



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21d/2023/09.22.10.11-TDI

**ESTUDO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS DE
ALUMINA COM CARBETO DE SILÍCIO E ZIRCÔNIA
PARA APLICAÇÃO ESPACIAL VIA MANUFATURA
ADITIVA**

Arthur Ferreira Martins

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Sayuri Okamoto, Isaias de Oliveira, e Sergio Luiz Mineiro, aprovada em 13 de setembro de 2023.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/49S7A5P>>

INPE
São José dos Campos
2023

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE
Coordenação de Ensino, Pesquisa e Extensão (COEPE)
Divisão de Biblioteca (DIBIB)
CEP 12.227-010
São José dos Campos - SP - Brasil
Tel.:(012) 3208-6923/7348
E-mail: pubtc@inpe.br

CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELLECTUAL DO INPE - CEPPII (PORTARIA Nº 176/2018/SEI-INPE):

Presidente:

Dra. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Coordenação-Geral de Ciências da Terra (CGCT)

Membros:

Dra. Ieda Del Arco Sanches - Conselho de Pós-Graduação (CPG)
Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação-Geral de Engenharia, Tecnologia e Ciência Espaciais (CGCE)
Dr. Rafael Duarte Coelho dos Santos - Coordenação-Geral de Infraestrutura e Pesquisas Aplicadas (CGIP)
Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

BIBLIOTECA DIGITAL:

Dr. Gerald Jean Francis Banon
Clayton Martins Pereira - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Ivone Martins - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21d/2023/09.22.10.11-TDI

**ESTUDO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS DE
ALUMINA COM CARBETO DE SILÍCIO E ZIRCÔNIA
PARA APLICAÇÃO ESPACIAL VIA MANUFATURA
ADITIVA**

Arthur Ferreira Martins

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Sayuri Okamoto, Isaias de Oliveira, e Sergio Luiz Mineiro, aprovada em 13 de setembro de 2023.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/49S7A5P>>

INPE
São José dos Campos
2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Martins, Arthur Ferreira.

M366e Estudo de compósitos cerâmicos de alumina com Carbetto de Silício e Zircônia para aplicação espacial via manufatura aditiva / Arthur Ferreira Martins. – São José dos Campos : INPE, 2023.

xxvi + 110 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21d/2023/09.22.10.11-TDI)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2023.

Orientadores : Drs. Sayuri Okamoto, Isaias de Oliveira, e Sergio Luiz Mineiro.

1. Robocasting. 2. Manufatura aditiva. 3. Alumina. 4. Sinterização. 5. Resistência à flexão. I.Título.

CDU 666.3:666.762.11



Esta obra foi licenciada sob uma Licença [Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).



MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÃO



INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

DEFESA FINAL DE DISSERTAÇÃO DE ARTHUR FERREIRA MARTINS REG. 669708/2020, BANCA Nº 252/2023

No dia 13 de setembro de 2023, às 09h30, de modo online, o(a) aluno(a) mencionado(a) acima defendeu seu trabalho final (apresentação oral seguida de arguição) perante uma Banca Examinadora, cujos membros estão listados abaixo. O(A) aluno(a) foi APROVADO(A) pela Banca Examinadora, por unanimidade, em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, com a exigência de que o trabalho final a ser publicado deverá incorporar as correções sugeridas pela Banca Examinadora, com revisão pelo(s) orientador(es).

Novo Título: Estudo de compósitos cerâmicos de alumina com Carbetto de Silício e Zircônia para aplicação espacial via manufatura aditiva

Membros da banca:

Dra. Sayuri Okamoto – Presidente e Orientadora – INPE

Dr. Isaias de Oliveira – Orientador – INPE

Dr. Sergio Luiz Mineiro – Orientador – INPE

Dra. Silvelene Alessandra Silva Dyer – Membro Interno – INPE

Dr. João Marcos Kruszynski de Assis – Membro Externo – DCTA/IAE/AMR



Documento assinado eletronicamente por **Silvelene Alessandra Silva Dyer (E), Usuário Externo**, em 20/09/2023, às 11:21 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Sayuri Okamoto, Tecnologista**, em 21/09/2023, às 06:55 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Sergio Luiz Mineiro, Pesquisador(a) em Ciência e Tecnologia**, em 22/09/2023, às 14:36 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Isaias de Oliveira, Tecnologista**, em 26/09/2023, às 08:50 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **JOAO MARCOS KRUSZYNSKI DE ASSIS (E), Usuário Externo**, em 28/09/2023, às 11:06 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.mcti.gov.br/verifica.html>, informando o código verificador **11379728** e o código CRC **624C7B99**.

Referência: Processo nº 01340.007606/2023-82

SEI nº 11379728

*“Se astronomia é a profissão mais bonita porque estuda as estrelas,
engenharia aeroespacial é a mais linda porque faz o homem chegar
mais perto delas”.*

ANTÔNIO FÉLIX

*A minha namorada,
a minha falecida mãe.*

AGRADECIMENTOS

Aos meus orientadores Dra. Sayuri Okamoto , Dr. Sergio Luiz Mineiro e Dr. Isaias de Oliveira pela orientação deste trabalho e pelo apoio e paciência nos momentos difíceis enfrentados durante a minha jornada na pós-graduação.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001'.

À Silvelene Silva pela ajuda na realização do ensaio de picnometria.

À aluna da pós-graduação Carolina Gomes, pela ajuda nos diversos testes e companhia durante os dias de realização de ensaios e impressão de peças.

Ao aluno da pós-graduação Mateus Gomes Vernilli, pela ajuda na realização de todos os testes realizados na USP/Lorena. Também pela ajuda com dicas para o uso da impressora 3D e conversas durante os dias de permanência na pós-graduação.

À aluna da pós-graduação Camila Porto Mendes, pela ajuda no uso do laboratório de cerâmicas e pela companhia nos dias de permanência na pós-graduação.

À Renata pela realização do ensaio de microscopia de varredura eletrônica.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP) pela realização do ensaio de DRX e ajuda na elaboração da massa cerâmica.

À toda pós-graduação do INPE pela infraestrutura usada para realização deste trabalho.

Ao Douglas Henrique da Silva Costa da Divisão de Integração e Ensaios (AIE) do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) pela realização do ensaio de flexão.

À minha família pela compreensão, carinho e principalmente apoio durante todos os dias longe de casa.

RESUMO

Neste estudo, foi empregado a técnica de *Robocasting* para imprimir amostras destinadas à caracterização de propriedades físicas e mecânicas. Os ensaios conduzidos abordaram resistência à flexão, difratometria, microscopia, picnometria, densidade via método de Arquimedes, área superficial e retração linear. Três composições distintas foram preparadas: alumina pura; alumina com adição de 4% de carbetto de silício e 7,5% de zircônia; e alumina com 10% de zircônia. As formulações atingiram, 70-74% de material cerâmico em pó, 26-22% de água, 3,5% de PEG e 0,5% de CMC. Foi identificado que a velocidade de impressão exerce influência direta sobre a precisão dimensional. Ajustes no fluxo e altura de camada são críticos para a correta dimensão da amostra. Observou-se que a impressora possui um erro intrínseco, impedindo a reprodução exata das dimensões entre múltiplas peças. Bicos de impressão menores tendem a entupir e operar em baixa velocidade, mas proporcionam maior precisão. As amostras foram submetidas à sinterização em 1600 °C durante 180 minutos, com fases intermediárias para volatização dos aditivos PEG e CMC. As densidades relativas das amostras situaram-se entre 60 e 70%. As microestruturas apresentaram porosidade residual e uniforme confirmada pela análise de microscopia eletrônica. A adsorção de N_2 indicou a ausência de micro ou mesoporos. Notavelmente, em amostras contendo carbetto de silício, houve a aparição de uma nova fase, denominada mulita ($Al_6Si_2O_{13}$) devido à sinterização em ambiente não controlado. Os resultados de resistência à flexão apresentaram valores baixos em consequência da baixa densidade das cerâmicas, variando entre 20 MPa e 67 MPa, com uma significativa melhora quando modificado o preparo das massas cerâmicas pesquisadas.

Palavras-chave: Robocasting. Manufatura Aditiva. Alumina. Sinterização. Resistência à Flexão.

A STUDY OF CERAMIC COMPOSITES OF ALUMINA WITH SILICON CARBIDE AND ZIRCONIA FOR SPACE APPLICATION BY ADDITIVE MANUFACTURING

ABSTRACT

In this study, the technique of Robocasting was employed to print parts intended for the characterization of physical and mechanical properties. The tests conducted addressed flexural strength, dilatometry, microscopy, pycnometry, density via the Archimedes method, surface area, and linear retraction. Three distinct compositions were prepared: pure alumina; alumina with the addition of 4% silicon carbide and 7.5% zirconia; and alumina with 10% zirconia. The formulations reached 70-74% powdered ceramic material, 26-22% water, 3.5% PEG and 0.5% CMC. It has been identified that printing speed has a direct influence on dimensional accuracy. Adjustments in the flow and layer height are critical for the correct sample size. It was noted that the printer has an intrinsic error, preventing the exact reproduction of dimensions between multiple pieces. Smaller print nozzles tend to clog and operate at low speeds, but they provide greater accuracy. The parts were sintered at 1600 °C for 180 minutes, with intermediate phases for volatilization of PEG and CMC additives. The relative densities of the samples were between 60 and 70%. Microscopic analysis confirmed that the microstructures had residual and uniform porosity. N_2 adsorption indicated the absence of micro or mesopores. Notably, in parts containing silicon carbide, there was the appearance of a new phase called mullite ($Al_6Si_2O_{13}$) due to sintering in an uncontrolled environment. The results of flexural strength showed low values due to the low density of ceramics, ranging between 20 MPa and 67 MPa, with a significant improvement when the preparation of the ceramic masses studied was modified.

Keywords: Robocasting. Additive Manufacturing. Alumina. Sintering. Flexural Strength.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
2.1 Etapas características do processo MA.	6
2.2 Processos MA cerâmica.	7
2.3 Esquema do método LSD.	9
2.4 Esquema do método LOM.	11
2.5 Esquema do método BJ.	13
2.6 Esquema do método SLM.	14
2.7 Esquema do método LENS.	16
2.8 Esquema do método SLA.	18
2.9 Esquema do método LCM.	20
2.10 Esquema do método FDM.	22
2.11 Esquema do método RC.	24
2.12 Esquema do método InkJet.	26
2.13 Exemplo de tubeira fabricada por MA.	28
2.14 Escudo térmico projeto Starship.	29
2.15 Terran 1, lançado em 2023 pela Relativity Space.	29
3.1 Etapa de diluição do CMC em água.	33
3.2 Impressora Duraprinter E03.	34
3.3 Bicos disponíveis para impressão.	35
3.4 Etapas realizadas para a impressão das peças para os ensaios.	37
3.5 Peças 61 a 72 antes da sinterização.	39
3.6 Peças 73 a 79 antes da sinterização.	40
3.7 Peças 80 a 85 antes da sinterização.	41
3.8 Amostras do grupo 4 antes da sinterização.	42
3.9 Amostras do grupo 6 antes da sinterização.	43
3.10 Curva de sinterização adotada.	44
3.11 Forno Carbolite.	45
3.12 Máquina Universal de Ensaios EMIC.	47
3.13 Peça teste posicionada nas garras.	48
3.14 Quadro resumo da metodologia adotada no trabalho.	53
4.1 Teste de diferentes velocidades de impressão.	56
4.2 Teste de diferentes fluxos de impressão.	57
4.3 Teste de diferentes alturas de camada de impressão.	59
4.4 Teste de reprodutibilidade de amostras com mesma configuração.	60
4.5 Teste de reprodutibilidade de amostras maiores.	61

4.6	Teste de velocidade e fluxo de impressão com bico de 0,84 mm.	63
4.7	MEV da face fraturada de uma amostra do grupo 4.	69
4.8	MEV da face fraturada de uma amostra do grupo 5.	70
4.9	MEV da face fraturada de uma amostra do grupo 6.	71
4.10	Difratograma da alumina inicial e da amostra sinterizada (A: picos da alumina romboédrica).	72
4.11	Difratograma da $Al_2O_3 + ZrO_2$ inicial e da amostra sinterizada (A: alumina romboédrica, T: zircônia tetragonal, M: zircônia monoclinica). . . .	73
4.12	Difratograma da $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ inicial e da amostra sinterizada (A: alumina romboédrica, T: zircônia tetragonal, M: zircônia monoclinica, U: mulita).	74

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
3.1 Composição das cerâmica estudadas.	31
3.2 Composição das massas cerâmicas estudadas.	32
3.3 Categorização das peças em grupos, explicitando o tipo de massa usado em cada grupo.	38
4.1 Relação entre velocidade de impressão e massa das amostras.	56
4.2 Relação entre fluxo e a massa das amostras impressas.	58
4.3 Média da massa e dimensões das peças 31 a 50.	61
4.4 Teste de velocidade e fluxo em amostras impressas com bico de 0,84 mm.	62
4.5 Percentual de perda de massa após sinterização.	64
4.6 Retração percentual das dimensões das amostras após sinterização.	64
4.7 Massa específica real e massa específica aparente das composições estudadas.	65
4.8 Porosidade Aparente, Absorção de Água e Densidade Relativa das composições estudadas.	66
4.9 Resistência à ruptura por ensaio de flexão das amostra estudadas.	75
A.1 Dimensões e massa das peças 31 a 40.	89
A.2 Massa e dimensões das peças 41 a 50.	89
A.3 Dimensões e massa após o processo de impressão e antes da sinterização.	89
A.4 Dimensões e massa após o processo de sinterização.	92
A.5 Retração percentual das amostras devido a sinterização.	94
A.6 Resultado teste de flexão 3 pontos.	96

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MA	–	Manufatura Aditiva
CAD	–	Desenho Assistido por Computador
UV	–	Ultravioleta
LSD	–	Layerwise Slurry Deposition
LOM	–	Laminated Object Manufacturing
BJ	–	Binder Jetting
MIT	–	Massachusetts Institute of Technology
SLM	–	Selective Laser Melting
SLA	–	Stereolithography
SLS	–	Sinterização Seletiva a Laser
LENS	–	Laser Engineered Net Shaping
LCM	–	Lithography Ceramic Manufacturing
FDC	–	Fused Deposition Ceramic
RC	–	Robocasting
PLA	–	Ácido Polilático
DCP	–	Compensação de Porosidade Deslocativa
RCC	–	Reinforced Carbon-Carbon
CMC	–	Carboximetilcelulose
PEG	–	Polietilenoglicol 400
MEV	–	Microscopia Eletrônica de Varredura
DRX	–	Difração de Raios X
AA	–	Absorção de Água
PA	–	Porosidade Aparente
DR	–	Densidade Relativa

LISTA DE SÍMBOLOS

- β – beta
- n – número inteiro (a ordem da difração)
- λ – comprimento de onda dos raios X
- d – distância entre os planos cristalinos
- θ – ângulo de difração

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Objetivo	2
1.1.1 Objetivos específicos	2
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 Cerâmicas	3
2.1.1 Cerâmicas de alumina	3
2.1.2 Cerâmicas de carbeto de silício	4
2.1.3 Cerâmicas de zircônia	4
2.2 Manufatura Aditiva	5
2.2.1 Deposição de Pasta em Camadas (LSD)	7
2.2.2 Manufatura de Objetos Laminados (LOM)	9
2.2.3 Jateamento de Ligante (BJ)	11
2.2.4 Fusão Seletiva a Laser (SLM)	13
2.2.5 Modelagem por Rede Engenheirada a Laser (LENS)	14
2.2.6 Estereolitografia (SLA)	16
2.2.7 Manufatura Cerâmica por Litografia (LCM)	18
2.2.8 Deposição Fundida de Cerâmica (FDC)	20
2.2.9 Robocasting (RC)	22
2.2.10 Jato de Tinta (InkJet)	24
2.3 Aplicações da MA no setor aeroespacial	26
2.3.1 Tubeiras	27
2.3.2 Estrutura de Veículos Espaciais	28
3 METODOLOGIA	31
3.1 Materiais utilizados	31
3.2 Massa cerâmica	31
3.3 Impressão	33
3.3.1 Impressão de peças	37
3.3.2 Peças para ensaios (Grupos 1 a 6)	38
3.3.2.1 Grupo 1 - peças 61 a 72	39
3.3.2.2 Grupo 2 - peças 73 a 79	40
3.3.2.3 Grupo 3 - peças 80 a 85	40

3.3.2.4	Grupo 4 - peças 86 a 100	41
3.3.2.5	Grupo 5 - peças 101 a 110	42
3.3.2.6	Grupo 6 - peças 111 a 130	42
3.4	Processamento convencional	43
3.5	Sinterização	43
3.6	Caracterização e ensaio dos corpos de prova	45
3.6.1	Retração linear	45
3.6.2	Varição de massa	46
3.6.3	Ensaio de flexão	46
3.6.4	Microscopia	49
3.6.5	Difratometria	49
3.6.6	Área superficial	50
3.6.7	Massa específica real	51
3.6.8	Massa específica aparente	51
3.7	Resumo do procedimento experimental	53
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	55
4.1	Impressão de peças	55
4.1.1	Testes de configuração inicial da impressora (grupo zero)	55
4.1.1.1	Teste de velocidade de impressão	55
4.1.1.2	Teste de fluxo de impressão	57
4.1.1.3	Teste de altura de camada	58
4.1.1.4	Teste de reprodutibilidade	59
4.1.1.5	Teste de bicos menores	62
4.2	Caracterizações após a sinterização	63
4.2.1	Varição da massa após sinterização	63
4.2.2	Retração linear	64
4.2.3	Massa específica real	65
4.2.4	Área superficial específica e poros (adsorção de N ₂)	66
4.2.5	Microestrutura (MEV)	67
4.2.6	Difratometria de raio X	71
4.2.7	Ensaio de flexão	74
5	CONCLUSÕES	77

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	81
APÊNDICE A - TABELAS DE INFORMAÇÕES ADICIONAIS SOBRE AS AMOSTRAS	89
ANEXO A - ESPECIFICAÇÕES ALUMINA ALCOA.	99
ANEXO B - RESULTADOS ANÁLISE BET	101
ANEXO C - ENSAIO DE FLEXÃO AMOSTRAS CONVENCIO- NAIS	109

1 INTRODUÇÃO

Com o advento do avanço das tecnologias espaciais, instaurou-se uma nova "corrida espacial". Porém, dessa vez protagonizada por empresas privadas (MATOS, 2022), que investem cada vez mais para que seus produtos sejam fabricados mais rápidos, com menor preço e com maior precisão. A fim de suprir essa demanda, a impressão 3D está aumentando sua participação na produção de foguetes e satélites. Em alguns casos, como o Terran 1 da empresa Relativity Space, chega a ter 85% de sua massa fabricada a partir da impressão 3D, sendo o maior objeto 3D já impresso (SPACE, 2023).

A tecnologia para uso da impressão 3D na confecção de peças e dispositivos é denominada manufatura aditiva (MA). Este é um processo onde a fabricação é realizada através da adição de sucessivas camadas de material. Como este processo é realizado de forma autônoma e seu formato definido por CAD (Desenho assistido por computador, do inglês *Computer-Aided Design*) o seu resultado final apresenta ótima qualidade, sendo possível fabricar peças com os mais variados formatos (VOLPATO, 2017).

A manufatura aditiva é comumente utilizado para materiais poliméricos, mas, atualmente já existe no mercado algumas impressoras 3D com uso e aplicação de materiais cerâmicos. A técnica de manufatura aditiva mais usada para cerâmicas é chamada de Construção por contornos (Contour crafting) (NGO et al., 2018) ou também Robocasting. Essa técnica se destaca por sua simplicidade e baixo custo, porém apresenta limitações na produção de peças com determinados formatos (FEILDEN, 2017).

As cerâmicas são conhecidas por sua elevada resistência, alta dureza, inercia química e baixa condutividade térmica, porém apresentam um comportamento frágil (ZANOTTO; JR, 1991). Devido a tais características o seu uso no setor aeroespacial é muito difundido, contudo a necessidade produção de peças com formatos complexos não são atendidas pelos métodos convencionais de manufatura.

Uma das cerâmicas avançadas largamente utilizada é a alumina. A alumina, devido ao seu preço e suas características é amplamente empregada em diversos setores da economia. A adição de carbetos de silício e zircônia na matriz da alumina confere ao composto formado um aumento na sua resistência mecânica e tenacidade à fratura (VEIGA et al., 1996).

1.1 Objetivo

A dissertação tem como objetivo principal o desenvolvimento massas cerâmicas feitas a base de alumina (óxido de alumínio) dopada com zircônia (dióxido de zircônio) e carbetto de silício, por manufatura aditiva pelo método de Robocasting.

1.1.1 Objetivos específicos

- Caracterização e desenvolvimento da massa cerâmica com propriedades adequadas para confecção de corpos de prova para testes de flexão
- Definição dos parâmetros da impressora, como: velocidade de extrusão, pressão reservatório de massa, altura de camadas, velocidade dos eixos x e y
- Estudo da sinterização dos corpos de prova
- Caracterização física, química e mecânica dos corpos de prova produzidos com variáveis de parâmetros de processamento

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão da literatura é essencial para colocar o estudo atual no contexto do tema abordado e fornecer uma visão geral do estado da arte. Este capítulo apresenta os principais resultados de pesquisas anteriores, bem como as lacunas na literatura. Também define a importância e o contexto da pesquisa atual.

2.1 Cerâmicas

Devido às suas propriedades de baixa condutividade térmica e alta dureza as cerâmicas tem diversas aplicações, sendo o seu uso na aeroespacial sendo muito difundido principalmente em tuberias e proteção térmica durante a reentrada atmosférica de foguetes (ZANOTTO; JR, 1991). As cerâmicas a serem utilizadas neste trabalho serão a alumina, a zircônia e o carbetto de silício, cujas propriedades serão abordadas a seguir.

2.1.1 Cerâmicas de alumina

A alumina, cuja fórmula molecular é Al_2O_3 , é um óxido de coloração branca que desempenha um papel fundamental em diversas aplicações industriais e de engenharia devido às suas propriedades notáveis. Este material é abundantemente disponível na natureza, o que, combinado com sua estabilidade física e química, capacidade de isolamento térmico e alta resistência, o torna uma escolha preferida em muitos projetos de engenharia (HO; PAN, 2014).

As cerâmicas à base de alumina são amplamente reconhecidas por sua capacidade de suportar condições adversas, incluindo altas temperaturas e ambientes corrosivos. Isso as torna ideais para uso em componentes de máquinas, equipamentos de processamento químico e até mesmo em aplicações aeroespaciais (STEVENS; BINNER, 1984).

A alumina possui diversas formas alotrópicas, sendo a α -alumina a mais comum e estável dentre elas. A α -alumina é particularmente valorizada por sua dureza e resistência ao desgaste, tornando-a adequada para aplicações que exigem durabilidade (AUERKARI, 1996).

A obtenção de alumina pura é geralmente realizada através do processo Bayer. Neste processo, a bauxita, que é composta principalmente por Al_2O_3 , Fe_2O_3 , e SiO_2 , é refinada para produzir alumina de alta pureza. O processo Bayer é uma etapa essencial na produção de alumínio e tem sido a espinha dorsal da indústria de alumínio

por mais de um século (SILVA FILHO et al., 2007).

2.1.2 Cerâmicas de carbeto de silício

O carbeto de silício (*SiC*) é um material cerâmico notável, caracterizado por sua composição inorgânica resultante da ligação covalente entre um átomo de silício e um átomo de carbono. Com uma densidade de $3,17 \text{ g/cm}^3$, o *SiC* combina leveza com robustez, tornando-o desejável para uma variedade de aplicações de engenharia (TAGUCHI, 2005).

Historicamente, o *SiC* foi sintetizado pela primeira vez em 1905 pelo químico Henri Moissan. Esta descoberta marcou o início de um século de pesquisa e desenvolvimento que transformou o *SiC* em um dos materiais cerâmicos mais estudados e utilizados (CHOYKE; PENSL, 1997).

O *SiC* é conhecido por apresentar duas fases cristalinas distintas. A forma $\beta - SiC$, estável até $2000 \text{ }^\circ\text{C}$, é amplamente utilizada em aplicações industriais que exigem resistência a altas temperaturas. Já a forma $\alpha - SiC$, que é estável até $2300 \text{ }^\circ\text{C}$, é valorizada por sua resistência mecânica superior, tornando-a ideal para aplicações de alto desempenho (SHAFFER, 1969).

Além de suas aplicações diretas, o *SiC* também desempenha um papel crucial como dopante em materiais à base de alumina. A adição de *SiC* à alumina pode melhorar significativamente propriedades como resistência mecânica e tenacidade à fratura, expandindo assim o escopo de aplicações para compósitos à base de alumina (LEVIN et al., 1995).

2.1.3 Cerâmicas de zircônia

A zircônia, também conhecida como dióxido de zircônio (ZrO_2), é um óxido quimicamente inerte que foi descoberto em 1789 por Martin Heinrich. Desde então, tem sido amplamente utilizado na fabricação de cerâmicas devido às suas propriedades refratárias e isolantes. A zircônia possui três formas polimórficas: monoclinica, tetragonal e cúbica, que são estáveis em diferentes faixas de temperatura. A forma monoclinica é estável à temperatura ambiente até $1170 \text{ }^\circ\text{C}$, a forma tetragonal permanece estável até $2370 \text{ }^\circ\text{C}$ e a forma cúbica se mantém até o ponto de fusão, que é por volta de $2680 \text{ }^\circ\text{C}$ (SANTOS, 2012).

Além de suas propriedades térmicas, a zircônia tem sido estudada por suas aplicações em nanotecnologia. Em particular, filmes nanoestruturados de zircônia são

promissores para aplicações em catálise e biotecnologia. A capacidade de controlar as propriedades interfaciais do material em diferentes escalas, especialmente na nanoescala, é crucial para essas aplicações. Estudos recentes têm focado na caracterização de filmes de zircônia produzidos por deposição de feixe de cluster supersônico, que possuem uma estrutura cúbica à temperatura ambiente e uma morfologia em nanoescala controlada (BORGHI et al., 2016).

No campo da odontologia, a zircônia estabilizada com ítria é considerada um dos materiais mais promissores para a fabricação de estruturas protéticas, coroas monolíticas e abutments para implantes devido às suas superiores propriedades mecânicas. No entanto, quando exposta a um ambiente úmido, a zircônia pode sofrer degradação, o que pode ser prejudicial para suas propriedades mecânicas. Esta degradação, conhecida como degradação a baixa temperatura (LTD), tem sido objeto de estudos para entender e minimizar seus efeitos (ÖZCAN et al., 2016).

2.2 Manufatura Aditiva

Todo processo de Manufatura Aditiva (MA) pode ser dividido em 8 etapas, sendo algumas opcionais para alguns métodos de manufatura (GIBSON, 2015). As etapas são: CAD, conversão para arquivo no formato .STL, transferência do arquivo para a máquina, configuração, fabricação, remoção, pós-processamento e aplicação. Conforme descrito abaixo e mostrado na Figura 2.1.

- CAD (Computer-Aided Design): Esta é a fase inicial onde o objeto a ser fabricado é projetado usando software de design assistido por computador. É aqui que o modelo 3D do objeto é criado, levando em consideração as dimensões, geometria e outros detalhes relevantes.
- Conversão para arquivo .STL: Uma vez que o design está completo, ele é convertido para o formato .STL (stereolithography). Este formato é amplamente aceito pela maioria das máquinas de impressão 3D e representa a superfície do objeto como uma série de triângulos pequenos.
- Transferência do arquivo para a máquina: O arquivo .STL é então transferido para a máquina de impressão 3D. Isso pode ser feito através de uma conexão direta, como USB, ou através de uma rede. Em alguns casos essa etapa é realizada somente após a Configuração.
- Configuração: Antes de iniciar a impressão, a máquina precisa ser configurada. Isso inclui a seleção do material apropriado, definindo a resolução

da impressão, ajustando a orientação do objeto, e outras configurações específicas da máquina.

