

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE PORCELANATOS POLIDOS POR MEIO DE  
MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA

Mérlin Cristina dos Santos Fernandes

São Carlos  
2010



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE PORCELANATOS POLIDOS POR MEIO DE  
MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA**

Mérlin Cristina dos Santos Fernandes

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em Ciência  
e Engenharia de Materiais como requisito  
parcial à obtenção do título de MESTRE  
EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Pedro Íris Paulin Filho

Coorientador: Dr. Márcio Raymundo Morelli

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos

2010

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da  
Biblioteca Comunitária da UFSCar**

F363as

Fernandes, Mérilin Cristina dos Santos.

Análise da superfície de porcelanatos polidos por meio de microscopia de força atômica / Mérilin Cristina dos Santos Fernandes. -- São Carlos : UFSCar, 2010.

112 f.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2010.

1. Revestimentos cerâmicos. 2. Porcelanato. 3. Rugosidade. 4. AFM. I. Título.

CDD: 620.142 (20ª)

Aos meus pais Antonio José Fernandes e Mara Cristina dos Santos Fernandes que durante toda a jornada me mostraram o melhor caminho, segurando a minha mão, dedico.

#### VITAE DA AUTORA

Graduada em Engenharia de Materiais pela UFSCar (2007).



MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE

MÉRILIN CRISTINA DOS SANTOS FERNANDES

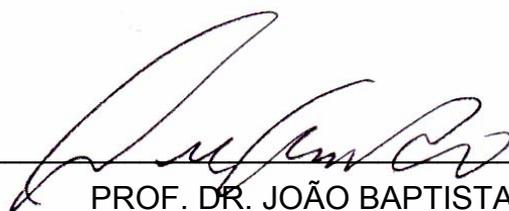
APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, EM 24 DE MAIO DE 2010.

BANCA EXAMINADORA:



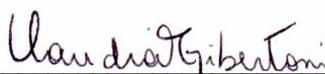
PROF. DR. PEDRO IRIS PAULIN FILHO

PPG-CEM/UFSCar



PROF. DR. JOÃO BAPTISTA BALDO

PPG-CEM/UFSCar



DRA. CLAUDIA GIBERTONI

CITEC/CCB



## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof. Dr. Pedro Íris Paulin Filho pela oportunidade de realização desta pesquisa e por sua orientação, ajuda e paciência no transcorrer do projeto. Agradeço pelos conhecimentos transmitidos e as imagens obtidas no microscópio de força atômica.

Ao meu coorientador, Prof. Dr. Márcio Morelli, pelas dicas e compreensão nos momentos de grandes dificuldades.

Aos meus pais, Antonio e Mara, pelo apoio incondicional que sempre me deram. Obrigada por acreditarem em mim, muitas vezes mais do que eu mesma acreditei. Sei que estão orgulhosos e é a vocês que dedico este trabalho e grande parte daquilo que sou hoje.

À minha irmã Évelin por entender minha necessidade de utilização quase exclusiva de nosso computador de uso comum. Agradeço por dividir o quarto, roupas, mau-humor, tristezas e alegrias, mesmo que em silêncio.

Ao Decio, que acompanha minha jornada acadêmica e os altos e baixos de minha vida há 6 anos, apoiando-me nos momentos de desilusão e fraqueza e mostrando-me que sou forte para perseguir meus sonhos como traçados desde o começo. Você me faz feliz a cada despertar.

Ao GIEPS pelo intenso crescimento pessoal proporcionado. Toda a visão política, social e filosófica que rege minha vida teve seu início quando entendi que cada ser humano é livre e tem capacidade para tomar suas próprias decisões. Minha liberdade não termina quando a liberdade do próximo começa; minha liberdade e a do próximo são sempre complementares.

Aos amigos Paula Piva, Cátia Rubira, Breno Rodrigues de Paula, Alessandro Melo e Rodrigo Tadei, nem sempre presentes de corpo, mas ainda assim presentes em mente, coração e e-mail. Estaremos sempre ligados pelos mesmos ideais, gostos e carinho que sentimos uns pelos outros.

Às amigas-irmãs Solange Mantovane, Anna Elisa e Marisa Moser por compartilharem comigo lágrimas, risadas e segredos. Agradeço por estarem do meu lado mesmo quando eu estava errada. Com vocês tudo fica mais fácil e divertido.

Aos amigos Mauro Idri, Rodrigo da Silva, Tiago Vellano, Felipe Salgado e Renato dos Santos pelo auxílio na realização dos ensaios e pela amizade insubstituível ao longo destes 2 anos. Vocês são os irmãos que eu nunca tive; gostam de irritar, mas acima de tudo, protegem e defendem.

Aos amigos Matheus Viana, Milton B. Júnior e Bruno Lima pelas diversas conversas acadêmicas, auxílio nos estudos e trabalhos, e pelas longas e esperadas horas de risada proporcionadas nos intervalos disso tudo.

Aos amigos de curta data Luiza Amaral, Rebeca Cavaletti, Daniel Italiano, Diogo Kapparazzi e Eduardo Bandeira, que são sempre ótimas companhias para uma festa de última hora, um filme de madrugada, ou uma conversa na calçada.

Aos colegas Cleber Moretti e Fabrício Bellini pela disponibilidade e gentileza na obtenção de imagens no microscópio eletrônico de varredura.

Aos amigos da turma de Engenharia de Materiais do ano de 2003, que fizeram das intermináveis horas de estudo momentos de descontração.

Aos professores do Departamento de Engenharia de Materiais por todo o conhecimento transmitido. A evolução do aprendiz depende da generosidade do mestre em compartilhar com ele seus anos de experiência.

Aos membros das bancas de Qualificação e Dissertação, Prof. Dr. José Ângelo Gregolin, Prof. Dr. João Baptista Baldo e Dra. Claudia Gibertoni, pelos comentários, sugestões e revisões.

Ao fornecedor das amostras de porcelanato esmaltado, Villagres, na pessoa do Sr. Celso Joaquim de Oliveira. Aos Srs. Celso e Milton ainda agradeço pela medição dos valores de brilho dos revestimentos estudados.

À empresa fornecedora das amostras de porcelanato técnico, cujo nome terei o zelo de não revelar.

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPG-CEM) por toda a infraestrutura oferecida e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro.

A todos aqueles que me ajudaram, direta ou indiretamente, e porventura deixei de citar aqui, não sendo por isso menos importantes para mim.

- Poderia me dizer, por favor, que caminho devo tomar para ir embora daqui?*
- Depende bastante de para onde quer ir – respondeu o Gato.*
- Não me importa muito para onde – disse Alice.*
- Então não importa que caminho tome – disse o Gato.*

Lewis Carroll – Alice no País das Maravilhas

(Jorge Zahar Editor, Rio de Janeiro, 2001, p. 62-63.)



## RESUMO

O porcelanato é um produto cerâmico que apresenta grande expansão na produção, já que possui excelentes propriedades técnicas e um elevado desempenho estético. Para melhorar suas características estéticas, é submetido a um processo de polimento que influencia diversas propriedades de interesse do produto, devido principalmente às mudanças verificadas na rugosidade superficial. Desta forma, a rugosidade foi investigada ao longo do processo de polimento da superfície de porcelanatos esmaltados e não esmaltados (técnicos) e correlacionada com o brilho obtido. Para isso, foi utilizado o Microscópio de Força Atômica (AFM), ideal para medir a rugosidade em escala nanométrica e visualizar a nanotextura de muitos tipos de superfícies de materiais. A parte especular do brilho foi medida por meio do equipamento conhecido por brilhaômetro. Os resultados obtidos mostraram que o porcelanato técnico no primeiro estágio analisado é mais rugoso que o esmaltado. No porcelanato técnico a diminuição da rugosidade foi mais acentuada entre os estágios de *grit* 80 e 1000 e o brilho do produto praticamente dobrou entre o primeiro e último estágio (POLIDO). A aplicação de resina impermeabilizante causou uma diminuição brusca do brilho, sem alterar significativamente a rugosidade. No porcelanato esmaltado a diminuição da rugosidade e o aumento do brilho ocorreram principalmente entre os estágios de *grit* 600 e 1800. Entre os estágios de *grit* 1800 e 8000 não foram observadas grandes mudanças na rugosidade, nem tampouco no brilho, mostrando que o polimento torna-se desnecessário a partir do *grit* 1800. De modo geral, a diminuição da rugosidade ocorreu mais visivelmente nas etapas de polimento com abrasivos de grãos maiores, enquanto os abrasivos de grãos menores deram o brilho final das peças, interferindo pouco na rugosidade. A interpretação dos resultados forneceu subsídios para um melhor entendimento e controle do processo responsável pelas características finais dos produtos esmaltados e técnicos e as diferenças entre estas duas tipologias.



## **PORCELAIN STONEWARE TILE SURFACE ANALYSIS THROUGH ATOMIC FORCE MICROSCOPY**

### **ABSTRACT**

The porcelain stoneware tile is a ceramic product that has presented a great increase on production, since it had excellent technical properties and raised aesthetic performance. To improve its aesthetic characteristics, it is submitted to a polishing process that influences a lot of interested properties of the products, due mainly to changes observed on the superficial roughness. In this way, the roughness was investigated throughout the superficial polishing process of the glazed and unglazed (technical) porcelain stoneware tile and it was correlated with the gloss. For this, the Atomic Force Microscope (AFM) was used, being ideal to measure the roughness in nanometer scale and to visualize the nanotexture of many types of surface materials. The specular part of the gloss was measured through the equipment known as glossmeter. The results achieved shown that the technical porcelain stoneware tile in the first stage is more rough than the glazed. On the technical porcelain stoneware tile the roughness reduction was more accented between the grit 80 and 1000 stages, and the gloss was practically double between the first and the last (POLIDO) stages. The surface covering with the polymeric resin reduced significantly the product gloss, without it causes brusque alterations in superficial roughness. On the glazed porcelain stoneware tile the roughness reduction and the gloss increased occurred mainly between the grit 600 and 1800 stages. Between the grit 1800 and 8000 stages had not observed great changes on the roughness or gloss, showing that the polishing becomes unnecessary from the grit 1800. In general way, the gloss reduction occurred more visibly in stages of polishing with abrasives of larger grains, while the abrasives of smaller grains had given the final gloss, intervene poorly in roughness. The results interpretation had supplied subsidies to a better understanding and control of the process responsible for the final characteristics between the glazed and technical products, and the differences between these typologies.



## PUBLICAÇÕES

- FERNANDES, M.C.S.; PAULIN FILHO, P.I.; MORELLI, M.R. Análise da Superfície de Porcelanatos por Microscopia de Força Atômica. **Cerâmica**. No prelo.
  
- FERNANDES, M.C.S.; PAULIN FILHO, P.I.; MORELLI, M.R. Porcelain Stoneware Tile Surface Analysis Through Atomic Force Microscopy. In: CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE MICROSCOPIA E MICROANÁLISE, XXII, 2009. Belo Horizonte – MG. **Abstract...** Acta Microscopica, Vol. 18, Suplemento B, 2009.
  
- FERNANDES, M.C.S.; PAULIN FILHO, P.I.; MORELLI, M.R. Análise da Superfície de Porcelanatos Através de Microscopia de Força Atômica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 53º, 2009, Guarujá – SP. **Anais...** São Paulo: Associação Brasileira de Cerâmica, 2009. 1 CD.



## ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
BANCA EXAMINADORA .....	i
AGRADECIMENTOS .....	iii
EPÍGRAFE .....	v
RESUMO .....	vii
ABSTRACT .....	ix
PUBLICAÇÕES .....	xi
SUMÁRIO .....	xiii
ÍNDICE DE TABELAS .....	xv
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xvii
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 REVISÃO DA LITERATURA .....	3
2.1 PORCELANATO .....	3
2.1.1 Conceitos Gerais .....	3
2.1.2 Produção e Consumo .....	4
2.1.3 Características e Propriedades .....	9
2.1.4 Processo de Fabricação .....	11
2.1.5 Processo de Polimento .....	14
2.1.6 Irregularidades Superficiais .....	17
2.2 METODOLOGIA DE ESTUDO DE UM DEFEITO .....	21
2.3 MICROSCÓPIO DE FORÇA ATÔMICA .....	23
2.3.1 Histórico e Características Gerais .....	23
2.3.2 Comparação entre o AFM e Outros Equipamentos de Imageamento e Medidas da Morfologia Superficial .....	25
2.3.3 Princípios de Funcionamento .....	27
2.3.4 Equipamento .....	35
2.3.5 Aplicações .....	37
2.4 RUGOSIDADE SUPERFICIAL .....	38
2.5 BRILHO .....	39
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	43

3.1 MATERIAIS .....	43
3.2 MÉTODOS .....	43
3.2.1 Preparação dos Corpos-de-prova .....	43
3.2.2 Obtenção de Imagens no Microscópio de Força Atômica (AFM) ...	44
3.2.3 Tratamento de Imagens do Microscópio de Força Atômica (AFM)	45
3.2.4 Obtenção de Imagens no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) .....	45
3.2.5 Medidas de Brilho .....	46
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	47
5 CONCLUSÕES .....	77
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	79
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	81
APÊNDICE A .....	87
APÊNDICE B .....	107
ANEXO A .....	111

## ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 4.1 Estágios do processo de polimento do porcelanato técnico e o respectivo tamanho médio do grão abrasivo utilizado .....	47
Tabela 4.2 Estágios do processo de polimento do porcelanato esmaltado e o respectivo tamanho médio do grão abrasivo utilizado .....	48
Tabela 4.3 Exemplo da diferença entre Ra, RMS e desvio padrão dos estágios de polimento com <i>grit</i> 80 e 120 do porcelanato técnico .....	65
Tabela 4.4 Exemplo da diferença entre Ra, RMS e desvio padrão dos estágios de polimento com <i>grit</i> 600 e 800 do porcelanato técnico .....	71



## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 Maiores produtores mundiais de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 .....	5
Figura 2.2 Maiores consumidores mundiais de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 .....	5
Figura 2.3 Maiores exportadores mundiais de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 .....	6
Figura 2.4 Evolução da capacidade produtiva brasileira de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 .....	7
Figura 2.5 Produção brasileira de diferentes tipos de revestimentos cerâmicos no período de 2006 a 2008 .....	8
Figura 2.6 Fluxograma de produção industrial do porcelanato .....	12
Figura 2.7 Bloco abrasivo e a plataforma giratória que compõem as politrizes normalmente utilizadas no polimento de porcelanatos .....	16
Figura 2.8 Esquema do surgimento da porosidade aberta a partir da remoção de uma fina camada superficial pelo processo de polimento do porcelanato .....	17
Figura 2.9 Metodologia de estudo de um defeito .....	22
Figura 2.10 Comparação da escala de comprimento de imagem de vários tipos de instrumentos de imagem 2D e 3D .....	26
Figura 2.11 Diagrama de funcionamento do microscópio de força atômica .....	28
Figura 2.12 Diagrama do sistema de detecção do AFM .....	29
Figura 2.13 Esquema da variação de altura de uma superfície acompanhada pelo <i>cantilever</i> .....	29
Figura 2.14 Deflexão do <i>cantilever</i> operando no modo não contato e contato .....	30
Figura 2.15 Esquema de forças entre amostra e ponteira em função da distância, caracterizando os diferentes modos de operação do AFM .....	31

Figura 2.16	Esquema ilustrativo da varredura de uma amostra pelo <i>cantilever</i> no modo contato em uma análise por AFM .....	32
Figura 2.17	Esquema ilustrativo da oscilação do <i>cantilever</i> no modo contato intermitente em uma análise por AFM .....	33
Figura 2.18	Imagens obtidas por um MEV de <i>microcantilevers</i> de SiO <sub>2</sub> . (a) <i>cantilever</i> retangular (b) <i>cantilever</i> em forma de V .....	36
Figura 2.19	(a) <i>Cantilever</i> de SiO <sub>2</sub> com ponta de diamante. (b) <i>cantilever</i> de Si com ponta integrada .....	36
Figura 2.20	Parâmetros de rugosidade Ra e RMS utilizados no trabalho .....	39
Figura 2.21	Reflexão da luz em uma superfície a) lisa e b) rugosa .....	40
Figura 2.22	Princípio de funcionamento do brilhômetro .....	41
Figura 3.1	Microscópio de força atômica MultiMode™ SPM da Digital Instruments .....	44
Figura 3.2	Esboço dos pontos (escuros) em que foram feitas as medidas de brilho nas amostras de porcelanato .....	46
Figura 4.1	Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de <i>grit</i> 80. a) Área de varredura de 80 × 80 μm <sup>2</sup> . b) Área de varredura de 10 × 10 μm <sup>2</sup> . c) Área de varredura de 2 × 2 μm <sup>2</sup> .....	50
Figura 4.2	Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de <i>grit</i> 80. a) Área de varredura de 80 × 80 μm <sup>2</sup> . b) Área de varredura de 10 × 10 μm <sup>2</sup> . c) Área de varredura de 2 × 2 μm <sup>2</sup> .....	51
Figura 4.3	Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato técnico no estágio POLIDO. a) Área de varredura de 80 × 80 μm <sup>2</sup> . b) Área de varredura de 10 × 10 μm <sup>2</sup> . c) Área de varredura de 2 × 2 μm <sup>2</sup> .....	52
Figura 4.4	Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio POLIDO. a) Área de varredura de 80 × 80 μm <sup>2</sup> . b) Área de varredura de 10 × 10 μm <sup>2</sup> . c) Área de varredura de 2 × 2 μm <sup>2</sup> .....	53

Figura 4.5	Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato técnico no estágio IMPERMEABILIZADO. a) Área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	54
Figura 4.6	Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio IMPERMEABILIZADO. a) Área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	55
Figura 4.7	Imagem digital (macroscópica) da amostra de porcelanato técnico no último estágio de polimento .....	56
Figura 4.8	Imagem digital (macroscópica) da amostra de porcelanato esmaltado no último estágio de polimento .....	56
Figura 4.9	Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de <i>grit</i> 600. a) Área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	57
Figura 4.10	Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de <i>grit</i> 600. a) Área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	58
Figura 4.11	Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de <i>grit</i> 8000. a) Área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	59
Figura 4.12	Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de <i>grit</i> 8000. a) Área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	60
Figura 4.13	Imagens obtidas por MEV da superfície do porcelanato técnico, com aumento de 500x. Ambas as imagens foram obtidas por elétrons secundários (SE) .....	61

Figura 4.14	Imagens obtidas por MEV da superfície do porcelanato esmaltado, com aumento de 100x. As imagens foram obtidas por a) elétrons secundários (SE) e b) elétrons retroespalhados (BSE) .....	62
Figura 4.15	Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato técnico, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade $R_a$ , para as áreas de varredura de a) $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b) $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ e c) $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	63
Figura 4.16	Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato técnico, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade RMS, para as áreas de varredura de a) $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b) $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ e c) $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	64
Figura 4.17	Correlação entre a rugosidade superficial $R_a$ e o brilho das superfícies de porcelanato técnico a partir de medidas por AFM e brilhaômetro com ângulo de incidência de $60^\circ$ .....	67
Figura 4.18	Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato esmaltado, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade $R_a$ , para as áreas de varredura de a) $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b) $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ e c) $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	69
Figura 4.19	Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato esmaltado, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade RMS, para as áreas de varredura de a) $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b) $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ e c) $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .....	70
Figura 4.20	Imagens de topografia bidimensional com área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivos de <i>grit</i> a) 1800, b) 2500, c) 3500, d) 5000, e) 6000, f) 8000 .....	72
Figura 4.21	Correlação entre a rugosidade superficial $R_a$ e o brilho das superfícies de porcelanato esmaltado a partir de medidas por AFM e brilhaômetro com ângulo de incidência de $60^\circ$ .....	74

## 1 INTRODUÇÃO

O setor de revestimentos cerâmicos insere o Brasil numa posição de grande destaque no mercado mundial. Isto porque o país possui o segundo maior mercado consumidor, é o quinto maior exportador e ocupa a segunda posição no ranking mundial de produtores.

Entre os tipos de produtos produzidos o porcelanato é um dos que apresenta grande expansão na produção, devido a suas excelentes propriedades técnicas e seu elevado desempenho estético. Tais características permitem a utilização deste produto nos mais diversos ambientes externos e internos, garantindo resistência a vários tipos de condições adversas, e desta forma conferindo-lhe um alto valor agregado. Tem sido uma alternativa excelente às pedras naturais, já que seu menor custo o torna mais acessível ao consumidor.

Para melhorar o efeito estético e a posição competitiva com as pedras naturais, os porcelanatos são submetidos a um processo de polimento. Entretanto, tal processo pode ocasionar danos irreversíveis ao produto, principalmente devido à abertura da porosidade fechada e à formação de defeitos superficiais que afetam diversas propriedades de interesse do produto. Desta forma, alguns fabricantes realizam o recobrimento da superfície após o último polimento, com resinas que tendem a amenizar tais irregularidades. No entanto, essas resinas não possuem longa durabilidade, trazendo incômodo e desconfiança ao consumidor. Assim, estudos sobre a rugosidade superficial de porcelanatos podem contribuir para um melhor entendimento e controle do processo responsável pelas características finais do produto.

Neste sentido, o microscópio de força atômica (AFM) apresenta várias vantagens em relação aos microscópios eletrônicos de varredura e transmissão, entre elas a possibilidade de realizar medidas diretas de altura e rugosidade e a obtenção de imagens tridimensionais e com resolução centenas de vezes superior, permitindo, assim, a caracterização dos defeitos presentes na superfície do porcelanato.

Assim, o objetivo deste trabalho é utilizar a técnica de microscopia de força atômica para traçar e analisar a evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato por meio da investigação dos parâmetros de rugosidade. Além disso, sabendo que a rugosidade afeta o brilho superficial, este parâmetro também foi investigado ao longo do processo de polimento, através do equipamento conhecido por brilhômetro.

A escassa literatura abordando o uso do microscópio de força atômica no estudo de superfície de porcelanatos polidos motivou a pesquisa nesta área do conhecimento, visando contribuir para o entendimento dos parâmetros que serão avaliados.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 PORCELANATO**

#### **2.1.1 Conceitos Gerais**

A porcelana é um produto vitrificado obtido a partir de uma mistura de argila, quartzo e feldspato [1]. Por causa da complexa interação entre matérias-primas, rotas de processamento e cinética do processo de queima, as porcelanas representam um dos sistemas cerâmicos mais complicados [2]. O porcelanato é um derivado da porcelana, caracterizado por uma microestrutura muito compacta e excelentes características técnicas [3], como elevada resistências química e mecânica e baixa absorção de água. A principal diferença entre a porcelana e o porcelanato está em seu ciclo de queima. Enquanto a porcelana é queimada durante um longo tempo, para que haja uma grande formação de mulita (algo em torno de 24 horas), o porcelanato é fabricado com um ciclo de queima mais rápido (menos de 1 hora) [4].

Desta forma, o termo porcelanato refere-se a uma cerâmica com massa extremamente compacta, cuja microestrutura apresenta uma fase cristalina imersa em uma matriz vítrea, sendo queimada a uma temperatura próxima de 1200°C [5].

Na última década, a produção global de porcelanatos tem aumentado mais do que qualquer outro produto cerâmico devido ao seu elevado desempenho e características estéticas agradáveis [4]. Assim, atualmente os porcelanatos já são comercializados com características técnicas ótimas que lhes permitem serem usados em aplicações diferentes das tradicionais, tais como áreas de alto trânsito, aplicações antifogo e autolimpeza, fachadas de construções, suportes fotovoltaicos, etc. [6].

Com a introdução do processo de polimento e das técnicas de decoração, o uso do porcelanato foi estendido também a locais de domínio das pedras naturais, possibilitando a produção de produtos com tipologias diferenciadas, semelhantes a mármore e granitos, porém com um custo mais

acessível ao consumidor [5]. Dessa forma, o porcelanato é uma cerâmica versátil e com alto valor agregado que pode ser utilizada nos mais diversos ambientes.

Assim, devido a sua importância comercial, a criação de uma norma técnica específica para os porcelanatos no Brasil (NBR 15463) [7] foi uma medida adotada para obrigar os fabricantes a produzirem produtos com porosidade reduzida, garantindo maior qualidade do produto [8].

### **2.1.2 Produção e Consumo**

O crescimento da indústria de revestimentos cerâmicos é uma tendência mundial. Em 2008, os cinco principais produtores mundiais foram, segundo estimativas da Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos (ANFACER) [9]: China, com 3,4 bilhões de m<sup>2</sup>; Brasil, com 713 milhões de m<sup>2</sup>; Itália, com 527 milhões de m<sup>2</sup>; Espanha, com 495 milhões de m<sup>2</sup>; e Índia, com 404 milhões m<sup>2</sup>. Comparando-se o ano de 2008 com o ano anterior, verifica-se que não houve alteração significativa no quadro de produtores mundiais.

É interessante destacar que, dos cinco países citados, dois deles apresentam uma queda na produção ao longo dos anos: Itália, que perdeu a terceira colocação para o Brasil em 2006, e Espanha, que foi ultrapassada no ranking pelo Brasil em 2007 e estima-se que hoje tenha perdido o terceiro lugar para a Itália. A China continua com um crescimento significativo, sendo estimado que em 2008 sua produção tenha superado em quase 1 bilhão a produção de 2005. Entretanto, embora a China figure como o maior produtor e consumidor mundial, ainda existem dúvidas sobre a qualidade dos produtos fabricados [10]. Cabe destacar o crescimento que a Índia vem apresentando nos últimos anos, bem acima da tendência mundial, tendo aumentado em 36% sua produção desde 2005. Os dados da produção mundial podem ser vistos na Figura 2.1.

Já na Figura 2.2, são apresentados os cinco maiores consumidores mundiais de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008.

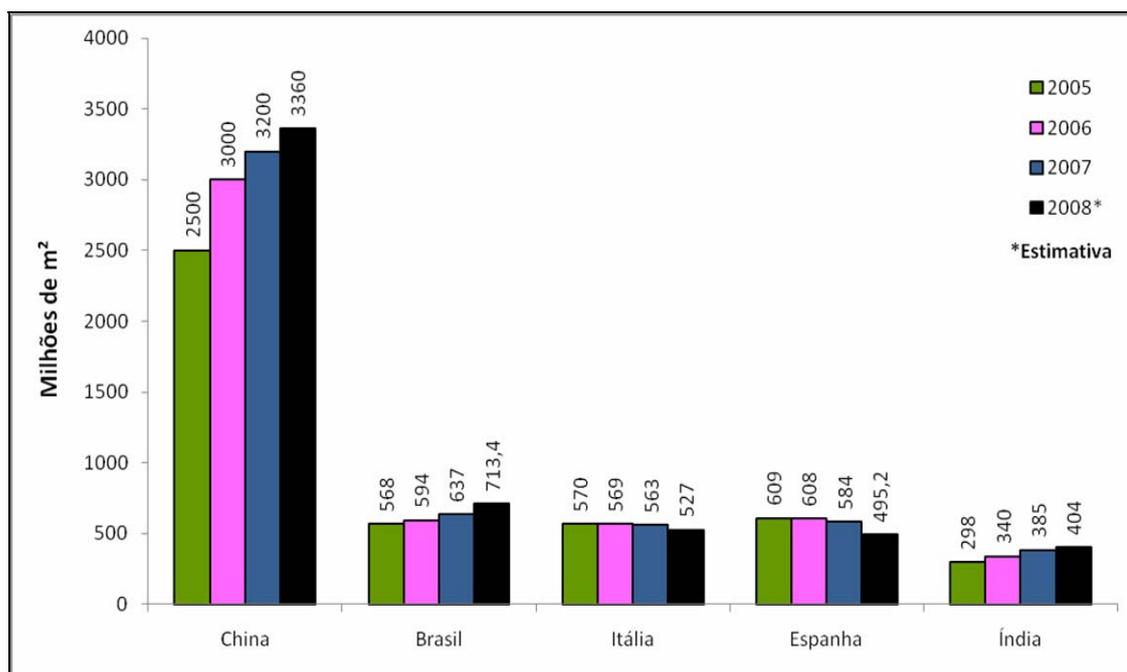


Figura 2.1 Maiores produtores mundiais de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 [9].

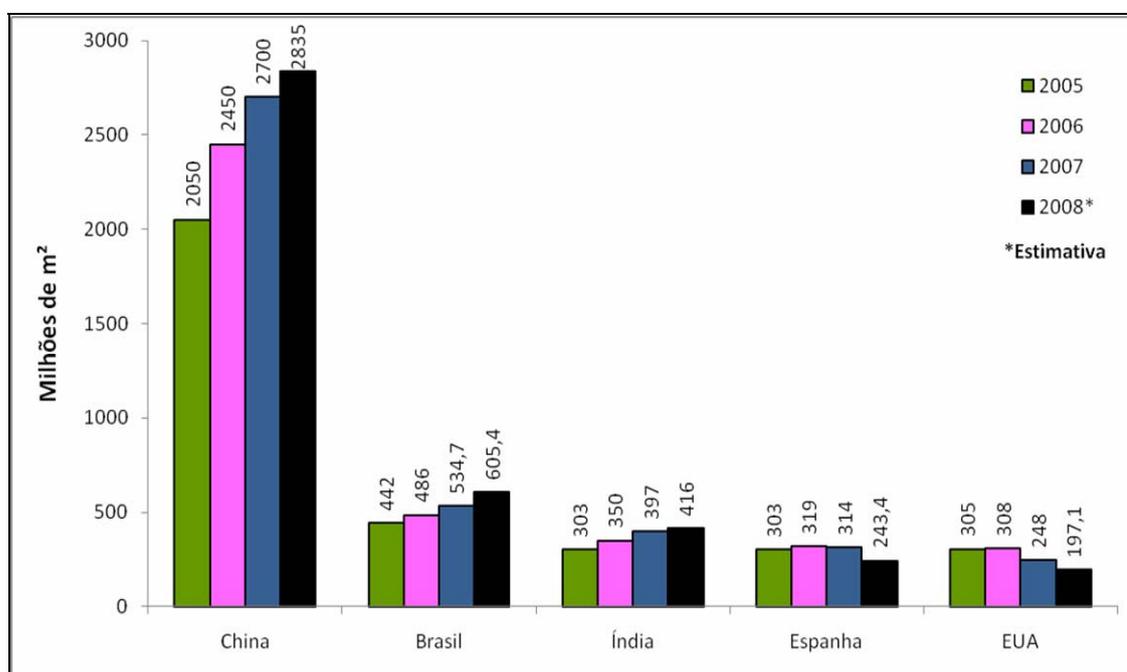


Figura 2.2 Maiores consumidores mundiais de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 [9].

Com relação ao consumo mundial, estima-se que em 2008 os chineses consumiram quase 2,9 bilhões de m<sup>2</sup>, um crescimento de 5% em relação a 2007. O Brasil continua sendo o segundo maior consumidor mundial com cerca de 605 milhões de m<sup>2</sup>, representando um aumento de 13% com relação a 2007. A Índia aparece em posição de grande destaque, superando Espanha e EUA ao atingir o valor de 416 milhões de m<sup>2</sup> consumidos em 2008. A Espanha apresentou decréscimo de 22% em seu consumo interno, uma queda significativa, chegando aos 243 milhões de m<sup>2</sup>. Em seguida, temos os EUA como o quinto consumidor mundial num total de 197 milhões de m<sup>2</sup>, com queda de 21%. Vale destacar que os EUA é o maior importador mundial de revestimentos cerâmicos [11].

Os dados dos maiores exportadores mundiais de revestimentos cerâmicos são apresentados na Figura 2.3.

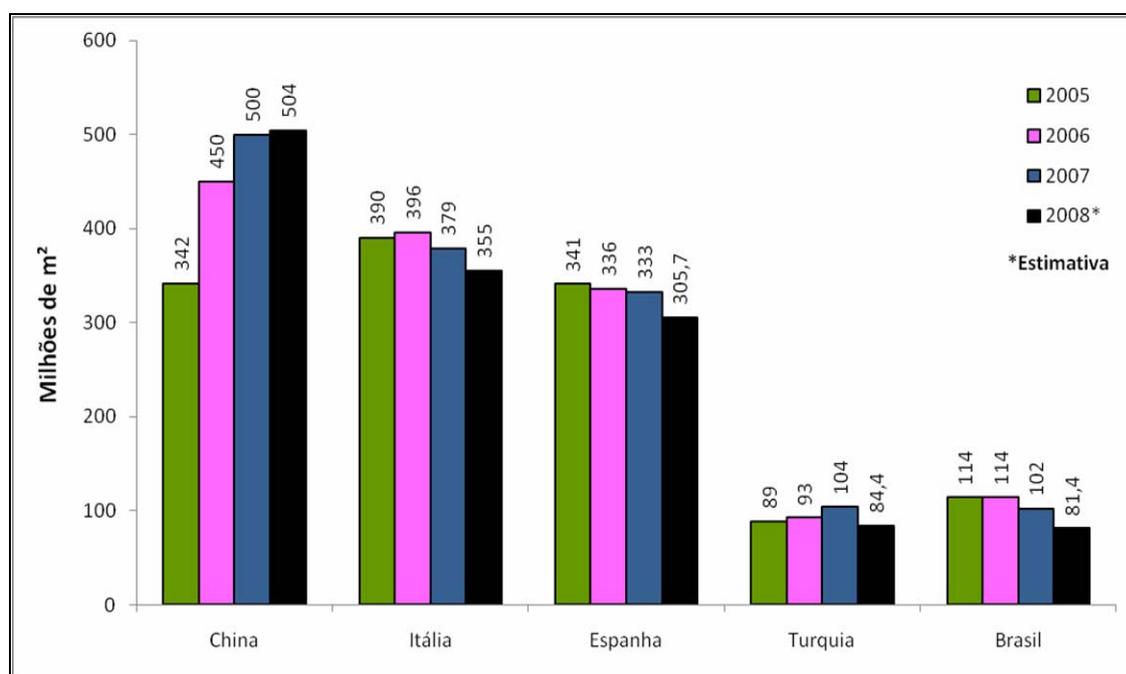


Figura 2.3 Maiores exportadores mundiais de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 [9].

China, Itália, Espanha, Turquia e Brasil, respectivamente, foram os maiores exportadores de revestimentos cerâmicos em 2008, tendo como maior cliente os EUA (exceto a China, que não fornece dados precisos) [11]. A China assumiu a liderança nas exportações em 2006 e atualmente é, de longe, a maior exportadora do setor, com cerca de 504 milhões de m<sup>2</sup>. A Itália se mantém como o segundo maior exportador mundial, tendo exportado, em 2008, 355 milhões de m<sup>2</sup>, apesar de enfrentar quedas recentes. A Espanha continua na terceira posição do ranking, com 306 milhões de m<sup>2</sup>, seguida por Turquia, com 84 milhões de m<sup>2</sup> e Brasil, com 81 milhões de m<sup>2</sup>. Mesmo com quedas sucessivas, as exportações de revestimentos cerâmicos da Itália continuam sendo o principal negócio do setor [11].

O Brasil é, portanto, um dos principais protagonistas no mercado mundial de revestimentos cerâmicos. Possui o segundo maior mercado consumidor, é o quinto maior exportador e ocupa a segunda posição no *ranking* mundial de produtores. Além disso, a indústria brasileira possui uma capacidade instalada de 781 milhões de m<sup>2</sup>, estimando-se que em 2009 tenha atingido 785 milhões de m<sup>2</sup> (Figura 2.4).

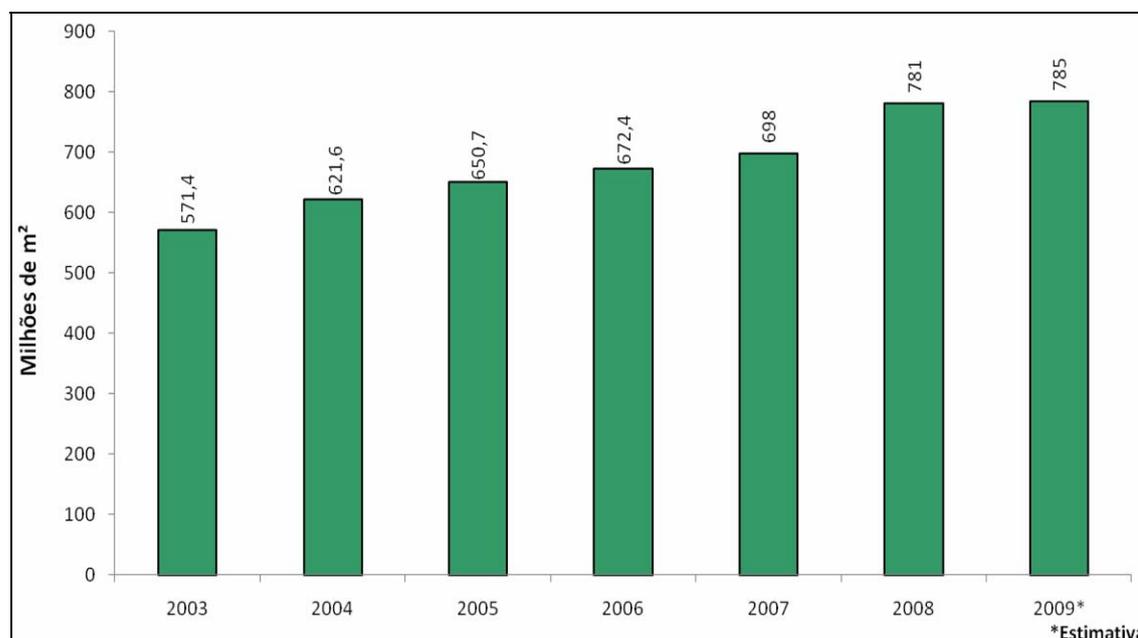


Figura 2.4 Evolução da capacidade produtiva brasileira de revestimentos cerâmicos no período de 2005 a 2008 [9].

Desta forma, o Brasil está entre os países produtores que possuem grandes possibilidades de desempenhar um papel cada vez mais importante no cenário mundial. Isto porque atualmente a indústria brasileira de revestimentos cerâmicos vem apresentando um crescente desenvolvimento das técnicas de produção e controle da qualidade da produção e do produto final [12].

As empresas de revestimentos cerâmicos estão instaladas em 18 estados brasileiros, mas se concentram majoritariamente em São Paulo e Santa Catarina, estando em expansão no Nordeste do país. O setor brasileiro é constituído por 94 empresas, com 117 plantas industriais [9].

Com relação à exportação, em 2008 o Brasil exportou para 129 países de todos os continentes, sendo, respectivamente, EUA, Argentina, Paraguai, Chile, República Dominicana, Costa Rica, Uruguai, Honduras, Reino Unido e Jamaica, os dez principais destinos destas exportações. Desde 2000 as vendas externas cresceram 180% e em 2008 totalizaram US\$ 365 milhões [9].

A produção brasileira conforme o tipo de revestimento cerâmico pode ser vista na Figura 2.5.

