



**BIBIANA PATRÍCIA  
SIMÃO DE ALMEIDA**

**Análise de defeitos na produção de grés porcelânico**





**BIBIANA PATRÍCIA  
SIMÃO DE ALMEIDA**

**Análise de defeitos na produção de grés porcelânico**

Relatório de estágio apresentado à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais, realizada sob a orientação científica da Doutora Ana Maria de Oliveira e Rocha Senos, Professora Associada do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro e co-orientação do Engenheiro Rui Filipe Almeida Antunes, Diretor de Produção da Margres.



Dedico este trabalho ao meu pai, Alexandre Almeida,  
pela forma como sempre guia o meu caminho.



## **O júri**

Presidente

**Prof. Doutor Pedro Manuel Lima de Quintanilha Mantas**

Professor Auxiliar no Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica, Universidade de Aveiro

**Prof. Doutor Manuel Joaquim Peixoto Marques Ribeiro**

Professor Adjunto na Escola Superior de Tecnologia e Gestão, Instituto Politécnico de Viana do Castelo

**Prof.<sup>a</sup> Doutora Ana Maria de Oliveira e Rocha Senos**

Professora Associada no Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica, Universidade de Aveiro





## **Agradecimentos**

Em primeiro lugar gostaria de agradecer à Gres Panaria Portugal, em particular ao Dr. Marco Mussini, à Dr.<sup>a</sup> Rosa Novo e ao Eng.<sup>o</sup> Marcelo Félix pela oportunidade que me proporcionaram em estagiar na Margres.

Agradeço à professora Doutora Ana Senos, pela disponibilidade e orientação e ao Eng.<sup>o</sup> Rui Antunes por toda a sua cooperação neste trabalho. Aos dois, obrigada pelos ensinamentos que me transmitiram ao longo desta etapa.

Na empresa, agradeço ainda à Eng.<sup>a</sup> Adelina Gonçalves e ao Eng.<sup>o</sup> Rui Pita pelo esclarecimento de dúvidas sempre que necessário, mas também aos escolhedores e controlador final por me terem acolhido tão bem no seu local de trabalho.

No DEMaC/CICECO, queria agradecer à Eng.<sup>a</sup> Marta Ferro, ao Eng.<sup>o</sup> Tiago Silva e ao professor Doutor Filipe Oliveira pelo auxílio e disponibilidade com os equipamentos utilizados ao longo do trabalho.

À minha família e amigos, em especial à minha mãe, Margarida Almeida, pela paciência e apoio incondicional.

Agradeço também a ti, Hugo, pelo apoio e dedicação, por acreditares em mim e estar sempre lá para me ouvir.

Gostaria de agradecer, por fim, a todos os que contribuíram de forma direta ou indireta na realização deste trabalho e que não foram mencionados anteriormente. A eles, o meu muito obrigado.



**Palavras-chave**

Pavimentos e revestimentos, grés porcelânico, defeitos de processamento.

**Resumo**

O presente trabalho surgiu em parceria com a empresa Margres Ceramic Tiles, como tema de estágio de mestrado e com o intuito de desenvolver uma análise estatística de defeitos dos seus produtos e identificar as principais causas e soluções/medidas de prevenção para os mesmos.

O primeiro contacto com a etapa de inspeção final permitiu a identificação e catalogação de defeitos observados na produção atual do grés porcelânico da Margres. Posteriormente, nas linhas de escolha, onde foi passada a maior parte do tempo de estágio, foi possível a recolha de dados que levaram à construção de diagramas de Pareto para os diferentes tipos de acabamento superficial do grés porcelânico e para as diferentes séries. Este resultado permitiu identificar os defeitos mais frequentes para cada tipologia de produto.

O conhecimento prévio do processo de fabrico desde as matérias-primas até ao produto final tornou ainda possível o reconhecimento de algumas das etapas envolvidas na criação de defeitos nos produtos da Margres e da proposta de soluções e medidas preventivas para a sua minimização.

Neste trabalho, foram também estudados cinco casos particulares de defeitos onde as causas associadas não eram tão óbvias. Para os caracterizar convenientemente a nível químico, físico e microestrutural e tentar identificar as suas origens, foi utilizada a microscopia eletrónica de varrimento com análise química associada, complementada em algumas situações por análise quantitativa de imagem e por perfilometria ótica, em equipamentos da Universidade de Aveiro, no Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica (DEMaC) e Laboratório Associado (CICECO).

Os resultados finais obtidos permitiram completar uma tabela com a listagem alargada dos defeitos de processamento, identificação das suas origens mais prováveis e sugestões sobre possíveis formas de os evitar ou reduzir. Este estudo, nomeadamente a informação sumariada na referida tabela, é considerado de grande utilidade prática na empresa.



**Keywords**

Floor and wall tiles, porcelanic stoneware tiles, processing defects.

**Abstract**

The present work is a partnership with Margres Ceramic Tiles company for a Master's Degree internship subject having as goal to develop a statistical analysis of defects of its products and identify their main causes and solutions/preventive measures.

The first contact with the final inspection step allowed the identification and cataloging of defects observed in the current production of Margres porcelanic stoneware tiles. After, in the selection lines where most of the internship time was spent, it was possible to collect data that led to the construction of Pareto diagrams for the different types of surface finishing of the porcelanic stoneware and for different series. These results allowed to identify the most frequent defects for each type of product.

The previous knowledge of the manufacturing process, from the raw materials until the finished product, make it possible the recognition of some steps involved in the creation of defects in Margres products and to propose solutions and preventive measures to minimize them.

In this work, it was also studied five particular cases of defects with not obvious origins. In order to characterize them adequately at chemical, physical and microstructural level and try to identify their causes, it was used the Scanning Electron Microscopy with associated chemical analysis, complemented in some situations by quantitative image analysis and by optical profilometry, using equipments of the University of Aveiro, in the Department of Materials Engineering and Ceramic (DEMAC) and Associated Laboratory (CICECO).

The obtained final results allowed to complete a table with the list of all the observed processing defects, identification of their most probable origins and suggestions of possible ways to avoid or reduce them. This study, in particular the information summarized in the referred table, is considered of great practical utility in the company.



# Índice

Índice de figuras .....	iii
Índice de tabelas.....	v
Glossário.....	vii
Lista de abreviaturas e símbolos .....	viii
Capítulo 1.....	1
1. Introdução .....	3
1.1. Enquadramento e objetivos.....	3
1.2. Estrutura da tese .....	4
1.3. Empresa de acolhimento – Margres .....	5
1.3.1. Grupo Panariagroup Industrie Ceramiche S.p.A. ....	5
1.3.2. Gres Panaria Portugal S.A. (GPP).....	6
1.3.3. Margres Ceramic Tiles .....	6
Capítulo 2.....	9
2. Enquadramento teórico.....	11
2.1. O grés porcelânico.....	11
2.2. Pavimentos e revestimentos em grés porcelânico .....	12
2.3. Normas e especificações .....	15
2.4. Processo de fabrico do grés porcelânico da Margres .....	15
2.4.1. Receção e armazenamento de matérias-primas .....	17
2.4.2. Preparação de pastas e atomização.....	17
2.4.3. Conformação/prensagem .....	18
2.4.4. Secagem .....	19
2.4.5. Vidragem/decoração.....	20
2.4.6. Cozedura.....	21
2.4.7. Corte, polimento e retificação .....	23
2.4.8. Escolha e embalagem.....	23
2.4.9. Inspeção final .....	24
2.4.10. Armazenamento e expedição .....	24
2.4.11. Laboratório .....	25

2.5.	Controlo das matérias-primas, pastas e produtos da Margres.....	25
2.5.1.	Controlo das matérias-primas.....	25
2.5.2.	Controlo das pastas e do produto seco, cozido e polido .....	30
2.5.3.	Controlo do produto final .....	36
Capítulo 3.....		41
3.	Levantamento e análise estatística de defeitos.....	43
3.1.	Classificação do produto final .....	43
3.2.	Levantamento de defeitos .....	44
3.2.1.	Defeitos do produto da Margres.....	45
3.3.	Análise estatística de defeitos.....	53
3.3.1.	Análise estatística por acabamento de superfície .....	54
3.3.2.	Análise estatística por séries .....	59
Capítulo 4.....		67
4.	Análise microestrutural de defeitos: casos de estudo .....	69
4.1.	Procedimento experimental .....	69
4.1.1.	Seleção dos defeitos a analisar .....	69
4.1.2.	Preparação das amostras .....	69
4.1.3.	Microscopia eletrónica de varrimento (MEV).....	70
4.1.4.	Espectroscopia de dispersão de energia de raios-X.....	71
4.1.5.	Perfilometria ótica.....	72
4.2.	Resultados e discussão.....	73
4.2.1.	Caso 1: pinta/mancha clara.....	73
4.2.2.	Caso 2: pinta/mancha escura .....	78
4.2.3.	Caso 3: pinta preta .....	82
4.2.4.	Caso 4: bolhas.....	86
4.2.5.	Caso 5: rugosidade superficial.....	89
4.3.	Considerações finais.....	95
Capítulo 5.....		101
5.	Conclusões e futuros desenvolvimentos .....	103
Referências .....		107
Anexos .....		111



## Índice de figuras

Figura 1: Estrutura do grupo Panariagroup Industrie Ceramiche S.p.A. [1].....	5
Figura 2: Diagrama ternário argila-feldspato-quartzo, com a zona de formulações para o grés porcelânico assinalada a azul. [9].....	11
Figura 3: Microestrutura MEV de um grés porcelânico após sinterização a uma temperatura de cozedura de 1280 °C (pressão de prensagem: 10 MPa). [7].....	12
Figura 4: Esquema do processo produtivo da Margres e pontos de controlo ao longo do processo.....	16
Figura 5: Exemplo de uma prensa hidráulica da Margres. (Fotografia da autora).....	18
Figura 6: Exemplo de um forno da Margres. (Fotografia da autora).....	22
Figura 7: Curva de cozedura típica para um grés porcelânico da Margres com formato 60x60 cm <sup>2</sup> .....	22
Figura 8: Equipamentos do laboratório da Margres a) abrasímetro profundo; b) abrasímetro superficial. (Fotografias da autora).....	35
Figura 9: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) alto; b) interior de um alto provocado por contaminação orgânica; c) aresta danificada; d) biselamento não uniforme. (Fotografias da autora).....	46
Figura 10: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) bolha; b) buraco; c) canto partido; d) colado da prensa. (Fotografias da autora).....	47
Figura 11: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) defeito de decoração; b) enfolado; c) falta de desbaste; d) granilha não uniforme. (Fotografias da autora).....	48
Figura 12: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) manchado; b) nicado; c) lascado; d) pingo da digital. (Fotografias da autora).....	49
Figura 13: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) pingo de engobe; b) pingo de vidro, c) pingos do forno; d) pinta preta; e) pinta branca. (Fotografias da autora).....	50
Figura 14: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) resíduos da bomba de vidragem; b) rachado; c) raspado; d) risco de corte. (Fotografias da autora).....	51
Figura 15: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) peça rugosa à esquerda e peça lisa à direita; b) sujidade superficial; c) terra-base; d) tonalidade (Fotografias da autora).....	52
Figura 16: Diagrama de Pareto para o produto com acabamento Natural.....	54
Figura 17: Diagrama de Pareto para o produto com acabamento Polido/Amaciado. ....	55
Figura 18: Diagrama de Pareto para o produto com acabamento Natural Retificado. ....	55
Figura 19: Diagrama de Pareto para o produto Antiderrapante.....	59
Figura 20: Diagrama de Pareto para a série A.....	60
Figura 21: Diagrama de Pareto para a série B.....	60
Figura 22: Diagrama de Pareto para a série C.....	61
Figura 23: Diagrama de Pareto para a série D.....	61
Figura 24: Diagrama de Pareto para a série E.....	62
Figura 25: Diagrama de Pareto para a série F.....	62
Figura 26: Equipamentos utilizados: a) polideira de laboratório; b) lupa. (Fotografias da autora).....	70

Figura 27: Equipamentos utilizados: a) evaporador de carbono; b) e c) microscópios eletrônicos de varrimento Hitachi S4100 e Hitachi SU-70, respectivamente; d) perfilômetro ótico. (Fotografias da autora) .....	71
Figura 28: Exemplo de um perfil de rugosidade obtido por um perfilômetro ótico. [17].....	72
Figura 29: Cálculo de Ra a partir de um perfil de rugosidade. [17].....	73
Figura 30: Cálculo de Sa a partir de uma área. [18].....	73
Figura 31: Morfologia de uma amostra com o defeito pinta branca a) na lupa; b) por MEV em corte transversal; c) e e) por MEV de topo, na matriz; d) e f) por MEV de topo, no defeito.....	74
Figura 32: a) amostra com uma pinta clara caracterizada por perfilometria ótica; perfis de rugosidade b) e c) no defeito e d) e) na matriz. ....	75
Figura 33: Representação esquemática da área captada pelas objetivas do perfilômetro ótico.....	76
Figura 34: Espectro de EDS a) no defeito e b) no padrão.....	77
Figura 35: Morfologia de uma amostra com o defeito pinta escura a) na lupa; b) por MEV em corte transversal; c) e e) por MEV de topo, na matriz; d) e f) por MEV de topo, no defeito.....	78
Figura 36: a) amostra com uma pinta escura caracterizada por perfilometria ótica; perfis de rugosidade b) e c) no defeito e d) e) na matriz. ....	79
Figura 37: Espectro de EDS a) no defeito e b) no padrão.....	80
Figura 38: a) Microestrutura obtida por MEV de uma pinta escura observada de topo; c) e d) mapas de raios-X para os elementos Si e Al na zona envolvente ao defeito, respectivamente. ....	81
Figura 39: Morfologia de amostras com o defeito pinta preta: a) e b) na lupa, de topo e em corte transversal, respectivamente; c) e d) por MEV de topo, no defeito e na matriz, respectivamente. ....	82
Figura 40: Espectro de EDS a) no padrão e b) no defeito.....	83
Figura 41: a) Microestrutura obtida por MEV de uma pinta preta observada de topo e respectiva b) distribuição do Fe na pinta; c) e d) mapas de raios-X para os elementos Fe e Si na pinta e zona envolvente, respectivamente.....	84
Figura 42: a) Microestrutura obtida por MEV de uma pinta preta observada transversalmente e respectiva b) distribuição do Fe na pinta; c) e d) mapas de raios-X para os elementos Fe e Si na pinta e zona envolvente, respectivamente.....	84
Figura 43: a) e c) Microestruturas obtida por MEV de uma pinta preta observada transversalmente; b) e d) distribuições respectivas do Fe, Si e Al na pinta e matriz envolvente. ....	85
Figura 44: Morfologia de uma amostra com o defeito bolha: a) e b) na lupa, de topo e em corte transversal, respectivamente; c) e d) por MEV de topo e em corte transversal, respectivamente. ....	87
Figura 45: Espectro de EDS a) fora e b) dentro da bolha.....	88
Figura 46: Microestrutura a) da amostra A (com defeito) na lupa; c) e e) da amostra A por MEV; b) e d) da amostra B (sem defeito) vista na lupa e por MEV, respectivamente. ....	90
Figura 47: Espectro EDS a) da amostra A, com defeito (Zona 1); b) da amostra A, com defeito (Zona 2); c) da amostra B, sem defeito. ....	91
Figura 48: Microestruturas obtidas na lupa e por MEV a), c), e), g) e i) para a amostra A; b), d), f), h) e j) para a amostra B.....	93

## Índice de tabelas

Tabela 1: Classificação dos ladrilhos cerâmicos segundo a norma ISO 13006:2012. Adaptada de [13] .....	15
Tabela 2: Plano de controlo de receção de matérias-primas a granel. Adaptada de [15].	26
Tabela 3: Plano de controlo das pastas, produto seco, cozido e polido. Adaptada de [15] .....	31
Tabela 4: Plano de controlo do produto final. Adaptada de [15] .....	36
Tabela 5: Número de peças observadas, número de peças defeituosas e percentagem respetiva e principais defeitos para os vários acabamentos de superfície. ....	56
Tabela 6: Decoração, nº de peças observadas, nº de peças defeituosas e respetiva % para as diferentes séries.....	63
Tabela 7: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).....	76
Tabela 8: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).....	81
Tabela 9: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).....	83
Tabela 10: Composição química de diferentes graus do aço de manganês austenítico. [19] .....	86
Tabela 11: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).....	88
Tabela 12: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).....	92
Tabela 13: Composição em óxidos do vidro utilizado na série D (dados cedidos pelo fornecedor). ....	92
Tabela 14: Valores de porosidade obtidos no programa ImageJ.....	94
Tabela 15: Tabela resumo com as causas conhecidas/mais comuns e soluções/medidas de prevenção para os defeitos do produto da Margres. ....	97



## Glossário

**Amaciado:** produto sujeito a um processo de polimento reduzido, ficando a sua superfície apta à reflexão da luz mas não da imagem. Um produto amaciado é sempre retificado.

**Antiderrapante:** produto com um acabamento de superfície rugoso que reduz o risco de escorregamento em caso de se encontrar molhado ou gorduroso.

**Barbotina:** partículas sólidas dispersas num líquido.

**Biselado:** aresta de aproximadamente 0,3 mm no topo da peça, obtida no processo de biselamento do material.

**Boleado:** acabamento das arestas em curva utilizado na parte superior de rodapés e degraus, obtido no processo de boleamento.

**Calibre:** tolerância dimensional em peças do mesmo lote de produção.

**Dupla carga:** tipo de prensagem que utiliza dois carregamentos distintos de modo a reproduzir padrões aleatórios no produto.

**Engobe:** revestimento à base de argila com acabamento mate que pode ser permeável ou impermeável. Um ladrilho com engobe é considerado não vidrado.

**Engobe tardoz:** pó branco colocado no tardoz do ladrilho que evita que este cole ao forno.

**Escolha:** divisão do produto em níveis de qualidade: 1ª escolha, Comercial e 3ª escolha.

**Lote:** traduz a tonalidade cromática de uma dada produção (permite separação por tonalidades).

**Monocozedura:** fabrico de peças cerâmicas numa só etapa de cozedura.

**Natural:** estado final de cozedura da peça. Superfície áspera e sem as arestas retificadas.

**Natural Retificado:** mesmo acabamento do produto natural mas com as arestas retificadas.

**Pavimento:** material para aplicação em chão.

**Planaridade:** traduz o empeno da peça inerente ao processo de fabrico.

**Polido:** produto sujeito a um desgaste de superfície que lhe dá brilho e um efeito tipo espelho, isto é, a superfície fica apta à reflexão tanto de luz como de imagem. Um produto polido é sempre retificado.

**Resistência ao gelo:** mede a capacidade de uma peça à ação do gelo em ambientes húmidos e com temperaturas inferiores a 0 °C.

**Revestimento:** material para aplicação em parede.

**Tardoz:** parte de trás da peça.

**Técnico:** produto sem vidrado e sem polimento.

## Lista de abreviaturas e símbolos

### Abreviaturas:

CCC – *Conducting Carbon Cement*

CICECO – Centro de Investigação em Materiais Cerâmicos e Compósitos

DEMaC – Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica

EDS – *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (Espectroscopia de Dispersão de Energia de Raios-X)

EN – *European Standard*

GL – *Glazed* (vidrado)

GPP – Gres Panaria Portugal

HB – *Hard/Bland*

ISO – *International Organization for Standardization*

ITN – Instituto Tecnológico e Nuclear

MEV – Microscopia Eletrónica de Varrimento

PEI – *Porcelain Enamel Institute*

S.A. – Sociedade Anónima

S.p.A. – *Società per azioni* (Sociedade Anónima)

STD – *Standard* (padrão)

UA – Universidade de Aveiro

UGL – *Unglazed* (não vidrado)

### Símbolos:

b – Largura

c – Espessura

d – Densidade

E – Cor

$E_b$  – Absorção de água

F – Carga de rotura

L – Distância inter-apoios

$L_f$  – Comprimento final

$L_i$  – Comprimento inicial

M – Resistência mecânica

$P_c$  – Peso em cozido

$P_h$  – Peso em húmido

$P_r$  – Peso do resíduo

$P_s$  – Peso em seco

$P_v$  – Peso em verde

$P'_h$  – Peso após imersão em água

Sa – Altura média aritmética (rugosidade média em área)







# Capítulo 1

---

Introdução



# 1. Introdução

O presente relatório de estágio surge como elemento final de avaliação da unidade curricular Dissertação/Projeto/Estágio, enquadrada no último ano do mestrado em Engenharia de Materiais, da Universidade de Aveiro (UA). O seu objetivo passa por dar a conhecer as atividades realizadas durante o estágio curricular na empresa de acolhimento, a Margres, bem como na instituição de ensino, a UA.

## 1.1. Enquadramento e objetivos

O estágio curricular realizado teve a duração de quatro meses e meio, tendo sido iniciado a 15 de fevereiro de 2016 e terminado a 30 de junho do mesmo ano. A escolha de realização de estágio curricular permitiu um primeiro contacto com a realidade do mercado de trabalho pela integração num ambiente fabril e o desenvolvimento de experiências e competências a nível social e profissional. Já a escolha da Margres teve em conta o facto de esta ser uma empresa com marcada experiência e tradição na produção de ladrilhos em grés porcelânico e cuja marca é fortemente reconhecida tanto a nível nacional como internacional, permitindo assim o meu enriquecimento curricular.

Os principais objetivos do estágio iniciaram na compreensão geral do processo produtivo de ladrilhos cerâmicos, seguindo-se o levantamento de defeitos e causas associadas mais comuns, a análise estatística dos defeitos nos produtos da Margres, a caracterização microestrutural de alguns dos defeitos encontrados recorrendo a equipamentos da UA/CICECO e, por fim, a apresentação de soluções/medidas de prevenção para os principais defeitos do grés porcelânico.

Inicialmente foram acompanhadas as várias etapas de produção na unidade industrial sob a orientação do Engenheiro Rui Antunes, com o intuito de desenvolver uma compreensão geral do processo de fabrico do grés porcelânico da empresa. De seguida, foram acompanhadas com maior detalhe as etapas de Escolha e Inspeção Final do produto acabado onde foi realizada a identificação e catalogação dos defeitos e recolha de dados para posterior tratamento estatístico. Numa etapa seguinte, foi realizado o acompanhamento mais detalhado das etapas de produção mais suscetíveis à criação de defeitos para identificação de causas mais prováveis, tendo-se também recorrido a técnicas de análise do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica (DEMaC) e

do Instituto de Materiais de Aveiro (CICECO), que permitiram a investigação mais aprofundada dos defeitos. Por último foram encontradas soluções e medidas de prevenção para a minimização de defeitos no grés porcelânico.

Este relatório serve assim de suporte teórico para as atividades desenvolvidas tanto na Margres, como no DEMaC/CICECO.

## **1.2. Estrutura da tese**

O presente documento encontra-se estruturado em cinco capítulos.

O capítulo 1 – Introdução, apresenta de forma sucinta um enquadramento do trabalho realizado e atividades desenvolvidas, os seus objetivos e dá a conhecer a empresa de acolhimento, a Margres.

O capítulo 2 – Enquadramento teórico, inclui conceitos acerca do grés porcelânico, pavimentos e revestimentos, bem como as normas e especificações a serem cumpridas. Descreve ainda o processo de fabrico da Margres e os controlos feitos às suas matérias-primas, ao produto em processamento e ao produto final.

O capítulo 3 – Levantamento e análise estatística de defeitos, apresenta inicialmente a listagem de defeitos encontrados durante o período de estágio e as suas causas associadas sempre que conhecidas. Posteriormente apresenta um estudo estatístico e respetiva discussão relativamente aos defeitos encontrados nos produtos da Margres e principais medidas de prevenção/soluções.

O capítulo 4 – Análise microestrutural de defeitos: casos de estudo, aborda o estudo de cinco defeitos cujas causas associadas não eram claras. Inclui a metodologia adotada para a realização experimental, as técnicas utilizadas e apresenta ainda os resultados obtidos e a respetiva análise e discussão. Termina com uma tabela resumo de todos os defeitos encontrados, causas associadas e soluções ou formas de os prevenir, sumariando os capítulos 3 e 4.

O capítulo 5 – Conclusões e futuros desenvolvimentos, finaliza o documento com as conclusões do trabalho desenvolvido e apresenta sugestões de futuros desenvolvimentos.

### 1.3. Empresa de acolhimento – Margres

Antes de abordar a empresa em si, recuamos à grande multinacional que está por trás da Margres, o grupo italiano Panariagroup, do qual faz parte o grupo Gres Panaria Portugal, a que pertence por sua vez a Margres.

#### 1.3.1. Grupo Panariagroup Industrie Ceramiche S.p.A.

O grupo Panariagroup Industrie Ceramiche S.p.A. (sediado em Fiorano Modenese, Itália) é um dos principais produtores de material cerâmico em Itália, tendo cerca de 40 anos de experiência na produção de pavimentos e revestimentos. Possui seis unidade de produção, das quais três em Itália, duas em Portugal e uma nos Estados Unidos da América e é representado por oito marcas: Panaria Ceramica, Lea Ceramiche, Cotto d’Este, Fiordo Industrie Ceramiche, Margres Ceramic Tiles, Love Ceramic Tiles, Florida Tile e Blustyle Ceramica, todas produzindo material cerâmico. [1]

O grupo pertence à Finpanaria S.p.A., que detém 69,3% do capital social e a sua estrutura é ilustrada na figura 1. [1]

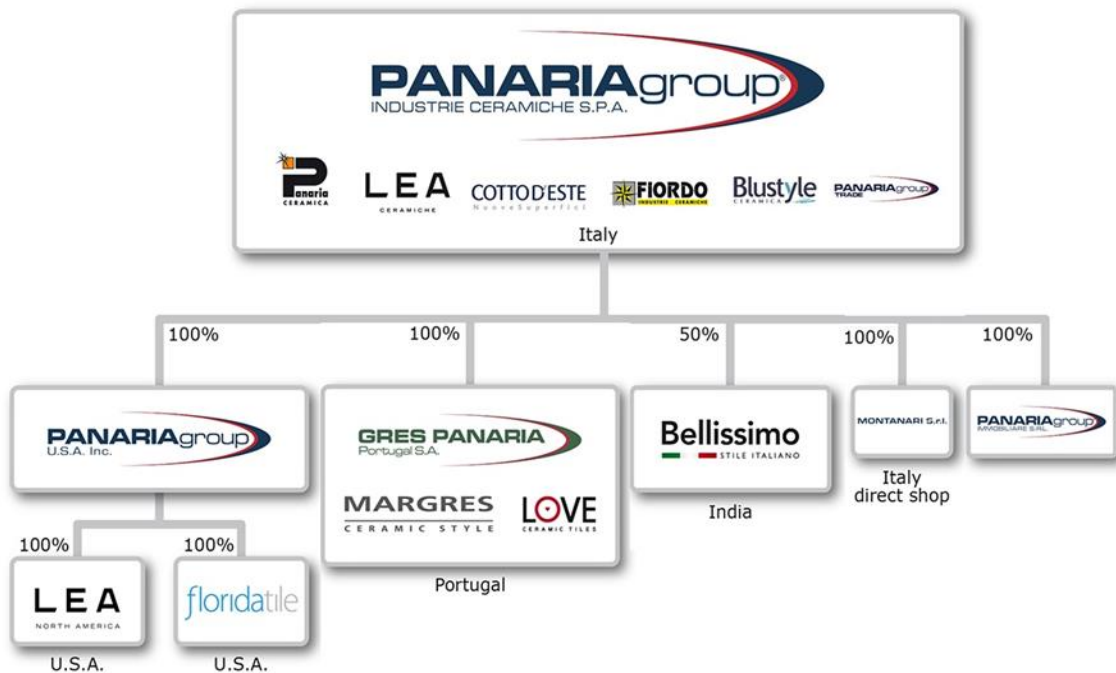


Figura 1: Estrutura do grupo Panariagroup Industrie Ceramiche S.p.A. [1]

Em 2002, o grupo italiano Panariagroup Industrie Ceramiche S.p.A. adquiriu a unidade industrial portuguesa de material cerâmico Maronagres (em Chousa Nova, Ílhavo) e em 2005 adquiriu a unidade industrial portuguesa também de material cerâmico Novagres (na Zona industrial de Taboeira, Aveiro). [1]

### **1.3.2. Gres Panaria Portugal S.A. (GPP)**

A 28 de dezembro de 2006, foi criada a sociedade anónima Gres Panaria Portugal S.A. (sediado em Chousa Nova, Ílhavo), através da fusão das unidades produtivas portuguesas referidas, passando a ser constituída por duas divisões: a Divisão Margres (antiga Maronagres) e a Divisão Novagres (que em maio de 2008 alterou o nome para Divisão Love Tiles). [2, 3]

Estas têm em conjunto uma capacidade produtiva de 8 milhões de m<sup>2</sup>/ano e uma produção média de 5.785,0 m<sup>2</sup>/dia de produto, empregando em Portugal cerca de 400 colaboradores. Da sua estrutura comercial fazem parte 70 agentes e 8 promotores que representam a GPP em 113 países, abrangendo os cinco continentes. [2, 3]

A Gres Panaria Portugal possui um departamento de desenvolvimento de produto (*Product Development Department*) constituído por vários laboratórios que investigam e desenvolvem novos produtos e possui um *showroom* de exposição de produtos em Aveiro e outro em Lisboa. É de notar ainda que a GPP apresenta a maior unidade produtiva do sector cerâmico em Portugal, tendo em 2014 faturado cerca de 24 milhões de euros com as exportações a representar 55,4% do negócio. [3]

### **1.3.3. Margres Ceramic Tiles**

A unidade industrial Maronagres – Pavimentos Porcelânicos Limitada situada em Chousa Nova (São Salvador, Ílhavo), no distrito de Aveiro, foi fundada na década de 80 do séc. XX, mais precisamente no ano de 1981 e iniciou a produção de material cerâmico em 1983, tendo sido uma das primeiras fábricas a produzir grés porcelânico mundialmente. [3] Em 2003, dá-se o lançamento da marca Margres, e a unidade industrial passa a ser denominada Margres Ceramic Tiles. [3]

A Margres dedica-se à produção de ladrilhos cerâmicos prensados com absorção de água  $E_b \leq 0,5\%$  para pavimentos interiores e/ou exteriores e revestimentos interiores e/ou exteriores em grés porcelânico natural, polido, amaciado, antiderrapante e retificado

com formatos de 20 x 20 cm<sup>2</sup> a 60 x 120 cm<sup>2</sup> e espessuras que variam de 3 a 20 mm, para construções em ambientes públicos e privados. [3]

Com uma produção em 2014 de aproximadamente 1,9 milhões de m<sup>2</sup>, os produtos da Divisão Margres são produzidos através de processos tecnologicamente avançados e o grés porcelânico produzido alia a beleza das pedras naturais à elevada resistência à abrasão e a agentes químicos, alta dureza de superfície, elevada resistência mecânica e a choques térmicos, absorção de água quase nula e ainda extrema facilidade de manutenção e limpeza. [3]

Desde 2012, a marca possui uma área aberta ao público no *showroom* das instalações da Divisão Love Tiles, na zona industrial de Taboeira, em Aveiro. [3]





# Capítulo 2

---

**Enquadramento teórico**



## 2. Enquadramento teórico

### 2.1. O grés porcelânico

O grés porcelânico, também designado por granito cerâmico, surgiu no final dos anos 70 do séc. XX no distrito de Sassuolo, em Itália, por intermédio de algumas empresas pioneiras, nomeadamente Casalgrande Padana, Nordica, Mirage, Flaviker e Graniti Fiandre, numa época em que as indústrias preparavam a transição de formulações de pastas vermelhas para pastas brancas e a instalação de linhas de monocozedura. [4]

O termo grés porcelânico deriva de “*gres porcelanatto*” (do italiano) sendo o termo “grés” atribuído a materiais cerâmicos de estrutura compacta constituídos por uma fase cristalina imersa numa fase vítrea e o termo “porcelânico” utilizado uma vez que as características técnicas deste produto se assemelham às da porcelana. [4]

Para a formulação de pastas utilizam-se argilas, fundentes (geralmente feldspatos sódico-potássicos) e inertes (como é o caso do quartzo) em diferentes proporções [4-7], como ilustrado na figura 2, onde o campo do grés porcelânico se encontra assinalado a azul. Quimicamente a sua composição pode ser representada pelo diagrama de fases  $(\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O})-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ . [8]

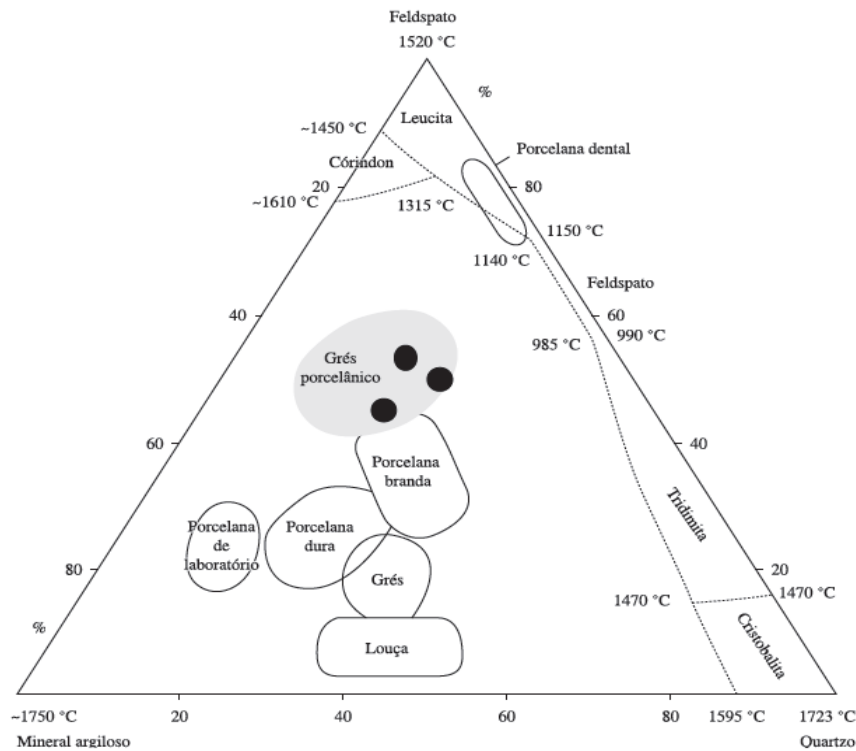


Figura 2: Diagrama ternário argila-feldspato-quartzo, com a zona de formulações para o grés porcelânico assinalada a azul. [9]

O material argiloso tem por objetivo conferir plasticidade ao corpo em verde e, normalmente constituídas por caulinite, as argilas e o caulino (40-50 % em peso) são os precursores dos cristais de mulite. Por outro lado, os fundentes (35-45 % em peso) permitem baixar a temperatura de formação da fase líquida, diminuindo a temperatura de sinterização e promovendo a densificação e os inertes (10-15 % em peso) promovem a consolidação do corpo em verde (maior resistência mecânica) e reduzem a retração verde-seco. [4-7]

Após a sinterização, os produtos de grés porcelânico apresentam uma microestrutura constituída por grãos grosseiros de quartzo envolvidos numa matriz de cristais de mulite e fase vítrea [5-7], como pode ser visto na figura 3.

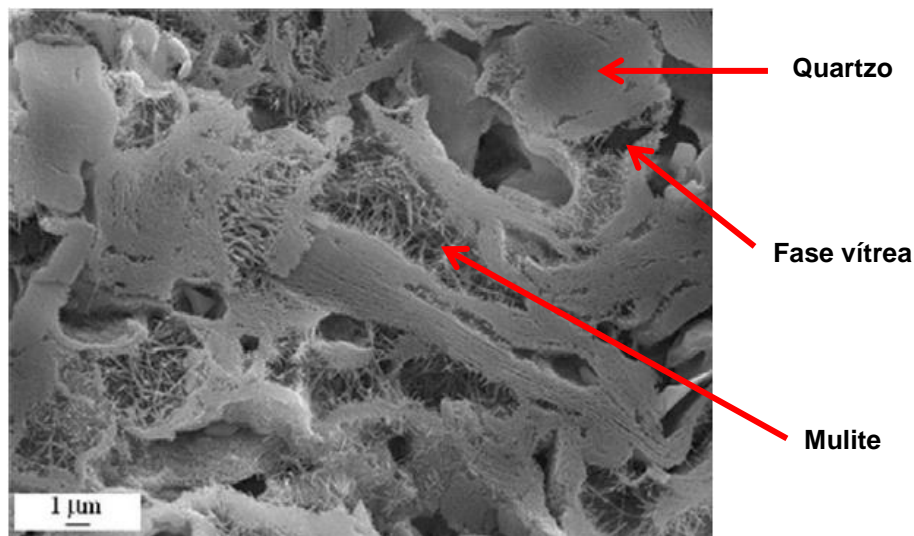


Figura 3: Microestrutura MEV de um grés porcelânico após sinterização a uma temperatura de cozedura de 1280 °C (pressão de prensagem: 10 MPa). [7]

## 2.2. Pavimentos e revestimentos em grés porcelânico

Atualmente o grés porcelânico é o material cerâmico presente no setor da construção que oferece melhor desempenho técnico [5], possuindo excelentes propriedades técnicas nomeadamente a resistência ao desgaste e ao choque, a resistência química e a resistência à flexão ( $\geq 35$  MPa) e à abrasão profunda, sendo por isso utilizado principalmente em pavimentos exteriores e interiores e revestimentos exteriores. É um material altamente vitrificado que se traduz numa porosidade aberta quase nula, possuindo geralmente valores de absorção de água inferiores a 0,5 % (grupo Bla da norma ISO 13006), podendo em alguns casos ser inferiores a 0,1 %, como acontece em produtos não vidrados. É, por isso, impermeável e resistente ao gelo, o que

permite o seu uso em ambientes exteriores expostos a baixas temperaturas. Relativamente à porosidade fechada, os valores são geralmente superiores a 2 %. [4, 6, 10-12]

A produção de pavimentos e revestimentos com este material cerâmico tem vindo a aumentar consideravelmente, quando comparada com outros materiais para as mesmas aplicações, devido às suas excelentes propriedades técnicas mas também estéticas, [10-11] uma vez que se torna possível a imitação de pedras naturais como mármore e granitos mas também produzir efeitos de transparência ou de tridimensionalidade, conseguindo obter-se muitas vezes características técnicas muito superiores às das pedras naturais, por vezes a custos finais muito mais reduzidos. [4]

O processo industrial de ladrilhos em grés porcelânico dá-se em três etapas fundamentais: numa primeira etapa é preparada a barbotina por moagem de duros, diluição de plásticos e posterior mistura, sendo depois a suspensão seca por atomização (até 5-7 % em peso de humidade). Numa segunda etapa é feita a conformação por prensagem uniaxial a 30-50 MPa e numa etapa final dá-se a monocozedura rápida do material a 1180-1220 °C, durante 40 a 60 minutos, para se obter a densificação adequada e as características finais do produto. [5, 7, 10-11]

Apesar de o método de conformação mais usual para a sua produção ser a prensagem (que pode ocorrer num só passo ou por dupla prensagem [5]), também é possível a conformação por extrusão, neste caso com diferente percentagem de humidade. No entanto, a prensagem permite um maior controlo dimensional e melhor acabamento superficial. [4]

O grés porcelânico pode ser vidrado ou não vidrado. O produto não vidrado, mais comumente designado por grés porcelânico técnico, possui geralmente maior impermeabilidade e resistência de superfície, a ácidos e ao gelo superiores, relativamente ao produto vidrado. [4] Este pode, no entanto, ser polido ou semi-polido mas ainda que o polimento o torne esteticamente mais atraente (apesar de mais dispendioso), este faz com que o material se torne menos resistente às manchas. Quando a estética se sobrepõe às características técnicas, o grés porcelânico é vidrado mas, uma vez que a sua utilização ao ar livre reduz o tempo de vida da camada de vidrado, este é mais utilizado em interiores. [4, 12]

Os pavimentos e revestimentos em grés porcelânico podem ser classificados em função das propriedades de superfície (textura, rugosidade, polimento, vidrado, etc.) ou

em função da aparência (transparência, brancura, etc.), características que influenciam diferentemente o seu desempenho. [11]

A grande versatilidade de formatos permite obter ladrilhos desde dimensões mais modestas (20 x 20 cm<sup>2</sup> ou 30 x 30 cm<sup>2</sup>) até grandes dimensões (60 x 120 cm<sup>2</sup>). [4] Relativamente às tipologias, divide-se nas seguintes:

- a) **Monocolors:** produto mais simples esteticamente, geralmente em tons pastel, que se obtém de pós atomizados de cor uniforme. [4]
- b) **Granitos:** ladrilhos obtidos da mistura de diferentes pós atomizados coloridos sob uma base de tonalidade clara. O efeito criado é usualmente chamado de “sal e pimenta”. [4]
- c) **Variegados:** produto obtido da mistura de pós coloridos atomizados e micronizados onde os carregamentos na prensa criam distribuições de pó aleatórias. [4]
- d) **Macrogranitos:** peças obtidas da mistura de pós atomizados com grânulos coloridos de grandes dimensões, obtidos da granulação de pós previamente atomizados. O efeito final assemelha-se ao das pedras naturais. [4]
- e) **Decorados com sais solúveis:** produtos obtidos por decorações serigráficas, aerógrafos, entre outras técnicas. [4]

Os desenvolvimentos mais recentes relativamente aos pavimentos e revestimentos em grés porcelânico prendem-se com o aumento das dimensões (60 x 60 cm<sup>2</sup> ou 60 x 120 cm<sup>2</sup>) e a redução da espessura (3 a 6 mm), embora existam limitações tecnológicas no processo de fabrico. [5, 11] A redução da espessura dos mosaicos de 9 mm (convencional) para espessuras menores do que 3 mm, permite um decréscimo do peso específico de aproximadamente 21 kg.m<sup>-2</sup> para valores inferiores a 7 kg.m<sup>-2</sup>. Assim, é possível não só a redução de matérias-primas, como a redução de gastos energéticos durante a queima, uma vez que a massa do corpo verde é menor e redução de gastos na embalagem e transporte. Com isto, reduz-se também as emissões de CO<sub>2</sub> para atmosfera tanto na produção como no transporte. Uma das grandes aplicações é o uso na reconstrução de edifícios em pavimentações ou revestimentos diretamente em cima dos anteriormente aplicados [11], mas também pode ser aplicado em construções novas.

