



UNIVERSIDADE FEDERAL DO SUL E SUDESTE DO PARÁ
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS E ENGENHARIAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

PEDRO HENRIQUE CARVALHO PEREIRA

**ANALISE DA ADIÇÃO DO REJEITO DOLOMÍTICO *POST- MORTEM* SOBRE A
RESISTENCIA MECÂNICA USADO O METODO DE MISTURAS.**

MARABÁ – PA

2017

PEDRO HENRIQUE CARVALHO PEREIRA

**ANALISE DA ADIÇÃO DO REJEITO DOLOMÍTICO *POST- MORTEM* SOBRE A
RESISTENCIA MECÂNICA USADO O METODO DE MISTURAS.**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará- UNIFESSPA, em cumprimento às exigências para obtenção do grau de bacharel em Engenharia de Materiais. Orientador Prof.º Eng. Jailes de Santana Moura.

MARABÁ-PA

2017

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)

Biblioteca II da UNIFESSPA. CAMAR, Marabá, PA

Pereira, Pedro Henrique Carvalho

Análise da adição do rejeito dolomítico post- mortem sobre a resistência mecânica usada o método de misturas./ Pedro Henrique Carvalho Pereira; orientador, Jailes de Santana Moura . — 2016.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Campus Universitário de Marabá, Instituto de Geociências e Engenharias, Faculdade de Engenharia de Materiais, Curso de Engenharia de Materiais, Marabá, 2016.

1 Rejeito de tijolo dolomítico, 2. Planejamento Estatístico, 3. Propriedades, 4. Misturas, 5. cerâmica. I. Moura, Jailes de Santana, orient. II. Título.

CDD: 23. ed.: 662.88

PEDRO HENRIQUE CARVALHO PEREIRA

**ANALISE DA ADIÇÃO DO REJEITO DOLOMÍTICO *POST- MORTEM* SOBRE A
RESISTENCIA MECÂNICA USADO O METODO DE MISTURAS.**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará- UNIFESSPA, em cumprimento às exigências para obtenção do grau de bacharel em Engenharia de Materiais. Orientador Prof.º Eng. Jailes de Santana Moura.

Data de aprovação: ___/___/___

Conceito: _____

Banca examinadora:

Profº Eng. Jailes de Santana Moura – Orientador
Faculdade de Engenharia de Materiais – UNIFESSPA

Profº Dr. Elias Fagury Neto - Membro
Faculdade de Engenharia de Materiais – UNIFESSPA

Profº Esp. Marcio Paulo de Araújo Mafra – Membro
Faculdade de Engenharia de Materiais – UNIFESSPA

Para meu Deus, razão da minha vida,

Meu Pai, guerreiro sem limites,

Minha mãe, minha rainha,

E a todos da minha família.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, Autor e consumidor da fé, que me concedeu a graça de viver essa nova experiência profissional, me deu sabedoria para que pudesse cumprir meu objetivo.

Agradeço a minha família que sempre me apoiou em todas as decisões, minha Mãe, Wanderlene do Socorro Carvalho Pereira e Pai, Adroaldo Chaves Pereira em especial, sou grato demais pela vida de vocês. Te amo rainha e Guerreiro.

A minha namorada Wilana Sousa Silva, princesa, vida minha e presente de Deus para mim, por seu conforto e carinho quando estava querendo fraquejar, pela paciência, pela devoção ao nosso relacionamento, que mudou até mesmo de cidade para ficar perto, você me apoiou em todos os dias e estava comigo nas minhas conquistas, espero ficar com você todo o dia da minha vida,

Aos meus amigos de igreja e outra instituição que sempre estiveram comigo na minha caminhada Vitor Eduardo Ferreira e George Andrey, Gleison Rubens e primo Bruno Chaves pelo apoio e conforto constante no período da graduação,

E a todos os professores da Universidade Federal do sul e sudeste do Pará pelo apoio durante o decorrer do curso, Profº, amigo e Orientador Jailes Moura, Profº Doutor Edemarino Ildebrano, ao Professor Denílson por me aguentar no pé nesses tempo correria, em especial Profº Doutor Adriano Rabelo por algumas vezes me ajudar a não desistir do curso quando tive problemas pessoais.

A galera CHUTA QUE É MACUMBA que são de grande importância pelo seu companheirismo e amizade de todos dentro do decorrer no curso. Ao Sorato por me aguentar os abusos, Bruno Mocbel e Danilo Marciano por me ajudar sempre que foi preciso, ao João por ajuda dentro do laboratório de cerâmica.

*“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos
de que as grandes coisas do homem foram conquistadas
do que parecia impossível.”*

(Charles Chaplin)

RESUMO

A Indústria Siderúrgica é a que mais geram rejeitos industriais, e a possibilidade da reutilização destes rejeitos como parte da matéria prima para fabricação de material cerâmico se tornou uma alternativa eficiente, tendo em vista a preocupação crescente com a economia e menor geração de impactos ambientais. Para se obter produtos cerâmicos de boa qualidade, é indispensável que se conheça profundamente as características e o comportamento de cada matéria-prima utilizada. Quando se fala de matérias-primas de massa, para revestimento cerâmico, sabe-se que essas são extraídas do solo, podendo ter assim uma grande variação de suas características. O objetivo de estudo foi a avaliação estatística de diferentes formulações visando o melhor resultado, usando o refratário de tijolo dolomítico, argila gorda e filito. A variação dos estudos das resistências mecânicas, planejamento estatístico das misturas foi feito utilizando o método *simplex-lattice*. Nas formulações, foram avaliadas a proporção argila/filito/refratário, calcinados por 2 horas a 300 °C e sinterizados por 2h nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1100°C. Com o resultado da propriedade da resistência mecânica, tal metodologia apresentou uma proporção de adição do RDPM nos resultados finais.

Palavras-chave: Rejeito de tijolo dolomítico, Planejamento Estatístico, Propriedades, Misturas, cerâmica.

ABSTRACT

The steel industry is the one that generate the most industrial waste, and the possibility of reuse of these wastes as part of the raw material for the manufacture of ceramic material became an efficient alternative, due to the growing concern with the economy and less generation of environmental impacts. In order to obtain good quality ceramic products, it is essential that the characteristics and behavior of each raw material used are thoroughly understood. When talking about raw materials of mass, for ceramic coating, it is known that these are extracted from the soil, and can thus have a great variation of their characteristics. The objective of the study was the statistical evaluation of different formulations aiming at the best result, using the refractory of dolomitic brick, fatty clay and phyllite. The variation of mechanical resistance studies, statistical design of the mixtures was done using the simplex-lattice method. In the formulations, the clay / phyllite / refractory ratio was evaluated, calcined for 2 hours at 300 ° C and sintered for 2h at temperatures of 900 ° C, 1000 ° C and 1100 ° C. With the result of the property of the mechanical resistance, this methodology presented a proportion of addition of the RDPM in the final results.

Keywords: Dolomitic brick rejection, Statistical Planning, Properties, Mixtures, ceramics.

LISTAS DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - variação da pressão de pressão aplicada nas regiões dos moldes	Erro!	Indicador não definido.
Figura 2 - tipos de prensagem uniaxial.....	Erro!	Indicador não definido.
Figura 3 - Representação gráfica da equação (1) para 2 e 3 componentes.....	22	
Figura 4 - Pontos interiores para o planejamento de misturas, com $q = 3$ e $m = 2$	24	
Figura 5 - Formulação (F1-F10) depois de calcinada a 300°C	29	
Figura 6 – Forno INTI FE-1500	30	
Figura 7 - formulações(F11-F20) sinterizadas a 1000°C	30	
Figura 8 - formulações (F21- F30) após calcinação e sinterização coberta com papel alumínio.	31	
Figura 9 - Matriz utilizada na confecção dos corpos de prova.	31	
Figura 10 - Máquina Universal de Ensaaios.	32	
Figura 11 - ensaio de Flexão.....	33	
Figura 12 - Corpos de Provas, após o ensaio de Flexão.	33	
Figura 13- Tabela da ANOVA. (RM 900°C)	36	
Figura 14 - Tabela da ANOVA. (RM 1000°C)	36	
Figura 15 - Tabela da ANOVA. (RM 1100°C)	37	
Figura 16 - Diagrama de Pareto (RM 900°C).	39	
Figura 17 - Diagrama de Pareto (RM 1000°C).	39	
Figura 18 - Diagrama de Pareto (RM 1100°C).	40	
Figura 19 – Valores Preditos a 900°C	41	
Figura 20 – Valores preditos de 1000°C	41	
Figura 21 - Valores preditos de 1000°C	42	
Figura 22 – Gráficos de Desejabilidade 900°C	43	
Figura 23 - Gráficos de Desejabilidade a 1000°C	43	
Figura 24 - Gráficos de Desejabilidade a 1100°C	44	
Figura 25 - Diagrama ternário das misturas a 900°C	45	
Figura 26 - Diagrama ternário das misturas a 1000°C	45	
Figura 27- -Diagrama ternário das misturas a 1100°C	46	

LISTAS DE TABELAS

Tabela 1: Ex.: $q = 3$ e $m = 2$, $x_i = 0, \frac{1}{2}, 1, \frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{6}$	23
Tabela 2.- Composição das matérias primas	Erro! Indicador não definido.
Tabela 3 - Tabela de valores das resistências mecânicas a temperaturas variadas.....	35

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	15
2.1	OBJETIVOS GERAIS	15
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	15
3	REFERENCIAL TEORICO	16
3.1	MATÉRIA-PRIMA	16
3.1.1	Argila	17
3.1.2	Filito	17
3.1.3	Refratário dolomítico post-mortem	18
3.1.4	Calcinação	19
3.1.5	Sinterização	19
3.2	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	20
3.3	MISTURA	21
3.3.1	Misturas com três componentes	24
3.4	MATÉRIAS PRIMAS	26
3.4.1	Argila	26
3.4.2	Filito	26
3.4.3	Refratário dolomítico post-mortem (RDPM)	26
3.5	EQUIPAMENTOS E VIDRARIAS	26
3.6	MÉTODOS EXPERIMENTAIS	28
3.6.1	Caracterização mecânica	31
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	33
4.1	VARIAVEIS QUE INFLUENCIAVAM NO MODELO	37
4.1.1	Acasos (<i>p</i>)	37
4.1.2	Teste F	38
4.1.3	Diagrama de pareto	38
4.1.4	Gráfico de desejabilidade	42

5 CONCLUSÃO	47
REFERENCIAS	48

1 INTRODUÇÃO

A utilização de materiais cerâmicos vem ocorrendo desde a antiguidade, a partir da observação de que a argila endurecia quando deixada sob a ação do sol, podendo substituir assim utensílios antes feitos de cascas de árvores, ou frutos, para a armazenagem de alimentos e bebidas. (MORAIS, 2007).

