

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**

**CARLOS ALBERTO STOCHI JUNIOR  
TAMIRES GOMES TERAOKA**

**CONFORMAÇÃO DE ALUMINA POROSA UTILIZANDO FIOS DE SEDA POR  
PRENSAGEM UNIAXIAL E ISOSTÁTICA**

**LONDRINA**

**2022**

**CARLOS ALBERTO STOCHI JUNIOR  
TAMIRES GOMES TERAOKA**

**CONFORMAÇÃO DE ALUMINA POROSA UTILIZANDO FIOS DE SEDA POR  
PRENSAGEM UNIAXIAL E ISOSTÁTICA**

**FORMING POROUS ALUMINUM USING SILK YARN BY UNIAXIAL AND  
ISOSTATIC PRESSING**

Trabalho de conclusão de curso de Graduação  
apresentada como requisito para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade  
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).  
Orientador: Prof. Dr. Marcio Florian.  
Coorientador: Prof. Dr. Ismael de Marchi Neto.

**LONDRINA**

**2022**



Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

**CARLOS ALBERTO STOCHI JUNIOR  
TAMIRES GOMES TERAOKA**

**CONFORMAÇÃO DE ALUMINA POROSA UTILIZANDO FIOS DE SEDA POR  
PRENSAGEM UNIAXIAL E ISOSTÁTICA**

Trabalho de conclusão de curso de Graduação apresentada como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 06/dezembro/2022

---

Prof. Dr. Raphael Euclides Prestes Salem  
Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR

---

Prof. Dr. Luiz Eduardo de Carvalho  
Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR

---

Prof. Dr. Marcio Florian  
Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR

**LONDRINA  
2022**

## AGRADECIMENTOS

Gostaríamos primeiramente de agradecer a Deus por nos dar força, por ter sido nosso ponto de paz quando mais precisamos durante todas as dificuldades encontradas.

Agradecemos ao nosso professor orientador Dr. Marcio Florian, que esteve sempre ao nosso lado, ajudando em tudo o que foi preciso. Nunca nos deixou faltar nada, sempre estava disposto a nos ajudar independente das dificuldades. Também agradecemos ao nosso professor co-orientador Prof. Dr. Ismael de Marchi Neto, por ter nos ajudado nessa reta final do nosso trabalho, dando total suporte para a finalização das nossas análises.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Londrina, pelas oportunidades de aprendizado, apoio através da estrutura e recursos disponíveis.

Agradecemos ao técnico do laboratório do Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais (DAEMA), Filipe Bernardino, por dispor do seu tempo para nos auxiliar durante as análises. E gostaríamos de agradecer ao Laboratório Multiusuário do Câmpus Londrina da Universidade Tecnológica Federal do Paraná pelas análises realizadas.

Agradecemos também a empresa Almatís por ter fornecido a alumina utilizada na realização do estudo. E a empresa SENAI de Maringá-PR, por nos auxiliar na realização das análises do microscópio ótica.

Agradeço aos meus pais, Sandra e Carlos, por todo amor e carinho, por serem meu porto seguro e por sempre me apoiarem e estarem ao meu lado nessa caminhada.

À minha irmã Ana Maria, por todo apoio e incentivo durante minha jornada acadêmica.

Aos meus avós, Marino, Lourdes e Clotilde, que mesmo já não estando mais nesse plano sempre se preocuparam com a minha educação e sei que mesmo lá de cima torceram muito por mim e por esse momento.

Agradeço à minha amiga e parceira de trabalho, Tamires, que desde o início da faculdade sempre foi minha dupla, passamos por diversos momentos

difíceis, mas juntos conseguimos. Obrigado pela sua amizade e pelo companheirismo.

Agradeço a todos os meus amigos que mesmo indiretamente foram essenciais para deixar tudo mais leve.

Agradeço imensamente aos meus pais, Rose e Jorge, por todo o apoio e incentivo durante toda a caminhada, sempre me ajudando a enfrentar essa jornada de forma mais leve. E por todo investimento em meus estudos, tornando os meus sonhos possíveis.

Ao meu irmão, Gabriel, por todo o incentivo e apoio incondicional para minha formação.

À todos os membros da minha família, Gomes e Teraoka, por todo apoio. Em especial à minha avó Mariana pelo incentivo durante toda essa jornada e ao meu avô Tsuyoshi que apesar de não estar mais presente fisicamente, me apoiou desde do início.

Agradeço ao meu amigo Carlos, pelo companheirismo e parceria desde o início da faculdade, seja nos almoços no RU até nas dificuldades enfrentadas nas matérias do curso. Obrigada por ter feito parte da minha vida durante esses anos, tornando os dias mais leves e menos cansativos.

Por fim, agradeço a todos os meus amigos que direta ou indiretamente participaram durante essa etapa cheia de desafios e sucessos que foi a graduação em Engenharia de Materiais na minha vida.

## RESUMO

As cerâmicas porosas possuem um elevado potencial de aplicação em diversas áreas, sendo uma delas a produção de isolantes térmicos, que foi o tema do nosso estudo. A obtenção deste tipo de material segue algumas rotas clássicas, das quais podem ser citadas: queima de partículas orgânicas, réplica, *gelcasting* de espumas cerâmicas, entre outros. Porém, um método alternativo seria associando a alumina com o fio de seda, que funciona como um gerador de poros, que durante a pirólise será degradada, obtendo-se, então uma cerâmica porosa. Na produção de isolantes térmicos, a porosidade permite que o material diminua sua condutividade térmica, dificultando a dissipação de calor, uma vez que o ar presente na porosidade é um ótimo isolante térmico. O presente trabalho apresenta um método de obtenção da cerâmica porosa por meio do processo de prensagem do pó de alumina junto com os fios de seda, eliminando o fio de seda por degradação e posterior sinterização para obter o produto final. O fio de seda foi caracterizado por análise termogravimétrica (TGA) para avaliar as temperaturas de degradação da seda. Para o material obtido foi realizada a análise de dilatométrica, na qual se verificou que as amostras sem a fibra apresentaram uma maior contração, em comparação com as amostras com fibra. Outra análise realizada foi a microscopia eletrônica de varredura (MEV), por meio da qual se constatou que por conta da degradação das fibras de seda houve a formação de poros. Por fim, para avaliar se houve alteração na condutividade térmica do material, utilizou-se o condutímetro térmico, porém os resultados obtidos foram semelhantes entre as amostras com e sem fibra, pois a densidade das amostras não variou, isso pode ser explicado devido a pouca geração de poros, não apresentando uma expressiva diferença na condutividade térmica.

**Palavras-chave:** cerâmica porosa; alumina, fio de seda; prensagem.

## ABSTRACT

Porous ceramics have a high potential for application in several areas, one of which is the production of thermal insulation, which was the subject of our study. Obtaining this type of material follows some classic routes, of which the following can be mentioned: burning of organic particles, replication, gelcasting of ceramic foams, among others. However, an alternative method would be to associate alumina with silk thread, which works as a pore generator, which during pyrolysis will be degraded, thus obtaining a porous ceramic. In the production of thermal insulators, porosity allows the material to decrease its thermal conductivity, making it difficult to dissipate heat, since the air present in the porosity is an excellent thermal insulator. This work presents a method for obtaining porous ceramics through the process of pressing alumina powder together with silk threads, eliminating the silk thread by degradation and subsequent sintering to obtain the final product. The silk thread was characterized by thermogravimetric analysis (TGA) to assess silk degradation temperatures. For the material obtained, a dilatometry analysis was performed, in which it was verified that the samples without the fiber presented a greater contraction, in comparison with the samples with fiber. Another analysis performed was the scanning electron microscopy (SEM), through which it was verified that due to the degradation of the silk fibers there was the formation of pores. Finally, to assess whether there was any change in the thermal conductivity of the material, a thermal conductivity meter was used, but the results obtained were similar between the samples with and without fiber, as the density of the samples did not vary, this can be explained due to the low generation of pores, providing inconclusive data on the difference in thermal conductivity.

**Keywords:** porous ceramics; alumina; silk yarn; pressing.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Etapas produtivas do fio de seda na indústria brasileira.....	18
Figura 2 – Filamentos de fibroína unidos por sericina.....	19
Figura 3 – Transformações de fase do hidróxido de alumínio a partir de diferentes minerais, em função da temperatura de calcinação.....	20
Figura 4 – Estrutura cristalina da $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	21
Figura 5 – Faixas de condutividade térmica para vários materiais a temperatura ambiente.....	23
Figura 6 – Processo de prensagem uniaxial (a) ação simples e (b) ação dupla.....	26
Figura 7 – Processo de Prensagem Isostática a frio.....	27
Figura 8 – Representação hipotética da formação de pescoços.....	28
Figura 9 – Representação das etapas da sinterização no estado sólido.....	29
Figura 10 – Fluxograma da metodologia que será utilizado no trabalho.....	31
Figura 11 – Preparação das fibras de seda: A) Realização da junção com os 5 filamentos; B) Fibra unida; C) Utilização da cola PVA e D) Filamentos cortados.....	32
Figura 12 – Analisador Termogravimétrico (TGA-51, marca Shimadzu).....	33
Figura 13 – Prensa Uniaxial.....	34
Figura 14 – Etapas do processo de prensagem uniaxial: A e B) Preparação dos corpos de prova; C) Corpo de prova após a prensagem.....	35
Figura 15 – Prensa Isostática.....	35
Figura 16 – Parâmetros utilizados no processo de prensagem isostática.....	36
Figura 17 – Etapas do processo de prensagem isostática: A) Inserção do corpo de prova na cavidade da prensa; B) Corpo de prova após a prensagem.....	36
Figura 18 – Forno utilizado na pré-sinterização e na sinterização.....	37
Figura 19 – Dilatômetro.....	38
Figura 20 – Condutímetro térmico.....	39
Figura 21 – Diagrama da medição da condutividade térmica.....	40
Figura 22 – Microscopia ótica das fibras de seda (a) 1 fio de seda e (b) junção com 5 fios de seda.....	41



Figura 23 – Análise Termogravimétrica (TGA) do fio de seda.....	42
Figura 24 – Análise de Dilatometria nas amostras com e sem seda.....	43
Figura 25 – Análise de Condutividade Térmica nas amostras pré-sinterizadas.....	45
Figura 26 – Análise de Condutividade Térmica nas amostras sinterizadas.....	45
Figura 27 – Micrografia das amostras pré sinterizadas (a) SFUNI e (b) SFISO.....	48
Figura 28 – Micrografia das amostras pré sinterizadas (c) CFUNI e (d) CFISO.....	48
Figura 29 – Micrografia das amostras sinterizadas (a) SFUNI e (b) SFISSO.....	49
Figura 30 – Micrografia das amostras sinterizadas (c) SFUNI e (d) SFISO.....	50

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Fases cristalográficas da alumina.....	20
Quadro 2 – Propriedades da alumina.....	21
Quadro 3 – Valores aproximados da condutividade térmica de materiais cerâmicos.....	24
Quadro 4 – Parâmetros utilizados no processo de pré-sinterização.....	37
Quadro 5 – Parâmetros utilizados no processo de sinterização.....	38
Quadro 6 – Taxas de temperaturas do dilatômetro.....	39
Quadro 7 – Valores da derivada do gráfico de dilatometria.....	44
Quadro 8 – Dimensões e densidades das amostras.....	46
Quadro 9 – Condutividade térmica média das amostras.....	47

## LISTA DE ABREVIATURAS

CP	Corpo de prova
SF UNI	Amostra sem fibra prensada uniaxialmente
SF ISO	Amostra sem fibra prensada isostaticamente
CF UNI	Amostra com fibra prensada uniaxialmente
CF ISO	Amostra com fibra prensada isostaticamente
MEV	<i>Scanning Electron Microscopy</i> – Microscopia Eletrônica de Varredura
TGA	<i>Thermogravimetric Analysis</i> - Termogravimetria ou Análise Termogravimétrica

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	19
<b>2 OBJETIVO</b> .....	15
<b>3 JUSTIFICATIVA</b> .....	16
<b>4 REFERENCIAL TEÓRICO</b> .....	17
4.1 SEDA.....	17
4.2 ALUMINA.....	19
4.3 CONDUTIVIDADE TÉRMICA.....	22
4.4 PROCESSO DE FABRICAÇÃO POR PRENSAGEM.....	24
4.5 SINTERIZAÇÃO.....	28
<b>5 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	30
5.1 MATERIAIS.....	30
5.2 METODOLOGIA.....	30
5.2.1 Preparação dos fios de seda.....	31
5.2.2 Microscopia Ótica.....	32
5.2.3 Análise Termogravimétrica (TGA).....	32
5.2.4 Preparação dos corpos de prova.....	33
5.2.4.1 Prensagem Uniaxial.....	33
5.2.4.2 Prensagem Isostática.....	35
5.2.5 Pré-sinterização e Sinterização.....	36
5.2.6 Dilatometria.....	38
5.2.7 Condutividade Térmica.....	39
5.2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	40
<b>6 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	41
6.1 MICROSCOPIA ÓTICA.....	41
6.2 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) .....	41
6.3 DILATOMETRIA.....	42
6.4 CONDUTIVIDADE TÉRMICA.....	44
6.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	47
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	51
<b>8 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	52
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	53

## 1 INTRODUÇÃO

Dentro das cerâmicas avançadas, a alumina se tornou uma boa alternativa na fabricação das cerâmicas porosas pela sua ampla gama de aplicações, devido às suas propriedades como natureza isolante, estabilidade termodinâmica, resistência à corrosão e ao ataque químico, alta dureza e um bom custo/benefício. Uma outra maneira, ainda não estudada, de se criar uma cerâmica porosa é por meio do processo de prensagem e posterior sinterização combinando o fio da seda (material orgânico) com a alumina.

