

MODELAGEM EXPERIMENTAL POR DELINEAMENTO DE MISTURAS

APLICADA NO DESENVOLVIMENTO DE MASSA DE PORCELANATO ESMALTADO

Nilson Schwartz da Silva – T-cota Engenharia e Minerais Industriais Ltda

nilson@t-cota.com.br

Henrique Cislagui da Silva – T-cota Engenharia e Minerais Industriais Ltda

henrique@t-cota.com.br

Rua Coronel Izidoro, 1022 – Tijucas – SC – CEP 88200-000

Telefone: 055-48-3263 6743

INTRODUÇÃO

A capacidade de formulação de massas e compostos é de grande importância para indústrias que transformam matérias-primas em produtos devido à necessidade de novos lançamentos, de melhorias da produtividade, da substituição de matérias-primas, e inovação. A atividade de desenvolvimento de massas busca formular composições que atendam a essas demandas por meio da mistura ajustada de matérias-primas adequadas, processadas sob determinadas condições industriais.

A metodologia de formulação de massas empregada pela esmagadora maioria das indústrias e profissionais de desenvolvimento parte da premissa fundamental de que as características tecnológicas das matérias-primas são aditivas, isto é: o valor de determinada característica da massa é resultado da soma da contribuição ponderal para essa característica de cada componente da mistura. Na prática, a avaliação do potencial de uso da matéria-prima é feita através dos resultados da sua caracterização individual e de fórmulas de massas propostas.

Feito assim não se sabe a contribuição efetiva de cada matéria-prima para o resultado do produto e, conseqüentemente, o seu ajuste dependerá da experiência de quem está desenvolvendo-o e do resultado de experimentos empíricos que exploram relações causa-efeito entre matérias-primas e produto.

A modelagem experimental por delineamento de misturas contorna o problema. Ela estabelece coeficientes para as matérias-primas que tomam parte no delineamento – coeficientes, cujos resultados são afetados uns pelos outros – para cada característica de produto. Além disso, ela projeta regiões de alto potencial de atendimento aos requisitos de projeto, propõe fórmulas e faz previsões dos seus resultados, com excepcional capacidade preditiva.

Este estudo busca mostrar a capacidade da modelagem experimental por delineamento de misturas para o desenvolvimento de produtos inovadores e otimizados através da apresentação da metodologia e da sua aplicação no desenvolvimento de massas de porcelanato esmaltado.

OBJETIVOS

Propor o uso da modelagem experimental por delineamento de misturas no desenvolvimento de massas cerâmicas e compostos formulados com minerais não metálicos.

Aplicar a modelagem no desenvolvimento de massa de pavimento cerâmico da tipologia porcelanato esmaltado.

DELINEAMENTO DE MISTURAS

O delineamento de misturas consiste em planejar e executar um experimento de processamento de misturas e ajustar modelos empíricos, por meio de modelos matemáticos e ferramentas estatísticas, aos dados medidos.

A aplicação do método requer boa concepção de produto e capacidade de arranjar-la às condições impostas pelo modelo matemático.

Boa concepção de produto existe quando há, pelo menos, compreensão das relações causa-efeito entre matérias-

primas e massa, sob determinadas condições de processo; melhor se houver também entendimento de mecanismos condutores.

A modelagem experimental se dá pela determinação de um conjunto de variáveis de resposta, pensadas para representar a qualidade do produto, resultantes do tratamento matemático de possibilidades delimitadas de arranjos entre matérias-primas, sob determinadas condições de processo.

Para a organização do experimento, são definidos três grupos de variáveis: parâmetros de processo, variáveis de controle e variáveis de resposta, e se obtém, como resultado, coeficientes numéricos, superfícies de respostas e variáveis estatísticas que permitem validar o experimento, mensurar sua capacidade preditiva, fazer previsões e formular. As definições de condições de contorno – e de coeficiente – são as seguintes:

- parâmetros de processo: condições experimentais, p.ex.: resíduo de moagem, umidade de granulado, pressão de compactação de pó, temperatura de queima;
- variável de controle (entrada): fator de controle previamente fixado como, p.ex., o intervalo de participação de matérias-primas no delineamento;
- variável de resposta (saída): propriedade de interesse tecnológico da mistura processada como, p.ex., resistência mecânica, absorção de água, etc;
- coeficiente: valor numérico que expressa o efeito relativo de determinada matéria-prima sobre uma propriedade.