### 2.3. Normas e especificações

A norma EN 14411:2012 é aquela que define e especifica os requisitos e critérios de marcação para ladrilhos cerâmicos. Esta define um ladrilho como “*uma placa fina feita a partir de argilas e/ou outras matérias-primas inorgânicas, geralmente utilizada como revestimento para pisos e paredes, usualmente conformada por extrusão (A) ou prensagem (B) à temperatura ambiente, mas pode também ser obtida por outros processos (C), sendo de seguida seca e depois cozida a temperatura suficiente para desenvolver as propriedades requeridas*”. Esta refere ainda que os ladrilhos podem ser vidrados (GL, “glazed”) ou não vidrados (UGL, “unglazed”), sendo incombustíveis e não afetados pela luz. [13]

A mesma norma divide os ladrilhos cerâmicos em diferentes grupos, consoante a absorção de água  $E_b$  (i.e., percentagem de água em peso, medida de acordo com a norma ISO 10454-3) e o método de conformação, como pode ser visto na tabela 1, sendo o grés porcelânico incluído no grupo  $BI_a$ , assinalado a azul. Tem ainda como referência normativa a norma 10545 que está dividida em 17 partes e que descreve os procedimentos de ensaio para determinar as características dos vários produtos que abrange. [13]

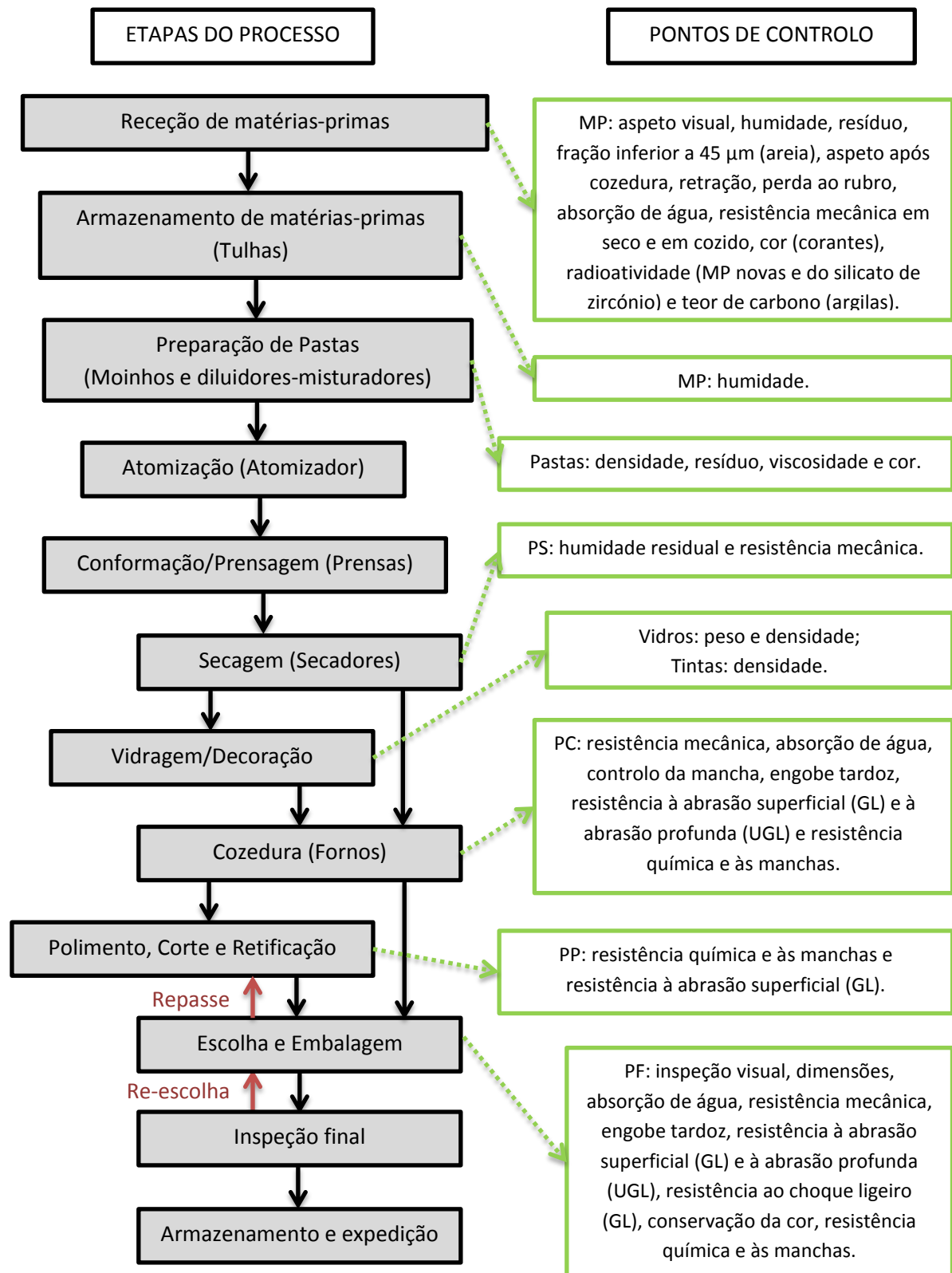
**Tabela 1: Classificação dos ladrilhos cerâmicos segundo a norma ISO 13006:2012. Adaptada de [13]**

Método de conformação	Grupo I $E_b \leq 3 \%$	Grupo II <sub>a</sub> $3 \% < E_b \leq 6 \%$	Grupo II <sub>b</sub> $6 \% < E_b \leq 10 \%$	Grupo III $E_b > 10\%$
A Extrusão	Grupo AI <sub>a</sub> $E_b \leq 0,5 \%$	Grupo AII <sub>a-1</sub>	Grupo AII <sub>b-1</sub>	Grupo AIII
	Grupo AI <sub>b</sub> $0,5 \% < E_b \leq 3 \%$	Grupo AII <sub>a-2</sub>	Grupo AII <sub>b-2</sub>	
B Prensagem a seco	Grupo BI <sub>a</sub> $E_b \leq 0,5 \%$	Grupo BII <sub>a</sub>	Grupo BII <sub>b</sub>	Grupo BIII
	Grupo BI <sub>b</sub> $0,5 \% < E_b \leq 3 \%$			

É de referir que o material produzido na Margres cumpre as especificações do anexo G da norma EN 14411:2012 – *Requisitos para ladrilhos cerâmicos prensados a seco com baixa absorção de água do Grupo BI<sub>a</sub> ( $E_b \leq 0,5 \%$ )*. [13]

### 2.4. Processo de fabrico do grés porcelânico da Margres

O processo de produção de um material cerâmico consiste numa sequência de etapas que visam a transformação de matérias-primas em produtos. [14] Relativamente ao processo produtivo da Divisão Margres, este segue as etapas ilustradas na figura 4.



Legenda: MP – Matérias-primas; PS – Produto seco; PC – Produto cozido; PP – Produto polido; PF – Produto final.

Figura 4: Esquema do processo produtivo da Margres e pontos de controlo ao longo do processo.



O processo produtivo da Margres inicia-se, como visto na figura anterior, na Receção de matérias-primas e finda no armazenamento e expedição do produto final, através de diversas etapas de processamento que a seguir se descrevem. A mesma figura ilustra ainda, a verde, os testes de controlo efetuados durante o processo, que serão posteriormente descritos na secção 2.5.

#### **2.4.1. Receção e armazenamento de matérias-primas**

As matérias-primas (argilas, areias, feldspatos, caulino e dolomite) chegam à unidade industrial em camiões e após a sua receção é retirada uma amostra de aproximadamente 1 kg da carga para um saco, ao qual é feita o controlo de qualidade (conforme se descreve adiante na secção 2.5). São depois armazenadas separadamente em tulhas e posteriormente transportadas para tolvas independentes com células de carga. Aqui, dá-se a dosagem automática das matérias-primas por peso e estas são encaminhadas por telas transportadoras até aos moinhos. [3]

As matérias-primas para preparação de tintas chegam à empresa em sacos (*big bags*), ao contrário dos vidros, colas, fixativo, sprays e engobe tardo que chegam à Margres prontos de fábrica.

#### **2.4.2. Preparação de pastas e atomização**

A Margres possui um moinho contínuo e cinco moinhos descontínuos onde, após a chegada das matérias-primas, se adiciona água e defloculante, obtendo-se uma barbotina que será posteriormente peneirada e descarregada em tanques de armazenamento com agitação lenta. Ao mesmo tempo, é preparado um concentrado de cores com as matérias-primas auxiliares designadas por corantes. [3]

Após a etapa descrita, a barbotina passa por desferrizadores, é bombeada para o tanque de alimentação do atomizador, sofre uma peneiração e é de novo bombeada agora a alta pressão para o atomizador a gás natural, onde a pasta é seca e transformada num pó. A humidade é reduzida de cerca de 35 % (humidade média da suspensão) para 5-7 % (humidade média do pó), de forma a obterem-se as propriedades apropriadas à etapa de conformação. [3, 14]

À saída do atomizador o pó é peneirado novamente e segue para os silos de armazenamento através de telas transportadoras. [3]

### 2.4.3. Conformação/prensagem

Dos silos de armazenamento, o pó é de novo peneirado e segue para a conformação por prensagem, que é feita através de prensas hidráulicas de alta capacidade, como se ilustra na figura 5. O pó é vazado para um molde e sujeito a uma força de consolidação através de um punção sendo nesta etapa que a peça adquire a forma e parte das características mecânicas. [3, 14]



Figura 5: Exemplo de uma prensa hidráulica da Margres. (Fotografia da autora)

A Margres possui quatro prensas hidráulicas (Sacmi) das quais três estão aptas a realizar prensagem por dupla carga (ou duplo carregamento). Convencionalmente, a prensagem é feita em duas prensadas distintas. Na primeira prensada é aplicada uma pressão de 20 bar e na segunda uma pressão de 450/500 bar, valores que dependem das dimensões e espessura finais pretendidas. As prensadas são separadas por um tempo de desaeração de aproximadamente 600 ms onde é feita uma pausa na força de prensagem, juntamente com a subida do cunho de face. Deste modo, o ar migra do interior da peça até às interfaces com o molde ou cunhos (cunho de face e cunho tardoz).

Relativamente à prensagem por duplo carregamento, esta dá-se em duas etapas. O primeiro carregamento é feito com pó granulado de características ditas normais, vindo

diretamente do atomizador. Já o pó do segundo carregamento, depois de atomizado pode ser moído a seco ficando com um aspeto do tipo farinha e ao qual se chama de pó micronizado. Deste modo, a camada de baixo (de ~ 8 mm) é constituída por pó atomizado e a camada de cima (de ~ 2 mm) é constituída por uma ou três misturas (uma clara, uma intermédia e outra escura) de pó micronizado. Em alternativa, o pó do segundo carregamento pode ter a mesma granulometria do que o pó do primeiro, apenas uma cor diferente.

A segunda camada de pó é mais fina do que a primeira uma vez que o pó micronizado é mais caro, com um preço acrescido geralmente pela utilização de corantes e apesar de neste processo ser mais difícil o controlo da espessura da peça, este tipo de prensagem permite dar um padrão à peça (ex.: mármore), pelo que esta não necessita de serigrafia. Assim, as peças finais obtidas são apenas retificadas ou podem ser vidradas e retificadas. Após prensagem, a espessura do pó atomizado (granulado) retrai para cerca de metade, enquanto a espessura do pó micronizado (moído) retrai para cerca de um terço, tendo a peça a espessura final pretendida em cru.

Quanto aos resíduos obtidos durante a etapa de conformação, nomeadamente caco cru e pó, estes são separados em contentores próprios e posteriormente reintroduzidos no processo, reduzindo o consumo de matérias-primas virgens. [3]

No início de cada novo ciclo de produção e de duas em duas horas são retiradas peças após prensagem da linha que serão colocadas na estufa, de modo a verificar e controlar a retração verde-seco.

#### **2.4.4. Secagem**

A secagem das peças é feita num dos dois secadores de rolos verticais da Margres, onde é retirada quase toda a humidade que ainda restou do processamento. Ambos os secadores (Imas) são alimentados a gás natural, sendo que um funciona em contracorrente e o outro é modular. De modo geral, a temperatura do ar à entrada e saída do secador é de 90 °C, atingindo uma temperatura máxima de 185 °C no interior do secador. Assim, a humidade média é reduzida de 4,5 - 5,5 % a 1 %, em ciclos de duração inferior a 1 hora e as peças ficam com resistência mecânica suficiente para serem processadas nas linhas de decoração. [3, 14]

É importante que as peças que saem do secador sigam imediatamente para a decoração uma vez que devem estar relativamente quentes para absorver adequadamente a suspensão de vidro. Peças muito finas que chegam à linha de vidragem já frias não permitem a correta evaporação da água presente no vidrado e rebentam posteriormente no forno.

#### **2.4.5. Vidragem/decoração**

Após saírem dos secadores, as peças passam no meio de rebarbadores que aperfeiçoam as suas arestas onde poderá existir rebarba. São inicialmente rebarbados dois lados opostos da peça e posteriormente esta gira 90° e o processo repete-se nos dois lados restantes.

A Margres possui três linhas de decoração, que são também utilizadas como linhas de transporte. [3] A decoração pode ser realizada por aplicação de camadas finas de engobe e/ou vidrado por aerógrafo (pulverização na peça por bicos com abertura e ângulo variável), por aplicação de camadas de tinta recorrendo a rolos (*Rotocolor*) ou à impressão digital (*Kerajet*) e por aplicação de granilha.

No caso dos rolos *Rotocolor*, estes consistem em 4 ou 5 rolos sequenciais com mangueiras de tinta onde cada rolo faz um padrão específico na peça, isto é, cada rolo possui alvéolos que são cheios com tinta e depois decalcados na peça. Esta tecnologia tem vindo a ser cada vez menos utilizada, dando lugar à impressão digital. A impressora *Kerajet* funciona como uma impressora comum. Depois de escolhido o padrão a imprimir na peça, esta faz a mistura das tintas e imprime as séries pretendidas. A Margres possui duas impressoras *Kerajet*, mas possui nas mesmas linhas rolos *Rotocolor*, ativando e desativando uma ou outra alternativa, consoante o pretendido.

Geralmente, a peça leva fixativo entre a aplicação de uma camada de engobe e outra de tinta (*Rotocolor*), de forma a criar uma película que proteja a primeira aplicação de decoração, isto é, que evite que os rolos fiquem com pó de engobe agarrado às suas paredes.

É de referir que existem pontos de controlo na linha onde é verificado periodicamente o peso e a densidade do vidro. Quanto às tintas, o controlo é feito apenas relativamente à sua densidade.

Existem ainda peças que são decoradas com recurso a granilha (ou vidro granilhado) que cria um efeito de alto-baixo-relevo e brilho na presença de luz. A granilha encontra-se numa tremonha que alimenta de forma regulada um tapete, por cima da linha. À medida que o tapete avança, faz cair na linha uma cortina de granilha ao mesmo tempo que a linha também avança e as peças passam pela cortina, ficando a granilha na superfície da peça. Nos intervalos entre as peças, a granilha cai numa rede que realimenta o processo. Antes da aplicação da granilha a peça é pulverizada com uma cola própria que garante a sua fixação à peça.

No final da linha de decoração, é colocado na parte de trás da peça o engobe tardo (magnesite e alumina) por pulverização, de modo a que estas não colem no forno. Daqui as peças cruas são colocadas em vagonas com capacidade de 100 m<sup>2</sup> cada e seguem para um parque intermediário, onde serão armazenadas até à etapa de cozedura. [3] O transporte das vagonas é realizado por LGV's controlados por computador.

#### **2.4.6. Cozedura**

A Margres possui dois fornos de rolos contínuos (Carfer Forni e Sacmi Forni) com 105 m de comprimento, a gás natural (pressão de combustível: 3 bar), onde é feita a monocozedura rápida das peças cerâmicas em atmosfera oxidante, de modo a que estas adquiram as propriedades físicas e químicas finais pretendidas. [3] A temperatura máxima do ciclo de cozedura de ambos é de 1220 °C, sendo a temperatura limite de funcionamento dos fornos de 1300 °C.

Nesta etapa, são controlados os ciclos de temperaturas e duração respetiva consoante as dimensões das peças, composição da pasta e vidrado e as características finais pretendidas. Os fornos (figura 6) possuem um ciclo de temperaturas programável, que aumentam controladamente e de forma gradual ao longo do forno até atingirem um patamar máximo. Após permanência à temperatura de queima durante um determinado tempo, a temperatura desce, de novo de forma controlada, até à saída do forno.

Na figura 7 é apresentada uma curva de cozedura típica de um grés porcelânico da Margres com o formato 60 x 60 cm<sup>2</sup> e 10 mm de espessura, de uma determinada referência. Para este material a duração de ciclo é de 56 min com um patamar de 7 min a uma temperatura de cozedura de 1215 °C.



Figura 6: Exemplo de um forno da Margres. (Fotografia da autora)

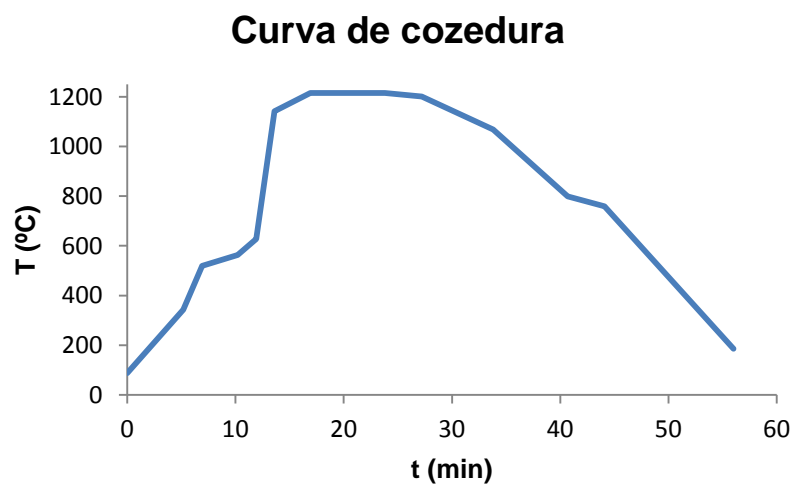


Figura 7: Curva de cozedura típica para um grés porcelânico da Margres com formato 60x60 cm<sup>2</sup>.

Após sair do forno, o material cozido é transportado para paletes de ferro (chamadas pancones) e pode seguir para o corte/polimento e retificação ou diretamente para a escolha, no caso do produto Natural. [3]

#### 2.4.7. Corte, polimento e retificação

Nesta etapa, as peças podem ser cortadas (ex.: uma peça de 60 x 60 cm<sup>2</sup> cortada em duas de 30 x 60 cm<sup>2</sup>) e podem ser sujeitas a polimento onde é feito um desgaste por fricção de abrasivos de grão sucessivamente mais finos com remoção de uma camada de 0,5 a 1,5 mm (dependendo das características do material), seguido de retificação. No entanto, existe material que em vez de polido, apenas é amaciado e retificado. [3]

No caso do material polido, existe um escolhedor que no fim da linha separa as peças com riscos de polimento e falta de desbaste e essas peças serão sujeitas a um segundo polimento (repasse), onde poderá ou não ser feito o corte das peças (mudança de calibre). No fim do polimento, todo o material é coberto com um polímero impermeabilizante.

O corte e boleamento das arestas são feitos através de abrasivos diamantados, de onde se obtêm peças especiais para rodapés, degraus e de escada. [3]

Por último, o material é lavado com água e seco com ar, sendo depois colocado novamente nos pancones metálicos, de onde segue para a escolha e embalagem. [3]

#### 2.4.8. Escolha e embalagem

A Margres possui três linhas de escolha. Durante esta etapa, o material é sujeito a controlo do lote (através de painéis de produção, chamados panos) e controlo de defeitos, classificados em dois tipos: defeitos visuais e defeito dimensionais.

Os defeitos visuais podem ser avaliados de forma automática. Uma das linhas possui uma máquina de escolha automática *Examina* que está quase sempre ativa e as outras duas possuem máquinas de escolha *Qualitron*, geralmente pouco utilizadas. No caso de não se recorrer à escolha automática esta é feita por um escolhedor. Em duas das linhas este recorre a uma caneta de tinta fluorescente e marca as peças à medida que vão passando, sendo a tinta posteriormente lida na fotocélula enquanto na outra sempre que passa uma peça o escolhedor tem um conjunto de botões para a classificar.

Já os defeitos dimensionais, calibres e planaridade são avaliados por equipamentos automáticos (calibrador e planar) instalados nas linhas de escolha e que fazem a sua desclassificação caso o material não esteja conforme, ao mesmo tempo que separam o material por calibres. [3]

O objetivo da escolha é subdividir o produto cozido em níveis de qualidade. [14] O material sem qualquer tipo de defeito visível é avaliado como de primeira escolha, seguido de comercial (pequenos defeitos), terceira escolha (grandes defeitos) e caco (que será posteriormente vendidos à indústria cimenteira).

A embalagem é feita automaticamente em caixas de cartão. Uma das três linhas de escolha da Margres utiliza um rolo de cartão branco para embalagem e as caixas são feitas automaticamente consoante o tamanho do produto e impressas as características respetivas na caixa. As restantes duas linhas utilizam caixas de cartão previamente feitas por uma empresa externa. As caixas são de seguida empilhadas em paletes de madeira, protegidas com cintas plásticas e, por fim, são plastificadas passando por uma câmara de ar quente. [3]

#### **2.4.9. Inspeção final**

Parte do material, antes de ser armazenado, é ainda sujeito a uma inspeção final. Para isso, algumas paletes de material acabado são encaminhadas para um armazém, geralmente a primeira paleta do lote a controlar e as paletes de cinco em cinco seguintes ou de dez em dez, consoante o acabamento do material.

Inicialmente, o controlador verifica se a impressão das caixas está correta, isto é, as informações de lote, calibre, formato, referência, etc. De seguida, de cada paleta são abertas duas caixas, a primeira e a última, para controlo da qualidade do material. Se o controlador se aperceber da existência de peças mal classificadas abre mais do que duas caixas e se o problema se mantiver terá que inspecionar a paleta anterior e seguinte, além daquelas que já tinham sido encaminhadas para o armazém e o procedimento repete-se. As paletes onde o controlador verificar que a sua classificação não está conforme são rejeitadas e reencaminhadas para a etapa da escolha onde o material terá que ser desembalado e re-escolhido. Se houver problemas na impressão das caixas, o material também regressa para a escolha onde terá que ser re-embalado.

#### **2.4.10. Armazenamento e expedição**

O produto final é por último transportado para a Divisão Love Tiles onde se situa o centro logístico do grupo GPP e é armazenado num parque de produto final, até que seja encomendado e expedido para o cliente. [3]



#### **2.4.11. Laboratório**

A Margres dispõe de um laboratório onde são feitos controlos rigorosos tanto às matérias-primas como às pastas, ao produto em curso de fabrico e ao produto acabado, como ilustrado na figura 4.

Relativamente às matérias-primas, são controlados o aspeto visual (cor, granulometria e homogeneidade), humidade, resíduo e fração inferior a 45 µm no caso da areia, aspeto após cozedura, retração, perda ao rubro, absorção de água, resistência mecânica em seco e em cozido, cor dos corantes, radioatividade no caso de matérias-primas novas e do silicato de zircónio e teor de carbono nas argilas.

Duas vezes por semana é feita uma amostragem da barbotina dos tanques, sendo controlada a densidade aparente, resíduo ao peneiro, viscosidade e cor.

No caso do produto seco são controladas a humidade residual e a resistência mecânica enquanto no produto cozido se controla a resistência mecânica (resistência à flexão), absorção de água, controlo da mancha, engobe tardoz, resistência à abrasão superficial (GL) e à abrasão profunda (UGL), e resistência química e às manchas.

Após polimento também se fazem testes de controlo nomeadamente à resistência às manchas, resistência química e resistência à abrasão superficial (GL).

Por fim, ao produto final é feito um controlo do aspeto visual, dimensões, quantidade de engobe no tardoz, absorção de água, resistência mecânica, resistência química, resistência às manchas, resistência à abrasão superficial (GL) e à abrasão profunda (UGL), resistência ao choque ligeiro e conservação da cor.

No tópico 2.5 são descritos cada um dos controlos referidos.

### **2.5. Controlo das matérias-primas, pastas e produtos da Margres**

#### **2.5.1. Controlo das matérias-primas**

O primeiro controlo feito às matérias-primas da Margres é uma inspeção de receção, efetuada pelo porteiro da empresa. Por cada carga, é retirada uma amostra de aproximadamente 1 kg da carga do camião a receber, para um saco plástico. A inspeção de receção consiste numa comparação do aspeto visual da amostra com um padrão e consoante esta comparação, o porteiro autoriza ou não o camião a descarregar. Esta inspeção é feita às argilas, caulinos, feldspatos, areias e dolomite.

Após esse passo, a Margres dispõe de um laboratório responsável pelo controlo mais apertado de todas as matérias-primas, recorrendo a diferentes testes de controlo. Na

tabela 2 encontram-se sumariados os controlos realizados bem como a sua periodicidade, amostragem e respetiva variável medida, que seguidamente serão descritas com maior detalhe.

**Tabela 2: Plano de controlo de receção de matérias-primas a granel. Adaptada de [15]**

Matérias-primas	Nome do controlo	Frequência	Amostragem	Variável medida
Argilas, caulinos e feldspatos	Inspeção visual	Por carga	1 saco ( $\pm 1$ kg)	Aspeto geral
	Humidade	Por carga	100 g	% de humidade
	Resíduo*	Conjunto de todas as cargas diárias	100 g	% de material > 45 $\mu$ m
	Aspeto após cozedura		1 pastilha	Aspeto
	Retração		1 pastilha	% de retração linear
	Perda ao rubro		1 pastilha	Perda de massa
	Absorção de água		1 pastilha	% de absorção de água
	Resistência mecânica em seco*	Conjunto de cargas diárias (2 vezes por semana)	3 provetes	Módulo de rotura em flexão
	Resistência mecânica em cozido		3 provetes	Módulo de rotura em flexão
Areia	Inspeção visual	Por carga	1 saco ( $\pm 1$ kg)	Aspeto geral
	Humidade	Por carga	100 g	% de humidade
	Fracção <45 $\mu$ m	Conjunto de cargas diárias (2 vezes por semana)	100 g	% de material < 45 $\mu$ m
Dolomite	Inspeção visual	Por carga	1 saco ( $\pm 1$ kg)	Aspeto geral
Corantes	Cor	Por entrega	1 pastilha	Cor
Matérias-primas novas	Controlo de radioatividade	1 vez por ano	3 pastilhas	Controlo da radioatividade
Silicato de zircónio		1 vez por ano em coordenação com a unidade de Aveiro		
Argilas		Teor de carbono		

\*Teste não realizado para os feldspatos.

Diariamente é ainda feito um controlo às tulhas das matérias-primas, relativamente à humidade, em amostragens de 100 g de cada matéria-prima.

**a) Inspeção visual**

Cada matéria-prima (1 saco de  $\pm 1$  kg) é inspecionada segundo o seu aspeto geral, nomeadamente no que toca à cor, granulometria e homogeneidade. [15]

**b) Humidade**

Coloca-se 100 g da matéria-prima a controlar num recipiente que vai à estufa a temperatura entre 100 e 250°C durante um tempo mínimo de 1 h. De seguida arrefece-se a amostra seca e pesa-se. A percentagem de humidade é dada pela equação 1:

$$\% \text{ de humidade} = \frac{(P_h - P_s)}{P_h} \times 100 \quad \text{eq. (1)}$$

sendo  $P_h$  o peso em húmido (100 g) e  $P_s$  o peso em seco. [15]

**c) Resíduo e fração inferior a 45  $\mu\text{m}$  na areia**

Da amostra retira-se aleatoriamente 100 g e coloca-se na estufa (100-250 °C, num tempo mínimo de 1 h). Depois de arrefecer, pesa-se a amostra seca e coloca-se num copo ao qual se adiciona água (no mínimo até cobrir a amostra), juntamente com 10 gotas de desfloculante orgânico, deixando-se repousar durante um tempo mínimo de 2 h. A mistura é agitada recorrendo a um agitador mecânico até completa dispersão da matéria-prima, fazendo-se de seguida passar por um peneiro de abertura de malha de 45  $\mu\text{m}$ . O resíduo é lavado com água corrente e com o auxílio de um “fio” de água este é colocado numa taça. Decanta-se o excesso de água e vai à estufa. Por fim, pesa-se a amostra. A percentagem de resíduo e de fração inferior a 45  $\mu\text{m}$  na areia é obtida consoante as equações 2 e 3, respetivamente:

$$\% \text{ de resíduo} = \frac{P_r}{P_s} \times 100 \quad \text{eq. (2)}$$

$$\% \text{ fracção} < 45 \mu\text{m na areia} = \frac{(P_r - P_s)}{P_s} \times 100 \quad \text{eq. (3)}$$

onde  $P_r$  é o peso do resíduo. [15]

**d) Aspeto após cozedura**

São preparadas pastilhas das matérias-primas a controlar e vão à estufa (100-250 °C, durante um tempo mínimo de 1 h). Cozem-se as mesmas recorrendo a um forno industrial numa placa refratária com um anel *Philips* para controlo da temperatura. A pastilha cozida é comparada com uma pastilha *standard* (STD) da mesma matéria-prima e guarda-se para posteriores ensaios. Controla-se ainda visualmente o seu interior de modo a verificar a presença de possíveis anomalias (exemplo: coração negro ou micas), às metades que se obtém do ensaio ao módulo de rotura em cozido. [15]

**e) Retração seco-cozido**

É preparada uma pastilha de cada matéria-prima a controlar e estas são de seguida colocadas na estufa (100-250 °C, num tempo mínimo de 1 h). Mede-se o comprimento inicial de cada uma, levam-se a cozer recorrendo a um forno industrial numa placa refratária com um anel *Philips*, medindo-se posteriormente o comprimento das pastilhas cozidas. A percentagem de retração linear seco-cozido de cada uma é dada pela equação 4:

$$\% \text{ de retração linear} = \frac{(L_i - L_f)}{L_i} \times 100 \quad \text{eq. (4)}$$

em que  $L_i$  é o comprimento inicial e  $L_f$  é o comprimento final da pastilha.

Regista-se os valores de  $L_i$ ,  $L_f$ , retração linear e temperatura do anel de cada uma das pastilhas ensaiadas. [15]

**f) Perda ao rubro**

A perda ao rubro é definida como a perda de massa de uma amostra, relativamente ao seu peso inicial, após aquecimento a uma temperatura superior a 1000 °C. Para este teste, é preparada uma pastilha de cada matéria-prima a controlar e estas são de seguida colocadas na estufa (100-250 °C, durante um tempo mínimo de 1 h). Pesam-se as pastilhas, levam-se a cozer num forno industrial com um anel *Philips*, pesando-se posteriormente as pastilhas cozidas. A percentagem de perda ao rubro de cada uma é dada conforme a equação 5:

$$\% \text{ de perda ao rubro} = \frac{(P_s - P_c)}{P_s} \times 100 \quad \text{eq. (5)}$$

onde  $P_c$  é o peso em cozido.

Regista-se os valores de  $P_s$ ,  $P_c$ , perda ao rubro e temperatura do anel para todas as matérias-primas controladas. [15]

### g) Absorção de água

O cálculo da absorção de água de uma matéria-prima permite expressar a sua porosidade. Para este controlo, é preparada uma pastilha de cada matéria-prima e são colocadas na estufa (100-250 °C, num tempo mínimo de 1 h). Levam-se a cozer recorrendo a um forno industrial com um anel *Philips*, pesando-se posteriormente as pastilhas cozidas. Estas são depois mergulhadas em água e deixam-se ferver durante 2 h. Depois de arrefecerem limpa-se a superfície das pastilhas com um pano e pesam-se. A percentagem de absorção de água de cada pastilha é dada pela equação 6:

$$\% \text{ de absorção de água} = \frac{(P'_h - P_c)}{P_c} \times 100 \quad \text{eq. (6)}$$

sendo  $P'_h$  o peso após imersão em água.

Regista-se os valores de  $P_c$ ,  $P'_h$ , absorção de água e temperatura do anel de todas as pastilhas ensaiadas. [15]

Nota: utilizam-se geralmente as metades obtidas do ensaio à resistência mecânica.

### h) Resistência mecânica em seco e em cozido

A resistência mecânica das matérias-primas é determinada através do teste de resistência à flexão, que mede a capacidade de uma amostra em suportar uma determinada carga em três pontos. Para tal, são preparados três provetes (10 x 5 cm<sup>2</sup>) de cada matéria-prima a controlar e estes são depois colocados na estufa (100-250 °C, durante um tempo mínimo de 1 h) e parte deles são posteriormente cozidos num forno industrial. No caso dos provetes secos é utilizada uma célula de carga de 0 a 50 kgf e no caso dos cozidos, uma célula de carga de 0 a 700 kgf. Colocam-se no tensómetro com uma distância inter-apoios de 8 cm, introduz-se e apoia-se os provetes nos apoios e faz-

se descer a célula de carga. É registado o valor da carga de rotura, ou seja, a carga necessária para que cada provete parta e medida, recorrendo a um paquímetro, a largura e espessura do provete na zona de fratura. O módulo de rotura em flexão de cada um é dado pela equação 7:

$$M = \frac{3}{2} \frac{FL}{bc^2} \quad \text{eq. (7)}$$

em que M é a resistência mecânica, F é a carga de rotura, L é a distância inter-apoios e b e c são a largura e espessura do provete, respetivamente.

Regista-se os valores de b, d, F e M e o resultado final é obtido pela média aritmética dos resultados dos três provetes ensaiados para cada matéria-prima. [15]

#### **i) Cor do corante**

São preparadas pastilhas com os respetivos corantes. A sua preparação segue diferentes métodos dependendo do corante (corantes sintéticos, óxido de ferro, vermelho de Thiviers, *portachrom*, óxido de zinco, silicato de zircónio ou fritas). A cor é controlada recorrendo-se a um colorímetro, que lê as coordenadas cromáticas (L,a,b) da pastilha a analisar e de uma pastilha STD, medindo o valor da variação das coordenadas ( $\Delta E$ ). [15]

#### **j) Controlo da radioatividade e teor de carbono**

Testes realizados pelo ITN (Instituto Tecnológico e Nuclear). [15]

### **2.5.2. Controlo das pastas e do produto seco, cozido e polido**

O laboratório da Margres efetua diferentes testes de controlo de qualidade às suas pastas, produto seco e cozido e produto polido. Relativamente às pastas, os testes são realizados à barbotina dos tanques da secção de preparação de pastas. Já o controlo do produto seco e cozido é feito à saída dos secadores e dos fornos respetivamente. Quanto ao produto polido, o seu controlo é efetuado à saída da secção de polimento.

Na tabela 3 encontram-se descritos os controlos realizados nas etapas referidas bem como a sua frequência, amostragem e respetiva variável medida.

