



## Elaboração e análise de tintas de alumina para manufatura aditiva

### Elaboration and analysis of alumina inks for additive manufacturing

Débora da Silva Toscano<sup>1</sup>, Raphael Euclides Prestes Salem<sup>2</sup>

#### RESUMO

Neste trabalho foi desenvolvido uma pasta cerâmica feita à base de  $Al_2O_3$  para uso em impressão 3D por meio de manufatura aditiva utilizando carboximetilcelulose (CMC) como um aditivo para fabricação de um gel extrudável, no qual se investigou sua capacidade de formar corpos rígidos e as suas características reológicas. O pó de alumina foi misturado a um gel viscoso de CMC, elaborado com 98% de água destilada e 2% do aditivo, seguido de mistura em agitador por cerca de 30 minutos. A partir dessa solução, foram produzidas duas amostras, a primeira com 50% de proporção de pó de  $Al_2O_3$  em relação ao volume final da solução e a segunda com 45% de pó de  $Al_2O_3$  em relação ao volume final da solução. As duas amostras obtidas foram analisadas reologicamente utilizando um reômetro rotacional e a amostra com 50% de sólidos foi extrudada de modo manual por meio de uma seringa com bico de diâmetro de 1,0 mm, para averiguar a estrutura do corpo extrudado. Os resultados evidenciaram que as misturas possuem viscosidade adequada para a manufatura aditiva, e que a amostra com 50% de sólidos apresentou boa extrudabilidade aspecto reológico mais favorável do que a com menor. No entanto, observou-se instabilidade do corpo extrudado, no sentido de manter a sua forma ao longo do tempo necessário para secagem.

**PALAVRAS-CHAVE:** manufatura aditiva, reologia, viscosidade.

#### ABSTRACT

In this work, a ceramic paste based on  $Al_2O_3$  was developed for use in 3D printing through additive manufacturing, using carboxymethyl cellulose (CMC) as an additive to create an extrudable gel. The study investigated its ability to form rigid bodies and its rheological characteristics. Alumina powder was mixed with a viscous CMC gel, prepared with 98% distilled water and 2% of the additive, followed by stirring for approximately 30 minutes. From this solution, two samples were produced: the first with a 50% proportion of  $Al_2O_3$  powder in relation to the final solution volume, and the second with 45% of  $Al_2O_3$  powder in relation to the final solution volume. Both obtained samples were rheologically analyzed using a rotational rheometer, and the sample with 50% solids was manually extruded using a syringe with a 1.0 mm diameter nozzle to examine the structure of the extruded body. The results showed that the mixtures had suitable viscosity for additive manufacturing, and the sample with 50% solids exhibited better extrudability and more favorable rheological characteristics than the one with a lower proportion of solids. However, instability in maintaining the shape of the extruded body over the necessary drying time was observed.

**KEYWORDS:** additive manufacturing, rheology, viscosity.

#### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A impressão 3D ou manufatura aditiva é um campo onde o investimento tecnológico se torna cada vez maior devido ao seu potencial de impactar no futuro da produção, seja com metais, polímeros, cerâmicas ou compósitos. Este processo permite a fabricação de peças complexas de forma automatizada, usando a deposição de material camada por camada, o que fornece inúmeras melhorias para a indústria, como, por exemplo, economia de recursos, além de obtenção peças com formas complexas e customizadas.

A impressão 3D ou manufatura aditiva é uma técnica de fabricação onde se sobrepõem camadas que permitem produzir, diretamente, objetos tridimensionais, a partir de um protótipo digital [1]. Este é um campo que deve ter um grande impacto em diversas

<sup>1</sup> Bolsista da Universidade Tecnológica Federal no Paraná. Universidade Tecnológica Federal no Paraná, Londrina, Paraná, Brasil. E-mail: deboratoscano@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 8298734389726853.

<sup>2</sup> Docente no Curso Engenharia de Materiais. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil. E-mail: raphaelsalem@utfpr.edu.br. ID Lattes: 0721570145423409.



áreas da indústria, pois permite fabricar peças complexas de forma automatizada. No entanto, enfrenta desafios na área das cerâmicas, como as propriedades mecânicas, precisão dimensional e qualidade da superfície [2,3].