Boa parte das aplicações tecnológicas da alumina envolve a classe das cerâmicas densas, porém tem se observado um aumento na utilização das cerâmicas porosas, dentre as possíveis utilizações: catalisadores, filtros, isolantes térmicos, armazenamento e liberação de fármacos, entre outros.

As cerâmicas porosas podem ser obtidas por diversos tipos de processos, que podem interferir nas características finais do material obtido, sendo os principais, o método da réplica, o método de *gelcasting* e a queima de partículas orgânicas. Estes processos possuem a capacidade de se complementar e ou se adaptar uns aos outros de maneira a apresentar estruturas com características variadas. Algumas dessas características são a distribuição do tamanho de poros, a conectividade entre eles e a porosidade total.

A seda é uma fibra têxtil natural que é conhecida por suas qualidades diferenciadas, apresentando excelentes propriedades mecânicas como elevada resistência à tração, além de possuir extensibilidade e absorção de energia em ruptura que contribuem para sua ampla aplicação.

Sua composição é basicamente de proteínas, sendo as principais sericina e fibroína. Essas células ao sofrerem o processo de degradação, em aproximadamente 630°C, não deixam resíduos orgânicos na matriz sendo considerada uma possibilidade de utilização como aditivo para a produção de peças porosas.

A vantagem de se utilizar essa técnica em relação a outros processos está na utilização de um agente gerador de poros de origem sustentável, não sintético, e também pelo método de fabricação ser mais prático e que garante um produto com porosidade controlada.

O Brasil é o único país do ocidente que ainda tem a produção do fio de seda em escala industrial. Sendo essa produção verticalizada, iniciando-se na produção do

bicho da seda, seguida do beneficiamento primário dos filamentos, produção de tecidos, beneficiamentos secundários, confecção, até a chegada do produto têxtil ao consumidor final.

Para este trabalho, será levado em consideração somente até a etapa dos filamentos primários que será agrupado a alumina com esses filamentos da seda, a fim de se obter a cerâmica porosa. Como a temperatura de degradação da seda é inferior à temperatura que será trabalhada no processo de sinterização da alumina, o material orgânico eliminado deixará poros no formato de microtubos, semelhantes as dimensões da fibra. Devido a essa característica, tubo fechado, oco e extenso, este material é de extrema importância em diversas aplicações relacionadas desde a área médica (liberação de fármacos), pois o medicamento terá condições de ser armazenado dentro dessa cavidade tubular de forma que seja aplicado no local exato no corpo humano. Como também em isolantes térmicos, pois a cavidade em forma de tubos ocos permite que o ar fique alojado nesse espaço e conseqüentemente dificulte a passagem de calor pelo material, diminuindo a condutividade térmica.

Uma das formas de fabricar as cerâmicas porosas é por meio da técnica de prensagem, que consiste basicamente em dispor o material cerâmico e os fios de seda em camadas em um molde, e a partir da prensagem, seja ela isostática ou uniaxial, obtém-se o material à verde (material que acabou de ser compactado e não foi submetido a nenhum processo de queima). Ao final do processo, após ter realizado a sinterização, gera-se a cerâmica porosa.

## 2 OBJETIVO

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Esse presente trabalho tem como objetivo produzir alumina porosa utilizando fio de seda como gerador de porosidade por meio do processo de prensagem, tanto uniaxial como isostática, a ser aplicado como possível isolante térmico.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar fisicamente o fio de seda por meio da microscopia ótica e os corpos de prova por meio de microscopia eletrônica de varredura;
- Analisar a contração na sinterização por meio de dilatométrica;
- Determinar a condutividade térmica das amostras pré-sinterizadas e sinterizadas;

### 3 JUSTIFICATIVA

A fabricação de cerâmicas porosas não é algo de hoje, há muito tempo vem sendo amplamente utilizada, desde aplicações relacionadas à área médica (liberação de fármacos), odontológica, até sistemas de proteção térmica. Os processos que normalmente são utilizados para a obtenção dessas cerâmicas, como por exemplo, o método de *gelcasting*, prensagem, extrusão e colagem utilizam geralmente materiais orgânicos de origem sintética que após a queima são calcinados e formam porosidade. Também são utilizados materiais de origem natural para esta finalidade como por exemplo: ceras, polissacarídeos, amido, que também após a calcinação são degradados e formam a porosidade.

O diferencial deste projeto é a utilização do fio de seda como material de origem natural para gerar porosidade, sendo possível produzir poros com formato circular.



## 4 REFERENCIAL TEÓRICO

### 4.1 SEDA

Conhecida por suas qualidades diferenciadas, a seda é uma fibra têxtil natural, secretada por larvas de uma variedade de insetos como o *Bombyx mori L*, conhecido como bicho-da-seda, que vem sendo domesticado pelo homem por cerca de 5000 anos, a fim de ser utilizado para produção de tecidos e fios (SCOTT,1993).

A atividade de obtenção da seda se denomina sericultura, cujo desenvolvimento teve início na China, por volta de 3000 A.C., com o objetivo de produzir fibra têxtil (FONSECA et al., 1988).

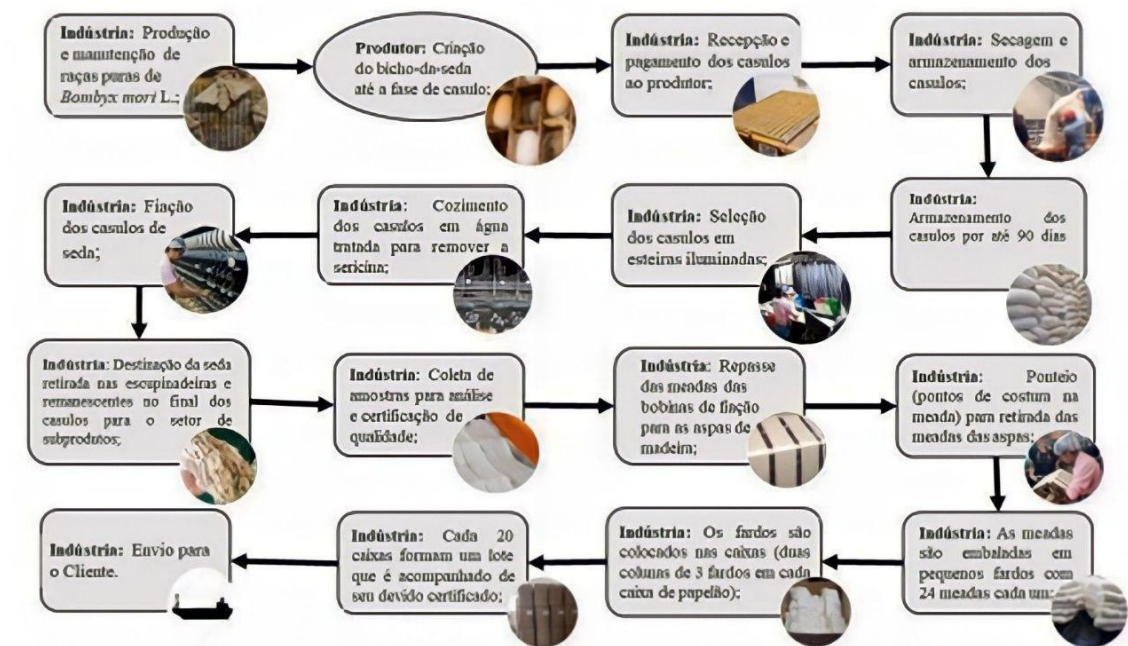
Porém, somente no século XIX, a produção de seda foi introduzida no Brasil, durante o reinado de D. Pedro I, sendo instalada a primeira indústria de seda nacional “Imperial Companhia Seropédica Fluminense”. Em 1940, foi fundada em Bastos/SP pelos imigrantes japoneses, a Sociedade Colonizadora do Brasil – “Burajiru Takushoku Kumiai”, do qual originou a Fiação de Seda BRATAC S.A., hoje a maior indústria de fiação de seda que atua no Brasil (FONSECA et al., 1988).

O processo de sericultura é dividido em três etapas: o cultivo agrícola da amoreira; a criação zootécnica do bicho de seda e o beneficiamento industrial de casulos para fiação (ZANETTI, 2008).

Para a produção da amoreira e a criação do bicho-da-seda é necessário que as condições climáticas sejam favoráveis. Uma vez que, a temperatura pode influenciar nos processos metabólicos do inseto enquanto que a umidade do ar afeta seu crescimento, além de influenciar na taxa de secagem das folhas da amoreira que conseqüentemente afeta no consumo do alimento (GIACOMIN, 2018).

A etapa de beneficiamento industrial divide-se em 5 estágios, que estão representados na Figura 1,

Figura 1 - Etapas produtivas do fio de seda na indústria brasileira.



Fonte: GIACOMIN, 2018.

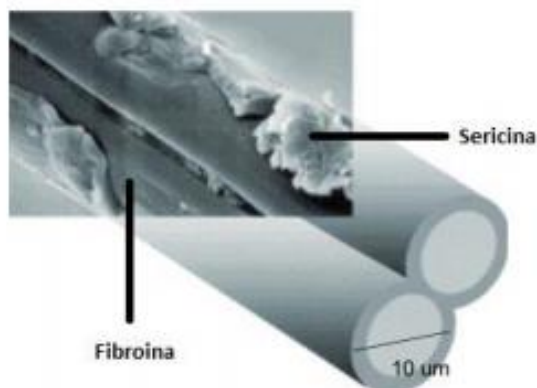
O primeiro estágio consiste no processo de secagem, conservação e armazenamento de casulos cujo objetivo é interromper o ciclo de vida impedindo que a perfuração do casulo ocorra (GIACOMIN, 2018).

No segundo estágio é realizada a limpeza, seleção de casulos e cozimento. Posteriormente, o terceiro estágio inclui o processo de fiação em que, após o cozimento, será desenrolado o fio de casulo em máquinas fiandeiras e realizada a formação do fio de seda (GIACOMIN, 2018).

Por fim, os últimos estágios são caracterizados como repasse, em que os fios são repassados para outro carretel para formação das meadas. Além do reaproveitamento utilizando os resíduos do processo de fabricação do fio de seda para a produção de subprodutos (GIACOMIN, 2018).

O produto final (seda), é considerado o maior filamento contínuo dentre os fios de seda naturais, podendo variar entre 915 e 1190 metros em um único fio e entre 10 e 12  $\mu\text{m}$  de diâmetro, no caso de fibra de seda derivada de *Bombyx mori L* (KASWELL, 1963; PITA, 1996). Sua composição é de principalmente proteínas, tais como fibroína, que é o principal componente do filamento do casulo e a sericina, que é o agente adesivo que mantém a integridade estrutural do casulo (BERGAMASCO, 2018). Na Figura 2, está representado o filamento de fibroína unido por sericina.

Figura 2 – Filamentos de fibroína unidos por sericina.



Fonte: GIACOMIN, 2018.

A seda apresenta excelentes propriedades mecânicas como elevada resistência, sendo considerada mais resistente do que a lã, por apresentar estruturas cristalinas bem orientadas. Além disso, possui extensibilidade e absorção de energia em ruptura que contribuem para sua ampla aplicação, por exemplo em aplicações médicas, vestimentas, decoração de interiores, entre outras (BABU, 2012).

#### 4.2 ALUMINA

A alumina ( $Al_2O_3$ ), que também é conhecida como óxido de alumínio, teve em 1907 sua primeira utilização comercial, porém, sua produção em larga escala foi entre as décadas de 1920 e 1930, quando foi utilizada na produção de equipamentos de laboratório, e posteriormente em aplicações na área eletrônica e mecânica após a 2ª Guerra Mundial (DÖRRE, 1984). O crescimento da utilização de alumina está associado à variedade de aplicações industriais, principalmente quando são consideradas a resistência mecânica e refratariedade (GOMES, 2016).

A obtenção da alumina pode ser realizada por vários métodos: (i) processo Bayer, (ii) síntese sol-gel, (iii) síntese hidrotérmica, (iv) decomposição de sais de alumínio, (v) calcinação de hidróxidos de alumínio e (vi) oxidação de alumínio metálico, obtendo-se assim um pó branco (YAN et al., 2016).

Porém, dependendo das variáveis do processamento e do grau de cristalinidade, a alumina pode apresentar diferentes formas cristalográficas (SIMPSON, 1998), como está representado no Quadro 1.