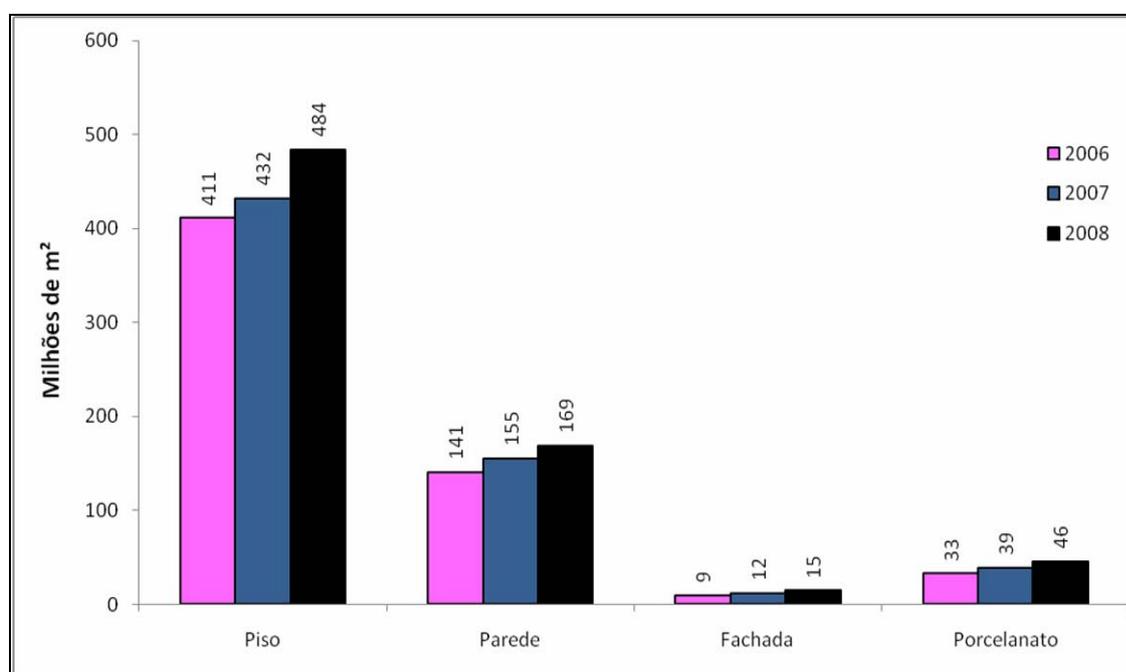


Figura 2.5 Produção brasileira de diferentes tipos de revestimentos cerâmicos no período de 2006 a 2008 [9].

Quanto aos tipos de produtos produzidos, o porcelanato é o produto com maior expansão em escala produtiva [5]. Sua produtividade vem aumentando progressivamente nos últimos anos. Em 1999, foram produzidos no Brasil cerca de 3,4 milhões de m<sup>2</sup> [13]. Em 2008, estima-se que tenha alcançado 46 milhões de m<sup>2</sup> [9].

As principais vantagens competitivas dos revestimentos cerâmicos, quando comparados com outros tipos de revestimentos, referem-se à facilidade de limpeza, durabilidade e potencial decorativo. Em contrapartida, os principais aspectos negativos se relacionam ao seu assentamento que, de forma geral, é difícil, demorada e de alto custo. Segundo Boschi [14], observando-se o crescimento atual do setor, é possível afirmar que as vantagens têm superado as desvantagens e praticamente nenhum dos possíveis concorrentes ameaçou seriamente a posição dos revestimentos cerâmicos como líder do mercado.

### **2.1.3 Características e Propriedades**

Os porcelanatos constituem uma classe de produtos cerâmicos para revestimento, sobretudo de pisos, que vêm se destacando dentro da indústria cerâmica. Isto porque suas propriedades físico-mecânicas determinam um comportamento e vida útil excelentes [15].

Fabricado com tecnologia avançada, difere da cerâmica esmaltada tradicional devido ao seu processo de queima e às matérias-primas que compõem a massa [12]. Possui alto nível de qualidade nas matérias-primas, elevado grau de moagem, alto teor de fundentes e alta pressão de compactação [13].

Assim, a tecnologia de fabricação do porcelanato lhe permite ser um produto com excelentes propriedades e características técnicas, sendo elas [13-18]:

- Baixa porosidade
- Baixa absorção de água
- Elevada dureza
- Elevada resistência química

- Elevada resistência à abrasão
- Elevada resistência mecânica (flexão e fratura)
- Elevada resistência ao congelamento
- Efeito estético agradável

Desta forma, este material tem-se tornado uma alternativa real a outros produtos cerâmicos e ao granito e outras pedras naturais [17].

Quando comparado às pedras naturais, o porcelanato possui características que superam seu desempenho, como [19]:

- Maior resistência ao manchamento
- Maior resistência à abrasão
- Maior resistência mecânica
- Maior resistência química
- Uniformidade de cores
- Mais leves e menor espessura
- Maior facilidade de assentamento

No mercado atual, o porcelanato é classificado como esmaltado ou técnico (não esmaltado), sendo que, para o esmaltado, admite-se uma absorção de água até 0,5% e, para o técnico, a absorção de água deve ser menor ou igual a 0,1%.

O Anexo A apresenta as especificações geométricas, visuais, físicas e químicas que estes dois tipos de porcelanato devem ter, de acordo com a norma NBR 15463 [7].

As características deste produto permitem sua utilização em ambientes externos e internos, garantindo uma alta confiabilidade e resistência a vários tipos de condições adversas. Para melhorar suas características estéticas e sua posição competitiva em relação às pedras naturais, os porcelanatos são submetidos a um processo de polimento, difundido nas indústrias de todo o mundo [16]. Esta tipologia polida é uma das mais apreciadas por seu aspecto. Entretanto, alguns problemas relacionados ao polimento podem desestimular o uso deste tipo de produto, como será esclarecido nos itens a seguir.

#### 2.1.4 Processo de Fabricação

O porcelanato normalmente é fabricado a partir da moagem de uma mistura de matérias-primas, seguida da preparação de barbotina e posterior atomização. Para a conformação das peças utiliza-se uma pressão uniaxial. A queima é feita a temperatura e patamares adequados para se obter um material denso com grande quantidade de fase vítrea. O produto pronto é então polido. A Figura 2.6 apresenta um fluxograma típico de produção industrial de porcelanato [19].

- Matérias-primas

A massa de porcelanato é composta basicamente de uma mistura de argilas, feldspatos, argilas feldspáticas e, algumas vezes, caulins, filitos e aditivos [20].

Os feldspatos têm a função de fundentes na massa, já que são os responsáveis pelas primeiras fases líquidas que aparecem na queima. Estas fases líquidas formadas contribuem fortemente para a densificação das peças e, conseqüentemente, para as propriedades desejadas do porcelanato. Os caulins são ricos em alumina e, durante a queima, juntamente com o quartzo, pode fazer parte da reação de vitrificação, formando vidros sílico-aluminosos, ou formar mulita, que atua como esqueleto do corpo e contribui para o aumento da resistência mecânica [20]. Já as argilas conferem plasticidade à massa, permitindo uma adequada conformação dos corpos.

- Moagem e preparação da barbotina

Nesta etapa as matérias-primas são dosadas, conforme uma formulação predeterminada, e moídas por via úmida até resultarem numa suspensão de água com certa fração de sólidos, chamada barbotina.

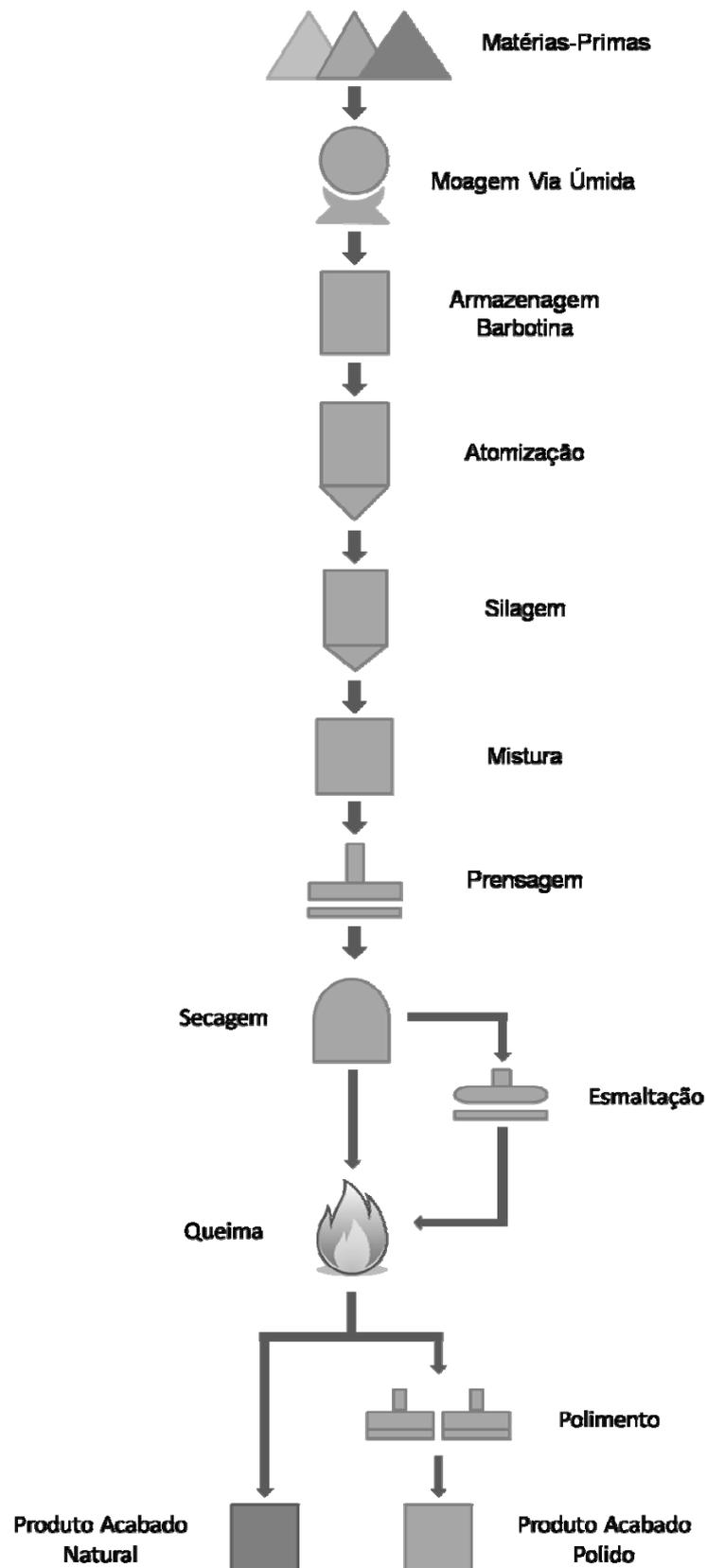


Figura 2.6 Fluxograma de produção industrial do porcelanato [19].

A moagem deve ser feita na medida exata para favorecer a obtenção de um valor de absorção de água praticamente nulo do produto acabado. Se a moagem não for eficiente, algumas partículas podem ser arrancadas durante a etapa de polimento. Além disso, partículas grandes podem favorecer a permanência de poros no interior da peça queimada, prejudicando a resistência mecânica e possibilitando a retenção de manchas nos poros abertos pelo polimento. Em contrapartida, se a moagem for excessiva, a etapa de prensagem pode ser prejudicada, resultando em peças com baixa densidade aparente, baixa resistência mecânica a seco e elevada retração linear na queima [20].

Assim, os principais parâmetros controlados durante a moagem são densidade, viscosidade e resíduo. Com uma viscosidade baixa e uma elevada densidade, a descarga e peneiramento da barbotina são facilitados, diminuindo os custos da atomização [20]. A análise do resíduo possibilita o controle granulométrico.

- Atomização

No interior de uma câmara a barbotina é dispersa no ar em forma de pequenas gotas, que são secas por um fluxo ascendente de ar quente. Desta forma, as partículas presentes nas gotas se aglomeram e formam grânulos esféricos. Este procedimento tem por finalidade aumentar a fluidez do pó e, conseqüentemente, facilitar o preenchimento do molde na prensagem, já que promove um preenchimento mais rápido e uniforme. O pó atomizado é armazenado em silos para que haja tempo suficiente para a homogeneização da umidade.

- Prensagem

Na etapa de prensagem os grânulos são compactados a fim de conferir forma ao produto. Uma correta compactação auxilia na redução da porosidade interna e fornece resistência mecânica à peça verde. Não deve haver gradiente de densidade no material para evitar deformações e desvios de ortogonalidade [20].

- Secagem

A secagem deve deixar um índice mínimo da água remanescente do processo de conformação, evitando problemas na etapa de queima, como trincas, empenamentos e fratura das peças. Além disso, a umidade deve sair homoganeamente da peça, pois se a secagem for desigual causará tensões que poderão se transformar em trincas.

- Queima

Nesta etapa é que ocorre o processo de densificação e a redução da porosidade. O ciclo térmico tem a duração de menos de 1 hora [4] com a temperatura máxima atingindo patamares entre 1.180 e 1.230°C [21], conduzindo à máxima densificação da peça.

O processo de densificação ocorre por meio da sinterização via fase líquida, devido à grande quantidade de fundentes presentes na composição [20].

O controle da quantidade e viscosidade da fase líquida é fundamental para se manter as condições de contração linear e porosidade [20].

No caso dos porcelanatos polidos, após a queima, as placas cerâmicas são conduzidas à etapa de polimento. Devido a sua grande importância nas propriedades finais do porcelanato, este processo está tratado num item separado.

### **2.1.5 Processo de Polimento**

O processo de polimento, última etapa na fabricação industrial do porcelanato, dá brilho à superfície do produto, melhorando sua qualidade estética. Este polimento não é necessário do ponto de vista da qualidade do produto, mas é uma exigência do mercado consumidor que se encanta frente ao brilho e textura de uma superfície polida. O consumidor brasileiro é um dos que mais aprecia tal brilho, tornando os problemas relacionados ao polimento relevantes entre nós [17].

O termo polimento tem como conotação comum conferir brilho a uma dada superfície. Sousa [21] define este termo, do ponto de vista técnico, como um processo de usinagem de acabamento com pouquíssima remoção de material, promovida por grãos abrasivos soltos e com formato irregular.

De acordo com Ibáñez [22], no processo de polimento ocorrem três principais transformações na peça: perda de massa, aumento de brilho e diminuição da rugosidade superficial. Com a eliminação de material, há um decréscimo na espessura da peça, produzindo uma superfície lisa e de alto brilho [23].

O processo de polimento industrial é atualmente dividido em duas etapas: a calibração e o polimento propriamente dito [21, 23]. Na calibração os produtos são submetidos a um processo de desgaste acentuado, no qual uma grande quantidade de material é removida. Esta etapa visa nivelar a superfície e, desta forma, padronizar as dimensões da peça [20, 21].

Como as ferramentas utilizadas na calibração são muito severas, um grande controle do processo é necessário. Isto porque, durante esta fase, podem ocorrer riscos profundos que não seriam removidos pelo processo subsequente, exigindo que peças inteiras fossem descartadas [24].

Industrialmente, o processo de polimento é feito em um equipamento composto por uma série de politrizes. Cada politriz possui uma plataforma giratória na qual são acoplados blocos abrasivos que tocam diretamente a superfície das placas [21]. A Figura 2.7 mostra um esquema do bloco abrasivo e da plataforma giratória.

Os blocos abrasivos geralmente são compostos de agentes abrasivos (normalmente carbeto de silício) embutidos numa matriz de composição variável [23]. Para cada politriz subsequente são utilizados blocos abrasivos com granulometria cada vez menor, até atingir-se o brilho desejado no produto. Os blocos abrasivos agem com o uso da água como meio lubrificante, a fim de diminuir o atrito entre o bloco e a superfície do produto, refrigerar o sistema e remover resíduos gerados pelo processo [20, 21]. É importante que as matérias-primas utilizadas na fabricação dos abrasivos tenham elevada pureza para garantir um polimento de qualidade [20].

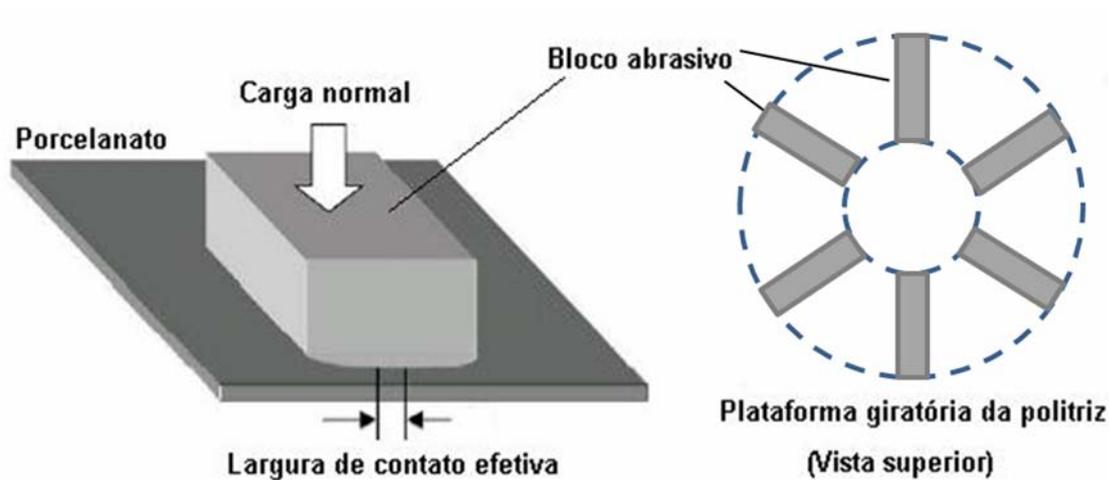


Figura 2.7 Bloco abrasivo e plataforma giratória que compõem as politrizes normalmente utilizadas no polimento de porcelanatos [21].

Nas primeiras politrizes ocorre a eliminação das gretas ou sulcos profundos, provenientes da etapa de calibração. Esta eliminação de defeitos é feita gradativamente com o avanço do produto pelo processo. Cada etapa tem o intuito de apagar os riscos remanescentes da etapa anterior, deixando uma superfície suficientemente uniforme e lisa. Neste estágio, os abrasivos utilizados possuem granulometria grosseira.

Nas últimas politrizes ocorre o polimento propriamente dito. Não há mais riscos nas peças e a superfície recebe o brilho desejado, resultando num produto final com superfície lisa e especular. Neste estágio são utilizados abrasivos mais finos.

Alguns danos irreversíveis podem ser ocasionados durante o polimento, principalmente devido à abertura da porosidade fechada e à formação de defeitos superficiais. Isto porque, durante o polimento, uma camada entre 0,5 e 1,5 mm [25] é retirada, fazendo com que parte dos poros fechados no interior do corpo fique exposta, dando origem à chamada porosidade aberta. Segundo Arantes [26], apesar de possuir baixa porosidade aparente, o porcelanato apresenta um volume em torno de 5 a 12% de poros isolados em seu interior. Este fenômeno é representado esquematicamente na Figura 2.8.

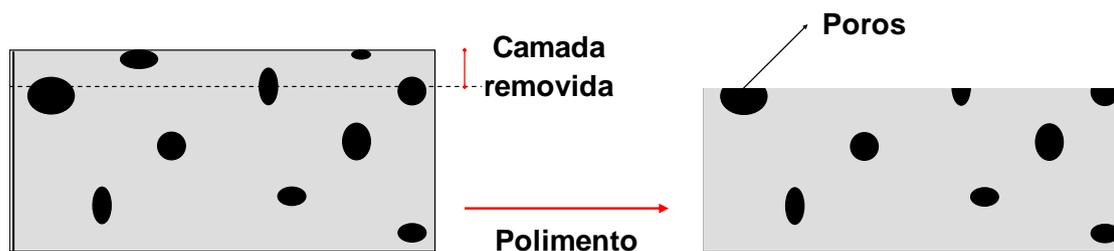


Figura 2.8 Esquema do surgimento da porosidade aberta a partir da remoção de uma fina camada superficial pelo processo de polimento do porcelanato [26].

Assim, de forma geral, Dondi [27] identifica que as irregularidades presentes na superfície do porcelanato são constituídas por poros e pequenas ondulações, derivados das etapas de prensagem e sinterização, assim como arranhões, trincas e incisões, introduzidas pelo polimento ou durante o uso do produto. A existência destas irregularidades na superfície do revestimento cerâmico altera algumas propriedades de interesse do produto, como [28]:

- as propriedades óticas
- a durabilidade química
- a resistência ao desgaste por abrasão
- a resistência ao manchamento
- a resistência ao escorregamento

Estas propriedades, com exceção da resistência ao escorregamento, estão relacionadas à manutenção das qualidades estéticas do revestimento, influenciando no tempo de vida útil previsto.

Desta forma, é importante entender a influência do polimento na diminuição das irregularidades superficiais e, conseqüentemente, nas propriedades de interesse do produto.

### 2.1.6 Irregularidades Superficiais

Para os consumidores de revestimentos cerâmicos, o aspecto estético dos produtos assume, muitas vezes, papel mais relevante para sua escolha do

que as propriedades técnicas que caracterizam o desempenho do mesmo [28]. Entretanto, as propriedades técnicas adequadas garantem a estética agradável do produto.

As irregularidades superficiais podem afetar as seguintes propriedades técnicas dos porcelanatos:

- Propriedades óticas

As irregularidades superficiais afetam diretamente a reflexão da luz incidente, de forma que o brilho e a nitidez da imagem refletida são alterados pelas saliências e reentrâncias presentes na superfície do produto acabado. Assim, a redução das irregularidades pelo processo de polimento gera superfícies com elevada reflexão especular e nitidez da imagem refletida, aumentando o brilho do produto [28].

- Durabilidade química

A resistência ao ataque químico e, conseqüentemente, a deterioração superficial, é menor em superfícies com rugosidade elevada. Isto ocorre porque a rugosidade superficial aumenta a área de contato do revestimento cerâmico com as soluções que atacam sua superfície [28].

- Resistência ao desgaste por abrasão

A rugosidade elevada também diminui a resistência ao desgaste por abrasão da superfície cerâmica. Isso porque as saliências presentes na superfície são desprendidas com mais facilidade quando o produto é submetido ao desgaste abrasivo [28].

- Resistência ao escorregamento

Superfícies de baixa rugosidade reduzem o coeficiente de atrito superficial, já que a área de contato entre o revestimento e a sola dos calçados diminui. Desta forma, texturas lisas diminuem a resistência ao escorregamento [28].

- Resistência ao manchamento

A literatura aponta a vulnerabilidade ao manchamento como o principal obstáculo à penetração comercial ainda maior do porcelanato, principalmente da tipologia polida [17].

Alguns comportamentos de manchamento estão relacionados a diferentes microestruturas, sendo a superfície rugosa, bem como a quantidade e formato dos poros, as variáveis mais influentes [16]. Isso ocorre porque a existência de irregularidades (poros, trincas e sulcos) no produto facilita a adesão de partículas à superfície, além de dificultar a respectiva remoção [13, 20].

De acordo com Moura [12], a dificuldade de remoção de agentes manchantes depende, em parte, da morfologia dos poros, mas, principalmente, do seu tamanho; quanto maior o diâmetro dos poros, maior a retenção de agentes manchantes e maior a dificuldade de remoção. Beltrán [29] cita um valor da ordem de 30 a 60  $\mu\text{m}$  como tamanho crítico de poro, a partir do qual o fenômeno do manchamento passa a ser verificado. Já para Heck [19], poros com tamanhos inferiores a 15  $\mu\text{m}$  não contribuem para o manchamento e poros com diâmetros superiores a 60  $\mu\text{m}$  facilitam a adesão de partículas, mas a limpeza também é mais fácil, pois a área de contato com o agente limpante é maior.

Além disso, a quantidade de defeitos presentes também é importante. Dondi [16] encontrou que a quantidade de manchas retidas na superfície do porcelanato é, de algum modo, proporcional à concentração (quantidade) de defeitos superficiais. Assim, é interessante obter uma microestrutura com um número mínimo de poros, pequenos, fechados e isolados, de forma a potencializar a resistência ao manchamento da peça [26].

As características da superfície original também são alteradas pelo desgaste e riscos ocorridos ao longo do tempo de utilização do revestimento, modificando a resistência ao manchamento. Assim, outra característica que interfere na capacidade de retenção de agentes manchantes é a rugosidade da superfície. Diferentemente da porosidade, esta variável não possui efeito

definitivo na resistência ao manchamento, pois pode apenas facilitar a impregnação do agente manchante na superfície, sem prejudicar o processo de remoção da sujeira [12]. Desta forma, a diminuição da rugosidade superficial obtida pelo processo de polimento dificulta a retenção da sujeira.

Uma forma de tentar contornar o problema de manchamento, segundo orientação dos próprios fabricantes, é a realização da impermeabilização da superfície antes do uso do produto por meio da aplicação de resinas poliméricas [30]. Estas resinas servem para preencher os poros e impermeabilizar a superfície contra agentes manchantes [18]. Entretanto, esta alternativa não é a melhor para resolver o problema, já que traz incômodo e desconfiança ao consumidor, que não acredita na durabilidade do produto e acaba tendo gastos adicionais pela necessidade de reaplicação da resina [17, 26].

Assim, é essencial entender o papel da microestrutura da superfície para obter um modelo do comportamento do fenômeno do manchamento e melhorar a performance do produto.

A literatura propõe diversas soluções para a eliminação dos poros responsáveis pelo fenômeno do manchamento, como alterações da massa (composição e características físicas e mineralógicas), ajustes no processo (comportamento na compactação e queima) e melhoria do polimento [8].

Em contrapartida, poucos são os estudos realizados na área de revestimentos cerâmicos que correlacionam as características estéticas do produto com os valores de rugosidade superficial obtidos ao longo do processo de polimento. Ainda nesta área, não foram encontrados trabalhos em que a rugosidade superficial de porcelanatos polidos seja medida por meio dos recursos disponíveis no microscópio de força atômica.

Desta forma, este estudo teve como objetivo a investigação dos parâmetros de rugosidade, obtidos por meio da técnica de microscopia de força atômica, e sua correlação com os valores de brilho ao longo do processo de polimento da superfície do porcelanato.

## 2.2 METODOLOGIA DE ESTUDO DE UM DEFEITO

Antes de se referir às técnicas utilizadas na análise da rugosidade superficial e do brilho dos porcelanatos, é interessante estabelecer todo o caminho a ser seguido na identificação, causa e solução de um defeito para que os resultados sejam dispostos de forma ordenada e levem a uma solução sensata [31]. A Figura 2.9 mostra de forma esquemática os aspectos que devem ser levados em consideração no estudo de um defeito.

Amorós [31] descreve a metodologia de estudo de um defeito da seguinte forma: inicialmente, é necessária a observação minuciosa do defeito e o recolhimento de dados que se referem aos fatores que levam à aparição do defeito, assim como a quantificação da gravidade do defeito. Um defeito isolado em uma peça fornece pouca informação, a menos que se conheça a história do mesmo. Assim, esta primeira etapa é de crucial importância e vai ser definitiva no estabelecimento da hipótese acerca das possíveis causas do defeito, já que um mesmo defeito pode ser produzido por causas diferentes.

A segunda etapa consiste no mapeamento das hipóteses sobre as possíveis causas do defeito para que, posteriormente, os ensaios pertinentes sejam realizados. Os ensaios podem ir desde os mais simples, que podem ser realizados na própria empresa, até os mais sofisticados, que exigem equipamentos específicos e estudos mais exaustivos. Em alguns casos, é possível tentar a reprodução do defeito em escala laboratorial.

Finalizadas as determinações analíticas, começa a terceira fase do estudo, que consiste na determinação da causa que possivelmente origina o defeito. Com esta suposição é possível mapear as soluções do problema e aplicá-las na indústria. Deve-se levar em consideração que a solução do defeito não deve causar decréscimo nos outros parâmetros e características do processo produtivo.

Se a solução proposta não for eficiente, é necessário efetuar uma reconsideração das hipóteses e suposições de partida. É interessante estabelecer algum sistema de controle que detecte com antecipação se o defeito pode ocorrer novamente, de forma a atuar antes do reaparecimento.

Por último, é importante dispor da informação obtida em outros estudos de defeitos já que, em muitas ocasiões, estes se apresentam de forma cíclica ou repetitiva (com mínimas variações). Em outras ocasiões, mais claras, esta comparação permitirá descartar um número importante de possíveis causas, agilizando o estudo e a solução.

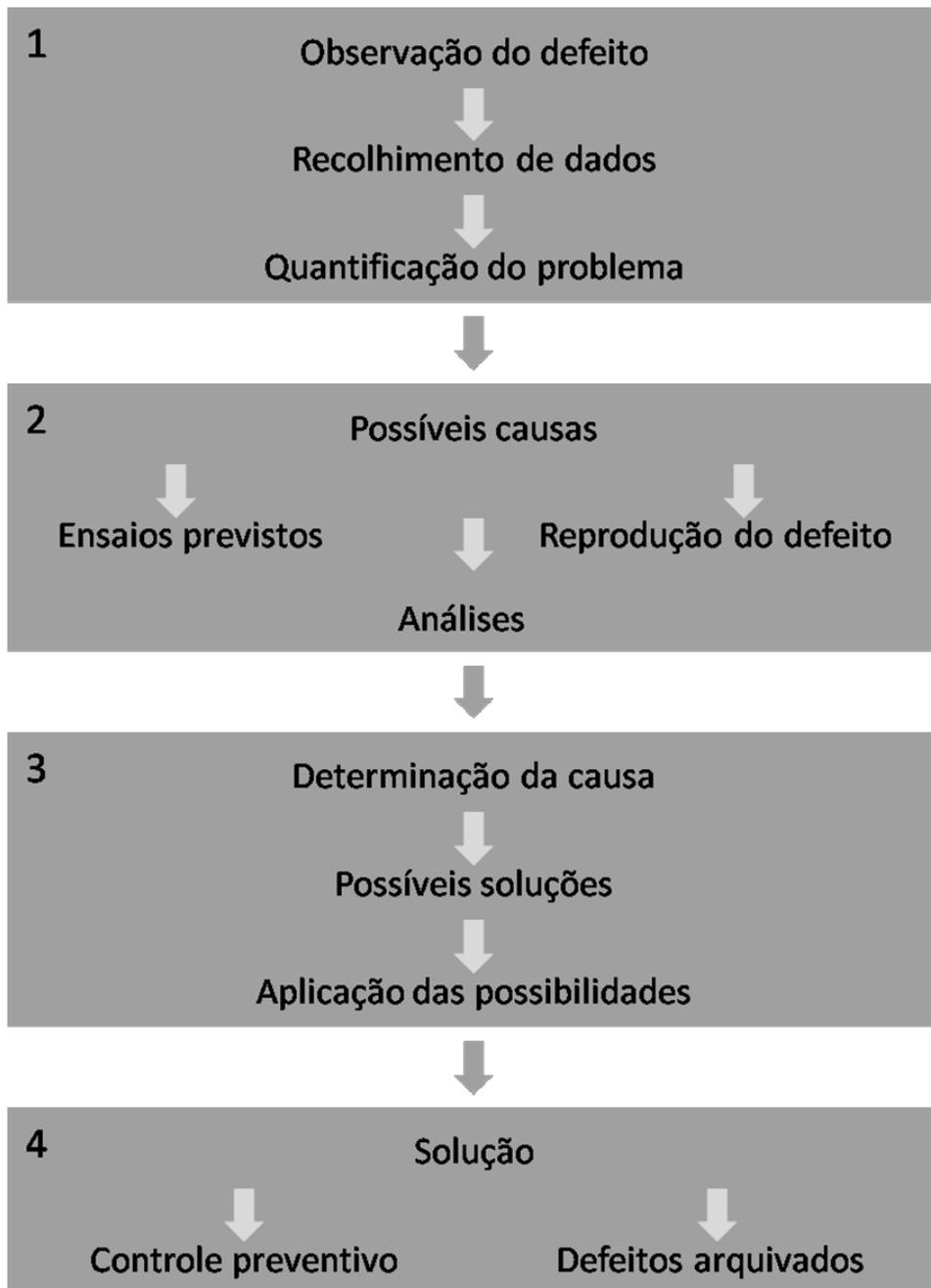


Figura 2.9 Metodologia de estudo de um defeito [31].

## 2.3 MICROSCÓPIO DE FORÇA ATÔMICA

### 2.3.1 Histórico e Características Gerais

Existem diversos equipamentos e técnicas para observação de superfícies ampliadas, tais como microscópios óticos e eletrônicos que utilizam a radiação eletromagnética para criar uma imagem ampliada do objeto. Estes microscópios geram imagens ampliadas em duas dimensões da superfície de um objeto (plano horizontal), com ampliações tão grandes quanto 1000x para um microscópio ótico, e 100.000x para um microscópio eletrônico. Entretanto, eles não fornecem prontamente dimensões verticais da superfície do objeto, a altura e profundidade das características da superfície [32].

Com a invenção do microscópio de tunelamento (STM), passou a ser possível não só ver, como medir e manipular átomos ou moléculas. Assim, desencadeou-se o desenvolvimento de uma grande variedade de microscópicos de varredura por sonda (SPM), como o microscópio de força atômica (AFM), o microscópio de força magnética (MFM), o microscópio de força eletrostática (EFM), o microscópio ótico de campo próximo (SNOM) e todos os derivados [33].

O **AFM** (*Atomic Force Microscope*), ou **SFM** (*Scanning Force Microscope*), foi desenvolvido a partir de uma modificação do microscópio de tunelamento, combinado com um perfilômetro *Stylus* (aparelho para medir rugosidade em escala microscópica) [24], por Binning, Quate e Gerber em 1986, após observação que a ponta do STM exerce forças sobre a superfície da amostra na mesma ordem das forças interatômicas, ou seja, o AFM usa a interação entre as forças sonda-amostra para traçar o mapa da superfície [34].

Os microscópios de varredura por sonda são compostos basicamente por uma sonda, uma cerâmica piezoelétrica para posicionar o objeto e fazer varreduras, circuitos de realimentação para controlar a posição vertical da sonda e fazer a varredura, e um computador para controlar os circuitos, armazenar dados e os converter em imagens topográficas por meio de *softwares* específicos. Destes componentes, o principal é o sensor, com o qual

é possível mapear a superfície da amostra e obter as imagens com magnitudes muito altas, medindo distâncias com resolução de até 0,1 ângstrom. Os sensores utilizados são: no microscópio de tunelamento, uma ponta metálica de dimensões quase atômicas; no microscópio de força atômica, um sensor de força em forma de ponta condutora ou isolante; e para o microscópio ótico de campo próximo, uma fibra ótica [33]. Tais sensores foram revolucionários devido à sua dimensão e construção.

O AFM tornou-se um dos equipamentos mais adequados para o estudo de materiais na micro e nanoescala por conseguir obter imagens de superfície de materiais sob diferentes condições, como ar, vácuo e meio líquido [35]. Embora seja capaz de uma ampliação extrema, não é um instrumento grande quando comparado aos microscópios eletrônicos [32].

Embora as imagens obtidas no AFM sejam normalmente usadas como micrografias da superfície, os dados também são usados para medir outros parâmetros, como a rugosidade superficial, e para visualizar a nanotextura de muitos tipos de superfícies de materiais. As vantagens do AFM para esta aplicações derivam do fato que a técnica é não destrutiva e tem uma elevada resolução espacial tridimensional.

Várias outras características são únicas do AFM [32]:

- Sensitividade de escala atômica – A maioria dos instrumentos de medida se torna maior conforme aumenta a sensibilidade desejada. Com um AFM a sensibilidade é na escala nanométrica ou atômica.
- Tecnologia de fabricação – Um AFM pode ser usado para fazer mudanças rapidamente na estrutura da superfície em escala nanométrica. Tais mudanças podem ser feitas por um custo menor do que certas tecnologias tradicionais como feixes de elétrons ou fotolitografia.
- Controle de movimento – Tecnologia de controle de movimento para uma exploração acurada de escala nanométrica a um nível não realizável com outros métodos.

As três características podem ser aplicadas a outras áreas tecnológicas e científicas como armazenamento de dados, engenharia genética e nanorrobótica [32].

### 2.3.2 Comparação entre o AFM e Outros Equipamentos de Imageamento e Medidas da Morfologia Superficial

A microscopia de força atômica tem capacidade de fornecer informações que não eram possíveis de se obter com o uso da microscopia eletrônica de varredura. Apresenta várias vantagens em relação às microscopias eletrônicas de varredura (MEV) e transmissão (MET), entre elas a de dispensar o uso de vácuo ou do recobrimento da amostra e a possibilidade de realizar medidas diretas de altura e rugosidade. Como o recobrimento não é necessário, as amostras não sofrem alterações decorrentes da preparação [35].

Instrumentos do tipo MEV/MET são capazes de fazer muito mais do que medidas topográficas. Por exemplo, a instrumentação de feixe de elétrons pode fazer medidas de EDX (*Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy*). Da mesma forma, o AFM pode fazer muitos outros tipos de medidas do que apenas as topográficas. Por exemplo, instrumentos de AFM podem fazer mapas de campos térmicos, magnéticos e elétricos da superfície. Tanto o MEV/MET quanto o AFM podem iniciar mudanças litográficas na superfície [32].

Em geral, é mais fácil usar o AFM do que o MEV, porque uma preparação mínima da amostra é necessária com o AFM. O tempo requerido para fazer uma medida com MEV é tipicamente menor do que com AFM, mas a quantidade de tempo requerida para obter imagens significativas é similar, já que o MEV/MET frequentemente requer um tempo substancial para preparar a amostra [32].

Um microscópio ótico requer uma mínima quantidade de espaço no laboratório, enquanto o MEV/MET requer uma área. O AFM é o intermediário destes dois. Também, o AFM é mais caro que um microscópio ótico e mais barato que um MEV/MET [32].

A Figura 2.10 mostra uma comparação da escala de comprimento de imagem entre vários tipos de microscópios e perfilômetros. Uma das características limitantes do AFM é não ser prático para fazer medidas em áreas maiores que 100  $\mu\text{m}$ , já que requer varredura mecânica da sonda sobre a superfície [32].

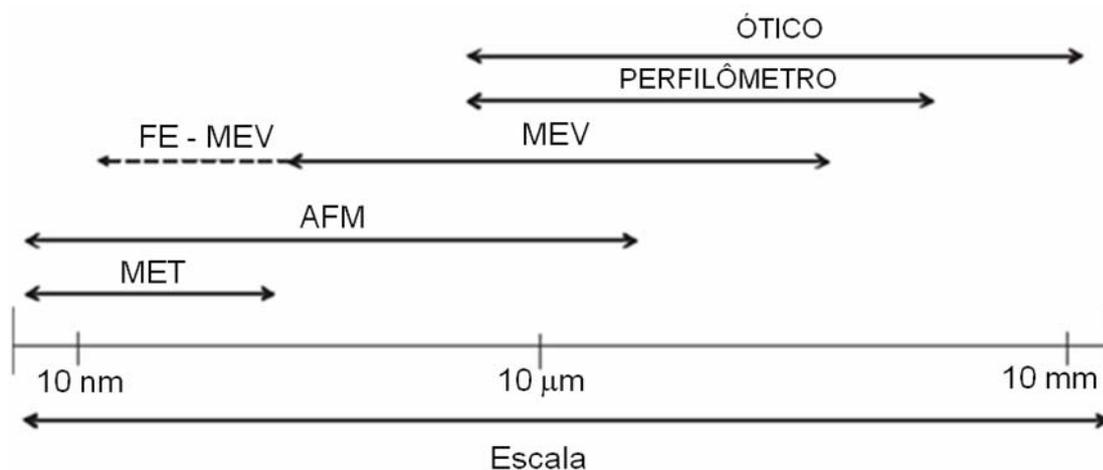


Figura 2.10 Comparação da escala de comprimento de imagem de vários tipos de instrumentos de imagem 2D e 3D [32].