A figura 1 esquematiza o planejamento experimental através de suas variáveis de entrada (matérias-primas), de resposta - ou saída - (características de produto), e condições de contorno (parâmetros de processo).

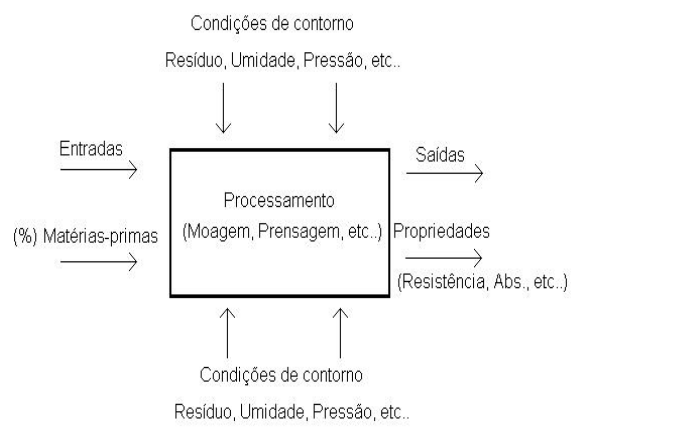


Figura 1: planejamento experimental mostrando condições de trabalho.

A figura 2 mostra projeção de superfície de respostas, que delimita o campo de respostas de produtos possíveis, para determinado arranjo e condições experimentais.

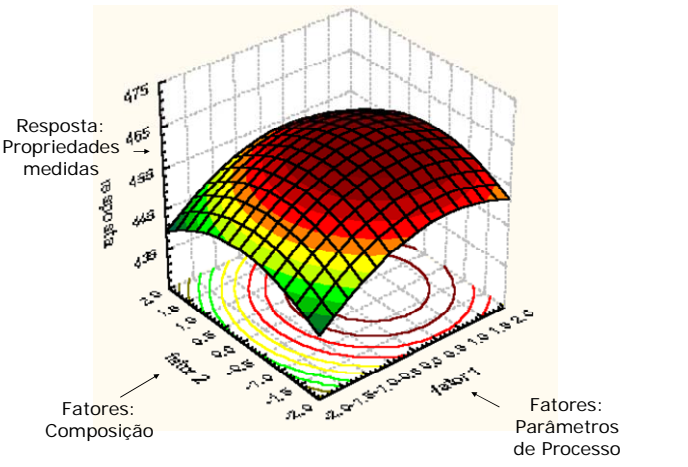


Figura 2: superfícies de respostas projetam possibilidades de resultados de produtos.

A validação do experimento e da sua capacidade preditiva ocorre através da análise das seguintes variáveis estatísticas:

- R² do modelo: coeficiente de determinação; varia de 0 a 1 e determina a capacidade preditiva do modelo: quanto mais próximo a 1, maior é a sua capacidade.
- Probabilidade de significância do modelo: indica se o modelo ajustado pode ser utilizado para descrever a relação entre as variáveis de entrada e de saída.
- Probabilidade de significância do coeficiente: avalia se o coeficiente pode ser utilizado para explicar determinado comportamento ou propriedade.

Os resultados dos experimentos propostos pela modelagem experimental por delineamento de misturas têm altíssima capacidade de formular misturas e de indicar parâmetros de seu processamento. Os modelos experimentais são aplicáveis ao desenvolvimento de massas e compostos de base mineral não metálicos, como será visto no experimento de desenvolvimento de massa de porcelanato esmaltado.

