

# **METODOLOGIA PARA FORMULAÇÃO DE MASSAS APLICADAS EM REVESTIMENTOS CERÂMICOS USANDO PROJETO DE EXPERIMENTOS**

**Jair Silveira**

Universidade Federal da Paraíba / C. T. / D. T. M.  
[jsilveira@lrh.ct.ufpb.br](mailto:jsilveira@lrh.ct.ufpb.br)

**Josinaldo Pereira Leite**

Universidade Federal da Paraíba / C. T. / D. T. M.  
[josinaldo@ct.ufpb.br](mailto:josinaldo@ct.ufpb.br)

**Jorge Herbet Echude**

Universidade Federal da Paraíba / C. T. / D. T. M.  
[echude@netwaybbs.com.br.](mailto:echude@netwaybbs.com.br)

**Resumo.** O presente trabalho tem o objetivo de propor uma metodologia experimental para formulação de massas aplicadas em revestimentos cerâmicos através de técnicas de delineamento de experimentos. O projeto de misturas simplex em pseudocomponentes utilizado permitiu reduzir ao mínimo o número de experimentos. Como fatores de controle, foram considerados os percentuais mássicos de seis matérias-primas: talco, quartzo, calcário, filito, dolomita e argilas. As respostas analisadas foram aquelas que afetam diretamente as qualidades do produto acabado: retração linear, resistência mecânica à flexão e absorção de água. São feitas análises comparativas entre os métodos desenvolvidos da função perda, e minimização/maximização das respostas usando modelos quadráticos.

**Palavras-chave:** Projeto de experimentos. Otimização. Massas Cerâmicas, Revestimentos cerâmicos. Modelagem de misturas.

## **1. INTRODUÇÃO**

Na fabricação de revestimentos cerâmicos, são usadas misturas de matérias-primas provenientes de diversos lugares com características físicas e químicas variáveis. Essas mudanças de matérias primas alteram as qualidades do produto acabado, o que implica na constante reformulação na composição da massa cerâmica através de tentativa e erro por parte de algumas indústrias, consumindo muito tempo, desperdício de material e mão de obra. Vários trabalhos (Bittencourt, 2001; Montgomery, 1991; Benício, 2000 e Cornell, 1981) mostram que o projeto de experimentos para mistura Simplex é uma das opções disponíveis para um estudo sistemático de formulação de massas cerâmicas, possibilitando, inclusive, um bom entendimento das interações que possam existir entre os componentes da mistura.

Este artigo apresenta a otimização de massas para revestimento cerâmico através de dois critérios. No primeiro, desenvolvem-se expressões matemáticas denominadas *função de perda*, as quais permitem selecionar a melhor massa dentre um conjunto elaboradas numa matriz de planejamento. Um outro critério analisa inicialmente as melhores e piores respostas das massas elaboradas, encontrando-se posteriormente através de simulações, os valores que minimizam e maximizam todas as respostas através do desenvolvimento de modelos de regressão linear, onde a expansão do modelo linear para o modelo quadrático aprimora o estudo das respostas. A otimização final é feita através do refinamento do passo anterior, impondo restrições às características de qualidade procuradas. Ambos os critérios levam em consideração os tipos de características de qualidades desejadas, respeitando os interesses dos tipos “maior é melhor” e “menor é melhor”.

## 2. O PROJETO EXPERIMENTAL

A matriz de planejamento foi elaborada tomando como referência uma massa cerâmica produzida em uma indústria local, com composição de 10% de talco, 4% de quartzo, 3% de calcário, 14% de filito, 5% de dolomita e 64% de argila, tendo como respostas: 2,3% de retração linear, 172 kgf/cm<sup>2</sup> de resistência à flexão e 14,7% de absorção de água. Essas respostas foram aperfeiçoadas através de um processo de otimização, que foi desenvolvido nas seguintes etapas: (1) Identificação do problema, onde foram definidos os objetivos do estudo e as características de qualidade de interesse do cliente e da produção, com seus valores-alvo, importância relativas e limites de tolerância, (2) Planejamento e execução de experimentos, onde foram planejados e analisados os experimentos segundo os princípios do DOE-Design Of Experiments, tendo como fatores controláveis as matérias-primas. (3) Otimização e discussão dos resultados, onde foram desenvolvidas modelagens através de regressão linear, das respostas em função dos fatores de controle, otimizando a massa cerâmica através dos critérios de função perda e minimização e maximização das piores respostas, com restrições.

