

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS  
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

CAROLINA FERREIRA SABIONI

**A INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO DE ALUMÍNIO/ALUMINA NAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS FEITAS A PARTIR DA  
TÉCNICA DE REACTION BONDING COM ABORDAGEM DE WEIBULL**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA  
2016

CAROLINA FERREIRA SABIONI

**A INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO DE ALUMÍNIO/ALUMINA NAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS FEITAS A PARTIR DA  
TÉCNICA DE REACTION BONDING COM ABORDAGEM DE  
WEIBULL**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação apresentado à disciplina Trabalho de Conclusão de Curso do Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais – DAEMA da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Moreno Peres  
Coorientador: Prof. Dr. Lucas Freitas Berti

LONDRINA  
2016



Ministério da Educação  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Campus Londrina  
Coordenação de Engenharia de Materiais



## TERMO DE APROVAÇÃO

### A INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO DE ALUMÍNIO/ALUMINA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS FEITAS A PARTIR DA TÉCNICA DE REACTION BONDING COM ABORDAGEM DE WEIBULL

Por

Carolina Ferreira Sabioni

Trabalho de conclusão de curso apresentado às 10:30 horas no dia 24 de Maio de 2016 ao Curso Superior de Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina. A candidata foi arguida pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho

---

(aprovado, aprovado com restrições ou reprovado)

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Délia do Carmo Vieira  
(UTFPR)

---

Prof. Dr. Odney Carlos Brondino  
(UTFPR)

---

Prof. Dr. Fabiano Moreno Peres  
(UTFPR)  
Orientador

---

Prof. Dr. Odney Carlos Brondino  
Responsável pelo TCC do Curso de Eng. De Materiais

Obs.: A Folha de Aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso de Engenharia de Materiais

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço, em primeiro lugar, a Deus que me escutou nos momentos de angústia, me iluminando e guiando, para que eu soubesse realizar as melhores escolhas. Agradeço a ele por ter colocado no meu caminho pessoas tão especiais.

Agradeço, principalmente aos meus pais, Angela e Paulo que não mediram esforços nesses cinco anos para que eu concluísse essa etapa. Obrigada pela dedicação, pela compreensão, pela segurança, pelo conforto, pelas sábias palavras, e sem dúvidas pelos pais que vocês são e pela família que nós temos. Agradeço ao meu irmão Tiago, que mesmo de longe, muitas vezes me ajudou e me incentivou. Vocês são meu alicerce, meu porto seguro, minha vida.

Agradeço especialmente ao meu orientador Fabiano e ao meu coorientador Lucas, que exigiram de mim muito mais do que eu supunha ser capaz de fazer. Agradeço por me transmitirem seus conhecimentos, tornando o trabalho de conclusão de curso uma experiência positiva, confiando em mim, me orientando e dedicando parte de seus tempos a mim. Muito obrigada pela amizade, paciência e ensinamentos que levarei para sempre comigo.

Agradeço aos meus tios, Glória e Vanderlei pelo acolhimento, ajuda e atenção durante os anos que estive em Londrina, formamos uma segunda família que fez toda a diferença durante esse período.

Agradeço também aos profissionais que conviveram comigo, como professores e técnicos, que me ajudaram com seus conhecimentos, disponibilidade de materiais, equipamentos e laboratórios.

Por fim agradeço aos meus queridos amigos, que tornaram essa caminhada mais especial e inesquecível. Obrigada pelos conselhos, pela paciência, pelas risadas, pelas palavras de conforto e apoio que me fizeram seguir firme em muitos momentos. Obrigada pelos sorrisos, abraços, e histórias que construímos juntos.

*Determinação, coragem e autoconfiança são fatores decisivos para o sucesso. Independentemente das circunstâncias, devemos ser sempre humildes, recatados e despidos de orgulho.*

*(Dalai Lama)*

## RESUMO

SABIONI, C. F; 2015. 66 folhas. Trabalho de Conclusão de Curso. A influência da composição de alumínio/alumina nas propriedades mecânicas de peças feitas por Reaction Bonding com abordagem de Weibull – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2016.

O desafio de buscar alternativas para suprir a demanda da indústria eletrônica faz com que novas tecnologias sejam investigadas, principalmente quanto ao desempenho térmico. Sistemas de transferência de calor estão sendo substituídos por sistemas bifásicos. Tubos de calor, LHP e CPL são exemplos desses sistemas. O presente trabalho visa analisar o comportamento mecânico de estruturas porosas cerâmicas de composição Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, com variação da composição de alumínio. Estruturas foram obtidas por sinterização reativa, através da técnica RBAO. Para tanto, a caracterização das amostras foi feita com base em ensaio de flexão de 3 pontos, e abordagem de Weibull, para determinação do parâmetro  $m$  e  $\sigma_0$ . Os resultados foram comparados por métodos estatísticos. Os resultados revelaram que, ao nível de significância de 5%, a adição de alumínio nas diferentes composições reduz os valores do módulo de Weibull ( $m$ ), indicando que o material se torna menos homogêneo, e que o valor da tensão característica ( $\sigma_0$ ) dos corpos cerâmicos produzidos, conforme processamento adotado, aumentou quando a composição variou o teor de alumínio de 30% para 40%, e reduziu quando a porcentagem de alumínio variou de 40% para 50%.

**Palavras-chave:** Sistemas de transferência de calor. Alumínio. Alumina. RBAO. Weibull. Tratamento estatístico.

## ABSTRACT

SABIONI, C. F; 2015. 66 folhas. Trabalho de Conclusão de Curso. The influence of the composition aluminum/alumina mechanical properties of the parts made by Reaction Bonding by Weibull approach – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2016.

The challenge in find new options to attempt the electronic industry demand, allowed us to investigate new technologies, mainly related to thermal performance. Conventional heat transfer systems are being replaced by biphasic ones, as heat pipes as LHP and CPL. This study aims to analyze the mechanical behavior in ceramic structures, mainly composed by Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, considering the aluminum composition variance, wherever will obtain the structures through reactive sintering using the RBAO technique. Therefore, to establish the mechanical properties of the material, the characterization of the samples are based on test bending 3 points, apparent porosity and bulk density, and for the m and  $\sigma_0$  parameters the Weibull approach will be used. Lastly, will be made a statistical analysis of the data for the credibility of the difference obtained values and validate the test blending 3-points made twice in the same sample. The results shows that the addition of aluminum in different composition decrease the values of Weibull approach (m), indicating that the material becomes less homogeneous, and the value of the characteristic voltage ( $\sigma_0$ ) of the ceramic body produced according to the processing made, increased when the aluminum content composition ranged from 30% to 40%, and had reduced when the percentage of aluminum ranged from 40% and 50%.

**Keywords:** Heat transfer systems. Aluminum. Alumina. RBAO. Weibull. Statistical treatment.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Funcionamento de um tubo de calor.....	4
Figura 2 - Esquema ilustrativo de um LHP .....	6
Figura 3 - Esquema ilustrativo de um CPL.....	7
Figura 4 - Molde metálico com formato retangular .....	15
Figura 5 - Prensa hidráulica capacidade 10t.....	16
Figura 6 - Forno com capacidade para 1250°C (Modelo FCN) .....	16
Figura 7 - Base para ensaio de Flexão de 3 pontos instalada na máquina de ensaio universal (WDW – 100E) .....	17
Figura 8 - Corpo de prova após compactação .....	19
Figura 9 - Tratamento térmico das amostras.....	20
Figura 10 - Disposição dos corpos de prova no interior do forno, pré queima. ....	20
Figura 11 - Posições do corpo de prova na base de ensaio para ensaio de Flexão de 3 pontos .....	23
Figura 12 - Aspecto geral das amostras de 20% Al após queima .....	28
Figura 13 - Amostras correspondente a composição de 50% Al prejudicadas pela presença de trinca após a queima .....	29
Figura 14 - Corpo de prova fraturado correspondente a composição de 30%Al .....	30
Figura 15 - Corpo de prova fraturado correspondente a composição de 40%Al .....	30
Figura 16 - Aspecto geral da fratura dos corpos de prova de 40% Al .....	36
Figura 17 - Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 40% Al.	36
Figura 18 - Aspecto das fraturas 1 e 2 do corpo de prova de 30% Al .....	37
Figura 19 - Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 30% Al.	37
Figura 20 - Corpo de prova fraturado correspondente a composição de 40% Al .....	38
Figura 21 - Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 40% Al.	38
Figura 22 - Presença de uniformidades internas das amostras de 50% Al .....	39
Figura 23 - Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 50% Al.	39

## LISTA DE TABELA

Tabela 1 - Composições estudadas .....	17
Tabela 2 - Dimensões corpo de prova conforme configuração para ensaio de flexão de 3 apoios, adaptado de ASTM .....	22
Tabela 3 - Espaçamento dos apoios no ensaio de Flexão de 3 pontos, adaptado de ASTM .....	22
Tabela 4 - Séries estudadas.....	24
Tabela 5 - Resultados globais da análise de Weibull de cada série estudada.....	31
Tabela 6 - Dados obtidos através de cálculos estatísticos para comparação de todas as séries estudadas.....	32
Tabela 7 - Resumo dos testes estatísticos para a comparação das médias de $m$ e $\sigma_0$ entre as séries 30.1-30.2 e 40.1-40.2.....	33
Tabela 8 - Resumo dos testes estatísticos para a comparação das médias de $m$ entre as séries 30.t - 40.t e 40.t - 50.t, e $\sigma_0$ entre as séries 30.1 - 40.1 e 40.1 - 50.1. ....	34
Tabela 9 - Porosidade e densidade aparente das composições .....	35
Tabela 10 - Cronograma de atividades .....	44

## LISTA DE SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
Bi	Porosidade aparente
CPL	Circuito de Bombas Capilares (Capillary Pumped Loop)
CP	Corpo de prova
Di	Massa seca da amostra
HP	Tubos de Calor (Heat Pipe)
LHP	Circuitos de Tubo de Calor (Loop Heat Pipe)
LS	Limite superior do intervalo de confiança
Mi	Massa da amostra retirado o excesso de água
MHP	Mini Tubos de Calor (Mini Heat Pipe)
PHP	Tubos de calor pulsante (Pulsating Heat Pipe)
Pi	Densidade aparente
RBAO	Sinterização Reativa do óxido de alumínio
RBM	Sinterização da Mulita
SBC	Sistemas de Bombeamento Capilar
S	Tensão de ruptura
Si	Massa da amostra submersa em água
SR	Sinterização Reativa
TC	Tubo de Calor

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
1.1 JUSTIFICATIVA .....	2
1.2 OBJETIVO .....	2
1.3 OBJETIVO ESPECÍFICO.....	2
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 SISTEMAS DE BOMBEAMENTO CAPILAR .....	3
2.2 CIRCUITOS DE TUBO DE CALOR - LHP .....	5
2.3 CIRCUITOS DE BOMBAS CAPILARES - CPL .....	6
2.4 ESTRUTURA POROSA.....	7
2.5 TÉCNICA DE SINTERIZAÇÃO REATIVA.....	8
2.5.1 Técnica RBAO .....	10
2.6 COMPORTAMENTO CERÂMICO E ABORDAGEM DE WEIBULL .....	12
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	15
3.1 MATERIAIS.....	15
3.2 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS .....	15
3.3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....	17
3.3.1 Preparação dos corpos de prova .....	17
3.3.2 Prensagem.....	18
3.3.3 Tratamento térmico .....	19
3.3.4 Acabamentos e inspeção .....	21
3.3.5 Ensaio de flexão .....	21
3.3.6 Quadro resumo das séries testadas .....	24
3.4 TRATAMENTO DOS DADOS .....	24
3.4.1 Tensão de Ruptura a Flexão .....	24
3.4.2 Determinação dos parâmetros de Weibull e Tratamento estatístico dos dados.....	25
3.4.3 Porosidade e Densidade aparente Geométrica.....	26
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	28
4.1 TENSÃO DE RUPTURA A FLEXÃO.....	28
4.2 TRATAMENTO TÉRMICO.....	28
4.3 TRATAMENTO ESTATÍSTICO E ABORDAGEM DE WEIBULL.....	30
4.4 POROSIDADE E DENSIDADE APARENTE.....	34
4.5 RESULTADOS COMPLEMENTARES .....	35
5 CONCLUSÃO .....	40
REFERÊNCIAS.....	41
APÊNDICE.....	44
ANEXOS .....	45

## 1 INTRODUÇÃO

A evolução dos componentes, no ramo da indústria eletrônica, é movida pela constante busca do aumento no desempenho e na fabricação de sistemas eletrônicos cada vez menores, de forma que resultem em uma maior dissipação de calor, garantindo alta confiabilidade do componente. Isso faz com que o desempenho térmico se torne um grande desafio, pois depende do seu nível de temperatura (LAUNAY, SARTRE e BONJOUR, 2007).

Atualmente, sistemas de transferência de calor tradicionais não são mais tão eficientes, e necessitam de sistemas alternativos que os substituam. Dentre as tecnologias disponíveis e promissoras, sistemas passivos bifásicos de troca de calor, como tubos de calor (TC), circuitos de tubos de calor (LHP), circuitos de bombas capilares (CPL) e circuitos de tubos de calor pulsantes (PHP), são dispositivos que possuem um fluido de trabalho que circula devido as forças termodinâmicas e o calor é removido por mudança de fase (LAUNAY, SARTRE e BONJOUR, 2007).

Alguns dos benefícios oferecidos pelos LHP's quando comparados aos tubos de calor convencionais, estão quanto a operacionalidade e a máxima capacidade de transporte de calor, sendo amplamente utilizados no setor aeroespacial. Suas estruturas podem ser variadas, em termos de tamanho, material, forma geométrica, número de componentes e fluido de trabalho (CHEN, GROLL, et al., 2006).

Sistemas trocadores de calor bifásicos são denominados bifásicos por operarem com duas fases distintas de fluido de trabalho, ou seja, fase líquida e gasosa, e isso os fazem serem utilizados em refrigeração de equipamentos. Uma propriedade relevante a ser ressaltada é que circuitos de transferência de calor assistidos por bombas capilares não necessitam de potência elétrica, porque não requerem de bombas mecânicas para movimentação do fluido de trabalho (CAMARGO, 2004).

Por volta dos anos 80 e 90 estudos foram realizados com LHP's e CPL's, de forma a serem utilizados em aplicações gerais, e continham estruturas capilares de material metálico.

Com o desenvolvimento de estruturas porosas metálicas, novas pesquisas foram realizadas para a confecção de estruturas porosas cerâmicas, uma vez que possuem propriedades bem específicas como baixo coeficiente de condutividade térmica, resistência a ataque químico e alta refratariedade (BERTI, 2006). Segundo

(CAMARGO, 2004) embora as estruturas metálicas fossem utilizadas com sucesso, esses materiais conduzem calor facilmente, prejudicando o desempenho dos componentes.

Dessa forma, o tema desse trabalho é caracterizar o comportamento mecânico de elementos porosos cerâmicos, usados em circuitos bifásicos de transferência de calor, obtidos através da técnica de sinterização reativa, com abordagem de Weibull, tornando-os qualificados para esse tipo de aplicação.

## 1.1 JUSTIFICATIVA

Materiais cerâmicos porosos utilizados em sistemas bifásicos passivos de transferência de calor, para os quais tornam-se necessário a caracterização das propriedades mecânicas por se tratarem de materiais frágeis. Sendo assim, a abordagem de Weibull é tradicionalmente empregada, o que justifica a sua adoção nesse trabalho.

