

Análise estatística da influência dos parâmetros de processamento na planicidade de placas de zircônia estabilizada com 8%mol de ítrio obtidas por colagem de fita

Statistical analysis of the influence of processing parameters content on the flatness of tapes obtained by tape casting

Augusto Prata Sigeiro¹, Raphael Fortes Marcomini¹ 

¹Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Engenharia, Departamento de Engenharia de Produção e Mecânica. Rua José Lourenço Kelmer, s/n, Juiz de Fora, MG, Brasil.

e-mail: augusto.prata@engenharia.ufjf.br, raphael.marcomini@engenharia.ufjf.br

RESUMO

No presente estudo, lotes de placas de zircônia estabilizada com 8% mol de ítrio (TZ8Y) foram fabricados pela técnica de colagem de fita, variando entre eles a composição da suspensão, como o volume de sólidos e os teores de ligantes, de plastificante do tipo I e de plastificante do tipo II com o intuito de verificar a influência destes parâmetros e do comportamento tixotrópico da suspensão sobre o empenamento do produto final. Após sinterizadas, a topografia das placas foi mapeada por meio de um relógio comparador, tomando medidas sobre a superfície das placas em um sistema de coordenadas, e, a partir desse sistema, foi definido um índice numérico que quantifica a planicidade das amostras. A influência foi investigada através de uma análise estatística bivariada, relacionando o índice de planicidade com cada um dos parâmetros alvo. A análise apresentou uma correlação negativa forte e significativa pelo teste de Spearman ($\rho \cong 0,95$ e valor- $p < 10^{-3}$) entre o teor de plastificante do tipo I e a planicidade das placas produzidas, porém para os outros parâmetros analisados a correlação não pôde ser considerada estatisticamente significativa. Além disso, os resultados mostraram também que a utilização de um pós processamento nas fitas à verde, como uma laminação, melhorou substancialmente a planicidade das placas após a sinterização.

Palavras-chave: Colagem de fita; Empenamento; Tixotropia; Cerâmica; Estatística.

ABSTRACT

In the present study, 5 batches of tapes made of stabilized zirconia with 8% mol of yttrium (TZ8Y) were produced by the tape casting technique, varying among them the composition of the slurry, such as solids load and the contents of binder, type I plasticizer and type II plasticizer in order to verify the influence of these parameters and the thixotropic behavior of the slurry on the occurrence of warping. After sintering, the topography of the tapes was mapped using an indicator, taking measurements across the entire surface of the tapes in a coordinate system, and, from these maps, a numerical coefficient that quantifies the flatness of the samples was defined. The influence was investigated using a bivariate statistical analysis, relating the flatness coefficient to each of the target parameters. The analysis showed a strong and significant negative correlation using the Spearman coefficient ($\rho \cong 0,95$ and p-value $< 10^{-3}$) between the type I plasticizer content and the flatness of the produced slabs, but for the other parameters analyzed the correlation could not be considered statistically significant. In addition, the results also showed that the use of a post processing on the green tapes, such as a lamination, substantially improved the flatness of the plates after sintering.

Keywords: Tape Casting; Warping; Thixotropy; Ceramics; Statistics.

1. INTRODUÇÃO

A colagem de fita, ou *tape casting*, é uma técnica bastante versátil utilizada para a formação de placas cerâmicas ou metálicas largas, planas entre 20–500 μm [1] e vem sendo empregada em larga escala na indústria eletrônica,

para a produção de capacitores monolíticos, substratos de circuitos com múltiplas camadas e substratos de circuitos para capacitores de filme espesso [2], e também na produção de células a combustível de óxido sólido (SOFCs), que são dispositivos eletroquímicos cerâmicos desenvolvidos para converter energia química em energia elétrica. A aplicação da técnica consiste basicamente em inserir uma suspensão líquida em um reservatório com vazão para uma plataforma móvel, semelhante a uma esteira. Com o movimento linear dessa plataforma, a suspensão passa pela abertura entre uma lâmina e a superfície e toma forma, com espessura determinada pela dimensão dessa abertura.