A transformação para pseudocomponentes, resultante da aplicação da equação 1, dá os valores contidos na Tabela 1, na coluna “níveis codificados”.

$$X'_i = \frac{X_i - L_i}{1 - \sum_1^6 L_j} \quad (1)$$

Onde:  $X'_i$  representa o valor em pseudocomponentes i,  $L_i$  é o limite inferior para cada componente i,  $\sum L_i$  é o somatório dos limites inferiores dos componentes, e  $X_i$  é o percentual verdadeiro do componente i.

A Tabela (1) mostra a matriz de planejamento com as 21 massas elaboradas e a massa padrão MP, em termos de formulações reais e em pseudocomponentes.

Tabela 1 - Matriz de planejamento das massas elaboradas.

A: Formulação de massas em %						B: Níveis codificados						A: Formulação de massas em %						B: Níveis codificados							
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>		X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>
M1	18	3	3	12	4	60	1	0	0	0	0	0	M12	8	8	8	12	4	60	0	,5	,5	0	0	0
M2	8	13	3	12	4	60	0	1	0	0	0	0	M13	8	8	3	17	4	60	0	,5	0	,5	0	0
M3	8	3	13	12	4	60	0	0	1	0	0	0	M14	8	8	3	12	9	60	0	,5	0	0	,5	0
M4	8	3	3	22	4	60	0	0	0	1	0	0	M15	8	8	3	12	4	65	0	,5	0	0	0	,5
M5	8	3	3	12	14	60	0	0	0	0	1	0	M16	8	3	8	17	4	60	0	0	,5	,5	0	0
M6	8	3	3	12	4	70	0	0	0	0	0	1	M17	8	3	8	12	9	60	0	0	,5	0	,5	0
M7	13	8	3	12	4	60	,5	,5	0	0	0	0	M18	8	3	8	12	4	65	0	0	,5	0	0	,5
M8	13	3	8	12	4	60	,5	0	,5	0	0	0	M19	8	3	3	17	9	60	0	0	0	,5	,5	0
M9	13	3	3	17	4	60	,5	0	0	,5	0	0	M20	8	3	3	17	4	65	0	0	0	,5	0	,5
M10	13	3	3	12	9	60	,5	0	0	0	,5	0	M21	8	3	3	12	9	65	0	0	0	0	,5	,5
M11	13	3	3	12	4	65	,5	0	0	0	0	,5	M P	10	4	3	14	5	64	,2	,1	0	,2	,1	,4

Convenção: X<sub>1</sub>: Talco, X<sub>2</sub>:Quartzo X<sub>3</sub>: Calcário, X<sub>4</sub>:Filito, X<sub>5</sub>:Dolomita X<sub>6</sub>:Argilas

### 3. OTIMIZAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.

A Tabela (2) mostra a modelagem individual das respostas para o modelo quadrático, onde os coeficientes de determinação R<sup>2</sup> avaliam a representatividade das equações das regressões obtidas. Percebem-se os efeitos das interações das matérias primas. Constatou-se que os modelos quadráticos foram superiores aos modelos lineares através das análises de variância.

Tabela 2 - Modelos de regressão obtidos para as respostas Y<sub>i</sub>

Variável de Resposta (Y <sub>i</sub> )	R <sup>2</sup>	Modelo quadrático
Retração Linear. (Y <sub>1</sub> )	97%	$Y_1 = 3,26X_1 + 2,42X_2 + 1,1X_3 + 3,23X_4 + 1,48X_5 + 3,07X_6 - 1,79X_1X_3 - 1,03X_1X_5 - 1,92X_2X_3 - 1,88X_2X_4 - 1,42X_2X_6 - 2,32X_3X_4 + 2,01X_3X_5 - 1,87X_3X_6 - 2,48X_4X_5 + 1,16X_4X_6.$
Resistência à flexão. (Y <sub>2</sub> )	76%	$Y_2 = 147X_1 + 136X_2 + 135X_3 + 167X_4 + 116X_5 + 165X_6 + 142X_1X_4 + 101X_1X_5 + 116X_1X_6 - 169X_2X_3 + 114X_3X_5 + 96X_4X_5 + 96X_4X_6 + 119X_5X_6.$
Absorção de água (Y <sub>3</sub> )	94,3%	$Y_3 = 13,12X_1 + 17,35X_2 + 20,65X_3 + 15,85X_4 + 22,27X_5 + 15,5X_6 - 5,15X_1X_2 - 4,0X_1X_5 + 6,6X_2X_3 - 3,9X_2X_4 - 13,65X_2X_5 - 7,2X_2X_6 - 10,75X_4X_5 - 5,20X_4X_6.$

Essas equações mostram, por exemplo, que o quartzo quando associado ao calcário reduz a retração linear e a resistência à flexão simultaneamente (- 1,92 X<sub>2</sub>X<sub>3</sub> e -169X<sub>2</sub>X<sub>3</sub>). Na linha de produção o que se procura é o mínimo de retração linear, porém com o aumento da resistência à flexão. Havendo conflito, é necessário, portanto, encontrar uma solução conciliatória. Surge daí a necessidade de um estudo que conduza a otimização simultânea das respostas de interesse. Assunto que será explorado a seguir.