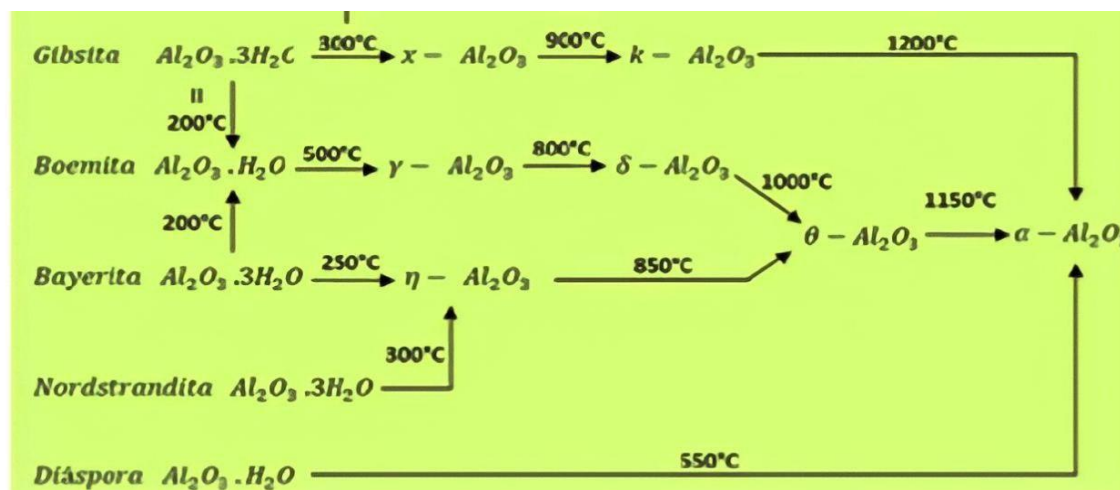
Quadro 1 - Fases cristalográficas da alumina.

Fases	Sistema Cristalino
$\alpha$	Hexagonal
$\gamma$	Tetragonal
$\eta$	Espinélio (cub)
$\delta$	Ortorrômico
	Tetragonal
$\theta$	Monoclínico
$\lambda$	Monoclínico
$\chi$	Cúbica
	Hexagonal
$\kappa$	Hexagonal

Fonte: Adaptado de COELHO, 2008.

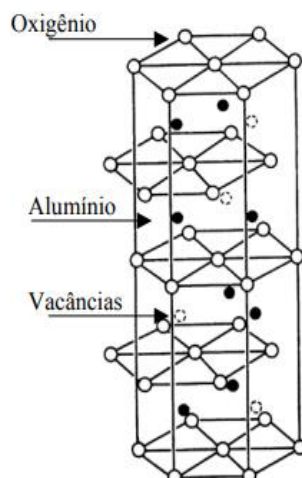
Apesar da formação dessas diferentes fases cristalográficas, é possível obter a alumina alfa ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) por meio de diferentes minerais, como gibsitita ( $\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$ ), boemita ( $\gamma\text{-AlOOH}$ ), bayerita ( $\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) entre outros, variando-se a temperatura durante o processo, como pode ser observado na Figura 3 (MACKENZIE et al., 2000).

Figura 3 – Transformações de fase do hidróxido de alumínio a partir de diferentes minerais, em função da temperatura de calcinação.



Fonte: MACKENZIE et al., 2000.

A forma cristalina mais estável da alumina é a  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , que possui uma estrutura hexagonal compacta, de modo que os íons de alumínio ocupam os interstícios octaédricos, como pode ser observado na Figura 4 (CHAWLA, 1993).

Figura 4 – Estrutura cristalina da  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Fonte: Adaptado de CHAWLA, 1993.

A alumina é amplamente utilizada como material de engenharia em diversas aplicações. Essa variedade se deve às suas propriedades como, dureza, resistência ao desgaste, resistência à corrosão e ao ataque químico, natureza isolante, estabilidade termodinâmica e principalmente resistência em altas temperaturas. Porém, como todo material, possui algumas limitações. São elas: grande fragilidade, baixa tenacidade à fratura e susceptibilidade ao choque térmico e mecânico (HEIMANN, 2010; SILVA, 2014). Algumas dessas propriedades são listadas no Quadro 2 com seus respectivos valores.

Quadro 2 – Propriedades da alumina.

Propriedades	Faixa
Densidade relativa (g/cm <sup>3</sup> )	3,4 – 4,0
Coefficiente de expansão térmica (x10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup> )	7,5 – 8,5
Resistência à compressão (MPa)	1000 – 2800
Resistência à tração (MPa)	140 – 170
Resistência à flexão (MPa)	280 – 420
Tenacidade à fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )	3,0 – 4,0
Módulo de elasticidade (GPa)	350 – 400
Módulo de cisalhamento (GPa)	140 – 160
Microdureza (kg.mm <sup>-2</sup> )	1400 – 1800

Fonte: SILVA, 2014.

Além dessas propriedades, outra característica importante que deve ser levada em conta em relação à fabricação de produtos à base de alumina é a porosidade. A presença de poros pode ser benéfica ou não, sendo possível realizar o controle para

otimização das propriedades, seja em áreas que são necessárias a presença de poros para aumentar a característica isolante do material, quanto a quantidade mínima de poros para áreas em que são necessárias alto módulo de elasticidade e alta resistência à flexão (YOSHIMURA, 2005).

### 4.3 CONDUTIVIDADE TÉRMICA

A condutividade térmica é a propriedade que está associada com a taxa de energia sendo transferida através da espessura do material pela unidade de área e diferença de temperatura, ou seja, é a capacidade de transmissão do calor por todo o material. Essa propriedade é inversamente proporcional à quantidade de ar presente no material (poros) e é diretamente proporcional à massa específica aparente, por estar sujeita à estrutura física da matéria, atômica e molecular, e as estruturas interligadas à disposição da matéria. (INCROPERA, 2008; KAPUNO e RATHORE, 2011).

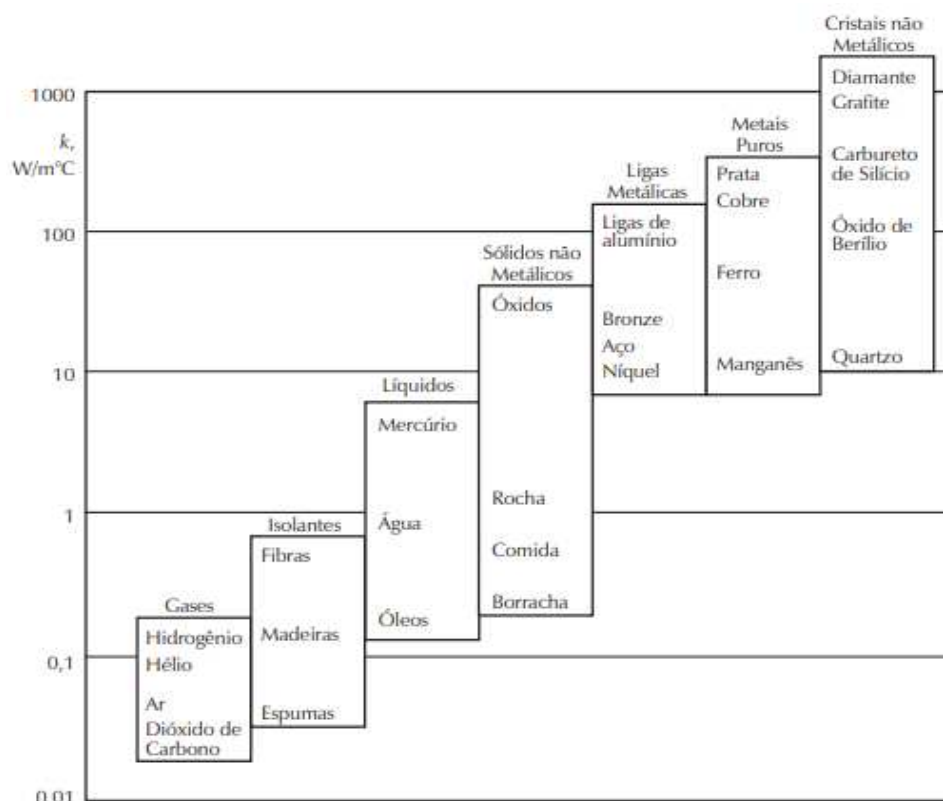
A transferência de calor sempre ocorrerá quando existir um gradiente de temperatura, deslocando-se por meio da condução da região de maior temperatura para a região de menor temperatura. Para a determinação da condutividade térmica do material, utiliza-se a Lei de Fourier, que associa a taxa de transferência de calor com a unidade de área e a diferença de temperatura (KAPUNO et al., 2011).

$$k = -\frac{q}{A \times \Delta T}$$

Sendo: q = taxa de transferência de calor [W], A = área de transferência do calor [m<sup>2</sup>] - normal à direção do fluxo de calor, ΔT = diferença de temperatura [K] e k = condutividade térmica do material [W/m.K].

Materiais que possuem um alto valor de condutividade térmica (k) são caracterizados como bons condutores térmicos. Por outro lado, materiais com baixo k são maus condutores. Na Figura 5, estão representadas as faixas de condutividade térmica de diferentes materiais (ÇENGEL, 2011).

Figura 5 – Faixas de condutividade térmica para vários materiais a temperatura ambiente.



Fonte: Adaptado de ÇENGEL, 2009.

Conforme a Figura 5, os sólidos apresentam uma maior condutividade térmica quando comparados aos líquidos e gases devido ao tipo de ligação. Sendo estes formados por elétrons livres e átomos ligados em arranjos periódicos, sendo assim o transporte de energia pode ocorrer tanto pela movimentação dos elétrons livres quanto por ondas vibracionais do arranjo periódico (INCROPERA, 2008).

Para o caso dos líquidos e gases, o distanciamento entre as moléculas é maior, dificultando o transporte de calor. Devido a este distanciamento, apresentam uma condutividade térmica menor (INCROPERA, 2008).

Dentre os sólidos, as cerâmicas são os materiais que apresentam uma menor condutividade térmica, visto que possuem um reduzido número de elétrons livres e os responsáveis pelo fluxo de calor são os fônons, porém o transporte de energia térmica não é tão efetivo, uma vez que são espalhados pelos defeitos do reticulado (SCHEID, 2005).

No Quadro 3, estão representados os valores de condutividade térmica de alguns materiais cerâmicos.

Quadro 3 – Valores aproximados da condutividade térmica de materiais cerâmicos.

<b>Material</b>	<b>Condutividade Térmica k [W/m.K]</b>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30 – 35
AlN	200 – 280
BeO	63 – 216
MgO	37
PSZ	2
SiC	84 – 93
SiAlON	21
SiO <sub>2</sub>	1,4
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	25
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	12
Vidro de silicato de soda-lime	1
TiB <sub>2</sub>	40
Ti <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub>	43
Cordierita	4
Vidros	0,6 – 1,5
Forsterita	3

Fonte: Adaptado BARSOU, 2003.

#### 4.4 PROCESSO DE FABRICAÇÃO POR PRENSAGEM

O primeiro passo para a produção de peças cerâmicas é a conformação dos pós cerâmicos, atribuindo a forma da peça final desejada. A conformação pode ser definida como um método ou um conjunto deles, que visam dar ao pó cerâmico um formato preliminar antes de ir para a etapa de sinterização (ZORZI, 2001).

Este processo baseia-se na compactação de um pó granulado contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de pressão. A operação compreende três etapas: (1) preenchimento da cavidade do molde, (2) compactação da massa e (3) extração da peça (ALBARO, 2000).

A principal finalidade da conformação por prensagem é dar forma aumentando ao máximo o grau de empacotamento das partículas, para diminuir a porosidade e evitar que a peça tenha uma elevada contração ou que ocorram trincas durante a sinterização. Como consequência do elevado grau de empacotamento, haverá um aumento na cinética de sinterização, bem como, a diminuição de distorções ou de microestruturas não homogêneas durante a sinterização (RICHERSON, 1991).



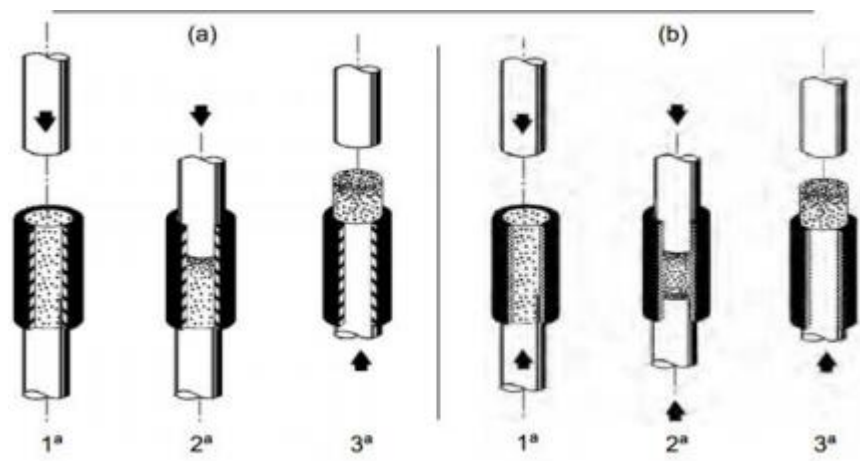
Devido à sua facilidade de automação, alta produtividade, capacidade de produzir peças complexas e de tamanhos variados, a prensagem é um dos processos mais utilizados pela indústria. Algumas variáveis precisam ser levadas em consideração, como o grau de distribuição e o formato das partículas. Partículas com tamanhos diferentes (ex: distribuições bimodais de tamanho de partícula) terão um melhor fator de empacotamento, pois as partículas menores entram nos interstícios das maiores, diminuindo a quantidade de espaços vazios. Além de que, quanto mais esféricas forem as partículas, melhor será o empacotamento, já que as partículas conseguem se acomodar melhor, aumentando a superfície de contato (ROCHA, 2011).

Na prensagem, é possível obter peças de diversos graus de complexidade, porém, é necessário considerar a importância da utilização de ligantes, para facilitar na hora da prensagem, pois estes aditivos formam uma ligação temporária entre as partículas, além de aumentar a resistência mecânica e a tenacidade para a peça prensada (ROCHA, 2011).