- **Fabricação:** Esta é a etapa onde a impressão real acontece. A máquina constrói o objeto camada por camada, adicionando material onde é necessário. Dependendo da tecnologia de impressão utilizada, isso pode envolver a fusão de pó metálico com um laser, a cura de resinas líquidas com luz UV, ou a extrusão de plástico derretido, entre outros métodos.
- **Remoção:** Após a conclusão da impressão, o objeto é removido da máquina. Dependendo do método de impressão, isso pode envolver a remoção de suportes adicionais ou a separação do objeto da plataforma de construção.
- **Pós-processamento:** Esta etapa envolve qualquer tratamento adicional que o objeto possa necessitar após a impressão. Isso pode incluir lixamento, pintura, montagem de componentes adicionais ou tratamentos térmicos para melhorar as propriedades do material.
- **Aplicação:** Finalmente, o objeto impresso é usado para sua finalidade pretendida. Dependendo do objeto, isso pode variar desde protótipos para testes até peças finais para produtos ou componentes para montagem.

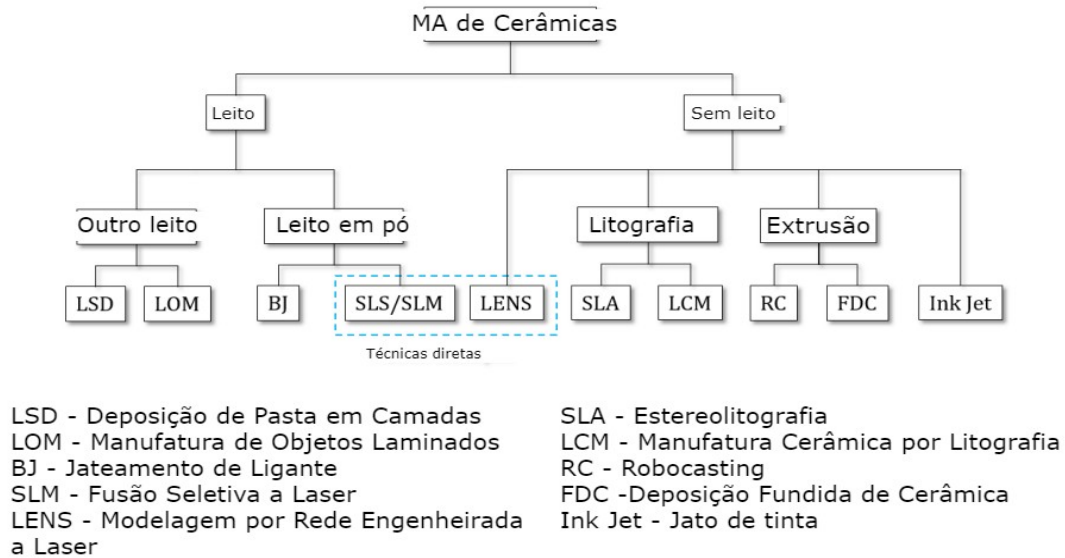
Figura 2.1 - Etapas características do processo MA.



Fonte: Adaptado de Gibson (2015).

Segundo Feilden (2017) podemos dividir a MA de cerâmicas em 10 tipos. Esses 10 tipos podem ser agrupados em dois: com leito e sem leito. Conforme mostrado na Figura 2.2.

Figura 2.2 - Processos MA cerâmica.



Fonte: Adaptado de Feilden (2017).

Nas próximas seções, será realizada uma análise aprofundada das diversas técnicas de Manufatura Aditiva (MA). Inicialmente, focaremos nas técnicas com leito, abrangendo as Subseções de 2.2.1 a 2.2.4. Posteriormente, na sequência de 2.2.5 a 2.2.10, exploraremos as técnicas sem leito. Esta estruturação visa proporcionar uma compreensão clara e sequencial das diferentes abordagens adotadas na MA de cerâmicas.

2.2.1 Deposição de Pasta em Camadas (LSD)

A Deposição de Pasta em Camadas, também conhecida pela sigla LSD (do inglês *Layerwise Slurry Deposition*), é um método de manufatura aditiva voltado para materiais cerâmicos. Foi desenvolvido como uma solução para os desafios inerentes à criação de objetos cerâmicos utilizando métodos convencionais de manufatura aditiva. A seguir, é apresentado um entendimento aprofundado desta técnica:

Na técnica de Deposição de Pasta em Camadas (LSD), um material cerâmico é

aplicado em forma de pasta fina. Uma lâmina desliza sobre a superfície, nivelando e definindo a espessura da camada. Após a deposição de uma camada, a plataforma onde o objeto está sendo construído é abaixada, permitindo a aplicação da próxima camada. Um aspecto crucial do processo é a necessidade de aguardar a secagem completa de cada camada antes de depositar a subsequente. Esta característica garante que a densidade do material no estado "verde"(antes da sinterização) seja elevada. No término da construção, o objeto está embutido em um leito de material, do qual é extraído por meio de uma lavagem, comumente usando água. Um dos benefícios distintos deste método é a capacidade de usar o leito de material como suporte. Isso permite a criação de objetos com geometrias intrincadas e complexas sem a necessidade de estruturas de suporte adicionais (ZOCCA et al., 2019).

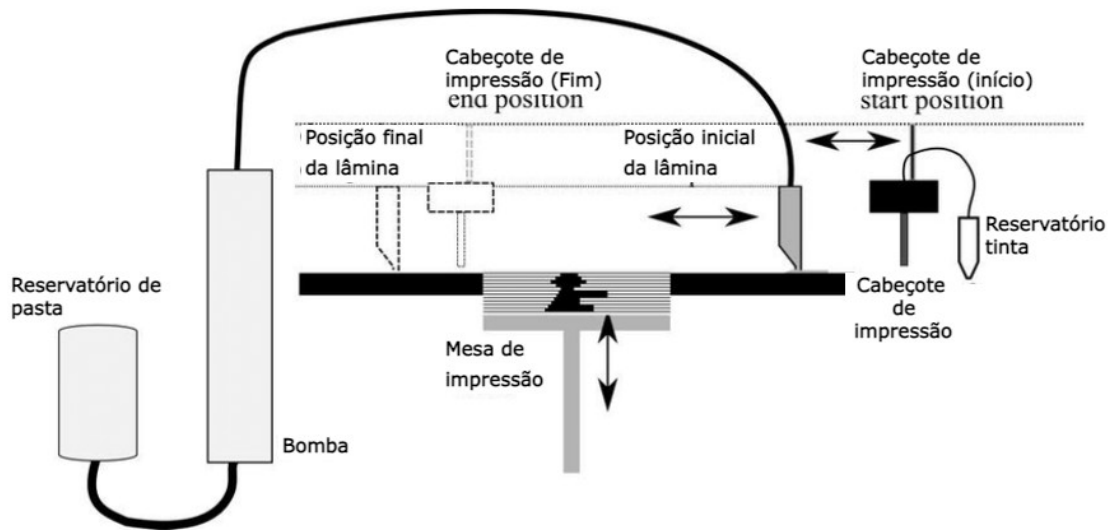
Vantagens do LSD:

- Densidade Elevada: O método de deposição e secagem do LSD produz peças com uma densidade no estado "verde" significativamente alta. Isso ajuda a melhorar as propriedades mecânicas e a resistência ao calor.
- Complexidade Geométrica: O LSD pode criar peças com desenhos complexos e intrincados sem estruturas de suporte adicionais usando o leito como suporte.
- Qualidade da Superfície: As peças têm um acabamento superficial impecável devido à precisão com que a pasta é aplicada e nivelada.

Desafios e Limitações:

- Tempo de Processamento: Em comparação com outros métodos de manufatura aditiva, a necessidade de secagem entre as camadas pode prolongar o tempo de produção.
- Remoção de Peças: Remover um objeto de um leito compactado pode ser difícil, e muitas vezes é necessário um processo de lavagem para garantir que permaneça intacto.
- Materiais: O LSD é feito para cerâmica, então pode não funcionar em projetos que precisam de outros tipos de materiais.

Figura 2.3 - Esquema do método LSD.



Fonte: Adaptado de Zocca et al. (2017).

2.2.2 Manufatura de Objetos Laminados (LOM)

A Manufatura de Objetos Laminados, conhecida pela sigla LOM (do inglês *Laminated Object Manufacturing*), é um método de manufatura aditiva que cria peças tridimensionais pela laminação sucessiva de camadas de material. Esse método destaca-se pela sua capacidade de construir rapidamente protótipos e modelos a partir de camadas de papel, plástico ou mesmo compósitos de metal (PARANDOUSH; LIN, 2017; WONG; HERNANDEZ, 2012). A seguir, é apresentada uma breve visão geral do processo LOM:

- Materiais: O LOM usa folhas finas de diferentes materiais, incluindo, mas não limitado ao papel, plásticos ou laminados metálicos. Para facilitar a adesão entre camadas, estas folhas são previamente revestidas com um adesivo termoativado.
- Preparação: O equipamento LOM começa com um rolo do material selecionado. O material é desenrolado e alimentado na câmara de construção ao longo do processo.
- Corte e Laminação: O material é cortado com um laser ou outra ferramenta de corte de acordo com a geometria da seção transversal da peça que está sendo fabricada. Em seguida, uma camada é colocada sobre a camada

anterior e um rolo aquecido é passado sobre o material. Isso ativa o adesivo e prende a camada recém-cortada à camada subjacente.

- d) Retirada de Material Excessivo: durante a construção, material excessivo é mantido para sustentar a estrutura. Esse material de suporte é removido manualmente após a conclusão da peça.
- e) Acabamento: Alguns acabamentos podem ser necessários de acordo com o objetivo da peça fabricada, seja um modelo visual ou um protótipo funcional. Lixas, pinturas ou outros tipos de tratamento superficial podem ser usados para este acabamento.

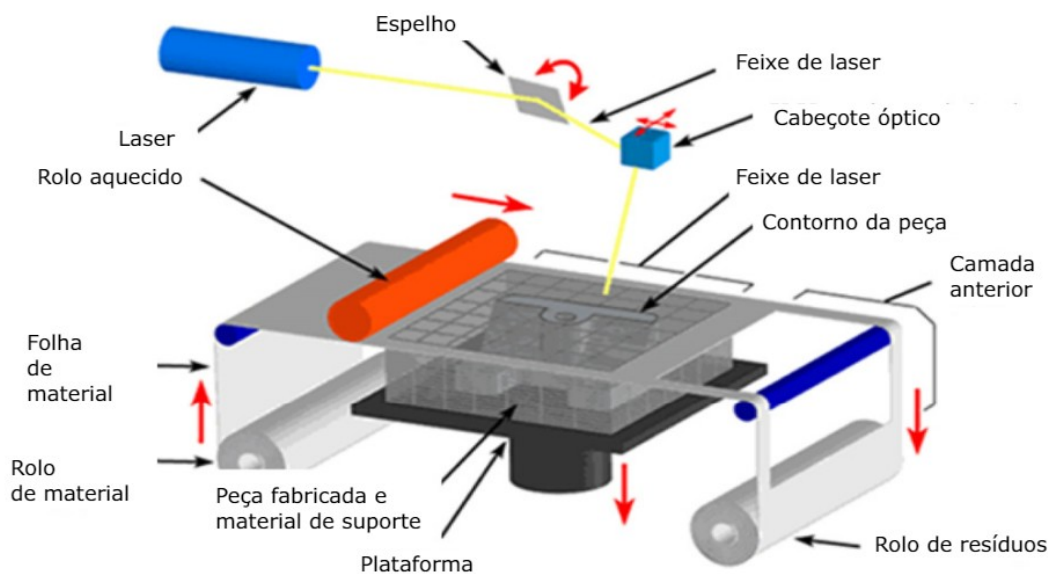
Vantagens:

- Rapidez: O LOM é conhecido por criar protótipos de grande tamanho em pouco tempo.
- Custos: O LOM pode ser mais barato em comparação com outras técnicas de manufatura aditiva, especialmente com papel como material.

Limitações:

- Precisão: As peças LOM podem não ter a mesma precisão dimensional ou detalhamento de outras técnicas de manufatura aditiva devido à natureza do processo
- Materiais: A gama de materiais compatíveis é limitada, e as peças produzidas não são tão robustas quanto aquelas produzidas por métodos como sinterização seletiva a laser (SLS) ou estereolitografia (SLA).

Figura 2.4 - Esquema do método LOM.



Fonte: Adaptado de Ahn et al. (2012).

2.2.3 Jateamento de Ligante (BJ)

O Jateamento de Ligante, conhecido pela sigla BJ (do inglês *Binder Jetting*), é uma abordagem de manufatura aditiva que usa um agente ligante líquido para unir um material em pó (leito) de forma seletiva. Esta técnica foi inicialmente desenvolvida pelo Massachusetts Institute of Technology (MIT) e patenteada em 1993 por Emanuel Sachs. O BJ oferece uma variedade de vantagens, particularmente para aplicações que requerem cores múltiplas ou materiais combinados. Isso o diferencia de outros métodos que empregam calor ou fusão para criar objetos (MOSTAFAEI et al., 2021). A seguir este processo é examinado mais a fundo:

Mecanismo de Funcionamento:

- Deposição do Material: Primeiro, um rolo ou lâmina é usado para espalhar uma camada fina de material em pó (cerâmico, metálico ou plástico) sobre um substrato ou plataforma.
- Jateamento seletivo: Uma cabeça de impressão, semelhante a uma impressora a jato de tinta, dispara gotículas de um agente ligante em determinadas áreas da camada de pó. Isso faz com que o pó se aglutine.

- c) Construção em camadas: Uma vez que o ligante é colocado em uma camada, a plataforma desce e uma nova camada de pó é espalhada para o ciclo de jateamento subsequente. Os passos são repetidos até que a tarefa pretendida seja concluída.
- d) Cura e Pós-processamento: Depois da impressão, a peça é curada com calor ou outras técnicas para reforçar. Outras formas de pós-processamento, como infiltração com resinas ou sinterização, podem ser necessárias dependendo do material e da aplicação.

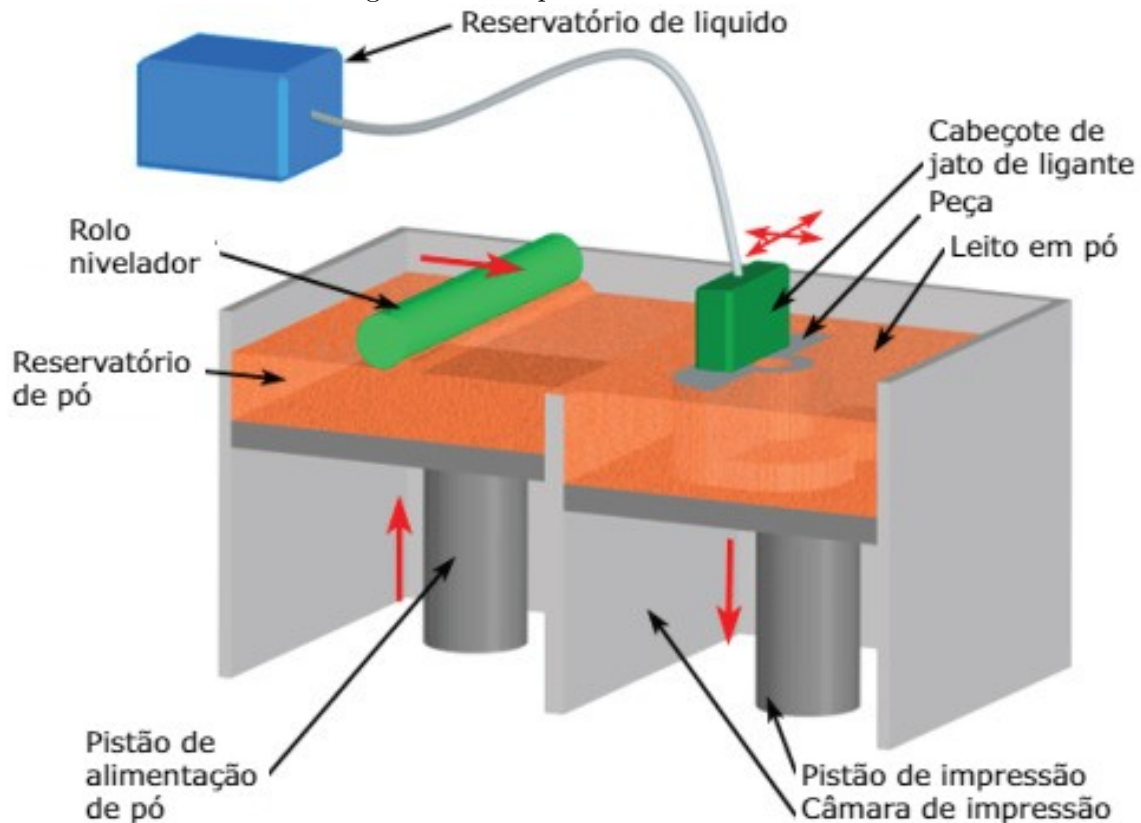
Vantagens do BJ:

- Diversidade de Materiais: O BJ pode trabalhar com metais, cerâmicas e polímeros.
- Multicores: O uso de agentes ligantes coloridos permite a criação de objetos de várias cores no mesmo processo.
- Sem Suportes: As geometrias complexas podem ser criadas sem a necessidade de estruturas de suporte adicionais, pois o pó não aglutinado funciona como suporte.

Problemas e Limitações:

- Resolução e Precisão: A resolução e a precisão do produto final podem variar dependendo do tamanho das gotas do ligante e da granulometria do pó.
- Porosidade: As peças fabricadas por BJ são mais porosas do que as fabricadas por métodos de fusão como SLM. Pode ser uma desvantagem em aplicações que exigem componentes densos e herméticos.
- Força e Durabilidade: Se não houver pós-processamento adequado, as peças de BJ podem não ser tão resistentes ou duráveis quanto as produzidas por outras técnicas de manufatura aditiva.

Figura 2.5 - Esquema do método BJ.



Fonte: Adaptado de Topčić et al. (2014).

2.2.4 Fusão Seletiva a Laser (SLM)

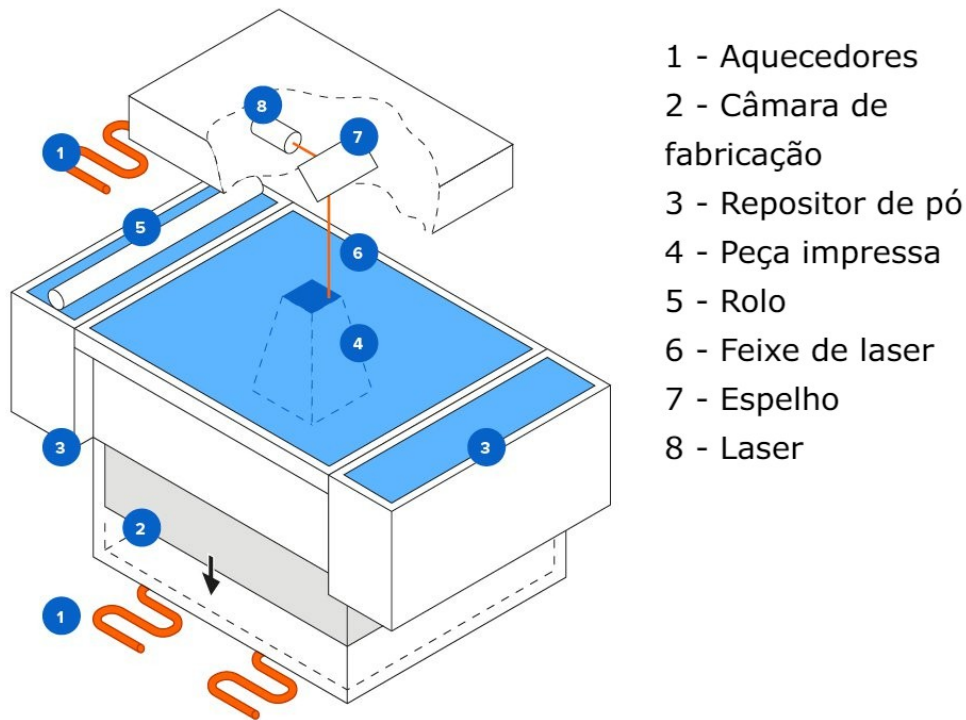
No método de impressão 3D por Fusão Seletiva a Laser (SLM, do inglês *Selective Laser Melting*), um laser de alta potência é usado para fundir camadas finas de pó metálico em padrões pré-estabelecidos. Após a fundição de cada camada, a plataforma de construção desce e uma nova camada de pó é aplicada por cima. Os passos são repetidos camada a camada até que o objetivo seja alcançado. A fusão completa das partículas do pó cria um objeto sólido, densamente compactado que não precisa de sinterização ou ligantes adicionais (ABOULKHAIR et al., 2019).

Uma das muitas vantagens da fusão seletiva a laser é a capacidade de criar geometrias complexas sem as limitações das técnicas tradicionais de fabricação. Isso é particularmente útil para setores como aeroespacial, médico e automotivo, onde as peças precisam ser projetadas com precisão. O SLM também permite o uso de uma variedade de materiais, como ligas metálicas avançadas.

No entanto, há problemas com esse método. Um deles é que você precisa controlar a distribuição de calor durante a fusão para evitar deformações e tensões excessivas. A qualidade da superfície também pode ser afetada, o que pode exigir pós-processamento adicional em algumas situações.

A fusão seletiva a laser é uma técnica promissora para a produção de peças de alta qualidade e personalizadas, graças aos avanços contínuos nas tecnologias de laser, materiais e processos.

Figura 2.6 - Esquema do método SLM.



Fonte: Adaptado de Formlabs (2023).

2.2.5 Modelagem por Rede Engenheirada a Laser (LENS)

A Modelagem por Rede Engenheirada a Laser, conhecida pela sigla LENS (do inglês *Laser Engineered Net Shaping*), é uma técnica de fabricação aditiva avançada que se concentra principalmente na fabricação e reparo de componentes metálicos. O LENS

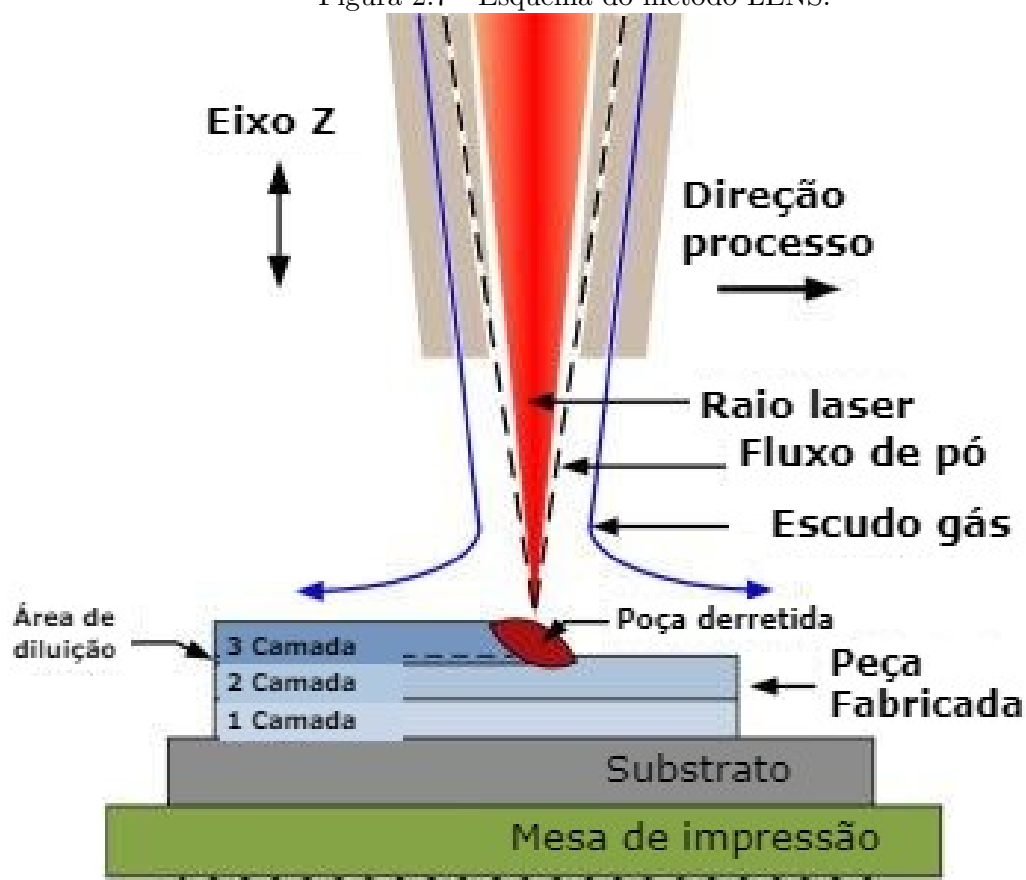
usa metais em pó que são fundidos localmente por um laser de alta potência para criar peças tridimensionais. Isso o diferencia das técnicas tradicionais de impressão 3D que usam filamentos ou resinas (FRAZIER, 2014; IZADI et al., 2020).

Este processo usa um feixe de laser para formar um ponto fundido na superfície de um substrato enquanto um sistema de alimentação deposita pós metálicos no feixe ao mesmo tempo. Ao entrar em contato com o ponto fundido, o pó derrete e se consolida, formando uma camada após a outra. Normalmente, a peça é construída em um ambiente controlado para evitar oxidação, geralmente sob uma atmosfera inerte.

O método LENS pode ser usado para vários fins, incluindo a construção de componentes totalmente novos e o revestimento ou reparo de peças que já estão em uso. Além disso, tem a capacidade de criar estruturas com gradientes funcionais, que requerem a aplicação de diferentes materiais em diferentes áreas da peça para obter características específicas.

Este processo tem a vantagem de se trabalhar com geometrias complexas e reduz muito o desperdício porque o material é adicionado apenas quando necessário. No entanto, para obter superfícies de alta qualidade, há problemas com o controle de processos, a morfologia do pó e o pós-processamento.

Figura 2.7 - Esquema do método LENS.



Fonte: Adaptado de Dehghanghadikolaei et al. (2018).

2.2.6 Estereolitografia (SLA)

Uma das muitas tecnologias de manufatura aditiva que compõem a impressão 3D é a Estereolitografia (SLA, do inglês *Stereolithography*), sendo uma das primeiras e mais avançadas. A SLA foi desenvolvida nos anos 1980 e visa polimerizar resinas líquidas expondo-as à luz ultravioleta (UV) (HUANG et al., 2020).

A SLA funciona em um tanque contendo resina líquida fotopolimerizável. Uma plataforma se move verticalmente acima deste tanque. Ao longo do processo de impressão, um laser ultravioleta cria padrões específicos na superfície da resina, o que leva à solidificação de cada camada da resina. Ao formar uma camada, a plataforma se move para permitir a construção da próxima camada. O design que será impresso geralmente é criado usando o software CAD e então exportado em um formato .STL, que a impressora interpreta e direciona o laser corretamente.

