



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Guilherme Pante Leme de Campos

**Manufatura aditiva de pastas cerâmicas à base de argilas e fibras naturais via
robocasting**

Florianópolis
2023

Guilherme Pante Leme de Campos

Manufatura aditiva de pastas cerâmicas à base de argilas e fibras naturais via robocasting

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Antonio Pedro Novaes de Oliveira, Dr.
Coorientador: Prof. Marcelo Tramontin Souza, Dr.

Florianópolis

2023

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Campos, Guilherme Pante Leme de
Manufatura aditiva de pastas cerâmicas à base de argilas e
fibras naturais via robocasting / Guilherme Pante Leme de Campos
; orientador, Antonio Pedro novaes de Oliveira, coorientador,
Marcelo Tramontin Souza, 2023.
83 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica, Florianópolis, 2023.

Inclui referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. Manufatura aditiva. 3.
Robocasting. 4. Argilas. 5. Fibra vegetal. I. Oliveira, Antonio
Pedro novaes de. II. Souza, Marcelo Tramontin. III. Universidade
Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica. IV. Título.

Guilherme Pante Leme de Campos

Manufatura aditiva de pastas cerâmicas à base de argilas e fibras naturais via robocasting

O presente trabalho em nível de Mestrado foi avaliado e aprovado, em 30 de junho de 2023, pela banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof.(a) Antonio Pedro Novaes de Oliveira, Dr.
Instituição Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

Prof.(a) Carlos Henrique Ahrens, Dr.
Instituição Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

Prof.(a) Luciano Senff, Dr.
Instituição Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

Certificamos que esta é a versão original e final do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Insira neste espaço a
assinatura digital

Coordenação do Programa de Pós-Graduação

Insira neste espaço a
assinatura digital

Prof. Antonio Pedro Novaes de Oliveira, Dr.
Orientador

Florianópolis, 2023.

À minha mãe, que tanto me apoia e motiva.

AGRADECIMENTOS

Ao professor Antonio Pedro Novaes de Oliveira, por ter comprado a ideia, pela orientação, as palavras de apoio e, principalmente, pela transferência de vivência;

Aos meus anjos da guarda Marcelo Tramontin Souza e Elisângela Guzi de Moraes, pelo auxílio, correções, ideias, trocas, puxões de orelha e por terem me guiado nessa jornada acadêmica;

À Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e à CAPES, por toda a infraestrutura e auxílios disponibilizados, em particular, pela bolsa de estudos concedida;

Ao meu amigo e companheiro de mestrado/laboratório Pietro Lunelli, pelas conversas, apoio e, principalmente, pelos festejos;

Aos laboratórios de materiais (LABMAT), de biomecânica (LEBM), mecânica dos solos (MECSOLOS) e, principalmente, ao Laboratório de Materiais Vitrocerâmicos (VITROCER), por disponibilizarem equipamentos e profissionais para a realização dos ensaios;

Agradece-se também o CNPq pelos recursos fornecidos, em parte, por meio da Chamada CNPq/MCTI/FNDCT Nº 18/2021 - Faixa B - Grupos Consolidados (Processo: 402926/2021-8);

Aos amigos e todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização desse estudo.

“Não tem como saber sem ir, aonde a gente vai chegar.” (Black Alien)

RESUMO

Robocasting é uma técnica de manufatura aditiva que utiliza uma extrusora controlada numericamente para imprimir objetos em 3D, camada por camada. Um material pastoso é extrudado através de um bocal em uma superfície de construção de forma ininterrupta. Essa técnica é amplamente utilizada em áreas como a produção de cerâmica tradicional e avançada, eletrônica e próteses médicas, permitindo a criação de estruturas complexas com alta precisão e controle microestrutural. O uso da técnica tem sido ampliado cada vez mais com os avanços dos estudos e sua aplicação em diversas áreas. Como resultado, seus limites de utilização também vêm sendo ampliados. Neste contexto, o presente estudo tem como objetivo avaliar matérias-primas naturais a fim de expandir os limites da manufatura aditiva por extrusão de materiais. Para tal, foi utilizado metacaulim, bentonita, fibra de bagaço de cana de açúcar e água como matérias-primas. Essas matérias-primas foram inicialmente caracterizadas para levantar as suas características químicas (por fluorescência de raios X), mineralógicas (por difração de raios X) e morfológicas (por microscopia eletrônica de varredura). Na sequência, combinações diversas destes materiais foram preparadas, homogeneizadas mecanicamente (210 rpm), e testadas para otimização das proporções, primeiro alterando-se o teor de água (de 30% a 50% em massa), em segundo o teor de bentonita (de 0% a 5% em massa) e, por fim, o teor de fibra (de 0% a 2% em massa). As misturas produzidas na forma de pastas cerâmicas foram submetidas a ensaios reológicos para determinação da tensão de escoamento (por reometria rotacional estacionária) e do limite de plasticidade (por ensaio de Casagrande) para determinação da trabalhabilidade da pasta. Feito isso, componentes com diferentes geometrias foram produzidos por impressão 3D e avaliados quanto a retração linear de secagem, edificabilidade ou capacidade de sobreposição de camadas, e resistência à compressão. Os resultados mostram que o uso da bentonita (a partir de 4% m) foi fundamental para a viabilidade da impressão do metacaulim, devido a sua baixa plasticidade. A razão de líquido/sólido a qual a pasta é trabalhável deve estar entre 0,72 e 0,85, que equivale a 42% e 46% em massa de água, respectivamente. Observou-se também que o uso da fibra melhorou substancialmente a resistência à compressão em até 74%, porém influenciou negativamente na retração linear, que aumentou até 13,1%.

Palavras-chave: Manufatura aditiva, *robocasting*; argilas; fibra vegetal.

ABSTRACT

Robocasting is an additive manufacturing technique that uses a numerically controlled extruder to 3D print objects layer by layer. A paste-like material is extruded through a nozzle onto a build surface in a continuous manner. This technique is widely used in areas such as traditional and advanced ceramics production, electronics, and medical prosthetics, enabling the creation of complex structures with high precision and microstructural control. The use of this technique has been expanding with advancements in research and its application in various fields. As a result, the limits of its utilization have also been extended. In this context, the present study aims to evaluate natural raw materials in order to expand the limits of additive manufacturing by material extrusion. Metakaolin, bentonite, sugarcane bagasse fiber, and water were used as raw materials for this purpose. These raw materials were initially characterized to determine their chemical properties (using X-ray fluorescence), mineralogical properties (using X-ray diffraction), and morphological properties (using scanning electron microscopy). Subsequently, various combinations of these materials were prepared, mechanically homogenized (210 rpm), and tested to optimize the proportions. Firstly, the water content was varied (from 30% to 50% by weight), followed by the bentonite content (from 0% to 5% by weight), and finally the fiber content (from 0% to 2% by weight). The produced ceramic paste mixtures were subjected to rheological tests to determine the flow stress (using steady-state rotational rheometry) and plasticity limit (using the Casagrande method) to assess the workability of the paste. After that, components with different geometries were 3D printed and evaluated for linear drying shrinkage, buildability or layer overlap capability, and compressive strength. The results showed that the use of bentonite (starting from 4% by weight) was crucial for the printability of metakaolin due to its low plasticity. The liquid-to-solid ratio in which the paste is workable should be between 0.72 and 0.85, which corresponds to 42% and 46% by weight of water, respectively. It was also observed that the use of fiber substantially improved compressive strength by up to 74%, but negatively influenced linear shrinkage, which increased by up to 13.1%.

Keywords: Additive manufacturing; robocasting; clays; vegetal fiber.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema mostrando o princípio de funcionamento da MA por extrusão. .	24
Figura 2 - Fluxograma de etapas do processo de impressão 3D.	25
Figura 3 - Exemplos de fibras vegetais.	29
Figura 4 - Representação esquemática da disposição das fibras impressas e vista frontal da seção do filamento.	30
Figura 5 - Sistema modular de recife de corais artificial impresso com argila do tipo terracota.	33
Figura 6 - Fotografias de protótipos de dentes de zircônia impressos por robocasting (direita): a) recém impresso e b) pós-processado.	34
Figura 7 - Fotografias de estruturas de solo ecologicamente ativas: a) recém impressa e b) após o crescimento de vida vegetal.	34
Figura 8 - Fotografias mostrando: a) projeto Eremo e b) projeto TECLA.	35
Figura 9 - Fluxograma do trabalho realizado.	36
Figura 10 - Curva do ensaio reológico para obtenção do ponto de escoamento.	39
Figura 11 - Fotografia mostrando a placa de vidro com gabarito.	40
Figura 12 - Esquemas: a) geometria da peça e b) medições realizadas.	41
Figura 13 - Fotografias dos corpos de prova do ensaio de compressão: a) amostras brutas; e b) amostras com as superfícies lixadas.	42
Figura 14 - Fotografias da bancada de trabalho: 'A', impressora DuraPrinter E-01; 'B', válvula reguladora de pressão; e 'C', sistema de armazenagem da pasta cerâmica, composto por êmbolo, cilindro e bocal.	43
Figura 15 - Fotografia dos cilindros utilizados no estudo (30 cm ³ e 55 cm ³).	43
Figura 16 - Fotografia dos bicos utilizados no estudo (abertura de 4,5 mm, 1,6 mm e 1,19 mm, respectivamente, dá esquerda para direita).	44
Figura 17 - Esquemas do cubo. a) modelo projetado; e b) fatiamento e movimentos de viagem da extrusora.	45
Figura 18 - Esquemas do cilindro: a) modelo projetado; e b) fatiamento e movimentos de viagem da extrusora.	46
Figura 19 - Esquemas do corpo de prova de geometria complexa: a) modelo projetado; vistas do objeto fatiado: b) isométrica; c) superior; e d) lateral.	47

Figura 20 - Esquema do filtro com padrão de preenchimento Gyroid: a) modelo projetado; b) vista isométrica; c) velocidade, tempo estimado e comprimento total do filamento.....	47
Figura 21 - a) Fotografia de uma amostra de fibra do bagaço de cana de açúcar (BCA) e b) Detalhe (MEV) com ampliação de 25 e 50 vezes.....	53
Figura 22 - Fotografias das pastas cerâmicas com razão líquido/sólido de 0,82 e com diferentes teores de bentonita em substituição ao metacaulim (% massa).....	57
Figura 23 - Fotografias das pastas cerâmicas variando o percentual de água.	59
Figura 24 – a) Esquema em CAD e b) fotografias da amostra de geometria complexa impressa com a pasta cerâmica com 5% de bentonia em substituição ao metacaulim com razão L/S de 0,82.	61
Figura 25 - Fotografias do segundo corpo de prova com geometria complexa, utilizando o preenchimento com padrão Gyroid e razão l/s de 0,82.....	62
Figura 26 - Fotografias das amostras com fibra recém impressas, composições: a) MB5F0; b) MB5F0,5; c) MB5F1,0; e d) MB5F1,5.	63
Figura 27 - Fotografias dos corpos de prova para avaliação de retração variando o percentual de fibra, corpos recém impressos (esquerda) e após uma semana (direita).	64
Figura 28 - Fotografias dos corpos de prova secos (após uma semana de secagem), composições: a) MB5F0; b) MB5F0,5; c) MB5F1,0; d) MB5F1,5; e e) MB7,5F2,0. ..	66
Figura 29 - Fotografias dos corpos de prova ensaiados. a) Sem fibras e com b) 1% e c) 2% de fibra após o ensaio de resistencia à compressão.	70

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Ciclo hype de Gartner de 2019.....	20
Gráfico 2 - Levantamento de publicações de artigos científicos sobre manufatura aditiva na plataforma Scopus nos últimos 10 anos.	20
Gráfico 3 - Levantamento de publicações de artigos científicos sobre manufatura aditiva por nação, nos últimos 10 anos.	21
Gráfico 4 - Levantamento de publicações sobre a temática: “robocasting” ou “direct ink writing” na plataforma Scopus nos últimos 10 anos.....	24
Gráfico 5 – Termogravimetrias dos pós de: metacaulim e bentonita.....	50
Gráfico 6 - Análise de DRX feita na amostra de metacaulim.....	50
Gráfico 7 - Curvas de distribuição de tamanho de partícula dos pós. a) metacaulim e b) bentonita.	52
Gráfico 8 - Tensão de escoamento em função do percentual de bentonita na pasta cerâmica, com teor de água fixo (45%) e sem fibras.	54
Gráfico 9 - Retração das amostras de acordo como percentual de fibra e crescimento da retração com relação à composição sem fibra.....	65
Gráfico 10 - Resistência à compressão dos corpos de prova ensaiados, variando o percentual de fibra de 0 a 2%.....	67

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação das técnicas de manufatura aditiva segundo a ISO.	23
Tabela 2 - Técnicas de manufatura aditiva por extrusão de material.	23
Tabela 3 - Principais parâmetros de impressão do cubo.	45
Tabela 4 - Principais parâmetros de impressão do cilindro.	46
Tabela 5 - Principais parâmetros de impressão do filtro.	48
Tabela 6 – Composição química do metacaulim e da bentonita	49
Tabela 7 – Classificação da granulometria (tamanho de partículas) de acordo com as normas nacionais e internacionais de classificação.	52
Tabela 8 – Umidade higroscópica dos pós.	54
Tabela 9 - Composição das amostras variando o percentual de bentonita e mantendo a razão de líquido/sólido.	56
Tabela 10 - Composição das amostras variando o percentual de água.	58
Tabela 11 - Composição das pastas cerâmicas com diferentes proporções de fibra.	62
Tabela 12 - Valores de resistência à compressão de estudos similares *Percentual em massa **Percentual em volume.	69

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
MA	Manufatura Aditiva
RP	<i>Rapid Prototyping</i>
CAD	<i>Computer-Aided Design</i>
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
FDM	<i>Fused Deposition Modeling</i>
DIW	<i>Direct Ink Writing</i>
STL	<i>Standard Tessellation Language</i>
CNC	Controle Numérico Computadorizado
PVA	Poliacetato de Vinila
FRX	Espectroscopia de Fluorescência de Raios X
DRX	Difração de Raios X
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
LP	Limite de Plasticidade
IP	Índice de Plasticidade
BCA	Bagaço da Cana De Açúcar
L/S	Razão Líquido/Sólido

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	OBJETIVO GERAL	18
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	18
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	19
2.1	FUNDAMENTOS DA MANUFATURA ADITIVA.....	19
2.2	MATÉRIAS-PRIMAS PARA MANUFATURA ADITIVA VIA ROBOCASTING 27	
2.2.1	Argilas	27
2.2.2	Fibras naturais	29
2.2.3	Aditivos	31
2.3	APLICAÇÕES DO <i>ROBOCASTING</i> DE MATERIAIS CERÂMICOS.....	32
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	35
3.1	CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS.....	35
3.2	PREPARAÇÃO DA PASTA	36
3.3	ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO DAS PASTAS E COMPONENTES IMPRESSOS	38
3.3.1	Reologia das pastas	38
3.3.2	Limite de plasticidade	39
3.3.3	Retração de secagem	41
3.3.4	Resistência mecânica por compressão	42
3.4	IMPRESSORA, ACESSÓRIOS E PARÂMETROS DE IMPRESSÃO	42
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
4.1	CARATERIZAÇÃO.....	49
4.2	ENSAIOS REOLÓGICOS	54
4.3	LIMITE DE PLASTICIDADE.....	55
4.4	IMPRESSÃO.....	56
4.5	RETRAÇÃO	63
4.6	RESISTENCIA MECÂNICA	67
5	CONCLUSÃO	71
5.1	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	73
	REFERÊNCIAS	75

APÊNDICE A – 3D PRINTING TECHNOLOGY APPLIED TO BIOHOUSES CONSTRUCTION	80
APÊNDICE B – 3D PRINTING TECHNOLOGY FOR GREEN CONSTRUCTION	81
APÊNDICE C - INFLUÊNCIA DA RAZÃO DE ASPECTO DE FIBRAS VEGETAIS NA RETRAÇÃO DE PEÇAS CERÂMICAS FABRICADAS VIA ROBOCASTING	82
APÊNDICE D – IMAGENS DA DISPOSIÇÃO DAS FIBRAS VEGETAIS NO CORPO DE PROVA IMPRESSO, DE OUTROS ENSAIOS REALIZADOS PELO AUTOR.....	83

1 INTRODUÇÃO

A impressão 3D por extrusão de material foi demonstrada pela primeira vez nos Laboratórios Nacionais Sandia em 1997 utilizando suspensões concentradas de pastas cerâmicas com aglutinantes orgânicos. A técnica é simples, barata, adaptável e abrange uma gama de materiais diversos, tais como alimentos, polímeros e cerâmicos. Há duas principais abordagens na técnica de extrusão: na primeira, utiliza-se temperatura para mudar o estado da matéria a ser extrudada, aquecendo o material a fim de torná-lo pastoso/fluido e assim forçá-lo pelo orifício, como ocorre nos métodos de moldagem por extrusão de plástico e fabricação de filamentos fundidos, também conhecido por *Fused Deposition Modeling* ou *Fused Filament Fabrication*; já a segunda abordagem, também conhecida por *Robocasting* ou *Direct Ink Writing* e comumente usada para materiais cerâmicos, trabalha com a reologia da pasta ao invés de temperatura para otimização da trabalhabilidade (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2015; SHAHZAD; LAZOGLU, 2021).

A utilização de pastas cerâmicas para impressão 3D vem sendo utilizada para uma gama de aplicações, como produção de próteses dentárias, *scaffolds*, utensílios cerâmicos, objetos decorativos, recifes artificiais e moradias, por exemplo. Os materiais mais comumente utilizados são argilas (de diversos tipos), pós de vidro, pós de ossos e cimento. *Direct ink writing* (DIW) ou *robocasting*, é um método de extrusão que utiliza uma pasta viscosa não-newtoniana com propriedades reológicas compostas, ou seja, uma pasta com fase líquida e sólida (SHAHZAD; LAZOGLU, 2021). Para adequação das propriedades reológicas da pasta, pode-se utilizar aditivos químicos, incluindo: ligantes, plastificantes, incorporadores de ar e agentes modificadores de viscosidade (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2015).

Segundo De Witte (2022), é importante realizar novos estudos na área de manufatura aditiva com materiais cerâmicos, sobretudo cerâmicos de silicatos (cerâmica tradicional), com o intuito de consolidar a técnica. É possível realizar incrementos empíricos, enriquecendo os resultados e, conseqüentemente, buscando um melhor desempenho do produto conformado.

O *robocasting* com pastas cerâmicas vem despertando grande interesse nos últimos anos. No entanto, é uma tecnologia incipiente, em estágio de maturação. Portanto, esse trabalho pode contribuir, de maneira complementar, com os poucos estudos acerca do tema, explorando os parâmetros de impressão e as propriedades

reológicas e mecânicas de algumas matérias-primas naturais selecionadas para a realização dos experimentos aqui propostos e executados.

Para tal, foram avaliadas matérias-primas naturais, abundantes e pouco exploradas cientificamente (argilas e fibra de bagaço de cana de açúcar), associando as suas propriedades reológicas com a extrudabilidade/trabalhabilidade para impressão 3D. Os componentes impressos também foram avaliados quanto a retração de secagem, incluindo análise visual de defeitos de superfície, tais como trincas e fissuras, e quanto as suas propriedades mecânicas, para determinar a viabilidade técnica dos componentes impressos.

1.1 OBJETIVO GERAL

Esse trabalho tem como objetivo avaliar pastas cerâmicas compostas por matérias-primas naturais e a qualidade de sua impressão por manufatura aditiva via robocasting.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Avaliar a reologia (tensão de escoamento, consistência, plasticidade) de diferentes pastas cerâmicas, e relacioná-la com a sua extrudabilidade e trabalhabilidade durante a impressão;
- b) Avaliar o efeito da incorporação da bentonita como aditivo plastificante na composição da pasta cerâmica impressa;
- c) Avaliar a retração linear de secagem de componentes argilosos impressos com e sem fibras naturais, a fim de determinar a influência dessas fibras;
- d) Realizar ensaios mecânicos nos componentes impressos com diferentes teores de fibra natural, a fim de avaliar o efeito da fibra na resistência à compressão dessas estruturas.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo está dividido em três seções, que exploram: i) as técnicas de manufatura aditiva, ii) as matérias-primas, em especial as argilas, fibras naturais e aditivos plastificantes e iii) a manufatura aditiva utilizando especificamente materiais argilosos.

2.1 FUNDAMENTOS DA MANUFATURA ADITIVA

Inicialmente, essa tecnologia era tratada como prototipagem rápida (PR). As indústrias que utilizavam tal tecnologia buscavam conceber rapidamente um protótipo de seu produto, ou seja, criar um modelo bruto do que viria a ser o produto final, sem preocupar-se com acabamento ou funcionalidade. Com o avanço das aplicações, estudos e melhorias acerca desta tecnologia, o termo "prototipagem rápida" tornou-se inadequado para definir todas as categorias de manufatura aditiva, como é conhecida hoje. Apesar da PR ainda ser utilizada pelas indústrias, o mercado voltado à manufatura aditiva, também conhecida simplesmente por impressão 3D, sofreu uma forte expansão com grandes avanços tecnológicos, incluindo produtos impressos refinados e com acabamento aprimorado (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2015).

O gráfico de *Hype* de Gartner, também conhecido como Ciclo de Vida da Tecnologia, é uma representação visual que ilustra as fases pelas quais uma tecnologia passa, desde seu surgimento inicial até sua adoção em larga escala. O gráfico é dividido em cinco etapas distintas. Ele auxilia empresas e profissionais a entenderem a trajetória de uma tecnologia e a tomarem decisões informadas sobre investimentos, estratégias de adoção e gerenciamento de expectativas. A previsão de Gartner acerca da tecnologia de impressão por extrusão de material indicou que ela se consolidaria no mercado em meados de 2021, o que se tornou uma realidade. Atualmente, há uma ampla oferta de fabricantes e fornecedores de equipamentos relacionados a essa tecnologia. O ciclo de vida dessa tecnologia, conforme mostrado no Gráfico 1, passou pelo ápice de expectativas, superando as incertezas e desconfiças inerentes a um novo produto e alcançando estabilidade financeira. Agora, o foco está no aprimoramento da tecnologia e na descoberta de novos materiais e aplicações para aproveitar seu potencial máximo.

Uma outra maneira de avaliar o desempenho de uma técnica é por meio da quantidade de trabalhos científicos produzido ao longo do tempo.

