



Universidade de Aveiro
2020

**ANDRÉ FILIPE
FERREIRA VIEIRA**

**ESTUDO DE CASOS DE GRANULADOS PARA
PRENSAGEM**



Universidade de Aveiro
2020

**ANDRÉ FILIPE
FERREIRA VIEIRA**

**ESTUDO DE CASOS DE GRANULADOS PARA
PRENSAGEM**

Dissertação apresentada 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 Maria Margarida Tavares Lopes de Almeida e coorientação do Doutor Pedro Manuel Lima de Quintanilha Mantas, Professores Auxiliares do Departamento de Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro

Dedico este trabalho aos meus pais

O júri

Presidente

Professora Doutora Ana Maria Bastos da Costa Segadães
Professora Auxiliar com Agregação da Universidade de Aveiro

Vogal

Professor Doutor José Manuel Couceiro Barosa Correia Frade
Professor Coordenador da Escola Superior de Artes e Design de Caldas da Rainha

Vogal

Professora Doutora Maria Margarida Tavares Lopes de Almeida
Professora Auxiliar Aposentada da Universidade de Aveiro
Orientadora

agradecimentos

Gostaria de agradecer a todos aqueles que contribuíram para o meu percurso académico.

Agradeço à minha Orientadora, Professora Doutora Maria Margarida Tavares Lopes Almeida, pela proposta e acompanhamento ao longo deste trabalho.

Agradeço ao Orientador na empresa, Professor Doutor António Tomás da Silva Fonseca, e às Engenheiras Sónia Santos e Susana Fernandes pelo auxílio prestado e acolhimento.

Expresso a minha gratidão ao meu Coorientador, Professor Doutor Pedro Manuel Lima de Quintanilha Mantas, sempre atento, dedicado e disposto a fazer de mim um melhor Engenheiro de Materiais.

Gostaria de agradecer aos meus Amigos e Colegas pelas inúmeras vivências partilhadas.

E agradeço, sobretudo, à minha Família: aos meus Pais, à minha Irmã e à Rosa.

A Todos, o meu obrigado!

palavras-chave

Granulados cerâmicos; escoamento de granulados; espalhamento de granulados; critérios de adequação.

resumo

A prensagem é um processo de conformação amplamente usado na indústria cerâmica. O pó a ser utilizado deve apresentar um bom escoamento para permitir preencher corretamente o molde e deve poder ser prensado com densidades em verde elevadas e boa resistência mecânica. Estas características são conseguidas com a granulação dos pós, normalmente pelo processo de atomização. Apesar do controlo apertado a que está sujeita a produção destes granulados, é difícil encontrar-se o critério, ou critérios, mais adequado que garanta a expedição de um lote de granulado produzido. Nas circunstâncias atuais, optou-se pelo estudo de quatro casos de bom desempenho de granulados produzidos na empresa *Mota Ceramic Solutions, S.A.*, dois granulados para porcelana e dois para grés, com o intuito de se estabelecer um critério de adequação à prensagem de um granulado.

Os ensaios tiveram como objetivo determinar as características de fluidez e de empacotamento dos granulados. Realizaram-se ensaios para determinar a humidade, a densidade *tapping*, a densidade aparente e a distribuição granulométrica (bateria de peneiros, difração laser e análise de microfotografias) dos granulados, além das características reológicas como o cone de espalhamento, o escoamento em taça *Ford* e a morfologia dos grânulos (microscopia ótica). Os granulados foram separados em frações granulométricas, inferiores a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superiores a 500 μm , de modo a poder perceber-se qual a distribuição granulométrica mais influente nos parâmetros estudados. Prensaram-se os granulados na forma de provetes e realizaram-se ensaios para determinar a expansão após prensagem, a retração verde-seco e a resistência mecânica (em verde e em seco).

Os resultados obtidos permitiram verificar que os ensaios realizados foram, regra geral, inconclusivos para a determinação de características relevantes a serem consideradas como critérios de admissibilidade de um granulado bom. O estudo das frações permitiu, no entanto, contrariar os modelos de escoamento de *Funk* e *Dinger*. Neste trabalho, a fluidez do granulado diminui quando o tamanho médio da distribuição granulométrica aumenta.

A distribuição granulométrica dos granulados revelou-se o critério mais relevante de adequação dos granulados à prensagem. As distribuições dos quatro casos estudados são largas, com elevada heterogeneidade de tamanhos de localização. Isto significa que se torna mais importante para que um granulado seja considerado bom para a prensagem que tenha uma distribuição larga de tamanhos do que o valor da mediana, que é o parâmetro normalmente utilizado na indústria.

keywords

Ceramic granules; flowability of granules; spreading of granules; suitability criteria.

abstract

Pressing is a forming process widely used in the ceramic industry. The powder to be used must have a good flow to allow the correct filling of the mould and must be able to be pressed with high raw densities and good mechanical strength. These characteristics are achieved with the granulation of the powders, usually through the spray-drying process. Despite the tight control in the production of these granules, it is difficult to find the more appropriate criterion, or criteria, to guarantee the suitability of a produced batch of granules. The aim of this work was to establish such criterion or criteria of adequacy of a granulate to the pressing. With this purpose four granulates (two for porcelain and two for stoneware) with good performance in pressing, and produced by the company *Mota Ceramic Solutions, S.A.*, were studied.

The performed tests aimed to determine the flow and packaging characteristics of the granules. Tests were carried out to determine the moisture, tapping density, raw density and granulometric distribution (sieves column, laser diffraction and microphotographs analysis) of the granules, in addition to the rheological characteristics such as the spreading cone, the flow in a Ford cup and the granule morphology (optical microscopy). The granulates were separated into granulometric fractions, thinner than 200 μm , between 200 and 500 μm and thicker than 500 μm , in order to be able to understand which granulometric distribution was the most influential in the studied parameters. The granules were pressed, and tests were carried out to determine the expansion after pressing, the green/dry shrinkage and the mechanical strength of both green and dry samples.

The results allowed to verify that the tests carried out were, as a general rule, inconclusive for the determination of the relevant characteristics of a granulate as an acceptability criterion of its good performance. However, the study of different granulometric fractions allowed to verify that the flowability of the granules decreases when the average size of the granulometric distribution increases, which is contradicting the *Funk* and *Dinger* flow models.

In this study, the granulometric distribution proved to be the most relevant criterion to be considered in the assessment of the suitability of the granules for pressing. The size distributions of the four cases studied are wide, with high heterogeneity in sizes. This means that for a granulate to be considered good for pressing it becomes more important to exhibit a wide distribution of sizes than to consider the median value, which is the parameter normally used in the industry.

Índice

1. Introdução.....	1
1.1. Preparação das pastas cerâmicas	3
1.2. Secagem por atomização	7
1.3. Pastas em estudo	9
1.3.1. Porcelana.....	10
1.3.2. Grés	11
1.4. Conformação por prensagem	12
1.4.1. Etapas da operação de prensagem	16
1.4.2. Análise dos fenómenos e processos que se desenvolvem em cada uma das operações de prensagem.....	23
1.4.3. Modelos de empacotamento.....	27
1.4.4. O que influencia a prensagem	32
1.4.5. Mecanismo de fratura da peça	42
1.5. Operação de secagem.....	43
2. Metodologias relevantes e procedimento experimental	45
2.1. Caracterização dos granulados de porcelana e grés.....	45
2.1.1. Determinação da percentagem de humidade	45
2.1.2. Caracterização morfológica dos grânulos	46
2.1.3. Determinação da densidade <i>tapping</i>	46
2.1.4. Determinação da distribuição granulométrica	47
2.1.5. Caracterização do espalhamento.....	48
2.1.6. Caracterização do escoamento	49
2.1.7. Determinação da densidade aparente.....	49
2.2. Caracterização dos provetes obtidos pela prensagem dos granulados	51

2.2.1. Determinação da expansão após prensagem e retração verde-seco.....	51
2.2.2. Determinação da resistência mecânica dos provetes	52
3. Resultados e discussão	53
3.1. Caracterização dos granulados de porcelana e grés	53
3.1.1. Percentagem de humidade	53
3.1.2. Caracterização morfológica dos grânulos	55
3.1.3. Determinação da densidade <i>tapping</i>	57
3.1.4. Determinação da distribuição granulométrica	64
3.1.5. Caracterização do espalhamento.....	74
3.1.6. Caracterização do escoamento	81
3.1.7. Determinação da densidade aparente.....	82
3.2. Caracterização dos provetes obtidos pela prensagem dos granulados	85
3.2.1. Determinação da expansão após prensagem e retração verde-seco.....	85
3.2.2. Determinação da resistência mecânica dos provetes	89
4. Conclusões	96
5. Propostas para trabalhos futuros	97

Lista de figuras

Figura 1. Esquema do espalhamento do granulado: o cilindro sem base, de diâmetro d , e o cone de espalhamento formado com a altura h , e o diâmetro da base D_{me} . Também está representado o ângulo de repouso (AR).	25
Figura 2. Quadro da esfericidade e arredondamento proposto por Wadell. Adaptado de [26].....	34
Figura 3. Definição de arredondamento (A) e esfericidade (B)	36
Figura 4. Composição usada nos ensaios para determinar a densidade tapping.....	46
Figura 5. Coluna de peneiros composta por peneiros com as malhas 1000 μm , 500 μm , 212 μm , 125 μm , 63 μm e base.....	47
Figura 6. Em cima, o cilindro de vidro (de diâmetro d) sem base, com o granulado. Em baixo, o cone de espalhamento formado. Os valores relevantes para comparação dos espalhamentos serão a altura do cone formado, h , e o diâmetro da base, D_{me}	48
Figura 7. Ensaios de escoamento com taça Ford n.º 4: enche-se o recipiente com o granulado (à direita) e é medido o tempo de escoamento (à esquerda).	49
Figura 8. Balão com massa e volume conhecidos usado para a determinação da densidade aparente, D_A . O balão tem volume de $V = 500 \text{ ml}$	50
Figura 9. Ensaios de flexão em três pontos.....	52
Figura 10. Variação da humidade residual dos granulados ao longo do tempo. Observa-se uma tendência global muito ligeira de diminuição da humidade (a equação encontra-se inserida na figura).....	55
Figura 11. Microfotografias dos granulados de porcelana, observados na lupa: P1 à esquerda e P2 à direita.....	56

Figura 12. Microfotografias dos granulados de grés, observados na lupa: G1 à esquerda e G2 à direita.	56
Figura 13. Densidade <i>tapping</i> : variação do volume de empacotamento em função do número de batimentos.....	58
Figura 14. Densidade <i>tapping</i> da mistura original e das três frações da pasta P1: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm	59
Figura 15. Densidade <i>tapping</i> da mistura original e das três frações da pasta P2: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm	60
Figura 16. Densidade <i>tapping</i> da mistura original e das três frações da pasta G1: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm	61
Figura 17. Densidade <i>tapping</i> da mistura original e das três frações da pasta G2: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm	62
Figura 18. Distribuição granulométrica obtida pela bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 1000, 500, 212, 125 e 63 μm	65
Figura 19. Distribuição granulométrica obtida pela bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm	65
Figura 20. Distribuição granulométrica do granulado P1 obtida pelas duas baterias de peneiros.....	67
Figura 21. Distribuição granulométrica do granulado P2 obtida pelas duas baterias de peneiros.....	68
Figura 22. Distribuição granulométrica do granulado G1 obtida pelas duas baterias de peneiros.....	68
Figura 23. Distribuição granulométrica do granulado G2 obtida pelas duas baterias de peneiros.....	69

Figura 24. Microfotografia do granulado da pasta G2 obtida na lupa. São perceptíveis os agregados de grandes dimensões.	70
Figura 25. Curvas da distribuição granulométrica obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.	71
Figura 26. Curvas da distribuição granulométrica da pasta P1 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.	72
Figura 27. Curvas da distribuição granulométrica da pasta P2 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.	72
Figura 28. Curvas da distribuição granulométrica da pasta G1 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.	73
Figura 29. Curvas da distribuição granulométrica da pasta G2 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.	73
Figura 30. Exemplo de cone de espalhamento realizado com os granulados.	75
Figura 31. Fotografia do perfil do cone formado pelo granulado da pasta P1.	75
Figura 32. Fotografia da vista superior do cone formado pelo granulado da pasta P2.	76
Figura 33. Vista de perfil do cone de espalhamento da fração inferior a 200 μm da pasta P1.	78

Figura 34. Parte do cone de espalhamento formado pela fração superior a 500 μm da pasta P1.	79
Figura 35. Vista de perfil do cone de espalhamento da fração inferior a 200 μm da pasta P2.	79
Figura 36. Espalhamento da fração superior da pasta G2: são poucos os agregados e grânulos de grandes dimensões que ultrapassam a linha da base onde a maioria permanece.....	80
Figura 37. Expansão após prensagem (%) em função da pressão de prensagem (bar). Observa-se uma tendência geral de aumento da expansão após prensagem com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).	86
Figura 38. Retração linear verde-seco (%) em função da pressão de prensagem (bar). Observa-se uma tendência geral de diminuição da retração pós prensagem com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).	87
Figura 39. Variação da massa verde-seco (percentagem de humidade) (%) em função da pressão de prensagem (bar). Verifica-se que a variação da humidade dos provetes diminui com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura)....	88
Figura 40. Resistência mecânica (MPa) dos provetes em verde em função da pressão de prensagem (bar). Verifica-se que a resistência mecânica dos provetes aumenta com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).....	89
Figura 41. Resistência mecânica (MPa) dos provetes em seco em função da pressão de prensagem (bar). Observa-se que a resistência mecânica dos provetes aumenta com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).....	90
Figura 42. Resistência mecânica (MPa) em função da densidade após prensagem dos provetes húmidos (g/cm^3). Para estes provetes, observa-se uma tendência geral de aumento da resistência em função da densidade (a equação encontra-se inserida na figura).	91

Figura 43. Resistência mecânica (MPa) em função da densidade após prensagem dos provetes secos (g/cm^3). Para estes provetes, observa-se uma tendência geral de aumento da resistência em função da densidade (a equação encontra-se inserida na figura)..... 92

Lista de tabelas

Tabela 1. Descrição do tipo de escoamento em função do ângulo de repouso.	24
Tabela 2. Designações usadas na empresa e respectivas designações usadas neste trabalho das pastas.	53
Tabela 3. Humidades dos granulados (%) obtidas com a balança de humidades e por secagem na estufa.	54
Tabela 4. Razão entre massa específica final e inicial e massa específica <i>tapping</i> das pastas	63
Tabela 5. Índice de <i>Hausner</i> e índice de <i>Carr</i> dos granulados.	64
Tabela 6. Valores dos diâmetros esféricos equivalentes existente em 50 % ($D_{(0.5)}$) e 90 % ($D_{(0.9)}$) do volume das amostras analisadas por difração de laser.	70
Tabela 7. Diâmetro médio e altura dos cones formados por espalhamento. Estão também representados os cálculos da área da base, do volume do cone e do ângulo de repouso.	74
Tabela 8. Diâmetro médio e altura média do cone de espalhamento das frações dos granulados. O ângulo de repouso calculado também está representado.	77
Tabela 9. Tempo de escoamento das pastas usando a taça <i>Ford</i> para pós.	81
Tabela 10. Tempo de escoamento das frações dos granulados.	82
Tabela 11. Densidade aparente das pastas.	83
Tabela 12. Densidade aparente das frações inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm das pastas.	84
Tabela 13. Humidades (%) obtidas na balança de humidades.	85
Tabela 14. Dimensões da matriz de prensagem	85

Lista de símbolos

ΔL	–	Variação do comprimento
ΔV	–	Variação de volume
AR	–	Ângulo de repouso
d	–	Diâmetro do bocal do cilindro de vidro sem base
$D_{(0,5)}$	–	Mediana da distribuição granulométrica
$D_{(0,9)}$	–	Majorante da dispersão da distribuição granulométrica
DA	–	Densidade aparente
D_{me}	–	Diâmetro médio da base do cone de espalhamento
EPP	–	Expansão após prensagem
$G1$	–	Grés 1
$G2$	–	Grés 2
h	–	Altura do cone de espalhamento
H	–	Humidade
IC	–	Índice de <i>Carr</i>
IH	–	Índice de <i>Hausner</i>
L	–	Comprimento
K	–	Fator de compactação
$P1$	–	Porcelana 1
$P2$	–	Porcelana 2
q	–	Módulo de distribuição
r	–	Razão entre peneiros
R	–	Arredondamento (<i>roundness</i>)
RLC	–	Retração linear de secagem
T_g	–	Temperatura de transição vítrea
ρ_a	–	Massa específica aparente
ρ_v	–	Massa específica vibrada
V	–	Volume

1. Introdução

A grande oferta de produtos existente no mercado tem levado a indústria cerâmica a desenvolver peças e processos de produção em busca da excelência e, nesse caminho, é fundamental que a oferta se baseie em produtos de qualidade.

As funções dos produtos cerâmicos dependem das suas propriedades que são determinadas pela composição química, pelo arranjo da estrutura atômica e pela microestrutura. A composição dos produtos cerâmicos varia largamente, utilizando-se óxidos e não óxidos. Para se obter produtos com elevado desempenho e fiabilidade, controla-se cuidadosamente a composição, o tamanho e a forma dos grãos, a natureza das fases na fronteira de grão e a distribuição e estrutura dos poros.^[1]

O processamento cerâmico consiste numa sequência de operações que deliberada e sistematicamente mudam os aspectos físicos e químicos da estrutura, designados por características do sistema. As propriedades em cada etapa são função dessas características e das condições de pressão e temperatura.

Se à produção de um produto, quer seja ele cerâmico ou não, está associada uma atividade comercial, aquela será controlada por critérios de rentabilidade.^[1] Assim, a técnica de conformação a adotar em cada situação dependerá da produtividade, mas também da consistência do sistema, por exemplo, barbotina, pasta plástica ou material granulado, e da complexidade, tolerâncias dimensionais admissíveis, microestrutura e propriedades finais pretendidas da peça. Para além das características e propriedades dos materiais, a fabricação de um produto depende também de fatores não materiais, como, por exemplo, aspectos económicos do mercado e a resposta dos consumidores. Entenda-se, desta forma, que o fabrico dos produtos cerâmicos constitui uma complexa interação de matérias-primas, processos tecnológicos, pessoas e investimentos.

Os cerâmicos tradicionais são normalmente associados a baixos níveis tecnológicos. No entanto, a competição apertada entre produtores de equipamentos, por um lado, e de produtos, por outro, tem, atualmente, originado tecnologias cada vez mais sofisticadas, utilizando ferramentas e equipamentos complexos, transformando uma atividade, outrora identificada como de mão-de-obra intensiva, numa indústria de capital-intensivo,

caracterizada por um modelo produtivo de grandes capacidades instaladas, para fabricação de bens de elevado consumo e baixo valor acrescentado, destinados, maioritariamente, à satisfação de necessidades básicas, a que se associam elevados consumos globais de matérias-primas e energia.^[2] Daí que os desenvolvimentos tecnológicos presentes e futuros se centrem no aumento da produtividade – matérias-primas, energia e mão-de-obra – e na diminuição do impacto ambiental resultante da atividade. Por outras palavras, em vez de se concentrar em inventar e sintetizar novos materiais, dever-se-á reaprender a produzir o que já foi inventado, de um modo económico, reproduzível e sustentável.^[3]

Neste setor, a prensagem é o processo de conformação mais utilizado, devido à elevada produtividade, facilidade de automação e capacidade de produção de peças de tamanhos e formas várias, sem contração ou com contração reduzida na secagem e com baixa tolerância dimensional.^[4] Para além disso, os produtos cerâmicos obtidos por processamento de pós cobrem uma vasta gama de necessidades. Seguem-se vários exemplos, agrupados por tipo de aplicação^[1]:

- Cerâmicos elétricos: substratos, condensadores, indutores, transdutores, elétrodos, isoladores de velas de ignição;
- Materiais estruturais avançados: ferramentas de corte, *inserts* resistentes ao desgaste, componentes de motores, recobrimentos resistentes, próteses dentais e ortopédicas;
- Componentes do processamento químico: suportes de catalisador, filtros de gases e líquidos, componentes dos sistemas de controle de emissões;
- Estruturas refratárias: Revestimentos refratários dos fornos, isoladores térmicos, mobília de enforma, recuperadores, regeneradores, cadinhos, materiais de processamento de metais, filtros, elementos de aquecimento;
- Materiais de construção: pavimentos e revestimentos, produtos estruturais, cimento, betão;

- Produtos de utilização doméstica: louça de cozinha, louça de hotel e de mesa, louça decorativa.

Um dos parâmetros que afeta a qualidade dos produtos cerâmicos obtidos pelo processamento de pós é o da compactação do granulado, aquando da prensagem.^[4]

A produção de granulados por atomização compreende o acerto de um conjunto vasto de parâmetros de processamento, desde os diretamente relacionados com a suspensão a ser pulverizada (densidade e viscosidade), aos relacionados com a atomização propriamente dita (posicionamento das lanças porta-bicos de pressão, pressão de pulverização, espessura da espiral do bico de pressão (transforma energia de pressão em energia cinética de rotação da suspensão), forma da nuvem, tamanho das gotículas, caudal/velocidade de insuflação do ar quente, temperatura do ar de secagem, tempo de residência e turbulência gerada pelo vórtice criado na descarga do bico de pulverização). Todos estes parâmetros deverão influenciar as características dos granulados e esse conhecimento é de fundamental importância para qualquer empresa fornecedora de pastas cerâmicas granuladas. Anterior a esse passo, é, contudo, importante conseguir-se estabelecer os critérios pelos quais um granulado é qualificado como adequado à prensagem. Um estudo dos casos considerados como positivos deverá permitir atingir-se esse objetivo.

1.1. Preparação das pastas cerâmicas

O encadeamento lógico de uma sequência de etapas integradas na produção de um produto tem como objetivo promover as modificações necessárias ao sistema para transformar matérias-primas em produtos.

Para se obter um sistema com consistência mais adequada ao processo de conformação a usar, a preparação da pasta tem início com uma mistura de uma ou mais matérias-primas, um ou mais líquidos e um ou mais aditivos de processamento.^[1]

As matérias-primas são doseadas, manual ou automaticamente, por pesagem, a partir de silos ou tremonhas de doseamento, alimentadas a partir dos silos de armazenamento, que estão devidamente preparados para a tipologia da indústria e para as características das

matérias-primas. Seguem-se operações de diluição, moagem, mistura, peneiração, separação magnética e secagem por atomização que visam transformar a mistura num sistema homogêneo, uniforme, suficientemente reativo e na forma física mais adequada à conformação por prensagem.

A aglomeração das matérias-primas plásticas e a granulometria grosseira dos materiais duros constituem impedimentos à obtenção de misturas uniformes, homogêneas e reativas, daí que as primeiras são diluídas, na presença de água e agentes de desfloculação, por efeito da ação mecânica das hélices dos diluidores, e os segundos são moídos em moinhos de bolas *Alsing*, em meio aquoso e na presença de desfloculantes. Por efeito do movimento de rotação do moinho, os corpos moentes são arrastados até uma certa altura e caem sobre os outros, ou deslizam uns relativamente aos outros, gerando-se ações mecânicas de choque e esforços tangenciais, em função da velocidade de rotação, que leva à fratura das partículas sólidas. A suspensão do moinho é bombeada para o tanque onde se processou a diluição e dispersão dos materiais plásticos e procede-se à agitação da nova mistura.^[1]

Para a produção de pastas granuladas, deve ser salientada a necessidade de se adicionar aditivos à suspensão a fim de melhorar as características técnicas dos granulados e aumentar a resistência mecânica dos produtos prensados.^[5] Tratam-se de ligantes temporários, que devem respeitar um conjunto de requisitos^{[1], [4]}:

- Os ligantes orgânicos são empregues em proporções inferiores a 5% em peso e devem conferir resistência mecânica suficiente aos grânulos e à peça conformada;
- A sua incorporação na suspensão, antes da atomização, deve ser fácil;
- Não devem introduzir instabilidade nas propriedades dos granulados;
- Durante a secagem, no atomizador, não devem migrar para a superfície dos grânulos;
- Devem gerar produtos prensados resistentes, do ponto de vista mecânico;

- Devem evidenciar fraca propensão para aderir às ferramentas de prensagem;
- Devem ser fáceis de eliminar durante a cozedura e queimarem sem resíduo.

Também poderão ser adicionados desfloculantes, plastificantes e, por vezes, lubrificantes^[4]:

- Os plastificantes aumentam a deformabilidade do ligante e reduzem a capacidade de adsorção da humidade do ambiente, que atua como plastificante secundário, razão pela qual deverão ser controlados entre a atomização e a prensagem.
- O lubrificante reduz a fricção entre os grânulos e a parede do molde durante a compactação, bem como durante a extração. É de referir que alguns ligantes podem apresentar propriedades lubrificantes.

As pastas com composições ricas em materiais argilosos têm uma distribuição de tamanho de partículas que compõe os aglomerados muito mais alargada do que as demais, nas quais são necessários aditivos orgânicos, resultando numa maior compactidade final da peça. Assim, não necessitam de aditivos orgânicos, uma vez que a fração coloidal de partículas atua como ligante e a água como plastificante, pelo que o estudo da influência dos aditivos nas pastas deve ser feito separadamente entre as que têm elevada proporção de argila e as restantes. Resultante destas características, durante a compactação das pastas argilosas, a pressão elevada combinada com elevada humidade leva à saturação dos poros, impedindo a posterior compactação. Em composições não argilosas não ocorre este fenómeno.^{[4], [6]}

O poliacetato de vinil (*PVA*) é o ligante vulgarmente mais utilizado na indústria cerâmica.^[1]

^[4] Os ligantes poliméricos só podem ser utilizados se a sua temperatura de transição vítrea T_g , temperatura a que ocorre a transformação da estrutura rígida para a estrutura viscosa, for idêntica à temperatura a que ocorre a operação de prensagem, uma vez que, abaixo de T_g , o polímero é rígido e frágil, e, acima de T_g , é fluido. O ajuste das temperaturas é conseguido através do recurso a plastificantes, que permitem baixar o valor de T_g . No caso

do PVA, usa-se polietileno glicol (PEG) como plastificante. O valor de T_g do PVA também é afetado pela umidade relativa do ar, que é muito difícil de controlar.^{[1], [4], [6]}

Nos granulados obtidos por atomização de suspensões, a concentração dos aditivos não é uniforme em todo o volume dos grânulos. Durante a secagem das suspensões atomizadas ocorre sempre a migração da umidade do interior para a superfície do grânulo, onde é evaporado. Disto, resulta que a superfície do grânulo seja sempre mais rica em ligante, formando-se uma crosta com elevada resistência mecânica, que dificulta a deformação e fratura dos grânulos na prensagem.^[1]

Do ponto de vista físico, uma das características mais significativas dos sistemas de granulados cerâmicos é a sua elevada área específica, a que se associa um tamanho de partícula micro ou submicrométrico. A esta escala, as forças superficiais assumem um papel de relevo no comportamento dos sistemas, levando-os a associarem-se em unidades de maior dimensão, com um tamanho médio de, pelo menos, uma ordem de grandeza maior do que a das partículas primárias que os originaram.^{[1], [7], [8]} Estas forças de superfície são de fraca amplitude, essencialmente forças de *van der Waals* e forças resultantes da tensão superficial do líquido que ligam as partículas, conferindo uma baixa resistência mecânica à deformação desses conjuntos. Estas constituem os aglomerados.^[1]

Ocorre, frequentemente, a consolidação destes aglomerados quando se fazem tratamentos térmicos, através da formação de ligações sólidas fortes entre as partículas primárias, gerando-se agregados de menor área específica total, maior tamanho médio de partícula e menor porosidade. Estas associações, com ligações fortes e dimensão média da mesma ordem de grandeza dos aglomerados que lhes deram origem, apresentam resistências mecânicas muito mais elevadas do que a dos aglomerados originais.^[1]

Os aglomerados e os agregados representam sempre perturbações de homogeneidade dos sistemas. Por esse motivo, torna-se necessário modificar o seu tamanho e morfologia. No processamento cerâmico, isto é conseguido através de operações de dispersão, de moagem e de mistura, normalmente realizadas na presença de líquidos de processamento e com recurso a aditivos modificadores das propriedades de superfície, como os ligantes, os plastificantes e os lubrificantes.^[9] O excesso de líquido de processamento pode ser

eliminado em operações de filtração e secagem, que reaglomeram as partículas e lhes confere um aspeto mais adequada à prensagem.