Vasos de argila são uma das primeiras peças cerâmicas de que se têm notícias, devido à sua facilidade de moldar quando úmida. O setor de cerâmico ganhou notoriedade e aperfeiçoamento das técnicas de processamento, bem como o estudo das matérias-primas, o que levou a uma vasta gama de aplicações deste tipo de material, em diversos níveis de avanço tecnológico, envolvendo setores desde a construção civil até a indústria aeroespacial, eletrônica e médica. (MONTES, 2008)

Matérias-primas cerâmicas, queimadas isoladamente, tem um comportamento diferente de quando queimadas dentro de uma massa cerâmica, ou seja, de uma composição de matérias-primas. Reações químicas e físicas, ocorridas durante a queima, fazem com que a avaliação desse comportamento, se essa matéria-prima é caracterizada no seu estado natural (como extraída), não seja tão eficiente quanto uma análise feita junto com outros componentes de uma massa. (LEGGERINI, 2008).

Devido às reservas de matérias primas serem finitas e a preocupação constante com a sustentabilidade e havendo uma necessidade de novos materiais para substituição, principalmente os materiais que são descartados, portanto foi feito um estudo de mistura, as matérias primas Argila gorda e Filito com a incorporação de um rejeito, o tijolo Dolomítico *post mortem*.

Metodologia Estatística de projeto experimental é uma metodologia estabelecida e comprovada, mas poucos pesquisadores relataram usar esta técnica para pesquisar e desenvolver a cerâmica utilizando materiais de desperdício. (NARDI, 2004)

Levando em consideração a grande importância de uma análise estatística do processo, pois nos dias de hoje se faz necessário o planejamento experimental aliado com a rapidez dos processos, justamente para aumentar e reduzir consequentemente o lucro das empresas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GERAIS

Esse trabalho teve como objetivo aplicar o para avaliar o comportamento mecânico, apontando essencialmente a eliminação de etapas desnecessárias como inúmeras replicações do experimento sem o padrão necessário para as misturas, como é este caso, tornando assim o processo mais econômico e eficiente.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para a execução presente trabalho, foram as seguintes atividades:

- Encontrar melhores proporções entre as matérias-primas disponíveis;
- Reduzir o tempo gasto nos processos; dando uma formulação ideal;
- Caracterizar as amostras obtidas quanto à sua propriedade de resistência mecânica.
- Verificar as diferentes temperaturas e teores de matérias primas teria influência significativa no produto final.

3 REFERENCIAL TEORICO

3.1 MATÉRIA-PRIMA

Cerâmicas são materiais inorgânicos e não metálicos compostos de elementos metálicos e não metálicos, podendo apresentar ligações totalmente iônicas, ou predominantemente iônicas com a presença de um caráter covalente. As cerâmicas tradicionais (louças, porcelanas, tijolos, telhas, dentre outros) têm majoritariamente a argila como matéria-prima; aquelas denominadas de alto desempenho são constituídas normalmente de matérias primas sintéticas, tais como a alumina, zircônia, carbetos, boretos e nitretos, entre outras. (CALLISTER; RETHWISCH, 2012)

Segundo Santos e Coelho (2007) diz que a argila é uma rocha constituída essencialmente de argilominerais, que por sua vez correspondem a silicatos hidratados de alumínio, magnésio ou ferro, constituídos em sua maioria por partículas finas de dimensões inferiores a 2 μm .

A variedade e distinção desta matéria-prima, aliada às suas propriedades de plasticidade, resistência mecânica, refratariedade, inércia química etc, permite a sua ampla gama de aplicações tecnológicas (MORAIS, 2007).

Segundo a associação de cerâmicas (2008), Uma das formas mais comuns utilizadas para reduzir custos, mantendo a qualidade, é a pesquisa de novas matérias-primas. Na indústria de revestimentos cerâmicos, essas matérias-primas, extraídas dos solos, podem apresentar uma grande variação de suas características ao longo do tempo, exigindo assim um maior controle no fornecimento.

O conhecimento da matéria-prima contribui diretamente para a melhora das propriedades do produto final e possibilita ao fabricante flexibilidade, redução de custos de produção e aumento no valor agregado de seu produto. Assim, o conhecimento das características das argilas não tem valor apenas acadêmico, mas também grande interesse comercial. (MACEDO ET AL. 2008).

As matérias-primas empregadas na fabricação de produtos cerâmicos têm origem na natureza e ficam disponíveis em grandes quantidades, podendo citar alguns minerais: argilas, feldspatos, filitos, talcos, entre outros. Algumas são empregadas em sua forma natural (bruta),

outras são previamente beneficiadas e processadas, agilizando o processo. (VAN VLACK, 1973)

3.1.1 Argila

Na natureza, não são encontradas como substâncias puras, e sim como mistura de vários tipos de componentes. Os elementos encontrados com maior frequência na argila são oxigênio, silício, alumínio, ferro, magnésio, potássio e sódio, sendo que os minerais mais frequentes são caulinita, montmorilonita e illita (MEIRA, 2001).

A argila se origina da desagregação de rochas que comumente contém feldspato, por intemperismo, que é a ação físico-química do ambiente sobre as rochas. A ação química caracteriza-se pelo ataque do ácido carbônico presente na atmosfera e outros elementos agressivos de chuvas e águas. A ação física se refere à erosão, vulcanismos, pressão, descompressão e etc. (LEGGERINI, 2008).

3.1.2 Filito

São rochas metamórficas constituídas por caulinita e mica, e que são utilizados para substituição parcial dos feldspatos pelo alto teor de potássio que pode ser encontrado. Podem ser encontrados na natureza com cores variadas, partindo do branco ou branco acinzentado a avermelhado (BARBOSA JR, 1997).

No Brasil, um dos grandes depósitos de filito ocorre na região de Itapeva, SP, com variação de colorações entre as cores branca, preta e rósea. Cada uma apresenta suas características químicas e aplicações diversas. Geralmente, possuem alta plasticidade, boa resistência mecânica e cores clareadas após a queima. O material de coloração branca apresenta amostras de cor creme ou creme esverdeado, e este é o produto que possui maior valor comercial. Apresenta cor mais clara após a queima à temperatura de 1000 °C, e é comercializado como um substituto parcial das argilas brancas por ser um produto mais barato e por agir como fundente durante a queima das cerâmicas. A porção rósea com tonalidades mais claras tem encontrado espaço no mercado das argamassas e outros ramos, como na produção de ração animal e cargas minerais nas indústrias de tintas e selantes (MORETO, 2006).

Segundo Fonseca (2012) É uma rocha metamórfica constituída basicamente de quartzo, caulinita e sericita, o qual é originário de materiais argilosos pelos processos de

dinamometamorfismo e recristalização. Sua utilização nas massas cerâmicas se deve ao fato deste possuir a função de fundente, conferindo um aumento na resistência mecânica dos materiais.

O filito, material de baixo valor agregado, é composto principalmente por Al e Si, e é uma rocha fácil de pulverizar, fornecendo um pó finíssimo. Seus componentes essenciais são filossilicatos de pequeno tamanho de grão, como a mica muscovita finamente dividida ou sericita, caulinita, e quartzo (VALERA ET.AL., 2002; ABREU, 1973).

3.1.3 Refratário dolomítico post-mortem

Segundo Andrade (2009), o revestimento refratário de uma panela de aço é constituído de duas partes: o permanente, constituído por material refratário e isolante, e o de trabalho (ou de desgaste), correspondente à face quente da panela, em contato direto com o aço, constituídos de tijolos que irão variar de acordo com o tipo de aço produzido.

O material usado para a composição da parte de trabalho (ou de desgaste) da panela de aço da maioria das siderúrgicas é o refratário dolomítico. Assim no fim do ciclo de vida de cada panela, esta é levada para a demolição, para remoção dos refratários dolomíticos desgastados (*post-mortem*).

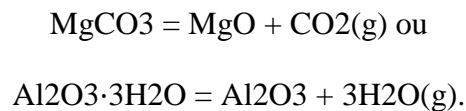
Os materiais refratários devem ser utilizados quando metais não conseguem competir em processos a quente, operacionalmente e economicamente. Sendo sua classe correspondendo ao grupo de materiais cerâmicos que suportam altas temperaturas sem fundir ou deformar e se manter inerte em ambientes severos. (SILVA, 2011).

Segundo os estudos de Silva (2011) os refratários dolomíticos têm como base a doloma de alta pureza, resultado da queima à morte do mineral dolomita. São uma mistura de óxidos CaO e MgO, sendo que sua alta refratariedade é explicada pelo fato do óxido duplo apresentar temperatura de fusão acima de 2300 °C, mas quando exposto ao ambiente é um material de fácil hidratação. A doloma hidrata devido ao fato de quando é submetida a temperaturas inferiores a 600°C a energia livre do material hidratado [MgO.Ca(OH)₂] é menor do que a energia livre da doloma, ou seja, a doloma hidratada é mais estável.

Devido sua alta hidratação, os tijolos refratários dolomíticos são de difícil reciclagem, poucos estudos abordam essa temática. O presente trabalho possibilita uma alternativa nova para a sua reutilização.

3.1.4 Calcinação

Segundo Nestor César, (2007) É o tratamento de remoção da água, CO_2 e de outros gases ‘ligados fortemente’, ‘quimicamente’ a uma substância – tipicamente hidratos e carbonatos. A calcinação é um processo vigorosamente endotérmico. É usada principalmente na produção de óxidos, segundo:



A calcinação serve para eliminar gases, diminuir o volume da carga ou para evitar o consumo de um combustível caro, sendo então realizada à parte do processo principal.

3.1.5 Sinterização

O processo de sinterização pode ser entendido como um processo térmico cujo o objetivo principal é produzir uma forte união entre as partículas quando ativadas termicamente. A sinterização ocorre a temperaturas abaixo do ponto de fusão do material cerâmico, usualmente acima de 60% da temperatura de fusão (medida em escala absoluta), através do transporte difusional da massa e quando realizados em componentes no estado sólido, é chamada sinterização via sólida (SFS). Ocorre ainda através da formação a partir da utilização de aditivos, que se fundem a temperaturas inferiores às da temperatura de sinterização do material base. De acordo com a propriedades requerida é importante ter controle do grau de porosidade dos materiais cerâmicos. (KINGERY,1975).

Segundo Kingery (1975), A diferença de energia livre ou potencial químico entre a área de contato e a superfície da partícula proporciona a força motriz que causa a diferença do material pelos meios mais rápidos possíveis. Se a pressão de vapor é baixa, a transferência de material pode ocorrer mais prontamente por processos de estado sólido. Além do processo de transporte a vapor, a matéria pode ser transportada através da superfície da partícula, do corpo da partícula ou do contorno de grão formado entre as partículas, por meio de difusão superficial, de contorno de grão ou volumétrica.

