de onde o material escorre formando um véu) devido à elevada plasticidade deste engobe; como solução, reduziu-se a densidade até 1,79 g.cm<sup>-3</sup>, valor à partir do qual pode ser feita a aplicação sem constatação de problemas desta natureza;
- O aquecimento no sistema de bombeamento do material levou a uma diminuição na viscosidade do engobe ao longo da etapa de aplicação das peças. Esses valores estão inseridos na tabela entre parênteses na linha de dados da viscosidade. Apesar dessa diminuição não houveram problemas de homogeneidade nos véus da campana nem defeitos visíveis na superfície de engobe aplicada no suporte.

Nas Tabelas 3 e 4 estão apresentados os resultados completos das medidas de curvatura central realizadas em placas cerâmicas queimadas no forno industrial. Os resultados de curvatura são apresentados com relação às duas diferentes camadas aplicadas, para peças engobadas e placas engobadas e esmaltadas, e também subtraindo o valor médio da curvatura do suporte. Os resultados indicam que os valores da curvatura central das placas cerâmicas sem cobertura de engobe e esmalte são predominantemente negativos, com valor médio de -0,05%; o sinal negativo e a baixa magnitude nos valores da curvatura central são um indicativo de que o suporte apresenta curvatura levemente convexa, já oposto, o sinal positivo, indica curvatura da placa cerâmica no sentido concavo<sup>1</sup>.

Os resultados apresentados na Tabela 3 mostram que quando a camada de engobe é introduzida na superfície superior do suporte cerâmico, a curvatura central das placas cerâmicas passa então a ser positiva e em sentido oposto àquele dado pelo suporte, ou seja, concava; esses resultados indicam que a presença da camada de engobe é capaz de exercer influência tanto na intensidade como no sentido da curvatura central das placas. Essa tendência nos resultados se mostrou válida tanto para camadas menores (A: 516 g.m<sup>-2</sup>) como para camadas maiores aplicadas (B: 697 g.m<sup>-2</sup>).

A Tabela 5 apresenta os valores utilizados para gerar as análises estatísticas através do software.

É importante destacar alguns aspectos:

- Os valores utilizados para as variáveis alfa são valores médios calculados a partir daqueles obtidos dos engobes semi-industriais, já que não foi possível formular engobes com coeficientes dilatométricos exatamente iguais dois a dois, ou seja, engobes com mesmo valor de coeficiente dilatométrico baixo, com mesmo coeficiente médio e assim por diante, sendo necessária uma aproximação desses valores para efeito de uso em análise fatorial onde cada nível de uma variável deve ter apenas um valor;
- O mesmo procedimento foi necessário para a retração linear de queima e, neste caso, a diferença entre os valores obtidos para engobes considerados de mesma classe, por exemplo,

**Tabela 1.** Comparativo entre engobes moídos em laboratório versus industrialmente e queimados na temperatura de 1100 °C (em laboratório).

Engobes	Retração linear (%)		Coeficiente dilatométrico ×10 <sup>-7</sup> (°C <sup>-1</sup> )	
	Laboratório	Industrial	Laboratório	Industrial
DBF	7,49 ± 0,17	7,01 ± 0,45	57,5	56,3
DBR	2,59 ± 0,10	2,01 ± 0,35	58,9	57,8
DMF	5,98 ± 0,09	5,35 ± 0,36	70,6	72,1
DMR	1,83 ± 0,06	0,95 ± 0,05	67,8	66,9
DAF	5,56 ± 0,33	5,85 ± 0,42	90,0	89,3
DAR	0,95 ± 0,10	0,82 ± 0,27	89,6	88,7

**Tabela 2.** Valores dos parâmetros obtidos na aplicação dos engobes.

Parâmetros	Engobes					
	DBF	DBR	DMF	DMR	DAF	DAR
Densidade (g.cm <sup>-3</sup> )	1,85	1,79	1,83	1,83	1,85	1,84
Viscosidade (s)	53 (45)	55 (47)	50 (45)	48 (46)	50	53
Camada 1 (g.m <sup>-2</sup> )				516		
Camada 2 (g.m <sup>-2</sup> )				697		
Resíduo (%)	2,34	1,99	2,45	2,65	2,92	2,32