## 1.2 OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo investigar o comportamento mecânico de peças cerâmicas porosas utilizadas em sistemas bifásicos de transferências de calor, ante a modificação da composição Alumínio/Alumina, feitas a partir de Reaction Bonding, com abordagem de Weibull.

## 1.3 OBJETIVO ESPECÍFICO

O presente trabalho tem como objetivos específicos:

- Determinar e comparar o parâmetro de Weibull ( $m$ ) das composições estudadas.
- Determinar e comparar o valor da tensão característica ( $\sigma_0$ ) das composições estudadas.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 SISTEMAS DE BOMBEAMENTO CAPILAR

Sistemas passivos bifásicos de troca de calor são conhecidos por serem supercondutores térmicos, por atrelarem a capacidade de transferência de altas cargas térmicas à baixos gradientes de temperatura. Uma classe que compõe esses sistemas são os sistemas de bombeamento capilar - SBC (PETERSON, 1994).

Esses sistemas tornam-se importantes pois o controle térmico de componentes eletrônicos em sondas espaciais, estações orbitais, satélites de comunicação e em outras aplicações no setor industrial, utilizam tais dispositivos de transferência de calor de dupla fase (STENGER, 1966). Por possuírem propriedades específicas, como alta condutividade térmica, tornam-se sistemas vantajosos quando comparado aos demais mecanismos de controle térmico.

Devido a isso, a fim de substituir circuitos ou tubos de calor convencionais de dupla-fase em campos de aplicações que solicitem altas taxas de troca de calor, estudos direcionados à esses sistemas iniciaram-se por volta dos anos 60 (STENGER, 1966) apud (TABALIPA, 2005).

Alguns exemplos de SBC's que existem são os tubos de calor (TC), os circuitos de tubos de calor (LHP), circuitos de bombas capilares (CPL) e circuitos de tubo de calor pulsantes (PHP).

O primeiro tudo de calor, chamado de "tubo de Perkins", foi concebido no final do século 18. São conhecidos por serem sistemas fechados, compostos por paredes com ou sem ranhuras, e apresentarem baixa susceptibilidade à presença de gases não condensáveis. Paredes com ranhuras conferem características diferentes ao tubo de calor, pois são responsáveis por fornecer a ação capilar para o bombeamento do fluido da zona fria para a zona quente, enquanto que quando as paredes lisas, o fluido retorna a zona quente pela ação da força da gravidade, sendo preciso para isso uma inclinação no sistema (DUNN e REAY, 1994) apud (BERTI, 2006).

Esses sistemas são compostos por um evaporador (zona quente) no qual o fluido absorve energia o suficiente para que mude de fase, ou seja, atinge a temperatura necessária para mudar do estado líquido para o vapor. Devido a diferença

de pressão, o fluido é expulso do evaporador e se desloca no sentido do condensador (zona de rejeição de calor – zona fria). Uma vez que o meio retira energia do fluido, o mesmo retorna a fase líquida e o calor da zona quente é movido para a zona fria. Por ação da gravidade nos tubos lisos ou, por ação capilar nos tubos com ranhuras, o líquido presente no condensador retorna ao evaporador, caracterizando assim um ciclo de evaporação e condensação, como pode ser observado na Figura 1. No entanto, conforme maiores quantidades de TC eram solicitadas para transporte de cargas térmicas, novos sistemas capilares foram desenvolvidos com diferentes limites de funcionamentos, isto é, esses sistemas possuem uma zona adiabática entre a zona quente e a zona fria, suprindo a demanda requerida. Para isso, juntamente ao evaporador foi anexada uma estrutura porosa, a qual pode ser melhor apresentada nos sistemas que a incorporam como os circuitos de tubos de calor e os circuitos de bombas capilares.



**Figura 1 - Funcionamento de um tubo de calor**  
Fonte: Adaptado de VEDOVATTE (2015).

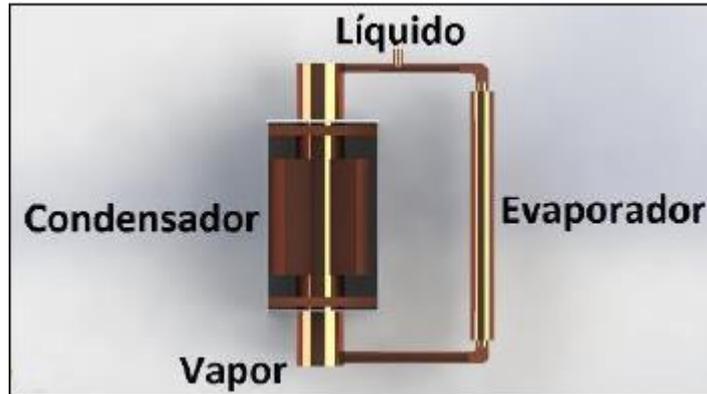
Tubos de calor são sistemas eficazes e flexíveis quanto a controle térmico, como já mencionado, além de serem facilmente aplicáveis. Atualmente, um dos novos direcionamentos de pesquisa são os mini-HP, usados em sistemas de refrigeração. Desde 1988, o Instituto Luikov, em Belarus, localizado no leste Europeu, projetam MHP's de alto desempenho. Composto por um tubo de calor circular e podem utilizar como fluido de trabalho água, metanol e propano. (VASILIEV, 2004).

## 2.2 CIRCUITOS DE TUBO DE CALOR - LHP

Em 1972, o primeiro LHP (*Loop Heat Pipe*) foi desenvolvido e testado na antiga União Soviética, com o objetivo de responder ao aumento da necessidade dos sistemas eletrônicos, além das demandas específicas de alta tecnologia que a indústria aeroespacial exigia. Por desempenharem algumas vantagens sobre os tubos de calor convencionais em termos de operação contra a gravidade, capacidade máxima de transporte de calor, entre outros fatores, tornaram-se promessas para sistemas que exigiam alta confiabilidade operacional (LAUNAY, SARTRE e BONJOUR, 2007).

De acordo com (TABALIPA, 2005) o princípio de funcionamento dos LHP's baseiam-se nos mesmos processos físicos que os circuitos de bombas capilares desempenham, porém não possuem reservatório como pode ser visto na Figura 2, e são constituídos por uma câmara de compensação localizada na entrada de uma bomba capilar (evaporador), responsável por conferir ao sistema maior capacidade de impedir que haja colapso no momento da partida, condensador e linhas de vapor/líquido. Geralmente, é utilizado no sistema um segundo elemento poroso, com poros maiores, entre a câmara de compensação e o evaporador, para alimentação de líquido no interior do evaporador.

As estruturas porosas presentes nesses sistemas são responsáveis por fornecerem pressão capilar na ordem de  $10^4$  Pa (MAYDANIK, 2005). Dessa forma, os LHP's apresentam grande capacidade de bombeamento capilar, permitindo que o evaporador e o condensador seja separado por alguns metros. No entanto, a pressão de saturação pode aumentar devido ao calor absorvido pela câmara de compensação de líquido ser próxima do evaporador capilar, o que ocasiona aumento na temperatura do sistema.



**Figura 2 - Esquema ilustrativo de um LHP**  
**Fonte: Adaptado de VEDOVATTE (2015).**

### 2.3 CIRCUITOS DE BOMBAS CAPILARES - CPL

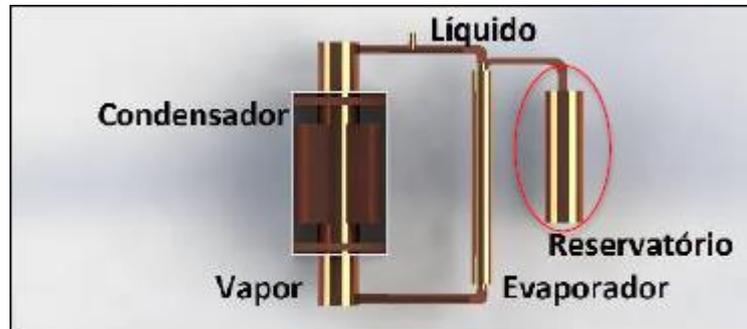
Sistemas de bombeamento capilar são uma alternativa tão atraente para controle térmico quanto o LHP (VALISIEV, 2004). Capazes de conduzir calor, em pequenas diferenças de temperatura, por uma distância longa entre seus componentes; evaporador e condensador. Estudos apontam que esse tipo de sistema pode se constituir de um sistema confiável e versátil para aplicação e controle térmico de satélites (TABALIPA, 2005).

CPL's são constituídos por um condensador, evaporador capilar, linhas para condução líquido e vapor, e um reservatório, como pode ser observado na Figura 3. A básica distinção entre os sistemas convencionais LHP e CPL, está no reservatório, pois possui a função de regular a temperatura da superfície do evaporador capilar, uma vez que armazena o fluido empregado no sistema.

Um dos problemas que esse tipo de sistema pode manifestar, é a nucleação de bolhas devido ao mal carregamento do fluido, ou posicionamento da estrutura porosa, ocasionando superaquecimento, seguido de colapso, ou até mesmo mau funcionamento na etapa de partida relacionada a deficiência no carregamento de fluido. Segundo (TABALIPA, 2005) a formação de bolhas no interior da estrutura cerâmica pode bloquear a passagem de fluido e diminuir a potência da bomba.

O fato do sistema não estar em total movimentação faz com que micro tubos de calor e bombas de partida sejam inseridas, em contato direto com o evaporador,

para que haja troca de calor de partes mais frias do fluido com partes mais quentes, garantindo a movimentação (Ku et al., 1998) apud (BERTI, 2006).



**Figura 3 - Esquema ilustrativo de um CPL**  
**Fonte: Adaptado de VEDOVATTE (2015).**

## 2.4 ESTRUTURA POROSA

Segundo (TABALIPA, 2005) elemento poroso é uma estrutura que tem como principal característica a porosidade, e possuem por sua vez vasta gama de aplicações, desde setores aeroespaciais, automotivos, de alimentos, biotecnológicos, até nucleares, farmacêuticos e petroquímicos.

Fatores como design, material escolhido e características estruturais são determinantes no desempenho desses sistemas, e restringem a grande variedade de materiais que possam ser utilizados como elementos porosos para aplicação em sistemas de troca de calor.

Assim como, a eficácia térmica, condutividade, diâmetro dos poros de porosidade e permeabilidade, têm um efeito significativo sobre o desempenho CPL e LHP (SANTOS, BAZZO e OLIVEIRA, 2012).

Alguns parâmetros interferem e são decisivos nas propriedades finais de materiais cerâmicos porosos, entre eles forma e tamanho do grão, que no presente trabalho serão controlados indiretamente através do monitoramento da matéria prima. A escolha da matéria prima adequada e da técnica de fabricação a ser aplicada podem influenciar nessas propriedades. (NICHOLAUS e RAY, 1970) apud (TABALIPA, 2005).

Para a confecção de estruturas porosas empregadas em sistemas de bombeamento capilar, materiais como polietileno, politetrafluoretileno, aço inoxidável,

níquel, titânio, quartzo, alumina e sílica, estão sendo amplamente utilizados (DELIL 2002; MAIDANIK et al. 1992 e KROLICZEK e BRENNAN, 1985 apud (TABALIPA, 2005).

Os primeiros materiais implantados em bombas capilares, foram os poliméricos. No entanto, como apresentavam limite de bombeamento capilar inferior aos materiais metálicos, foram substituídos pelos mesmos, uma vez que apresentavam maiores vantagens, embora materiais metálicos sejam mais caros porque requerem uma fabricação mais detalhada ao comparar com outros tipos de materiais para determinada aplicação (KU, 1993) apud (BERTI, 2006).

De acordo com (ORTEGA, PAIVAL, *et al.*, 2003) apud (BERTI, 2006) cerâmicas porosas apresentam determinadas propriedades que as tornam específicas para algumas aplicações tecnológicas como suportes para catálise, implantes ósseos, filtragem em altas temperaturas entre outras. Vale ressaltar que essas propriedades podem ser baixa condutividade térmica, baixa densidade, alta área superficial, e estão associadas a resistência química e alta refratariedade que comumente materiais cerâmicos apresentam.

A presença de poros em matrizes cerâmicas ocasiona deterioração no material e prejudica as propriedades mecânicas, devido a possível ocorrência de trincas e defeitos. Sendo assim, alguns problemas podem existir tanto na etapa de montagem das bombas capilares, quanto durante a vibração proveniente do lançamento para colocação do sistema em órbita ou voo sub orbital. Tal vibração é conhecida, simulada e testada em laboratório, quando os testes de integração do veículo com o sistema são realizados (BERTI, 2006).

Desse modo, nos últimos anos estruturas cerâmicas são desenvolvidas para uso em sistemas de bombeamento capilar. Um material indicado para essa aplicação é a Alumina pois apresenta resistência à corrosão e condutividade térmica adequadas, visto que em alguns testes com elementos porosos de óxido de alumínio exibiram resultados satisfatórios quando combinado baixa condutividade térmica e molhabilidade dos fluidos de trabalho (RASSAMAKIN, PIMENNY, *et al.*, 2002) apud (BERTI, 2006).

## 2.5 TÉCNICA DE SINTERIZAÇÃO REATIVA

Cerâmicas são conhecidas por serem materiais quebradiços, ou seja, em sua maioria apresentam alta fragilidade. Tal característica pode ser confirmada por possuir valores de resistência a fratura inferiores a  $10 \text{ MPa m}^{1/2}$ . No entanto, a fim de limitar

os tamanhos típicos de defeitos e reduzir a heterogeneidade à uma escala micrométrica, se faz necessária a utilização de técnicas de processamento específicas, que possibilitam alcançar valores significativos na ordem de GPa para resistência a flexão (CLAUSSEN & WU, 1992).

Conforme (KNECHTEL, *et al.*, 1995) existem mecanismos, de diferentes graus de eficiência, que podem controlar a confiabilidade das cerâmicas a fim de gerar contornos de grão muito mais claros, compostos de grãos dispersos e mais finos (JANSSEN, CLAUSSEN, *et al.*, 2002). Esses mecanismos são distribuição do tamanho do defeito, esforço que induz plasticidade, efeitos da curva-R e redução do tamanho de falha, e estão associados à sinterização reativa.

A característica dominante dessa técnica está atrelada a reação que ocorre durante o período de tratamento térmico, e pode ser exemplificada através da sinterização reativa do óxido de alumínio (RBAO) e a sinterização reativa da mulita (RBM). Os compactos das técnicas de RBAO e RBM, apresentam diferentes propriedades mecânicas e baixa retração, por serem distintos quanto a suas estruturas e morfologia (BERTI, 2012). As propriedades dos processamentos dos materiais cerâmicos sintetizados reativamente são abordados conforme (CLAUSSEN & WU, 1992).

Interessante ressaltar que ao utilizar a técnica de sinterização reativa - SR, produtos sofrem retração próxima de zero, o que não ocorre ao utilizar técnicas de sinterização usuais, uma vez que a retração é de 15% a 20%, aproximadamente. O fato da retração ser praticamente nula, está atrelada a expansão da oxidação das matérias primas, uma vez que as partículas metálicas presentes combinam-se em até 60 vol.% com demais matérias primas (CLAUSSEN & WU, 1992).

Por exemplo, o pó resultante da moagem de ligas metálicas compostas de materiais intermetálicos, quando seco e prensado, exibem resistência a verde na ordem de 20 a 50 MPa, enquanto que materiais fabricados convencionalmente exibem valores menores, isso ocorre porque as partículas de alumínio e  $Al_2O_3$  estabelecem contato por *bridging* (BERTI, 2012).