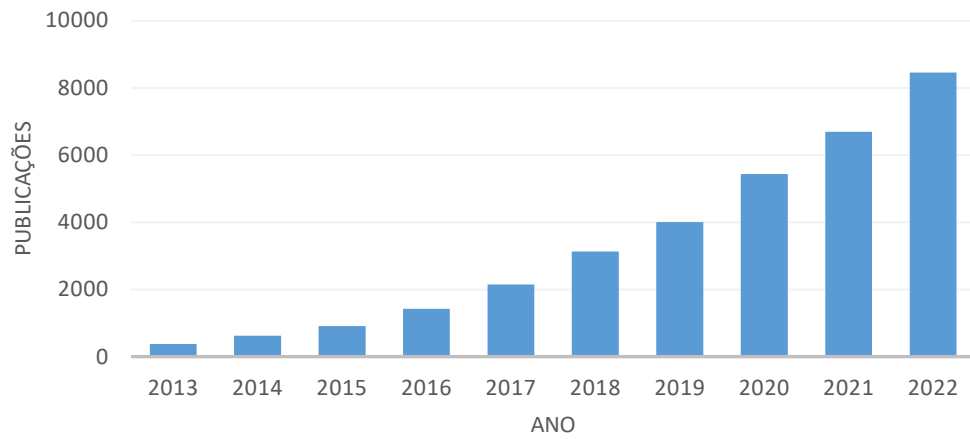
Gráfico 1 - Ciclo hype de Gartner de 2019.



FONTE: Adaptado de (GOEHRKE, 2019).

Realizando-se uma rápida busca na plataforma de pesquisa de artigos científicos "Scopus" nos últimos dez anos, considerando apenas artigos em língua inglesa com a temática "manufatura aditiva", foi possível observar (Gráfico 2) um aumento praticamente linear na quantidade de publicações ao longo do tempo, evidenciando o interesse e o crescimento crescente de pesquisas nessa área.

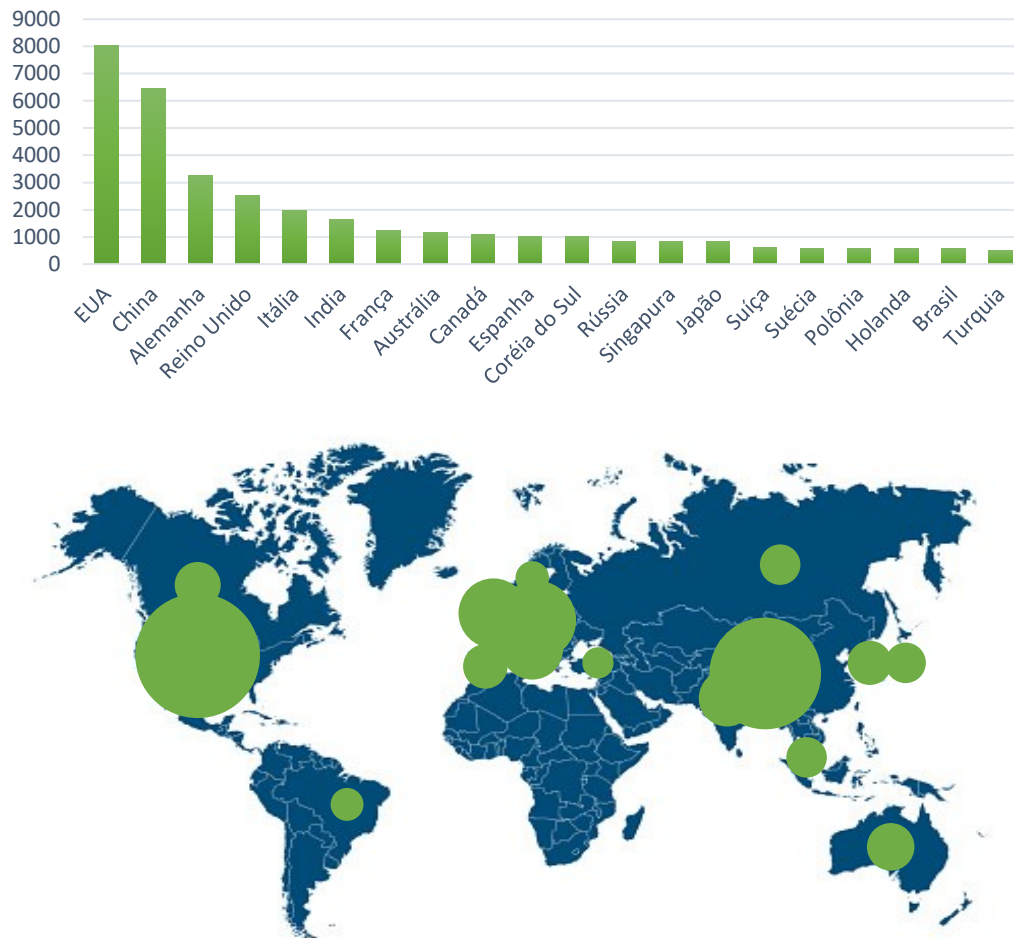
Gráfico 2 - Levantamento de publicações de artigos científicos sobre manufatura aditiva na plataforma Scopus nos últimos 10 anos.



Fonte: adaptado de (SCOPUS, 2023).

Analisando os 20 países que mais publicaram sobre o tema nos últimos 10 anos, tem-se o que mostra o Gráfico 3, com o Brasil ocupando a 19ª colocação, com 559 publicações.

Gráfico 3 - Levantamento de publicações de artigos científicos sobre manufatura aditiva por nação, nos últimos 10 anos.



Fonte: Autor

O processo de manufatura aditiva (MA) consiste na deposição sucessiva de camadas de material até que se forme uma peça. Cada camada representa uma seção transversal dessa peça, sendo essa projetada, em uma etapa anterior, em um desenho/projeto assistido por computador (CAD – *computer-aided design*) (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2015; MUNHOZ et al., 2018).

Existem diversas maneiras de se classificar as técnicas de manufatura aditiva vigentes. A principal delas, realizada pela Organização Internacional de Normalização (ISO), agrupa os principais métodos em sete categorias, como mostra a Tabela 1.

Há também a classificação proposta por Guo e Leu (2013), na qual descrevem, de forma mais detalhada, as técnicas por extrusão de material, como mostra a Tabela 2.

Neste trabalho utilizou-se pastas cerâmicas as quais foram conformadas via manufatura aditiva por extrusão de material, especificamente a segunda técnica dessa classe, ou seja, *robocasting*/DIW.

Tabela 1 - Classificação das técnicas de manufatura aditiva segundo a ISO.

Classificação das tecnologias	Descrição do processo	Estado da matéria-prima
Jateamento de aglutinante (BJT)	Deposição seletiva de um agente líquido aglutinante a um pó de material, de modo que una esse pó.	Pó
Deposição com energia direcionada (DED)	Energia térmica é utilizada para fundir materiais enquanto são depositados.	Pó
Extrusão de material (MEX)	Extrusão seletiva de materiais através de um bocal ou orifício.	Filamento/Pasta
Jateamento de material (MJT)	Deposição seletiva de gotículas de matérias-primas.	Líquido
Fusão de leito em pó (PBF)	Energia térmica seletivamente funde regiões de um leito de pó.	Pó
Adição de lâminas (SHL)	Lâminas de um material previamente recortados são unidas de modo a formar uma peça.	Placa sólida
Fotopolimerização em cuba (VPP)	Fotopolímero líquido é seletivamente curado por polimerização ativada por luz em uma cuba.	Líquido

Fonte: Adaptado de (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2021).

Em resumo, a extrusão é um método de fabricação no qual um determinado material contido em um reservatório é forçado a passar por um orifício/bocal. Se a pressão na qual o material é submetido for constante, esse então deverá fluir, em teoria, a uma taxa constante e com um diâmetro de filamento constante. É importante que o material extrudado esteja no estado semissólido/pastoso ao passar pelo orifício e, mantenha sua geometria, o mais próximo possível do projetado, após a secagem.

Tabela 2 - Técnicas de manufatura aditiva por extrusão de material.

Classificação da tecnologia	Técnica	Material	Princípio	Aplicações
Extrusão de material	Modelagem de deposição fundida (FDM)	Termoplásticos	Produção de peças por extrusão do plástico por bico extrusor em uma base	Protótipos, moldes
	<i>Robocasting</i> ou <i>Direct ink writing</i> (DIW)	Pasta cerâmica	Produção de peças com a extrusão de pasta cerâmica em temperatura ambiente	Objetos cerâmicos

*Freeze-form
Extrusion
Fabrication
(FEF)*

Pasta cerâmica

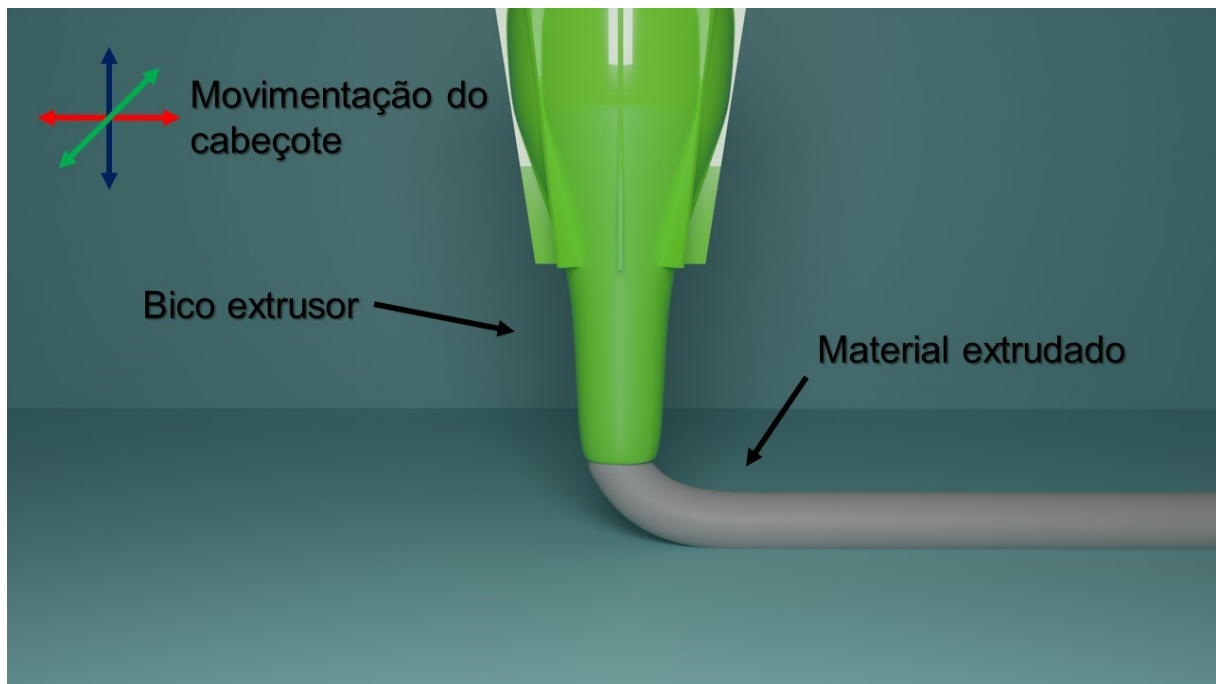
Produção de peças com a
extrusão de pasta cerâmica
aquosa em temperatura
abaixo de 0°C

Objetos
cerâmicos

Fonte: Adaptado de (GUO; LEU, 2013).

Além disso, a camada de material subsequente extrudada deverá unir-se à camada anterior para que se tenha ao final do processo uma estrutura agregada, como mostra a Figura 1 (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2015; MUNHOZ et al., 2018).

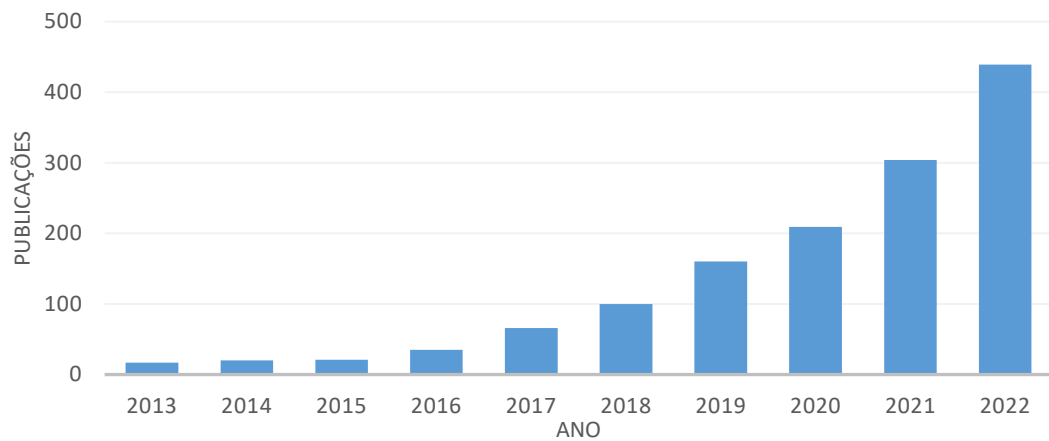
Figura 1 - Esquema mostrando o princípio de funcionamento da MA por extrusão.



Fonte: Autor

As publicações acerca de manufatura aditiva por extrusão seguem a mesma tendência que as publicações mostradas anteriormente sobre MA, mas em menor proporção, vide gráfico 4. Portanto, é uma área com grande potencial de descobertas e melhorias.

Gráfico 4 - Levantamento de publicações sobre a temática: “*robocasting*” ou “*direct ink writing*” na plataforma Scopus nos últimos 10 anos.

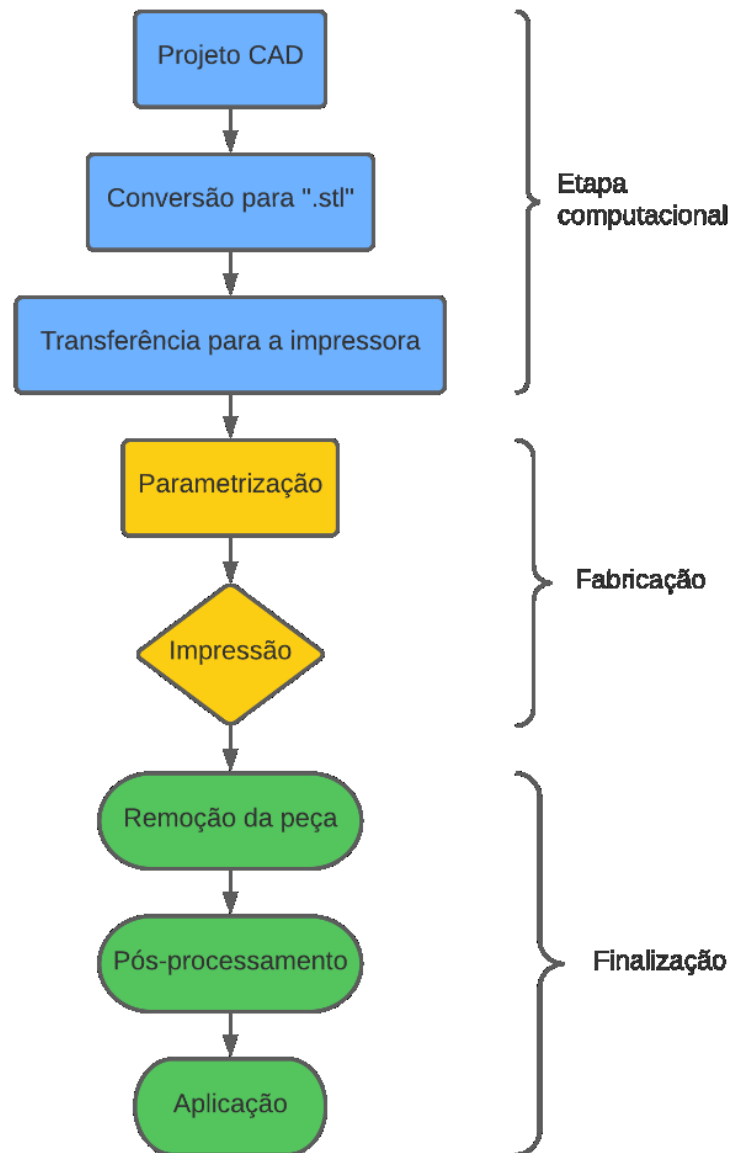


Fonte: adaptado de (SCOPUS, 2023).

À medida que a busca se aprofunda na tecnologia e seus materiais, a quantidade de publicações naturalmente diminui. Essa é uma das questões em torno de impressão 3D com materiais cerâmicos.

De modo geral, a manufatura aditiva segue um fluxograma de trabalho padrão com oito etapas. Essas etapas resumem os principais processos relacionados com a fabricação de componentes impressos 3D, como mostra a Figura 2.

Figura 2 - Fluxograma de etapas do processo de impressão 3D.



Fonte: Autor

As três primeiras etapas (CAD, conversão e transferência para a impressora) estão relacionadas à parte computacional do projeto. Nessas etapas o produto primeiramente é desenhado em CAD (tal como Solidworks). Na sequência, esse arquivo é convertido para STL (*Standard Tessellation Language*), que é a linguagem utilizada pela maioria dos softwares de fatiamento, que delimitará os caminhos de impressão, gerando um arquivo em linguagem G (*"g-code"*, utilizado na maioria dos equipamentos por controle numérico computadorizado – CNC). Esse arquivo já contém os dados referentes às coordenadas que serão percorridas pelo

cabeçote da impressora, assim como o fatiamento em camadas da peça (MARTINS, 2017).

Feito isso, as duas etapas seguintes (setup e impressão) são propriamente a fabricação da peça. Nelas o operador irá configurar a impressora com os parâmetros de impressão, tais como fluxo de material, espessura da camada, velocidade do bico, e geometria do material. Um setup mal feito resultará em uma peça defeituosa ou de baixa qualidade (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2015; MARTINS, 2017).

Por fim, tem-se as três últimas etapas (remoção, pós-processamento e aplicação). Aqui o operador deve retirar a peça da base da impressora, limpá-la e, se necessário, providenciar um pós-processamento para melhorar o acabamento (por exemplo: polimento) (MARTINS, 2017).

2.2 MATÉRIAS-PRIMAS PARA MANUFATURA ADITIVA VIA ROBOCASTING

Esta seção destaca as matérias-primas essenciais para os experimentos, incluindo argilas (como fase matriz), fibras naturais (como fase de reforço) e aditivos, que são utilizados para melhorar a adequação reológica do material. Serão descritas as suas definições, propriedades, assim como algumas aplicações desses materiais na engenharia.

2.2.1 Argilas

De modo geral, o termo argila é utilizado para definir um tipo de material natural terroso, sendo esse inorgânico, de granulometria fina (até 2 μm) e com comportamento plástico na presença de uma suficiente quantidade de água. Argilas possuem elevada área de superfície específica, o que lhe atribuem a capacidade de adsorver muita água. Uma colher de argila pode conter a área superficial equivalente à de um campo de futebol. Com a razão de água e argila correta, tem-se uma massa plástica de fácil conformação (BRADY; WEIL, 2013; CABRAL JUNIOR et al., 2008; REIS et al., 2014).

As argilas são compostas por argilominerais formados, majoritariamente, por silicatos de alumínio, óxido de ferro e metais alcalinos e alcalinos-terrosos. Os argilominerais mais abundantes são formados por silicatos com formato de lâmina,

chamados de filossilicatos (BRANCO, 2014; CABRAL JUNIOR et al., 2008; CLARO; MARGARITA; MORENO, 2012; PARDINI, 2019; REIS et al., 2014).

Devido ao seu aspecto folheado, quando adicionada água à argila, essa agirá como elemento lubrificante entre as folhas, permitindo que as lamelas deslizem umas sobre às outras. Esse fenômeno é responsável pela plasticidade característica das argilas. Além da água, outros líquidos polares dão plasticidade à argila, enquanto líquidos apolares não o fazem (BRANCO, 2014).

Solos argilosos, de modo geral, retêm muita água, porém cada tipo de mineral de argila resultará em uma propriedade específica desse solo. Portanto, propriedades tais como expansão, contração, plasticidade, retenção de água, densidade e adsorção química, dependerão do tipo e quantidade de argila presente no solo em questão (BRADY; WEIL, 2013).

Nesse estudo, foram utilizados dois tipos de argilas: metacaulim e bentonita. Essas argilas são abundantes e possuem características distintas entre si, em especial, com plasticidades variadas, sendo a bentonita muito plástica e o caulim apresentando baixa plasticidade.

O metacaulim é um tipo de argila, utilizado como material pozolânico na indústria do concreto. Ele é obtido por meio da calcinação de argilas cauliníticas, processo que ocorre em temperaturas entre 500 e 800 °C, sendo, posteriormente, moído a fim de reduzir sua dimensão (tamanho de partícula) e eliminar aglomerados. Quando se obtém tamanho de partícula abaixo de 5 µm, esse material é considerado de excelente capacidade pozolânica, e é denominado de metacaulim de alta reatividade. Essa característica pozolânica permite que o metacaulim possa substituir o cimento na produção do concreto, objetivando aumentar a durabilidade e resistência mecânica do produto final (SÉRGIO; SOUZA; DAL MOLIN, 2002).

Revelo e Colorado (2018) expõem em sua pesquisa a viabilidade da impressão com argilas puramente cauliníticas, concluindo que essa se mostrou versátil e de fácil reprodutividade. É possível imprimir caulim sem nenhum processo de beneficiamento. No entanto, o produto apresentará acabamento inferior e menor performance mecânica comparado ao caulim beneficiado (método de remoção física e química para eliminação de partículas que não sejam de caulim, como quartzo, hematita e anatásio). Além disso, os autores mostraram que é possível imprimir amostras com o percentual mássico de água variando entre 36 e 40%. A razão

água/argila que resultou em materiais com melhor acabamento e performance mecânica foi a de 0,62 (37,5%).

Já a bentonita possui características diferentes do metacaulim. Esta tem a capacidade de expandir-se até 20 vezes o seu volume original, quando em contato com a água, resultando em géis tixotrópicos (LUZ; LINS, 2008). De fato, esta já vem sendo utilizada como aditivo em pastas cerâmicas impressas pela técnica robocasting devido à sua alta plasticidade e trabalhabilidade, como mostrado por Hasse et. al (2020).

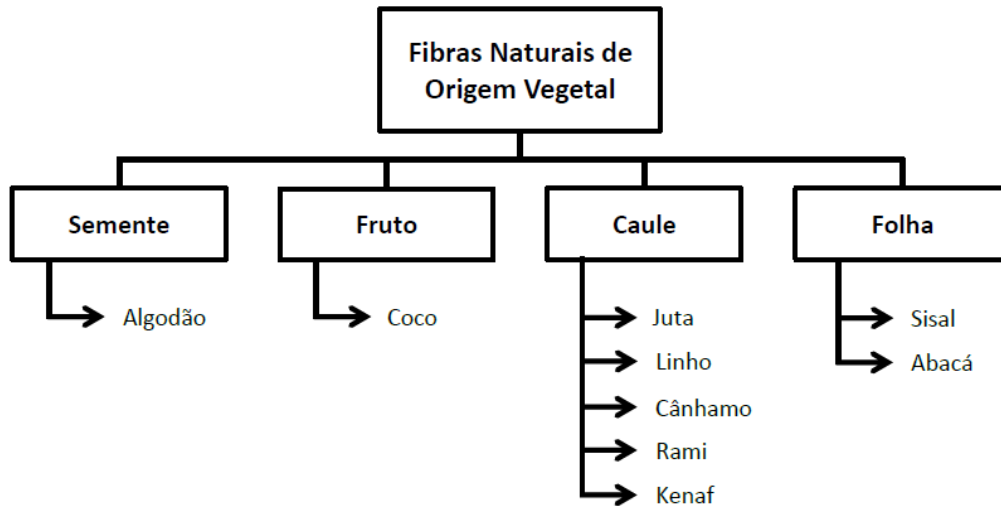
2.2.2 Fibras naturais

A expressão "fibras naturais" compreende as fibras animais, vegetais e minerais. No presente estudo (e na indústria de compósitos em geral), no entanto, apenas as fibras vegetais foram exploradas. Provenientes do caule, semente, fruto ou folhas de determinadas plantas (Figura 3), as fibras em seu estado natural atuam como agentes de sustentação para as plantas, e quando utilizadas para a produção de materiais compósitos, podem atuar como reforço estrutural (THOMAS; POTHAN, 2009).