Embora a AFM apresente várias vantagens em relação à microscopia eletrônica, ela não pode substituí-la totalmente no estudo dos materiais e deve ser vista como uma técnica complementar, que permite conseguir várias informações sobre as superfícies dos materiais: a) possibilidade de se realizar medidas em ar e em meio líquido; b) obtenção de imagens com resolução centenas de vezes superior as da microscopia eletrônica (análise de estruturas na escala nanométrica); c) custo operacional inferior ao dos microscópios eletrônicos existentes no mercado [35].

Há inúmeros métodos analíticos para determinar a rugosidade da superfície que perdem em vantagens para o AFM. Os perfilômetros óticos são ideais para medidas rápidas de rugosidade, mas são limitados pela resolução das técnicas óticas, tipicamente maior que  $0,5 \mu\text{m}$ , além de exigirem uma amostra opticamente opaca. Quanto aos perfilômetros mecânicos, eles frequentemente mostram menos detalhes que uma imagem de AFM, além do que no AFM sondas menores são utilizadas, permitindo a visualização de estruturas muito menores. Os métodos de feixe de elétrons e íons são capazes de visualizar a textura da superfície com resoluções horizontais de menos de  $1\text{nm}$ , entretanto, para se obter os valores de rugosidade, é necessário seccionar a amostra transversalmente, o que pode ser muito difícil [36].

### 2.3.3 Princípios de Funcionamento

O microscópio de força atômica é um instrumento de imagem mecânico que mede a topografia das três dimensões tão bem quanto as propriedades físicas da superfície com uma sonda pontiaguda [32].

Para entender sua gama de aplicações é essencial compreender o princípio de funcionamento. Segundo comparação de Bernardes Filho e Mattoso [35], o AFM trabalha de forma semelhante às agulhas dos antigos toca-discos, sendo que no lugar da agulha (*probe*), encontra-se o *cantilever*, que consiste de uma haste flexível com uma ponta de poucos microns na parte inferior. Para percorrer a amostra de forma a obter uma imagem, é utilizado um sistema de posicionamento usando cerâmicas piezoelétricas, capazes de percorrerem a amostra nas três direções (xyz) com precisão de ângstrons (Å). Nesta varredura emprega-se também um sistema de alinhamento com feixe de laser que incide sobre o *cantilever* e reflete em um sensor de quatro quadrantes. Este sensor fornece informações de localização para o sistema de realimentação e controle, que corrige a posição do *cantilever* de forma a manter o contato com a amostra, durante a varredura, e permitir a obtenção da imagem [35].

As etapas de funcionamento e operação do AFM podem ser sintetizadas em um diagrama conforme apresentado na Figura 2.11.

Inicialmente a sonda mecânica é colocada em contato ou muito próxima à superfície da amostra que se deseja investigar, dando origem a uma interação fortemente localizada entre a sonda e a amostra. O *scanner* piezoelétrico permite a movimentação lateral da amostra em relação à sonda, descrevendo o padrão de varredura. Pelo mecanismo de monitoração, a variação da interação sonda-amostra é detectada durante a varredura e esta informação é passada ao sistema de realimentação que controla a separação entre a sonda e a amostra. Este processo é inteiramente controlado por computador, que recebe os dados e os converte em imagem. O sistema de reaproximação posiciona a sonda sobre uma determinada região da amostra, de forma que a sonda fique próxima à região desejada [38].

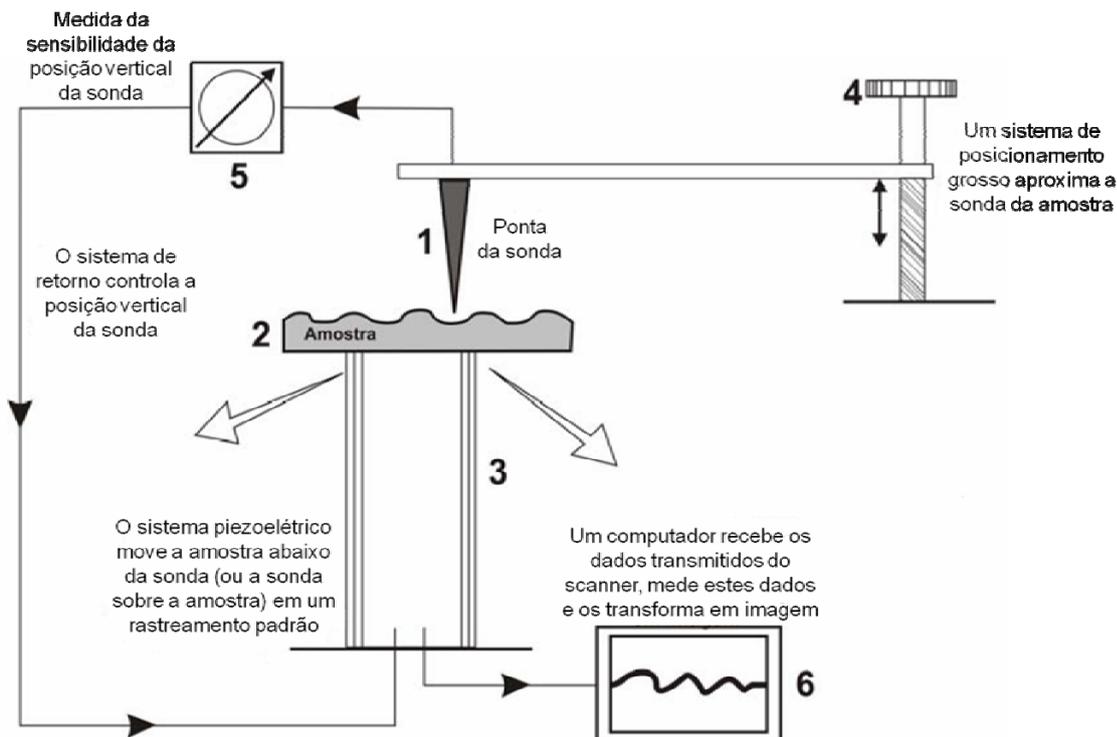


Figura 2.11 Diagrama de funcionamento do microscópio de força atômica [37].

À medida que a varredura ocorre, a intensidade da força de interação entre a ponta e a amostra varia com a morfologia da superfície da amostra. Quando a sonda se aproxima da superfície, as forças de interação sonda-amostra fazem o *cantilever* defletir. Esta deflexão é constantemente monitorada durante a varredura da amostra [38].

O sistema de detecção da intensidade da força de interação ponta-superfície é simples, estável e de baixo ruído. Tal sistema é composto por um laser, um espelho e um fotodetector (Figura 2.12). O feixe de laser que incide na superfície superior do *cantilever* é refletido no espelho e do espelho até o fotodetector. O fotodetector é dividido em quatro quadrantes (A, B, C e D), que possibilitam o monitoramento da intensidade do laser que o atinge na parte superior (A+B), inferior (C+D), esquerda (A+C) e direita (B+D). A diferença entre as intensidades dos sinais que atingem a parte superior e inferior é utilizada pelo sistema de realimentação para definir o deslocamento vertical da amostra e manter a intensidade da força de interação constante [38].

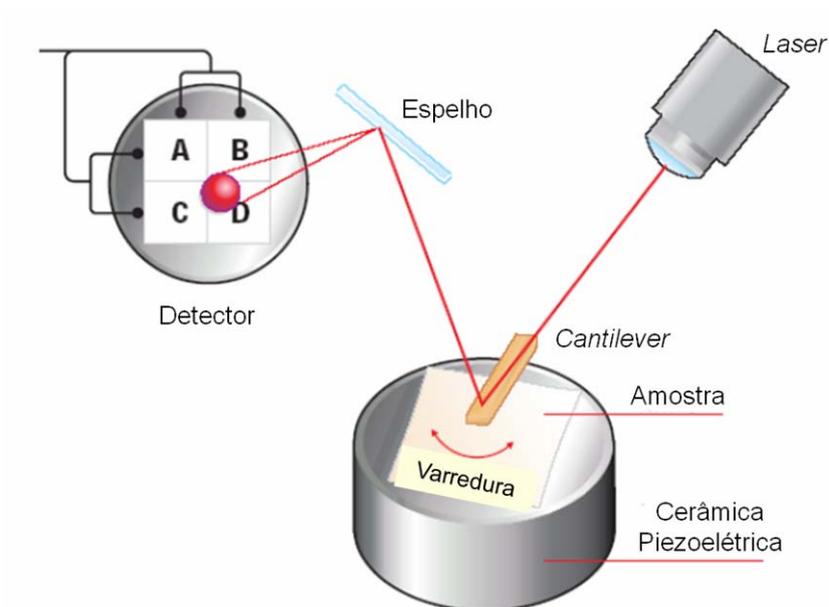


Figura 2.12 Diagrama do sistema de detecção do AFM [38].

O sinal de deflexão do *cantilever* é utilizado pelo computador para gerar um mapa da superfície da amostra, a partir da conversão de variação do sinal no detector para variação de altura na amostra. A variação de altura no *scanner* corresponde exatamente à variação topográfica na amostra, revelando diretamente sua morfologia [38]. A Figura 2.13 ilustra a variação de altura de uma superfície acompanhada da variação de deflexão do *cantilever*.

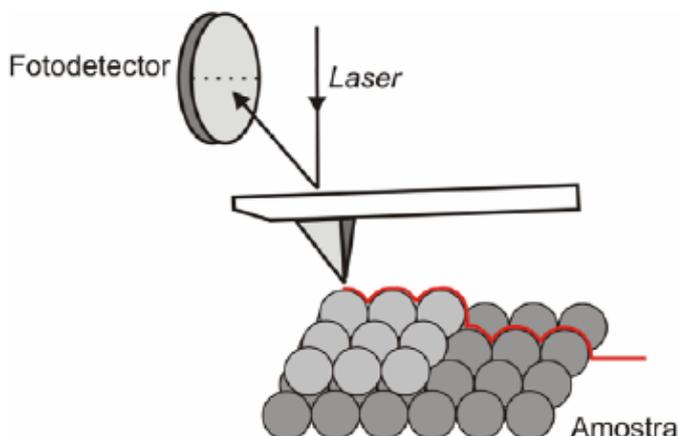


Figura 2.13 Esquema da variação de altura de uma superfície acompanhada pelo *cantilever* [38].

Os diferentes modos de se obter uma imagem, também chamados modos de varredura ou de operação, se referem à distância mantida entre a sonda e a amostra no momento da varredura, e às formas de movimentar a ponteira sobre a superfície estudada [33]. Eles variam em função de diversos fatores como natureza da amostra, tipo de *cantilever* utilizado e o tipo de varredura [35].

Os modos de fazer imagens podem ser classificados em modo contato e modo não contato, dependendo das forças líquidas entre ponteira e amostra. Se o aparelho opera na **região atrativa** (onde *cantilever* e amostra são atraídos), trata-se do **modo não contato**. Se a operação é na região repulsiva (onde *cantilever* e amostra são repelidos), trata-se do **modo contato** [33]. A deflexão que atração e repulsão causam no *cantilever* é mostrada na Figura 2.14.

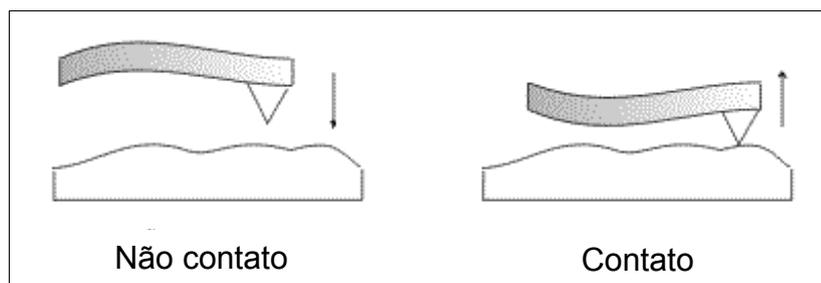


Figura 2.14 Deflexão do *cantilever* operando no modo não contato e contato.

Quando a ponteira se aproxima de uma amostra, ela é atraída pela superfície devido a uma ampla gama de forças atrativas existentes na região, como as forças de van der Waals. Esta atração aumenta até que, quando a ponteira aproxima-se muito da amostra, os átomos de ambas estão tão próximos que seus orbitais eletrônicos começam a se repelir. Com a diminuição da distância entre ponta e amostra, a repulsão eletrostática enfraquece a força atrativa. As forças se anulam quando a distância entre os átomos é da ordem de alguns ângstrons, que é a ordem da distância característica de uma ligação química. Quando as forças se tornam positivas, podemos dizer que os átomos da ponteira e da amostra estão em contato e as forças repulsivas acabam dominando [33].

Na Figura 2.15 é mostrado o esquema das forças que agem entre a amostra e a ponteira em função da distância, o que caracteriza os diferentes modos de operação do AFM.

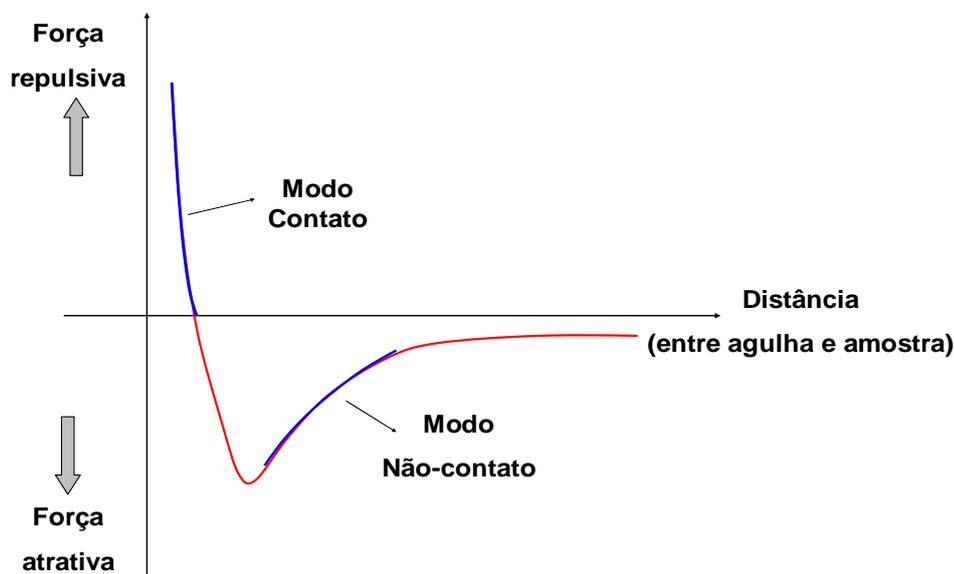


Figura 2.15 Esquema de forças entre amostra e ponteira em função da distância, caracterizando os diferentes modos de operação do AFM [35].

#### Modos de operação do AFM [35]:

- Modo contato

Neste modo, a imagem é obtida com a agulha tocando suavemente a amostra (Figura 2.16). Esta forma de obtenção de imagens é mais indicada para amostras rígidas, pois a amostra não é danificada pela varredura da ponteira no *cantilever* [35].

As vantagens de obtenção de imagens no modo contato são a alta velocidade de varredura, a possibilidade de obtenção de imagens em escala atômica e a facilidade de análise de amostras ásperas com grandes mudanças de topografia vertical [37].

As desvantagens concentram-se no fato de que o surgimento de forças laterais pode distorcer a imagem, as forças normais à interação ponta-

superfície podem ser altas no ar e a combinação dessas duas forças pode resultar em resolução espacial reduzida e podem danificar a superfície da amostra por causa do contato entre a ponta e a amostra [37].

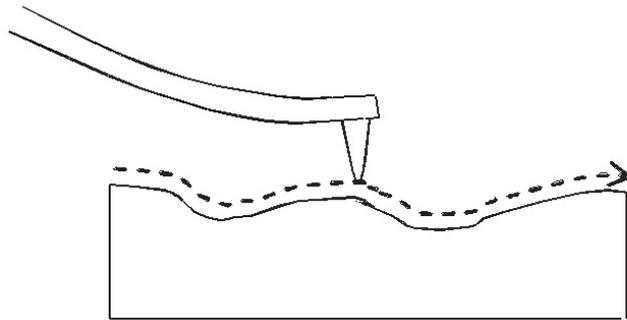


Figura 2.16 Esquema ilustrativo da varredura de uma amostra pelo *cantilever* no modo contato em uma análise por AFM [32].

- Modo contato intermitente (ou *TappingMode™*)

Este modo permite o imageamento de superfícies com alta resolução, inclusive daquelas amostras que podem ser danificadas pelo modo contato, já que elimina as forças laterais (fricção e arraste) entre a ponta e a amostra [38].

O *cantilever* utilizado é bem mais rígido do que no modo contato. Neste caso, a ponteira do *cantilever* vibra na alta frequência de ressonância sobre a amostra (dezenas a centenas de mega-hertz), tocando-a suavemente durante a varredura, podendo ocorrer contaminação do *cantilever* com o material retirado da amostra durante o contato. Quanto maior a constante de mola, mais rígido o *cantilever* e maior a frequência de oscilação durante a varredura [35]. A oscilação do *cantilever* é mostrada na Figura 2.17.

O modo contato intermitente fornece imagens mais realistas e de melhor resolução que o modo contato porque as forças capilares (eletrostáticas e etc.) contribuírem menos na interação ponta superfície durante a varredura da amostra [38]. Desta forma, alguns dos problemas relacionados, por exemplo, à fricção, adesão e forças eletrostáticas são resolvidas com a utilização desta técnica, permitindo o imageamento de *wafers* de silício, filmes finos, metais e isolantes, materiais macios, polímeros, materiais biológicos, etc. [38].

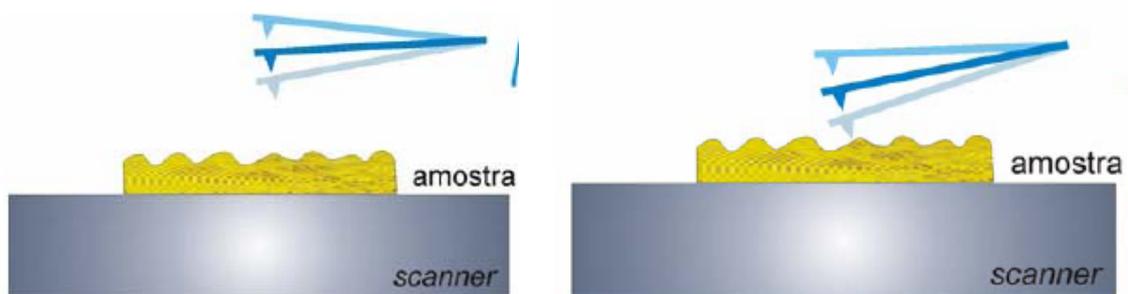


Figura 2.17 Esquema ilustrativo da oscilação do *cantilever* no modo contato intermitente em uma análise por AFM [39].

- Modo não contato

Neste caso, o *cantilever* oscila sobre a amostra sem tocá-la. Assim, não há contaminação da agulha com material retirado da amostra. Nesta situação, as imagens são mais difíceis de serem obtidas e apresentam menos detalhes que as obtidas em modo contato ou contato intermitente, pelo fato de a varredura ocorrer com a ponteira mais afastada da amostra [35].

Este modo é desejável porque permite a medida de topografia da amostra com pequeno ou nenhum contato entre ponta e amostra. Parecido com o modo contato, pode ser usado para medidas de topografias de materiais magnéticos, isolantes, semicondutores e condutores elétricos. É vantajoso no estudo de amostras moles e elásticas [38].

O *cantilever* usado no modo não contato é mais duro do que o usado no modo contato, de forma que não sejam atraídos em direção à superfície. Ele vibra numa frequência próxima à frequência de ressonância da sonda e é detectado quando a sonda está próxima da superfície da amostra [38].

Este método não é afetado pela degradação da ponta ou da amostra, como normalmente acontece no modo contato, por isso o modo não contato é preferido em relação ao modo contato quando se trabalha com amostras macias. No caso de amostras rígidas, imagens no modo contato e não contato podem ser idênticos [38].

Algumas informações complementares podem ser obtidas no AFM através da mudança no modo de obtenção de imagens. Esses diferentes recursos disponíveis são citados a seguir.

- Modo de força lateral

Ocorre quando o *cantilever* sofre torção durante a varredura da amostra, no modo contato, devido à força do atrito entre a ponteira e a amostra. Esta informação é útil para identificar regiões compostas por diferentes materiais, já que a força de atrito varia significativamente em função do material da amostra. Pode ser utilizada para identificar diferentes materiais, como blendas poliméricas [35].

- Modos de campo (Microscopia de Força Elétrica e Magnética)

São usados para medir campos eletrostáticos ou magnéticos acima da superfície. Tipicamente, o modo de vibração é usado para medir os campos superficiais. Isto é, a sonda é varrida acima da superfície tal que interaja com os campos eletrostáticos ou magnéticos emanados da superfície [32].

- Modo de Detecção de Materiais

A sonda de AFM é sensível a mudanças nas propriedades físicas da superfície da amostra. As propriedades físicas incluem a composição química, a dureza e a adesão. Imagens das propriedades físicas da superfície medidas com o AFM são qualitativas e mostram mudanças nas propriedades físicas. As dificuldades na obtenção dos valores quantitativos das propriedades físicas são derivadas da inabilidade do controle absoluto da geometria da sonda e as propriedades químicas da sonda [32].

- Modo de Detecção de Fases

Propriedades mecânicas tais como dureza ou rigidez dos materiais podem ser diretamente medidas com a técnica de vibração de fase. Quando uma superfície é varrida no modo de vibração, o *feedback* mantém a amplitude de vibração do *cantilever* constante. Assim, ao fazer a varredura, se a sonda

atravessa uma área da superfície que tem diferentes durezas, e a amplitude de vibração é constante, haverá uma mudança no sinal de fase. Imagens de vibração de fases são medidas simultaneamente com as imagens de topografia. Embora o modo de vibração de fase dê excelente contraste em muitas amostras, extrair dados quantitativos é muito difícil. Isto porque a natureza exata da interação sonda-amostra não é bem conhecida. Muitas das aplicações comuns para o modo de vibração de fase são para estudar polímeros e compósitos [32].

### 2.3.4 Equipamento

No AFM a sonda é muito pontiaguda, tipicamente com menos de 50nm de diâmetro na extremidade e a área de varredura da sonda é menor que  $10.000\mu\text{m}^2$ . Na prática, a altura da superfície caracterizada com o AFM é menor que 20 $\mu\text{m}$ . O tempo de exploração pode abranger de uma fração de segundos a mais de 10 minutos, dependendo do tamanho da varredura e a largura das características topográficas da superfície. Ampliações do AFM podem estar entre 100x e 100.000.000x no eixo horizontal e vertical [32].

A sonda é apoiada no *cantilever* que pode ter forma de **V** ou de haste, em geral retangular (Figura 2.18). A força que a amostra exerce sobre a sonda é determinada pela deflexão do *cantilever*, dada pela lei de Hooke (equação 2.1), onde  $x$  é o deslocamento do *cantilever* e  $k$  a sua constante de mola:

$$F = -k x \quad (2.1)$$

Duas propriedades são importantes no *cantilever*: a constante de mola e sua frequência de ressonância. A constante de mola determina a força entre a sonda e a amostra quando estão próximas e, como são necessárias grandes deflexões do *cantilever* para atingir uma alta sensibilidade, a mola deve ser macia. Entretanto, é necessária uma alta frequência de ressonância para minimizar a sensibilidade a vibrações mecânicas. A frequência de ressonância do sistema da mola é dada pela equação 2.2.

$$\omega_0 = (k/m)^{1/2} \quad (2.2)$$

Nesta equação,  $m$  é a massa que carrega a mola. Um grande valor de  $\omega_0$  para uma mola relativamente mole ( $k$  pequeno) pode ser conseguido mantendo pequena a massa  $m$ . Portanto, a dimensão do sensor deve ser tão pequena quanto possível [33].

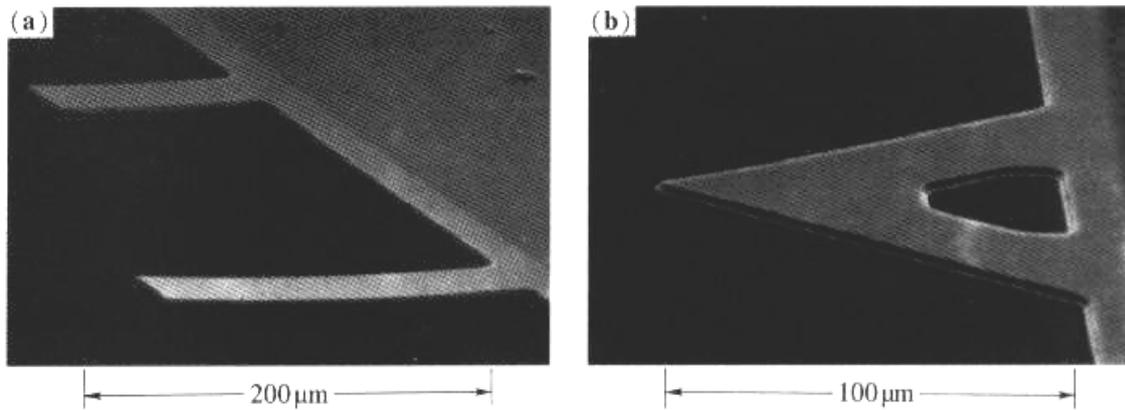


Figura 2.18 Imagens obtidas por um MEV de *microcantilevers* de  $\text{SiO}_2$ . (a) *cantilever* retangular (b) *cantilever* em forma de V [33].

O *cantilever* pode ter a ponta colada ou ser fabricado diretamente com a ponta em sua extremidade (Figura 2.19).

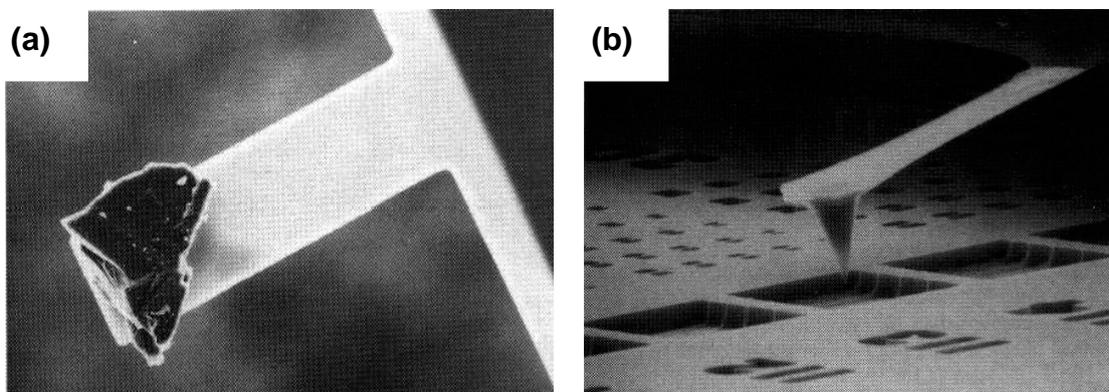


Figura 2.19 (a) *Cantilever* de  $\text{SiO}_2$  com ponta de diamante. (b) *cantilever* de Si com ponta integrada [33].

O AFM pode operar de forma que o circuito de alimentação mova a ponta para tentar manter constante o espaço entre ponta e amostra (força constante), ou mover a ponta apenas no plano x-y e manter o eixo z constante (altura constante) [34].

### **2.3.5 Aplicações**

O uso do AFM tem se difundido muito, já que o custo e a manutenção do equipamento são bem inferiores aos dos microscópios eletrônicos usuais [35].

Com o STM e AFM, é possível estudar superfícies de metais e semicondutores, nos quais é possível observar a geometria de sua estrutura atômica e sua estrutura eletrônica. Além disso, também é possível estudar a estrutura superficial de materiais biológicos, como ácidos nucleicos (RNA e DNA), proteínas e membranas biológicas (membranas celulares e células) [33].

O AFM possui várias aplicações que se igualam às aplicações do STM [33], entretanto o AFM apresenta vantagens no estudo de materiais biológicos, já que trabalha em ar ou meio líquido, utiliza força atômica ao invés de corrente de tunelamento para gerar imagens [34], e ainda pode ser usado em baixas temperaturas para a observação de estruturas biológicas congeladas [33].

Outras aplicações para o AFM incluem imagens de circuitos integrados; componentes ópticos e de raios x; elementos armazenados em meios de comunicação e outras superfícies críticas [33]; medida da espessura, rugosidade e morfologia de filmes poliméricos [35].

É possível obter imagens com contraste que diferenciam os diferentes materiais de acordo com sua rigidez, utilizando o modo de força modulada do AFM. Assim, a técnica de AFM pode diferenciar materiais mesmo que não haja diferença de topografia. Outra possibilidade é a realização de mapeamento de cargas elétricas em superfícies carregadas, sendo esta informação bastante importante para o estudo de compósitos condutores elétricos, pois permite visualizar e identificar as áreas que apresentam maior concentração de cargas. Nesta mesma linha de trabalho, pode-se realizar medidas de força magnética, o que permite mapear domínios magnéticos em superfícies magnetizadas [35].

## 2.4 RUGOSIDADE SUPERFICIAL

Embora o AFM seja amplamente utilizado para determinar a rugosidade de superfícies, é muito difícil comparar medidas diferentes. Na literatura são encontrados valores de rugosidade obtidos por diversos modos do AFM (mencionados ou não), determinados para diferentes áreas de varredura (mencionadas ou não) [40]. Desta forma, o estudo da diferença entre os resultados obtidos pelos diversos modos do AFM e a influência do tamanho da área de varredura nos valores de rugosidade medidos mostra-se interessante.

A rugosidade superficial pode ser definida como um conjunto de irregularidades, tal como saliências e reentrâncias, que caracteriza uma determinada superfície [41].

A rugosidade pode ser quantificada usando uma variedade de diferentes parâmetros que pode ser dividida em dois grupos: valores simples para descrever a rugosidade e medidas estatísticas da superfície. Dois valores simples comuns de parâmetros de rugosidade são a rugosidade aritmética, ou Ra (*average roughness*), e a rugosidade RMS (*root-mean-squared roughness*). Entretanto estes dois parâmetros somente descrevem a rugosidade vertical da superfície [42]. Duas superfícies com rugosidades verticais idênticas podem ter estruturas superficiais diferentes, e a medida da rugosidade horizontal é necessária para especificar exatamente a rugosidade da superfície [42].

A rugosidade média (Ra) é obtida por meio da média aritmética dos valores absolutos das alturas dos pontos que compõem o perfil de rugosidade, em relação a uma linha média (LM). Esta linha média é uma linha que divide o perfil de rugosidade, de forma que a soma das áreas superiores seja igual à soma das áreas inferiores. É o parâmetro mais utilizado como indicador da rugosidade superficial, mas apresenta baixa sensibilidade para indicar a presença de picos e vales ao longo dos perfis rugosimétricos [28].

Já o parâmetro de rugosidade RMS é utilizado para quantificar o espaçamento das irregularidades superficiais. Corresponde à distância média entre as saliências do perfil de rugosidade traçado em uma amostra [28]. Ela é dada pela Equação 2.3.

$$Rms = \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^N (S_n - \bar{S})^2}{N - 1}} \quad (2.3)$$

Nesta equação,  $S_n$  é o valor atual da distância entre duas irregularidades adjacentes,  $\bar{S}$  é a média dos valores dentro da área dada e  $N$  é o número de pontos dentro da área dada.

A Figura 2.20 apresenta os parâmetros indicadores de rugosidade utilizados no trabalho.

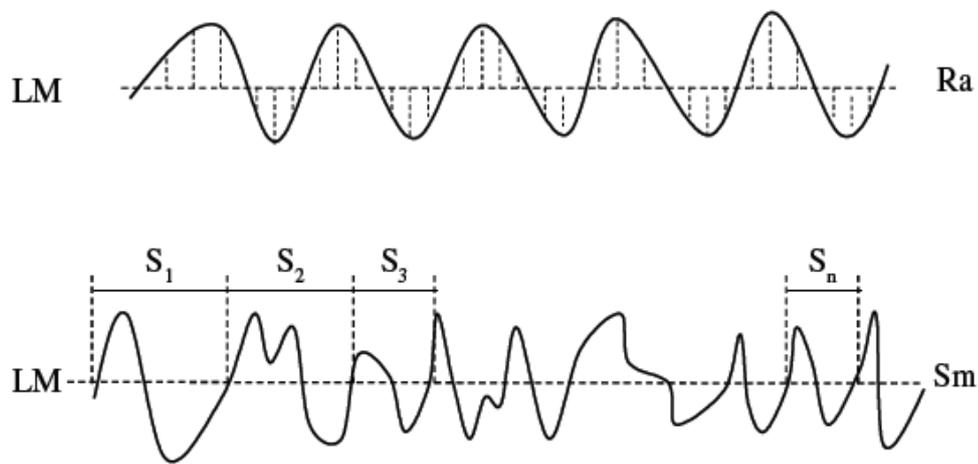


Figura 2.20 Parâmetros de rugosidade Ra e RMS utilizados no trabalho [28].

## 2.5 BRILHO

O brilho superficial é um parâmetro de grande interesse para as indústrias de revestimentos cerâmicos, visto que exerce influência direta no aspecto visual do produto [28].

Quando se trata de uma fonte luminosa, o brilho é definido pela intensidade da luz emitida. Entretanto, no caso dos revestimentos cerâmicos, que não emitem luz, o brilho é entendido como a capacidade da superfície de refletir a luz incidente predominantemente numa mesma direção, chamada direção especular [43]. Esta capacidade é afetada pelas características físicas

da superfície observada e depende da fisiologia de cada observador que analisa esta reflexão da luz [21].

Em superfícies rugosas é esperado que a reflexão da luz incidente ocorra em diversas direções, conhecida como reflexão difusa, enquanto no caso de superfícies lisas espera-se que a reflexão da luz incidente ocorra numa direção predominante. Assim, as superfícies lisas e com pouca absorção de luz são consideradas formadoras de imagens [43]. A Figura 2.21 ilustra a reflexão da luz em superfícies lisas e rugosas.

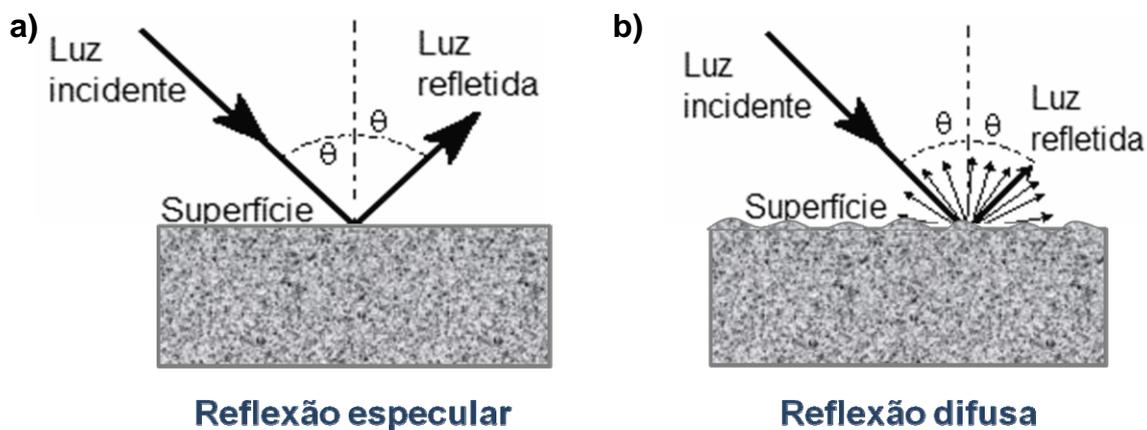


Figura 2.21 Reflexão da luz em uma superfície a) lisa e b) rugosa [21].

Desta forma, Sousa [21] conclui que o polimento do porcelanato é um processo que busca reduzir a rugosidade superficial até o limite no qual a parcela especular da luz refletida prevaleça sobre a parcela de luz refletida de modo difuso.

Como visto, o brilho superficial é afetado pela avaliação do observador, então, pode-se dizer que o brilho é mais uma impressão subjetiva do que uma propriedade física da superfície [43]. Entretanto, a parte especular do brilho pode ser medida objetivamente por meio do equipamento conhecido por brilhômetro. Este equipamento é utilizado devido à praticidade e rapidez com que fornece os resultados [21].

O princípio de funcionamento de um brilhômetro pode ser visto na Figura 2.22.

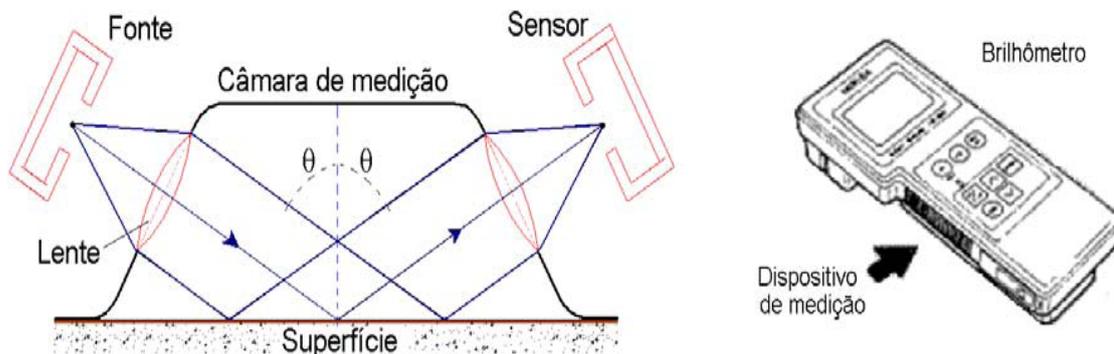


Figura 2.22 Princípio de funcionamento do brilhaômetro [21, 44].

Este equipamento é composto de uma fonte e um detector localizados dentro de uma câmara de medição de modo a fornecer uma relação entre a intensidade de luz emitida e a intensidade luz especular refletida. Tal razão é comparada com um valor padrão. O valor padrão é obtido por meio da realização do ensaio sobre um vidro negro extremamente polido e com um índice de refração igual a 1,567 [21, 44].

Os resultados fornecidos pelos brilhaômetros são expressos em unidades de brilho (UB), sendo atribuído o valor de 100 UB à superfície padrão [43, 44].



## **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **3.1 MATERIAIS**

Para a realização deste trabalho foram coletadas peças de porcelanatos técnicos e esmaltados de duas empresas da região de São Paulo que representam significativamente o setor brasileiro de revestimentos cerâmicos. As amostras foram coletadas durante os vários estágios de polimento pelos quais passam os produtos.

Tais amostras foram preparadas para análise no microscópio de força atômica, análise no microscópio eletrônico de varredura e medição do brilho superficial, conforme descrito a seguir.

### **3.2 MÉTODOS**

#### **3.2.1 Preparação dos Corpos-de-prova**

Para a análise no AFM os revestimentos cerâmicos com dimensões industriais foram cortados em equipamentos de corte com discos diamantados nas dimensões de 10mm x 10mm x 2mm. Estas dimensões correspondem às dimensões necessárias para que as amostras pudessem ser analisadas no AFM. Além disso, tomou-se o cuidado de manter a amostra plana de forma a não comprometer a obtenção das imagens. Esta mesma preparação foi realizada para as amostras que foram analisadas no MEV.