A retração do compacto não ocorre porque existem mecanismos que se balanceiam durante a etapa de aquecimento no tratamento térmico, ou seja, como são mecanismos simultâneos ocorre um balanceamento entre o mecanismo da sinterização, normalmente associado a retração do corpo, e o mecanismo da oxidação em estado sólido, associado a expansão (BERTI, 2012).

Metais como Cr, Si, Zr e aditivos cerâmicos como SiC, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO entre outros, podem modificar algumas técnicas de sinterização reativa, ocasionando diferentes produtos finais, porque dependendo da modificação realizada o corpo compactado por SR, pode apresentar mínima expansão pela técnica RBM; nenhuma ou mínima retração pela SR entre alumínio/óxido de cromo, assim como baixa retração na técnica RBAO (CLAUSSEN e WU, 1992) (CLAUSSEN, LE e WU, 1989).

Por fim, último ponto importante a ser ressaltado segundo (CLAUSSEN e WU, 1992) estruturas originadas por SR apresentam resistência mecânica de 500 MPa, e 3% a 8% de micro poros distribuídos de forma homogênea na estrutura, com tamanhos aproximados de 1 µm.

### 2.5.1 Técnica RBAO

Uma das técnicas de sinterização reativa é a RBAO, utilizada para produção de corpos cerâmico. Nesse processo, misturas de alumínio e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> são tratadas termicamente, de tal maneira que as partículas são sintetizadas e formam ligações a fim de formar um corpo denso (SHONHIWA, HERRMANN, *et al.*, 2008).

Esse tipo de reação vem sido proposto por Claussen como um método atraente para a fabricação de alumina. Ao ser comparada com métodos tradicionais apresenta algumas vantagens relevantes como propriedades mecânicas finais superiores e menor temperatura de processamento (SNEL, DE WITHA, *et al.*, 2006).

Por exemplo, conforme (SHONHIWA, HERRMANN, *et al.*, 2008) a incorporação de partículas submicrométricas em matriz alumina, o material obtém maior resistência a abrasão, a temperatura ambiente, como é o caso da combinação Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC elevando o valor de 3,5 para 5 MPa m<sup>1/2</sup>.

Com base em (CLAUSSEN e WU, 1992) apud (BERTI, 2012), na etapa de tratamento térmico pode ocorrer expansão, mas o mecanismo predominante é de controle de retração. Diferentes mecanismos acontecem durante o ciclo de aquecimento. Abaixo de 450°C, as partículas de alumínio são revestidas por uma fina camada passiva amorfa, e ao ultrapassarem essa temperatura, o alumínio oxida com a estrutura cristalina de γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. No mecanismo de oxidação ocorre a difusão do oxigênio, na superfície do óxido formado, pelos contornos de grãos, o que é auxiliado

pela formação de grãos ultrafinos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , facilitando o transporte. A presença de oxigênio se torna maior, conforme a presença de microtrincas na superfície do óxido, por causa da expansão de 39% associada a oxidação da  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Logo, como os mecanismos de expansão volumétrica e expansão térmica, estão associados a oxidação e a expansão da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e do alumínio, respectivamente, há um aumento das tensões ao decorrer da casca do óxido devido a curvatura relacionada ao gradiente de pressão através do mesmo.

CLAUSSEN e WU, 1992, afirmam que no intervalo de temperaturas entre  $450^\circ\text{C}$  e  $520^\circ\text{C}$ , sistema da reação, ocorre a oxidação de pequenas partículas de Al, por difusão do gás por meio das fissuras presentes na camada do óxido. No entanto, acima de  $520^\circ\text{C}$ , a velocidade da oxidação diminui, uma vez que a oxidação se torna limitada pelo aumento da espessura na parede do óxido, permeando na estrutura maior quantidade de oxigênio. Por fim, quando o alumínio atinge sua temperatura de fusão, em torno de  $620^\circ\text{C}$ , ocorre a aceleração da oxidação do Al, novamente.

Embora a técnica de RBAO proporcione propriedades finais satisfatórias, quando são combinadas com outros tipos de reações podem ou não, interferir negativamente em alguns pontos, como é o caso da redução de cerâmica multia-zircônia pela combinação da reação RBAO com a reação de  $(\text{ZrSiO}_4)$  com a adição de pós de alumina e Al ao processo, que resultaram em valores finais de resistência mecânica de 350MPa para 250 MPa (CLAUSSEN e WU, 1992).

De acordo (BERTI, 2012), pós de Al/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  com 50% e 35 vol.% quando moídos, prensados e tratados termicamente, forneceram microestrutura de distribuição de poros homogênea, fina, e densidade teórica de aproximadamente 93%.

Os precursores da técnica RBAO são alumínio e alumina, porém  $\text{ZrO}_2$  pode ser adicionada a mistura para proporcionar melhoramento na microestrutura, oxidação e propriedades finais, em pequenas adições de Zr, em torno de 5%, cooperando para redução do tempo de sinterização reativa (Claussen, *et al.* (1990), Wu *et al.* (1993) e Janssen *et al.*(2002) apud (BERTI, 2012).

Corpos verdes são obtidos pela técnica RBAO, com alta resistência à verde quando compactados por prensagem isostática, com pressões inferiores a 170 MPa. Isso permite que sejam usinados em formas complexas. Quando compostos de 30 a 45 vol.% permitem que não sejam adicionados algum tipo de ligante (JANSSEN, *et al.*, 2002). Valores de resistência de 700 MPa após sinterização sem pressão e maiores que 1 GPa após prensagem isostática a quente, foram observados em

compósitos, sem usinagem, originados pelo processo RBAO (JANSSEN, *et al.*, 2002) apud (BERTI, 2012).

## 2.6 COMPORTAMENTO CERÂMICO E ABORDAGEM DE WEIBULL

A maioria dos materiais cerâmicos são duros e frágeis à temperatura ambiente, em decorrência da sua ductilidade limitada. Fatores que afetam o desempenho mecânico das cerâmicas envolvem parâmetros do material (composição, estrutura cristalina, microestrutura, presença de defeitos e falhas, condições superficiais, tensões internas, tamanho e geometria da amostra) e do meio (temperatura, atmosfera, taxa de deformação, cargas dinâmicas, estado de tensão) (ZANOTTO; MIGLIORE, 1991; CANNON, MATTHEWSON; WACHTMAN, 2009).

A resistência mecânica teórica dos materiais frágeis é muito maior do que aquela normalmente observada nos corpos reais – tipicamente da ordem de  $E/100$  a  $E/1000$  dos valores teóricos, onde  $E$  é o módulo de Young do material (ZANOTTO; MIGLIORE JR, 1991). Esta discrepância é normalmente explicada pela presença de defeitos internos e/ou superficiais, em torno dos quais os níveis de tensão são mais elevados. Estas heterogeneidades no material produzem concentração de tensão e podem nuclear trincas.

Nos materiais dúcteis a presença de falhas não é tão crítica, em função da habilidade que estes materiais possuem para se deformar plasticamente, diminuindo, até certo ponto, a severidade dos defeitos sobre a resistência (MEYERS; CHAWLA, 1999). Como resultado, a distribuição da resistência mecânica dos materiais dúcteis tende a ser estreita e próxima da distribuição normal.

Por outro lado, nos materiais cerâmicos as falhas são responsáveis pela fratura catastrófica do material, quando submetido a tensões de tração. Além disso, as falhas em um material frágil podem variar em tamanho, forma e orientação, de forma que a resistência mecânica pode variar muito de amostra para amostra, uma vez que as falhas com características geométricas e/ou orientação mais críticas tenderão a se propagar mais facilmente, levando à ruptura do corpo. Assim, a distribuição da resistência mecânica dos materiais cerâmicos, tipicamente, apresenta

grande dispersão e formato não simétrico, de forma que a abordagem gaussiana é prejudicada.

Entretanto, em situações de solicitação mecânica, o engenheiro deve assegurar-se que a probabilidade de ruptura seja razoavelmente baixa, tornando necessária uma abordagem estatística da fratura, particularmente aplicada ao comportamento mecânico dos materiais frágeis.

Nestes casos é bastante comum a aplicação de certa distribuição estatística proposta pelo engenheiro sueco Waloddi Weibull (WEIBULL, 1951), cujos princípios e aplicação à análise da resistência de sólidos frágeis serão apresentados, conforme Meyer e Chawla (MEYERS; CHAWLA, 1999).

Basicamente, a distribuição de Weibull assume que um corpo com volume  $V$  possui uma distribuição estatística de falhas, e é formado por  $n$  elementos que possuem volume  $V_0$  com a mesma distribuição de falhas<sup>1</sup>. Ao submeter um corpo a uma tensão ( $\sigma$ ), a probabilidade de sobrevivência pode ser calculada conforme a Equação 1.

$$P(V) = P(V_0) P(V_0) \dots P(V_0) = P(V_0)^n \quad (1)$$

Aplicando o logaritmo de ambos os lados da equação, o risco do material fraturar é dado pela Equação 2.

$$R = -[\ln P(V_0)] \quad (2)$$

Esse parâmetro também pode ser fornecido conforme a Equação 3.

$$R = [(\sigma - \sigma_u)/\sigma_0]^m \quad (3)$$

Onde  $\sigma$  é a tensão aplicada e  $m$ ,  $\sigma_0$  e  $\sigma_u$  são constantes do material com uma população de falhas, a qual assume-se que essa população não altera de elemento para elemento.  $\sigma_u$  é a tensão a qual a probabilidade de falha ocorrer é zero, caso seja assumido que qualquer tensão pode causar a falha em um material cerâmico,  $\sigma_u$

---

<sup>1</sup>  $V_0$  é um volume característico do corpo cerâmico contendo uma distribuição de falhas que o representa.

assume valor zero. Para um dado material,  $\sigma_0$  é denominada a tensão característica, e  $m$  é denominado módulo de Weibull, o qual informa a uniformidade do material.

A partir das Equações 2 e 3, assumindo que  $\sigma_u$  é zero, a probabilidade de sobrevivência de um corpo cerâmico é dado conforme a Equação 4.

$$P(V_0) = \exp [ - (\sigma/\sigma_0)^m ] \quad (4)$$

Essa equação determina que se  $\sigma$  for zero, a probabilidade de sobrevivência das amostras  $P(V_0) = 1$ , ou seja, todas as amostras testadas não irão falhar. Conforme a tensão aplicada aumenta, maior a chance das amostras falharem, diminuindo a probabilidade de sobrevivência. Assim, se  $\sigma \rightarrow \infty$ ,  $P(V_0) \rightarrow 0$ , isso é, quanto mais alto o valor da tensão, maior a chance das amostras falharem.  $\sigma_0$  corresponde a probabilidade de sobrevivência de 37%. Aplicando logaritmo na Equação 4, obtém a Equação 5.

$$\ln [1/P(V_0)] = (\sigma/\sigma_0)^m \quad (5)$$

Aplicando novamente logaritmo na Equação 5, obtém-se a linearização conforme Equação 6, cuja reta tem como inclinação o coeficiente  $m$ .

$$\ln (- \ln P_{(v)}) = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 \quad (6)$$

Essa é uma forma de realizar a análise de Weibull conforme alteração da força aplicada ao material. Se  $n$  amostras são testadas, os valores de tensão obtidos são ranqueados em ordem crescente e calcula-se a probabilidade de falha pela Equação 6.

$$P_i(V_0) = (n + 1 - i) / (n + 1) \quad (7)$$

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

Neste trabalho foram utilizados pó de alumínio metálico, fornecido pela Alcoa Alumínio S.A e alumina calcinada, passante #325, fornecida pela Imerys do Brasil Comércio de Extração de Minérios LTDA para a fabricação do corpo cerâmico poroso, que desempenham nesse caso a função de reduzir a retração da estrutura porosa e promover o aumento da resistência mecânica, respectivamente.

#### 3.2 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

Para a realização do procedimento experimental foram utilizados equipamentos tais como molde metálico, prensa hidráulica, forno com capacidade de 1250°C com programação de rampas de aquecimentos e máquina universal de ensaios mecânicos com base para ensaio de flexão de 3 apoios, conforme Figuras 4 a 7.



**Figura 4 – Molde metálico com formato retangular**



Figura 5 – Prensa hidráulica capacidade 10t



Figura 6 – Forno com capacidade para 1250°C (Modelo FCN)



**Figura 7 – Base para ensaio de Flexão de 3 pontos instalada na máquina de ensaio universal (WDW – 100E)**

### 3.3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### 3.3.1 Preparação dos corpos de prova

A primeira etapa do procedimento experimental consistiu na preparação da mistura de quatro diferentes proporções de Alumínio e Alumina, conforme Tabela 1.

**Tabela 1 – Composições estudadas**

Composição	Denominação (%)	% Alumínio	% Alumina
1	20	20	80
2	30	30	70
3	40	40	60
4	50	50	50

Para a preparação das amostras, as matérias primas foram pesadas respeitando a estequiometria da quantidade de cada composição, e homogeneizadas manualmente, por aproximadamente 15 minutos, com auxílio de um béquer, bastão

de vidro e balança estequiométrica. Para que não ocorra a formação de agregados, a mistura final foi peneirada em um peneira 200mesh.

Inicialmente, de cada formulação foi preparada a quantidade de 880 gramas, suficientes para a preparação de até 44 amostras.

### 3.3.2 Prensagem

A Figura 8 apresenta o molde metálico utilizado nas prensagens, cuja cavidade possui dimensões de 80 mm de comprimento, 20 mm de largura e altura variável de acordo com a quantidade de material depositado na cavidade.

Nessa etapa foi realizada a compactação uniaxial de todas as amostras de cada composição em uma matriz de forma retangular, sendo necessário o ajuste da carga e pré-carga. Foi utilizado pré-carga de compactação de aproximadamente 12,27 MPa (2 toneladas) durante 5 segundos, e carga de compactação de aproximadamente 24,53 MPa (4 toneladas) por 20 segundos.

Inicialmente foi utilizada uma mistura de querosene com estearina para lubrificação do molde. No entanto, notou-se que o excesso desse material juntamente com partículas de alumina prejudicava a extração da amostra, sendo assim optou-se por usar somente querosene para limpeza e lubrificação do molde. Após prensagem, os corpos de prova foram extraídos manualmente somente afrouxando os parafusos e extraíndo o pistão menor do molde, Figura 8. Por fim, os corpos de prova eram acomodados em uma bandeja, com exposição ao ambiente para serem submetidos ao tratamento térmico.



**Figura 8 – Corpo de prova após compactação**

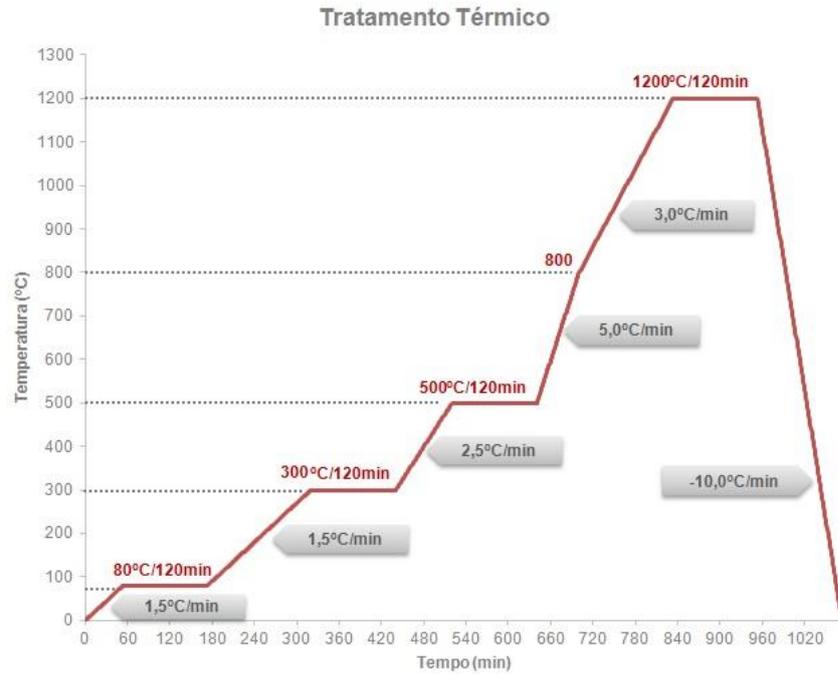
Após a prensagem as dimensões nominais dos corpos de prova possuíam 80mm de comprimento, 20mm de largura e 8mm de profundidade (espessura).