As fibras são renováveis e consideradas neutras do ponto de vista da emissão de gases, já que absorvem a mesma quantidade de dióxido de carbono que produzem. Ao longo de sua manipulação geram resíduos orgânicos e, ao final de seu ciclo de vida, sua escória pode ser utilizada como combustível na geração de energia elétrica. Portanto, são materiais completamente biodegradáveis (BRITO et al., 2011).

As fibras vegetais vêm gradativamente substituindo as fibras sintéticas no ramo dos materiais compósitos (matriz polimérica com fibras de vidro, carbono ou polímero, por exemplo), pois elas apresentam custos mais baixos, apresentam propriedades compatíveis com as fibras sintéticas (tenacidade, dureza, resistência à fadiga e impacto, ductilidade etc.), e são componentes naturais, e, portanto, biodegradáveis. Na construção civil, como ocorre nos tijolos de adobe, as fibras naturais auxiliam na redução da retração desses tijolos, por meio da rápida eliminação da água (SOUZA et al., 2020; THOMAS; POTHAN, 2009).

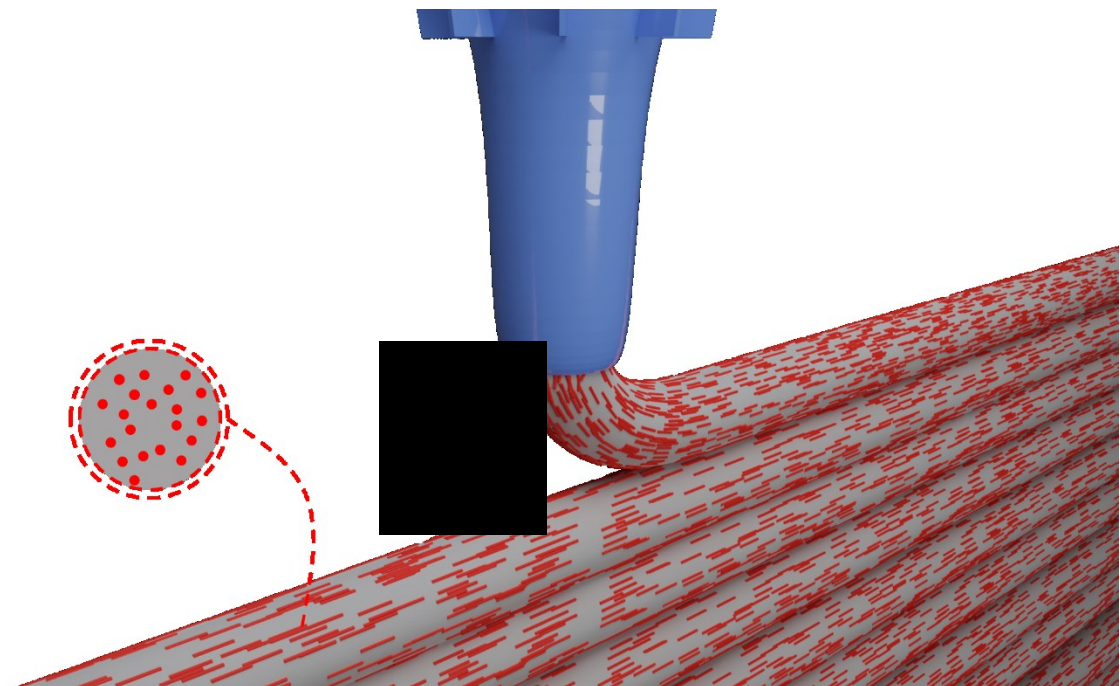
Figura 3 - Exemplos de fibras vegetais.



Fonte: (FRANCISCO; DE CASTRO, 2013).

Além disso, estudos indicam que a direção de deposição das fibras influencia na resistência mecânica final do produto conformado. A técnica de *robocasting* força as fibras a alinharem-se horizontalmente (veja a Figura 4 e apêndice D), paralelo ao sentido da impressão, o que permite que as fibras tenham maior performance (HAMBACH et al., 2016; SOUZA et al., 2020).

Figura 4 - Representação esquemática da disposição das fibras impressas e vista frontal da seção do filamento.



Fonte: Autor

Pinheiro (2009) concluiu em seu estudo que a utilização de fibras de coco aumentou a resistência à compressão de tijolos de adobe em 37% quando comparado a tijolos de adobe comuns.

Na área da impressão não é diferente, Ferreti et al. (2022) avaliam em seu estudo a utilização de cascas de arroz trituradas e cascas de arroz inteiriças, com a finalidade de aumentar as propriedades mecânicas da impressão com o passar do tempo. E concluíram que as amostras com cascas de arroz trituradas obtiveram valores de rigidez maiores, devido ao aumento na área superficial de contato entre a fibra e a matriz cerâmica.

Mazantti (2019) avaliou diversos tipos de fibras naturais, tais como: bambu, farinha de madeira, cana de açúcar, casca de cacau e outras fibras, como *filler* de filamento polimérico de impressoras 3D que utilizam a tecnologia *Fused Deposition Modeling (FDM)*. Ele observou que as fibras naturais podem ajudar a reduzir os custos de fabricação do filamento, e, ainda assim, manter as suas propriedades mecânicas. Ademais, quando um polímero biodegradável é utilizado junto desse filler natural, essas fibras são compatíveis com o polímero, mantendo as características biodegradáveis do filamento resultante.

Neste estudo foram utilizadas fibras curtas de bagaço de cana de açúcar (material é abundante e pode ser reaproveitado do descarte de outros processos fabris), com dimensões variando entre 500 e 1000 μm , o que permitiu a avaliação do efeito de sua adição à pasta cerâmica.

2.2.3 Aditivos

Aditivos são compostos químicos, sintéticos ou não, adicionados à suspensão/pasta cerâmica que será conformada com a finalidade principal de alterar as suas propriedades reológicas. Alguns exemplos:

- i. Defloculante: Composto químico que promove a deflocação de uma composição, ou seja, promove a dissolução de aglomerados (REED, 1995). Recomenda-se a utilização em pequenas quantidades (até 1% em massa na composição), assim como fizeram Kontovourkis e Tryfonos (2020) em seu estudo, no qual utilizaram apenas 0,43%;
- ii. Plastificante: Produto utilizado para aumentar a trabalhabilidade e coesão de pastas cerâmicas (cimento, por exemplo), deixando-a mais fluida e utilizando

menos água na composição (ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1992; SOUZA et al., 2020). A bentonita, por exemplo, é um tipo de argila com elevada plasticidade, e, assim, pode ser utilizada como um aditivo plastificante. Como exemplo, Keep (2020) adicionou 5% em massa de bentonita em uma pasta cerâmica para obter a plasticidade necessária para impressão. Outro exemplo de plastificante abundante e de baixo custo é a cola branca (poliacetato de vinila - PVA). Pires (2013) mostra em seu estudo que a adição de cola branca aumenta a coesão e trabalhabilidade da pasta projetada para conformação de tijolos adobe;

- iii. Ligante: São aditivos (orgânicos ou inorgânicos) utilizados para melhorar a resistência a verde da pasta, para que essa possa ser trabalhada. Também são conhecidos como umidificantes, espessantes e são bem similares aos aditivos plastificantes (REED, 1995).

Além desses, existem os surfactantes, floculantes e aditivos naturais ou provenientes de subprodutos que apresentam resultados equivalentes aos sintéticos e são alternativas viáveis. Ahmed, Ahmed e Saied (2017) concluíram em seu estudo que a adição de pelos de cabra ao cob resultou no aumento da resistência à compressão, assim como serragem de madeira, acrílico e grampos de aço os quais também exerceram o mesmo efeito.

2.3 APLICAÇÕES DO ROBOCASTING DE MATERIAIS CERÂMICOS

As aplicações de manufatura aditiva utilizando argila como matéria-prima se enquadram, em sua grande maioria, nas áreas de biomateriais e construção civil. No entanto, há diversas outras áreas onde a técnica pode ser aplicada, como na indústria da arte (STRANGE, 2022), metalmecânica (SOUZA et al., 2018), petróleo e gás (GOULDING; BONAFE, 2021), farmacêutica (AMS BRASIL, 2020), aeroespacial (AMS BRASIL, 2021) e muito mais.

Logeshwaran, Elsen e Nayak (2023) concluem, em seu estudo sobre impressão 3D de *scaffolds* de compósitos biocerâmicos de bentonita com hidroxiapatita para aplicações de tecidos ósseos, que a fabricação desses componentes utilizando a técnica de *robocasting* pode ser a técnica de melhor custo-benefício, comparado à outras técnicas de manufatura aditiva. Além disso, o estudo mostrou resultados promissores na extrudabilidade e reologia da pasta

estudada, como também nas propriedades mecânicas do corpo de prova impresso. Após sinterizado, o *scaffold* biocerâmico apresentou resistência à compressão de 52 MPa.

Berman et al. (2023) demonstram em seu estudo a utilização da técnica de manufatura aditiva com argila do tipo terracota, para impressão de recife de corais artificiais de alta complexidade (Figura 5). O foco do estudo era fabricar grandes habitats marinhos e valendo-se da impressão 3D para atingir geometrias altamente complexas, que é o que ocorre naturalmente em recifes de corais. A Figura 5 mostra como as técnicas de impressão podem ser revolucionárias na fabricação de recifes artificiais de corais, já que esses podem ser impressos de forma modular e diversos recursos estruturais podem ser criados, como cavidades, texturas e vazios dentro de uma grande estrutura de coral artificial.

Figura 5 - Sistema modular de recife de corais artificial impresso com argila do tipo terracota.

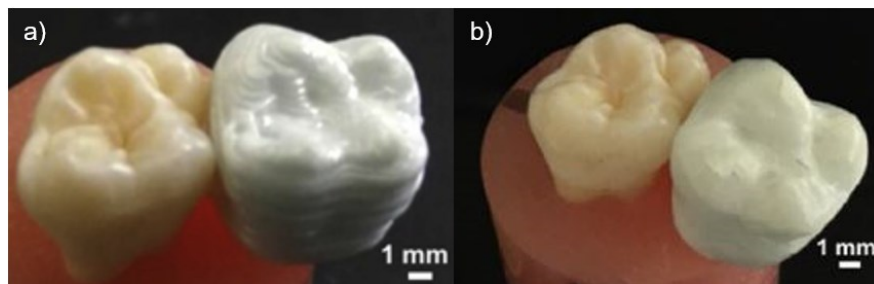


Fonte: Adaptado de (BERMAN et al., 2023).

Rodrigues et al. (2020) otimizaram pastas cerâmicas de zircônia sem a presença de aditivos ligantes para a produção de dentes utilizando a técnica de *robocasting*. Eles concluíram que utilizando uma pasta contendo 88% em massa de sólidos de zircônia e até 1,2% em massa de dispersante (DolapixCE64), com

agitação mecânica ultrassônica (10 min), pode-se evitar a necessidade de utilização de aditivos ligantes, aditivos esses que geralmente são utilizados na manufatura aditiva com pastas cerâmicas. Por fim, concluíram que estruturas odontológicas impressas por *robocasting*, tal como mostrado na Figura 6, possuem propriedades promissoras quanto à porosidade, acabamento superficial e resistência mecânica.

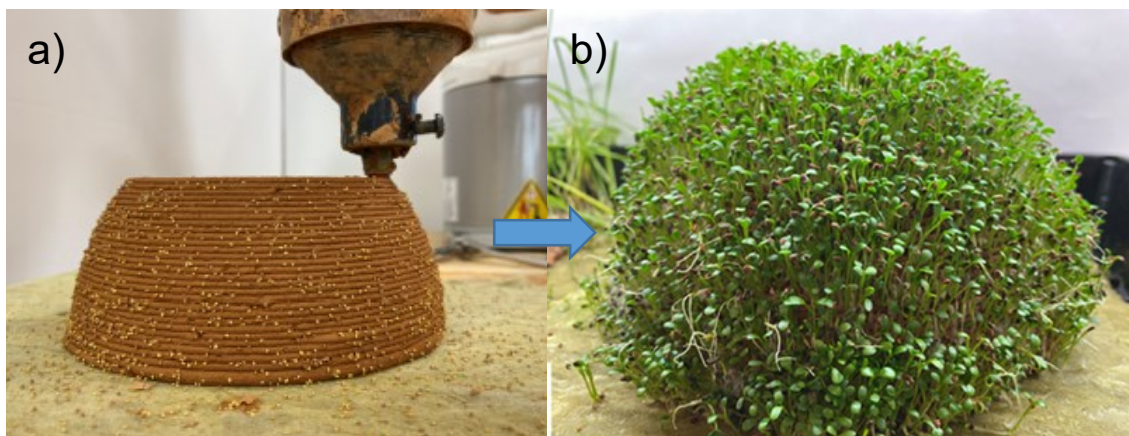
Figura 6 - Fotografias de protótipos de dentes de zircônia impressos por robocasting (direita): a) recém impresso e b) pós-processado.



Fonte: Adaptado de (RODRIGUES et al., 2020).

Barnes et al. (2022) avaliaram em seu estudo a impressão de estruturas de solo ecologicamente ativas, em que investigam a viabilidade de impressão de estruturas a partir do solo que permitam o cultivo de vida vegetal, Figura 7.

Figura 7 - Fotografias de estruturas de solo ecologicamente ativas: a) recém impressa e b) após o crescimento de vida vegetal.



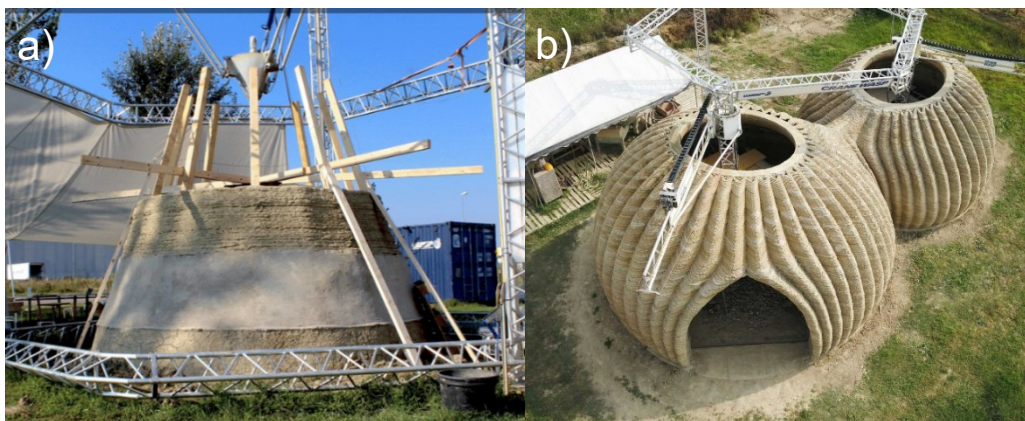
Fonte: adaptado de (BARNES et al., 2022).

Os pesquisadores obtiveram sucesso na criação dessas estruturas de maneira que foi possível germinar e crescer matéria vegetal nas estruturas impressas de solo ecologicamente ativas. Essas estruturas podem ser impressas

utilizando diversas composições de solos de forma que aumente a gama de espécies de plantas. Uma desvantagem do processo notada pelos autores é a necessidade de maior consumo de água durante o processo de secagem da estrutura, já que há também a perda de água pelas raízes das plantas acomodadas na estrutura.

Por fim, há também projetos por parte da iniciativa privada, como ocorre por meio da empresa italiana Wasp, a qual possui alguns projetos já consolidados, como por exemplo os projetos: (i) Eremo (Figura 8a), que trata-se da impressão de paredes circulares utilizando solo composto por argila, silte e fibras de palha extraídas *in loco* (MORETTI, 2017); e (ii) Tecla (Figura 8b), que realiza impressão de iglus conectados entre si, utilizando argila, agregados e fibras vegetais extraídas *in loco* e com várias extrusoras operando em conjunto (CHIUSOLI, 2021).

Figura 8 - Fotografias mostrando: a) projeto Eremo e b) projeto TECLA.



Fonte: Adaptado de (MORETTI, 2017) e (CHIUSOLI, 2021).

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nesta seção são abordados os materiais, assim como os métodos utilizados para preparação e caracterização das pastas cerâmicas.

3.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

Foram utilizados metacaulim (Metacaulim HP ULTRA) e bentonita (Volclay) como matriz e plastificante, respectivamente.

A composição química, mineralógica, análise térmica, densidade real, distribuição de tamanho de partículas e os componentes voláteis do metacaulim foram analisados, respectivamente, por espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX, Philips PW 2400), difração de raios X (DRX, PW-1830, Philips model X'PERT) – (2θ de 5° a 60° , com velocidade de $0,02^\circ \text{ s}^{-1}$ e detector de $\text{CuK}\alpha$ com filtro de Ni), termogravimetria (TG, TA Instruments SDT-Q600) – (método de rampa de temperatura, aquecendo a $10^\circ \text{C}/\text{min}$, até os 1000°C , utilizando gás de nitrogênio a uma vazão volumétrica de $100 \text{ mL}/\text{min}$ e cadinho de platina), picnometria a gás hélio (Quantachrome Ultra Pycnometer 1200e) e analisador de tamanho de partícula a laser (Master Sizer 3000, Malvern). Já a fibra do bagaço de cana de açúcar teve sua dimensão e geometria avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV, JEOL JSM-6390LV Scanning Electron Microscope). Todo o fluxo de trabalho pode ser observado na Figura 9.

3.2 PREPARAÇÃO DA PASTA

A preparação da pasta cerâmica segue o seguinte fluxo de trabalho (Figura 9): i) primeiramente as matérias-primas foram inseridas em um béquer (primeiro os pós, depois as fibras e finalmente a água); ii) em seguida foram homogeneizadas por meio de um agitador mecânico de bancada a 210 rpm , por três minutos e iii) feito isso, obtém-se a pasta cerâmica.

Figura 9 - Fluxograma do trabalho realizado.



3.3 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO DAS PASTAS E COMPONENTES IMPRESSOS

Seguindo o fluxo da Figura 9, as pastas foram caracterizadas quanto as suas propriedades reológicas, limite de plasticidade, e os componentes impressos foram avaliados quanto a retração de secagem e resistência mecânica à compressão, conforme descritos na sequência.

3.3.1 Reologia das pastas

As propriedades reológicas foram medidas e analisadas em um viscosímetro (Thermo Scientific™ HAAKE™ Viscotester™ Iq). A partir dessas análises foi possível determinar o comportamento reológico das pastas, isto é, se apresentam comportamento plástico, pseudoplástico, dilatante, tixotrópico e reopético.

As informações obtidas com o reômetro serviram como uma prévia do comportamento do material quando submetido ao processo de extrusão na impressora 3D, bem como sobre a edificabilidade dos elementos impressos.

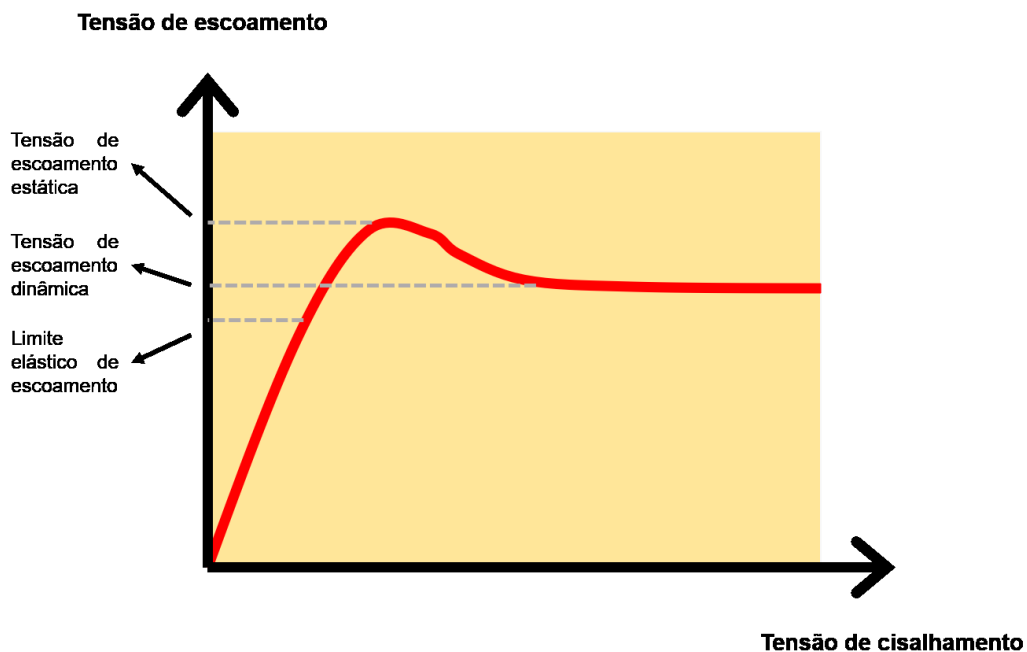
Foram realizados testes em composições de metacaulim com bentonita (1 ensaio para cada composição, variando o percentual de bentonita, mas mantendo o teor de água) e utilizando placas paralelas de 35 mm com gap de 1 mm. Este ensaio visa a obtenção do ponto máximo de tensão de escoamento da pasta cerâmica em cada composição.

A tensão de escoamento (T_0) é a tensão mínima necessária para que um material comece a fluir como um líquido. No entanto, se a tensão aplicada for menor que T_0 , o material se comporta como um sólido e não flui. Em produtos como cremes, pastas e géis, a existência de T_0 é comum e pode ser atribuída a interações entre as partículas que formam uma rede contínua de resistência variável. No caso de suspensões, a presença de T_0 é diretamente relacionada à formação dessa rede contínua de interações entre as partículas. Quanto mais forte forem essas interações, maior será a resistência da rede e, conseqüentemente, maior será o valor de T_0 necessário para iniciar o escoamento (UHLHERR et al., 2005).