Para a medição do brilho superficial os revestimentos cerâmicos com dimensões industriais foram cortados, com o auxílio de uma vídeo, nas dimensões de 10cm x 10cm.

Após o corte na dimensão desejada, as amostras foram lavadas com detergente neutro e secas em estufa. É importante notar que as amostras foram analisadas conforme recebidas, não sendo realizado qualquer processo adicional de tratamento.

### 3.2.2 Obtenção de Imagens no microscópio de força atômica (AFM)

O microscópio de força atômica empregado neste estudo foi um microscópio MultiMode™ IIIa SPM (Figura 3.1) da Digital Instruments, pertencente ao Laboratório de Caracterização Estrutural do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos – LCE-DEMa/UFSCar. Este equipamento opera com uma sonda de nitreto de silício do tipo NP em forma de V, da Digital Instruments, conforme Figura 2.18b. O sinal que é resolvido pela ponta resulta do encurvamento da viga que, por sua vez, é medido pela deflexão de um feixe de laser incidente no *cantilever*.



Figura 3.1 Microscópio de força atômica MultiMode™ SPM da Digital Instruments.

O modo de varredura utilizado foi o contato, no qual a ponteira toca suave e constantemente a amostra. Desta forma, as forças repulsivas dominam a interação entre ponteira e amostra. Esta forma de obtenção de imagens é mais indicada para amostras rígidas, pois a amostra não é danificada pela varredura da ponteira do *cantilever*.

As imagens foram obtidas para três áreas de varredura diferentes:  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ ,  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . A primeira varredura de cada amostra foi sempre feita para a área maior ( $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ ) sendo então reduzida até que a área menor ( $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ ) fosse alcançada. Para cada amostra, foram obtidas três imagens de modo a obter valores médios e reprodutíveis dos parâmetros de rugosidade Ra e RMS.

### **3.2.3 Tratamento de Imagens do microscópio de força atômica (AFM)**

O software de tratamento de imagens da NanoScope® contém algoritmos poderosos para apresentação e medição dos resultados. As imagens realizadas puderam ser observadas em duas e três dimensões, com validação lateral de 100 nm até 10  $\mu\text{m}$ , podendo também visualizar-se secções de corte, efetuar a medição da rugosidade superficial, realizar análise de perfil de profundidade, entre outros.

Dessa forma, foi possível medir diretamente as rugosidades Ra e RMS dos porcelanatos, nas diferentes etapas do processo de polimento, e estudar a influência do tamanho da área de varredura nos valores de rugosidade obtidos.

### **3.2.4 Obtenção de Imagens no microscópio eletrônico de varredura (MEV)**

O microscópio eletrônico de varredura empregado neste estudo foi um microscópio FEI Quanta 440, pertencente ao Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos – CCDM-DEMa/UFSCar.

Este método foi utilizado para a avaliação da porosidade superficial das amostras de porcelanato técnico e esmaltado nos estágios de polimento em que não foi possível a observação no AFM. O uso do MEV permitiu obter micrografias que revelaram as características microestruturais das amostras analisadas com alta resolução e com grande profundidade de foco (300 vezes melhor que do que a do microscópio ótico [5]), resultando em imagens de aparência tridimensional.

As imagens foram obtidas por elétrons secundários e elétrons retroespalhados. Os elétrons secundários (SE) fornecem imagem de topografia da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução, enquanto os retroespalhados (BSE) fornecem imagens características de variação de composição.

### 3.2.5 Medidas de Brilho

As medidas de brilho foram realizadas com um brilhaômetro modelo Horiba IG-320. A medição por meio deste equipamento é expressa em unidades de brilho (UB) e indica a intensidade de reflexão de luminosidade da superfície avaliada. O valor é determinado por comparação ao valor obtido numa placa padrão de vidro preto, sendo que a referência para a calibração do equipamento antes das medições é 90.

É utilizado um ângulo de medição de  $60^\circ$ , com bom alcance de medidas em diversos tipos de materiais, desde que a superfície não seja curvada, furada ou tenha outras irregularidades.

As medições de brilho foram executadas em 5 pontos pré-determinados de cada peça, de acordo com a Figura 3.2. Com estes valores, foi feita a média aritmética que resultou num valor médio de brilho para cada peça avaliada.

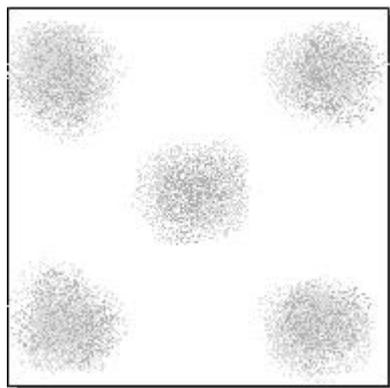


Figura 3.2 Esboço dos pontos (escuros) em que foram feitas as medidas de brilho nas amostras de porcelanato.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste estudo foram analisadas as superfícies de duas tipologias distintas de porcelanato: porcelanato esmaltado e porcelanato técnico (não esmaltado).

As amostras foram avaliadas conforme recebidas, sem qualquer polimento ou tratamento adicional, sendo assim possível verificar os parâmetros de superfície relacionados diretamente ao processo industrial de fabricação do porcelanato, sem influência de qualquer processo laboratorial.

As Tabelas 4.1 e 4.2 abaixo mostram cada etapa de polimento e tratamento superficial pela qual passam os produtos e o correspondente tamanho médio de abrasivo utilizado em cada estágio, para os porcelanatos técnico e esmaltado, respectivamente. No caso do porcelanato técnico, também está incluído, como estágio de polimento, o tratamento superficial de impermeabilização.

Tabela 4.1 Estágios do processo de polimento do porcelanato técnico e o respectivo tamanho médio do grão abrasivo utilizado.

ESTÁGIO DE POLIMENTO	TAMANHO MÉDIO DO ABRASIVO
	( $\mu\text{m}$ )
GRIT 46	370,0
GRIT 80	185,0
GRIT 120	109,0
GRIT 180	69,0
GRIT 320	29,2
GRIT 800	6,5
GRIT 1000	4,5
GRIT 1200	3,0
GRIT 1500	2,0
POLIDO	-
IMPERMEABILIZADO	-

No porcelanato técnico, a etapa denominada POLIDO é posterior à etapa de polimento com abrasivo de *grit* 1500. Entretanto, as informações sobre o tamanho médio do abrasivo utilizado neste estágio não foram dadas pela empresa fornecedora desta tipologia de porcelanato.

A etapa denominada IMPERMEABILIZADO é posterior à etapa POLIDO. Neste estágio, após o polimento sofrido, a amostra foi submetida à aplicação de uma resina polimérica que tem como objetivo a impermeabilização da superfície pelo preenchimento da porosidade superficial e a diminuição da rugosidade. Desta forma, espera-se que haja uma razoável eliminação dos defeitos que se produzem durante o polimento [18]. As características e propriedades desta resina polimérica também não foram fornecidas pela empresa fornecedora do revestimento.

Tabela 4.2 Estágios do processo de polimento do porcelanato esmaltado e o respectivo tamanho médio do grão abrasivo utilizado.

ESTÁGIO DE POLIMENTO	TAMANHO MÉDIO DO ABRASIVO
	( $\mu\text{m}$ )
GRIT 600	24,0
GRIT 800	18,4
GRIT 1000	15,5
GRIT 1200	13,0
GRIT 1800	7,2*
GRIT 2500	5,5
GRIT 3500	3,7
GRIT 5000	2,7*
GRIT 6000	2,0
GRIT 8000	1,2

\* valores obtidos por interpolação

É interessante notar que cada tipologia foi polida com abrasivos de tamanhos de grãos distintos, de acordo com a preferência de cada empresa.

Pelas Tabelas 4.1 e 4.2 é possível observar que cada empresa utiliza uma denominação diferente para o mesmo tamanho médio de abrasivo. Para fazer a correspondência entre *grit* e tamanho médio em microns dos abrasivos utilizados no polimento do porcelanato técnico, foi utilizada a tabela de conversões da FEPA (*Federation of European Producers of Abrasives*) [45]. Já no caso do porcelanato esmaltado, a tabela de conversões utilizada foi a da JIS (*Japanese Industrial Standard*) [46].

Sem uma tabela universal que relacione o *grit* e o tamanho médio de abrasivo, apenas é possível fazer as correspondências das propriedades de interesse do porcelanato com o tamanho médio do abrasivo em microns se estes dados forem fornecidos pelas empresas fabricantes. Daqui por diante, as amostras serão referidas pelo *grit* do abrasivo utilizado em cada estágio de polimento.

É importante citar que para cada estágio de polimento foi fornecida uma amostra, ou seja, as superfícies analisadas em cada estágio de polimento são de amostras diferentes, retiradas da linha de produção em etapas sucessivas.

As superfícies dos porcelanatos polidos foram examinadas por meio do microscópio de força atômica (AFM) em cada estágio de polimento pelo qual passam os produtos. Para cada amostra, foram obtidas imagens com três diferentes áreas de varredura, sendo elas  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ ,  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . A primeira varredura foi feita sempre para a maior área ( $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ ) e esta área foi então reduzida até que a menor área ( $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ ) fosse alcançada. Em cada área de varredura foram obtidas três imagens, para efeito de comparação e reprodutibilidade. Desta forma, os valores de rugosidade superficial obtidos foram uma média dos valores medidos em cada imagem.

No caso do porcelanato técnico, a amostra do estágio de *grit* 46 não foi observada no AFM devido às limitações da própria sonda, que não permite a observação de superfícies com elevada rugosidade superficial, já que não alcança vales muito profundos. Esta mesma explicação se aplica ao porcelanato esmaltado no estágio de *grit* 600 e às amostras não polidas de ambos os tipos de porcelanato.

A Figura 4.1 mostra a imagem de topografia bidimensional e a secção transversal da amostra de porcelanato técnico em seu primeiro estágio de polimento analisado, o de *grit* 80.

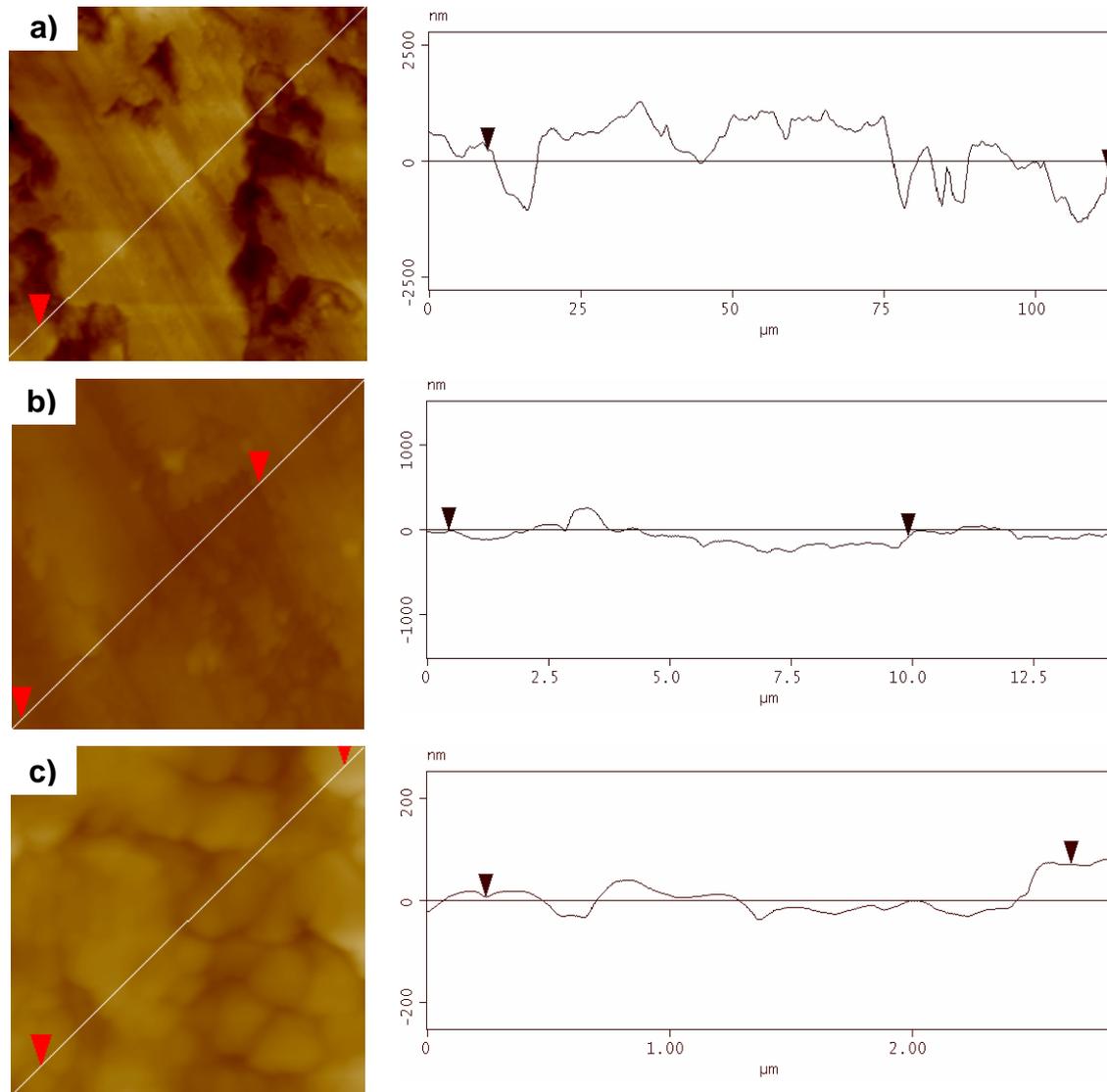


Figura 4.1 Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 80. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

A Figura 4.2 mostra a imagem de topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio de polimento com abrasivo de *grit* 80.

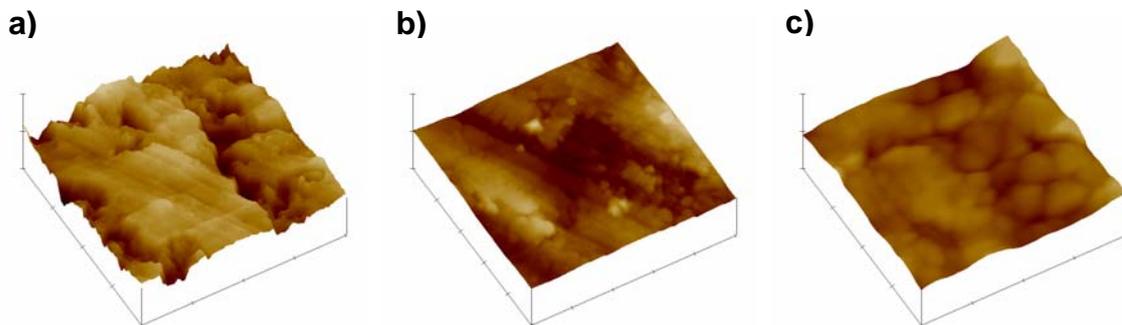


Figura 4.2 Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 80. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

Vale ressaltar que, nas imagens de topografia obtidas pelo AFM, as áreas mais escuras correspondem às regiões mais baixas (reentrâncias) da superfície das amostras, enquanto as áreas mais claras mostram as regiões mais salientes.

De acordo com as imagens mostradas nas Figuras 4.1 e 4.2, é possível notar que, no estágio de polimento correspondente ao *grit* 80, a superfície do porcelanato apresenta diversas irregularidades, estando elas mais relacionadas à elevada rugosidade da superfície do que à porosidade aberta.

Observa-se também que a área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  fornece uma visão mais geral da superfície da amostra, já que abrange uma área maior. Conforme a área de varredura vai diminuindo, passa-se a ter uma visão mais localizada de alguns pontos específicos da amostra e a análise se torna menos reprodutível. Além disso, a superfície mostrou-se mais plana com a diminuição da área de varredura. Isso aconteceu porque as imagens das áreas cada vez menores foram obtidas para regiões com baixa incidência de poros. Desta forma, foi possível evitar que a presença de grandes poros alterasse significativamente os valores de rugosidade medidos.

As Figuras 4.3 e 4.4 mostram, respectivamente, as imagens de topografia bidimensional, secção transversal e topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico em seu último estágio de polimento, antes da aplicação da resina, o chamado POLIDO.

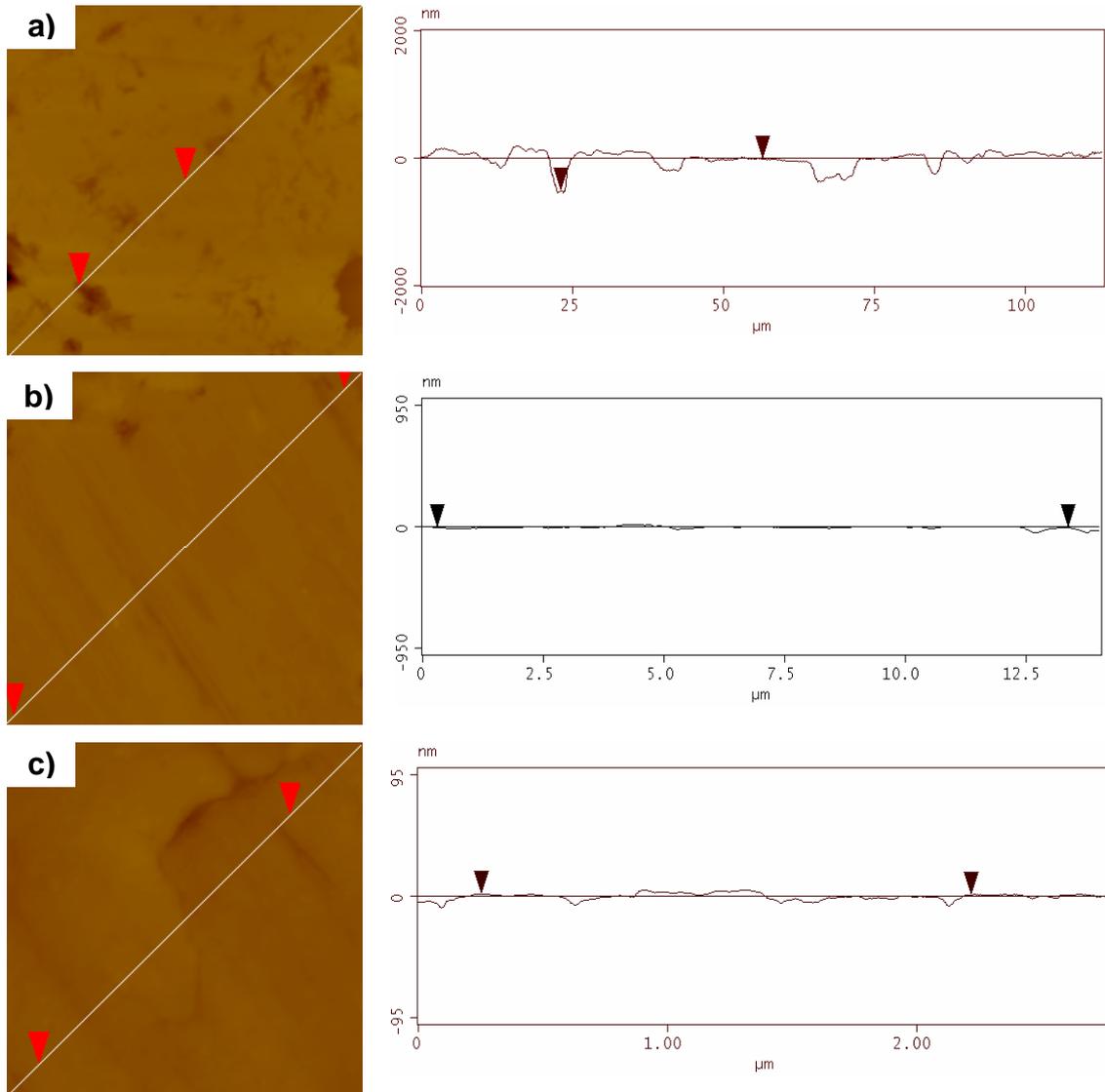


Figura 4.3 Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato técnico no estágio POLIDO. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

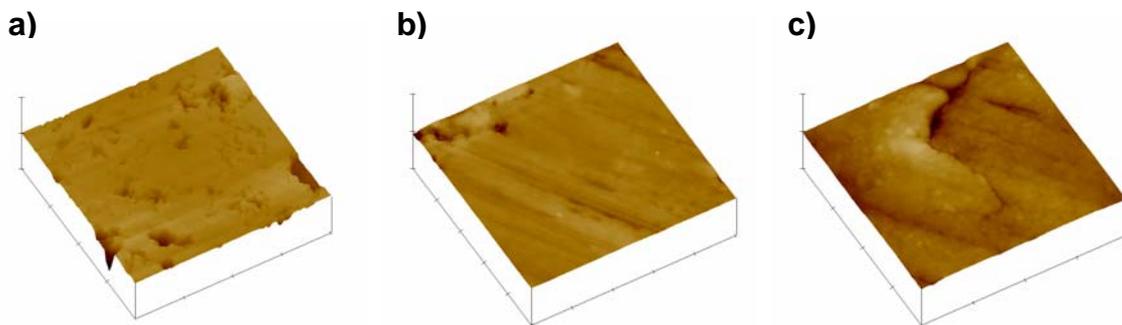


Figura 4.4 Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio POLIDO. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

As imagens obtidas no AFM mostram que a superfície no estágio de polimento POLIDO é mais homogênea em termos de irregularidades. A rugosidade superficial diminuiu drasticamente comparada ao estágio inicial e não foram encontrados poros ou saliências de profundidades e tamanhos significativos na região analisada. O poro mais profundo encontrado na secção analisada desta região tem a altura de aproximadamente 664 nm (Figura 4.3a).

As Figuras 4.5 e 4.6 mostram, respectivamente, as imagens de topografia bidimensional, secção transversal e topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio de polimento denominado IMPERMEABILIZADO, no qual, após o último polimento realizado, houve a aplicação da resina polimérica.

Neste estágio, a resina polimérica tem a função de preencher os poros de forma a deixar a superfície mais homogênea e impermeabilizar o porcelanato contra agentes manchantes. Entretanto, na Figura 4.6a, alguns poros ainda podem ser observados, tendo o maior poro uma profundidade de aproximadamente 960 nm. Isto não significa que o processo de preenchimento dos poros pela resina é pouco eficiente, mas sim que nesta área especificamente estudada havia um poro maior do que naquela área estudada no estágio POLIDO.

Para uma análise em que se visualize melhor a eficiência do processo de impermeabilização, a mesma região de uma mesma amostra deveria ser observada antes e depois da aplicação da resina.

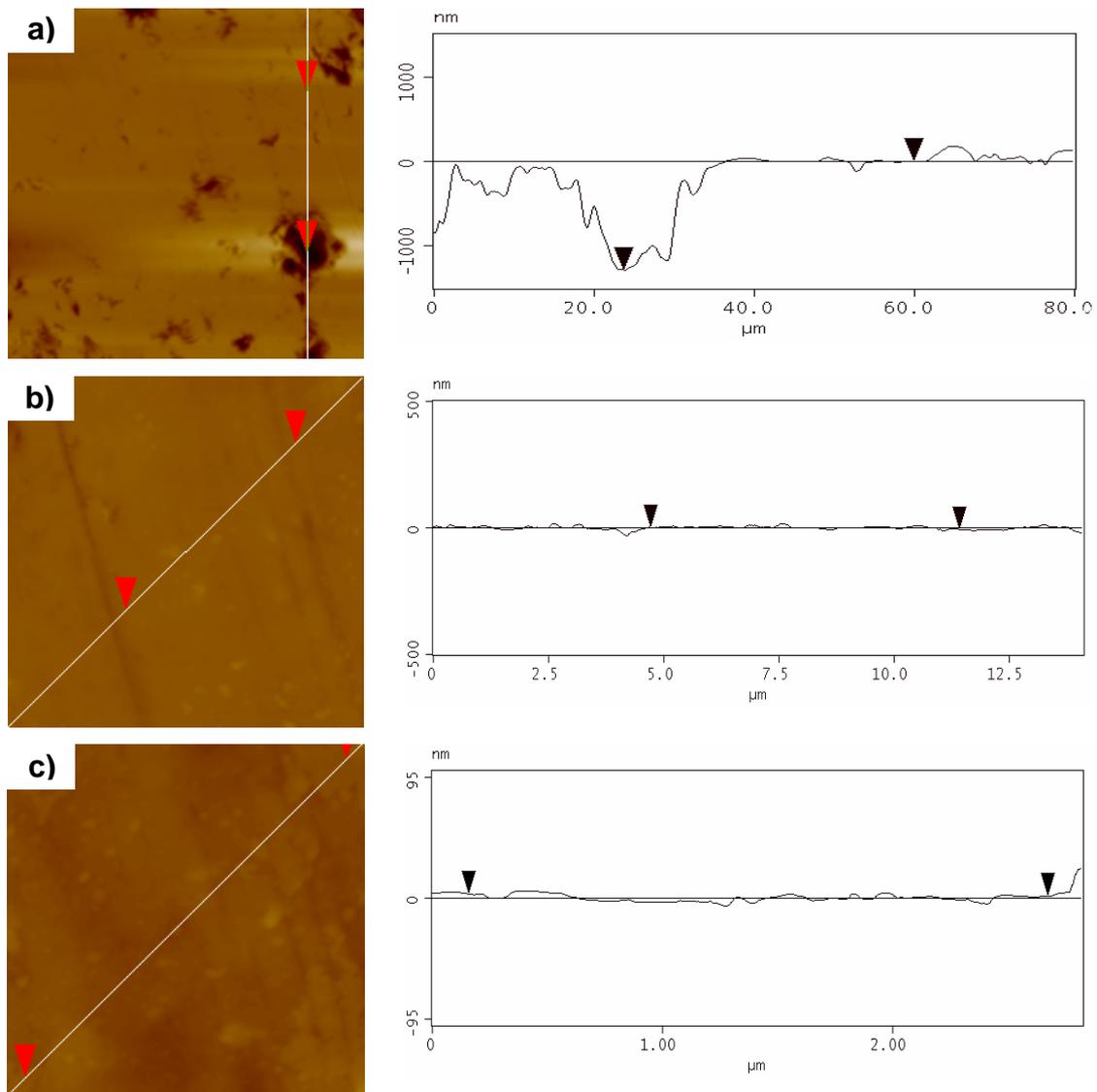


Figura 4.5 Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato técnico no estágio IMPERMEABILIZADO. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

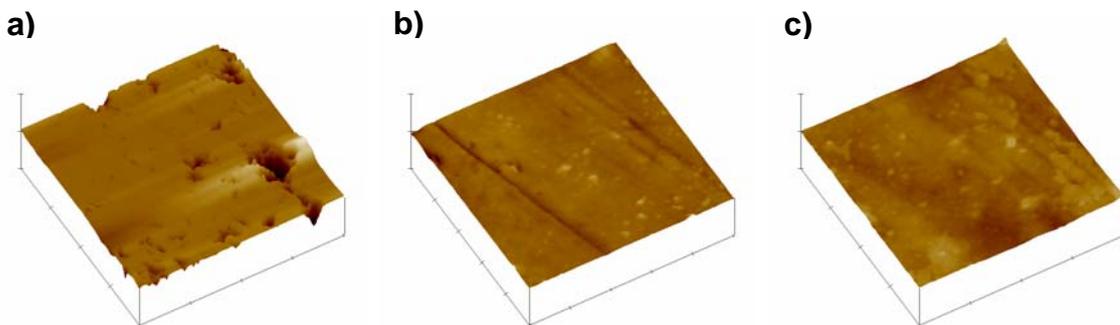


Figura 4.6 Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio IMPERMEABILIZADO. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

Nas Figuras 4.5b e 4.6b são observados alguns riscos profundos que certamente decorrem do processo de polimento, já que o movimento dos abrasivos nas máquinas polidoras pode fazer com que alguns pontos sejam mais desgastados que outros, provocando os riscos observados. Quando os riscos ocasionados são muito profundos, o polimento pode não ser suficientemente eficaz na sua eliminação, visto que os abrasivos utilizados são sucessivamente mais finos no decorrer do processo.

Ainda nas Figuras 4.5b, 4.5c, 4.6b e 4.6c podem-se visualizar alguns pontos brancos em toda a superfície analisada. Estes pontos são impurezas remanescentes de uma limpeza incorreta da superfície das amostras.

Da mesma maneira foram obtidas imagens da superfície das amostras de porcelanato esmaltado no microscópio de força atômica (AFM).

Entretanto, antes de analisar as imagens obtidas no AFM da tipologia esmaltada, é interessante observar as imagens macroscópicas, obtidas com uma câmera digital, das amostras do último estágio de polimento das duas tipologias estudadas.

As Figuras 4.7 e 4.8 mostram, respectivamente, as imagens macroscópicas do porcelanato técnico e esmaltado.

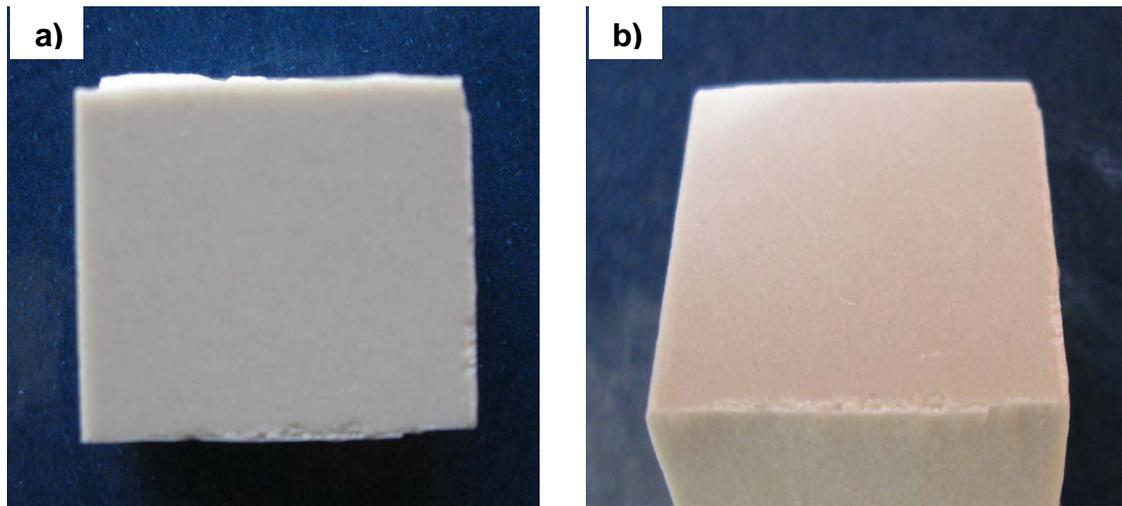


Figura 4.7 Imagem digital (macroscópica) da amostra de porcelanato técnico no último estágio de polimento.

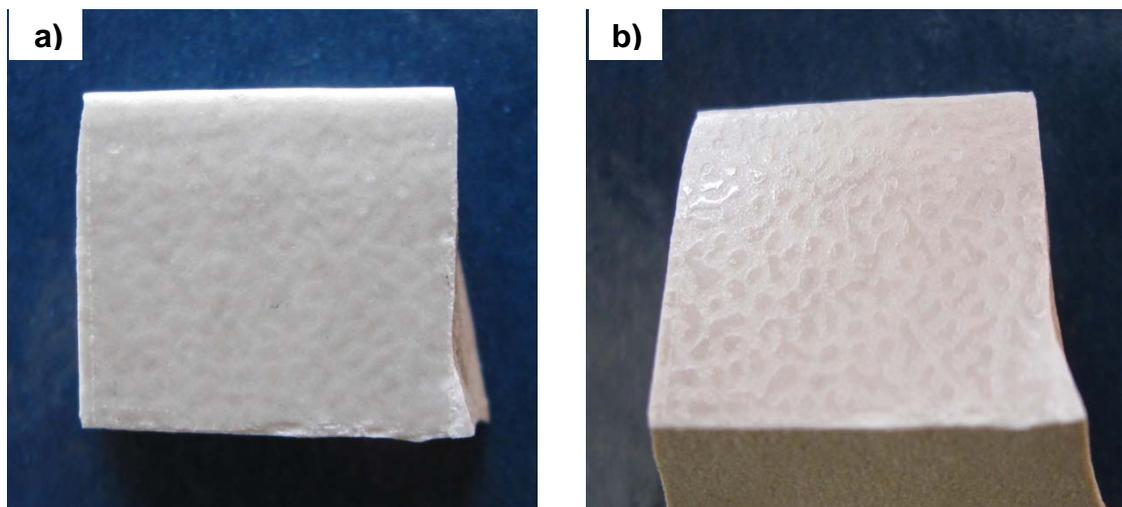


Figura 4.8 Imagem digital (macroscópica) da amostra de porcelanato esmaltado no último estágio de polimento.

Por meio das imagens macroscópicas já é possível observar a diferença na superfície das duas amostras. A superfície do porcelanato técnico aparenta ser uma superfície extremamente lisa e uniforme macroscopicamente (Figura 4.7). Além disso, a amostra é especular em toda sua superfície.

Já a superfície do porcelanato esmaltado tem uma aparência mais heterogênea e rugosa. Na Figura 4.8, os pontos mais escuros são regiões em alto relevo e, aparentemente, mais polidas que as regiões mais claras. Isto pode ser observado pelo brilho que as regiões salientes transmitem, diferentemente das regiões das depressões, que são opacas. Esta característica do porcelanato esmaltado pode fazer com que as imagens obtidas por AFM apresentem mais saliências e depressões do que o porcelanato técnico. Assim, é importante saber diferenciar as depressões causadas pelo desenho da amostra e as depressões correspondentes a poros.

É possível observar que estas heterogeneidades encontram-se uniformemente distribuídas ao longo da superfície. Desta forma, na análise da rugosidade superficial, as regiões mais altas são compensadas pelas mais baixas e o valor de rugosidade medido pode ser considerado como um valor médio e representativo da amostra.

A Figura 4.9 mostra a imagem de topografia tridimensional da amostra de porcelanato esmaltado em seu primeiro estágio de polimento analisado, o de *grit* 600.

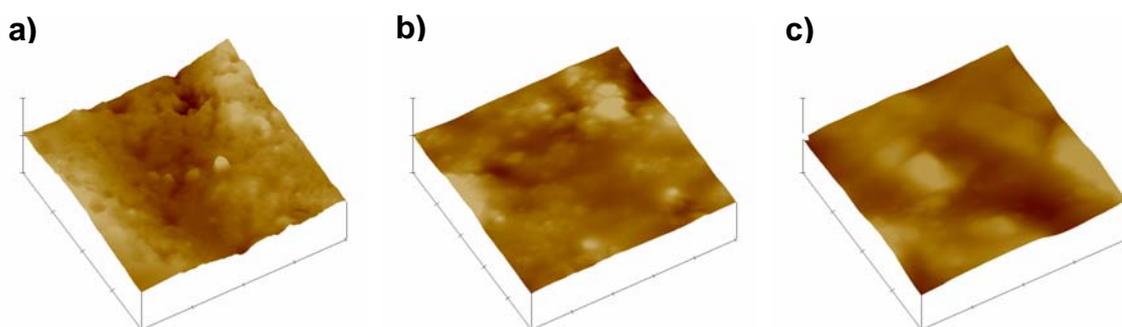


Figura 4.9 Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 600. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

A Figura 4.10 mostra a imagem de topografia bidimensional e a secção transversal da amostra de porcelanato esmaltado no estágio de polimento com abrasivo de *grit* 600.

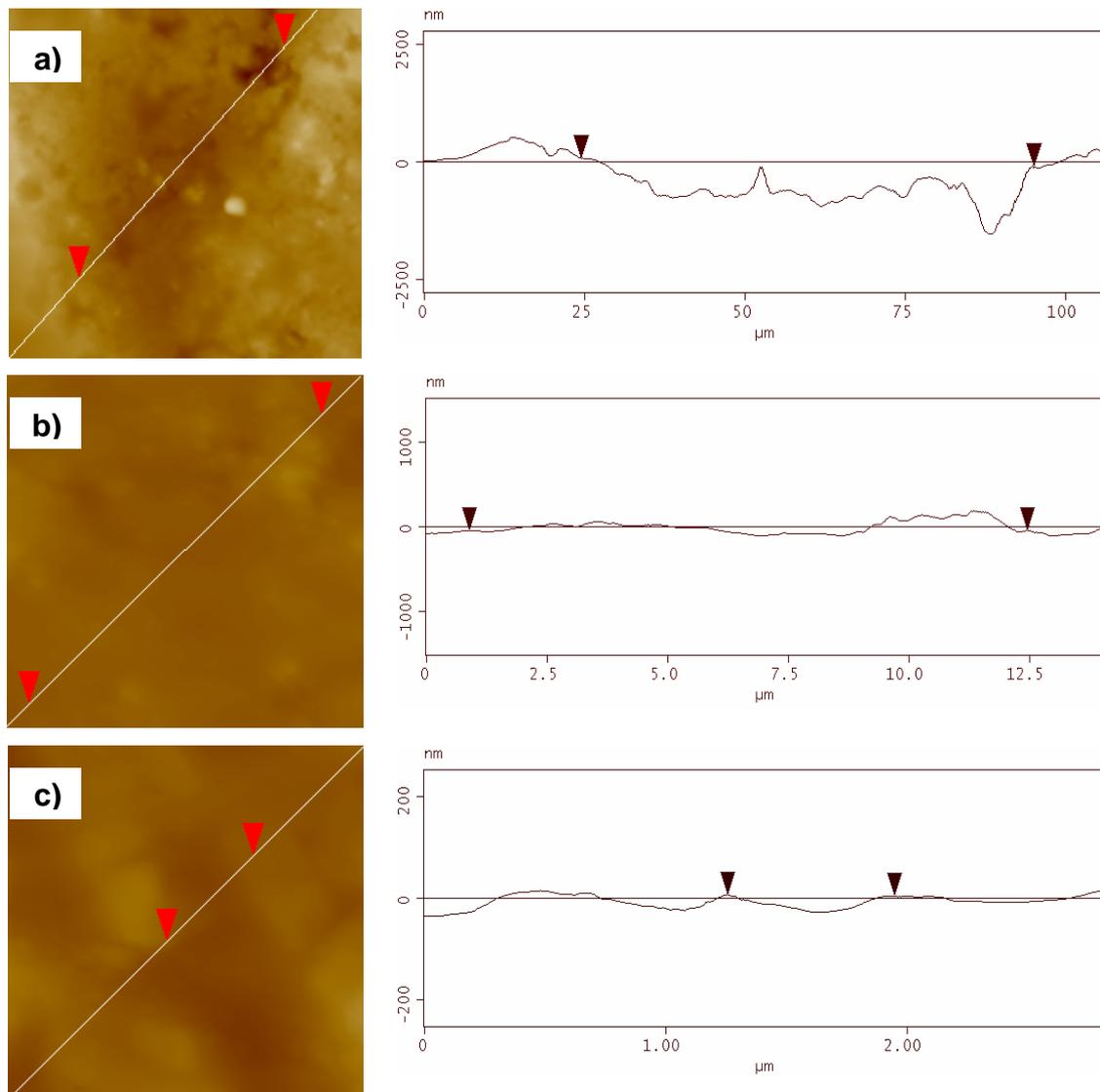


Figura 4.10 Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 600. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

Observa-se na Figura 4.10a que a secção transversal da amostra esmaltada é bem diferente da secção transversal da amostra de porcelanato técnico no estágio de *grit* 80 (Figura 4.1a). Nesta imagem é indicado que há uma depressão na região entre 25 e 100  $\mu\text{m}$  da linha traçada, correspondente provavelmente a uma das depressões vistas na imagem macroscópica da amostra. Nas regiões entre aproximadamente 85 e 95  $\mu\text{m}$ , é vista uma depressão mais profunda que pode ser um poro, o único presente na região analisada da área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . Com a diminuição da área de varredura, as irregularidades superficiais diminuem, já que é possível escolher-se uma região localizada unicamente ou majoritariamente em uma depressão ou saliência, não ocorrendo grandes variações de altura na imagem de topografia obtida.