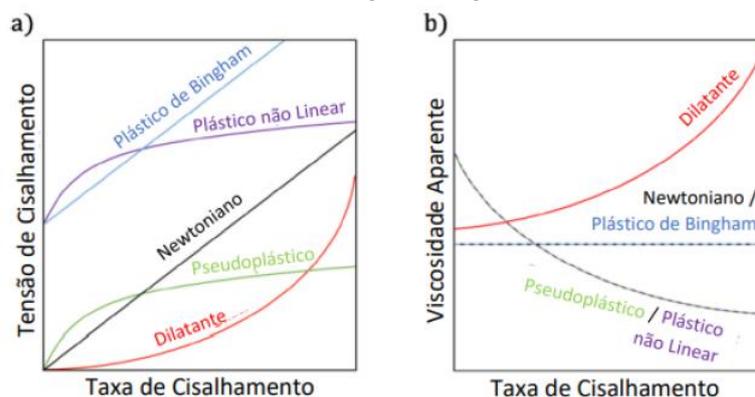
A manufatura aditiva conta com diversos métodos para elaborar peças cerâmicas, onde se destaca a fundição por gel, um método capaz de processar formas complexas. Neste método, os pós são dispersos em uma solução aquosa, mas um de seus desafios é garantir resistência suficiente nas peças verdes para desmoldá-las sem danos [3].

A reologia é a ciência que analisa a deformação e do fluxo de matéria. Assim, os seus fundamentos são cruciais em relação às suspensões coloidais, pois no processamento coloidal o baixo teor de sólidos resulta em uma baixa densidade da cerâmica produzida. Portanto, a capacidade de sinterização e a conformabilidade de peças feitas em manufatura aditiva dependem da reologia da suspensão produzida [1,2].

Entre os parâmetros reológicos estudados, o mais importante neste estudo é a viscosidade, que é a resistência do líquido à fluidez. Quando ele flui, todas as suas partes devem estar em movimento, o que faz com que os planos sucessivos das moléculas deslizem uns sobre os outros, e a viscosidade se refere à medida dessa fricção interna. Dessa forma, há vários fatores que afetam essa propriedade, como temperatura, características físicas das partículas, tipo de interação entre elas, concentração de dispersantes, entre outras características [4].

Os fluidos podem ser classificados de acordo com a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação e se dividem entre newtonianos e não newtonianos. Dentre os não newtonianos, destacam-se os pseudoplásticos, cuja viscosidade diminui à medida que a taxa de cisalhamento aumenta [5], o que pode ser observado na Figura 1.

**Figura 1 – Classificação dos fluidos em termos de tensão de cisalhamento e viscosidade aparente por taxa de cisalhamento.**



Fonte: [5]

## MATERIAIS E MÉTODOS

### MATERIAIS

Neste trabalho, utilizou-se como matéria-prima a alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) CT3000 SG (Almatis, EUA) com pureza de 99,8% e tamanho médio de partícula de  $D_{50} = 0,35 \mu\text{m}$ . Este é um material com vasta aplicação na fabricação de cerâmicas, como, por exemplo para composição de tintas, por possuir excelente estabilidade química e térmica [6], além de alta dureza e resistência à compressão no produto final.



Para o processo de fabricação da tinta, utilizou-se carboximetilcelulose (CMC) de grau alimentício, como agente espessante da suspensão, a fim de impedir a aglomeração das partículas, diminuindo a viscosidade e tornando a suspensão estável. Além disso, o CMC é capaz de estabilizar colóides de alumina aquosa com alto teor de sólidos [5].

## MÉTODOS

O processo de produção da tinta teve como base um experimento realizado por Silva [5], em que a alumina foi pesada em uma balança de precisão e depois foi adicionada a um gel aquoso com 2% em massa de CMC, preparado por mistura em agitador magnético por 30 minutos à temperatura de  $40 \pm 2^\circ\text{C}$ . Em seguida, o pó de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , peneirado em malha 80, foi adicionado gradualmente ao gel sob agitação, até formar uma pasta com aspecto homogêneo. Realizou-se este processo duas vezes, obtendo-se duas amostras. A proporção da primeira mistura foi de 50% em peso de gel e 50% em peso de pó de alumina, enquanto a segunda utilizou 55% em peso de gel e 45% em peso de pó de alumina.