O ensaio realizado para obtenção do ponto máximo de tensão de escoamento foi o método da rampa de tensão. O teste consiste em aplicar uma

rampa de tensão, na qual a tensão de cisalhamento varia gradualmente entre um valor mínimo e máximo, de forma que o intervalo inclua o valor de T_0 . Se não houver um valor estimado para T_0 , é recomendado escolher um valor mínimo ligeiramente acima do limite aceito pelo equipamento para garantir que T_0 seja incluído na rampa de tensão (Figura 10). Dessa forma, é possível determinar o valor da tensão de escoamento do material, ou seja, o valor mínimo necessário para que ele comece a se comportar como um líquido e a fluir (SAMPAIO; FRANÇA; BRAGA, 2007).

Figura 10 - Curva do ensaio reológico para obtenção do ponto de escoamento.



Fonte: adaptado de (DE VICENTE; KLINGENBERG; HIDALGO-ALVAREZ, 2011).

O limite de elasticidade de escoamento se refere à tensão de cisalhamento máxima que pode ser aplicada em uma pasta sem que haja deformação permanente. A tensão de escoamento estática é a tensão mínima necessária para fazer o fluido fluir, enquanto a tensão de escoamento dinâmica é aquela que é necessária para romper continuamente os agregados que se formam sob a influência de forças magnetostáticas, quando a tensão aplicada excede a tensão de escoamento estática (DE VICENTE; KLINGENBERG; HIDALGO-ALVAREZ, 2011).

3.3.2 Limite de plasticidade

O ensaio para obtenção do limite de plasticidade, é prático, não necessita de instrumentos complexos e o seu resultado é instantâneo. Seu objetivo é determinar os limites do estado semiplástico e plástico de um solo, ou seja, os limites os quais esse solo pode ser facilmente conformado.

“O limite de plasticidade é definido como o menor teor de umidade com o qual se consegue moldar um cilindro com 3 mm de diâmetro, rolando-se com a palma da mão.” (LAGETEC, 2016).

O ensaio é definido pela norma NBR 6459 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016), cujas etapas são:

- a) Obter uma amostra com 50 g, passado na peneira ASTM 40 Mesh;
- b) Inserir a amostra na cápsula de porcelana, adicionar água destilada aos poucos e misturar até que se obtenha uma massa plástica e uniforme;
- c) Em posse dessa massa plástica, conformá-la de modo que se obtenha uma pequena esfera. Transfira a amostra para uma placa de vidro (Figura 11), e com a palma da mão, role a esfera com pressão suficiente para que essa tome a forma de um cilindro de 3 mm de diâmetro e 100 mm de comprimento (dimensões do gabarito);
- d) Caso o cilindro não se rompa ao atingir a dimensão do gabarito, amasse-o e devolva-o para a cápsula e repita a operação anterior. Caso ele se rompa ao atingir as dimensões do gabarito, reserve-o;
- e) Verifique a massa desse cilindro fragmentado, e feito isso, transfira os fragmentos para a estufa (com a cápsula). Mantenha a amostra na estufa, durante 16 a 24 h, em um intervalo de temperatura variando entre 105 e 110 °C;
- f) Pesar novamente a cápsula com os fragmentos e, assim, calcular o percentual de perda mássica;
- g) Repita as operações até se obter 3 valores, e assim fazer a média aritmética dos resultados.

Figura 11 - Fotografia mostrando a placa de vidro com gabarito.

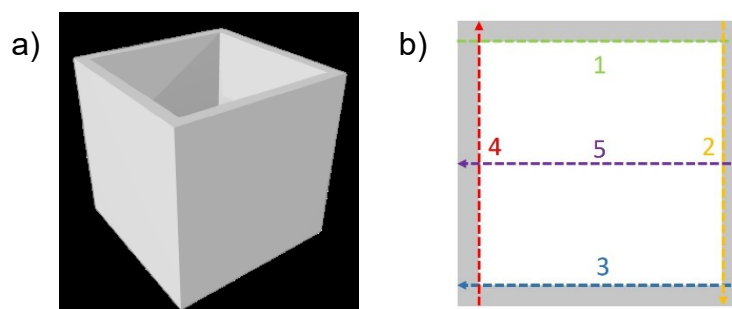


Fonte: adaptado de (LAGETEC, 2016).

3.3.3 Retração de secagem

Esse ensaio fornece a variação dimensional do material (no estado verde), sendo esse submetido a uma temperatura constante (ambiente) e sem nenhuma carga externa aplicada. Essa variação foi mensurada por meio do software *ImageJ* (programa gratuito e de código aberto). A retração foi avaliada em corpos de prova prismáticos de geometria cúbica (Figura 12a) em atmosfera controlada (ambiente laboratorial, a 20 °C e umidade relativa do ar entre 50% e 75%). Foram realizadas cinco medições (Figura 12b), uma em cada lado da amostra e no vão central, para determinação da retração média das amostras. As medições foram aferidas nas estruturas recém impressas e após uma semana de secagem.

Figura 12 - Esquemas: a) geometria da peça e b) medições realizadas.



Fonte: Autor

Para calcular o percentual de retração linear (RL), foi utilizada a Equação 1:

$$RL = \left(\frac{C_v - C_s}{C_v} \right) \times 100 \quad (1)$$

Em que:

C_v = Comprimento a verde (mm);

C_s = Comprimento seco (mm).

3.3.4 Resistência mecânica por compressão

Os ensaios mecânicos foram realizados em uma máquina de ensaios Shimadzu AGS-X 100 kN parametrizada com a velocidade de 1,3 mm/min, carga inicial de 10 N, célula de carga com capacidade máxima de 1kN e acurácia de 0,5% (na faixa entre 2 e 1000 N). O ensaio foi baseado na norma ASTM C 133 – 97 (2003). As amostras tinham dimensões de 10 mm x 10 mm (diâmetro x altura) e número de amostragem igual a 5 corpos de prova ($n = 5$) para cada composição.

Para realizar o ensaio de compressão, foram impressos cinco corpos de prova para cada composição (variando de 0 a 2% de fibra). Após a secagem total das amostras à temperatura ambiente, as superfícies superior e inferior dos corpos foram lixadas para obtenção de superfícies planas, assegurando a precisão do ensaio (Figura 13).

Figura 13 - Fotografias dos corpos de prova do ensaio de compressão: a) amostras brutas; e b) amostras com as superfícies lixadas.



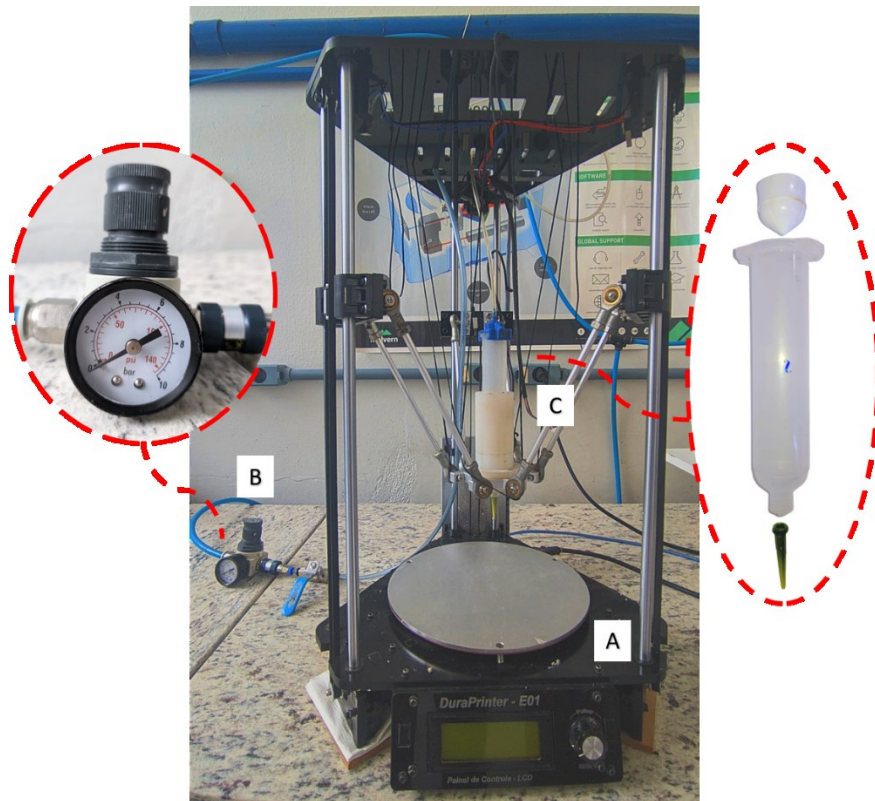
Fonte: Autor

3.4 IMPRESSORA, ACESSÓRIOS E PARÂMETROS DE IMPRESSÃO

Para a realização das impressões do presente estudo, foi utilizada a impressora 3D DuraPrinter (modelo E-01), com movimentação em delta ('A' da Figura 14). Seu sistema de deposição de material se dá por ar comprimido, que é regulado por meio da válvula reguladora de pressão (item 'B' da Figura 14). A pasta

cerâmica fica acomodada no cilindro (item 'C' da Figura 14), o qual está conectado à rede pneumática. Uma vez que há pressão no sistema, o ar comprimido força o êmbolo, que conseqüentemente empurra o material através do bocal, e dessa forma se tem a impressão.

Figura 14 - Fotografias da bancada de trabalho: 'A', impressora DuraPrinter E-01; 'B', válvula reguladora de pressão; e 'C', sistema de armazenagem da pasta cerâmica, composto por êmbolo, cilindro e bocal.



Fonte: Autor

O ar comprimido é fornecido à rede por meio de um compressor de pistão Motomil, modelo MAM-8,5/25, o qual foi configurado para trabalhar na pressão máxima de 4,5 bar devido à limitação de resistência mecânica dos componentes de impressão.

Foram utilizados cilindros de dois tamanhos diferentes para a realização das impressões (Figura 15), adquiridos da empresa Nordson. O primeiro contém 30 cm³ de volume e o segundo 55 cm³. Os cilindros são feitos de polipropileno e sua pressão máxima de operação é de 100 psi (~7 bar).

Figura 15 - Fotografia dos cilindros utilizados no estudo (30 cm³ e 55 cm³).



Fonte: Autor

Foram utilizados três diâmetros de bico diferentes (4,5 mm, 1,6 mm e 1,19 mm), sendo estes adquiridos da mesma empresa e também feitos de polipropileno., vide Figura 16.

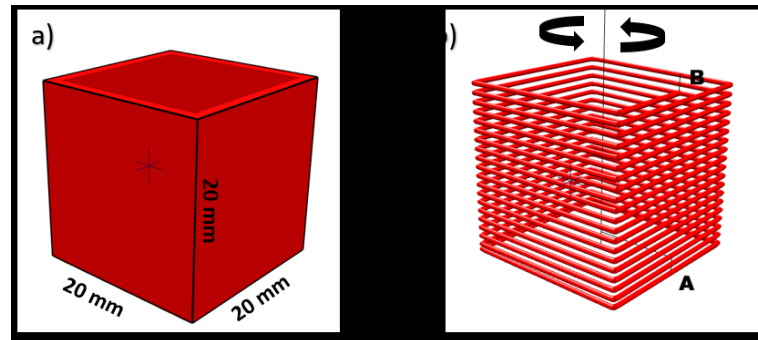
Figura 16 - Fotografia dos bicos utilizados no estudo (abertura de 4,5 mm, 1,6 mm e 1,19 mm, respectivamente, dá esquerda para direita).



Fonte: Autor.

O primeiro modelo projetado para impressão foi um cubo vazado de 20 mm utilizado para o ensaio de retração, vide Figura 17a. Esse modelo foi utilizado para aferição da retração pois possui geometria linear, possuindo cantos vivos, o que favorece à formação de trincas e à análise visual da peça.

Figura 17 - Esquemas do cubo. a) modelo projetado; e b) fatiamento e movimentos de viagem da extrusora.



Fonte: Autor

A Figura 17b mostra o objeto fatiado, esse fatiamento representa também o caminho que será percorrido pelo bico extrusor. O início da impressão se dá na posição 'A' e seu término no 'B'. A extrusora se move de forma anti-horária, utilizando a função *spiral vase* (impressão de forma contínua e ininterrupta, ou seja, não há juntas entre as seções transversais, o que gera como resultado um monólito) e com velocidade constante (5 mm/s). Quando utilizada essa função, o *software* não considera uma camada como sendo uma seção transversal da peça, mas sim um ponto que compõe todo o objeto. A Tabela 3 resume os principais parâmetros de impressão adotados.

Tabela 3 - Principais parâmetros de impressão do cubo.

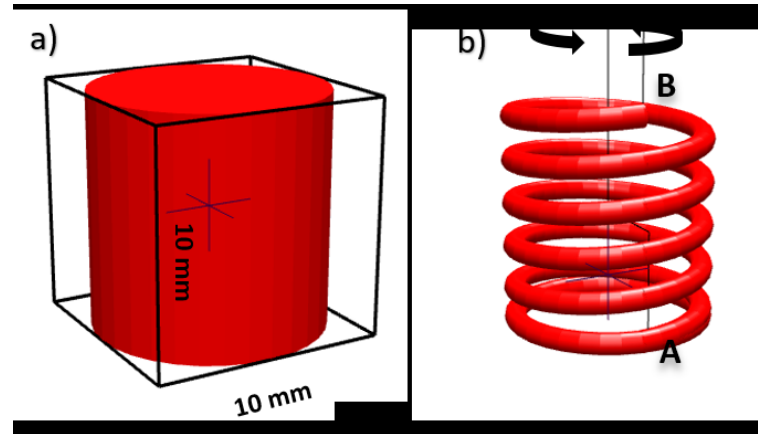
Parâmetros de impressão	Valor	
Altura da camada	1	mm
Altura da primeira camada	1	mm
<i>Spiral vase</i>	[X]	
Preenchimento	0	%
Diâmetro do bico	1,6	mm
Velocidade do bico de impressão	5	mm/s
Tempo estimado de impressão	5,3	min
Número de camadas	552	
Filamento necessário	552	mm

Fonte: Autor

O segundo modelo se trata de um cilindro maciço de dimensões de 10 mm x 10 mm (diâmetro x altura), utilizado para o ensaio de compressão, conforme mostra a Figura 18a. Para tornar o cilindro maciço, o autor optou por utilizar um bocal maior

(4,5 mm) em vez de alterar a propriedade “preenchimento” disponível no *software* de fatiamento.

Figura 18 - Esquemas do cilindro: a) modelo projetado; e b) fatiamento e movimentos de viagem da extrusora.



Fonte: Autor

A Figura 18b mostra o fatiamento e percurso que do bico extrusor, iniciando-se no ponto “A” e finalizando no ponto “B”, operando de forma contínua e no sentido anti-horário. A velocidade de impressão foi contínua, mantendo-se em 10 mm/s, levando aproximadamente 16 s para finalizar a impressão e com o filamento tendo 152 mm de comprimento. A Tabela 4 mostra os principais parâmetros de impressão para o objeto cilíndrico.

Tabela 4 - Principais parâmetros de impressão do cilindro.

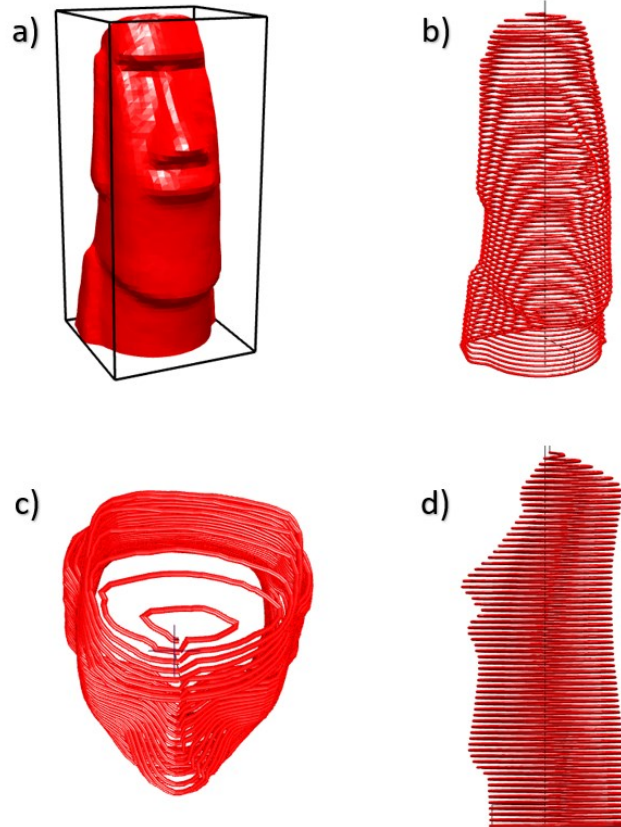
Parâmetros de impressão	Valor	
Altura da camada	1,8	mm
Altura da primeira camada	1,8	mm
<i>Spiral vase</i>	[X]	
Preenchimento	0	%
Diâmetro do bico	4,5	mm
Velocidade do bico de impressão	10	mm/s
Tempo estimado	16	s
Número de camadas	166	
Filamento necessário	152	mm

Fonte: Autor

Além dos corpos de prova utilizados para os ensaios de retração e compressão, foram impressos corpos de prova de geometria complexa, sem

utilização de fibras, para demonstração do potencial da técnica de manufatura, conforme mostrado na Figura 19.

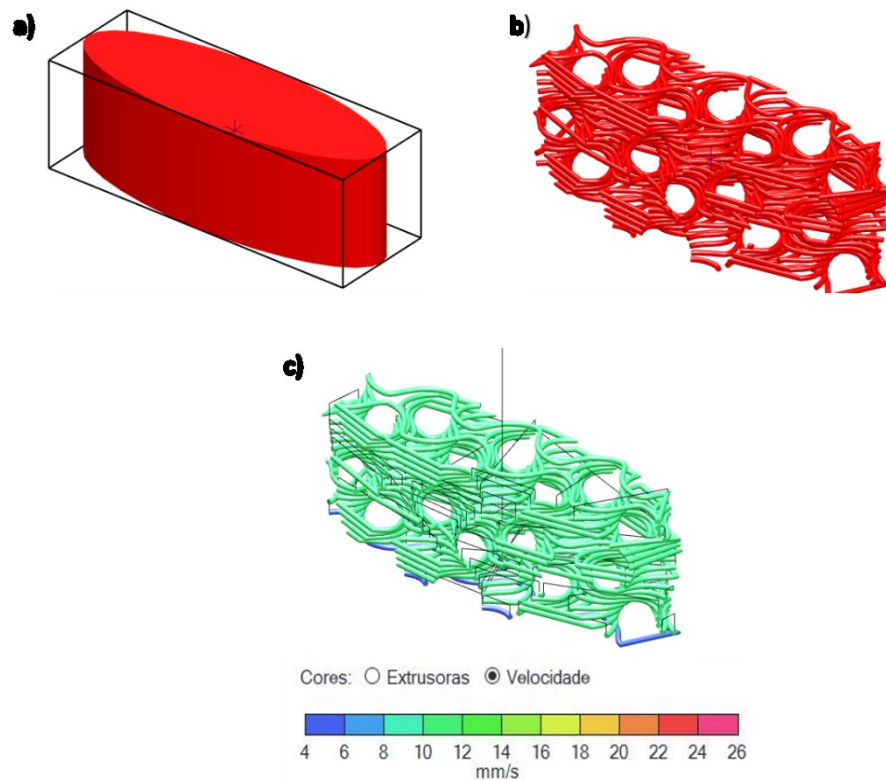
Figura 19 - Esquemas do corpo de prova de geometria complexa: a) modelo projetado; vistas do objeto fatiado: b) isométrica; c) superior; e d) lateral.



Fonte: Autor

Por fim, um protótipo de filtro utilizando o padrão de preenchimento *Gyroid*, com 50% de preenchimento também foi produzido, como mostra a Figura 20. Esse modelo foi projetado para ser impresso utilizando um bocal menor (1,19 mm) para avaliação de definição de impressão.

Figura 20 - Esquema do filtro com padrão de preenchimento *Gyroid*: a) modelo projetado; b) vista isométrica; c) velocidade, tempo estimado e comprimento total do filamento.



Fonte: Autor

A primeira camada do filtro possui menor velocidade de deposição (5 mm/s), para que se tenha uma base sólida que sustente as camadas seguintes, como mostra o mapa de calor da Figura 20c. Diferente dos modelos anteriores, esse é impresso de forma descontínua, ou seja, camada por camada. Dessa forma, cada camada representa uma seção transversal do objeto final. A Tabela 5 mostra os principais parâmetros utilizados para a impressão do filtro.

Tabela 5 - Principais parâmetros de impressão do filtro.

Parâmetros de impressão	Valor	
Altura da camada	1	mm
Altura da primeira camada	1	mm
Preenchimento	50	%
Padrão de preenchimento	<i>Gyroid</i>	
Diâmetro do bico	1,19	mm
Velocidade de impressão do bico	10	mm/s
Velocidade de impressão do bico na primeira camada	5	mm/s
Preenchimento	10	mm/s
Velocidade de deslocamento da extrusora	200	mm/s
Tempo estimado	6	Min
Número de camadas	20	

Filamento necessário

2314

mm

Fonte: Autor

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARATERIZAÇÃO

A partir do ensaio de fluorescência de raios X (FRX) realizado em uma amostra de metacaulim (Tabela 6), observou-se que a matéria-prima é composta, em sua grande maioria, por quartzo (SiO_2), com aproximadamente 54%, e alumina (Al_2O_3), com aproximadamente 35%. Outros compostos químicos também foram encontrados, porém em menor quantidade, que são eles: óxido de potássio (K_2O), óxido de ferro (Fe_2O_3) e dióxido de titânio (TiO_2), com aproximadamente 4%, 2% e 1%, respectivamente.

Foi realizado o mesmo ensaio para a bentonita (Tabela 6), e os compostos encontrados são muito similares ao metacaulim. A maior parte dessa argila é composta por SiO_2 (53%) e Al_2O_3 (18%). Foi encontrada uma grande quantidade de água e matéria orgânica no pó analisado (17,2% de perda ao fogo), o que é comum, já que a bentonita é hidrofílica, e, portanto, tem grande afinidade com água. Foi encontrado também óxido de ferro III (4%), óxido de magnésio (2%), óxido de cálcio (2%), óxido de sódio (1%) e compostos em baixas quantidades (<1%), como óxido de titânio e óxido de potássio.