A Figura 4.9 confirma que há somente um poro na região analisada na área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , correspondente ao ponto mais escuro visto na imagem. Nas áreas de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  não há região alguma que possa ser considerada um poro.

A Figura 4.11 apresenta a imagem de topografia tridimensional da amostra de porcelanato esmaltado no último estágio de polimento, com abrasivo de *grit* 8000.

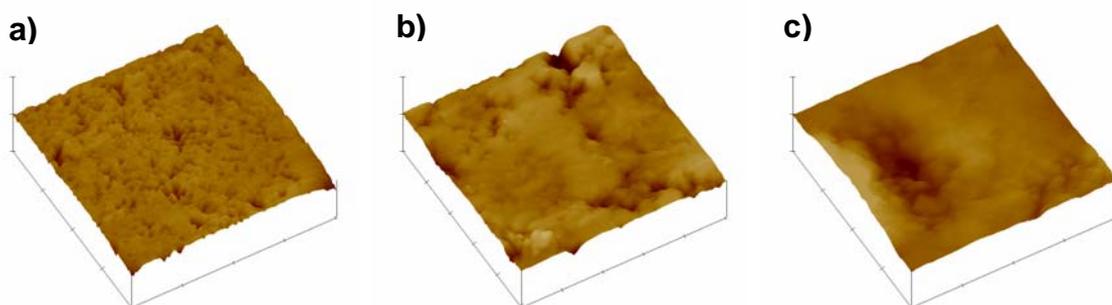


Figura 4.11 Imagens de topografia tridimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 8000. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

A Figura 4.12 apresenta a imagem de topografia bidimensional e a secção transversal da amostra de porcelanato esmaltado no estágio de polimento com abrasivo de *grit* 8000.

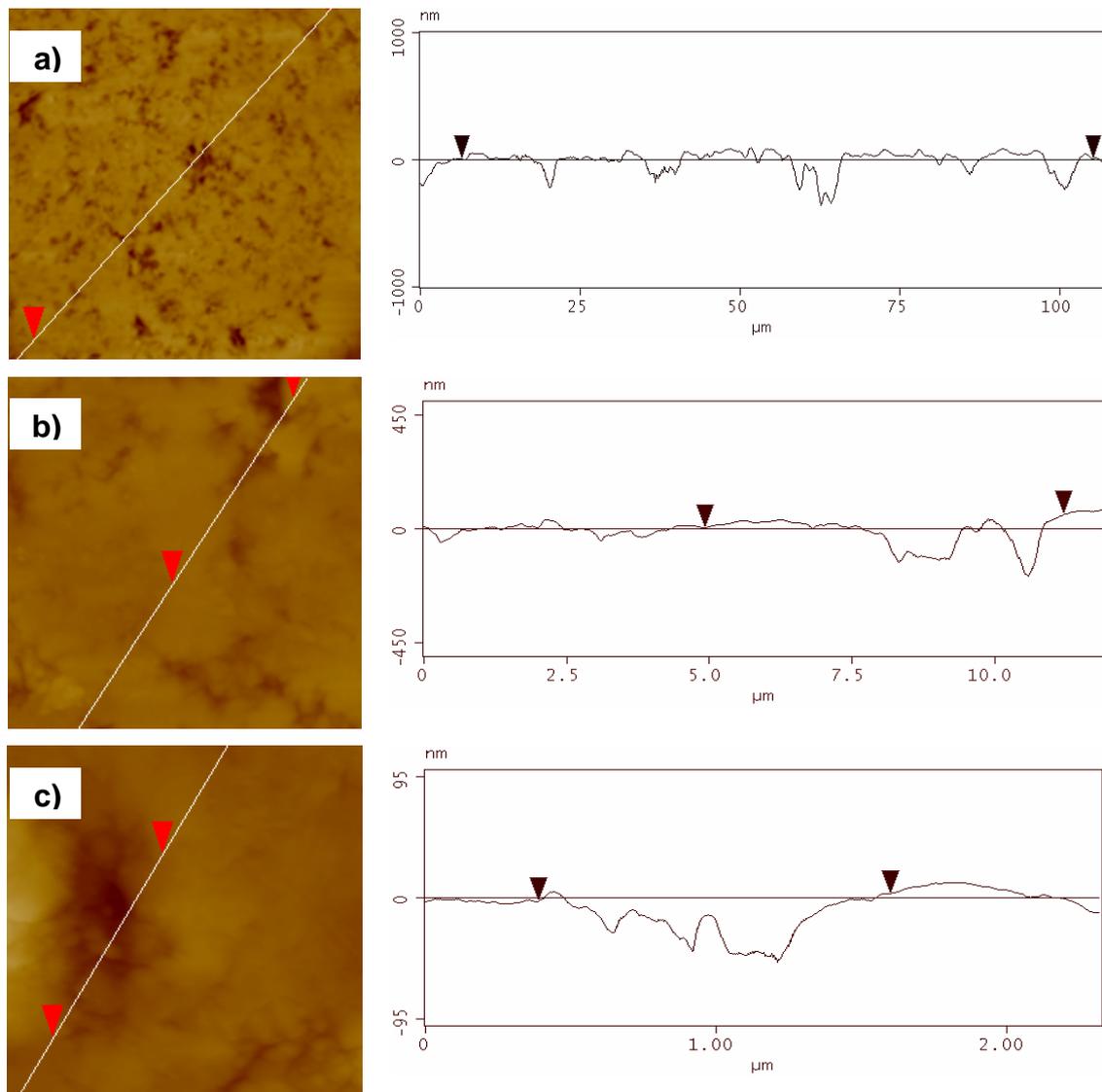


Figura 4.12 Imagens de topografia bidimensional e secção transversal da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 8000. a) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . b) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . c) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

Nas Figuras 4.11 e 4.12 é mostrado que a superfície da região analisada na área de varredura  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  é mais homogênea neste último estágio de polimento do que no primeiro. Isto porque, ao longo do polimento, as regiões mais salientes da superfície foram desgastadas, de modo a provocar um maior aplainamento da superfície. São observadas algumas depressões na secção transversal da imagem da Figura 4.12a, correspondentes aos pontos escuros da imagem de topografia, que se referem provavelmente aos poros abertos pelo polimento. Na área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  é vista uma depressão (mancha escura).

As imagens de topografia bidimensional obtidas no AFM, para os demais estágios de polimento dos porcelanatos técnico e esmaltado, encontram-se no Apêndice A deste trabalho.

Como já foi esclarecido, os porcelanatos em seu estado natural (sem polir) não puderam ser observados no AFM por causa das limitações da sonda, que não alcança vales muito profundos presentes na superfície da amostra. Desta forma sua microestrutura foi observada no MEV.

A Figura 4.13 apresenta as imagens obtidas de duas diferentes regiões da superfície do porcelanato técnico, com aumento de 500x.

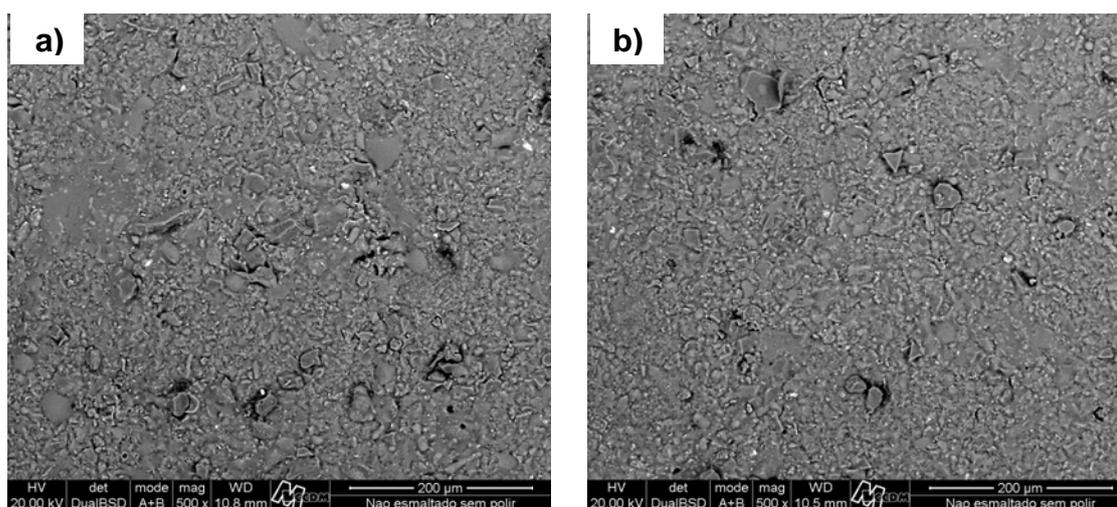


Figura 4.13 Imagens obtidas por MEV da superfície do porcelanato técnico, com aumento de 500x. Ambas as imagens foram obtidas por elétrons secundários (SE).

A Figura 4.14 apresenta duas imagens obtidas de uma mesma região da superfície do porcelanato esmaltado, uma delas obtida com elétrons secundários e a outra obtida com elétrons retroespalhados.

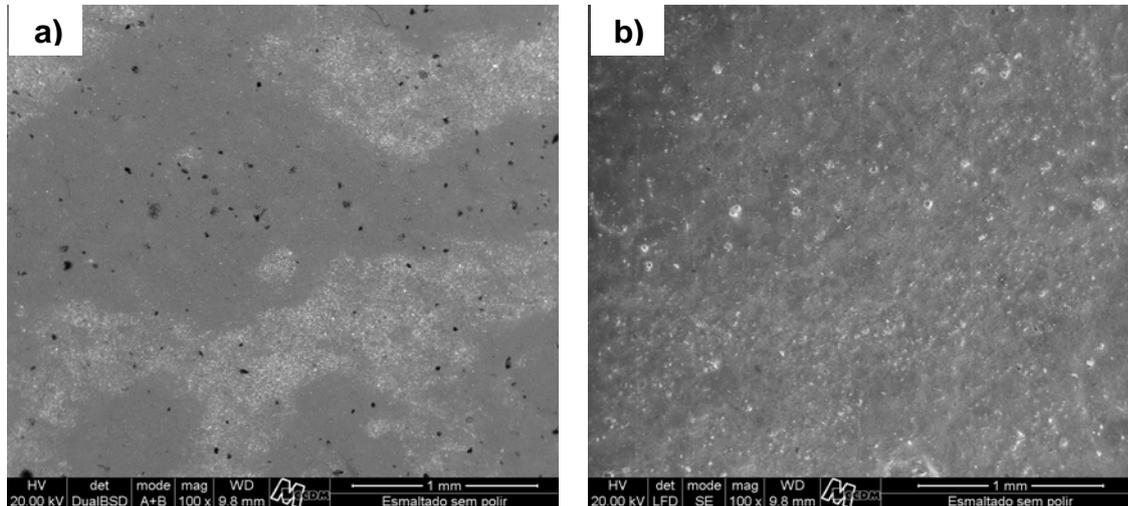


Figura 4.14 Imagens obtidas por MEV da superfície do porcelanato esmaltado, com aumento de 100x. As imagens foram obtidas por a) elétrons secundários (SE) e b) elétrons retroespalhados (BSE).

As imagens apresentadas nas Figuras 4.13 e 4.14 mostram que as superfícies de ambas as tipologias de porcelanato em seu estado natural (sem polir) não possuem poros abertos. Isso confirma que toda a porosidade observada nas amostras é decorrente do processo de polimento.

Comparando-se as imagens obtidas para cada porcelanato, é possível observar que o técnico (Figura 4.13) possui uma superfície mais heterogênea que o esmaltado (Figura 4.14). Entretanto, o porcelanato esmaltado apresenta manchas na imagem de SE que não se repete na imagem de BSE, mostrando que se trata apenas de uma variação de topografia e não de composição.

As Figuras 4.15 e 4.16 apresentam os gráficos de evolução das rugosidades Ra e RMS, respectivamente, ao longo do processo de polimento da superfície do porcelanato técnico. Nestas figuras são vistos os valores médios das rugosidades medidos nas áreas de varredura de a)  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b)  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e c)  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ . As barras verticais indicam o desvio padrão.

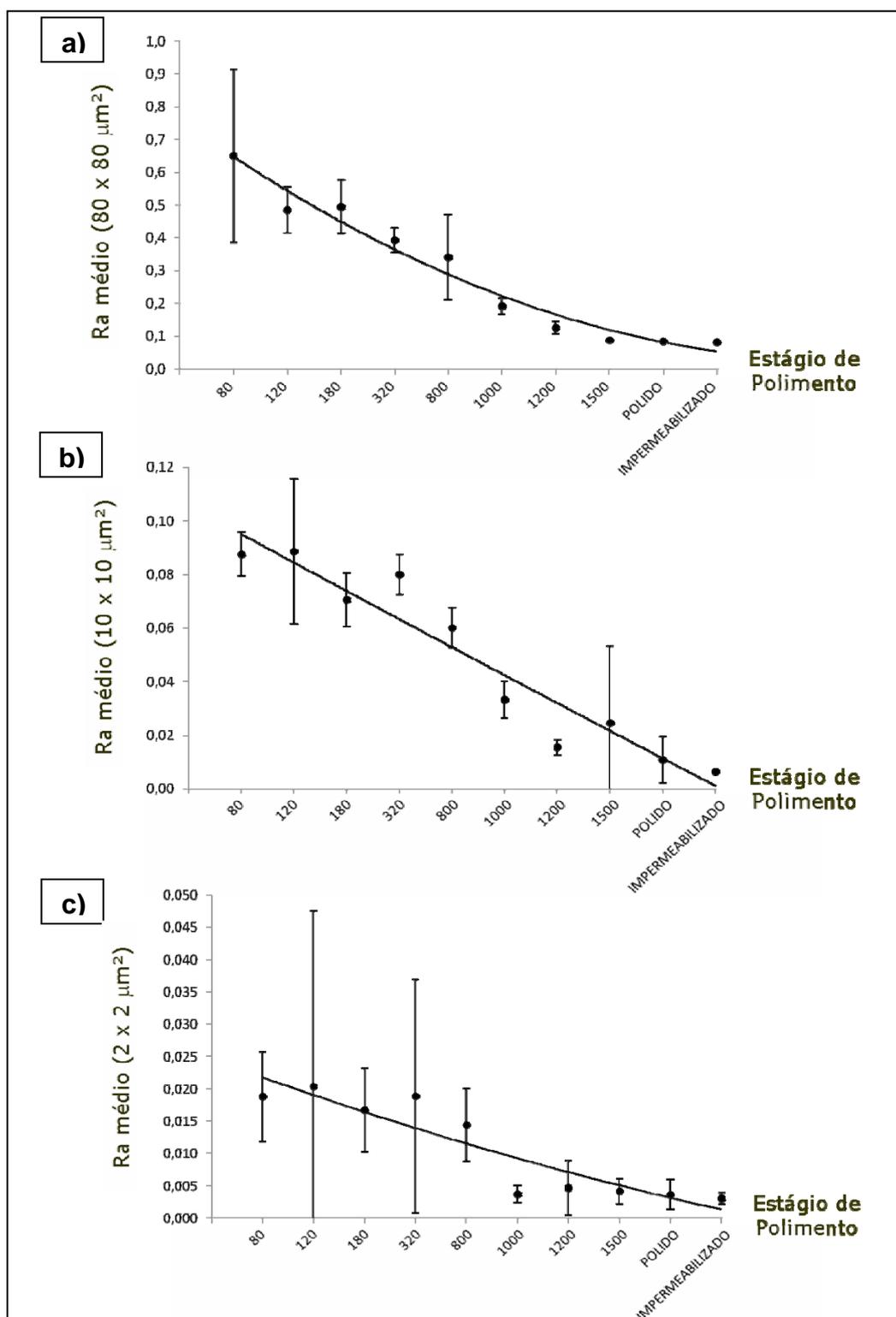


Figura 4.15 Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato técnico, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade Ra, para as áreas de varredura de a)  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b)  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e c)  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

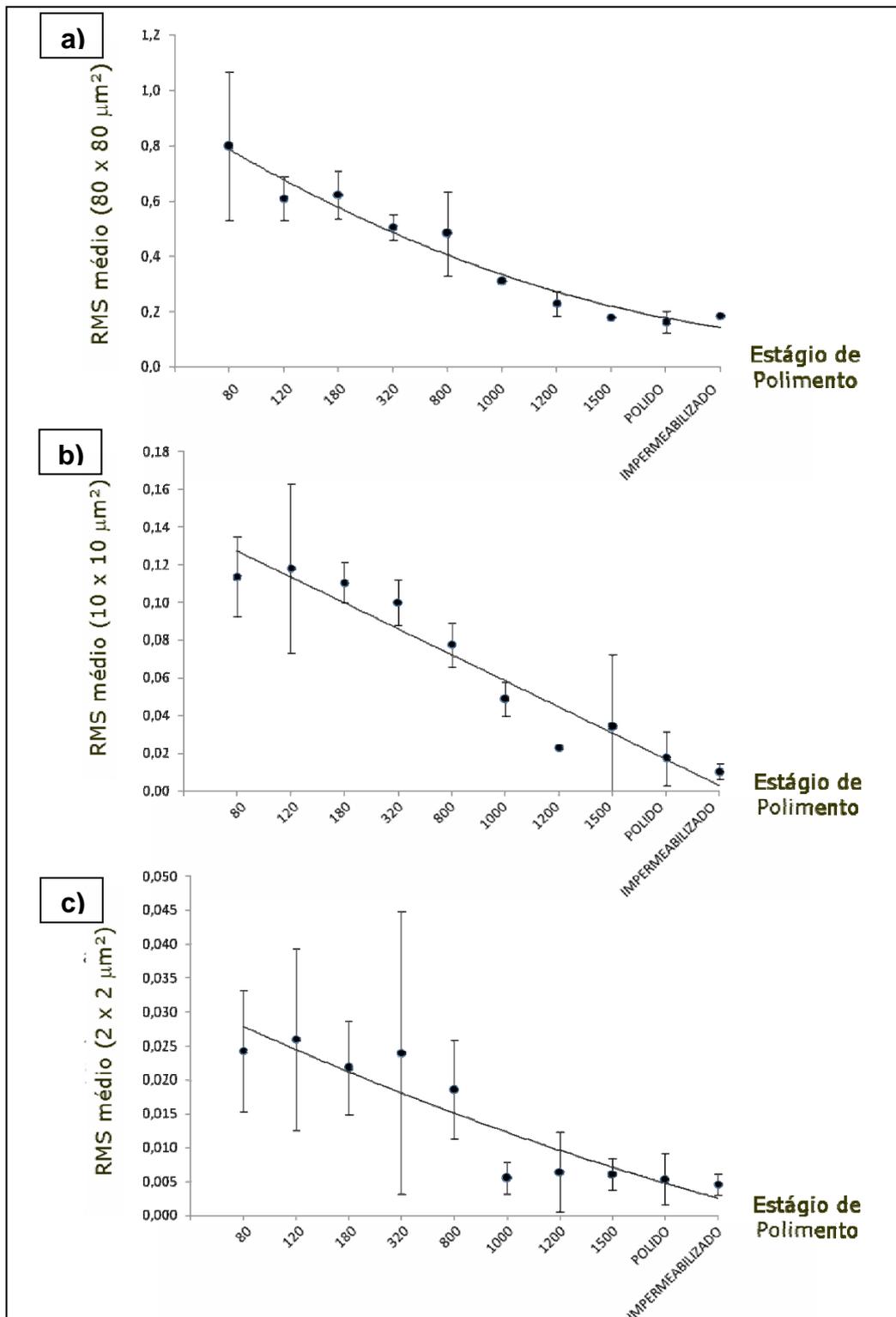


Figura 4.16 Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato técnico, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade RMS, para as áreas de varredura de a)  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b)  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e c)  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

Nas Figuras 4.15 e 4.16 é possível observar que as linhas de tendência obtidas são semelhantes, quando a mesma área de varredura é comparada. Ou seja, a curva obtida dos pontos *Ra* x *estágios de polimento* na área de varredura  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  é semelhante à curva obtida dos pontos *RMS* x *estágios de polimento* na área de varredura  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . O mesmo ocorre para as outras áreas de varredura. As barras verticais de desvio padrão também indicaram desvios com aproximadamente os mesmos valores. A diferença observada entre as rugosidades *Ra* e *RMS* é que a rugosidade *RMS* fornece valores um pouco maiores que a rugosidade *Ra*. Um exemplo da pequena diferença de valores existente entre as duas rugosidades é mostrada na Tabela 4.3, na qual estão indicados os valores de *Ra*, *RMS* e desvio padrão dos primeiros estágios de polimento do porcelanato técnico analisados (*grit* 80 e 120). A tabela completa é apresentada no Apêndice B.

Tabela 4.3 Exemplo da diferença entre *Ra*, *RMS* e desvio padrão dos estágios de polimento com *grit* 80 e 120 do porcelanato técnico.

<b>ESTÁGIO POLIMENTO</b>	<b>ÁREA VARREDURA</b>	<b>Ra médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>RMS médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<i>Grit</i> 80	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	$0,650 \pm 0,263$	$0,797 \pm 0,269$
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	$0,088 \pm 0,008$	$0,114 \pm 0,021$
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	$0,019 \pm 0,071$	$0,024 \pm 0,009$
<i>Grit</i> 120	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	$0,486 \pm 0,071$	$0,609 \pm 0,079$
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	$0,089 \pm 0,027$	$0,118 \pm 0,045$
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	$0,020 \pm 0,027$	$0,026 \pm 0,013$

Esta pequena diferença entre os valores de *Ra* e *RMS* acontece porque *Ra* apresenta baixa sensibilidade para indicar a presença de picos e vales ao longo dos perfis rugosimétricos [28]. Desta forma, para alguns autores [40], a

rugosidade RMS é mais exata. Entretanto, a rugosidade Ra é mais utilizada como indicador da rugosidade superficial [28], e assim será usada na comparação com o brilho dos produtos.

A partir dos resultados apresentados nas Figuras 4.15 e 4.16, nota-se que quanto maior a área de varredura, maior a rugosidade. Segundo Boussu [40], o aumento da rugosidade com o aumento da área de varredura pode estar relacionado à dependência da rugosidade ao comprimento de onda espacial da área de varredura ou à frequência. Para uma área superficial pequena, somente a rugosidade das frequências “mais altas” é medida. Quando uma maior área superficial é varrida, a rugosidade causada por frequências adicionais mais baixas tem que ser igualmente levada em consideração. Isto resulta em altos valores quando uma área superficial maior é varrida. Assim, quando o tamanho da varredura é mudado, é possível obter uma topografia de superfície diferente, resultando em diferentes rugosidades. Consequentemente, é essencial que a mesma escala do tamanho de varredura seja usada ao comparar a rugosidade superficial de amostras diferentes.

Na área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  (Figuras 4.15a e 4.16a), os valores de rugosidade decrescem progressivamente ao longo do processo de polimento, sendo que a linha de tendência obtida a partir dos pontos no gráfico assemelha-se a um decaimento exponencial. Todos os pontos encontram-se próximos a essa linha.

Na área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  (Figuras 4.15b e 4.16b), também há um decréscimo progressivo da rugosidade com o avanço do polimento, mas, diferentemente dos dados obtidos na área de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , neste caso alguns estágios possuem valores de rugosidade superiores à rugosidade do estágio anterior. Talvez essa discrepância com relação ao resultado esperado (diminuição da rugosidade com o avanço do polimento) não seja verdadeira, já que o desvio padrão dos dados indica que o valor de rugosidade pode estar em qualquer lugar dentro da barra de erros. A linha de tendência, neste caso, assemelha-se a uma reta, sendo que alguns pontos do gráfico estão bastante afastados dela, mas ainda assim, dentro dos valores de erro esperados.

Finalmente, na área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  (Figuras 4.15c e 4.16c), entre os estágios de grit 80 e 800, os valores de rugosidade estão próximos, não ocorrendo aumentos ou decréscimos acentuados. Entretanto, entre 800 e 1000 a rugosidade sofre uma queda brusca e, a partir deste ponto, os valores de rugosidade subsequentes ficam praticamente constantes. Isso pode acontecer porque, com a diminuição da área de varredura, pontos mais específicos da superfície da amostra são analisados, o que aumenta a possibilidade de distorções e torna a análise menos reprodutível e eficiente na comparação da rugosidade das superfícies. Isso pode ser comprovado pelos elevados valores de desvio padrão obtidos.

Como a área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  é a mais reprodutível, já que apresentou menores valores de desvio padrão, ela foi escolhida para correlacionar a rugosidade superficial Ra e o brilho das amostras de porcelanato (Figura 4.17).

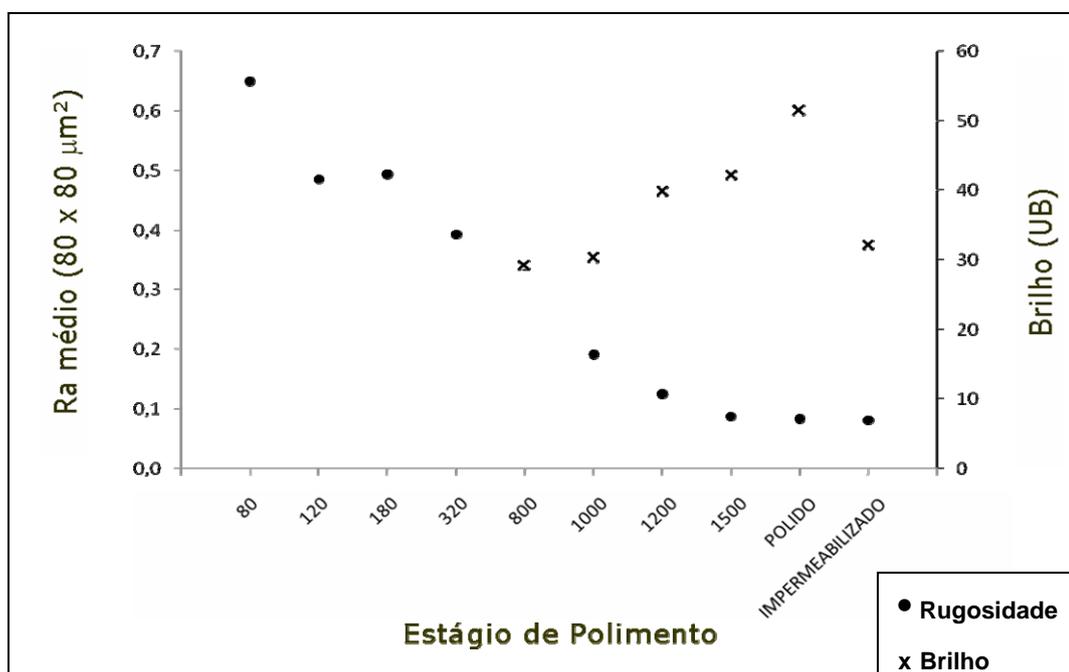


Figura 4.17 Correlação entre a rugosidade superficial Ra e o brilho das superfícies de porcelanato técnico a partir de medidas por AFM e brilhômetro com ângulo de incidência de  $60^\circ$ .

Na Figura 4.17 pode ser observado que a rugosidade superficial é gradativamente menor ao longo da evolução do processo de polimento. Observa-se que do primeiro para o segundo estágio de polimento, que possuem tamanho médio de abrasivo de, respectivamente, 185,0 e 109,0  $\mu\text{m}$  (*grit* 80 e 120), houve uma queda brusca do valor da rugosidade superficial média, de 0,650 para 0,486  $\mu\text{m}$ . Após a etapa de polimento com *grit* 120, a diminuição da rugosidade superficial deu-se de forma suave até o *grit* 800 ser alcançado. Nestes primeiros estágios de polimento iniciou-se a retirada dos sulcos, preparando a superfície para os abrasivos de menor granulometria que provocam o aumento substancial no brilho das peças. Os valores de brilho foram obtidos apenas a partir do estágio em que se utilizaram abrasivos de *grit* 800 já que abaixo deste valor o brilho da superfície é insignificante.

A partir do estágio com *grit* 800 houve nova queda significativa na rugosidade superficial, em torno de 0,149  $\mu\text{m}$ . Esta diminuição de rugosidade provocou um aumento de um ponto no valor brilho, o que não foi suficiente para fornecer o brilho desejável ao produto. A próxima etapa de polimento reduziu a rugosidade em apenas 0,066  $\mu\text{m}$ , mas provocou um aumento brusco de brilho, que de 30,3 UB passou para 39,8 UB. Nos estágios com *grit* 1200 e 1500 não houve aumento significativo da rugosidade, entretanto, o brilho alcançou seus maiores valores nestes estágios. Então, é possível observar que, no estágio final de polimento, os valores de brilho praticamente dobram, quando comparados com os valores iniciais obtidos.

A aplicação da resina polimérica no porcelanato não alterou de forma significativa sua rugosidade, mas causou uma elevada diminuição no valor de brilho (32,2 UB), chegando quase ao valor inicial obtido (29,3 UB).

Do mesmo modo, foram obtidos resultados de rugosidade e brilho para as amostras de porcelanato esmaltado. As Figuras 4.18 e 4.19 apresentam os gráficos de evolução das rugosidades Ra e RMS, respectivamente, ao longo do processo de polimento da superfície do porcelanato esmaltado. Nestas figuras são vistos os valores médios das rugosidades Ra e RMS medidos nas áreas de varredura de a)  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b)  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e c)  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ . As barras verticais indicam o desvio padrão encontrado nas medições.

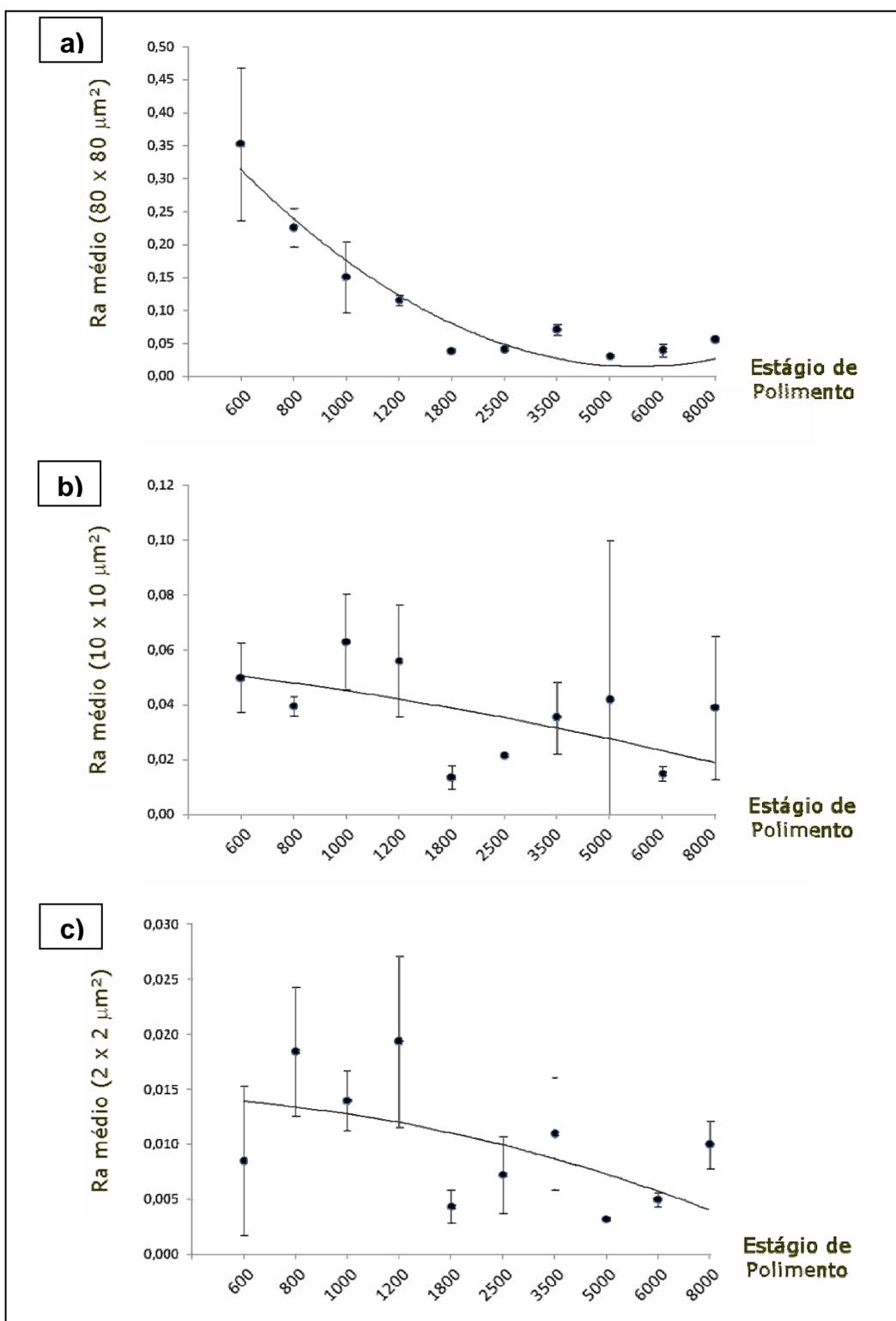


Figura 4.18 Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato esmaltado, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade Ra, para as áreas de varredura de a)  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b)  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e c)  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

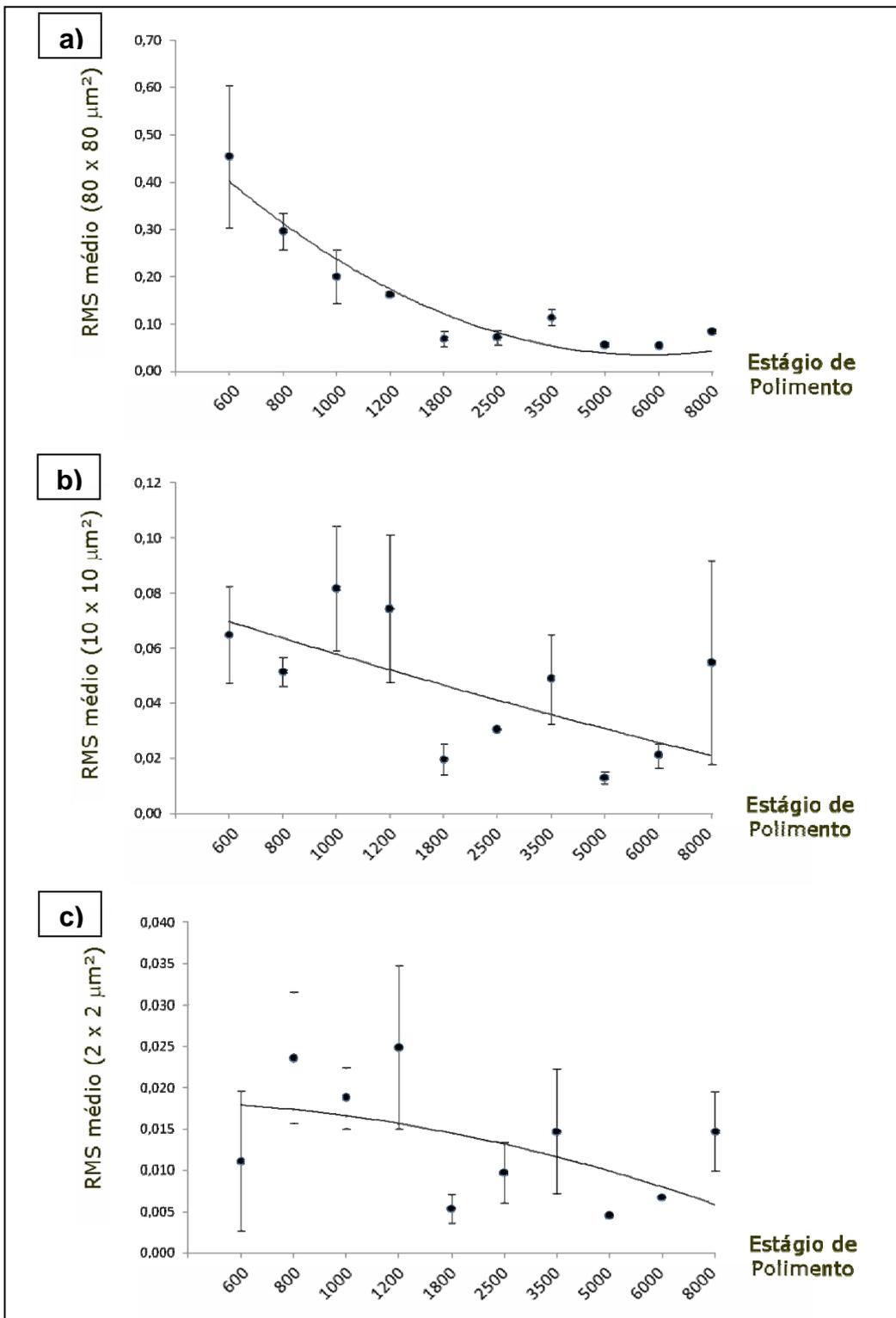


Figura 4.19 Evolução do processo de polimento da superfície do porcelanato esmaltado, obtida por AFM, em função dos valores médios de rugosidade RMS, para as áreas de varredura de a)  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ , b)  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e c)  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

Nas Figuras 4.18 e 4.19 é possível observar que, da mesma forma que no porcelanato técnico, as linhas de tendência obtidas são semelhantes, quando a mesma área de varredura é comparada. Ou seja, a curva obtida dos pontos *Ra x estágios de polimento* na área de varredura  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  é semelhante à curva obtida dos pontos *RMS x estágios de polimento* na área de varredura  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . O mesmo ocorre para as outras áreas de varredura. As barras verticais de desvio padrão também indicaram desvios com aproximadamente os mesmos valores. A diferença observada entre as rugosidades *Ra* e *RMS* é que a rugosidade *RMS* fornece valores um pouco maiores que a rugosidade *Ra*, pelos mesmos motivos já explicados para o porcelanato técnico. Um exemplo da pequena diferença de valores existente as duas rugosidades é mostrada na Tabela 4.4, na qual estão indicados os valores de *Ra*, *RMS* e desvio padrão dos primeiros estágios de polimento do porcelanato técnico analisados (*grit* 600 e 800). A tabela completa é apresentada no Apêndice B.

Tabela 4.4 Exemplo da diferença entre *Ra*, *RMS* e desvio padrão dos estágios de polimento com *grit* 600 e 800 do porcelanato técnico.