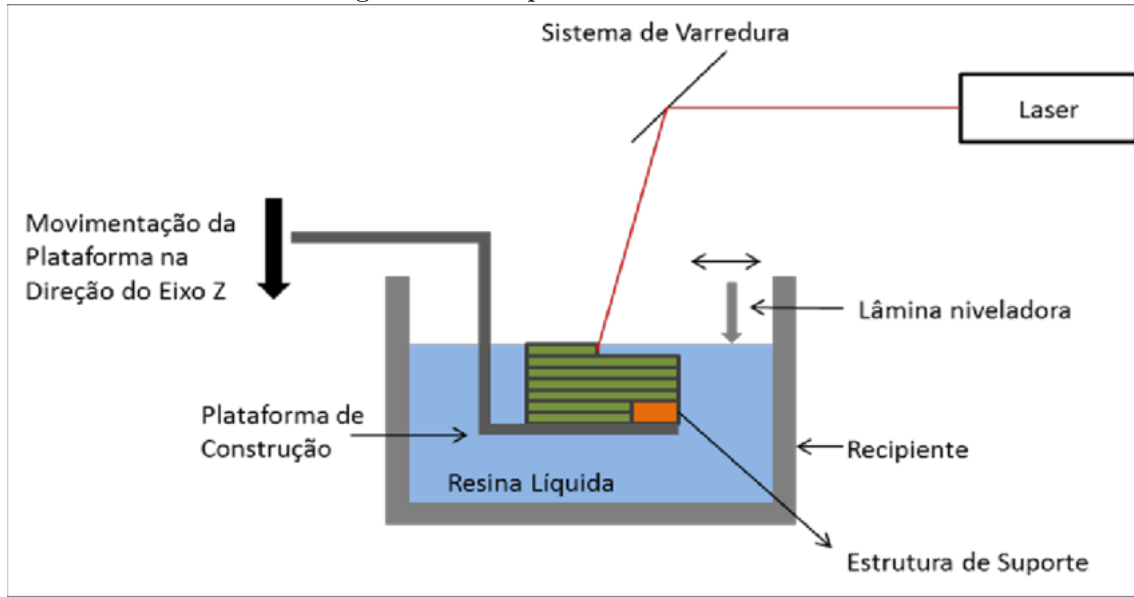
Principais Características e Vantagens:

- Resolução e Detalhamento: A SLA pode produzir peças com muito detalhamento e superfícies extremamente lisas graças à precisão do laser.
- Diversidade de Resinas: Uma variedade cada vez maior de resinas está disponível, desde materiais rígidos até flexíveis, transparentes e com características únicas que podem ser usadas em aplicações artísticas, industriais e médicas.
- Integridade Estrutural: Peças com integridade estrutural homogênea tendem a ser produzidas pela polimerização contínua da SLA, o que pode ser benéfico em aplicações de engenharia.

Problemas e Limitações:

- Tamanho de Impressão: A dimensão máxima de uma peça é frequentemente limitada pelo tamanho do tanque da impressora.
- Pós-Processamento: Após a impressão, a peça geralmente precisa de tratamento ultravioleta adicional, além da remoção dos suportes, o que pode ser trabalhoso.
- Sensibilização das Resinas: As resinas devem ser mantidas com cuidado porque são sensíveis à luz e ao calor.

Figura 2.8 - Esquema do método SLA.



Fonte: Giordano et al. (2016).

A estereolitografia é um componente fundamental da evolução das tecnologias de impressão 3D. Adequado para aplicações que exigem detalhamento e especificidade, por causa de sua capacidade de produzir peças com grande precisão, combinada com a variedade de materiais disponíveis. A escalabilidade e o pós-processamento são os principais problemas com a técnica.

2.2.7 Manufatura Cerâmica por Litografia (LCM)

O método *Lithography Ceramic Manufacturing* (LCM), que pode ser traduzido como Manufatura Cerâmica por Litografia, é uma técnica de manufatura aditiva voltada para a produção de peças cerâmicas de alta precisão e detalhes finos. Ele se baseia em princípios semelhantes aos da estereolitografia (SLA), mas adaptado para cerâmicas (SCHWENTENWEIN et al., 2014). Abaixo, é descrito mais detalhadamente este método:

Mecanismo de Funcionamento:

- a) Preparação do Material: No LCM, utiliza-se uma resina fotossensível que contém partículas cerâmicas dispersas.
- b) Polimerização Seletiva: Um laser ou outra fonte de luz é direcionado de

forma precisa para polimerizar e endurecer seletivamente a resina nas áreas desejadas, camada por camada.

- c) Construção em camadas: Após a polimerização de cada camada, a plataforma desce para permitir a formação da próxima camada. Em seguida, mais resina é espalhada sobre a superfície.
- d) Processo de Pós-impressão: Após a peça ser impressa, ela passa por um processo de remoção da resina polimérica e sinterizada em forno. Ao longo do processo de sinterização, as partículas cerâmicas se tornam mais densas, dando à peça suas propriedades finais.

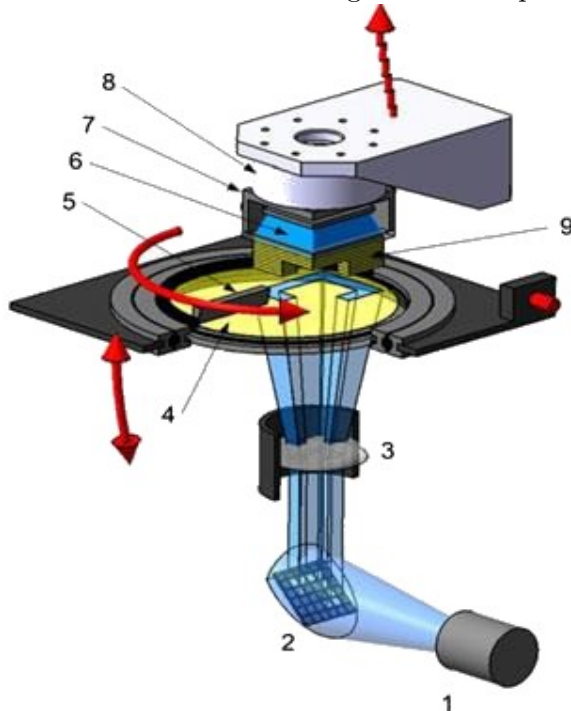
Vantagens do LCM:

- Alta Precisão: A LCM pode produzir peças cerâmicas com detalhes finos e alta precisão devido à natureza da litografia.
- Superfícies lisas: Em comparação com outros métodos de manufatura aditiva para cerâmicas, o processo frequentemente resulta em superfícies de acabamento melhores.
- Complexidade Geométrica: O LCM permite a produção de geometrias complexas que podem ser difíceis ou impossíveis com métodos tradicionais.

Problemas e Limitações:

- Retração: Durante a sinterização, a retração pode ser um problema; os parâmetros devem ser ajustados e otimizados.
- Limitações de Tamanho: O tamanho da peça que pode ser produzida pode variar dependendo do equipamento usado.
- Custos de Material: As resinas cerâmicas fotossensíveis especializadas podem ser mais caras do que outros materiais cerâmicos tradicionais.

Figura 2.9 - Esquema do método LCM.



- 1 - Fonte de Luz
- 2 - DMD-Chip
- 3 - Lente
- 4 - Resina
- 5 - Lamina
- 6 - Luz de fundo
- 7 - Plataforma de impressão
- 8 - Célula de carga
- 9 - Peça fabricada

Fonte: Adaptado de Dorfinger et al. (2015).

2.2.8 Deposição Fundida de Cerâmica (FDC)

O método de Deposição Fundida de Cerâmica (FDC, do inglês *Fused Deposition Ceramic*) é uma variação da técnica *Fused Deposition Modeling* (FDM, Figura 2.10), mais comumente associada à deposição fundida de termoplásticos (AGARWALA et al., 1996). A cerâmica é o material principal usado no FDC. A seguir, é descrito mais detalhadamente este processo:

Mecanismo de Funcionamento:

- a) Preparação do Material: O material cerâmico geralmente é preparado em forma de pasta ou filamento com um veículo (como um polímero) para permitir sua extrusão.
- b) Extrusão seletiva: Um extrusor aquecido empurra o filamento ou pasta cerâmica, depositando-o camada por camada de acordo com um projeto digital.
- c) Construção em camadas: Após a deposição de uma camada, a plataforma

abaixa, permitindo o desenvolvimento da próxima camada.

- d) Processo de Pós-impressão: Após a construção, as peças são sinterizadas em forno e removidas do veículo polimérico. Durante o processo de sinterização o material cerâmico se densifica e adquire suas propriedades finais.

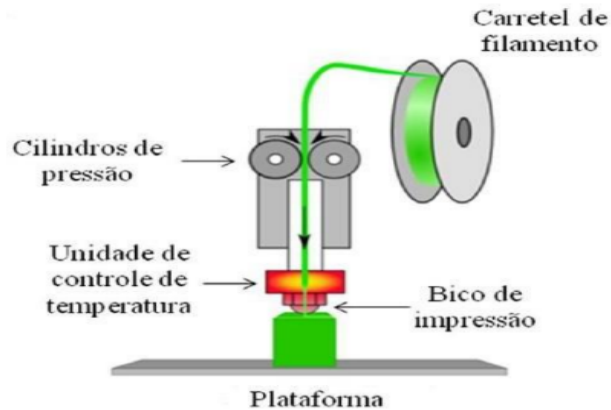
Vantagens do FDC:

- Design Complexo: O FDC, como o FDM, permite a criação de geometrias complexas com o benefício do suporte do material não sinterizado.
- Diversidade de Materiais: O processo pode ser usado com uma ampla gama de cerâmicas, desde porcelanas até cerâmicas técnicas.
- Redução de Resíduos: O FDC pode resultar em menos material desperdiçado em comparação com a manufatura subtrativa.

Problemas e Limitações:

- Retração e Deformação: As peças podem sofrer retração ou deformação durante o processo de sinterização. Isso significa que você deve pensar no design e ajustar os parâmetros do processo.
- Velocidade e Tamanho: O processo pode ser mais lento que outros métodos de manufatura aditiva dependendo do material e da complexidade do processo. Dependendo do equipamento usado, também pode haver limitações no tamanho da peça.
- Porosidade: A porosidade pode ser um problema em vários processos cerâmicos, especialmente se a peça for aplicada com alta densidade.

Figura 2.10 - Esquema do método FDM.



Fonte: Carvalho (2019).

2.2.9 Robocasting (RC)

O método Robocasting também pode ser chamado de *Liquid Deposition Modeling* (LDM), apresentado na Figura 2.11, é análogo ao FDM, se diferenciando por não fundir o material que vai ser depositado, proporcionando o uso de diversos materiais em forma de massa.

O método de *Robocasting*, uma combinação de "robô" e "casting", é uma técnica de manufatura aditiva que usa a deposição robótica controlada de pastas coloidais para construir estruturas cerâmicas ou metálicas camada por camada (CESARANO, 1998). Este método é análogo ao FDM, apresentado na Figura 2.10, se diferenciando por não fundir o material que vai ser depositado. Uma visão geral deste método está apresentada abaixo:

Mecanismo de Funcionamento:

- a) Preparação do Material: O material, que geralmente é uma pasta coloidal composta por partículas cerâmicas ou metálicas em uma matriz líquida, é carregado em um cartucho de impressão, seringa ou reservatório.
- b) Deposição Controlada: Usando um sistema robótico, a pasta é extrudada através de um bico sob pressão, seguindo trajetórias definidas por um modelo digital.
- c) Construção em camadas: Quando uma camada é colocada, a plataforma

desce (ou o bico sobe), permitindo que a próxima camada seja construída sobre a anterior.

- d) Sinterização e Pós-processamento: Após a impressão, a peça é submetida a um processo de sinterização, no qual as partículas cerâmicas ou metálicas são densificadas para formar uma estrutura sólida com as propriedades finais desejadas.

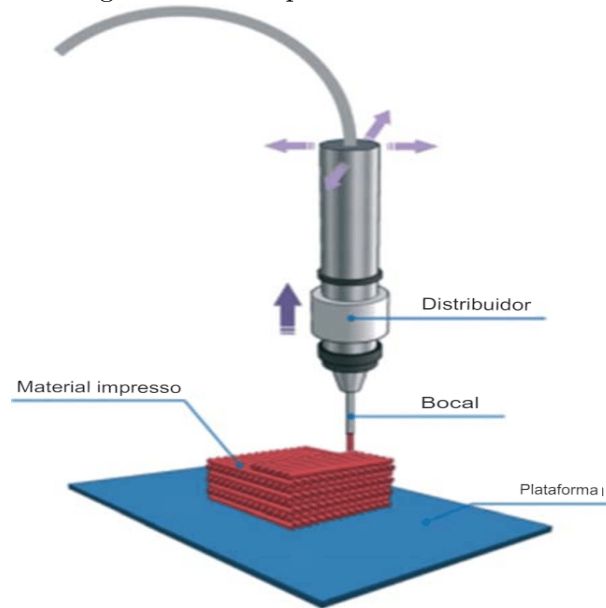
Vantagens do Robocasting:

- Precisão: A criação de estruturas complexas com detalhes finos é possível com o uso de sistemas robóticos, que garantem a deposição precisa do material.
- Versatilidade: O uso de várias pastas coloidais permite a fabricação de componentes cerâmicos, metálicos ou compósitos.
- Ambiente Aberto: O robocasting geralmente ocorre em um ambiente aberto, sem a necessidade de câmaras fechadas ou atmosferas controladas. Isso o difere de outros métodos de manufatura aditiva.

Problemas e Limitações:

- Preparação da Pasta: A viscosidade e a homogeneidade da pasta são cruciais para a qualidade da impressão. Qualquer inconsistência pode resultar em defeitos na peça final.
- Velocidade de Impressão: A velocidade de impressão pode ser limitada dependendo da viscosidade do material e do tamanho do bico.
- Retração durante a sinterização: Como em outras técnicas cerâmicas, a retração durante a sinterização pode ser um problema, o que significa que os parâmetros devem ser ajustados e otimizados.

Figura 2.11 - Esquema do método RC.



Fonte: Adaptado de Saggiomo (2020).

2.2.10 Jato de Tinta (InkJet)

O método de Jato de Tinta, que é conhecido em inglês como *InkJet*. Este método se assemelha ao apresentado na seção 2.2.3, se diferenciando por não apresentar um leito. Embora seja comumente encontrada no setor de impressão gráfica, essa técnica também foi amplamente utilizada na manufatura aditiva (IBRAHIM et al., 2006). Uma visão geral desta abordagem no contexto da manufatura aditiva é fornecida abaixo:

Mecanismo de Funcionamento:

- a) Preparação do Material: Os cartuchos de impressão são encheidos com um material, normalmente tinta ou pasta fluida. Estas "tintas" podem ser feitas com partículas cerâmicas, metálicas ou poliméricas suspensas em um meio líquido.
- b) Deposição Seletiva: Pequenas quantidades do material são extraídas e depositadas com precisão sobre uma plataforma ou substrato usando um cabeçote de impressão para atingir o projeto digital desejado.
- c) Construção em camadas: Quando uma camada é colocada, a plataforma desce, permitindo a formação da próxima camada sobre a camada anterior.

- d) Cura e Pós-processamento: De acordo com o material, pode ser necessário um processo de cura (por exemplo, luz ultravioleta) ou sinterização posterior para tornar a peça mais sólida e com as propriedades certas.

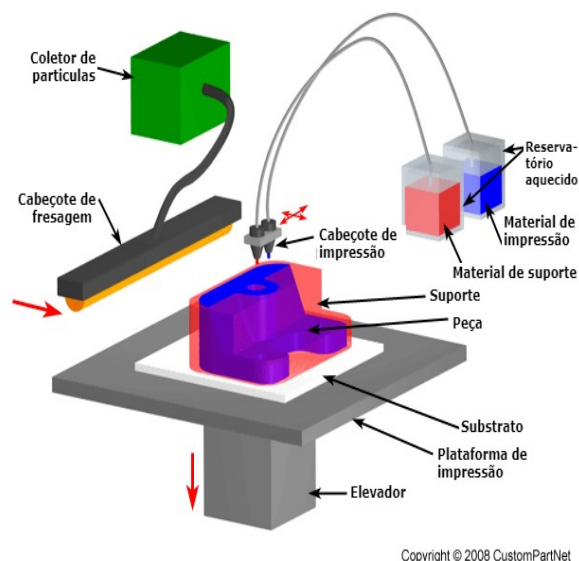
Vantagens da impressão por Jato de Tinta:

- Alta Resolução: A técnica permite o uso de gotas extremamente pequenas, o que resulta em um produto com alta resolução e detalhes finos.
- Multimaterial: Alguns sistemas de impressão por jato de tinta permitem a impressão de vários materiais simultaneamente. Isso permite que as peças tenham propriedades variadas e gradientes de material.
- Rapidez: A técnica pode ser bastante rápida em comparação com outras técnicas de manufatura aditiva.

Problemas e Limitações:

- Viscosidade do Material: O material deve ter uma faixa de viscosidade ideal para que o cabeçote de impressão o ejetar bem.
- Obstrução do Cabeçote: A obstrução do cabeçote de impressão pode ser causada por partículas maiores ou aglomeradas.
- Adesão e Coesão: Pode haver problemas com a adesão entre camadas ou com a coesão interna do material, a depender do material e do substrato.

Figura 2.12 - Esquema do método InkJet.



Fonte: Adaptado de Shamaas (2022).

2.3 Aplicações da MA no setor aeroespacial

A evolução recente da indústria aeroespacial tem sido marcada pelo aumento da reutilização de componentes de foguetes, especialmente propulsores de primeira fase. Esta prática, além de representar uma abordagem mais econômica e sustentável, tem se beneficiado significativamente da manufatura aditiva de cerâmicas.

Do ponto de vista econômico, a fabricação tradicional de componentes de foguetes é um processo caro. Anteriormente, após o lançamento, muitos desses componentes eram descartados, representando uma perda substancial de investimento. Com a introdução da manufatura aditiva de cerâmicas, agora é possível produzir peças com geometrias complexas e propriedades específicas a custos reduzidos. Esta capacidade reduz o custo geral de produção e, quando combinada com a reutilização, torna o lançamento de veículos espaciais significativamente mais acessível.

Ambientalmente, a reutilização de componentes limita o desperdício e a emissão de detritos espaciais. Além disso, a manufatura aditiva, ao otimizar a utilização de materiais e energia, oferece uma abordagem mais ecológica à produção. As cerâmicas, em particular, são materiais robustos, resistentes a altas temperaturas e corrosão, tornando-as ideais para diversas aplicações aeroespaciais, especialmente quando produzidas através da manufatura aditiva.

A integração da manufatura aditiva de cerâmicas na produção e reutilização de componentes de foguetes sinaliza uma mudança profunda na indústria aeroespacial. Esta combinação não apenas redefine os padrões de eficiência econômica, mas também destaca o compromisso do setor com práticas sustentáveis e inovadoras, pavimentando o caminho para um futuro aeroespacial mais responsável e acessível.

2.3.1 Tubeiras

A manufatura aditiva, comumente conhecida como impressão 3D, tem emergido como uma técnica promissora na fabricação de componentes para foguetes, incluindo tubeiras. [Durkee et al. \(2020\)](#) contribuíram para este campo com seu trabalho sobre o design e teste de tubeiras de foguete de pequena escala fabricadas aditivamente em Ácido Polilático (PLA) e Sinterização Seletiva a Laser (SLS) de nylon que incorporam resfriamento líquido.

[McClain et al. \(2019\)](#) exploraram a manufatura aditiva de tubeiras de foguete sólido reforçadas com fibra de carbono e carbetto de silício . [Quigley e Lyne \(2014\)](#) desenvolveram uma tubeira resfriada a líquido impressa em 3D para um motor de foguete híbrido, demonstrando a aplicabilidade da impressão 3D em aplicações de propulsão . [Dickerson et al. \(2004\)](#) apresentaram um método para produzir revestimentos de tubeira de foguete resistentes à recessão com base em ZrC/W através do método de compensação de porosidade deslocativa (DCP) . [Schmidt et al. \(2004\)](#) discutiram materiais compósitos avançados de matriz cerâmica para aplicações tecnológicas de propulsão atual e futura.

Figura 2.13 - Exemplo de tubeira fabricada por MA.



Fonte: AUBURN UNIVERSITY (2021).

2.3.2 Estrutura de Veículos Espaciais

O uso de cerâmicas como escudo térmico na fuselagem de foguetes é conhecido desde os primeiros foguetes, sendo o seu uso mais conhecido no *Space Shuttle*. O Reinforced Carbon-Carbon (RCC) foi o material utilizado para construir o escudo térmico do *Space Shuttle*. Este material foi projetado para proteger as partes cruciais do ônibus espacial, como o nariz e a borda de ataque das asas, das altas temperaturas que ocorrem durante a reentrada na atmosfera terrestre (CRAMER et al., 2006).

Os desafios técnicos e de engenharia são muito maiores em projetos aeroespaciais modernos, como o *Starship* (referenciado na Figura 2.14). Isso se deve ao fato de que essa nave, em particular, foi projetada para suportar várias entradas e saídas nas atmosferas de Marte e da Terra, o que requer um nível maior de resistência e eficiência em seu escudo térmico e sistemas de engenharia (WESTPHALA; MAIWALDB, 2022).

Figura 2.14 - Escudo térmico projeto Starship.



Fonte: 90Goals (2023).

Com sua adoção crescente no setor aeroespacial, a Manufatura Aditiva (MA) está revolucionando a construção de foguetes. Ao longo do tempo, componentes que eram tradicionalmente fabricados por métodos convencionais estão sendo progressivamente substituídos por peças impressas em 3D. Em alguns modelos de foguetes, esta mudança é significativa, não apenas marginal. Por exemplo, no *Terran 1* (Figura 2.15), desenvolvido pela *Relativity Space*, essa substituição de componentes tradicionais por impressos alcança impressionantes 85% da massa total do veículo (SPACE, 2023).

Figura 2.15 - Terran 1, lançado em 2023 pela Relativity Space.



Fonte: Space (2023).

3 METODOLOGIA

O desenvolvimento deste trabalho foi dividido em 4 etapas que consiste em: preparação da massa cerâmica, impressão de peças, sinterização e por ultimo caracterização e ensaio dos corpos de prova.

3.1 Materiais utilizados

Para execução deste trabalho foram usados os seguintes materiais:

- Alumina Calcificada (Al_2O_3) APC-G cedida pela Alcoa, com diâmetro médio de $5 \mu m$ (ficha com especificações no ANEXO A)
- Carbetto de Silício (SiC) que foi fornecido pela empresa Saint Gobain), selecionado granulometricamente para limitar a faixa de tamanhos de partículas abaixo de 200 mesh ($74 \mu m$)
- Zircônia tetragonal estabilizada por 3% em mol de ítria, com diâmetro médio de $2,6 \mu m$ (fornecido pela empresa Shandong Zhongshun)
- Carboximetilcelulose (CMC)
- Polietilenoglicol (PEG) 400 da marca: Synth lote P1022.01.BJ

3.2 Massa cerâmica

A proporção relativa de componentes cerâmicos para cada grupo é apresentada na Tabela 3.1, enquanto os detalhes sobre a composição percentual de cada massa cerâmica estão especificados na Tabela 3.2.

Tabela 3.1 - Composição das cerâmica estudadas.

Massa	Al_2O_3 (%)	SiC (%)	ZrO_2 (%)
1	100	-	-
2	88,5	4	7,5
3	100	-	-
4	88,5	4	7,5
5	90	-	10

Tabela 3.2 - Composição das massas cerâmicas estudadas.

Massa	Cerâmica (%)	Água (%)	PEG (%)	CMC (%)
1	74	22	3,5	0,5
2	70	26	3,5	0,5
3	70	26	3,5	0,5
4	72,7	23,3	3,50	0,5
5	70	26	3,5	0,5

Uma das dificuldades da elaboração da massa cerâmica é adequar a composição a uma consistência adequada que seja suficientemente firme para que a peça impressa se mantenha estável e ao mesmo tempo não necessite de excessiva pressão para a sua extrusão.

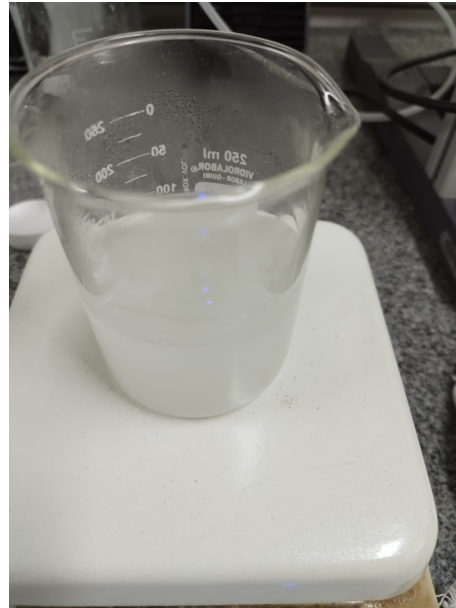
Para isso foram testadas diversas massas. Inicialmente foi usado a alumina (Al_2O_3) que foi misturada com o ligante Carboximetilcelulose (CMC) e com o lubrificante Polietilenoglicol 400 (PEG) variando a proporção destes componentes até obtenção de uma massa com consistência adequada ao uso. Quando os valores de CMC eram baixos, a massa se desintegrava com facilidade, impedindo uma extrusão contínua através do bico de impressão. Em contrapartida, com valores elevados de CMC, a massa adquiria uma consistência elástica. Esse comportamento não apenas tornava o processo de extrusão mais desafiador, necessitando de pressões mais altas para efetuar a extrusão, mas também fazia com que a massa retornasse ao reservatório quando havia um alívio de pressão. Quando os valores de PEG eram reduzidos, a massa tornava-se pegajosa, aderindo indesejavelmente às partes internas da impressora 3D, o que podia causar obstruções ou interferir no processo de impressão. Em contraste, com concentrações elevadas de PEG, a massa se desintegrava, e um efeito colateral desse comportamento era a falta de adesão entre as camadas impressas, comprometendo a coesão e a estrutura final da peça.

Para a elaboração da massa o CMC é diluído na água desmineralizada a 50 °C no agitador magnético (Figura 3.1a). O CMC é adicionado aos poucos e a temperatura é elevada até 60 °C. A temperatura é mantida em 60 °C e a solução é agitada até que esteja homogênea (Figura 3.1b). Após o resfriamento da solução o PEG é adicionado.

Figura 3.1 - Etapa de diluição do CMC em água.