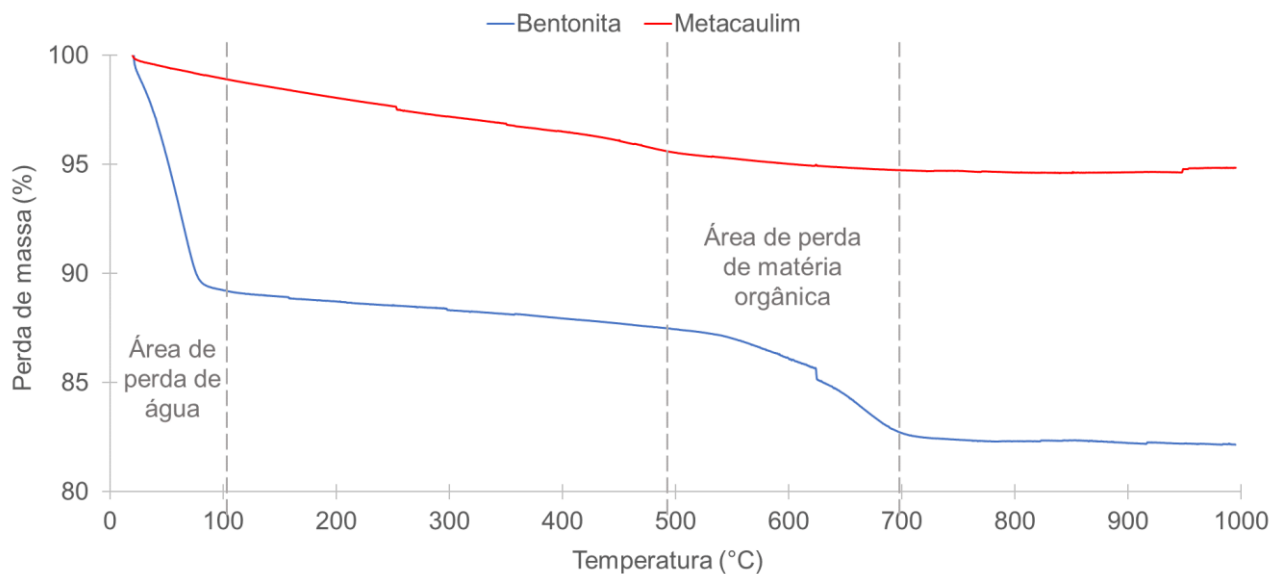
Tabela 6 – Composição química do metacaulim e da bentonita

Óxidos	Teor (%massa)	
	Metacaulim	Bentonita
SiO_2	54,2	53,2
Al_2O_3	35,0	18,3
K_2O	3,7	3,8
Fe_2O_3	2,3	-
TiO_2	1,5	-
MgO	-	2,2
Na_2O	-	1,7
CaO	-	2,4
Outros	0,16	0,8
Perda ao fogo	3,0	17,2

Fonte: Autor

Por meio do ensaio de termogravimetria (TG), foi possível averiguar a perda de massa das amostras devido à interação com a atmosfera sob influência da temperatura, como mostra o Gráfico 5. Observou-se que a perda de massa das amostras de metacaulim e bentonita foi de 5,1% e 17,8%, respectivamente. Esses valores vão de encontro ao observado no ensaio de FRX. A região até 110 °C é referente à perda de umidade dos pós. Calculou-se que o metacaulim e a bentonita tiveram uma perda de 1,1% e 10,9% de água, respectivamente. Já o intervalo entre 500 °C e 700 °C é referente à perda de matéria orgânica, que é evidenciada pela curva da bentonita, porém o mesmo não ocorre com o metacaulim pois esse já passou por uma etapa prévia de calcinação (eliminação de matéria orgânica).

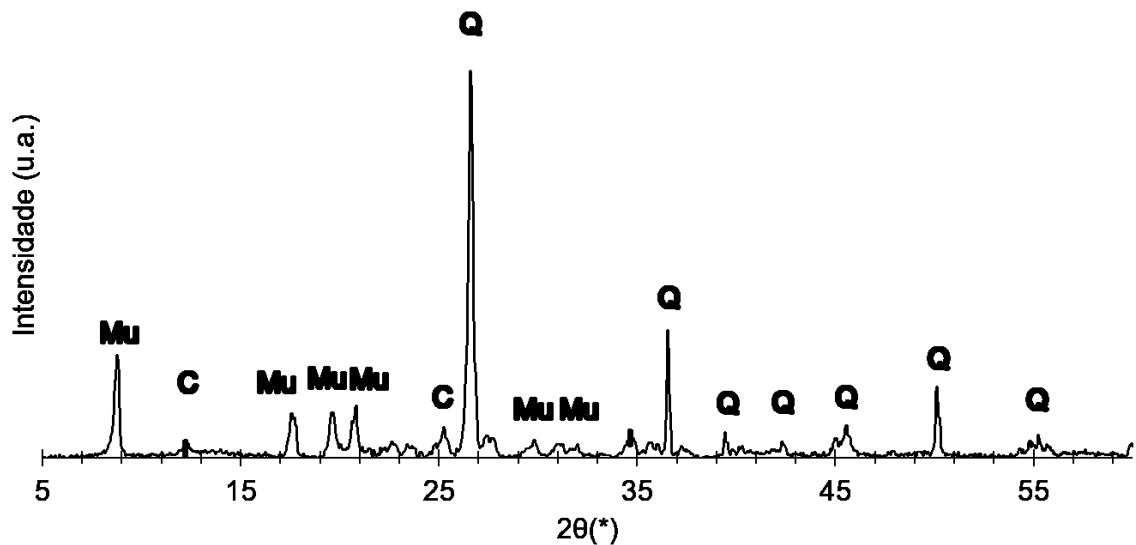
Gráfico 5 – Termogravimetrias dos pós de: metacaulim e bentonita.



Fonte: Autor

A partir da análise e tratamento dos dados obtidos com o ensaio de difração de raios X, obteve-se o Gráfico 6, onde é possível visualizar os picos de difração, os quais representam as fases cristalinas da amostra. Nota-se grande presença de quartzo 'Q' (SiO_2), assim como mostrou o FRX, e a presença de muscovita 'Mu' ($\text{K}_{0.82} \text{Na}_{0.18} (\text{Fe}_{0.03} \text{Al}_{1.97}) (\text{Al} \text{Si}_3) \text{O}_{10} (\text{OH})_2$).

Gráfico 6 - Análise de DRX feita na amostra de metacaulim.



Sigla	Nome	Fórmula	Qualidade	Número da carta
Q	Quartzo	Si O ₂	* (excelente)	00-046-1045
Mu	Muscovita 2#1	(K _{0.82} Na _{0.18}) (Fe _{0.03} Al _{1.97}) (Al Si ₃) O ₁₀ (O H) ₂	C (Calculado)	00-080-0743
C	Caulim	Na _{0.3} Al ₄ Si ₆ O ₁₅ (O H) ₆ !4 H ₂ O	B	00-029-1490

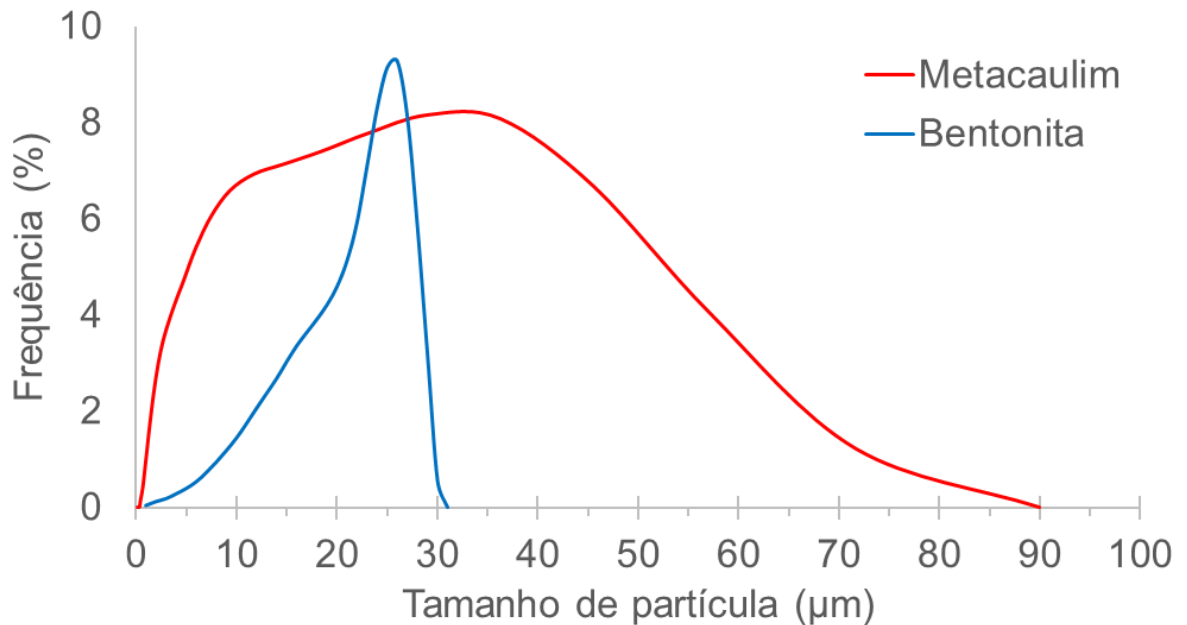
Fonte: Autor

A partir do ensaio de densidade real por picnometria a gás hélio e utilizando amostras secas dos pós de argila, foram encontradas as densidades reais do metacaulim e da bentonita, isto é, 2,47 g/cm³ e 2,54 g/cm³, respectivamente.

Por meio do ensaio de distribuição de tamanho de partícula, observou-se que a distribuição das partículas de metacaulim se dá de forma monomodal (Gráfico 7), ou seja, as partículas se distribuem em um único intervalo de tamanhos entre 10 e 40 µm. Observou-se também que os percentuais de distribuição (frequência) se deram da seguinte forma: d₁₀ = 2,64 µm; d₅₀ = 14,9 µm; e d₉₀ = 48,4 µm, ou seja, 10% das partículas da amostra estão abaixo dos 2,64 µm, 50% abaixo de 14,9 µm e 90% abaixo de 48,4 µm.

A distribuição de tamanho de partícula da bentonita também segue o padrão monomodal (Gráfico 7), no entanto a amplitude da distribuição é menor. Sendo assim, os tamanhos das partículas concentram-se em um intervalo menor, isto é, entre d₁₀ = 2,96 µm; d₅₀ = 14,8 µm; e d₉₀ = 31,5 µm.

Gráfico 7 - Curvas de distribuição de tamanho de partícula dos pós. a) metacaulim e b) bentonita.



Fonte: autor

A seguir, na Tabela 7, é possível verificar a distribuição do tamanho das partículas dos pós caracterizados de acordo com normas brasileira e internacionais vigentes para classificação granulométrica. Nota-se que o metacaulim possui 8,8% de argila, enquanto que a bentonita possui 6%. A quantidade de silte é menor, 90% contra 94% da bentonita. No entanto, o metacaulim possui partículas classificados como areia (partículas de granulometria superior a 60 µm), composto por 1,2%. Apesar de possuir maior quantidade de argila (partículas de granulometria inferior a 2 µm), o metacaulim possui areia em sua composição e silte de maior dimensão, comparado à bentonita, o que pode explicar sua baixa plasticidade e a necessidade de um aditivo plastificante.

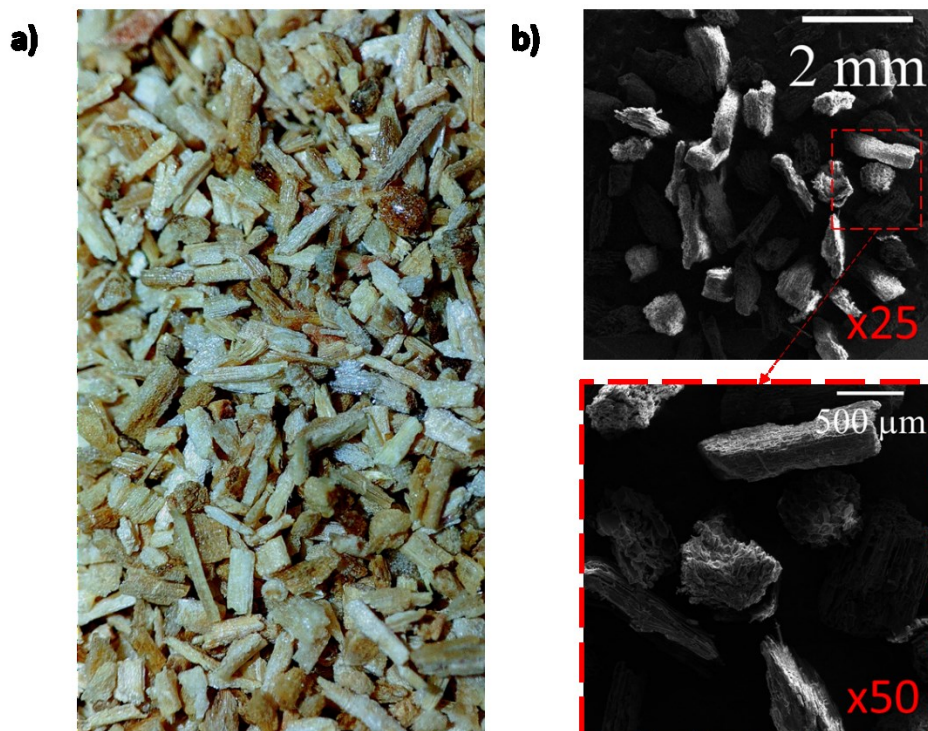
Tabela 7 – Classificação da granulometria (tamanho de partículas) de acordo com as normas nacionais e internacionais de classificação.

Classificação granulométrica	Normas			Frações de argila, silte e areia (%)	
	Brasil	USDA	ISO	Metacaulim	Bentonita
Argila (µm)	< 2	< 2	< 2	8,8	6,0
Silte (µm)	2 - 60	2 - 50	2 - 63	90,0	94,0
Areia (µm)	60 - 2000	50 - 2000	63 - 2000	1,2	0

Fonte: Autor

Por fim, tem-se a caracterização da fibra curta do bagaço de cana de açúcar (Figura 21), a qual foi submetida à uma micrografia eletrônica de varredura (MEV), como mostra a Figura 21b, e sua distribuição de tamanho foi avaliada através do software *ImageJ*, onde encontrou-se um d_{50} maior que 500 μm e menor que 1000 μm e razão de aspecto (comprimento/diâmetro) de 3,36.

Figura 21 - a) Fotografia de uma amostra de fibra do bagaço de cana de açúcar (BCA) e b) Detalhe (MEV) com ampliação de 25 e 50 vezes.



Fonte: Autor

Além disso, com a finalidade de determinar a umidade higroscópica (umidade residual de solos, adquirida na secagem ao ar ambiente) dos pós de metacaulim e bentonita, duas amostras foram pesadas antes e depois de passarem por uma secagem forçada na estufa (à temperatura constante de 105 °C por 24 h) e desta forma calculada sua umidade. As umidades higroscópicas encontradas foram de 0,6% para o metacaulim e 13,1% para a bentonita. A umidade higroscópica depende principalmente do lugar onde as matérias-primas estão armazenadas e se há controle de umidade local, ou seja, não é uma propriedade inerente do material. Sendo assim esses valores foram levantados a fim de se caracterizar os pós e comparar com a análise termogravimétrica realizada (Tabela 8).

Apesar da umidade higroscópica relativamente alta da bentonita, a variação da razão L/S das pastas é pouco influenciada já que a argila adicionada é limitada a 5%.

Tabela 8 – Umidade higroscópica dos pós.

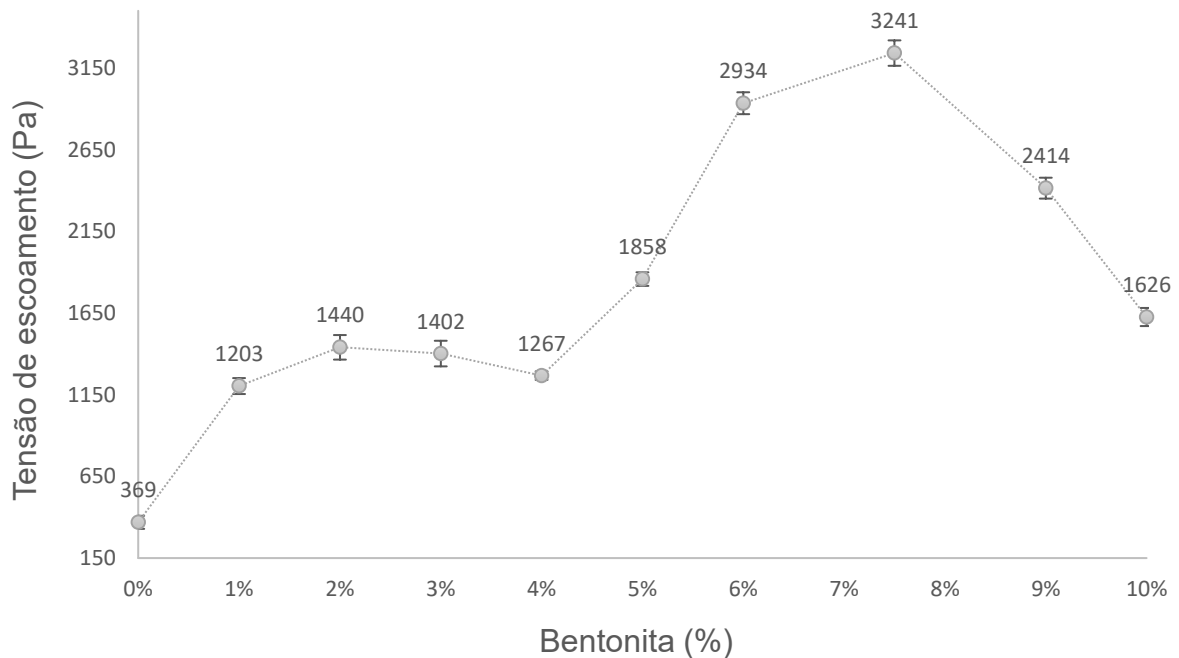
Matéria-prima	Metacaulim	Bentonita
Umidade higroscópica (% em massa)	0,6	13,1
Perda de umidade obtida por termogravimetria (% em massa)	1,2	10,9

Fonte: Autor

4.2 ENSAIOS REOLÓGICOS

Correlacionando os dados de tensão de escoamento com o percentual de bentonita de cada composição avaliada neste estudo, construiu-se o Gráfico 8.

Gráfico 8 - Tensão de escoamento em função do percentual de bentonita na pasta cerâmica, com teor de água fixo (45%) e sem fibras.



Fonte: Autor

Em concordância ao que foi observado na seção 4.2, as composições com bentonita variando de 0% a 4% se mostraram inconstantes no ensaio reológico (Gráfico 8). Como foi descrito, isso se deu pela falta de homogeneidade da pasta, que apresenta duas fases distintas: uma porção mais fluida e a outra mais coesa, isso ocorre pois há pouca argila de granulometria fina (até 2 μm) na composição, argila essa responsável por absorver a água livre do sistema, esse fenômeno é abordado posteriormente na seção 4.4. A partir de 5% de bentonita, no entanto, notou-se uma maior constância no filamento impresso e, nota-se, por meio do Gráfico 8 um aumento na tensão de escoamento, com relação à teores menores de bentonita. Portanto, o ponto máximo de tensão de escoamento pode ser um indicativo para a viabilidade da impressão. As composições seguintes (6% a 10% de bentonita) apresentaram um aumento e depois uma queda na tensão de escoamento. Esse comportamento pode ser explicado pela atuação da bentonita em conjunto com a disponibilidade de água na pasta cerâmica, que até 7,5% em massa de bentonita se comporta como um aditivo plastificante/ligante. Acima disso, por não haver mais água disponível na mistura, a bentonita fica em excesso deixando de ser um aditivo e se tornando um composto juntamente com o metacaulim, o que poderia diminuir a tensão de escoamento pela falta de água. Consequentemente, alterando o limite de plasticidade da composição. Observou-se que as pastas contendo 9% e 10% de bentonita apresentavam propriedades reológicas significativamente diferentes das pastas com teores até 7,5%. Essas pastas se mostraram extremamente plásticas, característica inerente a adição, em excesso, de elementos plastificantes. Portanto, essas amostras não apresentaram um comportamento de uma pasta tipicamente caulínica, mas de uma pasta bentonítica. Esse comportamento pôde ser avaliado pelo autor por meio de outros estudos realizados com bentonita, como mostram os resultados de trabalhos reunidos nos apêndices B e C.

4.3 LIMITE DE PLASTICIDADE

Por meio do ensaio de determinação do limite de plasticidade realizado em laboratório, a razão média de líquido/sólido encontrada foi de 0,57. Ou seja, a pasta avaliada se torna plástica (trabalhável) a partir do acréscimo de 36% em massa de água.

Esse resultado vai de encontro ao observado nas impressões (seção seguinte), já que determinou-se que a partir de 42% em massa de água, a pasta se torna imprimível. Essa diferença entre as pastas ensaiadas e o comportamento das pastas durante as impressões, indica a necessidade de maior plasticidade para a realização da impressão. A plasticidade requerida para trabalhar uma pasta cerâmica varia de acordo com o método de conformação utilizado.

4.4 IMPRESSÃO

A viabilização da impressão das pastas baseadas em metacaulim foi possível com a sua substituição parcial por bentonita e ajustes no teor de água. Assim, em um primeiro momento, várias composições foram testadas a fim de se obter uma composição imprimível.

Primeiramente, variou-se o teor de bentonita na composição da pasta, indo de 0% a 5% em massa, como mostra o Tabela 9.

Tabela 9 - Composição das amostras variando o percentual de bentonita e mantendo a razão de líquido/sólido.

Componente	Composição (%massa)					
	MB0	MB1	MB2	MB3	MB4	MB5
Metacaulim	55	54	53	52	51	50
Água	45	45	45	45	45	45
Bentonita	0	1	2	3	4	5
Total	100	100	100	100	100	100
Razão L/S	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82
Razão L/S ajustado*	0,83	0,83	0,84	0,84	0,85	0,85

*considerando a umidade higroscópica das matérias-primas.