3.2 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Em qualquer área do conhecimento são realizadas pesquisas para entender o comportamento de maneira mais lógica, seja de processos industriais ou laboratoriais. Com a preocupação cada vez maior com a economia de gastos é preciso planejamento prévio e durante a fabricação de determinado bem ou execução de algum processo, controlando variáveis importantes envolvidas no estudo de maneira que suas análises possam mostrar resultados gráficos otimizando o processo, auxiliando assim na identificação da influência de cada variável testada na execução. (Fonte: CALADO, V., MONTGOMERY, D., 2003)

Esses cuidados podem gerar benefícios, tais como:

- a) Redução da variação do processo e melhor concordância entre os valores nominais obtidos e os valores pretendidos;
- b) Redução do tempo do processo;
- c) Redução do custo operacional e
- d) Melhoria no rendimento do processo.

Algumas aplicações típicas do planejamento de experimentos são:

- a) Avaliação e comparação de configurações básicas de projeto;
- b) Avaliação de diferentes materiais;
- c) Seleção de parâmetros de projeto;
- d) Determinação de parâmetros de projeto que melhorem o desempenho de produtos.

Replicação, aleatoriedade e blocagem, são os três princípios básicos de um planejamento experimental. A repetição de um experimento tem papel fundamental, pois permite a descoberta do erro experimental. Além de que se um dado experimento possui réplicas neste poderá ser calculada a média de determinado fator que será utilizada para análise, gerando uma resposta mais próxima da realidade do processo (CALADO, V., MONTGOMERY, D., 2003).

Ao realizar um experimento as variáveis contidas neste devem estar distribuídas de modo aleatório para garantir a dispersão equânime de todos os fatores não considerados, fazendo com que assim não manipulemos a execução.

A blocagem é uma técnica que permite tratar duas análises do mesmo material cada uma como um bloco, levando em consideração condições diferentes de execução ou até

mesmo pessoas diferentes comandando o experimento, evitando assim a não homogeneidade dos dados ou diferenças muito bruscas entre sí. (MONTGOMERY, 1991).

As experiências devem ser realizadas sequencialmente. A primeira, chamada: *experimento exploratório ou de peneiramento (screen experiment)*, é usada para determinar que variáveis sejam importantes (variáveis críticas). As experiências subsequentes são usadas para definir os níveis das variáveis críticas identificadas anteriormente, que resultam em um melhor desempenho do processo. (CALADO, V., MONTGOMERY, 2003).

Em resumo, o objetivo é obter um modelo matemático apropriado com o mínimo possível de experimentos realizados. O planejamento experimental permite eficiência e economia no processo experimental e o uso de métodos estatísticos na análise dos dados obtidos resulta em objetividade científica nas conclusões. (MONTGOMERY, 1991)

3.3 MISTURA

A metodologia da superfície de resposta consiste em uma combinação de técnicas de planejamentos de experimentos seguidos de fundamentos básicos para análise de regressão e métodos de otimização. É de grande importância e aplicabilidade nas pesquisas industriais particularmente em situações em que varias variável influenciam potencialmente no desempenho ou qualidade de um processo ou produto. (CALADO, V., MONTGOMERY, D., 2003).

Para toda a mistura, toda a variação que haja nos componentes, espera-se uma variação proporcional na resposta. Dito isso, para que seja feito um experimento do tipo mistura é necessário obedecer à equação:

$$\sum_{i=1}^q x_i = 1 = 100\%$$

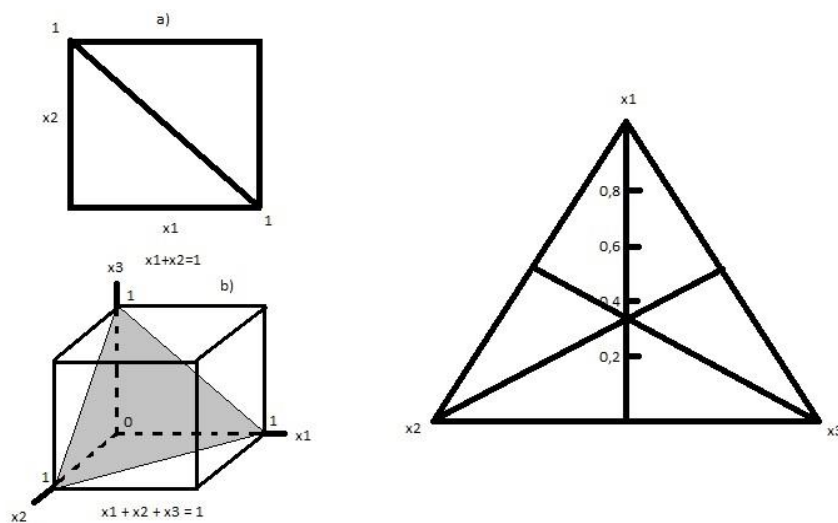
As propriedades de uma mistura são determinadas pelas proporções de seus ingredientes. Para especificar a composição da mistura, precisamos fixar as proporções de q-1 componentes. Sendo q o número de componentes (ou fatores) na mistura. O modelo matemático escolhido define qual é o planejamento mais adequado. (MONTGOMERY, 1991)

Os modelos matemáticos são do tipo:

- Linear;
- Quadrático;
- Cubico especial;
- Cubico completo.

O modelo utilizado foi o linear. E Graficamente, essa equação está representada, para o caso de 2 e 3 componentes. Percebe-se que para 2 componentes, a linha central contém todas as combinações dos valores de x_1 e x_2 . Com 3 componentes, o espaço de mistura é um triângulo, com os correspondentes às misturas binárias. (MONTGOMERY, 1991)

Figura 1 - Representação gráfica da equação (1) para 2 e 3 componentes.



Fonte: CALADO, V., MONTGOMERY, D., 2003.

O tipo de planejamento utilizado foi:

- a) *Simplex-lattice*: $m + 1$ proporções, igualmente espaçadas, são testadas para cada fator ou componente no modelo. Os níveis dos fatores são obtidos através de: $X_i = 0, 1/m, 2/m, \dots, 1$ $i = 1, 2, \dots, q$.

- b) *Simplex-centroide*: existem $2(q-1)$ pontos que correspondem a q permutações de $(1,0,0,\dots,0)$, a q permutações de $(1/3, 1/3, 1/3, 0, 0,\dots, 0)$ e ao centroide global $(1/q, 1/q, 1/q,\dots, 1/q)$. Para $q=3$, tem-se:

Tabela 1: Ex.: $q = 3$ e $m = 2$, $x_i = 0, 1/2, 1, 1/3, 2/3, 1/6$

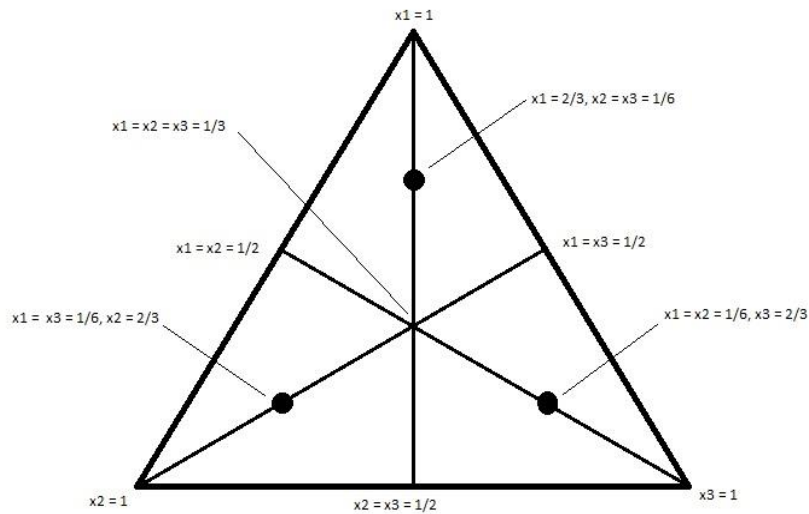
1	0	0
0	1	0
0	0	1
0,5	0,5	0
0	0,5	0,5
0,5	0	0,5
1/3	1/3	1/3
2/3	1/6	1/6
1/6	2/3	1/6
1/6	1/6	2/3

Fonte: CALADO, V., MONTGOMERY, D., 2003.

A Figura 3 mostra a reprodução da Tabela 1 em plano triangular representando as misturas.

Na figura 4 mostra os pontos interiores para o planejamento de misturas, dentro de um digrama ternário.

Figura 2 - Pontos interiores para o planejamento de misturas, com $q = 3$ e $m = 2$.



Fonte: CALADO, V., MONTGOMERY, D. 2003.

O diagrama ternário mostra nas extremidades a composição máxima dos três componentes da mistura, na parte interior ou no contorno da região experimental do triângulo, segundo a divisão da mesma, em geral o número de pontos é dado por essa equação:

$$N = \frac{(q + m - 1)!}{m! (q - 1)!}$$

O planejamento *simplex-lattice* permite a obtenção de modelos cúbicos completos. Neste trabalho foi utilizado o modelo *de simplex-lattice* em *standard order*, onde foi feita tabela de repetição em ordem. (MONTGOMERY, 1991)

3.3.1 Misturas com três componentes

Para o caso com 3 componentes ($p=3$), o espaço de mistura é um triângulo em que os vértices correspondem às misturas puras (misturas que são 100%) de um único componente). (MONTGOMERY, 1991)

É possível obter modelos de misturas de três componentes (ou misturas ternárias) ampliando os modelos que usamos para misturas binárias. O modelo linear é dado por:

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$$

Com a restrição $x_1 + x_2 + x_3 = 1$.

Substituindo o termo b_0 por $b_0(x_1 + x_2 + x_3)$ e agrupando os termos em x_i , obtém-se:

$$\hat{y} = b^*_1x_1 + b^*_2x_2 + b^*_3x_3,$$

Sendo $b^*_i = b_0 + b_i$, para $i = 1, 2$ e 3 a Figura 3 mostra a superfície de resposta para o modelo linear e a Figura X para o modelo quadrático.

Quando $x_i = 1$ a resposta de y_i será igual ao coeficiente b^*_i . Por exemplo, quando $(x_1, x_2, x_3) = (1, 0, 0)$ têm-se $y_1 = b^*_1$. Da mesma forma é possível obter estimativas mais precisas utilizando respostas médias de ensaios repetidos.