**Tabela 3: Plano de controlo das pastas, produto seco, cozido e polido. Adaptada de [15]**

Etapa	Nome do controlo	Frequência	Amostragem	Variável medida
Preparação de pastas	Densidade	Semanal	1 picnómetro de pasta	Densidade
	Viscosidade	Semanal	1 taça de Ford de pasta	Viscosidade
	Resíduo	Semanal	1 picnómetro de pasta	% de material >45µm
	Cor	Por campanha de produção	1 pastilha	Cor ( $\Delta E$ )
Secagem	Humidade residual	Semanal	2 peças secas	% de humidade residual
	Resistência mecânica (EN ISO 10545-4)	Por campanha de produção	1 fiada de peças secas	Resistência à flexão
Cozedura	Resistência mecânica (EN ISO 10545-4)	Diário	1 fiada de peças cozidas	Resistência à flexão
	Absorção de água (EN ISO 10545-3)	Diário	Provetes cortados de 1 fiada de peças cozidas	% de absorção de água
	Controlo da mancha	Diário	1 peça cozida	Mancha
	Engobe tardoz	Diário	1 fiada de peças cozidas	Quantidade de engobe tardoz
	Resistência química (EN ISO 10545-13)	1ª produção de cada produto	2 peças	Resistência a agentes químicos
	Resistência às manchas (EN ISO 10545-14)			Resistência às manchas
	Resistência à abrasão profunda (Produto UGL) (EN ISO 10545-6)			Volume de material removido
	Resistência à abrasão superficial (Produto GL) (EN ISO 10545-7)			Classificação PEI
Polimento	Resistência às manchas (EN ISO 10545-14)	1º polimento de cor ou decorado novo	2 peças	Resistência às manchas
	Resistência química (EN ISO 10545-13)			Resistência a agentes químicos
	Resistência à abrasão superficial (Produto GL) (EN ISO 10545-7)			Classificação PEI

**a) Densidade**

É colocado o picnómetro na balança e tara-se a mesma. De seguida enche-se com a barbotina a analisar, coloca-se a tampa e deixa-se sair o excesso pelo orifício. Lava-se o

picnómetro com o orifício tapado e seca-se recorrendo a um pano. Por fim pesa-se o conjunto picnómetro e suspensão. A densidade ( $\text{g.dm}^{-3}$ ) é obtida multiplicando o peso registado na balança por 10, uma vez que o volume de barbotina é sempre de  $100 \text{ cm}^3$ .

Nota: o controlo de densidade é realizado não só para as pastas, mas também para o vidro, *spray*, tintas e engobe tardoz. [15]

### b) Viscosidade

Agita-se a suspensão e enche-se a taça de Ford tapando o orifício inferior com um dedo. Destapando de seguida o orifício, deixa-se escoar a suspensão até esvaziar a taça, controlando o tempo de escoamento com um cronómetro. O resultado final é o tempo total em segundos (s) que a suspensão levou a escoar. [15]

### c) Resíduo

Enche-se o picnómetro com a barbotina a analisar e pesa-se, calculando-se a sua densidade. Faz-se passar a suspensão por um peneiro de  $45 \mu\text{m}$  e o resíduo é lavado e colocado na estufa, pesando-se posteriormente. A percentagem de resíduo por litro de barbotina é dada pela equação 8:

$$\% \text{ de resíduo} = \frac{\text{Peso do resíduo}}{\text{Peso de sólidos na barbotina}} \times 100 \quad \text{eq. (8)}$$

onde o peso de sólidos na barbotina é calculado tendo em conta a percentagem de sólidos, através da equação 9:

$$\text{Peso de sólidos na barbotina} = \frac{\frac{d}{10} \times \% \text{ de sólidos}}{100} \quad \text{eq. (9)}$$

e em que  $d$  é a densidade da barbotina.

A percentagem de sólidos é, por sua vez, calculada conforme a equação 10 (fórmula de Brongniart):

$$\% \text{ de sólidos} = \frac{(d-1000) \times \frac{ds}{ds-1}}{d} \times 100 \quad \text{eq. (10)}$$

onde  $ds = 2,6$  (valor considerado para a densidade teórica dos sólidos). [15]



**d) Cor**

Pesam-se 500 ml da barbotina a controlar num recipiente e vai à estufa (100-250 °C, tempo mínimo de 1 h). De seguida, humidifica-se o pó com 15 ml de água, desagrega-se com o auxílio de uma picadora ou de um pilão e passa-se por um peneiro com abertura de malha de 45 µm. Do pó obtido são feitas pastilhas (utilizando um a pressão de 450 kg.cm<sup>-2</sup>) que são novamente secas na estufa e de seguida cozidas no forno industrial. A cor é controlada recorrendo-se a um colorímetro, que lê as coordenadas cromáticas (L,a,b) da pastilha a analisar e de uma pastilha STD. O colorímetro mede assim o valor da variação das coordenadas ( $\Delta E$ ). [15]

**e) Humidade residual**

São pesadas peças secas e colocadas na estufa (100-250 °C, tempo mínimo de 2 h). Depois de arrefecidas, estas são novamente pesadas. A percentagem de humidade residual é dada pela equação 1. [15]

**f) Resistência mecânica em seco e em cozido**

Este controlo é realizado pelo mesmo método que no caso das matérias-primas e recorrendo-se à equação 7. Utiliza-se agora como amostra não uma pastilha mas uma peça seca e cozida respetivamente e a distância inter-apoios (L) utilizada é, neste caso, de acordo com valores tabelados. [15]

**g) Absorção de água**

Da peça cozida é cortada uma amostra (provete). O procedimento realizado é o mesmo que é utilizado nas matérias-primas, iniciando-se com a pesagem do provete. [15]

**h) Controlo da mancha**

A peça é riscada recorrendo a um marcador (Edding 3000, *permanent marker*) até obter uma mancha com dimensão mínima de 1 cm<sup>2</sup>, deixando-se a peça secar durante 1 minuto. De seguida cobre-se a amostra com álcool em abundância e seca-se com papel

absorvente. Repete-se o passo anterior. A mancha é por fim classificada recorrendo a uma tabela. [15]

#### **i) Engobe tardoz**

A quantidade de engobe tardoz é analisada visualmente e classificada. A quantidade normal acontece quando o engobe não cobre toda a superfície tardoz da peça (ou seja, tanto relevos altos como baixos). [15]

#### **j) Resistência às manchas (EN ISO 10545-14)**

Para avaliar a resistência às manchas de um determinado produto começa por limpar-se uma peça e aplicam-se 3 a 4 gotas de um agente manchante em diferentes zonas da superfície da mesma. No caso do produto não vidrado, utilizam-se como agentes manchantes um verde, um vermelho e por fim um azul-de-metileno e as manchas são cobertas com um vidro de relógio, durante 24 h. Depois de lavadas, as manchas são classificadas visualmente recorrendo a uma tabela (Mancha: 1 – Não visível; 2 – Pouco visível; 3 – Algo visível; 4 – Visível; 5 – Muito visível). No caso do produto vidrado utiliza-se ácido cítrico (15 min) e hidróxido de potássio (120 min) e a classificação do ataque é feita pelo teste do lápis HB. [15]

#### **k) Resistência química (EN ISO 10545-13)**

O controlo da resistência química de uma peça cerâmica permite medir a capacidade desta em suportar o ataque de uma base ou de um ácido. Neste teste de controlo, limpa-se a peça e aplicam-se 3 a 4 gotas de reagente em diferentes zonas da superfície da mesma. Tal como no teste anterior, cobrem-se com um vidro de relógio, durante 24 h. As manchas são por fim lavadas por diferentes métodos e classificadas visualmente consoante as alterações na superfície (1 – nenhuma alteração; 2 – ataque ligeiro; 3 – ataque profundo). [15]

### I) Resistência à abrasão profunda (EN ISO 10545-6)

O teste da resistência à abrasão profunda é o que permite determinar a resistência ao desgaste em profundidade. Da peça cozida a controlar é cortada uma amostra (provete com  $10 \times 15 \text{ cm}^2$ ) que é de seguida colocada num abrasímetro (Ceramic Instruments, AP/87), figura 8.a), definindo-se um ciclo de 150 rotações. Depois de decorrido o teste em que o provete sofre a abrasão de um disco rotativo com coríndon ( $80 \mu\text{m}$ ), o provete é limpo e mede-se o comprimento da incisão (mm) recorrendo a um paquímetro. O valor obtido é convertido em volume de material arrancado ( $\text{mm}^3$ ) utilizando uma tabela. [15]

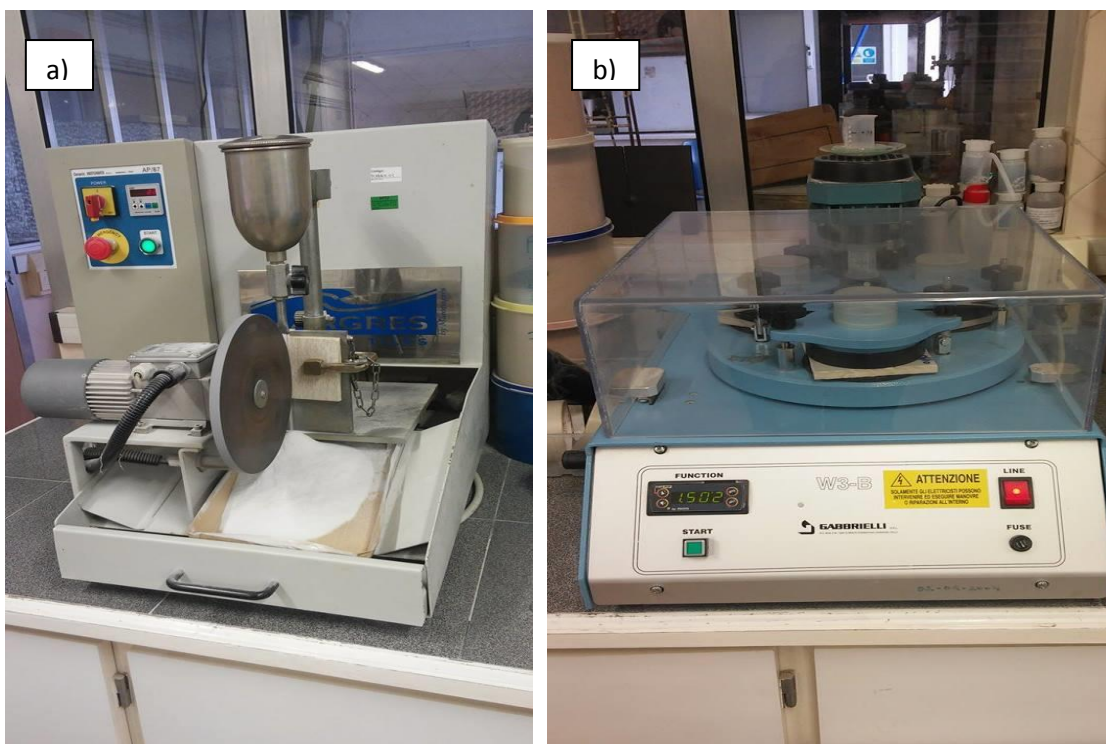


Figura 8: Equipamentos do laboratório da Margres a) abrasímetro profundo; b) abrasímetro superficial. (Fotografias da autora)

### m) Resistência à abrasão superficial (EN ISO 10545-7)

O teste de resistência à abrasão superficial permite determinar a resistência ao desgaste em superfície. Da peça cozida é cortada uma amostra (provete com  $10 \times 13 \text{ cm}^2$ ) que se coloca de seguida num abrasímetro superficial (Gabbrielli W3-B), figura 8.b), juntamente com 20 ml de água e 3 g de bolas de coríndon ( $80 \mu\text{m}$ ), que constituem a carga abrasiva normalizada para o ensaio. Define-se o número de rotações pretendidas e

depois de concluído o teste o provete é limpo e a peça é classificada visualmente de acordo com o índice PEI. [15]

### 2.5.3. Controlo do produto final

Por último, para controlo da qualidade do produto final, o laboratório realiza testes de controlo ao produto na secção de escolha. Na tabela 4 encontram-se descritos para cada controlo a sua frequência, amostragem e respetiva variável medida.

Tabela 4: Plano de controlo do produto final. Adaptada de [15]

Nome do controlo	Frequência	Amostragem	Variável medida
Inspeção visual (EN ISO 10545-2)	2 vezes por semana (produtos naturais) 2 vezes por mês (restantes)	10 peças	Defeitos visíveis
Dimensões (EN ISO 10545-2)			Dimensões das peças
Absorção de água (EN ISO 10545-3)	Por campanha de produção em natural	10 provetes	% de absorção de água
Resistência mecânica (EN ISO 10545-4)		7 peças	Resistência à flexão
Engobe tardoz		10 peças	Quantidade de engobe tardoz
Resistência à abrasão superficial (Produto GL) (EN ISO 10545-7)		3 provetes	Classificação PEI
Resistência ao choque ligeiro (Produto GL)		3 provetes	Resistência ao choque ligeiro
Conservação da cor (EN ISO 10545-16)	1 vez por trimestre por cor	2 provetes	Conservação da decoração
Resistência à abrasão profunda (Produto UGL) (EN ISO 10545-6)	1 vez por mês	2 provetes	Volume de material removido
Resistência química (EN ISO 10545-13)	1 vez por mês por cor	1 peça	Resistência a agentes químicos
Resistência às manchas (EN ISO 10545-14)	1 vez por mês por cor	1 peça	Resistência às manchas

#### a) Inspeção visual (EN ISO 10545-2)

São analisadas visualmente a superfície das peças e anotam-se os defeitos visíveis. A percentagem de peças sem defeito é dada conforme a equação 11: [15]

$$\% \text{ de peças sem defeito} = 100 - \left( \frac{n^{\circ} \text{ de peças com defeito}}{n^{\circ} \text{ total de peças}} \times 100 \right) \quad \text{eq. (11)}$$

**b) Dimensões (EN ISO 10545-2)**

São medidos os 4 lados de 10 peças (uma ou duas caixas selecionadas aleatoriamente) e calcula-se: a média dos comprimentos medidos de cada peça; o desvio percentual da média relativamente à dimensão de fabrico; o desvio percentual da média relativamente à dimensão média das peças; a dimensão média das peças; e o desvio percentual da dimensão média relativamente à dimensão de fabrico.

São medidas ainda as espessuras no centro dos 4 lados de cada peça e calcula-se: a espessura média de cada peça, a média das espessuras médias de todas as peças; e o desvio real e percentual relativamente à espessura de fabrico. [15]

**c) Resistência ao choque ligeiro**

São cortados 3 provetes a partir de 3 peças diferentes. Prepara-se a resina adesiva e coloca-se no tardo das 3 amostras. Exerce-se pressão e aplicam-se na laje de betão afastadas entre si, deixando secar durante 24 h. Depois de posicionados os provetes deixa-se cair a bola verticalmente de uma altura de 1 m, recorrendo a um tubo de plástico, de maneira a que o seu ponto de impacto se situe num círculo de 2 cm de diâmetro em torno do centro da amostra, podendo a bola só bater uma vez nesta. Observa-se a superfície e mancha-se com tinta em torno do ponto de impacto, deixando secar durante 1 min. Limpa-se com álcool e um pano seco. A classificação e análise dos resultados são feitas segundo o anexo 7 do CAHIER 3735 (Cahiers du CSTB, Julho de 2013). [15]

Por fim, são realizados ainda testes de controlo uma vez por ano ao produto final (1 caixa de peças) por um laboratório externo, nomeadamente a: dimensões e aspeto (EN ISO 10545-2); absorção de água (EN ISO 10545-3); resistência ao gelo (EN ISO 10545-12); resistência às manchas (Produto GL) (EN ISO 10545-14); resistência ao choque térmico (EN ISO 10545-9); dilatação convencional à humidade (EN ISO 10545-10); resistência à fendilhagem (Produto GL) (EN ISO 10545-11); coeficiente de dilatação térmica linear (EN ISO 10545-8); ensaio de Mazaud (uma vez por trimestre por série);

resistência à rolagem pesada; resistência ao choque pesado (uma vez por trimestre); resistência aos químicos domésticos e aditivos para águas de piscinas (uma vez por semestre). Também uma vez por ano é feito um controlo de radioatividade pelo ITN a uma referência com maior percentagem de Zr já certificada (300 g) e uma referência com maior percentagem de Zr a certificar (300 g). [15]







# Capítulo 3

---

**Levantamento e análise estatística de defeitos**



### **3. Levantamento e análise estatística de defeitos**

Um objeto cerâmico diz-se defeituoso sempre que apresenta imperfeições que o tornem inutilizável, que reduzam as suas características técnicas ou que o tornem esteticamente menos atraente fazendo com que o cliente o rejeite. [16]

Os defeitos podem surgir associados a qualquer etapa do processo de fabrico, podendo estar associados às próprias matérias-primas ou à preparação (composição) da pasta e vidrado mas também podem ser causados devido às condições de prensagem, secagem, vidragem, cozedura ou mesmo de transporte. [16] Nesse sentido, uma peça pode conter defeitos no suporte, no vidrado ou em último caso em ambos.

Uma vez que a deteção de um defeito na etapa da escolha tem como consequência a sua desclassificação reduzindo o seu valor comercial, torna-se de extrema importância o estudo das potenciais causas ao seu aparecimento e a rápida intervenção para que este não volte a ocorrer. É importante também o controlo periódico nas várias etapas de processamento de modo a serem conhecidas as condições exatas de fabrico e ser mais fácil atuar no caso de ocorrerem falhas no produto. [16]

O presente capítulo começa por apresentar o método de classificação do produto final utilizado nas linhas de escolha da Margres. Relativamente ao levantamento de defeitos, é apresentada a metodologia adotada para a sua identificação e catalogação, bem como a listagem de todos os defeitos encontrados durante o período de estágio e as suas causas associadas sempre que conhecidas. Para posterior análise estatística de defeitos, apresenta-se a metodologia adotada para a recolha de dados e o seu estudo estatístico e, por fim, os resultados obtidos e a respetiva discussão, incluindo medidas de prevenção/soluções para os defeitos encontrados, tendo em conta as causas associadas conhecidas e previamente descritas.

#### **3.1. Classificação do produto final**

Antes do levantamento de defeitos e recolha de dados para o estudo estatístico, foi necessário conhecer o método de classificação do produto final usado nas linhas de escolha. Como já referido, a função de um escolhedor nesta etapa é classificar o produto em níveis de qualidade, onde a 1ª escolha é uma classe que não pode incluir defeitos

nem diferenças de tonalidade (exceto em produtos destonalizados, cujo termo se atribui a produtos com variações de tonalidade intencionais padronizadas). [15]

Por outro lado, a Comercial é uma classe que pode incluir peças com pequenas diferenças de tonalidade e pequenos defeitos visíveis a olho nu, ou seja, peças ligeiramente manchadas, pintas em quantidade reduzida, cantos partidos muito pequenos, pequenos defeitos de biselamento, pequenos defeitos de aplicação de vidros/tintas, pingos, riscos e pequenos defeitos de sujidade na superfície. [15]

Por fim, a 3ª escolha é uma classe que pode incluir mistura de tonalidades e defeitos visíveis a olho nu, nomeadamente material manchado, com pintas, cantos partidos pequenos, enfolado, falta de pó fino (para materiais obtidos por dupla carga), defeitos de biselamento, defeitos de polimento, defeitos na aplicação de vidros/tintas, pingos, riscos e defeitos de sujidade na superfície. Defeitos de maior dimensão levarão o material a ser classificado como caco. [15]

Quando o material é escolhido antes de ser polido ou amaciado e retificado, existem ainda duas classes em que podem ser divididos: para polir e para retificar/amaciar. A primeira é uma classe de 1ª escolha que não pode incluir diferenças de tonalidade mas pode incluir defeitos na superfície e/ou arestas do material. A segunda é também uma classe de 1ª escolha que não pode incluir diferenças de tonalidade nem defeitos na superfície mas pode incluir defeitos nas arestas do material. [15]

Para que o escolhedor consiga classificar de forma correta o material, deve posicionar-se a uma distância entre 0,5 e 1 m do produto. É fundamental também a correta iluminação da mesa de escolha que é feita através de lâmpadas fluorescentes com potência de 36 ou 54 W, colocadas a uma distância de 1,20 m ( $\pm 0,2$  m) da mesa, com temperatura de cor de 5300 K. [15]

### **3.2. Levantamento de defeitos**

Depois de conhecidos o processo produtivo da Margres (isto é, as etapas que decorrem desde a receção das matérias-primas até à obtenção do produto final) e o método de classificação do produto final, o passo seguinte foi conhecer os defeitos que aparecem nos seus produtos. Foi na etapa de inspeção final que durante duas semanas foi tomado o contacto com os defeitos que mais usualmente estão associados ao grés

porcelânico e as suas causas mais comuns. Para isso, foram abertas paletes de material em Comercial e 3ª escolha de várias séries e referências tendo-se fotografado os diferentes defeitos e discutido as várias causas inerentes a cada um. Para esta análise foi também necessário o acompanhamento mais detalhado das várias etapas do processo da Margres. Posteriormente, complementou-se a lista de defeitos encontrados com a deteção de outros defeitos mais esporádicos num período de tempo mais alargado, já na etapa de escolha.

Na secção seguinte apresenta-se a listagem de defeitos encontrados e as suas respetivas causas associadas, sempre que foi possível identificá-las.

### 3.2.1. Defeitos do produto da Margres

**Altos:** podem ser provocados, por exemplo, por um mau carregamento da prensa ficando uma pequena zona da peça com excesso de pó, ou pela presença de uma contaminação com material orgânico (como plásticos, pedaços das telas transportadoras ou insetos) que durante a cozedura levem à formação de uma elevação da superfície (figura 9.a)), caracterizada internamente por material queimado de cor negra (figura 9.b)).

**Aresta danificada:** aresta da peça partida, esmurrada ou lascada (figura 9.c)), devido do choque de umas peças contra as outras, contra as guias de transporte ou contra as paredes do secador, da câmara de vidragem, do forno, da máquina de escolha automática, etc. durante o transporte nas linhas.

**Biselamento não uniforme:** biselamento com dimensão variável ao longo da aresta, que ocorre geralmente quando existem diferenças de espessura na peça ou quando esta chega torcida aos discos de biselamento. Quando estes discos estão desgastados, o biselamento fica também irregular, com um aspeto martelado (figura 9.d)). Por fim, é também considerado biselamento não uniforme sempre que um dos lados não ficar biselado, quando a peça é menor do que as dimensões estabelecidas, o que por vezes acontece após a etapa de corte.

**Bolhas:** pequenas elevações da superfície da peça com aspeto fechado (figura 10.a)), que resultam de desgaseificações no suporte ou no vidrado durante a etapa de cozedura ou da temperatura local do forno elevada. Podem também ter outras origens como será posteriormente averiguado no capítulo 5.

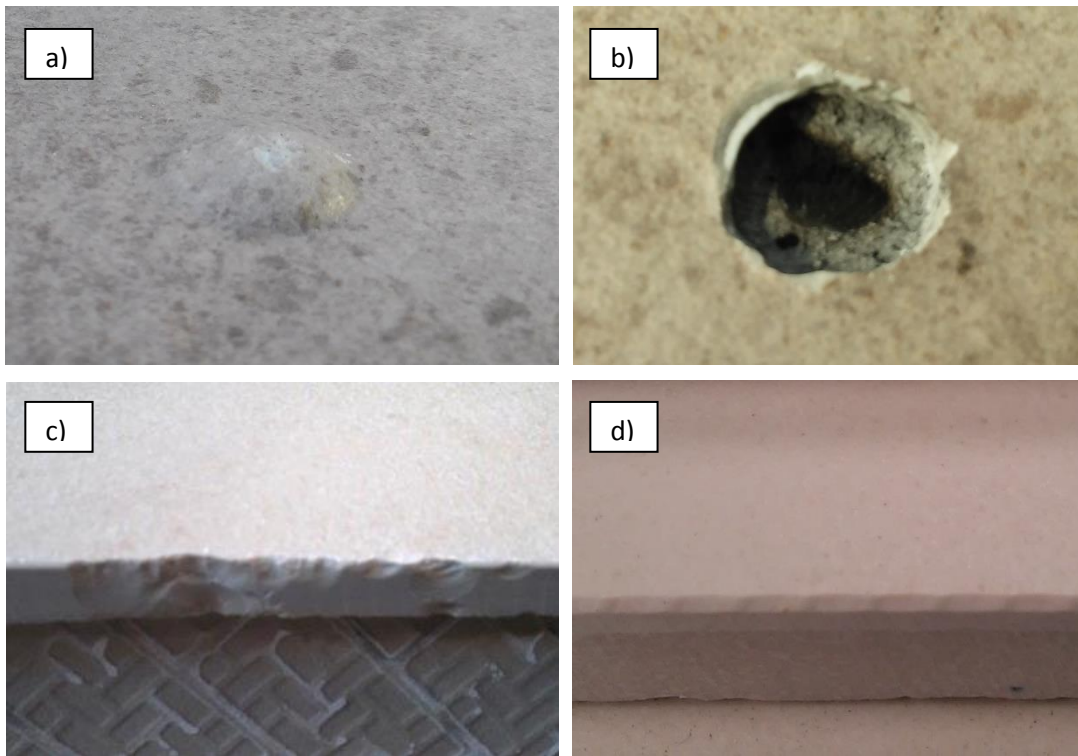


Figura 9: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) alto; b) interior de um alto provocado por contaminação orgânica; c) aresta danificada; d) biselamento não uniforme. (Fotografias da autora)

**Buraco:** depressão funda na superfície da peça cerâmica (figura 10.b)). É um defeito mais comum do produto Polido ou Amaciado onde a sujidade superficial é arrancada pelas pedras de polimento, ficando buracos na sua superfície com aspeto de picadas de uma faca. No caso do material Natural ou Natural Retificado pode corresponder a bolhas que rebentaram no forno.

**Cantos:** cantos das peças partidos (figura 10.c)) ocorridos tanto em cru como cozido e originados principalmente durante o transporte devido ao choque de umas peças contra as outras ou contra as guias de transporte, as paredes do secador, da câmara de vidragem do forno, etc., sendo retirada uma porção de material. Na etapa do corte (retificação) pode também ser retirado não propositadamente parte do canto, pelo corte deficiente da peça ou pelo desgaste do diamante de corte.

**Colado (da prensa):** pequenas depressões na superfície da peça (figura 10.d)) provocadas durante a etapa de prensagem, onde o pó cerâmico fica agarrado ao cunho de face da prensa, ficando o corpo verde com falta de pó na superfície (negativo).

**Defeito de decoração:** zona da peça com excesso ou falta de tinta (figura 11.a)) relativamente à peça tomada como referência (padrão a manter). Quando são defeitos provocados pela impressora *KeraJet*, podem corresponder a uma pequena zona ou

mesmo a uma faixa ou risco ao longo do comprimento da peça, sempre que um ou mais bicos da impressora se encontrem obstruídos ou que a peça entre torcida na linha. No caso de defeitos provocados pelos rolos *Rotocolor*, estes podem ocorrer quando uma peça entra também torcida na linha, ficando as partes laterais com falta de tinta ou quando os alvéolos do rolo se encontrem entupidos ficando determinada zona com ausência de decoração.

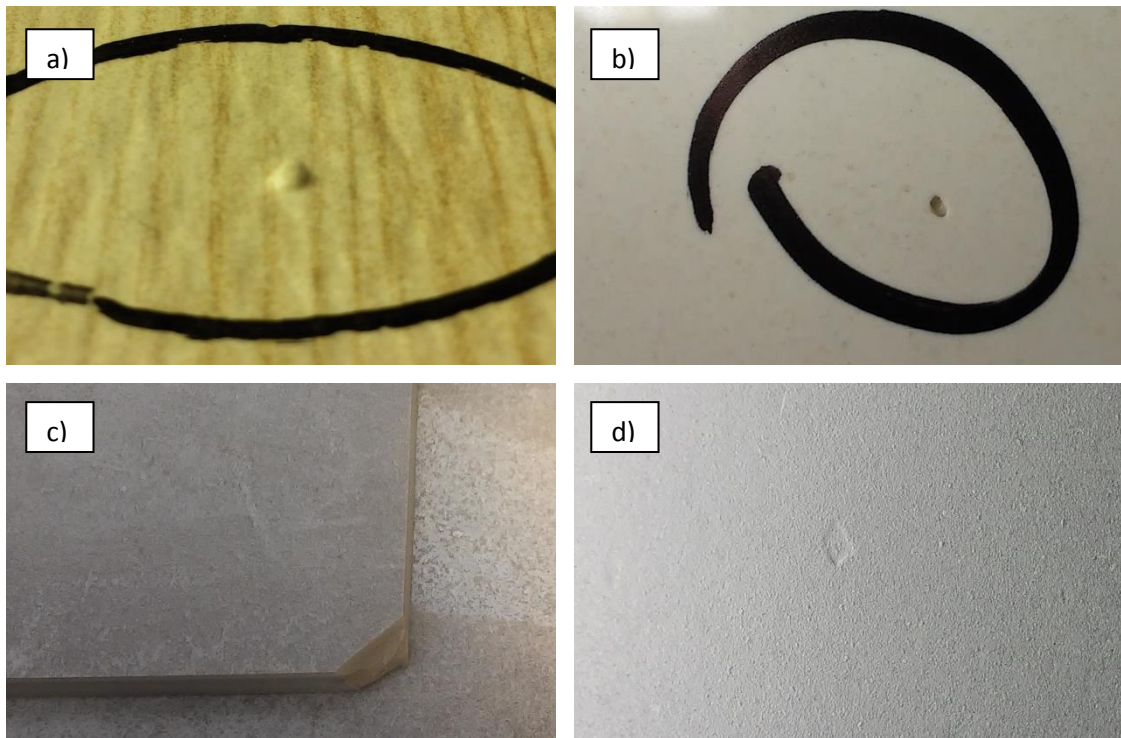


Figura 10: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) bolha; b) buraco; c) canto partido; d) colado da prensa. (Fotografias da autora)

**Enfolado:** defeito provocado por bolsas de ar que se escapam com velocidade excessiva durante a prensagem e que fazem com que a peça no forno não densifique como um todo. Pode estar associado ao pó demasiado seco ou demasiado húmido e, no caso do duplo carregamento, este defeito pode ocorrer devido ao excesso de pó micronizado. É visível através de fissuras na superfície do ladrilho que podem ter um aspeto ramificado ou circular (figura 11.b)).

**Escovas:** defeito provocado na etapa da escolha, que inicia com a limpeza das peças com ar e com escovas de limpeza. Quando a linha pára durante alguns minutos, uma peça se encontra em contacto com as escovas (que não param com a paragem da linha) criam um efeito de fricção e calor marcando a superfície da peça.

**Excesso ou falta de vidro:** zonas da peça com vidro a mais ou que não foram vidradas, respetivamente. O excesso de vidro ocorre geralmente da paragem da linha, ficando a peça estagnada na câmara de vidragem. Já a falta de vidro pode acontecer quando existem peças sobrepostas, avarias nas bombas ou bicos de pulverização entupidos.

**Falta de desbaste:** ocorre quando o polimento não é uniforme ao longo de toda a superfície da peça cerâmica. Com maior incidência nos cantos, está geralmente associado a problemas de carregamento ou de empeno da peça, quando os cantos e/ou partes laterais são mais baixos relativamente ao seu centro, não sendo atingidas pelas pedras de polimento. Uma zona com falta de desbaste apresenta menos brilho do que a restante superfície (figura 11.c)).

**Granilha não uniforme:** a granilha não se encontra uniformemente distribuída ao longo da peça (figura 11.d)), devido à presença de golpes, sujidade ou aglomerados no tapete, ao desnivelamento ou má regulação do alimentador de granilha ou ainda devido à escassez de cola na peça.

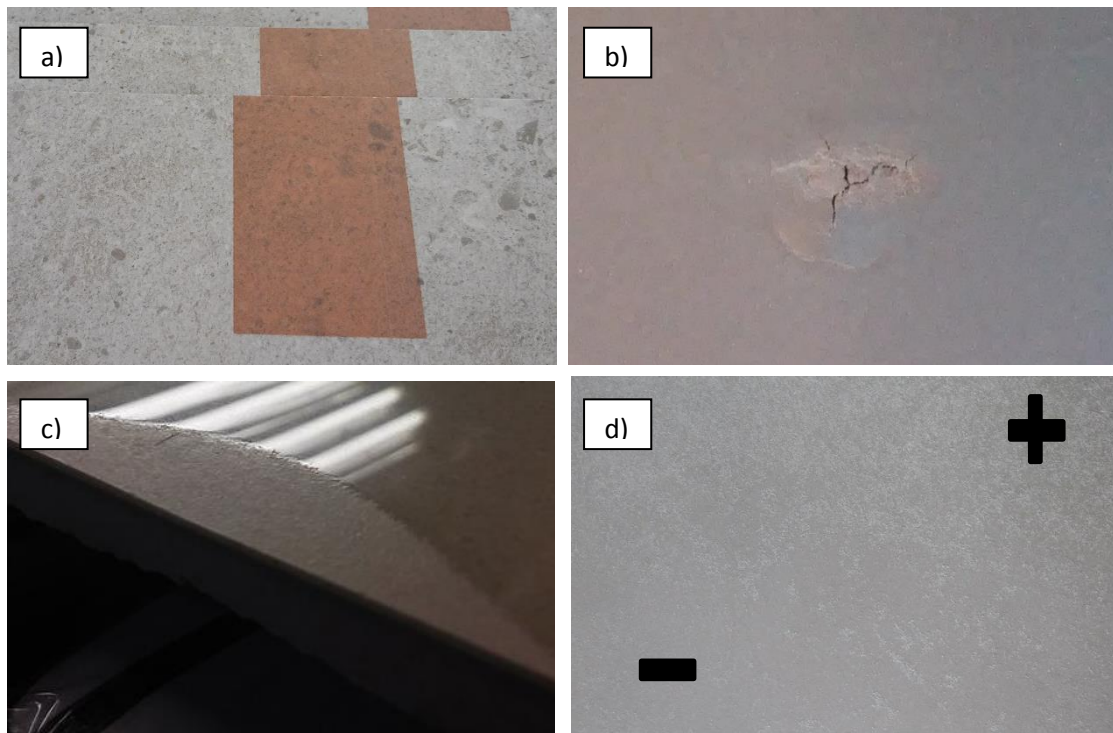


Figura 11: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) defeito de decoração; b) enfolado; c) falta de desbaste; d) granilha não uniforme. (Fotografias da autora)

**Manchado:** manchas não propositadas que contrastam com resto da peça. No caso de materiais feitos por várias misturas de pós (diferentes carregamentos), pode ser



caracterizado por uma agregação de um pó de determinada tonalidade com dimensão considerável ou por falta deste (figura 12.a)). A origem das manchas pode, no entanto, ser muito mais diversificada, por exemplo, por heterogeneidade do pó, absorção de óleos/líquidos ou outras, como será averiguado no capítulo 5.

**Nicado/lascado:** pequeno fragmento de material destacado dos cantos ou do biselamento (figura 12.b) e 12.c), respetivamente), resultante do choque entre peças ou contra as guias de transporte e outros equipamentos ao longo do processo de fabrico. É um defeito maioritariamente provocado após cozedura e grande parte ocorre durante a etapa de polimento e retificação.

**Pingos da digital:** manchas e pingos de tinta (figura 12.d)), provocados pela condensação de tinta da *KeraJet* ou de água/vapor (no caso das peças se encontrarem demasiado quentes) durante a impressão digital do padrão na peça.

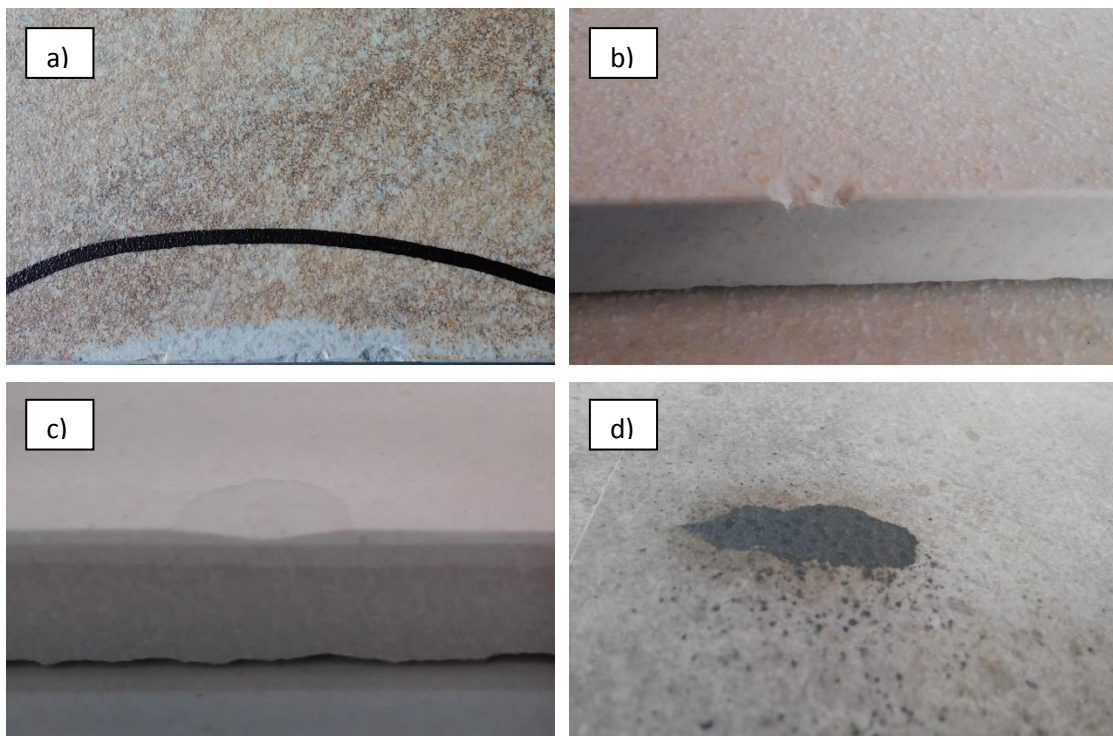


Figura 12: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) manchado; b) nicado; c) lascado; d) pingo da digital. (Fotografias da autora)

**Pingos de engobe:** caracteriza-se por pingos de condensação de engobe com aspeto espalmado e brilhante na superfície das peças (figura 13.a)).

**Pingos de vidro:** gotas de vidro na superfície da peça de tonalidade branca (figura 13.b)). Este defeito pode ser associado à nebulização excessiva de vidro, levando à acumulação de gotas em certos pontos da câmara de vidragem e posterior condensação.

**Pingos do forno:** depressões causadas por pingos que penetraram a superfície da peça, provenientes do teto do forno (figura 13.c)). Podem ocorrer devido à condensação de certos componentes voláteis do vidro em contacto com zonas mais frias do forno.