**Tabela 3.** Influência do engobe na curvatura central (valores em %).

Engobes	Camada	Engobe + suporte	Suporte	Engobe
DBF	A	0,33 ± 0,01	(-)0,05 ± 0,06	0,38
DBR		0,20 ± 0,02		0,25
DMF		0,06 ± 0,01		0,11
DMR		0,09 ± 0,01		0,14
DAF		(-)0,12 ± 0,02		(-)0,07
DAR		0,06 ± 0,03		0,11
DBF	B	0,43 ± 0,02	(-)0,05 ± 0,06	0,48
DBR		0,26 ± 0,03		0,31
DMF		0,07 ± 0,02		0,12
DMR		0,04 ± 0,01		0,09
DAF		(-)0,07 ± 0,01		(-)0,12
DAR		(-)0,02 ± 0,01		0,03

**Tabela 4.** Influência da camada de esmalte na curvatura central (em %).

Engobes	Camada	Engobe	Engobe + esmalte	Esmalte	Valor médio
DBF	A	0,38	0,55	0,17	0,23 ± 0,04
DBR		0,25	0,47	0,22	
DMF		0,11	0,34	0,23	
DMR		0,14	0,37	0,23	
DAF		(-)0,07	0,20	0,27	
DAR		0,11	0,37	0,26	
DBF	B	0,48	0,67	0,19	0,25 ± 0,05
DBR		0,31	0,53	0,22	
DMF		0,12	0,35	0,23	
DMR		0,09	0,35	0,26	
DAF		(-)0,12	0,19	0,31	
DAR		0,03	0,34	0,31	

**Tabela 5.** Valores dos fatores utilizados na análise de experimentos.

Planejamento fatorial: 2*(3-0)				
Variáveis	1	2	Ponto central	
A Alfa	57,7	89,0	69,15	
B RLq	1,26	6,06	-	
C Camada	516	692	-	

para todos os engobes fundentes ou para todos os refratários, foi maior ainda que com relação ao coeficiente dilatométrico;

- Para que a variável alfa fosse incluída dentro da análise de dois níveis, é necessário que o nível intermediário, neste caso o valor médio de 69,15 seja considerado um ponto central; este tipo de técnica estatística permite este artifício possibilitando a análise de maneira correta;
- A necessidade apresentada em 1 e 2, deve-se ao fato de que, diferentemente de outros estudos fatoriais n<sup>k</sup> onde é possível

fixar o valores dos níveis de cada uma das variáveis devido a independência entre as mesmas, aqui neste estudo as variáveis apresentam dependência entre elas. Uma alteração no coeficiente dilatométrico, por exemplo, através de uma nova formulação do engobe, promove uma alteração na retração linear de queima, isso de certa forma dificultou o objetivo na etapa de formulação e desenvolvimento, onde foi possível apenas obter valores próximos, mas não iguais, como seria o desejado.

Na Tabela 6, o teste estatístico de hipóteses das médias conhecido como valor de p (P-value)<sup>5</sup> é usado para analisar as significâncias estatísticas de cada um dos fatores e da interação entre eles, através da verificação de alteração ou não nas médias dos valores obtidos; dessa forma, valores de p bem menores que  $\alpha$  indicam que há significância (onde  $\alpha$  é dado pela subtração de 100% pelo intervalo de confiança adotado, por exemplo,  $\alpha = 0,05$  quando o intervalo de confiança adotado é de 95%) e valores próximos ou maiores que  $\alpha$  indicam ausência de significância. Os valores de p indicam que, com relação à contribuição individual, somente o coeficiente

dilatométrico apresentou significância; a retração linear e a camada não apresentam significância estatística. Na análise das interações entre as variáveis, os valores de p indicam que há significância para o par interativo coeficiente dilatométrico e retração linear de queima e para o par coeficiente e camada. Os resultados parecem indicar que a maior contribuição para a curvatura central é dada pelo coeficiente dilatométrico.