Entre uma prensagem e outra o molde foi limpo com querosene e eventualmente as laterais dos pistões eram lixadas com lixa 1200 para retiradas de partículas de material alojado nas marcas de usinagem do metal. Até que esse procedimento foi ajustado, perdeu certa quantidade de material pela danificação dos corpos de prova.

### 3.3.3 Tratamento térmico

Cada grupo de composição foi submetido ao tratamento térmico no forno, em atmosfera não controlada, através da técnica RBAO, com a finalidade de conferir as propriedades esperadas.

O tratamento consistiu em submeter as amostras a diferentes condições térmicas temperatura/tempo subsequentes, conforme Figura 9, onde estão indicados ao patamares de temperatura, o tempo de permanência em cada patamar e as taxas de aquecimento em cada patamar.



**Figura 9 – Tratamento térmico das amostras**

Buscando a otimizar o espaço interno do forno, as amostras foram acomodadas sobre berço de alumina, móveis de refratário e quantidade média de 30 unidades por batelada, conforme Figura 10.



**Figura 10 – Disposição dos corpos de prova no interior do forno, pré queima.**

Considerando-se que o tempo entre a prensagem das amostras e o tratamento térmico (queima) pudesse eventualmente, afetar a qualidade dos corpos de prova em termos da presença de trincas, parte das amostras da composição de 50% foi submetida ao tratamento térmico logo após a prensagem (intervalo de um a dois dias), enquanto que parte foi submetida após cerca de duas semanas. Esta suspeita foi levantada após observação de significativo número de amostras trincadas nas primeiras queimas, tanto na composição de 50% como na de 20%, tendo decorrido certo tempo entre a prensagem e a queima.

As composições de 30% e 40% foram submetidas ao tratamento térmico em seguida a prensagem (um a dois dias).

#### 3.3.4 Acabamentos e inspeção

Após tratamento térmico, os corpos de prova não foram submetidos a nenhum procedimento, como usinagem e/ou lixamento. As superfícies se apresentaram planas e lisas ao tato. Cada amostra foi examinada individualmente quanto a presença de trincas e outros defeitos superficiais que as tornavam imprestáveis para o ensaio mecânico.

As amostras de 20%, em quase sua totalidade, apresentaram trincas tornando inutilizáveis para o ensaio mecânico, de forma que esta composição foi descartada.

#### 3.3.5 Ensaio de flexão

O ensaio de flexão de 3 pontos foi realizado com base na norma ASTM C 1161 – 02c. As dimensões dos corpos de prova foram medidas com paquímetro com resolução de 0,01mm.

As dimensões dos corpos de prova obtidos difere das três configurações prescritas pela norma, conforme Tabela 2, devido a cavidade do molde disponível no departamento de engenharia de materiais (DAEMA).

**Tabela 2 – Dimensões corpo de prova conforme configuração para ensaio de flexão de 3 apoios, adaptado de ASTM**

<b>Configuração</b>	<b>Largura (mm)</b>	<b>Profundidade (mm)</b>	<b>Comprimento (mm)</b>
A	2,0	1,5	25
B	4,0	3,0	45
C	8,0	6,0	90

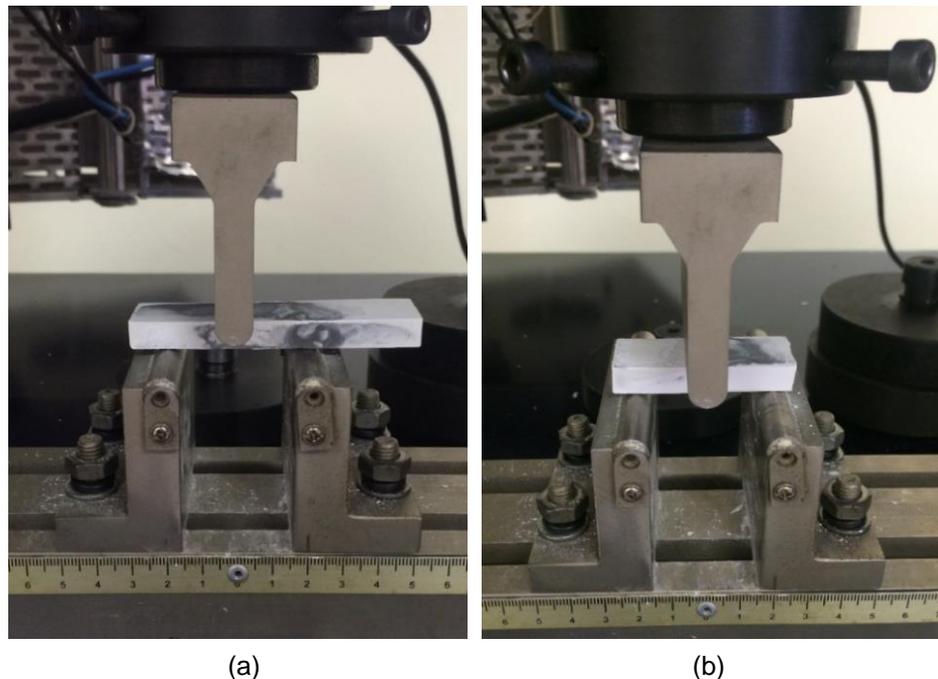
Considerando-se as dimensões nominais dos corpos de prova efetivamente processados, optou-se por usar a configuração de ensaio B, conforme Tabela 3.

**Tabela 3 – Espaçamento dos apoios no ensaio de Flexão de 3 pontos, adaptado de ASTM**

<b>Configuração</b>	<b>Vão entre os apoios (mm)</b>
A	20
B	40
C	80

A opção de utilizar essa configuração B, além de se ajustar a limitação das dimensões dos corpos de prova obtidos, fez vislumbrar a possibilidade de se realizar dois ensaios por amostra. Nesse sentido, no primeiro teste a amostra não era centralizada na base de ensaio (Figura 11a), enquanto que o segundo ensaio era realizado apenas reposicionando a parte remanescente do primeiro ensaio na base de flexão (Figura 11b). A referência a estas posições no texto, respectivamente, será feita pela designações 1 e 2. Por exemplo, 30.1 designará a composição de 30% de alumínio testada na posição 1.

Após as primeiras queimas realizadas com as formulações de 20% e 50%, resultou um grande número de corpos de prova (a maioria) defeituosos, contendo trincas que inutilizavam para os ensaios mecânicos. Esses resultados trouxeram a preocupação em relação a quantidade de resultados válidos para as análises de Weibull que requerem grande quantidade de amostras. Sendo assim, a providência de se realizar dois testes por amostra se tornou alvissareira no sentido de duplicar a quantidade de amostras disponíveis para os testes mecânicos. Entretanto, naturalmente, surgiu a necessidade de se validar os resultados obtidos dessa forma o que se tornou um objetivo acessório desse trabalho, como será visto posteriormente na seção tratamento dos dados.



**Figura 11 – Posições do corpo de prova na base de ensaio para ensaio de Flexão de 3 pontos. (a) Posição 1 da amostra no aparato para ensaio de Flexão; (b) Posição 2 da amostra no aparato para ensaio de Flexão**

A velocidade do ensaio adotada foi 0,02 mm/min, conforme recomendação da ASTM C1161-02c (Equação 8).

$$\epsilon = 6 ds/L^2 \quad (8)$$

Onde:  $\epsilon$ : taxa de deformação = 0,0001 s<sup>-1</sup>

d: espessura do corpo de prova (mm)

s: velocidade da travessa móvel da máquina de ensaio (mm/s)

L: vão entre os apoios (mm)

### 3.3.6 Quadro resumo das séries testadas

Considerando-se as formulações estudadas conforme item 3.3.1 e as condições de ensaio adotadas, conforme item 3.3.5, as séries estudadas estão apresentadas na Tabela 4.

**Tabela 4 – Séries estudadas**

Série	Composição	Posição do ensaio
30.1	30% alumínio	1
30.2	30% alumínio	2
30.t	30% alumínio	1 e 2
40.1	40% alumínio	1
40.2	40% alumínio	2
40.t	40% alumínio	1 e 2
50.1	50% alumínio	1
50.t	50% alumínio	1 e 2

## 3.4 TRATAMENTO DOS DADOS

### 3.4.1 Tensão de Ruptura a Flexão

Para cada corpo de prova adotou-se a carga de ruptura como a carga máxima do ensaio e a tensão de ruptura ( $S$ , em MPa) foi calculada conforme a Equação 9 (ASTM C1161 – 02c). Para a elaboração dos resultados foi utilizado o software Excel.

$$S = \frac{3}{2} * (P_{m\acute{a}x} * L / b * h^2) \quad (9)$$

Onde:  $P_{\text{máx}}$  = Carga de ruptura da amostra (N)

$L$  = Distância entre os dois apoios (mm)

$b$  = Largura do corpo de prova (mm)

$h$  = Altura do corpo de prova (mm)

### 3.4.2 Determinação dos parâmetros de Weibull e Tratamento estatístico dos dados

Para cada série, os resultados da tensão de ruptura foram ordenados em ordem crescente, e para cada nível de tensão foi calculada a respectiva probabilidade de sobrevivência, conforme Equação 4. Em seguida foram calculados o logaritmo natural de cada tensão e o logaritmo natural duplo da respectiva probabilidade de sobrevivência associada. Os resultados foram submetidos a análise de regressão linear pelo método dos mínimos quadrados (COSTA NETO, 1977). Os cálculos foram realizados com auxílio do software Excel.

Primeiramente realizou-se uma inspeção nos resultados da análise de resíduos da regressão, eliminando-se os registros cujas diferenças entre resíduos e seus correspondentes valores previstos pela regressão fossem maiores que  $\pm$  duas vezes o desvio padrão dos resíduos. Sobre os dados restantes aplicou-se a análise de regressão linear definitiva, cujo valor de coeficiente angular corresponde à média estimada do módulo de Weibull ( $m$ ). Uma vez obtido o valor médio de  $m$ , o valor médio da tensão característica ( $\sigma_0$ ) pode ser obtido a partir do coeficiente linear e da equação da função de Weibull linearizada. Por meio da variância residual foram obtidas as variâncias dos estimadores da regressão (COSTA NETO, 1977), com os quais foram construídos os intervalos de 95% de confiança e os testes estatísticos aplicados. A análise de regressão linear pelo método dos mínimos quadrados

Para fins de comparação das séries foram aplicados determinados testes estatísticos, assumindo-se que os resíduos das regressões são normalmente distribuídos. Com esta assunção as distribuições dos estimadores dos parâmetros das regressões podem ser tomados como normais.

Os testes para comparação de duas variâncias foram baseados na distribuição  $F$  de Snedecor (COSTA NETO, 1977). Adotando-se como hipótese nula a igualdade das variâncias ( $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$ ), utilizou-se como variável de teste a

estatística  $F_{teste}$ , definida como a razão entre a maior e a menor variância. A hipótese nula era rejeitada quando o valor de  $F_{teste}$  fosse maior que um determinado valor crítico  $F_c$ , encontrado em tabelas estatísticas, dado o grau de significância desejado ( $\alpha = 5\%$ ) para o teste e os graus de liberdade de cada série. Foram realizados testes bilaterais ( $H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$ ).

Os testes para comparação de duas médias foram baseados na distribuição  $t$  de Student. Nesse sentido, os dados foram tomados como não emparelhados (não correlacionados), podendo surgir duas situações.

Na primeira os desvios-padrão das populações eram tidos como desconhecidos, mas podia-se admitir que fossem iguais, dependendo do teste das variâncias. Neste caso, era testada a hipótese nula de igualdade das médias, utilizando-se como variável de teste a estatística  $t_{teste}$  calculada com base na média ponderada das variâncias amostrais, usando-se como pesos os graus de liberdade de cada série (COSTA NETO, 1977). A hipótese nula era rejeitada quando o valor de  $t_{teste}$  fosse maior que um determinado valor crítico  $t_c$ , encontrado em tabelas estatísticas, dado o grau de significância desejado para o teste e o número de graus de liberdade, este último sendo o resultado da soma do número de elementos de cada série subtraído de 2. Os testes realizados foram bilaterais.

Na segunda situação os desvios-padrão das populações eram tidos como desconhecidos e supostamente diferentes, também dependendo do teste das variâncias. Neste caso, adotou-se o método aproximado de Aspin-Welch (COSTA NETO, 1977), em que para a determinação de  $t_c$  é considerada uma conveniente correção do número de graus de liberdade. Com esta correção, o valor de  $t_c$  pode ser encontrado em tabelas, como no caso anterior, rejeitando-se a hipótese nula quando  $t_{teste} > t_c$ .

Obs:  $V_o$  é um volume característico do corpo cerâmico contendo uma distribuição de falhas que o representa

### 3.4.3 Porosidade e Densidade aparente Geométrica

O cálculo da densidade e porosidade aparente foi realizado com base na norma ASTM C 373-88.

Segundo a norma o tamanho mínimo as amostras individuais devem pesar pelo menos 50 gramas, sendo necessário cinco amostras. Na falta de ferramenta (molde) para a obtenção das amostras com essa exigência de peso optou-se por realizar a análise a partir de peças sobreviventes do ensaio de flexão.

Foram selecionadas aleatoriamente cinco amostras de cada composição estudada, as quais permaneceram por aproximadamente duas horas e meia, em estufa a 120°C, e em seguida resfriadas em dessecador por aproximadamente 40 minutos. A massa seca ( $D_i$ ) de cada corpo de prova foi pesada com precisão de 0,01g.

Após essa etapa, as amostras permaneceram em água fervente a 100°C, por aproximadamente 4 horas, e em seguida imersas em água a temperatura ambiente por 18 horas.

Por fim, foi pesada a massa de cada corpo de prova, somente retirando o excesso de água ( $M_i$ ), conforme recomendações da norma e pesada a massa submersa em água ( $S_i$ ), pelo método de Arquimedes.

Para cada amostra foram calculadas a porosidade aparente ( $B_i$ ) em porcentagem, e a densidade aparente ( $P_i$ ), em g/cm<sup>3</sup>, conforme as Equações 9 e 10, respectivamente (ASTM C 373 – 88).

$$P_i = [(M_i - D_i)/V_i] \times 100 \quad (9)$$

$$B_i = D_i/V_i \quad (10)$$

Onde:

$$V_i = M_i - S_i \quad (11)$$

A densidade aparente e a porosidade aparente foram obtidas através das médias aritméticas das composições estudadas.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 TENSÃO DE RUPTURA A FLEXÃO

Os resultados individuais da tensão de ruptura a flexão de cada amostra estão apresentados nos anexos A1 a A8.

Como é típico de materiais cerâmicos há uma grande variação dos resultados de resistência mecânica entre as amostras. Por exemplo, na série 30.1 o módulo de flexão varia de 4,25 MPa até 11,60 MPa. Na série 30.2 o módulo de flexão varia de 3,56 MPa até 9,44 MPa. Na série 40.1 o módulo de flexão varia de 8,08 MPa até 19,67 MPa. Na série 40.2 o módulo de flexão varia de 5,62 MPa até 19,79 MPa. Na série 50.1 o módulo de flexão varia de 1,69 MPa a 21,39 MPa.