Os dois tipos de prensagem mais utilizados são: prensagem uniaxial e prensagem isostática. Indústrias e pesquisadores acabam escolhendo esses métodos, pois além de conferir bons resultados também são de baixo custo. É válido ressaltar que esta técnica, além de conformar o pó cerâmico, também densifica o material, através da prensagem uniaxial e isostática a quente (ROCHA, 2011).

A prensagem uniaxial consiste em adicionar o pó cerâmico dentro da cavidade de um molde rígido e aplicar uma pressão uniaxial até atingir a densidade e resistência mecânica necessária para que a peça seja extraída do molde, sem sofrer nenhum dano, para que posteriormente seja levada para a etapa de sinterização (ALBARO, 2001). Este processo é subdividido em 3 etapas, que são apresentadas na Figura 6 (CAMARGO, 1993):

Figura 6 – Processo de prensagem uniaxial (a) ação simples e (b) ação dupla.



Fonte: ALBARO, 2001.

### 1) Preenchimento do molde:

Esta etapa é de fundamental importância, pois, o pó vertido para o interior do molde deve ser distribuído o mais uniformemente possível, a fim de evitar espaços vazios no interior do molde, bem como, uma distribuição ineficiente e desigual da carga aplicada e como consequência gradientes de densidade ao longo da peça conformada.

### 2) Compactação do pó:

Após o preenchimento do molde e a distribuição uniforme do pó, a prensa uniaxial é projetada em direção a peça, a fim de compactar o material e dar a forma da peça à verde. Esse processo vai conformar e densificar o material.

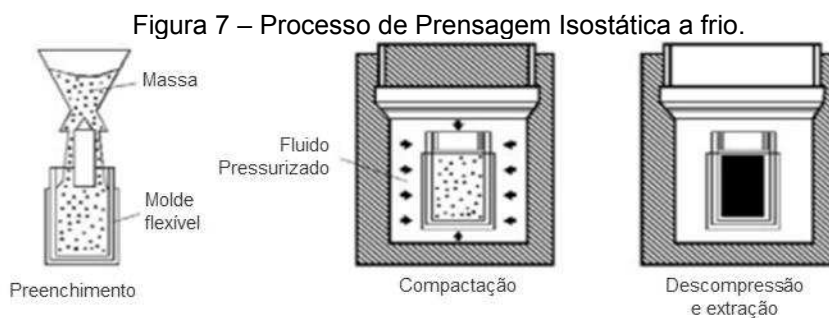
### 3) Ejeção da peça:

Para finalizar o processo, a peça é retirada da prensa. Todavia, um dos maiores problemas desse tipo de prensagem está na etapa de extração da peça, ainda mais quando sua resistência mecânica é baixa, pois geralmente há um atrito entre a peça e o molde, e isso pode danificar o material. Algumas maneiras de diminuir este efeito são a utilização de lubrificantes ou desmoldantes, além de uma boa análise das características da matéria-prima antes de iniciar o processo.

Embora a prensagem uniaxial seja uma das mais utilizadas, ela possui um fator limitante, que é a variação na densidade das peças, desgaste do molde e fissuras. O desgaste do molde pode ser resolvido utilizando desmoldantes ou lubrificantes nas paredes. As fissuras nas peças à verde são bem difíceis de serem detectadas, pois geralmente são mais evidentes nas etapas de pré-sinterização e sinterização. Possivelmente o ponto mais crítico seja a variação da densidade, pois é difícil de ser controlado, podendo causar fissuras, distorções de geometria ou empenamento. O atrito entre a parede do molde e a peça é o principal fator para essa diferença de densidade, então como citado acima, utilizando lubrificante ou desmoldante pode-se diminuir este efeito (CAMARGO, 1993).

O segundo tipo de prensagem é utilizando a prensa isostática, que consiste em adicionar o pó cerâmico em um molde flexível, geralmente com o formato da peça desejada, ou a peça já conformada por prensagem uniaxial. Esse molde é colocado dentro de uma bolsa de vácuo e inserida em um vaso imerso em um fluido (água + óleo) aplicando-se uma pressão. Esta pressão é aplicada em todas as direções, aumentando ainda mais a compactação dos materiais, logo tornando-os mais densos. Uma das vantagens da prensagem isostática para a uniaxial é que a interação da parede do molde com a peça é quase inexistente, fazendo com que a densidade não varie tanto (ROCHA, 2011; PALLONE, 2016).

Este processo é dividido em duas classes, sendo elas: prensa isostática a frio (*CIP - Cold Isostatic Pressure*) e a quente (*HIP - Hot Isostatic Pressure*). Nesse trabalho será abordado somente a prensagem isostática a frio (CIP), representada na Figura 7, que consiste em adicionar o pó cerâmico em um molde flexível elastomérico, geralmente com o formato da peça desejada, sendo esse molde colocado dentro de uma bolsa de vácuo e inserido em um vaso imerso em uma emulsão (água + óleo) aplicando-se uma pressão (ROCHA, 2011; PALLONE, 2016).



Fonte: ALBARO, 2001.

O processo de prensagem pode ser utilizado para a obtenção de cerâmicas porosas. No caso da alumina, o autor ALZUKAINI et al. (2020) utiliza casca de semente de girassol como material fugitivo para obtenção de cerâmica porosa. Um outro método, segundo GHADERI et al. (2013), seria a utilização da sílica como aditivo associada ao processo de vibração e prensagem para a obtenção da alumina porosa.

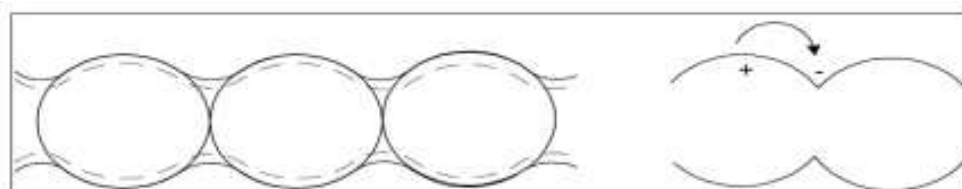
#### 4.5 SINTERIZAÇÃO

A sinterização é o processo final de fabricação de cerâmicos e de outros materiais tais como, refratários, polímeros, metais e compósitos, que consiste da união de partículas em elevadas temperaturas sem que ocorra a fusão do material, ou seja, ocorre a uma temperatura abaixo do ponto de fusão (GERMAN, 1984).

Essa união se dá pelo fenômeno de transporte de matéria em escala atômica, que ocorre devido ao aquecimento da peça à verde em condições controladas de pressão e temperatura inferior à temperatura de fusão, sem formação do estado líquido. Essas condições permitem que as partículas se liguem entre si, de forma que apresentam características finais desejadas de densidade, porosidade, dureza e resistência mecânica (ROCHA, 1981).

O processo de sinterização ocorre em três etapas. A primeira etapa envolve o rearranjo das partículas, que inicialmente estão em contato físico. Na segunda etapa (estágio intermediário), à medida que o processo vai ocorrendo estas partículas tendem a se aproximar, diminuindo em tamanho e quantidade de poros entre elas por meio de um processo que envolve a energia superficial, levando à formação do pescoço, representada na Figura 8 (LEE et al., 1994).

Figura 8 – Representação da formação de pescoços.



Fonte: LEE et al., 1994.

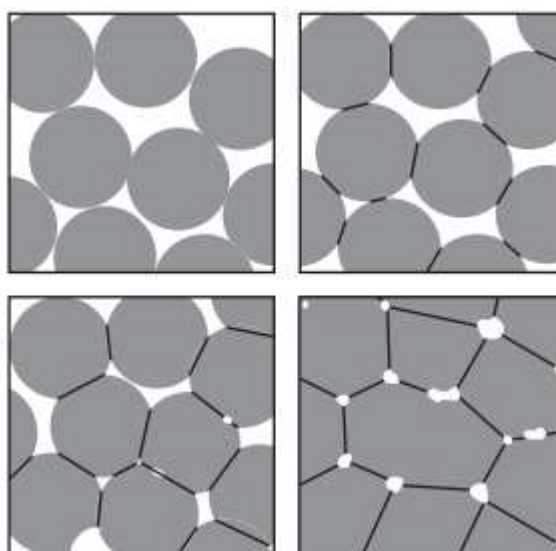
Por fim, ocorre o alongamento dos limites das partículas que são caracterizadas nessa etapa como grãos e o crescimento do grão formado. E na última etapa, ocorre

a eliminação dos poros, que é auxiliada pela movimentação e crescimento controlado dos contornos de grãos (LEE & RAINFORT, 1994).

O princípio do processo de sinterização consiste das etapas citadas anteriormente, podendo ocorrer por diferentes mecanismos que são sinterização no estado sólido, sinterização no estado líquido, e sinterização de fluxo viscoso (AGRAWAL, 2010).

A sinterização no estado sólido que é a utilizada nesse estudo, está representada na Figura 9, e ocorre através do transporte de partículas por difusão, que consiste no movimento de átomos ao longo da superfície ou da fronteira do grão. Deste modo, no final do processo, a quantidade de líquido é demasiadamente baixa para ser detectada ou muitas vezes inexistente. (AGRAWAL, 2010).

Figura 9 – Representação das etapas da sinterização no estado sólido.



Fonte: AGRAWAL, 2010.

Na etapa inicial, ocorre o rearranjo das partículas de pó e formação de pescoço ou ligação forte no ponto de contato entre as partículas, de modo que se tenha uma mudança relativamente pequena na densidade (AGRAWAL, 2010).

Posteriormente, na etapa intermediária, o tamanho de contato aumenta enquanto a porosidade diminui levando à retração da peça. Neste momento, os contornos de grãos são formados e crescem lentamente apresentando uma maior mudança na densidade. A etapa só acaba quando os poros ficam isolados (AGRAWAL, 2010).

E por fim, na etapa final, ocorre o aumento do tamanho de grão em consequência do fechamento de poros que são eliminados lentamente com pouca densificação (AGRAWAL, 2010).

## **5 MATERIAIS E MÉTODOS**

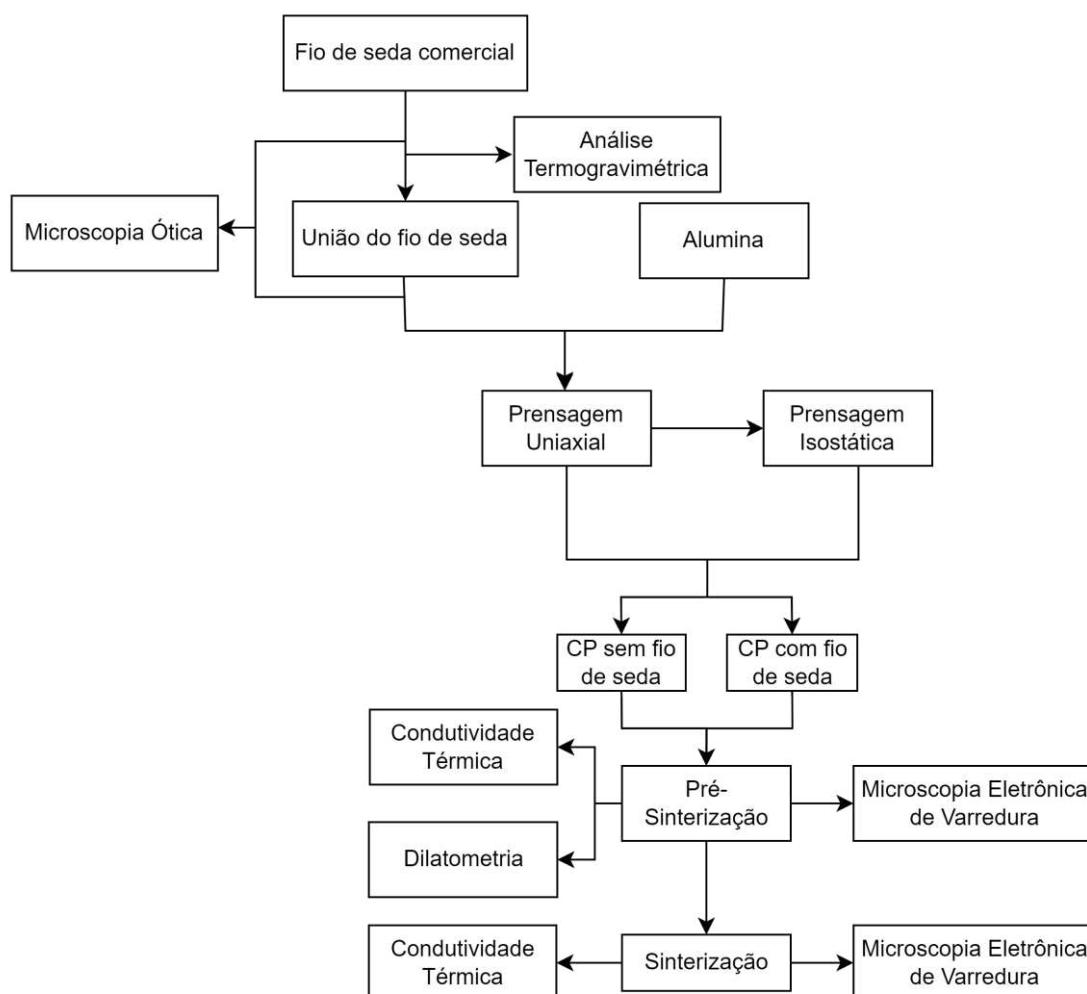
### **5.1 MATERIAIS**

Para o presente trabalho foram utilizados a alumina CT 3000 SDP, doado pela empresa Almatris (situada na cidade de Campinas/SP); e o fio de seda doado por uma empresa da região de Londrina/PR.