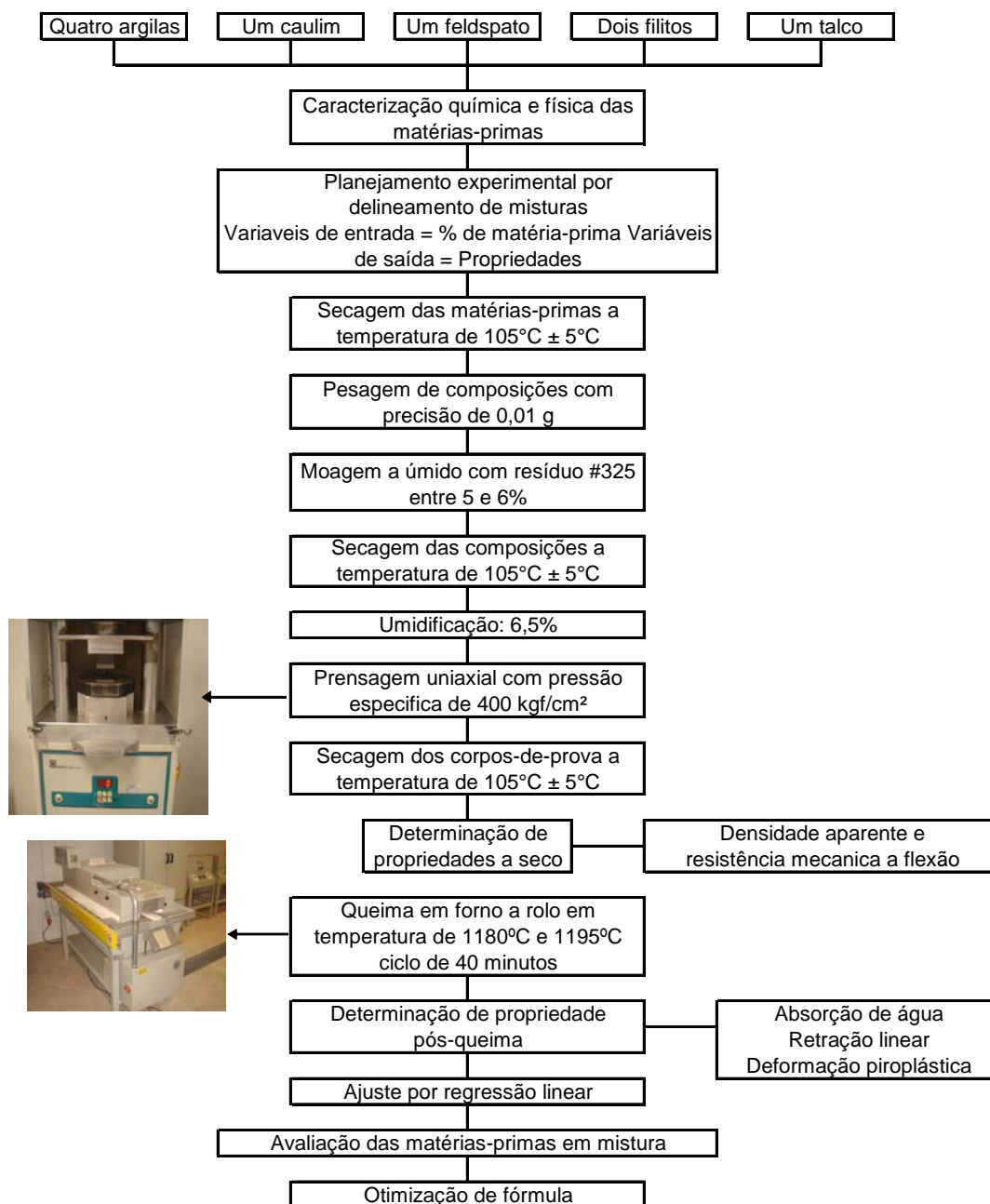


Figura 3: fluxograma de atividades de desenvolvimento.

EXPERIMENTO

Etapas do experimento

O desenvolvimento da massa de porcelanato esmaltado foi levado a cabo através da execução das seguintes etapas: seleção e caracterização de matérias-primas, planejamento experimental, processamento de misturas,

análise de resultados e proposição de fórmulas (fluxograma da figura 3).

Seleção e caracterização das matérias-primas

Com base na experiência industrial, foram selecionadas para o experimento 4 argilas, 1 caulim, 1 feldspato, 2 filitos e 1 talco. Todas as matérias-primas são amplamente utilizadas por indústrias de revestimentos cerâmicos de massa clara produzidos via úmida. As tabelas 1 e 2

apresentam as características físicas e químicas das matérias-primas selecionadas.

Não é imperativo que a caracterização individual das matérias-primas faça parte da metodologia de modelagem experimental por delineamento de misturas; isso porque a modelagem busca justamente compreender

o comportamento tecnológico da matéria-prima misturada a outras, incluindo as relações causa-efeito entre elas. A caracterização feita teve por finalidade balizar a área de estudo do experimento de desenvolvimento da massa.

Tabela 1: análise química matérias-primas.