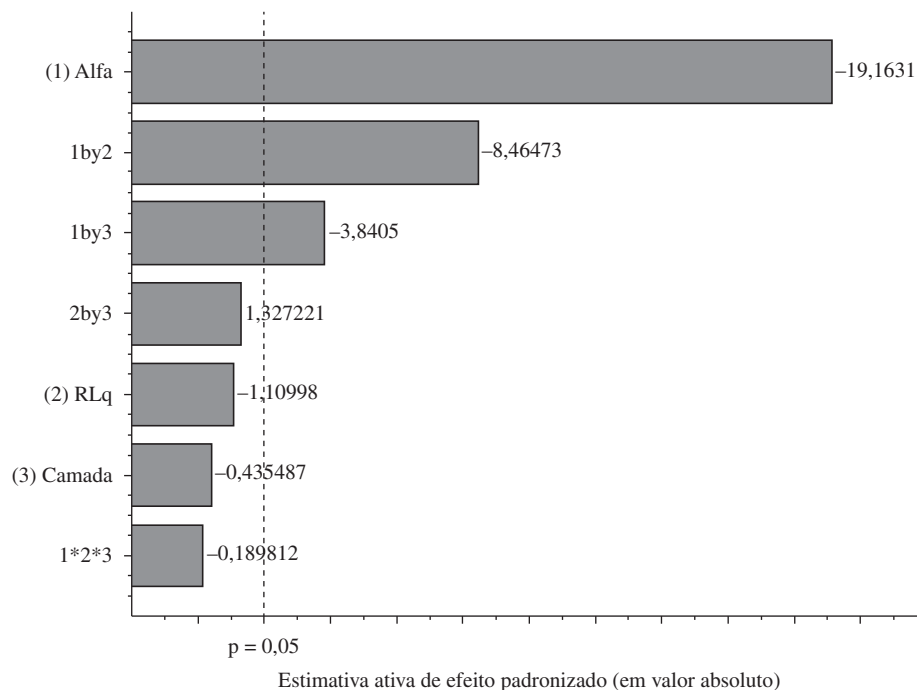
A avaliação do efeito de cada variável e suas interações sobre a curvatura central é feita através da análise da Tabela 7 em conjunto com o gráfico de pareto mostrado na Figura 1. Valores positivos indicam que a variável contribui aumentando os valores de curvatura, enquanto valores negativos indicam que o efeito é a diminuição nos valores da variável resposta. O valor de alfa indica que o coeficiente dilatométrico é a variável que apresenta maior efeito sobre a curvatura

**Tabela 6.** ANOVA - Análise de variância.

Variáveis e interações	Soma quadrática	Teste F	Valor de p
(1)Alfa	1,239436	367,2256	0,000000
(2)RLq	0,004158	1,2321	0,272112
(3)Camada	0,000640	0,1896	0,665011
Alfa e RLq	0,241834	71,6517	0,000000
Alfa e camada	0,049781	14,7494	0,000335
RLq e camada	0,005945	1,7615	0,190234
Alfa*RLq*camada	0,000122	0,0360	0,850195
Erro	0,175507	-	-
Total SQ	1,713018	-	-

**Tabela 7.** Estimativas de efeitos das variáveis sobre a curvatura central.

	Efeitos	Desvio padrão	t(52)	Valor p	-95%	+95%	Coefficiente
Variáveis e interações	0,1366	0,0075	18,108	0,000	0,1215	0,1517	0,1366
(1)Alfa	-0,3479	0,0182	-19,163	0,000	-0,3843	-0,3115	-0,1740
(2)RLq	-0,0167	0,0151	-1,110	0,272	-0,0470	0,0135	-0,0084
(3)Camada	-0,0066	0,0151	-0,435	0,665	-0,0368	0,0237	-0,0033
1 by 2	-0,1537	0,0182	-8,465	0,000	-0,1901	-0,1172	-0,0768
1 by 3	-0,0697	0,0182	-3,840	0,000	-0,1062	-0,0333	-0,0349
2 by 3	0,0200	0,0151	1,327	0,190	-0,0103	0,0503	0,0100
1*2*3	-0,0034	0,0182	-0,190	0,850	-0,0399	0,0330	-0,0017