Não basta desagregar o sistema resultante para o tornar apto à prensagem, visto que resultará sempre um sistema de partículas com tamanho e formas muito variadas e, acima de tudo, com fraca aptidão ao escoamento e à compactação.^{[7], [10]} Se forem utilizados sistemas desagregados de partículas, agravar-se-á a distribuição da densidade nos compactos, formando-se heterogeneidades, que levam ao aparecimento de retrações diferenciais entre os aglomerados e as partículas finas vizinhas, na cozedura. Desta forma, formar-se-ão poros de grandes dimensões, a partir dos quais, normalmente, tem início a degradação mecânica dos materiais cerâmicos, em situações de solicitação mecânica.^[1]

Por este motivo, a conformação de materiais cerâmicos por prensagem envolve a utilização de granulados.^[8]

A obtenção de granulados, com propriedades, formas e dimensões controladas, constitui o objetivo da granulação, a qual visa conferir aos sistemas determinadas propriedades – menor tendência à aglomeração e segregação, melhor aptidão ao escoamento, maior fluidez e melhor empacotamento – que permitam obter compactos de maior densidade e melhor homogeneidade.^{[1], [4], [5]} Trata-se de um processo de aglomeração controlada, que permite obter sistemas compostos por entidades com formas e dimensões delimitadas, com dimensão média que poderá ser duas ou três ordens de grandeza mais elevada do que as partículas primárias que lhe deram origem, recorrendo a processos específicos, como a granulação mecânica por agitação ou a atomização.^[1] O sistema obtido é designado por granulado e as entidades individuais designam-se por grânulos.

1.2. Secagem por atomização

A atomização é uma operação de secagem que permite eliminar o excesso de água e obter um granulado com humidade, distribuição granulométrica, densidade aparente e aptidão ao escoamento mais adequadas à conformação por prensagem.^[11]

Uma suspensão é pulverizada, por bicos de pressão e bombas de pistão, no interior de uma câmara com forma tronco-cônica que contacta com ar quente, evaporando o líquido de processamento (água) de cada gotícula.^{[5], [11]}

Quando 1 m³ de suspensão é pulverizado em partículas de forma esférica, com 250 µm de diâmetro médio, geram-se cerca de 40 x 10¹⁰ partículas, com 15 000 m² de área total de transferência.^[1] A elevada área específica conjugada com a elevada temperatura do ar quente insuflado na câmara originam elevadas velocidades de secagem. Desta forma, a humidade média passa de 35% (teor em água na suspensão) para 5-7% (humidade média do granulado) em cerca de 20 segundos.^[1]

Atomizador

Na *Mota Ceramic Solutions, S.A.*, empresa com a qual se realizou o presente projeto, os bicos de pulverização localizam-se na parte cilíndrica da câmara próxima da ligação ao troço cónico e estão montados em um ou mais suportes em tubo (lanças), ligados à tubagem de descarga das bombas de pressão.^[11] O ar de secagem, tipicamente a 100-120 °C e com 85-95% de humidade relativa, é insuflado no teto e aspirado na base, próximo da zona de ligação do cilindro ao cone.^{[1], [12]}

Cerca de 95% do granulado é recolhido na corrente principal de descarga, que se situa no vértice cónico da câmara. Os restantes 5%, compostos essencialmente por partículas finas, acompanham o ar exausto aspirado, devendo ser retidos ao longo do sistema de exaustão. A limpeza do ar é normalmente realizada por etapas: a primeira, por ciclones, com separação a seco; a segunda, separação a húmido por *scrubber de Venturi*.^[7] A eficiência de separação dos ciclones é determinada pelo quociente entre as massas de partículas separadas e alimentadas, por unidade de tempo. A eficiência de separação dos *scrubbers de Venturi* é muito elevada, até 99,5%, separando partículas tão pequenas como 0,5 µm de diâmetro.^[1]

Os sólidos separados nos ciclones podem ser incorporados na corrente principal descarregada no cone do atomizador ou podem ser recolhidos e posteriormente

reincorporados nos diluidores. Podem, ainda, ser reenviados para o interior da câmara, arrastados por uma corrente de ar gerada por um ventilador acoplado.^[1]

No interior da câmara formam-se aglomerados húmidos e de grandes dimensões, pelo que se sujeita o granulado a uma operação de peneiração antes de ser enviado para os silos de armazenamento, onde permanece em repouso, até 36 horas, antes de ser utilizado na prensagem.^[1]

Após a atomização, a distribuição da humidade nos grânulos não é uniforme, sendo maior no centro do que na periferia, devido ao mecanismo de migração de humidade. O período de repouso do granulado nos silos permite homogeneizar essa distribuição da humidade. Este é um fator de elevada importância, especialmente neste trabalho, uma vez que influencia outras propriedades do granulado, nomeadamente a aptidão ao escoamento e distribuição da densidade aparente.^{[5], [13]}

A distribuição granulométrica dos granulados é influenciada por diversos fatores: densidade e viscosidade da suspensão, pressão da bomba de alimentação, espessura da espiral do bico, diâmetro do furo da pastilha e características dimensionais da câmara de atomização.^{[5], [7], [11], [12]} A granulometria média aumenta quando a densidade e a viscosidade da suspensão aumenta, a pressão da bomba diminui, a espessura da espiral aumenta e o diâmetro do furo da pastilha aumenta. A granulometria média diminui no caso contrário.^[1]

1.3. Pastas em estudo

Neste trabalho, estão em estudo quatro granulados, obtidos por atomização de suspensões e condições de processamento diferentes. Dois são granulados de porcelana e os outros dois são de grés.

1.3.1. Porcelana

Define-se porcelana como um produto cerâmico denso, de cor branca, com um teor elevado em fase cristalina mulite, porosidade aberta nula, translúcido e cozido em atmosfera redutora.

As matérias-primas usadas na formulação da pasta de porcelana dura caracterizam-se pela elevada pureza, especialmente no que respeita ao baixo teor em elementos corantes, nomeadamente ferro e titânio. A presença destes elementos confere aos produtos finais uma coloração, que vai de amarelada a acinzentada, quando cozidos em atmosfera redutora.^[1]

A pasta é formulada com matérias-primas duras e plásticas. As primeiras são feldspatos que funcionam como fundentes, e areia de quartzo, que se comporta como inerte na secagem e é parcialmente dissolvido durante a cozedura. A sílica cristalina remanescente contribui para o aumento do coeficiente de dilatação e contraria as deformações durante a cozedura. As matérias-primas plásticas são misturas de caulinos de elevada pureza, mas com baixa plasticidade, a que se adiciona uma quantidade inferior a 5% de argila plástica ("*ball clays*"), com a finalidade de reforçar o efeito ligante dos caulinos e assim melhorar as propriedades mecânicas dos produtos.

Os processos de conformação usados na produção de objetos em porcelana podem ser enchimento de barbotina, conformação plástica e prensagem seca, exigindo-se diferentes quantidades de água para cada processo. Neste trabalho, estudar-se-á o processo de prensagem de granulados.

A humidade residual do granulado atomizado tem influência severa no comportamento elástico da pasta e do ligante e, portanto, no comportamento do grânulo à deformação. Por isso, a humidade residual deve ser mantida constante, 2,3-2,7%, ao longo do tempo, dependendo da natureza dos aditivos e da composição da pasta.^[1]

A densidade aparente dos granulados de porcelana situa-se entre 0,84-1 g/cm³. O valor da mediana do tamanho de grânulos, d_{50} , deve tipicamente situar-se entre 250 e 350 μm . A quantidade de grânulos inferiores a 100 μm e superiores a 500 μm não deve exceder 1% e

6% do total, respetivamente.^[1] Os grânulos finos dificultam a saída de ar durante a prensagem e promovem o aparecimento de heterogeneidades na distribuição da densidade no objeto prensado. Por outro lado, uma quantidade elevada de grânulos grosseiros pode originar superfícies rugosas no produto prensado.

1.3.2. Grés

O grés é um material cerâmico de cor acinzentada, normalmente utilizado na produção de peças de grandes dimensões de pavimentos e revestimentos. É também utilizado na produção de peças de louça.

Entre as características técnicas deste material, a mais importante é, seguramente, a alta resistência à abrasão, que resulta da elevada dureza superficial. Merecem destaque também a baixa absorção de água, a resistência mecânica, nomeadamente em solicitações provocadas por choques mecânicos, resistência ao ataque de agentes químicos e resistência a choques térmicos, ao congelamento e formação de gelo na superfície. Apresenta também importantes características estéticas que podem ser exploradas por processos de polimento superficial, sem modificar significativamente as propriedades já enunciadas.^{[14], [15]}

O grés porcelânico é composto por várias matérias-primas, cuja formulação depende da composição química, cor e propriedades pretendidas para o produto final.

As matérias-primas usadas na formulação das pastas de grés assumem configurações mineralógicas distintas e funções específicas. As matérias primas plásticas, como as argilas do tipo "*ball clay*" e os caulinos, conferem plasticidade à pasta e as não-plásticas promovem a densificação, no caso dos materiais fundentes, como os feldspatos, e a resistência mecânica, no caso dos inertes, como a areia.^[16] O teor em impurezas nas matérias-primas é um dos principais fatores que afetam a cor do produto, assim como o tipo e a proporção de fases que se desenvolvem durante o ciclo de queima. Podem também ser adicionados pigmentos, geralmente óxidos. Poderão ainda ser adicionadas outras matérias-primas em

proporção reduzida com finalidades específicas, nomeadamente titânia (TiO_2) para aumentar a resistência mecânica e zircão ($ZrSiO_4$) para aumentar a brancura.^{[16]–[18]}

A humidade residual deve ser mantida constante, entre 2,5 e 3%, ao longo do tempo, dependendo da composição da pasta.

A densidade aparente dos granulados de grés situa-se entre 0,84-1 g/cm³. O valor da mediana, d_{50} , deve situar-se entre 250 e 350 μm . A quantidade de grânulos inferiores a 100 μm e superiores a 500 μm não deve exceder 2,5% e 6,5% do total, respetivamente.

1.4. Conformação por prensagem

O processo de conformação a adotar numa situação particular depende da complexidade do objeto, das tolerâncias dimensionais admissíveis, da microestrutura e das propriedades finais desejadas. A conformação por prensagem é, hoje, o processo de conformação mais utilizado na indústria cerâmica, não só porque dá uma resposta satisfatória às exigências técnicas dos utilizadores dos produtos, mas também porque introduz uma maior racionalidade nos circuitos de fabrico, permitindo que a produtividade atinja valores que não estão ao alcance de qualquer outro processo de conformação.^{[4], [19]}

A prensagem, unidirecional e isostática, é a operação de conformação que consiste na compactação de um pó granulado, contido no interior de uma matriz rígida ou flexível, pela aplicação de pressão.

A humidade (H) do sistema a conformar permite classificar a prensagem em: prensagem seca ($H = 0-10\%$), prensagem semi-seca ($H = 10-15\%$), prensagem semi-plástica ($H = 15-20\%$) e prensagem plástica ($H = 20-25\%$). Na prensagem semi-plástica e plástica, a maior parte do trabalho realizado pelas forças de prensagem está associado à deformação plástica do sistema partículas sólidas – líquido. Aqui, a massa da peça (conformada) é 70-80% da massa de pasta alimentada, com elevada retração associada à secagem. Por outro lado, na prensagem seca e semi-seca, a maior parte do trabalho realizado pela prensagem é trabalho de densificação, para eliminar porosidade intergranular e intragranular, por rearranjo, deformação plástica e fratura dos aglomerados, dos agregados e das grânulos.

A massa da peça conformada é sensivelmente igual à massa de pasta inicial, havendo reduzida retração na secagem.^[1]

Na prensagem unidirecional de pós e granulados, há transformação de energia mecânica em trabalho de compactação através de prensas mecânicas ou de energia hidráulica em trabalho de compactação através de prensas hidráulicas. Em ambos os casos, resulta a diminuição da porosidade do sistema. Se a força de prensagem for aplicada através de um dos punções, enquanto o outro é fixo, a prensagem é unidirecional de efeito simples. Por outro lado, para se conseguir produzir peças de elevada espessura e geometrias complexas com uniformidade de compactação é indispensável que a força de prensagem seja aplicada pelos dois punções – duplo efeito, ou então que se empregue um molde complexo com múltiplos punções. Se o corpo a conformar tiver forma regular e espessura reduzida em comparação com as dimensões transversais, as paredes do molde são fixas. Mas, se a forma for complexa e a espessura elevada em comparação com as dimensões transversais, a matriz é móvel e a prensagem será unidirecional de matriz móvel. Só desta forma se garante uniformidade na compactação.^{[1], [4], [12], [20]}

Na prensagem isostática, o corpo é conformado devido à força de consolidação transferida pelo molde flexível que está mergulhado num fluido pressurizado, o que assegura uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde. A prensagem isostática pode ser do tipo: “*wet bag*” – todas as partes do molde são flexíveis e submetidas à pressão hidrostática do fluido comprimido. É indicada para peças pequenas e grandes, com ritmos de produção elevados para as primeiras, mas ritmos baixos para as segundas, devido à impossibilidade de automatizar algumas das fases do ciclo de funcionamento do equipamento; “*dry bag*” – apenas a parte flexível é atuada pelo fluido em três fases de aplicação de força de prensagem, em que as duas primeiras são aplicações unidirecionais e a terceira é isostática. É indicada para a indústria de porcelana, para produção de pratos e outras formas planas, admitindo ritmos de produção elevados e ciclos inteiramente automatizados.^[1]

As insuficiências da prensagem unidirecional (diferenças de densidade aparente no artigo prensado) foram ultrapassadas com a prensagem isostática, que assim se impôs como processo de conformação alternativo para louça plana. A sua utilização restringe-se quase

exclusivamente à produção de louça plana em porcelana, cujo valor acrescentado justifica os elevados investimentos necessários.^[1] Devido ao baixo teor em humidade, as peças conformadas, após a desmoldagem, são imediatamente acabadas, empilhadas e enfiadas.

A densidade aparente cresce com o aumento da pressão de prensagem, devido a fenómenos de rearranjo, deformação plástica e fratura dos grânulos e das partículas. A manutenção da forma após a aplicação da força de consolidação é devida à ação de forças eletrostáticas e de *van der Waals*, no caso da prensagem seca, a que se associam também as forças capilares, no caso da prensagem dos granulados semi-secos.^{[1], [5], [19]–[21]}

Face a outros processos de conformação, a prensagem tem as seguintes vantagens^{[1], [4]}:

- Confere elevada resistência mecânica aos corpos conformados em verde e em seco, em consequência das elevadas pressões utilizadas;
- Permite atingir elevada produtividade, já que é possível automatizar todas as etapas do processo de prensagem;
- Facilita a secagem do produto conformado verde, uma vez que se usam granulados com baixa percentagem de humidade, especialmente na prensagem seca;
- Permite conformar produtos com baixa tolerância dimensional e formas rigorosas;
- Diminui a probabilidade de aparecimento de defeitos e deformações nas fases posteriores à conformação;
- Permite obter peças com pouca retração total, devido às elevadas densidades conseguidas e à eliminação e redução da retração de secagem.

A prensagem constitui a chave de todo o processo tecnológico de produção dos pavimentos.^[13] As consequências dos defeitos de carga da matriz do molde – distribuição não homogénea da densidade – só são detetadas após cozedura e traduzem-se no aparecimento de material descalibrado e deformado, que diminuem a qualidade dos produtos. As diferenças de densidade, entre os diferentes pontos de uma mesma peça

prensada, originam retrações diferenciais durante a cozedura. Mesmo sendo pequenas as diferenças de densidade, as consequências, em termos de deformações, podem ser significativas, em produtos que retraem, em média, 6,5-7% na cozedura.^{[1], [11]}

Devido a fenómenos de condensação e à compressão que o granulado sofre, no interior dos silos de repouso, algumas partes do granulado tendem a aglomerar. Estes aglomerados, com um teor elevado em humidade, são eliminados por peneiração (800-1000 μm), antes do granulado ser descarregado nas tremonhas de alimentação das prensas.^[1]

O ciclo de prensagem envolve um conjunto de etapas, nomeadamente, enchimento da matriz, primeira prensagem, saída do ar, segunda prensagem e extração. A pressão específica, nestes produtos, situa-se entre 275 e 300 bar.^[1] Em peças com 8-8,5 mm de espessura, a densidade aparente do material prensado deve situar-se entre 1,925-1,975 g/cm^3 , variável de acordo com a humidade do granulado e a sua distribuição granulométrica. Com estes valores de densidade aparente, a resistência mecânica em verde situa-se entre 0,8-1,0 MPa (8-10 kgf/cm^2), subindo para 2,5-2,9 MPa (25-30 kgf/cm^2), após secagem.^[1] Embora possa parecer que valores elevados de densidade de prensagem sejam favoráveis, existem na prática limitações à densidade máxima de prensagem. Quanto maior for a densidade do prensado, menor será a sua permeabilidade, criando dificuldades adicionais na secagem e na cozedura, possibilitando a formação do defeito “coração negro”, associado à dificuldade do acesso do oxigénio ao interior do prensado, onde se encontra a matéria orgânica.

Convém referir que, após a extração, ocorre alguma recuperação elástica do material prensado, que se traduz numa ligeira expansão, situada entre 0,25-0,50% (relativamente às dimensões da matriz), dependendo das características do granulado e da natureza das matérias-primas usadas.^{[1], [13], [22]}

1.4.1. Etapas da operação de prensagem

Na operação de prensagem, distinguem-se quatro etapas: enchimento da cavidade do molde, aplicação da carga de compactação, alívio da carga e extração da peça. A seguir, apresentam-se as descrições de cada etapa.

Enchimento da cavidade do molde

Esta etapa consiste no escoamento de granulado para a matriz. A preparação constitui um processo autónomo com operações complexas e variadas, a que se associam operações de transporte e armazenamento.

Um dos grandes desafios desta etapa é conseguir uma distribuição homogénea do granulado, característica esta determinante para não aparecerem deformações e defeitos nas peças conformadas.^{[4], [12], [23]} O bom escoamento do granulado para dentro do molde deve estar assegurado para que esta etapa se desenrole sem problemas. Um granulado que não escoar com fluidez dificilmente preencherá os cantos dos moldes e inevitavelmente a prensagem é heterogénea.

De forma a contrariar as tendências naturais do escoamento dos granulados, utilizam-se dispositivos de regulação do funcionamento das prensas, que são cada vez mais abundantes e sofisticados. No entanto, estes permitem apenas atenuar algumas destas tendências. São exemplos os dispositivos de carga de grelha flutuante e de grelha fixa.^{[1], [4]} Nos dispositivos de grelha fixa, o granulado é fornecido com a grelha parada, sendo o dispositivo de distribuição que se move. Nos dispositivos de grelha flutuante, o granulado é fornecido com a grelha em movimento sobre guias fixas ancoradas à estrutura da prensa, para evitar movimentos laterais e assim garantir maior precisão e melhor reprodutibilidade das condições de carga.^[1]

Aplicação da força de compactação

Esta etapa inicia-se com o movimento de aproximação do punção superior e com a primeira prensada. O punção sobe, permitindo a saída de ar e segue-se a segunda prensada, em que a força de prensagem atinge o seu valor máximo. Este valor máximo pode ser atingido de uma só vez ou gradualmente, por patamares de prensagem com, eventualmente, determinadas taxas de subida.^{[1], [13], [20], [21]}

As variáveis associadas a esta etapa são a velocidade de aproximação do punção à matriz, o número e intervalo de tempo dos patamares de aplicação de força, a velocidade do incremento da força de compactação entre patamares, a força de compactação máxima e o número de ciclos de carga e descarga.^{[1], [13], [21]}

A velocidade de aproximação da aplicação da força condiciona a saída de ar, existindo duas correntes de opinião. Uma considera que, se a velocidade for elevada, o ar presente entre as entidades que constituem o granulado é comprimido, criando-se correntes de escape que levam à movimentação das entidades mais finas para a periferia da matriz, podendo impermeabilizar as camadas superiores e, assim, dificultar o deslocamento do ar para o exterior. A outra admite que os efeitos das correntes de escape só se fazem sentir enquanto as entidades do granulado tiverem liberdade de movimento, daí que a velocidade do movimento de aproximação e aplicação da força por meio do punção devam ser elevadas, de forma a evitar que as correntes de escape se façam sentir em larga extensão.^[1]

Depois da pré-compactação, que deve ser realizada na maior extensão possível, sem que isso introduza heterogeneidades no granulado dentro da matriz, os efeitos da presença do ar comprimido refletem-se na expansão do compacto na direção vertical, quando o punção sobe, criando espaço entre as paredes da matriz e o punção, permitindo a saída do ar. A velocidade de subida do punção deve ser bem definida de acordo com o sistema, uma vez que se for excessivamente rápida, a expansão do corpo na direção vertical também será rápida, impedindo a saída de ar completa. O ar retido será comprimido durante as fases seguintes, dificultando a densificação e originando expansões significativas na direção vertical e transversal durante o alívio da pressão de prensagem, que pode provocar fissuras e dificuldades na extração.^{[1], [6], [13], [22]}

Durante a compactação do granulado, a pressão aplicada nas superfícies da peça não é transmitida integralmente nem uniformemente devido à fricção criada entre os grânulos e entre estes e a superfície da matriz, originando gradientes de densidade nos corpos conformados. Isto é particularmente relevante no caso da prensagem uniaxial.^{[1], [20], [21]}

A compactação da pasta deve atingir valores de porosidade abaixo de 40%, preferivelmente próximo de 30% (acima de 40% de porosidade, o processo é industrialmente inviável), o que implica uma adequada distribuição granulométrica dos pós.

Durante a compactação do granulado, os poros podem diminuir de volume por três mecanismos (mecanismos de densificação)^{[1], [21]}:

- Mecanismo 1: redução do volume dos poros intergranulares pelo rearranjo dos grânulos;
- Mecanismo 2: redução do volume dos poros intergranulares por deformação plástica e fratura dos grânulos;
- Mecanismo 3: redução do volume dos poros intragranulares a altas pressões pela reordenação das partículas que constituem os grânulos, de forma a haver um empacotamento mais denso. Mesmo para pressões muito elevadas, é improvável a ocorrência de deformação plástica ou a fratura das partículas do material, porque se tratam de matérias-primas cerâmicas.

Ao estudar a evolução da densidade dos compactos com a pressão de compactação verifica-se que as curvas que relacionam a pressão com a densidade apresentam três andamentos distintos, separados por regiões de transição, dependendo dos valores de pressões utilizados.^{[1], [6], [21]}

A compactação de um material granulado pode ser dividida em três estágios com base na alteração estrutural da pasta^{[1], [21]}:

- Estágio I ou inicial: desde o preenchimento da cavidade do molde até que os grânulos atinjam o empacotamento máximo, sem deformarem. Este momento (de empacotamento máximo) coincide com o primeiro ponto de inflexão – ponto de cedência – que corresponde ao valor de pressão em que começa a deformação e destruição dos grânulos. A taxa de variação da densidade com a pressão aplicada é baixa e este estágio é identificado com a diminuição da porosidade intergranular. Aqui, a compactação do granulado é praticamente a máxima que se pode obter pelo rearranjo dos grânulos através da vibração do material, o que corresponde ao empacotamento do *tapping* (ver-se-á adiante como se determina este empacotamento de *tapping*). Neste estágio, o mecanismo de compactação predominante é o deslizamento e rearranjo dos grânulos.
- Estágio II ou intermediário: desde o ponto de cedência acima mencionado até ao ponto de rutura dos grânulos (segundo ponto de inflexão), com uma taxa de variação da densidade claramente superior à do primeiro estágio. Neste estágio, ocorre a redução, quase total, do volume dos poros intergranulares. Aqui, o mecanismo II é o principal mecanismo de compactação do corpo, havendo deformação plástica e fratura dos grânulos. Segundo um estudo^[4] o incremento da pressão de prensagem leva ao aumento da área de contacto entre os grânulos e o corpo vai se tornando estruturalmente mais homogéneo, sendo ainda possível identificar alguns grânulos. A porosidade intragranular permanece praticamente inalterada.
- Estágio III ou final: inicia-se quando o grau de compactação do corpo é igual ao do grânulo. A taxa de variação da densidade com a pressão é ainda mais elevada do que a anterior. A porosidade entre partículas primárias dos aglomerados dos grânulos desaparece neste estágio devido à deformação plástica nos pontos de contacto, fenómenos que ocorrem no mecanismo III. O aumento da pressão leva a que o tamanho dos poros diminua e as interfaces entre os grânulos se tornem impercetíveis, tornando a microestrutura da peça cada vez mais homogénea. Neste estágio, um

aumento da pressão pode provocar a fratura de agregados de partículas que tenham resistido a pressões menores, aumentando ligeiramente a compactação da peça. A maior parte da carga aplicada neste estágio provoca uma deformação elástica do material, sendo libertada ao aliviar a carga de prensagem.

É de salvaguardar que as regiões de transição correspondem a zonas mal definidas, podendo coexistir os estágios e mecanismos de densificação. Exemplificando, o rearranjo dos grânulos pode ser acompanhado de deformação plástica, podendo haver destruição destes, ou seja, sobreposição dos mecanismos I e II. Da mesma forma, é frequente que o início do processo de redução da porosidade intragranular, mecanismo III, se dê antes da eliminação total da porosidade intergranular através do mecanismo II.^{[1], [21]}

Independentemente do aumento da pressão de prensagem, a compactação final da peça é sempre inferior à compactação que corresponderia ao empacotamento máximo possível do granulado, devido^{[1], [21]}:

1. À formação de empacotamentos irregulares e porosos de partículas que resistem às altas pressões devido à sua dureza e por ainda existirem forças de fricção elevadas entre elas;
2. À saturação dos poros da peça pelos ligantes e plastificantes líquidos resultante da baixa porosidade provocada pelas altas pressões utilizadas.

As características das partículas que formam os grânulos são determinadas pelas propriedades finais pretendidas, não pelo processo de conformação. Assim, embora tenham influência sobre os empacotamentos dos grânulos e exerçam um efeito marcante na evolução da compactação e na estrutura porosa, em função da aplicação de carga, não são consideradas variáveis na operação de prensagem.

A compactação é influenciada pelo comportamento mecânico do granulado que depende das características dos grânulos como estrutura (ocos ou maciços), natureza, proporção de ligantes e plastificantes e humidade.^{[1], [4], [5], [10]–[13], [19]}

Alívio da força de compactação

Após compactar o granulado, resulta um corpo conformado. O punção sobe, na prensagem unidirecional, ou deforma a membrana, na prensagem isostática, dando início ao alívio da carga de prensagem. Conforme vai sendo aliviada a carga, a energia elástica armazenada também é dissipada, havendo expansão das três dimensões da peça, na direção em que se aplicou a carga e nas direções perpendiculares.^{[1], [13], [21], [22]}

Para o efeito da recuperação elástica contribuem dois fatores: a energia de compressão do ar retido no interior do compacto e a energia de deformação elástica do sistema sob carga. A contribuição do primeiro fator faz-se sentir quando a quantidade de ar retido no interior do compacto prensado é grande e não se escapa tão rapidamente quanto o desejável, após cessar a força de compactação aplicada. A morfologia das partículas também influencia o processo de expansão. Se as partículas apresentam uma elevada razão de aspeto ou elevado grau de aglomeração, elas podem sofrer esforços de flexão, que reforçam o efeito da expansão quando é aliviada a carga de prensagem.^{[1], [13], [22]}

A variável mais importante nesta operação é a velocidade associada ao alívio.^{[1], [13], [22]} Numa situação em que o volume final do corpo seja metade do volume inicial de granulado, a pressão de ar retido pode atingir 2×10^5 Pa. Se o alívio da força for muito rápido, esta pressão manter-se-á durante alguns segundos no interior do corpo, devido à baixa permeabilidade. No entanto, poderá ser suficiente para ultrapassar a resistência das ligações entre as entidades que constituem o granulado, promovendo o aparecimento de laminações e outros defeitos.^[1]

Extração da peça

Depois de se obter um corpo conformado com a forma pretendida é necessário removê-lo da matriz de prensagem. A extração é a última etapa, mas também ela delicada, do processo.