### **5.2 METODOLOGIA**

O fluxograma da Figura 10 dispõe as etapas a serem realizadas nesse estudo.

Figura 10 – Fluxograma da metodologia que foi utilizado no trabalho.

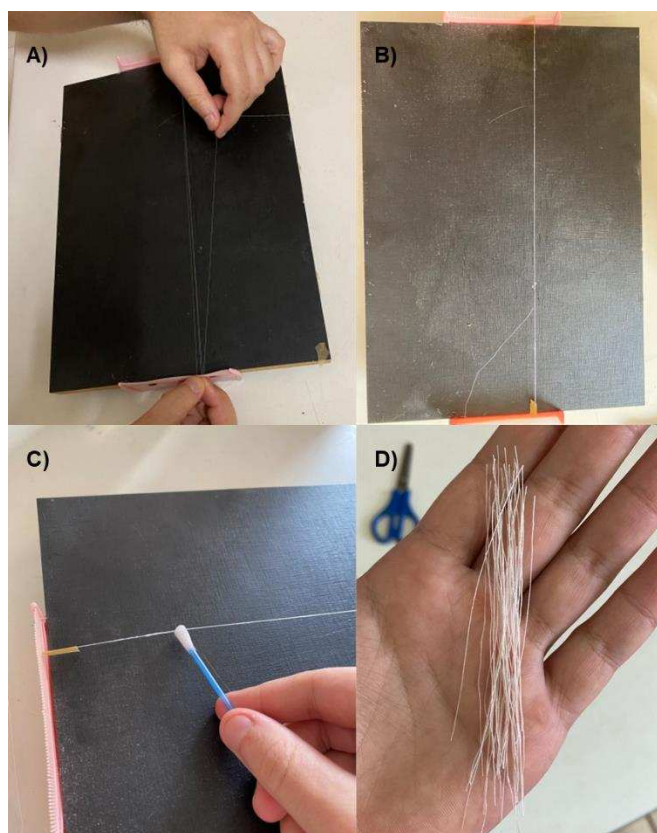


Fonte: Autoria própria.

### 5.2.1 Preparação dos fios de seda

As fibras foram unidas utilizando 5 filamentos, com o intuito de aumentar a espessura do filamento e também facilitar o manuseio ao preparar os corpos de prova. Para que os 5 filamentos ficassem unidos foi utilizada cola PVA (Poliacetato de vinila – cola branca escolar). Após os filamentos estarem secos, os mesmos foram cortados em tamanhos menores de 7 cm cada, como mostrado na Figura 11.

Figura 11 – Preparação das fibras de seda: A) Realização da junção com os 5 filamentos; B) Fibra unida; C) Utilização da cola PVA e D) Filamentos cortados.



Fonte: Autoria própria.

### 5.2.2 Microscopia Ótica

A análise foi feita com o intuito de observar o filamento formado pela junção das 5 fibras. Este procedimento foi no Instituto SENAI de Inovação em Maringá/PR. O microscópio ótico utilizado foi o de marca ZEISS, modelo Stereo Discovery V12.

### 5.2.3 Análise Termogravimétrica (TGA)

Este procedimento consistiu na análise termogravimétrica do filamento da fibra de seda para identificar qual seria sua temperatura de degradação, para que posteriormente fosse levada para o processo de pré-sinterização e sinterização. O equipamento utilizado foi o TGA-51, da marca Shimadzu, localizado no Laboratório de



Análise de Materiais do Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais da UTFPR Londrina.

Figura 12 – Analisador Termogravimétrico (TGA-51, marca Shimadzu)



Fonte: Autoria própria.

#### 5.2.4 Preparação dos corpos-de-prova

Neste estudo, 4 corpos de prova foram preparados, sendo 2 deles somente com alumina e outros 2 corpos de prova com a alumina e as fibras de seda. Os 4 corpos de prova passaram pela prensagem uniaxial de dupla ação e 2 corpos de prova (1 somente alumina e o outro com alumina e fibra de seda) foram submetidos também à prensagem isostática. Para cada amostra foi utilizada 160 gramas de alumina, sendo que as amostras que tem fibra, cada camada tinha aproximadamente 40 gramas.

##### 5.2.4.1 Prensagem Uniaxial

Para a prensagem uniaxial, foi utilizada a prensa da marca Changzhou JiuYaJiu Machinery Manufacturing Co. LTD, disposta no Laboratório de Processamento de Pós Cerâmicos e Metálicos do Centro de Inovações, como mostrado na Figura 13.

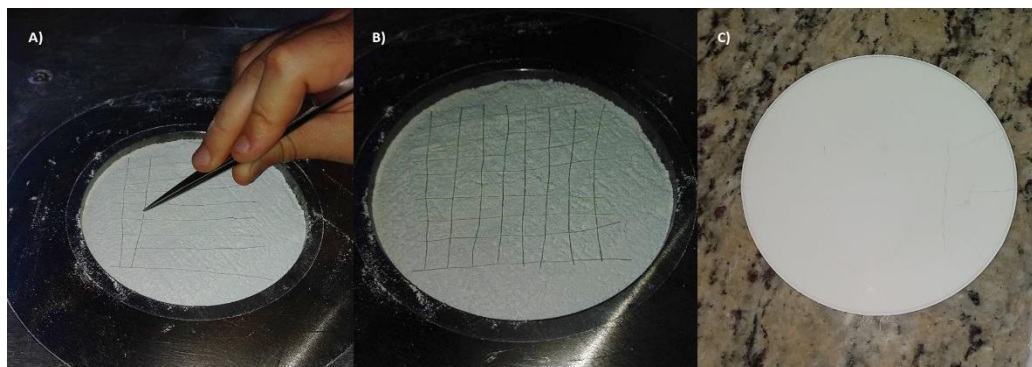
Figura 13 – Prensa Uniaxial.



Fonte: Autoria própria.

Inicialmente, foi realizada uma limpeza do molde com jato de ar e estopa. Na produção dos corpos de prova apenas com alumina, foram adicionados 160 gramas de pó cerâmico no molde. Para os corpos de prova com alumina + fibra, foram intercaladas as camadas de alumina (4 camadas de 40 gramas cada) com as camadas de fibra unida (3 camadas) cada camada contendo 8 junções de fibra no eixo x e 8 junções de fibras no eixo y, como ilustrado na Figura 14. Em seguida, as amostras foram submetidas a uma força de 30 MPa por aproximadamente 30 segundos em cada camada e após finalizar as 4 camadas, foi realizado o efeito de dupla ação.

Figura 14 – Etapas do processo de prensagem uniaxial: A e B) Preparação dos corpos de prova; C) Corpo de prova após a prensagem.



Fonte: Autoria própria.

#### 5.2.4.2 Prensagem Isostática

Para o processo de prensagem isostática, foi utilizada a prensa da marca Shanzi Golden Kaiyuan Co LTD, localizado no Centro de Inovações. O equipamento é apresentado na Figura 15.

Figura 15 – Prensa Isostática.

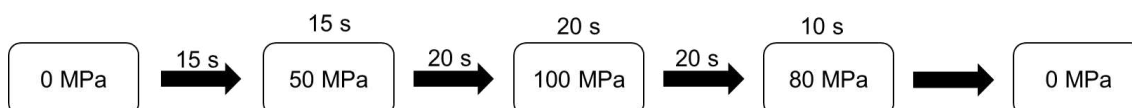


Fonte: Autoria própria.

Primeiramente, os corpos de prova (1 apenas com alumina e 1 com alumina + fibra) foram embalados a vácuo, no equipamento de marca R-Baião (modelo BS250), e posteriormente levados à prensa conforme os parâmetros representados na Figura

16. As amostras foram submetidas durante 15 segundos até atingirem uma pressão de 50 MPa e mantidas por mais 15 segundos, depois durante 20 segundos até atingirem 100 MPa, permanecendo nessa pressão por mais 20 segundos, retornando durante 20 segundos a uma pressão de 80 MPa sendo mantida por 10 segundos. E por fim, a pressão foi diminuindo até chegar ao seu estado inicial (0 MPa).

Figura 16 – Parâmetros utilizados no processo de prensagem isostática.



Fonte: Autoria própria.

Figura 17 – Etapas do processo de prensagem isostática: A) Inserção do corpo de prova na cavidade da prensa; B) Corpo de prova após a prensagem.



Fonte: Autoria própria.

### 5.2.5 Pré-sinterização e Sinterização

Para este processo, utilizou-se o forno de marca Nabertherm modelo LHT 02/16 localizado no Centro de Inovações, conforme apresentado na Figura 18.

Figura 18 – Forno utilizado na pré-sinterização e na sinterização.



Fonte: Autoria própria.

Após a finalização da conformação dos corpos de prova, os mesmos foram submetidos à pré-sinterização e sinterização, a fim de eliminar a matéria orgânica presente (fio de seda) e unir as partículas do pó cerâmico, aumentando a densidade do material.

Para a primeira etapa (pré-sinterização) utilizaram-se os parâmetros conforme apresentado no Quadro 4. A temperatura do forno variou de 25°C até 700°C com uma taxa de 1°C/min, permanecendo nesse patamar por 60 minutos e posteriormente foi de 700°C para 1200°C com uma taxa de 5°C/min, ficando nesse patamar por 30 minutos. Por fim, houve o resfriamento de 1200°C para 900°C em uma taxa de 5°C/min e depois dessa temperatura resfriamento natural dentro do forno.

Quadro 4 – Parâmetros utilizados no processo de pré-sinterização.

Temperatura (°C)	Tempo (min)	Taxa (°C/min)
25	0	-
700	675	1
700	735	Patamar
1200	835	5
1200	865	Patamar
900	925	-5

Fonte: Autoria própria.

Já para a segunda etapa (sinterização) foi seguido os parâmetros conforme apresentados no Quadro 5. A temperatura do forno variou de 25°C até 1200°C com uma taxa de 5°C/min, posteriormente foi de 1200°C para 1650°C com uma taxa de 3°C/min, permanecendo nesse patamar por 120 minutos. Por fim, houve o resfriamento de 1650°C para 1100°C em uma taxa de 10°C/min e depois dessa temperatura resfriamento natural dentro do forno.

Quadro 5 – Parâmetros utilizados no processo de sinterização.

Temperatura (°C)	Tempo (min)	Taxa (°C/min)
25	0	-
1200	235	5
1650	385	3
1650	505	Patamar
1100	560	-10

Fonte: Autoria própria.

### 5.2.6 Dilatometria

Para este processo, utilizou-se o dilatômetro de marca Netzsch, modelo DIL 402 Classic (Expedis) localizado no Centro de Inovações apresentado na Figura 19.

Figura 19 – Dilatômetro.



Fonte: Autoria própria.

Este processo foi realizado a fim de avaliar as variações dimensionais do material, como também identificar o início da temperatura de sinterização. Dos corpos de prova confeccionados, foram retirados uma parte do centro da amostra à verde de forma que garantisse a existência das fibras internamente.

Os parâmetros utilizados foram conforme apresentados no Quadro 6. A temperatura do dilatômetro variou de 100°C até 1100°C com uma taxa de 10°C/min, posteriormente foi de 1100°C para 1600°C com uma taxa de 5°C/min, permanecendo nesse patamar por 120 minutos e depois dessa temperatura resfriamento natural dentro do forno.

Quadro 6 – Taxas de temperaturas do dilatômetro.

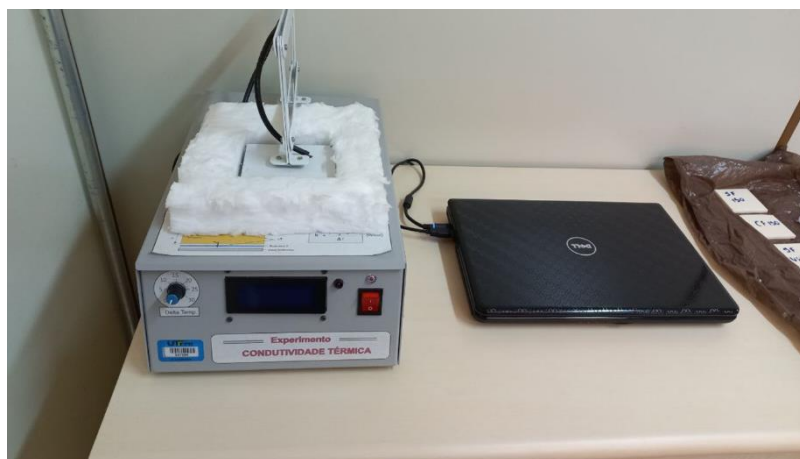
Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)
100 - 1100	10
1100 - 1600	5
1600	Patamar

Fonte: Autoria própria.

### 5.2.7 Condutividade Térmica

Para este processo, utilizou-se o condutímetro térmico de marca SENSU, disponível no Laboratório de Sistemas Térmicos do Departamento de Engenharia Mecânica da UTFPR Londrina, conforme apresentado na Figura 20.

Figura 20 – Condutímetro térmico.