**Figura 1.** Diagrama de pareto dos efeitos sobre a curvatura central.

central, além disso, o valor negativo indica que o aumento nesta variável leva à uma diminuição da curvatura. A retração linear de queima e a camada aplicada quando analisadas individualmente apresentaram efeitos menores sobre a curvatura, levando a redução da mesma.

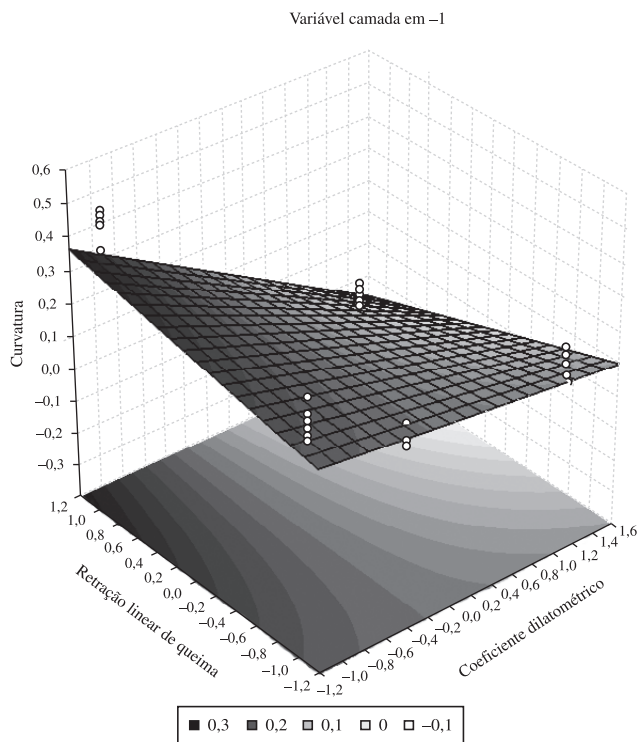


Figura 2. Superfície de resposta para retração versus alfa (camada em -1).

A interação entre o alfa e a retração linear de queima é a responsável pela segundo maior efeito na curvatura, também levando à redução quando há aumento dessas variáveis; em contrapartida ao apresentado até aqui, a interação entre a camada aplicada e a retração linear, apesar de ter efeito reduzido sobre a curvatura, é o único que leva a um aumento na curvatura.

Para melhor análise do efeitos das variáveis sobre a curvatura, utilizou-se a técnica de superfícies de resposta para modelo linear de maneira comparativa. Nesses gráficos tridimensionais a escala utilizada é dada em valores absolutos variando geralmente de -1 a +1; a terceira variável altera seu valor de gráfico para gráfico, também em valores absolutos; dessa forma a superfície também se modifica, mostrando valores menores ou maiores. Através das superfícies de resposta é possível então visualizar o efeito simultâneo das três variáveis sobre a resposta curvatura.

As curvas de superfícies mostradas nas Figuras 2-4 mostram as regiões onde se encontram os menores valores de curvatura central. A análise das curvas permite ainda obter qual o efeito da curvatura quando se altera as três variáveis. De maneira geral, os menores valores de curvatura são encontrados quando os valores do coeficiente dilatométrico do engobe são mais elevados; além disso essa diminuição da curvatura sofre também o efeito da alteração na fusibilidade do engobe, visto no gráfico como a retração linear de queima. Dentro da faixa de valores da camada aplicada (516 a 692 g.m<sup>-2</sup>), utilizados nesse estudo, não há variação significativa na curvatura central ao alterar-se essa variável.