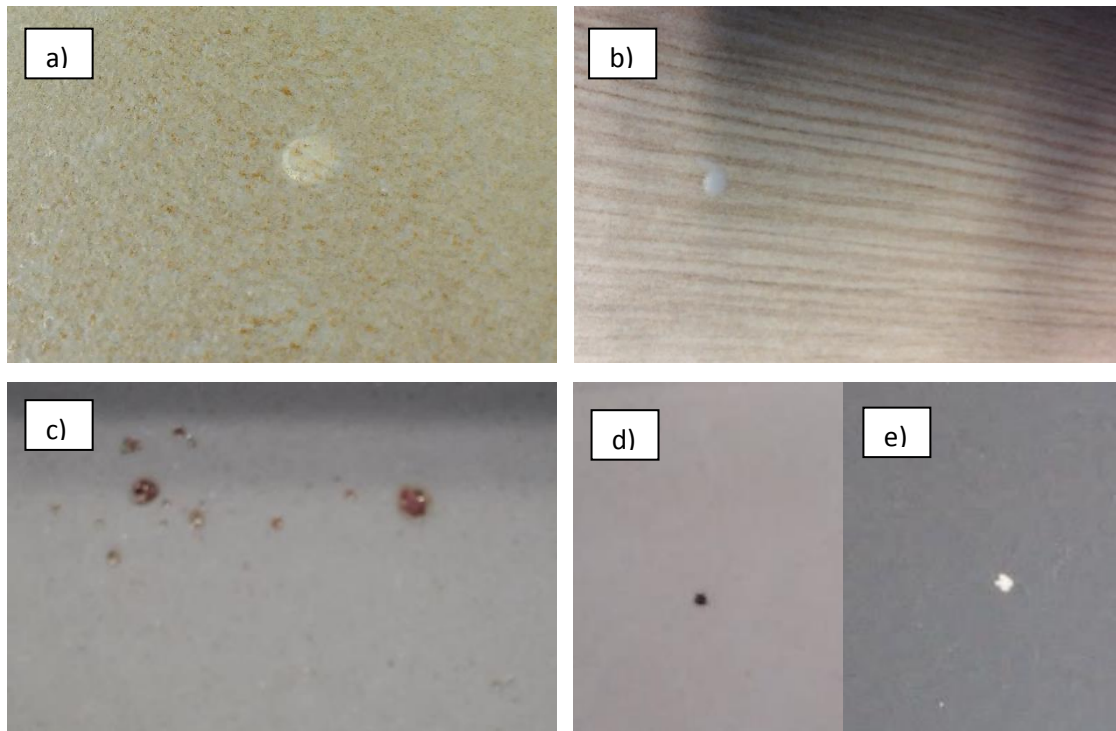


Figura 13: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) pingo de engobe; b) pingo de vidro, c) pingos do forno; d) pinta preta; e) pinta branca. (Fotografias da autora)

**Pintas:** pontos na superfície da peça (figuras 13.d) e 13.e)), que podem ter origem em diferentes tipos de contaminação, por exemplo, devido à presença de partículas de ferro na pasta ou no vidro. Em alguns casos observa-se também pintas resultantes de resíduos da bomba de vidragem (figura 14.a)), óleos, tintas e outras origens a averiguar no capítulo 5. Por último, no material obtido por duplo carregamento, a camada superior pode expor aglomerados da camada inferior sob a forma de pintas (caroços).

**Rachado:** fratura ocorrida na massa da peça (figura 14.b)) devido a um aquecimento/arrefecimento brusco do material. Pode ainda ocorrer devido ao impacto de peças na linha durante o transporte ou a anomalias na prensagem, nomeadamente na

extração das peças. Quando este defeito é difícil de detetar recorre-se a um martelo na etapa da escolha e caso a peça se encontre rachada, esta parte.

**Raspado/Riscado:** peça não se encontra lisa em toda a sua superfície (figura 14.c)) devido ao transporte na linha de vidragem, entrada e saída no secador/forno, contacto da superfície da peça com as guias de transporte, etc.

**Riscos de corte e polimento (amacramento):** riscos na superfície do corpo cerâmico criados durante a etapa de corte e polimento (amacimento). Os primeiros caracterizam-se por riscos em linha reta ao longo de todo o comprimento da peça (figura 14.d)). Os segundos, mais comuns, apresentam uma forma circular provocado pelas pedras de polimento (ou amaciamento, respetivamente). Podem também ser associadas a material que se parte nesta etapa, riscando a peça pela ação das ferramentas de polimento e ainda ao corte deficiente da peça ou desgaste do diamante de corte.

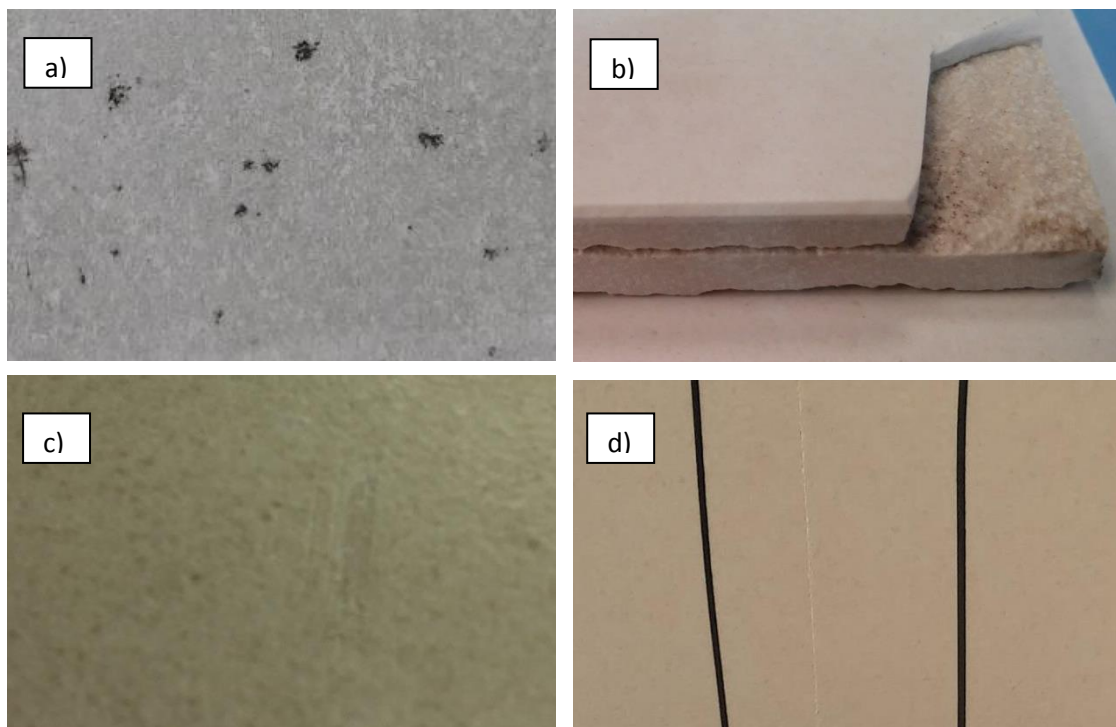


Figura 14: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) resíduos da bomba de vidragem; b) rachado; c) raspado; d) risco de corte. (Fotografias da autora)

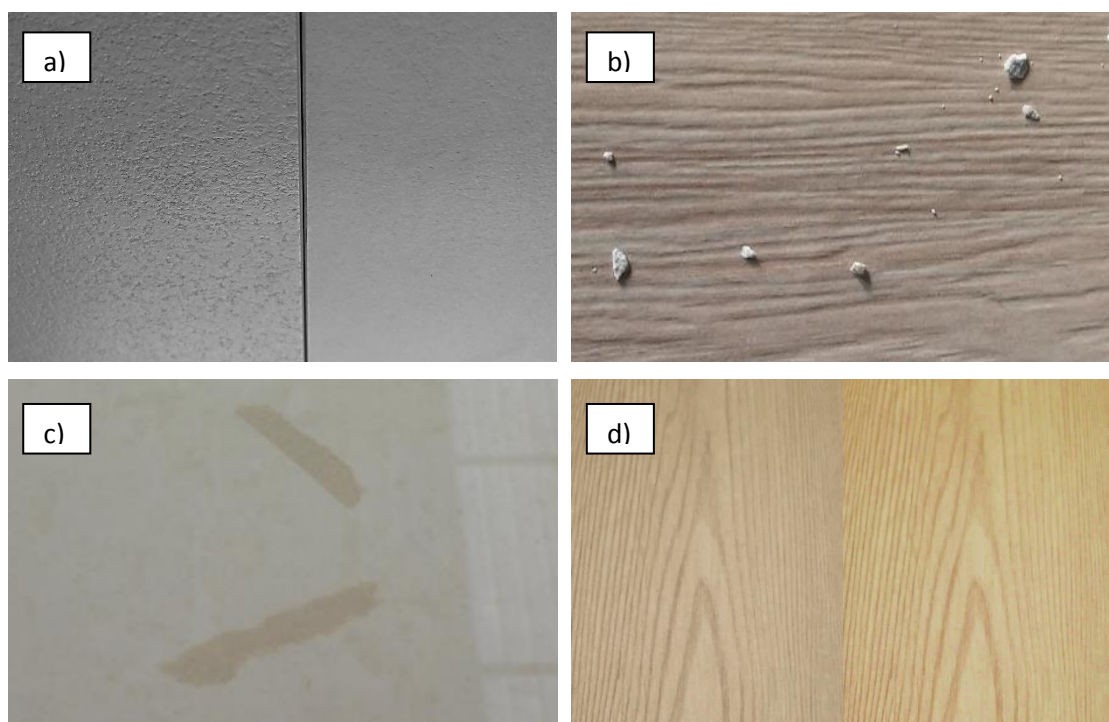
**Rugosidade superficial:** peça que apresenta maior rugosidade ou irregularidades de superfície (figura 15.a)). Este defeito pode ser provocado durante a prensagem, por

exemplo, devido ao desgaste dos cunhos de face ou impurezas/sujidade na peça. Pode ter também outras causas associadas como será investigado no capítulo 5.

**Sujidade superficial:** pequenos corpos que ficam colados à superfície da peça (figura 15.b)). Podem ser pequenos grãos de areia que se encontrem à saída da prensa, mas também pedaços de maior tamanho provenientes das peças que partiram ou esmurraram durante o transporte. Podem ainda ser resultado do empilhamento de peças nas vagonas onde as rebarbas caem de umas peças para as outras ou resultar de peças que rebentaram no forno.

**Terra-base:** defeito que ocorre em peças cerâmicas produzidas por duplo carregamento, em que a camada inferior fica visível à superfície sob a forma de uma mancha (figura 15.c)) ou sob a forma de pigmentação, geralmente devido à não uniformidade da espessura da camada de micronizado.

**Tonalidade:** peças apresentam um tom mais claro ou mais escuro relativamente à peça padrão (figura 15.d)). Este defeito pode resultar da variação da temperatura de cozedura no forno (por falhas de alimentação, por exemplo), de variações na aplicação da decoração ou do carregamento heterogéneo de pós. Geralmente, as diferenças de tonalidade levam à mudança de lote.



**Figura 15: Exemplos de defeitos no produto da Margres: a) peça rugosa à esquerda e peça lisa à direita; b) sujidade superficial; c) terra-base; d) tonalidade (Fotografias da autora)**

### 3.3. Análise estatística de defeitos

A contagem de defeitos para posterior estudo estatístico desenvolveu-se durante quatro meses nas linhas de escolha da Margres. Recorrendo-se à folha em anexo (anexo A), era identificado o tipo de superfície do material em estudo, juntamente com a sua referência, lote, formato e número de peças observadas. Já na tabela, sempre que uma peça defeituosa passava na linha, era indicado o defeito e a sua respetiva classificação (Comercial, 3ª escolha ou Caco). No final de cada recolha, era calculada a percentagem de cada defeito encontrado, bem como a percentagem de cada classificação. Cada folha era identificada com um número e posteriormente inserida num ficheiro *Excel* a partir do qual se construíram diagramas de Pareto para a análise estatística pretendida.

Um diagrama de Pareto consiste num gráfico de barras ordenadas por frequência decrescente, em que cada barra representa cada ocorrência e o nº de ocorrências (ou frequência), ao qual se adiciona a respetiva curva cumulativa (frequências acumuladas percentuais). O princípio de Pareto refere que “80 % dos problemas são causados por 20 % das causas/ocorrências”, ou seja, 80% dos problemas existentes num processo de produção são originados por 20% das respetivas causas/ocorrências, sendo nessas que devem incidir os esforços de melhoria da organização. Tendo em conta essa premissa, traçando uma linha horizontal nos 80% e projectando-a no eixo das abcissas, facilmente ficam representados os defeitos que exigem maior atenção por parte da Margres.

Dados referentes ao primeiro trimestre de 2016 indicam que entre janeiro e março passou pela escolha da Margres 33,6 % de material em acabamento Natural, 17,4 % em acabamento Polido/Amaciado e 49,0 % em acabamento Natural Retificado. Deste material, 84,5 % foi classificado como material de 1ª escolha, 6,5 % como material de escolha Comercial, 8,5 % foi classificado como material de 3ª escolha e 0,5 % como caco (isto é, 15,5 % de peças com defeito desclassificadas).

Para análise estatística foram observadas durante o estágio, nas linhas de escolha, 368 189 peças de 16 séries diferentes (cada uma com 2 a 5 referências) e em diferentes acabamentos, correspondentes a um total de 97 246 m<sup>2</sup>, sendo 29,7% das peças observadas em acabamento Natural, 15,1 % em acabamento Polido/Amaciado e 55,2 % em acabamento Natural Retificado. De todas as peças observadas, 46 122 peças possuíam defeitos visuais visíveis a olho nu, equivalendo a um total de 12,5 %.

É de referir que a estatística efetuada não teve em conta defeitos dimensionais, de calibrador/planar, sendo por isso a percentagem efetiva de defeitos da Margres

ligeiramente superior. Faz-se notar também que parte das peças observadas possuíam mais do que um tipo de defeito. Nestes casos, só foi considerado o defeito mais significativo de modo a que o número de defeitos observados coincidissem com o número de peças defeituosas (e, por isso, desclassificadas) e que das três linhas de escolha da Margres apenas se acompanharam duas delas, uma vez que a restante se encontrava sempre em escolha automática.

Os resultados obtidos são os que a seguir se apresentam.

### 3.3.1. Análise estatística por acabamento de superfície

Nas figuras 16 a 18 apresentam-se os diagramas de Pareto para os diferentes tipos de acabamento: acabamento Natural, acabamento Polido/Amaciado e acabamento Natural Retificado. É de referir que foram excluídos do material Natural Retificado o material antiderrapante e das séries A e F, cujos diagramas de Pareto se apresentam em separado, mais à frente. Na tabela 5 apresenta-se, para cada tipo de acabamento, as séries em estudo, a quantidade de peças observadas, a percentagem de peças em 1ª escolha, comercial e 3ª escolha e ainda a quantidade de peças defeituosas encontradas e a sua respetiva percentagem. Por fim, apresenta-se os principais defeitos para cada acabamento, ou seja, aqueles que perfazem um total de 80 % relativos ao princípio de Pareto (defeitos à esquerda da linha a tracejado).

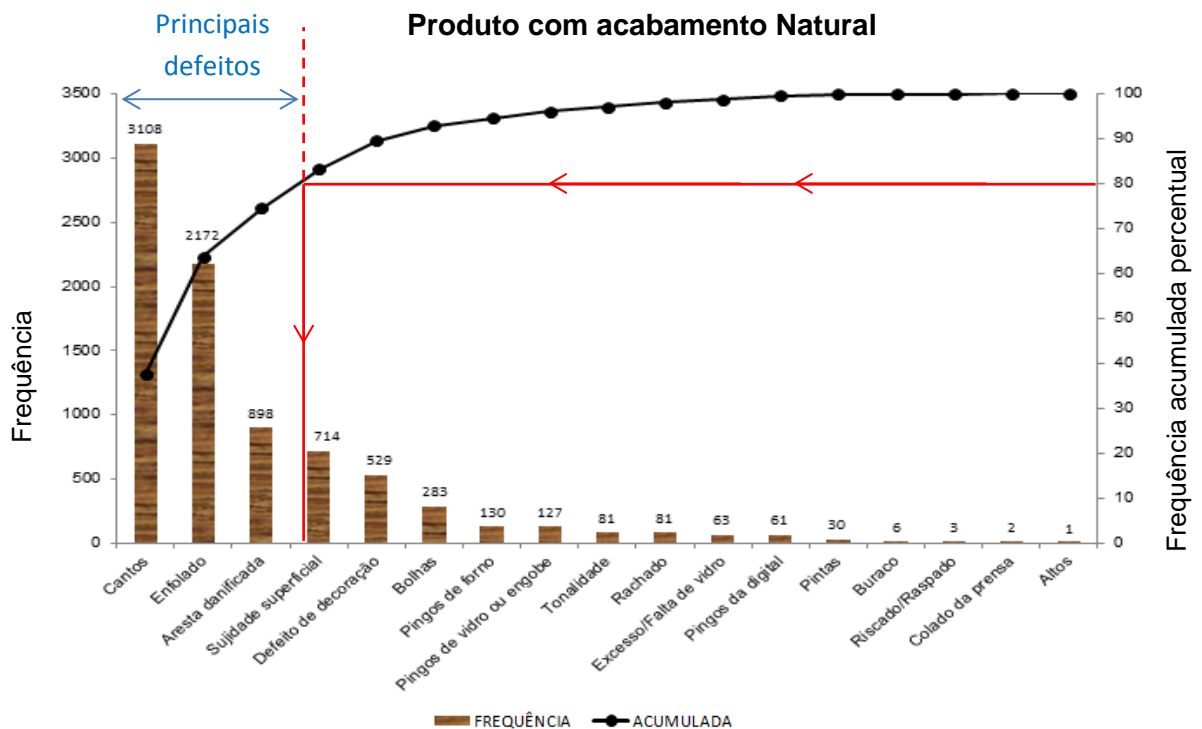


Figura 16: Diagrama de Pareto para o produto com acabamento Natural.

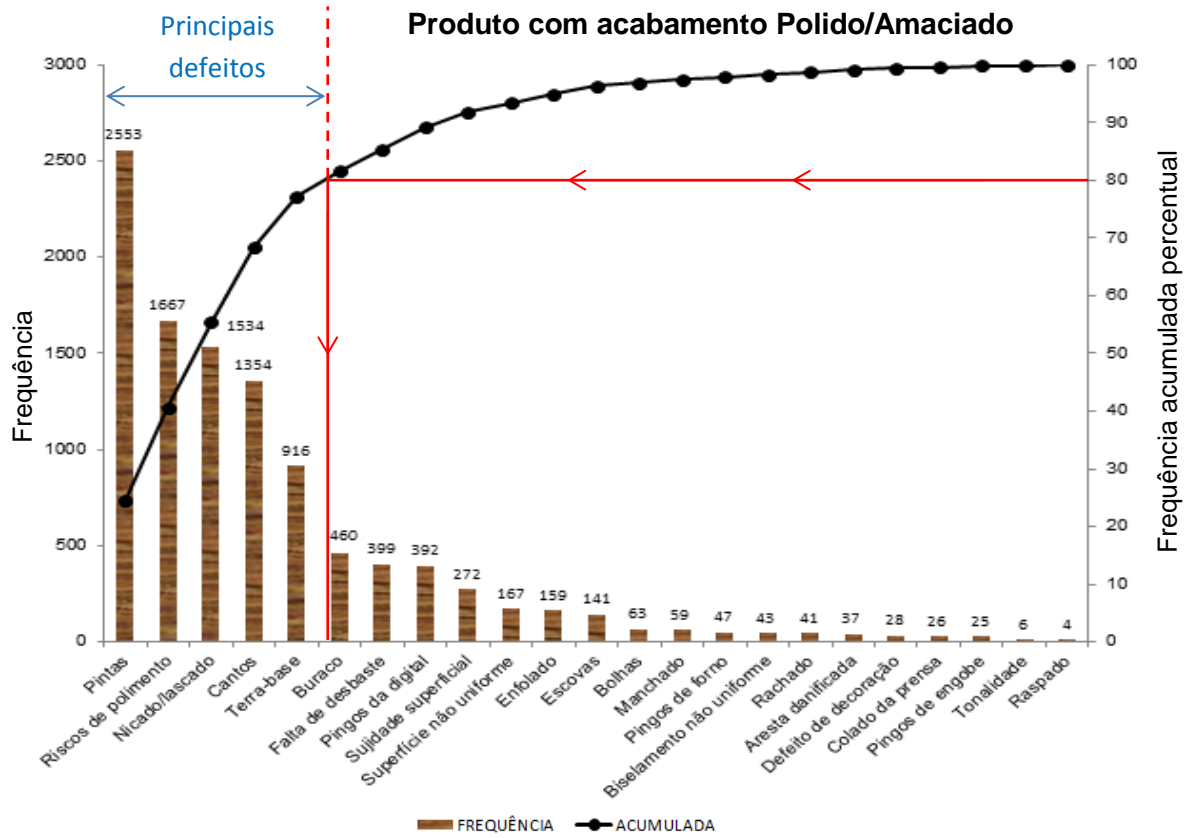


Figura 17: Diagrama de Pareto para o produto com acabamento Polido/Amaciado.

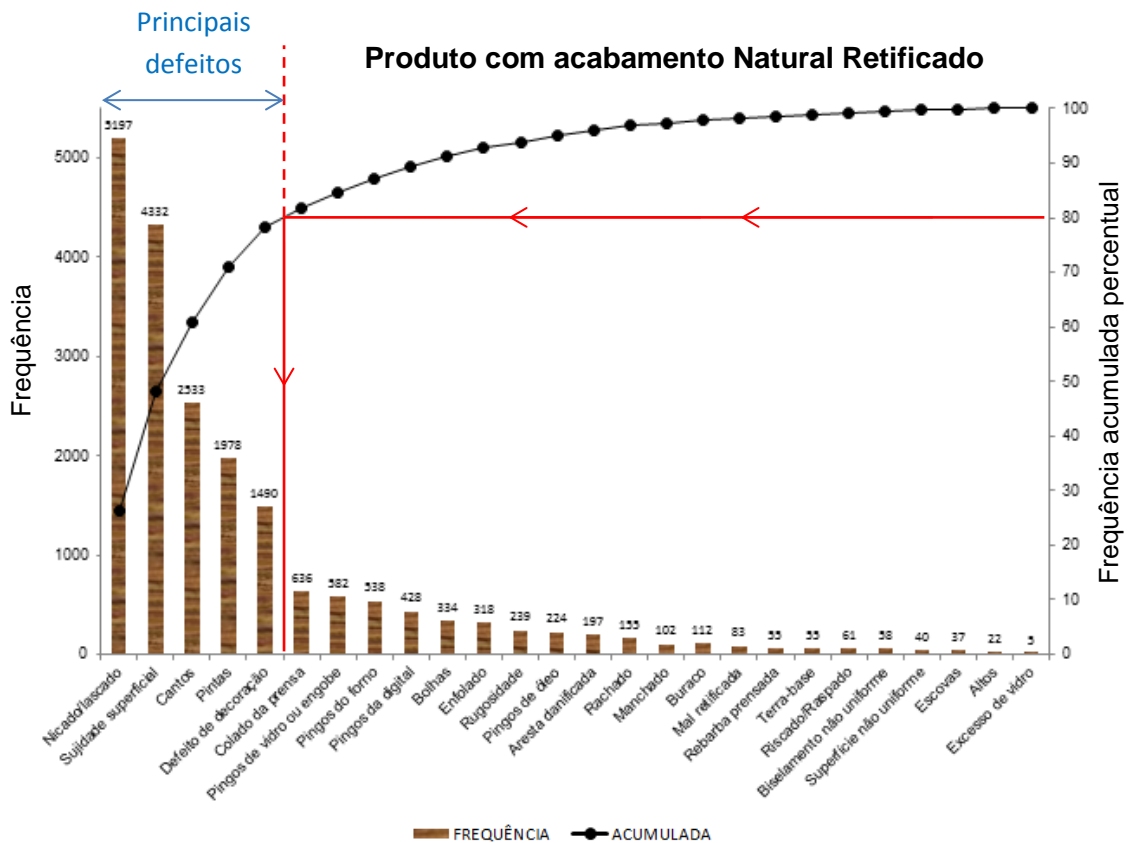


Figura 18: Diagrama de Pareto para o produto com acabamento Natural Retificado.

**Tabela 5: Número de peças observadas, número de peças defeituosas e percentagem respetiva e principais defeitos para os vários acabamentos de superfície.**

Acabamento	Natural	Polido/Amaciado	Natural Retificado
Séries em estudo	B, G e H	B, I, K e O	B, C, D, E, G, I, J, K, L, M e N
Nº de peças observadas	109 318	55 754	130 651
% de peças em 1ª escolha	92,4	81,4	84,8
% de peças em Comercial	0,7	13,4	9,7
% de peças em 3ª escolha	6,3	4,7	4,6
% de peças para Caco	0,6	0,5	0,9
Total de peças defeituosas	8 289	10 393	19 811
% total de peças com defeito	7,6	18,6	15,2
Principais defeitos (80% do total)	<p>Cantos (37,5 %)</p> <p>Enfolado (26,2 %)</p> <p>Aresta danificada (10,8 %)</p> <p>Sujidade superficial (8,6 %)</p>	<p>Pintas (24,6 %)</p> <p>Riscos de polimento (16,0 %)</p> <p>Nicado/lascado (14,8 %)</p> <p>Cantos (13,0 %)</p> <p>Terra-base (8,8 %)</p> <p>Buracos (4,4 %)</p>	<p>Nicado/lascado (26,2 %)</p> <p>Sujidade superficial (21,9 %)</p> <p>Cantos (12,8 %)</p> <p>Pintas (10,0 %)</p> <p>Defeito de decoração (7,5 %)</p> <p>Colado da prensa (3,2 %)</p>

Da análise da tabela anterior verifica-se que o produto com acabamento Natural é o que apresenta menor percentagem de peças defeituosas enquanto, pelo contrário, o produto Polido/Amaciado detém uma maior percentagem de material com defeito, já que este é sujeito a mais uma etapa do processo (cote, polimento e retificação).

De modo geral a percentagem de produto classificado como Comercial (isto é, pequenos defeitos) foi superior à percentagem de produto classificado como 3ª escolha (grandes defeitos), à exceção do produto Natural onde geralmente não existe a classificação Comercial. Em todos os acabamentos, o material classificado como caco é o que possui uma percentagem menor.

Relativamente aos principais defeitos, os cantos, tanto nicados/lascados como partidos, estão presentes com elevada predominância em todos os tipos de acabamentos. Estes, juntamente com a aresta danificada são defeitos provocados durante o transporte nas linhas e que dependem da rápida intervenção dos operadores



sempre que exista algum constrangimento ou que as peças não estejam a seguir o seu percurso devidamente. Muitas vezes, apenas o ajuste da velocidade da linha ou o ajuste das guias de transporte é suficiente para que as peças deixem de chocar umas com as outras ou com os equipamentos ao longo de todo o processo de produção.

Já o enfolado foi o defeito típico encontrado no produto em acabamento Natural. No entanto, é de notar que 98,9 % das peças observadas eram da série H sendo por isso o diagrama de Pareto muito pouco representativo do material Natural, mas sim da série referida. O enfolado é provocado durante a prensagem e para a sua minimização, recorre-se geralmente ao aumento do tempo de desaeração, possibilitando uma pausa na força de prensagem ligeiramente superior que junto com a subida do cunho de face permite uma saída de ar do corpo cerâmico mais controlada. Uma solução não tanto usual para o controlo do enfolado é também baixar a pressão da 1ª prensada. No caso do material obtido por duplo carregamento, deve ser verificado se a espessura do pó micronizado não está a ser excessiva para o tempo de desaeração programado e se a humidade deste pó está dentro dos parâmetros, uma vez que pós demasiado secos ou demasiado húmidos têm maior tendência a enfolar.

A sujidade superficial, defeito com grande preponderância no material Natural e Natural Retificado, pode ser minimizada pelo aumento da eficiência dos sistemas de aspiração de poeiras e sopradores de limpeza da superfície das peças antes da sua entrada no forno e ainda através da limpeza mais frequente do ambiente envolvente às linhas. Como visto anteriormente, é importante também garantir que as peças não cheguem ao forno com excesso de humidade, evitando que estas rebentem devido à não evaporação da água presente no vidro.

Olhando agora para o produto com acabamento Polido/Amaciado, observa-se que entre os principais defeitos se encontram as pintas e a terra-base. É de referir que 66,8 % das peças observadas eram da série B que, ao contrário das restantes referências, são obtidas por duplo carregamento e cujos defeitos típicos são os referidos. Quando o material é polido, ficam muitas vezes visíveis aglomerados do pó da camada inferior sob a forma de pintas (chamados caroços) ou a camada de cima, por ser mais fina, pode expor a camada inferior sob a forma de uma mancha ou pigmentação (terra-base), sempre que a espessura de micronizado não é uniforme ao longo da peça. Para prevenir estes defeitos é essencial o controlo da uniformidade da espessura da camada superior, que passa por garantir que a tremonha distribua uniformemente o pó no molde, mas também que o pó tenha uma densidade e humidade adequadas à correta conformação

do corpo cerâmico. O aumento da espessura da camada superior também permite minimizar este efeito, embora exija mais custos uma vez que o pó micronizado é relativamente mais caro, como já foi discutido. Além disso, esta solução traduz-se na necessidade de um maior ciclo de prensagem (é necessário um maior tempo de desaeração) e incrementa a dificuldade no controlo da esquadria da peça.

Além deste tipo de pintas, presentes tanto no produto Polido/Amaciado como Natural Retificado, todos os acabamentos possuem outros tipos mais difíceis de prevenir ou solucionar, já que muitas das vezes não se conhece a sua origem. No capítulo 5 serão averiguados com maior detalhe alguns tipos de pintas e as suas possíveis causas e soluções.

Outros dois defeitos muito comuns no material polido são os buracos e os riscos de polimento. Durante o polimento, peças que possuam corpos colados à superfície levam à criação de buracos e, por isso, minimizando a sujidade superficial antes da entrada das peças no forno, é possível minimizar este defeito no produto final. Já quando se faz apenas o amaciamento do material, estes corpos podem não desaparecer totalmente e por isso o problema mantém-se. Quanto aos riscos de polimento, estes são provocados pelas pedras abrasivas e, neste contexto, é necessária a rápida intervenção dos operadores na resolução de possíveis problemas na linha para que as paragens ocorram num menor período possível e os danos sejam menos extensos.

Por último, observa-se ainda como defeitos típicos no produto com acabamento Natural Retificado os defeitos de decoração e o colado (da prensa). Quanto aos primeiros, estes estão ligados à impressão digital e para preveni-los seria necessário uma manutenção mais frequente da impressora, o que poderia implicar a interrupção de ciclos de produção. Relativamente ao colado, este é um defeito que ocorre na prensagem das peças e, neste caso, poderá ser uma solução a limpeza mais frequente dos moldes ou substituição dos cunhos que já não estejam em bom estado.

Na figura 19 está presente o diagrama de Pareto para o produto Antiderrapante. Neste caso, foram observadas 16 721 peças, das quais 838 possuíam defeito, ou seja, 5,0 %, uma percentagem ainda mais baixa do que a obtida para o material em acabamento Natural. Os principais defeitos encontrados foram mais uma vez os cantos (35,6 %) e o nicado/lascado (20,4 %), oriundos do transporte nas linhas, a sujidade superficial (17,9 %) e ainda o biselamento não uniforme (5,9 %).

O biselamento não uniforme ocorre quando as peças entram torcidas na linha, devido ao desgaste dos discos ou diferenças de espessura na peça e para prevenir este defeito é necessária a atenção dos operadores sempre que exista algum constrangimento na linha que desloque as peças da sua correta posição, para a troca dos discos sempre que estes não estejam conformes e para o controlo das dimensões (espessura) da peça, respetivamente.

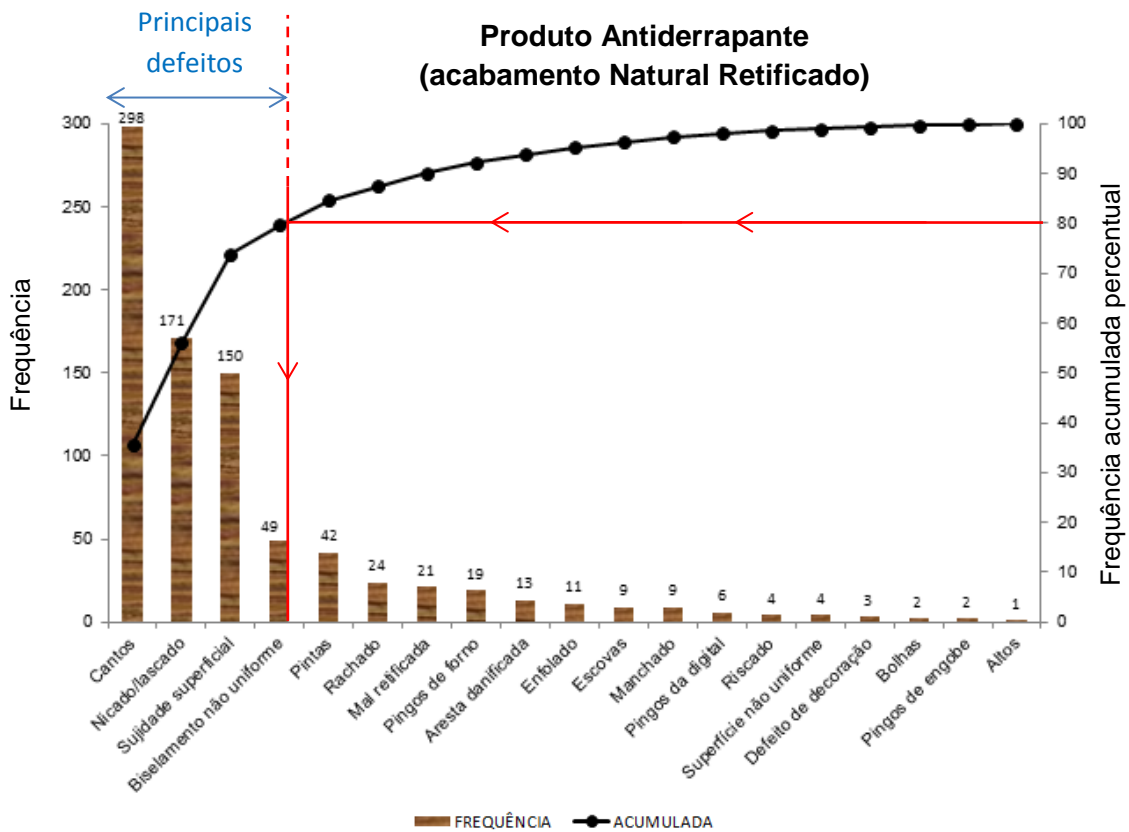


Figura 19: Diagrama de Pareto para o produto Antiderrapante.

### 3.3.2. Análise estatística por séries

Nas figuras 20 a 25 estão representados os diagramas de Pareto para algumas das séries observadas nas linhas de escolha ao longo do período de estágio. Na tabela 6 indica-se para cada série o tipo de decoração, o número de peças observadas, o número de peças defeituosas e a respetiva percentagem de peças com defeito e ainda os defeitos principais. Para efeitos comparativos, para todas as séries apresentadas foram utilizados os dados em acabamento Natural Retificado. A quantidade de peças observadas para cada série ficou dependente da quantidade de material produzido à data do estágio, não tendo sido por isso constante.

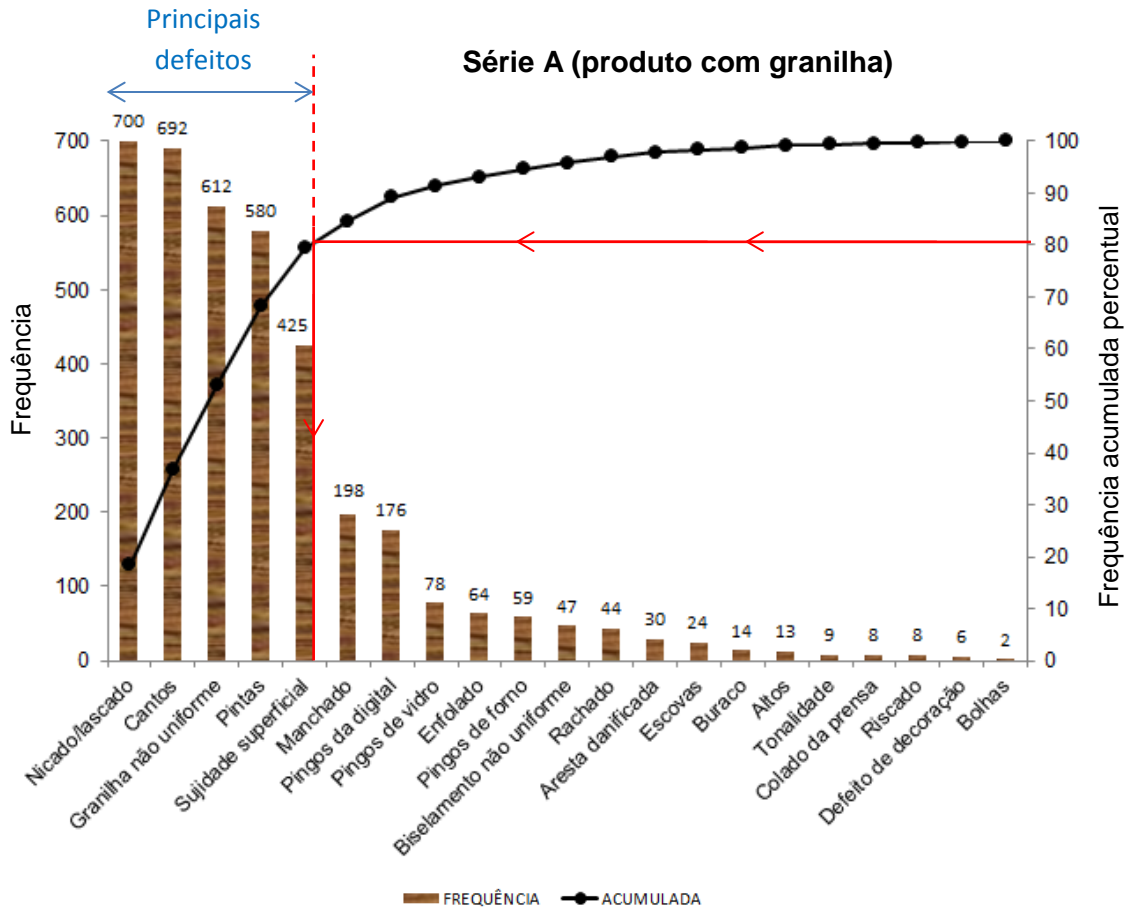


Figura 20: Diagrama de Pareto para a série A.