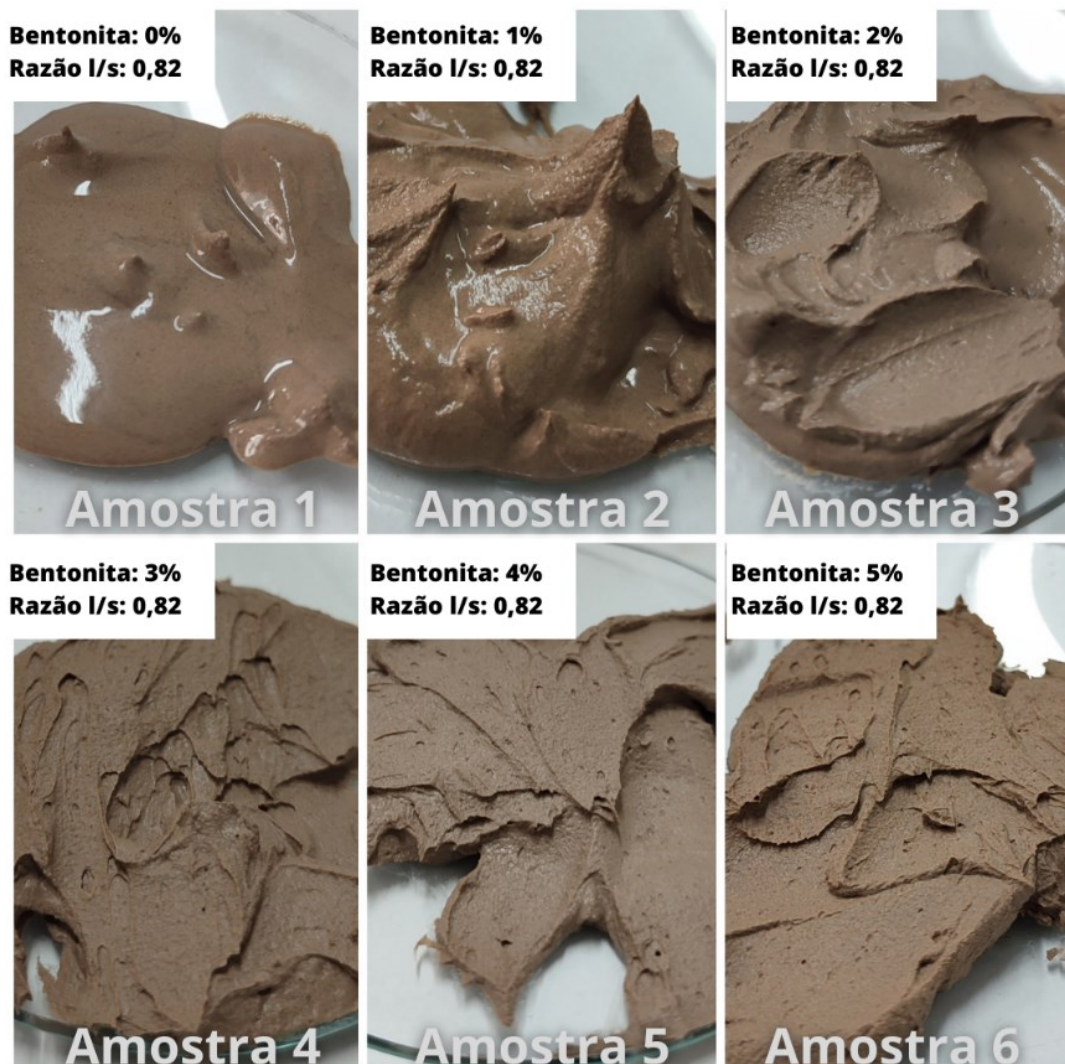
Fonte: Autor

De início já foi possível observar que não seria possível imprimir apenas com metacaulim. A pasta se mostrou heterogênea e, aparentemente, dividida em 2 fases distintas, uma porção com maior consistência e outra mais fluida. Apesar da primeira fotografia da Figura 22 mostrar uma pasta aparentemente saturada de água, o

mesmo comportamento citado foi observado em composições com menor teor de água, o que leva a conclusão de que a mistura tem pouca plasticidade.

Quando inserida no cilindro de impressão, a fase líquida saía primeiro, devido à sua baixa consistência e densidade. Assim, a parte líquida saía primeiro pelo bico de impressão, e depois a consistência tornava-se excessiva, necessitando um aumento expressivo da pressão do sistema e, ocasionalmente, entupimentos do bico. Com 1% de bentonita, no entanto, a pasta tornou-se mais homogênea, porém a fase líquida ainda era presente e o fluxo de material extrudado não era constante.

Figura 22 - Fotografias das pastas cerâmicas com razão líquido/sólido de 0,82 e com diferentes teores de bentonita em substituição ao metacaulim (% massa).



Fonte: Autor

Com 2% de bentonita a fase líquida se mostrou pontual, ou seja, em alguns pontos do filamento impresso havia variação da consistência, o que trouxe inconstância à impressão. Por exigir mais pressão que as duas amostras anteriores, ao atingir tais pontos de baixa fluidez, o filamento se tornava mais espesso devido ao aumento na taxa de deposição de material. A partir de 3% de bentonita, a composição passou a ser mais trabalhável. No entanto, ainda era notável a alteração da coesão do filamento ao longo da impressão. O mesmo ocorreu com 4% de bentonita, porém em menor escala. Para impressões onde utiliza-se sistema de alimentação mecânica (parafuso sem fim, por exemplo), essa alteração de viscosidade não seria um grande problema, já que o material estaria sempre em processo de agitação no interior da extrusora, dessa forma a pasta estaria sempre homogeneizada, ou seja, 3 e 4% de bentonita seria uma composição aceitável, pois as inconstâncias não afetariam a funcionalidade e nem a estrutura da peça final. Por fim, a melhor composição encontrada foi com 5% de bentonita e 50% de metacaulim. Com este teor, a impressão ocorreu de forma estável e contínua, ou seja, o filamento não sofreu alterações, o que tornou possível atingir uma boa resolução de impressão, e a peça acabada se mostrou dentro dos parâmetros previamente projetados.

A fim de se conhecer a razão ideal de líquido/sólido para se obter uma pasta trabalhável, seis composições foram preparadas, variando-se o teor de água em 4% em cada amostra. A Tabela 10 mostra as composições das pastas avaliadas. O teor de água variou de 30% a 50%. A razão entre líquido e sólido presente na composição variou entre 0,43 e 1,00.

Tabela 10 - Composição das amostras variando o percentual de água.

	Composição (%massa)					
	MB5A30	MB5A34	MB5A38	MB5A42	MB5A46	MB5A50
Metacaulim	65	61	57	53	49	45
Água	30	34	38	42	46	50
Bentonita	5	5	5	5	5	5
Total	100	100	100	100	100	100
Razão L/S	0,43	0,52	0,61	0,72	0,85	1,00
Razão L/S ajustada*	0,45	0,54	0,64	0,75	0,88	1,04

*Considerando a umidade higroscópica das matérias-primas.

Fonte: Autor

As razões L/S entre 0,43 e 0,61 se mostraram incapazes de formar uma pasta cerâmica, apresentando um aspecto de pó esfarelado, na iminência de se tornar uma pasta (razão de 0,61), como mostra a Figura 23. Pastas com razão de 0,72 situam-se no limite inferior da faixa de extrudabilidade deste trabalho. A partir deste teor de água (42%) a amostra apresentou aspecto de pasta cerâmica, apesar da sua viscosidade ainda ser, aparentemente, muito alta. Dependendo do bocal de saída e o sistema de alimentação da pasta, é possível imprimir utilizando essa composição. Contudo, quando utiliza-se bocais com pequenas aberturas (abaixo de 4 mm) e de um sistema de alimentação pneumático, a operação se torna arriscada. Neste caso, foi necessário utilizar altas pressões, acima de 4 bar para impressão.

Apesar do fornecedor indicar uma pressão máxima de 7 bar para evitar uma sobrecarga e danos aos componentes, notou-se que acima de 4 bar o ar comprimido começa a vazar pela vedação superior.

Pastas com razão L/S de 0,85 situam-se no limite superior de impressão, com a água na iminência de saturação. Neste caso, a pasta apresentou boa extrudabilidade para o bocal utilizado (1,6 mm). No entanto, não se recomenda a utilização dessa razão L/S para bocais de maiores aberturas e impressões com muitas camadas empilhadas.

Figura 23 - Fotografias das pastas cerâmicas variando o percentual de água.



Fonte: Autor

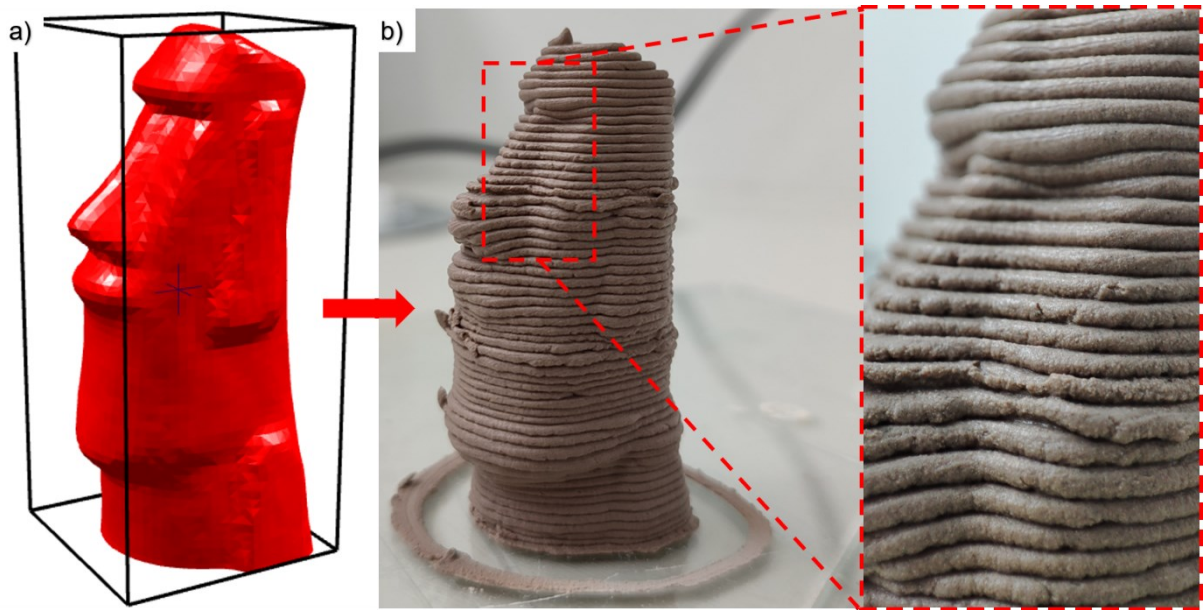
A razão líquido/sólido que obteve melhor resultado nas impressões foi a de 0,82. Para esta, foi possível variar o percentual de bentonita e ainda assim manter a definição e estabilidade do filamento, sem variações dimensionais significativas.

A fim de se testar os limites da composição, fez-se impressões de geometrias complexas com o intuito de se observar a capacidade de sustentação (suporte de carga) e a definição dos componentes impressos, ou seja, o quão próximo o corpo de prova se manteve de sua geometria projetada por CAD.

O primeiro corpo de prova complexo avaliado foi uma miniatura de uma estátua moai (Figura 24), com dimensões de 27 x 56 mm (diâmetro x altura), impressa utilizando um bocal de 1,6 mm, com velocidade de 5 mm/s, altura de camadas de 1 mm e utilizando a função *spiral vase*. Observa-se que apesar da abertura do bico ser considerada grande (1,6 mm) para a escala a qual ele está sendo utilizado, o detalhamento e definição da miniatura estão adequados. Algumas

imperfeições foram observadas em alguns pontos devido às inconstâncias do sistema de alimentação (pneumático), que é inerente a esse sistema.

Figura 24 – a) Esquema em CAD e b) fotografias da amostra de geometria complexa impressa com a pasta cerâmica com 5% de bentonia em substituição ao metacaulim com razão L/S de 0,82.



Fonte: Autor

A Figura 25 mostra outro componente impresso com formato complexo, simulando um filtro cerâmico. Para impressão, foi utilizado o padrão de preenchimento *Gyroid* com 50% de preenchimento. Além de permitir uma avaliação da definição, o intuito deste segundo teste foi verificar a possibilidade de impressão utilizando um bocal de menor dimensão (1,19 mm).

Comprovou-se ao longo do ensaio que não foi possível utilizar o menor bocal, pois sempre em algum momento do teste, ocorria o seu entupimento impossibilitando assim a impressão. Para contornar esta situação, a composição da pasta foi modificada, reduzindo-se o percentual de metacaulim e aumentando o de bentonita (de 5 para 7,5%), a fim de se reduzir o tamanho médio das partículas, mas sem alterar a razão de líquido/sólido, a qual foi mantida em 0,82. Mesmo assim, o bocal continuava a entupir, inviabilizando a impressão. Por fim, alterou-se o bocal para 1,6 mm, utilizando a composição anteriormente preparada, com 7,5% de bentonita. O resultado foi um filamento ligeiramente mais coeso e estável devido ao

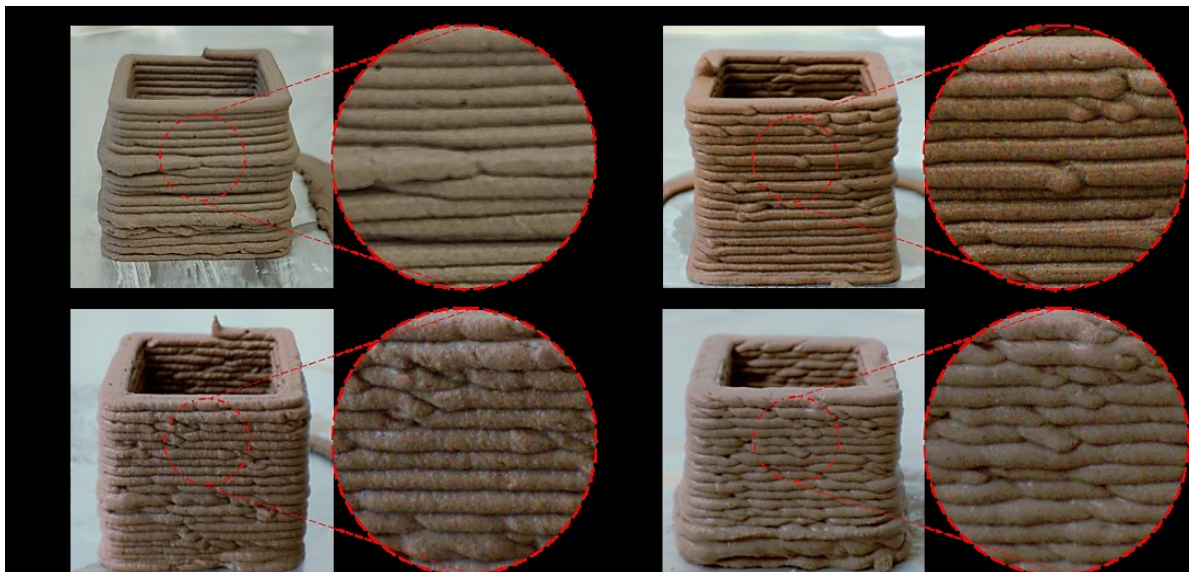
Razão L/S ajustado*	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,86
---------------------	------	------	------	------	------	------

*Considerando a umidade higroscópica das matérias-primas.

Fonte: autor

Observou-se durante as impressões que à medida que se acrescentava fibras, a pasta apresentava mais resistência à impressão, a consistência era maior e notava-se a aparição de nódulos no filamento, veja Figura 26. Na composição MB5F2,0 (com 2% em massa de fibra) não foi possível realizar uma impressão de forma contínua, ou seja, o fluxo de pasta se apresentava inconstante devido à sua baixa plasticidade, o que reduziu a sua extrudabilidade. Para reverter esta situação, optou-se por aumentar o percentual de bentonita de 5 para 7,5% em massa. Com a nova composição (composição MB7,5F2,0 com 7,5% em massa de bentonita), foi possível realizar uma impressão de forma contínua e assim avaliar o corpo de prova com o percentual de fibra de 2% em massa.

Figura 26 - Fotografias das amostras com fibra recém impressas, composições: a) MB5F0; b) MB5F0,5; c) MB5F1,0; e d) MB5F1,5.



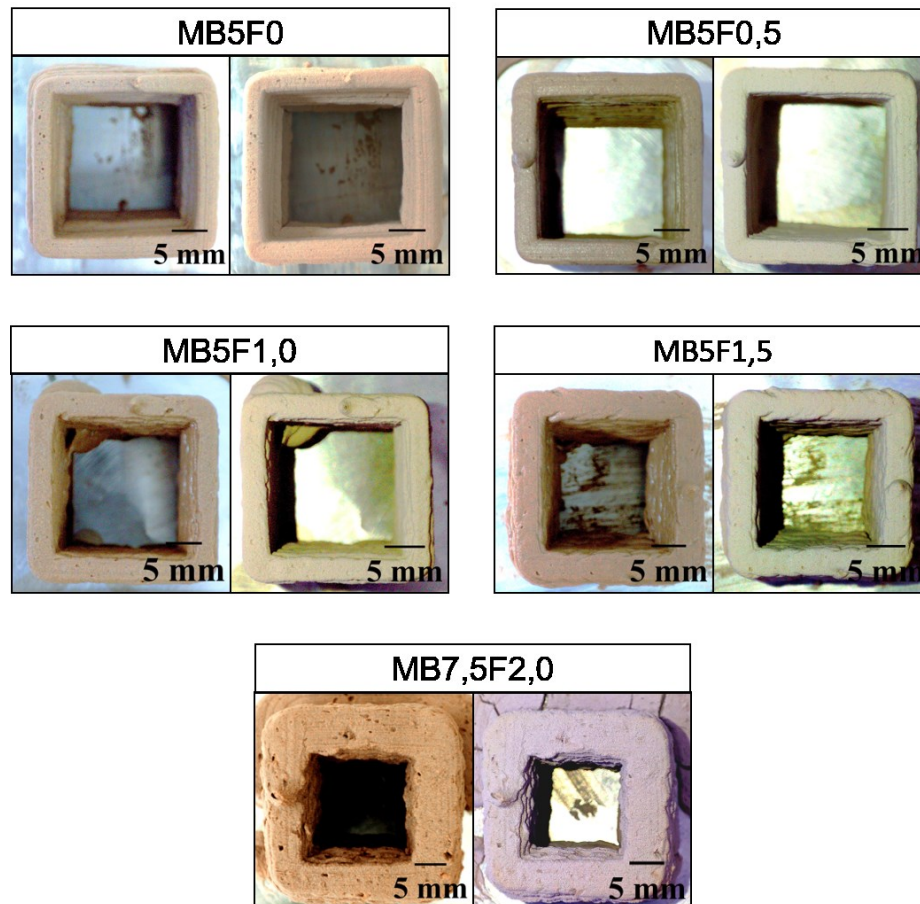
Fonte: Autor

4.5 RETRAÇÃO

A seguir, na Figura 27, é possível verificar um comparativo visual entre as composições testadas no ensaio de retração. As composições variam de acordo com o percentual de fibra incorporado na mistura, variando de 0% (MB5F0) a 2%

(MB7,5F2,0). Nota-se que a espessura do filamento cresce à medida que se aumenta o teor de fibra, isso ocorre pois a fibra absorve a água que seria destinada a ativar a argila e, conseqüentemente, atribuir plasticidade à pasta. Portanto, essa falta de plasticidade resulta em um aumento na pressão requerida para que a pasta escoe pelo bocal, e ao aumentar a pressão de trabalho aumenta-se também a deposição de material. Além disso, todas as composições foram impressas utilizando o bocal de 1,6 mm, com exceção da amostra MB7,5F2, a qual utilizou o bocal de 4,5 mm.

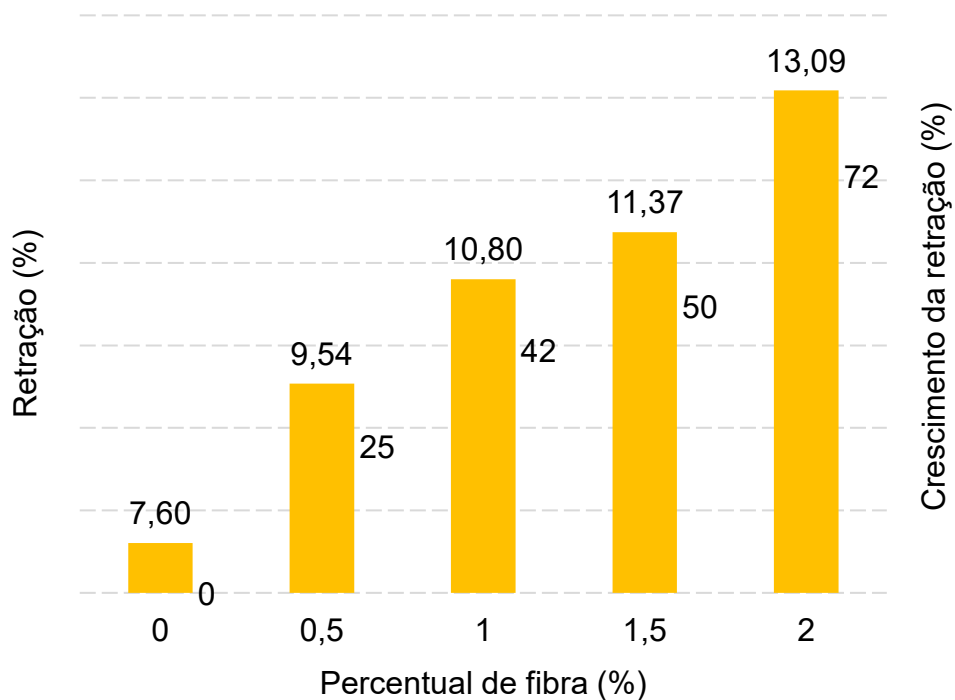
Figura 27 - Fotografias dos corpos de prova para avaliação de retração variando o percentual de fibra, corpos recém impressos (esquerda) e após uma semana (direita).



Fonte: Autor

A partir dessas imagens e utilizando o software de medição *ImageJ*, foram mensurados os comprimentos, antes e depois da amostra secar, e calculados os percentuais de retração linear de cada composição, como mostrado no Gráfico 9.

Gráfico 9 - Retração das amostras de acordo como percentual de fibra e crescimento da retração com relação à composição sem fibra.



Fonte: Autor

Em um primeiro momento, o gráfico acima pode parecer estar em discordância do que diz a literatura a respeito do efeito da fibra na retração. Conforme descrito na seção 2.2.2, a fibra auxilia na redução da retração, por meio da rápida eliminação da água presente na pasta. No entanto, nota-se que o aumento do percentual de fibra gerou também um aumento na retração das composições avaliadas.