Caso o modelo linear não se mostre satisfatório, faz-se necessário à tentativa de ajuste de um modelo quadrático, ou outro modelo. Para misturas de três componentes, a expressão geral do modelo quadrático contém dez termos:

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$$

Substituindo as relações $1_x b_0 = (x_1 + x_2 + x_3)_x b_0$ e $b_{11}x_1^2 = b_{11}x_1(1-x_2-x_3)$, além de expressões análogas para $b_{22}x_2^2$ e $b_{33}x_3^2$, têm-se:

$$\hat{y} = b_0(x_1 + x_2 + x_3) + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1(1-x_2-x_3) + b_{22}x_2(1-x_1-x_3) + b_{33}x_3(1-x_1-x_2) + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$$

Agrupando os termos, obtêm-se finalmente:

$$\hat{y} = b^*_1x_1 + b^*_2x_2 + b^*_3x_3 + b^*_{12}x_1x_2 + b^*_{13}x_1x_3 + b^*_{23}x_2x_3,$$

Onde $b^*_i = b_0 + b_i + b_{ii}$ e $b^*_{ij} = b_{ij} - b_{ii} - b_{jj}$, com $i \neq j$.

Os dez coeficientes da equação anterior ficaram reduzidos a seis. Sendo assim para determinação de valores é necessário à realização de no mínimo seis ensaios distintos para o modelo quadrático. (CALADO, V., MONTGOMERY, 2003)

A análise dos dados utilizando o modelo cúbico especial que acrescentaria apenas mais um termo na equação do modelo quadrático, ficando desta forma:

$$\hat{y} = b^*_1x_1 + b^*_2x_2 + b^*_3x_3 + b^*_{12}x_1x_2 + b^*_{13}x_1x_3 + b^*_{23}x_2x_3 + b^*_{123}x_1x_2x_3.$$

MATERIAIS E MÉTODOS

3.4 MATÉRIAS PRIMAS

Para obter as misturas necessárias foram utilizadas, as matérias primas *in natura*:

3.4.1 Argila

Foi utilizada a Argila devido a sua melhor plasticidade, e foi encontrada no laboratório de cerâmica da universidade federal do Sul e Sudeste do Pará.

3.4.2 Filito

É um material que ocorre em abundância em diversas áreas geológica, e por ser um material fácil de pulverizar, fornecendo um pó de granulometria fina foi utilizado no presente trabalho.

3.4.3 Refratário dolomítico post-mortem (RDPM)

O RDPM foi utilizado, na incorporação em mistura cerâmica, como uma alternativa para seu reaproveitamento, cedido pela siderúrgica de Marabá.

3.5 EQUIPAMENTOS E VIDRARIAS

- 1 Peneiras de 100 μm (micrometro);

- 1 Pincel;
- 1 Balança com precisão;
- 1 Estufa;
- 1 Bandeja de alumínio;
- 1 Espátula;
- 1 Prensa hidráulica manual;
- 1 Máquina universal de ensaios;
- 1 Forno mufla MARCONI, modelo MA 385/3;
- 1 Forno INTI FE-1500.

3.6 METODOS EXPERIMENTAIS

Foram utilizadas três matérias primas: o Refratário dolomítico, Argila e Filito, foram definidos que para otimizar a potencial mistura, mais adequada, seriam adotados os critérios referentes a mistura de materiais, fazendo-se análises estatísticas com base no método *simplex-lattice*. Um projeto *simplex-lattice*, aumentada com pontos interiores, foi usada para definir as misturas de matérias-primas a serem investigadas. As misturas com as composições selecionadas para obter resultados precisos de acordo com os testes físicos realizados nas formulações.

Para adequação granulométrica das matérias primas foi feito um peneiramento de todo o material utilizado em peneiras com telas de 150 micrômetros (100 Mesh/ Tyler). Após o peneiramento deu-se início a preparação das formulações referente ao planejamento experimental adotado obedecendo às proporções de acordo com a Tabela 1.

A tabela 2 mostra a composição da matéria prima, de acordo com a mistura.

ARGILA	FILITO	REJEITO
1,000000	0,000000	0,000000
0,000000	1,000000	0,000000
0,000000	0,000000	1,000000
0,500000	0,500000	0,000000
0,500000	0,000000	0,500000
0,000000	0,500000	0,500000
0,666667	0,166667	0,166667
0,166667	0,666667	0,166667
0,166667	0,166667	0,666667
0,333333	0,333333	0,333333

Fonte: Autor (2017).

Foram feitas 10 formulações diferentes com 4 corpos de prova para cada uma. Sendo feita mais 3 repetições.

Foram preenchidos quatro recipientes com 13g de material cada, referente à confecção de 4 barras cerâmicas. De acordo com a necessidade de cada formulação cada frasco teve suas quantidades de materiais devidamente aferidas em balança digital.

A confecção dos corpos de prova se deu por meio da utilização de matriz de 20 mm (largura) x 60 mm (comprimento), com a utilização de óleo para lubrificação, e prensa hidráulica manual de 15 toneladas de capacidade, porém foram utilizadas apenas 3 toneladas para prensar os corpos de prova.

Cada corpo passou 24 horas em estufa a 100°C para secagem, pois ainda seriam sinterizados e para evitar a quebra dos corpos optou-se pela secagem para que durante a sinterização a umidade não rompesse as barrinha de cerâmica.

Terminando o prazo de secagem realizou-se a calcinação dos corpos, etapa responsável por eliminar a matéria orgânica residual com a temperatura de 300°C por duas horas em forno tipo Mufla, após a calcinação foi levado ao forno em temperaturas diferentes (900°C, 1000°C e 1100°C) para a sinterização do material no laboratório de materiais cerâmicos.

Foi realizada no forno mufla da marca MARCONI, modelo MA 385/3 com capacidade até 1100° C, a figura 6 mostra o forno e na figura 5 estão às peças calcinadas.

Figura 3 - Formulação (F1-F10) depois de calcinada a 300° C.



Fonte: Autor (2017).

Foi realizada no forno mufla da marca MARCONI, modelo MA 385/3 com capacidade até 1100° C e no Forno INTI, FE- 1500. Mostrado na figura 6.

Figura 4 – Forno INTI FE-1500



Fonte: Autor (2017).

Na figura 7 mostra as formulações à temperatura de 1000°C , após a sinterização.

Figura 5 - Formulações(F11-F20) sinterizados a 1000°C .

Fonte: Autor (2017).

Após sinterização e resfriamento natural dos corpos de prova foi realizado o Teste de Flexão (Resistência mecânica) e com estes resultados foi possível montar um banco de dados para usar no Software e obter os resultados gerados pela análise estatística do programa. Na figura 8 mostra a composição sendo embalada para evitar a sua deteriorização.

Figura 6 - Formulações (F21- F30) após calcinação e sinterização coberta com papel alumínio.

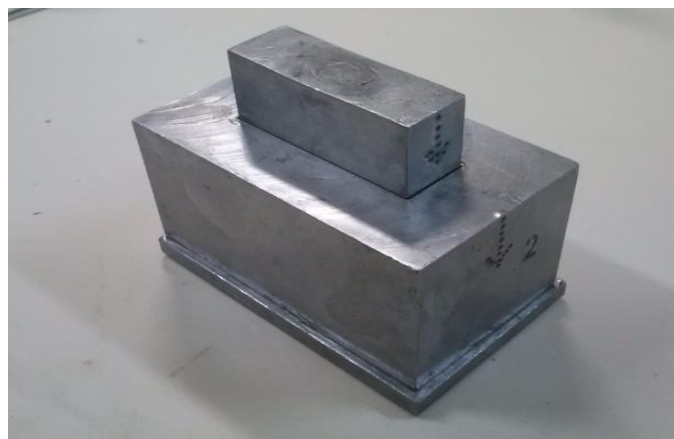


Fonte: Autor (2017).

Foi utilizada uma prensa manual da Univerdade Federal do Sul e Sudeste do Pará e até mesmo a quebra instantânea depois de retirada cuidadosa da matriz. A figura 9.

Após a retirada da calcinação do material houve a necessidade de embrulhar as matérias primas em papel filme e alumínio, todas as etapas foram realizadas no Laboratório de Materiais Cerâmicos da UNIFESSPA.

Figura 7 - Matriz utilizada na confecção dos corpos de prova.



Fonte: Autor (2017).

3.6.1 Caracterização mecânica

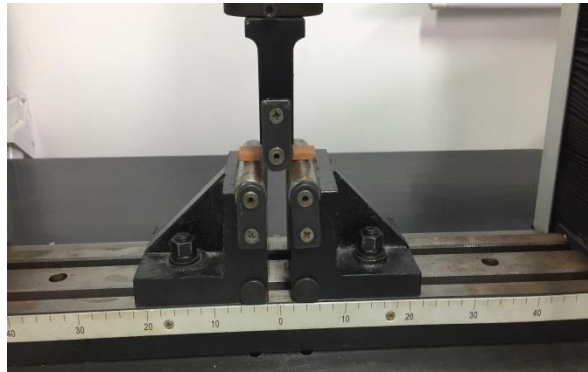
O ensaio de flexão foi realizado no laboratório de ensaios mecânicos e metalografia da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pará (LEMMFEM/UFPA) na cidade de Tucuruí-PA. Foram selecionados os corpos de prova um para cada ensaio distinto e colocados na máquina de ensaios universal, após isso foi apoiado para acontecer à descida da máquina na força axial de flexão, como mostram as figuras 10 e 11. Em seguida, os parâmetros iniciais foram ajustados na máquina, então foi acionada através do software e deu-se início ao ensaio de flexão, até obter-se a ruptura do material.

Figura 8 - Máquina Universal de Ensaios.



Fonte: Autor (2017).

Figura 9 - Ensaio de Flexão.



Fonte: Autor (2017).

Este procedimento foi realizado para os 120 corpos de prova os resultados foram obtidos pelo software e depois analisados. Na figura 12 estão os corpos de Provas rompidos e na tabela 3 os valores estimados em MPa.

Figura 10 - Corpos de Provas, após o ensaio de Flexão.



Fonte: Autor (2017).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A análise estatística resultante envolve a montagem de equações matemáticas para os resultados experimentais (isto é, por exemplo: absorção de água, retração linear de queima e

módulo de ruptura entre outros) para obter a superfície de resposta inteira, e validação do modelo através de uma análise de variância.

Foi possível alcançar informações no formato de tabelas e gráficos sobre os dados inseridos, com o objetivo de obter as quantidades adequadas para uma mistura que aprove a otimização do parâmetro analisado (Resistência Mecânica), ainda que para isso seja necessário limitar o intervalo de análise destes dados experimentais a fim de melhorar o percentual da função desejabilidade.

Tendo uma adequada análise de dados, foram feitos quatro corpos de prova, pois quanto mais repetições são feitas da mesma formulação maior será a precisão de análise do programa.

Cada formulação apresentou valores diferentes nos testes físicos feitos em laboratório, conforme a Tabela 3:

Tabela 2 - Tabela de valores das resistências mecânicas a temperaturas variadas.