(a) Água a 50 °C



(b) Solução homogênea CMC + água

Para a fabricação das amostras dos Grupos 0 a 3, conforme apresentado na Tabela 3.3, as massas foram misturadas manualmente, adotando o procedimento estabelecido por Reis (2017). No entanto, buscando aprimorar a homogeneidade das misturas, o procedimento para os Grupos 4 a 6 foi revisado da seguinte maneira:

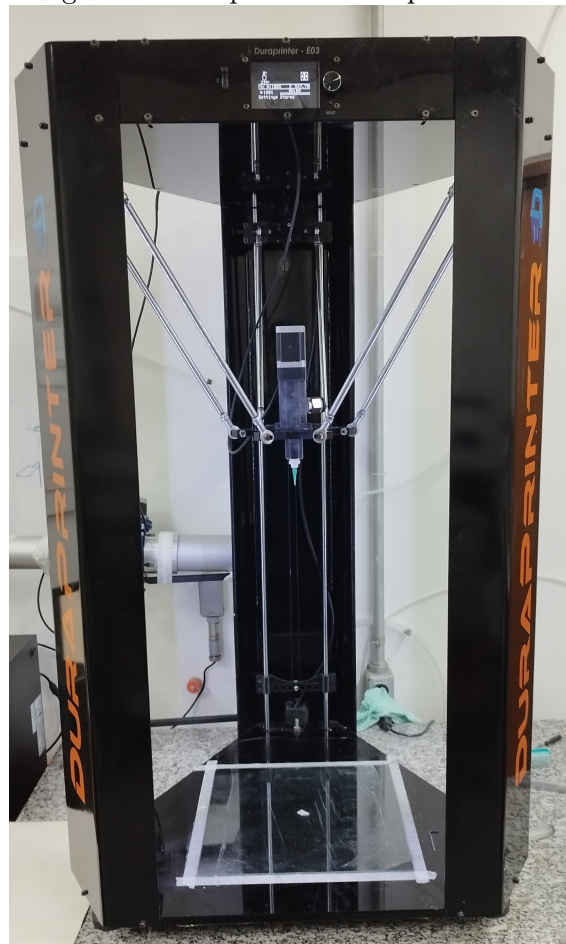
- Antes de serem adicionados à massa, os pós foram previamente misturados. Esta etapa envolveu a combinação dos pós de alumina, carbetto de silício e zircônia, que foram processados à seco em um jarro de nylon contendo esferas de alumina e levados para o moinho de bolas a uma velocidade de 100 rpm durante 6 horas.
- Posteriormente, esses pós foram integrados à solução de PEG e CMC, sendo misturados em uma argamassadeira por um período de 10 minutos.

3.3 Impressão

A impressora usada neste trabalho é a impressora 3D da marca Duraprinter modelo E03 (Figura 3.2), pelo método *Robocasting*. É uma impressora do tipo Delta, onde a movimentação nos eixos X, Y e Z se dá pela combinação do movimento vertical de 3 motores diferentes. Apresenta a possibilidade de imprimir diretamente de um

computador ou de um cartão SD. A vantagem de imprimir usando o computador é o maior controle durante o processo de impressão, sendo possível abortar a impressão e modificar as suas configurações rapidamente. Existem dois tipos de reservatório de massa: eletromecânico e pistão pressurizado por ar comprimido. No reservatório eletromecânico um motor elétrico empurra o pistão que expulsa a massa para o cabeçote da impressora. Já no segundo tipo, o movimento do pistão é feito por ar pressurizado. Eles se diferenciam no tempo que a pressão é mantida, onde o eletromecânico somente pressuriza a massa no momento de extrusão e o segundo tipo mantém a massa pressurizada durante 100% do tempo.

Figura 3.2 - Impressora Duraprinter E03.



A impressora conta com diversos tamanhos de bico para impressão, existem 9 bicos metálicos (Figura 3.3a) que tem de 2 mm a 10 mm de diâmetro de saída e 6 bicos plásticos (Figura 3.3b) que tem de 0,26 mm a 1,55 mm. Quanto maior for o diâmetro

do bico menor vai ser o tempo de impressão de peças, porém essa redução de tempo implica em redução da qualidade de definição da peça a ser confeccionada. O uso de bicos metálicos também é recomendado para materiais abrasivos, já que o bico de plástico apresenta menor resistência a abrasão. Devido a algumas características da massa cerâmica, como tamanho de partícula e viscosidade, o uso de bicos de diâmetros muito pequenos é prejudicado. Em alguns casos a extrusão é impedida pelo entupimento do bico, por isso a escolha do bico é de extrema importância. Para este trabalho foi escolhido o bico metálico de 2 mm para as primeiras peças e os bicos de plástico de 1,20 mm e 0,84 mm.

Figura 3.3 - Bicos disponíveis para impressão.



(a) Bicos metálicos



(b) Bicos plásticos

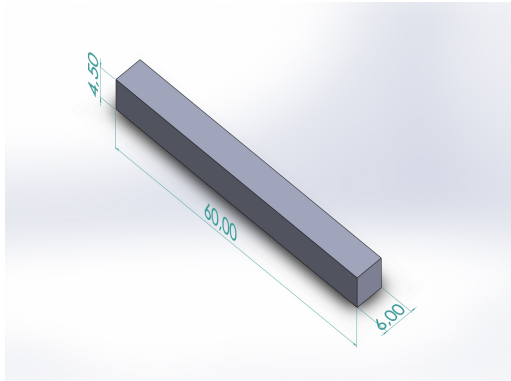
Antes de iniciar a impressão é feito uma checagem no nivelamento da mesa, no reservatório de massa desejado e a montagem adequada das peças da impressora. Depois disso é escolhida a massa cerâmica que será usada e o diâmetro do bico de impressão. Também é importante que a configuração da impressora esteja correta. Sendo que para cada material e bico escolhido vai existir uma configuração diferente. Neste trabalho a impressão foi feita seguindo uma adaptação das etapas citadas na Figura 2.1, essas etapas serão melhor explicadas abaixo e ilustradas na Figura 3.4.

- O desenho em CAD foi feito para atender a necessidade dos testes e ensaios realizados.
- Com o desenho em CAD é necessário transformar para um arquivo .STL, isso foi feito diretamente salvando o desenho da peça nesse formato.
- Com o desenho da peça em .STL foi usado o Ultimaker Cura para "fa-

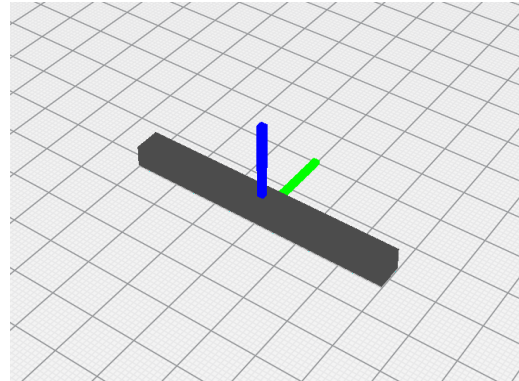
tiar" a peça, esse fatiamento significa mudar de formato .STL para formato .GCode. O arquivo em .GCode contém todas as informações de configuração de impressão e o caminho a ser percorrido pelo bico de extrusão.

- Com o desenho da peça "fatiado" conectamos o computador diretamente na impressora por um cabo USB e podemos dar início a impressão.
- O processo de fabricação por *Robocasting* é relativamente simples. O reservatório pressuriza a massa que entra no cabeçote de impressão, onde tem um fuso de extrusão que empurra essa massa para o bico, o bico é então movimentado no plano XY conforme o caminho definido pelo "fatiador". Após cada camada o bico sobe no eixo Z para começar a impressão de uma nova camada.
- Para a remoção da peça da mesa de impressão é aguardado 24 horas após a impressão. Após esse tempo a peça pode ser retirada manualmente, com o devido cuidado para não quebrar a peça.
- Como pós-processamento a peça foi sinterizada conforme a curva mencionada na Figura 3.10, antes de levar a peça para o forno ela foi lixada para remover as imperfeições da impressão.
- A aplicação final das peças foi a realização de testes e ensaios.

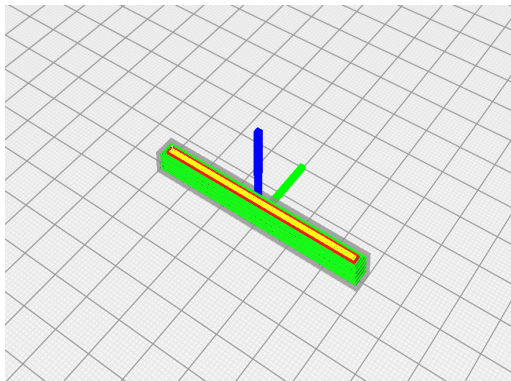
Figura 3.4 - Etapas realizadas para a impressão das peças para os ensaios.



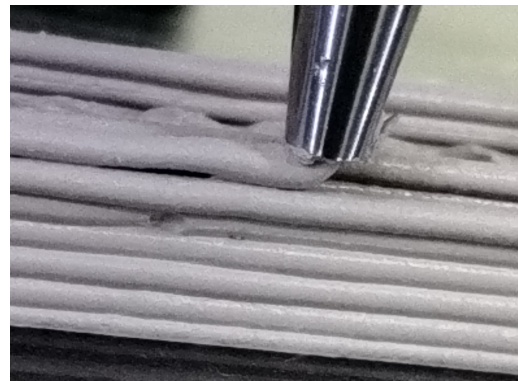
(a) Desenho da peça em CAD



(b) Peça em .STL no software de fatiamento



(c) Peça em .GCode pronta para impressão



(d) Processo de extrusão da massa pelo bico

3.3.1 Impressão de peças

Inicialmente foram escolhidas para serem analisadas as seguintes configurações: Velocidade de impressão, altura de camada e fluxo. A velocidade de impressão é uma configuração que varia a velocidade de movimento do bico de extrusão no plano XY de impressão. Altura de camada se refere ao deslocamento do bico de impressão no eixo Z após a conclusão de cada camada. O fluxo se refere a quantidade de material que será depositada, quanto maior o valor do fluxo maior é a velocidade de rotação do fuso de extrusão.

Para uma categorização mais sistemática e clara dos dados coletados, foram criados sete grupos distintos. O grupo designado como "grupo zero" foi atribuído essa denominação específica devido ao seu papel crucial no processo experimental. Este grupo foi primordialmente empregado para efetuar as configurações iniciais de velocidade de impressão, altura de camada e fluxo do equipamento de impressão. Dessa forma,

as amostras pertencentes a este conjunto não passaram pelo processo de sinterização, permanecendo, portanto, em seu estado verde. A Tabela 3.3 apresenta as peças pertencentes a cada grupo e a respectiva massa (Tabela 3.2) que foi usada na sua impressão.

Tabela 3.3 - Categorização das peças em grupos, explicitando o tipo de massa usado em cada grupo.

Grupo	Peças	Massa
0	1 a 60	1
1	61 a 72	2
2	73 a 79	3
3	80 a 85	3
4	86 a 100	1
5	101 a 110	4
6	111 a 130	5

3.3.2 Peças para ensaios (Grupos 1 a 6)

Com o aprendizado das peças do grupo "zero" foi possível aprender a influência das configurações nas propriedades das amostras. Como a velocidade influencia na precisão dimensional da peça, foram escolhidas velocidades baixas para melhorar a precisão. Com a escolha da velocidade foi necessário adaptar os valores de fluxo e altura de camada a depender da massa.

Para os ensaios iniciais foram impressas 25 peças (Grupos 1 a 3) com dimensões de 60 mm x 10 mm x 5 mm. Nessas peças foram testadas novas configurações, onde é possível variar a velocidade de preenchimento da velocidade das paredes além de diferenciar o fluxo total, fluxo do preenchimento e fluxo da primeira camada. As paredes consistem na parte mais externa da peça, sendo o preenchimento o interior da peça. As peças são impressas de dentro (preenchimento) para fora (parede), do centro para as extremidades. Já a altura de camada é o valor que o bico sobe após terminar de imprimir totalmente a camada, ou seja, uma peça com 10 mm e altura de camada de 1 mm vai ter no total 10 camadas. Todas as 25 peças foram impressas com velocidade 5,2 mm/s e velocidade de preenchimento de 6 mm/s. As peças 61 a 79 foram impressas com altura da primeira camada de 0,5 mm e altura de camada de 0,9 mm. Já as peças 80 a 85 foram impressas com altura da primeira camada de 0,3 mm e altura de camada de 0,4 mm.

Depois foram impressas mais 45 peças (Grupos 4 a 6), Nesses grupos foram usadas 3 massas com composições diferentes, conforme a Tabela 3.2. Nessas impressões foi testado o uso do reservatório pressurizado por ar comprimido. Todas as 45 peças foram impressas com altura da primeira camada de 0,5 mm e altura de camada de 1,0 mm. O grupo 4 foi impresso com velocidade de impressão de 6 mm/s, já os grupos 5 e 6 foram impressos com velocidade de 4 mm/s. Essa alteração de velocidade foi necessária para permitir que uma camada seque antes da deposição da outra.

A variação do valor de fluxo, fluxo de preenchimento e fluxo da primeira camada é feito a partir da necessidade de cada peça. Aumentar o fluxo da primeira camada evita furos no inicio de impressão. Reduzir o fluxo de preenchimento evita o excesso de material no interior da peça.

3.3.2.1 Grupo 1 - peças 61 a 72

Nas peças 61 a 72 (Figura 3.5), devido à adição de SiC e ZrO_2 , foi necessário usar configurações de fluxo diferentes das massa de Al_2O_3 . Para as paredes foi usado um fluxo de 85%, fluxo de preenchimento de 72% e um fluxo na primeira camada de 95%. Após 24 horas da impressão as peças foram pesadas e medidas, seus valores se encontram na Tabela A.3 no Apêndice A.

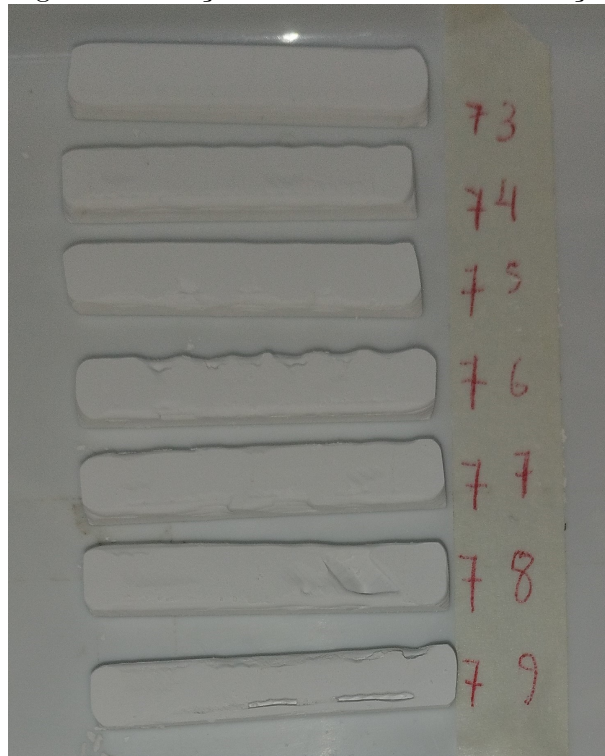
Figura 3.5 - Peças 61 a 72 antes da sinterização.



3.3.2.2 Grupo 2 - peças 73 a 79

As peças 73 a 79 (Figura 3.6) foram impressas com um fluxo de 100%, fluxo de preenchimento de 110% e um fluxo na primeira camada de 115%. Após 24 horas da impressão as peças foram pesadas e medidas, seus valores se encontram na Tabela A.3 no Apêndice A.

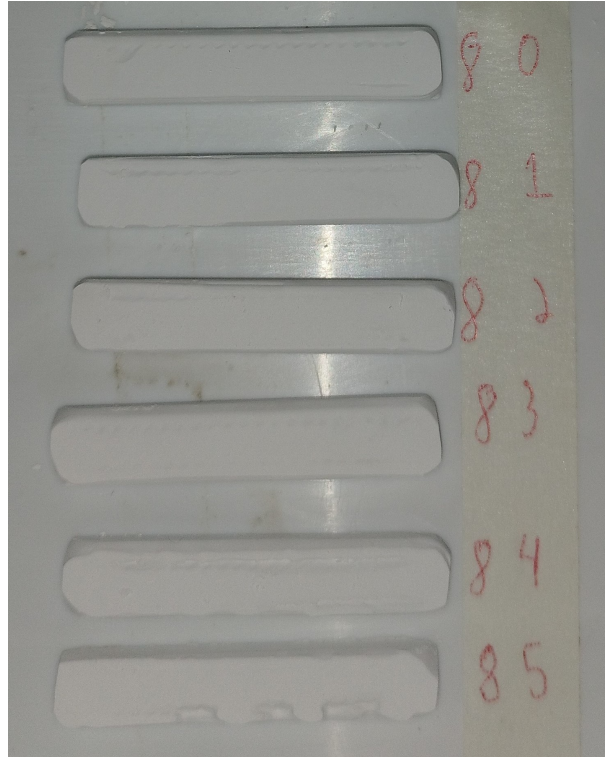
Figura 3.6 - Peças 73 a 79 antes da sinterização.



3.3.2.3 Grupo 3 - peças 80 a 85

As peças 80 a 85 (Figura 3.7) foram usadas para comparar a influência da altura de camada na resistência final da peça. Devido a diminuição da altura de camada foi necessário reduzir o fluxo nas paredes para 85%, fluxo de preenchimento de 80% e um fluxo na primeira camada de 95%. Após 24 horas da impressão as peças foram pesadas e medidas, seus valores se encontram na Tabela A.3 no Apêndice A.

Figura 3.7 - Peças 80 a 85 antes da sinterização.



3.3.2.4 Grupo 4 - peças 86 a 100

As peças 86 a 100 (Figura 3.8) foram impressas com um fluxo de 110%, fluxo de preenchimento de 110% e um fluxo na primeira camada de 120%. Após 24 horas da impressão as peças foram pesadas e medidas, seus valores se encontram na Tabela A.3 no Apêndice A.

Figura 3.8 - Amostras do grupo 4 antes da sinterização.



3.3.2.5 Grupo 5 - peças 101 a 110

As peças 101 a 110 foram impressas com um fluxo de 180%, fluxo de preenchimento de 180% e um fluxo na primeira camada de 200%. Após 24 horas da impressão as peças foram pesadas e medidas, seus valores se encontram na Tabela A.3 no Apêndice A.

3.3.2.6 Grupo 6 - peças 111 a 130

As peças 111 a 130 (Figura 3.9) foram impressas com um fluxo de 100%, fluxo de preenchimento de 60% e um fluxo na primeira camada de 100%. Após 24 horas da impressão as peças foram pesadas e medidas, seus valores se encontram na Tabela A.3 no Apêndice A.

Figura 3.9 - Amostras do grupo 6 antes da sinterização.



3.4 Processamento convencional

Para efeito de comparação da propriedade mecânica a composição de alumina aditivada com zircônia e carbeto de silício foi misturada em moinho de bolas com álcool isopropílico, durante 6 horas na rotação de 150 rpm, com uma proporção de 5:1 de esferas de alumina de 6 mm de diâmetro em relação à quantidade de pó. Após a mistura a amostra foi seca em estufa na temperatura de 100°C e desaglomerada em peneira de 100 mesh.

O processo de compactação das amostras foi realizado em uma prensa hidráulica com matriz de aço. A pressão uniaxial utilizada foi de 160 MPa. As amostras à verde foram confeccionadas com as medidas aproximadas de 53 mm de comprimento por 6 mm de largura e 2,5 mm de espessura. Foram feitas 10 amostras.

3.5 Sinterização

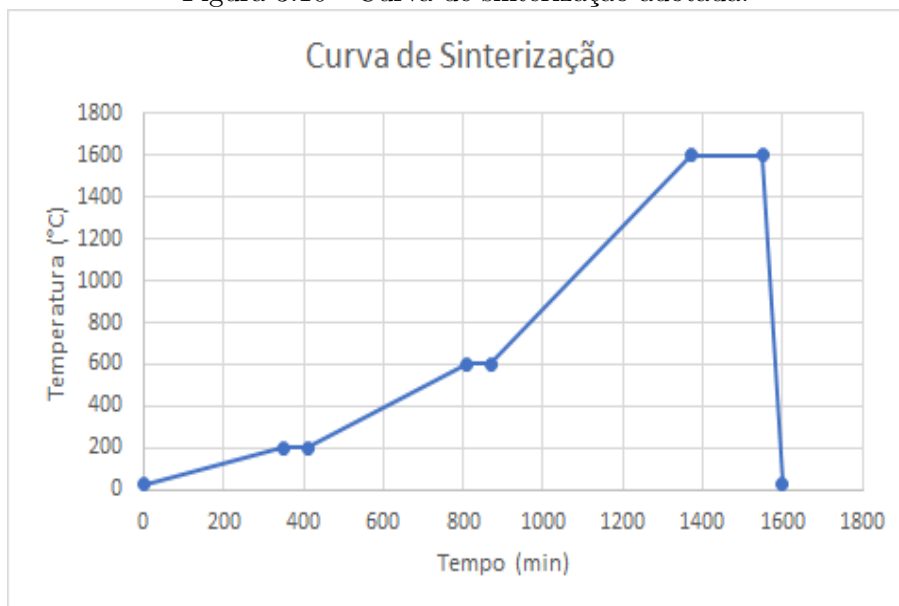
A sinterização é um processo térmico que consolida materiais cerâmicos em pó, coalescendo os grãos e formando uma peça densa e coesa. Durante a sinterização, a temperatura é elevada abaixo do ponto de fusão do material cerâmico, permitindo

que as partículas do material se unam por difusão atômica. Este processo aumenta a resistência mecânica e as propriedades físicas do material, diminuindo sua porosidade. É uma parte importante da fabricação de produtos cerâmicos, garantindo a obtenção das características desejadas para aplicações específicas (GERMAN, 1996).

Para a escolha da curva de sinterização foi considerado o trabalho de Oliveira (2018), reduzindo a taxa de aquecimento de 10 °C/min para 2 °C/min para evitar deformações e trincas.

Neste trabalho, para a sinterização das peças, foi adotada a curva da Figura 3.10 onde a peça chega até 200 °C a uma taxa de 0,5 °C/min ficando a 200 °C por 60 minutos, depois é aquecida até 600 °C a uma taxa de 1,0 °C/min mantendo a 600 °C por 60 minutos e por fim de 600 °C até 1600 °C com uma taxa de 2 °C/min e se mantém nessa temperatura por 180 minutos. O resfriamento da peça não é controlado, sendo resfriada naturalmente até o forno chegar a temperatura ambiente.

Figura 3.10 - Curva de sinterização adotada.



A sinterização das amostras preparadas por processamento convencional (compactação) foi realizada com uma taxa de aquecimento de 2 °C/min até a temperatura de 1600 °C, com tempo de permanência de 180 minutos.

Para realizar a sinterização foi usado o forno da marca Carbolite modelo HTF (Figura 3.11), uma vez que ele atende a necessidade de controlar com certa precisão a curva de sinterização. Para evitar que as peças fiquem deformadas elas foram colocadas entre duas placas refratárias com um peso em cima. Sendo adicionado uma fina camada de alumina em pó entre as peças e as placas para evitar que fiquem grudadas.

Figura 3.11 - Forno Carbolite.



Antes da sinterização foi feito um acabamento superficial para retirar as linhas de impressão. Esse acabamento foi realizado com uma lixa d'Água 600.

3.6 Caracterização e ensaio dos corpos de prova

Após a sinterização os corpos de prova foram submetidos a algumas caracterizações e ensaios. Esses ensaios tem como objetivo analisar as características das peças fabricadas pela impressão 3D.

3.6.1 Retração linear

As dimensões das peças diminuem significativamente durante o processo de sinterização. Monitorar essa retração é fundamental para garantir a precisão dimensional e a qualidade do produto final. A verificação é feita comparando minuciosamente as dimensões da peça antes e depois da sinterização. Esta análise fornece informações

importantes sobre a eficácia do processo e quais mudanças podem ser necessárias em etapas posteriores.

Para o cálculo será utilizada a seguinte equação:

$$R_L = \frac{L_v - L_s}{L_v} * 100 \quad (3.1)$$

Sendo, R_L a retração linear em porcentagem, L_v a dimensão da peça verde (antes de sinterizar) e L_s a dimensão da peça após a sinterização.

O conhecimento sobre a retração do material é importante para que a dimensão final da peça atenda a necessidade do projeto. Sendo assim possível desenhar no CAD uma peça de dimensões ligeiramente maiores que vão chegar exatamente a dimensão final desejada.

3.6.2 Variação de massa

A massa é formada pelo material cerâmico em pó adicionado de água, PEG e CMC. Sendo que o ponto de volatilização desses materiais são menores que a temperatura de sinterização, logo é possível averiguar se todo material adicionado foi realmente expulso durante o processo de sinterização medindo a variação do peso das peças e comparando com a quantidade de material adicionado aos pós cerâmicos.

3.6.3 Ensaio de flexão

Neste estudo, avaliamos as propriedades mecânicas das amostras cerâmicas através de dois ensaios de flexão distintos. Inicialmente, conduzimos o ensaio de flexão de quatro pontos, avaliando a resistência das peças quando apoiadas em dois pares de pontos. Em seguida, empregamos o ensaio de flexão a três pontos, onde a carga foi aplicada em um único ponto central. Ambos os ensaios ofereceram informações valiosas sobre a integridade e comportamento mecânico das amostras e foram realizados conforme a disponibilidade dos laboratórios que colaboraram na realização.

Cerâmicas são materiais frágeis, e por isso apresentam pouca deformação até a sua falha. Para obter a tensão de ruptura a flexão de um material cerâmico geralmente é usado o ensaio de flexão em 4 pontos, porque uma maior extensão do elemento ensaiado está sujeito ao momento fletor máximo. Para seu ensaio os corpos de provas podem ser no formato circular, quadrado ou retangular (BEREZOWSKI et al., 2002;

FERREIRA, 2020).

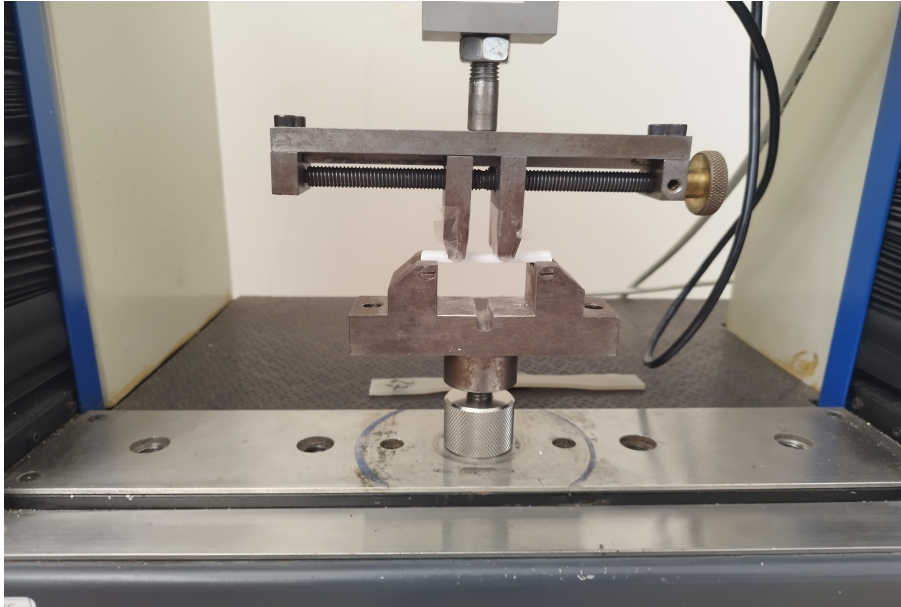
As peças 61 a 85 foram submetidas ao ensaio de flexão na Máquina Universal de Ensaio EMIC (Figura 3.12). Este ensaio foi realizado no Departamento de Materiais (DEMAR) na EEL/USP-Lorena.

Figura 3.12 - Máquina Universal de Ensaio EMIC.



Para a realização do teste colocamos a peça nos apoios (Figura 3.13) e aproximamos manualmente o máximo possível o dispositivo superior que fará o carregamento da carga na peça. Iniciando no computador o procedimento de teste, onde vai gerar uma lista com os dados de Tempo x Força (N).

Figura 3.13 - Peça teste posicionada nas garras.



As peças 86 a 130 foram submetidas ao ensaio de flexão de 3 pontos, esse ensaio foi realizado na Divisão de Integração e Ensaios (AIE) do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE).