Após o alívio da carga na prensagem unidirecional, o prensado fica sujeito a tensões normais à superfície lateral do molde, geradas na fase final da compactação, que acabam por diminuir, embora ligeiramente, após o alívio da carga devido à expansão que o corpo sofre na direção vertical. Com a subida do punção inferior, geram-se forças de atrito entre as paredes da matriz e as superfícies laterais do prensado, que se opõe ao movimento da extração, podendo causar fissuras e deformações no prensado e desgaste acentuado do equipamento. Por vezes, para diminuir a tendência à adesão, os punções são aquecidos ou revestidos com um material elástico que distende durante a compactação e contrai quando se alivia a força de prensagem.^{[1], [22]}

Na prensagem isostática, a membrana retorna à posição de repouso quando a pressão é aliviada, descolando-se e libertando completamente a peça.

Com o aumento da pressão de prensagem, aumenta o contacto entre os grânulos e as partículas que os formam, e o valor da deformação elástica em cada um desses pontos, pelo que se pode afirmar que a expansão de extração aumenta sempre com o aumento da pressão de prensagem. Por outro lado, a expansão de extração diminui com o aumento da plasticidade dos grânulos, pelo aumento da humidade ou outro tipo de plastificante. Há também menor expansão quando se reduz a velocidade de aplicação de carga ou se aumenta o tempo de aplicação de carga máxima, uma vez que o aumento do tempo do ciclo de prensagem facilita o rearranjo das partículas e promove a saída de ar.^{[1], [13], [21], [22]}

Considera-se aceitável uma expansão de extração inferior a 0,75% (expansão linear).^[22]

Embora este fenómeno seja útil para facilitar o descolamento entre o punção e a peça, se a expansão for excessiva pode provocar defeitos nas peças.

Terminadas as quatro etapas apresentadas, repete-se o ciclo de funcionamento da prensa.

1.4.2. Análise dos fenómenos e processos que se desenvolvem em cada uma das operações de prensagem

Numa atividade industrial, o tempo associado às diversas etapas de produção deve ser minimizado. Daí ser fundamental que a fase da operação de prensagem decorra rapidamente. Um dos fatores essenciais para que isso aconteça está relacionado com a distribuição da quantidade de granulado na cavidade do molde, que deve ser uniforme e reproduzível. É necessário, portanto, que o granulado flua bem sob o efeito das forças de gravidade, ou seja, tenha boa fluidez.

Este parâmetro é caracterizado pela velocidade de fluxo do granulado, podendo ser determinado através da medida da velocidade com que a pasta escoar, devido à força de gravidade, através do orifício de um recipiente. Existem outros métodos para caracterizar a fluidez de pastas em geral, granuladas ou não, como o índice de *Hausner* e o índice de *Carr*. No entanto, quando comparados com a velocidade de fluxo, apresentam uma menor sensibilidade e reprodutibilidade para avaliar o comportamento de pastas de elevada fluidez.^{[1], [4], [6], [11], [12], [20]}

O índice de *Hausner* (*IH*) é determinado a partir da razão entre a massa específica vibrada (ρ_v) e massa específica aparente (ρ_a) (equação 1).

$$IH = \frac{\rho_v}{\rho_a} \quad \text{Equação 1.}$$

Pós com *IH* superior 1,4 são considerados coesivos, entre 1,4 e 1,25 são classificados como de escoamento difícil, entre 1,25 e 1,1 de aptidão média ao escoamento e abaixo de 1,1 como um pó que escoar facilmente, sem características coesivas.^[24]

De forma idêntica, o índice de *Carr* (*IC*) trata-se de um método simples para avaliar indiretamente as propriedades de fluxo de pós através da comparação da massa específica aparente (ρ_a) e da massa específica vibrada (ρ_v) do pó (equação 2).

$$IC = \left(\frac{\rho_v - \rho_a}{\rho_v} \right) \times 100 \quad \text{Equação 2.}$$

Valores de *IC* inferiores a 10% indicam excelente fluxo, entre 11 e 15%, com bom escoamento, entre 16 e 20% com fraca aptidão ao escoamento, entre 21 e 31% escoamento difícil e muito difícil entre 16 e 31% (pós coesivos).^[25]

Quando associado ao contexto deste trabalho, ângulo de repouso corresponde ao ângulo interior formado entre o plano horizontal da base do cone de espalhamento do granulado e a sua geratriz.

Para granulados e pós, a definição do ângulo de repouso está frequentemente ligada ao índice de *Hausner*. O ângulo de repouso é tanto menor quanto melhor os granulados fluem. Também é possível associar o ângulo de repouso ao índice de *Carr*. Em ambos os casos, o ângulo de repouso pode dar uma indicação do estado de coesão das entidades que compõe o granulado.^[26] Por este motivo, é difícil obter o ângulo de repouso de materiais coesos, utilizando-se outros métodos. A tabela 1 associa a classificação do tipo de escoamento e o ângulo de repouso, segundo a classificação de *Carr*.^[27]

Tabela 1. Descrição do tipo de escoamento em função do ângulo de repouso.

Descrição do tipo de escoamento	Ângulo de repouso
Fluxo excelente e facilitado	< 30°
Fluxo facilitado	30° - 38°
Fluxo razoável	38° - 45°
Fluxo difícil	45° - 55°
Sem fluxo (coesão do material)	> 55°

O ângulo de repouso é função do diâmetro médio de espalhamento e da altura do cone formado pelos granulados, quando estes escoam por um bocal, de acordo com esquema apresentado na figura 1.

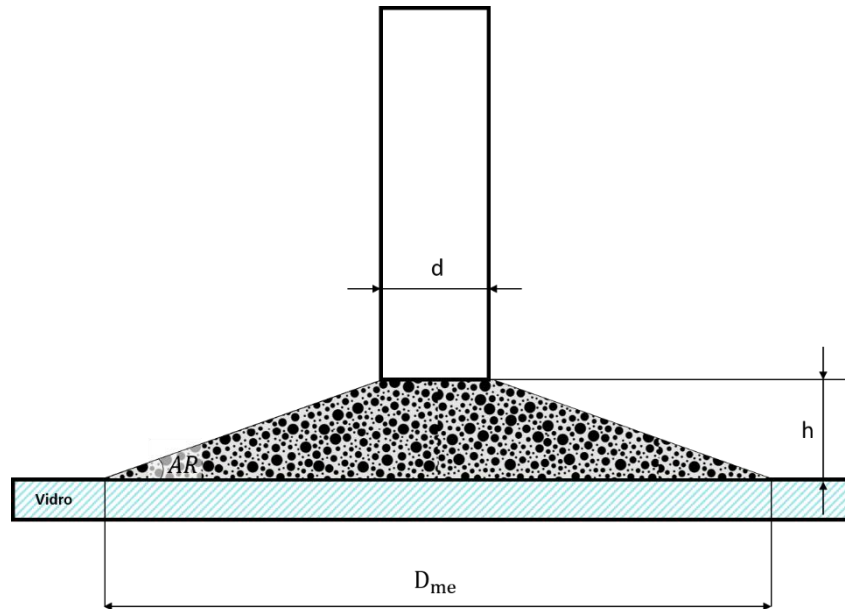


Figura 1. Esquema do espalhamento do granulado: o cilindro sem base, de diâmetro d , e o cone de espalhamento formado com a altura h , e o diâmetro da base D_{me} . Também está representado o ângulo de repouso (AR).

A equação 3 traduz a relação entre o ângulo de repouso (AR) formado e as dimensões do cone de espalhamento, com h a altura e D_{me} o diâmetro médio de espalhamento, e o diâmetro do bocal (d).

$$AR = \tan^{-1} \left[\frac{2 \cdot h}{D_{me} - d} \right] \quad \text{Equação 3.}$$

Vários fatores influenciam o ângulo de repouso, nomeadamente o tamanho do grão e forma, a densidade, o teor em humidade, o sistema composto pela superfície na qual o material é espalhado e o cilindro de onde é descarregado, a segregação que ocorre na

estratificação do material, a velocidade do espalhamento, a massa do material, a altura de vazamento e a morfologia do material e a adição de solventes.^[26]

A primeira condição de sucesso da operação de prensagem corresponde ao enchimento da matriz, onde a distribuição do granulado deve ser completa e homogénea. O enchimento insuficiente originará um produto com dimensões inferiores às desejadas, e uma distribuição não homogénea provocará uma distribuição heterogénea de densidade no prensado, que, por sua vez, poderá originar deformações ou fissuras nas fases posteriores de processamento.

Várias características determinam a fluidez da pasta: tamanho médio e distribuição granulométrica das partículas e grânulos, a morfologia e textura superficial dos grânulos, bem como o contacto entre estes. Uma das conclusões mais intuitivas apresentadas em estudos, referido por *J.L. Amorós Albero*^[4], é a da redução da fluidez do granulado à medida que se aumenta o número de pontos de contacto entre grânulos por unidade de volume. Por isso, entende-se que o aumento da quantidade de aglomerados e grânulos de pequeno tamanho, inferiores a 125 μm , reduz a fluidez da pasta.

Os melhores resultados da prensagem isostática de louça são conseguidos com granulados, obtidos por atomização de suspensões argilosas, em que o d_{50} se situa entre 300 e 500 μm , sendo as frações menor do que 125 μm e maior do que 500 μm (aglomerados de grânulos) inferiores a 5%. Ambas as frações prejudicam a aptidão ao escoamento: a primeira, devido à tendência para aglomerar e a segunda, devido à morfologia da superfície externa. Desta forma, a velocidade de escoamento de um granulado é maior do que a do pó correspondente, daí que a conformação por prensagem esteja associada a sistemas granulados.^[1]

A velocidade de escoamento diminui também com o aumento do teor em humidade do granulado. Este efeito é muito mais pronunciado para valores superiores a 5-6% de humidade, valores estes típicos na prensagem de granulados obtidos por atomização. Esta relação é justificada pelo aumento das forças de adesão nos pontos de contato existentes entre os grânulos, devido à tensão superficial da água.^{[7], [11]–[13]}

O granulado a prensar deve permitir uma densidade relativa do compactado elevada (razão entre a densidade de preenchimento e a densidade dos grânulos).^[4] Uma densidade relativa baixa indica uma razão de compactação (razão entre volume ocupado pelos grânulos e volume ocupado pela peça conformada) muito baixa, ou seja, uma elevada quantidade de ar a libertar durante a compactação. Este é um dos fatores que pode condicionar a boa qualidade do produto prensado.

A densidade relativa do prensado depende do volume de poros intergranulares, porosidade entre os grânulos, e do volume de poros intragranulares, porosidade existente entre as partículas que compõe os grânulos, ambos por unidade de volume do sólido. A razão (volume de poros intergranulares)/(volume do sólido da pasta) depende da morfologia dos grânulos, da distribuição do tamanho dos grânulos e da fluidez do pó. Uma baixa fluidez do pó resulta numa baixa densidade relativa da pasta, ainda que a sua distribuição granulométrica seja adequada para haver bom empacotamento. Uma forma de reduzir os poros intergranulares durante o enchimento seria pela utilização de distribuições granulométricas largas. No entanto, pode causar problemas de uniformidade resultantes da segregação dos grânulos por frações de tamanhos.^{[4], [10], [13], [23], [28]}

A razão (volume de poros intragranulares)/(volume de sólido da pasta) depende da forma e distribuição de tamanho das partículas que constituem os grânulos e das condições de processamento envolvidas na sua produção. Como é o caso, se os grânulos são obtidos por atomização, para que o empacotamento das partículas que constituem os grânulos seja o mais elevado possível, é imprescindível que as características da suspensão, fundamentalmente o teor em sólidos e a viscosidade, bem como as variáveis de operação da atomização sejam adequadas.

1.4.3. Modelos de empacotamento

Muitos investigadores e trabalhos têm justificado fenómenos associados ao empacotamento de partículas, a partir dos modelos de empacotamento de *Furnas* e de *Andreasen*. O modelo de empacotamento de partículas é muitas vezes referido como a base essencial dos fenómenos reológicos observados. No entanto, estes modelos foram

desenvolvidos para partículas esféricas e a sua extrapolação para o comportamento de pós reais com partículas de formas diversas pode ser exagerada.^[29]

A abordagem deste tema por *Furnas, Andreasen e Alfred*, entre outros investigadores, mostrou uma clara influência da distribuição de tamanhos de partículas nas propriedades finais dos produtos cerâmicos, como porosidade, densidade e resistência mecânica, mas também nas características de sistemas particulados, como a fluidez.^[29]

Os modelos teóricos podem ser discretos (*Furnas e De Larrard*, por exemplo) e contínuos (*Andreasen e Alfred*, por exemplo). Os primeiros partem de um conjunto ideal de partículas, enquanto que, os segundos, utilizam uma gradação contínua de partículas.^[29]

O modelo de empacotamento mais simples, proposto por *Furnas*, inicia-se com uma única classe de tamanhos (monotamanhos) de esferas, distribuição de intervalos discretos. Segue-se a adição sucessiva de novas classes de monotamanhos que se ajustam à dimensão dos interstícios das classes anteriores até ao tamanho ínfimo, permitindo que a porosidade seja também ínfima ou até nula.^[30] Neste modelo, a eficiência de empacotamento máxima ($PE_{m\acute{a}x}$) de uma distribuição de partículas com três classes de tamanhos, grossos (L), médios (M) e finos (S), depende das eficiências de empacotamento das partículas de cada classe PE_L , PE_M e PE_S , descrita pela equação 4.^[29]

$$PE_{m\acute{a}x} = PE_L + (1 - PE_L) \times PE_M + (1 - PE_L) \times (1 - PE_M) \times PE_S \quad \text{Equação 4.}$$

Se as eficiências de empacotamento das partículas de cada classe forem iguais, a eficiência de empacotamento máxima da distribuição ternária pode-se escrever na forma da equação 5.

$$PE_{m\acute{a}x} = PE + (1 - PE) \times PE + (1 - PE)^2 \times PE \quad \text{Equação 5.}$$

A extrapolação desta relação para uma mistura com uma infinidade de classes discretas de tamanhos traduzirá a eficiência de empacotamento de uma distribuição contínua, descrita pela equação 6. Nesta situação, para que exista uma maximização do empacotamento, deve-se, idealmente, garantir razões de tamanhos de 100:1 entre classes, para eliminar o volume de vazios extra devido ao efeito de parede, que consiste no aumento de vazios em torno das partículas grossas. Na prática, procura-se trabalhar com razões de tamanhos entre 20:1 e 10:1.^{[31], [32]}

$$CPFT = \frac{R^{\log D} - R^{\log D_s}}{R^{\log D_L} - R^{\log D_s}} \times 100 \quad \text{Equação 6.}$$

Com,

CPFT – *Cumulative Percentage Finer Than D*, ou seja, percentagem acumulada de partículas de diâmetro inferior a D;

D – Tamanho da partícula em consideração;

D_L – Tamanho da partícula maior;

D_S – Tamanho da partícula menor;

R, razão de volumes entre dois intervalos de tamanhos adjacentes.

A distribuição de intervalos discretos de *Furnas* é economicamente inviável e não é realista, uma vez que se podem obter sistemas de elevada densidade a partir de partículas das mais diversas formas e tamanhos. Este modelo considera uma infinidade de diâmetros de partículas, o que na prática é impossível. As distribuições discretas originam misturas com fracos desempenhos técnicas, enquanto que as distribuições contínuas promovem uma boa resistência mecânica, um baixo teor em água de adição e uma reduzida retração durante o processamento cerâmico.^[33]

McGeary demonstrou experimentalmente que o empacotamento de esferas de um só tamanho permite obter uma densidade máxima entre 60 e 64%. Para empacotamentos binários, é possível obter densidades de 85%, desde que se assegure, pelo menos, uma relação de sete entre tamanhos. Para empacotamentos de sistemas ternários, obteve densidades de 90% e para sistemas quaternários obteve valores superiores a 95%.^[33]

Andreasen construiu um modelo baseado em condições de semelhança relativamente ao empacotamento perfeito (comportamento fractal). Deve, por isso, ser traduzida por uma lei de potência fracionada, dada pela equação 7. Para se obter um empacotamento ótimo, o módulo de distribuição – q , deve estar compreendido entre $1/3$ e $1/2$. Quando o teor em partículas grossas aumenta, q aumenta.^[29]

$$CPFT = \left(\frac{D}{D_L}\right)^q \times 100 \quad \text{Equação 7.}$$

Com,

CPFT – *Cumulative Percentage Finer Than D*, ou seja, percentagem acumulada de partículas de diâmetro inferior a D ;

D – Tamanho da partícula em consideração;

D_L – Tamanho da partícula maior;

q – Módulo da distribuição.

O modelo de *Alfred* resulta de uma abordagem feita por *Funk* e *Dinger*, modificando a equação original de *Andreasen* pela introdução de um tamanho mínimo para a menor partícula da distribuição, conforme a equação 8. Por simulação numérica, o coeficiente $q = 0,37$ corresponde à otimização da distribuição granulométrica para o empacotamento máximo, 100% do empacotamento possível. Para valores superiores a $q = 0,37$, haverá sempre porosidade.^[32]

$$CPFT = \frac{D^q - D_S^q}{D_L^q - D_S^q} \times 100 \quad \text{Equação 8.}$$

Com,

CPFT – *Cumulative Percentage Finer Than D*, ou seja, percentagem acumulada de partículas de diâmetro inferior a D;

D – Tamanho da partícula em consideração;

D_L – Tamanho da partícula maior;

D_S – Tamanho da partícula menor;

q – Módulo da distribuição.

Segundo *Funk e Dinger*, quando partículas finas são introduzidas numa distribuição de esferas de monotamanho perfeitas, a fluidez diminui porque aumenta o empacotamento. Dessa forma, a fluidez mínima de um sistema particulado é alcançada quando se tem o empacotamento máximo, quando o módulo de distribuição – q – é 0,37.^[32] Nesta situação, as várias entidades que compõem o sistema particulado estão demasiado próximas e a sua interferência é elevada.^[31] Por outro lado, uma boa fluidez é alcançada para módulos de distribuição inferiores ao do empacotamento ótimo, $q < 0,37$.^[33]

O modelo de *Larrard*, também designado por modelo de empacotamento compressível, compreende uma abordagem ideal e outra real. Na primeira, há empacotamento máximo por empilhamento individual de cada grão. Como não é possível obter um empacotamento máximo por um processo usual de compactação, na abordagem realista são estabelecidas relações entre o empacotamento ideal e o empacotamento real por meio de um fator de compactação – K. No modelo de empacotamento compressível, considera-se que há uma classe dominante de grãos que assegura a continuidade sólida. Quando as partículas de maior dimensão são dominantes, estas preenchem o volume como se não existissem grãos de menor dimensão. Quando as dominantes são as partículas de menores dimensões, estas

encontram-se empacotadas na porosidade resultante dos interstícios entre os grãos de maior dimensão.^[34]

1.4.4. O que influencia a prensagem

Como qualquer outra operação de conformação, a prensagem bem feita permite obter peças uniformes, com as dimensões e a geometria pré-estabelecidas e com a microestrutura pretendida.

Desde a seleção e dosagem das matérias-primas às condições de operação, todas as etapas do processamento devem ser consideradas como uma sequência de etapas integradas, que deliberadamente e de forma sistemática transformam uma determinada formulação num produto acabado, passando por diversos produtos intermediários. De acordo com este conceito de processo integrado, cada uma das etapas da prensagem não pode ser tratada de forma isolada.

As características do compacto serão assim influenciadas pelas características do granulado obtido pela atomização da barbotina, como distribuição granulométrica, morfologia e textura superficial dos grânulos. Disto, resultará uma peça verde com microestrutura que, por sua vez, não só determina as suas propriedades mecânicas, mas também exerce influência nas etapas posteriores do processamento.^{[1], [4], [10]}

Percebendo a importância destas relações e tendo em vista uma ordenação espacial das partículas que confira uma boa compactação, as variáveis de operação envolvidas na etapa de prensagem devem ser determinadas de forma a que assegurem à peça conformada uma microestrutura que reúna^{[1], [4], [13]}:

- Resistência mecânica suficiente da peça verde e após secagem para que suporte as diversas solicitações ao longo do processo produtivo;
- Permeabilidade suficiente da peça para que todas as reações que envolvam troca de gases durante a etapa de aquecimento se desenvolvam sem obstáculos;

- Características microestruturais do produto final desejadas, como porosidade e distribuição de tamanho de poros, que irão determinar as características técnicas da peça, nomeadamente a resistência mecânica e a absorção de água.

Compactidade do grânulo

Com o aumento da compactidade do grânulo, aumenta a tensão de compressão crítica, tornando-se mais difícil eliminar a porosidade intergranular e, conseqüentemente, a porosidade intragranular da pasta. Assim, para uma mesma pressão, o grau de avanço de compactação da pasta é sempre maior para os grânulos mais densos.^[4]

Em situações extremas, com grânulos muito densos ou resistentes à deformação, provocada pela baixa quantidade de plastificantes, por exemplo, os poros intergranulares não são totalmente eliminados a pressões normais. A presença de poros grandes entre grânulos não totalmente deformados condiciona negativamente a resistência mecânica da peça em verde e após secagem, bem como a densidade final da peça cozida.^[6]

Forma dos grânulos

A forma dos grânulos influencia significativamente o ângulo de repouso.

Às escalas a que se descreve o granulado, a forma global, a textura e as asperidades superficiais têm influência significativa no seu escoamento e espalhamento. Existem vários aspetos que condicionam estas características do granulado. Neste trabalho, devem ser salientados e descritos os seguintes fatores: arredondamento, esfericidade, rugosidade superficial e tamanho médio do granulado.^[26]

Arredondamento e esfericidade

O arredondamento pode ser definido de várias formas. É uma característica muito dependente da forma das partículas, estando assim relacionada também com a sua angularidade. A definição mais usada do arredondamento de uma partícula foi proposta por *Wadell*^[35], que a definiu como a razão entre o raio de curvatura médio das bordas e cantos da partícula e o raio da esfera máxima inscrita. A partir dessa definição, *Krumbein* e *Sloss* desenvolveram o chamado diagrama de arredondamento e esfericidade (figura 2), que permite classificar visualmente o arredondamento de partículas e, neste caso, de grânulos.^[26]

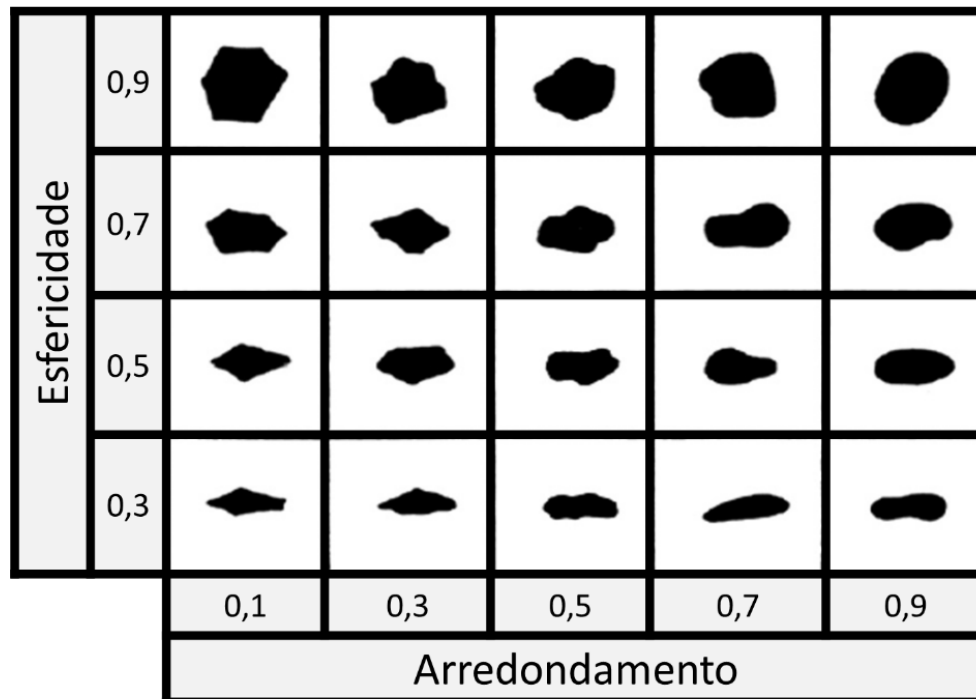


Figura 2. Quadro da esfericidade e arredondamento proposto por *Wadell*. Adaptado de ^[26].

Embora menos relevante para este trabalho, devem ser apresentadas as restantes definições desta característica. *Mitchell* e *Soga* apresentaram outras duas definições de arredondamento das partículas, apresentadas na forma de equações 9 e 10.^[26]

$$R = \frac{2 \times d_c}{D_L} \quad \text{Equação 9.}$$

$$R = \frac{d_c}{D_{av}} \quad \text{Equação 10.}$$

Com,

R – *Roundness* (arredondamento) definido por *Mitchell e Soga*;

d_c – Raio de curvatura da parte mais convexa da partícula;

D_L – Diâmetro mais longo da parte mais convexa da partícula;

D_{av} – Raio médio;

Li et al.^[35] definiram esta característica a partir da área projetada e a projeção do perímetro da partícula, conforme apresentado na equação 11.

$$R_{cox} = \frac{4\pi \times A_{PR}}{(P)^2} \quad \text{Equação 11.}$$

Com,

R_{cox} – Arredondamento definido por *Li et al.*;

A_{PR} – Área projetada da partícula;

P – Projeção do perímetro da partícula.