#### 3.1) Otimização da massa cerâmica

A metodologia experimental foi realizada, segundo dois critérios:

- 1) Função perda de qualidade.
- 2) Otimização através da simulação das melhores e piores respostas.

## 1) Função perda de qualidade

Partindo do princípio da função de perda desenvolvida por Taguchi, (Moura, 1999) e adaptando-a para o presente estudo, deduz-se expressões que representam o somatório das perdas das respostas encontradas, de forma que as menores perdas conduzam a otimização das melhores respostas, e consequentemente a melhor formulação de massa, selecionando-se, portanto, a massa que teve melhor desempenho dentre aquelas apresentadas na matriz de planejamento (tabela 1).

A Equação (1) representa a evolução no cálculo de perdas de qualidade para misturas cerâmicas, quando a resposta é do tipo “quanto menor é melhor”, exemplo: retração linear.

$$\check{Z}(i) = \sum_{j=1}^J [ 1 / (LS - LI)^2 \times (I.R) \times [ (Y_j - LI)^2 ] ] \quad (1)$$

Onde: LI = Limite Inferior = VA: é o valor que seria ideal, (menor é melhor).

LS= Limite superior, é a pior resposta encontrada.

$Y_j$  = Resposta encontrada para determinada massa  $M_i$

De maneira análoga ao desenvolvimento da Eq.(1), a equação da função de perda, para o caso “maior é melhor” é então:

$$\check{Z}(i) = \sum_{j=1}^J [ 1 / ( LS - LI )^2 \times (IR) \times [ ( LS - Y_j )^2 ] ] \quad (2)$$

Onde: LS=Límite Superior = VA: é o valor que seria ideal, (maior é melhor).

LI = Limite Inferior, é a pior resposta encontrada.

$Y_j$  = Resposta encontrada para determinada massa  $M_i$

I.R: é a importância relativa (peso) das respostas entre si. São atribuídos a cada uma das características de qualidades de acordo com a experiência dos engenheiros da indústria. Caten e al (1998), mostram valores da importância relativa para as respostas de distribuição granulométrica; resíduo densidade e viscosidade da barbotina. Esses valores são teóricos, que podem sofrer alterações de acordo com as prioridades das respostas desejadas.

A Tabela (3) a seguir mostra os resultados da perda de qualidade das massas.

Tabela 3. Quadro resumo das Perdas de Qualidade das massas.

Massa	Perda Z R.L.	Perda Z A.A.	Perda Z R.F	Perda Z TOTAL	Massa	Perda Z R.L.	Perda Z A.A.	Perda Z R.F	Perda Z TOTAL
M1	2,24	0,00	0,68	2,92	M12	0,04	2,83	5,05	7,92
M2	0,82	0,89	1,10	2,81	M13	0,86	0,31	0,47	1,02
M3	0,00	2,83	2,29	5,12	M14	0,18	0,54	1,40	2,12
M4	2,19	0,37	0,47	3,03	M15	1,53	0,11	0,88	2,53
M5	0,08	4,19	3,08	7,35	M16	0,22	1,67	0,41	2,30
M6	1,80	0,28	0,45	2,53	M17	0,20	2,85	0,94	3,99
M7	1,59	0,03	1,90	3,53	M18	0,20	1,23	0,20	1,63
M8	0,25	0,77	0,83	1,85	M19	0,29	0,00	0,29	0,58
M9	2,19	0,04	0,01	2,24	M20	2,77	0,08	0,00	2,85
M10	0,56	0,64	0,43	1,63	M21	0,86	1,29	0,01	2,26
M11	2,09	0,01	0,09	2,19					

Convenção: R.L.: Retração Linear ,

A.A.: Absorção de água

R.L.: Resistência à Flexão)

Maiores Perdas, em ordem crescente:

M19 < M13 < M10 < M18 ..... → M19 é a melhor massa  
(0,58) (1,02) (1,63) (1,63)

A Figura (3) mostra o comportamento das massas com relação às perdas de qualidade.