O ensaio de flexão a 3 pontos é uma técnica amplamente utilizada para determinar as propriedades de resistência à flexão de materiais. Durante o ensaio, uma amostra é apoiada em dois pontos, enquanto uma força é aplicada no ponto central da amostra, criando um momento de flexão.

O ensaio começa com a aplicação gradual de uma carga no centro da amostra até que ocorra a falha. A distância entre os dois pontos de apoio e a velocidade de aplicação da carga são mantidas constantes e especificadas de acordo com normas pré-estabelecidas ou requisitos do teste.

Através dos dados coletados durante o ensaio, é possível calcular a tensão máxima de flexão, que é o valor máximo de tensão que o material pode suportar antes da falha. Esta medida é fundamental para compreender e prever o comportamento dos materiais sob condições de carregamento de flexão.

A fórmula para o ensaio de flexão a três pontos:

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (3.2)$$

Onde:

- σ é a tensão em Mpa
- F é a força máxima aplicada no ponto de ruptura (em Newtons);
- L é a distância entre os dois apoios (em mm);
- b é a largura da amostra (em mm);
- h é a altura (ou espessura) da amostra (em mm).

3.6.4 Microscopia

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é um método que usa um feixe de elétrons para examinar a superfície de uma amostra em profundidade, fornecendo resoluções que abrangem a faixa de nanômetros. Em vez de usar luz, o MEV usa elétrons que interagem com a superfície da amostra e criam sinais de alta resolução que fornecem informações morfológicas (STEFANAKI, 2008).

Em materiais não condutores como as cerâmicas, é necessário o tratamento de sua superfície colocando uma camada fina de um material condutor. A esta operação chamamos de metalização. Estas medidas são necessárias para evitar o acúmulo de cargas elétricas que interferem na obtenção e visualização da imagem da amostra. Neste trabalho, devido as características isolantes da cerâmica, foi necessário metalizar as amostras com um filme de ouro. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico marca Tescan Vega do Laboratório de Microscopia do COPDT/INPE.

3.6.5 Difratometria

A Difração de Raios X (DRX) é um método popular para determinar a estrutura cristalina de um material. Quando ondas, como raios X, interagem com estruturas ordenadas, como átomos em um cristal, ocorre a difração. A identificação e a caracterização da estrutura cristalina do material são possíveis por meio da análise das diferenças de fase e amplitude destas ondas difratadas (FONSECA FILHO et al., 2013). Neste trabalho foi usado um difratômetro de raio x da marca Empyrean modelo X'pert. Este ensaio foi realizado no Departamento de Materiais (DEMAR) na EEL/USP-Lorena.

A relação entre o ângulo de difração, o comprimento de onda dos raios X e a distância entre os planos cristalinos é dada pela equação de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.3)$$

onde:

- n é um número inteiro (a ordem da difração).
- λ é o comprimento de onda dos raios X.
- d é a distância entre os planos cristalinos.
- θ é o ângulo de difração.

Para a identificação das fases foi necessário realizar uma comparação dos difratogramas obtidos com os dados padrões, utilizando o programa HighScore com o banco de dados do ICDD. Neste ensaio, as condições estabelecidas para a obtenção dos difratogramas foram a radiação $\text{CuK}\alpha$ obtida em 40 kV, com corrente de filamento em 35 mA, intervalo de medição de 10 a 90° e varredura com passo angular de 0,05°.

3.6.6 Área superficial

O método BET é amplamente utilizado para determinar a área superficial específica de um sólido por meio da adsorção de gases; o gás mais frequentemente utilizado é o nitrogênio. É assim chamada pois a equação matemática para determinação da área específica superficial foi desenvolvida por 3 cientistas chamados Brunet, Emmet e Teller (LOWELL et al., 2006).

Com base na teoria da adsorção física, esta abordagem permite que as moléculas de gás se fixem fisicamente à superfície de um objeto sem criar uma ligação química. Ao contrário da teoria de Langmuir, que considera apenas uma camada, a teoria BET leva em consideração a formação de várias camadas de adsorção na porção reta da curva determinada até o ponto $P/P_0 = 0,3$.

Normalmente, uma amostra é resfriada em nitrogênio líquido a 77 K, e um gás é adsorvido na superfície. A quantidade de gás adsorvido é medida em várias pressões. Após isso, uma isoterma de adsorção é criada com base nesses dados.

A equação BET é utilizada para encontrar a área superficial usando a isoterma de adsorção obtida. Os valores necessários para calcular a área superficial são fornecidos pela inclinação e interseção da reta da plotagem linear de acordo com a transformação BET.

Para esse trabalho o equipamento utilizado é um analisador de área específica por fisissorção de nitrogênio marca Quantachrome modelo NOVA2200e do COPDT/INPE. As amostras foram tratadas no vácuo a 300 °C por 3h antes da análise.

3.6.7 Massa específica real

A picnometria é um método popular para medir a massa específica real de materiais. A picnometria de gás hélio é o nome da técnica quando o gás hélio é usado para fazê-lo.

A massa específica real é considerada em uma amostra sem poros abertos ou fechados. A picnometria do gás hélio usa as propriedades especiais do gás, principalmente sua capacidade de penetrar poros muito pequenos que outros líquidos ou gases não podem (LOWELL et al., 2006).

A principal vantagem da picnometria de gás hélio é sua alta sensibilidade e precisão na determinação da massa específica real, especialmente para materiais porosos ou com estruturas internas complexas. O hélio pode penetrar em poros nanométricos devido à pequena dimensão molecular, fornecendo uma representação mais precisa da massa específica real do material. O picnômetro de hélio utilizado foi o da marca Quantachrome, modelo ULTRAPYC 1200e, do COPDT/INPE.

3.6.8 Massa específica aparente

O princípio de deslocamento de fluidos proposto por Arquimedes, um matemático e físico da Grécia Antiga, serve como base para o método de Arquimedes para calcular a massa específica aparente. A massa específica aparente fornece uma medida importante em vários campos, incluindo geologia e ciência dos materiais, tomando em consideração tanto a fase sólida quanto os poros de um material (LOWELL et al., 2006).

Cálculo da massa específica aparente é feita utilizando a fórmula:

$$\rho_a = \frac{M_d}{M_u - M_s} \quad (3.4)$$

onde:

- (M_d) = massa seca do material após tratamento a 110 °C por 24 horas em estufa
- M_u = massa úmida do material após ser fervida em água por 2 horas e mantida submersa por mais 24 horas.
- M_s = massa submersa. Para a determinação da "massa submersa" a amostra é colocada dentro de um cesto metálico e pendurado por um fio fino em um aparato próprio para o método.

A vantagem deste método é a universalidade e precisão. O princípio de Arquimedes é aplicável a uma ampla gama de materiais, o que o torna adequado para uma ampla gama de aplicações. A medição das massas seca, úmida e submersa permite uma representação precisa e detalhada da massa específica aparente do material em estudo. Este ensaio foi executado de acordo com a norma ASTM C373-72.

3.7 Resumo do procedimento experimental

A Figura 3.14 resume as informações do procedimento experimental adotado para a impressão das peças cerâmicas e respectivas caracterizações, de acordo com a massa cerâmica preparada e sua composição.

Figura 3.14 - Quadro resumo da metodologia adotada no trabalho.

Composição	Massa	Grupo	Variáveis da Fabricação das Peças	Caracterização após sinterização
Al ₂ O ₃	1	0	velocidade de impressão altura da camada fluxo de impressão reprodutibilidade bico para impressão mistura manual reservatório eletromecânico	
Al ₂ O ₃	3	2	mistura manual reservatório eletromecânico fluxo de impressão	densidade relativa picnometria retração linear perda de massa resistência à flexão
Al ₂ O ₃	3	3		
Al ₂ O ₃ +SiC+ZrO ₂	2	1		
Al ₂ O ₃	1	4	mistura em argamassadeira reservatório ar comprimido fluxo de impressão	densidade relativa picnometria retração linear perda de massa resistência à flexão área superficial DRX / MEV
Al ₂ O ₃ +SiC+ZrO ₂	4	5		
Al ₂ O ₃ +ZrO ₂	5	6		

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os principais resultados da pesquisa realizada nesta dissertação são apresentados neste capítulo. Buscamos explicar os fenômenos estudados e contribuir para o avanço do conhecimento na área usando metodologias rigorosas e dados coletados meticulosamente. Os resultados são apresentados de forma estruturada e sistemática, o que facilita a compreensão dos resultados e suas implicações. Cada seção subsequente deste capítulo discutirá os resultados específicos, como eles se relacionam com o quadro teórico discutido anteriormente e as inferências possíveis feitas com base nos dados.

4.1 Impressão de peças

A formulação desenvolvida permitiu a produção de uma massa cerâmica otimizada, demonstrando propriedades ideais para a fabricação bem-sucedida das primeiras peças através da impressão 3D pelo método de Robocasting. Para a medição das peças as dimensões X, Y e Z foram consideradas usando sempre X como a maior dimensão e Z como a menor. Para melhor organização foi usado a nomenclatura da Tabela 3.3 para a categorização e divisão das seções e subseções.

4.1.1 Testes de configuração inicial da impressora (grupo zero)

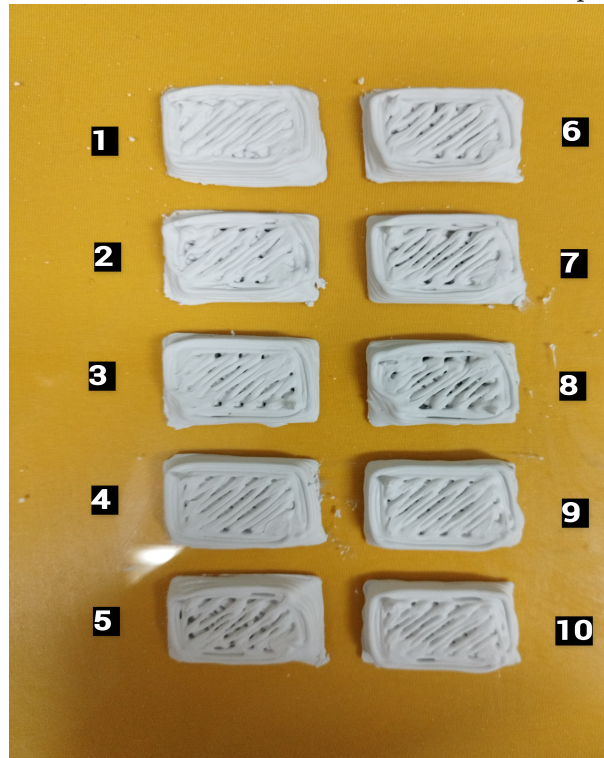
As peças 1 a 60, denominadas "grupo zero", foram usadas para testar as configurações iniciais da impressora 3d.

As peças 1 a 40 foram impressas com o formato de 40 mm x 30 mm x 8 mm. As peças 41 a 50 foram impressas com o formato de 100 mm x 20 mm x 9 mm. As peças 51 a 60 foram impressas com o formato de 40 mm x 30 mm x 7,5 mm

4.1.1.1 Teste de velocidade de impressão

Nas peças de 1 a 10 (Figura 4.1) a velocidade foi ajustada em um intervalo de 10 mm/s até 100 mm/s. O objetivo desse ajuste foi descobrir como a velocidade de impressão afeta as propriedades da peça final.

Figura 4.1 - Teste de diferentes velocidades de impressão.



Após a impressão as peças foram pesadas e tiveram as suas propriedades analisadas. Com os dados da Tabela 4.1 observou-se que o aumento de velocidade não afeta diretamente a massa da peça. No entanto, a precisão dimensional da peça tende a piorar à medida que a velocidade aumenta, pois o bico passa mais rapidamente sobre a peça e não deposita a massa de forma precisa. Aumentando também a quantidade de poros, devido as falhas de impressão.

Tabela 4.1 - Relação entre velocidade de impressão e massa das amostras.

Peças	Velocidade (mm/s)	Massa (g)
1	10	10,18
2	20	9,02
3	30	11,03
4	40	11,81
5	50	8,51
6	60	9,38
7	70	10,74
8	80	10,03
9	90	11,98
10	100	10,27

4.1.1.2 Teste de fluxo de impressão

Após a realização de testes de velocidade, foram impressas as peças 11 a 20 conforme Figura 4.2. Foi fixado uma velocidade de 50 mm/s, essa velocidade foi escolhida por ser a metade da faixa testada no teste de velocidade. O fluxo foi ajustado de 60% até 150% para avaliar sua influência nas amostras.

Figura 4.2 - Teste de diferentes fluxos de impressão.



A partir dos dados apresentados na Tabela 4.2 e com a Figura 4.2, percebe-se que o aumento do fluxo aumenta a massa e a dimensão final da peça. Isso se deve ao fato de que um aumento no valor do fluxo eleva a velocidade de rotação do fuso responsável pela extrusão da massa. Assim, com uma rotação mais rápida, maior quantidade de massa é depositada na peça. A escolha do valor do fluxo adequado para a impressão vai depender dos outros fatores como velocidade de impressão e altura de camada.

Tabela 4.2 - Relação entre fluxo e a massa das amostras impressas.

Peças	Fluxo (%)	Massa (g)
11	60	8,13
12	70	10,00
13	80	11,28
14	90	12,74
15	100	11,65
16	110	13,24
17	120	15,72
18	130	18,10
19	140	19,41
20	150	19,67

4.1.1.3 Teste de altura de camada

As peças 21 a 30 (Figura 4.3) foram impressas variando a altura de camada de 0,6 mm até 2,4 mm, com intervalos de 0,2 mm. As suas dimensões X, Y, e Z e a sua massa não foram medidas porque no momento da retirada das peças da mesa de impressão elas foram danificadas. Mesmo assim é possível perceber visualmente a influência da altura de camada na dimensão final da peça. As peças 21, 22 e 23 devido à baixa altura de camada foram deformadas por causa do excesso de material extrudado. Já as peças 29 e 30 a massa era depositada à uma certa distância da peça, fazendo com que a massa escorra pela lateral, o que gera uma imprecisão nas bordas da peça.

A configuração da altura de camada e do fluxo podem ser ajustadas simultaneamente para alcançar propriedades específicas na peça. Se uma altura de camada mais fina for desejada, pode-se diminuir o fluxo, adaptando a peça às características almejadas. Adicionalmente, a altura da camada tem um impacto direto no tempo total de impressão: camadas mais finas significam mais passadas e, portanto, um tempo de impressão mais longo, enquanto camadas mais grossas tendem a reduzir esse tempo.

Figura 4.3 - Teste de diferentes alturas de camada de impressão.



4.1.1.4 Teste de reprodutibilidade

Para investigar a precisão da impressora em relação à reprodutibilidade de peças, foram impressas 20 peças. As primeiras 10 peças (Peças 31 a 40, Figura 4.4) foram impressas com a mesma configuração, sendo elas: velocidade de 50 mm/s, altura de camada de 1,8 mm e fluxo de 110%. Estes parâmetros foram escolhidos se levando em consideração as configurações anteriores com melhor aspecto visual.

Figura 4.4 - Teste de reprodutibilidade de amostras com mesma configuração.



Após a impressão e aguardado 24 horas, as peças foram removidas da mesa de impressão, tendo a sua massa e suas dimensões mensuradas. Seus valores se encontram na Tabela A.1 no Apêndice A. A partir desses dados, calculamos a média e o desvio padrão, conforme apresentado na Tabela 4.3. Considerando o valor de referência as dimensões arbitrariamente escolhidas de 40 mm x 30 mm x 8 mm (comprimento x largura x altura), observamos que, embora os eixos x e y mostrem maior exatidão, sua precisão é menor. Contrariamente, a dimensão de altura revelou-se mais precisa, no entanto, não se mostrou exata.

Foram impressas mais 10 peças (Peças 41 a 50, Figura 4.5) com a dimensão de 100 mm x 20 mm x 9 mm, as suas dimensões foram modificadas para analisar se a precisão da impressora varia com o tamanho da amostra. Essas peças foram impressas com as seguintes configurações: velocidade de 50 mm/s, fluxo de 100% e altura de camada de 1,8 mm. A redução no valor do fluxo em relação às peças anteriores (de 110% para 100%) se deve a melhoria no excesso de massa depositada.

Figura 4.5 - Teste de reprodutibilidade de amostras maiores.



Após o período de secagem de 24 horas foi medido a massa e as dimensões: x, y e z. Devido às maiores dimensões e irregularidade no formato da amostra, foi tomada 3 medidas em pontos diferentes e tirado a média para cada dimensão. As médias \bar{x} , \bar{y} e \bar{z} são apresentadas na Tabela A.2 no Apêndice A. A partir desses dados, calculamos a média e o desvio padrão, conforme apresentado na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Média da massa e dimensões das peças 31 a 50.

Peças	Massa (g)	x (mm)	y (mm)	z (mm)
31 a 40	$16,11 \pm 3,2\%$	$40,10 \pm 1,5\%$	$29,34 \pm 1,8\%$	$7,18 \pm 1,2\%$
41 a 50	$32,12 \pm 5,8\%$	$94,84 \pm 0,9\%$	$19,78 \pm 0,9\%$	$9,19 \pm 4,1\%$

Os dados apresentados na Tabela 4.3 ilustram claramente que a reprodutibilidade das peças é influenciada pela precisão da impressora utilizada. No entanto, é interessante observar que, mesmo com essa variação, o erro introduzido pela impressora não escalonou proporcionalmente ao aumento do tamanho da peça. Isto sugere que, apesar de haver imprecisões intrínsecas ao equipamento, estas não se manifestam de

forma acentuada conforme se aumenta a dimensão da peça, o que é uma informação valiosa para futuras aplicações e estudos na área.

4.1.1.5 Teste de bicos menores

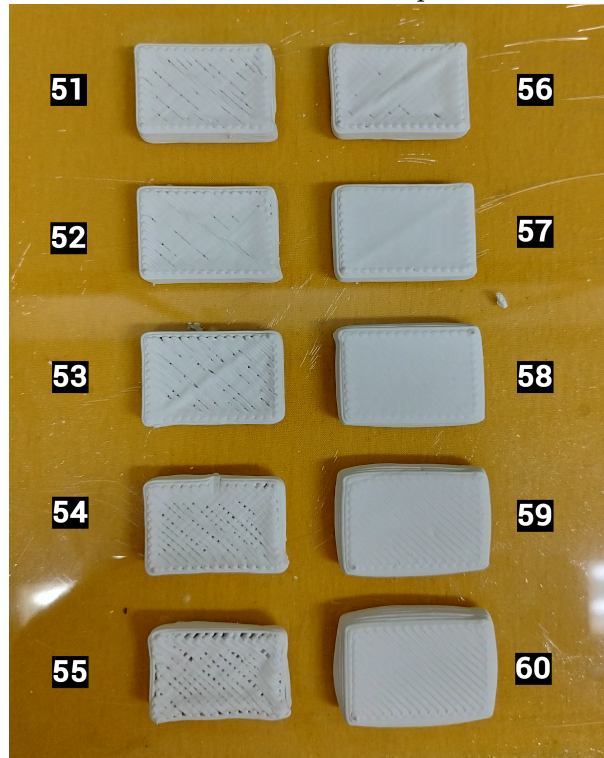
Para testar os bicos de plástico disponíveis para a impressão foi escolhido o bico com 0,84 mm. Com esse bico foram refeitos os testes de velocidade e fluxo, a fim de analisar se as mesmas tendências vistas nos bicos maiores acontecem com bicos menores. Para isso foram impressas 10 peças de 40 mm x 30 mm x 7,5 mm com altura de camada de 0,75 mm. Sendo as peças 51 a 55 usadas para teste de velocidade e as peças 56 a 60 para teste de fluxo. Com os dados apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Teste de velocidade e fluxo em amostras impressas com bico de 0,84 mm.

Peça	Velocidade (mm/s)	Fluxo (%)	Massa (g)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
51	10	100	14,10	-	-	-
52	20	100	13,77	-	-	-
53	30	100	13,26	-	-	-
54	40	100	12,10	-	-	-
55	50	100	9,31	-	-	-
56	30	110	13,24	36,30	26,2	8,2
57	30	120	16,02	37,60	27,1	8,3
58	30	130	18,25	38,60	29	8,6
59	30	140	19,85	40,10	30,5	8,7
60	30	150	21,38	42,00	32,1	9,1

O mesmo efeito que ocorreram nas peças 1 a 20, também foram vistos nas peças 51 a 60 (Figura 4.6). Onde quanto maior a velocidade menor a precisão dimensional da peça e quanto maior o fluxo maior vai ser a quantidade de material extrudado aumentando a massa e as dimensões da peça.

Figura 4.6 - Teste de velocidade e fluxo de impressão com bico de 0,84 mm.



4.2 Caracterizações após a sinterização

4.2.1 Variação da massa após sinterização

Devido a variação de massa, as peças 61 a 130 foram novamente pesadas após a sinterização. Seus valores foram colocados na Tabela A.4 no Apêndice A. Nota-se que a peça 111 foi danificada no processo de sinterização.

O CMC e o PEG, juntos, representam 4% da composição total da massa das peças. Dadas as características destes aditivos eles foram volatilizados ao longo do processo de sinterização. Ao observarmos os dados da Tabela 4.5, é evidente que o grupo 6 apresenta uma variação de massa que se destaca das demais. A explicação para essa anomalia pode ser encontrada no método de impressão adotado para estas amostras.

Tabela 4.5 - Percentual de perda de massa após sinterização.

Grupo	Média
1	-5,3%
2	-6,3%
3	-6,8%
4	-6,8%
5	-4,4%
6	-10,4%

4.2.2 Retração linear

Após o processo de sinterização e medição dimensional, foi possível determinar a retração linear das peças de 61 a 130, que fazem parte dos Grupos 1 a 6. Realizou-se uma análise estatística das dimensões de todas as peças sinterizadas, na qual foram calculados tanto a média quanto o desvio padrão. Estes dados quantitativos estão consolidados e disponíveis para consulta na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Retração percentual das dimensões das amostras após sinterização.

Grupos	X (%)
1	6,27 ± 0,52
2	8,02 ± 0,25
3	8,46 ± 0,39
4	7,23 ± 1,75
5	9,73 ± 1,44
6	8,12 ± 2,00

A discussão entre os diferentes grupos com composições diferentes se encontram na Subsecção 4.2.3, uma vez que a retração linear tem uma relação direta com a densidade relativa.

Os resultados obtidos, conforme apresentado na Tabela 4.6, mostram valores de retração linear variando entre 6,27% e 9,73%. Ao analisar a literatura, percebe-se uma disparidade quando comparado a outros estudos. Por exemplo, Oliveira et al. (2012) registraram uma retração de 17% para compósitos de $SiC + Al_2O_3 + Dy_2O_3$. Da mesma forma, Campos (2016) relatou uma retração linear expressiva de 18,1% em amostras de Al_2O_3 sinterizadas a 1600 °C por 4 horas.

No entanto, é crucial contextualizar esses resultados. Os valores que foram obtidos estão mais alinhados com estudos que focaram na produção de corpos cerâmicos porosos, como o trabalho de [Galdino et al. \(2004\)](#). Além disso, esses números estão em consonância com pesquisas voltadas para técnicas de *Robocasting*, como o trabalho desenvolvido por [Reis \(2017\)](#).

Para entender a razão da discrepância entre nossos resultados e parte da literatura, é preciso considerar diferentes variáveis. [Glymond e Vandeperre \(2018\)](#), por exemplo, sugeriram a introdução de *MgO* na composição cerâmica como uma estratégia para aumentar a densidade dos corpos sinterizados. Uma abordagem similar pode ser adotada, aumentando o tempo de permanência das amostras na temperatura de sinterização. Esse ajuste no processo pode proporcionar maior densificação, levando a valores de retração linear mais elevados e alinhados com os registros literários mencionados. No entanto, o aumento do tempo de permanência pode contribuir para o aumento de grãos e diminuir as propriedades mecânicas da cerâmica.

4.2.3 Massa específica real

Utilizando a técnica de picnometria a hélio, foi possível determinar com precisão a massa específica real das amostras. Este procedimento foi realizado mediante a utilização da mistura em sua forma em pó. Para a determinação da massa específica aparente, adotou-se o método de Arquimedes, aplicado especificamente em peças já sinterizadas, cujo procedimento detalhado encontra-se elucidado no Capítulo 3. Os valores encontrados para a massa específica real e massa específica aparente das composições estudadas se encontram na Tabela 4.7. A partir dessas análises, conseguiu-se calcular a Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e a Densidade Relativa (DR). Todos esses resultados estão sistematizados e apresentados na Tabela 4.8.

Tabela 4.7 - Massa específica real e massa específica aparente das composições estudadas.

Grupo	Massa Específica Real (g/cm ³)	Massa Específica Aparente (g/cm ³)
1	4,0279	2,4285
2	3,9082	2,6310
3	3,9082	2,6658
4	3,9082	2,6867
5	4,0279	2,8268
6	3,9546	2,6404

Tabela 4.8 - Porosidade Aparente, Absorção de Água e Densidade Relativa das composições estudadas.

Grupo	Absorção de água (%)	Porosidade Aparente (%)	Densidade Relativa (%)
1	56,4%	34,5%	60,3%
2	50,8%	33,6%	67,3%
3	50,2%	32,7%	68,2%
4	49,9%	31,9%	68,7%
5	48,8%	22,2%	70,2%
6	50,3%	34,9%	66,8%

As amostras compostas por Al_2O_3 (pertencentes aos Grupos 2, 3 e 4) exibiram valores estreitamente similares para Absorção de Água (AA%), Porosidade Aparente (PA%) e Densidade Relativa (DR%). Isso indica que o método de homogeneização da massa e as configurações de impressão não geram impactos significativos na densificação dessas amostras.

Em contraste, amostras cuja composição inclui $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ (Grupos 1 e 5) revelaram uma variação considerável no valor da DR%. Especificamente, houve um incremento de 60,3% no Grupo 1 para 70,2% no Grupo 5. Tal variação é possivelmente atribuída à alteração na técnica de mistura dos pós antes de sua homogeneização, conforme detalhado na Seção 3.2. No caso específico do Grupo 5, a utilização do moinho de bolas provocou a diminuição no tamanho das partículas e melhor homogeneização. Esta redução nas dimensões das partículas influencia positivamente o valor da DR%, conseqüentemente diminuindo o valor da PA% (MARINS et al., 2004; CASTANHO; PASCHOAL, 1988).

As amostras do Grupo 6, com composição $Al_2O_3 + ZrO_2$, registraram uma Densidade Relativa (DR%) de 66,8%. Curiosamente, este valor é inferior ao observado para o Grupo 4, que alcançou 68,7% de DR%. Tal observação contraria os resultados apresentados por Inácio et al. (2011), em que a introdução da zircônia resultou em um aumento da DR%.

4.2.4 Área superficial específica e poros (adsorção de N₂)

Amostras das composições Al_2O_3 , $Al_2O_3 + ZrO_2$ e $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ foram analisadas para a determinação da área superficial específica pela técnica de fisorção de nitrogênio, que resultaram nas medidas de 0,19 m²/g, 0,28 m²/g e 0,08 m²/g, respectivamente. Os resultados podem estar relacionados com a medida de tamanhos

de partículas dos pós iniciais (Capítulo 3.1), visto que o composto $Al_2O_3 + ZrO_2$ teve a zircônia, com menor diâmetro de partículas, adicionada com a quantidade de 10% em massa na alumina, apresentando o maior valor de área específica, valor é maior do que o valor da alumina pura. A composição $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ apresentou um valor muito baixo de área superficial, que pode ter sido influenciado pelo teor de 4% de SiC adicionado, e o SiC tem o maior tamanho de partículas entre os materiais utilizados. Apesar dos valores medidos de área superficial estarem coerentes com a constituição das composições produzidas, os mesmos podem trazer uma imprecisão devido às limitações desta técnica (THOMMES et al., 2015).