Assim como o arredondamento (figura 3 (A)), a esfericidade (figura 3 (B)) é usada como um descritor de forma. A esfericidade tem, também, várias definições. Uma definição comum de esfericidade foi proposta por *Wadell*, que a definiu como a razão entre o diâmetro de uma esfera de volume equivalente e o diâmetro da esfera circunscrita.^[26]

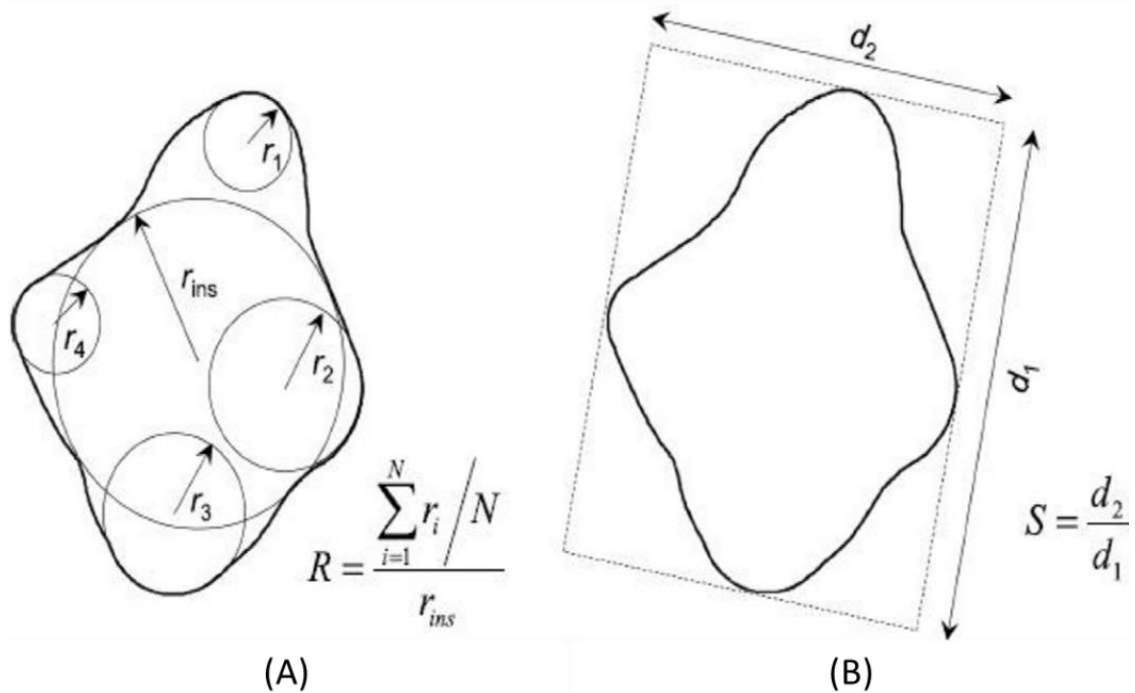


Figura 3. Definição de arredondamento (A) e esfericidade (B)^[26]

Em simulações e experiências, foi possível verificar os efeitos da esfericidade no ângulo de repouso. *Höhner, Wirtz e Scherer* apresentaram que o ângulo dinâmico de repouso é maior para as partículas não esféricas.^[36] O mesmo resultado foi alcançado noutros estudos.^[37] *Dai et al.* mostraram que o ângulo de repouso diminui quando o arredondamento aumenta e também quando a esfericidade aumenta.^[38]

Rugosidade

A rugosidade das partículas e da base de espalhamento afetam o ângulo de repouso e os coeficientes de atrito entre as partículas. A rugosidade de uma partícula descreve a textura em relação ao seu raio, numa escala muito reduzida face ao diâmetro da partícula. *Maeda* e *Toki* notaram que quando a rugosidade da base sobre a qual a areia foi empilhada aumentou, o ângulo de repouso também aumentou; conseqüentemente, formar uma pilha numa base sem atrito é quase impossível. Da mesma forma, *Zaalouk* e *Zabady* provaram que para diferentes tipos de trigo, o ângulo de repouso aumenta com a rugosidade da base. Liu forneceu resultados semelhantes para a areia.^[26]

Tamanho de partícula

O ângulo de repouso diminui quando o diâmetro da partícula esférica aumenta. *Botz et al.* mostrou que o ângulo de repouso diminuiu com o aumento do tamanho das partículas de areia. Além disso, considerando a distribuição do tamanho das partículas, conforme o tamanho médio das partículas aumenta, o ângulo de repouso diminui. *Lumay et al.* demonstraram que quando os tamanhos de partícula são inferiores a 50 µm, a coesão entre as partículas tende a afetar o ângulo de repouso, ou seja, conforme a coesão aumenta, o ângulo de repouso aumenta. No entanto, para tamanhos de partícula >50 µm, a forma da partícula, especialmente o alongamento (maior comprimento), irá predominar no macrocomportamento das partículas. Para sedimentos não uniformes, *Yang et al.* notaram que quando o tamanho médio do sedimento aumenta, o ângulo de repouso aumenta ligeiramente.^[26]

Tamanho médio e distribuição granulométrica

As principais características dos sistemas particulados, usados na prensagem cerâmica, são o tamanho médio de partícula, a distribuição de tamanhos, a morfologia, o estado de

agregação, a porosidade interna e a distribuição de tamanho dos poros e a resistência mecânica dos grânulos.^{[1], [11], [12]}

Quando se modifica o tamanho médio do sistema de partículas não granuladas, altera-se o deslocamento da curva densidade – pressão de compactação.^[39]

A densidade de empacotamento no enchimento da matriz é determinada pela densidade inicial do sistema de partículas e depende da razão (peso da partícula)/(coesão entre partículas), que aumenta com o aumento do tamanho destas. No entanto, essa coesão torna-se menosprezável face às forças introduzidas pela compactação. Acima de alguns MPa de pressão aplicada, a taxa de densificação é a mesma para os dois sistemas, embora se mantenha a diferença inicial das densidades. ^[1]

Em ^[1], o autor afirma que a influência da distribuição de tamanhos dos pós tem merecido a atenção de muitos investigadores, sendo ponto assente que uma pasta que apresenta uma distribuição mais larga de tamanhos atinge maiores densidades na prensagem do que um sistema monodisperso. Por este motivo, quando duas pastas apresentam a mesma densidade inicial, a evolução da densidade com a pressão de compactação deverá ser mais rápida no sistema polidisperso.

Às pressões habituais de prensagem, pode dizer-se que, se a quantidade de plastificante for elevada, a distribuição granulométrica e o tamanho médio dos grânulos têm um efeito desprezável sobre a sua compactidade. Em situações de baixas pressões e com baixo teor em plastificante, uma compactidade mais elevada é, no entanto, obtida pelo uso de grânulos com maior tamanho, já que estes têm menor tensão de compressão crítica. Aqui, as microestruturas das peças obtidas são heterogéneas, sempre com porosidade intergranular. Quanto maior o tamanho dos grânulos, maiores serão os poros intergranulares e mais heterogénea será a peça.^[6]

A ausência de partículas finas acentua a dificuldade de movimentação dos agregados, mas a sua presença, em excesso, pode diminuir a fluidez da mistura, uma vez que a quantidade de água livre necessária para o afastamento das partículas aumenta com a diminuição do quociente entre a área superficial total e o volume da composição.^[31]

Estrutura dos aglomerados

Quando não há deformação total dos grânulos, a compactidade da pasta dependerá significativamente da estrutura destes: ocos ou maciços.^{[1], [6], [7], [10], [11], [13]}

O grau de avanço de compactação para uma mesma pressão será maior para uma pasta de grânulos ocos, uma vez que são menos resistentes à deformação, menor tensão de compressão crítica.^[13]

Quando o teor em plastificante é elevado, há deformação completa dos grânulos, pelo que não se observam diferenças na compactidade nem na microestrutura das peças obtidas por pastas de grânulos ocos ou maciços.^[6]

Estrutura porosa

A anisotropia induzida pela prensagem origina retrações diferenciais e tensões residuais, que também influenciam o comportamento mecânico do compacto cru e sinterizado.^[1]

Quando a evolução da porosidade é determinada pela deformação plástica e fratura dos grânulos, a propriedade mais importante do granulado é a resistência mecânica dos grânulos. Se as cargas de compactação forem suficientemente elevadas, os poros que se encontram entre as partículas dos aglomerados dos grânulos podem ser eliminados, devido à deformação plástica dos contatos entre as partículas primárias.^[1]

Tanto a presença de agregados, como a morfologia das partículas, parecem ser as características dos pós que mais influenciam a distribuição de poros. A presença de grandes quantidades de agregados gera distribuições bimodais de poros e pela análise dos compactos, os microporos só diminuem em quantidade, enquanto os macroporos diminuem em quantidade e dimensão, quando sujeitos a um aumento de pressão de prensagem.^[1]

Relativamente à morfologia das partículas, para a mesma densidade, se estas tiverem a forma de *platelets*, os poros são mais uniformes e menores do que os obtidos nos sistemas de partículas com forma aproximadamente esféricas.^[40]

Expulsão do ar aprisionado nos poros

A saída da maior quantidade possível de ar retido no enchimento do molde de prensagem, fenómeno designado por desaeração, condiciona a duração da operação de compactação da pasta. O ar sai dos poros através de um mecanismo de escoamento resultante das diferenças de pressão que se estabelecem entre o interior da peça e a atmosfera externa.^{[1], [6], [10], [13], [20], [21], [23]}

Se a desaeração for insuficiente, a pressão do ar aprisionado nos poros durante a compactação provocará excessiva expansão da peça durante e após a sua extração, o que normalmente leva ao aparecimento de fissuras e deformações da peça.

Conforme se desenvolve o processo da compactação, altera-se a distribuição de ar e a própria estrutura porosa do granulado, tornando-se impossível desenvolver um modelo que descreva a cinética da expulsão do ar aprisionado na peça.^[1] No entanto, determina-se, ainda que apenas qualitativamente, os fatores que mais ou menos influenciam a velocidade do processo para que empiricamente se otimize o ciclo de compactação.^[6]

Velocidade de aplicação da carga

A velocidade de aplicação da carga de prensagem influencia a densidade porque, se for rápida^{[13], [21]}:

1. contraria o rearranjo que ocorre nas fases iniciais da prensagem;
2. reforça o efeito de expansão do compacto na fase de descarga.

A forma como é aplicada a carga de prensagem é outro dos parâmetros que influencia os resultados da prensagem. A aplicação da carga é feita, normalmente, de uma só vez, ou monotónica. Neste caso, a carga é aplicada a uma determinada velocidade, variando entre zero e o valor máximo, seguindo-se a descompressão. Têm, no entanto, surgido evidências de que a densidade de prensagem aumenta quando o sistema é submetido a cargas cíclicas, aumento esse em função logarítmica do número de ciclos^[42], justificado pela destruição facilitada das pontes que as partículas formam entre si, dentro do compacto. Em

“Tecnologia do processamento cerâmico” de António Tomás da Fonseca^[1], o autor afirma que foi demonstrado que a aplicação cíclica de uma carga de 40 MPa é mais efetiva em termos de densidade final do que uma carga monotónica de 600 MPa.

Efeito de parede

Durante a prensagem, geram-se gradientes de pressão no prensado, resultantes das forças de fricção estabelecidas na interface prensado-parede do molde e nos pontos de contacto entre os grânulos.^{[1], [6], [11], [12], [21]}

Os modelos de cálculo para determinar a distribuição de pressões no granulado ao longo do processo de compactação são sempre de grande complexidade, com necessidade de se ter mais informações sobre as características mecânicas dos materiais.

Resistência mecânica

As relações entre variáveis de operação e as características do produto são obtidas empiricamente para cada sistema em estudo. Neste contexto, a resistência mecânica toma particular interesse, uma vez que é a propriedade mais relevante para que o produto seja processado conforme desejado.^{[6], [7], [11]–[13], [22]} Para relacionar a resistência mecânica do corpo com variáveis do processo, como compactidade e teor em água, é necessário estudar o mecanismo de fratura da peça.^{[6], [13], [20]}

Humidade do granulado

Vem sendo dito ao longo deste trabalho e deve ser reforçado que, quando os grânulos são ocos, comum nos granulados obtidos por atomização, há o preenchimento desses ocos durante a compactação. A densificação depende da facilidade com que os grânulos se deformam plasticamente e fraturam. Sob esse ponto de vista, considerando que a humidade atua como um lubrificante ou plastificante da argila, diminui o esforço necessário para que as partículas de argila, dentro dos grânulos, comecem a deslizar umas

relativamente às outras.^[13] Ainda, o teor em humidade dos grânulos, ao atuar como plastificante, reduz a capacidade de armazenamento de energia elástica na peça.^[22]

Porém, e como foi dito várias vezes, a percentagem de humidade influencia a fluidez dos granulados durante o processo de enchimento dos moldes, podendo alterar a uniformidade de distribuição no molde e, conseqüentemente, a homogeneidade, a resistência mecânica e a regularidade do produto prensado.^[7] O aumento de humidade do granulado confere maior heterogeneidade do produto prensado.

1.4.5. Mecanismo de fratura da peça

O estudo do mecanismo de fratura de peças verdes e peças parcialmente e totalmente secas é também feito a partir de ensaios de flexão em três pontos.

O limite do regime elástico indica o estado limite de tensões em que começam a surgir fissuras, que se formam a partir dos defeitos superficiais das peças, que atuam como concentradores de tensões. A propagação de fissuras desde a superfície até ao interior da peça pode ser ramificada pelas fronteiras entre os grânulos, originando múltiplas fissuras. Quando é atingido o tamanho crítico de fissura, a peça fratura. Como a fratura da peça depende da propagação e crescimento de fissuras, o material apresenta um comportamento semifrágil ou frágil.^{[6], [13]}

A teoria de *Griffith*, devidamente modificada, permite analisar qualitativamente o comportamento de peças em verde, indicando que a resistência mecânica da peça aumenta à medida que se aumenta a área de contacto entre os aglomerados e a força de adesão entre estes por unidade de superfície de contacto. Por outro lado, a resistência mecânica da peça diminui à medida que se aumenta o tamanho dos aglomerados que compõe a pasta, já que o tamanho do defeito que dará origem à fissura, há de estar relacionado com esta última característica.^{[13], [20]} É de ressaltar que a morfologia dos aglomerados influencia também a propagação da fissura. Por exemplo, se os aglomerados forem arredondados, o vértice de expansão da fissura deixa de ser pontiagudo, dificultando a propagação da fissura.^[1]

1.5. Operação de secagem

A operação de secagem, que se segue à conformação, remove algum ou todos os líquidos residuais de processamento, recorrendo-se, normalmente a meios térmicos para fornecer ao sistema a energia necessária para transformar o líquido em vapor.

Após a secagem, os produtos podem sofrer operações de acabamento e beneficiação, como, por exemplo, a eliminação de rebarbas da conformação e a aplicação de vidrados de recobrimento. Muitas vezes, as operações de fabrico, subsequentes à secagem, solicitam mecanicamente os produtos, sendo necessário melhorar as suas propriedades mecânicas, para que aquelas possam ser realizadas em segurança. Isto é conseguido, em certos casos, através de uma operação de cozedura, que se designa pré-sinterização (cerâmica avançada) ou chacoagem (cerâmica tradicional).

Na secagem, é eliminado o líquido de processamento que permaneceu no granulado atomizado e que ainda está presente no material prensado. Nesta operação, a humidade média passa de 4,5-5,5% para valores inferiores a 1%, com um ciclo de 60 minutos de duração, para a porcelana, e de 90 minutos, para o grés.^[1]

A secagem confere um aumento da resistência mecânica do produto, garante a uniformidade térmica superficial e a distribuição homogénea da humidade nas peças.

O aumento da resistência mecânica é necessário para que o produto possa suportar as solicitações mecânicas inerentes às diversas operações de manuseamento subsequentes, desde carga e descarga, rebarbagem, vidragem, até à decoração. A uniformidade da distribuição da temperatura e da humidade deve ser garantida, para que a absorção do líquido das suspensões de vidrados se processe uniformemente em toda a superfície, de modo a que a espessura do recobrimento seja uniforme e perfeita.^[1]

Se todos os parâmetros associados ao processamento do sistema inicial se mantiverem constantes ao longo do tempo, não se esperam quaisquer variações dos resultados finais da operação de prensagem. Havendo alterações desses parâmetros, podem surgir problemas. Nesta situação, seria importante haver um modelo de prensagem, que previsse as propriedades finais dos produtos quando se mudam as condições iniciais.

Face às dificuldades encontradas na modelação, o objetivo principal deste trabalho é determinar as características de fluidez e de empacotamento de granulados bons.

2. Metodologias relevantes e procedimento experimental

O estudo de casos de granulados produzidos na *Mota Ceramic Solutions* para prensagem envolveu:

- Caracterização dos granulados de porcelana e grés:
 - Determinação da percentagem de humidade;
 - Caracterização morfológica dos grânulos;
 - Determinação da densidade *tapping*;
 - Determinação da distribuição granulométrica;
 - Caracterização do espalhamento;
 - Caracterização do escoamento;
 - Determinação da densidade aparente.
- Caracterização dos provetes obtidos pela prensagem dos granulados:
 - Determinação da expansão após prensagem e retração verde-seco;
 - Determinação da resistência mecânica dos provetes.

As propriedades dos granulados em estudo foram cuidadosamente medidas e controladas, de forma a obter resultados fiáveis e comparáveis.

2.1. Caracterização dos granulados de porcelana e grés

Para se caracterizar cada um dos granulados em estudo, realizou-se:

2.1.1. Determinação da percentagem de humidade

A percentagem de humidade de cada granulado foi determinada numa balança de humidades *Mettler Toledo HE53*. Para comparação, outras amostras de granulados foram armazenadas em estufa e avaliada a perda de massa, correspondente à água evaporada.

2.1.2. Caracterização morfológica dos grânulos

Várias amostras de cada tipo de granulado foram inspecionadas em lupa de ampliação variável (*Leica EZ4HD*) e recolheram-se microfotografias.

2.1.3. Determinação da densidade *tapping*

Conforme representado na figura 4, uma proveta, com um volume conhecido de granulado, foi fixada na parte superior do instrumento onde foram realizados os batimentos. No seu interior, existe uma espiral de Arquimedes que suporta a base móvel superior, onde a proveta está fixada. A alavanca lateral promove a rotação da espiral cuja distância de separação entre espirais (amplitude de batimento) é de 0,47 cm. Deste modo, controlou-se o volume de empacotamento em função do número de batimentos.



Figura 4. Composição usada nos ensaios para determinar a densidade *tapping*.

2.1.4. Determinação da distribuição granulométrica

Usaram-se dois métodos para determinar a distribuição granulométrica dos granulados: através do equipamento *Malvern Mastersizer 3000*, que analisa o tamanho de cada grânulo de uma amostra por difração de raios laser, e a partir de duas baterias de peneiros, figura 5, com diferentes configurações: a primeira, composta por peneiros de abertura 1000 μm , 500 μm , 212 μm , 125 μm , 63 μm e base; e a segunda, composta por peneiros de abertura 500 μm , 400 μm , 315 μm , 200 μm , 100 μm e base. É de ressaltar que a distribuição obtida a partir do *Mastersizer* é apenas indicativa, uma vez que se assume que todos os grânulos são esféricos.



Figura 5. Coluna de peneiros composta por peneiros com as malhas 1000 μm , 500 μm , 212 μm , 125 μm , 63 μm e base.

Foi usado um terceiro método para determinar a distribuição granulométrica que consistiu na medição aleatória de grânulos a partir das microfotografias obtidas na lupa. Foram traçadas várias linhas em cada micrografia e, com recurso ao software *ImageJ*, foram medidos os diâmetros médios dos grânulos.

2.1.5. Caracterização do espalhamento

Para se poder comparar a tendência para o espalhamento dos vários granulados e para determinar o ângulo de repouso de cada caso, depositou-se um volume conhecido de granulado, 50 ml, num recipiente cilíndrico de vidro, com diâmetro $d = 28,74 \pm 0,05$ mm. Elevou-se o cilindro de vidro sem base, figura 6 superior, havendo espalhamento do granulado na forma de cone sobre uma superfície de vidro, figura 6 inferior. Mediu-se o diâmetro médio de espalhamento – D_{me} – e a altura – h – da forma cônica formada.

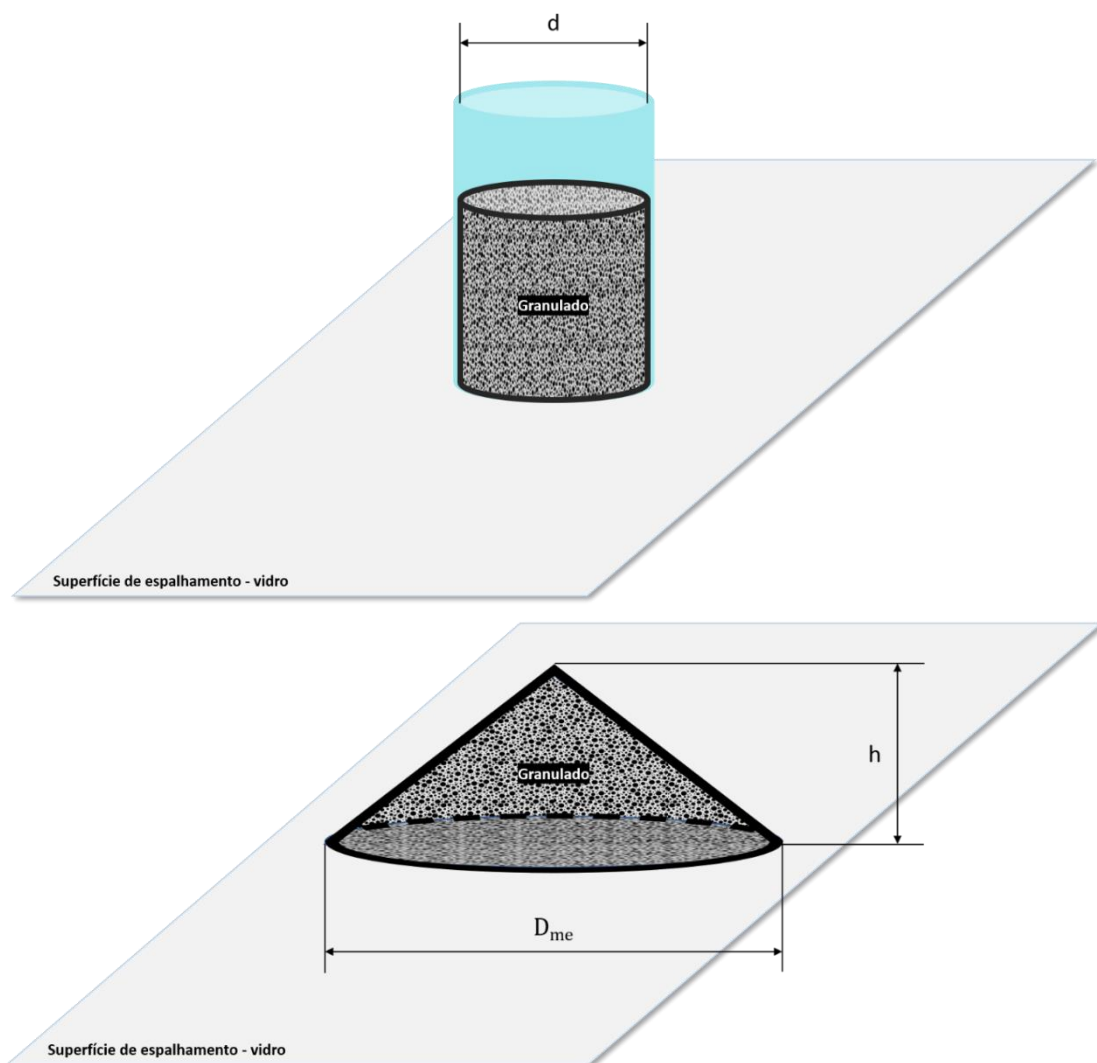


Figura 6. Em cima, o cilindro de vidro (de diâmetro d) sem base, com o granulado. Em baixo, o cone de espalhamento formado. Os valores relevantes para comparação dos espalhamentos serão a altura do cone formado, h , e o diâmetro da base, D_{me} .

2.1.6. Caracterização do escoamento

Uma indicação do tempo de escoamento foi obtida a partir do controlo do tempo necessário para o escoamento de uma quantidade de granulado depositada numa taça *Ford*, nº 4. Este instrumento, é constituído por um recipiente cilíndrico, terminado por um cone, rematado no vértice por um furo calibrado. O granulado é vertido nesse volume conhecido, figura 7, e mede-se o tempo total de escoamento, que pode ser expresso em segundos ou em graus *Engler* (quociente entre o tempo de escoamento do granulado e o tempo de escoamento de igual volume de água, à mesma temperatura). O diâmetro do furo de escoamento para a taça *Ford* nº 4 é de 4,1mm.



Figura 7. Ensaios de escoamento com taça *Ford* n.º 4: enche-se o recipiente com o granulado (à direita) e é medido o tempo de escoamento (à esquerda).

2.1.7. Determinação da densidade aparente

A densidade aparente – *DA* – de um granulado caracteriza-se pelo razão entre o volume aparente do granulado e a sua massa. Conforme mostrado na figura 8, foi medida a massa de um volume de granulado conhecido, um balão vulgarmente usado na empresa para a determinação da densidade aparente de $V = 500$ ml.



Figura 8. Balão com massa e volume conhecidos usado para a determinação da densidade aparente, DA . O balão tem volume de $V = 500$ ml.

Repetiram-se as medições com recurso a uma proveta de 100 ml. Neste caso, mediu-se a massa do granulado escoado para a proveta. Determinou-se o volume ocupado pelo granulado e, pela equação 12, calculou-se a densidade aparente:

$$DA = \frac{m}{V} \quad \text{Equação 12.}$$

Com,

DA – densidade aparente

m – Massa da amostra de granulado

V – Volume da amostra de granulado

2.2. Caracterização dos provetes obtidos pela prensagem dos granulados

Produziram-se 16 provetes, em forma de paralelepípedos, de cada um dos quatro granulados para cada uma das pressões estudadas: 250 bar, 275 bar e 300 bar, (no total, 192 provetes). De cada série de 16 provetes, 6 serviram para determinar a expansão após prensagem e a retração verde-seco, 4 foram guardados para possivelmente serem estudados no fim deste trabalho e os restantes 6 foram submetidos a ensaios de flexão para determinação da resistência mecânica. Os provetes foram prensados numa prensa *Nannetti Mignon SSN/EA*, por prensagem uniaxial, em moldes de 100 × 20 mm.

2.2.1. Determinação da expansão após prensagem e retração verde-seco

Depois de prensados os granulados, mediram-se as três dimensões de cada provete e a massa. Os provetes foram secar em estufas com temperatura controlada (100 °C) durante duas horas. Após secagem, os provetes foram novamente medidos e pesados.

Determinou-se, então:

- Expansão após prensagem (*EPP*) (equação 13):

$$\%EPP = \frac{D_i - D_f}{D_i} \times 100 \quad \text{Equação 13.}$$

com D_i a dimensão inicial e D_f a dimensão final;

- Retração linear de secagem (RLC) (equação 14):

$$\%RLC = \frac{L_i - L_f}{L_i} \times 100 \quad \text{Equação 14.}$$

com L_i a dimensão inicial e L_f a dimensão final;

- Percentagem de humidade (H) (equação 15):

$$\%H = \frac{M_h - M_s}{M_h} \times 100 \quad \text{Equação 15.}$$

com M_h a massa do granulado húmido e M_s a massa do granulado seco.

2.2.2. Determinação da resistência mecânica dos provetes

A resistência mecânica foi determinada pelo equipamento *ZwickRoell 0.5*. A partir de ensaios de flexão, obteve-se valores da força máxima aplicada a cada provete antes da fratura. Os ensaios, figura 9, foram realizados com uma distância de 80 mm entre apoios.

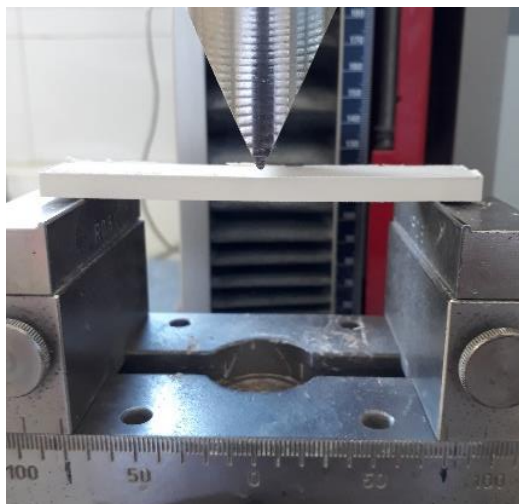


Figura 9. Ensaios de flexão em três pontos.

3. Resultados e discussão

Na tabela 2, encontram-se as designações usadas neste trabalho associadas aos dois granulados de porcelana e aos dois granulados de grés.

Tabela 2. Designações usadas na empresa e respetivas designações usadas neste trabalho das pastas.

Pastas		Designação interna	Designação neste estudo
Porcelana	Porcelana 1	PAMI	P1
	Porcelana 2	PAMII	P2
Grés	Grés 1	GAMI	G1
	Grés 2	GAMII	G2

3.1. Caracterização dos granulados de porcelana e grés

Antes da realização de cada ensaio de caracterização dos granulados, amostras destes foram secas em estufa, de forma a determinar a humidade.

3.1.1. Percentagem de humidade

Na tabela 3, estão apresentadas as percentagens de humidades obtidas para cada granulado (balança de humidades e secagem na estufa). Os valores apresentados são a média de cinco medições com o respetivo desvio padrão.

Tabela 3. Humidades dos granulados (%) obtidas com a balança de humidades e por secagem na estufa.

	Balança de humidades	Estufa
Pasta	Humidade (%)	Humidade (%)
P1	2,20 ± 0,03	2,30 ± 0,16
P2	2,27 ± 0,05	2,32 ± 0,12
G1	2,45 ± 0,02	2,38 ± 0,13
G2	2,31 ± 0,03	2,35 ± 0,13

Os valores obtidos com a balança de humidades não diferem dos obtidos por secagem em estufa, como seria de esperar.