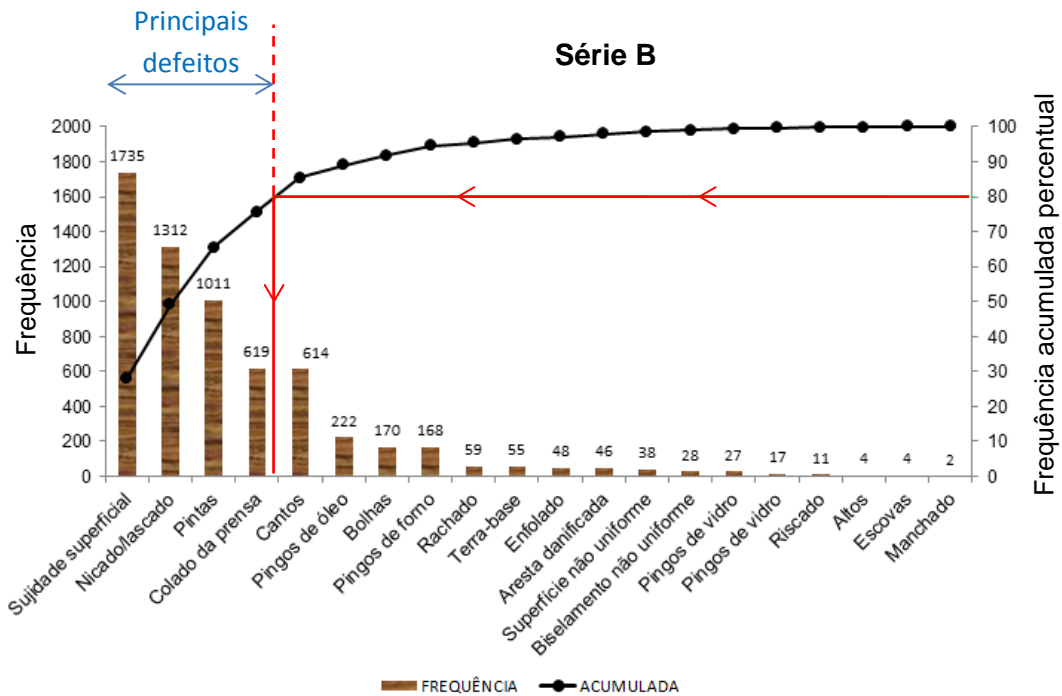


Figura 21: Diagrama de Pareto para a série B.

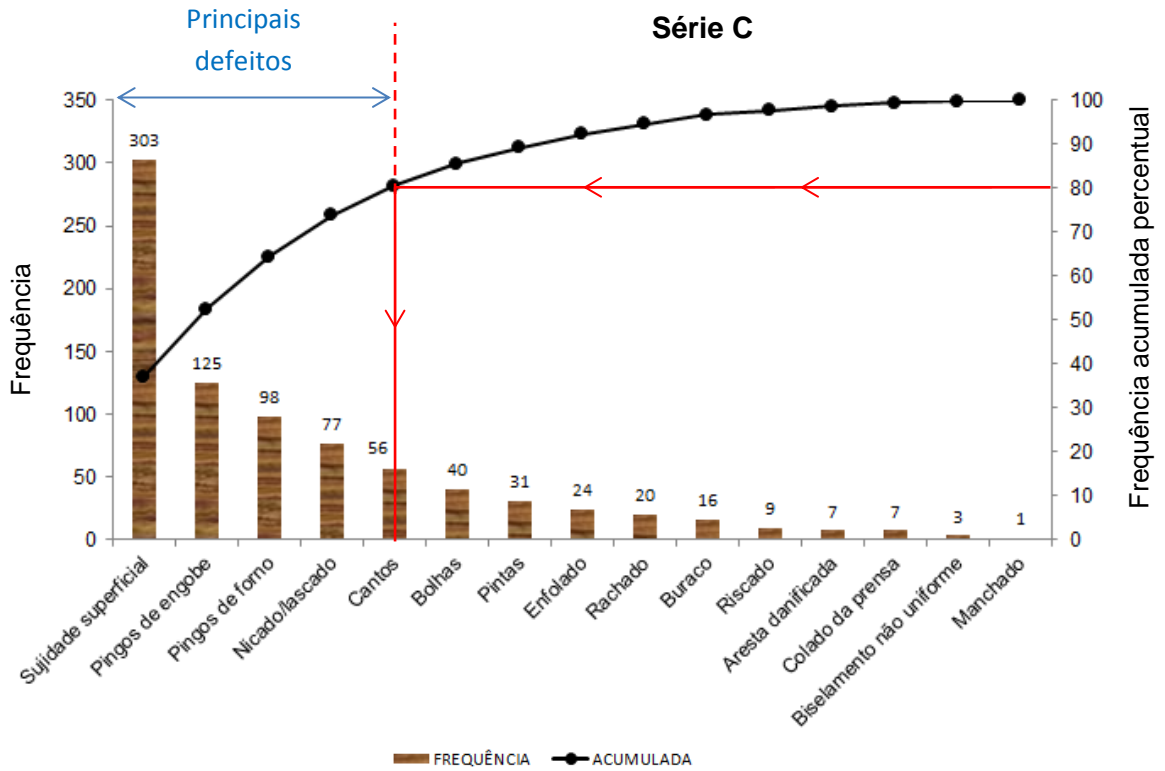


Figura 22: Diagrama de Pareto para a série C.

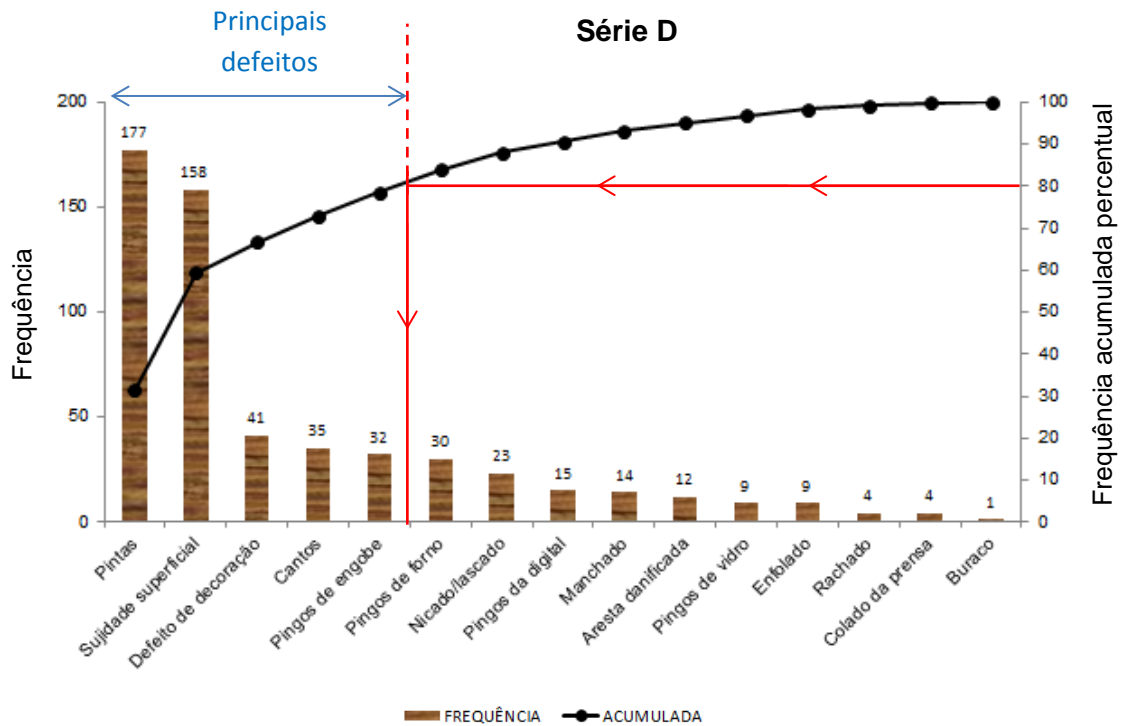


Figura 23: Diagrama de Pareto para a série D.

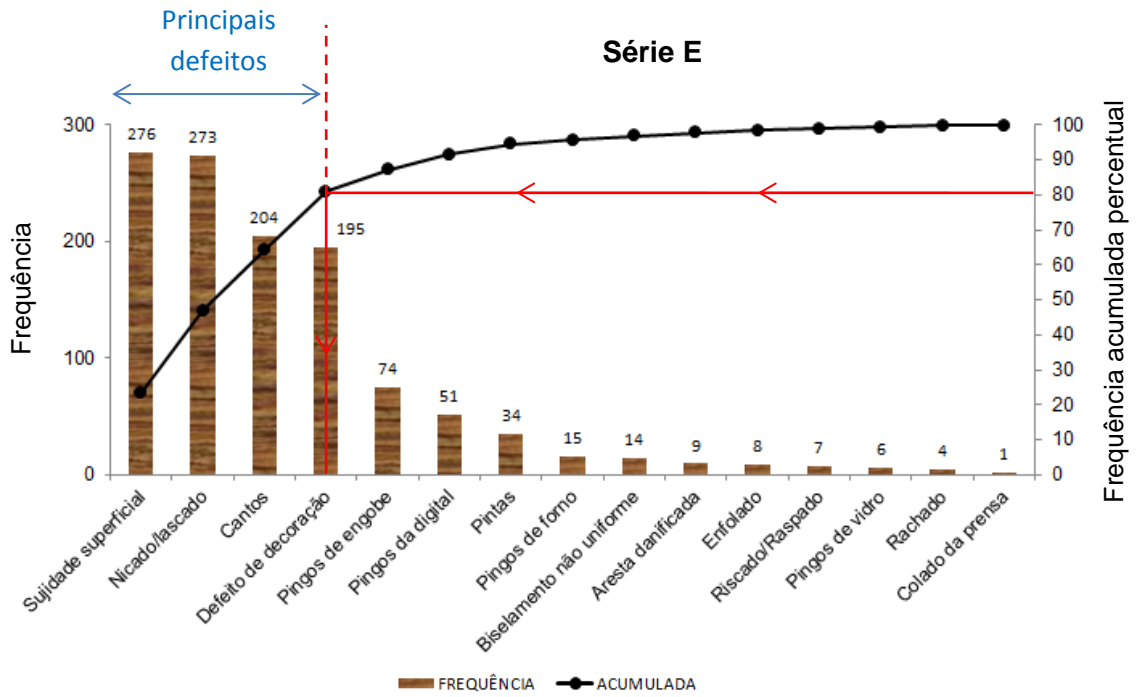


Figura 24: Diagrama de Pareto para a série E.

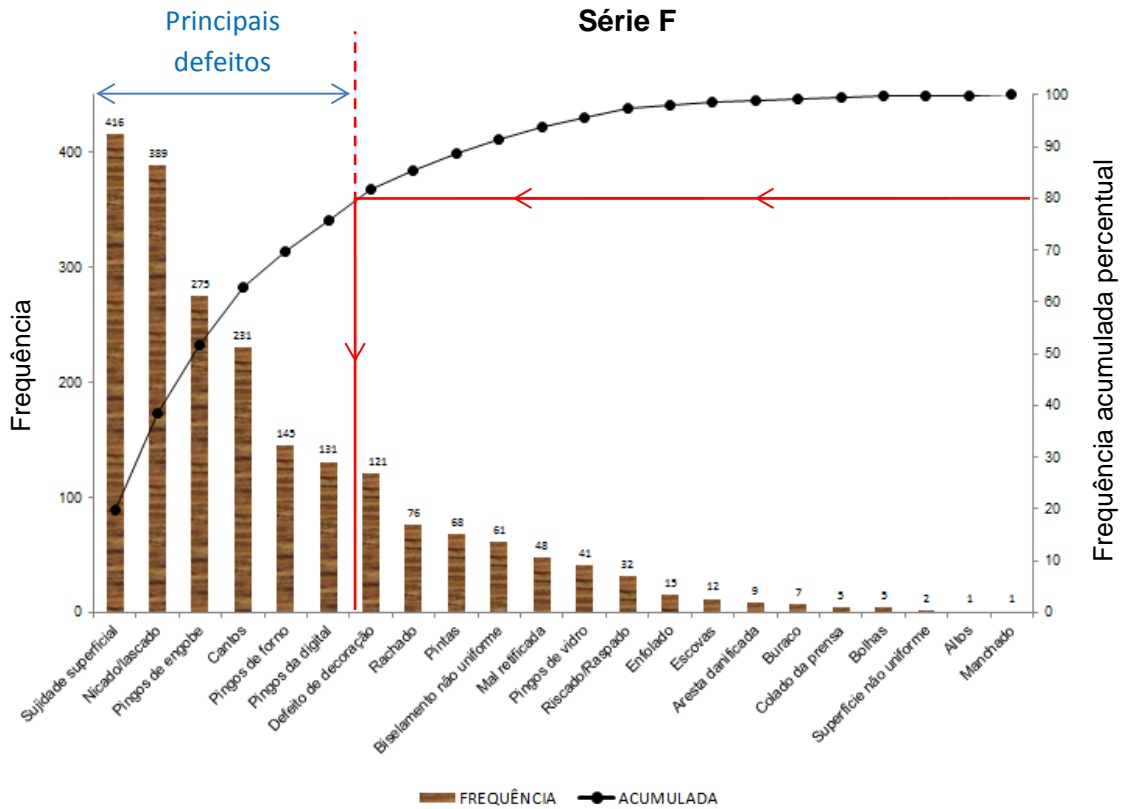


Figura 25: Diagrama de Pareto para a série F.

**Tabela 6: Decoração, nº de peças observadas, nº de peças defeituosas e respectiva % para as diferentes séries.**

Série	Decoração						Nº de peças observadas	Nº de peças defeituosas	% de peças com defeito	Principais defeitos (80 % do total)
	Engobe	Digital	Rolos	Dupla Carga	Vidro	Granilha				
A	x		x			x	34 668	3 789	10,9	Nicado/lascado (18,5 %) Cantos (18,3 %) Granilha não uniforme (16,2 %) Pintas (15,3 %) Sujidade superficial (11,2 %)
B				x	x		39 033	6 197	15,9	Sujidade superficial (28,0 %) Nicado/lascado (21,2 %) Pintas (16,3 %) Colado da prensa (10,0 %) Cantos (9,9 %)
C	x				x		3 693	817	22,1	Sujidade superficial (37,1 %) Pingos de engobe (15,3 %) Pingos de forno (12,0 %) Nicado/lascado (9,4 %) Cantos (6,9 %)
D	x		x		x		2 770	564	20,4	Pintas (31,4 %) Sujidade superficial (28,0 %) Defeito de decoração (7,3 %) Cantos (6,2 %) Pingos de engobe (5,7 %)
E	x	x			x		14 967	1 172	7,8	Sujidade superficial (23,6 %) Nicado/lascado (23,3 %) Cantos (17,4 %) Defeito de decoração (16,6 %)
F	x	x			x		21 077	2 091	9,9	Sujidade superficial (19,9 %) Nicado/lascado (18,6 %) Pingos de engobe (13,2 %) Cantos (11,1 %) Pingos de forno (6,9 %) Pingos de digital (6,3 %) Defeito de decoração (5,8 %)

Observando a tabela anterior, verifica-se que a percentagem de peças com defeito para as séries em estudo ronda valores entre 8 e 22 %. Relativamente aos principais defeitos, nota-se em primeiro lugar, a presença de sujidade superficial e defeitos de transporte (nicado/lascado, cantos, aresta danificada) em todas as séries.

Relativamente à série A, cujo produto é decorado com engobe, rolos e adição de granilha, estes têm ainda como defeitos principais a granilha não uniforme e as pintas. Quanto à granilha, esta pode não ser distribuída uniformemente na peça por variadas razões. A presença de sujidade ou aglomerados no tapete, o entupimento do alimentador de granilha, a falta de cola, etc. são fatores que resultam na falta de granilha no produto

final. Já um golpe no tapete, por exemplo, implica uma maior queda de granilha numa determinada zona da peça ou se houver ainda um desnivelamento do tapete ou uma má regulação do alimentador, poderá resultar na falta ou excesso de vidro granilhado no produto final. No decorrer do estágio, houve ainda uma produção da série A em que foi utilizada uma cola fora do prazo de validade e a falta de granilha nas peças só foi detetada à saída do forno, uma vez que ao passarem em zonas em contracorrente dentro do forno, a granilha era enviada toda para trás. Todos estes fatores podem ser evitados através de um maior controlo dos operadores de linha relativamente às condições do tapete, regulação do alimentador, bom estado da cola, etc.

Quanto às pintas observadas, estas correspondiam a contaminações presentes na granilha em raros casos, mas principalmente eram devidas a contaminações do sistema da bomba de vidragem, com restos de vidro anterior onde eram utilizados corantes. Neste caso, aconselha-se um maior cuidado na lavagem das bombas, nomeadamente quando se utilizou, numa produção anterior, um vidro corado.

A série B, obtida por duplo carregamento, possui como defeitos característicos as pintas e o colado, além dos referidos inicialmente. Como já discutido, as pintas (ou caroços) e a terra-base tomam maior ênfase se o material for polido ou amaciado, mas ainda assim, nota-se já o seu importante papel quando o material é apenas Retificado, resultante da falta de uniformidade da camada de micronizado. É ainda de assinalar que, de todo o colado encontrado em todas as séries acompanhadas, 91,57 % pertenciam à série B, o que quer dizer que esta série é a mais propícia à criação deste defeito.

Olhando agora para a série C, cuja decoração se faz apenas por engobe e vidro, esta tem como principais defeitos os pingos de engobe e os pingos de forno. Quanto aos primeiros e para a sua minimização, deve ser feita uma limpeza mais frequente da câmara de vidragem, de modo a evitar nebulizações excessivas do engobe e posterior condensação. Relativamente aos pingos de forno, estes podem ser minimizados utilizando-se vidrados com menor percentagem em componentes voláteis, aconselhando-se ainda uma manutenção/limpeza mais regular do teto do forno.

No caso da série D, decorada através de engobe, rolos e vidro, esta possui como defeito mais significativo as pintas, que como já referido podem ter inúmeras causas associadas. Com relação direta com a decoração, presencia-se os pingos de engobe e os defeitos de decoração. Estes últimos são defeitos provocados pelos rolos *Rotocolor*, sempre que a peça esteja a entrar torcida na linha ou quando o rolo tem os alvéolos



entupidos e, por isso, a atenção dos operadores de linha é de novo essencial para prevenir este tipo de defeitos, tanto na deteção de constrangimentos na linha como na manutenção dos rolos.

Por fim, as séries E e F são exemplos de produtos decorados por engobe, impressão digital e vidro e cujos defeitos principais, além da sujidade superficial e defeitos de transporte são os defeitos associados à decoração, nomeadamente pingos de engobe juntamente com os defeitos de decoração e pingos da digital, característicos da impressora *KeraJet*. Relativamente aos defeitos de decoração aqueles que mais frequentemente ocorrem são as faixas e os riscos ao longo de todo o comprimento da peça, quando algum bico da impressora se encontra constrangido e podem ser minimizados pela manutenção mais frequente da impressora que, como já afirmado, pode implicar a interrupção de ciclos de produção. Os pingos da digital também podem ser minimizados com a manutenção da impressora, bem como com o controlo da pressão de trabalho das unidades injetoras ou evitando que as peças cheguem à etapa de impressão digital a libertar vapor.

A série F, em particular, faz parte de uma marca mais barata produzida pela Margres e em que não existe a classificação comercial, apenas 1ª e 3ª escolha. Por esse motivo, os pequenos defeitos podem passar em 1ª escolha e por isso a sua percentagem de peças sem defeito ser relativamente mais baixa do que o que acontece na realidade.

No anexo B expõem-se os diagramas de Pareto de outras séries produzidas na Margres e que não foram aqui referidas.



# Capítulo 4

---

**Análise microestrutural de defeitos: casos de estudo**



## 4. Análise microestrutural de defeitos: casos de estudo

Enquanto a origem de grande parte dos defeitos presentes nos produtos da Margres é conhecida, sabendo-se as etapas em que ocorrem e as suas causas, o que permite o seu controlo e minimização, existem outros defeitos cujas causas associadas não são tão claras sendo, conseqüentemente, a sua minimização e prevenção dificultadas. Estes últimos casos serão estudados neste capítulo recorrendo-se à sua caracterização microestrutural com análise química associada. Inicialmente será descrito o procedimento adotado na realização experimental e um breve resumo das técnicas utilizadas.

### 4.1. Procedimento experimental

#### 4.1.1. Seleção dos defeitos a analisar

O trabalho experimental realizado iniciou-se na etapa de inspeção final com a seleção de peças em paletes de Comercial e 3ª escolha de diferentes referências. Para análise de defeitos foram selecionadas várias peças defeituosas que resultaram em cinco casos de estudos distintos:

- Pinta/mancha clara
- Pinta/mancha escura
- Pinta preta
- Bolhas
- Rugosidade superficial

#### 4.1.2. Preparação das amostras

Depois de selecionados os defeitos a analisar, as respetivas peças foram cortadas em amostras de aproximadamente 1 x 1 cm<sup>2</sup> num disco de corte. As amostras analisadas em corte transversal (*cross section*) foram primeiramente desbastadas numa roda de diamante até a aresta se aproximar o mais possível do defeito. De seguida, fez-se um polimento utilizando uma polideira de laboratório (Struers, LaboPol-5), figura 26.a), a 250/300 rpm e recorrendo a lixas de grão sucessivamente mais fino (P120, P240, P400, P600, P1000 e P1200) e uma amostra com o defeito pinta preta também foi polida com

pastas de diamante de 6  $\mu\text{m}$ . As amostras analisadas de topo (*top view*) não necessitaram de qualquer polimento. Após isto, todas elas foram colocadas num copo com etanol (96 % vol.) e colocadas num equipamento de ultrassons (Paralab, Sono Swiss SW 6H) durante 10 min e, por fim, na estufa durante 12 h.

Para este trabalho, todas as amostras foram observadas com ampliação de 8x numa lupa (Leica, EZ4HD), presente na figura 26.b), equipada com um sistema de aquisição de imagem (*software LAS V4.0*).

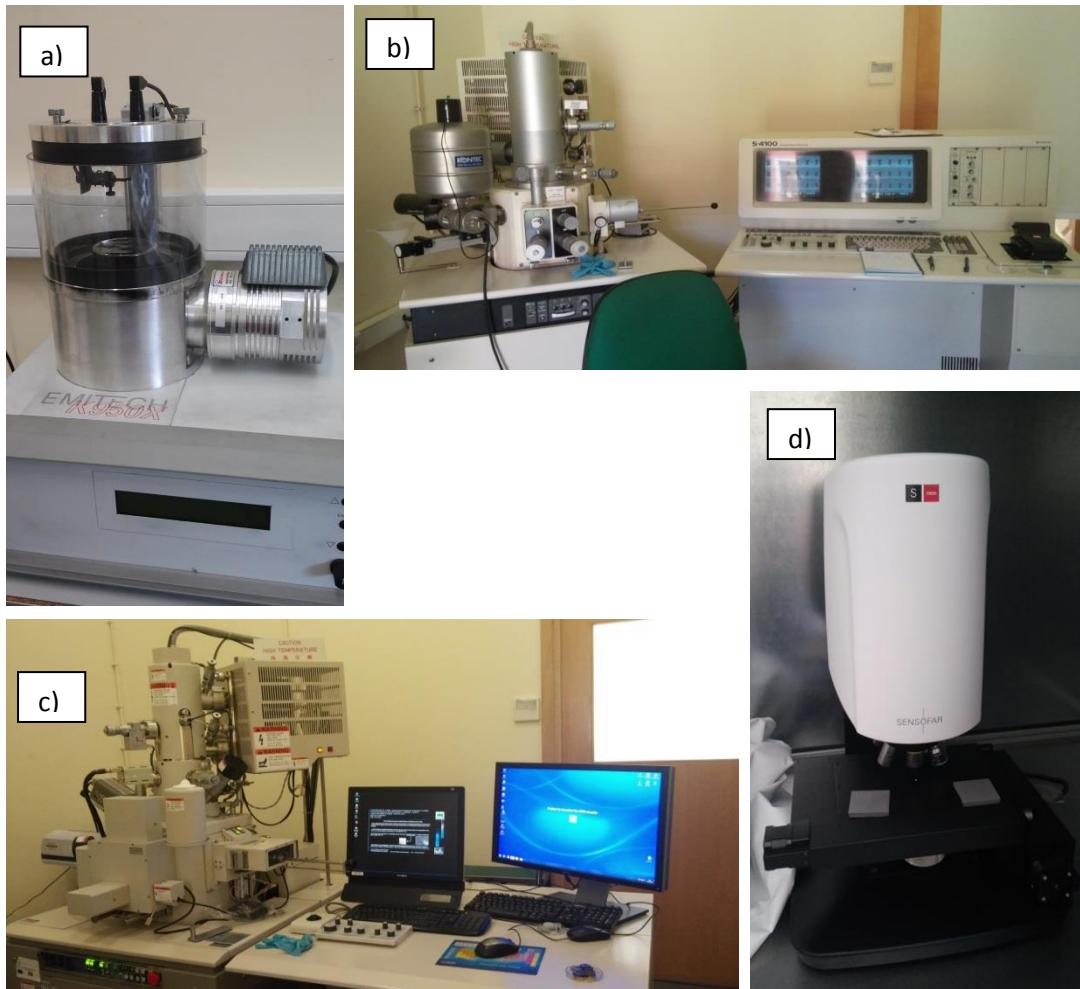


Figura 26: Equipamentos utilizados: a) polideira de laboratório; b) lupa.  
(Fotografias da autora)

#### 4.1.3. Microscopia eletrónica de varrimento (MEV)

A microscopia eletrónica de varrimento, MEV (*Scanning Electron Microscopy* em Inglês) é uma técnica que consiste em “varrer” uma amostra ponto a ponto, por um feixe de eletrões, que será absorvido ou refletido. Deste modo, obtêm-se imagens da microestrutura da amostra, permitindo obter informação morfológica (tal como a forma e tamanho de grão e de poros) e identificação de fases e com resoluções até 1 nm a 15 kV. Quando a amostra em estudo não é condutora, é necessária a deposição prévia de uma camada condutora na sua superfície.

Deste modo, depois de devidamente secas, as amostras foram coladas com fita-cola de carbono ou com cola condutora de carbono (CCC, *Conducting Carbon Cement*) nos respectivos suportes metálicos. Para torná-las também condutoras efetuou-se uma deposição de carbono na sua superfície através de um evaporador de carbono (Emitech, K950X), presente na figura 27.a). Todas as amostras foram observadas por MEV, utilizando os equipamentos Hitachi S4100 e Hitachi SU-70, figuras 27.b) e 27.c) respetivamente.



**Figura 27: Equipamentos utilizados: a) evaporador de carbono; b) e c) microscópios eletrónicos de varrimento Hitachi S4100 e Hitachi SU-70, respetivamente; d) perfilómetro ótico. (Fotografias da autora)**

#### 4.1.4. Espectroscopia de dispersão de energia de raios-X

A espectroscopia de dispersão de energia de raios-X (EDS, *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* em inglês) é uma técnica de microanálise química acoplada ao microscópio

eletrónico de varrimento. Quando uma amostra é bombardeada com eletrões, esta emite raios-X com energia característica do elemento que os emitiu, permitindo assim a identificação dos elementos químicos e fases presentes bem como a sua quantificação aproximada.

Durante a observação microestrutural em MEV fizeram-se análises químicas semi-quantitativas às amostras por EDS (Bruker, Quantax 400). Para garantir a reprodutibilidade dos resultados, fizeram-se sempre pelo menos três análises em áreas equivalentes de cada defeito ou padrão/matriz em estudo. Efetuaram-se ainda mapeamentos de raios-X a uma amostra com uma pinta escura e duas com pintas pretas.

#### 4.1.5. Perfilometria ótica

É uma técnica que permite fazer medições da rugosidade de superfície de amostras, conseguindo obter-se imagens da topografia da sua superfície até resoluções de 0,1  $\mu\text{m}$ . Utiliza para isso LEDs vermelhos, verdes e azuis que são sequencialmente pulsados e sincronizados para obter imagens confocais que dão indicação da profundidade da topografia da amostra (rugosidade) codificada por cores com informação qualitativa da altura de superfície, como ilustrado na figura 28, e onde o preto/azul representa alturas mais baixas e o vermelho/branco representa alturas de superfície mais elevadas.

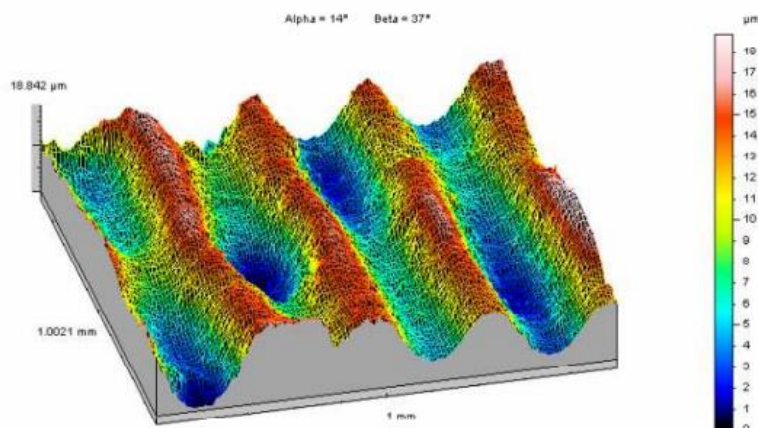


Figura 28: Exemplo de um perfil de rugosidade obtido por um perfilómetro ótico. [17]

Para caracterizar a rugosidade de uma superfície o valor mais usualmente utilizado é o Ra (*average roughness*) que expressa “a média aritmética de todos os



desvios do perfil de rugosidade relativamente à linha média, no comprimento de medição  $l_m$ " (DIN 4768, ISO/DIS 4287/1), como ilustrado na figura 29.

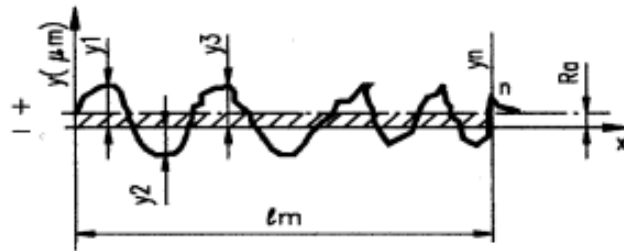


Figura 29: Cálculo de Ra a partir de um perfil de rugosidade. [17]

No entanto, neste trabalho utilizou-se como valor da rugosidade média o valor da altura média aritmética  $S_a$  (*arithmetic mean height*), que converte o parâmetro Ra (2D) num parâmetro 3D, e que representa a média dos valores absolutos de  $Z(x, y)$  para determinada área, como ilustrado na figura 30.

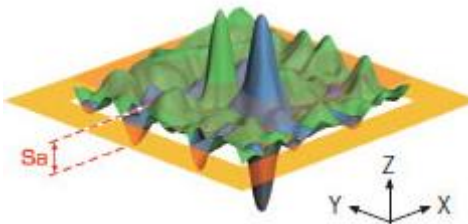


Figura 30: Cálculo de  $S_a$  a partir de uma área. [18]

Dois amostras, uma com uma pinta clara e outra com uma pinta escura, foram observadas num perfilómetro ótico 3D de não-contacto (Sensofar, S neox), figura 27.d), para estudo da topografia e medições de rugosidade.

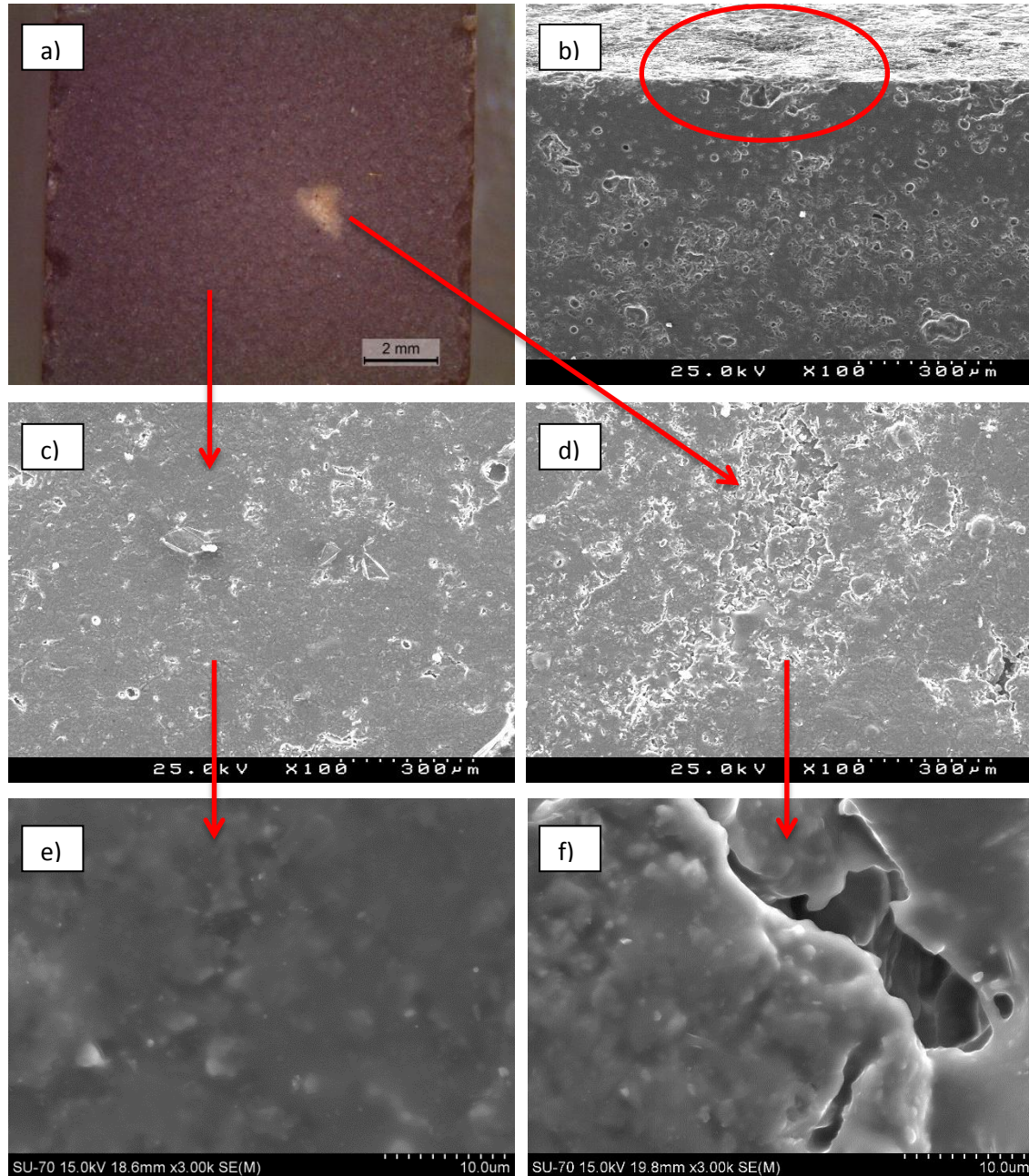
## 4.2. Resultados e discussão

Neste tópico serão apresentados e discutidos os resultados obtidos durante a realização experimental para os cinco casos de estudo referidos anteriormente.

### 4.2.1. Caso 1: pinta/mancha clara

Durante o período de estágio, uma produção da série P (produto técnico), obteve cerca de 10 % de material com o defeito pintas/manchas, sendo estas tanto de uma cor

mais clara, como com uma tonalidade mais escura do que a que estava a ser produzida, ambas no mesmo lote de produção. Neste primeiro caso, estudaram-se as pintas claras, geralmente com uma geometria irregular e de dimensões inferiores a  $2 \times 2 \text{ mm}^2$ , como pode ser visto na figura 31.a).



**Figura 31: Morfologia de uma amostra com o defeito pinta branca a) na lupa; b) por MEV em corte transversal; c) e) por MEV de topo, na matriz; d) e f) por MEV de topo, no defeito.**

Observaram-se duas amostras por MEV, em secção transversal, verificando-se que o material apresentava uma porosidade bastante heterogénea, sendo a zona com

defeito correspondente a uma zona de depressão como se exemplifica na zona de defeito típica assinalada a vermelho (figura 31.b)). Quando analisadas três amostras de topo, notou-se que esta zona (figuras 31.d) e 31.f)) apresentava maior irregularidade de superfície do que a zona de referência (figuras 31.c) e 31.e)), como consequência da porosidade observada nessa área.

Com recurso à perfilometria ótica, estudaram-se os perfis de rugosidade de uma amostra com uma pinta clara e os resultados são os que se apresentam na figura 32.

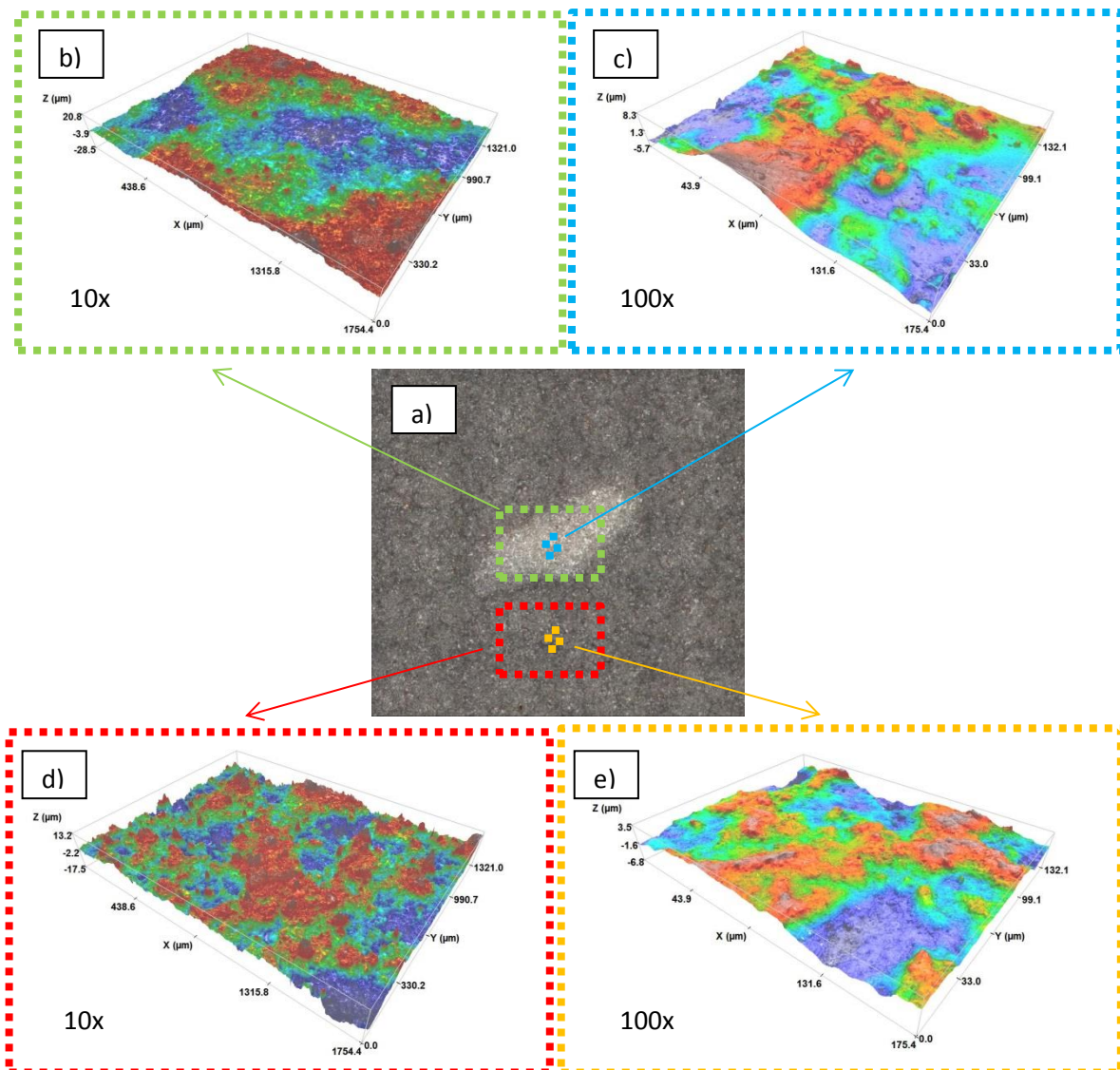


Figura 32: a) amostra com uma pinta clara caracterizada por perfilometria ótica; perfis de rugosidade b) e c) no defeito e d) e e) na matriz.