Matéria-prima	Composição expressa em óxidos (%)										
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	P.F.
Feldspato Sódico	72,52	16,33	0,12	0,93	0,01	0,03	0,42	8,11	0,51	0,01	1,00
Filito A	59,49	26,81	0,82	0,69	0,01	0,63	0,03	0,34	6,21	0,04	4,05
Filito B	73,36	14,93	0,82	1,51	0,01	1,36	0,01	0,08	4,70	0,02	3,19
Talco	73,83	0,99	0,07	0,80	0,12	20,08	0,13	0,01	0,03	0,02	3,94
Caulim	65,63	23,07	0,29	0,95	0,01	0,10	0,01	0,08	1,09	0,03	8,74
Argila A	65,66	20,49	1,07	2,39	0,01	0,71	0,12	0,18	1,81	0,16	7,40
Argila B	67,15	18,16	1,12	2,45	0,03	0,89	0,10	0,13	3,45	0,10	5,81
Argila C	52,23	30,86	0,15	1,15	0,07	1,23	0,80	0,91	1,71	0,01	10,86
Argila D	55,87	9,29	0,26	3,17	0,09	17,55	6,29	0,87	0,74	0,14	5,77

Tabela 2: propriedades físicas das matérias-primas.

Matéria-prima	Propriedades a seco		Queima 1180°C		
	Densidade aparente (g/cm ³)	Resistência Mecânica (kgf/cm ²)	Densidade aparente (g/cm ³)	Retração Linear (%)	Absorção de água (%)
Feldspato Sódico	1,733	*	1,858	2,57	14,39
Filito A	1,735	*	1,676	-0,34	20,92
Filito B	1,858	*	2,165	4,97	6,35
Talco	1,83	*	1,858	1,50	18,12
Caulim	1,875	17,5	1,788	0,79	18,33
Argila A	1,834	22,5	2,212	7,79	6,03
Argila B	1,892	24,5	2,221	6,83	5,94
Argila C	1,866	26,5	2,092	7,26	7,54
Argila D	2,067	*	2,421	5,45	0,88

Também teria por fim selecionar as matérias-primas para o experimento caso elas já não tivessem sido selecionadas pela T-cota.

Delimitação da área experimental. Intervalo de estudo

O estabelecimento do intervalo de estudo de cada matéria-prima e de arranjos quantitativos entre elas marca o início do planejamento experimental

propriamente dito. A partir do conhecimento das propriedades das matérias-primas selecionadas é possível delimitar seus campos de estudo. A seleção das matérias-primas, seus limites e seleção do modelo matemático determinam o número de experimentos (fórmulas) da matriz de desenvolvimento e da qualidade dos resultados. Os resultados da caracterização tecnológica e a experiência da T-cota em desenvolvimento de porcelanatos indicaram os limites de participação de matérias-primas definidos no quadro 1.

Matéria-prima	Limite (%)	
	Mínimo	Máximo
Feldspato Sódico	10	30
Filito A	0	20
Filito B	0	30
Talco	0	10
Caulim	0	20
Argila A	5	20
Argila B	10	30
Argila C	7	20
Argila D	0	15

Quadro 1: o grupo de matérias-primas e seus limites determinam a área experimental.

Determinação das variáveis de resposta. Propriedades de interesse

Juntamente com a projeção da área experimental, definimos as variáveis de resposta. No caso da massa de porcelanato esmaltado, as propriedades de produto de interesse tecnológico são:

Densidade aparente a seco

Resistência mecânica a flexão a seco

Retração linear de queima de corpos-de-prova queimados a 1180 e 1195°C

Absorção de água de corpos-de-prova queimados a 1180 e 1195°C

Deformação pirolástica de corpos-de-prova queimados a 1180°C

São definidos também nesta etapa os parâmetros de processamento das misturas, tomados de condições de processo industriais.

Delineamento experimental

Selecionadas as matérias-primas e seus limites e definidas as variáveis de resposta ou propriedades de produto, elege-se o modelo matemático que deverá ajustar os dados experimentais. Como já foi dito, a escolha do modelo matemático afeta a capacidade preditiva do delineamento, e a complexidade e o número de experimentos. Para o desenvolvimento da massa de porcelanato esmaltado, o modelo linear ajusta-se satisfatoriamente e, por essa razão, foi ele o escolhido. Para ele, o número de composições geradas pelo delineamento experimental foi 14 e, dentre as 14 composições, 4 foram repetidas a fim de validar a qualidade do modelo ajustado. Definidas as composições, as mesmas foram processadas, em laboratório, e suas propriedades de interesse medidas.