### 4.2 TRATAMENTO TÉRMICO

Quase a totalidade das amostras da composição de 20% apresentou trincas e outros defeitos que as tornaram inadequadas para os testes mecânicos. Exemplo típico de amostras prejudicadas por esses defeitos é apresentado na Figura 12. Desta forma essa composição foi abandonada.

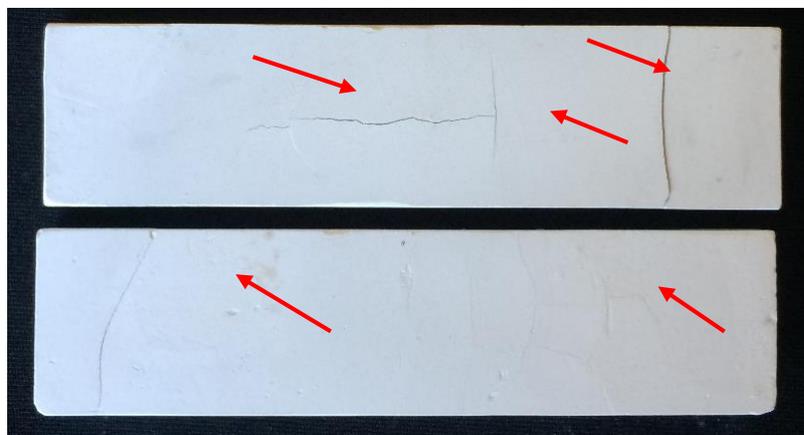
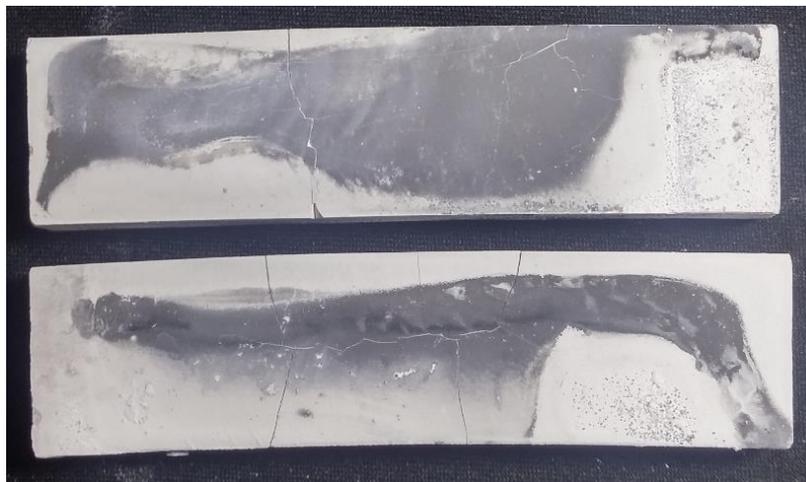


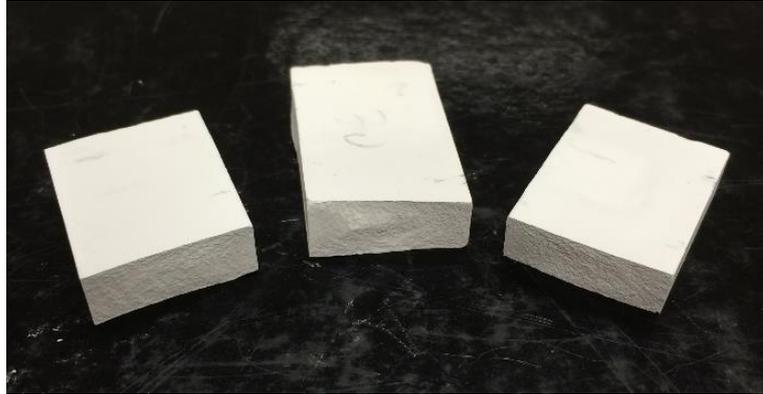
Figura 12 – Aspecto geral das amostras de 20% Al após queima

A composição de 50% também apresentou comportamento irregular, com número considerável de amostras trincadas, e manchas negras superficiais (Figura 13). Não houve diferença na qualidade das amostras, em termos da presença de trincas e manchas, quanto ao tempo decorrido entre a prensagem e a queima, ou seja, a quantidade de amostras desprezadas não se alterou em função do entre a prensagem e queima. As amostras de 50% que apresentaram somente manchas superficiais mas que não apresentaram trincas foram aproveitadas nos testes de flexão.

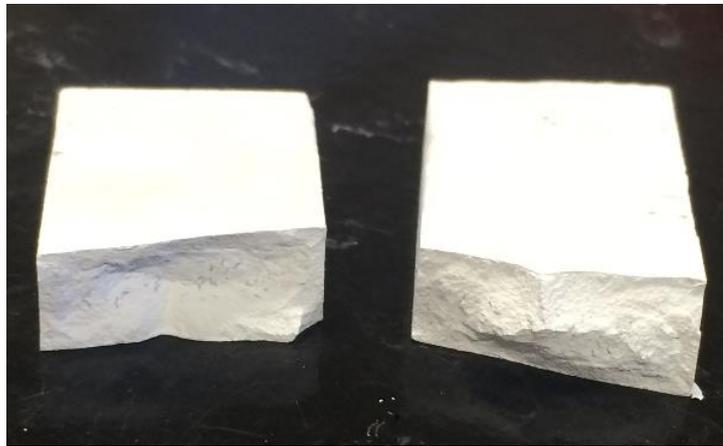


**Figura 13 – Amostras correspondente a composição de 50% Al prejudicadas pela presença de trinca após a queima**

A qualidade das amostras de 30% e 40% foram satisfatórias em termos da presença de trincas, sem manchas superficiais, tendo havido um número reduzido de amostras descartadas por defeitos de queima, conforme Figura 14 e 15.



**Figura 14 - Corpo de prova fraturado correspondente a composição de 30%Al**



**Figura 15 - Corpo de prova fraturado correspondente a composição de 40%Al**

#### 4.3 TRATAMENTO ESTATÍSTICO E ABORDAGEM DE WEIBULL

A Tabela 5 apresenta os resultados globais obtidos, sendo que os valores do módulo de Weibull ( $m$ ) e da tensão característica ( $\sigma_0$ ) são dados com os respectivos intervalos de 95% de confiança.

Tabela 5 – Resultados globais da análise de Weibull de cada série estudada

Série	n	$m \pm IC$	$S_m$	$CV_m$ (%)	$\sigma_0 \pm IC$ (MPa)	$\ln \sigma_0$	$S_{\ln \sigma}$
30.1	29	4,59 $\pm$ 0,21	0,102522	2,2	9,05 $\pm$ 0,10	2,202492	0,005538
30.2	28	4,77 $\pm$ 0,44	0,214853	4,5	8,30 $\pm$ 0,17	2,117369	0,010281
30.t	57	4,85 $\pm$ 0,19	0,0960168	2,00	8,68 $\pm$ 0,08	2,161550	0,004811
40.1	30	4,08 $\pm$ 0,15	0,077818	1,2	15,79 $\pm$ 0,16	2,759568	0,005028
40.2	30	4,27 $\pm$ 0,15	0,095468	2,2	15,07 $\pm$ 0,17	2,713240	0,005609
40.t	59	4,31 $\pm$ 0,08	0,03830	0,9	15,43 $\pm$ 0,07	2,736636	0,002290
50.1	17	1,78 $\pm$ 0,25	0,12018	6,7	10,23 $\pm$ 0,93	2,326022	0,040994
50.t	27	2,51 $\pm$ 0,22	0,106428	4,2	10,17 $\pm$ 0,36	2,319774	0,017168

n: número de resultados válidos

IC: intervalo de confiança (95%)

$S_m$ : erro padrão

CV: coeficiente de variação de Pearson

$S_{\ln \sigma}$ : erro padrão relacionado a variância amostral do logaritmo natural da tensão característica

Os intervalos de confiança para o módulo de Weibull foram construídos diretamente a partir do erro padrão determinado na análise de resíduos da regressão linear.

Os intervalos de confiança (95%) para a tensão característica foram construídos a partir dos respectivos intervalos de confiança da regressão, por sua vez obtidos a partir da análise dos resíduos da distribuição do logaritmo natural da tensão. Por exemplo, a análise dos resíduos da regressão linear da série 30.1 forneceu um intervalo de confiança (95%) para o logaritmo natural das tensões da seguinte forma:  $2,202492 \pm 0,005538$ , ou seja,  $2,191128 \leq \ln \sigma_0 \leq 2,213855$ . Dessa forma, tomando o limite superior da tensão característica (LS), temos que  $\ln(\sigma_0 + LS) = 2,213855$ , o que fornece  $LS = 0,10$  MPa, considerando-se que a tensão característica média obtida ( $\sigma_0$ ) = 9,05 MPa.

Os testes para comparação das médias de  $m$  e  $\sigma_0$  dependem de considerações sobre a igualdade das variâncias, as quais, por sua vez, foram comparadas com auxílio da distribuição  $F$  de Snedecor, adotando-se como hipótese nula ( $H_0$ ) a igualdade das variâncias. Os resultados estão apresentados na Tabela 6.

**Tabela 6 – Dados obtidos através de cálculos estatísticos para comparação de todas as séries estudadas.**

Séries comparadas	Parâmetro estudado	Significância do teste	Estatística teste	Estatística crítica	Resultado
30.1 - 30.2	$S_m^2$	5%	$F_{teste} = 4,39$	$F_{27;28;2,5\%} \cong 2,14$	Rejeitar $H_0$
40.1 - 40.2	$S_m^2$	5%	$F_{teste} = 1,51$	$F_{29;29;2,5\%} \cong 2,12$	Não rejeitar $H_0$
30.t - 40.t	$S_m^2$	5%	$F_{teste} = 6,28$	$F_{56;58;2,5\%} \cong 1,66$	Rejeitar $H_0$
40.t - 50.t	$S_m^2$	5%	$F_{teste} = 7,72$	$F_{58;26;2,5\%} \cong 1,88$	Rejeitar $H_0$
30.1 - 30.2	$S_{\ln\sigma^2}$	5%	$F_{teste} = 3,45$	$F_{27;28;2,5\%} \cong 2,14$	Rejeitar $H_0$
40.1 - 40.2	$S_{\ln\sigma^2}$	5%	$F_{teste} = 1,24$	$F_{29;29;2,5\%} \cong 2,09$	Não rejeitar $H_0$
30.t - 40.t	$S_{\ln\sigma^2}$	5%	$F_{teste} = 4,41$	$F_{56;58;2,5\%} \cong 1,67$	Rejeitar $H_0$
40.t - 50.t	$S_{\ln\sigma^2}$	5%	$F_{teste} = 55,8$	$F_{58;26;2,5\%} \cong 1,85$	Rejeitar $H_0$
30.1 - 40.1	$S_{\ln\sigma^2}$	5%	$F_{teste} = 1,21$	$F_{58;26;2,5\%} \cong 2,09$	Não rejeitar $H_0$
40.1 - 50.1	$S_{\ln\sigma^2}$	5%	$F_{teste} = 4,78$	$F_{58;26;2,5\%} \cong 2,32$	Rejeitar $H_0$

Considerando-se os resultados da Tabela 6, há evidências, ao nível de significância de 5%, de que as variâncias de  $m$  das séries 30.1 e 30.2, 30.t e 40.t, 40.t e 50.t são diferentes e serão tomadas como tal. Por outro lado, não há evidências suficientes, ao nível de significância de 5%, de que as variâncias das séries 40.1 e 40.2 sejam diferentes, de forma que estas serão tomadas como iguais.

Quanto ao parâmetro variância do logaritmo natural da tensão ( $S_{\ln\sigma^2}$ ), há evidências, ao nível de significância de 5%, de que as variâncias das séries 30.1 e 30.2, 30-total e 40.t, 40.t e 50.t, 40.1 e 50.1 sejam diferentes, e portanto serão tomadas como diferentes, enquanto não há evidências suficientes, ao nível de significância de 55, de que as variâncias das séries 40.1 e 40.2, 30.1 e 40.1 sejam diferentes, de forma que serão tomadas como iguais.

Para a execução dos testes estatísticos que seguem foram consideradas as hipóteses relacionadas à igualdade das variâncias (Tabela 5). Nos casos em que as variâncias são supostamente diferentes aplicou-se o método de Aspin Welch. (COSTA NETO, 1977).

Para verificação da validade de se executar dois testes de flexão no mesmo corpo de prova, reposicionando a metade da amostra submetida ao primeiro teste na base de apoio, as médias de  $m$  e das médias dos logaritmos da tensão característica ( $\ln \sigma_0$ ) das séries 30.1-30.2 e 40.1-40.2 foram comparadas usando-se métodos

estatísticos para comparação de duas médias, com o auxílio da distribuição  $t$ -Student. Os resultados dos testes estatísticos estão apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7- Resumo dos testes estatísticos para a comparação das médias de  $m$  e  $\sigma_0$  entre as séries 30.1-30.2 e 40.1-40.2.**

Séries comparadas	Parâmetro estudado	Significância do teste	Estatística teste	Estatística crítica	Resultado
30.1 - 30.2	$m$	5% (A.Welch)	$t_{teste} = 0,76$	$t_{41;2,5\%} \cong 2,02$	Não rejeitar $H_0$
40.1 - 40.2	$m$	5%	$t_{teste} = 1,54$	$t_{58;2,5\%} \cong 2,00$	Não rejeitar $H_0$
30.1 - 30.2	$\ln \sigma_0$	5% (A.Welch)	$t_{teste} = 7,29$	$t_{43;2,5\%} \cong 2,02$	Rejeitar
40.1 - 40.2	$\ln \sigma_0$	5%	$t_{teste} = 6,15$	$t_{58;2,5\%} \cong 2,00$	Rejeitar

Considerando-se os resultados dos testes estatísticos sumarizados na Tabela 7, que quando se executam dois testes de flexão no mesmo corpo de prova, reposicionando metade da amostra submetida ao primeiro teste na base de apoio, não há evidências, ao nível de significância de 5%, de que o módulo de Weibull é alterado, ou seja, a uniformidade do material não é prejudicada. Por outro lado, os resultados indicam evidências, ao nível de 5%, de que a resistência da amostra, representada pela tensão característica é alterada. Dessa forma, pelos resultados obtidos a partir dos sistemas estudados neste trabalho, a execução de dois testes de flexão no mesmo corpo de prova não é recomendável quando se considera a tensão característica.

Com base nos resultados dos testes estatísticos para comparação das médias das séries 30.1-30.2 e 40.1-40.2, os resultados foram agrupados para determinação do módulo de Weibull das séries de 30 (30.t; 30% de alumínio), 40 (40.t; 40% de alumínio) e 50 (50.t; 50% de alumínio), conforme Tabela 5. Por outro lado, para efeito de comparação das tensões características foram consideradas somente as séries 30.1, 40.1 e 50.1. Os resultados das comparações das médias das diferentes formulações estudadas estão sumarizadas na Tabela 8.