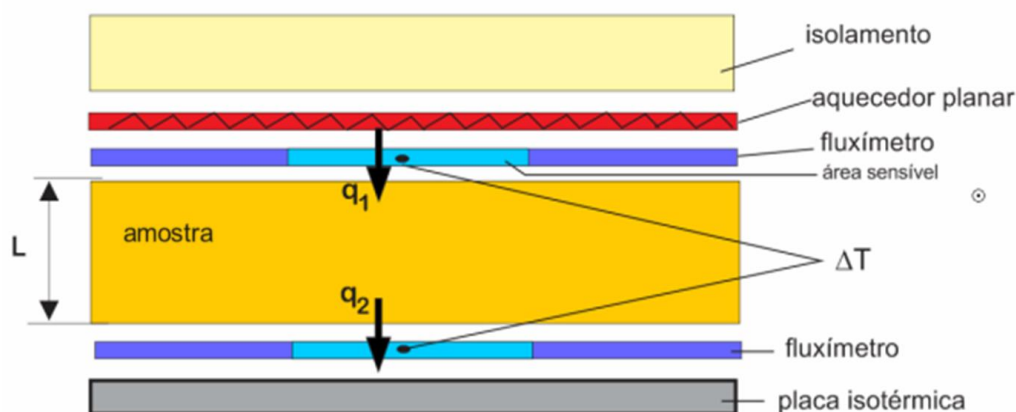


Fonte: Autoria própria.

Após o processo de pré-sinterização, as amostras foram cortadas com uma retífica de corte, marca DREMEL, no formato 7x7 cm, para encaixarem na cavidade do condutivímetro. Antes do início do ensaio, as amostras foram colocadas no equipamento um dia antes para garantir a estabilização da temperatura da amostra, evitando qualquer interferência no teste.

O ensaio consistiu na medição da condutividade térmica do material ( $k$ ) a partir do fluxo de calor fornecido pelo equipamento através da amostra, utilizando três variações de  $\Delta T$  (5,15 e 25°C).

Figura 21 – Diagrama da medição da condutividade térmica



Fonte: Adaptado de SENSU LTDA ME., 2016.

### 5.2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura

Esta análise foi realizada com a finalidade de observar de maneira mais detalhada a formação dos poros no material após o processo de pré sinterização e sinterização. Por se tratar de um material isolante, foi utilizado deposição de carbono para que ocorresse a condutividade elétrica e com isso a transmissão do feixe de elétrons pela amostra e para visualização das imagens foi utilizado elétrons retroespalhados. Este procedimento foi realizado no laboratório multiusuário localizado no Laboratório Multiusuário da UTFPR Londrina. O equipamento utilizado foi o de marca TESCAN, modelo VEGA.

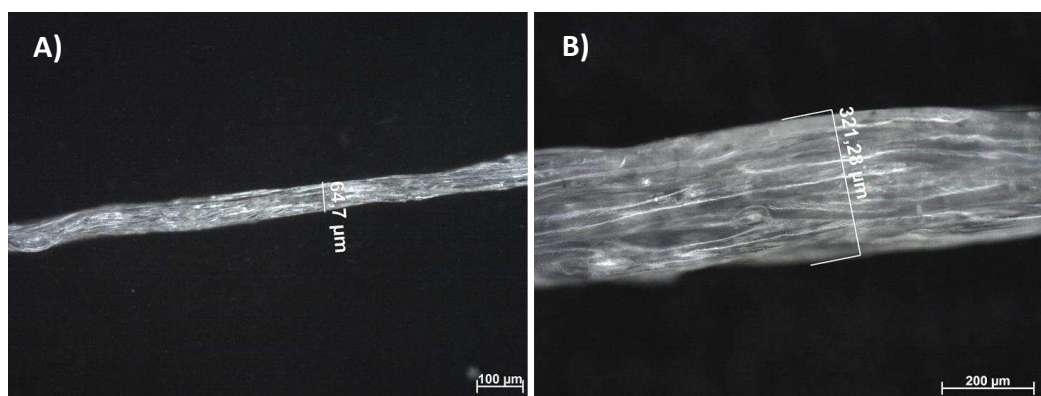


## 6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 6.1 MICROSCOPIA ÓTICA

A partir da microscopia ótica foi possível observar o filamento com os 5 fios unidos. Utilizou-se esta quantidade para se obter um filamento com diâmetro maior e conseqüentemente formar um poro com uma maior dimensão, conforme observado na Figura 22.

Figura 22 - Microscopia ótica das fibras de seda (a) 1 fio de seda e (b) junção com 5 fios de seda



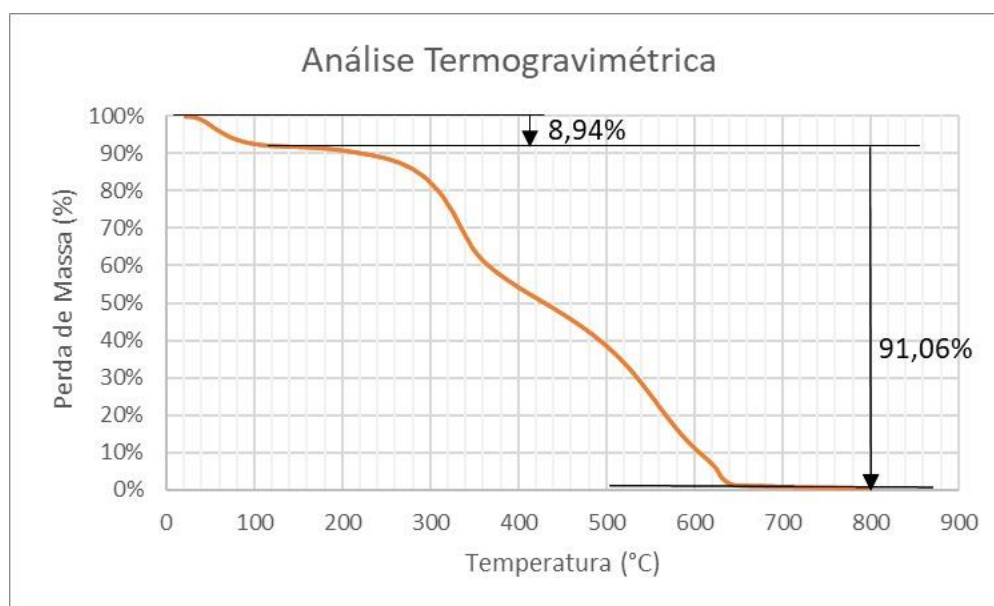
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 22 (a) pode-se observar um filamento de seda que possui 64,7 µm de largura e na Figura 22 (b) a junção com 5 filamentos possui uma largura total de 321,28 µm.

### 6.2 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

Por meio da análise termogravimétrica é possível observar a porcentagem de perda de massa conforme o aumento da temperatura, assim como os picos de degradação da fibra.

Figura 23 – Análise Termogravimétrica (TGA) do fio de seda.



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 23 é possível observar o início da degradação que ocorre próximo dos 50°C, pois como a fibra de seda é composta basicamente por proteína, sendo as principais fibroína e sericina, e essas células proteicas não se mantêm estáveis em temperaturas maiores que 50-60°C iniciando seu processo de perda de massa.

Conforme a temperatura vai aumentando, sua perda de massa também progride, ocorrendo primeiramente em até 100°C, com um valor de 8,94% sendo basicamente água. Isso se deve a instabilidade das células proteicas, de forma que o processo de evaporação da água tende a ocorrer mais facilmente.

Por volta de 250 °C se inicia o processo de degradação da seda e acaba sendo totalmente degradado em uma temperatura de aproximadamente 630 °C, com cerca de 91,06% de perda.

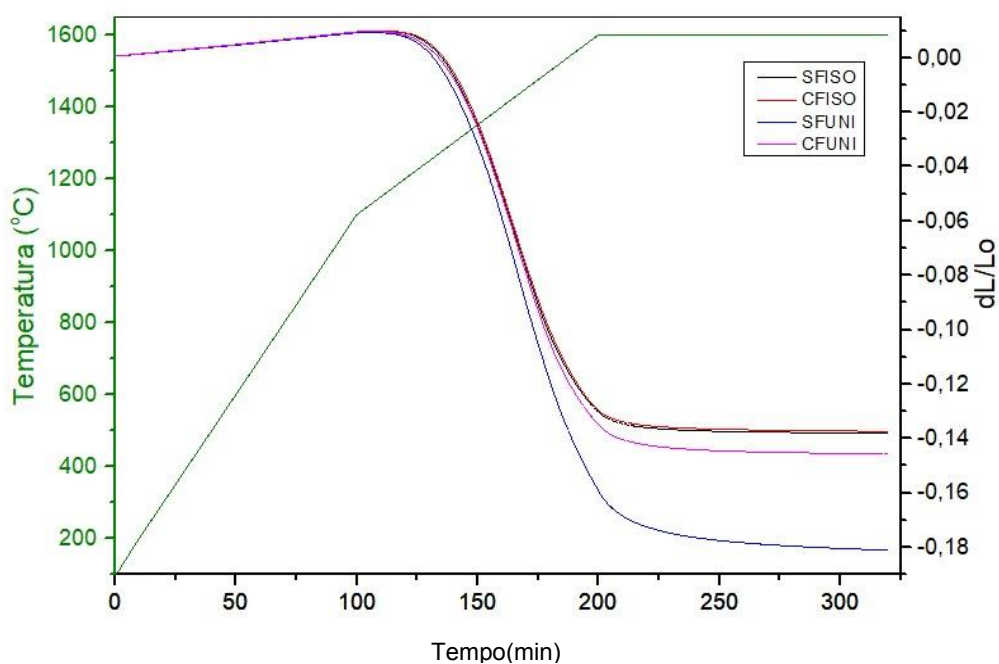
### 6.3 DILATOMETRIA

Na Figura 24, pode-se observar o gráfico de dilatometria das 4 amostras confeccionadas, 1) prensada uniaxialmente sem fibra (SFUNI), prensada uniaxialmente com fibra (CFUNI), prensada uniaxialmente e isostaticamente sem fibra (SFISO) e prensada uniaxialmente e isostaticamente com fibra (CFISO).

Nas amostras prensadas uniaxialmente, a amostra sem fibra contraiu mais que a amostra com fibra (18% e 15% respectivamente), pois a porosidade gerada pela degradação dos fios de seda aumenta os espaços vazios, dificultando a difusão dos grãos, reduzindo a contração na sinterização.

Nas amostras prensadas isostaticamente sem fibra (SFISO) e com fibra (CFISO), pode-se observar um comportamento semelhante na contração, de aproximadamente 14%, e isso se deve pelo processo de prensagem isostática que as amostras foram submetidas. A pressão de 100 MPa utilizada no processo faz com que a alumina seja mais compactada, ou seja, mais densificada, fazendo com que os poros que são gerados posteriormente pela degradação dos fios de seda não interfiram no processo de sinterização.

Figura 24– Análise de Dilatometria nas amostras com e sem seda.



Fonte: Autoria própria.

Quadro 7 – Valores da derivada do gráfico de dilatometria.

	Temperatura (°C)	dL/dt (1/min)
SF UNI	1453,4	$-3,48 \cdot 10^{-3}$
SF ISO	1432,1	$-2,84 \cdot 10^{-3}$
CF UNI	1431	$-2,91 \cdot 10^{-3}$
CF ISO	1416,8	$-2,92 \cdot 10^{-3}$

Fonte: Autoria própria.

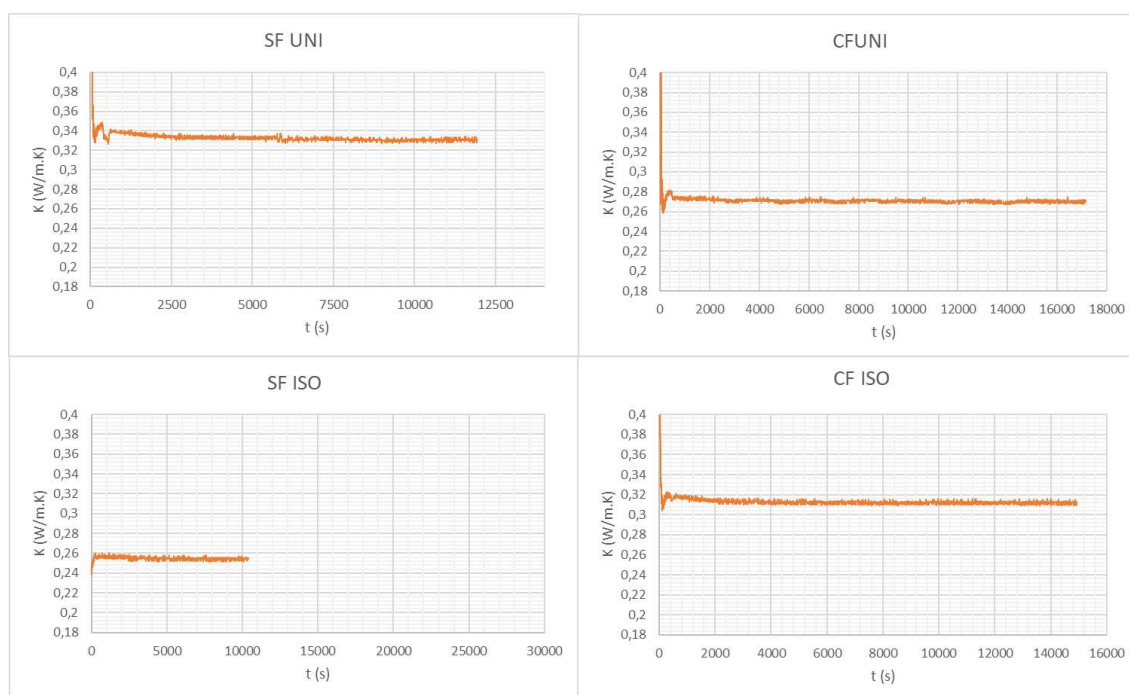
Nota-se na Figura 24, que a partir do momento em que as amostras começam a aquecer, elas expandem consideravelmente de maneira quase constante por cerca de 100 minutos (obedecendo ao aumento da taxa de aquecimento). Essa expansão ocorreu devido a liberação de gases provenientes da queima de materiais orgânicos que fazem parte da composição da alumina.