Comparando as figuras 32.b) e 32.d) que correspondem às zonas de defeito e padrão, respetivamente, observadas com uma objetiva de 10x, notaram-se mais uma vez as diferenças de topografia. Na figura 32.b) observa-se um desnível do defeito em

relação à amostra, uma vez que este possui valores de altura de superfície mais baixos (correspondente às áreas a azul, preponderantes no defeito), onde os valores de  $z$  chegam até  $-28,5 \mu\text{m}$ , enquanto a área envolvente possui valores de altura de superfície mais elevados (área a vermelho correspondente à matriz), com  $z$  a atingir  $20,8 \mu\text{m}$ . Na matriz (figura 32.d)) os valores de  $z$  variam de forma mais uniforme, entre  $-17,5$  e  $13,2 \mu\text{m}$ .

No entanto, para medições de rugosidade utilizou-se a objetiva de 100x, de modo a que o valor de rugosidade média no defeito não incluisse, além do defeito, a zona envolvente a este, como exemplificado na figura 33, influenciando assim os resultados. Deste modo, obtiveram-se os valores de rugosidade média de  $S_a = 1,3 \mu\text{m}$  no defeito e  $S_a = 1,1 \mu\text{m}$  na matriz, o que indica que as duas zonas possuem uma rugosidade muito semelhante, como também ilustram as figuras 32.c) e 32.e).

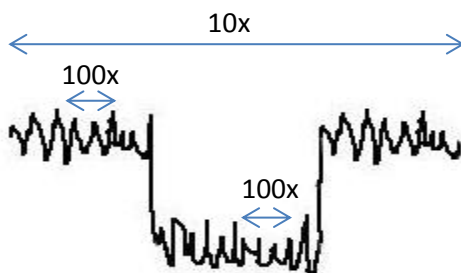


Figura 33: Representação esquemática da área captada pelas objetivas do perfilómetro ótico.

As cinco amostras observadas por MEV foram também submetidas a quantificação elementar por EDS, sendo os respectivos resultados apresentados na figura 34 e na tabela 7, onde se apresenta a percentagem ponderal de cada elemento nas diferentes zonas da amostra. Após a sua análise, verificou-se que não existiam diferenças apreciáveis de composição química entre o defeito e a matriz, tendo em conta que a técnica utilizada se baseia numa análise semi-quantitativa com erro experimental associado, sendo por isso o defeito em estudo classificado apenas como físico.

Tabela 7: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).

Zona	Elemento (% em peso)								
	O	Fe	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti
Defeito	49,04	1,43	2,67	0,47	14,85	28,91	1,91	0,31	0,43
Padrão	49,59	1,36	2,09	0,44	14,18	29,70	1,86	0,55	0,22

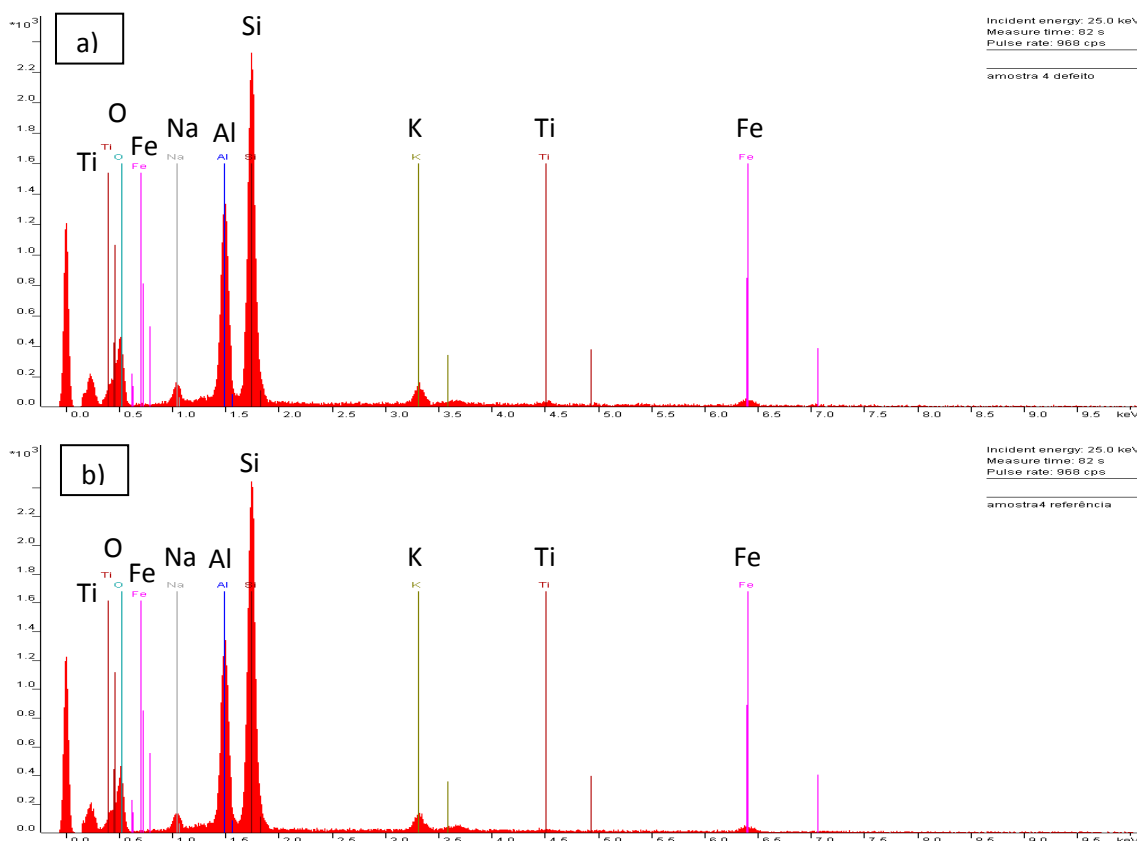


Figura 34: Espectro de EDS a) no defeito e b) no padrão.

Inicialmente, pôs-se a hipótese deste defeito ser devido a alguma tubagem rota do sistema de despoejamento que passasse por cima das telas trasportadoras e, deste modo, caíssem poeiras no produto em curso de fabrico. No entanto, como a velocidade de escoamento do pó nas tubagens de aspiração, que são de aço, é muito elevada era de esperar que as poeiras contivessem metal e, neste caso, não se verifica nenhuma contaminação metálica. Nesse sentido, uma explicação mais plausível será uma limpeza deficiente dos silos de armazenamento, do atomizador ou da própria prensa, durante a troca de produção, ficando o produto com pequenos depósitos de pasta anterior. Relativamente às diferenças físicas observadas nas duas zonas, poderão ter surgido, por exemplo, de diferenças de humidade entre as duas pastas, originando consequentemente diferenças de empacotamento e densificação não uniforme.

Neste caso, sugere-se assim a revisão do método de limpeza utilizado durante o período de mudança de pós, de modo a prevenir que este defeito volte a ocorrer nas mesmas proporções.

#### 4.2.2. Caso 2: pinta/mancha escura

De seguida, analisou-se o caso das pintas/manchas escuras, também do mesmo lote de produção da série P estudada anteriormente e cujo acabamento de superfície é tal e qual sai do forno, como já referido. Neste caso, as pintas apresentavam dimensões na mesma ordem de grandeza das anteriores mas uma geometria oval mais regular, como pode ser visto na figura 35.a).

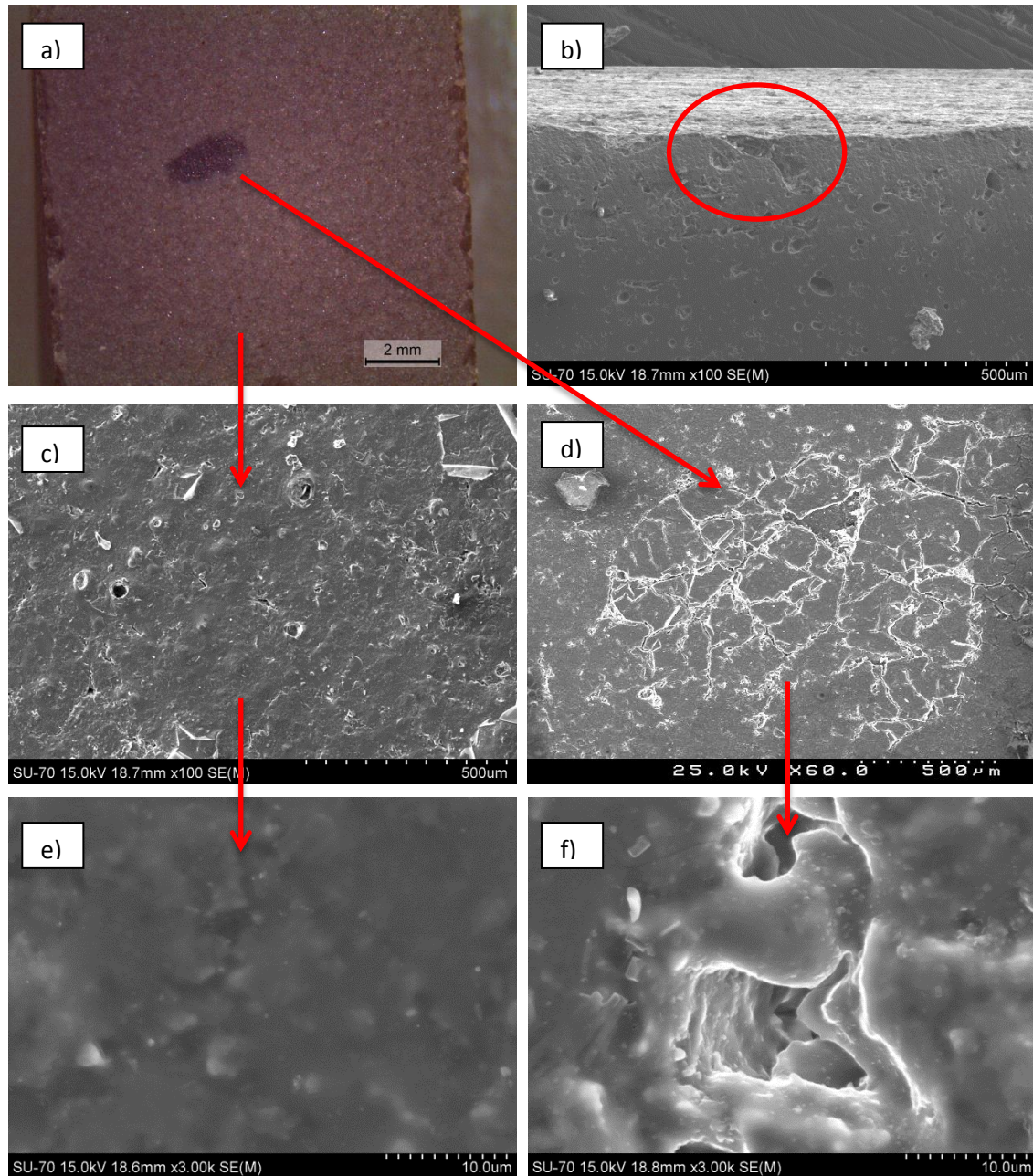
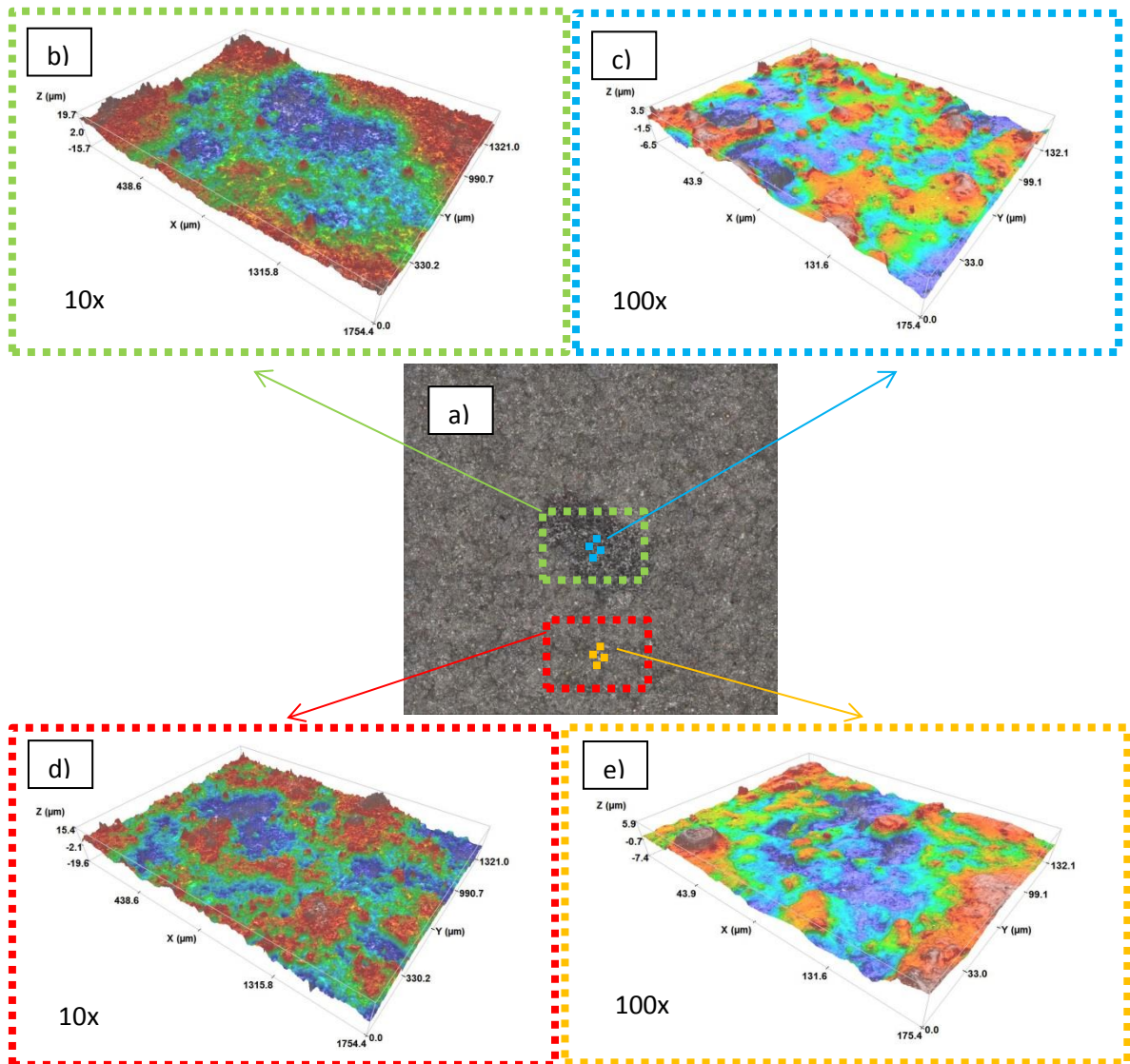


Figura 35: Morfologia de uma amostra com o defeito pinta escura a) na lupa; b) por MEV em corte transversal; c) e e) por MEV de topo, na matriz; d) e f) por MEV de topo, no defeito.

Observaram-se duas amostras por MEV, em secção transversal, verificando-se que estas possuíam uma porosidade heterogênea, como no caso anterior, sendo também a zona do defeito uma zona de depressão (figura 35.b)). Observando três amostras de topo, notou-se neste caso a existência de fissuração superficial nas zonas correspondentes ao defeito (figura 35.d)) relativamente às zonas padrão (figura 35.c)).

Uma amostra com uma pinta escura foi analisada por perfilometria ótica para estudo de perfis de rugosidade e os resultados são os que se apresentam na figura 36.



**Figura 36: a) amostra com uma pinta escura caracterizada por perfilometria ótica; perfis de rugosidade b) e c) no defeito e d) e e) na matriz.**

Nas figuras 36.b) e 36.d) que correspondem às zonas de defeito e padrão, respetivamente, observadas com uma objetiva de 10x, estão representadas mais uma vez as diferenças de topografia entre ambas. Na figura 36.c) observa-se um desnível do

defeito relativamente à amostra, já que o defeito se caracteriza por valores de altura de superfície mais baixos (como indica a área azul correspondente ao defeito), com z a atingir o valor de -15,7  $\mu\text{m}$ , ao contrário da área envolvente correspondente à matriz que possui valores de altura de superfície mais elevados (área a vermelho), com z até 19,7  $\mu\text{m}$ . Na matriz (figura 36.d)) os valores de z variam entre -19,6 e 15,4  $\mu\text{m}$ .

Para medições de rugosidade utilizou-se novamente a objetiva de 100x, de modo a que o valor de rugosidade média no defeito não incluísse, além do defeito, a zona envolvente a este e obtiveram-se os valores de rugosidade média de  $S_a = 0,8 \mu\text{m}$  no defeito e  $S_a = 1,2 \mu\text{m}$  na matriz, o que indica que a rugosidade, embora com valores próximos nas duas zonas, é um pouco inferior no defeito, como ilustram as figuras 36.c) e 36.e).

As cinco amostras observadas por MEV foram analisadas por EDS, sendo os resultados apresentados na figura 37 e na tabela 8, onde se apresenta a percentagem ponderal de cada elemento nas diferentes zonas. Na figura 38 encontra-se ainda um mapeamento de raios-X para o Si e o Al numa pinta vista de topo, meramente ilustrativo da uniformidade de distribuição desses elementos na zona envolvente ao defeito.

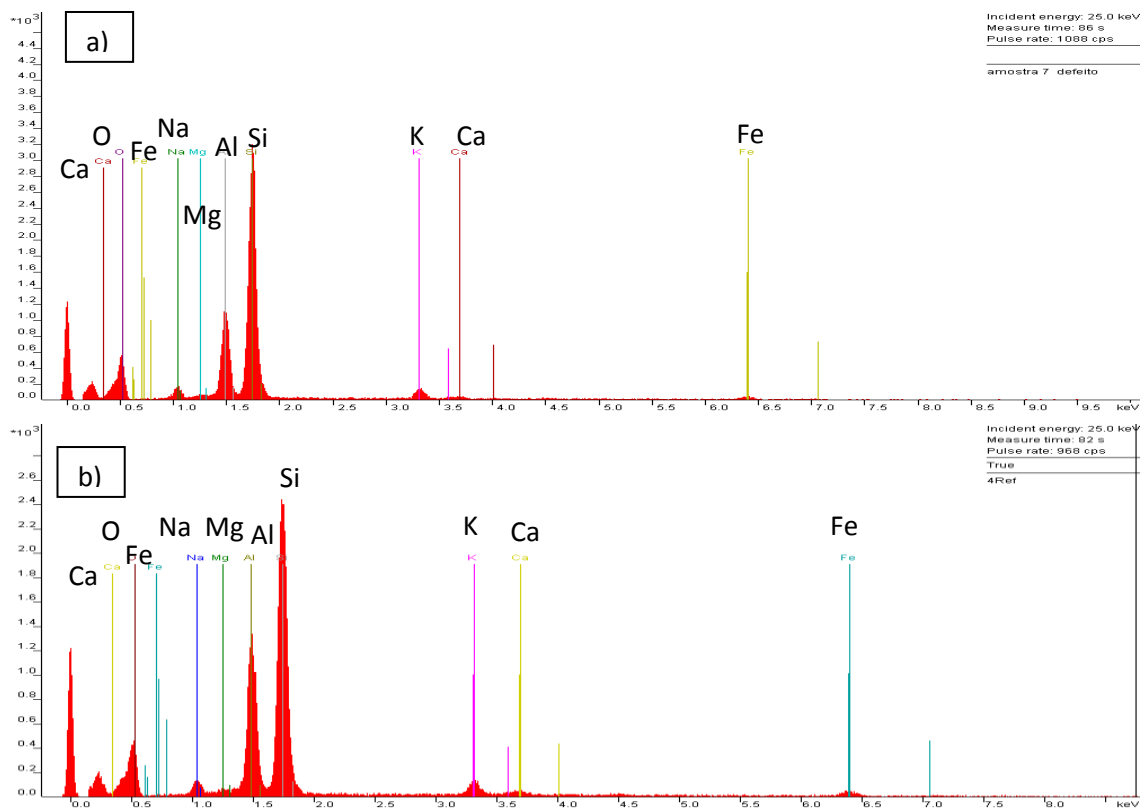


Figura 37: Espectro de EDS a) no defeito e b) no padrão.



Tabela 8: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).

Zona	Elemento (% em peso)							
	O	Fe	Na	Mg	Al	Si	K	Ca
Defeito	49,46	1,15	2,69	0,45	11,03	33,39	1,62	0,21
Padrão	42,91	1,30	3,12	0,66	15,35	34,53	1,70	0,42

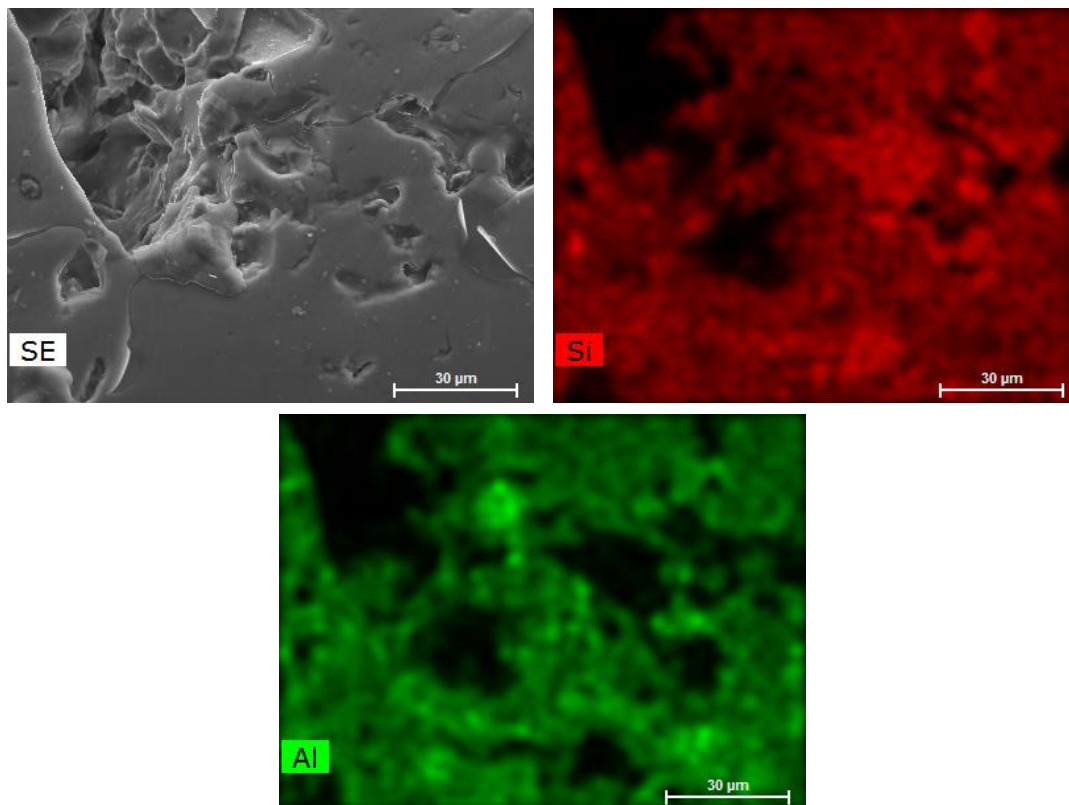


Figura 38: a) Microestrutura obtida por MEV de uma pinta escura observada de topo; c) e d) mapas de raios-X para os elementos Si e Al na zona envolvente ao defeito, respetivamente.

Ao analisar os respetivos resultados, não se perceberam diferenças apreciáveis de composição química entre o defeito (figura 37.a)) e a matriz (figura 37.b)), tendo em conta o erro experimental associado à técnica, pelo que é provável que o presente defeito tenha novamente origem num depósito de pasta anterior. No entanto, não se exclui o facto de serem possíveis pastas diferentes com corantes diferentes, pelo que poderão existir ligeiras diferenças de composição entre estas. A fissuração superficial observada na zona do defeito poderá ter surgido de diferenças de humidade entre as pastas, que se reflectiu em diferenças de empacotamento durante a prensagem e, consequentemente, diferenças de retração na sinterização.

Como no caso anterior, o defeito em estudo poderá surgir da ineficiente limpeza da prensa, do atomizador ou dos silos de armazenamento, por exemplo, sugerindo-se

novamente a revisão dos métodos de limpeza no tempo em que decorre a mudança de pós, de modo a evitar que este defeito torne a ocorrer. O facto de o mesmo lote de produção possuir ambos os defeito pintas/manchas claras e escuras poderá ser indicativo de que o material foi contaminado com duas pastas de produções anteriores diferentes, nomeadamente no corante utilizado.

#### 4.2.3. Caso 3: pinta preta

No presente caso de estudo apresenta-se o defeito pinta preta, bastante comum nos materiais mais claros da Margres. As peças em estudo foram escolhidas de produto técnico, numa referência obtida apenas por pasta base, isto é, apenas matérias-primas (sem qualquer tipo de corante) e de produto obtido por duplo carregamento. Foram analisadas, por MEV, três pintas de topo e duas em corte transversal onde se observou que estas apresentavam uma forma irregular e com dimensões a rondar os 200-300  $\mu\text{m}$  de diâmetro, como pode ser visto nas figuras 39.a) e 39.b). Verificou-se também que o defeito se caracterizava por ser uma zona de depressão, tal como nos casos anteriores (figura 39.c)), relativamente à matriz (figura 39.d)).

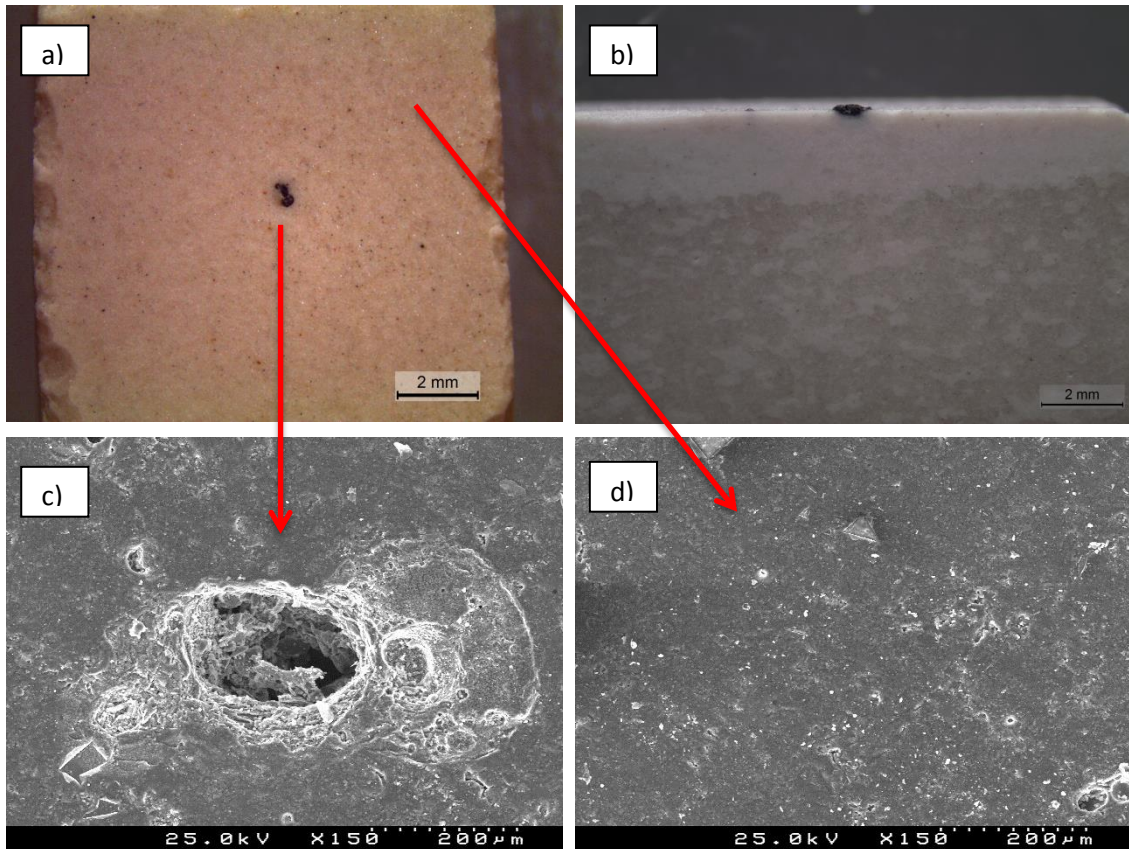


Figura 39: Morfologia de amostras com o defeito pinta preta: a) e b) na lupa, de topo e em corte transversal, respetivamente; c) e d) por MEV de topo, no defeito e na matriz, respetivamente.

As cinco amostras foram sujeitas a quantificação elemental por EDS e os respetivos resultados encontram-se na figura 40 e na tabela 9, onde se apresenta a percentagem ponderal de cada elemento na amostra nas diferentes zonas. Neste caso, e ao contrário dos já discutidos, percebeu-se que o defeito para além de físico era também químico dado pelo aumento significativo do teor de Fe nas zonas do defeito (figura 40.b)) relativamente às zonas padrão (figura 40.a)), e ainda pela presença de Cr e Mn.

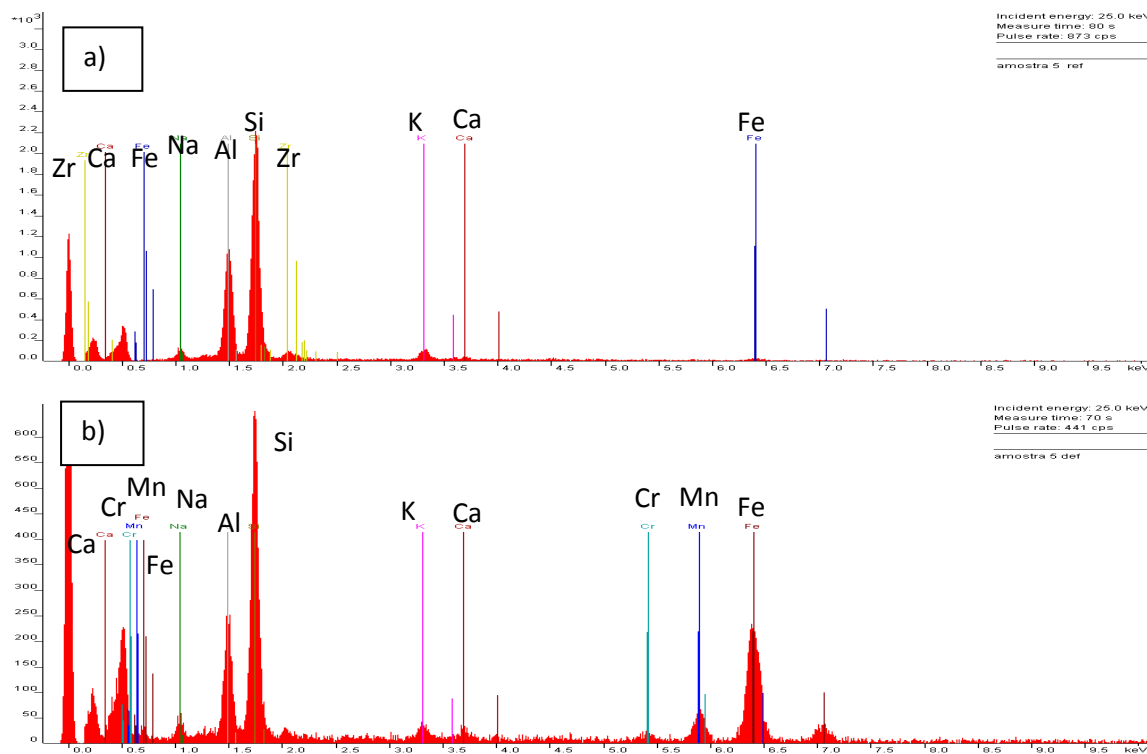


Figura 40: Espectro de EDS a) no padrão e b) no defeito.

Tabela 9: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).

Zona	Elemento (% em peso)									
	O	Fe	Na	Al	Si	Zr	K	Ca	Cr	Mn
Padrão	48,89	0,74	2,22	12,98	29,68	3,83	1,43	0,22	-	-
Defeito	2,81	20,09	4,20	7,93	18,56	1,12	0,75	0,58	0,61	3,34

Para verificar a distribuição do Fe e do Si no defeito e na zona envolvente, fez-se um mapeamento de raios-X numa pinta vista de topo e em corte transversal (figuras 41 e 42, respetivamente) onde se confirmou que o defeito é uma zona de concentração de Fe, alertando-se para o facto de que os pontos vermelhos menos intensos, no resto da amostra, corresponderem apenas a ruído. Na figura 43, visualizando o defeito de topo

com maior ampliação, foi possível não só verificar a distribuição dos elementos Fe (no defeito) e Si e Al (na matriz), como observar as diferenças morfológicas nas duas zonas.

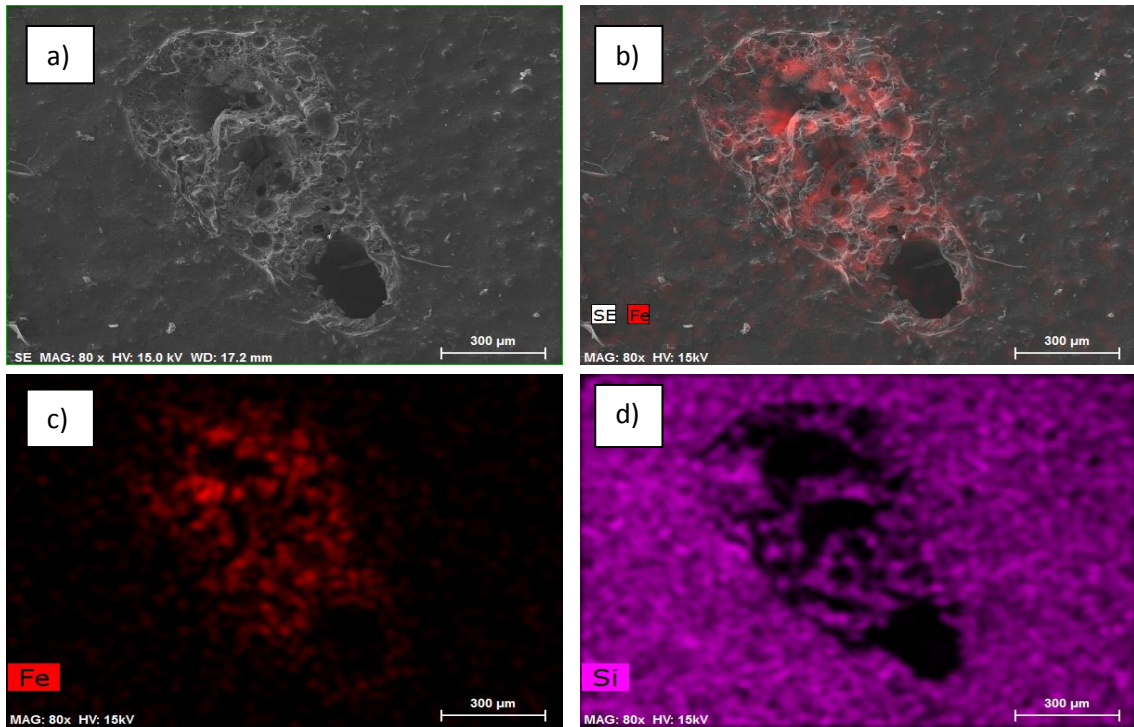


Figura 41: a) Microestrutura obtida por MEV de uma pinta preta observada de topo e respectiva b) distribuição do Fe na pinta; c) e d) mapas de raios-X para os elementos Fe e Si na pinta e zona envolvente, respetivamente.