Para aumentar o percentual de fibra e manter a razão de líquido/sólido constante nas composições avaliadas, o metacaulim foi sendo gradativamente reduzido: saindo de 50% em MB5F0 e atingindo o valor de 45,5% em MB7,5F2,0. O metacaulim é uma argila puramente caulínica, e uma das características desse tipo de argila é sua baixa retração. Além disso, a adição de fibras vegetais em uma mistura de argila pode resultar em um aumento na quantidade de água livre presente na mistura. Isso ocorre porque as fibras vegetais, geralmente sendo hidrofílicas, possuem afinidade pela água. Ao serem adicionadas à mistura, absorvem parte da água livre presente na argila, aumentando assim a quantidade total de água livre na mistura. Essa maior quantidade de água livre pode influenciar

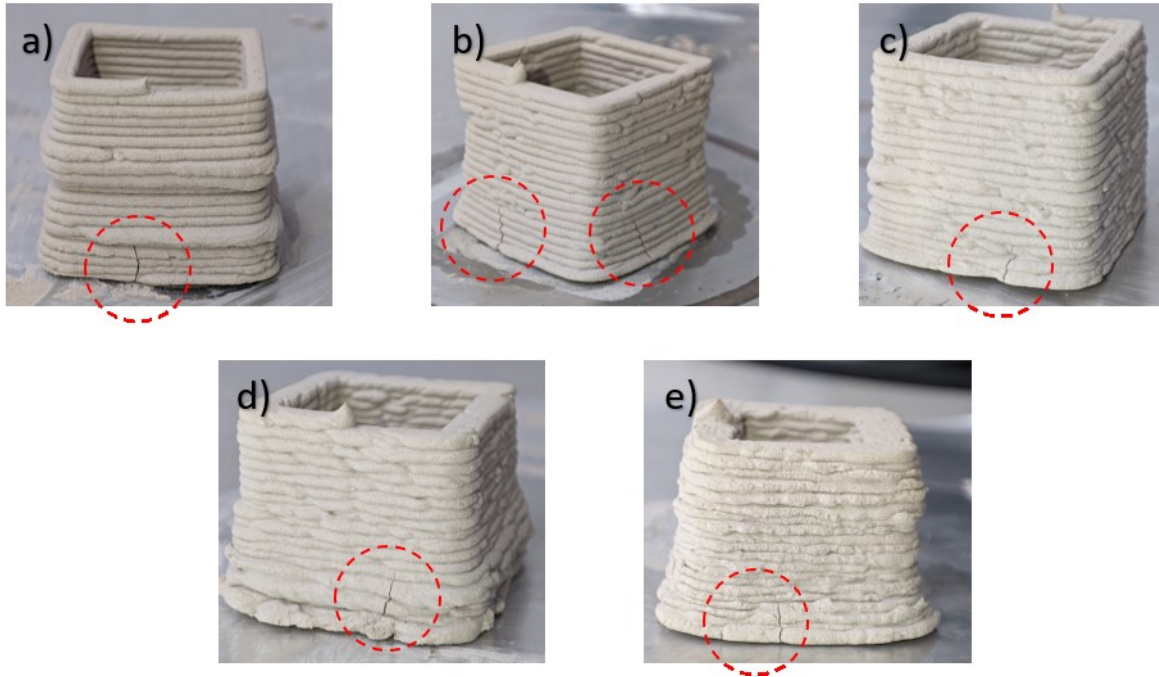
na retração de secagem do material. Durante o processo de secagem, a água livre é mais facilmente evaporada em comparação à água ligada, resultando em uma maior contração do material. Dessa forma, a presença das fibras vegetais, ao aumentar a quantidade de água livre, pode contribuir para um aumento na retração de secagem. Além disso, a adição de fibras vegetais também pode aumentar a porosidade da mistura de argila. Essa maior porosidade pode proporcionar maior espaço para a saída de água durante a secagem, o que novamente pode levar a uma maior retração do material. Portanto, a presença de fibras vegetais em uma mistura de argila pode resultar em um aumento na quantidade de água livre e na porosidade, o que pode influenciar na retração de secagem do material cerâmico.

Apesar disso, observando o crescimento da retração, por meio do Gráfico 9, nota-se que após o pico de crescimento da retração que ocorre entre 0% e 0,5%, devido à incorporação de fibras no sistema. Esse crescimento se ameniza de 0,5% para 1% e mais ainda de 1% para 1,5%, pois o incremento de fibras se torna linear. Possivelmente essa curva de crescimento se estabilizaria em algum momento após ultrapassar o percentual de 2% de fibra na composição. Isso não ocorreu nos testes realizados, já que para realizar o ensaio com 2% de fibra (MB7,5F2,0), foi necessário retirar mais metacaulim do que vinha sendo retirado e acrescentar bentonita, para compensar a baixa plasticidade da pasta. Além da retirada do metacaulim, a bentonita (que possui alta retração) influenciou negativamente na retração, o que gerou um último pico de crescimento, como mostra o Gráfico 9.

Para fins de investigação, uma amostra extra, sem fibra e com 10% de bentonita foi avaliada. Sua retração linear calculada foi de 15%, o que supera as amostras anteriores e evidencia a influência negativa da bentonita sobre a retração.

Embora o percentual de retração tenha se mostrado crescente no estudo, esse aumento não resultou em defeitos de impressão, ou seja, não houveram falhas estruturais nos corpos de prova causados por essa retração, como mostra a Figura 28.

Figura 28 - Fotografias dos corpos de prova secos (após uma semana de secagem), composições: a) MB5F0; b) MB5F0,5; c) MB5F1,0; d) MB5F1,5; e e) MB7,5F2,0.



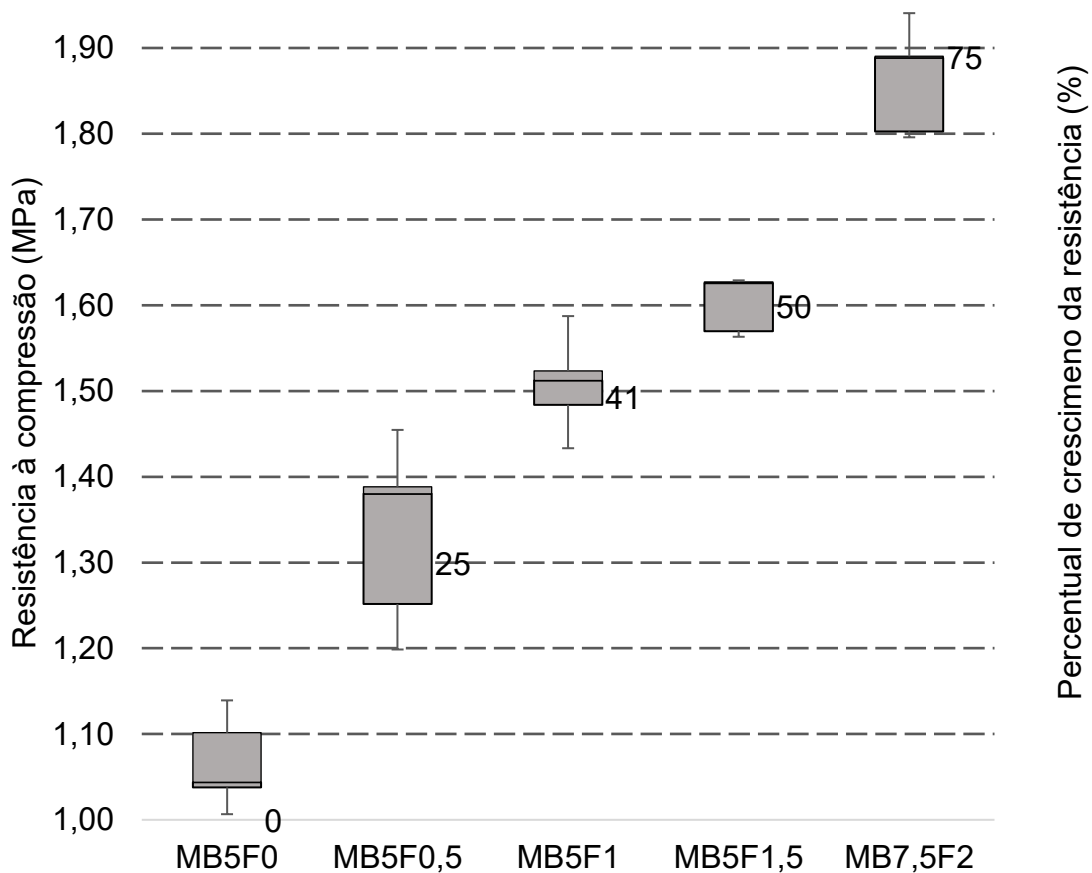
Fonte: Autor

Embora o aumento da retração seja evidente com o aumento da quantidade de fibras, foram identificadas trincas isoladas nas áreas próximas à base dos objetos impressos, possivelmente devido à interação com a folha de alumínio. No entanto, não foram observadas trincas nas áreas próximas aos cantos, que são mais suscetíveis à formação de fissuras.

4.6 RESISTENCIA MECÂNICA

O Gráfico 10 mostra os resultados de resistência mecânica à compressão das amostras com fibra.

Gráfico 10 - Resistência à compressão dos corpos de prova ensaiados, variando o percentual de fibra de 0 a 2%.



Fonte: Autor

Nota-se que a segunda composição (0,5% de fibras) aumentou a resistência mecânica à compressão significativamente com relação à primeira composição, com ganho de 25%. As três composições intermediárias (0,5%, 1% e 1,5% de fibras) mostraram um crescimento linear entre si. Por fim, nota-se também que há um grande aumento na resistência mecânica à compressão entre as composições com 1,5% e 2% de fibras, com o ganho de 14%.

Esses dois ganhos de resistência mecânica à compressão atípicos podem ser explicados da seguinte maneira: no primeiro caso (entre 0% e 0,5% de fibras), a ausência de fibras reduz significativamente a resistência mecânica à compressão do material; e, no segundo caso (entre 1,5 % e 2% de fibras), houve, além do acréscimo de fibras, o aumento do teor de bentonita à composição, isto é, de 5% para 7,5%.

Uma das principais vantagens das fibras vegetais é a capacidade de absorver e distribuir as tensões aplicadas sobre o material cerâmico. Isso ajuda a

reduzir a concentração de tensões em pontos específicos e, conseqüentemente, a minimizar o risco de fratura ou falha catastrófica. Além disso, as fibras vegetais também podem aumentar a tenacidade do material cerâmico, conferindo maior capacidade de absorver energia antes da ruptura. Isso ocorre porque as fibras absorvem parte da energia de deformação, dissipando-a ao longo da matriz cerâmica. Outro aspecto importante, é a melhora da coesão e da adesão entre as fibras vegetais e a matriz cerâmica. Quando as fibras são bem incorporadas e interagem adequadamente com a matriz, ocorre uma melhor transferência de tensões, resultando em um aumento geral da resistência à compressão do material (AL-OQLA; SAPUAN, 2014; BALESTRA; OZELAME; SAVARIS, 2020)

Não foram avaliadas composições com percentuais de fibras maiores que 2% pois para tal, seria preciso aumentar o percentual de plastificante, como ocorreu na amostra MBF20.2 e, dessa forma, descaracterizaria a pasta cerâmica de metacaulim com adição de fibras.

A Tabela 12 mostra os resultados de resistência à compressão de materiais similares. Os valores obtidos nesse estudo estão de acordo com a literatura. A bentonita possui alta resistência à compressão, especialmente a natural, a qual possui maiores valores devido à baixa sedimentação que ocorre naturalmente (PUSCH, 2006). Tijolos de adobe se assemelham muito ao material avaliado neste trabalho, já que eles são fabricados com solo local (composto por argila, silte e areia), além de uma fibra natural (palha, coco, bagaço etc.) e água. Além disso, os tijolos não passam por uma etapa de queima, eles secam ao sol e, posteriormente, são aplicados na construção. É notável uma semelhança nos valores dos dois tipos de materiais. Além do mais, vale ressaltar que a impressão 3D de pastas cerâmicas reduz a resistência mecânica à compressão das peças impressas (comparado aos métodos tradicionais de fabricação). Isso ocorre porque há mais vazios (poros) no interior da peça impressa, o que contribui para uma maior fragilização do material. Apesar disso, o material estudado apresentou valores de resistência mecânica à compressão maiores que aqueles observados em trabalhos consultados na literatura sobre este assunto.

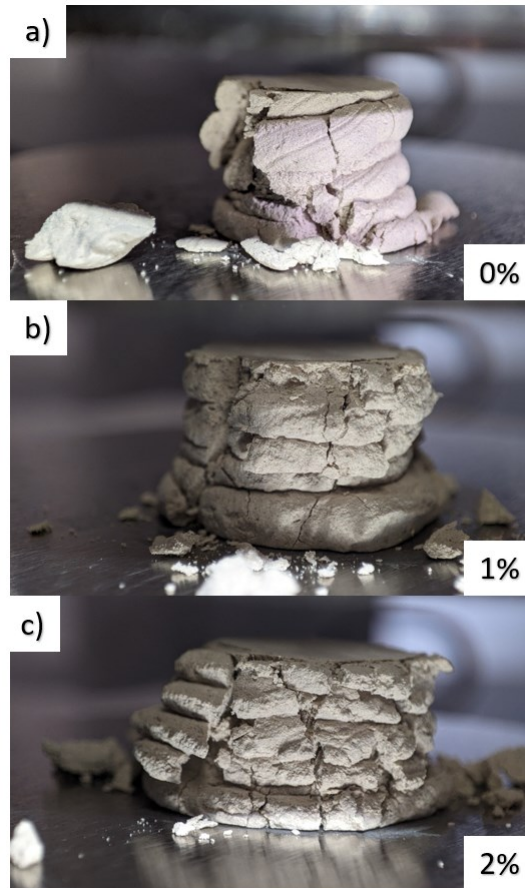
Tabela 12 - Valores de resistência à compressão de estudos similares
*Percentual em massa **Percentual em volume.

Autores	Material	Percentual de fibras (%)	Resistência à compressão (MPa)
(PUSCH, 2006)	Bentonita natural	-	2,5
(BOUGTAIB et al., 2022)	Tijolos de adobe reforçados com cal e fibras de <i>doum palm</i>	2,5*	1,1 - 1,7
(PINHEIRO, 2009)	Tijolos de adobe com fibras de coco	10**	1,43
(RODRÍGUEZ; SAROZA, 2006)	Tijolos de adobe estabilizado com melão	3*	1,44
(SAXTON, 1995)	Tijolos de cob com fibras de palha	3*	1,65
(AKINKUROLE et al., 2006)	Tijolos de cob com fibras de palha de arroz	3*	2,2
(MICCOLI; MÜLLER; FONTANA, 2014)	Tijolos de cob com fibras de palha	1.7*	1,59
Presente estudo	Metacaulim, bentonita e fibras de bagaço de cana de açúcar impresso via <i>robocasting</i>	2*	1,86

Fonte: Autor

Além do aumento na resistência à compressão do material, notou-se que o acréscimo da adição de fibras atenuou a fratura dos corpos de prova. De fato, amostras ensaiadas com 0% de fibra, apresentaram fraturas mais acentuadas, com quantidades visualmente maiores de detritos. Já as amostras com maiores percentuais de fibra, apresentaram trincas menores e, conseqüentemente, detritos menores, como pode ser observado na Figura 29.

Figura 29 - Fotografias dos corpos de prova ensaiados. a) Sem fibras e com b) 1% e c) 2% de fibra após o ensaio de resistência à compressão.



Fonte: Autor

Esse comportamento pode ser explicado pela influência da fibra no corpo de prova. Um corpo de prova cerâmico, sob esforço mecânico ao atingir sua tensão crítica apresentará fissuras e, conseqüentemente a fratura. A fissura se mostra como uma barreira à propagação de tensões, sendo assim, em sua extremidade haverá acúmulo de tensões até que o objeto se rompa de forma abrupta e frágil. Quando há fibras no corpo de prova, esse comportamento se altera. A fibra atua como ponte de transferência de tensões no plano da fissura, bloqueando a sua propagação e, desta maneira, conferindo tenacidade ao material e aumento e resistência mecânica (BARROS, 2015).

5 CONCLUSÃO

A utilização do metacaulim como elemento base para impressão 3D de pasta cerâmica por *robocasting* se mostrou viável do ponto de vista técnico. O comportamento deste material é ajustável e pode ser trabalhável em diversas

composições e cenários, no entanto, para superar sua baixa plasticidade, é necessário utilizar um aditivo plastificante, nesse caso, a bentonita.

A pasta se mostrou imprimível nas razões entre 0,72 e 0,85 de líquido/sólido. No entanto, as pastas que apresentaram o melhor desempenho nos ensaios foram aquelas com razão L/S de 0,82, (45% em massa de água e 55% em massa de argilas, sendo essas: 5% bentonita e 50% metacaulim).

A bentonita se revelou um elemento essencial na composição da pasta, além de atribuir plasticidade ao metacaulim, que é naturalmente baixa, ela se comportou também como um aditivo ligante, ou seja, conferiu resistência a verde à pasta, agindo como espessante, e assim sendo, aumentou a coesão da pasta. No entanto, sua eficácia deu-se apenas a partir de 5% em massa à composição. Observou-se também que a adição máxima de bentonita é de 7,5% em massa, uma vez que a retração é demasiada alta.

Por meio das análises de retração linear, concluiu-se que a bentonita e a fibra, principalmente a fibra, apresenta mais influência sobre a retração dos corpos impressos do que o caulim presente na matriz cerâmica. Ao se aumentar o percentual de fibra na composição, retirava-se o percentual de metacaulim e esse feito gerou um crescimento na retração: a composição sem fibra (50% metacaulim, 5% bentonita e 0% fibra) retraiu 7,6%; a composição com 1% de fibra (49% metacaulim, 5% bentonita e 1% fibra) retraiu 10,8%; e a composição com 2% de fibra (45,5% metacaulim, 7,5% bentonita e 2% fibra) retraiu 13,1%. Uma composição extra, com 45% de metacaulim e 10% de bentonita, resultou em uma retração de 15,1%, provando que tanto o decréscimo de metacaulim quanto o acréscimo de bentonita influenciaram negativamente na retração, comparado à influência positiva da fibra.

Apesar de apresentar um desempenho relativamente baixo na retração da pasta cerâmica, a fibra vegetal se destaca nos ensaios de resistência mecânica. Peças conformadas por meio do *robocasting*, naturalmente possuem menor resistência mecânica devido aos vazios existentes entre os filamentos de preenchimento do produto, quando comparado às peças produzidas por manufatura tradicional. No entanto, quando se utiliza fibras na manufatura aditiva, essas são depositadas de maneira alinhada, o que maximiza o seu efeito, e isso acaba compensando a deficiência gerada pelos vazios, que foi o comportamento encontrado nesse e outros estudos (apêndice C). O acréscimo de 0,5% de fibra na

composição da pasta gerou um ganho de 25% de resistência à compressão, comparado à pasta sem fibra. Aumentando-se o percentual de fibra (2% no máximo), esse ganho passa a ser de aproximadamente 74%. Estudos similares utilizam no máximo 3% em massa de fibra, e para esse estudo o autor optou por usar no máximo 2%, devido à interferência da fibra na reologia da amostra. Isso se dá pela redução da plasticidade da pasta, o que inviabiliza a extrudabilidade do material.

Por fim, conclui-se que a utilização de metacaulim como elemento base de pastas cerâmicas para *robocasting* é viável. Esse se mostrou ajustável à diversas composições (desde que se tenha um aditivo plastificante). É compatível com fibra vegetal, possui baixa retração e assume geometrias complexas. De modo geral, a utilização de fibras resultou na melhora da resistência mecânica à compressão porém reduziu a plasticidade e afetou negativamente a retração da peça impressa.

5.1 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Após a conclusão do presente estudo, recomenda-se a continuidade das pesquisas acerca de manufatura aditiva com argilas e matérias-primas naturais, a fim de se explorar novos pontos, os quais não foram abordados nesse trabalho, são eles:

- Utilizar diferentes tipos de argilas, porém todas em seu estado natural (sem passar por uma etapa de processamento, calcinação por exemplo) e comparar entre si aspectos como: plasticidade, retração e resistência mecânica;
- Testar diferentes tipos e tamanhos de fibras vegetais a fim de explorar os comportamentos e diferenças entre essas fibras;
- Realizar impressões de maiores dimensões e utilizando o sistema de alimentação de material por parafuso, verificando se esse sistema apresenta menos inconstâncias que o sistema pneumático;
- Sinterizar peças impressas e compará-las com as peças não sinterizadas, avaliando a resistência mecânica e retração de queima;

- Avaliar se há correlação entre o crescimento de retração, com o crescimento de resistência mecânica à compressão das estruturas cerâmicas com fibras;
- Avaliar a consolidação e efeito de soluções alcalinas (ao invés de somente água) nos componentes impressos a base de metacaulim e bentonita, tal como um material álcali-ativado.

REFERÊNCIAS

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11768: Aditivos para concreto de cimento Portland**. Brasil, 1992.

AHMED, Manar Nazar; AHMED, Payman Sahbah; SAIED, Samal Osman. **Effect of Some Additives on Mechanical and Physical Properties of Cob Building in Iraq**. IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering, v. 14, n. 02, p. 65–71, 2017. DOI: 10.9790/1684-1402066571.

AKINKUROLE, O. O.; JIANG, Cangru; OYEDIRAN, A. T.; SALAWU, O. I. Dele-; ELENSINNLA, A. K. **Engineering Properties of Cob as a Building Material**. Journal of Applied Sciences, v. 6, n. 8, p. 1882–1885, 2006. DOI: 10.3923/jas.2006.1882.1885.

AL-OQLA, Faris M.; SAPUAN, S. M. **Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: Feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry**. Journal of Cleaner Production, v. 66, p. 347–354, 2014. DOI: 10.1016/j.jclepro.2013.10.050.

AMS BRASIL. **O futuro da indústria farmacêutica: Como a impressão 3D pode ajudar na fabricação de medicamentos personalizados**. 2020.

AMS BRASIL. **Manufatura Aditiva no setor aeroespacial: Produza peças de alta tecnologia com eficiência e sustentabilidade**. 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6459 Solo — Determinação do limite de liquidez**. Brasil, 7 abr. 2016.

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Test Methods for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories**. United States, 2003.

BALESTRA, Carlos Eduardo Tino; OZELAME, Jennifer Stephane; SAVARIS, Gustavo. **Efeito da Adição de Fibras de Aço e Poliméricas na Resistência à Compressão do Concreto de Ultra Alto Desempenho**. REEC - Revista Eletrônica de Engenharia Civil, v. 16, n. 1, p. 26–35, 2020. DOI: 10.5216/reec.v16i1.50503.

BARNES, S.; KIRSSIN, L.; NEEDHAM, E.; BAHARLOU, E.; CARR, D. E.; MA, J. **3D printing of ecologically active soil structures**. Additive Manufacturing, v. 52, 2022. DOI: 10.1016/j.addma.2022.102670.

BARROS, F. C. G. M. **Análise do Momento Resistente de Vigas em Concreto Reforçado com Fibras de Aço**. 2015. Universidade Federal do Pará, Belém, 2015.

BERMAN, Ofer; WEIZMAN, Michael; OREN, Asa; NERI, Reem; PARNAS, Haim; SHASHAR, Nadav; TARAZI, Ezri. **Design and application of a novel 3D printing method for bio-inspired artificial reefs**. Ecological Engineering, v. 188, 2023. DOI: 10.1016/j.ecoleng.2023.106892.

BOUGTAIB, K.; JAMIL, Y.; NASLA, S.; GUERAOU, K.; CHERRAJ, M. **Compressed Earth Blocks Reinforced With Fibers (Doum Palm) And Stabilized With Lime: Manual Compaction Procedure And Influence Of Addition On Mechanical Properties And Durability**. JP Journal of Heat and Mass Transfer, v. 26, p. 157–177, 2022. DOI: 10.17654/0973576322018.

BRADY, Nyle C.; WEIL, Ray R. **Elementos da Natureza e Propriedades dos Solos**. 3ª ed.. Bookman, Pearson Education, Inc, 2013.

BRANCO, Pércio de Moraes. **Minerais Argilosos**. 2014.

BRITO, G. F.; AGRAWAL, P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. **Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes**. n. 2, p. 127–139, 2011. Disponível em: www.braskem.com.br.

CABRAL JUNIOR, Marsis; MOTTA, José Francisco Marciano; ALMEIDA, Amilton Dos Santos; TANNO, Luiz Carlos. **Argila para Cerâmica Vermelha**. 2008.

CHIUSOLI, Alberto. **TECLA**. 2021.

CLARO, Rio; MARGARITA, Maria; MORENO, Torres. **ARGILAS: Composição Mineralógica, Distribuição Granulométrica e Consistência de Pastas**. 2012.