Para verificar a adequação do modelo estatístico adotado em relação aos valores observados, foi feita uma análise dos resíduos gerados; esses resíduos foram obtidos através da diferenças entre os valores que foram observados pelos valores ajustados do modelo. No diagrama de valores previstos versus resíduos mostrado na Figura 5 é possível observar que não há nenhum tipo de tendência ou variância se alternando com os níveis de curvatura. Isso permite validar o modelo estatístico. Para concluir o estudo de validade do modelo, a Figura 6 mostra o diagrama da probabilidade normal para os resultados de

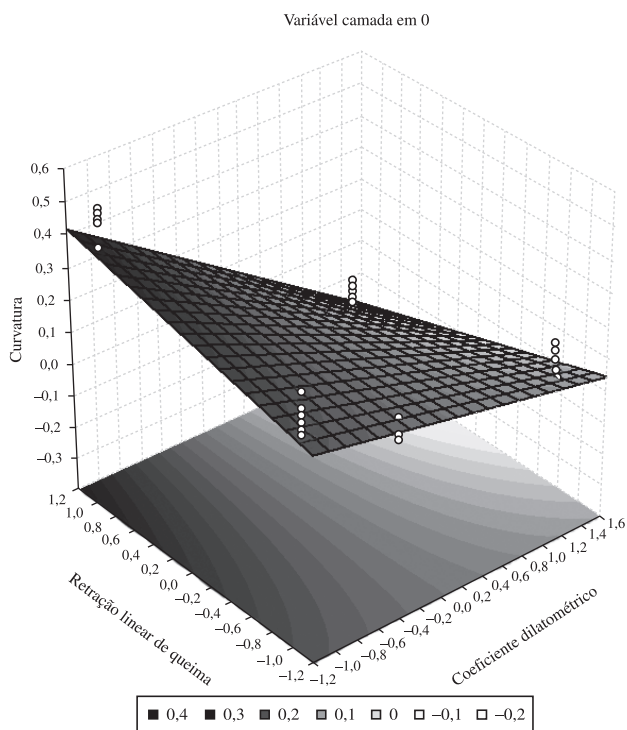


Figura 3. Superfície de resposta para retração versus alfa (camada em 0).