Após os 100 minutos as amostras continuam expandindo, porém com uma taxa menor até próximo dos 150 minutos. Quando o início da temperatura de sinterização é atingido, aproximadamente 1200 °C, se inicia o processo de contração das amostras. O processo de sinterização se encerra por volta de 1400 °C, onde se tem a maior taxa de contração, como pode ser observado no Quadro 7, no qual estão representados os valores da derivada do gráfico de dilatometria.

#### 6.4 CONDUTIVIDADE TÉRMICA

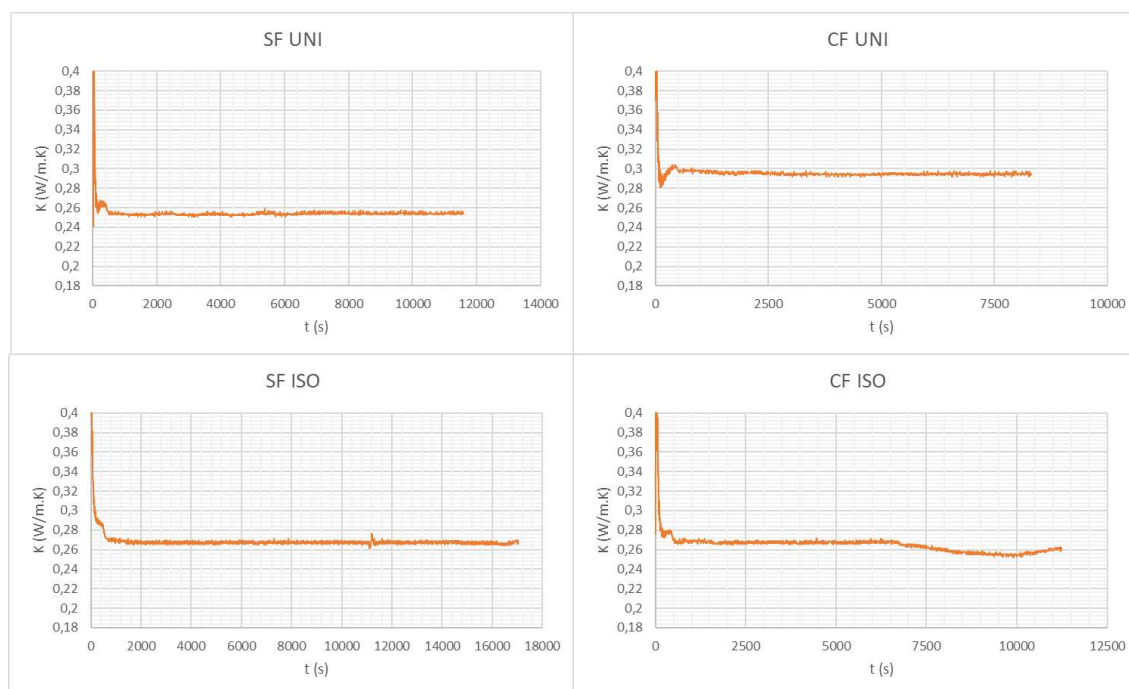
As análises de condutividade térmica foram realizadas nas 4 amostras (SFUNI, CFUNI, SFISO e CFISO), tanto na condição de pré sinterizada como nas amostras sinterizadas e os resultados obtidos podem ser vistos na Figura 25 e Figura 26.

Figura 25– Análise de Condutividade Térmica nas amostras pré-sinterizadas.



Fonte: Autoria própria.

Figura 26– Análise de Condutividade Térmica nas amostras sinterizadas.



Fonte: Autoria própria.

Em todas as amostras, independentemente da existência dos poros gerados pelo fio de seda, a condutividade térmica não teve alteração significativa. Tal fato pode ser justificado devido a densidade das amostras permanecerem quase iguais, conforme o Quadro 8. Mesmo após a degradação da fibra e geração dos poros, possivelmente a quantidade de poros formados não foram suficientes para alterar a densidade e conseqüentemente a condutividade térmica das diferentes amostras.

Quadro 8 – Dimensões e densidades das amostras.

	Pré-sinterizada					Sinterizada				
	L1 (cm)	L2 (cm)	h (cm)	m (g)	dens. (g/cm <sup>3</sup> )	L1 (cm)	L2 (cm)	h (cm)	m (g)	dens. (g/cm <sup>3</sup> )
SF UNI	7,29	7,29	0,69	83,31	2,272	6,18	6,13	0,57	83,12	3,849
CF UNI	7,38	7,33	0,67	85,81	2,368	6,26	6,30	0,57	85,59	3,808
SF ISO	7,31	7,30	0,66	87,30	2,479	6,28	6,28	0,57	87,09	3,874
CF ISO	7,12	7,11	0,68	80,72	2,345	6,02	6,01	0,58	80,53	3,871

Fonte: Autoria própria.

Segundo a literatura, a condutividade térmica da alumina sem ter passado por qualquer tipo de procedimento é cerca de 33 W/m.K. No entanto, encontrou-se na literatura estudos em que realizaram diferentes tipos de processamento, como *gelcasting* e prensagem, em que os resultados encontrados de condutividade térmica variam de 0,7 a 20 W/m.K. (SEPULVEDA et al., 1998). Essa variação se deve pelo

método de processamento utilizado, uma vez que pode interferir nas características finais do material obtido, como é o caso da formação de poros que poderá influenciar na condutividade térmica do produto final.

Segundo Sepulveda et al. (1998), em um estudo da condutividade térmica da alumina porosa utilizando técnicas distintas de processamento, observou-se que a densidade final das amostras prensadas variou de 2,22 g/cm<sup>3</sup> à 3,75 g/cm<sup>3</sup>, valores próximos aos obtidos neste trabalho. Outro ponto observado no trabalho citado foi em relação a quantidade de poros, já que estes influenciaram nos valores de condutividade térmica.

No estudo, foi analisado a condutividade térmica da alumina com diferentes graus de porosidade. Foram utilizadas 9 amostras, com frações volumétricas de poros que variaram de 0,058 à 0,442. Conforme foi aumentando a fração volumétrica em diferentes temperaturas, o valor de condutividade foi diminuindo. Esses resultados mostraram a dependência da condutividade térmica em relação a presença e quantidade de poros.

No Quadro 9, são representados os valores da média de condutividade térmica das quatro amostras. Como observado anteriormente nas Figuras 25 e 26, os valores obtidos não variaram muito, pois a densidade também permaneceu próxima em todos os corpos de prova e a quantidade de poros formados após a adição das fibras não foram suficientes para reduzir a condutividade térmica. Uma alternativa seria a utilização de uma quantidade maior de fios de seda durante o processo de prensagem de modo que após a sinterização do material, haja a formação de mais poros.

Quadro 9 – Condutividade térmica média das amostras.

Amostras	Condutividade Térmica (W / m.K)	
	Pré-sinterizadas	Sinterizadas
SF UNI	0,335	0,255
SF ISO	0,255	0,269
CF UNI	0,271	0,296
CF ISO	0,317	0,266

Fonte: Autoria própria.

Além do  $\Delta T$  de 15°C também foi realizado análises com outros dois gradientes de temperatura, de 5°C e 25°C, no entanto os resultados obtidos foram incoerentes por apresentarem variações nos valores de condutividade térmica do mesmo material.

Acredita-se que tenha sido um erro do equipamento, no qual seria necessário realizar outros testes para que se possa encontrar e consertar o erro.

Outro possível motivo pelo resultado encontrado, seria que a norma do equipamento utilizado é indicada para medir amostras isolantes com condutividade térmica de até 0,3 W/mK. Sendo assim, as análises do estudo não obtiveram resultados pertinentes, uma vez que o material estudado neste trabalho possivelmente não se enquadra na faixa de leitura do equipamento. Além de que, durante esta leitura pode ocorrer fuga lateral de calor e resistência de contato que pode levar a erros maiores.

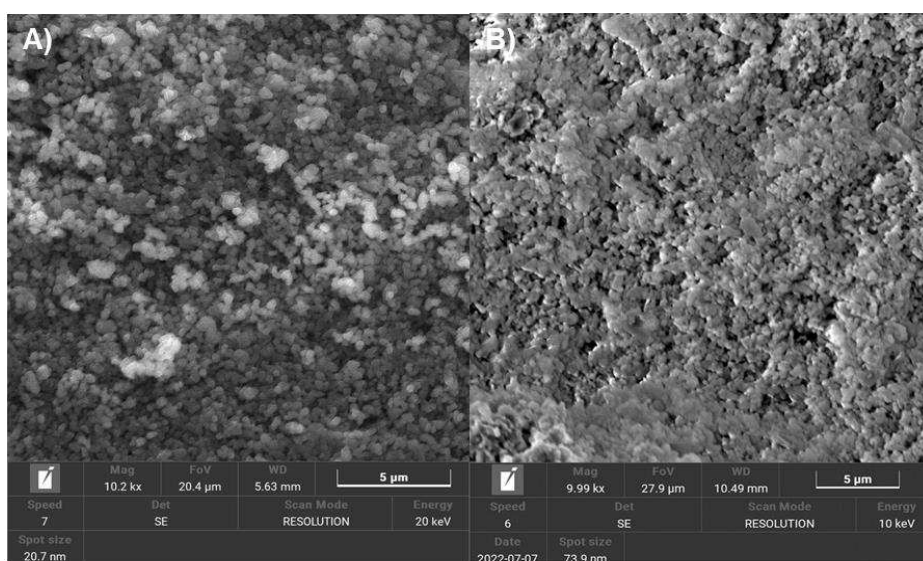
## 6.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para melhor entendimento e visualização da análise, separamos em pré sinterizado e sinterizado. Assim, pode-se comparar e analisar os resultados.

- Amostras Pré-sinterizadas:

A Figura 27 apresenta as amostras sem fibra prensada uni e isostaticamente.

Figura 27– Micrografia das amostras pré-sinterizadas (a) SFUNI e (b) SFISO.

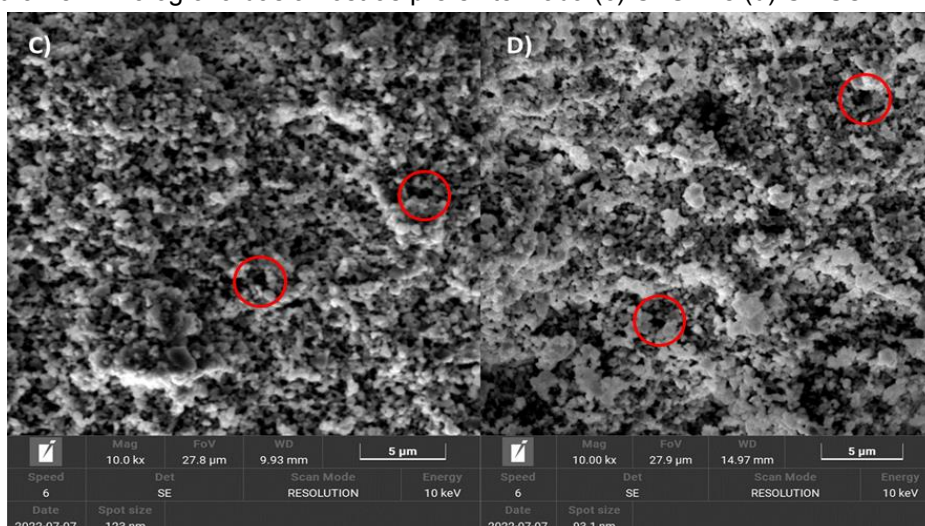


Fonte: Autoria própria.

Na Figura 27, é possível verificar que a alumina apresenta grãos menores por não ter sofrido o processo de difusão das partículas, porém a imagem (b) por ter sido prensada isostaticamente apresenta uma menor quantidade de poros do que na amostras somente prensada uniaxialmente (imagem b).

Na Figura 28 pode-se observar a mesma semelhança que na Figura 27, porém por serem amostras que tiveram a inserção dos fios, é possível verificar a presença de poros, destacados em vermelho. Mesmo que a quantidade não seja significativa, a uniformidade dos poros destacados comparados com os demais mostra que podem ser provenientes da degradação dos fios de seda.

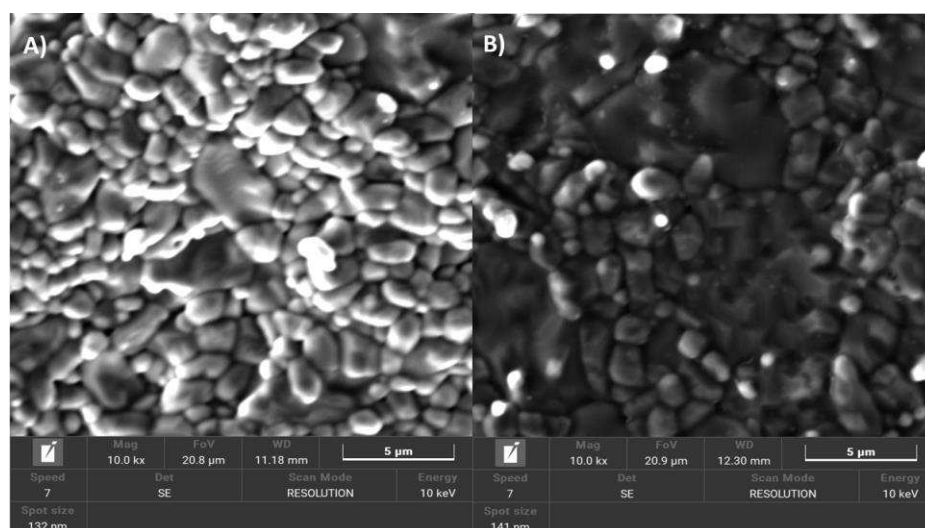
Figura 28 – Micrografia das amostras pré-sinterizada (c) CFUNI e (d) CFISO.