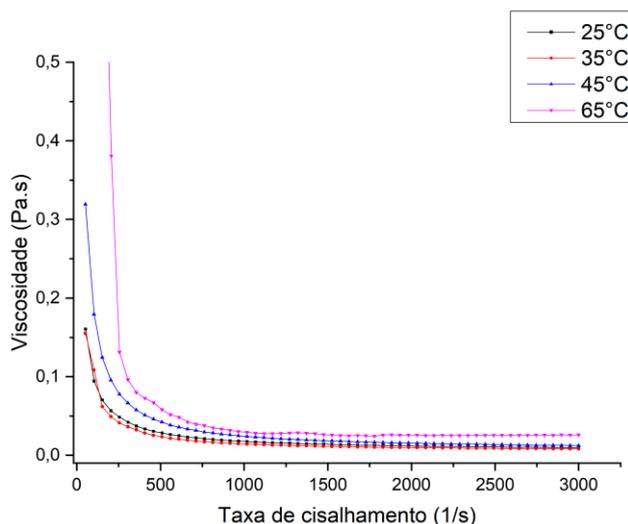
A tinta originada da mistura foi dividida em amostras que foram caracterizadas reologicamente em reômetro rotacional, marca Brookfield (EUA), modelo R/S Plus, utilizando a configuração de placas paralelas com espaçamento de 1 mm e coleta de medidas de viscosidade e tensão de cisalhamento na faixa de taxa de cisalhamento de  $0 - 3000 \text{ s}^{-1}$ , na faixa de temperatura de  $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$  a  $65 \pm 0,1^\circ\text{C}$ , com intervalo de  $10^\circ\text{C}$  entre as coletas, com o auxílio de um banho termostático, marca Julabo (Alemanha), modelo F25HE.

Para os testes de extrusão, utilizou-se a suspensão com 50% em massa de sólidos, simulando-se uma “impressão” por meio da extrusão com uma seringa plástica de 10 mL e bico de 1,0 mm de diâmetro, formando estruturas (veios) e deixando-os secar à temperatura ambiente por 5 dias. Após a secagem, observou-se e registrou-se a estabilidade (capacidade de manter a forma) dos corpos extrudados.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

As propriedades reológicas das tintas cerâmicas obtidas foram avaliadas a partir de curvas de viscosidade por taxa de cisalhamento. A Figura 2 apresenta as curvas de viscosidade *versus* taxa de cisalhamento das tintas com 45% de sólidos, com variação de temperatura de ensaio de  $25^\circ\text{C}$  a  $65^\circ\text{C}$ .

**Figura 2 – Viscosidade x taxa de cisalhamento da tinta com 45% em massa de aluminas temperaturas de  $25^\circ\text{C}$  a  $65^\circ\text{C}$ .**

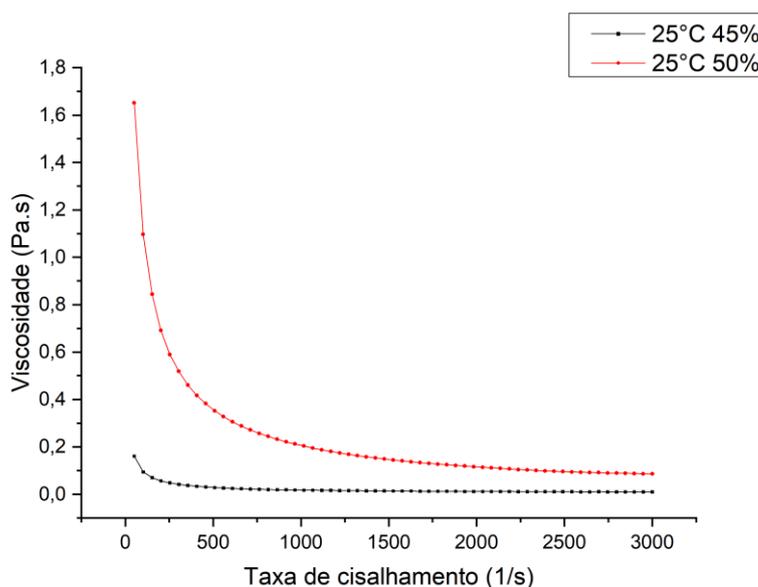


Fonte: Autoria própria (2023).