Visto que as medidas de porosidade aparente feitas pelo método de Arquimedes indicaram que as amostras não estavam plenamente densificadas, a análise de adsorção de nitrogênio também teve o intuito de medir a porosidade nas amostras sinterizadas. Os materiais cerâmicos porosos podem ser classificados em relação ao tamanho dos poros na sua microestrutura, sendo os microporos considerados com tamanhos menores que 2 nm, os mesoporos considerados com tamanhos entre 2 a 50 nm, e os macroporos com tamanhos maiores do que 50 nm (ROUQUEROL et al., 1999). Na adsorção de nitrogênio o diâmetro médio e o volume de micro e mesoporos podem ser calculados pelas curvas de adsorção e dessorção com base na técnica de BJH (Barrett, Joyner e Halenda). Uma vez que, as análises por fisissorção de nitrogênio mostraram que as amostras não possuíam meso e microporos, pode ser constatado que no tratamento térmico de sinterização as microestruturas formadas caracterizam-se pela presença somente de macroporos.

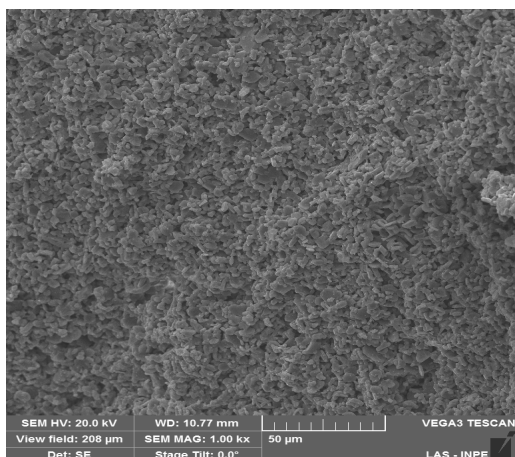
4.2.5 Microestrutura (MEV)

As análises de microscopia das composições Al_2O_3 (grupo 4), $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ (grupo 5) e $Al_2O_3 + ZrO_2$ (grupo 6) estão apresentadas nas Figuras 4.7 a 4.9. Comparando as microestruturas das três composições pode ser observado que as superfícies de fratura apresentaram porosidade residual, conforme indicado nas análises de porosidade aparente determinada pelo método de Arquimedes. As baixas densidades relativas das amostras observadas também confirmaram o nível de porosidade encontrada. Nota-se que há uma uniformidade na distribuição dos poros na microestrutura nas três diferentes composições. As amostras da alumina pura (Figura 4.7) e da alumina dopada com zircônia (Figura 4.9) não apresentam diferenças significativas. As suas microestruturas apresentaram de forma deficiente os estágios de sinterização comumente relacionados às cerâmicas iônicas. Nestas microestruturas os grãos parecem não terem sofrido fortemente a influência da temperatura, pois

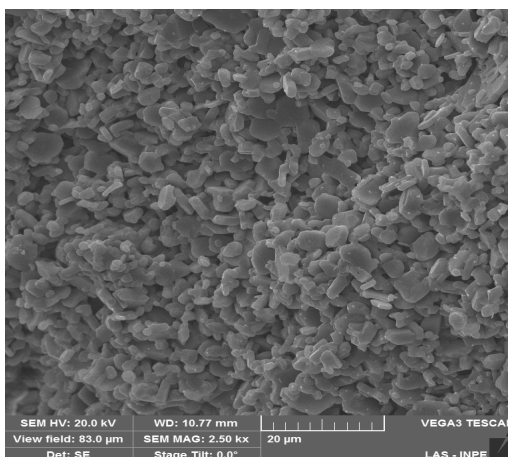
os estágios iniciais presentes na sinterização, que compreendem o rearranjo das partículas do pó e a formação de pescoços unindo as partículas próximas, são pouco observados (BARSOUM, 2003; CARTER; NORTON, 2007). Estas reações entre as partículas são fundamentais para que haja a transferência de massa no sistema e assim ocorra o crescimento do tamanho dos pescoços. Desta forma, a aproximação das partículas é estabelecida e, como consequência, a quantidade de porosidade é consideravelmente reduzida causando a densificação no sistema (BARSOUM, 2003; CARTER; NORTON, 2007). O processamento por manufatura aditiva utilizado não foi capaz de contribuir no processo de coalescência entre os grãos e na densificação nas amostras da alumina pura e da alumina dopada com zircônia. No caso da alumina, a dopagem com magnésia (MgO), considerado um aditivo de sinterização, poderia ter auxiliado no desenvolvimento da densificação da microestrutura, como ocorre em corpos compactados (CHIANG et al., 1996). Porém, no processamento por manufatura aditiva, que mostrou baixa densidade à verde, talvez não causasse este efeito. Ainda em relação a estas duas composições, o tamanho dos grãos estão abaixo de $5 \mu m$, conforme melhor observado nas Figuras 4.7d e 4.9d, medida característica dos pós iniciais usados no estudo.

A composição $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ além da porosidade apresentou uma superfície de fratura com aspecto diferente em relação às amostras estudadas sem a adição de carbetto de silício (Figura 4.8). Na microestrutura é nítido que os grãos individuais observados nas amostras de Al_2O_3 e $Al_2O_3 + ZrO_2$ não estão presentes, mas, pode ser observado que a microestrutura é formada por aglomerados de grãos, possivelmente originados pela quantidade de SiC incluído nesta composição (Figura 4.8d). Esses grãos tem formatos irregulares e parecem ter tamanhos de até $10 \mu m$.

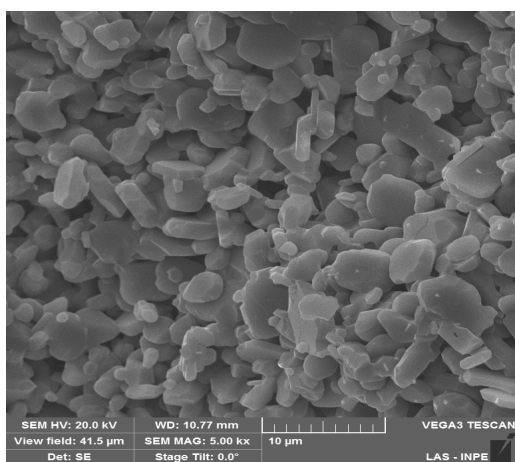
Figura 4.7 - MEV da face fraturada de uma amostra do grupo 4.



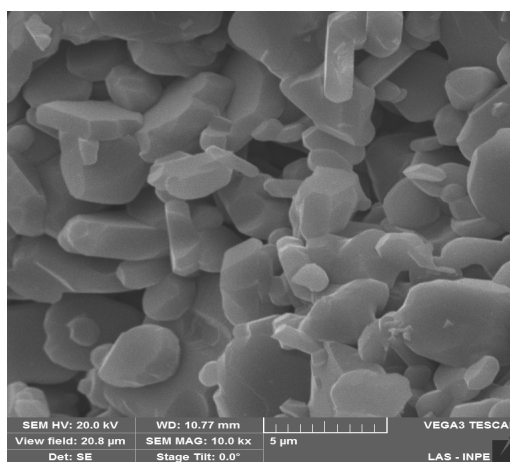
(a) 1.000x



(b) 2.500x

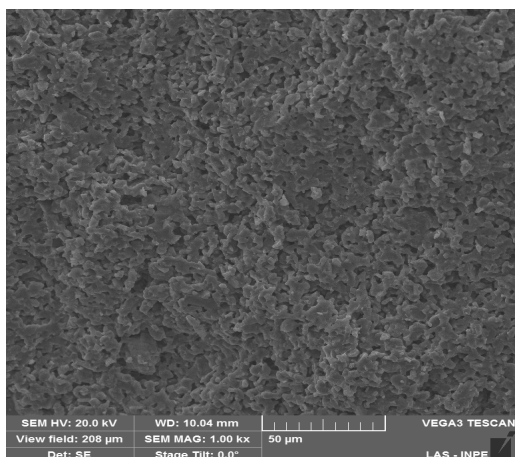


(c) 5.000x

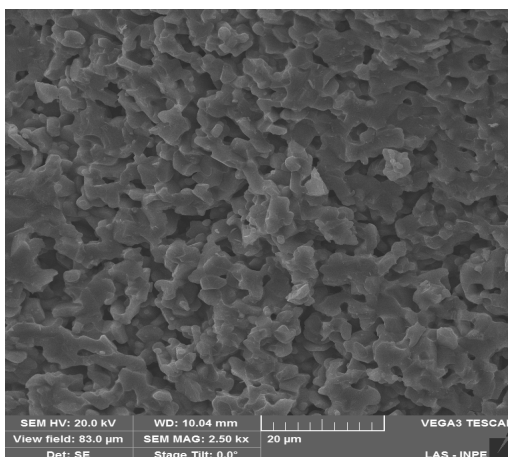


(d) 10.000x

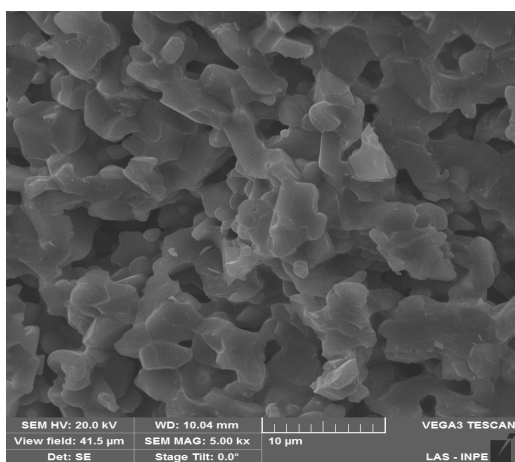
Figura 4.8 - MEV da face fraturada de uma amostra do grupo 5.



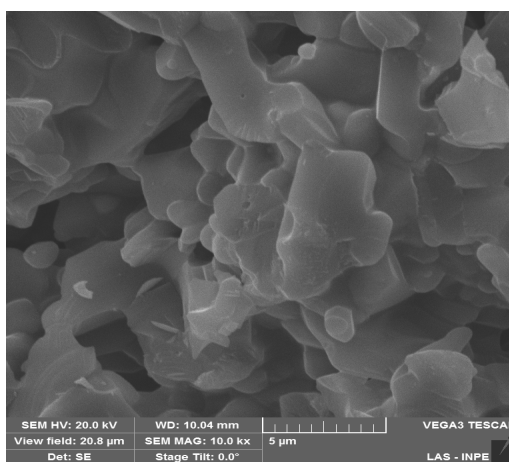
(a) 1.000x



(b) 2.500x

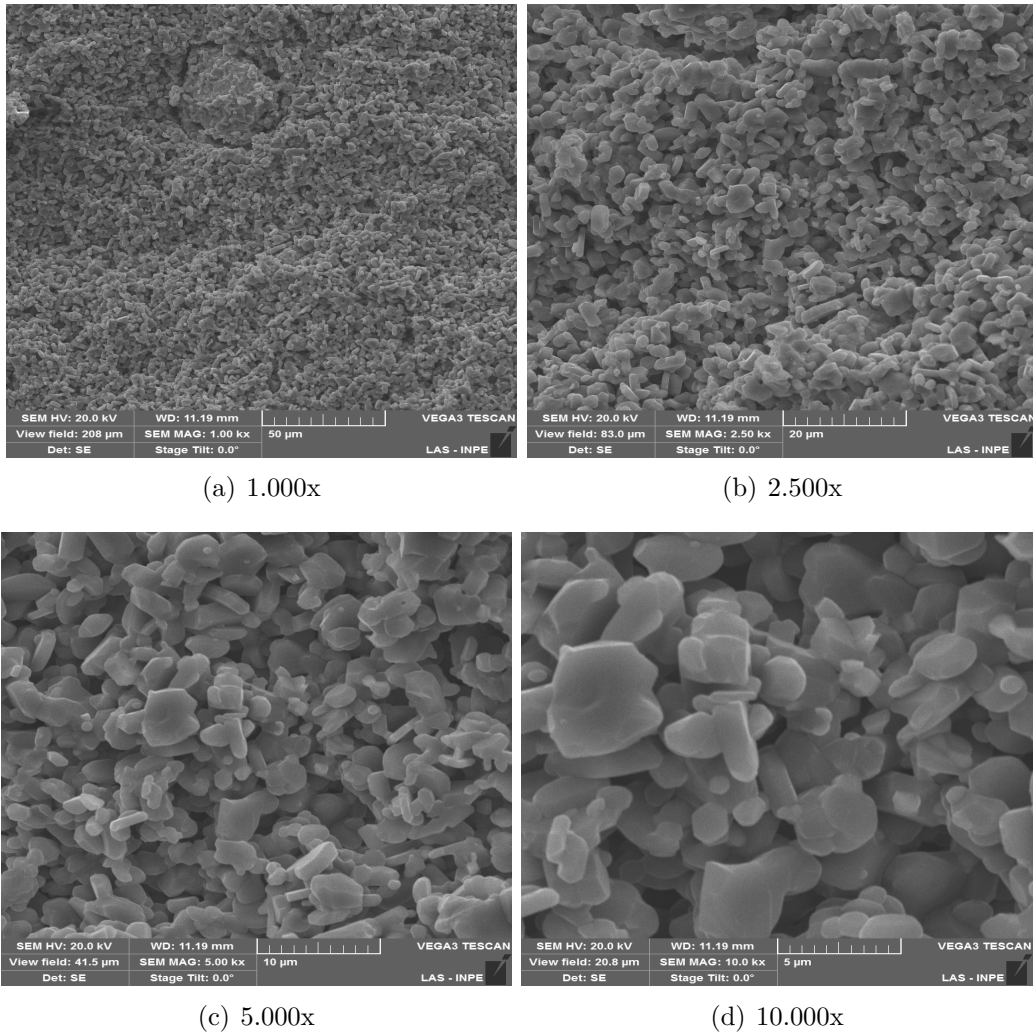


(c) 5.000x



(d) 10.000x

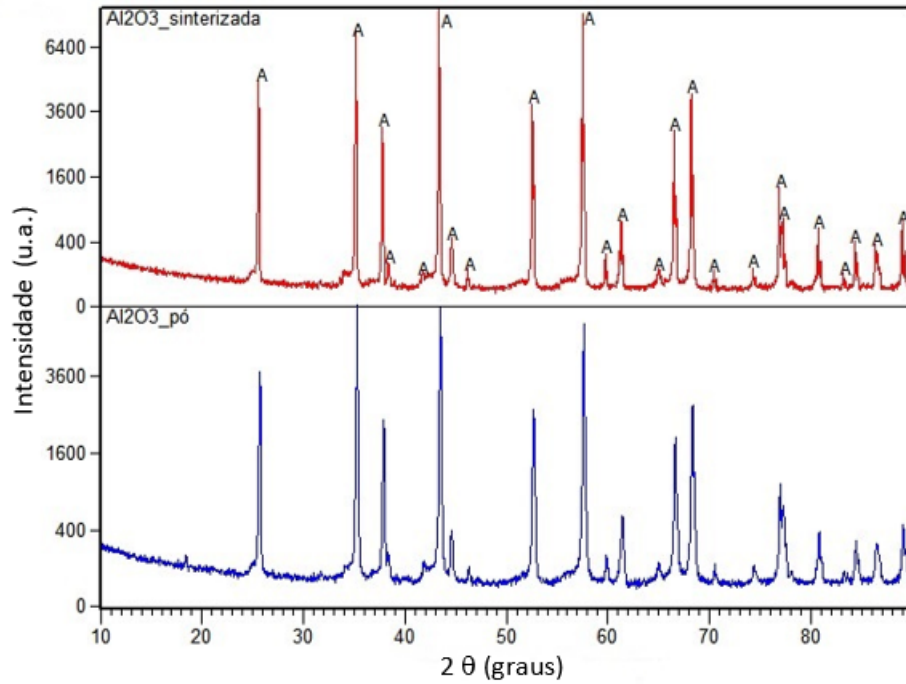
Figura 4.9 - MEV da face fraturada de uma amostra do grupo 6.



4.2.6 Difratomia de raio X

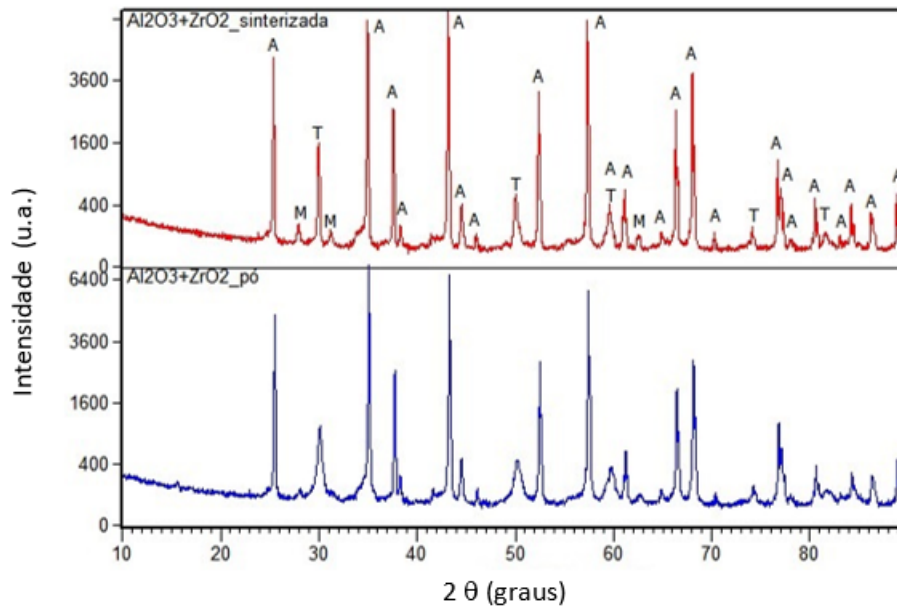
As análises de difratometria de raios X foram realizadas nos pós misturados e no material sinterizado das três composições em estudo. Na Figura 4.10 estão os difratogramas da composição de alumina. Todos os picos observados estão identificados como do padrão ICDD 01-071-1125, de estrutura romboédrica. Nos difratogramas pode ser observado que a amostra sinterizada não alterou a sua fase devido à sinterização.

Figura 4.10 - Difratoograma da alumina inicial e da amostra sinterizada (A: picos da alumina romboédrica).



Na Figura 4.11 os difratogramas da amostra a base de alumina com a adição de 10% de zircônia estão apresentados. Nos difratogramas, como ocorreu para a alumina pura, somente os picos característicos das fases romboédrica da alumina e tetragonal da zircônia foram identificados, mesmo após a sinterização. Há também a presença da fase monoclinica da zircônia, que apesar de estar dopada com ítria para reter a fase tetragonal em temperatura ambiente, apresenta resíduo da cerâmica não estabilizada, segundo o fabricante. As fases cristalinas da zircônia foram identificadas com as fichas padrão ICDD 17-0923 (tetragonal) e ICDD 01-074-0815 (monoclinica).

Figura 4.11 - Difratoograma da $Al_2O_3 + ZrO_2$ inicial e da amostra sinterizada (A: alumina romboédrica, T: zircônia tetragonal, M: zircônia monoclinica).

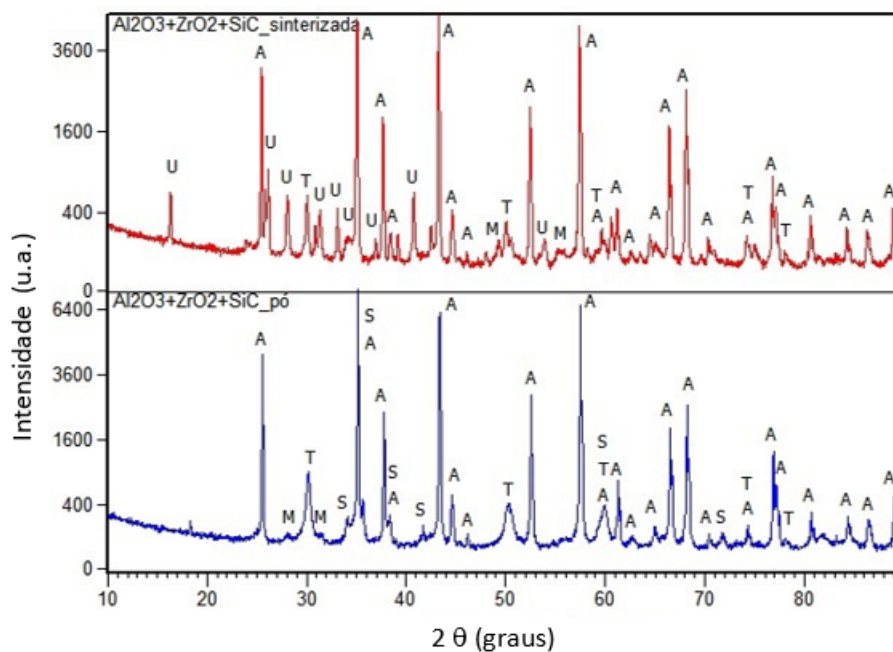


Na Figura 4.12 estão apresentados os difratogramas das amostras com zircônia e carbetto de silício adicionados na alumina. Diferentemente das composições anteriores houve a formação de fase na etapa de sinterização. Na amostra do pó com a mistura $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ podem ser vistos somente os picos de difração característicos dos planos atômicos dos materiais cerâmicos iniciais, os quais foram identificados com as fichas padrões já informadas, além do padrão ICDD 01-075-1541 para o carbetto de silício.

Na amostra $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ sinterizada nota-se que existe uma variação de picos em relação ao difratograma do pó misturado destas composições, e além das estruturas cristalinas identificadas no pó, ocorreu a formação da fase mulita, a qual possui a estrutura ortorrômbica e foi indexada com a ficha padrão ICDD 15-0776. A mulita é um composto aluminossilicato de fórmula química $Al_6Si_2O_{13}$, e é formada a partir de cerâmicas óxidas ricas em teores de alumínio e silício, como as matérias-primas utilizadas neste trabalho (FAN et al., 2016; DANG et al., 2017). Os materiais precursores reagem entre si e a formação da mulita pode ocorrer pela reação em temperaturas normalmente na faixa de 1100 a 1400 °C (SACKS et al., 1997). No caso da amostra $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ o silício foi oriundo da decomposição do SiC , que ocorreu através da oxidação do carbono durante o processo de sinterização, uma vez que o tratamento térmico não foi feito em ambiente controlado. A

temperatura de sinterização adotada de 1600 °C possibilitou o rearranjo dos átomos do alumínio e do silício e o desenvolvimento da mulita na microestrutura. O diagrama de equilíbrio de fases $Al_2O_3 - SiO_2$ indica que a constituição da composição elaborada e a temperatura do processo estabeleceram condições para que as fases alumina e mulita estejam presentes na amostra sinterizada (AKSAY; PASK, 1975), juntamente com a permanência da zircônia (MAJIDIAN et al., 2010).

Figura 4.12 - Difratoograma da $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ inicial e da amostra sinterizada (A: alumina romboédrica, T: zircônia tetragonal, M: zircônia monoclínica, U: mulita).



4.2.7 Ensaio de flexão

A caracterização da resistência à ruptura das amostras produzidas por *Robocasting* foi feita pelo método de flexão. A média dos valores obtidos se encontram na Tabela 4.9. Os resultados representam a média das amostras fabricadas para cada grupo/composição (Tabela 3.3). Corpos de prova produzidos por processamento convencional (ANEXO C), que incluiu mistura à úmido em moinho e compactação uniaxial também foram testados (Capítulo 3.4). Em ambos os processamentos a temperatura empregada na sinterização foi 1600 °C com tempo de permanência de 180 minutos. Os demais valores obtidos no ensaio de flexão se encontram na Tabela

A.6 no Apêndice A.

Os valores para o ensaio de flexão dos Grupos 1-3 ficaram inferiores aos dos Grupos 4-6. Pode ser verificado que estes grupos tiveram ensaios por métodos distintos, e que os resultados são maiores para os ensaios em 3 pontos. Este fato está de acordo com dados da literatura, que descrevem que o ensaio de flexão em 4 pontos permite uma análise mais precisa da resistência e do comportamento em diferentes pontos da amostra ensaiada, fornecendo resultados mais confiáveis (PRICE; AUSTELL, 1974; AMORÓS et al., 2008; CSILLAG; JUNIOR, 2000). Apesar dos diferentes valores de fluxo usados para a fabricação das peças cerâmicas, em comum, as amostras dos Grupos 1-3 foram feitas com a mesma velocidade de impressão, reservatório eletromecânico e mistura manual, enquanto que as amostras dos Grupos 4-6 foram produzidas com mistura em argamassadeira e reservatório pressurizado. Esta diferença na preparação e produção das amostras pode corresponder a uma melhoria no processo e o aumento observado na resistência dos Grupos 4-6.

Os valores encontrados para a resistência à flexão no presente trabalho são superiores aos encontrados em trabalho similar, onde também foram impressas peças de alumina pelo método de Robocasting (REIS, 2017). Porém, esses valores são muito inferiores aos valores típicos das três composições estudadas, levando em consideração tanto os processos tradicionais de processamento cerâmico como os métodos de manufatura aditiva, como nos trabalhos de Feilden et al. (2016), Glymond e Van-deperre (2018), em que a resistência de aluminas alcançaram valores de 230 e 326 MPa, respectivamente, com densificação acima de 97% do corpo sinterizado.

Tabela 4.9 - Resistência à ruptura por ensaio de flexão das amostra estudadas.

Grupo	Massa	Composição	Método	Tensão (MPa)
1	2	$Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$	4P	$20,13 \pm 6,78$
2	3	Al_2O_3	4P	$20,32 \pm 5,20$
3	3	Al_2O_3	4P	$37,36 \pm 9,07$
4	1	Al_2O_3	3P	$53,33 \pm 12,65$
5	4	$Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$	3P	$67,03 \pm 9,73$
6	5	$Al_2O_3 + ZrO_2$	3P	$45,48 \pm 5,45$
compactado	–	$Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$	4P	$112,96 \pm 20,4$

Individualmente, a composição $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ apresentou o maior valor médio nos ensaios, porém, bem abaixo em comparação a média das amostras confeccionadas

através de processo cerâmico convencional. Apesar disso, não há como inferir que os aditivos zircônia e carbetos de silício, incorporados na alumina e usados comumente para reforço e aumento da resistência mecânica em cerâmicas, foram determinantes para este resultado.

Os resultados, independente da composição, preparação da massa cerâmica e dos parâmetros de produção, indicam que os valores relativos à resistência à flexão estão de acordo com os baixos valores de densidade calculada e com a elevada porosidade observada nas microestruturas deste trabalho.

5 CONCLUSÕES

O estudo centrado na técnica de Robocasting lançou luz sobre a complexidade e os potenciais da impressão e sinterização de materiais cerâmicos. A análise da composição das massas revelou-se primordial para a bem-sucedida impressão de determinadas amostras. Em específico, uma composição otimizada contendo 70-74% de material cerâmico em pó, 26-22% de água, 3,5% de PEG e 0,5% de CMC foi identificada. O foco em composições específicas – alumina pura, alumina enriquecida com 4% de carvão de silício e 7,5% de zircônia, e alumina adicionada com 10% de zircônia – trouxe à tona nuances relevantes na interação entre os componentes e o processo de impressão.