	ARGILA	FILITO	RDPM	RM (900° C)	RM (1000° C)	RM (1100° C)
1	1,000000	0,000000	0,000000	1,14	0,74	1,69
1	0,000000	1,000000	0,000000	0,31	0,38	1,51
1	0,000000	0,000000	1,000000	0	0	0
1	0,500000	0,500000	0,000000	1,79	2,19	1,43
1	0,500000	0,000000	0,500000	0,2	0,17	0,69
1	0,000000	0,500000	0,500000	0,18	0,09	1,05
1	0,666667	0,166667	0,166667	0,63	1,19	0,36
1	0,166667	0,666667	0,166667	0,56	0,66	2,08
1	0,166667	0,166667	0,666667	0,09	0,11	2,44
1	0,333333	0,333333	0,333333	0,26	0,25	0,81
2	1,000000	0,000000	0,000000	1,07	0,78	2,09
2	0,000000	1,000000	0,000000	1,15	1,21	2,99
2	0,000000	0,000000	1,000000	0	0	0
2	0,500000	0,500000	0,000000	0,53	1,98	2,13
2	0,500000	0,000000	0,500000	0,14	0,13	0,48
2	0,000000	0,500000	0,500000	0,35	0,34	0,9
2	0,666667	0,166667	0,166667	1,1	0,75	0,35
2	0,166667	0,666667	0,166667	0,34	0,53	2,37
2	0,166667	0,166667	0,666667	0,04	0,13	1,56
2	0,333333	0,333333	0,333333	0,4	0,2	1,1
3	1,000000	0,000000	0,000000	1,39	0,8	1,33
3	0,000000	1,000000	0,000000	1,01	1,57	1,29
3	0,000000	0,000000	1,000000	0	0	0
3	0,500000	0,500000	0,000000	1,18	1,26	1,81
3	0,500000	0,000000	0,500000	0,2	0,37	0,17
3	0,000000	0,500000	0,500000	0,12	0,32	0,93
3	0,666667	0,166667	0,166667	0,81	1,25	0,23
3	0,166667	0,666667	0,166667	0,41	0,74	2,82
3	0,166667	0,166667	0,666667	0,08	0,09	3,48
3	0,333333	0,333333	0,333333	0,25	0,47	0,75
4	1,000000	0,000000	0,000000	1,13	1,36	1,56
4	0,000000	1,000000	0,000000	0,62	1,25	4,01
4	0,000000	0,000000	1,000000	0	0	0
4	0,500000	0,500000	0,000000	0,97	1,17	1,57
4	0,500000	0,000000	0,500000	0,1	1,39	0,52
4	0,000000	0,500000	0,500000	0,09	0,25	1,01
4	0,666667	0,166667	0,166667	1,28	1,08	0,23
4	0,166667	0,666667	0,166667	0,41	0,74	2,42
4	0,166667	0,166667	0,666667	0,06	0,64	1,62
4	0,333333	0,333333	0,333333	0,26	0,33	0,9

Fonte: Autor (2017)

Após isso houve a entrada com os dados no programa, selecionou a opção Statística industrial, a subopção designe experimental e mistura com design de superfície triangular.

Feita a seleção anterior foi definido então o número de fatores, variáveis dependentes (tendo as RM900, RM1000 e RM1100) e variáveis independentes (Argila, Filito e RDPM), assim como optar entre os métodos *simplex-lattice*, onde são levados os pontos interiores do diagrama.

Configuradas as etapas anteriores foi possível obter a janela de análise abaixo onde na aba *Model* deve-se selecionar o modelo que mais se adequa a análise dos dados em questão, que no caso foi o modelo Linear (900° C e 1000° C) e Cúbico (1100° C) por apresentar melhor ajuste de superfície comparado com os outros modelos. Mostrado através dos dados *F*, *P* e *R*². Dado através do software da tabela ANOVA. Onde pode ser padronizado nas figuras 13,14 e 15

Figura 11- Tabela da ANOVA. (RM 900° C)

ANOVA; Var.:RM 900 (TCC) 3 Factor mixture design; Mixture total=1,, 36 Runs (Some terms were excluded from the respective full models)										
Model	SS Effect	df Effect	MS Effect	SS Error	df Error	MS Error	F	p	R-Sqr	R-Sqr Adjusted
Linear	5,790536	2	2,895268	2,423320	33	0,073434	39,42684	0,000000	0,704972	0,687091
Quadratic	1,165537	3	0,388512	1,257783	30	0,041926	9,26660	0,000171	0,846871	0,821349
Special Cubic	0,108326	1	0,108326	1,149457	29	0,039636	2,73300	0,109082	0,860059	0,831105
Cubic	0,131957	2	0,065978	1,017500	27	0,037685	1,75078	0,192781	0,876124	0,839420
Total Adjusted	8,213856	35	0,234682							

Fonte: Autor (2017)

Figura 12 - Tabela da ANOVA. (RM 1000° C)

ANOVA; Var.:RM 1000 (TCC) 3 Factor mixture design; Mixture total=1,, 36 Runs (Some terms were excluded from the respective full models)										
Model	SS Effect	df Effect	MS Effect	SS Error	df Error	MS Error	F	p	R-Sqr	R-Sqr Adjusted
Linear	4,141550	2	2,070775	2,876750	33	0,087174	23,75443	0,000000	0,590107	0,565265
Quadratic	0,246889	3	0,082296	2,629861	30	0,087662	0,93879	0,434174	0,625285	0,562833
Special Cubic	0,059264	1	0,059264	2,570598	29	0,088641	0,66858	0,420214	0,633729	0,557949
Cubic	0,344974	2	0,172487	2,225624	27	0,082431	2,09251	0,142935	0,682883	0,588922
Total Adjusted	7,018300	35	0,200523							

Fonte: Autor (2017)

Figura 13 - Tabela da ANOVA. (RM 1100° C)

ANOVA; Var.:RM 1100 (TCC) 3 Factor mixture design; Mixture total=1,, 36 Runs (Some terms were excluded from the respective full models)										
Model	SS Effect	df Effect	MS Effect	SS Error	df Error	MS Error	F	p	R-Sqr	R-Sqr Adjusted
Linear	13,41204	2	6,706022	21,50296	33	0,651605	10,29155	0,000336	0,384134	0,346809
Quadratic	3,01623	3	1,005411	18,48672	30	0,616224	1,63157	0,202882	0,470522	0,382276
Special Cubic	0,81101	1	0,811012	17,67571	29	0,609507	1,33060	0,258117	0,493750	0,389009
Cubic	12,37239	2	6,186193	5,30333	27	0,196420	31,49480	0,000000	0,848107	0,803102
Total Adjusted	34,91500	35	0,997571							

Fonte: Autor (2017)

4.1 VARIÁVEIS QUE INFLUENCIAVAM NO MODELO

Os modelos de matemático definem o planejamento mais adequado, e as variáveis que influenciam na escolha do modelo, trazendo uma maior confiabilidade.

Segundo Barros (2003), o R^2 é, portanto, uma medida descritiva da qualidade do ajuste obtido. Em geral referimo-nos ao como a quantidade de variabilidade nos dados que é explicada pelo modelo de regressão ajustado. Entretanto, o valor do coeficiente de determinação depende do número de observações, tendendo a crescer quando R^2 diminui.

O R^2 deve ser usado com precaução, pois é sempre possível torná-lo maior pela adição de um número suficiente de termos ao modelo.

4.1.1 Acasos (p)

De um ponto de vista mais prático, podemos afirmar que o valor de p representa a chance ou a probabilidade do efeito (ou da diferença) observada entre os tratamentos/categorias ser devido ao acaso, e não aos fatores que estão sendo estudados.

Como toda probabilidade, o valor de p irá variar entre 0 e 1. Na grande maioria das áreas, admite-se um valor crítico de p menor ou igual a 0,05, ou seja, assume-se como margem de segurança 5% de chances de erro, ou olhando por outro ângulo, 95% de chances de estar certo. (Barros, 2003)

4.1.2 Teste F

Em problemas de regressão linear múltipla, certos testes de hipóteses sobre os parâmetros do modelo são úteis para verificar a "adequabilidade" do modelo.

O teste para significância da regressão é um teste para determinar se há uma relação linear entre a variável resposta Y e algumas das variáveis regressora (X_1, X_2, \dots, X_p). Consideremos as hipóteses. Portanto, o nível de significância considerado. Geralmente adotamos α : 5%. (BARROS, 2003)

Devido a essas variáveis, pode-se concluir que o modelo mais recomendável é devido a esses parâmetros, portanto, na temperatura de 900° C o modelo linear foi escolhido ao invés do quadrático, por apresentar um p baixo, um R^2 e o f alto.

Da mesma forma, foram utilizados os mesmos critérios pra escolher os modelos das outras temperaturas, na temperatura de 1000° C o modelo escolhido foi o linear, enquanto na temperatura de 1100° C o modelo mais adequado foi o Cúbico.

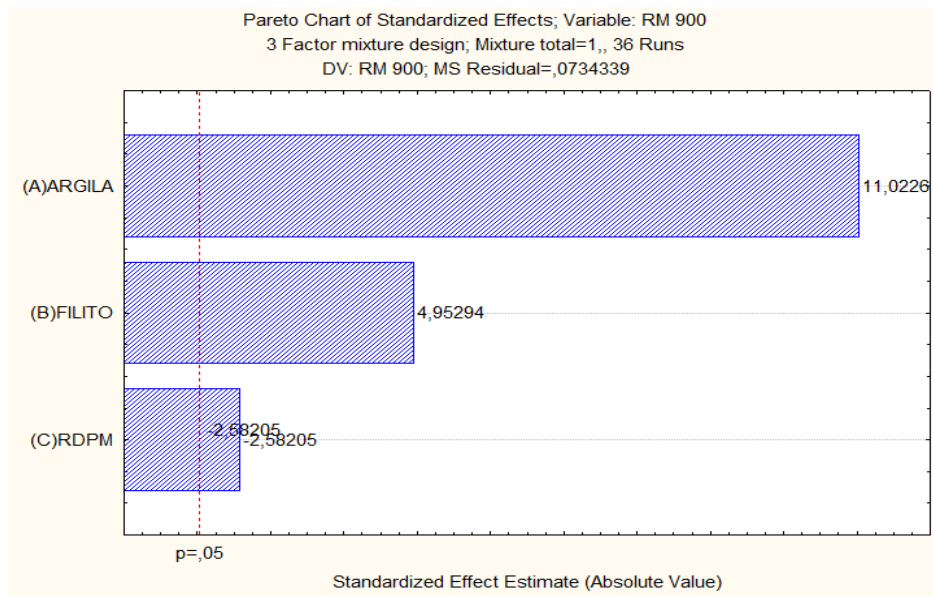
4.1.3 Diagrama de pareto

O Diagrama de Pareto é uma ferramenta da qualidade que foi utilizada pelo italiano Vilfredo Pareto. Um recurso gráfico que mostra a frequência de ocorrências da maior para a menor. Ele permite organizar os principais impactos ou perdas. (VIEIRA, 1999).