Análise dos dados e regressão linear

Aos resultados experimentais de cada propriedade, foi ajustado o modelo linear, como já comentado. Para o ajuste foram calculados os coeficientes, o desvio padrão dos coeficientes, a significância dos coeficientes, a significância do modelo e o R^2 do modelo.

Avaliação da capacidade preditiva do modelo

Do modelo matemático ajustado tira-se entendimento sobre a relação entre matérias-primas e propriedades de produto (variáveis de resposta). Com a intenção de avaliar a capacidade preditiva dos modelos ajustados para a formulação da massa de porcelanato, empregou-se ferramenta de análise combinada que permite formular produtos com as suas propriedades de interesse tecnológico ajustadas. A ferramenta, como pode ser observada na figura 4, permite definir valor alvo (optimum ou goal) para cada propriedade de produto e estabelecer importância (weight) relativa entre as propriedades sobre a qualidade do produto final.

Otimização ?

	OPTIMUM	GOAL	WEIGHT	Low	High
DAPseco	MAXimum		1.000		
RMFseco	MAXimum		1.000		
AA_1180	GOAL =	1.0	1.000		
AA_1195	GOAL =	5	10.00		
RL_1180	minIMUM		1.000		
RL_1195	minIMUM		1.000		
FLECHA_AA	minIMUM		20.000		

Figura 4: planilha de respostas combinadas.

No caso do experimento de desenvolvimento da massa de porcelanato esmaltado foi preciso dar maior peso para as propriedades 'deformação piropástica' e 'absorção de água medida a 1195°C' porque são as duas mais importantes e, principalmente, porque não foi possível ajustar valores ótimos para todas as propriedades de produto: quando certas propriedades eram ajustadas, outras se desajustavam.

Termo	Coefficiente	Desvio-padrão	P
Feldspato Sódico	1,926	0,027	0,000
Filito A	1,892	0,029	0,000
Filito B	1,927	0,021	0,000
Talco	2,06	0,048	0,000
Caulim	1,945	0,022	0,000
Argila A	2,04	0,03	0,000
Argila B	1,981	0,028	0,000
Argila C	2,138	0,036	0,000
Argila D	1,969	0,039	0,000
Significância do modelo (P): 0,0107			
R² do modelo: 0,855			

Quadro 2: modelo linear ajustado à densidade aparente a seco.

Empregando-se a ferramenta de análise combinada, foi formulada e preparada, em laboratório, massa de porcelanato esmaltado. Seus resultados, medidos, foram comparados aos simulados pelo modelo matemático a fim de avaliar a capacidade preditiva do delineamento.

RESULTADOS

Com o objetivo de formular massa de porcelanato esmaltado ajustada às condições industriais e requisitos de produto avaliou-se, inicialmente, o comportamento de cada matéria-prima, comparativamente às demais, para cada variável de resposta. Feita esta primeira avaliação de comportamento isolado – comportamento isolado significa dizer que o ajuste da fórmula para determinada variável de saída ou propriedade é feito sem o compromisso de ajustar as demais – passa-se ao ajuste do produto, ou seja: da fórmula que representa, de forma combinada, amarrada, todas as características da massa de interesse. Aquelas propriedades que receberam maior peso, por serem mais importantes, tem ajuste preciso; as de menor peso têm seus valores aproximados aos impostos por quem desenvolve o produto.

Ajuste dos modelos individuais

Densidade aparente a seco

O modelo linear ajustado à densidade aparente a seco é apresentado no quadro 2, que contém os coeficientes, seus desvios-padrões e significâncias de matérias-primas, além da significância e R^{2v} do próprio modelo. O modelo apresenta bom ajuste aos dados experimentais, com R^2 próximo a 1 e P do modelo menor que 0,05. Interpretando os coeficientes de cada matéria-prima observa-se que a Argila C é a que mais contribui para o aumento da compactação da massa, seguida pelo talco e pela argila A. Os comportamentos da Argila C em mistura e isoladamente são distintos, uma vez que isolada ela apresenta empacotamento semelhante às demais argilas e em mistura apresenta alto coeficiente de densificação. As matérias-primas rochosas são as que pior densificam em mistura com destaque para o filito A.