No contexto da impressão, os parâmetros de velocidade e diâmetro do bico surgiram como fatores vitais para garantir a precisão das amostras. Além disso, foi evidenciada uma relação direta entre o fluxo e a massa da amostra: um fluxo maior resulta em uma amostra de maior massa. Paralelamente, observou-se que para alturas de camada menores, é necessário reduzir o fluxo para manter a precisão dimensional. Cada ajuste nesses parâmetros oferece uma dimensão adicional de controle, permitindo refinamentos que podem, eventualmente, levar a resultados superiores.

Os resultados revelam que, enquanto a densificação de amostras compostas apenas por Al_2O_3 não é significativamente influenciada por variações no método de homogeneização e configurações de impressão, a composição com $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ mostra dependência clara da técnica de preparação. A redução do tamanho das partículas, especialmente com o uso do moinho de bolas, impacta positivamente a Densidade Relativa (DR%).

As medidas de porosidade pelo método de Arquimedes revelaram que as amostras não estavam completamente densificadas. As análises de adsorção de nitrogênio confirmaram que as amostras, após sinterização, continham apenas macroporos, indicando uma ausência de microporos e mesoporos.

As análises de microscopia demonstraram algumas características semelhantes nas microestruturas das composições examinadas. Sendo que as três composições estudadas revelaram porosidade residual e baixas densidades relativas, a uniformidade da distribuição dos poros e a ausência de etapas típicas de sinterização, como o rearranjo das partículas e a formação de pescoços, são notáveis. Isso indica que o processamento por manufatura aditiva não facilitou a coalescência entre os grãos e a densificação dessas amostras. As microestruturas destas amostras sugerem uma sin-

terização insuficiente, onde as reações interparticulares são limitadas. Indicando que peças fabricadas pelo método Robocasting necessitam um tempo ou temperatura superior para sinterização se comparado com o método convencional de prensagem.

A Difratometria de raios X mostrou que somente a composição $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ teve a formação da fase mulita, com origem atribuída à reação de silício originado da decomposição do carbetto. As demais composições mantiveram as fases observadas nos pós.

Os ensaios de resistência à ruptura das amostras revelaram variações significativas em função do método de processamento. Amostras dos Grupos 1-3, avaliadas através de ensaios de flexão de 4 pontos, apresentaram resultados inferiores em comparação às amostras dos Grupos 4-6, testadas com ensaios de 3 pontos. A literatura sustenta que ensaios de flexão em 4 pontos são mais precisos. Notou-se que a preparação diferenciada e o método de produção das amostras podem ter influenciado nos resultados, visto que os Grupos 4-6, com mistura em argamassadeira e reservatório pressurizado, exibiram maior resistência. Em comparação com estudos anteriores, as resistências encontradas neste trabalho foram superiores, mas ainda aquém dos valores típicos para as composições estudadas. A composição $Al_2O_3 + SiC + ZrO_2$ destacou-se com o maior valor médio de resistência, mas essa resistência ainda foi menor quando comparada a amostras produzidas por processos cerâmicos convencionais. Esta discrepância é atribuída, em parte, à baixa densidade e à alta porosidade das amostras analisadas.

Em suma, embora tenhamos identificado desafios neste estudo, as descobertas e informações acumuladas formam uma base sólida para pesquisas futuras. Ao elucidar as potencialidades e limitações do Robocasting aplicado a materiais cerâmicos, este trabalho posiciona-se como um guia valioso para inovações e aperfeiçoamentos na área.

Trabalhos Futuros

Conforme a pesquisa avança, surgem novas oportunidades e desafios. Os resultados deste estudo, enquanto esclarecedores, indicam áreas que necessitam de maior exploração. A seção "Trabalhos Futuros" propõe direcionamentos para aprofundar e expandir os conhecimentos adquiridos sobre o *Robocasting* em materiais cerâmicos.

- Estudo das propriedades reológicas das massas cerâmicas.
- Teste de diferentes tipos de aglutinante e lubrificante.

- Teste da adição de um dispersante, para ajudar na absorção de água pela massa.
- Comparação mais aprofundada sobre a variação das propriedades mecânicas com a variação dos parâmetros de impressão.
- Estudo de diferentes curvas de sinterização, com tempos maiores na temperatura de sinterização e adição de MgO .
- Teste de armazenagem das massas, a fim de facilitar o método de produção.
- Impressão de "testes de impressora", que testam o limite de ângulos e vãos possíveis de imprimir.
- Possibilidade de uso de impressoras mais precisas com dois bicos, sendo assim possível imprimir dois materiais simultâneos, em que um pode servir de suporte.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 90GOALS. *Elon Musk diz que a SpaceX está encolhendo e ajusta o design da capa da Starship*. 2023. Disponível em: <<https://www.90goals.com.br/elon-musk-diz-que-a-spacex-esta-encolhendo-e-ajusta-o-design-da-capa-da-starship/>>. Acesso em: 23 ago. 2023. 29
- ABOULKHAIR, N. T.; SIMONELLI, M.; PARRY, L.; ASHCROFT, I.; TUCK, C.; HAGUE, R. 3d printing of aluminium alloys: additive manufacturing of aluminium alloys using selective laser melting. **Progress in Materials Science**, v. 106, p. 100578, 2019. 13
- AGARWALA, M.; WEEREN, R. v.; BANDYOPADHYAY, A.; WHALEN, P.; SAFARI, A.; DANFORTH, S. Fused deposition of ceramics and metals: an overview. In: **1996 international solid freeform fabrication symposium**. [S.l.: s.n.], 1996. 20
- AHN, D.; KWEON, J.-H.; CHOI, J.; LEE, S. Quantification of surface roughness of parts processed by laminated object manufacturing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 212, n. 2, p. 339–346, 2012. 11
- AKSAY, I. A.; PASK, J. A. Stable and metastable equilibria in the system $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$. **Journal of the American Ceramic Society.**, v. 58, n. 11-12, p. 507–512, 1975. 74
- AMORÓS, J.; CANTAVELLA, V.; JARQUE, J.; FELIU, C. Green strength testing of pressed compacts: an analysis of the different methods. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, p. 701–710, 2008. 75
- AUBURN UNIVERSITY. **Auburn, DM3D, RAMPT partner on NASA project to develop 3D-printed rocket nozzle**. 2021. Disponível em: <<https://www.eng.auburn.edu/news/2021/08/auburn-dm3d-rampt-nozzle-project.html>>. Acesso em: 20 ago. 2023. 28
- AUERKARI, P. **Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics**. [S.l.]: Technical Research Centre of Finland Espoo, 1996. v. 23. 3
- BARSOUM, M. W. **Fundamentals of ceramics**. [S.l.]: Institute of Physics, 2003. 68
- BEREZOWSKI, L.; NETO, C.; MELO, F. **Avaliação da resistência mecânica de cerâmicas à base de concreto de silício**. São José dos Campos: Instituto de Aeronáutica: [s.n.], 2002. 46, 47
- BORGHI, F.; SOGNE, E.; LENARDI, C.; PODESTÀ, A.; MERLINI, M.; DUCATI, C.; MILANI, P. Cluster-assembled cubic zirconia films with tunable and stable nanoscale morphology against thermal annealing. **Journal of Applied Physics**, v. 120, n. 5, p. 055304, 2016. 5

CAMPOS, H. G. **Propriedades mecânicas de compósitos à base de alumina e zircônia com adição de céria**. 2016. 78 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica de Minerais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016. 64

CARTER, C. B.; NORTON, M. G. **Ceramic materials: science and engineering**. [S.l.]: Springer, 2007. 68

CARVALHO, M. N. d. **Análise de desempenho de um ciclo de regeneração de sílica gel como desumidificador de filamentos para impressão 3D**. Projeto (Graduação em Engenharia Mecânica)- — Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2019. 22

CASTANHO, S.; PASCHOAL, J. Influencia de impurezas e do tamanho de particulas na sinterabilidade e microestrutura da alumina. **Cerâmica**, 1988. 66

CESARANO, J. A review of robocasting technology. **MRS Online Proceedings Library (OPL)**, v. 542, p. 133, 1998. 22

CHIANG, Y. M.; BIRNIE, D. P.; KINGERY, W. D. **Physical ceramics: principles for ceramic science and engineering**. New York: Wiley & Sons, 1996. 68

CHOYKE, W.; PENSL, G. Physical properties of sic. **Mrs Bulletin**, v. 22, n. 3, p. 25–29, 1997. 4

CRAMER, K. E.; WINFREE, W.; HODGES, K.; KOSHTI, A.; RYAN, D.; REINHARDT, W. W. Status of thermal ndt of space shuttle materials at nasa. **Proceedings of SPIE**, v. 6205, p. 62050F, 2006. Disponível em: <<https://ntrs.nasa.gov/api/citations/20060010455/downloads/20060010455.pdf>>. 28

CSILLAG, M.; JUNIOR, A. M. Análise da resistencia à flexão de materiais piezelétricos (titanozirconato de chumbo – pzt) pelo método de weibull. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 14., 2000, São Pedro-SP. **Anais...** [S.l.], 2000. p. 8501–8512. 75

DANG, X.; WEI, M.; FAN, B.; GUAN, K.; ZHANG, R.; LONG, W.; ZHANG, H. Effects of in situ synthesized mullite whisker on mechanical properties of al₂o₃–sic composite by microwave sintering. **Materials Research Express**, v. 4, p. 065015, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/2053-1591/aa742a>>. 73

DEGHANGHADIKOLAEI, A.; NAMDARI, N.; MOHAMMADIAN, B.; FOTOVVATI, B. Additive manufacturing methods: a brief overview. **Journal of Scientific and Engineering Research**, v. 5, n. 8, p. 123–131, 2018. 16

DICKERSON, M.; WURM, P.; SCHORR, J.; HOFFMAN, W.; WAPNER, P.; SANDHAGE, K. Near net-shape, ultra-high melting, recession-resistant zrc/w-based rocket nozzle liners via the displacive compensation of porosity (dcp) method. **Journal of Materials Science**, v. 39, n. 19, p. 6005–6015, 2004. 27

- DORFINGER, P.; STAMPFL, J.; LISKA, R. Toughening of photopolymers for stereolithography (sl). **Materials Science Forum**, v. 825, p. 53–59, 2015. 20
- DURKEE, M.; MCCAIN, C.; QUINTON, A.; STEWART, K.; UTLEY, L.; ROUSER, K. P. Design and test of a small-scale, additively-manufactured, liquid-cooled rocket nozzle. In: AIAA SCITECH FORUM, 2020. **Proceedings...** [S.l.], 2020. p. 1122. 27
- FAN, B.; LI, W.; DAI, B.; GUAN, K.; ZHANG, R.; LI, H. Preparation of mullite whiskers reinforced sic/al₂o₃ composites by microwave sintering. **Processing and Application of Ceramics**, v. 10, n. 4, p. 243–248, 2016. 73
- FEILDEN, E. **Additive manufacturing of ceramics and ceramic composites via robocasting**. [S.l.]: London: Imperial College, 2017. 1, 7
- FEILDEN, E.; BLANCA, E. G.-T.; GIULIANI, F.; SAIZ, E.; VANDEPERRE, L. Robocasting of structural ceramic parts with hydrogel inks. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 36, n. 10, p. 2525–2533, August 2016. 75
- FERREIRA, D. A. **Metodologia para caracterização da tenacidade à fratura usando corpos de prova em flexão quatro pontos**. Tese (Doutorado em Engenharia Naval) — Universidade de São Paulo, São Paulo, 2020. 46, 47
- FONSECA FILHO; DUARTE, H.; LOPES de C.; ANDERSON, G. Avanços em caracterização de amostras sólidas cristalinas através de difratometria de raios-x. **Estação Científica (UNIFAP)**, v. 3, n. 1, p. 31–45, 2013. 49
- FORMLABS. **What is selective laser sintering?** 2023. Disponível em: <<https://formlabs.com/blog/what-is-selective-laser-sintering/>>. Acesso em: 22 ago. 2023. 14
- FRAZIER, W. E. Metal additive manufacturing: A review. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 23, n. 6, p. 1917–1928, 2014. Disponível em: <<https://link.springer.com/article/10.1007/s11665-014-0958-z>>. 15
- GALDINO, A.; SILVA, M. P. da; NOGUEIRA, R. Estudo das propriedades mecânicas de cerâmicas porosas de alumina a 1450°C e 1550°C. In: ANNUAL MEETING OF THE BRAZILIAN CERAMIC SOCIETY, 48., 2004. **Proceedings...** [S.l.], 2004. 65
- GERMAN, R. M. **Sintering theory and practice**. [S.l.: s.n.], 1996. 44
- GIBSON, I. **Additive manufacturing technologies 3D printing, rapid prototyping, and direct digital manufacturing**. [S.l.]: Springer, 2015. 5, 6
- GIORDANO, C. M.; ZANCUL, E. de S.; RODRIGUES, V. P. Análise dos custos da produção por manufatura aditiva em comparação a métodos convencionais. **Revista Produção Online**, v. 16, n. 2, p. 499–523, 2016. 18

- GLYMOND, D.; VANDEPERRE, L. J. Robocasting of mgo-doped alumina using alginic acid slurries. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 101, n. 8, p. 3309–3316, 2018. 65, 75
- HO, M. X.; PAN, C. Optimal concentration of alumina nanoparticles in molten hitec salt to maximize its specific heat capacity. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 70, p. 174–184, 2014. 3
- HUANG, J.; QIN, Q.; WANG, J. A review of stereolithography: Processes and systems. **Processes**, MDPI, v. 8, n. 9, p. 1138, 2020. 16
- IBRAHIM, M.; OTSUBO, T.; NARAHARA, H.; KORESAWA, H.; SUZUKI, H. Inkjet printing resolution study for multi-material rapid prototyping. **JSME International Journal Series C Mechanical Systems, Machine Elements and Manufacturing**, v. 49, n. 2, p. 353–360, 2006. 24
- INÁCIO, M. A.; NONO, M. d. C. de A.; SOUZA, J. V. C. de; MINEIRO, S. L. Estudo da influência das inclusões de $3\gamma\text{-ZrO}_2$ em compósitos cerâmicos de alumina-zircônia para aplicação como ferramenta cerâmica. In: WORKSHOP EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA ESPACIAIS, 2., 2011. **Anais...** São José dos Campos: INPE, 2011. 66
- IZADI, M.; FARZANEH, A.; MOHAMMED, M.; GIBSON, I.; ROLFE, B. A review of laser engineered net shaping (lens) build and process parameters of metallic parts. **Rapid Prototyping Journal**, v. 26, n. 6, p. 1059–1078, 2020. 15
- LEVIN, I.; KAPLAN, W. D.; BRANDON, D. G.; LAYYOUS, A. A. Effect of sic submicrometer particle size and content on fracture toughness of alumina–sic “nanocomposites”. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 78, n. 1, p. 254–256, 1995. 4
- LOWELL, S.; SHIELDS, J. E.; THOMAS, M. A.; THOMMES, M. **Characterization of porous solids and powders: surface area, pore size and density**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2006. v. 16. 50, 51
- MAJIDIAN, H.; EBADZADEH, T.; SALAHI, E. Effect of sic particles on rheological and sintering behaviour of alumina–zircon composites. **Ceramics International**, v. 36, p. 1669–1673, 2010. 74
- MARINS, E.; LUCENA, E.; SANTOS, F.; CAMPOS, E. de. Efeito da moagem do pó de carvão de silício (sic) sobre as propriedades mecânicas das cerâmicas conformadas por consolidação com amido comercial. In: ANNUAL MEETING OF THE BRAZILIAN CERAMIC SOCIETY, 48., 2004. **Proceedings...** [S.l.], 2004. 66
- MATOS, P. d. O. **New space e poder monetário: os Estados Unidos no setor espacial pós-crise financeira de 2008**. [S.l.]: Ipea, 2022. 1
- MCCLAIN, M. S.; GUNDUZ, I. E.; SON, S. F. Additive manufacturing of carbon fiber reinforced silicon carbide solid rocket nozzles. In: AIAA SCITECH FORUM 2019. **Proceedings...** [S.l.], 2019. p. 0408. 27

- MOSTAFAEI, A.; ELLIOTT, A. M.; BARNES, J. E.; LI, F.; TAN, W.; CRAMER, C. L.; NANDWANA, P.; CHMIELUS, M. Binder jet 3d printing—process parameters, materials, properties, modeling, and challenges. **Progress in Materials Science**, v. 119, p. 100707, 2021. 11
- NGO, T. D.; KASHANI, A.; IMBALZANO, G.; NGUYEN, K. T.; HUI, D. Additive manufacturing (3d printing): a review of materials, methods, applications and challenges. **Composites Part B: Engineering**, v. 143, p. 172–196, 2018. 1
- OLIVEIRA, I. d. **Desenvolvimento de suporte catalítico monolítico para fins aeroespaciais empregando a manufatura aditiva**. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) — Universidade de São Paulo, Lorena, 2018. 44
- OLIVEIRA, M.; ATÍLIO, I.; GARCIA, G.; RIBEIRO, S.; LORENA, S. Avaliação da sinterização do sic via fase líquida utilizando como aditivo o sistema al_2o_3/dy_2o_3 . In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 5., 2012. **Anais...** [S.l.], 2012. 64
- PARANDOUSH, P.; LIN, D. A review on additive manufacturing of polymer-fiber composites. **Composite Structures**, v. 182, p. 36–53, 2017. ISSN 0263-8223. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822316329063>>. 9
- PRICE, W.; AUSTELL, S. Green strength of ceramics: techniques for measuring the tensile strength of unfired clays and ceramic bodies. **Interceram**, n. 3, p. 197, 1974. 75
- QUIGLEY, N.; LYNE, J. E. Development of a three-dimensional printed, liquid-cooled nozzle for a hybrid rocket motor. **Journal of Propulsion and Power**, v. 30, n. 6, p. 1726–1727, 2014. 27
- REIS, D. S. **Processamento avançado de materiais cerâmicos: Aplicação de alumina em robocasting**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) — Universidade de Coimbra, Coimbra, 2017. 33, 65, 75
- ROUQUEROL, F.; ROUQUEROL, J.; SING, K. **Adsorption by powders and porous solids**. London: Academic Press, 1999. 67
- SACKS, M. D.; WANG, K.; SCHEIFFELE, G. W.; BOZKURT, N. Effect of composition on mullitization behavior of alfa-alumina/silica microcomposite powders. **Journal of the American Ceramic Society.**, v. 80, n. 3, p. 663–672, 1997. 73
- SAGGIOMO, V. 3d printed devices for catalytic systems. In: BENAGLIA M.; PUGLISI, A. E. (Ed.). **Catalyst immobilization: methods and applications**. [S.l.]: Wiley, 2020. p. 369–408. 24
- SANTOS, H. E. S. D. **Propriedades mecânicas da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria submetida à degradação hidrotérmica**. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2012. 4

SCHMIDT, S.; BEYER, S.; KNABE, H.; IMMICH, H.; MEISTRING, R.; GESSLER, A. Advanced ceramic matrix composite materials for current and future propulsion technology applications. **Acta Astronautica**, v. 55, n. 3-9, p. 409–420, 2004. 27

SCHWENTENWEIN, M.; SCHNEIDER, P.; HOMA, J. Lithography-based ceramic manufacturing: A novel technique for additive manufacturing of high-performance ceramics. **Advances in Science and Technology**, v. 88, p. 60–64, 2014. 18

SHAFFER, P. T. The sic phase in the system sic b4c c. **Materials Research Bulletin**, v. 4, n. 3, p. 213–219, 1969. 4

SHAMAAS, M. **Introduction to 3D Printer**. [S.l.: s.n.], 2022. 26

SILVA FILHO; BATISTA, E.; ALVES; MCM; M, D. M. Lama vermelha da indústria de beneficiamento de alumina: produção, características, disposição e aplicações alternativas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 12, p. 322–338, 2007. 4

SPACE, R. **Relativity space: launching the future of humanity in space**. 2023. Disponível em: <<https://www.relativityspace.com/>>. Acesso em: 21 ago. 2023. 1, 29

STEFANAKI, E.-C. Electron microscopy: the basics. **Physics of Advanced Materials Winter School**, v. 4, p. 1–11, 2008. 49

STEVENS, R.; BINNER, J. Structure, properties and production of β -alumina. **Journal of Materials Science**, v. 19, p. 695–715, 1984. 3

TAGUCHI, S. **Estudo das interações dos sistemas SiC+ Al₂O₃/Y₂O₃ e SiC+ AlN/Y₂O₃ em temperaturas elevadas visando um melhor entendimento da sinterização de cerâmicas de SiC. 2005, 160p**. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais)–Universidade de São Paulo, Lorena, 2005. 4

THOMMES, M.; KANEKO, K.; NEIMARK, A. V.; OLIVIER, J. P.; RODRIGUEZ-REINOSO, F.; ROUQUEROL, J.; SING, K. S. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (iupac technical report). **Pure and Applied Chemistry**, v. 87, n. 9-10, p. 1051–1069, 2015. 67

TOPČIĆ, A.; CERJAKOVIĆ, E.; LOVRIC, S. analysis of dimensional deviation of parts based on ceramic produced by three dimensional printing process. **Journal of Production Engineering**, v. 17, n. 1, 2014. 13

VEIGA, S. et al. **Obtenção e caracterização do compósito Al₂O₃ – SiC – ZrO₂**. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) — Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1996. 1

VOLPATO, N. **Manufatura aditiva: tecnologias e aplicações da impressão 3D**. [S.l.]: Blucher, 2017. 1

WESTPHALA, B.; MAIWALDB, V. Critical analysis and review of current mars mission scenarios for spacex starship. In: INTERNATIONAL ASTRONAUTICAL CONFERENCE, 73., 2022. **Proceedings...** [S.l.], 2022. 28

WONG, K. V.; HERNANDEZ, A. A review of additive manufacturing.

International Scholarly Research Notices, v. 2012, 2012. 9

ZANOTTO, E. D.; JR, A. R. M. Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: uma introdução. **Cerâmica**, v. 37, n. 247, p. 7–16, 1991. 1, 3

ZOCCA, A.; LIMA, P.; DIENER, S.; KATSIKIS, N.; GÜNSTER, J. Additive manufacturing of sialon by layerwise slurry deposition and binder jetting (lsd-print). **Journal of the European Ceramic Society**, v. 39, n. 13, p. 3527–3533, 2019. 8

ZOCCA, A.; LIMA, P.; GÜNSTER, J. Lsd-based 3d printing of alumina ceramics. **Journal of Ceramic Science and Technology**, v. 8, p. 141–148, 03 2017. 9

ÖZCAN, M.; VOLPATO, C.; FREDEL, M. Artificial aging of zirconium dioxide: An evaluation of current knowledge and clinical relevance. **Current Oral Health Reports**, v. 3, n. 2, p. 152–158, 2016. 5

APÊNDICE A - TABELAS DE INFORMAÇÕES ADICIONAIS SOBRE AS AMOSTRAS

Tabela A.1 - Dimensões e massa das peças 31 a 40.

Peças	Massa (g)	x (mm)	y (mm)	z (mm)
31	15,81	39,4	28,8	7,3
32	16,62	40,0	29,6	7,2
33	15,61	39,3	28,8	7,3
34	16,12	40,0	29,6	7,3
35	15,80	40,2	29,1	7,1
36	15,57	41,0	29,5	7,1
37	15,59	39,3	28,3	7,2
38	17,20	41,0	30,0	7,2
39	16,61	40,3	29,7	7,0
40	16,19	39,6	30,0	7,1

Tabela A.2 - Massa e dimensões das peças 41 a 50.

Peças	Massa (g)	\bar{x} (mm)	\bar{y} (mm)	\bar{z} (mm)
41	33,42	95,37	20,13	9,40
42	34,63	95,23	20,10	9,73
43	33,50	95,37	19,80	9,27
44	30,97	93,27	19,33	9,13
45	27,57	94,97	18,90	8,33
46	31,39	95,47	19,47	9,03
47	33,27	94,47	20,50	9,33
48	32,80	95,00	19,87	9,27
49	31,49	95,87	20,13	8,77
50	32,12	93,43	19,53	9,60

Tabela A.3 - Dimensões e massa após o processo de impressão e antes da sinterização.

Peça	Massa (g)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
61	6,91	59,03	10,93	5,63
62	5,50	58,50	10,07	4,77
63	5,76	59,00	10,23	5,00
64	4,57	57,73	8,80	4,70

(Continua)

Tabela A.3 - Continuação.

Peça	Massa (g)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
65	6,48	58,93	10,63	5,30
66	6,03	59,43	10,17	5,17
67	5,39	59,80	10,30	4,67
68	6,29	59,43	11,00	5,03
69	5,22	58,43	9,43	4,93
70	4,94	58,33	9,20	4,83
71	5,11	58,40	9,63	4,93
72	6,07	59,80	10,33	5,17
73	5,09	59,80	10,67	4,20
74	5,01	58,70	9,80	4,63
75	4,84	57,80	9,73	4,47
76	4,76	58,03	9,47	4,57
77	4,94	58,07	9,67	4,43
78	4,92	57,93	9,60	4,70
79	4,31	57,57	9,13	4,70
80	5,33	59,23	10,50	4,40
81	5,13	59,13	9,93	4,50
82	5,09	58,90	10,10	4,43
83	5,34	59,30	10,87	4,33
84	4,82	58,73	10,47	4,23
85	4,66	58,00	9,87	4,23
86	3,34	55,66	6,80	4,50
87	3,56	57,54	6,88	4,53
88	3,24	56,48	6,34	4,46
89	3,67	56,40	6,70	4,80
90	4,38	56,77	7,62	5,16
91	3,50	57,35	6,50	4,49
92	4,00	57,52	7,35	4,77
93	3,45	57,04	6,48	4,69
94	4,57	57,62	7,59	5,31
95	3,83	57,56	7,06	4,82
96	4,60	56,55	7,78	5,36
97	4,50	56,53	7,98	5,26
98	4,46	56,52	7,46	5,47
99	3,50	57,09	6,48	4,74

(Continua)

Tabela A.3 - Conclusão.

Peça	Massa (g)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
100	3,19	55,92	6,49	4,50
101	3,60	59,04	7,00	4,16
102	3,31	57,91	6,70	4,36
103	3,19	55,90	7,66	3,83
104	3,08	59,07	6,75	4,44
105	3,06	58,74	5,96	4,56
106	2,62	58,26	5,34	4,52
107	2,66	46,61	5,76	5,03
108	2,81	50,31	5,83	4,97
109	3,04	50,70	6,54	5,15
110	2,12	43,78	5,81	4,32
111	3,99	58,33	8,07	4,95
112	4,03	59,22	8,53	4,22
113	4,09	59,39	8,48	4,38
114	4,41	58,36	8,80	4,66
115	3,79	58,09	8,38	4,08
116	3,63	58,49	7,62	4,37
117	4,01	59,05	7,96	5,04
118	3,88	59,03	7,72	4,64
119	3,96	58,45	7,87	4,70
120	3,83	58,82	7,67	4,94
121	4,50	59,44	8,85	4,38
122	5,46	59,96	9,49	5,11
123	4,54	58,12	8,61	5,26
124	3,53	58,65	7,95	3,91
125	3,77	58,60	7,99	4,52
126	2,94	59,03	6,88	3,92
127	2,81	58,03	6,33	4,28
128	3,37	57,51	6,92	4,60
129	3,77	59,22	8,17	4,16
130	3,97	57,78	7,97	4,61

Tabela A.4 - Dimensões e massa após o processo de sinterização.