De acordo com Vieira (1999) Mostra que a maior parte das perdas referentes a problemas de qualidade vêm da origem de poucos, mas geram importantes problemas, ou seja, um Diagrama de Pareto sua maior utilidade é a de permitir uma fácil visualização e identificação das causas ou problemas mais importantes, possibilitando a concentração de esforços sobre os mesmos e é utilizado para dados qualitativos. As Figuras 16, 17 e 18 exibem os diagramas respectivos para cada resistência mecânica.

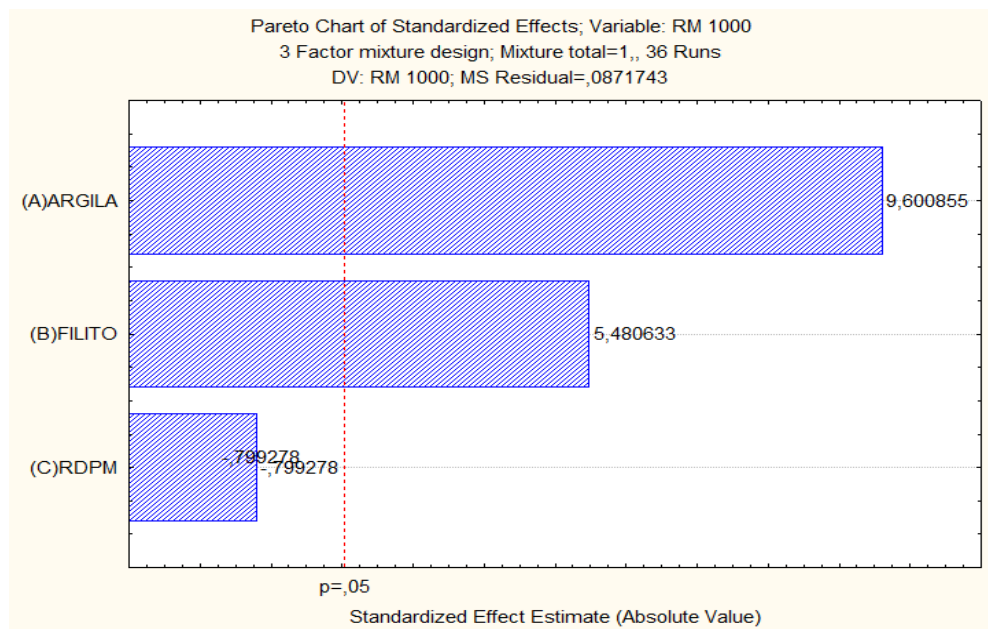
Os gráficos mostram a influência de cada componente e de suas interações, considerando o nível de significância de 5% ($p=0,05$), estabelecendo 95% de confiabilidade no processo. Lembrando que o diagrama de Pareto é baseado na teoria de Pareto que resume a proporção de 80/20, ou seja, 80% dos problemas são gerados por 20% das causas, sendo assim este é um gráfico que está diretamente ligado com a otimização de processos.

Figura 14 - Diagrama de Pareto (RM 900° C).



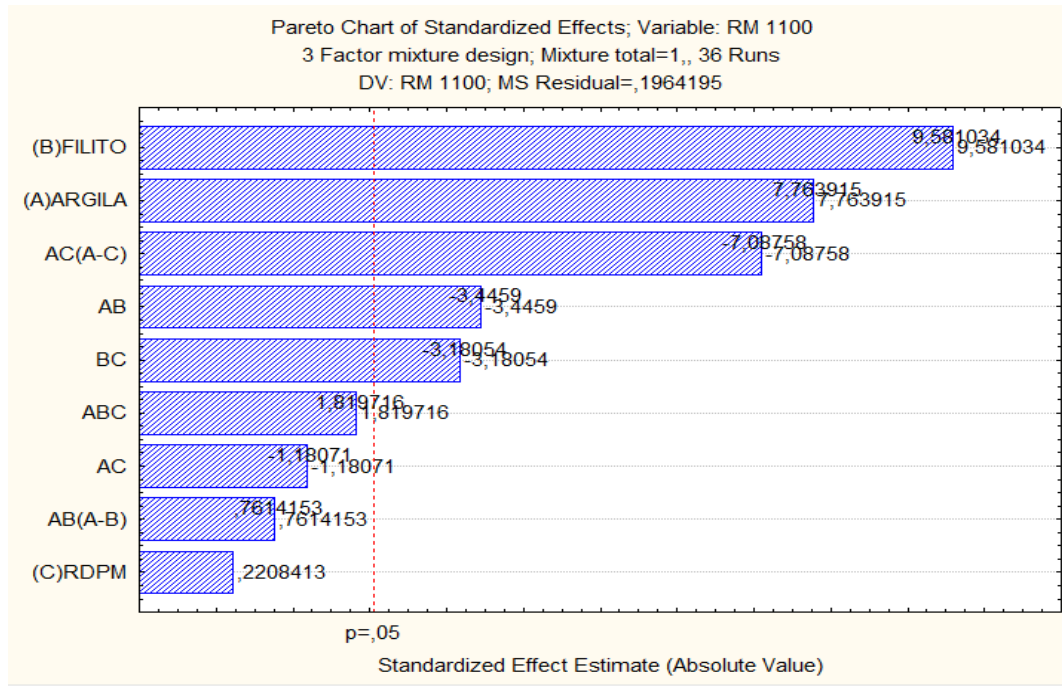
Fonte: Autor (2017)

Figura 15 - Diagrama de Pareto (RM 1000° C).



Fonte: Autor (2017).

Figura 16 - Diagrama de Pareto (RM 1100° C).



Fonte: Autor (2017).

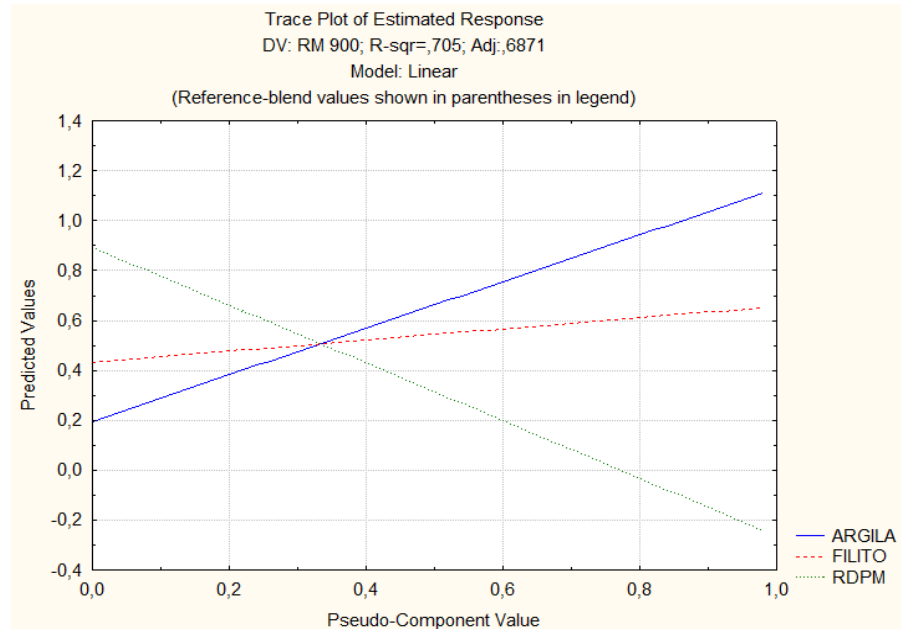
Nos três gráficos, a argila e o filito tiveram influência direta na propriedade mecânica, onde ela influenciou mais nas três temperaturas, na de 900° C e 1000 ° C e na temperatura de 1100° C.

O filito foi a que teve maior influencia sobre a resistência, na temperatura de 1100° C (Figura 14) e isso é devido ao aumento que foi gradativo devido ao Filito nessa temperatura para formar uma fase vítrea mais viscosa que aumenta a resistência do material.

No gráfico 12 a 900° C, o refratário dolomítico teve influencia sobre a propriedade de resistência mecânica, enquanto nas temperaturas de 1000° C e 1100° C, o tijolo refratário não teve tanta significância, ou seja, não influenciou diretamente na resistência mecânica. Porém, a interação do RDPM com a argila e o filito dá uma melhoria na propriedade de resistência.

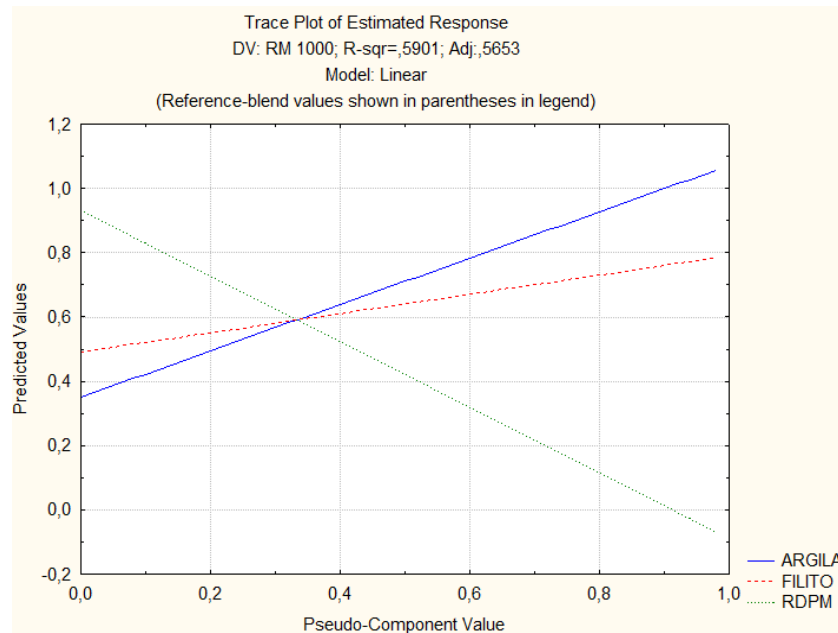
Os próximos gráficos 19, 20 e 21 dão credibilidade aos resultados,

Figura 17 – Valores Preditos a 900° C.