A análise dos valores apresentados, permite verificar que os resultados obtidos a partir da secagem em estufa são mais dispersos do que os obtidos na balança de humidades.

Conforme referido anteriormente em 1.4.2., para que a prensagem de provetes seja possível, a percentagem de humidade do granulado tem de ser superior a 5-6%. Com estes granulados, no entanto, foi possível prensar provetes como apresentado em 3.2., o que permite inferir que todas as pastas têm aditivos de prensagem.

A porcelana deve ter humidade residual entre 2,3 e 2,7%, conforme apresentado em 1.3.1., e o grés deve ter humidade residual entre 2,5 e 3,0%, como indicado em 1.3.2. Embora não muito distantes, os valores obtidos foram sempre inferiores ao limite mínimo do intervalo, exceto a porcelana, quando avaliada a partir da secagem em estufa. Verifica-se, pelos dois métodos, que as pastas de porcelana têm humidade inferior às das pastas de grés.

Ao longo do tempo de trabalho, que durou cerca de três meses, foi medida a humidade do granulado. Os resultados encontram-se na figura 10.

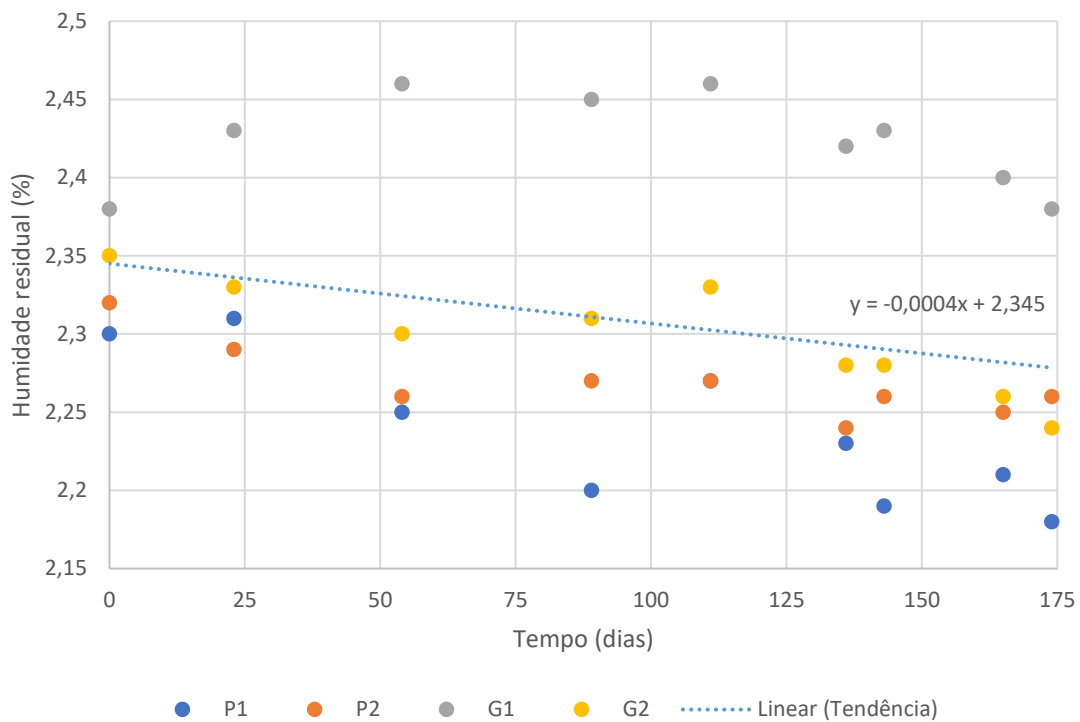


Figura 10. Variação da umidade residual dos granulados ao longo do tempo. Observa-se uma tendência global muito ligeira de diminuição da umidade (a equação encontra-se inserida na figura).

Conforme é possível verificar pela análise do gráfico, os granulados tenderam a perder umidade ao longo do tempo de forma muito ténue.

3.1.2. Caracterização morfológica dos grânulos

As figuras 11 e 12 mostram uma microfotografia de cada um dos granulados de porcelana e grés, respetivamente.

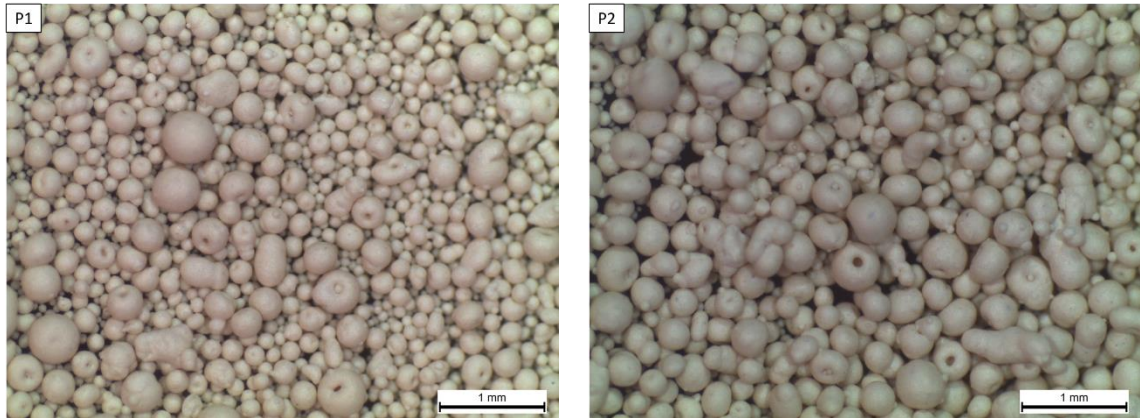


Figura 11. Microfotografias dos granulados de porcelana, observados na lupa: P1 à esquerda e P2 à direita.

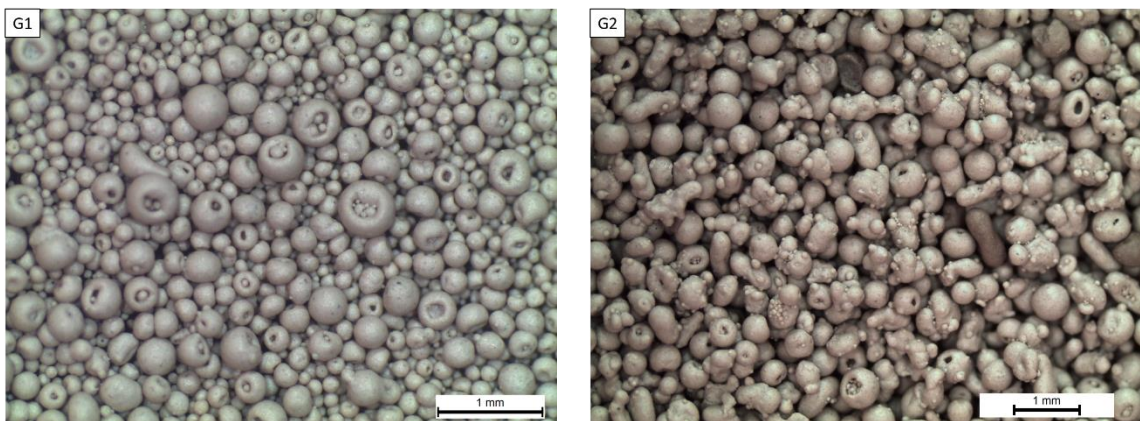


Figura 12. Microfotografias dos granulados de grés, observados na lupa: G1 à esquerda e G2 à direita.

Nas micrografias obtidas é possível observar a forma dos granulados.

A pasta P1 apresenta grânulos que na sua generalidade variam de tamanho em cerca de uma ordem de grandeza. As formas destes granulados são irregulares, havendo bastantes agregados. No entanto, verifica-se a existência de muitas formas do tipo “*donuts*”. Não existem vértices nem arestas proeminentes.

A pasta P2 apresenta morfologia muito semelhante, mas com uma quantidade de agregados superior, parecendo que grande parte dos grânulos são agregados ou aglomerados, em que alguns de grandes dimensões têm vários de pequenas dimensões.

De um modo geral, os agregados aparentam ter uma forma esférica regular: bolas grandes com bolas pequeninas.

As pastas de porcelana apresentam tonalidades diferentes das pastas de grés. As primeiras de cor próxima do branco e as de grés mais acinzentadas.

A pasta G1 é constituída por poucos agregados comparativamente com as porcelanas, com formas muito regulares do tipo “*donuts*”, em que muitos destes “*donuts*” têm grânulos de pequenas dimensões na parte oca.

A pasta G2 apresenta praticamente tudo em forma de agregados com algumas formas em tipo de bastonetes (formas mais alongadas numa das dimensões).

Comparando com o quadro da esfericidade e arredondamento proposto por *Wadell*, pode-se afirmar que as pastas P1, P2 e G1 têm formas esféricas e arredondadas. As formas dos agregados da pasta G2 são, no entanto, pouco esféricas, se bem que as arestas são arredondas, não havendo formas pontiagudas nem angulares.

3.1.3. Determinação da densidade *tapping*

Na figura 13, estão apresentadas curvas das variações do volume de empacotamento em função do número de batimentos – densidade *tapping*.

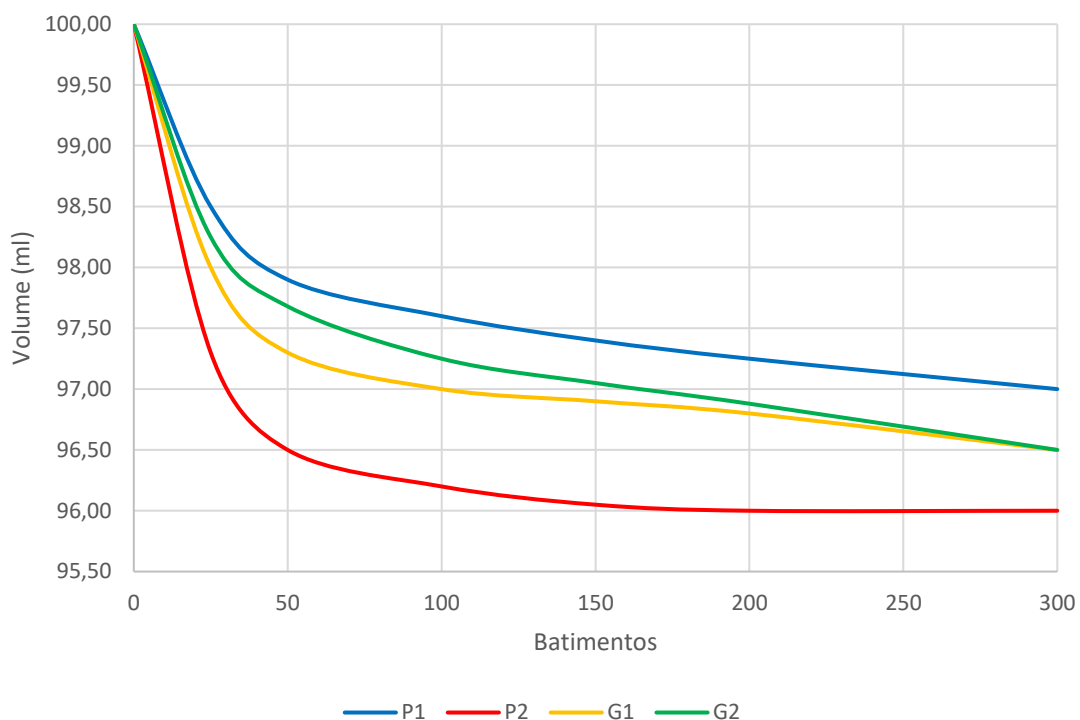


Figura 13. Densidade *tapping*: variação do volume de empacotamento em função do número de batimentos.

Conforme se pode observar nas curvas representadas, o volume ocupado pelas pastas ao fim de 300 batimentos, ou seja, o volume do granulado empacotado, é de 97,0 ml para P1, 96,5 ml para as duas pastas de grés e 96,0 ml para P2. Assim, ocorreu a eliminação de 3, 3,5 e 4% de porosidade relativamente ao volume ocupado sem *tapping*.

A taxa de empacotamento é diferente em cada momento e para todas as pastas, embora tenha um comportamento do tipo logarítmico. As primeiras 50 batidas são suficientes para os granulados empacotarem grande parte da sua capacidade: a pasta P1 empacota cerca de 70% do total, a P2 cerca de 88%, a G1 cerca de 78% e a pasta G2 cerca de 66%. O volume mínimo de empacotamento da pasta P2 acabou por ser alcançado aos 200 batimentos. A partir deste valor, as pastas P1, G1 e G2 pouco empacotaram, 8%, 3% e 10% do total, respetivamente.

Depois de estudadas as misturas de granulados, separou-se cada uma em três frações: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm .

Na figura 14, estão apresentadas curvas que representam as variações do volume de empacotamento em função do número de batimentos – densidade *tapping*, das três frações separadas da pasta P1 e da mistura original.

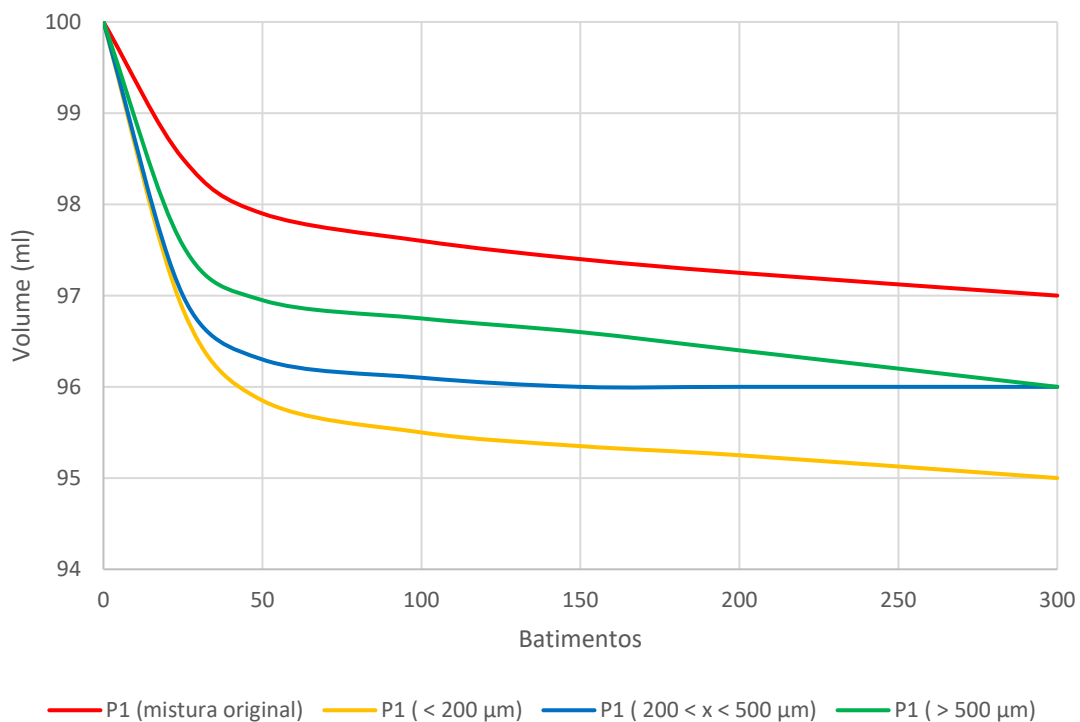


Figura 14. Densidade *tapping* da mistura original e das três frações da pasta P1: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm .

Pela análise dos gráficos da figura 14, ao longo do número de batimentos, quanto mais fino o grânulo, maior o grau de empacotamento. As frações entre 200 e 500 μm e superior a 500 empacotaram 4% e a fração do granulado inferior a 200 μm empacotou 5%. De igual modo ao que acontecia no empacotamento das pastas, as primeiras 50 batidas são suficientes para os granulados de cada fração empacotarem grande parte da sua capacidade. A fração superior a 500 μm empacotou 75%, entre 200 e 500 empacotou 87,5%

e a fração do granulado inferior a 200 μm empacotou 90% do total. Para o mesmo número de batimentos, as frações empacotaram mais do que a mistura original.

Na figura 15, estão apresentadas curvas que representam as variações do volume de empacotamento em função do número de batimentos – densidade *tapping*, das três frações separadas da pasta P2 e da mistura original.

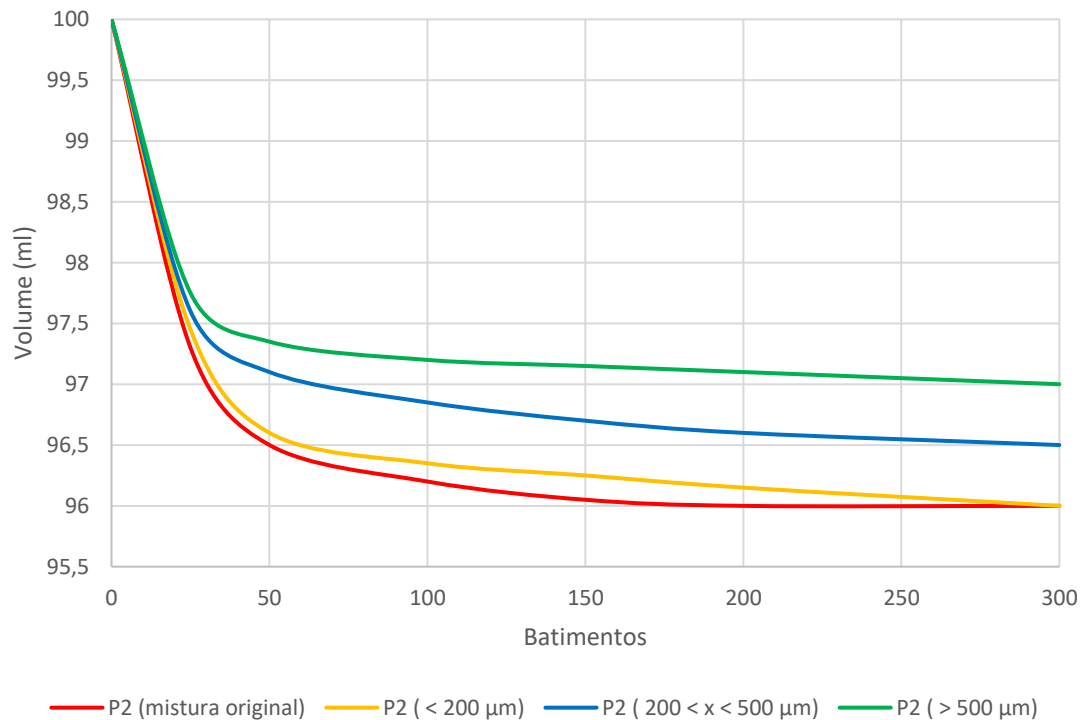


Figura 15. Densidade *tapping* da mistura original e das três frações da pasta P2: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm .

Pela análise dos gráficos da figura 15, a fração superior a 500 μm empacotou 3%, entre 200 e 500 μm empacotou 3,5% e a fração inferior a 200 μm empacotou 4%. De forma semelhante ao que aconteceu na pasta P1, ao longo do número de batimentos, quanto mais fino o grânulo, maior o grau de empacotamento. Ao fim de 50 batimentos, a fração superior a 500 μm empacotou 86%, entre 200 e 500 empacotou 83% e a fração do granulado inferior a 200 μm empacotou 88%. Contrariamente à pasta P1, para o mesmo número de batimentos, a mistura original empacotou mais do que as frações, exceto a

fração inferior a 200 μm que revelou um comportamento muito semelhante ao da mistura original ao longo de todo o ensaio.

Na figura 16, estão apresentadas curvas que representam as variações do volume de empacotamento em função do número de batimentos – densidade *tapping*, das três frações separadas da pasta G1 e da mistura original.

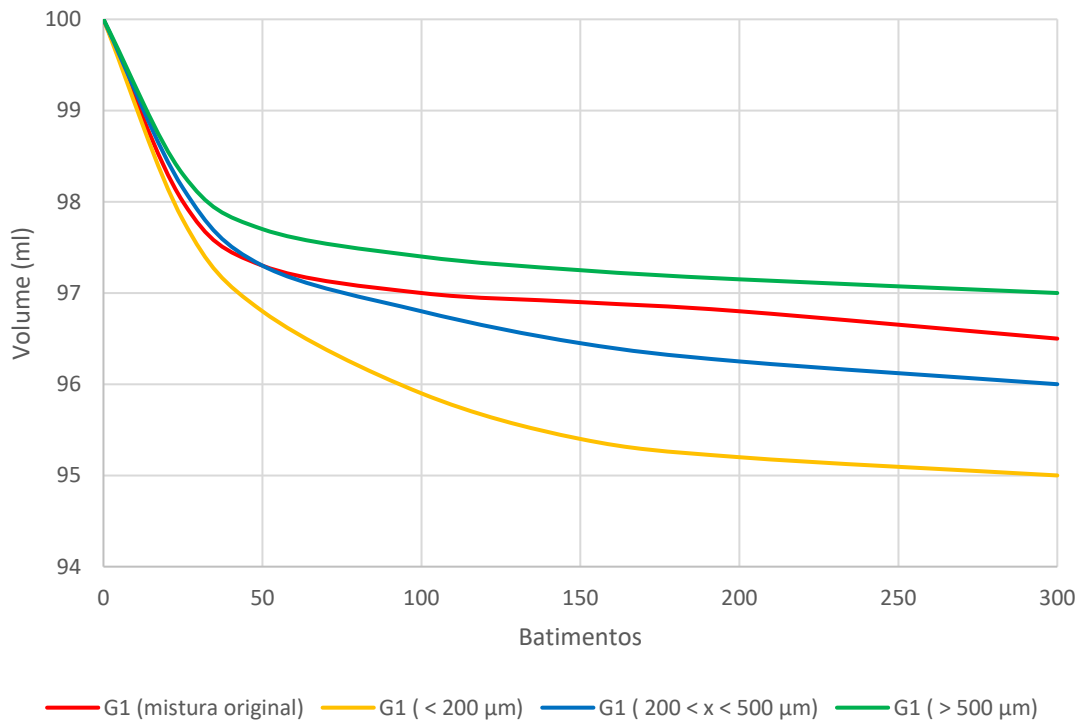


Figura 16. Densidade *tapping* da mistura original e das três frações da pasta G1: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm .

Os gráficos da figura 16 mostram que a fração superior a 500 μm empacotou 3%, entre 200 e 500 μm empacotou 4% e a fração inferior a 200 μm empacotou 5%. Uma vez mais, ao longo do número de batimentos, quanto mais fino o grânulo, maior o grau de empacotamento. Ao fim de 50 batimentos, a fração superior a 500 μm empacotou 63%, entre 200 e 500 μm empacotou 50% e a fração do granulado inferior a 200 μm empacotou 83%. Só ao final de 100 batimentos é que as frações superiores a 500 μm entre 200 e 500 μm empacotaram cerca de 80%. Para o mesmo número de batimentos, a fração superior a

500 μm empacotou menos do que a mistura original. As frações inferior a 200 μm e entre 200 e 500 μm empacotaram, no entanto, mais do que a mistura original.

Na figura 17, estão apresentadas curvas que representam as variações do volume de empacotamento em função do número de batimentos – densidade *tapping* das três frações separadas da pasta G2 e da mistura original.

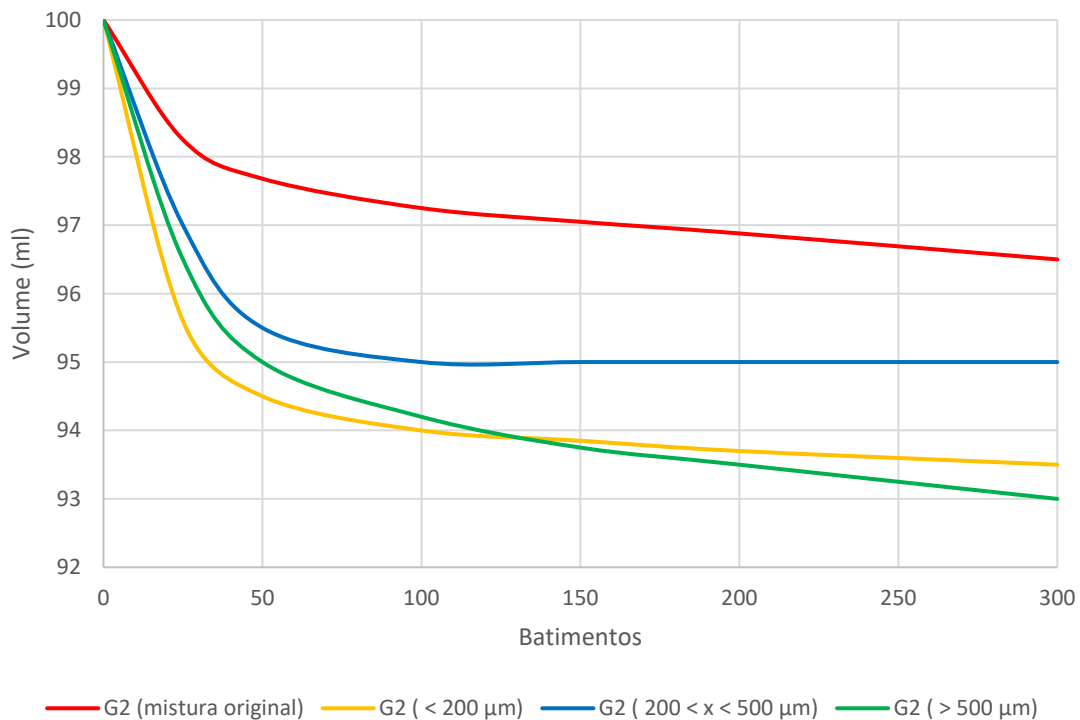


Figura 17. Densidade *tapping* da mistura original e das três frações da pasta G2: inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm .

Os gráficos da figura 17 mostram que a fração entre 200 e 500 μm empacotou 5%, a fração inferior a 200 μm empacotou 6,5% e a superior a 500 μm empacotou 7%. Contrariamente às pastas P1, P2 e G1, a fração que mais empacotou foi a composta pelos grânulos de maiores tamanhos. A que menos empacotou foi a fração entre 200 e 500 μm . Ao fim de 50 batimentos, a fração superior a 500 μm empacotou 71%, entre 200 e 500 empacotou 90%

e a fração do granulado inferior a 200 μm empacotou 85%. De modo semelhante ao que acontece com a pasta P1, para o mesmo número de batimentos, as frações empacotaram mais do que a mistura original.

Os ensaios de *tapping*, interessantes para determinar a massa específica da massa “vibrada” e conseqüentemente a porosidade relativamente ao volume ocupado sem *tapping*, não revelaram relações equivalentes entre as frações e as misturas originais do granulado.

A razão entre a densidade final e a densidade inicial corresponde à razão entre o volume inicial e final, uma vez que a massa das amostras estudadas se mantém constante. Assim, a razão entre a densidade final e inicial, bem como a densidade *tapping* das pastas estudadas em função da massa específica aparente, determinada em 3.1.7., pode ser encontrada na tabela 4.

Tabela 4. Razão entre massa específica final e inicial e massa específica *tapping* das pastas

Pasta	Razão entre massa específica final e inicial	Massa específica <i>tapping</i> (g/cm ³)
P1	1,03	0,91
P2	1,04	0,93
G1	1,04	0,95
G2	1,04	0,94

A razão entre a massa específica final (massa específica vibrada) e a massa específica inicial (massa específica aparente) corresponde ao índice de *Hausner*, equação 1. A partir da equação 2, foi possível determinar também o índice de *Carr*. Os valores obtidos para ambos os índices, podem ser encontrados na tabela 5.

Tabela 5. Índice de *Hausner* e índice de *Carr* dos granulados.

Pasta	Índice de <i>Hausner</i>	Índice de <i>Carr</i> (%)
P1	1,03	3
P2	1,04	4
G1	1,04	3,5
G2	1,04	3,5

Os valores determinados para os índices de *Hausner* e *Carr* indicam que o fluxo das quatro pastas é excelente (compare-se com os valores apresentados nas páginas 23 e 24).