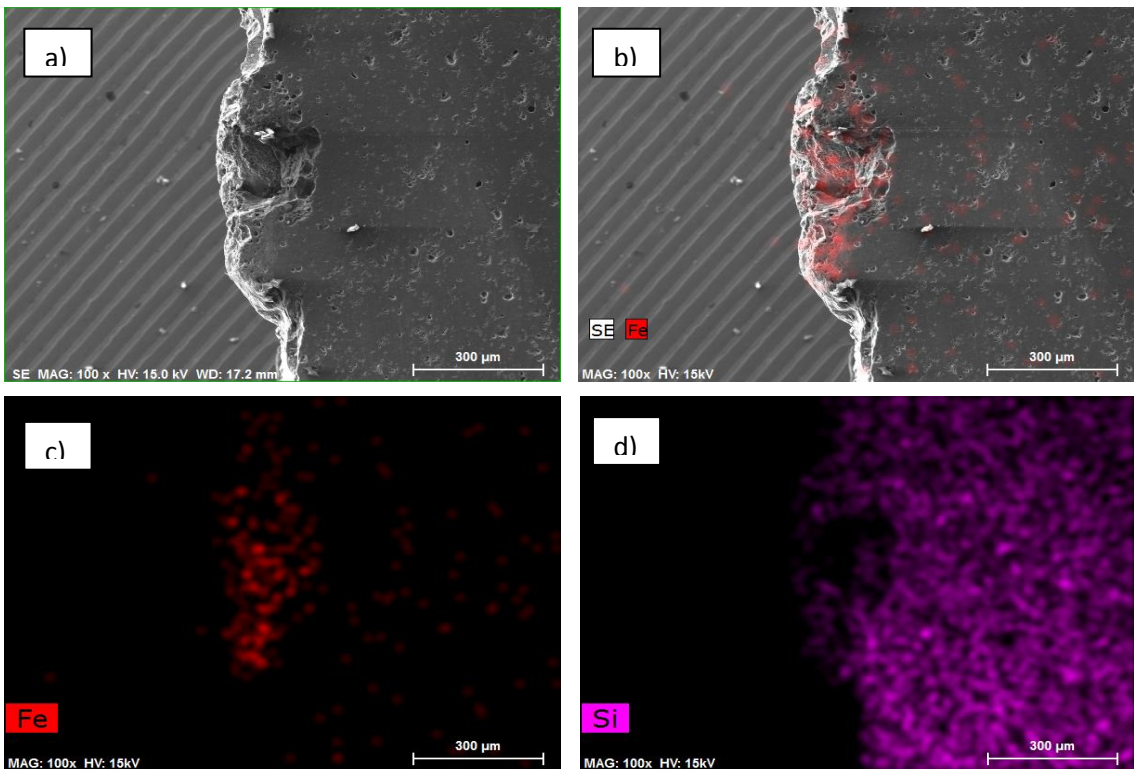
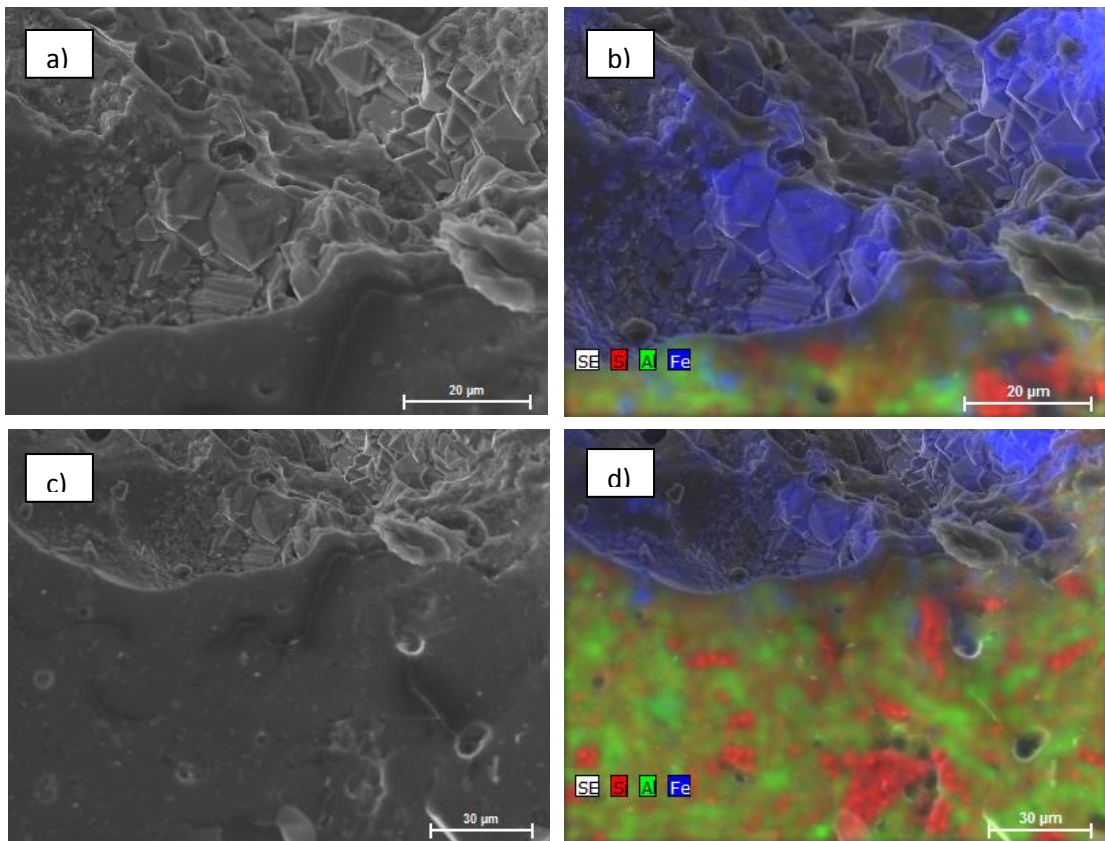


Figura 42: a) Microestrutura obtida por MEV de uma pinta preta observada transversalmente e respectiva b) distribuição do Fe na pinta; c) e d) mapas de raios-X para os elementos Fe e Si na pinta e zona envolvente, respetivamente.



**Figura 43:** a) e c) Microestruturas obtida por MEV de uma pinta preta observada transversalmente; b) e d) distribuições respectivas do Fe, Si e Al na pinta e matriz envolvente.

Como primeiras hipóteses, pensou-se que a contaminação com os elementos referidos anteriormente poderia surgir de fenômenos de abrasão ou desgaste de diferentes equipamentos ou peças de aço presentes ao longo do processo de fabrico da Margres como tubagens, moinhos, silos, elevadores, peneiros (malhas), entre outros ou ter origem em processos de manutenção ou solda que decorram em pleno curso de fabrico e que contaminem as peças mais próximas.

De modo a tentar perceber melhor a possível origem do defeito em estudo, foi calculada de forma aproximada a percentagem ponderal relativa entre os elementos metálicos Fe, Mn e Cr e obtiveram-se os seguintes valores: Fe (83,6 %), Mn (13,9 %) e Cr (2,5 %). De seguida, procurou-se na literatura por aços com composições semelhantes e o encontrado com composição mais próxima da descrita foi o aço de manganês austenítico (*Austenitic Manganese Steel*), nomeadamente do grau C, cuja composição é a que se apresenta na tabela 10, a azul:

**Tabela 10: Composição química de diferentes graus do aço de manganês austenítico. [19]**

ASTM A 128	% C	% Mn	% Cr	% Mo	% Ni	% Si max	% P max
A	1,05 – 1,35	11,0 min	-	-	-	1,00	0,07
B-1	0,90 – 1,05	11,5 – 14,5	-	-	-	1,00	0,07
B-2	1,05 – 1,20	11,5 – 14,5	-	-	-	1,00	0,07
B-3	1,12 – 1,28	11,5 – 14,5	-	-	-	1,00	0,07
B-4	1,20 – 1,35	11,5 – 14,5	-	-	-	1,00	0,07
C	1,05 – 1,35	11,5 – 14,5	1,5 – 2,5	-	-	1,00	0,07
D	0,70 – 1,30	11,5 – 14,5	-	-	3,0 – 4,0	1,00	0,07
E-1	0,70 – 1,30	11,5 – 14,5	-	0,90 – 1,20	-	1,00	0,07
E-2	1,05 – 1,45	11,5 – 14,5	-	1,80 – 2,10	-	1,00	0,07
F	1,05 – 1,35	6,0 – 0,8	-	0,90 – 1,20	-	1,00	0,07

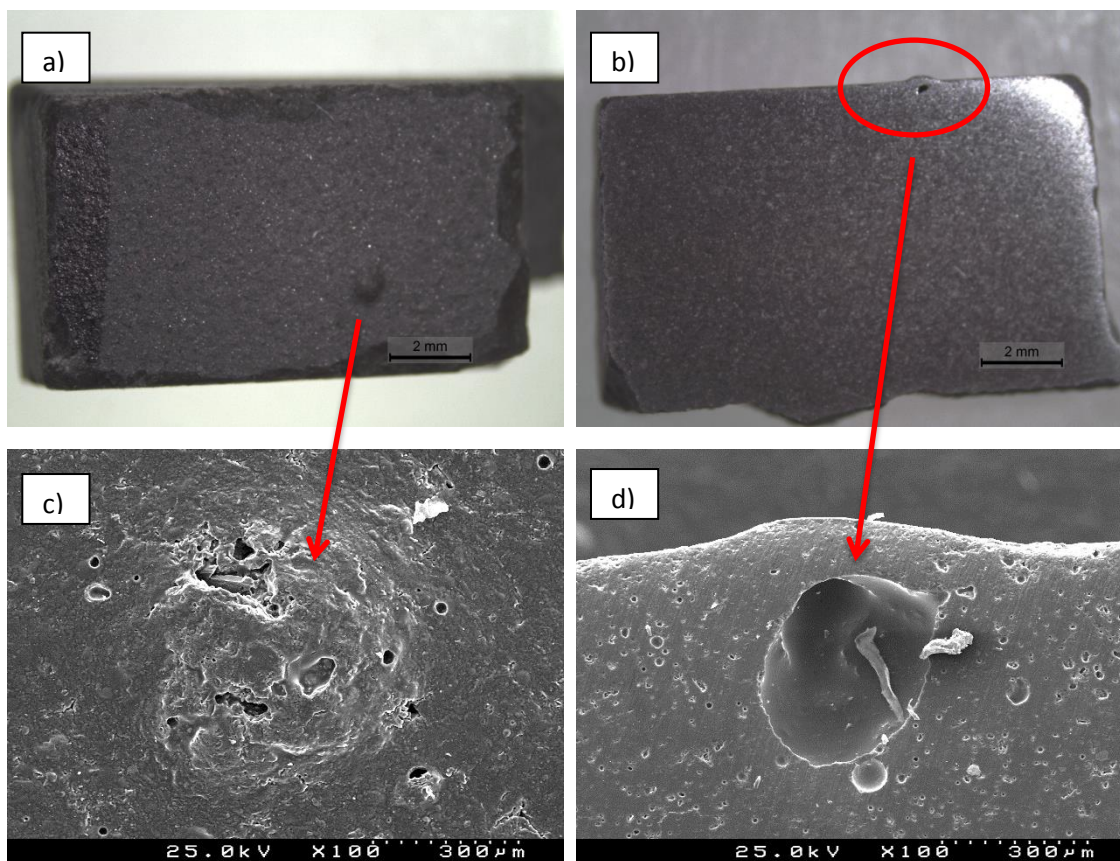
Entre as principais aplicações descritas na literatura para o aço de manganês austenítico, estão os moinhos e essa poderá ser a potencial fonte de contaminação do grés porcelânico com pintas pretas, nomeadamente os moinhos de atrito do pó micronizado. As contaminações metálicas referidas nas referências de produto obtido por dupla carga poderão surgir durante a moagem do micronizado enquanto nas restantes poderão ser explicadas pelo facto de os moinhos micronizadores trabalharem por cima das prensas, sendo provável a queda de pequenas partículas de aço nas telas transportadoras imediatamente antes ou mesmo no produto acabado de conformar.

No entanto, e para garantir a veracidade deste resultado, seria importante saber a composição dos materiais metálicos que constituem os moinhos micronizadores da Margres, o que foi tentado junto dos fornecedores mas não se obteve resposta até à data do final deste estágio. Ainda assim não se excluem as hipóteses de outras possíveis fontes de contaminação que também devem ser posteriormente investigadas, como as malhas dos peneiros, elevadores, tubagem, entre outros equipamentos de aço presentes ao longo do processo de fabrico, sendo posteriormente possível encontrar soluções para minimizar este defeito no grés porcelânico da empresa.

#### 4.2.4. Caso 4: bolhas

De seguida analisou-se o caso do defeito bolhas, seleccionado em material sem vidro e sem polimento. Duas das amostras foram analisadas por MEV, onde se verificou que o defeito se caracterizava por uma elevação da superfície com cerca de 500-700 µm de diâmetro, como pode ser visto na figura 44.a). Já nas figuras 44.b), 44.c)

e 44.d) observa-se que a bolha possui uma superfície irregular e uma cavidade interna de elevada dimensão, correspondente a um poro com cerca de 300-400  $\mu\text{m}$  de diâmetro.



**Figura 44:** Morfologia de uma amostra com o defeito bolha: a) e b) na lupa, de topo e em corte transversal, respetivamente; c) e d) por MEV de topo e em corte transversal, respetivamente.

A amostra em corte transversal foi analisada por EDS e os respetivos resultados encontram-se na figura 45 e na tabela 11 onde se apresenta a percentagem ponderal de cada elemento. Analisando os mesmos resultados verificou-se que o defeito era novamente físico e químico, uma vez que se obteve um aumento significativo no teor de Fe no defeito (figura 45.b)) relativamente ao padrão (figura 45.a)) juntamente com a presença de Cr e Mn.

Calculando a percentagem ponderal relativa entre os elementos metálicos, obtiveram-se os seguintes valores: Fe (87,4 %), Mn (12,2 %) e Cr (0,4 %). Estes valores, embora suficientemente próximos dos obtidos anteriormente, no caso da pinta preta, apresentam algumas diferenças, nomeadamente no valor da percentagem de Cr. No entanto, os resultados semi-quantitativos de EDS obtidos neste caso possuem um erro

associado muito elevado pelo facto de este defeito ser um buraco na amostra. Uma vez que a topografia é um dos fatores determinantes na captação de sinal, a superfície da amostra deve ser totalmente plana, o que neste caso não foi possível, sendo por isso o sinal obtido no defeito muito fraco e mais difícil de quantificar.

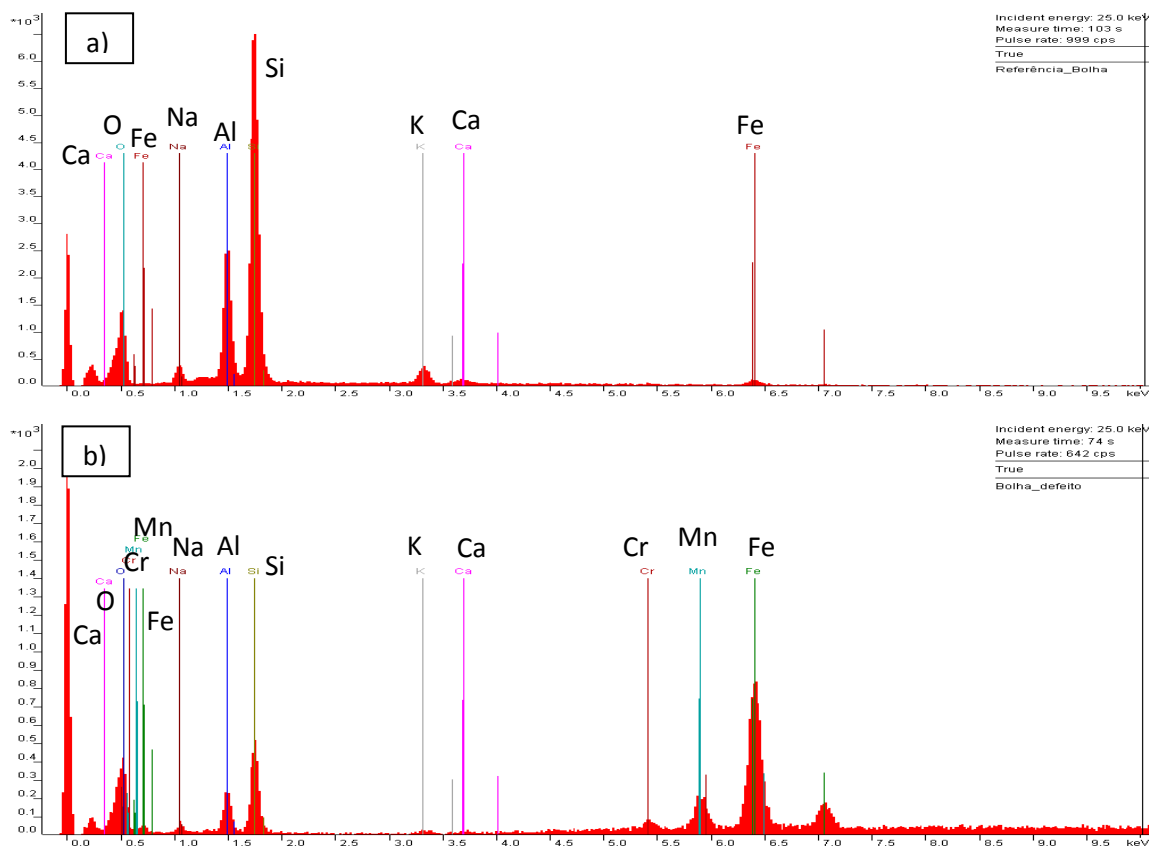


Figura 45: Espectro de EDS a) fora e b) dentro da bolha.

Tabela 11: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).

Zona	Elemento (% em peso)								
	O	Fe	Na	Al	Si	K	Ca	Cr	Mn
Padrão	55,69	1,37	2,37	10,89	27,59	1,76	0,33	-	-
Defeito	91,42	4,86	1,53	0,60	0,88	0,00	0,00	0,02	0,68

Deste modo, conclui-se que o defeito deve ser da mesma natureza do analisado no caso anterior, uma contaminação metálica proveniente de alguma estrutura de aço, pressupondo-se a mesma origem nos dois casos. A grande diferença é que, neste caso, a contaminação metálica estava no interior da peça e não à superfície que com



temperatura suficientemente elevada terá levando à formação de fase líquida com outros elementos da pasta e conseqüente volatilização com elevação da superfície e o aparecimento de um buraco no interior da peça.

É de referir que as amostras em corte transversal não apresentavam apenas um defeito, mas alguns buracos mais no interior que não levaram ao aparecimento de uma bolha. Assim, este é um defeito que está presente tanto à superfície como no interior do material, ainda que só aqueles que estejam à superfície levem à sua desclassificação.

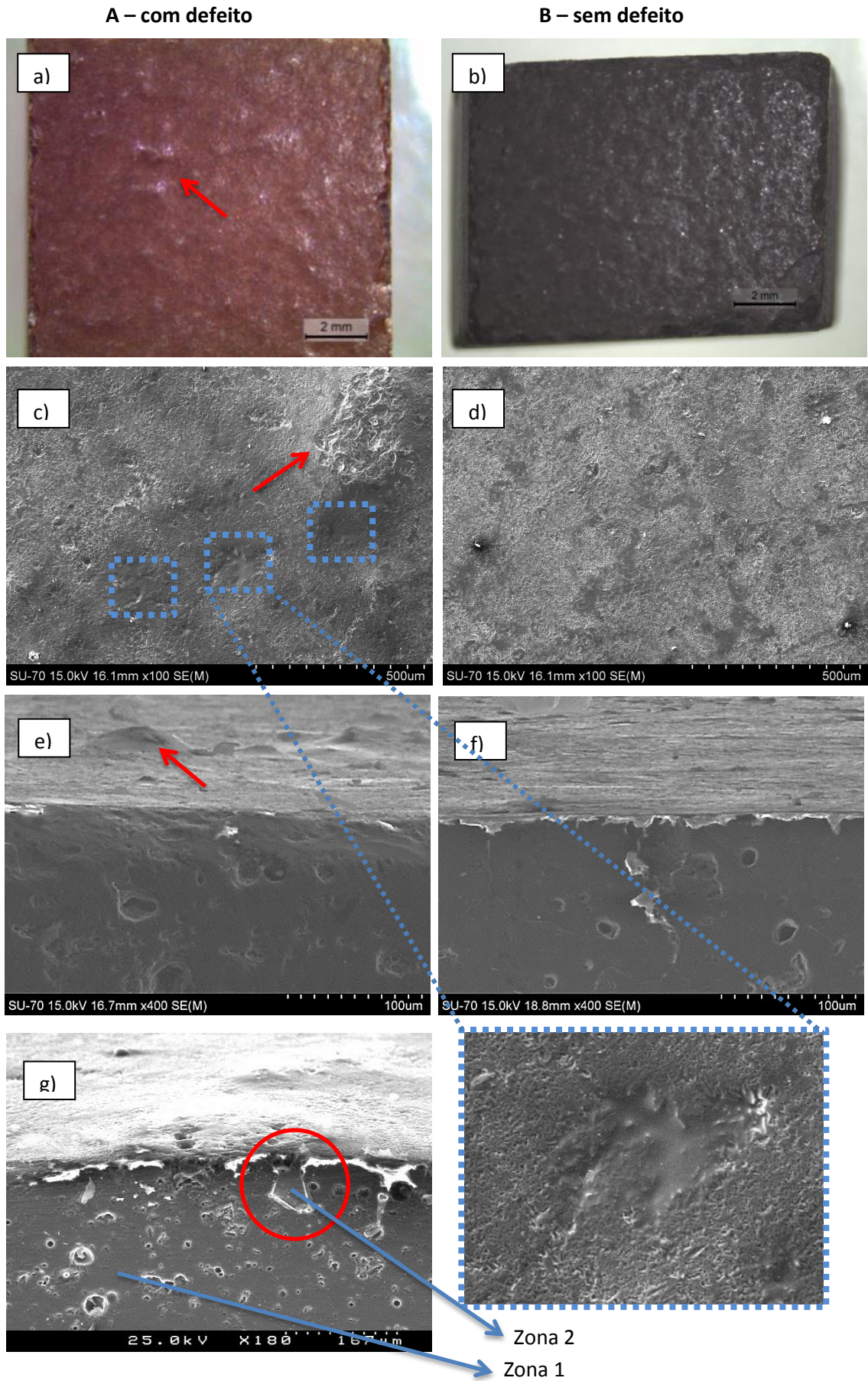
Pelo facto de se encontrar no interior da peça, é possível afirmar que esta contaminação já se encontrava no pó e não foi algo que caiu na linha durante o processo de fabrico, levando a concluir que a sua origem ocorreu em etapas anteriores à prensagem, como a moagem, atomização ou transporte na linha até à prensa. Nota-se, mais uma vez, que o conhecimento da composição dos materiais destes equipamentos seria importante para complementar o trabalho e corroborar a hipótese apresentada anteriormente, de modo a ser possível encontrar soluções para minimizar ou prevenir este defeito.

#### **4.2.5. Caso 5: rugosidade superficial**

O último caso de estudo que se apresenta é o da rugosidade superficial, defeito encontrado em todas as peças de um lote de produção da série D, cujo material é vidrado mas não polido. A sua desclassificação deveu-se ao facto de este material apresentar uma superfície rugosa desagradável ao toque, o que não tinha acontecido em lotes de produção anteriores. Neste tópico será utilizada a seguinte designação:

- Amostra A: três amostras com defeito (último lote de produção da série D);
- Amostra B: três amostras sem defeito (penúltimo lote de produção da série D).

As amostras A e B foram observadas por MEV onde foi possível visualizar com mais pormenor as diferenças superficiais entre ambas. A amostra A apresentava elevações mais acentuadas da superfície, como pode ser visto nas figuras 46.a), 46.c) e 46.e) (indicadas com setas a vermelho), ao contrário da amostra B que apresentava uma superfície mais lisa, como se verifica nas figuras 46.b), 46.d) e 46.f). As amostras aparentavam ter também diferenças de porosidade, como se pode observar nas secções transversais, figuras 46.c) e 46.d), o que levou ao estudo mais detalhado da distribuição de porosidade em ambas e que se apresenta adiante.



**Figura 46:** Microestrutura a) da amostra A (com defeito) na lupa; c) e e) da amostra A por MEV; b) e d) da amostra B (sem defeito) vista na lupa e por MEV, respectivamente.

Relativamente aos resultados de EDS, realizados em amostras em secção transversal e que se apresentam na figura 47 e tabela 12, não se verificaram diferenças muito significativas nos teores de Si e Al quando comparando a composição química na zona 1 da amostra defeituosa (amostra A) com a composição da amostra sem defeito (amostra B), mas observa-se a deteção de Zn (~6 % em peso) que não é detetado na amostra B e maior teor em Ca. No entanto, a amostra A possui zonas pontuais com diferenças quantitativas de Si, Al e outros elementos. Na figura 47.b), que corresponde à área assinalada a vermelho na figura 46.g), isto é na zona 2, observa-se a deficiência em Si e Al quando comparada com uma zona interior da amostra (zona 1) ou mesmo com a amostra B (sem defeito), sendo maior a percentagem ponderal de Zn (~56 %), Ca (~21 %) e Fe (~ 6 %), elementos estes assinalados a azul na tabela 12. Assim, pôs-se a hipótese de esta zona corresponder a uma zona de penetração de vidro na amostra.

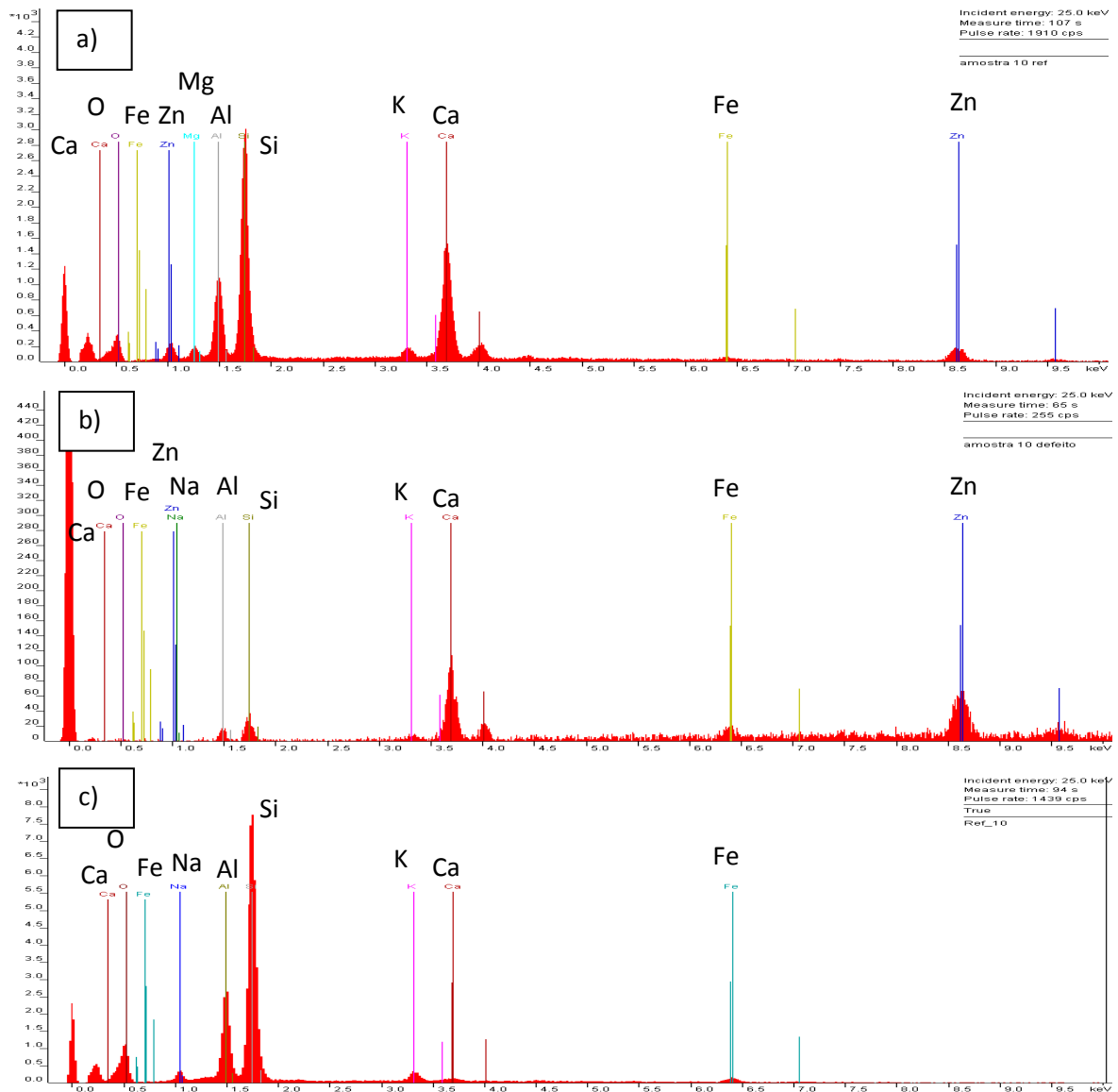


Figura 47: Espectro EDS a) da amostra A, com defeito (Zona 1); b) da amostra A, com defeito (Zona 2); c) da amostra B, sem defeito.

**Tabela 12: Resultados da análise química por EDS nas regiões de defeito e padrão (% ponderais).**

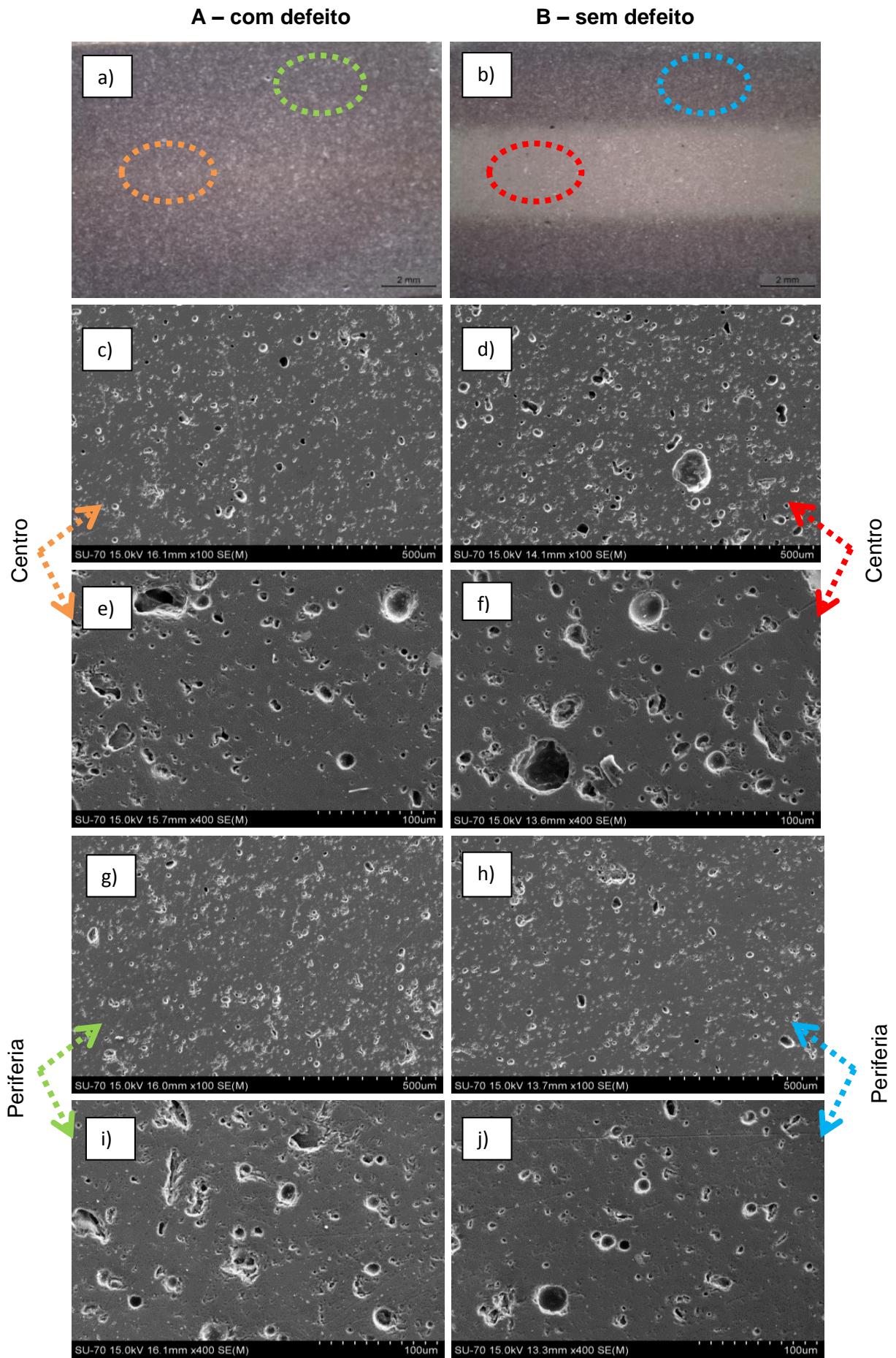
Amostra	Elemento (% em peso)								
	O	Fe	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Zn
A, com defeito (Zona 1)	42,51	0,63	-	1,62	9,18	24,80	1,05	14,36	5,85
A, com defeito (Zona 2)	1,37	6,48	0,05	-	3,99	9,78	1,19	21,26	55,88
B, sem defeito	51,25	1,45	2,04	-	10,92	32,36	1,51	0,46	-

Para confirmar a hipótese anterior, foi necessário conhecer a composição em óxidos do vidro utilizado na série D, que se apresenta na tabela 13. De facto, o vidro possui como principais constituintes, além do óxido de silício e do óxido de alumínio, os óxidos de cálcio e zinco (assinalados a azul) e também contribui com algum ferro, embora numa percentagem bastante mais reduzida. A hipótese fica assim corroborada, isto é, a amostra A (com defeito) possui zonas pontuais onde o vidro fundiu e penetrou a amostra, contribuindo para as irregularidades de superfície observadas. Estas zonas poderão corresponder às zonas assinaladas com um retângulo azul na figura 46.c), representando fusões locais do vidro.

**Tabela 13: Composição em óxidos do vidro utilizado na série D (dados cedidos pelo fornecedor).**

Elemento	Descrição	% em peso	Elemento	Descrição	% em peso
Al	Óxido de alumínio	18 - 20	Ti	Óxido de titânio	0 - 2
Ca	Óxido de cálcio	11 - 13	Ba	Óxido de bário	0 - 2
Fe	Trióxido de ferro	0 - 2	Sr	Óxido de estrôncio	0 - 2
Mg	Óxido de magnésio	2 - 4	Na	Óxido de sódio	1 - 3
K	Óxido de potássio	2 - 4	P	Pentóxido de fósforo	0 - 2
Si	Óxido de silício	50 - 52	Zn	Óxido de zinco	6 - 8

Na figura 48 apresenta-se a microestrutura em corte transversal das amostras A e B, tanto no centro como na periferia e com ampliações no microscópio eletrónico de varrimento de 100 e 400x, para análise da porosidade. As setas a laranja fazem corresponder duas microestruturas nas diferentes ampliações à zona delineada pelo círculo laranja e assim sucessivamente.



**Figura 48: Microestruturas obtidas na lupa e por MEV a), c), e), g) e i) para a amostra A; b), d), f), h) e j) para a amostra B.**

A primeira diferença macroscópica observada entre as duas amostras foi a tonalidade interior, já que a amostra B (sem defeito) apresentava uma lista de cor clara no seu centro e que na amostra A (com defeito) é quase impercetível. Este efeito, originado durante a monocozedura rápida do material, é designado por “coração negro de pastas negras” e é típico dos produtos de pasta mais escura da Margres. Uma vez que a atmosfera do forno é oxidante e que os elementos cromóforos dos corantes utilizados nas pastas escuras desenvolvem a cor na presença de oxigénio a temperatura elevada, a periferia da peça que tem maior acesso ao oxigénio desenvolve a cor escura, ao contrário do seu centro que mantém a cor inicial. Na amostra A este efeito também está presente, embora de um modo mais subtil, visível pela coloração intermédia em *degradé* desde a periferia até ao interior da peça, dando a ideia de que o respetivo lote de produção foi sujeito a temperatura mais elevada, facilitando os fenómenos de difusão do oxigénio.

De seguida, caracterizaram-se as diferenças de porosidade entre o centro e a periferia das amostras. Recorrendo ao programa ImageJ, utilizaram-se 15 imagens para medições de porosidade e de tamanhos de poro e cujos resultados se apresentam resumidos na tabela 14. Cada valor na respetiva tabela corresponde à média dos valores obtidos em 3 ou 4 imagens de zonas equivalentes, com ampliação no microscópio de 400x.

**Tabela 14: Valores de porosidade obtidos no programa ImageJ.**

Amostra	Zona	Fração de área ocupada pelos poros (%)	Média do tamanho do poro ( $\mu\text{m}^2$ )
A – com defeito	Centro	3,6	21
	Periferia	3,5	20
B – sem defeito	Centro	5,7	46
	Periferia	2,2	23

Olhando para os valores obtidos verifica-se que ambas as amostras possuem uma porosidade fechada dentro dos valores típicos do grés porcelânico. A amostra A possui valores muito próximos de porosidade fechada na periferia e centro da amostra, ao contrário da amostra B que possui valores relativamente mais elevados no seu centro, o que já era percetível nas figuras 48.d) e 48.f). Relativamente à média do tamanho de

poro, também se verifica que os valores são muito semelhantes na amostra A e periferia da amostra B, sendo no centro desta última que se localizam os poros de maior dimensão, o que mais uma vez se pode explicar pela menor temperatura de cozedura a que este lote foi sujeito, atingindo conseqüentemente uma densificação mais reduzida no interior da peça.

Dos resultados obtidos ao longo do presente caso, fica a ideia de estarmos perante um caso de sobrecozedura do vidro, provocada por um excesso de temperatura no forno, e que levou à presença de fase viscosa observada a penetrar a amostra. De facto, é possível concluir que o suporte foi melhor conseguido no caso da produção de lote com defeito, onde a maior temperatura de cozedura permitiu fenómenos de difusão de oxigénio que resultaram na maior homogeneização de propriedades entre a periferia e o centro das peças e uma densificação mais homogénea em toda a peça. No entanto, a temperatura foi, neste caso, excessiva para o vidro, resultando na superfície rugosa e desagradável ao toque. No caso do lote sem defeito acontece o contrário, apesar de o vidro não apresentar irregularidades, o suporte da peça tem maior heterogeneidade no centro da peça relativamente à periferia.

Para melhor compreensão deste último caso de estudo seria ainda interessante realizar análises complementares como dilatometrias ao vidro e testes de cozedura, antes da nova produção da série D para evitar que uma nova produção de lote provocasse os mesmos resultados, o que não foi possível à data de estágio.

### **4.3. Considerações finais**

Quase a terminar o presente relatório de estágio, eis alguns pontos a ter em consideração:

- Apesar de os pontos de controlo ao longo do processo de fabrico serem de extrema importância para controlo e monitorização das propriedades intermédias e finais pretendidas do produto, não são suficientes para a obtenção de material isento de defeitos;

- A etapa de escolha torna-se, por isso, um ponto crucial para o controlo do produto uma vez que permite não só a separação do material em níveis de qualidade mas também a contabilização dos defeitos de cada acabamento ou referência, sempre que necessário, embora a velocidade das linhas nem sempre permita o seu acompanhamento de modo mais eficaz;
- A construção de Diagramas de Pareto é uma boa ferramenta para estudar estatisticamente os defeitos com maior predominância no produto, uma vez que se tornam evidentes aqueles que merecem maior atenção por parte da empresa;
- Depois de conhecidos os principais defeitos é possível recuar no processamento e, na maioria dos casos, reconhecer as suas causas potenciais. Para os defeitos cujas causas não são tão claras, a identificação da sua origem pode ser investigada, de forma a encontrar novas fontes que os originam e que antes até poderiam não ser consideradas;
- Por fim, é possível encontrar soluções e medidas de prevenção para os vários defeitos, embora muitas vezes estas não sejam exequíveis ou a resolução de um problema implique a criação de um novo. Os defeitos que hoje têm menor importância podem num curto espaço de tempo tomar relevância com a tentativa de minimização de outros, ou o contrário.
- Cada trabalhador deve ser consciencializado que tem um papel importante na prevenção de defeitos nas etapas de processo em que intervém, uma vez que grande parte dos defeitos podem ser resolvidos com a rápida resolução de estrangimentos nas linhas;
- E por último, é necessário ter em consideração que, além de que a pretensão por maior qualidade exige mais custos, a idealização de produtos sem defeitos pode ser inatingível;

Na tabela 15 apresenta-se um resumo das causas conhecidas ou mais comuns e soluções/medidas de prevenção para todos os defeitos encontrados no produto da Margres durante o período de estágio, de forma a sumariar os capítulos 3 e 4, com as conclusões a que este trabalho permitiu chegar em termos de defeitos em ladrilhos de grés porcelânico.