Fonte: Autoria própria.

- Amostras Sinterizadas:

Figura 29 – Micrografia das amostras sinterizadas (a) SFUNI e (b) SFISO.



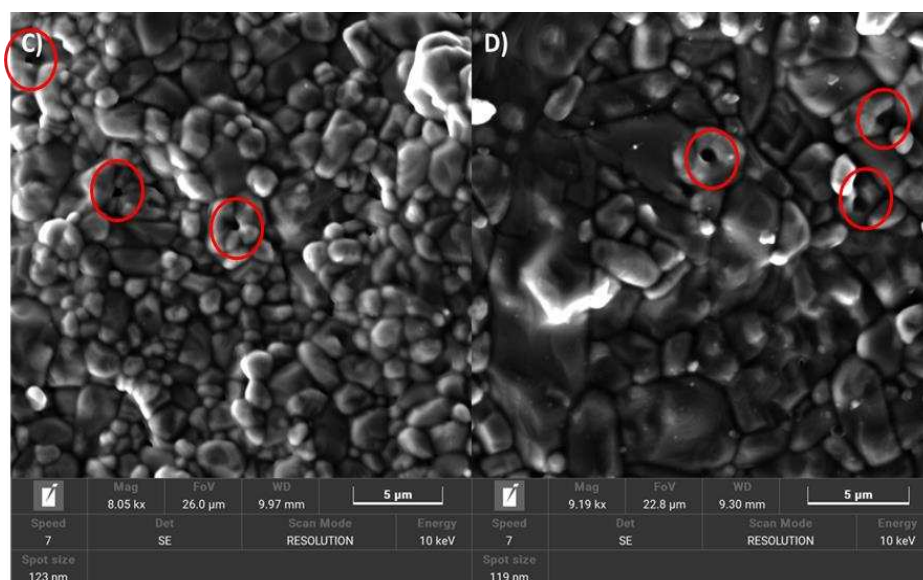
Fonte: Autoria própria



Na Figura 29, é possível observar que os grãos são maiores tanto na amostra prensada uniaxialmente quanto na prensada isostaticamente, quando comparados com as amostras pré-sinterizadas. Isso acontece devido ao processo de sinterização favorecendo o processo de difusão entre as partículas e conseqüentemente um aumento no tamanho do grão.

E comparando a Figura 29 (a) e (b), nota-se que a amostra prensada isostaticamente apresentou grãos ainda maiores, pois neste processo de prensagem a amostra sofreu uma maior compactação facilitando ainda mais a difusão das partículas e crescimento dos grãos.

Figura 30 – Micrografia das amostras sinterizadas (c) CFUNI e (d) CFISO.



Fonte: Autoria própria

Na Figura 30 pode-se observar que mesmo com a prensagem isostática existe a presença de poros redondos, devido à degradação da fibra, porém não influenciou na contração e nos valores de condutividade térmica.

Outra característica observada foi a diferença na distribuição de tamanho de grão entre as imagens (c) e (d). Essa diferença se deve pelos processos distintos de prensagem que as amostras foram submetidas, pois a prensagem isostática irá aproximar ainda mais os grãos, favorecendo o transporte das partículas por difusão, fazendo com que o aumento do tamanho de grão seja mais acentuado.

## 7 CONCLUSÃO

Apesar de não termos obtido resultados com valores distintos de condutividade térmica entre os corpos de prova, com e sem fibras, o objetivo de produzir uma alumina porosa, mesmo que em um grau baixo, utilizando o fio de seda como gerador de porosidade foi atingido.

Através da análise de TGA, observou-se que a seda é degradada em temperaturas até 630°C, e o ciclo de pré-sinterizado foi realizado em 1°C/min até 700°C, permitindo que as fibras sejam degradadas de modo lento, sem a geração de trincas nas amostras.

Pela análise de dilatométrica, observa-se que houve uma diferença significativa na contração das amostras com fio de seda em relação às sem fios no processo de prensagem uniaxial, devido ao espaço vazio gerado pela degradação do filamento, o que dificultou/retardou a difusão das partículas. No entanto, foi notado um comportamento diferente nas amostras prensadas isostaticamente, isto se deve à pressão que os corpos foram submetidos durante o processo de prensagem isostática, processo este que diminui a distância entre os grãos, facilitando a difusão dos mesmos.

Por meio da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), pode-se observar a presença dos poros formados pela presença dos fios de seda, confirmando que nas temperaturas pré e sinterização a seda é degradada.

Sendo assim, conclui-se que é possível desenvolver uma alumina porosa utilizando um material de origem natural como gerador de porosidade, pelo processo de prensagem uniaxial e isostática. Apesar de não obter um resultado satisfatório quanto à condutividade térmica, espera-se que esse material possa ser aplicado como isolante térmico uma vez que os poros apresentam ar no seu interior, dificultando a transferência de calor.

Para trabalhos futuros, uma alternativa seria uma maior adição de filamentos de seda como também uma distribuição aleatória por toda superfície da matriz de forma a garantir que independente da porção da amostra que será retirada para a realização da caracterização contenha a presença de poros.

## **8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Adição de uma maior quantidade de filamentos de seda para aumentar a porosidade gerada
- Inserção de fios de seda picados para obtenção de porosidade aleatória e não contínua
- Variação da pressão isostática aplicada para controle da porosidade.

## REFERÊNCIAS

- AGRAWAL, D. **Sintering of Advanced Materials: fundamentals and processes tires**. In: Microwave sintering of ceramics, composites and metal powders Sintering of Advanced Materials. Estados Unidos: Woodhead Publishing, 2010. p. 222-248.
- ALBARO, J. L. A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte I: o preenchimento da cavidade do molde. **Cerâmica Industrial**, v. 5, 2000.
- ALBARO, J. L. A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte V: descrição da etapa de prensagem. **Cerâmica Industrial**, v. 6, 2001.
- ALZUKAIMI, J.; JABRAH, R. Preparation and characterization of porous alumina ceramics using sunflower seed shells as fugitive material. **Cerâmica**, v. 66, p. 208-220, 2020.
- BABU, K. M. Silk Fibres. **Handbook of natural fibres**, v. 2, p. 146-170. Processing, properties and applications. 2012.
- BARSOUM, M. W.. **Fundamentals of Ceramics**. 1ª ed. New York : McGraw Hill. 1993. p. 622.
- BERGAMASCO, D. A. **Tratamento corona: nova aplicação para a indústria têxtil no beneficiamento de palha de seda**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Química) Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2018.
- CAMARGO, A. C. de. **Comparação das características de corpos de alumina, à verde e após sinterização, pelos processos de prensagem uniaxial, prensagem isostática e prensagem uniaxial e isostática**. 1993. 206 f. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, São Paulo, 1993.
- ÇENGEL, A. Y., **Heat and mass transfer: a practical approach**. 3ª ed. New York: McGraw-Hill Education. 2009.
- ÇENGEL, A. Y. **Heat and mass transfer: fundamentals & applications**. 4ª ed. New York: McGraw-Hill Education. 2011
- CHAWLA, K. K. **Ceramic matrix composites**. In: Ceramic matrix materials. London: Chapman & Hall, 1993. p. 32-33.
- DÖRRE, E.; HÜBNER, H. **Alumina: processing, properties and applications**. Berlin: Springer-Verlag, 1984. p. 329.
- FONSECA, A. S.; FONSECA, T. C. **Cultura da amoreira e criação do bicho-da-seda: sericicultura**. 2ª ed. São Paulo: Nobel, 1988. p. 246.
- GERMAN, R. M.. **Fundamentals of Sintering**. In: S.J. Schneider – Engineered Materials Handbook, Vol.4, Ceramics and Glasses – ASM International, 1991.

GERMAN, R. M.. **Powder Metallurgy Science**. New York; Chichester: Wiley, 1984. p. 496.

GHADERI, M. J.; AFARANI, M. S.; ROUDINI, G.. Synthesis of Alumina Porous Supports via Different Compaction Routes: Vibration And Pressing. **Journal of Chemical Tecnology and Metallurgy**, v. 48, p. 289-295, 2013.

GIACOMIN, A. M.. **Dinâmica da Inovação da Sericicultura no Brasil**. Dissertação de Mestrado pelo programa de Pós Graduação em Têxtil e Moda - Escola de Artes, Ciências e Humanidades da Universidade de São Paulo, São Paulo. 2018

GOMES, C.M; J.G. H.. **Introduction to Ceramics Processing**. Manuscrito. TU Clausthal. 2016.

HEIMANN, R. **Classic and Advanced Ceramics**: From Fundamentals to Applications. 1ª ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2010.

INCROPERA, F. P. et al. **Fundamentos de transferência de calor e de massa**. 6ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

KAPUNO, R. R. A.; RATHORE, M. M. **Engineering heat transfer**. 2ª ed. Massachusetts: Jones & Bartlett Learning, 2011. Disponível em: <[https://books.google.com/nf/books?id=ERtpN94ICOsC&printsec=frontcover&source=gbs\\_book\\_other\\_versions\\_r&cad=4#v=onepage&q&f=false](https://books.google.com/nf/books?id=ERtpN94ICOsC&printsec=frontcover&source=gbs_book_other_versions_r&cad=4#v=onepage&q&f=false)>. Acesso em: abr. 2022.

KASWELL, E. R. **Wellington Sears Handbook of Industrial Textiles**. Massachusetts Institute of Technology (MIT) e Wellington Sears Company, Cambridge, Estados Unidos. p. 757. 1963.

LEE, E. W.; RAINFORTH, M. W.. **Ceramic Microstructures: Property control by processing**. London: Chapman & Hall, 1994. p. 590.

MACKENZIE, K. J. D.; TEMUJIN, J.; SMITH, M. E.; ANGERER, P.; KAMESHIMA, Y. Effect of Mechanochemical Activation on the Thermal Reactions of Boehmite (Gamma-AlOOH) and Gamma-Al2O3. **Thermochimica Acta**, v. 359, p. 87-94, 2000.

OTHMER, Kirk. **Encyclopedia of chemical technology**. In: John Wiley and Sons. 4ª ed. New York, 1992. p. 252-267.

PALLONE, E. M. J. A.. **Processamento de Materiais Cerâmicos: Processos de conformação**. 2016 Disponível em: <<https://cupdf.com/document/processamento-de-materiais-ceramicos-processos-de-conformacao-eliria-m.html>>. Acesso em: dez. 2020.

PITA, P. **Fibras Têxteis**. v.1,p. 314. Rio de Janeiro: SENAI,1996.

RICHERSON, D.W.. **Engineered Materials Handbook**. In: Forming and predensification, and nontraditional densification processes. v. 4, p. 123, ASM INTERNATIONAL, 1991.

ROCHA, C. D.. **Estudo do processamento da alumina visando aplicação em geometria hemisférica**. 2011. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

ROCHA, J. C. da.. **Produção de alumina sinterizada a partir do pó e otimização dos parâmetros de sinterização para a máxima resistência mecânica**. 1981. 114 f. Dissertação (Mestrado em Ciências em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 1981.

**SENSU LTDA ME**. Experimento Didático - Condutividade Térmica. Antonio Carlos, SC. p.3., 2016.

SEPULVEDA, P. ; SANTOS, W. N. dos.; SEPÚLVEDA, P. ; TAYLOR, R. ; BRESSIANI, J. C. ; PANDOLFELLI, V. C.. Condutividade Térmica de Alumina Porosa Preparada por Técnicas Distintas de Processamento. **42 Congresso Brasileiro de Cerâmica**, v. 2, 1998.

SCHEID, A.. **Propriedades térmicas**, notas de aula de PG-MEC - TM703. DEMEC/UTFPR, 2005. Disponível em: <[http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/EME774/Aula%2005\\_CM.pdf](http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/EME774/Aula%2005_CM.pdf)> . Acesso em: mai. 2022.

SCOTT, P.. **The Book of silk**. London: Thames and Hudson, 1993.

SILVA, M. V.; STAINER, D.; AL-QURESHI, H. A.; HOTZA, D.. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. **Cerâmica**, v. 60, p. 323-331, 2014.

SIMPSON, T.W. et al; **American Ceramic Society**. 1ª ed., nº 81, p. 61–66.1998.

YAN, T.; GUO, X.; ZHANG, X.; WANG, Z. **Materials Research Bulletin**. p.21-28. 2016.

YOSHIMURA, H. N. **Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza**. São Paulo, 2005.

ZANETTI, R.. **Bicho-da-seda**, notas de aula de ENT 100 – sericultura. DEN/UFLA,Lavras, 2008. Disponível em:<<http://www.den.ufla.br/Professores/Ronald/Disciplinas/Notas%20Aula/Sericultura%20bichodaseda.pdf>> . Acesso em: out. 2019.

ZORZI, J. E.. **Produção de cerâmica avançada com perfil complexo**. 2001. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2001.