<b>ESTÁGIO POLIMENTO</b>	<b>ÁREA VARREDURA</b>	<b>Ra médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>RMS médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<i>Grit</i> 600	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	$0,353 \pm 0,116$	$0,455 \pm 0,150$
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	$0,050 \pm 0,012$	$0,065 \pm 0,018$
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	$0,009 \pm 0,007$	$0,011 \pm 0,008$
<i>Grit</i> 800	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	$0,226 \pm 0,029$	$0,296 \pm 0,038$
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	$0,039 \pm 0,004$	$0,051 \pm 0,005$
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	$0,018 \pm 0,006$	$0,024 \pm 0,008$

A partir dos resultados apresentados nas Figuras 4.18 e 4.19, nota-se que, quanto maior a área de varredura, maior a rugosidade. As explicações dadas ao porcelanato técnico também são usadas para explicar esse fenômeno no caso dos porcelanatos esmaltados.

Na área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  (Figuras 4.18a e 4.19a), a linha de tendência obtida a partir dos pontos no gráfico assemelha-se a uma curva com decaimento exponencial, sendo que todos os pontos encontram-se próximos a essa linha. Os valores de rugosidade decrescem progressivamente ao longo do processo de polimento, até que o estágio de *grit* 1800 é alcançado. A partir deste ponto, as rugosidades medidas são muito próximas para todos os estágios de polimento. A fim de verificar as semelhanças nestes estágios, as imagens de topografia bidimensional obtidas para as amostras nos estágios de *grit* 1800, 2500, 3500, 5000, 6000 e 8000 são mostradas na Figura 4.20.

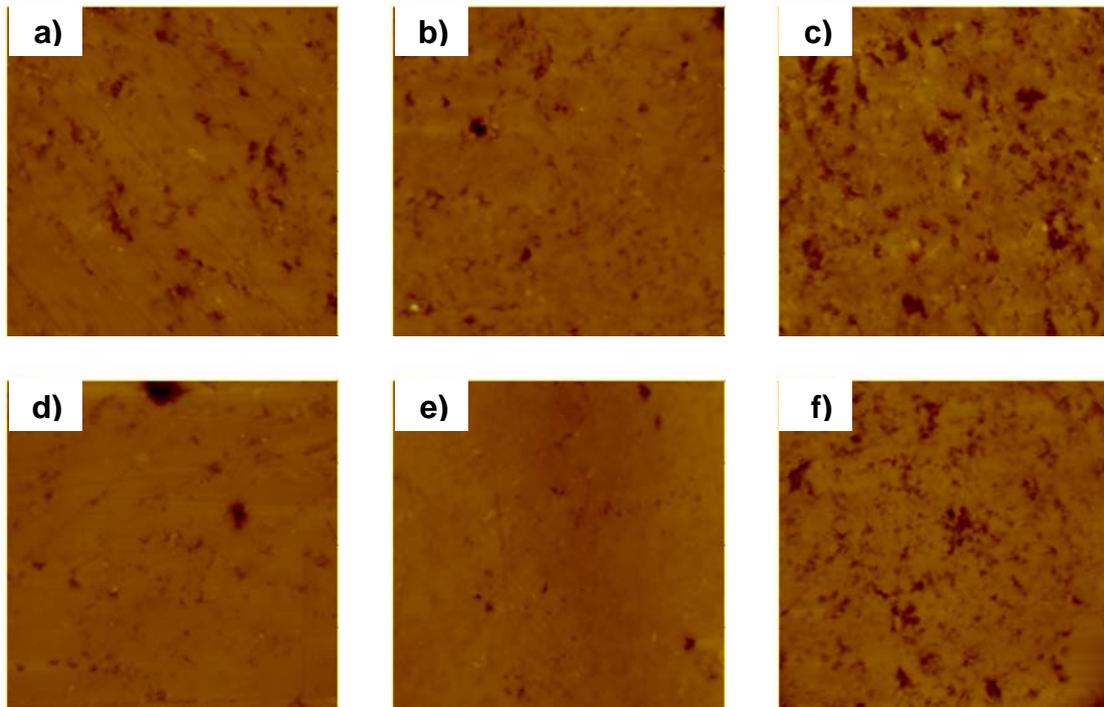


Figura 4.20 Imagens de topografia bidimensional com área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivos de *grit* a) 1800, b) 2500, c) 3500, d) 5000, e) 6000, f) 8000.

Na Figura 4.20, percebe-se um leve aumento da quantidade de irregularidades superficiais entre os estágios de *grit* 1800 e 3500, que diminui no estágio de *grit* 3500 e novamente aumenta suavemente entre os estágios de *grit* 3500 e 8000. Tal ocorrência é vista nos gráficos de rugosidade da área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  (Figuras 4.18a e 4.19a).

Nas áreas de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  e  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  do porcelanato esmaltado (Figuras 4.18b, 4.19b, 4.18c e 4.19c), o que se observa é um fenômeno diferente do que ocorreu com o porcelanato técnico. Nota-se uma aleatoriedade dos pontos, tornando o resultado do processo imprevisível. Isso porque a rugosidade aumenta e diminui sem qualquer ordem ao longo do avanço do polimento. Uma das explicações possíveis está relacionada com a aparência do porcelanato esmaltado observada macroscopicamente, na qual algumas regiões da superfície são mais salientes que outras. As análises podem ter sido realizadas em áreas que alternavam saliências e depressões e como os blocos abrasivos das politrizes utilizadas no processo de polimento não alcançam as depressões superficiais, as saliências possuem valores de rugosidade menores que as depressões. Este fato influenciou negativamente a obtenção dos resultados, gerando dados não comparáveis. Outra explicação é que algumas regiões escolhidas para análise teriam poros que outras regiões não teriam. Como se sabe, a presença de poros pode aumentar significativamente os valores de rugosidade medidos.

Como a área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  é a mais reprodutível, já que apresentou menores valores de desvio padrão, ela foi escolhida para correlacionar a rugosidade superficial  $R_a$  e o brilho das amostras de porcelanato (Figura 4.21).

Na Figura 4.21 pode ser observado que a rugosidade superficial é gradativamente menor ao longo da evolução do processo de polimento. Observa-se que do primeiro para o segundo estágio de polimento, que possuem tamanho médio de abrasivo de respectivamente 24,0 e 18,4  $\mu\text{m}$  (*grit* 600 e 800), houve uma queda brusca do valor da rugosidade superficial média, de 0,353 para 0,226  $\mu\text{m}$ . Após a etapa de polimento com *grit* 800 a diminuição da rugosidade superficial deu-se de forma suave até o *grit* 1200 ser alcançado.

Nestes primeiros estágios de polimento iniciou-se a retirada dos sulcos, preparando a superfície para os abrasivos de menor granulometria que provocam o aumento substancial no brilho das peças. Os valores de brilho foram obtidos apenas a partir do estágio em que se utilizaram abrasivos de *grit* 1200 já que, abaixo deste valor, o brilho da superfície é insignificante.

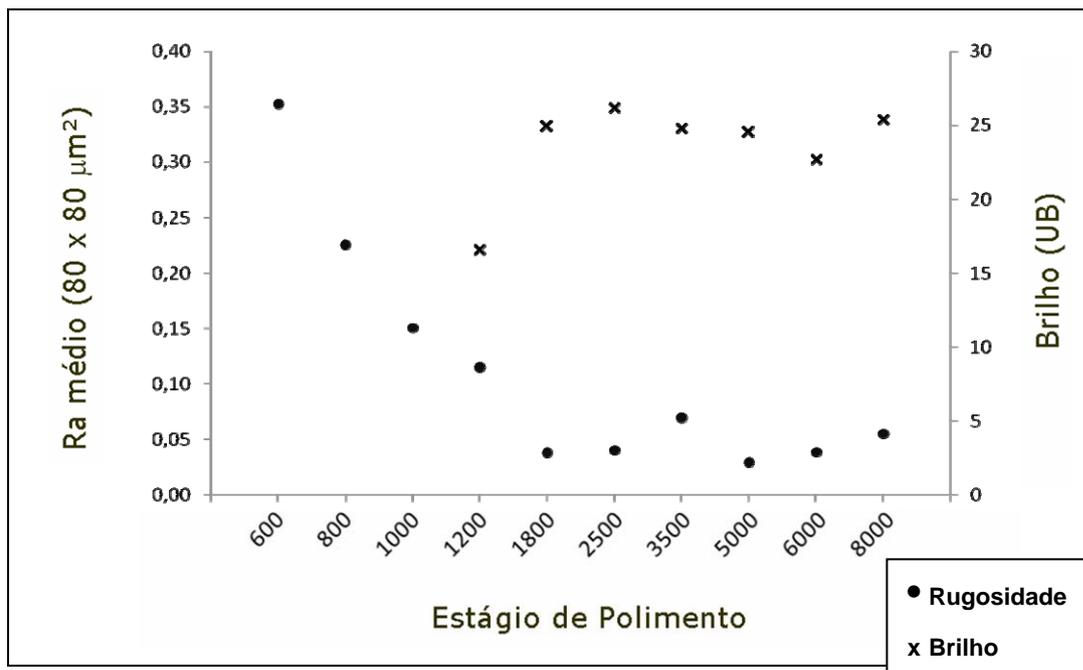


Figura 4.21 Correlação entre a rugosidade superficial Ra e o brilho das superfícies de porcelanato esmaltado a partir de medidas por AFM e brilhômetro com ângulo de incidência de 60°.

A partir do estágio com *grit* 1200 houve nova queda significativa na rugosidade superficial, em torno de 0,077 μm. Esta diminuição de rugosidade provocou um aumento significativo de 8,3 pontos no valor brilho, alcançando um valor de 24,9 UB. As etapas seguintes, como já identificado, passaram por pequenas variações na rugosidade, aumentando de 0,038 até 0,070 μm entre os *grits* 1800 e 3500, voltando a cair para 0,029 μm no *grit* 5000 e, no final, atingindo o valor de 0,055 μm. Desta forma, observa-se que entre os estágios de *grit* 1800 e 8000 a rugosidade foi alterada em apenas 0,017 μm.

As medidas de brilho efetuadas entre os estágios de *grit* 1800 e 8000 forneceram valores interessantes. O brilho entre estes estágios aumentou em 0,5 UB, um valor insignificante para o brilho final do produto.

Desta forma, é possível verificar que a partir do estágio polido com abrasivo de *grit* 1800 o polimento torna-se desnecessário, já que a continuação deste processo não altera de forma significativa os valores de rugosidade e, principalmente do brilho, que é o objetivo principal do polimento realizado nos porcelanatos.

De modo geral, tanto para os porcelanatos técnicos quanto para os esmaltados, os abrasivos com grãos maiores foram responsáveis pela diminuição acentuada da rugosidade superficial, enquanto os abrasivos com grãos menores forneceram o brilho final das peças.

Comparando-se as duas tipologias de porcelanato, é possível concluir que o porcelanato técnico antes de passar por qualquer polimento é mais rugoso que o esmaltado, possuindo rugosidade Ra de 0,650  $\mu\text{m}$  (*grit* 80), contra 0,353  $\mu\text{m}$  (*grit* 600) do esmaltado. O processo é capaz de levar a rugosidade Ra do porcelanato técnico a 0,082  $\mu\text{m}$  após a impermeabilização, e do porcelanato esmaltado a 0,055  $\mu\text{m}$  após o último estágio de polimento.

Os valores finais de brilho do porcelanato técnico atingem 51,4 UB antes da aplicação da resina polimérica, e 32,2 UB após a impermeabilização. No caso do porcelanato esmaltado o brilho atinge o valor de 25,4 UB.

Desta forma, é possível concluir que estes dois tipos de produtos analisados possuem características muito parecidas nos parâmetros verificados. A vantagem do porcelanato esmaltado é que a rugosidade da superfície obtida diretamente do processo de fabricação é menor, exigindo menos etapas de polimento, o que diminuiria custos e tempo.



## 5 CONCLUSÕES

O processo de polimento, realizado na última etapa de fabricação dos porcelanatos, melhora as características estéticas do revestimento e sua posição competitiva em relação aos produtos substitutos. Analisando-se os parâmetros de rugosidade superficial e brilho ao longo do polimento, é possível compreender o processo que garante a satisfação do consumidor ao adquirir tal produto.

Neste sentido, a técnica de AFM mostrou ser uma ferramenta poderosa para a observação e medição de irregularidades superficiais, dispondo de várias formas de obtenção de imagens e parâmetros.

Por meio das imagens de topografia de superfície e valores de rugosidade obtidos no AFM, nota-se que quando a área de varredura é mudada, obtém-se uma topografia de superfície diferente, resultando em rugosidades diferentes. Quanto maior a área de varredura, maior a rugosidade. Assim, é essencial que a mesma escala do tamanho de varredura seja utilizada ao comparar a rugosidade superficial de amostras diferentes.

As imagens mostraram também que as áreas de varredura maiores fornecem uma visão mais geral da superfície da amostra. Com a diminuição da área de varredura, passa-se a ter uma visão mais localizada de alguns pontos específicos da amostra, e a análise se torna menos reproduzível. Além disso, a superfície mostrou-se mais plana com a diminuição da área de varredura, já que as imagens em áreas menores foram obtidas para regiões com baixa incidência de poros, evitando que valores de rugosidade fossem alterados significativamente pela presença de grandes poros.

Foi observada uma pequena diferença entre os valores de rugosidade  $R_a$  e RMS das amostras analisadas, sendo que a rugosidade RMS fornece valores um pouco maiores que a rugosidade  $R_a$ .

Comparando-se os dois produtos verifica-se que o porcelanato técnico antes do polimento é mais rugoso que o esmaltado, possuindo rugosidade  $R_a$  de  $0,650 \mu\text{m}$  (*grit 80*), contra  $0,353 \mu\text{m}$  (*grit 600*) do esmaltado.

No caso do porcelanato técnico, os resultados de Ra na área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  mostraram que a diminuição da rugosidade superficial foi mais acentuada entre os estágios de *grit* 80 e 1000, passando de  $0,650 \mu\text{m}$  a  $0,192 \mu\text{m}$ . O brilho do produto praticamente dobrou entre o primeiro estágio analisado (*grit* 800) e o último (POLIDO), aumentando do valor inicial de 29,3 UB para 51,4 UB. A impermeabilização da superfície causou uma diminuição brusca do brilho (32,2 UB), sem alteração significativa da rugosidade.

No caso do porcelanato esmaltado, os resultados de Ra na área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  mostraram que a diminuição da rugosidade superficial foi mais acentuada entre os estágios de *grit* 600 e 1800, passando de  $0,353 \mu\text{m}$  a  $0,038 \mu\text{m}$ . O valor inicial de brilho medido foi de 16,6 UB no estágio de *grit* 1200, passando a 24,9UB no estágio seguinte (*grit* 1800). Entre os estágios de *grit* 1800 e 8000 a rugosidade foi alterada em  $0,017 \mu\text{m}$  e o brilho aumentou em 0,5 UB. Desta maneira, nota-se que a partir do *grit* 1800 o polimento torna-se desnecessário.

De modo geral, nas duas tipologias de porcelanato estudadas, a diminuição da rugosidade ocorreu mais visivelmente nas etapas de polimento com abrasivos de grãos maiores, enquanto os abrasivos constituídos de grãos menores foram os responsáveis pelo brilho final das peças, interferindo pouco na rugosidade superficial.

Desta forma, é possível concluir que os dois tipos produtos analisados possuem características muito parecidas nos parâmetros verificados. A vantagem do porcelanato esmaltado é que a rugosidade da superfície obtida diretamente do processo de fabricação é menor, exigindo menos etapas de polimento, o que diminuiria custos e tempo.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Os resultados obtidos neste trabalho mostraram que a técnica de AFM é útil na análise da superfície de porcelanatos. Neste sentido, algumas sugestões de trabalhos futuros podem ser dadas:

- Analisar, através dos recursos disponíveis no AFM, a evolução da porosidade ao longo do processo de polimento dos porcelanatos.
- Definir, através dos recursos disponíveis no AFM, quais são as características dos poros que mais contribuem para o fenômeno do manchamento nos porcelanatos.
- Analisar a influência das diferentes etapas de polimento na resistência ao manchamento de porcelanatos polidos.
- Elaborar uma metodologia de estudos de defeitos superficiais pela técnica de AFM.



## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] MARTÍN-MÁRQUEZ, J.; RINCÓN, J.M.; ROMERO, M. Effect of firing temperature on sintering of porcelain stoneware tiles. **Ceramics International**, v. 34, p. 1867-1873, 2008.

[2] CARTY, W.M.; SENAPATI, U. Porcelain – raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behaviour. **Journal of American Ceramic Society**, v. 81, n. 1, p. 3-20, 1998.

[3] BARBIERI, L.; BONFATTI, L.; FERRARI, A.M.; LEONELLI, C.; MANFREDINI, T.; BLUNDO, D.S. Relationship between microstructure and mechanical properties in fully vitrified stoneware. **Industrial Ceramics**, v. 17, n. 3, p. 133-136, 1997.

[5] CAVALCANTE, P.M.T.; DONDI, M.; ERCOLANI, G.; GUARINI, G.; MELANDRI, C.; RAIMONDO, M.; ALMENDRA, E.R. The influence of microstructure on the performance of white porcelain stoneware. **Ceramics International**, v. 30, p. 953-963, 2004.

[4] ALVES, H.J. **Efeito da Porosidade sobre o Manchamento de Porcelanato Polido**. 2010. 152 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2010. Impresso.

[6] CARBAJAL, L.; RUBIO-MARCOS, F.; BENGOCHEA, M.A.; FERNANDEZ, J.F. Properties related phase evolution in porcelain ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 27, p. 4065-4069, 2007.

[7] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15463**: Placas cerâmicas para revestimento - Porcelanato. Rio de Janeiro, 1997. 6 p.

[8] ALVES, H.J.; MINUSSI, F.B.; MELCHIADES, F.G.; BOSCHI, A.O. Porosidade Susceptível ao Manchamento em Porcelanato Polido. **Cerâmica Industrial**, v. 14, n. 1, p. 21-26, jan./fev. 2009.

[9] ANFACER – Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica de Revestimento. Disponível em: <<http://www.anfacer.org.br/>>. Acesso em 13 fev. 2009.

[10] GORINI, A.P.; CORRÊA, A. Setor de Revestimentos Cerâmicos. **Informe Editorial BNDES**, n. 15, ago. 2000. 5p. Disponível em: <[www.bndes.gov.br](http://www.bndes.gov.br)>. Acesso em 13 fev. 2009.

[11] CONSTANTINO, A.O.; DA ROSA, S.E.S.; CORRÊA, A.R.; BARROSO, D.V. Panorama do Setor de Revestimentos Cerâmicos. **BNDES**, set. 2006. 23p. Disponível em <<http://www.bndes.gov.br>> Acesso em 13 fev. 2009.

[12] MOURA, C.B.; LOVATO, P.S.; PRETTO, M.E.J.; PARAVISI S.; COSTACURTA V.; ABITANTE, A.L.R. Análise da Influência das Variáveis Cor e Brilho na Limpabilidade de Porcelanatos. **Cerâmica Industrial**, v. 11, n. 4, p. 35-39, jul./ago. 2006.

[13] MENEGAZZO, A.P.M.; LEMOS, F.L.N.; PASCHOAL, J.O.A.; GOUVÊA, D.; CARVALHO, J.C.; NÓBREGA, R.S.N. Grés Porcelanato. Parte I: Uma abordagem mercadológica. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 5, p. 7-10, set./out. 2000.

[14] BOSCHI, A.O. Uma Análise Crítica do Setor de Revestimentos Cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 2, p. 8-13, mar./abr. 2002.

[15] DONDI, M.; FABBRI, B.; MANFREDINI, T.; PELLACANI, G.C. Microstructure and mechanical properties of porcelainized stoneware tiles. In: 4º Ecers, Itália, **Anais**, p. 319-326, 1995.

- [16] DONDI, M.; GUARINI, G.; RAIMONDO, M.; ALMENDRA, E.R.; CAVALCANTE, P.M.T. The role of surface microstructure on the resistance to stains of porcelain stoneware tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 25, p. 357-365, 2005.
- [17] CAVALCANTE, P.M.T.; DONDI, M.; ALMENDRA E.R.; ERCOLANI, G.; GUARINI, G.; RAIMONDO, M. Influência das Características Superficiais na Resistência a Manchas do Grês Porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 9, n. 5/6, p.29-41, set./dez. 2004.
- [18] RAIMONDO, M.; ZANELLI, M.; DONDI, M.; GUARINI, G.; MATTEUCCI, V.; BIASINI, D.; GARDINI, D. Propriedades Superficiais de Peças de Grês Porcelanato: Influência de Diferentes Recobrimentos Protetores. **Cerâmica Industrial**, v. 11, n. 3, p. 7-12, mai./jun. 2006.
- [19] HECK, C. Grês porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 1, n. 4/5, p. 21-24, ago./dez. 1996.
- [20] ROSSO, J.; CUNHA, E.S.; ROJAS-RAMÍRES, R.A. Características Técnicas e Polimento de Porcellanatos. **Cerâmica Industrial**, v. 10, n. 4, p. 11-14, jul/ago, 2005.
- [21] SOUSA, F.J.P. **Análise de Aspectos Cinemáticos do Processo Industrial de Polimento de Porcelanatos**. 2007. 128 f. Teses (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2007. Disponível em <[www.tede.ufsc.br/teses/PCEM0149-T.pdf](http://www.tede.ufsc.br/teses/PCEM0149-T.pdf)>. Acesso em 3 nov. 2009.
- [22] IBÁÑEZ, M.J.; SÁNCHEZ, E.; GARCÍA-TEN, J.; ORTS, M.J.; CANTAVELLA, V.; SÁNCHEZ, J.; SOLER, C.; PORTOLÉS, J.; SALES, J. Use of a pin-on-disk tribometer for studying porcelain tile polishing. In: VII Qualicer, Espanha, **Anais**, ITC, p. 401-416, 2002.

- [23] WIGGERS, W.S.; SANTOS, R.A.; HOTZA, D. Evolução da Superfície do Porcelanato ao Longo do Processo de Polimento. **Cerâmica Industrial**, v. 12, n. 1/2, p. 27-30, jan./abr. 2007.
- [24] HUTCHINGS, I.M.; ADACHI, K.; XU, Y.; SÁNCHEZ, E.; IBAÑEZ, M.J.; QUEREDA, M. F. Analysis and laboratory simulation of an industrial polishing process for porcelain ceramic tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 25, p. 3151-3156, 2005.
- [25] OLIVEIRA, A.P.N. Grês Porcelanato: Aspectos Mercadológicos e Tecnológicos. **Cerâmica Industrial**, v. 3, n. 3, p. 34-41, mai./jun. 1998.
- [26] ARANTES, F.J.S.; GALES, D.F.; QUINTEIRO, E.; BOSCHI, A.O. O Manchamento e a Porosidade Fechada de Grês Porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 6, n. 3, mai./jun. 2001.
- [27] DONDI, M.; RAIMONDO, M.; ZANELLI, C. Resistência ao Manchamento de Revestimentos Cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 13, n. 5, p. 39-45, set/out, 2008.
- [28] PARRA, B.S.; GENNARI, R.C.; MELCHIADES, F.G.; BOSCHI, A.O. Rugosidade Superficial de Revestimentos Cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 11, n.2, p. 15-18, mar/abr 2006.
- [29] BELTRÁN, V.; FERRER, C.; BAGÁN, V.; SÁNCHEZ, E.; GARCÍA, J.; MESTRE, S. Influencia de las Características del Polvo de Prensas y de la Temperatura de Cocción Sobre la Microestructura Porosa y Resistencia a las Manchas de Baldosas de Gres Procelánico. In: Qualicer 96, Espanha, Anais, ITC, p. 137- 152, 1996.
- [30] CAMPAGNARO, A. El Tratamiento Del Gres Porcelánico y Algunos Ejemplos de Manchas de Pavimentos Cerámicos. **Cerámica Información**, v. 217, p. 63-67, 1996.

[31] AMORÓS, J.L.; BELSTRÁN, V.; BLASCO, A.; ENRIQUE, J.E.; ESCARDINO, A.; NEGRE, F. **Defectos de Fabricación de Pavimentos y Revestimientos Cerámicos**. Valencia (España): AICE – ITCE, 1991, 169 p.

[32] WEST, P.E. **Introduction to Atomic Force Microscopy – Theory / Practice / Application**. 159p. Disponível em <<http://www.afmuniversity.org/>>. Acesso em 5 jul. 2009.

[33] DUARTE, F.C. **Microscópio de Tunelamento com Varredura (STM) e Microscópio de Força Atômica (AFM)**. 20p. Disponível em <<http://www.dsif.fee.unicamp.br/>>. Acesso em 5 jul. 2009.

[34] FUKUI, M. **Técnicas de Microscopia de Tunelamento de Elétrons (MTE) e Microscopia de Força Atômica (MFA) aplicadas ao estudo de superfícies de grafite e diamante**. 1992. 58 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 1992. Disponível em <[libdigi.unicamp.br](http://libdigi.unicamp.br)>. Acesso em 3 nov. 2009.

[35] BERNARDES FILHO, R.; MATTOSO, L.H.C. Microscopia de Força Atômica. In: CANEVAROLO JR., S.V. (Ed.). **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber, 2003, p. 201-207.

[36] PACIFIC NANOTECHNOLOGY, INC. **Atomic Force Microscopy for Nano-Surface Texture/Roughness**. Disponível em <[www.lot-oriel.com](http://www.lot-oriel.com)>. Acesso em 15 jan. 2010.

[37] VEECO. **A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy**. 30p. Disponível em <[www.veeco.com](http://www.veeco.com)>. Acesso em 15 jan. 2010.

[38] GHENO, S.M.; PAULIN FILHO, P.I. **Tópicos em Microscopia de Força Atômica**. Apostila de Curso, Universidade Federal de São Carlos, 2006, 134p. Impresso.

[39] VEECO. **Nanoscope Command Reference Manual** (versão 4.22). Digital Instruments, 1997, 623p.

[40] BOUSSU, K.; VAN DER BRUGGEN, B.; VOLODIN, A.; SNAUWAERT, J.; VAN HAESSENDONCK, C.; VANDECASTEELE, C. Roughness and hydrophobicity studies of nanofiltration membranes using different modes of AFM. **Journal of Colloid and Interface Science**, V. 286, p. 632-638, 2005.

[41] CARPINETTI, L.C.R.; GONÇALVES FILHO, E.V.; PORTO, A.J.V.; JASINEVICIUS, C.R.G. **Rugosidade Superficial - Conceitos e Princípios de Medição**. São Carlos: Serviço Gráfico USP – EESC, 1996, 51 p.

[42] WESTRA, K.L.; THOMSON, D. J. Effect of tip shape on surface roughness measurements from atomic force microscopy images of thin films. **J. Vac. Sci. Technol. B**, v. 13, n. 2, mar/abr 1995.

[43] KIGLE-BOECKER, G. Measurement of gloss and reflection properties of surfaces. **Metal Finishing**, v. 93, n. 5, p. 28-31, mai. 1995.

[44] HORIBA INSTRUMENTS LTDA. **Manual Brilhômetro (Gloss-Checker) Modelo IG-320**.

[45] FEDERATION OF EUROPEAN PRODUCERS OF ABRASIVES. **Aluminium Oxide & Silicon Carbide Grains**. Disponível em < [www.fepa-abrasives.org](http://www.fepa-abrasives.org)>. Acesso em 15 jan. 2010.

[46] JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD. **Stone, Belt, Paper, Film and Compound Grit Comparison**. Disponível em <[www.straightrazorplace.com](http://www.straightrazorplace.com)>. Acesso em 15 jan. 2010.

## APÊNDICE A

As Figuras A.1 até A.10 apresentam as imagens de topografia bidimensional, obtidas através de microscopia de força atômica, das amostras de porcelanato técnico analisadas.

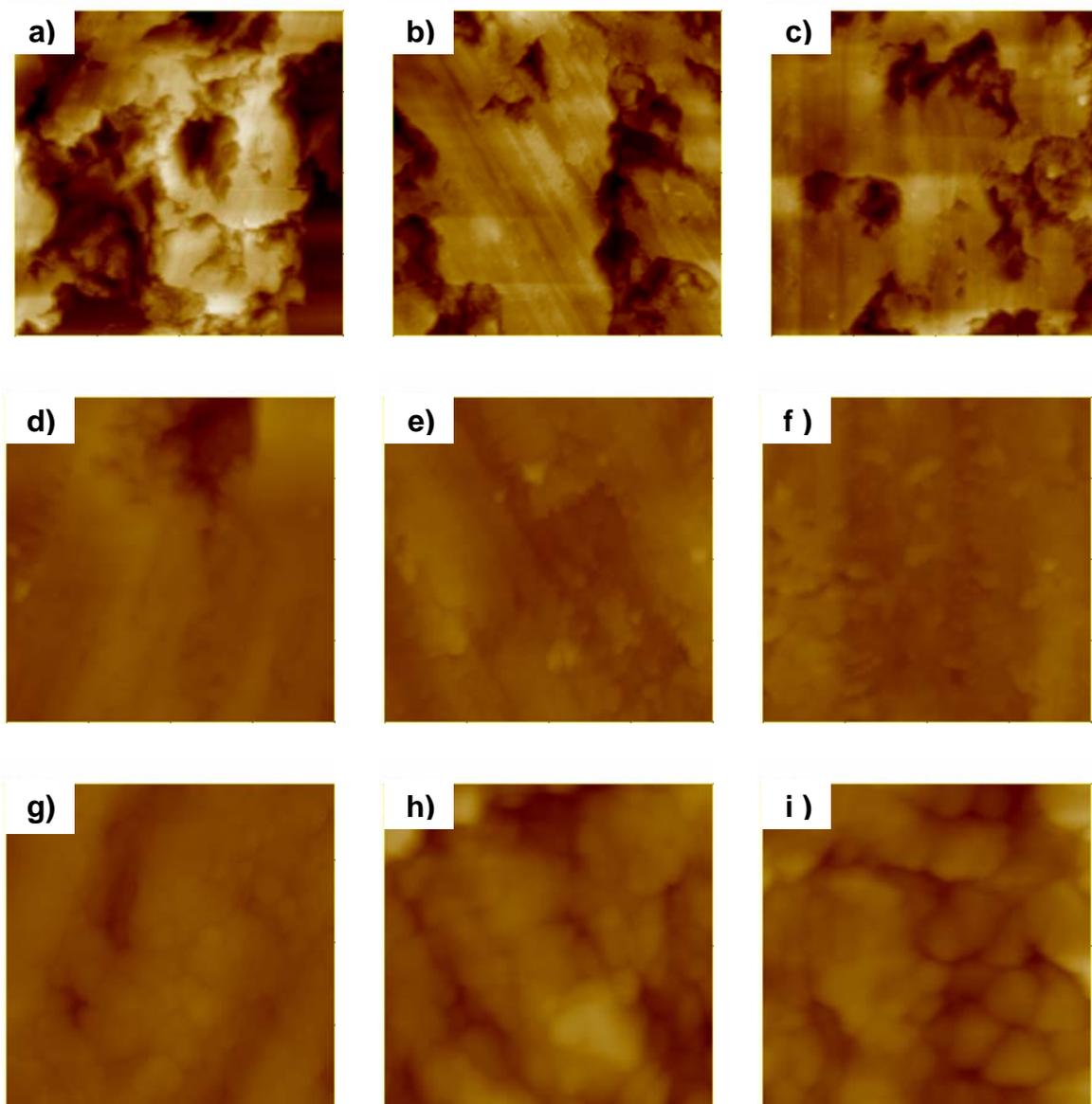


Figura A.1 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 80. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

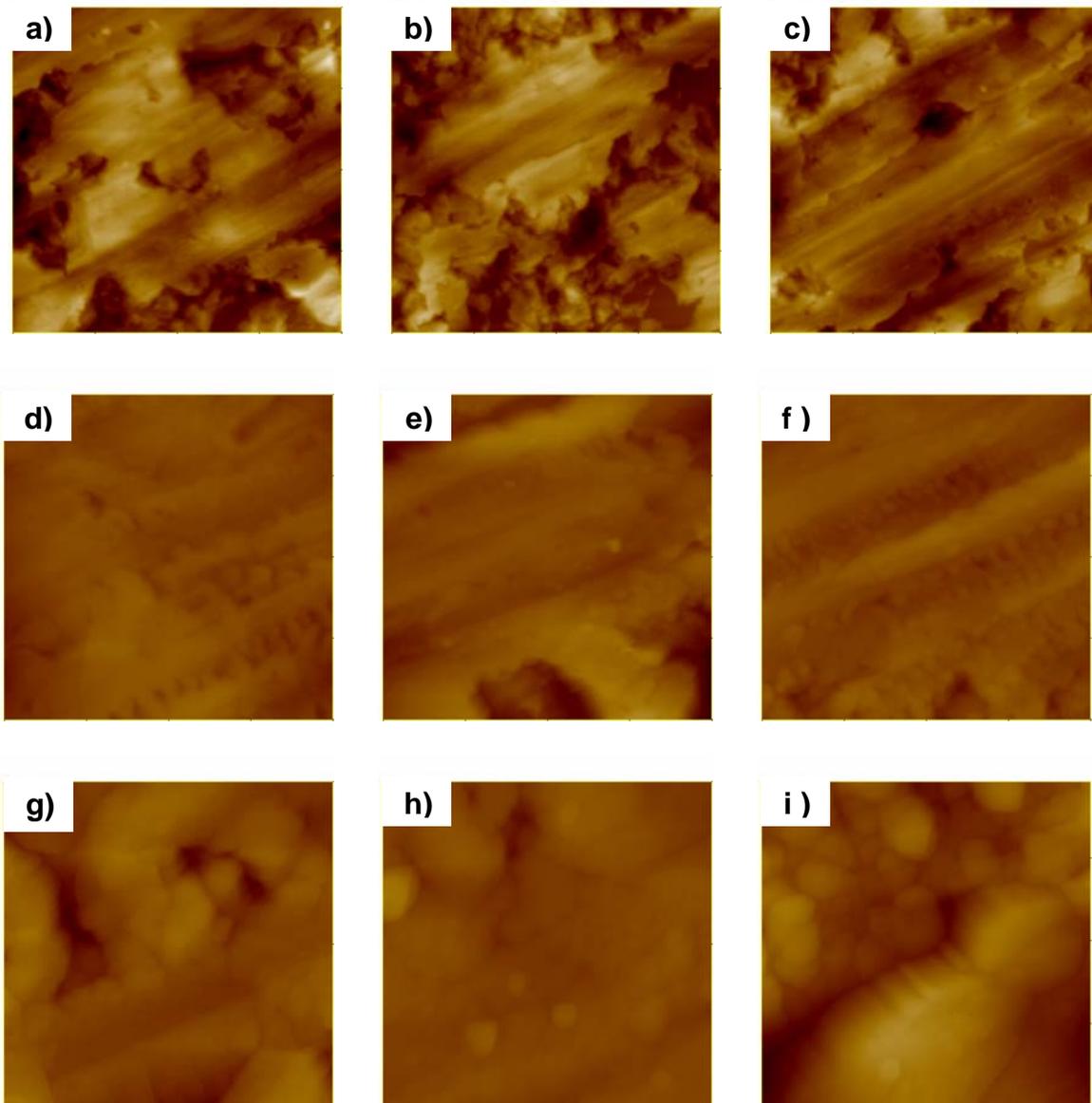


Figura A.2 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 120. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

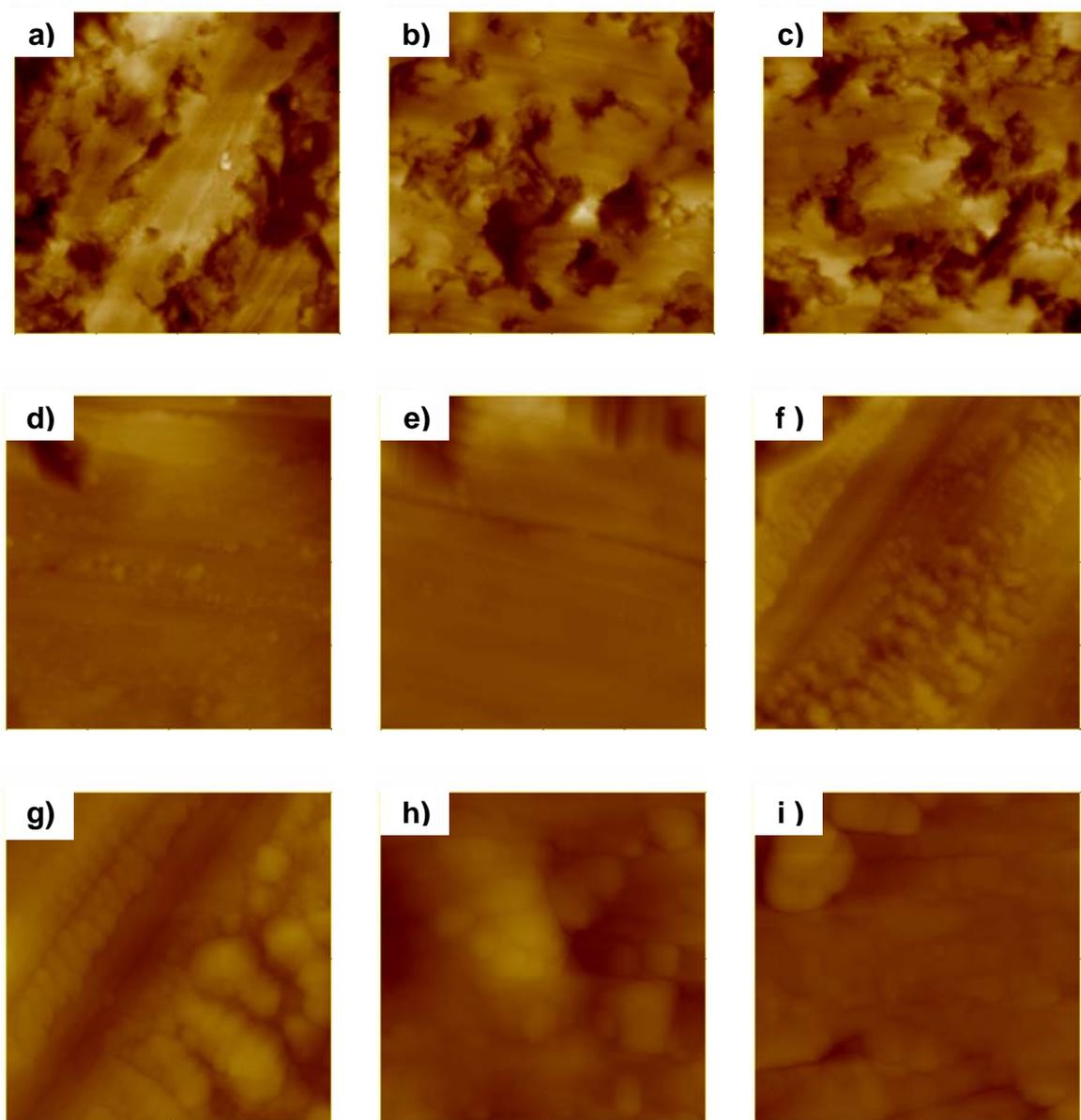


Figura A.3 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 180. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