**Tabela 15: Tabela resumo com as causas conhecidas/mais comuns e soluções/medidas de prevenção para os defeitos do produto da Margres.**

DEFEITO	CAUSAS IDENTIFICADAS/MAIS COMUNS	SOLUÇÕES/MEDIDAS DE PREVENÇÃO
Altos	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mau carregamento da prensa;</li> <li>- Contaminações com material orgânico (plásticos, pedaços das telas transportadoras, insetos, etc.) ou metais;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Resolver problemas de carregamento;</li> <li>- Limpeza das etapas anteriores à prensagem propícias à criação de contaminações com material orgânico/metais;</li> </ul>
Aresta danificada	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Choque das peças umas contra as outras ou contra qualquer obstáculo durante o transporte nas linhas;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rápida intervenção dos operadores sempre que existam constrangimentos na linha;</li> <li>- Ajuste da velocidade da linha;</li> <li>- Ajuste das guias de transporte;</li> </ul>
Biselamento não uniforme	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Entrada da peça torcida na linha durante a etapa de biselamento;</li> <li>- Desgaste dos discos de biselamento;</li> <li>- Peça menor que as dimensões estabelecidas (após o corte);</li> <li>- Diferenças de espessura;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rápida intervenção dos operadores sempre que existam constrangimentos na linha;</li> <li>- Substituição dos discos de biselamento não conformes;</li> <li>- Controlo de dimensões/espessura da peça;</li> </ul>
Bolhas	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Desgaseificações no suporte ou no vidro durante a etapa de cozedura;</li> <li>- Temperatura local do forno elevada;</li> <li>- Contaminações metálicas;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Garantir o ciclo de cozedura correto do forno;</li> <li>- Evitar, sempre que possível, fontes de contaminação metálicas;</li> </ul>
Buraco	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sujidade superficial arrancada pelas pedras de polimento;</li> <li>- Bolhas que rebentaram no forno;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Minimizar a sujidade superficial antes da entrada das peças no forno;</li> <li>- Ver soluções/medidas de prevenção para “Bolhas”</li> </ul>
Cantos	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Choque em cru ou cozido das peças umas contra as outras ou contra qualquer obstáculo durante o transporte nas linhas;</li> <li>- Corte da peça deficiente;</li> <li>- Diamante de corte desgasto;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rápida intervenção dos operadores sempre que existam constrangimentos na linha;</li> <li>- Ajuste da velocidade da linha;</li> <li>- Ajuste das guias de transporte;</li> <li>- Ajuste da máquina de corte;</li> <li>- Substituir diamante de corte;</li> </ul>
Colado	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Pequena porção de pó fica agarrada à superfície do molde;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Limpeza mais frequente dos moldes;</li> <li>- Substituição dos cunhos que não se encontrem em bom estado;</li> </ul>
Defeito de decoração	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Bicos da impressora (KeraJet) ou alvéolos (Rolos) entupidos;</li> <li>- Peça entra torcida na linha;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Manutenção frequente da impressora e rolos;</li> <li>- Rápida intervenção dos operadores sempre que existam constrangimentos na linha;</li> </ul>
Enfado	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Bolsas de ar que se escapam com velocidade excessiva durante a prensagem;</li> <li>- Excesso de micronizado;</li> <li>- Pó demasiado seco ou demasiado húmido;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Aumentar o tempo de desaeração;</li> <li>- Baixar a pressão da 1ª prensada;</li> <li>- Reduzir a camada de micronizado;</li> <li>- Controlar humidade do pó;</li> </ul>

DEFEITO	CAUSAS IDENTIFICADAS/MAIS COMUNS	SOLUÇÕES/MEDIDAS DE PREVENÇÃO
Escovas	- Paragem da linha de escolha;	- Parar escovas de limpeza aquando da paragem das linhas;
Excesso de vidro	- Paragem da linha;	- Rápida intervenção dos operadores de linha de modo a que as paragens sejam o mais breve possíveis;
Falta de vidro	- Peças sobrepostas; - Avaria nas bombas de vidragem; - Bico de pulverização entupido;	- Rápida intervenção dos operadores sempre que existam constrangimentos na linha ou avarias; - Substituição do bico de pulverização;
Falta de desbaste	- Empeno da peça; - Problemas de carregamento;	- Repasse das peças com defeito; - Mexer na curva do forno (superior ou inferior) de modo a evitar o empeno do material; - Injeção de ar na zona de arrefecimento para contrariar o empeno da peça; - Tentar resolver problemas de carregamento;
Granilha não uniforme	- Golpes, sujidade ou aglomerados no tapete; - Desnivelamento ou má regulação do alimentador; - Escassez ou más condições da cola;	- Limpeza e controlo das condições do tapete; - Nivelamento e regulação do alimentador; - Controlo das condições da cola;
Manchado	- Heterogeneidade do pó; - Absorção de óleos ou líquidos; - Agregação de pó de determinada tonalidade ou falta deste (em produtos com mistura de pós); - Carregamento não conforme;	- Homogeneização do pó; - Limpeza de possíveis fontes de libertação de óleos/líquidos; - Evitar segregações granulométricas (balanças, tremonha, grelha); - Resolver problemas de carregamento;
Nicado/lascado	- Choque das peças umas contra as outras ou contra qualquer obstáculo durante o transporte nas linhas; - Desgaste dos discos de biselamento;	- Rápida intervenção dos operadores sempre que existam constrangimentos na linha; - Ajuste da velocidade da linha; - Ajuste das guias de transporte; - Substituição dos discos de biselamento mão conformes;
Pingos da digital	- Condensação de tinta da keraJet ou de água/vapor;	- Manutenção frequente da impressora; - Controlo da pressão de trabalho das unidades injetoras; - Evitar que as peças cheguem à etapa de decoração a libertar água/vapor;
Pingos de engobe ou de vidro	- Nebulização excessiva do engobe/vidro levando a acumulação de gotas na câmara de vidragem e posterior condensação;	- Limpeza frequente da câmara de vidragem;

DEFEITO	CAUSAS IDENTIFICADAS/MAIS COMUNS	SOLUÇÕES/MEDIDAS DE PREVENÇÃO
Pingos do forno	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Penetração de pingos na superfície da peça provenientes do teto do forno, criados por condensação de componentes mais voláteis;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Utilizar vidros com menor percentagem de componentes voláteis;</li> <li>- Manutenção/limpeza do teto do forno;</li> </ul>
Pintas	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Presença de partículas de ferro na pasta ou no vidrado;</li> <li>- Deposição de pasta anterior/poeiras;</li> <li>- Resíduos da bomba de vidragem;</li> <li>- Aglomerados de pó (caroços, no caso do duplo carregamento);</li> <li>- Óleos, tintas, etc.;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Aumento da eficiência dos desferrizadores das pastas;</li> <li>- Revisão do método de limpeza de prensas, atomizador, etc.;</li> <li>- Limpeza cuidada e frequente da bomba de vidragem;</li> </ul>
Rachada	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Aquecimento/ arrefecimento brusco da peça;</li> <li>- Impacto das peças umas contra as outras ou contra qualquer obstáculo durante o transporte;</li> <li>- Anomalia de prensagem (extração da peça);</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Evitar o aquecimento/arrefecimento brusco do material;</li> <li>- Rápida intervenção dos operadores sempre que existam constrangimentos na linha;</li> <li>- Verificar condições de extração da peça durante a prensagem;</li> </ul>
Raspada/riscada	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Riscos provocados pelas guias de transporte;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Garantir que as peças não estejam a tocar na parte superior das guias;</li> </ul>
Riscos de polimento/corte	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Riscos provocados pelas pedras de polimento ou material que se parte;</li> <li>- Corte da peça deficiente;</li> <li>- Diamante de corte desgasto;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rápida intervenção dos operadores nas paragens da linha;</li> <li>- Substituição das pedras de polimento sempre que estejam desgastadas;</li> <li>- Limpeza da superfície das peças;</li> <li>- Ajuste da máquina de corte;</li> <li>- Substituir diamante de corte;</li> </ul>
Rugosidade superficial	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Desgaste dos cunhos de face;</li> <li>- Impurezas ou sujidade na peça;</li> <li>- Sobrecozedura do vidrado;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Substituição de cunhos sempre que estes não se encontrem conformes;</li> <li>- Aumento da eficiência dos sistemas de aspiração de poeiras e sopradores de limpeza da superfície das peças antes da sua entrada no forno;</li> <li>- Baixar a temperatura do forno;</li> </ul>
Sujidade superficial	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fragmentos de peças que partiram ou esmurraram durante o transporte;</li> <li>- Rebarbas de peças que caem de uma para as outras no empilhamento em vagonas;</li> <li>- Peças que rebentaram no forno;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Aumento da eficiência dos sistemas de aspiração de poeiras e sopradores de limpeza da superfície das peças antes da sua entrada no forno;</li> <li>- Garantir que as peças não cheguem ao forno com excesso de humidade;</li> </ul>
Terra-base	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Espessura da camada de micronizado não uniforme ao longo da peça;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Controlo da uniformidade da espessura da camada superior para que esta não varie ao longo da peça;</li> <li>- Aumento da espessura da camada de micronizado;</li> </ul>
Tonalidade	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Variação da temperatura do forno (falhas de alimentação);</li> <li>- Mudança de forno;</li> <li>- Variações na aplicação de decoração;</li> <li>- Carregamento de pós heterogéneo;</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Garantir a alimentação do forno constante;</li> <li>- Fazer panos mais extensos de forma a separar o material por lotes, sempre que necessário;</li> <li>- Resolver problemas de carregamento;</li> </ul>



# Capítulo 5

---

**Conclusões e futuros desenvolvimentos**



## 5. Conclusões e futuros desenvolvimentos

A realização deste estágio curricular permitiu antes de tudo o contacto com a realidade do mercado de trabalho, através da integração num ambiente fabril, possibilitando o desenvolvimento de experiência e competências tanto a nível social como profissional.

Os objetivos traçados para o estágio foram cumpridos, uma vez que foi possível:

- Compreender o processo geral de fabrico do grés porcelânico;
- Identificar os defeitos de produção e fazer o seu levantamento estatístico;
- Analisar estatisticamente a importância de cada defeito na produção em diferentes acabamentos e séries;
- Encontrar as causas associadas à maioria dos defeitos e localizá-las nas diferentes etapas do processo de fabrico;
- Caracterizar a nível químico, físico e microestrutural os defeitos cujas origens não eram claras para a empresa utilizando as facilidades existentes na UA/CICECO;
- Encontrar soluções e medidas de prevenção para os principais defeitos.

Percebeu-se inicialmente que o leque de possíveis defeitos no grés porcelânico é elevado e que cada um tem associado a si diferentes variáveis e etapas do processo. Chegou-se à conclusão que os defeitos com maior preponderância em todo o tipo de produtos da Margres são os defeitos associados ao transporte e a sujidade superficial seguidos de outro tipo de defeitos como as pintas. Por outro lado, o enrolado é bastante frequente nos produtos em acabamento “Natural”, os riscos de polimento nos produtos “Polido/Amaciado” e os defeitos de decoração nos produtos serigrafados.

Recorrendo a equipamentos de microscopia para análise estrutural e química de defeitos entenderam-se de forma mais clara as causas de alguns defeitos que não eram óbvias para a empresa, como pintas, bolhas e rugosidade superficial, possibilitando em alguns casos a identificação de medidas para a sua minimização ou prevenção.

Para trabalho futuro seria importante confirmar todas as hipóteses que foram apresentadas ao longo do relatório que comprovassem os resultados obtidos, nomeadamente provocar propositadamente todos os defeitos em estudo e verificar se os resultados seriam os mesmos.

O caso da sobrecozedura do vidro que provocou rugosidade superficial em todo o lote de produção da série D foi aquele que suscitou maior interesse e curiosidade e seria importante o seu futuro estudo mais completo e detalhado. Seria interessante realizar análises dilatométricas da pasta, engobe, tinta serigráfica, mas principalmente ao vidro para estudo das suas temperaturas de amolecimento e de fusão e ainda realizar testes de cozedura a várias temperaturas acima e abaixo da utilizada, antes da próxima produção da mesma série, para evitar que uma nova produção de lote origine os mesmos resultados. Infelizmente, não houve a possibilidade deste estudo se realizar antes de terminado o período de estágio na empresa.







---

## Referências

- [1] <http://www.panariagroup.it/>, último acesso a 9 de abril de 2016
- [2] <http://www.grespanaria.pt/>, último acesso a 9 de abril de 2016
- [3] Gres Panaria Portugal S.A., Divisão Margres, **Declaração Ambiental Referente ao período 01.01.2014 a 30.06.2015**, 2015, disponível em <http://www.margres.com/pt>
- [4] G. Biffi, **O gres porcelanato – Manual de fabricação e técnicas de emprego**, Faenza Editrice do Brasil Ltda, 2002
- [5] J.M. Pérez, M. Romero, **Microstructure and technological properties of porcelain stoneware tiles moulded at different pressures and thicknesses**, *Ceramics International* n° 40, 2014, pp. 1365-1377
- [6] J. Martín-Márquez *et al.*, **Mullite development on firing in porcelain stoneware bodies**, *Journal of the European Ceramic Society* n° 30, 2010, pp. 1599-1607
- [7] J.M. Pérez *et al.*, **Effect of moulding pressure on microstructure and technological properties of porcelain stoneware**, *Ceramics International* n° 38, 2012 pp. 317-325
- [8] C. Leonelli *et al.*, **Enhancing the mechanical properties of porcelain stoneware tiles: a microstructural approach**, *Journal of the European Ceramic Society* n° 21, 2001, pp. 785-793
- [9] C. Zanelli *et al.*, **Lâminas Grandes de Grés Porcelânico: Propriedades Tecnológicas e de Processo**, *Cerâmica Industrial* n° 16, 2011
- [10] A.L. da Silva *et al.*, **Effect of reduction of thickness on microstructure and properties of porcelain stoneware tiles**, *Ceramics International* n° 40, 2014, pp. 14693-14699
- [11] P.M.T. Cavalcante *et al.*, **The influence of microstructure on the performance of white porcelain stoneware**, *Ceramics International* n° 30, 2004, pp. 953-963
- [12] E. Suvaci, N. Tamsu, **The role of viscosity on microstructure development and stain resistance in porcelain stoneware tiles**, *Journal of the European Ceramic Society* n° 30, 2010, pp. 3071-3077

[13] EN 14411:2012, **Ceramic tiles - Definitions, classification, characteristics, evaluation of conformity and marking**

[14] A.T. da Fonseca, **Tecnologia do processamento Cerâmico**, Universidade Aberta, 2000

[15] Margres, **Instruções de trabalho** (Documentos internos)

[16] M.M.G. Martins, **Relatório de Estágio: Apolo Cerâmicas**, Universidade de Aveiro, 2000

[17] M. L. Alves, **Reconhecimento da rugosidade em imagens monocromáticas por meio de análise de textura**, Universidade Federal Fluminense, 2011

[18] [http://www.olympus-ims.com/en/knowledge/metrology/roughness/2d\\_parameter/](http://www.olympus-ims.com/en/knowledge/metrology/roughness/2d_parameter/), último acesso a 21 de novembro de 2016

[19] R. Steiner, **ASM Handbook: Properties and selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys Vol. 1**, 1990





# Anexos

---





## Anexo A

### Folha de recolha de dados na secção de escolha

**MARGRES**  
CERAMIC TILES

ESCOLHA DO PRODUTO ACABADO

NATURAL  RETIFICADO  POLIDO

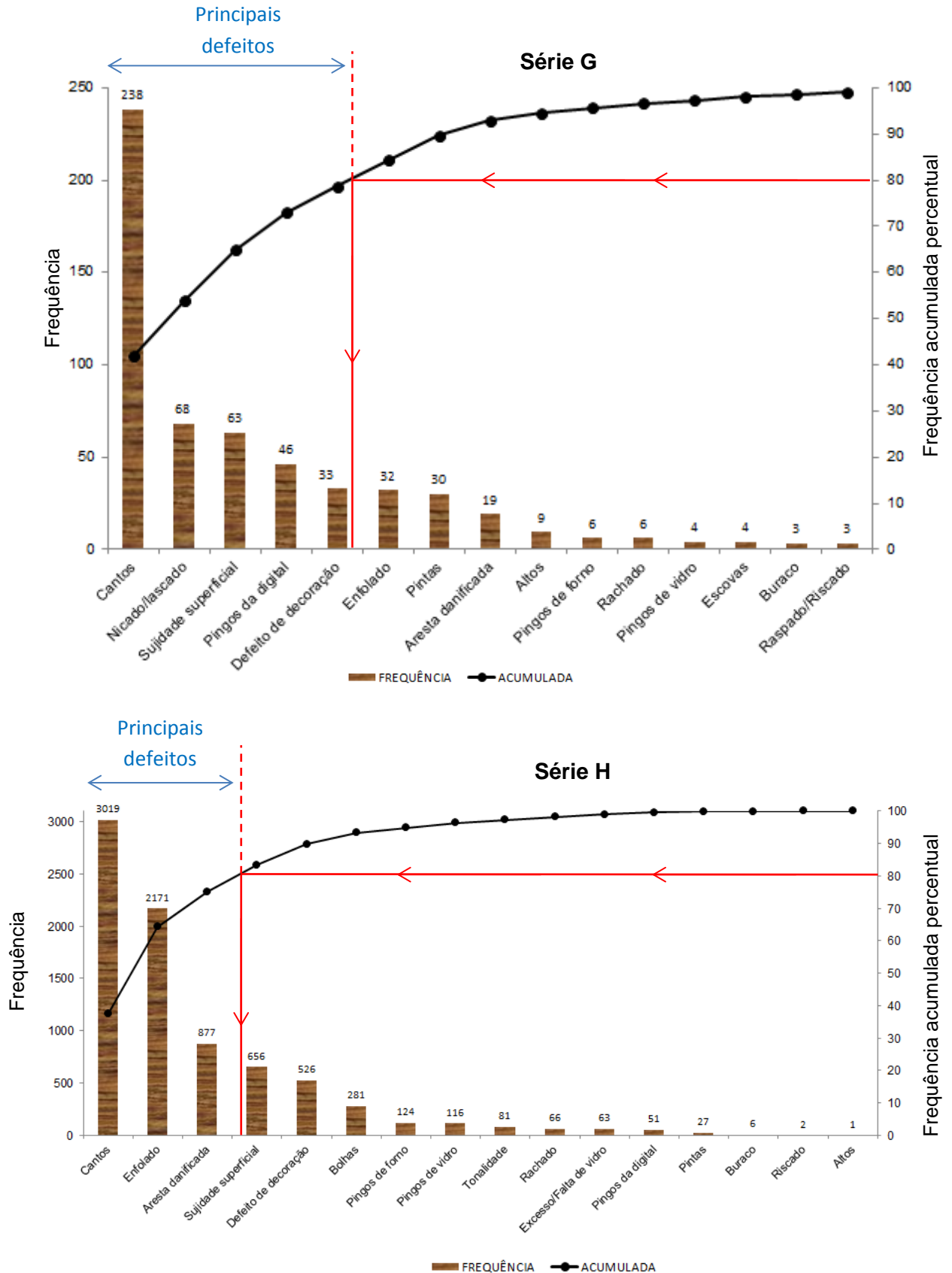
Data \_\_/\_\_/\_\_ Referência: \_\_\_\_\_ Lote: \_\_\_\_\_ Formato: \_\_ x \_\_ Total de peças: \_\_\_\_\_

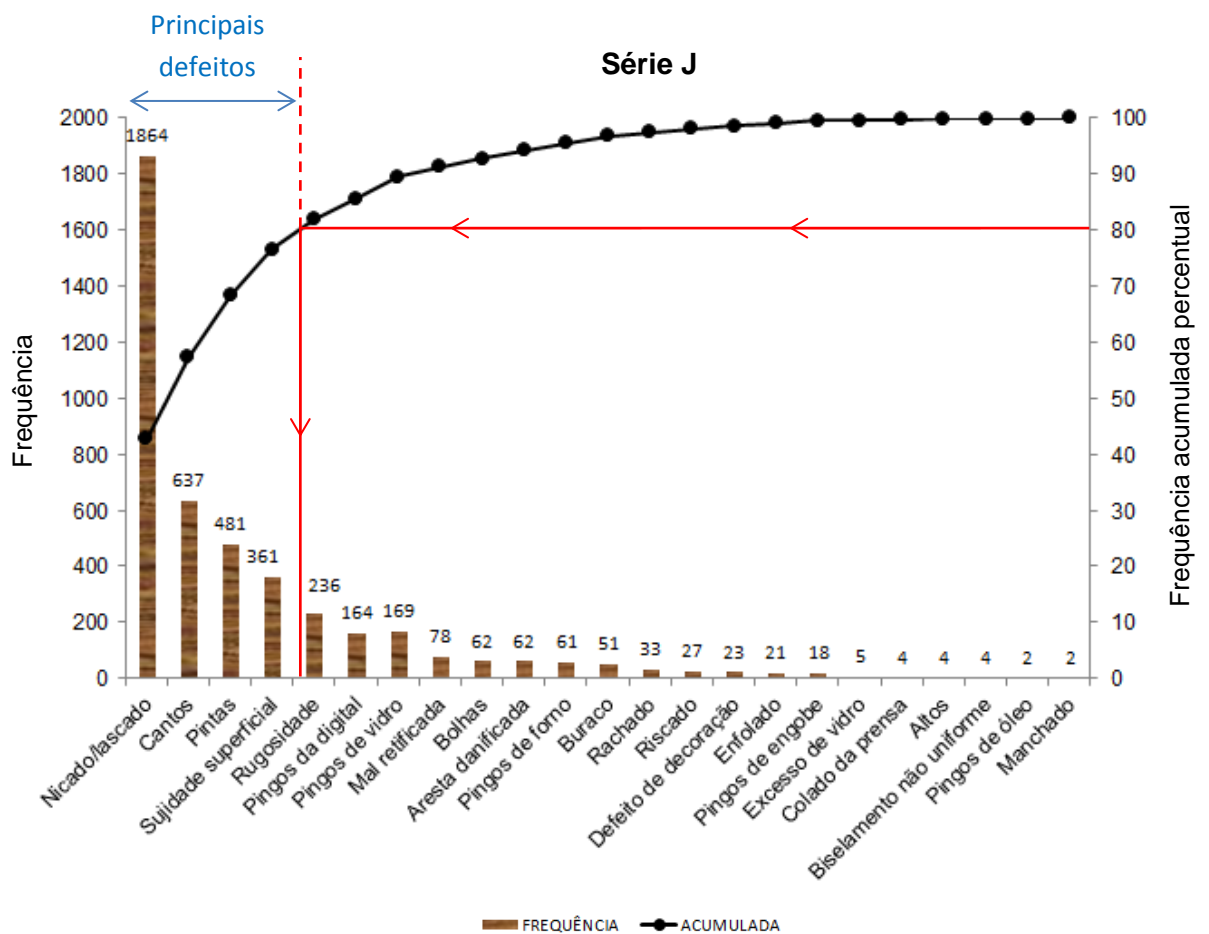
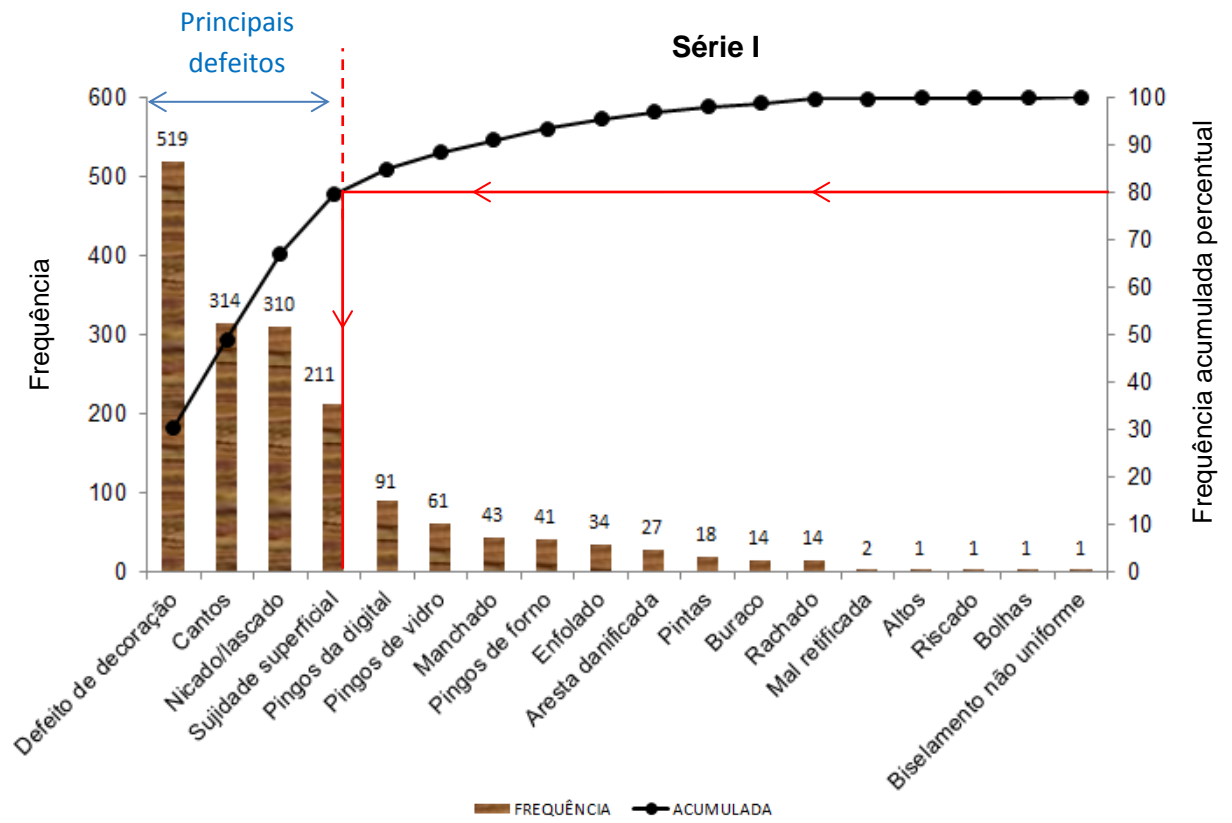
DEFEITOS	1ª Escolha	Comercial	3ª Escolha	Caco	%
Costas partidos					
Canto nicado (ou lascado)					
Aresta danificada					
Bisel nicado					
Pintas					
Sujidade superficial					
Pingos de vidro					
Pingos do forno					
Pingos de engobe					
Pingos de digital					
Defeito de decoração					
Covas					
Altos					
Enfolado					
Rachado					
Riscado					
Colado					
Riscos de polimento					
Falta de desbaste					
Outros:					
Total desclassificada					

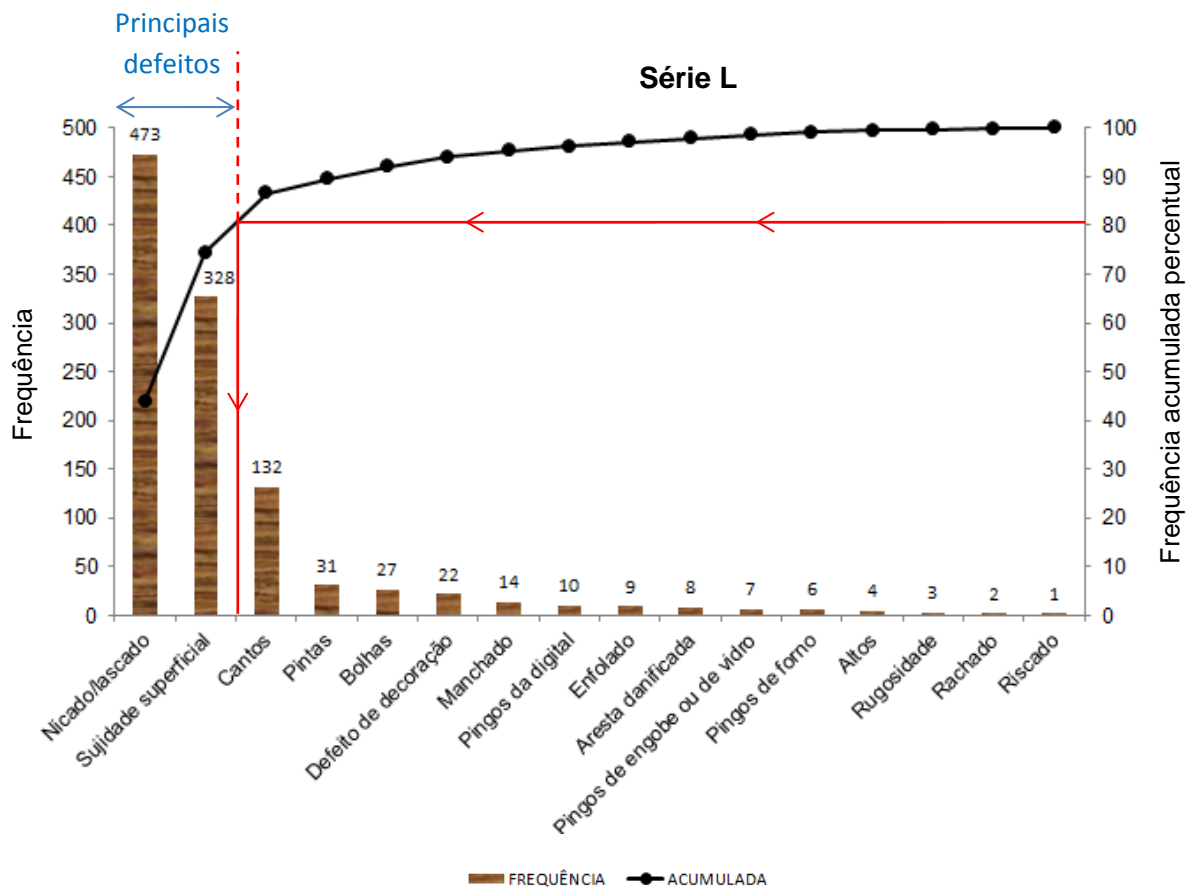
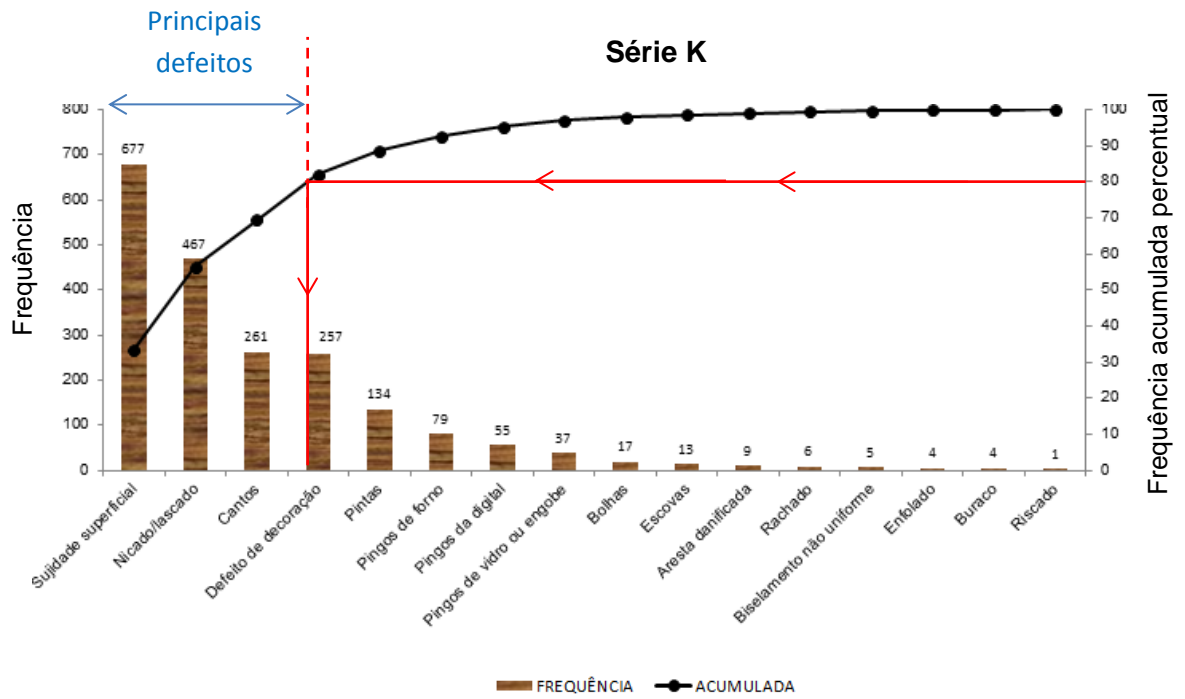
Anotações:

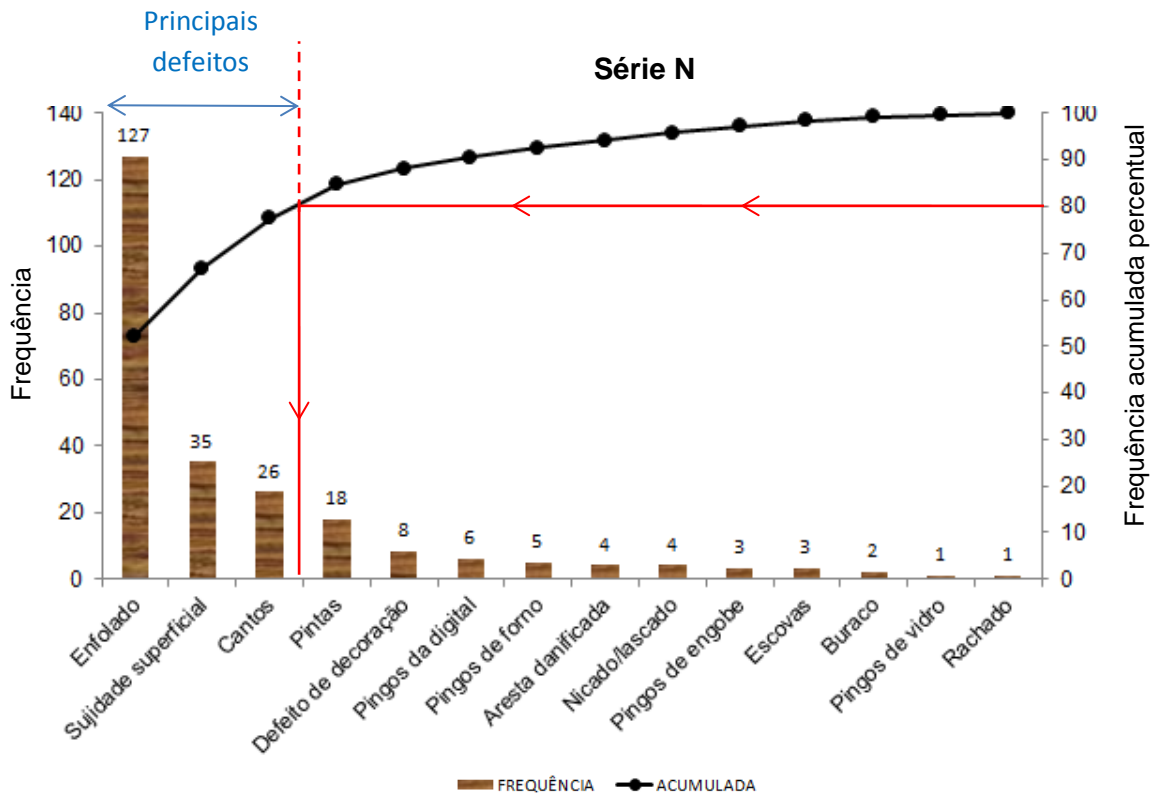
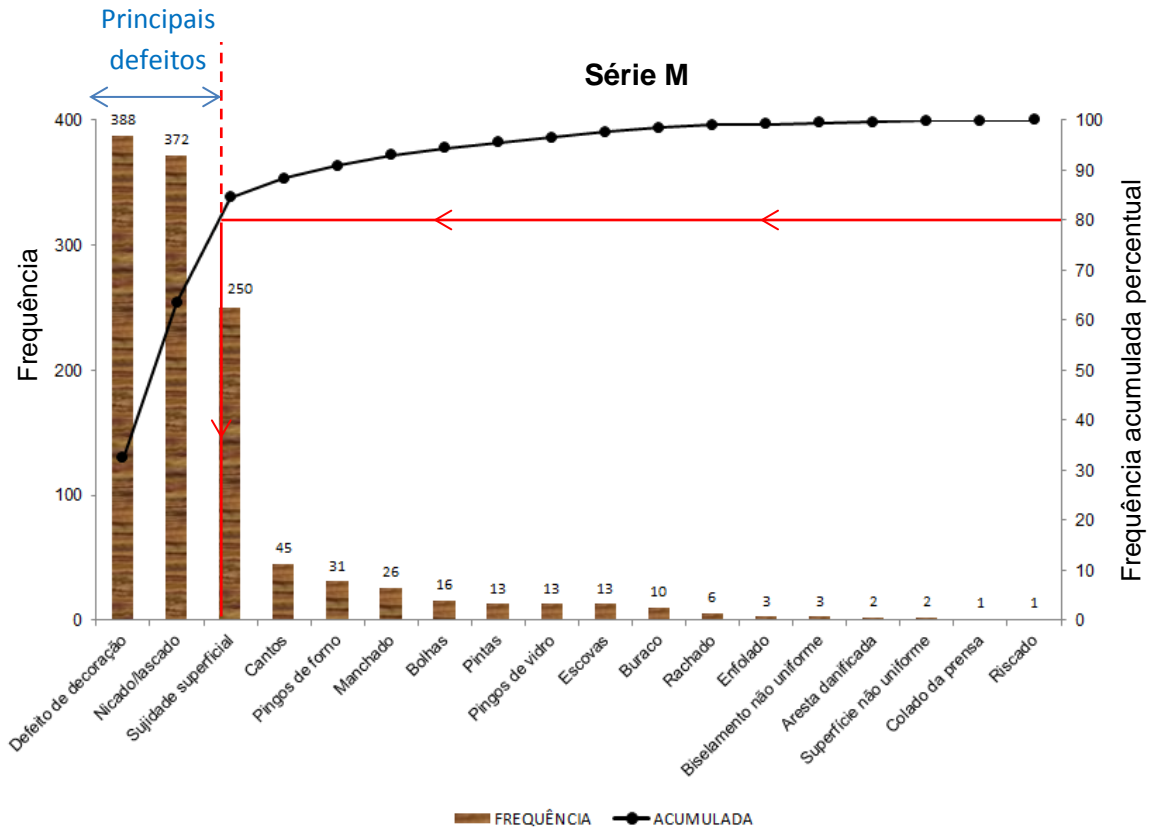
## Anexo B

### Diagramas de Pareto de outras séries









**Tabela com informações de decoração, nº de peças observadas e defeituosas e % de peças com defeito respectiva para as diferentes séries.**

Série	Decoração				Nº de peças observadas	Nº de peças defeituosas	% de peças com defeito
	Engobe	Digital	Rolos	Vidro			
G	x	x		x	6 518	564	8,7
H	x	x		x	108 101	8 067	7,5
I	x	x		x	10 804	1 703	15,8
J	x	x		x	26 680	4 369	16,4
K	x	x		x	10 599	2 026	19,1
L	x	x	x	x	9 966	1 077	10,8
M	x		x	x	4 569	1 195	26,2
N	x	x		x	1 794	243	13,6