**Tabela 8 - Resumo dos testes estatísticos para a comparação das médias de  $m$  entre as séries 30.t-40.t e 40.t-50.t, e  $\sigma_0$  entre as séries 30.1-40.1 e 40.1-50.1.**

Séries comparadas	Parâmetro estudado	Significância do teste	Estatística teste	Estatística crítica	Resultado
30.t - 40.t	$m$	5% (A.Welch)	$t_{teste} = 5,22$	$T_{71;2,5\%} \cong 1,99$	Rejeitar $H_0$
40.t - 50.t	$m$	5% (A.Welch)	$t_{teste} = 15,91$	$T_{33;2,5\%} \cong 2,04$	Rejeitar $H_0$
30.1 - 40.1	$\ln \sigma_0$	5%	$t_{teste} = 74,68$	$T_{57;2,5\%} \cong 2,01$	Rejeitar $H_0$
40.1 - 50.1	$\ln \sigma_0$	5% (A.Welch)	$t_{teste} = 10,50$	$T_{17;2,5\%} \cong 2,11$	Rejeitar $H_0$

Considerando-se os resultados apresentados na Tabela 8, há evidências suficientes ao nível de significância de 5% de que as adições de alumínio em níveis de 30%, 40% e 50% alteram os valores do módulo de Weibull e da tensão característica dos corpos cerâmicos produzidos conforme processamento adotado nesse trabalho.

Considerando-se os resultados apresentados na Tabela 4, houve uma redução de 11% no módulo de Weibull ao se alterar o teor de alumínio de 30% para 40%, e uma redução de 42% quando se elevou o teor de alumínio de 40% para 50%. Percebe-se que com o aumento da porcentagem de alumínio, há sensível redução no valor do módulo de Weibull, indicando que o material está ficando menos homogêneo. Por outro lado, houve um aumento de 74% na tensão característica quando a porcentagem de alumínio aumentou de 30% para 40%, e uma redução de 35% quando a porcentagem de alumínio sofreu aumento de 40% para 50%.

#### 4.4 POROSIDADE E DENSIDADE APARENTE

A Tabela 9 apresenta o resultado das médias de densidade aparente e porosidade aparente de cada composição estudada.

**Tabela 9 – Porosidade e densidade aparente das composições**

<b>Composição</b>	<b>Porosidade aparente (%)</b>	<b>Densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>)</b>
30%	54,25	1,76
40%	51,42	1,82
50%	48,61	1,80

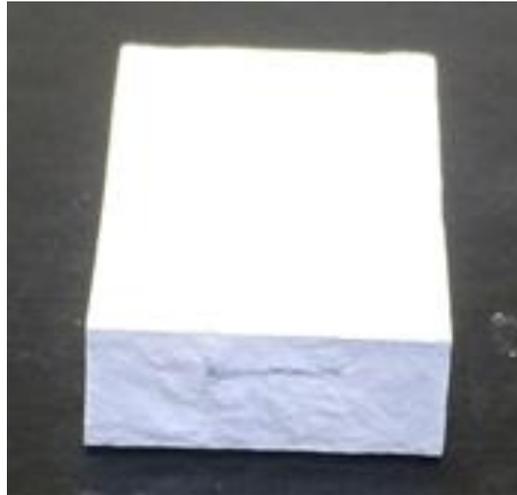
No anexo B1 estão apresentados os resultados individuais das pesagens das amostras dos materiais estudados.

Os resultados apresentados na Tabela 8 sugerem que com a adição de alumínio há uma ligeira redução na porosidade aparente mas, não parece alterar a densidade aparente.

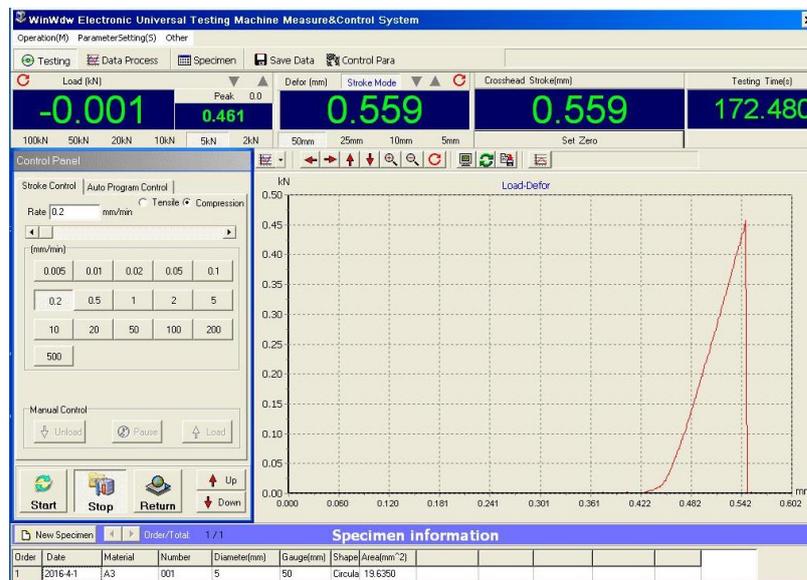
Estabelecer correlações entre os parâmetros de Weibull e esses resultados obtidos não constituem objetivo deste trabalho.

#### 4.5 RESULTADOS COMPLEMENTARES

As figuras 16 e 17 apresentam partes *post mortem* e respectiva curva de ensaio de uma amostra da composição de 40% de alumínio, que representa o comportamento típico observado nos ensaios de flexão das formulações testadas, característico de materiais frágeis.



**Figura 16 - Aspecto geral da fratura dos corpos de prova de 40% Al**



**Figura 17 - Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 40% Al**

Eventualmente, um ou outro corpo de prova apresentava aspectos irregulares particulares, conforme figuras 18 a 23.

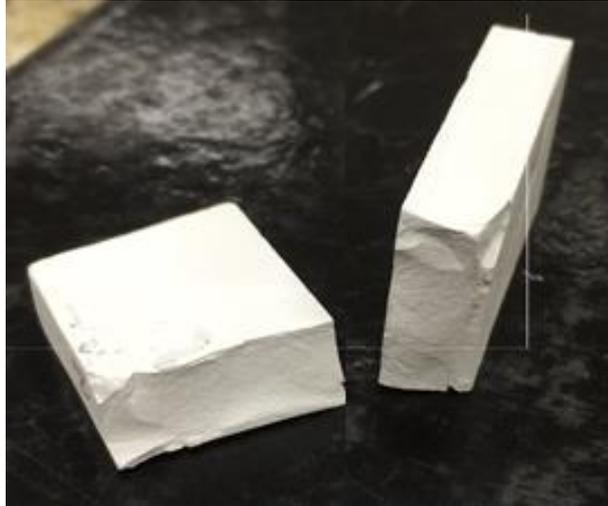


Figura 18 - Aspecto das fraturas 1 e 2 do corpo de prova de 30% Al

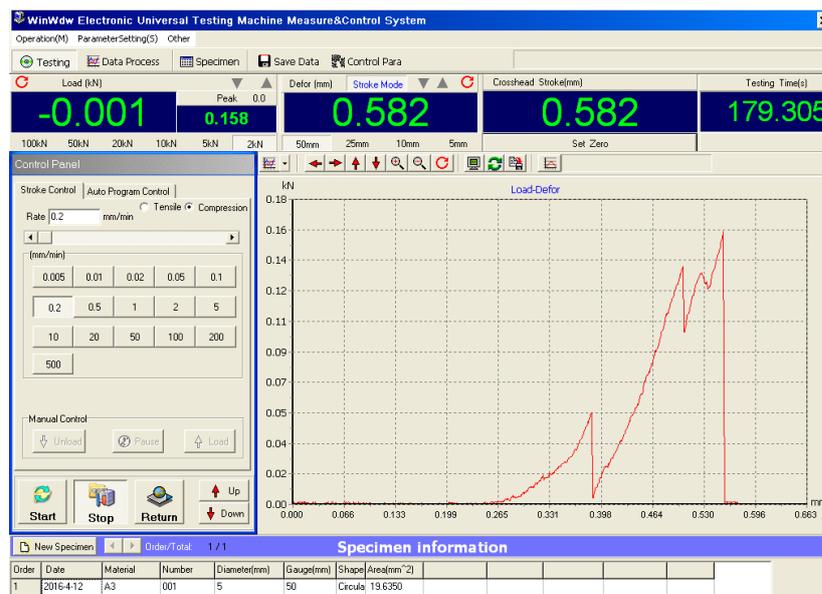


Figura 19 - Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 30% Al



Figura 20 - Corpo de prova fraturado correspondente a composição de 40% Al

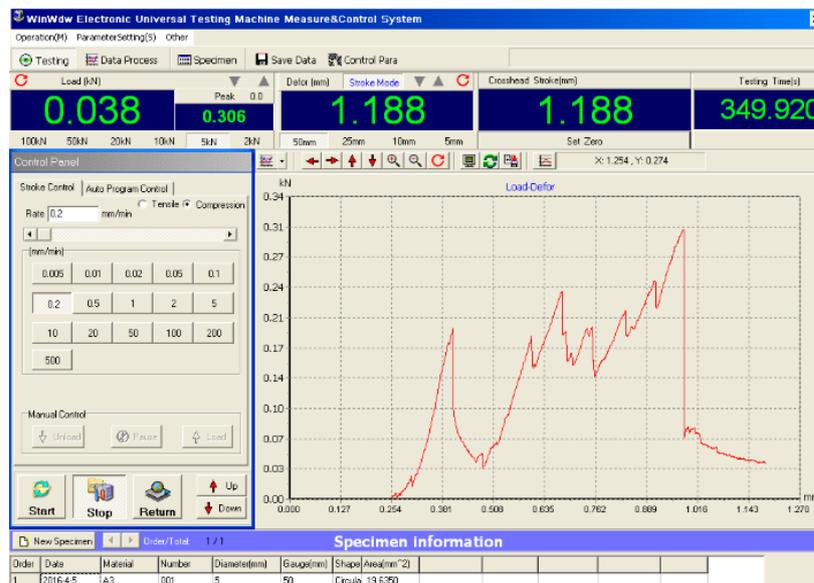
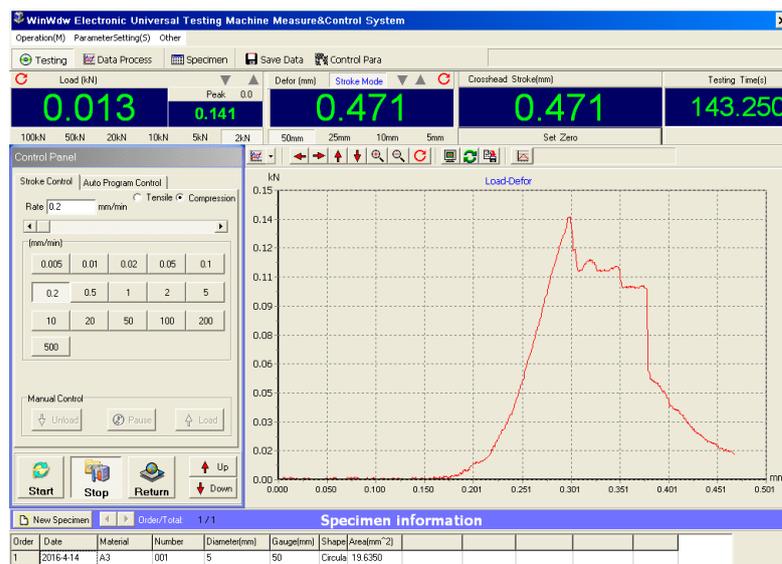


Figura 21 - Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 40% Al



**Figura 22 – Presença de uniformidades internas das amostras de 50% Al**



**Figura 23 – Curva obtida do ensaio de flexão de 3 pontos para amostra de 50% Al**

Os casos apresentados nas figuras 18 a 23, embora relativamente raros, ilustram situações em que aparentemente a trinca estabilizava e alterava sua trajetória, sugerindo maior resistência local, conforme pode-se observar nas respectivas superfícies de fratura (sem aumento). Eventualmente também foram observadas irregularidades (manchas) como aquelas destacadas na Figura 22.

Entretanto, em todas as situações, a carga de ruptura considerada nos cálculos de resistência das amostras foi a máxima carga atingida no ensaio.

## 5 CONCLUSÃO

Considerando-se os resultados obtidos, há evidências suficientes ao nível de significância de 5% que os valores do módulo de Weibull e da tensão característica dos corpos cerâmicos produzidos conforme processamento adotado nesse trabalho, se alteram com adições de alumínio em níveis entre 30% e 50%.

O módulo de Weibull sofreu uma redução de 11% ao alterar a composição de 30% para 40% de alumínio, e uma redução de 42% entre a composição com 40% para 50% de alumínio. Isso mostra que com o aumento da porcentagem de alumínio há sensível redução no valor do módulo de Weibull indicando que o material se torna menos homogêneo.

No entanto houve um aumento de 74% na tensão característica quando a porcentagem de alumínio aumentou de 30% para 40%, e uma redução de 35% quando a porcentagem de alumínio sofreu aumento de 40% para 50%.

De acordo com os resultados obtidos, há evidências suficientes, ao nível de significância de 5%, que a realização de dois testes de flexão na mesma amostra pode alterar o valor da tensão característica de Weibull, embora, também ao nível e significância de 5%, não se tenha observado variação significativa no módulo de Weibull. Desta forma, com base nos resultados deste trabalho, não é recomendável a prática de se realizar dois testes de flexão na mesma amostra, com as composições estudadas. Recomenda-se maiores estudos sobre este efeito.

## REFERÊNCIAS

ASTM. **Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature - Designation - ASTM C 1161-02c**. ASTM International. Disponível 2003. Atual 2013.

ASTM. **Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products – Designation - ASTM C 373-88** ASTM International. 2006.

BAZZO, E.; OLIVEIRA, A. A. M.; SANTOS, P. H. D. **Thermal performance and capillary limit of a ceramic wick applied to LHP and CPL**. Brasil, 2012.

BERTI, L. F. **Fabricação e Caracterização de Elementos Porosos para Sistemas Bifásicos de Transferência de Calor Passivos**. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2006.

BERTI, L. F. **RBMAO: Uma nova rota de produção para cerâmicas porosas**. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina. 2012.

CAMARGO, H. V. **Avaliação experimental e teórica de elementos porosos aplicados a sistemas de bombeamento capilar**. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2004.

CANNON, W.; MATTHEWSON, M.; WACHTMAN, J. **Mechanical Properties of Ceramics**. Second Edition. ed. [S.l.]: Wiley, 2009.

CHEN, et al. *International Journal of Thermal Sciences* 45. **Steady-state and transient performance of a miniature loop heat pipe**, Itália, Março 2006. 1084–1090.

CLAUSSEN, N., & WU, S. **Processing and Properties of Reaction-Bonded Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (RBAO) and Mullite Ceramics**. In: T. HIRANO, G. MESSING, & H. HAUSNER (Eds.), *Ceramic transactions* (Vol. 22, p. 631–646). Westerville. 1992.

CLAUSSEN, N., LE, T., & WU, S. **Low-shrinkage reaction-bonded alumina**. Journal of the European Ceramic Society, 5(1), p. 29–35. 1989.

CLAUSSEN, N., TRAVITZKY, N. A., & WU, S. **Tailoring of Reaction-Bonded Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (RBAO) Ceramics**. In: A Collection of Papers Presented at the 14th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials: Ceramic Engineering and Science Proceedings (7-8 ed., Vol. 11, pp. 806–820). John Wiley & Sons, Inc. 1990.

COSTA NETO, P.L.O. **Estatística**. São Paulo: Edgard Blücher, 1977, 264p.

Fundamentals, Technology and Applications. **Handbook of Fuel Cells**. Ed. John Wiley and Sons Ltd. vol.5. p. 467–470. 2009

JANSSEN, R., CLAUSSEN, N., SCHEPPOKAT, S., & ROGER, M. **Reaction bonding and reaction sintering—a way to low cost manufacturing of alumina bases components**. Intermaterial, 15(4), p. 75–79. 2002.