3.1.4. Determinação da distribuição granulométrica

A distribuição granulométrica foi determinada por três métodos: por peneiração em baterias de peneiros, por difração de raios laser e por imagem, com contagem e medição dos grânulos inspecionados nas microfotografias obtidas na lupa. Assim, faz sentido dividir a apresentação dos resultados de acordo com o método utilizado.

Distribuição granulométrica: por peneiração

A partir dos valores da massa retidos em cada peneiro da bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 1000, 500, 212, 125 e 63 μm , foi possível desenhar as curvas de distribuição granulométrica conforme apresentado da figura 18.

A massa de granulado que ficou retida no peneiro com malha de 1000 μm foi inferior a 0,01% nos quatro casos. Por isso, considerou-se que os valores são desprezáveis e não se encontram representados na figura seguinte.

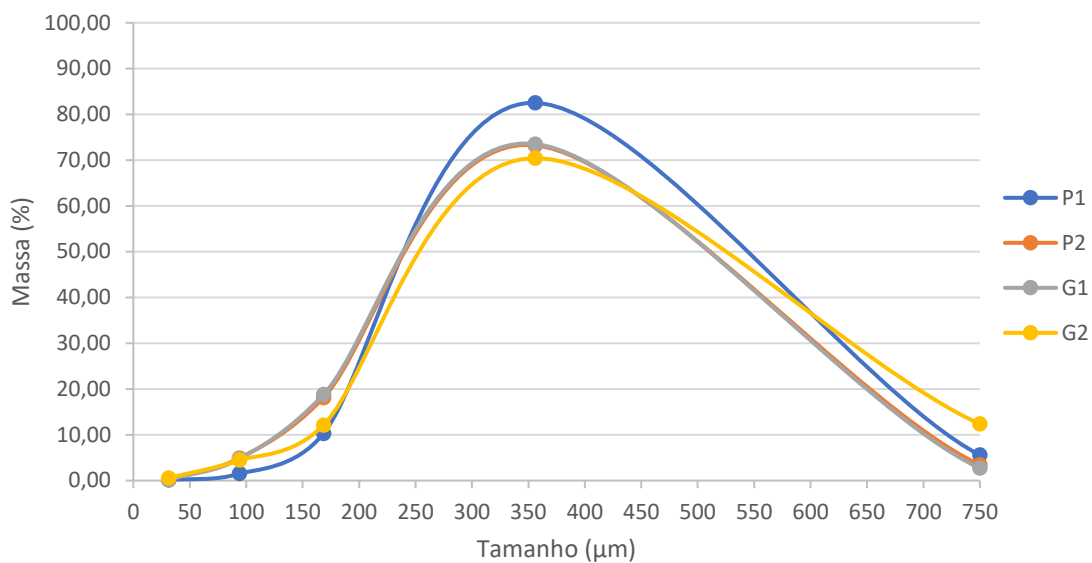


Figura 18. Distribuição granulométrica obtida pela bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 1000, 500, 212, 125 e 63 µm.

A partir dos valores da massa retidos em cada peneiro da bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 µm, foi possível desenhar as curvas de distribuição granulométrica conforme apresentado na figura 19.

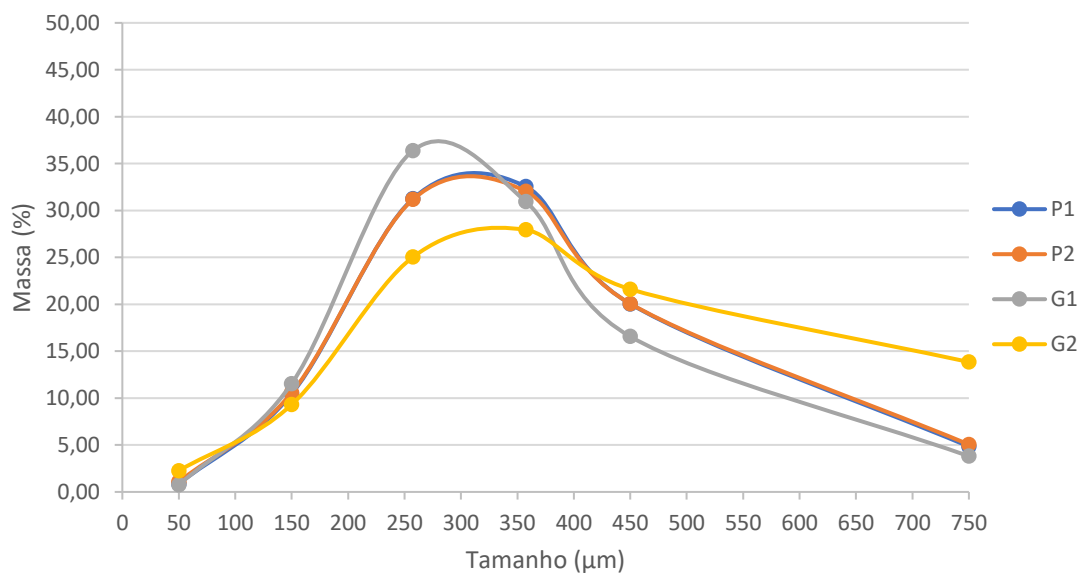


Figura 19. Distribuição granulométrica obtida pela bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 µm.

Comparando as duas figuras (18 e 19), é notória a diferença de aspeto entre as curvas obtidas. A escolha das malhas dos peneiros é fundamental para se proceder a um bom estudo dos granulados. Neste caso, a bateria de peneiros que obedece aproximadamente à relação de $r = 1/2$ entre peneiro, ou seja, a primeira bateria utilizada, não é a mais indicada para estudar a distribuição granulométrica dos granulados. Grande parte da quantidade de granulado ficou retido no peneiro com malha de 212 μm . Para além disso, este gráfico apresenta um comportamento do tipo gaussiano, com pouca dispersão.

O eixo das abcissas da representação da distribuição (tamanho médio entre peneiros) é normalmente apresentado na escala logarítmica. As figuras anteriores e as que se seguem apresentam, no entanto, o eixo na escala linear para facilitar a visualização da dispersão das curvas, sobretudo nos valores mais elevados de tamanho. Também importa dizer que, na figura 19, todos os grânulos com diâmetro superior a 500 μm ficaram retidos neste peneiro. De forma a fechar a classe, é preciso saber o limite superior. Da bateria anterior, representada na figura 18, sabe-se que menos de 0,01% da massa do granulado fica retida no peneiro com malha de 1000 μm . Por esta razão, considerou-se o limite superior igual a 1000 μm .

Um dos parâmetros de controlo da empresa é a quantidade de granulado com dimensões inferiores a 100 μm e superiores a 500 μm . Conforme apresentado em 1.3.1. e em 1.3.2., os valores respetivos são 1% e 4,5-6%, em massa, para a porcelana e 2,5% e 5,5-6%, em massa, para o grés.

Em relação às pastas de porcelana, a fração de finos com dimensões inferiores a 1 μm foi de 0,89% para P1 e 1,08% para P2. Estes valores estão dentro daqueles limites. No caso das pastas de grés, G1 apresenta 0,74% e G2 apresenta 2,26% na fração inferior a 100 μm . Ambos os valores são inferiores a 2,5%, valor máximo imposto pelo intervalo de controlo.

A malha de 500 μm recolheu 4,85% e 5,06% de granulado das pastas P1 e P2, respetivamente. Estes valores estão dentro dos limites toleráveis. O mesmo não se verificou, porém, para as pastas de grés. G1 e G2 apresentaram 3,82 e 13,85% de massa de granulado nesta fração superior a 500 μm , nos ensaios em que se usou a bateria de

peneiros composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm . Com uma tendência semelhante, pela bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 1000, 500, 212, 125 e 63 μm obteve-se 2,71% para G1 e 12,42% de massa de granulado superior a 500 μm . Os valores foram obtidos em ensaios distintos, com outras amostras do mesmo granulado, em locais diferentes e com baterias de peneiros compostas por outros peneiros.

As curvas apresentadas na figura 19, apresentam um comportamento mais disperso e mais bem distribuído ao longo da bateria de peneiros. As menores diferenças de abertura entre malhas, que seguem uma diferença de 100 μm sucessivamente, permitem caracterizar melhor a distribuição dos tamanhos dos grânulos.

Seguem-se quatro gráficos que mostram o efeito das diferentes baterias na caracterização das pastas (figuras 20-23).

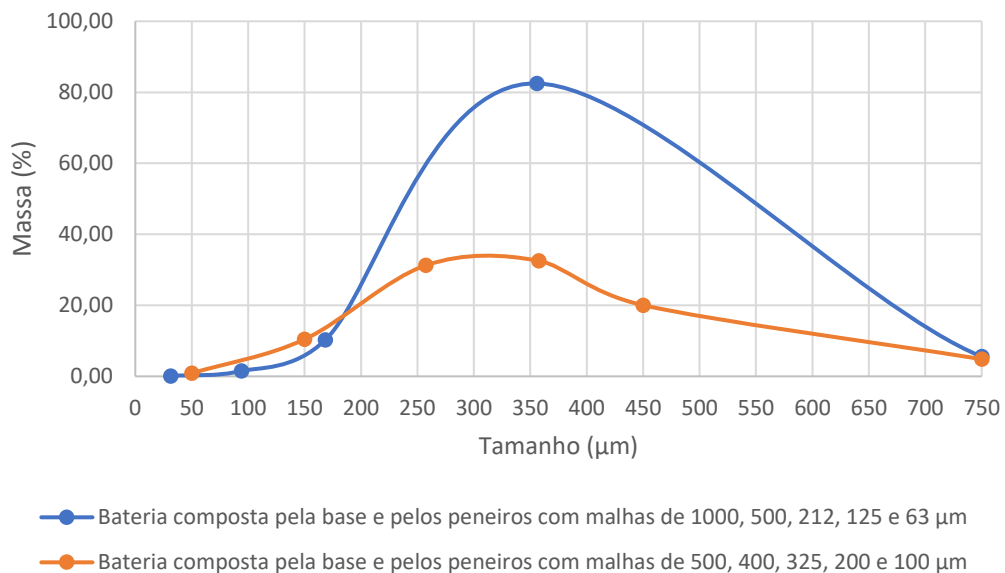


Figura 20. Distribuição granulométrica do granulado P1 obtida pelas duas baterias de peneiros.

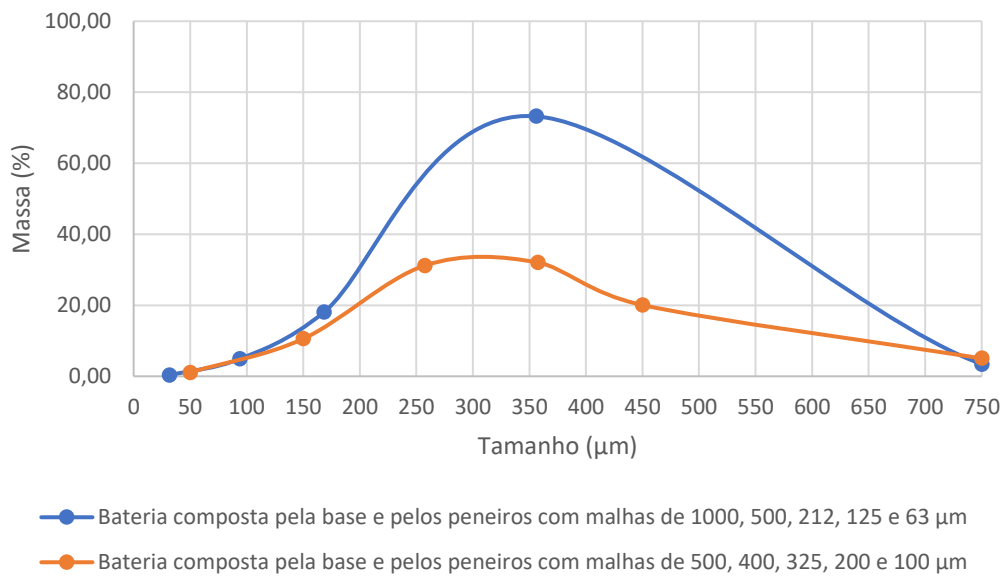


Figura 21. Distribuição granulométrica do granulado P2 obtida pelas duas baterias de peneiros.

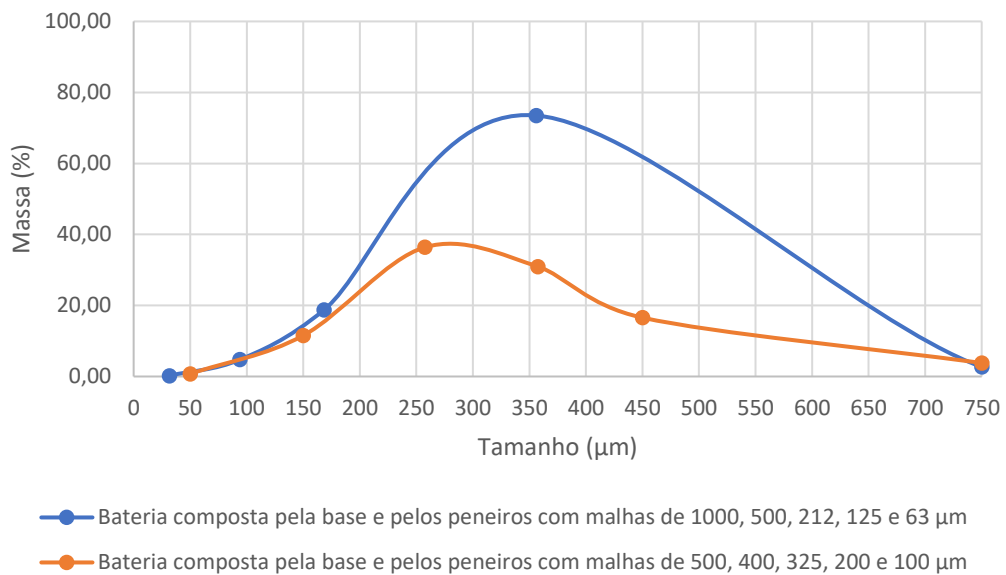


Figura 22. Distribuição granulométrica do granulado G1 obtida pelas duas baterias de peneiros.

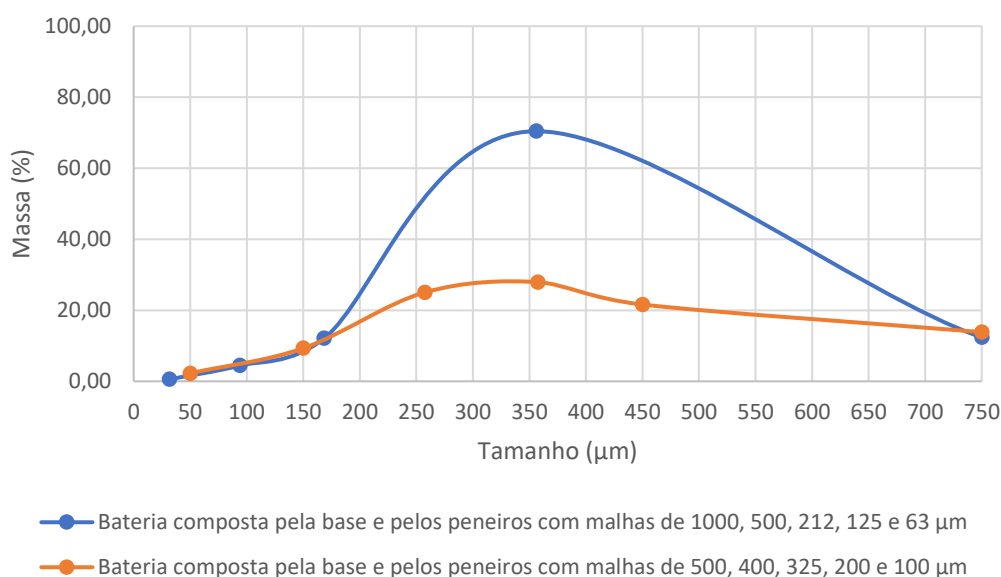


Figura 23. Distribuição granulométrica do granulado G2 obtida pelas duas baterias de peneiros.

A análise destas figuras permite detetar semelhanças entre os valores dos extremos das duas curvas, independentemente da pasta. Isto é, as curvas são coincidentes ou quase coincidentes entre 0 e 168 μm e na zona do ponto correspondente a 750 μm (ponto médio entre peneiros com malhas de 500 μm e 1000 μm).

Distribuição granulométrica: por difração de raios laser

Na tabela 6, são apresentados os valores de $D_{(0,5)}$ e de $D_{(0,9)}$, que correspondem, respetivamente, ao valor do diâmetro esférico equivalente para o qual há 50% de grânulos da amostra com tamanho inferior, e diâmetro esférico equivalente para o qual 90% das partículas da suspensão são menores ($D_{(0,5)}$ é a mediana da distribuição; a dispersão é majorada com o valor de $D_{(0,9)}$) determinados por difração de laser. Faz-se notar que estes valores foram obtidos com base no volume de partículas com diâmetro inferior a (nas curvas acima mostradas, os valores referem-se à massa retida nos peneiros).

Tabela 6. Valores dos diâmetros esféricos equivalentes existente em 50 % ($D_{(0,5)}$) e 90 % ($D_{(0,9)}$) do volume das amostras analisadas por difração de laser.

Pasta	$D_{(0,5)}$ (μm)	$D_{(0,9)}$ (μm)
P1	360	561
P2	367	577
G1	346	515
G2	446	685

À exceção da pasta G1, os valores apresentados são superiores ao limite do intervalo que deve compreender o tamanho médio dos grânulos (250-350 μm , para porcelana e para grés). Os valores de $D_{(0,9)}$ estão de acordo com as curvas obtidas pelos peneiros, com os grânulos da pasta G2 a mostrarem valores bem mais elevados que as restantes. Recorde-se que a pasta G2, conforme é possível verificar nas imagens obtidas na lupa, figura 24, apresenta abundantemente agregados e aglomerados. Desta forma, entende-se o tamanho médio de grânulo bastante superior ao apresentado como limite.

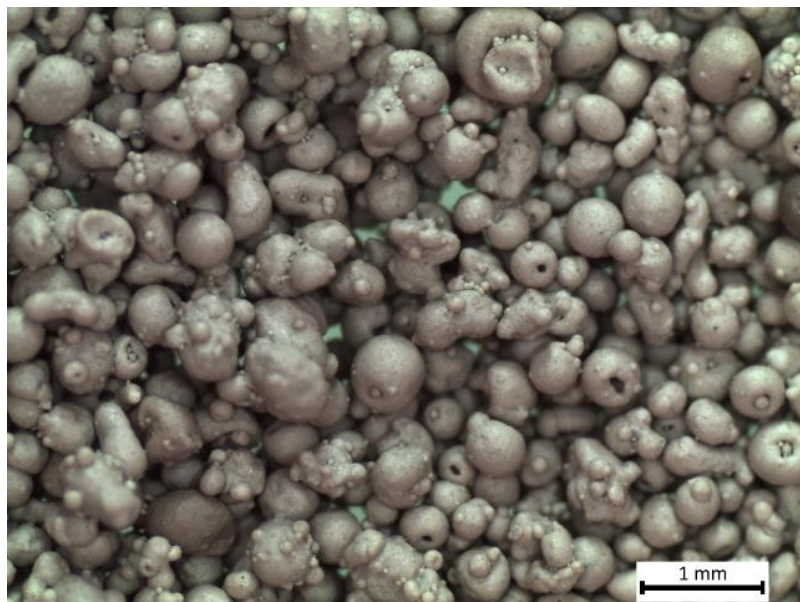


Figura 24. Microfotografia do granulado da pasta G2 obtida na lupa. São perceptíveis os agregados de grandes dimensões.

Distribuição granulométrica: por imagem

A partir das figuras 11 e 12 (em 3.1.2.) determinou-se a distribuição granulométrica, por imagem, dos granulados (figura 25).

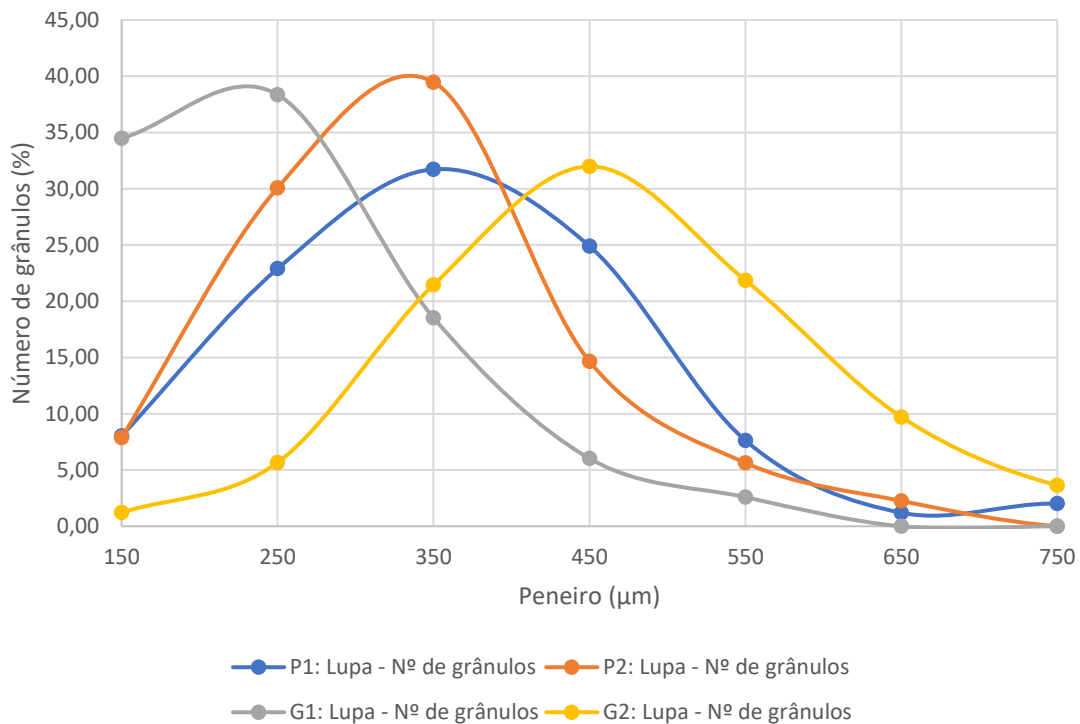


Figura 25. Curvas da distribuição granulométrica obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.

Os valores dos tamanhos médios dos grânulos das pastas P1, P2, G1 e G2 determinados por estas curvas são 368, 324, 232 e 473 µm, respetivamente.

Comparando estas curvas com as obtidas nos ensaios de peneiração pela bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 µm obtiveram-se as curvas das figuras 26-29.

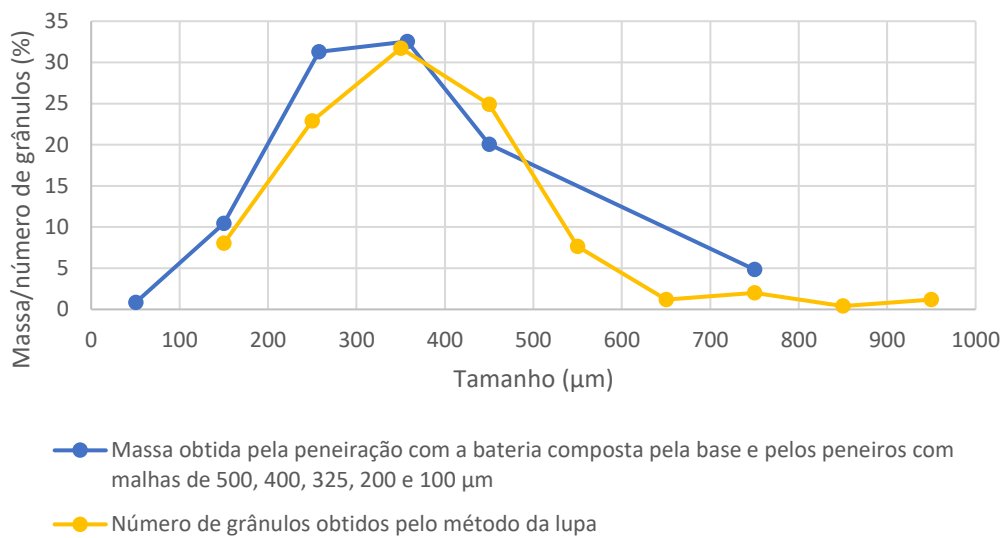


Figura 26. Curvas da distribuição granulométrica da pasta P1 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.

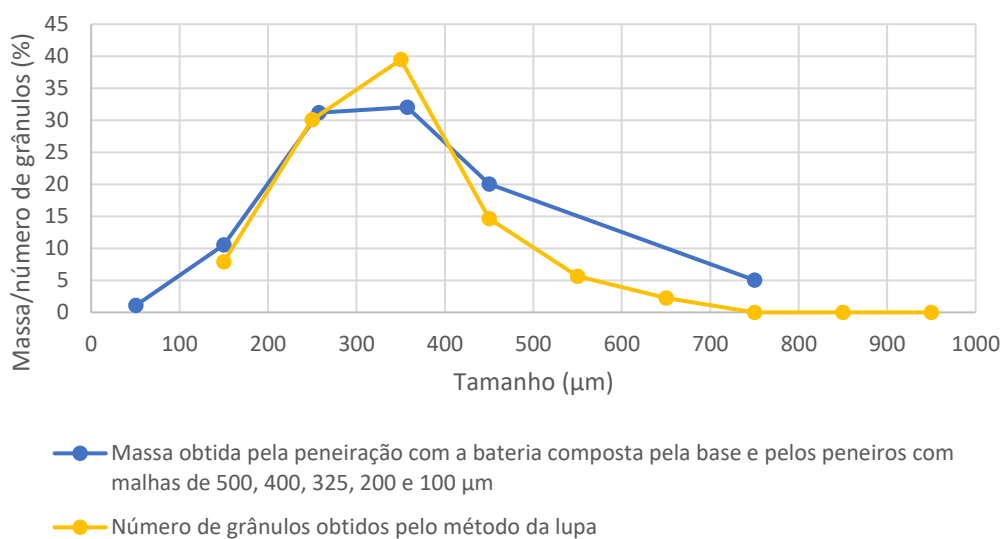


Figura 27. Curvas da distribuição granulométrica da pasta P2 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.

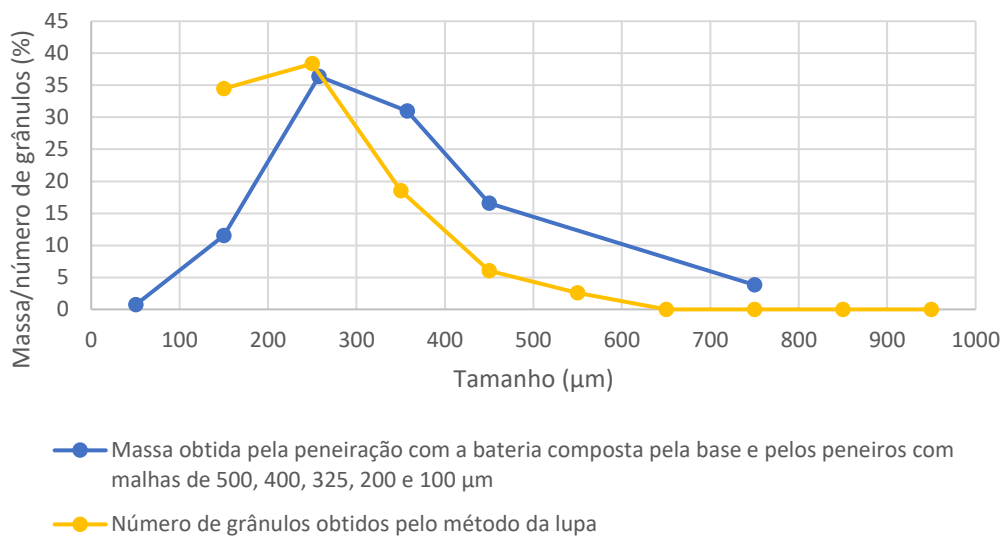


Figura 28. Curvas da distribuição granulométrica da pasta G1 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.