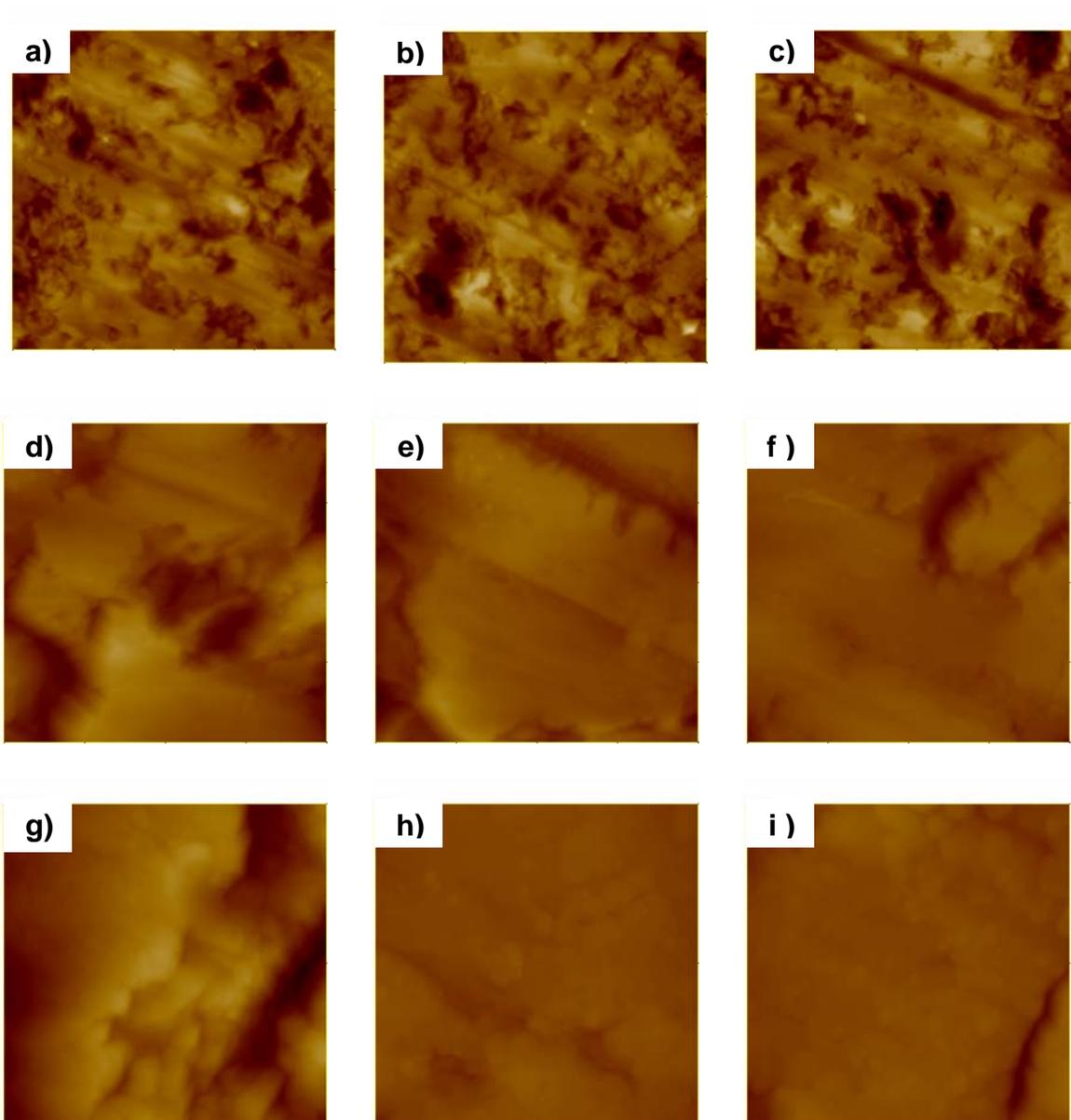


Figura A.4 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 320. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

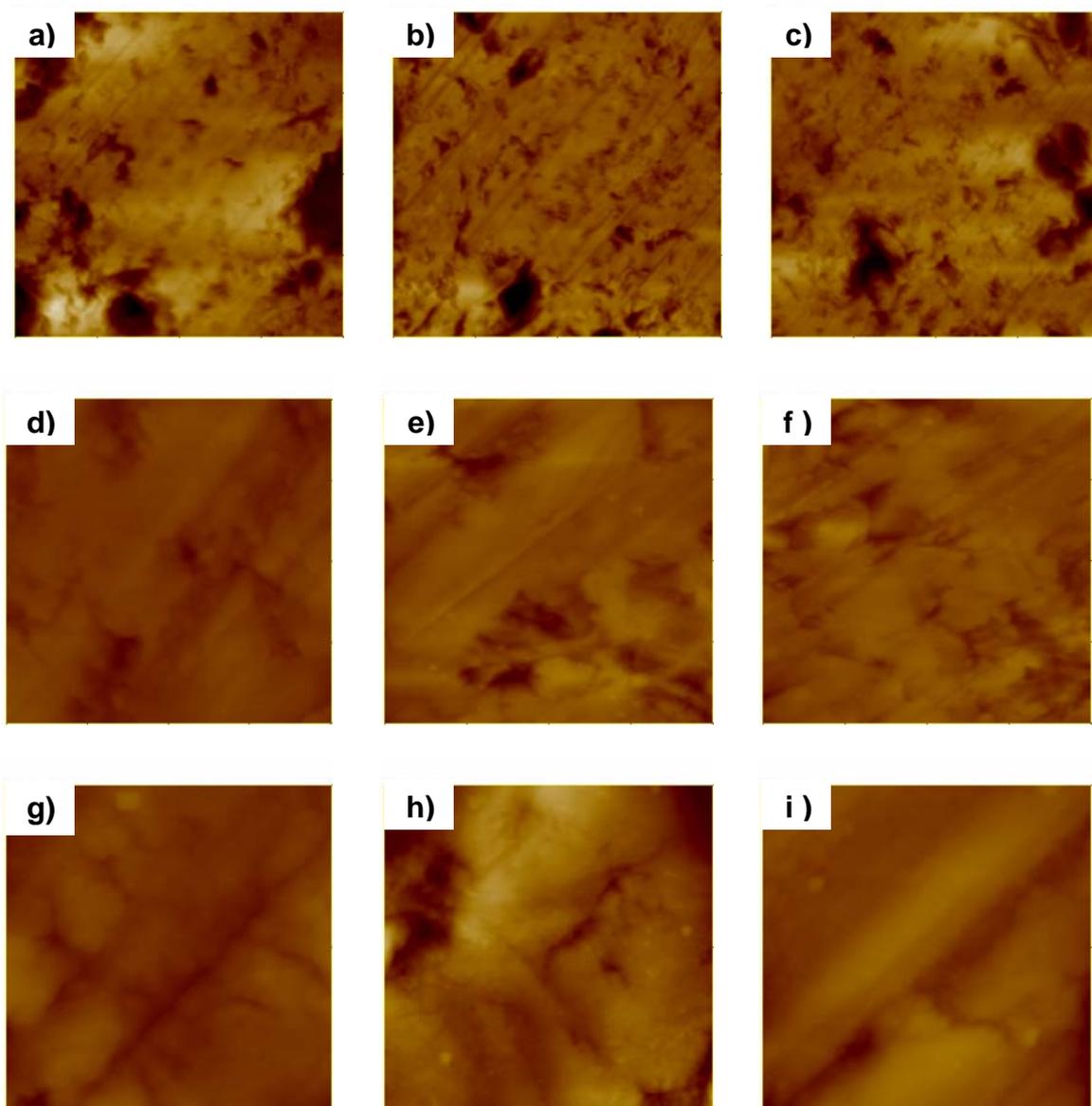


Figura A.5 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 800. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

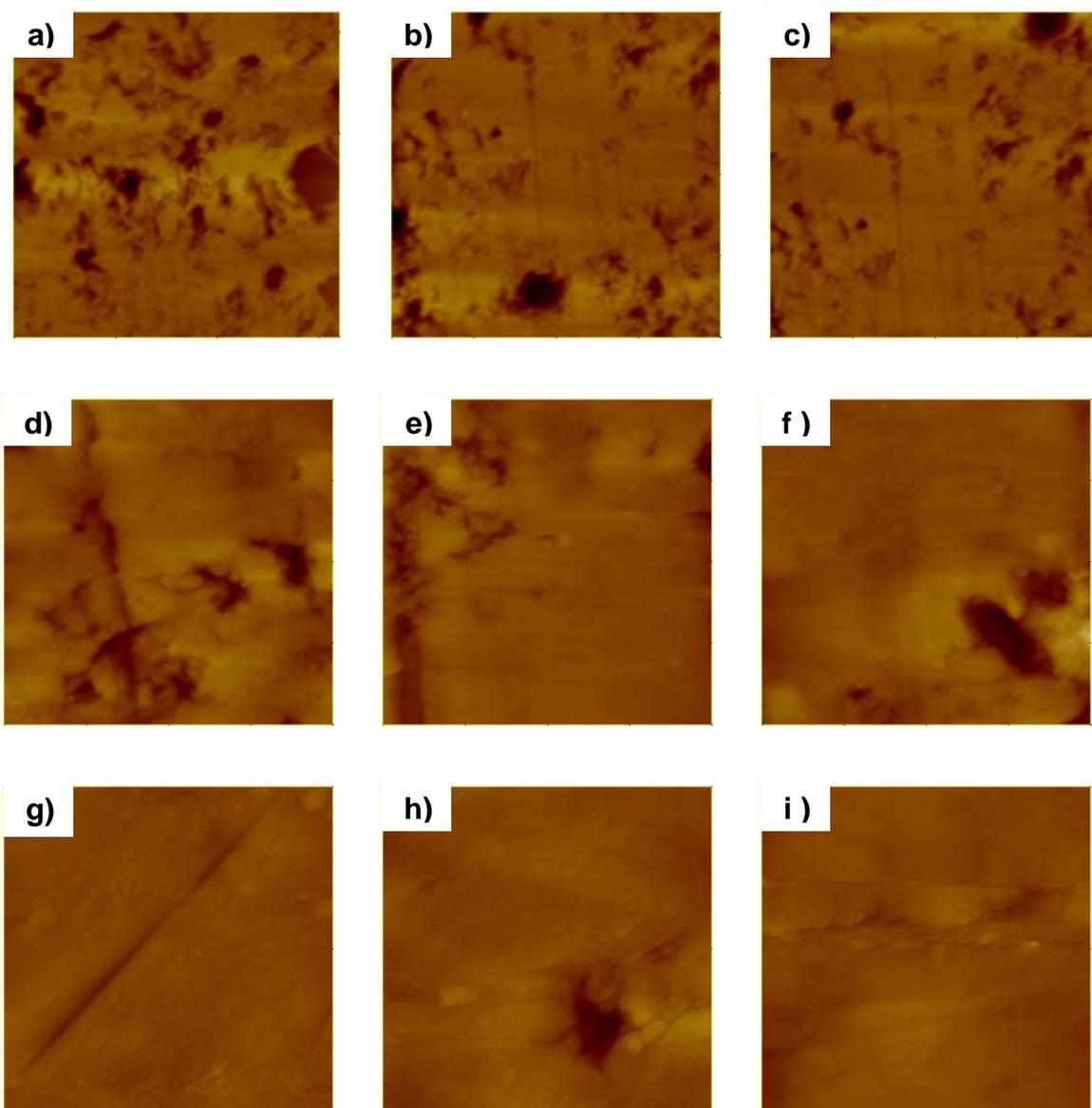


Figura A.6 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 1000. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

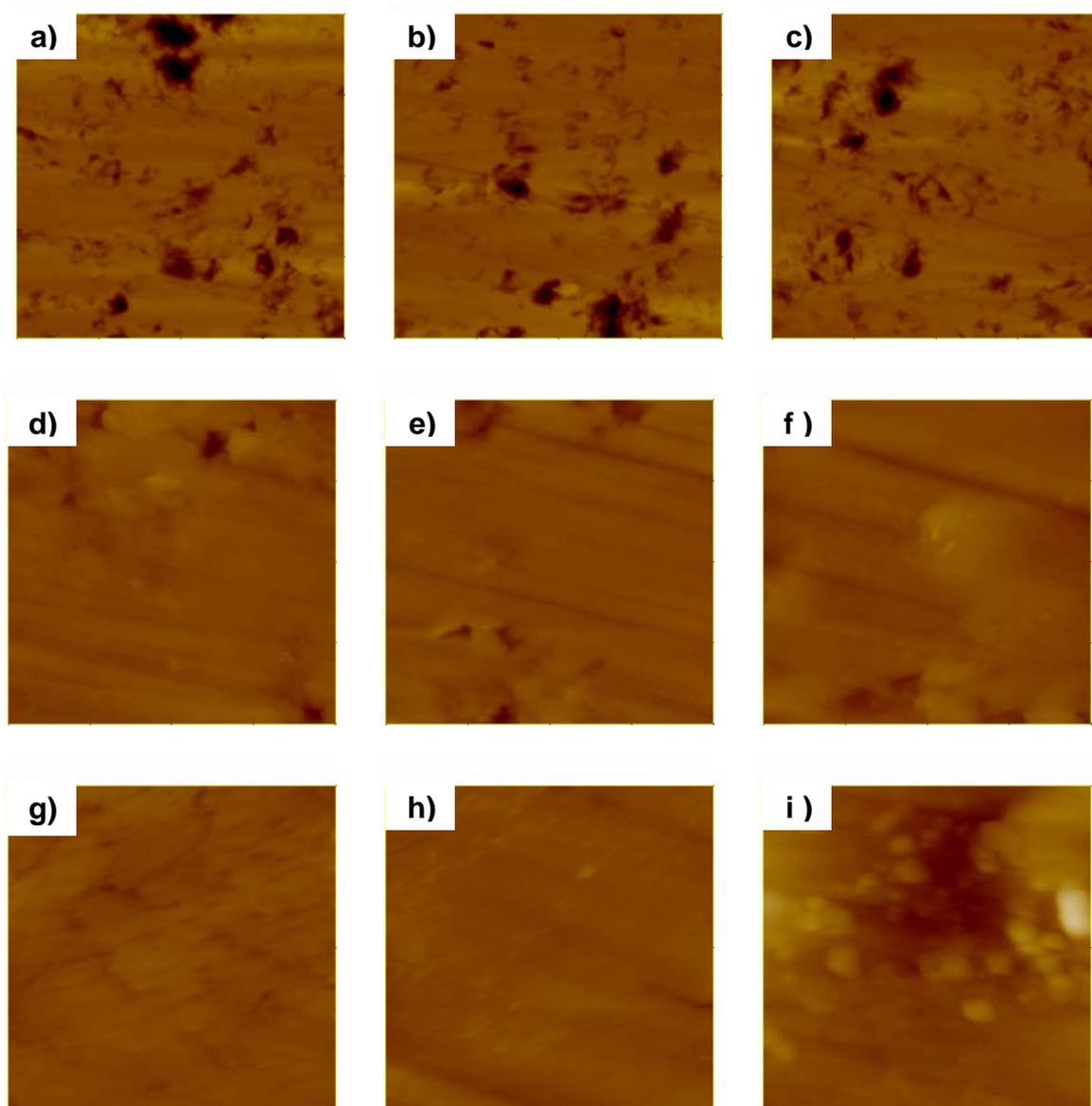


Figura A.7 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 1200. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

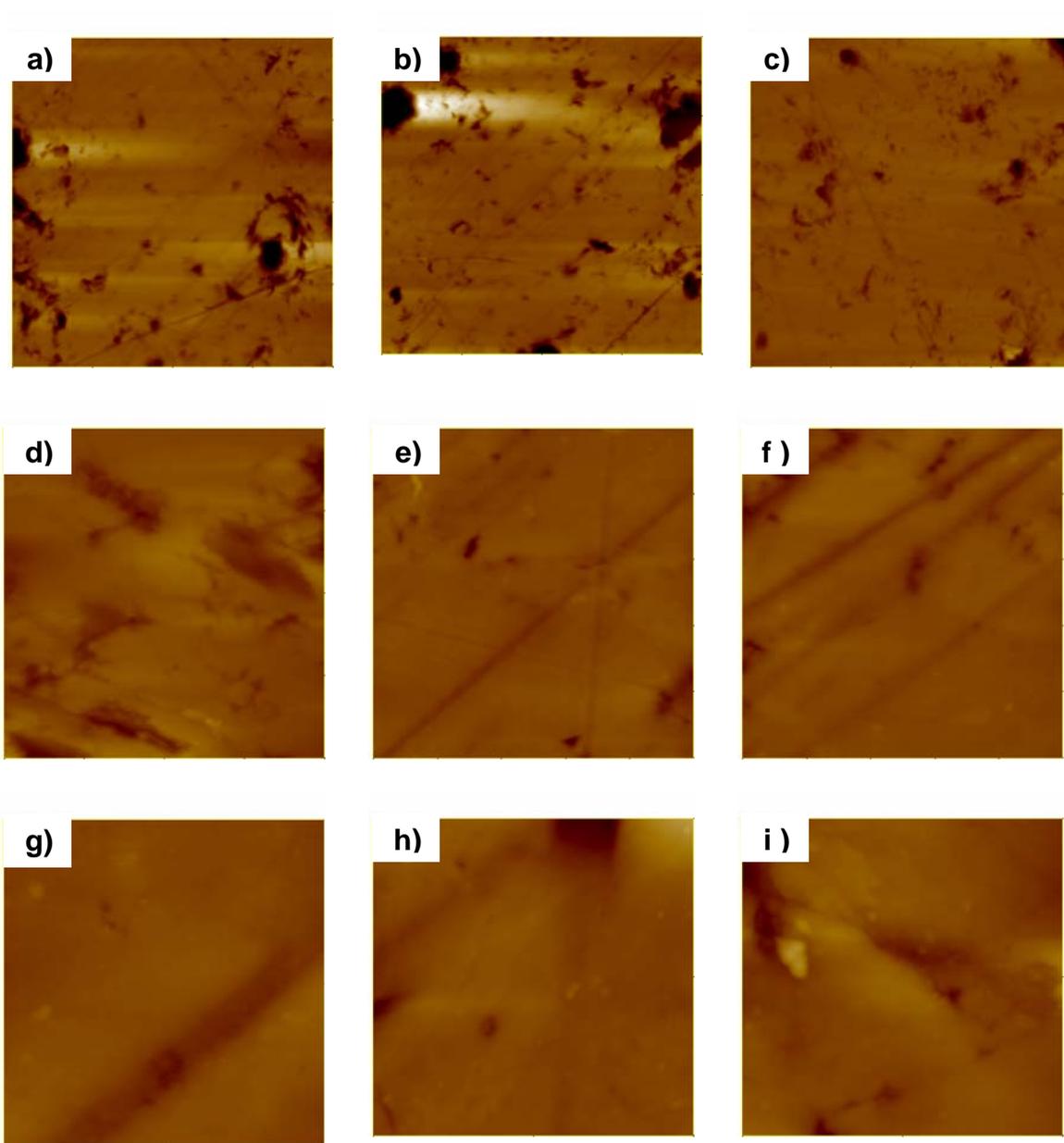


Figura A.8 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico polido com abrasivo de *grit* 1500. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

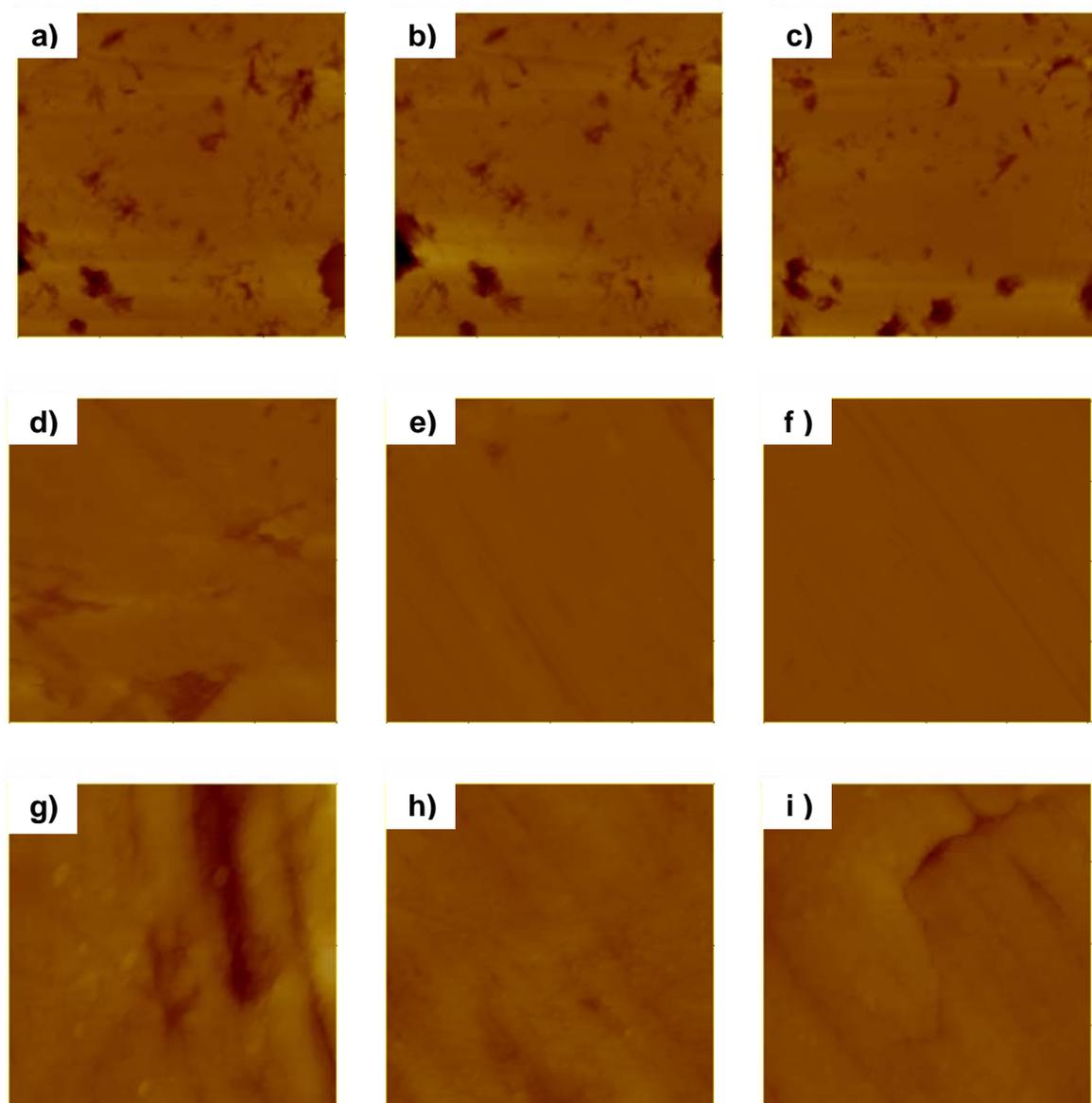


Figura A.9 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio POLIDO. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

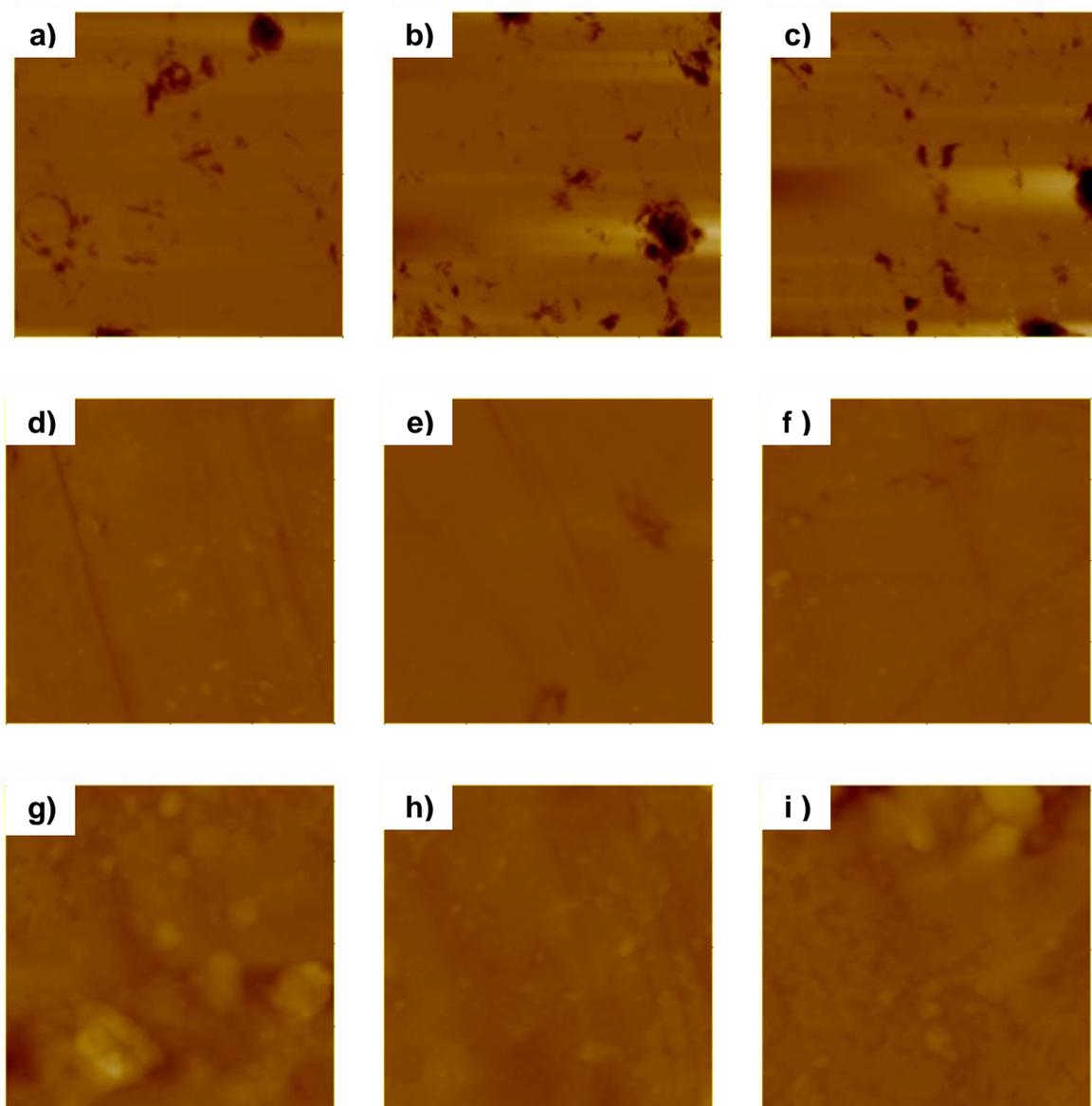


Figura A.10 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato técnico no estágio IMPERMEABILIZADO. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

As Figuras A.11 até A.20 apresentam as imagens de topografia bidimensional, obtidas através de microscopia de força atômica, das amostras de porcelanato esmaltado analisadas.

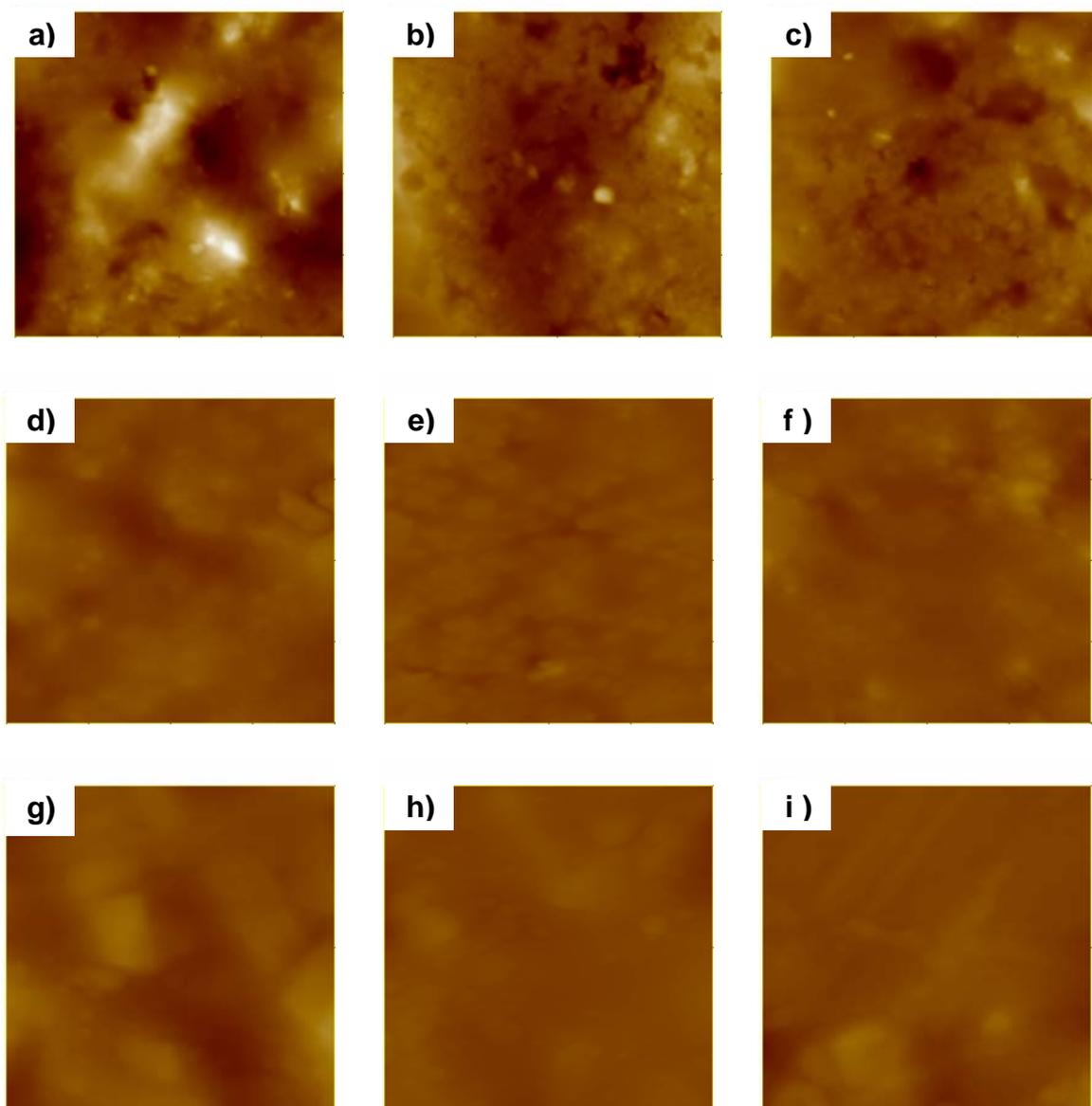


Figura A.11 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 600. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

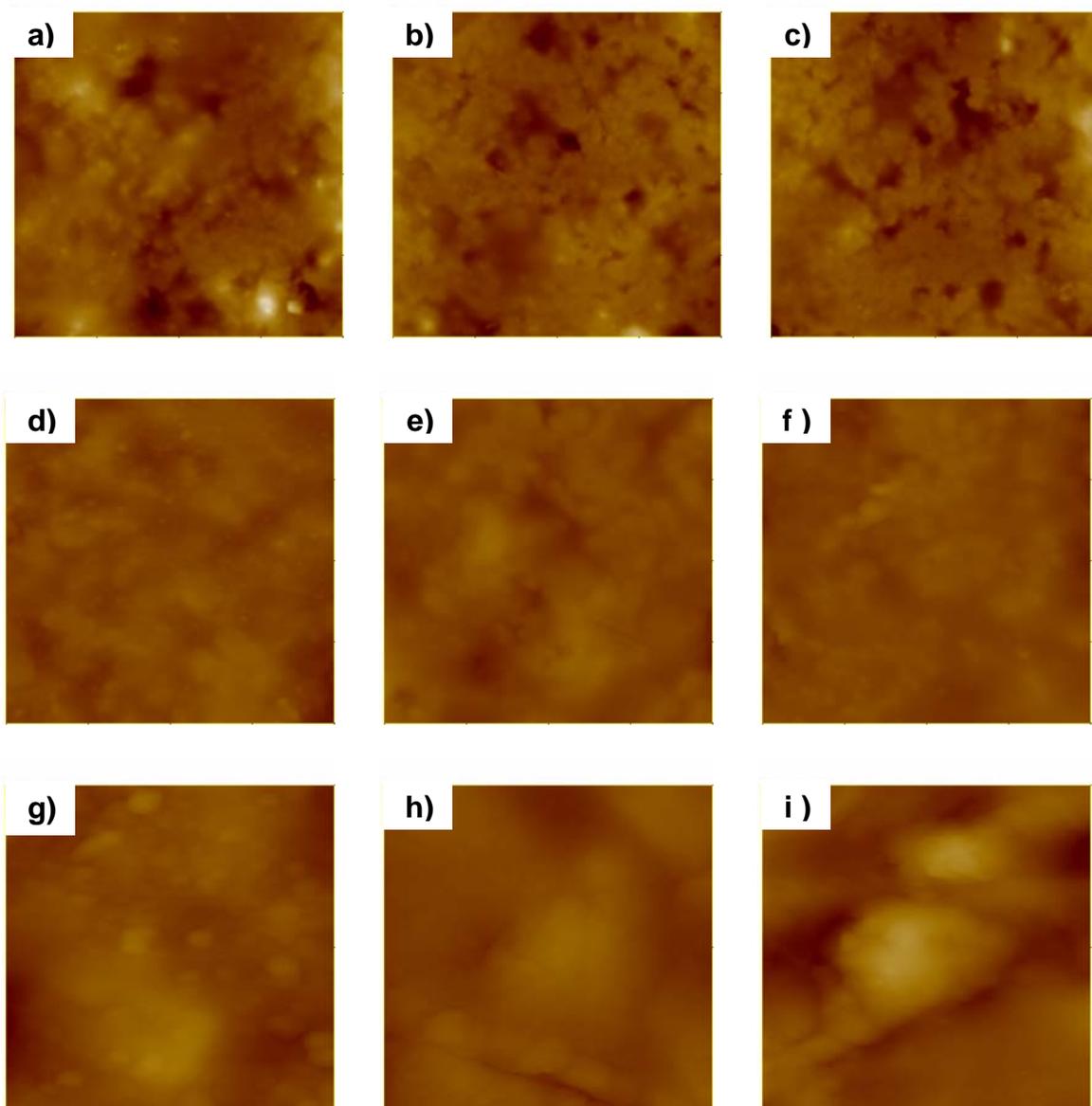


Figura A.12 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 800. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

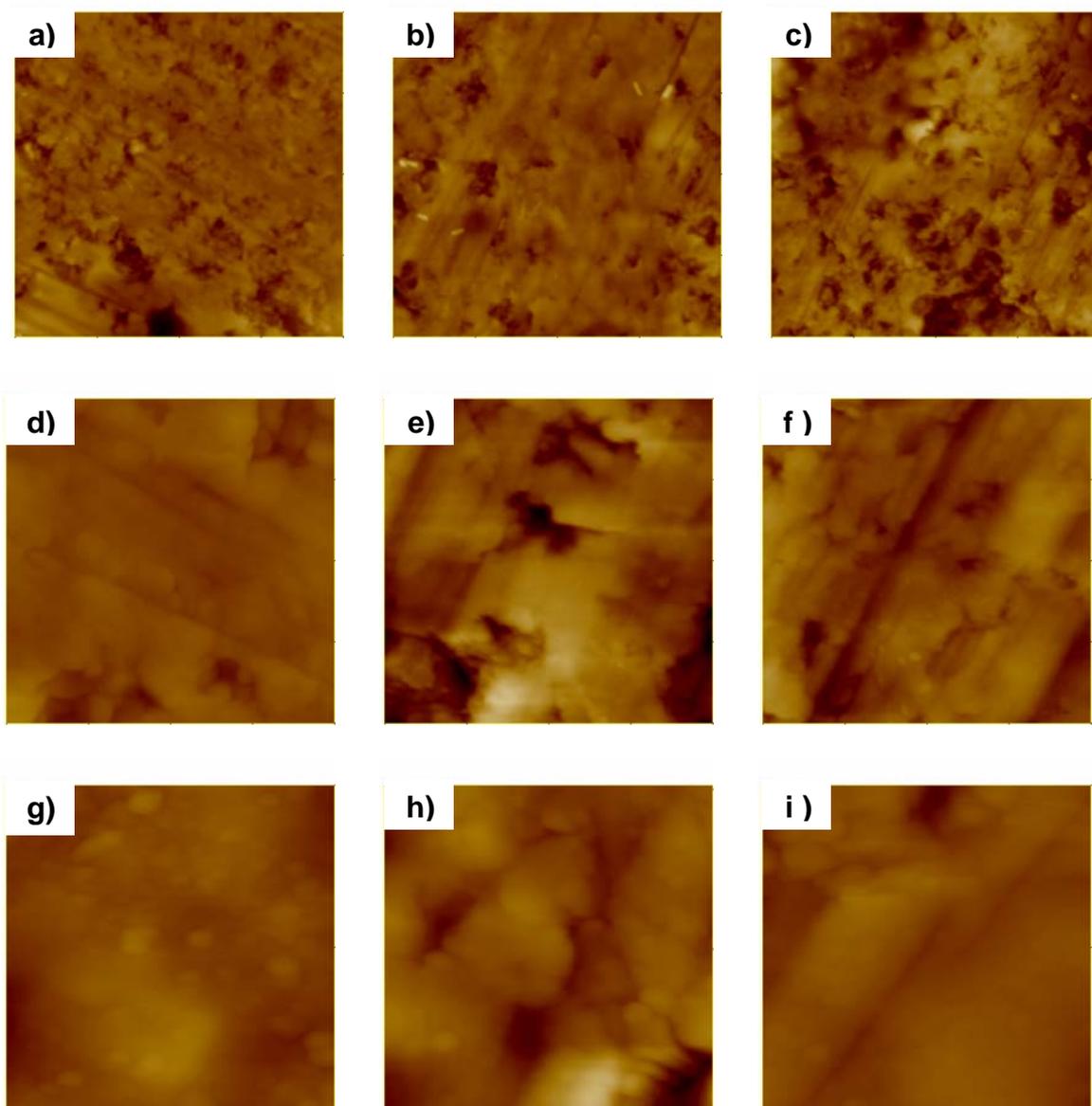


Figura A.13 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 1000. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