LAUNAY, S.; SARTRE, V.; BONJOUR, J. **Parametric analysis of loop heat pipe operation: a literature review**, International Journal of Thermal Sciences 46, França 2007. 621–636.

MAYDANIK, Y. F. Applied Thermal Engineering 25. **Loop Heat Pipe**, Rússia, Setembro 2005. 35–657.

MEYERS, M.A.; CHAWLA, K.K. **Mechanical behavior of materials**. John Wiley & Sons, 1999, 680p.

SANTOS, P. H. D.; BAZZO, E.; OLIVEIRA, A. A. M. Thermal performance and capillary limit of a ceramic wick applied to LHP and CPL, Brasil, 2012. 92-103.

SHONHIWA, et al. **Reaction bonded aluminum oxide composites containing**, 2008. 909–911.

SHONHIWA, et al. **Reaction bonded aluminum oxide composites containing**, p. 909–911. 2008.

SNEL, M. D. S. et al. **Aqueous tape casting of reaction bonded aluminium oxide (RBAO)**, Holanda , Abril 2006. 27-33.

TABALIPA, F. **Fabricação e caracterização de elementos porosos cerâmicos para aplicação em bombeamento capilar**. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2005.

VASILIEV, L. L. **Heat pipes in modern heat exchangers**. A.V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute, Academy of Science, Rússia, p. 1-19. 2004.

VEDOVATTE, R. M. **Estudo da pressão capilar entre o envelope do evaporador capilar e a estrutura porosa cerâmica ante modificação de parâmetros dimensionais**. 2015. 61 folhas. Trabalho de Conclusão de Curso – UTFPR, Londrina.

WEIBULL, W. **A statistical distribution function of wide applicability**. [S.l.]: Journal of Applied Mechanics , 1951. p. 293 - 297.

ZANOTTO, E.D.; MIGLIORE JR., A.R. **Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: uma introdução**. Cerâmica, 37 (247), pp. 7-16, 1991.

## APÊNDICE

**Tabela 10 - Cronograma de atividades**

Atividades	2015					2016		
	Ago	Set	Out	Nov	Dez	Mar	Abr	Mai
1. Revisão Bibliográfica e Fichamentos								
2. Obtenção das amostras								
3. Caracterização das amostras								
4. Tratamento de dados								
5. Elaboração TCC1								
6. Apresentação TCC 1								
7. Elaboração TCC 2								
8. Apresentação TCC 2								

## ANEXOS

Tabela A1 – Dados da série 30%.1 e análise de Weibull

nº CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	273,6	21,30	8,15	11,60	
2	187,2	21,04	8,11	8,12	Análise de resíduos
3	191,6	21,09	8,08	8,35	
4	130,8	21,12	8,14	5,61	
5	140,8	21,17	8,02	6,20	
6	100,0	21,17	8,17	4,25	
7	157,6	21,00	8,08	6,90	
8	202,0	21,11	8,15	8,64	
9	216,4	21,15	8,12	9,31	
10	180,4	21,08	8,12	7,79	
11	249,2	21,20	7,94	11,19	
12	173,6	21,17	8,06	7,57	
13	217,2	21,06	8,15	9,32	
14	248,4	21,17	8,11	10,70	
15	176,8	21,15	8,12	7,61	
16	285,6	21,14	8,14	12,23	
17	140,8	21,07	8,07	6,16	
18	213,6	21,08	8,15	9,15	
19	206,4	21,08	8,14	8,87	
20	187,2	21,12	8,23	7,85	
21	191,2	21,04	8,11	8,29	
22	228,8	21,16	8,00	10,14	
23	191,2	21,20	8,05	8,35	
24	130,8	21,15	8,26	5,44	
25	163,2	21,16	8,19	6,90	
26	224,0	21,14	8,01	9,91	
27	200,0	21,24	8,09	8,63	
28	212,8	21,03	8,04	9,39	
29	192,8	21,04	8,05	8,48	
30	141,2	21,25	8,13	6,03	

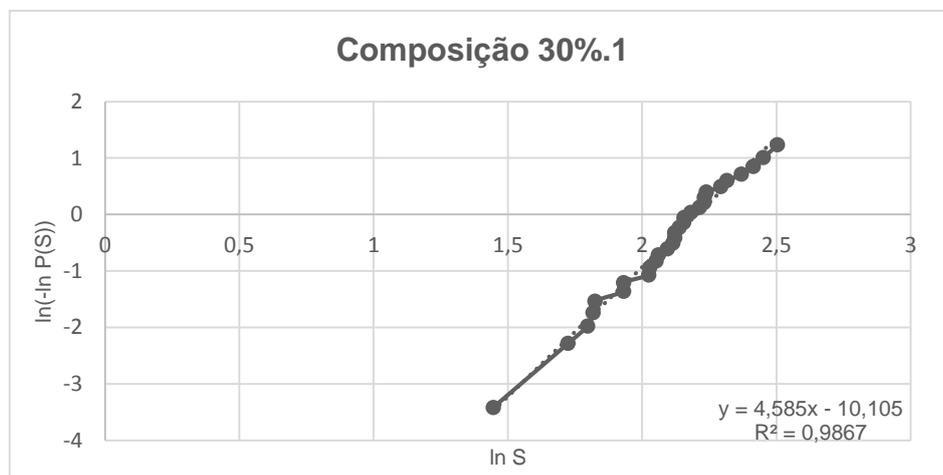


Tabela A2 – Dados da série 30%.2 e análise de Weibull

nº CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	212,4	21,08	8,00	9,45	
2	157,6	21,02	8,07	6,91	Análise de resíduos
3	159,0	21,12	8,02	7,02	
4	200,0	21,10	8,07	8,73	
5	143,6	21,20	8,10	6,19	
6	174,8	21,30	8,20	7,32	
7	151,6	21,19	8,07	6,59	
8	185,6	21,03	8,05	8,17	
9	204,4	21,25	8,14	8,71	
10	215,0	21,11	8,08	9,36	
11	211,6	21,02	8,12	9,16	
12	192,0	21,11	8,11	8,30	
13	209,2	21,07	8,02	9,26	
14	210,0	21,09	8,11	9,08	
15	189,6	21,16	8,13	8,13	
16	299,6	21,15	8,07	13,05	
17	131,2	20,02	8,08	6,02	
18	196,8	21,05	8,12	8,51	
19	211,2	21,14	8,04	9,27	
20	178,8	21,11	8,07	7,80	
21	136,8	21,10	8,05	6,00	
22	194,4	21,07	8,09	8,46	
23	157,6	21,08	8,06	6,91	
24	133,6	21,14	8,15	5,71	
25	173,6	21,16	8,07	7,56	
26	196,0	21,03	8,07	8,59	
27	134,0	21,15	8,04	5,88	
28	157,2	21,15	8,14	6,73	
29	85,2	21,09	8,25	3,56	
30	150,4	21,15	8,30	6,19	Análise de resíduos

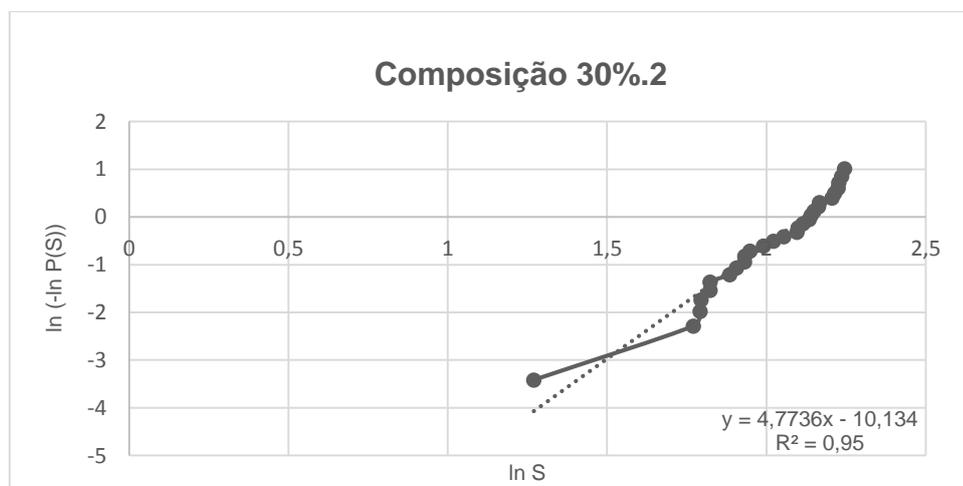


Tabela A3 – Dados da série 30%.total e análise de Weibull

nº CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	273,7	21,30	8,15	11,61	
2	212,4	21,08	8,00	9,45	
3	187,2	21,04	8,11	8,12	Análise de resíduos
4	157,6	21,02	8,07	6,91	Análise de resíduos
5	191,6	21,09	8,08	8,35	
6	159,0	21,12	8,02	7,02	
7	130,8	21,12	8,14	5,61	
8	200,0	21,10	8,07	8,73	
9	140,8	21,17	8,02	6,20	
10	143,6	21,20	8,10	6,19	
11	100,0	21,17	8,17	4,25	
12	174,8	21,30	8,20	7,32	
13	157,6	21,00	8,08	6,90	
14	151,6	21,19	8,07	6,59	
15	202,0	21,11	8,15	8,64	
16	185,6	21,03	8,05	8,17	
17	216,4	21,15	8,12	9,31	
18	204,4	21,25	8,14	8,71	
19	180,4	21,08	8,12	7,79	
20	215,0	21,11	8,08	9,36	
21	249,2	21,20	7,94	11,19	
22	211,6	21,02	8,12	9,16	
23	173,6	21,17	8,06	7,57	
24	192,0	21,11	8,11	8,30	
25	217,2	21,06	8,15	9,32	
26	209,2	21,07	8,02	9,26	
27	248,4	21,17	8,11	10,70	
28	210,0	21,09	8,11	9,08	
29	176,8	21,15	8,12	7,61	
30	189,6	21,16	8,13	8,13	
31	285,6	21,14	8,14	12,23	
32	299,6	21,15	8,07	13,05	
33	140,8	21,07	8,07	6,16	
34	131,2	20,02	8,08	6,02	
35	213,6	21,08	8,15	9,15	
36	196,8	21,05	8,12	8,51	
37	206,4	21,08	8,14	8,87	
38	211,2	21,14	8,04	9,27	
39	187,2	21,12	8,23	7,85	
40	178,8	21,11	8,07	7,80	
41	191,2	21,04	8,11	8,29	
42	136,8	21,10	8,05	6,00	
43	228,8	21,16	8,00	10,14	
44	194,4	21,07	8,09	8,46	
45	191,2	21,20	8,05	8,35	
46	157,6	21,08	8,06	6,91	
47	130,8	21,15	8,26	5,44	
48	133,6	21,14	8,15	5,71	
49	163,2	21,16	8,19	6,90	
50	173,6	21,16	8,07	7,56	
51	224,0	21,14	8,01	9,91	
52	196,0	21,03	8,07	8,59	
53	200,0	21,24	8,09	8,63	
54	134,0	21,15	8,04	5,88	
55	212,8	21,03	8,04	9,39	
56	157,2	21,15	8,14	6,73	
57	192,8	21,04	8,05	8,48	
58	85,2	21,09	8,25	3,56	
59	141,0	21,25	8,13	6,02	
60	150,4	21,15	8,30	6,19	Análise de resíduos

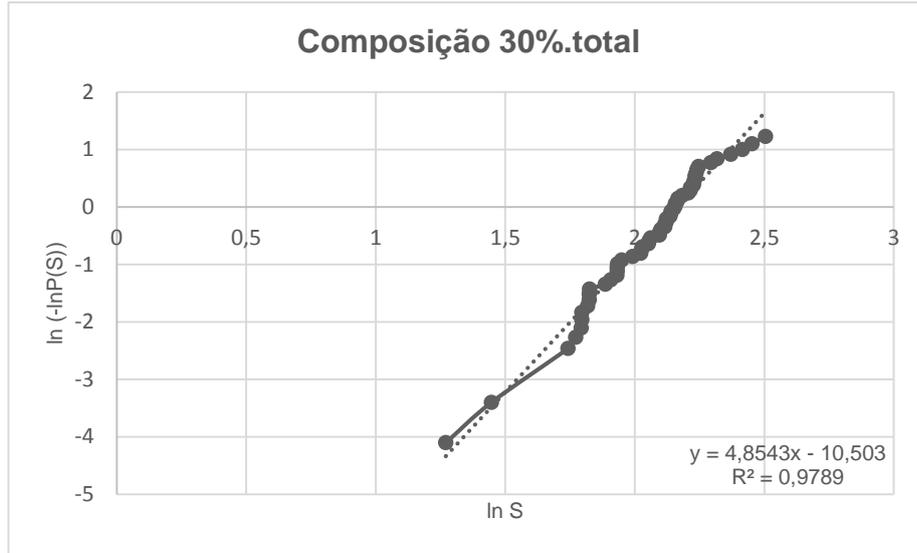


Tabela A4 – Dados da série 40%.1 e análise de Weibull

nº CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	340,0	21,23	8,21	14,26	Análise de resíduos
2	480,0	21,25	8,38	19,30	
3	280,0	21,35	8,10	11,99	
4	460,0	21,30	8,22	19,18	
5	380,0	21,28	8,32	15,48	
6	420,0	21,16	8,42	16,80	
7	289,0	21,06	8,34	11,84	
8	439,0	21,21	8,14	18,74	
9	376,0	21,15	8,17	15,98	
10	282,0	21,04	8,51	11,10	
11	342,0	21,05	8,35	13,98	
12	455,0	20,97	8,24	19,17	
13	245,0	21,06	8,24	10,28	
14	352,0	21,05	8,32	14,49	
15	359,0	21,05	8,28	14,93	
16	219,0	21,13	8,06	9,57	
17	499,0	21,16	8,48	19,68	
18	472,0	21,04	8,20	20,02	
19	423,0	21,08	8,26	17,65	
20	356,0	21,11	8,21	15,01	
21	439,0	21,06	8,32	18,07	
22	293,0	21,22	8,49	11,49	
23	203,0	21,26	8,42	8,08	
24	201,0	21,30	8,27	8,28	
25	425,0	21,25	8,38	17,09	
26	346,0	21,18	8,34	14,09	
27	300,0	21,30	8,05	13,04	
28	284,0	21,32	8,52	11,01	
29	225,0	21,12	8,38	9,10	
30	326,0	21,30	8,26	13,46	
31	303,0	21,08	8,12	13,08	