Pela Figura 2, observa-se que as tintas, em toda a faixa de temperatura, apresenta um comportamento pseudoplástico, com ligeira variação de viscosidade, sendo esta maior quanto maior foi a temperatura. Essa diferença sutil pode estar atribuída à evaporação parcial da água presente na mistura, porém é mantida a consistência do comportamento reológico desejável para aplicação como tinta.

A Figura 3 apresenta as curvas de viscosidade *versus* taxa de cisalhamento a 25°C das misturas com diferentes frações de sólidos, sendo 45% e 50% em massa de alumina.

Figura 3 – Viscosidade x taxa de cisalhamento com 45% e 50% em massa de alumina a 25°C.



Fonte: Autoria própria (2023).

É possível perceber que, na comparação entre as amostras com diferentes frações de sólidos, a amostra com 50% de sólidos apresentou viscosidade maior do que a amostra contendo 45% de massa sólida. Além disso, a viscosidade no início do ensaio mostrou-se



significativamente maior naquela amostra. Com base neste resultado, observa-se suspensões com maior quantidade de sólidos têm maior potencial para a obtenção de uma melhor estabilidade de extrudado para as tintas cerâmicas que desejam ser utilizadas na manufatura aditiva, o que poderia permitir a formação de estruturas como *scaffolds* e outras com forma definida, para a obtenção de corpos com resistência mecânica a verde.

Os testes de extrusão iniciais, com a suspensão de 50% de sólidos, mostraram corpos extrudados com formato regular e contínuo. No entanto, passado o período de repouso e secagem, observou-se que eles não mantiveram sua forma, espalhando-se no substrato em que foram depositados. Com base nos resultados apresentados, que são preliminares, pode-se inferir que, para se obter uma tinta que mantenha a integridade da forma do extrudado, é necessário produzir misturas com maiores porcentagens de sólidos, dentro de uma “janela” de comportamento reológico que conserve o caráter pseudoplástico da tinta. Deste modo, nas próximas etapas do projeto, serão realizados testes com maiores frações de sólidos, entre outras mudanças de processo, como na produção do gel e na preparação do pó de alumina a ser utilizado na composição, de forma a obter, por meio da extrusão, um produto que mantenha sua forma íntegra após o processo de secagem.

## CONCLUSÃO

Por meio de mistura simples, obteve-se uma tinta de alumina visando ao uso em manufatura aditiva cerâmica a partir de um gel aquoso de CMC. As tintas inicialmente elaboradas apresentaram um comportamento reológico satisfatório referentes a gelificação de um fluido pseudoplástico. No entanto, a fração de sólidos utilizada nos testes preliminares ora apresentados mostraram-se insuficientes, o que indica que maiores porcentagens de sólidos na preparação da tinta devem refletir em maior estabilidade de extrudado, ainda na faixa de comportamento pseudoplástico.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao DAEMA/UTFPR Londrina, pela utilização dos laboratórios de ensino, à Almatris pela doação da alumina e ao PIBIC/UTFPR pela concessão da bolsa de iniciação científica.

## Conflito de interesse

Não há conflito de interesse na elaboração deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

- [1] WU, H. et al. Effect of the particle size and the debinding process on the density of alumina ceramics fabricated by 3D printing based on stereolithography. **Ceramics International**, v. 42, n. 15, p. 17290–17294, nov. 2016.
- [2] TONG, W. et al. Easily applicable protocol to formulate inks for extrusion-based 3D printing. **Cerâmica**, v. 68, n. 386, p. 152–159, jun. 2022.
- [3] CAMARGO, I. L. DE et al. Processing and Application of Ceramics 16. **Processing and Application of Ceramics**, v. 16, n. 2, p. 153–159, 2022.



[4] LINK, M. Influência da razão  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  do silicato de sódio na defloculação de suspensões aquosas empregadas na conformação por colagem de barbotinas. Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGE3M: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.

[5] SILVA, B. M. DA. Processamento e caracterização de tintas cerâmicas injetáveis à base de alumina, com potencial de utilização em Robocasting. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica. Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda, Volta Redonda, 2022.

[6] CASTRO, E. B. et al. Silicato de Alumínio em Substrato para Produção de Mudas de *Corymbia citriodora*. **Floresta e Ambiente**, v. 23, n. 2, p. 229–236, 15 mar. 2016.