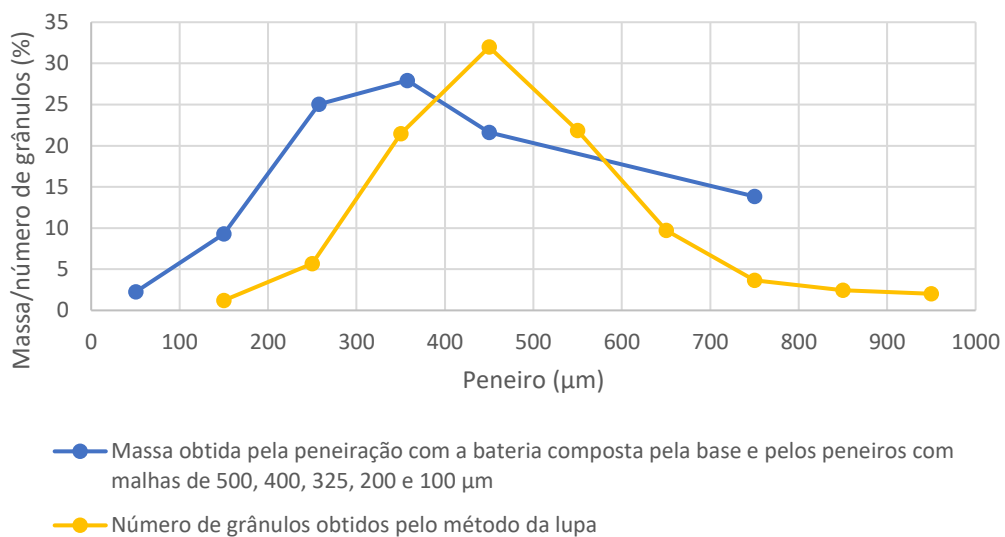


Figura 29. Curvas da distribuição granulométrica da pasta G2 obtidas pela massa obtida pela peneiração com a bateria composta pela base e pelos peneiros com malhas de 500, 400, 325, 200 e 100 μm e obtidas pela medição dos grânulos nas microfotografias obtidas na lupa.

As curvas apresentadas apresentam um comportamento muito semelhante. Neste trabalho, a medição de cada grânulo e a massa correspondente à peneiração originou resultados muito semelhantes. Os maiores desvios são observados para as duas pastas de grés, particularmente para o parâmetro de localização das distribuições, mais sensível quando as medidas são feitas por lupa.

3.1.5. Caracterização do espalhamento

Na tabela 7, encontram-se apresentados os valores de diâmetro médio e altura do cone de espalhamento dos granulados.

Tabela 7. Diâmetro médio e altura dos cones formados por espalhamento. Estão também representados os cálculos da área da base, do volume do cone e do ângulo de repouso.

Pasta	Diâmetro médio (cm)	Altura (cm)	Área da base (cm ²)	Volume (cm ³)	Ângulo de repouso (°)
P1	11,65 ± 0,14	1,42 ± 0,21	106,67	50,49	18
P2	12,37 ± 0,37	1,39 ± 0,14	120,21	55,70	16
G1	11,03 ± 0,24	1,57 ± 0,09	95,55	50,01	21
G2	10,88 ± 0,23	1,65 ± 0,16	82,97	51,13	22

Os ensaios de espalhamento revelaram cones de granulado, como se pode verificar na figura 30, com dimensões diferentes, sobretudo notáveis entre os granulados de porcelana e grés.



Figura 30. Exemplo de cone de espalhamento realizado com os granulados.

Comparando as áreas das bases dos cones obtidos, que realça a diferença entre diâmetros médios obtidos, verifica-se que os granulados de porcelana espalharam mais do que os granulados de grés. Do mesmo modo, as alturas dos cones de porcelana foram menores do que as dos cones de grés. Inicialmente, foram usados 50 cm^3 de cada granulado.

As figuras 31 e 32 são fotografias das vistas lateral e superior de um cone de espalhamento.



Figura 31. Fotografia do perfil do cone formado pelo granulado da pasta P1.

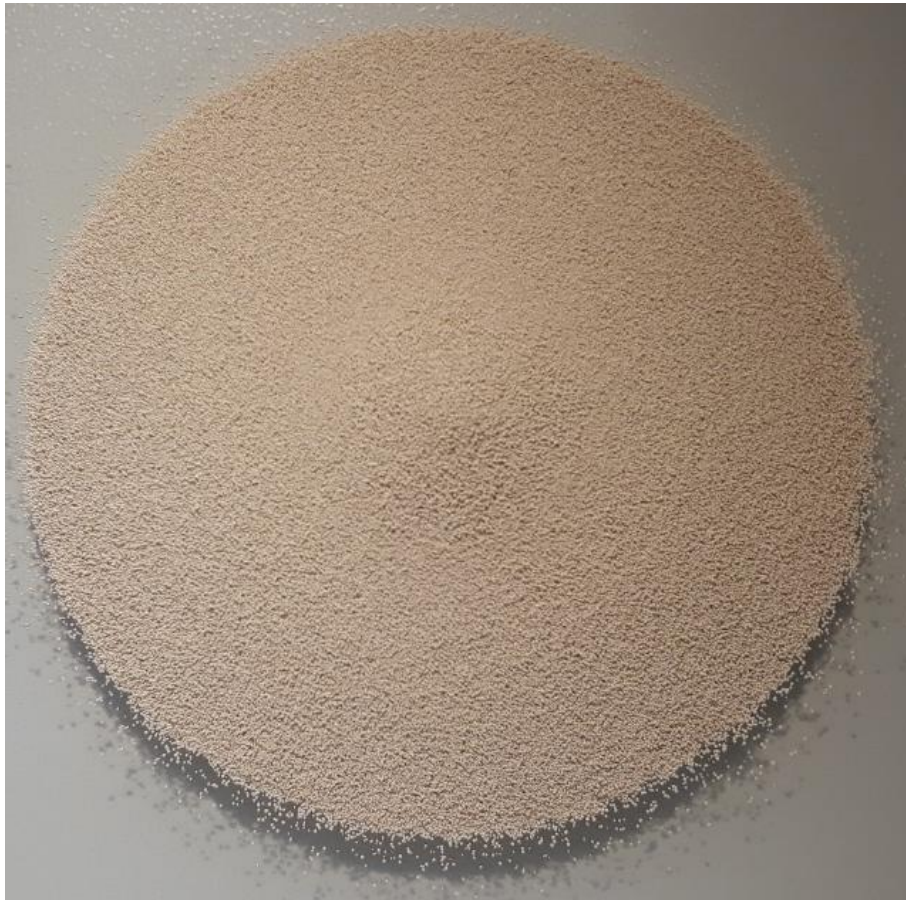


Figura 32. Fotografia da vista superior do cone formado pelo granulado da pasta P2.

Pelos dados da tabela 7, pode concluir-se que a pasta P2 é a que espalha mais, seguindo-se a P1. As pastas de grés espalham menos do que as pastas de porcelana e comportam-se de forma idêntica entre si. Estes comportamentos estão de acordo com os ângulos de repouso.

Depois de estudadas as misturas de granulados, estudou-se cada uma em três frações (inferior a 200 μm , entre 200 e 500 μm e superior a 500 μm) para cada pó. A partir dos valores do diâmetro médio e a altura média dos cones de espalhamento e com o diâmetro do bocal a partir do qual escoou a pasta (tubo de vidro), pela equação 3 foi possível calcular o ângulo de repouso. A tabela 8 reúne os valores calculados.

Tabela 8. Diâmetro médio e altura média do cone de espalhamento das frações dos granulados. O ângulo de repouso calculado também está representado.

Pasta		Diâmetro médio (cm)	Altura média (cm)	Ângulo de repouso (°)
P1	< 200 μm	12,58 \pm 0,07	1,36 \pm 0,14	16
	200 < x < 500 μm	11,12 \pm 0,04	1,29 \pm 0,16	17
	> 500 μm	10,01 \pm 0,06	1,41 \pm 0,09	22
P2	< 200 μm	11,57 \pm 0,02	1,54 \pm 0,13	20
	200 < x < 500 μm	10,46 \pm 0,06	1,46 \pm 0,19	21
	> 500 μm	10,43 \pm 0,03	1,32 \pm 0,14	19
G1	< 200 μm	12,50 \pm 0,04	1,55 \pm 0,17	18
	200 < x < 500 μm	11,47 \pm 0,05	1,30 \pm 0,12	17
	> 500 μm	11,17 \pm 0,06	1,22 \pm 0,12	16
G2	< 200 μm	11,81 \pm 0,05	1,73 \pm 0,24	21
	200 < x < 500 μm	11,11 \pm 0,09	1,34 \pm 0,13	18
	> 500 μm	10,67 \pm 0,07	1,39 \pm 0,15	20

De um modo coerente entre todas as pastas, os diâmetros de espalhamento são maiores quando se trata das frações finas. Por outro lado, as frações com os grânulos maiores espalham menos.

Entre as várias pastas, não há uma tendência que permita concluir quais as frações que promovem maiores ou menores ângulos de repouso.

Recordando a tabela 7, as pastas de porcelana P1 e P2 com 18° e 16° de ângulo de repouso têm um fluxo facilitado e excelente. De facto, estas pastas espalharam muito bem, durante os ensaios. As pastas de grés G1 e G2, com 21° e 22° de ângulo de repouso têm também um bom fluxo, mas o espalhamento não foi tão bom como nas pastas de porcelana. As pastas de grés tendiam a formar um cone geometricamente mais regular e de maior altura.

Olhando para o comportamento das frações face às pastas iniciais compostas por toda a distribuição granulométrica:

P1. A fração fina escoou bastante bem. Neste caso, foi evidente o deslizamento das partículas finas ao longo da superfície cônica, formando um largo diâmetro de espalhamento do cone. Conforme se pode verificar na figura 33, a geratriz do cone não é linear devido à acumulação de pós e granulados finos na zona do vértice. Pode-se especular que talvez a acumulação se deva, sobretudo, às forças electrostáticas criadas, dadas as dimensões destas entidades, que contraria o efeito do peso. Para além disso, o último granulado a escoar do cilindro de vidro encara o restante granulado como base de espalhamento. Esta superfície criada pelo granulado espalhado é muito mais irregular do que o vidro que os primeiros grânulos tiveram como base de espalhamento. Desta forma, o movimento dos grânulos finos é dificultado ao longo do cone, acumulando-se no topo.



Figura 33. Vista de perfil do cone de espalhamento da fração inferior a 200 μm da pasta P1.

Por outro lado, na fração grossa, os grânulos encaixavam uns nos outros e permaneciam ao longo do cone de espalhamento (figura 34). A fração intermédia comportou-se como a mistura inicial da pasta P1.



Figura 34. Parte do cone de espalhamento formado pela fração superior a $500\ \mu\text{m}$ da pasta P1.

P2. Pelo mesmo motivo apresentado para a pasta P1, a fração de finos de P2 espalhou bem. Conforme se verifica na figura 35, a geratriz também não é linear, como aconteceu na fração fina da pasta P1. Apenas nesta situação é que as frações se espalharam melhor do que a mistura.



Figura 35. Vista de perfil do cone de espalhamento da fração inferior a $200\ \mu\text{m}$ da pasta P2.

A fração intermédia acaba por não ter um escoamento tão facilitado. Esta e a fração superior são as que mais agregados e aglomerados apresentam nas microfotografias obtidas na lupa. A existência de agregados, embora arredondados, pode dificultar o deslizamento ao longo da superfície curva do cone, dada a menor esfericidade do que no caso da pasta P1.

G1. Esta pasta, em termos de espalhamento, segue a mesma tendência que a da pasta P1.

G2. A pasta G2 apresenta uma grande quantidade de agregados de grandes dimensões. Durante o espalhamento da fração superior, nota-se que são poucos os agregados e grânulos de grandes dimensões que ultrapassam a linha da base onde a maioria permanece, como é visível na figura 36.



Figura 36. Espalhamento da fração superior da pasta G2: são poucos os agregados e grânulos de grandes dimensões que ultrapassam a linha da base onde a maioria permanece.

Contrariamente às frações superiores das pastas P1, P2 e G1, cuja morfologia do granulado aparenta ser mais regular e uniforme, os agregados da pasta G2 parecem dificultar o movimento destas entidades ao longo da superfície do cone. Uma vez que a conversão de energia potencial em energia cinética é dificultada, não existem muitos grânulos depois da zona que limita a base.

A fração fina tem um comportamento muito distinto das restantes frações e das restantes pastas. Repetiram-se bastantes mais vezes o ensaio de espalhamento para este material porque aderiu ao tubo onde de onde era escoado, ou seja, estabeleciam-se forças de superfície, nomeadamente forças electroestáticas, que impediam o escoamento e conseqüente espalhamento completo do granulado. Os finos podem também adsorver humidade do ar e aderem-se às paredes do tubo.

3.1.6. Caracterização do escoamento

Na tabela 9, estão apresentados os valores correspondentes ao tempo de escoamento dos granulados.

Tabela 9. Tempo de escoamento das pastas usando a taça *Ford* para pós.

Pasta	Tempo de escoamento (s)
P1	61
P2	59
G1	55
G2	60

O tempo de escoamento do granulado na taça *Ford* é uma indicação que permite comparar a fluidez dos granulados. Na tabela 10, estão apresentados os valores correspondentes ao tempo de escoamento das frações dos granulados.

Tabela 10. Tempo de escoamento das frações dos granulados.

	Pasta	Tempo de escoamento (s)
P1	< 200 μm	44
	200 < x < 500 μm	60
	> 500 μm	71
P2	< 200 μm	46
	200 < x < 500 μm	58
	> 500 μm	74
G1	< 200 μm	49
	200 < x < 500 μm	58
	> 500 μm	73
G2	< 200 μm	50
	200 < x < 500 μm	61
	> 500 μm	77

Conforme é possível verificar na tabela, os tempos de escoamento dependem do tamanho do granulado. Nestes casos, o tempo de escoamento é menor para frações de tamanhos finos e superior para frações de tamanho grossos, ou seja, verifica-se mais uma vez que os grânulos finos escoam mais rapidamente do que os grossos. Nesta medida é interessante ver que a mistura tem um tempo de escoamento próximo do tempo das frações intermédias.

3.1.7. Determinação da densidade aparente

Na tabela 11, estão apresentados os valores da densidade aparente determinados para os granulados em estudo.

Tabela 11. Densidade aparente das pastas.

Pasta	Densidade aparente das pastas (g/cm ³)
P1	0,88 ± 0,16
P2	0,89 ± 0,23
G1	0,92 ± 0,13
G2	0,91 ± 0,17

Os valores determinados da massa específica aparente são bastante próximos e vão de encontro ao esperado, na medida em que as pastas de grés apresentam valores ligeiramente superiores. Os valores situam-se no intervalo pretendido, 0,84-1 g/cm³, para a porcelana e para o grés.

Depois de estudadas as misturas de granulados, foram determinadas, do mesmo modo, as densidades aparentes de cada uma das três frações: inferior a 200 µm, entre 200 e 500 µm e superior a 500 µm. Na tabela 12, estão apresentados os valores da densidade aparente determinados para as três frações dos granulados em estudo.

Tabela 12. Densidade aparente das frações inferior a 200 µm, entre 200 e 500 µm e superior a 500 µm das pastas.

Pasta		Densidade aparente das pastas (g/cm ³)
P1	< 200 µm	0,91 ± 0,19
	200 < x < 500 µm	0,90 ± 0,24
	> 500 µm	0,87 ± 0,15
P2	< 200 µm	0,90 ± 0,12
	200 < x < 500 µm	0,89 ± 0,08
	> 500 µm	0,85 ± 0,15
G1	< 200 µm	0,95 ± 0,14
	200 < x < 500 µm	0,92 ± 0,14
	> 500 µm	0,88 ± 0,11
G2	< 200 µm	0,92 ± 0,16
	200 < x < 500 µm	0,90 ± 0,18
	> 500 µm	0,85 ± 0,21

Conforme se constata, todas as frações inferiores a 200 µm têm densidades superiores às das frações compostas por grânulos de tamanhos superiores. As frações superiores a 500 µm, composta por grânulos de grande tamanho e agregados, apresentam densidades aparentes inferiores. Uma razão plausível para estas observações prende-se com a porosidade entre os grânulos. No primeiro caso, os grânulos e o pó atomizado conseguem empacotar, havendo menos espaço entre as várias entidades. Por outro lado, no segundo caso, as entidades, que apresentam grandes tamanhos, empacotam menos, provocando maiores interstícios e, portanto, maior quantidade de porosidade intergranular. A fração constituída por grânulos com tamanho compreendido entre 200 e 500 µm apresenta uma distribuição de tamanhos mais alargada, o que promove o preenchimento de interstícios criados por grânulos de maiores dimensões pelos grânulos de menores dimensões.

3.2. Caracterização dos provetes obtidos pela prensagem dos granulados

Após caracterização dos granulados, iniciou-se a caracterização dos provetes obtidos pela prensagem dos quatro granulados atomizados a diferentes pressões de prensagem: 250, 275, 300 bar. Seguem-se os resultados obtidos.

Antes da prensagem, foi determinada a humidade dos pós (tabela 13).

Tabela 13. Humidades (%) obtidas na balança de humidades

Pasta	Humidade (%)
P1	2,22 ± 0,03
P2	2,25 ± 0,02
G1	2,48 ± 0,07
G2	2,34 ± 0,08

3.2.1. Determinação da expansão após prensagem e retração verde-seco

As dimensões da matriz de prensagem são apresentadas na tabela 14.

Tabela 14. Dimensões da matriz de prensagem

Dimensões da matriz	
Comprimento (mm)	100,00
Largura (mm)	20,00

Foram medidos os provetes resultantes da prensagem dos quatro granulados.

A partir dos valores obtidos pela medição do comprimento e da largura após a extração dos provetes da matriz, calculou-se a expansão após prensagem. A partir dos valores obtidos, desenharam-se os gráficos da figura 37 (os valores apresentados correspondem à expansão média (ponderada) das duas dimensões, considerando-se o comprimento da matriz cinco vezes superior à sua largura).

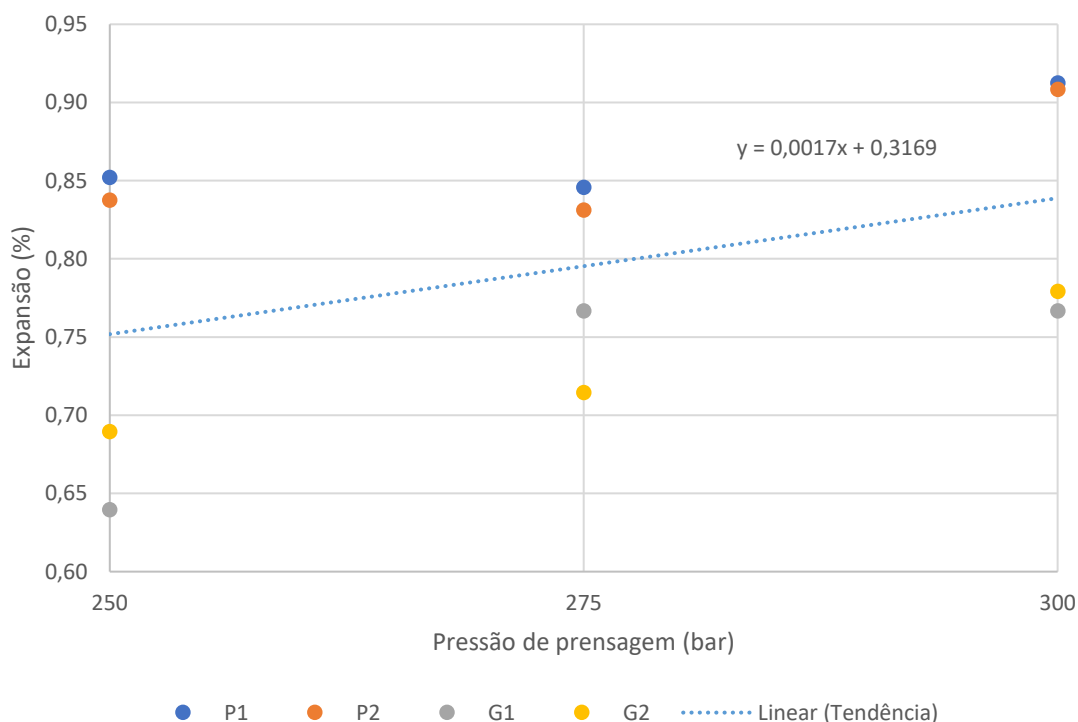


Figura 37. Expansão após prensagem (%) em função da pressão de prensagem (bar). Observa-se uma tendência geral de aumento da expansão após prensagem com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).

A partir da análise do gráfico anterior, a expansão após prensagem dos provetes aumenta em função da pressão de prensagem. A porcelana revela uma expansão linear ligeiramente superior à que foi apresentada como aceitável em 1.4.1. (0,75%). O grés apresenta uma expansão próxima do valor adequado.

Conforme tendência esperada, a expansão aumenta com o aumento da pressão. O aumento da pressão leva ao aumento do número de pontos de contacto entre as

entidades, por unidade de volume, e aumenta o valor da deformação elástica em cada um dos pontos de contato. A variação do número de contactos é observada por um aumento da densidade em verde.

Após permanência de duas horas em estufa, com a temperatura controlada a 100 °C, os provetes foram novamente medidos para se determinar a retração verde-seco.

A partir dos valores obtidos pela medição do comprimento, da largura, da espessura e da massa após a extração da matriz e após a secagem dos provetes, foi possível calcular a retração linear verde-seco das três dimensões, pela equação 14, e a variação da massa verde-seco destes, que representa a percentagem de humidade, pela equação 15.

A figura 38 apresenta a retração linear (ponderada) verde-seco em função da pressão de prensagem.

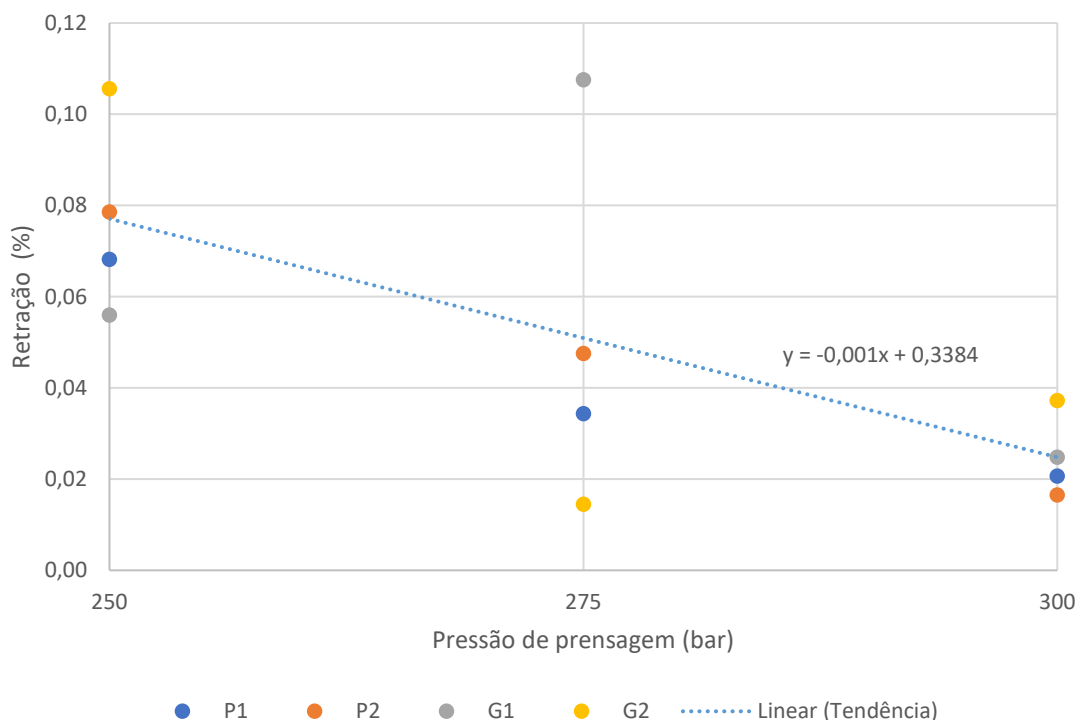


Figura 38. Retração linear verde-seco (%) em função da pressão de prensagem (bar). Observa-se uma tendência geral de diminuição da retração pós prensagem com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).

A retração linear verde-seco diminui em função da pressão de prensagem. Os valores são, no entanto, muito baixos. (como seria de esperar atendendo à quantidade de humidade dos pós) e a sua variação está dentro do erro experimental (de medida e de cálculo, ca. 0,04 (%)), pelo que se pode considerar que a pressão não afeta a retração verde-seco.

A partir dos valores obtidos pela equação 15, foi possível desenhar os gráficos da Figura 39, da variação de massa verde-seco com a pressão de prensagem.

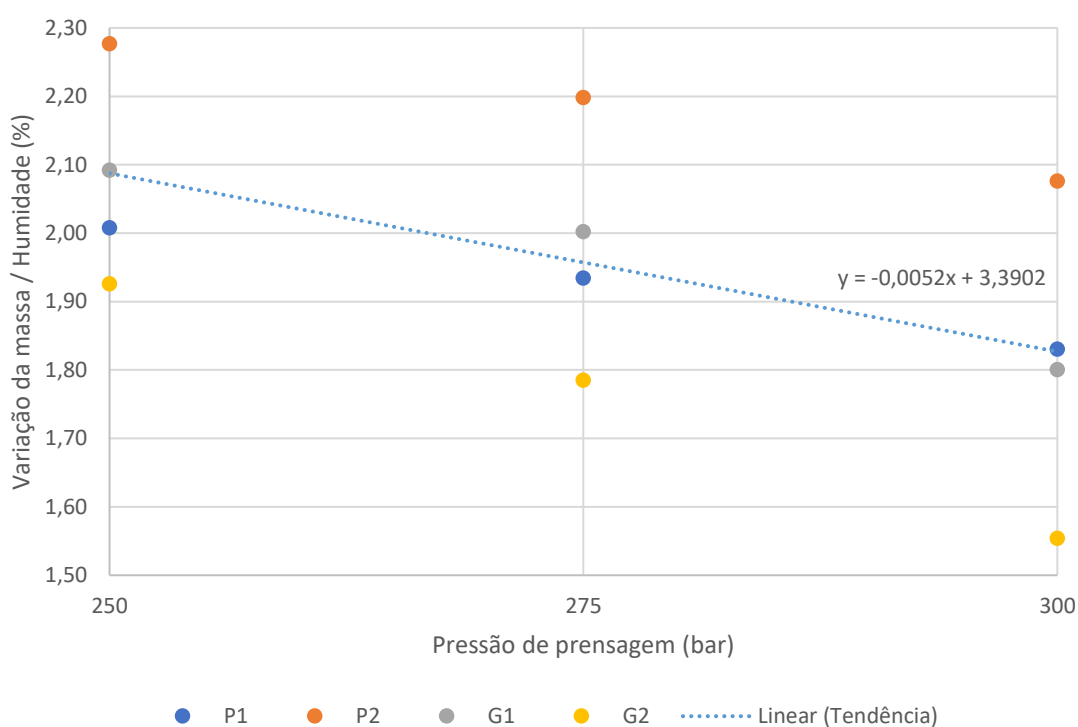


Figura 39. Variação da massa verde-seco (percentagem de humidade) (%) em função da pressão de prensagem (bar). Verifica-se que a variação da humidade dos provetes diminui com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).

Pela análise do gráfico desta figura, quanto maior a pressão de prensagem utilizada, menor é a variação de massa dos provetes após a secagem, ou seja, menos humidade perde. Isto deve resultar da variação da permeabilidade do material prensado aos gases, já que quanto maior é a pressão de prensagem, menor é a permeabilidade.