DE VICENTE, Juan; KLINGENBERG, Daniel J.; HIDALGO-ALVAREZ, Roque. **Magnetorheological fluids: a review**. Soft Matter, v. 7, n. 8, p. 3701, 2011. DOI: 10.1039/c0sm01221a.

DE WITTE, Dennis. **Clay Printing**. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2022. v. 62 DOI: 10.1007/978-3-658-37161-6.

FERRETTI, Elena; MORETTI, Massimo; CHIUSOLI, Alberto; NALDONI, Lapo; DE FABRITIIS, Francesco; VISONÀ, Massimo. **Rice-Husk Shredding as a Means of Increasing the Long-Term Mechanical Properties of Earthen Mixtures for 3D Printing**. Materials, v. 15, n. 3, 2022. DOI: 10.3390/ma15030743.

FRANCISCO, Bruno; DE CASTRO, Morte. **Estudo e Caracterização Mecânica de Compósitos Reforçados com Fibras Naturais**. 2013. Porto, 2013.

GIBSON, Ian; ROSEN, David; STUCKER, Brent. **Additive Manufacturing Technologies 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing**. 2015. DOI: 10.1007/978-1-4939-2113-3.

GOEHRKE, Sarah. **A Look Ahead in 3D Printing with Gartner's Pete Basiliere**. 2019.

GOULDING, Charles; BONAFE, Andressa. **Desenvolvimentos da Impressão 3D na Petrobras**. 2021.

GUO, Nannan; LEU, Ming C. **Additive manufacturing: Technology, applications and research needs**. *Frontiers of Mechanical Engineering*, 2013. DOI: 10.1007/s11465-013-0248-8.

HAMBACH, Manuel; MÖLLER, Hendrik; NEUMANN, Thomas; VOLKMER, Dirk. **Portland cement paste with aligned carbon fibers exhibiting exceptionally high flexural strength (> 100 MPa)**. *Cement and Concrete Research*, v. 89, p. 80–86, 2016. DOI: 10.1016/j.cemconres.2016.08.011.

HASSE, J. A.; RUBIN, A. P.; QUINTANILHA, L. C.; REPETTE, W. L. **Increasing structuration rate of 3D printable concretes: the effect of viscosity enhancing admixtures**. 2020. DOI: 10.1590/SciELOPreprints.273. Disponível em: <https://orcid.org/0000-0001-5636-5023>.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 52900 - 2021 Additive manufacturing - General principles - Fundamentals and vocabulary**. 2021.

KEEP, Jonathan. **A Guide to Clay 3D Printing**. 2020.

KONTOVOURKIS, Odysseas; TRYFONOS, George. **Robotic 3D clay printing of prefabricated non-conventional wall components based on a parametric-integrated design**. *Automation in Construction*, v. 110, 2020. DOI: 10.1016/j.autcon.2019.103005.

LAGETEC. **Determinação Do Limite De Plasticidade**. Disponível em: <http://www.lagetec.ufc.br/wp-content/uploads/2016/03/Ensaio-de-limites-de-liquidez-e-plasticidade-de-material-granular.pdf>. Acesso em: 08/05/2023.

LOGESHWARAN, A.; ELSEN, Renold; NAYAK, Sunita. **Mechanical and biological characteristics of 3D fabricated clay mineral and bioceramic composite scaffold for bone tissue applications**. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 138, 2023. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2022.105633.

LUZ, Adão Benvindo Da; LINS, Fernando Antonio Freitas. **Rochas e Minerais Industriais: Usos e especificações**. 2ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008.

MARTINS, Vítor Hugo Carvalho. **Impressão 3D uma abordagem de produção mais limpa?** 2017.

MAZZANTI, Valentina; MALAGUTTI, Lorenzo; MOLLICA, Francesco. **FDM 3D printing of polymers containing natural fillers: A review of their mechanical properties**. *Polymers*. MDPI AG, 2019. DOI: 10.3390/polym11071094.

MICCOLI, Lorenzo; MÜLLER, Urs; FONTANA, Patrick. **Mechanical behaviour of earthen materials: A comparison between earth block masonry, rammed earth and cob**. *Construction and Building Materials*, v. 61, p. 327–339, 2014. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2014.03.009.

MORETTI, Francesca. **3D Printed Houses for a Renewed Balance between Environment and Technology**. 2017.

MUNHOZ, A. L.J.; COSTA, C. A.; AHRENS, C. H.; CARVALHO, J.; SANTOS, J. R. L.; SILVA, J. V. L.; FOGGIATTO, J. A.; LIMA, M. S. F.; VOLPATO, N. **Manufatura aditiva: tecnologias e aplicações da impressão 3D**. São Paulo: Blucher, 2018.

PARDINI, Paulo. **O que são as argilas e os argilominerais?** Disponível em: <https://www.minasjr.com.br/argilas-e-argilominerais/>.2019. Acesso em: 01/03/2022.

PINHEIRO, R. **Estudo da resistência do tijolo de adobe com adição de fibras naturais de coco verde para habitações de baixo custo**. 2009. Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2009.

PIRES, Dannúbia Ribeiro. **Tijolos de adobe confeccionados no Agreste Pernambucano com adição de cola branca**. 2013. UFPE - Universidade Federal De Pernambuco, Caruaru, 2013.

PUSCH, R. **Chapter 6 Mechanical Properties of Clays and Clay Minerals**. P. 247–260. DOI: 10.1016/S1572-4352(05)01006-8.

REED, James Stalford. **Principles of Ceramics Processing**. Second Edition ed. Alfred: John Wiley & Sons, Inc. (US), 1995.

REIS, A. S.; DELLA-SAGRILLO, V. P.; OLIVEIRA; J N; VALENZUELA-DIAZ; F R. **Caracterização De Argila Usada Em Massa De Cerâmica Vermelha**. 2014. Bento Gonçalves, RS. Brasil.

REVELO, Carlos F.; COLORADO, Henry A. **3D printing of kaolinite clay ceramics using the Direct Ink Writing (DIW) technique**. Ceramics International, v. 44, n. 5, p. 5673–5682, 2018. DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.12.219.

RODRIGUES, I.; GUEDES, M.; OLHERO, S.; CHEFDOR, A.; BRANCO, A. C.; LEITE, M.; SERRO, A. P.; FIGUEIREDO-PINA, C. G. **Development of free binder zirconia-based pastes for the production of dental pieces by robocasting**. Journal of Manufacturing Processes, v. 57, p. 1–9, 2020. DOI: 10.1016/j.jmapro.2020.06.015.

RODRÍGUEZ, M. A.; SAROZA, B. **Identificación de la composición óptima del adobe como material de construcción de una escuela en Cuba**. Materiales de Construcción, v. 56, n. 282, 2006. DOI: 10.3989/mc.2006.v56.i282.27.

SAMPAIO, João Alves; FRANÇA, Silvia Cristina Alves; BRAGA, Paulo Fernando Almeida. **Tratamento de minérios: práticas laboratoriais**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2007.

SAXTON, R. H. **The performance of cob as a building material**. The Structure Engineer, London, 1995.

SCOPUS. **Scopus**. 2023.

SÉRGIO, Paulo; SOUZA, Lima; DAL MOLIN, Denise C. C. **Estudo da viabilidade do uso de argilas calcinadas, como metacaulim de alta reatividade (MCAR)**. Engenharia Civil-Um, v. 15, p. 45–54, 2002.

SHAHZAD, Aamir; LAZOGLU, Ismail. **Direct ink writing (DIW) of structural and functional ceramics: Recent achievements and future challenges**. Composites Part B: Engineering. Elsevier Ltd, 2021. DOI: 10.1016/j.compositesb.2021.109249.

SOUZA, Adriano Fagali De; MARIN, Felipe; FONTANELLA, Luis; KÄSEMODEL, Rodrigo Berretta; MIRANDA, Jackson. **Desenvolvimento de molde de injeção de plástico fabricado por manufatura aditiva metálica**. 2018.

SOUZA, Marcelo Tramontin; FERREIRA, Igor Maia; GUZI DE MORAES, Elisângela; SENFF, Luciano; NOVAES DE OLIVEIRA, Antonio Pedro. **3D printed concrete for large-scale buildings: An overview of rheology, printing parameters, chemical admixtures, reinforcements, and economic and environmental prospects**. Journal of Building Engineering. Elsevier Ltd, 2020. DOI: 10.1016/j.job.2020.101833.

STRANGE, Deborah. **3D-Printed Ceramics Encompass Art, Technology and Tradition**. 2022.

THOMAS, Sabu; POTHAN, Laly A. **Natural Fibre Reinforced Polymer Composites - Macro to nanoscale**. 2009

UHLHERR, P. H. T.; GUO, J.; TIU, C.; ZHANG, X. M.; ZHOU, J. Z. Q.; FANG, T. N. **The shear-induced solid–liquid transition in yield stress materials with chemically different structures**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v. 125, n. 2–3, p. 101–119, 2005. DOI: 10.1016/j.jnnfm.2004.09.009.

APÊNDICE A – 3D PRINTING TECHNOLOGY APPLIED TO BIOHOUSES CONSTRUCTION

Esse apêndice apresenta um resumo estendido como apresentado no 3rd International Symposium on Science, Innovation and Modeling in Materials (III ISSCIMM) organizado pela Universidade Estadual de Santa Cruz, em Ilhéus (BA), de maneira a acrescentar o que foi descrito no capítulo 4.



Resumo

O presente estudo visa testar pastas cerâmicas, valendo-se da tecnologia de impressão 3D e utilizando matérias primas naturais, tais como argilas e fibra vegetal, com a finalidade de contribuir nos estudos acerca de novos insumos para construção de bioc casas. Argilas com características reológicas diferentes foram exploradas, alternando-se o teor de água (29 a 80% em massa) e de fibras (bagasso da cana de açúcar, 1 a 2% em massa) presente na composição. Os materiais foram homogeneizados através de um agitador mecânico, e feito isso, sua extrudabilidade (workability) e reologia foram avaliadas a fim de se obter o ponto ótimo de cada composição. Após encontrar a mistura ideal para cada pasta (teor de argila, água, aditivo e fibra), foi realizado o ensaio de sobreposição de camadas (buildability) com a finalidade de conhecer a quantidade de camadas que a pasta consegue sustentar antes de colapsar. Teste o qual mostrou que o metacaulim, juntamente com a bentonita, como aditivo, obtiveram o melhor desempenho, com um total de 130 camadas. Esse teste também mostrou que a fibra vegetal aumentou a capacidade de sustentação da pasta cerâmica, onde a composição sem fibra imprimiu 40 camadas contra 49 camadas da composição com fibras. Simultaneamente, a pressão de trabalho foi monitorada. Após sete dias de secagem à temperatura ambiente, a retração dos corpos de prova foi aferida, com o auxílio de um paquímetro analógico. Foi observado que a água possui um papel importante na workability e retração dos materiais. As composições com maiores percentuais de água operaram necessitaram de menor pressão de trabalho para serem extrudadas (abaixo de 1 bar) e atingiram retrações consideráveis (>40%). A fibra, por outro lado, amenizou a retração dos componentes impressos (<7%), mas aumentou a pressão de trabalho requerida (2,5 bar).


Palavras-chave: *Manufatura aditiva; bioc casas; materiais naturais.*

APÊNDICE B – 3D PRINTING TECHNOLOGY FOR GREEN CONSTRUCTION

Esse apêndice apresenta o pôster apresentado no *3rd International Conference on Materials Science & Nanotechnology* em Roma-Itália, premiado como melhor pôster do evento.

P G M A T UFSC
Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais



3D printing technology for green construction

G.P.L. Campos^a; P.S. Lunelli^a; M.T. Souza^{a,b}; E.G. Moraes^a; A.P.N. Oliveira^a.

^aLaboratory of Glass-Ceramic Materials (VITROCER), Department of Mechanical Engineering, Federal University of Santa Catarina (UFSC), Florianópolis (SC), Brazil
^bLaboratory of Mechanical Tests and Resistance of Materials (LEMER), Department of Exact and Technological Sciences, State University of Santa Cruz (UESC), 45662-900, Ilhéus (BA), Brazil

INTRODUCTION

Additive manufacturing was developed to meet the demand for rapid prototyping of products and projects under development. New studies, methodologies and needs made this technology possible for many applications, including construction industry.

Taking into account the world housing deficit and the needs for environmentally-friendly production processes, this study aims to evaluate ceramic pastes, showing its potentials and limitations, using robocasting technology and natural materials, as clays and plant fibers (sugar cane bagasse), designed for 3D printing of biohouses.

MATERIALS AND METHODS

Fire clay, Metakaolin, Bentonite

Water (29 to 85wt.%); Fiber (1 to 2wt.%); bentonite (2,23 and 4,5wt.%)

Mixing

Printing

0.1 to 4 bar; V = 20 mm/s; $\phi = 30$ mm; h = 20 mm;
 $\tau_{layer} = 1$ mm

Buildability test

Drying

7 days at room temperature (20°C)

Shrinkage evaluation (analogic caliper)

Figure 1. Main phases, process and parameters used in this study.

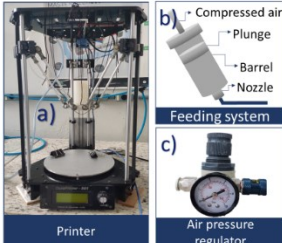


Figure 2. a) 3D printer DuraPrinter-E01; b) Feeding system scheme; e) Pressure Valve.




Figure 3. Samples of a) Fire Clay; b) metakaolin; c) bentonite; e) d) sugar cane bagasse fibers.

RESULTS

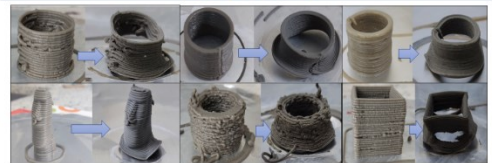


Figure 5. Bentonite samples with different moisture content. As-printed and after 7 days of drying, emphasizing its great shrinkage and geometries variations.

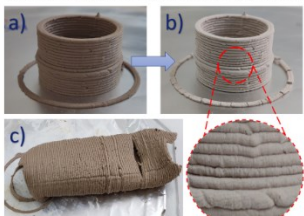


Figure 6. Metakaolin with 43 and 4.5 wt.% moisture and bentonite content, respectively a) as-printed, b) after 7 days of drying and surface zoom; c) buildability test.

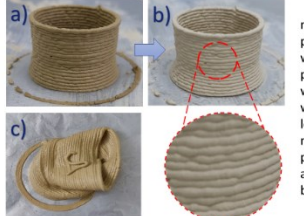


Figure 7. Fire clay samples with 31 wt.% moisture content a) as-printed, b) after 7 days of drying and surface zoom; c) fire clay buildability test.

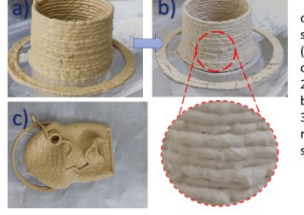
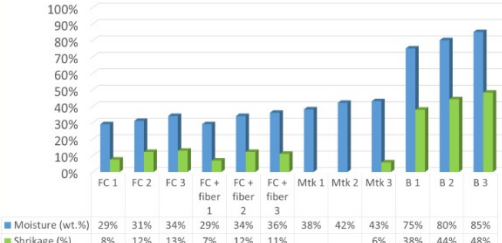


Figure 8. Fire clay with 34 e 1,6 wt.% moisture and fiber content, respectively a) as-printed, b) after 7 days of drying and surface zoom; c) buildability test

RESULTS



Sample	Moisture (wt.%)	Fiber (wt.%)	Bentonite (wt.%)	Shrinkage (%)
FC 1	29%	0%	0%	8%
FC 2	31%	0%	0%	12%
FC 3	34%	0%	0%	13%
FC + fiber 1	29%	1%	0%	7%
FC + fiber 2	34%	1%	0%	12%
FC + fiber 3	36%	1%	0%	11%
Mtk 1	38%	0%	0%	6%
Mtk 2	42%	0%	0%	38%
Mtk 3	43%	0%	0%	44%
B 1	75%	0%	0%	48%
B 2	80%	0%	0%	48%
B 3	85%	0%	0%	48%

Figure 4. Moisture influence in samples shrinkage. *fire clay 1, 2 and 3; fire clay + bagasse 1 (2 wt.% fibers and 29 wt.% water); fire clay + bagasse 2 (1,6 wt.% fibers and 34 wt.% water) and; fire clay + bagasse 3 (2 wt.% fibers and 36 wt.% water); metakaolin 1 (2,2 wt.% bentonite and 38 wt.% water), metakaolin 2 (pure) and metakaolin 3 (4,5 wt.% bentonite and 43 wt.% water); and bentonite 1, 2 and 3.*

CONCLUSION

Despite bentonite showing great plasticity and buildability, when used as the main constituent, it was not suitable for 3D printing due to its high shrinkage (48,2%). On the other hand, when employed as an additive for metakaolin, it enhances printability.

Even though the metakaolin samples had bentonite and high moisture content (43 wt.%), they presented greater shrinkage, reaching the lowest shrinkage value of this study, 5,8%. In addition, the metakaolin with bentonite (5 wt.%) formulation was able to support 130 layers before the collapse.

Finally, it was verified that the sugar cane bagasse fibers aided to lower the sample shrinkage (7% against 8% of fiberless fire clay). Also, the use of sugar cane bagasse fibers improved the amount of layers supported by the ceramic paste in 22,5%, compared to the same clay with the same water/clay ratio but without fibers. Despite that, a higher working pressure was needed in order to print the paste.

Acknowledgements:





APÊNDICE C - INFLUÊNCIA DA RAZÃO DE ASPECTO DE FIBRAS VEGETAIS NA RETRAÇÃO DE PEÇAS CERÂMICAS FABRICADAS VIA ROBOCASTING

Esse apêndice apresenta um resumo submetido ao 67º Congresso Brasileiro de Cerâmica, apresentado em junho em Florianópolis/SC.

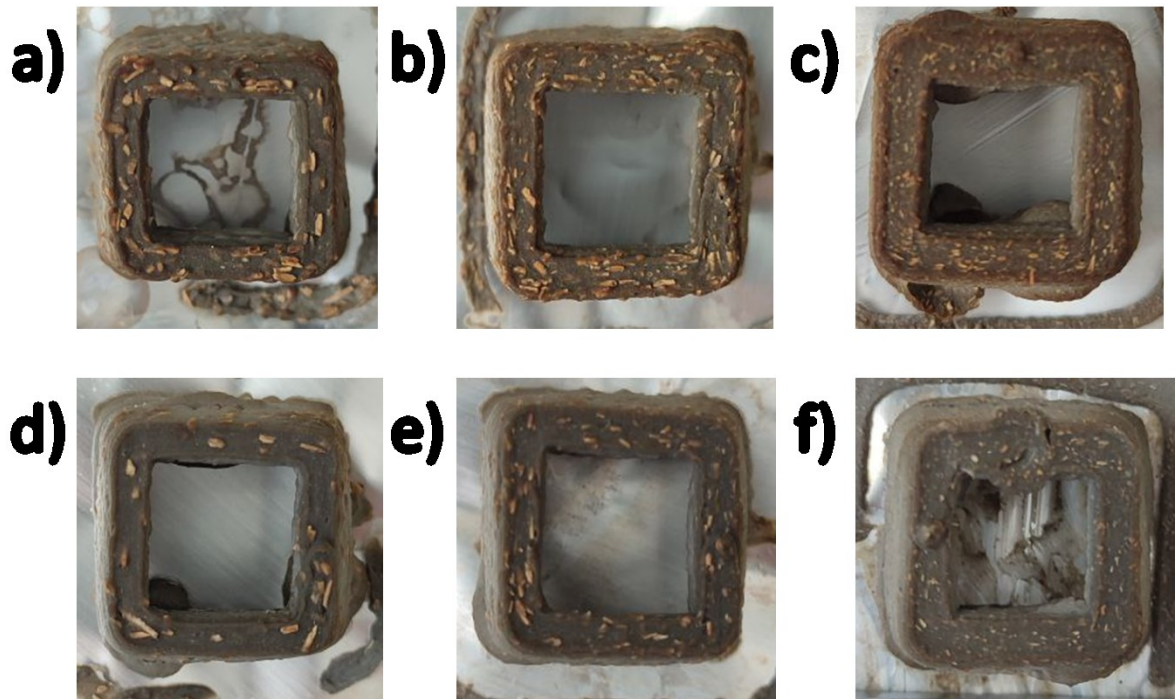
Resumo:

A manufatura aditiva com pastas cerâmicas é uma técnica de fabricação que utiliza um robô ou uma impressora 3D para depositar material cerâmico pastoso diretamente em uma superfície, camada por camada, para criar uma estrutura previamente projetada. Essa técnica permite a criação de estruturas altamente complexas com alta resolução, além de possibilitar a incorporação de diferentes materiais em uma única estrutura. Conhecida como *robocasting* ou *direct ink writing* (DIW), essa técnica tem sido amplamente utilizada na fabricação de componentes cerâmicos avançados, como sensores, capacitores, filtros e dispositivos microeletrônicos, devido às suas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas excepcionais. O presente estudo visa testar pastas cerâmicas compostas, predominantemente, por argila caulínica como matriz, bentonita como aditivo plastificante e fibras de bagaço de cana de açúcar com três razões de aspecto diferentes. O objetivo é verificar a influência da razão de aspecto da fibra na retração final da peça impressa. Para isso, as matérias primas foram primeiramente caracterizadas, por meio de análises de fluorescência de raios X (FRX), para caracterização química dos compostos presentes na amostra e microscopia eletrônica de varredura (MEV), para caracterização morfológica das fibras vegetais. Posteriormente, as matérias primas foram homogeneizadas através de um agitador mecânico, e feito isso, sua extrudabilidade (*printability*) e reologia foram avaliadas a fim de se obter o ponto ótimo de cada composição. Por fim, após impressas, as peças secaram à temperatura ambiente (20°C) por uma semana, e, através de um *software* (*ImageJ*), foi calculada a retração linear das amostras impressas. Foi observado que a razão de aspecto da fibra interfere diretamente na retração da peça, razões menores geraram menores retrações, além disso observou-se que o percentual máximo de fibra que se pode ser utilizado foi de 2% em massa, pois acima disso a pasta perde plasticidade e conseqüentemente sua trabalhabilidade é reduzida.

**APÊNDICE D – IMAGENS DA DISPOSIÇÃO DAS FIBRAS VEGETAIS NO
CORPO DE PROVA IMPRESSO, DE OUTROS ENSAIOS REALIZADOS PELO
AUTOR**

A seguir, fotografias de Impressões com pasta cerâmica puramente bentonítica e fibra de cana de açúcar, com teor variando entre 1% e 2% em massa, e tamanhos diferentes (pequena, média e grande).

Figura 1. Amostras de bentonita com: a) 2% de fibra grande; b) 2% de fibra média; c) 2% de fibra pequena; d) 1% de fibra grande; e) 1% de fibra média; e f) 1% de fibra pequena.



Fonte: Autor