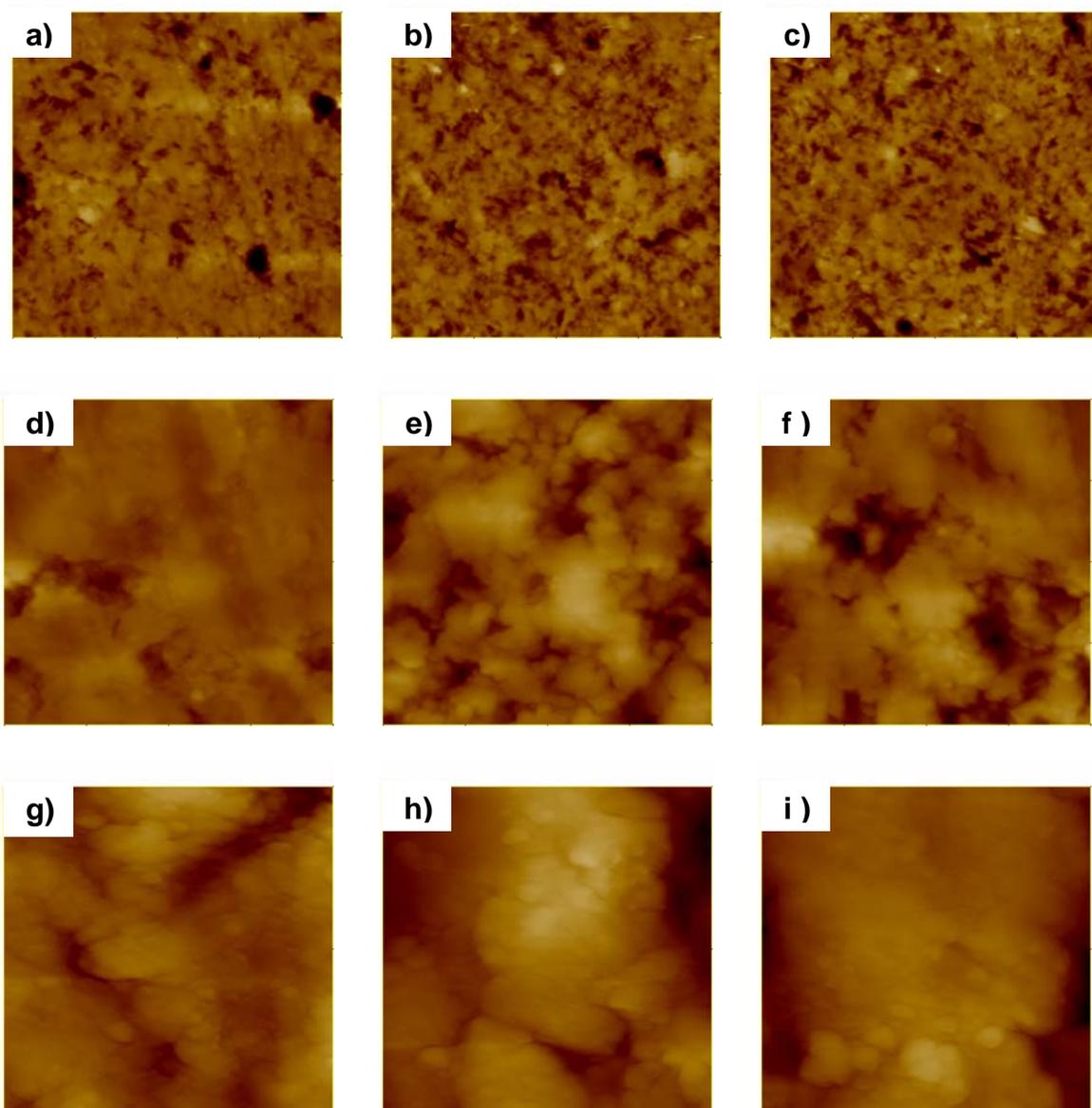


Figura A.14 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 1200. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

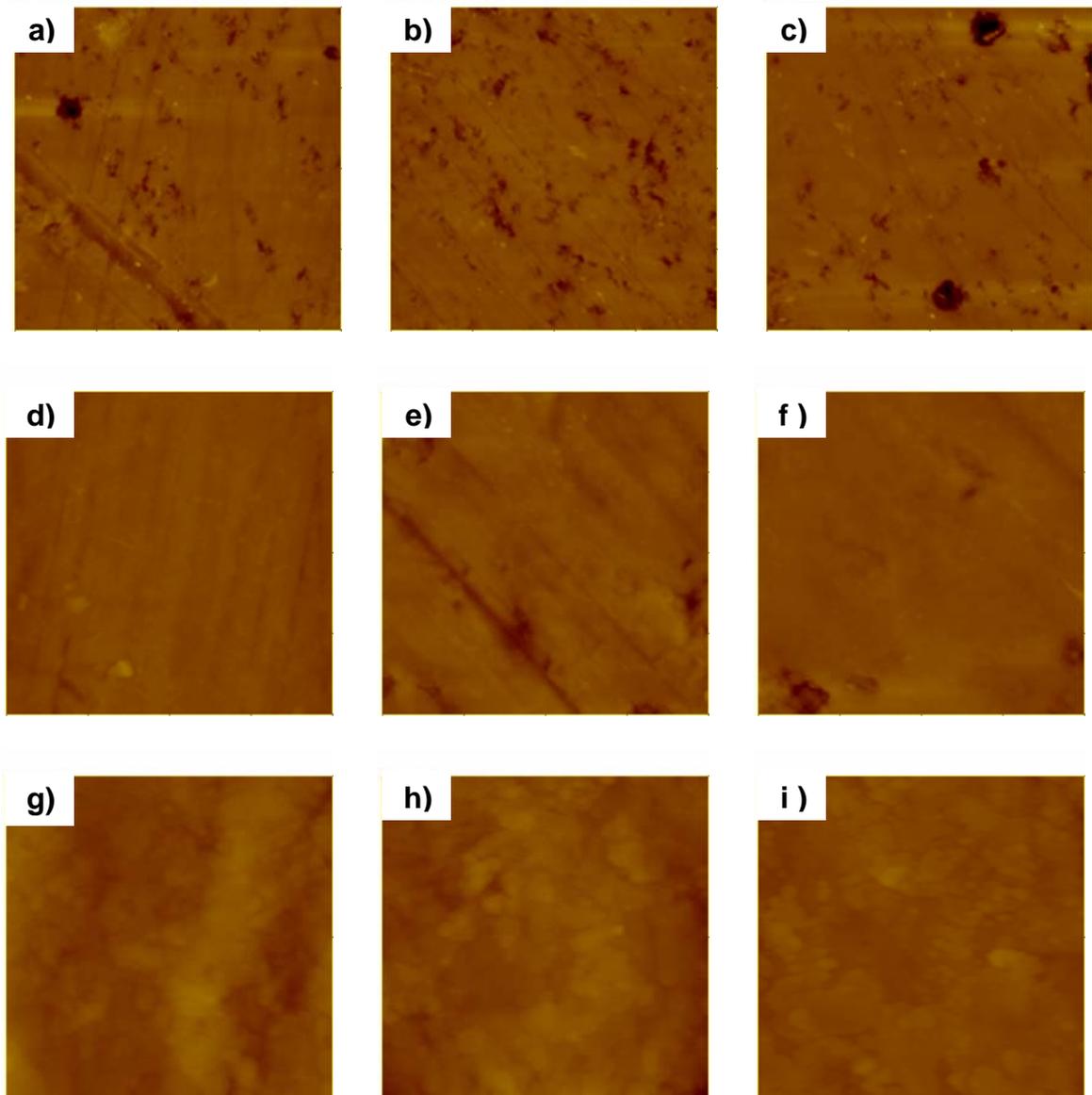


Figura A.15 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 1800. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

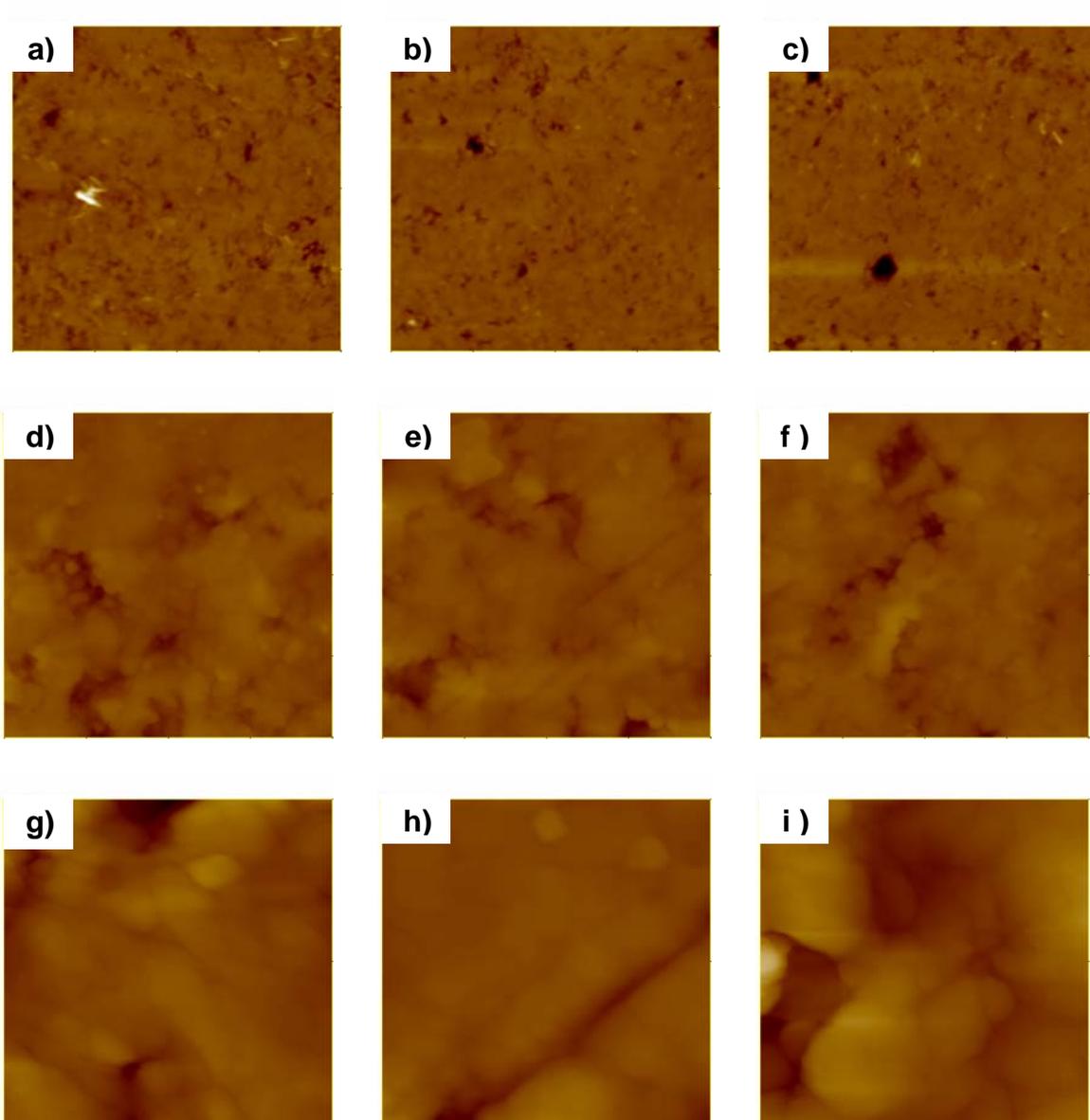


Figura A.16 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 2500. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

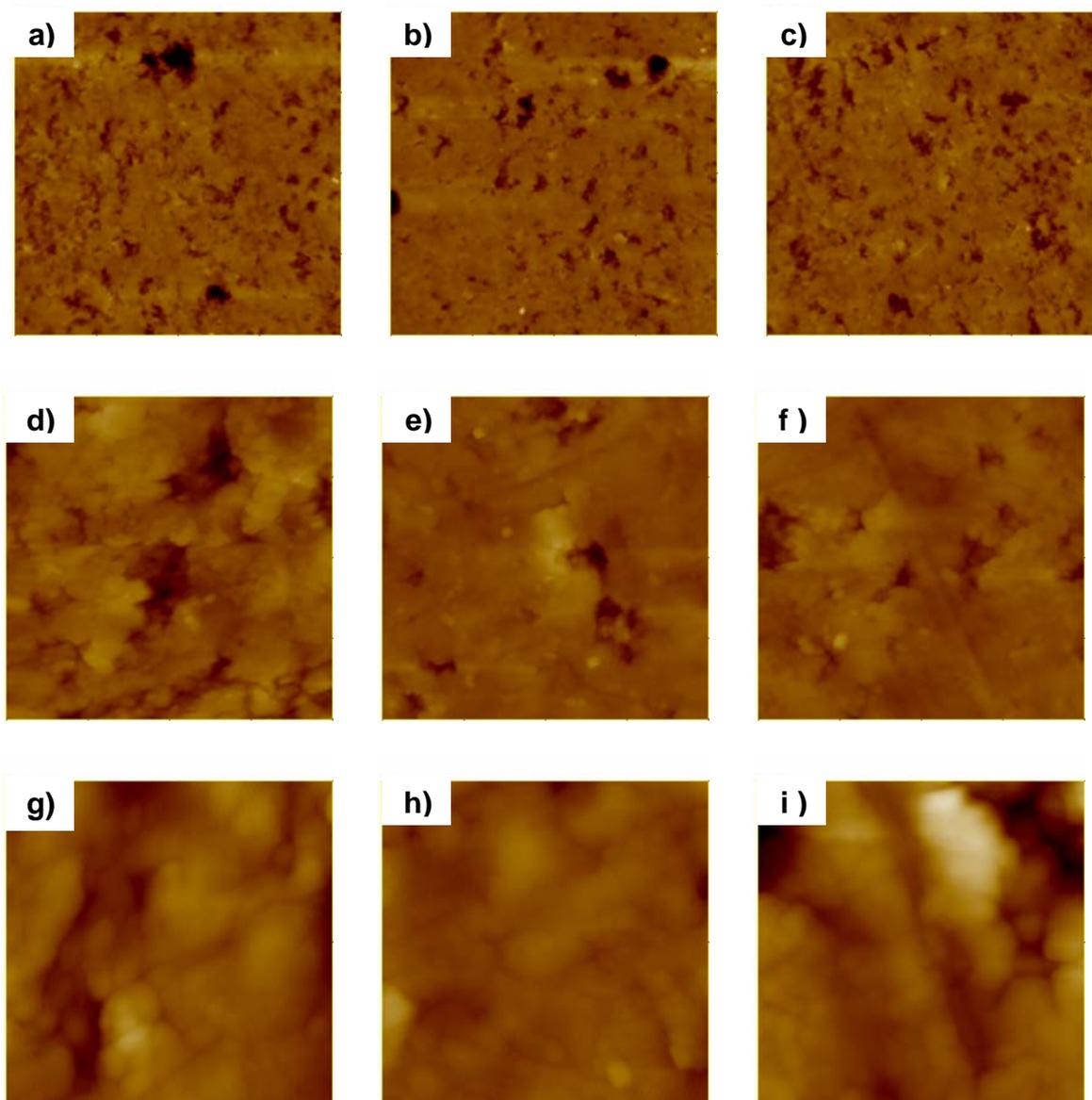


Figura A.17 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 3500. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

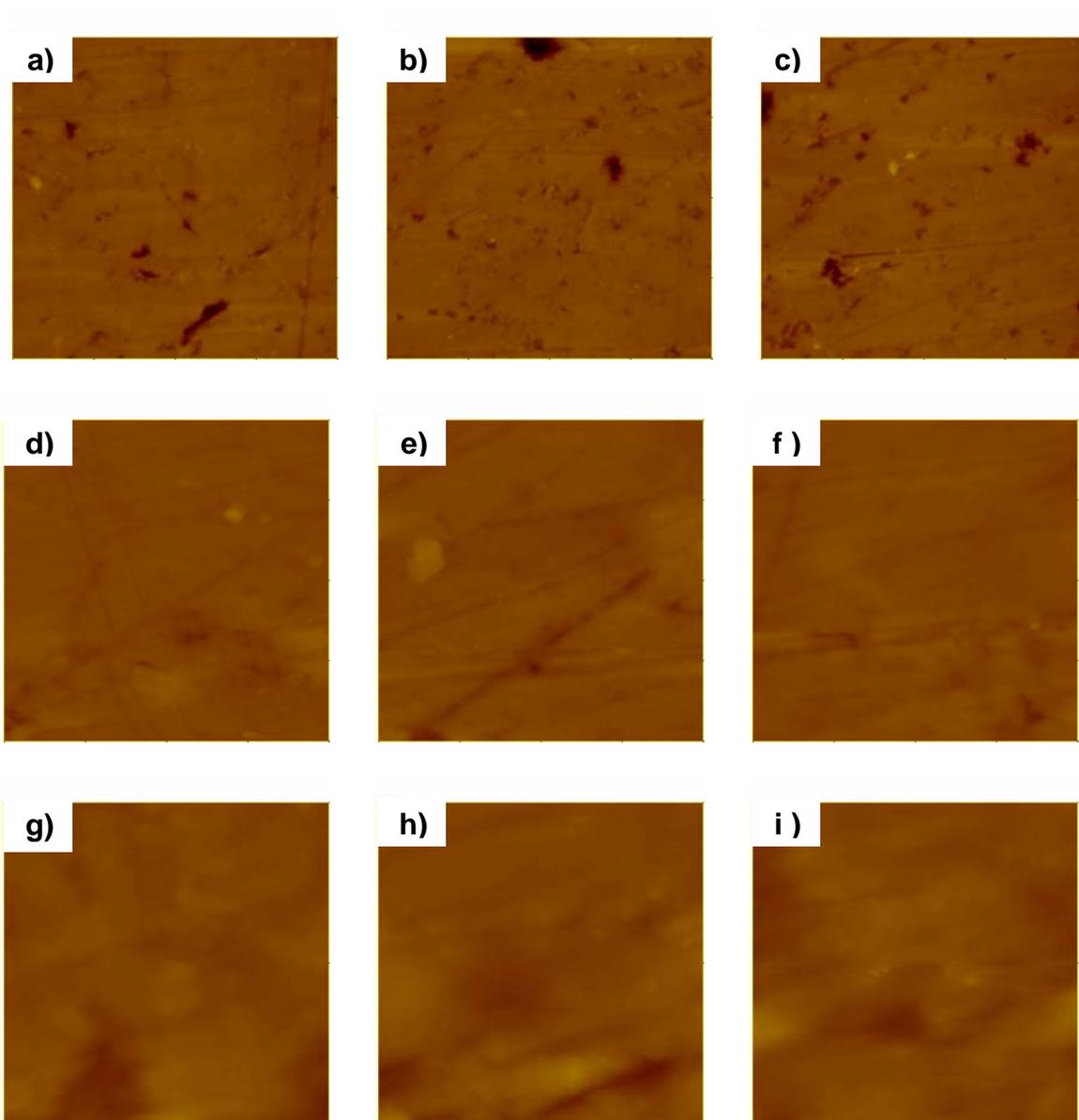


Figura A.18 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 5000. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

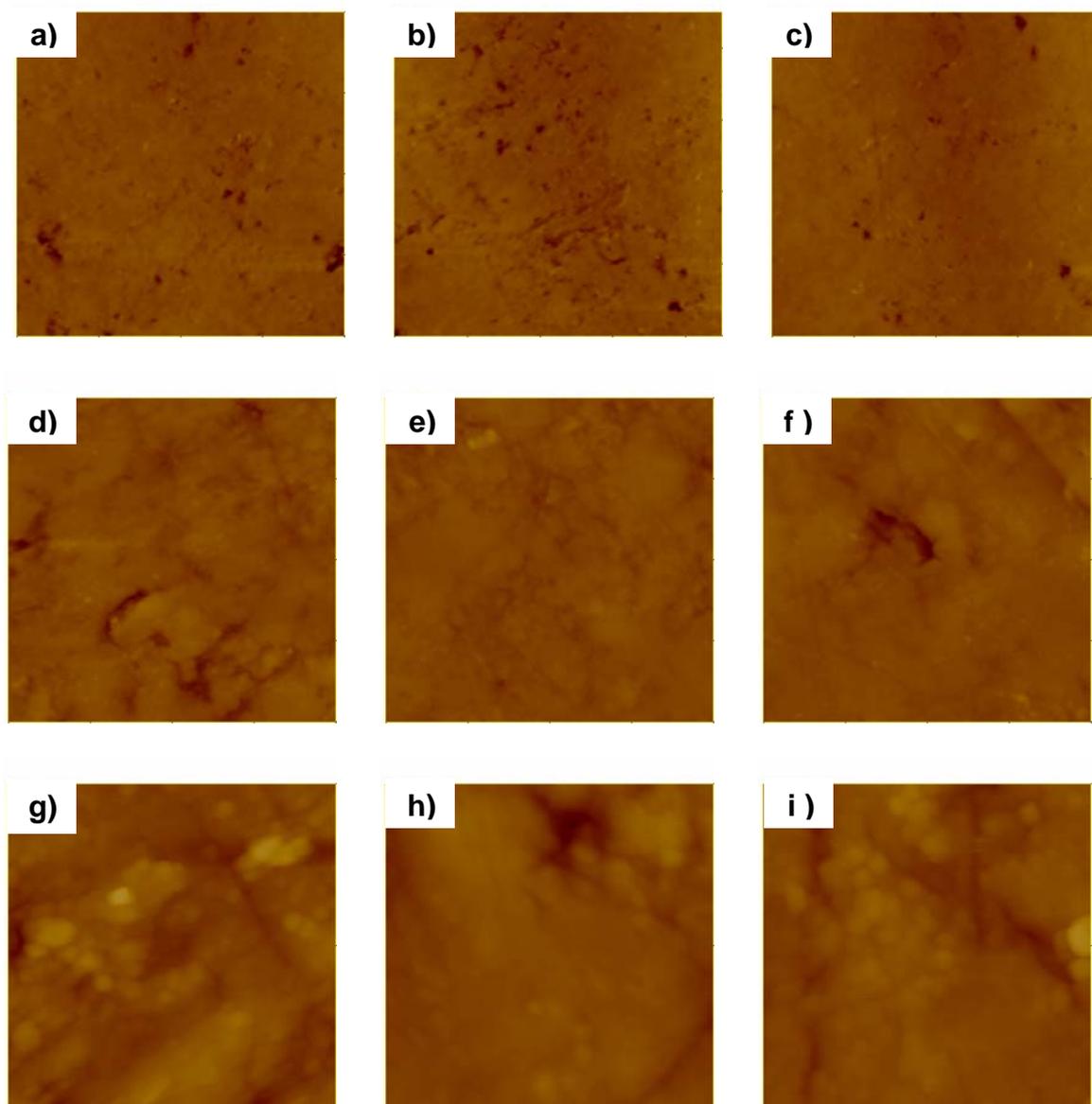


Figura A.19 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 6000. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

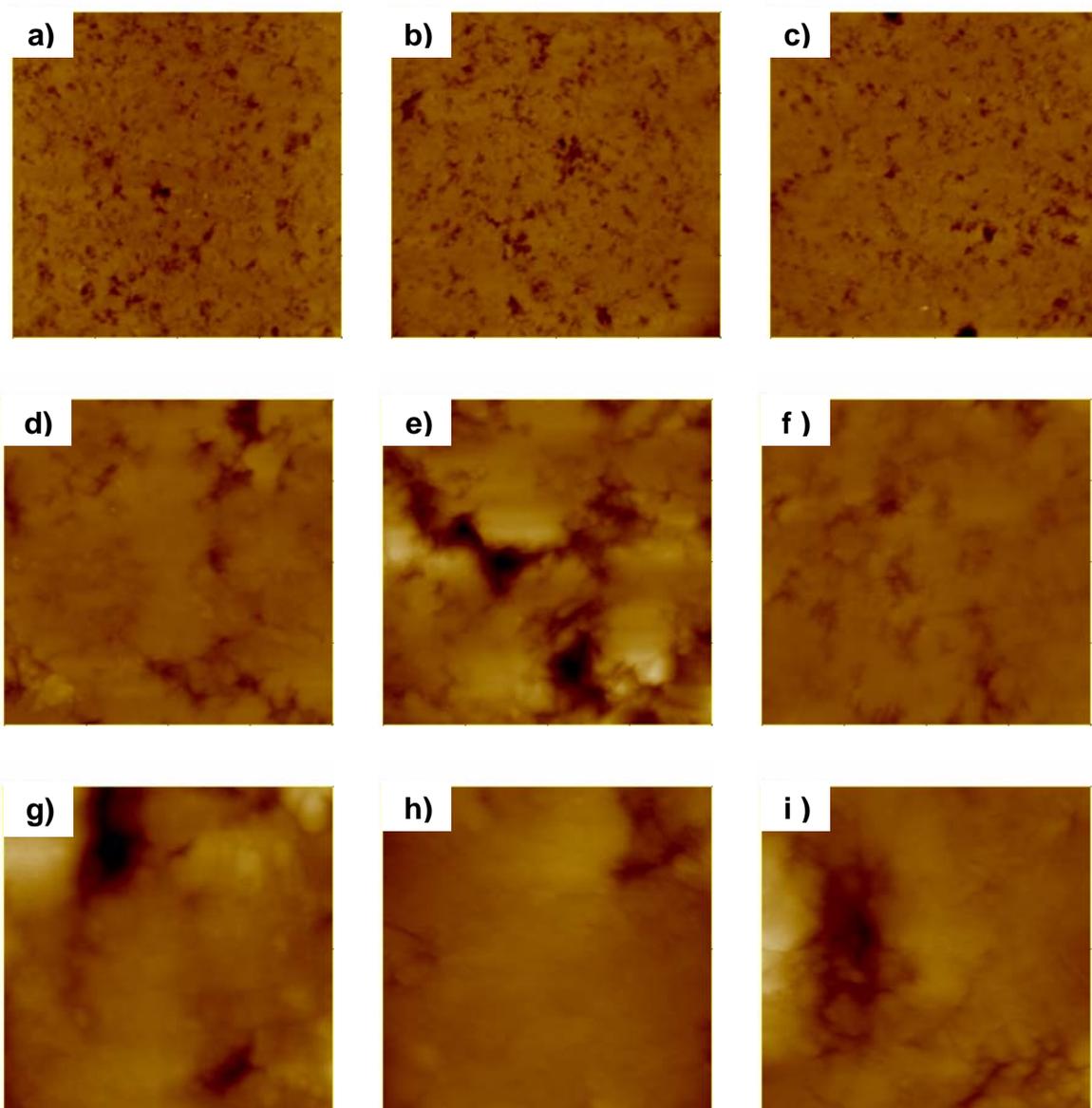


Figura A.20 Imagens de topografia bidimensional da amostra de porcelanato esmaltado polido com abrasivo de *grit* 8000. a, b, c) Área de varredura de  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ . d, e, f) Área de varredura de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ . g, h, i) Área de varredura de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ .

## APÊNDICE B

As Tabelas B.1 e B.2 apresentam os valores médios de rugosidade Ra e RMS medidos, com os respectivos valores de desvio padrão, na superfície das amostras de porcelanato técnico em todos os estágios de polimento pelo qual passa o produto.

Tabela B.1 Valores médios de Ra, RMS e desvio padrão dos estágios de polimento *grit* 80, *grit* 120, *grit* 180, *grit* 320 e *grit* 800 do porcelanato técnico.

<b>ESTÁGIO POLIMENTO</b>	<b>ÁREA VARREDURA</b>	<b>Ra médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>RMS médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<i>Grit</i> 80	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,650 $\pm$ 0,263	0,797 $\pm$ 0,269
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,088 $\pm$ 0,008	0,114 $\pm$ 0,021
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,019 $\pm$ 0,007	0,024 $\pm$ 0,009
<i>Grit</i> 120	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,486 $\pm$ 0,071	0,609 $\pm$ 0,079
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,089 $\pm$ 0,027	0,118 $\pm$ 0,045
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,020 $\pm$ 0,027	0,026 $\pm$ 0,013
<i>Grit</i> 180	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,495 $\pm$ 0,082	0,622 $\pm$ 0,086
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,071 $\pm$ 0,010	0,111 $\pm$ 0,011
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,017 $\pm$ 0,006	0,022 $\pm$ 0,007
<i>Grit</i> 320	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,393 $\pm$ 0,038	0,505 $\pm$ 0,045
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,080 $\pm$ 0,008	0,100 $\pm$ 0,012
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,019 $\pm$ 0,018	0,024 $\pm$ 0,021
<i>Grit</i> 800	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,341 $\pm$ 0,130	0,482 $\pm$ 0,152
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,060 $\pm$ 0,007	0,078 $\pm$ 0,012
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,014 $\pm$ 0,006	0,019 $\pm$ 0,007

Tabela B.2 Valores médios de Ra, RMS e desvio padrão dos estágios de polimento com abrasivo de *grit* 1000, *grit* 1200, *grit* 1500, POLIDO e IMPERMEABILIZADO do porcelanato técnico.

<b>ESTÁGIO POLIMENTO</b>	<b>ÁREA VARREDURA</b>	<b>Ra médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>RMS médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<i>Grit</i> 1000	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,192 $\pm$ 0,025	0,308 $\pm$ 0,020
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,033 $\pm$ 0,007	0,049 $\pm$ 0,009
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,004 $\pm$ 0,001	0,006 $\pm$ 0,002
<i>Grit</i> 1200	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,126 $\pm$ 0,019	0,229 $\pm$ 0,044
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,016 $\pm$ 0,003	0,023 $\pm$ 0,002
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,005 $\pm$ 0,004	0,006 $\pm$ 0,006
<i>Grit</i> 1500	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,088 $\pm$ 0,004	0,179 $\pm$ 0,020
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,025 $\pm$ 0,029	0,034 $\pm$ 0,038
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,004 $\pm$ 0,002	0,006 $\pm$ 0,002
POLIDO	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,084 $\pm$ 0,012	0,162 $\pm$ 0,039
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,011 $\pm$ 0,009	0,017 $\pm$ 0,014
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,004 $\pm$ 0,002	0,005 $\pm$ 0,004
IMPERMEABILIZADO	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,082 $\pm$ 0,003	0,185 $\pm$ 0,016
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,006 $\pm$ 0,002	0,010 $\pm$ 0,004
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,003 $\pm$ 0,001	0,005 $\pm$ 0,002

As Tabelas B.3 e B.4 apresentam os valores médios de rugosidade Ra e RMS medidos, com os respectivos valores de desvio padrão, na superfície das amostras de porcelanato esmaltado em todos os estágios de polimento pelo qual passa o produto.

Tabela B.3 Valores médios de Ra, RMS e desvio padrão dos estágios de polimento *grit* 600, *grit* 800, *grit* 1000, *grit* 1200 e *grit* 1800 do porcelanato esmaltado.

<b>ESTÁGIO POLIMENTO</b>	<b>ÁREA VARREDURA</b>	<b>Ra médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>RMS médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<i>Grit</i> 600	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,353 $\pm$ 0,116	0,455 $\pm$ 0,150
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,050 $\pm$ 0,012	0,065 $\pm$ 0,018
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,009 $\pm$ 0,007	0,011 $\pm$ 0,008
<i>Grit</i> 800	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,226 $\pm$ 0,029	0,296 $\pm$ 0,038
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,039 $\pm$ 0,004	0,051 $\pm$ 0,005
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,018 $\pm$ 0,006	0,024 $\pm$ 0,008
<i>Grit</i> 1000	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,151 $\pm$ 0,054	0,201 $\pm$ 0,057
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,063 $\pm$ 0,017	0,082 $\pm$ 0,023
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,014 $\pm$ 0,003	0,019 $\pm$ 0,004
<i>Grit</i> 1200	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,115 $\pm$ 0,008	0,161 $\pm$ 0,008
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,056 $\pm$ 0,021	0,074 $\pm$ 0,027
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,019 $\pm$ 0,008	0,025 $\pm$ 0,010
<i>Grit</i> 1800	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,038 $\pm$ 0,001	0,068 $\pm$ 0,015
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,014 $\pm$ 0,004	0,020 $\pm$ 0,006
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,004 $\pm$ 0,002	0,005 $\pm$ 0,002

Tabela B.4 Valores médios de Ra, RMS e desvio padrão dos estágios de polimento com abrasivo de *grit* 2500, *grit* 3500, *grit* 5000, *grit* 6000 e *grit* 8000 do porcelanato esmaltado.

<b>ESTÁGIO POLIMENTO</b>	<b>ÁREA VARREDURA</b>	<b>Ra médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>RMS médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<i>Grit</i> 2500	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,040 $\pm$ 0,004	0,071 $\pm$ 0,015
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,022 $\pm$ 0,000	0,030 $\pm$ 0,001
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,007 $\pm$ 0,003	0,010 $\pm$ 0,004
<i>Grit</i> 3500	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,070 $\pm$ 0,008	0,114 $\pm$ 0,016
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,035 $\pm$ 0,013	0,049 $\pm$ 0,016
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,011 $\pm$ 0,005	0,015 $\pm$ 0,008
<i>Grit</i> 5000	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,029 $\pm$ 0,003	0,054 $\pm$ 0,009
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,042 $\pm$ 0,058	0,013 $\pm$ 0,002
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,003 $\pm$ 0,000	0,004 $\pm$ 0,000
<i>Grit</i> 6000	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,039 $\pm$ 0,010	0,053 $\pm$ 0,009
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,015 $\pm$ 0,003	0,021 $\pm$ 0,004
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,005 $\pm$ 0,001	0,007 $\pm$ 0,001
<i>Grit</i> 8000	$80 \times 80 \mu\text{m}^2$	0,055 $\pm$ 0,005	0,083 $\pm$ 0,004
	$10 \times 10 \mu\text{m}^2$	0,039 $\pm$ 0,026	0,055 $\pm$ 0,037
	$2 \times 2 \mu\text{m}^2$	0,010 $\pm$ 0,002	0,015 $\pm$ 0,005

## ANEXO A

A norma NBR 15463:2007 de porcelanatos define as propriedades geométricas, visuais, físicas e químicas dos porcelanatos técnicos e esmaltados. As Tabelas A.1, A.2 e A.3 apresentam estas propriedades.

Tabela A.1 Propriedades técnicas e visuais dos porcelanatos técnico e esmaltado.

Propriedades geométricas e visuais do porcelanato técnico e esmaltado (T = técnico, E = esmaltado, R = retificado, NR = não retificado, P = polido, N = natural)											
Propriedades Geométricas e Visuais	Unidades	Área do produto em cm <sup>2</sup>									
		Área do produto ≤ 50 cm <sup>2</sup>		50 cm <sup>2</sup> < Área do produto ≤ 2500 cm <sup>2</sup>				Área do produto > 2500 cm <sup>2</sup>			
		T	E	T		E		T		E	
				R	NR	R	NR	R	NR	R	NR
P/N	N					P/N	N				
Desvio de r <sup>1)</sup> em relação a W	%	Não se aplica		± 0,6	± 0,6	± 0,6	± 0,6	± 0,6	± 0,6	± 0,6	
Desvio de r <sup>1)</sup> em relação a R <sup>2)</sup>		± 0,75	± 0,1	± 0,2	± 0,1	± 0,2	± 0,1	± 0,2	± 0,1	± 0,2	
Espessura <sup>3)</sup> : Desvio de e em relação a e <sub>w</sub>		Não se aplica	± 5	± 5	± 5	± 5	± 5	± 5	± 5	± 5	
Retitude dos lados <sup>4)</sup>		Não se aplica	± 0,1	± 0,2	± 0,1	± 0,2	± 0,1	± 0,2	± 0,1	± 0,2	
Ortogonalidade <sup>4)</sup>		± 1,0	± 0,2	± 0,4	± 0,2	± 0,4	± 0,2	± 0,4	± 0,2	± 0,4	
Curvatura central		Não se aplica	-0,15 / +0,2	-0,2 / +0,3	-0,2 / +0,3	-0,2 / +0,3	-0,08 / +0,1	-0,08 / +0,1	± 0,12	± 0,12	
Curvatura lateral		Não se aplica	-0,15 / +0,2	-0,2 / +0,3	-0,2 / +0,3	-0,2 / +0,3	-0,08 / +0,1	-0,08 / +0,1	± 0,12	± 0,12	
Empeno		Não se aplica	± 0,2	-0,2 / +0,3	-0,2 / +0,3	-0,2 / +0,3	-0,08 / +0,1	-0,08 / +0,1	± 0,12	± 0,12	
Aspecto superficial <sup>5)</sup>		≥ 95 %									

1 Média dos dois lados (formatos retangulares) ou quatro lados (formatos quadrados).  
2 Média de 20 lados (formatos retangulares) ou 40 lados (formatos quadrados).  
3 O fabricante deve declarar a espessura de fabricação e<sub>w</sub>.  
4 Não aplicável em peças que tenham curvas.  
5 Pintas coloridas para fins decorativos não são consideradas como defeito. A diferença de tonalidade é avaliada segundo o anexo R da ABNT NBR 15818:1997 e acordada entre as partes. Devido às queimas, pequenas variações com relação à cor padrão são inevitáveis. Existem variações de cor que intencionais, dentro de uma peça ou de uma peça para outra. São características de produto e desejáveis.  
NOTA Para placas cerâmicas para revestimentos com área menor ou igual a 50 cm<sup>2</sup>, realizar ensaio apenas de desvio de r em relação a R e ortogonalidade. Os demais requisitos não são aplicáveis a este tipo de placa cerâmica para revestimento.

Tabela A.2 Propriedades físicas dos porcelanatos técnico e esmaltado.

Propriedades físicas		Unidades	Área do produto $\leq 50 \text{ cm}^2$		Área do produto $> 50 \text{ cm}^2$	
			Técnico	Esmaltado	Técnico	Esmaltado
Absorção de água	Média	%	$\leq 0,1$	$\leq 0,5$	$\leq 0,1$	$\leq 0,5$
	Individual (máx)	%	0,2	0,6	0,2	0,6
Módulo de resistência à flexão <sup>1)</sup>	Média	MPa	$\geq 45$		$\geq 45$	$\geq 37$
	Individual (mín)	MPa	42		42	35
Carga de ruptura	$g < 7,5 \text{ mm}$	N	$\geq 1000$		$\geq 900$	$\geq 900$
	$g > 7,5 \text{ mm}$	N	Não se aplica		$\geq 1800$	$\geq 1500$
Resistência à abrasão profunda (não esmaltados)		$\text{mm}^3$	$\leq 140$	Não se aplica	$\leq 140$	Não se aplica
Dilatação térmica linear <sup>1)</sup>			Por acordo		Por acordo	Por acordo
Resistência ao choque térmico <sup>1)</sup>			Por acordo		Por acordo	Por acordo
Resistência ao gretamento <sup>2)</sup>			Não se aplica	Não gretar	Não se aplica	Não gretar
Coeficiente de atrito			A declarar		A declarar	A declarar
Resistência à abrasão superficial <sup>1,3)</sup>			Não se aplica	Por acordo	Não se aplica	Por acordo
Resistência ao congelamento <sup>1)</sup>			Por acordo		Por acordo	Por acordo
Resistência ao impacto <sup>1)</sup>			Por acordo		Por acordo	Por acordo
NOTAS						
1 Os valores em função de aplicações específicas podem ser verificados pelos métodos de ensaios disponíveis e os limites acordados entre as partes.						
2 Certos efeitos decorativos podem apresentar efeito craquelê proposital; nestes casos devem ser identificados como gretamento pelo fabricante e o ensaio não será aplicável.						
3 A classe de abrasão, conforme o anexo D da ABNT NBR 13818:1997, deve ser acordada entre as partes.						

Tabela A.3 Propriedades químicas dos porcelanatos técnico e esmaltado.

Propriedades químicas	Técnico ou esmaltado
Resistência ao manchamento	$\geq$ classe 3
Cádmio e chumbo solúveis <sup>1)</sup>	Por acordo
Resistência aos agentes químicos	Técnico ou esmaltado
Usos domésticos e para tratamento em piscinas	A declarar
Ácidos e Alcalis de baixa concentração	A declarar
Ácidos e Alcalis de alta concentração	Por acordo
NOTA Os valores em função de aplicações específicas podem ser verificados pelos métodos de ensaios disponíveis e os limites acordados entre as partes.	