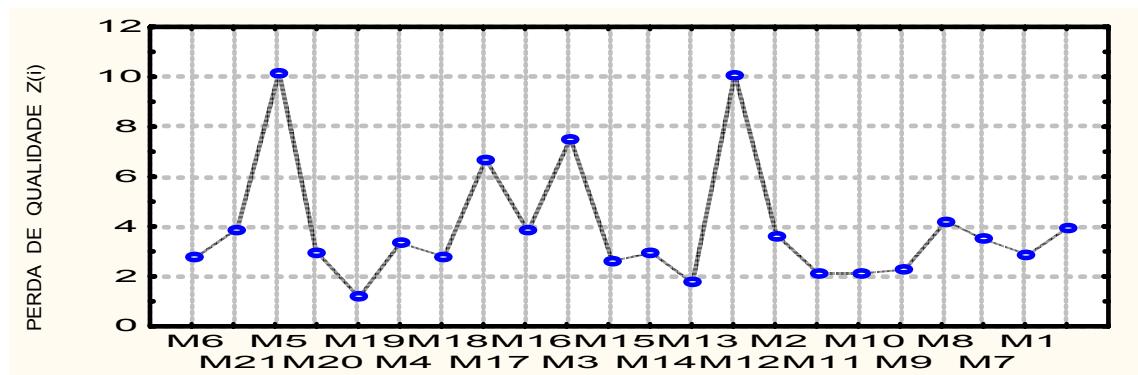


Figura 3 – Comportamento das perdas de qualidade das massas.

O modelo de otimização de perda pode ser encontrado em função das variáveis independentes  $X_i$ , pois,  $Y=F(x)$  e  $Z=F(y) \rightarrow Z = F(x)$ . A expressão a seguir representa, então, o modelo de perda  $Z(i)$  em função das matérias primas: Percebe-se em termos absolutos, que a dolomita é a matéria-prima que mais contribui com a perda de qualidade das massas ( $10,16X_5$ ), e argilas tende a minimizar as perdas de qualidade ( $2,82 X_6$ ). Em termos relativos, filito e dolomita minimizam a perda de qualidade ( $-22,26X_4X_5$ ):

$$Z(i) = 2,92X_1 + 3,66X_2 + 7,53X_3 + 3,41X_4 + 10,16X_5 + 2,82X_6 + 1,08X_1X_2 - 3,9X_1X_3 - 3,54X_1X_4 - 17,44X_1X_5 - 2,72 X_1X_6 + 18,02X_2X_3 - 6,82X_2X_4 - 15,56X_2X_5 - 2,48X_2X_6 - 6,16X_3X_4 - 8,58X_3X_5 - 9,54X_3X_6 - 22,26X_4X_5 - 0,66X_4X_6.$$

## 2) Otimização através de minimização e maximização das respostas.

Este critério otimiza a massa cerâmica de acordo com as seguintes etapas:

1 – Analisa-se inicialmente as melhores e piores respostas encontradas utilizando as equações do modelo quadrático aplicadas às massas formuladas..

2 - Através de simulações, encontra-se valores que minimizam e maximizam todas as respostas. Essas respostas representam os menores e maiores valores que as expressões do modelo quadrático pode encontrar.

3 - A otimização final é feita através do refinamento do passo anterior, impondo restrições às características de qualidade procuradas. Dessa forma, encontra-se a massa que concilie da melhor forma possível, os interesses de qualidade do produto.

A Tabela (6) mostra os resultados encontrados que conduzem a otimização da massa cerâmica, tomando como ponto de referência às respostas da massa padrão.

Tabela 6 - Simulação das melhores e piores respostas através do modelo quadrático, com restrições.

Restrições	% Matérias primas, em pseudocomponentes.						Respostas		
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>	Retra.	Resist	Absor
Retra. ≤ 2,3% / Resist. ≥ 185 Kgf	0	0	0,29	0,15	0,23	0,33	2,05	185,0	17,5
Resist. ≥ 180 Kgf / Absor. ≤ 17%	0	0	0,15	0,20	0,27	0,38	2,31	190,0	16,7
Retra. ≤ 2,6% / Resist. ≥ 190 Kgf Absor. ≤ 15%	0,27	0	0	0,30	0,26	0,16	2,58	190,0	15,0
retra. ≤ 2,7% / Absor. ≤ 15	0,21	0	0	0,27	0,23	0,29	2,74	193,7	15,0
Retra. ≤ 2,3% / Absor. ≤ 20 %	0	0	0,16	0,20	0,27	0,37	2,30	189,8	16,8
Resist. ≥ 172 / Retra. ≤ 2,4% Absor. ≤ 14,7%	0,31	0,08	0	0,37	0,24	0	2,40	177,3	14,7
Retra. ≤ 2 % / Resist. ≥ 180 Kgf	0,09	0	0,18	0,31	0,33	0,10	2,00	180,0	17,0
Retra. ≤ 2% / Resist. ≥ 183 Kgf	0,05	0	0,32	0,13	0,19	0,30	2,00	183,0	17,5
Retra. ≤ 1,87 % / Resist. ≥ 180	0	0	0,40	0,08	0,14	0,37	1,87	178,0	17,9