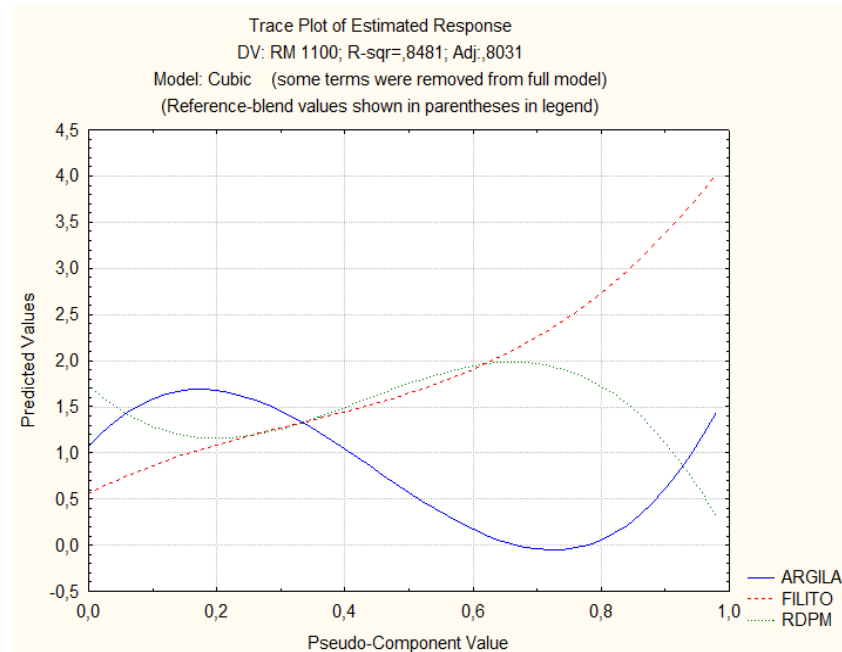
Fonte: Autor (2017).

Figura 18 – Valores preditos de 1000° C.



Fonte: Autor (2017).

Figura 19 - Valores preditos de 1100° C.



Fonte: Autor (2017).

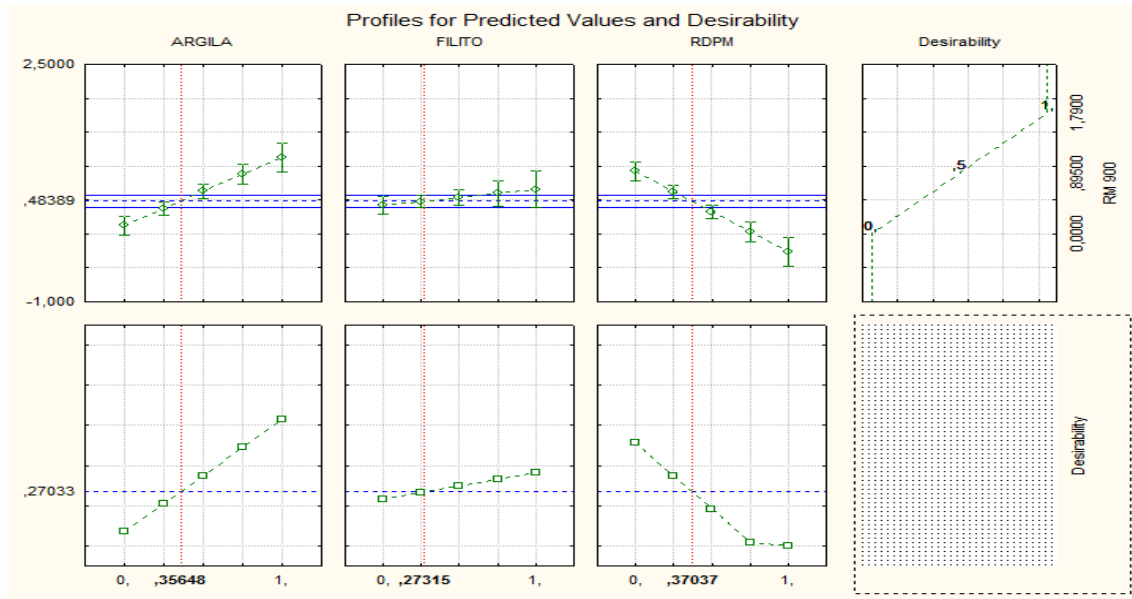
Pode-se perceber nas figuras 19, 20 e 21, que quanto maior a proporção do RDPM, menor a resistência mecânica, que está de acordo com o gráfico de Pareto e o gráficos preditos (figura 12), onde é o material que tem menor influencia na Resistência Mecânica, ou seja, ele pode ser adicionado até certa proporção e se ultrapassado, a resistência tende a diminuir.

4.1.4 Gráfico de desejabilidade

Os perfis de desejabilidade são apresentados e obtidos via função do software Statistica denominada “Perfis para Valores Preditos e Desejabilidade” representada no digrama da Função Desejabilidade para a descrição das condições que aperfeiçoam a Mistura, dentro das faixas de valores controlados e estabelecidos nos ensaios experimentais.

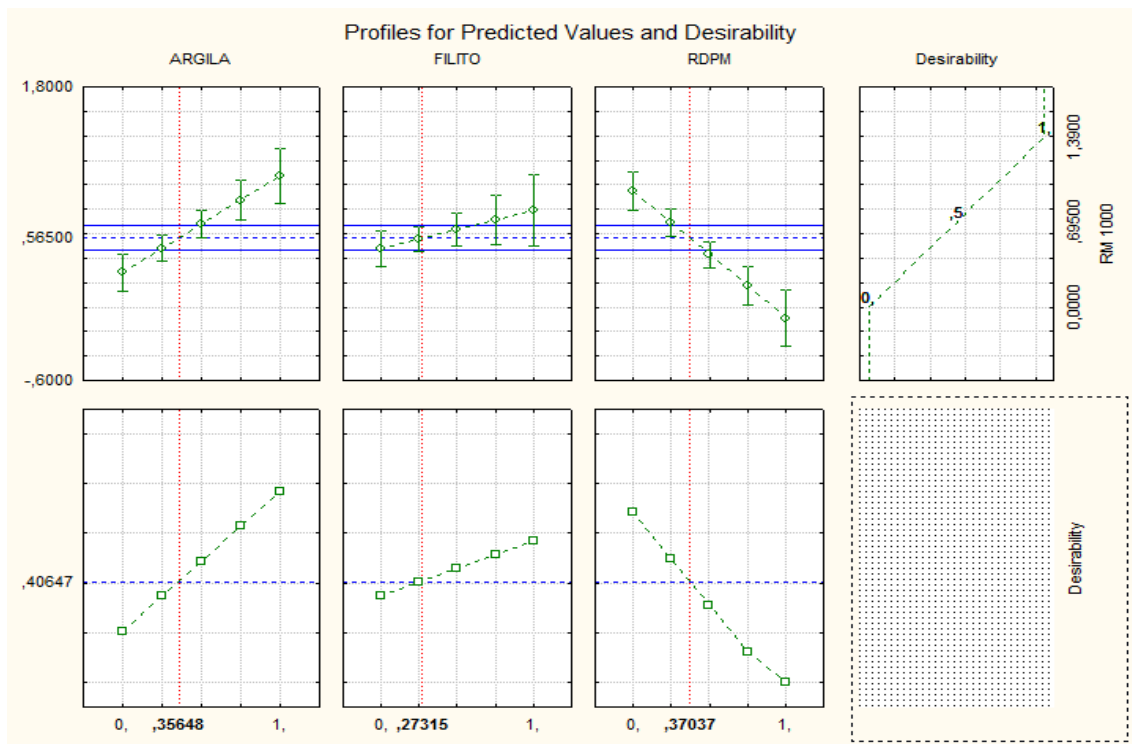
As figuras 22, 23 e 24 mostram dados de desejabilidade ou valores ideais de formulações:

Figura 20 – Gráficos de Desejabilidade 900° C.



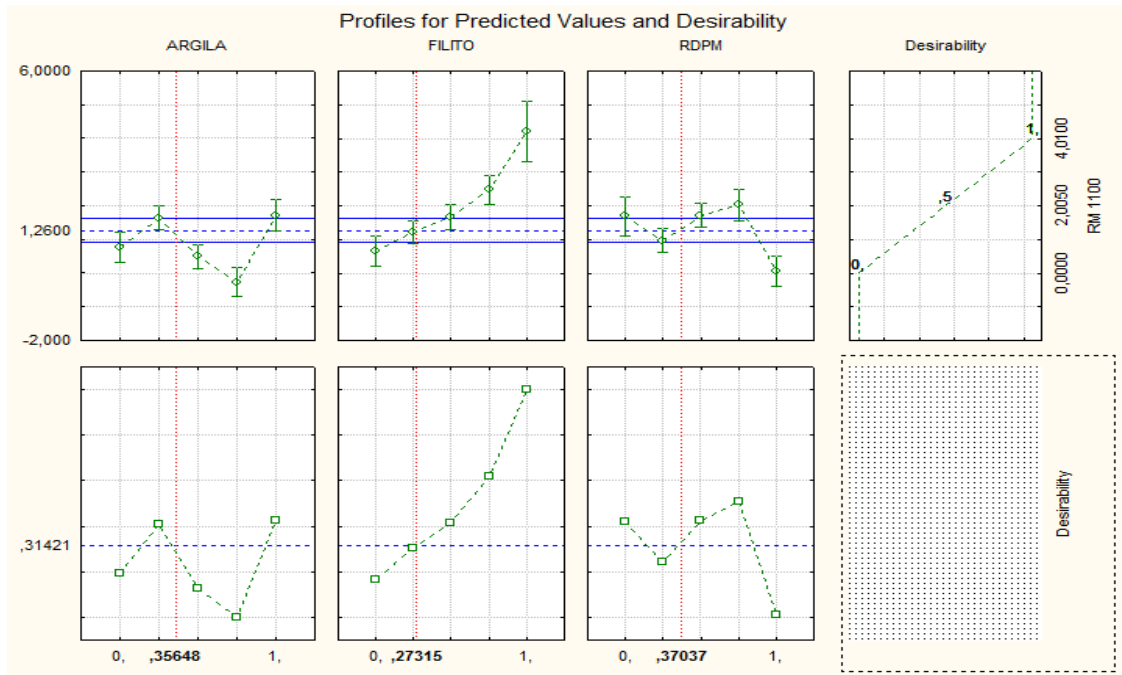
Fonte: Autor (2017).

Figura 21 - Gráficos de Desejabilidade a 1000° C.



Fonte: Autor (2017)

Figura 22 - Gráficos de Desejabilidade a 1100° C.



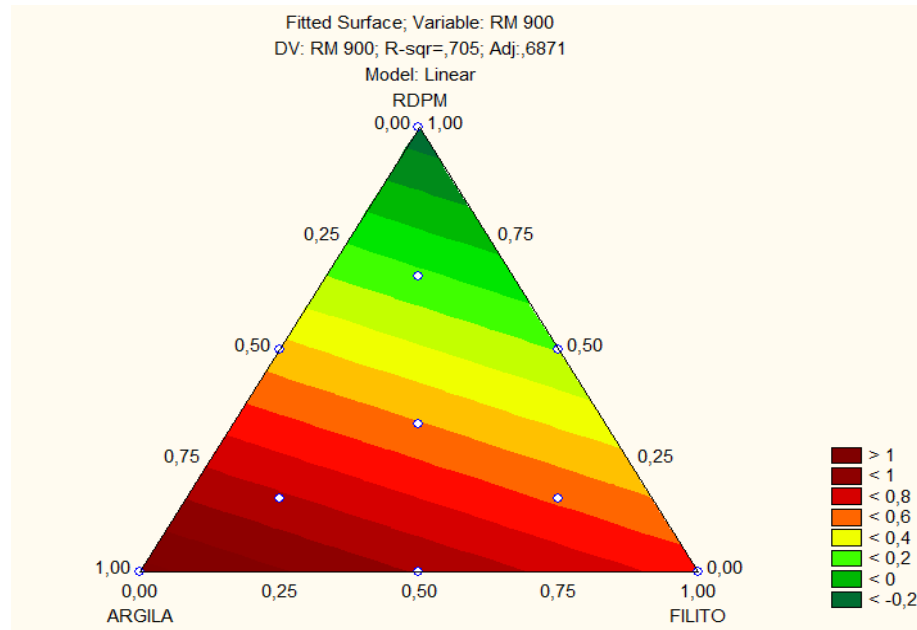
Fonte: Autor (2017).