Peça	Massa (g)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
61	6,56	54,83	10,27	5,20
62	5,24	54,77	9,40	4,50
63	5,48	55,20	9,63	4,63
64	4,31	53,77	8,20	4,30
65	6,11	54,97	10,00	4,87
66	5,60	55,67	9,57	4,83
67	5,25	55,83	9,67	4,33
68	5,95	56,07	10,47	4,77
69	4,95	55,07	8,97	4,67
70	4,64	55,03	8,70	4,50
71	4,83	55,23	9,03	4,57
72	5,70	56,07	9,73	4,80
73	4,77	55,17	9,73	3,73
74	4,71	54,13	8,90	4,23
75	4,49	53,17	8,93	4,03
76	4,49	53,10	8,63	4,13
77	4,52	53,43	8,87	4,07
78	4,67	53,37	8,70	4,33
79	4,07	52,83	8,27	4,27
80	5,01	54,57	9,60	4,03
81	4,83	54,40	9,07	4,13
82	4,78	53,83	9,20	4,03
83	4,98	54,13	9,87	3,83
84	4,28	53,70	9,47	3,83
85	4,42	52,80	8,97	3,87
86	3,12	52,71	5,84	4,02
87	3,30	52,31	6,18	4,13
88	3,01	51,25	5,78	4,23
89	3,39	52,15	6,03	4,24
90	4,08	53,64	6,84	4,50
91	3,25	51,95	5,79	4,21
92	3,72	52,42	6,64	4,33
93	3,20	51,73	5,87	4,15

(Continua)

Tabela A.4 - Continuação.

Peça	Massa (g)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
94	4,25	54,19	6,76	4,60
95	3,54	53,53	6,38	4,20
96	4,31	53,77	6,80	4,73
97	4,22	52,14	7,15	4,67
98	4,18	52,69	6,67	4,85
99	3,30	52,56	5,90	4,27
100	2,99	53,81	5,56	3,97
101	3,44	52,98	6,52	3,88
102	2,99	52,03	6,00	3,98
103	3,06	50,67	6,89	3,50
104	2,95	53,16	5,55	4,14
105	2,93	52,51	5,32	4,14
106	2,51	52,42	4,64	3,90
107	2,57	41,78	5,46	4,55
108	2,73	47,53	5,21	4,37
109	2,92	45,45	5,80	4,70
110	2,05	39,14	5,20	3,98
111	-	-	-	-
112	3,56	53,46	7,61	3,76
113	3,64	53,51	7,66	3,67
114	3,96	53,16	7,87	4,20
115	3,40	52,55	7,30	3,66
116	3,31	52,82	6,95	3,89
117	3,60	53,63	7,16	4,13
118	3,59	56,76	7,04	3,87
119	3,52	54,52	7,07	4,00
120	3,44	55,17	6,95	4,05
121	3,98	54,51	7,98	3,84
122	4,78	54,96	8,51	4,51
123	4,03	53,38	7,73	4,33
124	3,13	52,85	7,08	3,75
125	3,42	54,00	7,20	4,45
126	2,63	53,53	6,05	3,70
127	2,56	53,24	5,57	3,64
128	3,03	53,30	6,08	3,92

(Continua)

Tabela A.4 - Conclusão.

Peça	Massa (g)	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)
129	3,36	53,04	7,36	3,97
130	3,53	56,24	7,05	3,97

Tabela A.5 - Retração percentual das amostras devido a sinterização.

Peças	Variação X	Variação Y	Variação Z	Variação volume
61	7,1%	6,1%	7,7%	19,5%
62	6,4%	6,6%	5,6%	17,5%
63	6,4%	5,9%	7,3%	18,4%
64	6,9%	6,8%	8,5%	20,6%
65	6,7%	6,0%	8,2%	19,5%
66	6,3%	5,9%	6,5%	17,6%
67	6,6%	6,1%	7,1%	18,6%
68	5,7%	4,8%	5,3%	15,0%
69	5,8%	4,9%	5,4%	15,3%
70	5,7%	5,4%	6,9%	16,9%
71	5,4%	6,2%	7,4%	17,9%
72	6,2%	5,8%	7,1%	18,0%
73	7,7%	8,7%	11,1%	25,2%
74	7,8%	9,2%	8,6%	23,5%
75	8,0%	8,2%	9,7%	23,8%
76	8,5%	8,8%	9,5%	24,5%
77	8,0%	8,3%	8,3%	22,6%
78	7,9%	9,4%	7,8%	23,0%
79	8,2%	9,5%	9,2%	24,6%
80	7,9%	8,6%	8,3%	22,8%
81	8,0%	8,7%	8,1%	22,9%
82	8,6%	8,9%	9,0%	24,3%
83	8,7%	9,2%	11,5%	26,7%
84	8,6%	9,6%	9,4%	25,1%
85	9,0%	9,1%	8,7%	24,4%
86	5,3%	14,1%	10,7%	27,3%
87	9,1%	10,2%	8,8%	25,5%
88	9,3%	8,8%	5,2%	21,5%

(Continua)

Tabela A.5 - Continuação.

Peças	Variação X	Variação Y	Variação Z	Variação volume
89	7,5%	10,0%	11,7%	26,5%
90	5,5%	10,2%	12,8%	26,0%
91	9,4%	10,9%	6,2%	24,3%
92	8,9%	9,7%	9,2%	25,3%
93	9,3%	9,4%	11,5%	27,3%
94	6,0%	10,9%	13,4%	27,4%
95	7,0%	9,6%	12,9%	26,8%
96	4,9%	12,6%	11,8%	26,7%
97	7,8%	10,4%	11,2%	26,6%
98	6,8%	10,6%	11,3%	26,1%
99	7,9%	9,0%	9,9%	24,5%
100	3,8%	14,3%	11,8%	27,3%
101	10,3%	6,9%	6,7%	22,0%
102	10,2%	10,4%	8,7%	26,6%
103	9,4%	10,1%	8,6%	25,5%
104	10,0%	17,8%	6,8%	31,0%
105	10,6%	10,7%	9,2%	27,6%
106	10,0%	13,1%	13,7%	32,5%
107	10,4%	5,2%	9,5%	23,1%
108	5,5%	10,6%	12,1%	25,8%
109	10,4%	11,3%	8,7%	27,4%
110	10,6%	10,5%	7,9%	26,3%
111	-	-	-	-
112	9,7%	10,8%	10,9%	28,2%
113	9,9%	9,7%	16,2%	31,8%
114	8,9%	10,6%	9,9%	26,6%
115	9,5%	12,9%	10,3%	29,3%
116	9,7%	8,8%	11,0%	26,7%
117	9,2%	10,1%	18,1%	33,1%
118	3,8%	8,8%	16,6%	26,9%
119	6,7%	10,2%	14,9%	28,7%
120	6,2%	9,4%	18,0%	30,3%
121	8,3%	9,8%	12,3%	27,5%
122	8,3%	10,3%	11,7%	27,5%
123	8,2%	10,2%	17,7%	32,1%

(Continua)

Tabela A.5 - Conclusão.

Peças	Varição X	Varição Y	Varição Z	Varição volume
124	9,9%	10,9%	4,1%	23,0%
125	7,8%	9,9%	1,5%	18,2%
126	9,3%	12,1%	5,6%	24,7%
127	8,3%	12,0%	15,0%	31,3%
128	7,3%	12,1%	14,8%	30,6%
129	10,4%	9,9%	4,6%	23,0%
130	2,7%	11,5%	13,9%	25,9%

Tabela A.6 - Resultado teste de flexão 3 pontos.

Peça	Tensão (Mpa)
86	48,40
87	51,03
88	52,63
89	65,27
90	44,81
91	64,65
92	58,28
93	79,14
94	60,60
95	24,29
96	50,08
97	58,77
98	50,44
99	38,16
101	48,44
102	53,89
103	67,36
104	67,57
105	72,65
106	62,18
107	79,74
108	67,60

(Continua)

Tabela A.6 - Conclusão.

Peça	Tensão (Mpa)
110	81,32
112	48,94
113	47,37
114	43,87
115	44,77
116	46,53
117	42,58
118	46,62
119	55,16
120	46,21
121	52,65
122	52,01
123	39,11
124	46,20
125	38,49
126	37,02
127	52,12
128	43,84
129	35,07

ANEXO A - ESPECIFICAÇÕES ALUMINA ALCOA

The Element of Possibility™



Alumina Calcinada APC-G Especificações Técnicas

Características	Típico	Especificação
Análise Química – (%)		
Al ₂ O ₃	99,6	Mín. 99,1
SiO ₂	0,018	Máx. 0,074
Fe ₂ O ₃	0,024	Máx. 0,054
Na ₂ O – Total	0,14	Máx. 0,15
CaO	0,040	Máx. 0,080
Umidade (300°C)	0,14	Máx. 0,50
L.O.I. (300 – 1000°C)	0,06	Máx. 0,30
Análise Física		
Densidade Solta – (g/cm ³)	0,7	
Densidade Compactada – (g/cm ³)	1,2	
Área Superficial – (m ² /g)	1,5	Máx. 2,0
Tamanho de Cristal Primário – (µm)	2 - 3	
Granulometria – (%)		
+325#	1,4	Máx. 4,0
Distribuição de Tamanho das Partículas – (µm)		
D90	24	6 - 26
D50	5	2 - 7
D10	2	

Data da Revisão: Maio/ 2019

- Análise Química feita por Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X de acordo com a norma AS2879.7-1997
- Densidades determinadas pela Norma ASTM-B-527-81
- Área Superficial feita pelo Método BET
- Análise granulométrica feita por peneiras da Série ASTM E 11-87
- Distribuição de tamanho de partículas feita por Coulter

ANEXO B - RESULTADOS ANÁLISE BET

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2013, Quantachrome Instruments
version 11.03



Analysis			Report	
Operator:	INPE	Date:2023/08/29	Operator:	INPE
Sample ID:	Al2O3	Filename:	Al2O3Amostra.qps	Date:2023/08/30
Sample Desc:	amostra Arthur II	Comment:	tratamento térmico 300C por 3h	
Sample weight:	0.7222 g	Sample Volume:	1 cc	
Outgas Time:	3.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C	
Analysis gas:	Nitrogen	Bath Temp:	273.0 K	
Press. Tolerance:	0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	60/60 sec (ads/des)	Equil timeout:
Analysis Time:	46.3 min	End of run:	2023/08/29 16:02:29	240/240 sec (ads/des)
Cell ID:	0	Instrument:	Nova Station B	

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.20450e-02	0.0497	8.8321e+02	2.10068e-01	0.0636	3.3477e+03
8.23460e-02	0.0554	1.2952e+03	2.60285e-01	0.0646	4.3586e+03
1.07101e-01	0.0578	1.6617e+03	3.10479e-01	0.0643	5.6030e+03
1.59332e-01	0.0620	2.4453e+03			

BET summary

Slope = 17947.911
 Intercept = -2.305e+02
 Correlation coefficient, r = 0.994942
 C constant = -76.856
 Surface Area = 0.197 m²/g

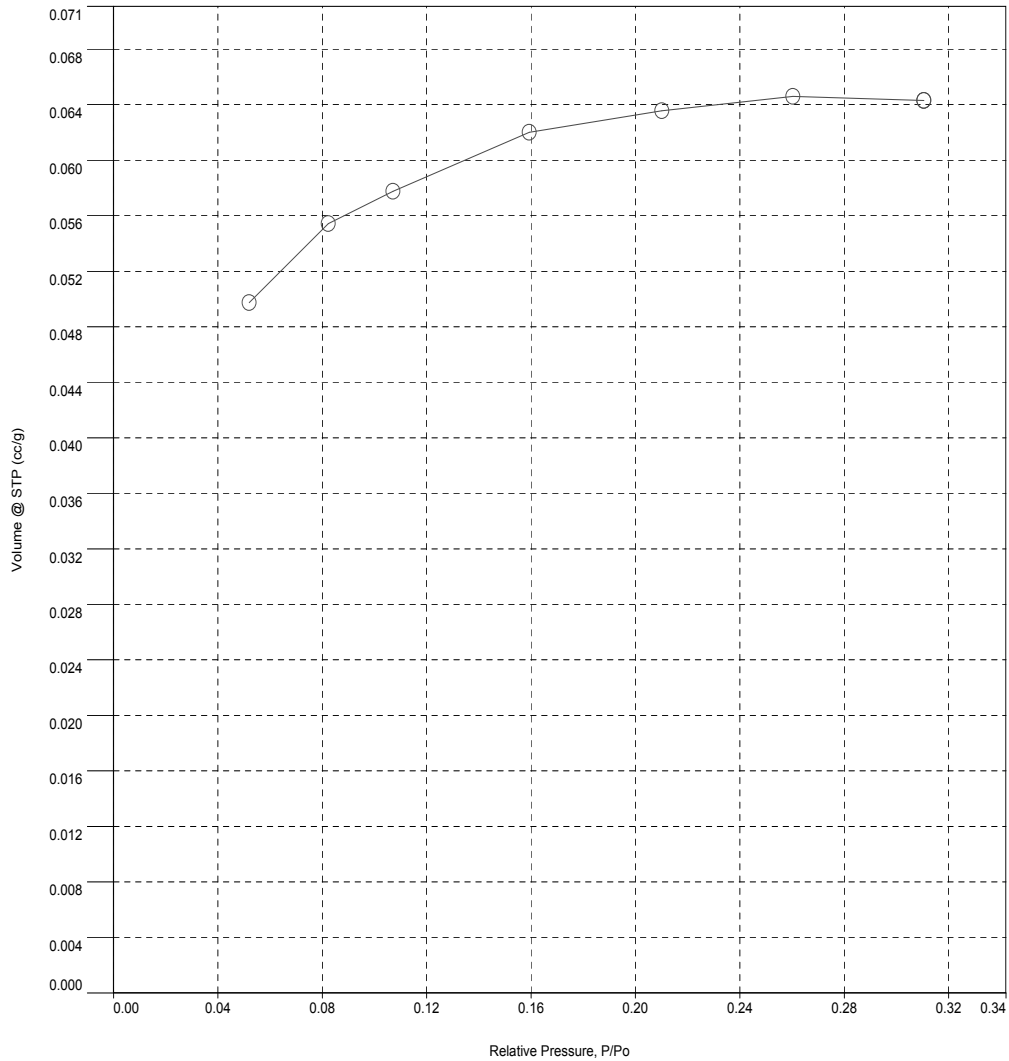


Analysis			Report		
Operator:	INPE	Date: 2023/08/29	Operator:	INPE	Date: 2023/08/30
Sample ID:	Al2O3	Filename:	Al2O3Amostra.qps		
Sample Desc:	amostra Arthur II	Comment:	tratamento térmico 300C por 3h		
Sample weight:	0.7222 g	Sample Volume:	1 cc		
Outgas Time:	3.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C		
Analysis gas:	Nitrogen	Bath Temp:	273.0 K		
Press. Tolerance:	0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	60/60 sec (ads/des)	Equil timeout:	240/240 sec (ads/des)
Analysis Time:	46.3 min	End of run:	2023/08/29 16:02:29	Instrument:	Nova Station B
Cell ID:	0				

Isotherm : Linear

Data Reduction Parameters			
Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

○
Ads





Analysis		Report	
Operator:	INPE	Operator:	INPE
Sample ID:	Al2O3SiCZnO2	Filename:	Al2O3SiCZnO2.qps
Sample Desc:	amostra Arthur	Comment:	tratamento térmico 300C por 3h
Sample weight:	1.2671 g	Sample Volume:	1 cc
Outgas Time:	3.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C
Analysis gas:	Nitrogen	Bath Temp:	273.0 K
Press. Tolerance:	0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	60/60 sec (ads/des)
Analysis Time:	186.2 min	End of run:	2023/08/24 15:12:27
Cell ID:	0	Equil timeout:	240/240 sec (ads/des)
		Instrument:	Nova Station A

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å ²		

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.45580e-02	0.0244	1.8893e+03	2.07871e-01	0.0322	6.5257e+03
1.05793e-01	0.0308	3.0684e+03	2.60276e-01	0.0300	9.3797e+03
1.54964e-01	0.0326	4.5073e+03	3.11998e-01	0.0269	1.3496e+04

BET summary

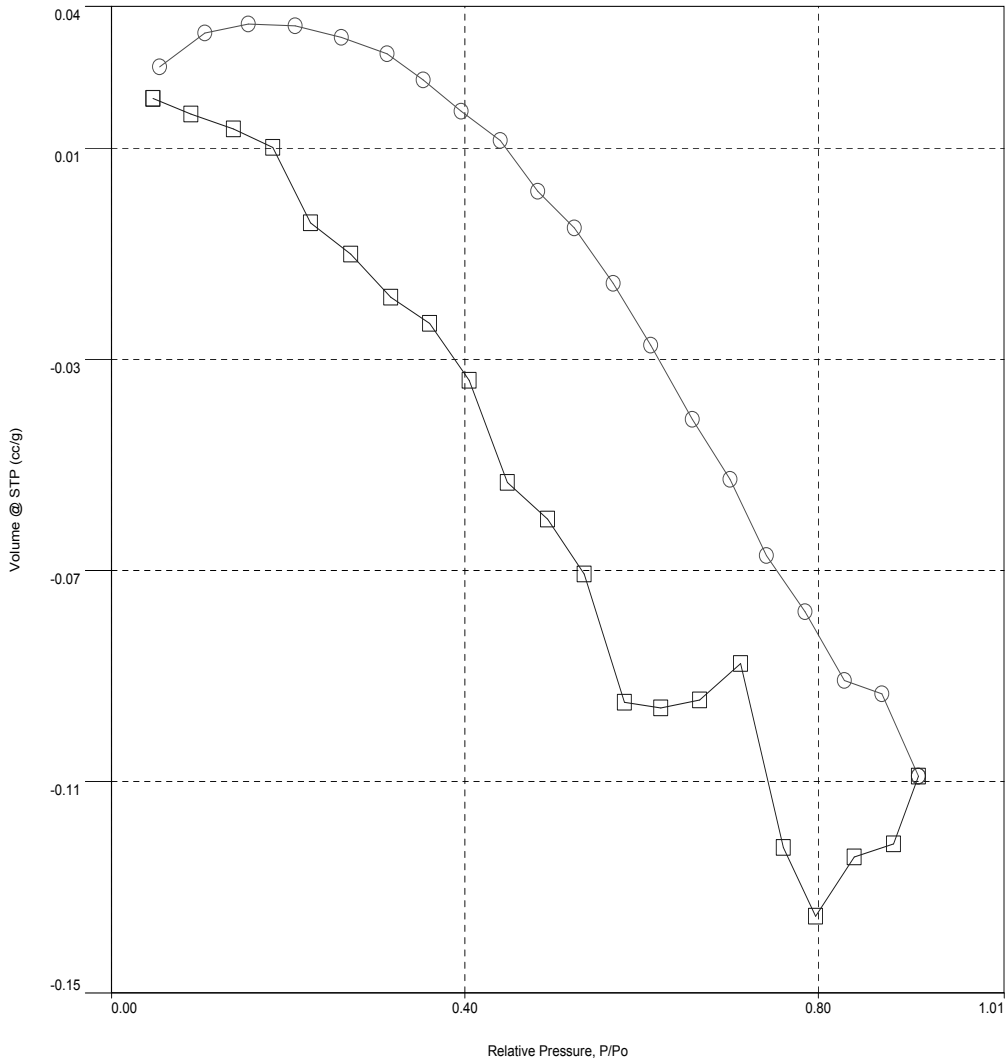
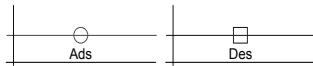
Slope = 43866.744
 Intercept = -1.531e+03
 Correlation coefficient, r = 0.974113
 C constant = -27.648
 Surface Area = 0.082 m²/g



Analysis			Report	
Operator:	INPE	Date:2023/08/24	Operator:	INPE
Sample ID:	Al2O3SiCZnO2	Filename:	Al2O3SiCZnO2.qps	Date:2023/08/30
Sample Desc:	amostra Arthur	Comment:	tratamento térmico 300C por 3h	
Sample weight:	1.2671 g	Sample Volume:	1 cc	
Outgas Time:	3.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C	
Analysis gas:	Nitrogen	Bath Temp:	273.0 K	
Press. Tolerance:	0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	60/60 sec (ads/des)	Equil timeout:
Analysis Time:	186.2 min	End of run:	2023/08/24 15:12:27	240/240 sec (ads/des)
Cell ID:	0			Instrument:
				Nova Station A

Isotherm : Linear

Data Reduction Parameters			
Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc





Analysis			Report		
Operator:	INPE	Date:2023/08/24	Operator:	INPE	Date:2023/08/30
Sample ID:	Al2O3ZnO2	Filename:	Al2O3ZnO2.qps		
Sample Desc:	amostra Arthur II	Comment:	tratamento térmico 300C por 3h		
Sample weight:	1.1458 g	Sample Volume:	1 cc		
Outgas Time:	3.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C		
Analysis gas:	Nitrogen	Bath Temp:	273.0 K		
Press. Tolerance:	0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	60/60 sec (ads/des)	Equil timeout:	240/240 sec (ads/des)
Analysis Time:	188.4 min	End of run:	2023/08/24 15:14:39	Instrument:	Nova Station B
Cell ID:	0				

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å ²		

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.38150e-02	0.0584	7.7988e+02	2.07744e-01	0.0867	2.4211e+03
1.04870e-01	0.0749	1.2508e+03	2.59263e-01	0.0905	3.0954e+03
1.54206e-01	0.0836	1.7448e+03	3.10986e-01	0.0910	3.9681e+03

BET summary

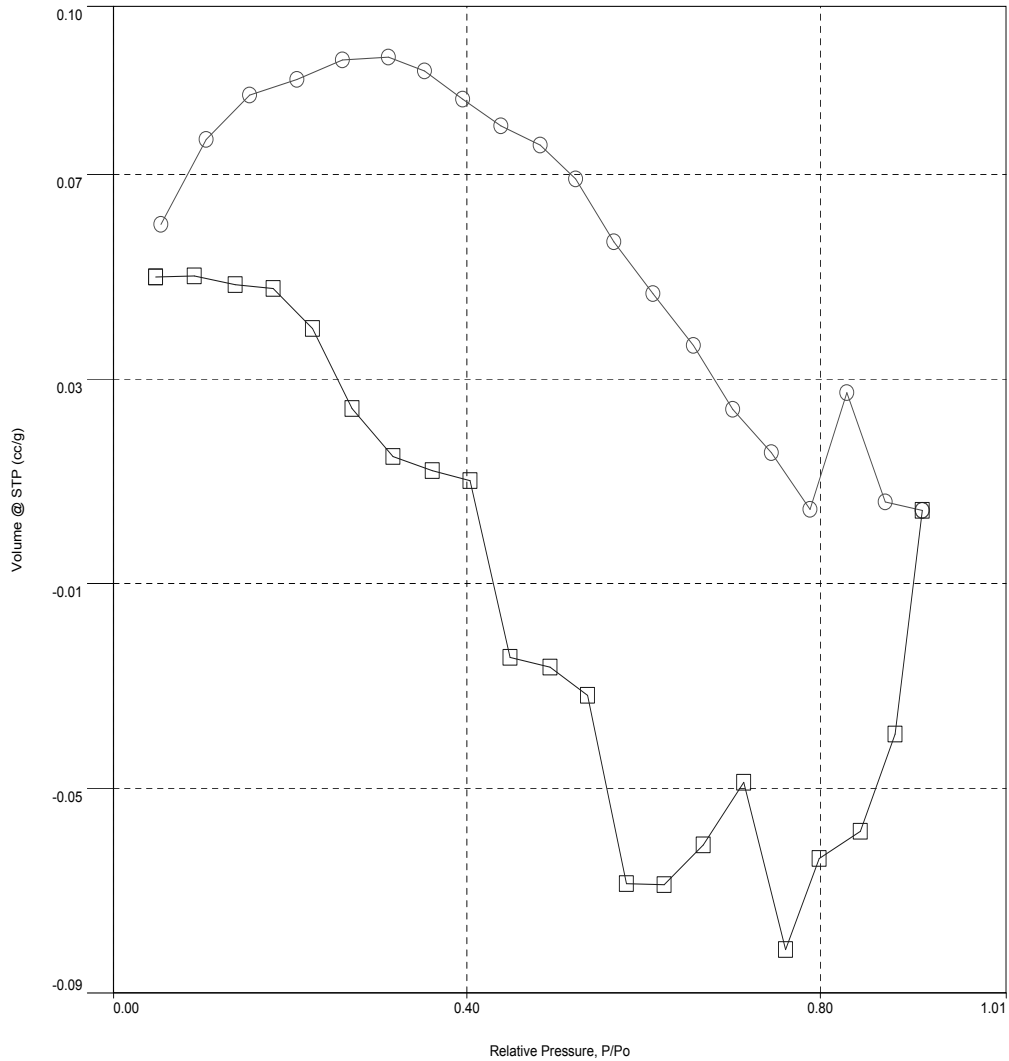
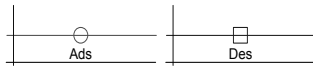
Slope = 12296.737
 Intercept = -2.573e+01
 Correlation coefficient, r = 0.994240
 C constant = -476.919
 Surface Area = 0.284 m²/g



Analysis			Report		
Operator:	INPE	Date:2023/08/24	Operator:	INPE	Date:2023/08/30
Sample ID:	Al2O3ZnO2	Filename:	Al2O3ZnO2.qps		
Sample Desc:	amostra Arthur II	Comment:	tratamento térmico 300C por 3h		
Sample weight:	1.1458 g	Sample Volume:	1 cc		
Outgas Time:	3.0 hrs	OutgasTemp:	300.0 C		
Analysis gas:	Nitrogen	Bath Temp:	273.0 K		
Press. Tolerance:	0.100/0.100 (ads/des)	Equil time:	60/60 sec (ads/des)	Equil timeout:	240/240 sec (ads/des)
Analysis Time:	188.4 min	End of run:	2023/08/24 15:14:39	Instrument:	Nova Station B
Cell ID:	0				

Isotherm : Linear

Data Reduction Parameters					
Adsorbate	Nitrogen		Temperature	77.350K	
	Molec. Wt.:	28.013	Cross Section:	16.200 Å ²	Liquid Density:
					0.808 g/cc



PUBLICAÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS EDITADAS PELO INPE

Teses e Dissertações (TDI)

Teses e Dissertações apresentadas nos Cursos de Pós-Graduação do INPE.

Manuais Técnicos (MAN)

São publicações de caráter técnico que incluem normas, procedimentos, instruções e orientações.

Notas Técnico-Científicas (NTC)

Incluem resultados preliminares de pesquisa, descrição de equipamentos, descrição e ou documentação de programas de computador, descrição de sistemas e experimentos, apresentação de testes, dados, atlas, e documentação de projetos de engenharia.

Relatórios de Pesquisa (RPQ)

Reportam resultados ou progressos de pesquisas tanto de natureza técnica quanto científica, cujo nível seja compatível com o de uma publicação em periódico nacional ou internacional.

Propostas e Relatórios de Projetos (PRP)

São propostas de projetos técnico-científicos e relatórios de acompanhamento de projetos, atividades e convênios.

Publicações Didáticas (PUD)

Incluem apostilas, notas de aula e manuais didáticos.

Publicações Seriadas

São os seriados técnico-científicos: boletins, periódicos, anuários e anais de eventos (simpósios e congressos). Contam destas publicações o Internacional Standard Serial Number (ISSN), que é um código único e definitivo para identificação de títulos de seriados.

Programas de Computador (PDC)

São a seqüência de instruções ou códigos, expressos em uma linguagem de programação compilada ou interpretada, a ser executada por um computador para alcançar um determinado objetivo. Aceitam-se tanto programas fonte quanto os executáveis.

Pré-publicações (PRE)

Todos os artigos publicados em periódicos, anais e como capítulos de livros.