3.2.2. Determinação da resistência mecânica dos provetes

A figura 40 apresenta os gráficos da resistência mecânica em ensaios de flexão em função da pressão de prensagem dos provetes húmidos obtidos pela prensagem dos quatro granulados.

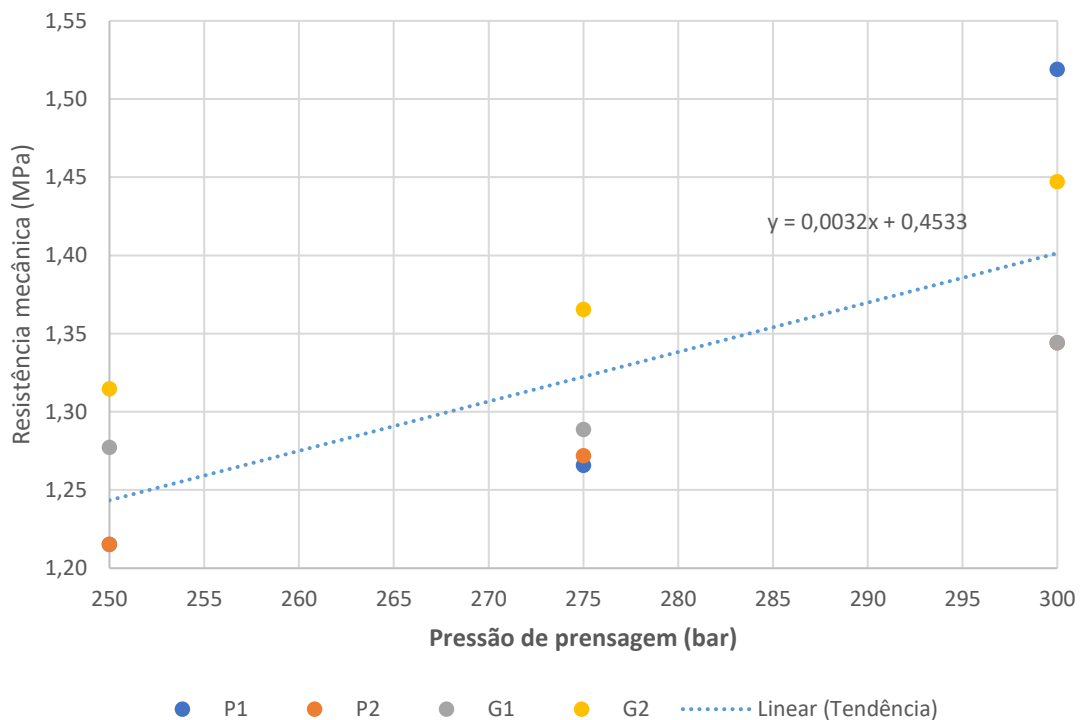


Figura 40. Resistência mecânica (MPa) dos provetes em verde em função da pressão de prensagem (bar). Verifica-se que a resistência mecânica dos provetes aumenta com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).

Pela análise do gráfico da Figura 40, a resistência mecânica do prensado verde aumenta em função da pressão de prensagem. O aumento da densidade durante a compactação é uma decorrência do rearranjo e da deformação plástica dos grânulos que ao se deformarem passam a ocupar os espaços vazios que havia entre eles (porosidade intergranular). Neste sentido, está-se a diminuir a porosidade do sistema e, assim, a reduzir

o tamanho dos defeitos que dão origem às fissuras cuja propagação é responsável pela fratura.

A figura 41 apresenta os gráficos da resistência mecânica em ensaios de flexão em função da pressão de prensagem dos provetes secos obtidos pela prensagem dos quatro granulados.

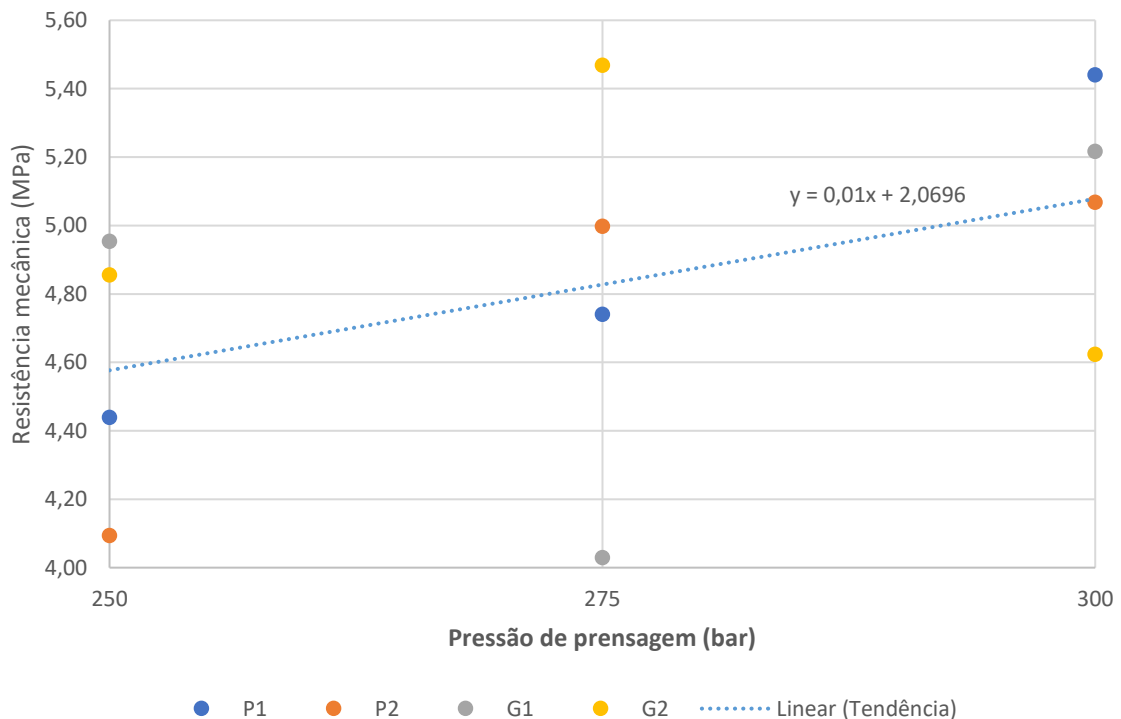


Figura 41. Resistência mecânica (MPa) dos provetes em seco em função da pressão de prensagem (bar). Observa-se que a resistência mecânica dos provetes aumenta com o aumento da pressão de prensagem (a equação encontra-se inserida na figura).

Pela análise do gráfico da Figura 41, a resistência mecânica do prensado seco aumenta em função da pressão de prensagem, com esperado. É possível verificar que a resistência mecânica em seco é aproximadamente três vezes superior à resistência mecânica em verde.

Os valores experimentais obtidos permitem estudar ainda a relação entre a densidade após prensagem e a resistência mecânica dos provetes, bem como a densidade após secagem e a resistência mecânica dos provetes. A figuras 42 apresenta dos gráficos da resistência mecânica em função da densidade após prensagem, isto é, da densidade dos provetes húmidos.

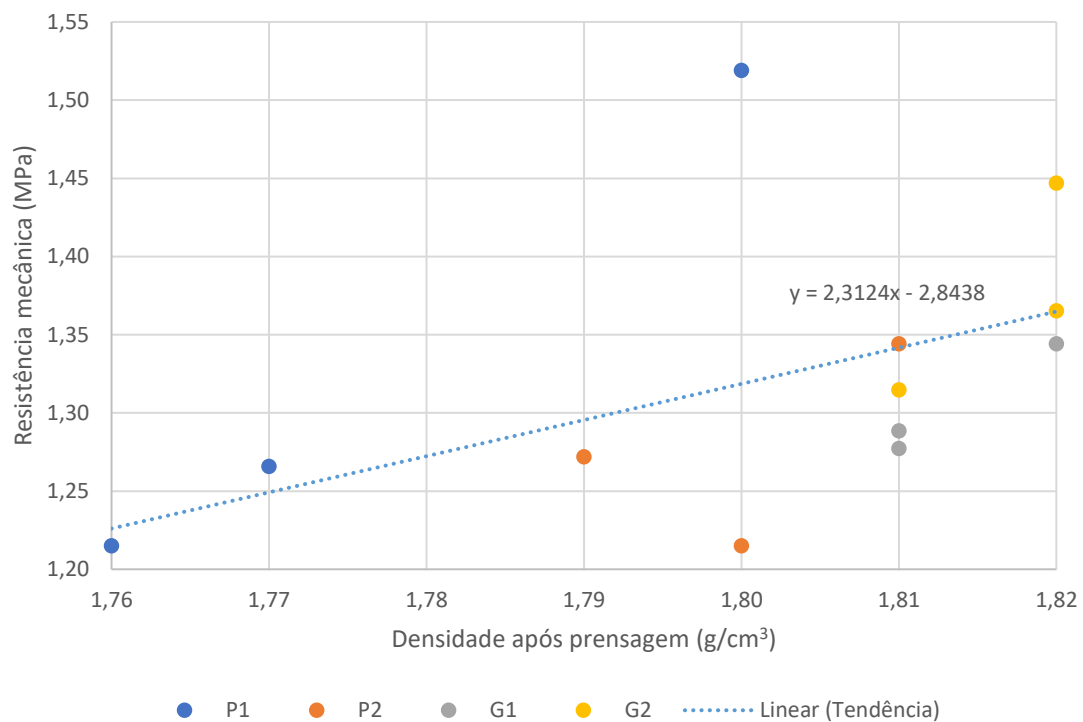


Figura 42. Resistência mecânica (MPa) em função da densidade após prensagem dos provetes húmidos (g/cm³). Para estes provetes, observa-se uma tendência geral de aumento da resistência em função da densidade (a equação encontra-se inserida na figura).

A figura 43 apresenta os gráficos da resistência mecânica em função da densidade dos provetes após secagem.

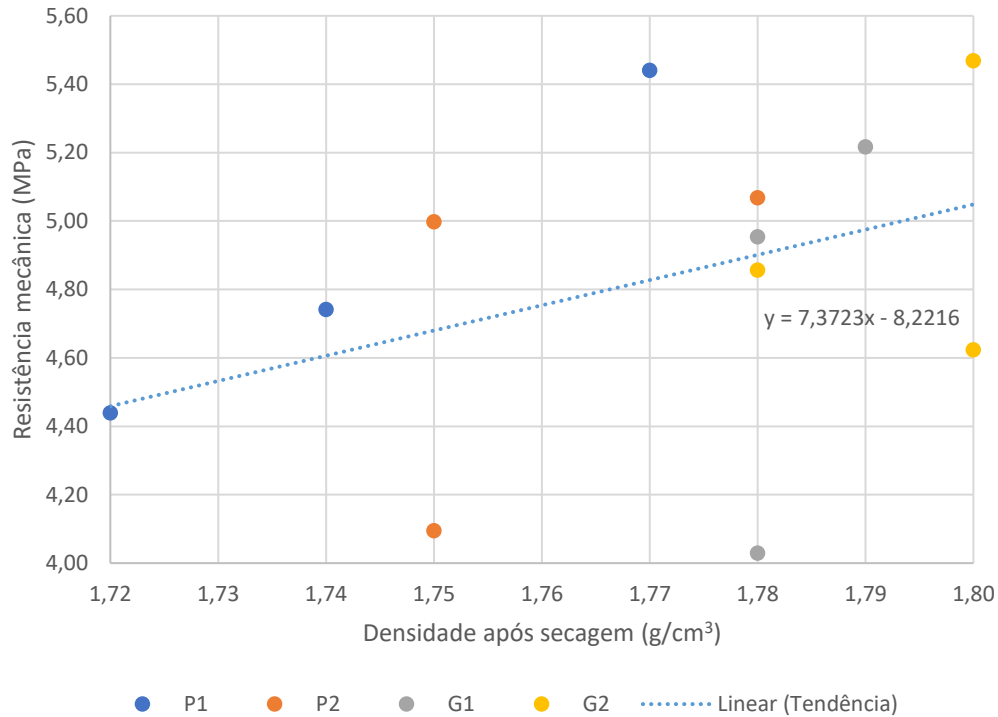


Figura 43. Resistência mecânica (MPa) em função da densidade após prensagem dos provetes secos (g/cm³). Para estes provetes, observa-se uma tendência geral de aumento da resistência em função da densidade (a equação encontra-se inserida na figura).

As figuras 42 e 43 mostram que a resistência mecânica aumenta com o aumento da densidade dos prensados, que é o resultado esperado: quanto maior a densidade dos prensados, menores os tamanhos dos poros intergranulares e conseqüentemente maior a resistência mecânica.

Os resultados acima dão diversas indicações relativamente ao comportamento dos pós granulados no escoamento e a sua aptidão para a prensagem.

A humidade desempenha uma forte influência em todo o processo, uma vez que condiciona a aglomeração de grânulos e, com isto, influencia todo o processo de prensagem, desde o enchimento à compactação e secagem da peça. Os granulados estudados têm, porém, valores baixos de humidade, pelo que poderia ser afirmado que este parâmetro não é condicionador das propriedades dos pós desde que dentro dos limites encontrados (<3%). Apesar disso, o escoamento das frações mais finas (granulado G2) mostra que ainda assim a humidade pode condicionar o seu comportamento (recorde-se que a fração mais fina desde granulado ficava agarrada às paredes do vidro no ensaio de espalhamento).

Embora os vários granulados apresentem diferentes morfologias, especialmente no caso G2, este não se relevou um aspeto importante ao longo do estudo, não influenciando nenhum dos outros parâmetros estudados. Diferenciaram-se os conceitos de arredondamento e esfericidade, com este último a desenvolver pouca influência sobre o granulado.

O facto de haver muitos agregados no caso G2, isso parece traduzir-se numa maior quantidade de tamanhos grandes nas distribuições granulométricas obtidas por peneiração. No mesmo sentido, também o $D_{(0,5)}$ e o $D_{(0,9)}$ é bastante superior, quando se compara com os restantes casos.

Ainda relativamente à distribuição granulométrica, a distribuição obtida por imagem revelou que o intervalo em que a mediana ($D_{(0,5)}$) se situa é mais estreito do que aquele que pode ser considerado como critério de admissibilidade de um bom granulado, ou seja, como os tamanhos médios obtidos na distribuição da lupa situam-se entre 232 e 473, é despropositado que um dos critérios de admissibilidade de um bom granulado seja um ($D_{(0,5)}$) compreendido entre 250 e 350 μm .

Os granulados de porcelana espalharam mais do que os granulados de grés. Um dos fatores que pode ter contribuído para este resultado são as morfologias dos grânulos, com os granulados de grés a apresentarem mais saliências e protuberâncias na superfície. No entanto, não se observa a mesma tendência nas frações: as de porcelana não espalham mais do que as de grés.

Os granulados não evidenciam nenhuma tendência entre a morfologia e o escoamento. O escoamento das frações inferiores a 200 μm e superior a 500 μm das pastas mostra, no entanto, que os tempos de escoamento da pasta P1 são superiores aos da G2. Neste sentido, a microestrutura do G2, com saliências e protuberâncias, bem como uma geometria generalizada menos regular, pode contribuir para dificultar o escoamento do granulado.

Os ensaios de *tapping* mostraram que os quatro granulados se comportam de modo diferente em termos de empacotamento. Isto é, os granulados P1 e G2, para o mesmo número de batimentos, as frações empacotaram mais do que a mistura original. Os granulados P2 e G1 não apresentam esta mesma tendência: no primeiro, a mistura original empacotou mais do que as frações, exceto a fração inferior a 200 μm que revelou um comportamento muito semelhante com a mistura original ao longo de todo o ensaio; e no segundo, a fração superior a 500 μm empacotou menos do que a mistura original e as frações inferior a 200 μm e entre 200 e 500 μm empacotaram mais do que a mistura original.

Se o *tapping* elimina a porosidade existente por rearranjo dos grânulos, quanto menor o empacotamento do granulado em estudo por rearranjo, melhor será a sua distribuição granulométrica para a prensagem. Neste sentido, quando a mistura original empacota menos do que as frações separadas, os resultados da prensagem são favoráveis para a mistura, uma vez que apresenta o melhor arranjo aleatório de grânulos para o empacotamento.

O tamanho médio dos granulados parece não apresentar uma tendência, quando se relacionam os tempos de escoamento e as curvas de empacotamento das misturas originais de granulado. Relativamente às frações separadas, que se aproximam de

distribuições de esferas de monotamanho, quanto menor o tamanho da distribuição do granulado, menos tempo demora o escoamento do granulado.

Considerando a proposição inicial de que todos os granulados em estudo são bons para prensagem, os resultados não estão de acordo com o modelo de *Funk e Dinger*^[32] que considera que quando partículas finas são introduzidas numa distribuição de esferas de monotamanho perfeitas, a fluidez diminui porque aumenta o empacotamento. Conforme indicam os tempos de escoamento das frações dos granulados, a fluidez diminui quando o tamanho médio da distribuição granulométrica aumenta.

Embora se encontrem as tendências mencionadas, o factor mais relevante que aparenta ser fundamental como critério de admissibilidade de um granulado para prensagem é a dispersão da curva da distribuição granulométrica. Estudaram-se granulados com curvas idênticas e, embora não se tenha estudado um granulado com uma distribuição diferente, o facto de estas serem curvas “abertas” (distribuições largas) parece ser o critério mais importante nas características de um granulado.

Por este motivo, em ambiente industrial, a característica mais relevante a avaliar deve ser a distribuição granulométrica, por peneiração, e atendendo à bateria utilizada. No intervalo das medidas realizadas, o parâmetro de localização da distribuição (a mediana, como parâmetro mais comumente utilizado, mas também a média) é, assim, menos relevante como critério de aferição da adequação de um pó para a prensagem do que os parâmetros de dispersão. Todos os outros ensaios não se mostraram suficientemente adequados para o estabelecimento de critérios de bom desempenho.

4. Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho permitiram avaliar, em ambiente empresarial, as características que influenciam a operação de prensagem, nomeadamente, a humidade, a morfologia do material granulado, a densidade aparente de empacotamento, a distribuição granulométrica, a aptidão ao espalhamento e o escoamento, bem como o efeito destas características nas propriedades do produto prensado, nomeadamente a resistência mecânica.

Os ensaios revelaram-se, regra geral, inconclusivos para a determinação de características relevantes a serem consideradas como critérios de admissibilidade de um granulado bom.

A morfologia dos grânulos e o empacotamento ao longo dos ensaios de *tapping* não se revelaram características relevantes para se admitir um granulado como bom. Estes granulados corroboraram os modelos de empacotamento, no que diz respeito à fluidez.

A distribuição granulométrica dos granulados revelou-se o critério de adequação dos granulados à prensagem mais relevante. As quatro distribuições são largas, com elevada heterogeneidade de tamanhos de localização. Isto significa que se torna mais importante para que um granulado seja considerado bom para a prensagem uma distribuição larga do que a mediana, que é o parâmetro normalmente citado na indústria.

5. Propostas para trabalhos futuros

No presente projeto não foi possível estudar as frações dos granulados na íntegra, porque não havia material suficiente. Seria, interessante avaliar a resistência mecânica de provetes obtidos por prensagem das frações dos granulados, bem como as características dimensionais – expansão após prensagem e retração verde-seco. Isso permitiria perceber de que forma a distribuição granulométrica influencia a prensagem. Por comparação entre estes e outros granulados com diferentes distribuições, principalmente com dispersões diferentes, seria conveniente perceber a sua influência nas características do prensado, designadamente na resistência mecânica.

Seria naturalmente desejável ter a possibilidade de poder, um dia, analisar um granulado rejeitado por ser inadequado à prensagem, fosse por problemas de escoamento, fosse por problemas da prensagem propriamente dita. Nessas circunstâncias, talvez se conseguisse perceber melhor a influência dos diversos parâmetros ensaiados no escoamento e na prensagem dos pós e aferir se o critério agora tido como o mais relevante precisaria ou não de ser reavaliado.

Referências bibliográficas

- [1] A. T. da Fonseca, "*Tecnologia do Processamento Cerâmico*", Universidade Aberta, 2000.
- [2] G. Feinberg, "*Future Science*", Asahi Shimbun Co., 1986.
- [3] M. Schwartz, "*Emerging Engineering Materials - Design Process Applications*", Technomic Publ. Co., 1996.
- [4] J. L. A. Albaro, "*A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte I: O Preenchimento das Cavidades do Molde*", *Cerâmica Ind.*, vol. 6, nº. 2, pp. 46–50, 2001.
- [5] M. J. Ribeiro, J. M. Ventura e J. A. Labrincha, "*A Atomização como Processo de Obtenção de Pós para a Indústria Cerâmica*", *Cerâmica ind.*, vol. 6, nº. 5, pp. 34-40, 2001.
- [6] J. L. A. Albaro, "*A Operação de Prensagem : Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte III: Variáveis do Processo de Compactação*", *Cerâmica Ind.*, vol. 6, nº. 1, pp. 15–23, 2001.
- [7] S. I. S. Almeida, "*Caracterização dos Granulados para Prensagem Isostática de Louça de Faiança, Grés e Porcelana*", Tese de Mestrado em Engenharia Cerâmica e do Vidro - Universidade de Aveiro, pp. 16-90 , 2009.
- [8] V. G. Sampaio, B. C. A. Pinheiro e J. N. F. Holanda, "*Granulação a seco de uma massa cerâmica para grês porcelanato*", *Cerâmica*, vol. 53, nº. 327, pp. 295–299, 2007.
- [9] T. F. Tadros, "*Control of stability/flocculation and rheology of concentrated suspensions*", *Pure&Appl. Chern*, vol. 64, pp. 1715-1720, 1992.
- [10] L. M. Sousa e M. Ferreira, "*Avaliação De Densidades Bulk De Pós Em Diferentes Estados De Compactação*", pp. 307–311, 2014.

- [11] K. Masters, "*Spray Drying Handbook*", 1979.
- [12] "*Dalla Tecnologia Alle Macchine Ai Forni Per La Piastrella Sacmi - Note tecnologiche sulla fabbricazione delle piastrelle ceramiche*", 1986.
- [13] G. R. de Paula, E. Quinteiro e A. O. Boschi, "*Efeito do Teor de Umidade e da Pressão de Prensagem sobre as Características de Revestimentos Cerâmicos*", *Cerâmica Ind.*, vol. 2, nº. 3-4, pp. 28–31, 1997.
- [14] C. Heck, "*Gres Porcelanato*", *Cerâmica Ind.*, vol. 01, nº. 4-5, pp. 21–24, 1996.
- [15] A. P. Novaes de Oliveira, "*Grês Porcelanato: Aspectos Mercadológicos e Tecnológicos*", *Cerâmica ind.*, vol. 3, nº. 3, pp. 34-41, 1998.
- [16] C. F. Gomes, "*Argilas - o que são e para que servem*", Fundação Calouste Gulbenkian: Lisboa, 1988.
- [17] E. Sánchez, "*Considerações Técnicas sobre Produtos de Revestimento Porcelânico e seus Processos de Manufatura. Parte I*", *Cerâmica ind.*, vol. 8, nº. 2, pp. 7-16, 2003.
- [18] A. C. Salem, S. H. Jazayeri, E. Rastelli e G. Timellini, "*Effect of nepheline syenite on the colorant behavior of porcelain stoneware body*", *Journal of Ceramic Processing Research*, vol. 10, pp. 621-627, 2009.
- [19] F. dos S. Ortega, R. G. Pileggi, P. Sepúlveda e V. C. Pandolfelli, "*Influência dos modelos de Alfred e de Andreasen sobre a microestrutura e densidade a verde de compactos cerâmicos obtidos por colagem ou prensagem*", *Cerâmica*, vol. 43, nº. 283–284, pp. 185–191, 1997.
- [20] J. L. A. Albaro, "*A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte V: Descrição da Etapa de Prensagem*", *Cerâmica Int.*, vol. 6, nº. 3, pp. 26–32, 2001.
- [21] J. L. A. Albaro, "*A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte II: A Compactação*", *Cerâmica*, vol. 5, nº. 10, pp. 23–28, 2000.

- [22] J. L. A. Albaro, "A Operação de Prensagem : Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte IV : Extração da Peça e Resistência Mecânica a Verde", *Cerâmica Ind.*, vol. 6, nº. 2, pp. 46–50, 2001.
- [23] E. de S. Conceição, "Influência da distribuição granulométrica no empacotamento de matérias- primas na formulação de porcelânicos", p. 105, 2011.
- [24] C. R. Woodcock e J. S. Mason, "*Bulk Solids Handling - An Introduction to the Practice and Technology*", Chapman & Hall, Springer, 1987.
- [25] A. Q. R. Garcia, T. C. B. Pereira e I. L. T. Dias, "Study of the flow in the development of acetaminophen powder dispensed into sachet", *Rev. Bras. Farm.*, vol. 93, nº. 4, pp. 469–475, 2012.
- [26] H. M. Beakawi Al-Hashemi e O. S. Baghabra Al-Amoudi, "A review on the angle of repose of granular materials", *Powder Technol.*, vol. 330, pp. 397–417, 2018.
- [27] B. Kou, "Granular materials flow like complex fluids", *Nature*, vol. 551, nº. 7680, pp. 360–363, 2017.
- [28] R. H. C. Lima e M. M. T. Moreno, "Uso da Distribuição Granulométrica como Parâmetro de Controle na Elaboração da Massa Cerâmica de Composição Binária", *Cerâmica. ind.*, vol. 14, nº. July, pp. 4–8, 2009.
- [29] A. Silva, "Modelação Estatística Da Composição Granulométrica De Um Betão Refractário De Alumina Auto-Escoante Sem Cimento", Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica - Universidade da Beira Interior, 2006.
- [30] C. C. Furnas, "*Relations Between Specifics Volume, Voids and Size Composition in Systems of Broken Solids of Mixed Sizes. U. S. Bureau of Mines Reports of Investigations*", n.º 2894, 1928.
- [31] I. R. de Oliveira, A. R. Studart, R. G. Pileggi e V. C. Pandolfelli., "*Dispersão e Empacotamento de Partículas – Princípios e Aplicações em Processamento*

Cerâmico", Fazenda Arte: São Paulo, Cerâmica, vol. 47, nº. 301, pp. 224, 2000.

- [32] J. E. Funk e D. Dinger, "*Predictive Process Control of Crowded Particulate Suspensions – Applied to Ceramic Manufacturing*", Springer US, 1994.
- [33] S. Banerjee, "*Monolithic Refractories – A Comprehensive Handbook*", 1998.
- [34] C. Londero, L. A. Lenz, M. R. Dos Santos e N. S. Klein, "*Determinação da densidade de empacotamento de sistemas granulares compostos a partir da areia normal do IPT: comparação entre modelos de otimização de distribuição granulométrica e composições aleatórias*", *Ceramica*, vol. 63, nº. 365, pp. 22–33, 2017.
- [35] H. Wadell, "*Volume, Shape, and Roundness of Rock Particles*", *J. Geol.*, vol. 40, nº. 5, pp. 443–451, 1932.
- [36] D. Höhner, S. Wirtz e V. Scherer, "*A study on the influence of particle shape and shape approximation on particle mechanics in a rotating drum using the discrete element method*", *Powder Technol.*, vol. 253, pp. 256–265, 2014.
- [37] H. R. Norouzi, R. Zarghami e N. Mostoufi, "*Insights into the granular flow in rotating drums*", *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. 102, pp. 12–25, 2015.
- [38] H. G. Matuttis, S. Luding e H. J. Herrmann, "*Discrete element simulations of dense packings and heaps made of spherical and non-spherical particles*", *Powder Technol.*, vol. 109, nº. 1–3, pp. 278–292, 2000.
- [39] D. Bortzmeyer, "*Compaction of ceramic powders*", *Ceramic Processing*, Springer, pp. 102–146. 1990.
- [40] T. Yamaguchi e H. Kosha, "*Sintering of acicular Fe₂O₃ powders*", *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 64, pp. C-84-C-85, 1981.
- [41] D. Bortzmeyer, "*Dry Pressing of Ceramics*", Chapman & Hall, 1995.