Resistência mecânica a flexão a seco

A resistência mecânica à flexão foi outra propriedade pré-queima avaliada. O modelo linear ajustado aos dados experimentais é apresentado no quadro 3.

Termo	Coefficiente	Desvio-padrão	P
Feldspato Sódico	32,21	9,91	0,0117
Filito A	47,44	10,81	0,0023
Filito B	22,58	7,65	0,0184
Talco	28,99	17,84	0,1429
Caulim	35,56	8,12	0,0023
Argila A	68,18	11,23	0,0003
Argila B	42,45	10,38	0,0035
Argila C	87,23	13,46	0,0002
Argila D	33,83	14,64	0,0496
Significância do modelo (P): 0,0283			
R² do modelo: 0,619			

Quadro 3: modelo linear ajustado à resistência mecânica à flexão a seco.

O ajuste do modelo aos dados experimentais não é bom, com baixo valor de R², provavelmente devido à defeitos que os materiais cerâmicos costumam apresentar. Defeitos, provenientes das etapas de processamento, que podem ser poros, trincas ou pequenas contaminações. Os coeficientes do modelo indicam alta influência das argilas C e A sobre a resistência mecânica a seco. Esta informação coincide com a caracterização individual feita.

Absorção de água

Foram ajustados modelos lineares para a absorção de água de corpos-de-prova queimados a 1180°C e 1195°C. Os resultados são apresentados nos quadros 4 e 5. Os modelos estão bem ajustados para as duas temperaturas, com R² próximo a 1. O ajuste para a temperatura de 1195°C ficou pior em relação ao à 1180°C. Isso se deve à elevada fundência de algumas matérias-primas que experimentam fenômeno de expansão quando queimadas em temperaturas altas.

Termo	Coefficiente	Desvio-padrão	P
Feldspato Sódico	2,00	0,93	0,0643
Filito A	9,00	1,02	0,000
Filito B	2,98	0,72	0,0033
Talco	-9,63	1,68	0,0004
Caulim	11,15	0,76	0,000
Argila A	3,03	1,06	0,0209
Argila B	3,41	0,98	0,0082
Argila C	-2,20	1,27	0,1204
Argila D	-4,39	1,38	0,0129
Significância do modelo (P): 0,0000			
R² do modelo: 0,971			

Quadro 4: modelo linear ajustado à absorção de água de corpos-de-prova queimados a 1180°C.

Termo	Coefficiente	Desvio-padrão	P
Feldspato Sódico	-0,09	1,13	0,939
Filito A	6,81	1,23	0,0005
Filito B	3,65	0,87	0,003
Talco	-11,18	2,03	0,0006
Caulim	7,24	0,92	0,0001
Argila A	1,84	1,28	0,1866
Argila B	4,89	1,18	0,0032
Argila C	-0,87	1,53	0,5865
Argila D	-4,45	1,66	0,0281
Significância do modelo (P): 0,0005			
R² do modelo: 0,936			

Quadro 5: modelo linear ajustado à água de corpos-de-prova queimados a 1195°C.

Em relação aos coeficientes das matérias-primas, valores menores indicam maior fundência e menor absorção. À 1180°C, observa-se elevada fundência para o talco, a argila D e a argila C devido aos valores negativos dos seus coeficientes. O elevado caráter fundente destas matérias-primas decorre da elevada quantidade de óxidos alcalino-terrosos presentes no talco e argila D e ao elevado teor de óxidos alcalinos e alcalino-terrosos presentes na argila C. O comportamento em mistura do talco e da argila C é distinto em relação aos seus comportamentos individuais – o talco é refratário queimado puro e bastante

fundente quando queimado misturado a outros silcatos e silico-aluminatos – por causa justamente da presença dos óxidos alcalino-terrosos, formadores de eutéticos a essas temperaturas. A elevada densificação da argila C também contribui para a redução da absorção de água nas misturas em que este material está presente.

O feldspato sódico, que individualmente apresenta-se bastante refratário, em mistura tem baixo coeficiente de absorção de água. O caulim e o filito A, confirmando o observado na caracterização individual das matérias-primas, apresentam elevados coeficientes para a absorção de água, fato que demonstra que estes materiais são refratários em misturas e puros.

A fim de obter-se massa de elevado caráter fundente, o talco, a argila D, a argila C e o feldspato sódico devem ser empregados em detrimento ao caulim e ao filito A. As demais matérias-primas apresentam comportamento intermediário, tendendo a fundentes.