É de fácil identificação a faixa de desejabilidade, ou de maior preferência da utilização para a propriedade mecânica, seguindo essa face pontilhada, é dada a melhor proporção da mesma.

Com estes perfis se torna possível a estimativa da mistura ideal segundo os parâmetros restringidos para o programa executar a análise, a fim de alcançar um percentual o mais próximo possível de 1 (100%), referente a última linha de perfis, onde são analisadas as curvas em modelo quadrático das três matérias primas: Argila gorda, Filito e rejeito Dolomítico.

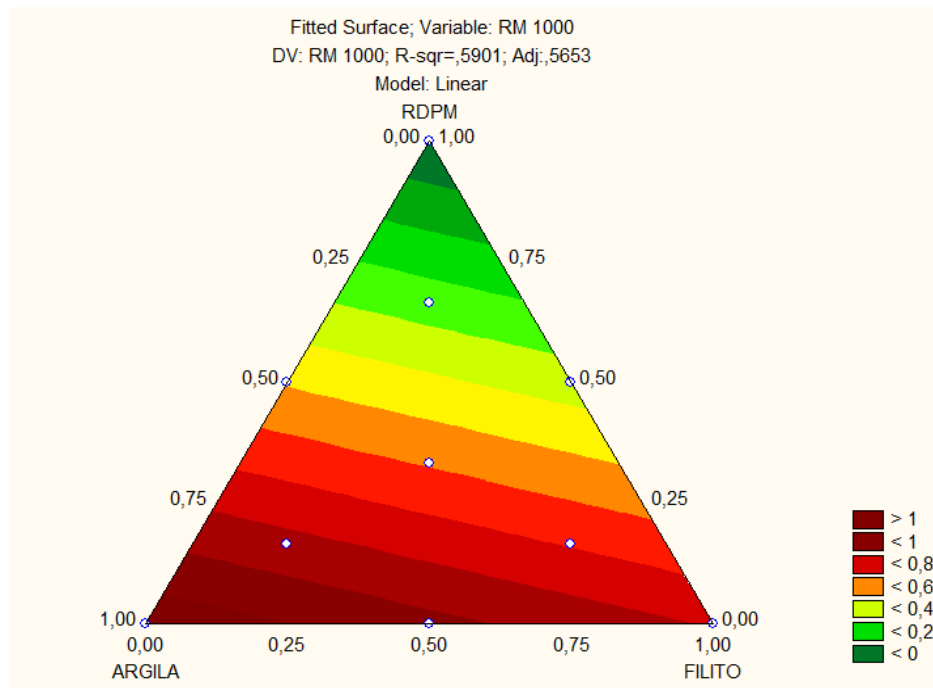
Para a análise de maior confiabilidade é dado pelo diagrama ternário mostrado, confirmando então o gráfico de desejabilidade para a mistura ideal.

Figura 23 - Diagrama ternário das misturas a 900° C



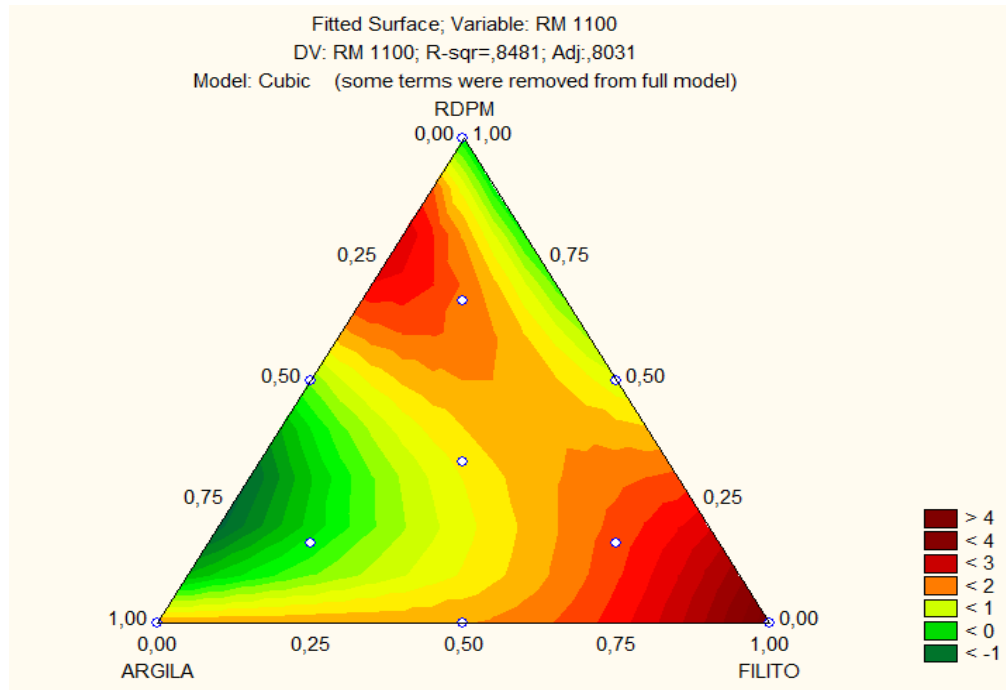
Fonte: Autor (2017).

Figura 24 - Diagrama ternário das misturas a 1000° C.



Fonte: Autor (2017)

Figura 25- -Diagrama ternário das misturas a 1100° C.



Fonte: Autor (2017)

A análise das figuras 25,26 e 27 mostram áreas de influência das matérias primas, onde a parte mais clara não tem grande influencia na propriedade mecânica, a parte mais escura (vermelha) tem maior aplicabilidade para a resistência mecânica.

Sendo assim a mistura ideal para este experimento nas três temperaturas resultou em 35,6% de Argila Gorda, 27,3% de Filito e 37% de Rejeito Dolomítico *post-mortem*. Obedecendo aos limites inferiores e superiores, presentes na ilustração acima, que foi a Resistência Mecânica.

5 CONCLUSÃO

A alta adição de Rejeito de tijolo dolomítico *post-mortem* no processo de confecção de corpos cerâmicos mostrou-se ineficiente para a resistência mecânica. Porém com uma determinada adição do mesmo em pequena escala dará uma contribuição significativa. Esse fato é explicado pelo rejeito ter um comportamento cristalino que em sua reação existe a formação de água, então a calcinação deve ser feita em temperaturas mais elevadas para retirada da mesma.

Além de que o número de repetições contribui muito para uma melhor aceitabilidade dos dados fazendo o processo se tornarem mais confiável, é necessário um maior número. Foi mostrado a formulação ideal às três temperaturas.

Como forma de reduzir o tempo gasto nos processos, constatou que ate certa proporção a resistência mecânica é boa, ou seja, pode-se utilizar o RDPM como parte da mistura para confecção de materiais cerâmicos.

REFERENCIAS

VAN VLACK, L. H. Propriedades dos materiais cerâmicos. Tradução: Cid Silveira e Shiroyuki Oniki. 1ª ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1973.

BARBOSA JR., J. C. Controle da distribuição de tamanho de partículas cerâmicas no processamento de pavimentos gresificados. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Setor de Tecnologia. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 1997.

KINGERY, W. D., BOWEN, H. K. e UHIMANN, D. R. *Introduction to ceramics*. s.l. : Wiley interscience, 1975.

MONTGOMERY, D.C. Design and analysis of experiments. John Wiley and Sons, New York, nd ed., 1991.

CALADO, V. e MONTGOMERY, D. C. Planejamento de experimentos usando o Statistica. E-Papers Serviços Editoriais. Rio de Janeiro, 2003, 260p.

Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimento, números do setor, <http://www.anfacer.com.br/>, acessado em julho de 2008.

YOON, D. H. AND LEE, B. I., Processing of barium titanate tapes with diferente binders for MLCC applications—Part I. Optimization using design of experiments. J. Eur. Ceram. Soc., 2004, 24, 739–752.

KHALFAOUI, A., HAJJAJI, M., KACIM, S. AND BAC, AOUI, A., Evaluation of the simultaneous effects of firing cycle parameters on technological properties and ceramic suitability of a rawclay using the response surface methodology.

J. Assoc. de Ceram. Soc., 2006, 89(5), 1563–1567.

ABDRAKHIMOVA, E. S. AND ABDRAKHIMOV, V. Z., Optimization of the content of light fraction ash in ceramic tile mixtures. Glass Ceram., 2006, 63(3–4), 95–96.

NESTOR C. H. efeito da calcinação e das condições de sinterização na microestrutura e nas propriedades magnéticas das ferritas de Mn-Zn, 2007.

Sinterização <<http://www.aulas.e-agps.info/sinterizacao/SINTERIZACAO.pdf>> acessado em janeiro de 2014.

SILVA, A.G.P.; ALVES JUNIOR, C. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. Cerâmica, v. 44, n. 290, São Paulo, 1998.

VIEIRA, S. Estatística para a Qualidade: como avaliar com precisão a qualidade em produtos e serviços. Rio de Janeiro: Campus, 1999.

Teste f <<http://carloscollares.blogspot.com.br/2012/05/o-que-quer-dizer-o-f-na-analise-de.html>>>>. Acessado em 25 de março de 2017.

BARROS, N. B., SCARMINIO, I. S., BRUNS, R. E., Como fazer experimentos. 2. ed. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2003. 401 p.

B. S. MOREIRA, M. C. FREITAS, A. A. RABELO, W. ACCHAR, R. M. P. B. OLIVEIRA efeito da incorporação de filito e escória de aciaria nas propriedades tecnológicas de cerâmicas estruturais, 2012.

FONSECA, M. G; ET AL. Estudo de matérias primas fundentes. In: Congresso. 2012 Brasileiro de Cerâmica, 43., 1999, Florianópolis. Anais eletrônicos... Florianópolis: UFSCar, 199. Disponível:

<<http://pintassilgo2.ipen.br/biblioteca/cd/cbc/1999/Artigos/443.doc>>. Acesso em: 20 set. 2012.