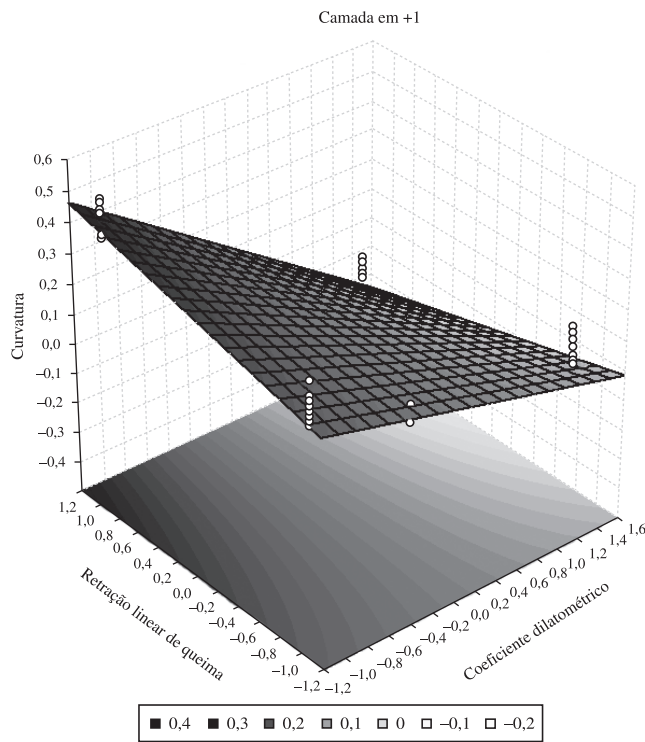
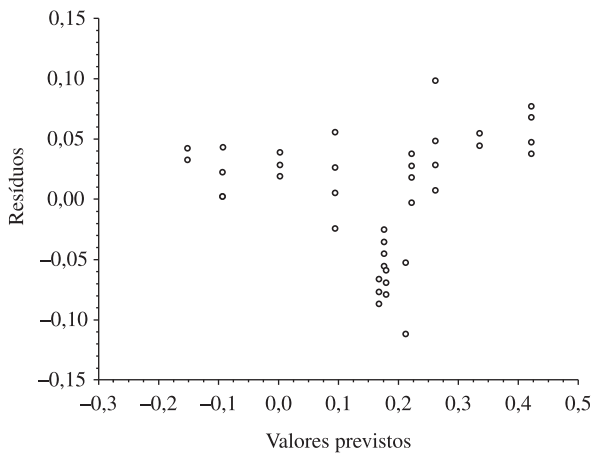
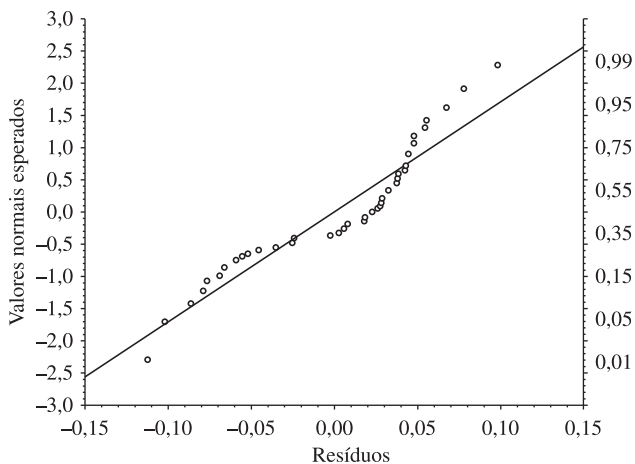


Figura 4. Superfície de resposta para retração versus alfa (camada em +1).





**Figura 5.** Diagrama dos valores previstos versus resíduos para curvatura central.



**Figura 6.** Diagrama da probabilidade normal para os resultados de curvatura central.

curvatura central; não se encontram valores discrepantes e os pontos estão dentro de uma reta, podendo então considerar o modelo normal para efeitos aleatórios

#### 4. Considerações Finais

Os resultados obtidos na segunda parte deste trabalho levaram a conclusões importantes e que podem ser resumidos a seguir:

- A presença da camada de engobe exerce real influência na magnitude e no sentido da curvatura central das placas, indicando que somente o controle dos coeficientes de expansão térmica linear do vidrados e da massa constituinte do suporte não é suficiente para garantir planaridade ou redução do efeito de curvatura;
- A influência do engobe sobre a curvatura é dependente de algumas características como expansão térmica linear e fusibilidade do engobe; além disso, essas variáveis não são independentes entre si;
- O coeficiente dilatométrico apresenta maior efeito sobre a curvatura central das placas seguido da retração linear de queima e por último da camada aplicada; conjuntamente o maior efeito é conseguido na associação entre coeficiente dilatométrico e retração linear;
- O planejamento de experimentos com análise fatorial  $2^k$  se mostrou útil como ferramenta estatística, possibilitando obter informações a respeito da curvatura sobre a análise simultânea das três variáveis em estudo; do efeito e significância das variáveis individualmente e em associação;
- Na prática houve dificuldade no desenvolvimento de engobes com valores iguais de coeficiente dilatométrico ou de retração linear de queima, condição que seria considerada ideal para o estudo através de experimento fatorial; isto ocorreu devido à dependência entre as variáveis coeficiente dilatométrico e 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, ao CCB do Brasil, à Lef Cerâmica e à Endeka Ceramics.

#### Referências

1. ESCARDINO, A. et al. Defectos de planaridad en las piezas de pavimento gresificado motivados por deformación pirolástica. 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. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 13818**: placas cerâmicas para revestimentos – especificação e métodos de ensaios. Rio de Janeiro: ABNT, 1997. 78 p.
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.