Retração linear de queima

Assim como a absorção de água, a retração linear de corpos-de-prova queimados a 1180°C e 1195°C foi medida e os modelos lineares ajustados são apresentados nos quadros 6 e 7.

Termo	Coefficiente	Desvio-padrão	P
Feldspato Sódico	6,75	0,63	0,000
Filito A	3,76	0,68	0,0006
Filito B	5,58	0,48	0,000
Talco	10,31	1,13	0,000
Caulim	5,79	0,51	0,000
Argila A	6,78	0,71	0,000
Argila B	5,6	0,66	0,000
Argila C	6,06	0,85	0,0001
Argila D	9,37	0,93	0,000
Significância do modelo (P): 0,0199			
R² do modelo: 0,827			

Quadro 6: modelo linear ajustado à retração linear de corpos-de-prova queimados a 1180°C

Termo	Coefficiente	Desvio-padrão	P
Feldspato Sódico	5,83	0,47	0,000
Filito A	2,85	0,51	0,0005
Filito B	5,99	0,36	0,000
Talco	10,57	0,84	0,000
Caulim	3,54	0,38	0,000
Argila A	6,44	0,53	0,000
Argila B	5,73	0,49	0,000
Argila C	6,36	0,64	0,000
Argila D	10,05	0,69	0,000
Significância do modelo (P): 0,0002			
R² do modelo: 0,951			

Quadro 7: modelo linear ajustado à retração linear de corpos-de-prova queimados a 1195°C.

Os modelos ajustados à retração linear de corpos-de-prova queimados apresentaram bons ajustes, com R² próximo a 1 e P do modelo menor que 0,05. O valor do coeficiente é diretamente proporcional à retração que a matéria-prima determina à mistura. Assim, matérias-primas como o talco e a argila D, com elevados coeficientes, contribuirão para o aumento da retração linear da massa. O caulim e o filito A, materiais refratários, apresentaram baixos coeficientes de retração linear, como era de se esperar. Estes resultados vão de encontro aos da caracterização individual das matérias-primas. A argila C destaca-se por apresentar coeficientes de retração médios mesmo sendo bastante fundente, característica revelada por baixos coeficientes de absorção de água. Acredita-se que esse comportamento deva-se a elevada compactação que a argila experimenta misturada às demais matérias-primas do grupo.

Deformação piropástica

O fenômeno de formação de líquido para fechamento de poros até porosidade aberta próxima à zero, requisito dos porcelanatos, diminui a viscosidade da massa ‘em sinterização’ ao ponto da deformação piropástica dela causar defeitos geométricos de planaridade e deformações em placas queimadas. Por essa razão, a deformação piropástica foi incluída entre as variáveis de

resposta do experimento. Ela foi determinada à temperatura de 1180°C e um modelo linear foi ajustado aos dados experimentais (quadro 8).

Termo	Coefficiente	Desvio-padrão	P
Feldspato Sódico	6,28	0,61	0,000
Filito A	4,96	0,66	0,000
Filito B	6,17	0,47	0,000
Talco	18,02	1,09	0,000
Caulim	-2,53	0,5	0,001
Argila A	-0,86	0,69	0,247
Argila B	3,53	0,64	0,001
Argila C	3,03	0,82	0,006
Argila D	11,82	0,9	0,000
Significância do modelo (P): 0,0000			
R² do modelo: 0,984			

Quadro 8: modelo linear ajustado à deformação piropiástica de corpos-de-prova queimados a 1180°C.

O modelo linear apresenta excelente ajuste aos dados experimentais, com elevada significância. A primeira observação, direta, sobre os resultados é que matérias-primas com maiores coeficientes apresentam maiores deformações. A segunda, intrínseca à propriedade, é com relação ao seu comportamento não aditivo que determina que a deformação piropiástica só possa ser avaliada, consistentemente, levando em conta as interações que ocorrem entre os componentes do experimento. Os maiores coeficientes são observados para o talco e a argila D, justamente as matérias-primas mais fundentes e que se caracterizam por apresentar alto teor de alcalino-terrosos em suas composições. O feldspato sódico e o filito B, fundentes alcalinos, também apresentaram coeficientes de deformação piropiástica relativamente elevados. Matérias-primas mais refratárias, com baixo teor de alcalinos e alcalinos terrosos, tiveram menores coeficientes. O caulim apresentou coeficiente negativo. Em outros delineamentos feitos pela T-cota para a avaliação do comportamento de caulins com relação à capacidade deles de diminuir a deformação piropiástica, evidenciou-se que à medida que se reduzia quartzo e, conseqüentemente, concentrava-se caulinita, do caulim, a flecha diminuía. Esses resultados vão de encontro à