A partir dos dados da tabela 6, percebe-se que a melhor massa com composição correspondente aos níveis codificados: 0,307 de X<sub>1</sub>, 0,082 de X<sub>2</sub>, 0 de X<sub>3</sub>, 0,373 de X<sub>4</sub>, 0,238 de X<sub>5</sub>, e 0 de X<sub>6</sub>, que satisfaz as restrições impostas, é aquela com os resultados de 2,4% de retração linear, 177,3 kgf/cm<sup>2</sup> e 14,7% de absorção de água, haja vista que as outras simulações apresentaram absorção de água elevada.

### 3.2) Análise comparativa dos critérios explorados:

A tabela 7 mostra dados comparativos entre a melhor massa selecionada dentre aquelas elaboradas na matriz de planejamento, através da função perda (massa M19); e a nova massa otimizada através da simulação das melhores e piores respostas (massa MO). Compara-se também com a massa fabricada na indústria, a massa padrão MP.

Tabela 7 - Comparaçāo das melhores massas, em relação à massa padrão MP.

A: Formulação de massa (%)							B: Níveis codificados						R.L	RF.	A.A
Massa	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>			
MP	10	4	3	14	5	64	0,2	0,1	0,0	0,2	0,1	0,4	2,7	172	14,7
M19	8	3	3	17	9	60	0	0	0	0,5	0,5	0	1,8	166	16,4
MO	11	4	3	16	6	60	0,31	0,08	0	0,37	0,24	0	2,4	177	14,7

R.L: Retração linear; R.F: Resistência à flexão; A. A. Absorção de água.

A massa M19 apresentou a menor retração linear, com a desvantagem de maior percentual de absorção de água e menor resistência à flexão. Em termos de composição das matérias primas, essa massa se caracteriza por um maior percentual de filito e dolomita, comparada com a massa padrão MP.

A massa otimizada MO apresentou as vantagens de menor percentual de retração linear e uma melhoria na resistência à flexão, comparada com a massa padrão MP.

#### 4. CONCLUSÃO

A utilização da técnica de análise de experimentos se mostrou eficaz no que se refere à formulação de massas cerâmicas, pois os estudos realizados permitiram uma melhor compreensão da influencia das matérias primas no comportamento das respostas das massas utilizadas na indústria, o que pode conduzir a melhoria da qualidade do produto, com menos refugo e consequentemente com menores custos de produção.

As equações de perdas de qualidade, que foram desenvolvidas neste trabalho, permitem selecionar a melhor massa dentre as várias que fazem parte da matriz de planejamento.

A otimização de massa, desenvolvida através da simulação das melhores e piores respostas, para cada características de qualidade, fornece uma nova massa, com qualidades superiores aquelas contidas na matriz de planejamento, ou seja, representa um refinamento da matriz de planejamento.

## **5. REFERÊNCIAS**

- Bittencourt, L.E.; Junior, J. C.; Silvestre, M.D.M., 2001, "Metodologia Experimental para Desenvolvimento de uma Formulação de Revestimento Poroso em Processo de Monoporosa Através de Programação Linear". Revista Cerâmica Industrial, Volume 6, pg35. 07/08/2001
- Caten, C.T., Pedrassani, J.R., 1998 "Otimização Experimental de um Processo de Moagem": Descrição do Método e Estudo de Caso ". Universidade Federal do Rio Grande do Sul. / PPGEP".
- Cornell, J.A., 1981 "Experiments With mixtures" John Wiley & Sons, Inc.
- Montgomery, D.C., 1991 "Design and Analysis of Experiments". John Wiley and Sons, New York.
- Moura, E. C. S., 1999 "TAGUCHI - Aplicação prática da Engenharia Robusta". Controle da Qualidade. São Paulo, Nº 81, p. 82-86, fev.
- Neto, B., Scarmínio, I. S., Bruns, R.E., 2 000 "Como fazer Experimentos". Editora da UNICAMP. 2000.