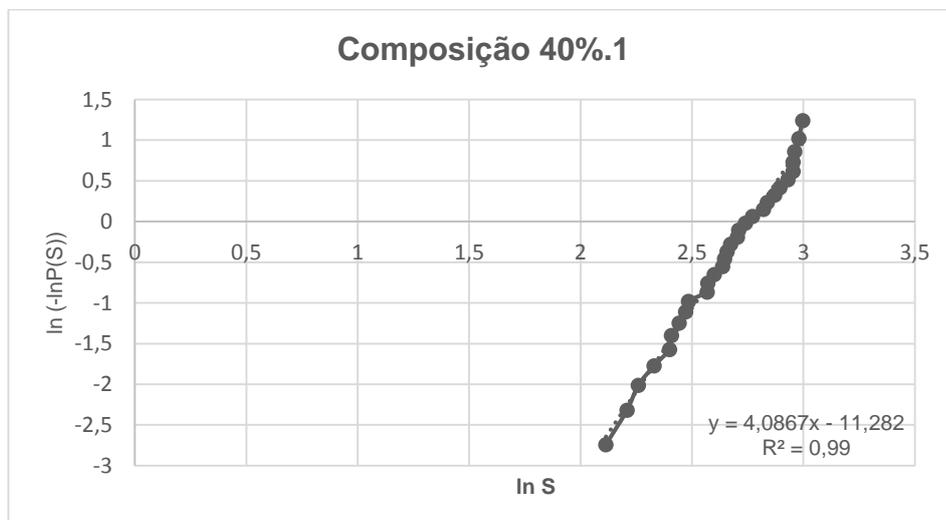


Tabela A5 – Dados da série 40%.2 e análise de Weibull

nº CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	140,0	21,15	8,40	5,63	Análise de resíduos
2	400,0	21,18	8,24	16,69	
3	360,0	21,38	8,05	15,59	
4	380,0	21,27	8,16	16,10	
5	420,0	21,20	8,37	16,97	
6	380,0	21,25	8,31	15,54	
7	460,0	21,11	8,23	19,30	
8	439,0	21,14	8,38	17,74	
9	407,0	21,07	8,48	16,12	
10	282,0	20,75	8,28	11,89	
11	297,0	20,82	8,60	11,57	
12	323,0	21,07	8,27	13,45	
13	387,0	21,10	8,14	16,61	
14	306,0	21,11	8,30	12,62	
15	480,0	21,23	8,28	19,79	
16	195,0	21,08	8,15	8,36	
17	229,0	21,17	8,24	9,56	
18	312,0	21,18	8,25	12,99	
19	391,0	21,05	8,20	16,57	
20	310,0	21,10	8,20	13,11	
21	371,0	21,11	8,30	15,31	
22	283,0	21,20	8,17	12,00	
23	302,0	21,21	8,22	12,64	
24	286,0	21,17	8,50	11,22	
25	335,0	21,12	8,34	13,68	
26	393,0	21,19	8,35	15,96	
27	182,0	21,31	8,09	7,83	
28	243,0	21,10	8,30	10,03	
29	388,0	21,18	8,38	15,65	
30	245,0	21,32	8,20	10,25	
31	347,0	21,11	8,36	14,11	

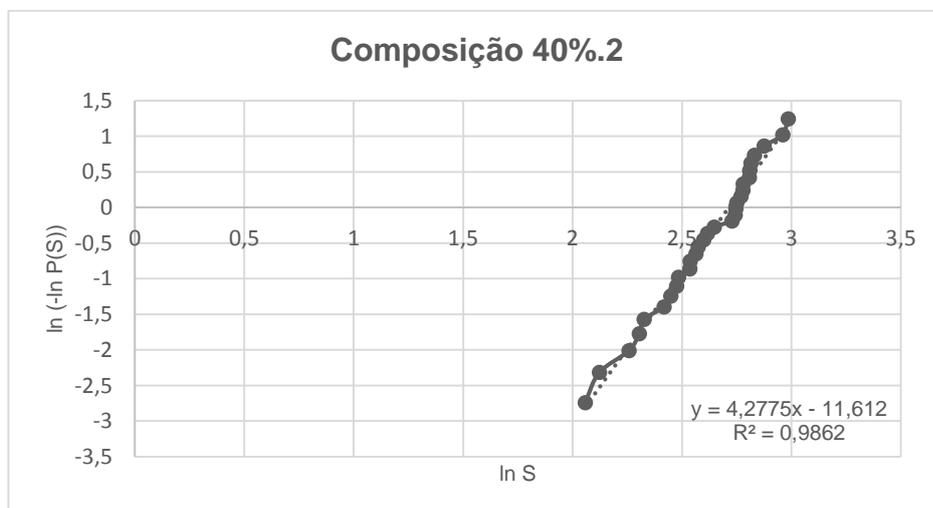


Tabela A6 – Dados da série 40%.total e análise de Weibull

n° CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	340,0	21,23	8,21	14,26	Análise de resíduos
2	140,0	21,15	8,40	5,63	Análise de resíduos
3	480,0	21,25	8,38	19,30	
4	400,0	21,18	8,24	16,69	
5	280,0	21,35	8,10	11,99	
6	360,0	21,38	8,05	15,59	
7	460,0	21,30	8,22	19,18	
8	380,0	21,27	8,16	16,10	
9	380,0	21,28	8,32	15,48	
10	420,0	21,20	8,37	16,97	
11	420,0	21,16	8,42	16,80	
12	380,0	21,25	8,31	15,54	
13	289,0	21,06	8,34	11,84	
14	460,0	21,11	8,23	19,30	
15	439,0	21,21	8,14	18,74	
16	439,0	21,14	8,38	17,74	
17	376,0	21,15	8,17	15,98	
18	407,0	21,07	8,48	16,12	
19	282,0	21,04	8,51	11,10	
20	282,0	20,75	8,28	11,89	
21	342,0	21,05	8,35	13,98	
22	297,0	20,82	8,60	11,57	
23	455,0	20,97	8,24	19,17	
24	323,0	21,07	8,27	13,45	
25	245,0	21,06	8,24	10,28	
26	387,0	21,10	8,14	16,61	
27	352,0	21,05	8,32	14,49	
28	306,0	21,11	8,30	12,62	
29	359,0	21,05	8,28	14,93	
30	480,0	21,23	8,28	19,79	
31	219,0	21,13	8,06	9,57	
32	195,0	21,08	8,15	8,36	
33	499,0	21,16	8,48	19,68	
34	229,0	21,17	8,24	9,56	
35	472,0	21,04	8,20	20,02	
36	312,0	21,18	8,25	12,99	
37	423,0	21,08	8,26	17,65	
38	391,0	21,05	8,20	16,57	
39	356,0	21,11	8,21	15,01	
40	310,0	21,10	8,20	13,11	
41	439,0	21,06	8,32	18,07	
42	371,0	21,11	8,30	15,31	
43	293,0	21,22	8,49	11,49	
44	283,0	21,20	8,17	12,00	
45	203,0	21,26	8,42	8,08	
46	302,0	21,21	8,22	12,64	
47	201,0	21,30	8,27	8,28	
48	286,0	21,17	8,50	11,22	
49	425,0	21,25	8,38	17,09	
50	335,0	21,12	8,34	13,68	
51	346,0	21,18	8,34	14,09	
52	393,0	21,19	8,35	15,96	
53	300,0	21,30	8,05	13,04	
54	182,0	21,31	8,09	7,83	
55	284,0	21,32	8,52	11,01	
56	243,0	21,10	8,30	10,03	
57	225,0	21,12	8,38	9,10	
58	388,0	21,18	8,38	15,65	
59	326,0	21,30	8,26	13,46	
60	245,0	21,32	8,20	10,25	
61	303,0	21,08	8,12	13,08	
62	347,0	21,11	8,36	14,11	Análise de resíduos

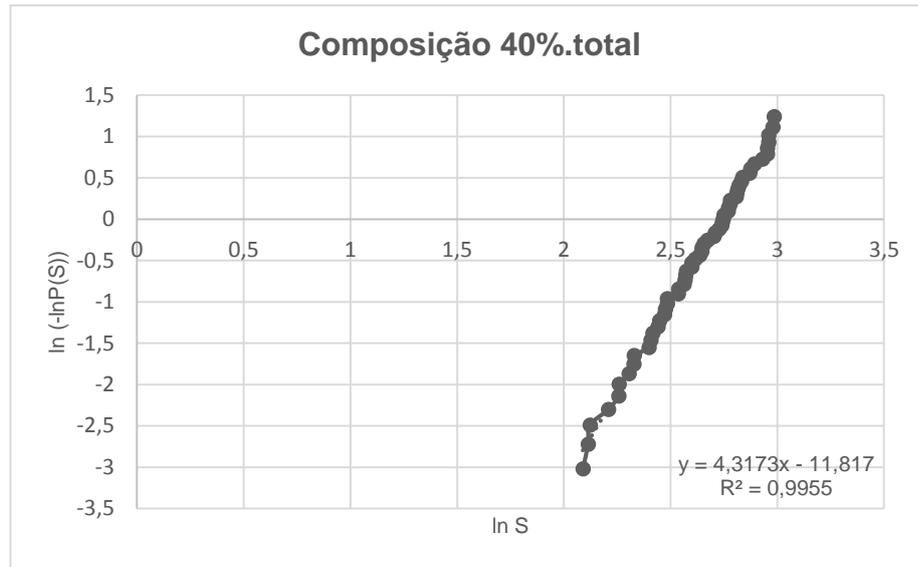


Tabela A7 – Dados da série 50%.1 e análise de Weibull

nº CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	250,0	21,42	8,75	9,15	
2	178,0	21,39	7,05	10,05	
3	251,0	21,43	8,64	9,41	
4	266,0	21,15	9,10	9,11	
5	186,0	21,19	8,87	6,69	
6	160,0	21,88	8,40	6,22	
7	300,0	21,36	9,04	10,31	
8	100,0	21,20	8,40	4,01	
9	160,0	21,33	8,85	5,75	
10	240,0	21,13	8,70	9,00	
11	369,0	21,30	8,70	13,73	
12	142,0	21,15	8,82	5,18	
13	257,0	21,43	8,65	9,62	
14	176,0	21,24	8,75	6,49	
15	524,0	21,44	8,28	21,39	
16	45,0	21,55	8,60	1,69	
17	187,0	21,24	8,75	6,90	

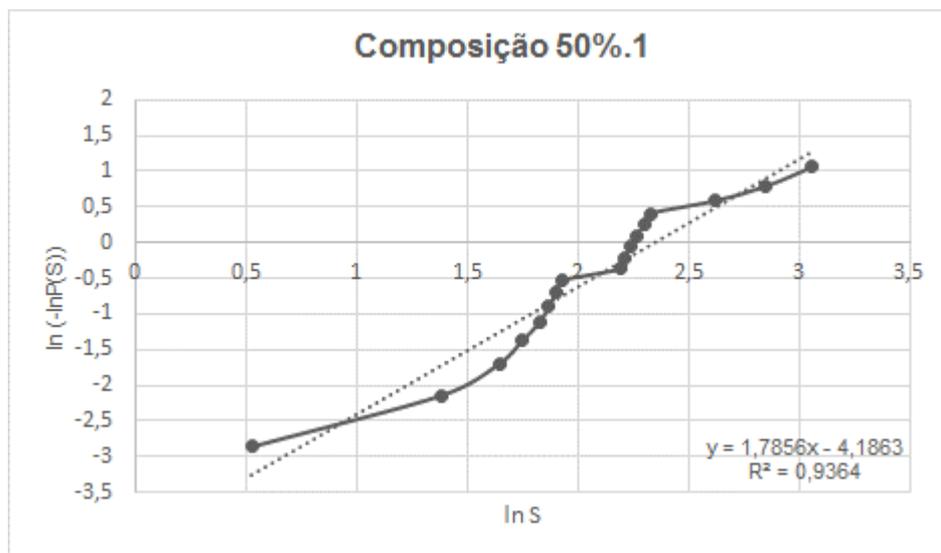
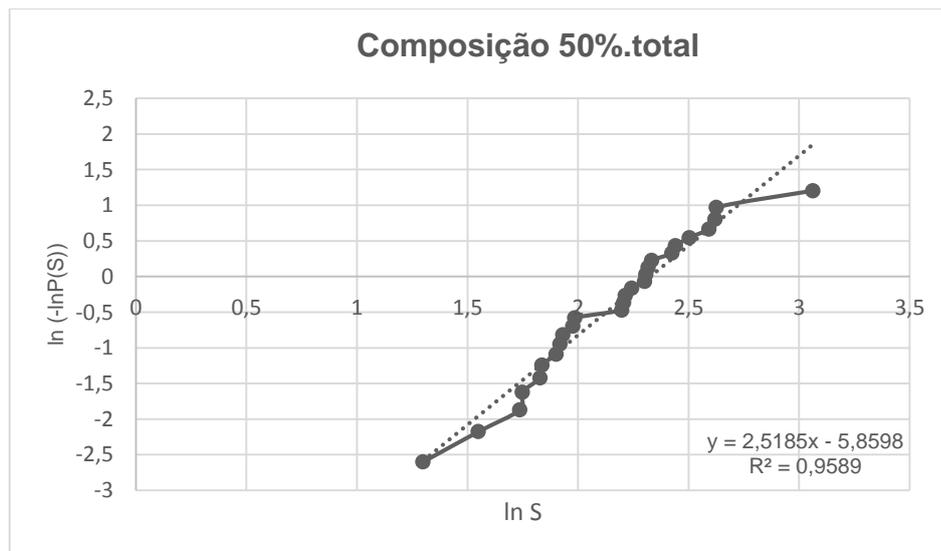


Tabela A8 – Dados da série 50%.total e análise de Weibull

nº CP	Carga de ruptura (N)	Largura (mm)	Espessura (mm)	S (MPa)	Dados excluídos
1	250,0	21,42	8,75	9,15	Análise de resíduos
2	189,0	21,41	8,53	7,28	
3	178,0	21,39	7,05	10,05	
4	193,0	21,63	6,62	12,22	
5	251,0	21,43	8,64	9,41	
6	185,0	21,43	8,72	6,81	
7	265,0	21,15	9,10	9,08	
8	265,0	21,30	8,58	10,14	
9	186,0	21,19	8,87	6,69	
10	268,0	21,29	8,70	9,98	
11	160,0	21,88	8,40	6,22	
12	300,0	21,36	9,04	10,31	
13	300,0	21,38	8,56	11,49	
14	180,0	21,20	8,40	7,22	
15	300,0	21,29	8,65	11,30	
16	160,0	21,33	8,85	5,75	
17	160,0	21,30	8,91	5,68	
18	240,0	21,13	8,70	9,00	
19	380,0	21,30	8,80	13,82	
20	369,0	21,30	8,70	13,73	
21	129,0	21,15	8,82	4,70	
22	357,0	21,43	8,65	13,36	
23	170,0	21,24	8,75	6,27	
24	524,0	21,44	8,28	21,39	
25	104,0	21,28	8,95	3,66	
26	40,0	21,55	8,60	1,51	
27	187,0	21,24	8,75	6,90	



**Tabela B1 – Resultados individuais das pesagens das amostras selecionadas para cálculo**

<b>Composição</b>	<b>n° CP</b>	<b>Di (g)</b>	<b>Si (g)</b>	<b>Mi (g)</b>	<b>Vi (cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Porosidade aparente – Pi (%)</b>	<b>Densidade aparente – Bi (g/cm<sup>3</sup>)</b>
30%	1	8,276	6,0965	10,9005	4,804	54,63	1,72
30%	2	8,466	6,2585	11,0605	4,802	54,03	1,76
30%	3	8,567	6,328	11,162	4,834	53,68	1,77
30%	4	7,878	5,842	10,3215	4,4795	54,55	1,76
30%	5	8,609	6,3755	11,2665	4,891	54,33	1,76
40%	1	8,855	6,4775	11,2725	4,795	50,42	1,85
40%	2	9,018	6,6135	11,7105	5,097	52,83	1,77
40%	3	8,377	6,1325	10,736	4,6035	51,24	1,82
40%	4	9,515	6,974	12,235	5,261	51,70	1,81
40%	5	9,498	6,9605	12,132	5,1715	50,93	1,84
50%	1	10,883	7,737	13,7525	6,0155	47,70	1,81
50%	2	10,868	7,7595	13,8005	6,041	48,54	1,80
50%	3	12,059	8,7125	15,3555	6,643	49,62	1,82
50%	4	8,06	5,759	10,261	4,502	48,89	1,79
50%	5	7,496	5,335	9,5145	4,1795	48,30	1,79