estudos de Restrepo e Dinger que demonstraram que a partir da caulinita forma-se mulita cujos cristais aciculares reforçam a matriz predominantemente vítrea e, portanto, deformável; o resultado da cristalização é a diminuição da deformação piropiástica. Esses mesmos estudos mostraram que a presença de quartzo inibia a cristalização da mulita acicular, comportamento que inidica a razão pela qual à medida que se reduz quartzo, reduz-se também o coeficiente de deformação piropiástica de caulins misturados à matérias-primas tipicamente utilizadas em porcelanas.

Respostas combinadas. Produto

A boa qualidade do experimento e do ajuste do modelo permitiu que o programa formulasse massa (quadro 9) em atendimento aos requisitos de produto e de produtividade estabelecidos por normas de produto e padrões e metas industriais. Permitiu também avaliar a capacidade preditiva do modelo que nada mais é que concluir sobre a validade do uso da ferramenta para o desenvolvimento de produtos.

Matéria-prima	Percentual em peso
Feldspato Sódico	30
Talco	3
Argila A	20
Argila B	30
Argila C	8
Argila D	9

Quadro 9: massa de porcelanato esmaltado formulada pelo programa de delineamento de misturas para atendimento aos requisitos de produto.

Os valores previstos das propriedades técnicas da massa formulada pelo delineamento foram comparados aos medidos em laboratório. Os resultados são apresentados no quadro 10. Observa-se que para a maioria das propriedades há boa proximidade entre valores previstos e medidos. A maior diferença é observada para a resistência mecânica a seco, propriedade esta que apresentou pior modelo ajustado, com R²=0,619.

Propriedade	Previsto	Medido	Varição
Densidade aparente a seco (g/cm ³)	1,982	1,986	-0,004
RMFseco (g/cm ²)	44,04	37,56	6,48
Absorção de água a 1180°C (%)	1,22	0,9	0,32
Absorção de água a 1195°C (%)	0,72	0,18	0,54
Retração linear de queima a 1180°C (%)	6,71	6,96	-0,25
Retração linear de queima a 1195°C (%)	6,91	7,08	-0,17
Deformação pirolástica (mm)	5,1	5,52	-0,42

Quadro 10: comparação entre resultados previstos e medidos.

O resultado ruim da previsão da resistência mecânica a flexão reforça a importância da qualidade de execução do experimento.

CONCLUSÕES

A modelagem experimental por delineamento de misturas aumenta enormemente a possibilidade do desenvolvimento composições de massa inovadoras porque aponta em direções não pensadas pela experiência. A região explorada pela experiência é próxima a ela própria. O delineamento permite 'escanear' superfícies de possibilidades de novos arranjos composicionais muito mais amplos.

A avaliação individual das matérias-primas em mistura permite identificar reações (sinérgicas) entre elas, informação esta que não ocorre quando as avaliamos isoladamente.

No desenvolvimento de massas industriais, várias são as propriedades avaliadas. O delineamento de misturas permite a avaliação destas propriedades de forma individual e de forma combinada. A forma combinada é o produto, desdobrado em suas características tecnológicas.

Delineamentos experimentais bem elaborados conduzem ao desenvolvimento de massas com rapidez e economia de experimentos, e, o mais importante: de propriedades tecnológicas e produtividade ótimas.

BIBLIOGRAFIA

J.J. Restrepo, D.R. Dinger: Controle de deformação pirolástica em massas de porcelanas triaxiais usando a análise dilatométrica. **Cerâmica industrial**. V. 8, N.4 – 2003;

BARROS NETO, B. et al. **Planejamento e otimização de experimentos**. 2.ed. Campinas: Unicamp, 1996;

CORNELL, J.A. **Experiments with mixtures: designs, models, and analysis of mixture data**. 3.ed. New York: John Wiley & Sons, 2002;

MONTGOMERY, D.C.; RUNGER, G.C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros** 2.ed. Rio de Janeiro: LTC- Livros técnicos e científicos editora S.A., 2003.