Diversos parâmetros do processo têm influência no produto final, desde fatores relacionados à preparação da suspensão e às suas propriedades reológicas, até fatores relacionados à aplicação da técnica em si, como a velocidade de movimento da plataforma móvel, a profundidade do reservatório, o método de secagem e inclusive a habilidade do operador [1, 3].

Existe uma exigência muito grande quanto às propriedades a serem apresentadas pelas placas fabricadas para suas aplicações e também quanto ao seu acabamento, como uma espessura constante e um limitado grau de planicidade. Sendo assim, é de grande interesse conseguir entender a influência dos parâmetros de processamento no resultado, a fim otimizar a técnica de colagem de fita com o intuito de obter placas o mais próximo possível do desejado para aplicações específicas.

Um problema frequentemente encontrado na aplicação desta técnica e que causa problemas para diversas aplicações é o empenamento das placas após a sinterização. Na produção de SOFCs a planicidade das placas é crucial para o desempenho das células a combustível, pois placas mais planas oferecem uma área de contato superior para os coletores de corrente, e caso apresentem empenamentos severos, a estanqueidade a gases fica comprometida, reduzindo o desempenho do dispositivo [4].

Alguns estudos foram realizados para investigar a ocorrência do empenamento das placas [4–6]. PARK *et al.* [4] investigou os efeitos da TLC (tape casting, lamination e co-firing) na planicidade de placas produzidas para utilização em SOFCs, realizando uma aplicação de carga durante a queima, e concluiu que é possível otimizar a planicidade das placas controlando o cronograma das etapas de queima, o método de laminação e a carga aplicada sobre a peça durante a sinterização. AZARI *et al.* [5] mostraram a influência do formato da placa no grau de empenamento do produto final e mostrou que, para placas de mesma área, o formato retangular foi mais plano que o formato de quadrado, o qual foi mais plano que o formato circular. E CHANTARAMEE *et al.* [6] utilizou uma suspensão aquosa de alumina para observar o efeito da estrutura de empacotamento de partículas na fita à verde no empenamento gerado durante a sinterização, e mostrou que os parâmetros de processamento do processo de colagem de fita afetam fortemente a estrutura de empacotamento das partículas, que, por sua vez, induziram significativamente a deformação dos corpos de prova do estudo.

A suspensão utilizada na colagem de fita deve ser um fluido pseudoplástico e apresentar um comportamento viscoelástico, que consiste na redução da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento aplicada [7]. Com a redução da taxa de cisalhamento, a recuperação da viscosidade deve ser instantânea para o valor original, ou seja, a viscosidade da suspensão em repouso. Esse comportamento é importante para a aplicação da técnica de colagem de fita, pois garante que a suspensão seja conformada ao passar pela lâmina do equipamento, e após atravessar por essa lâmina, a suspensão recupera sua viscosidade original, mantendo o formato, sem escorrer. Se o tempo de recuperação é longo (comportamento tixotrópico), a suspensão sofre um fluxo descontrolado durante a colagem levando a um gradiente de densidade na suspensão e uma consequente decantação de partículas cerâmicas [7, 8] o que poderia resultar em uma placa empenada após a sinterização.

De maneira geral, existem poucos trabalhos relacionando os efeitos de composição da suspensão e outras variáveis de processamento na planicidade de placas obtidas por colagem de fita. Este é um tópico importante pois a obtenção de placas planas é essencial para garantir a estanqueidade de pilhas a combustível, melhorar o contato com coletores de corrente e tem grande influência no desempenho destes dispositivos eletroquímicos.

No presente estudo, foram produzidas placas de zircônia estabilizada com 8% mol de ítrio (TZ8Y) pela técnica de colagem de fita variando a composição da suspensão, como o volume de sólidos e os teores de ligantes, de plastificante do tipo I e de plastificante do tipo II, e, após a sinterização, foram realizadas medidas de sua planicidade. Com os resultados, foi realizada uma análise estatística com o objetivo de observar a influência da composição da suspensão e do comportamento tixotrópico no empenamento das placas.

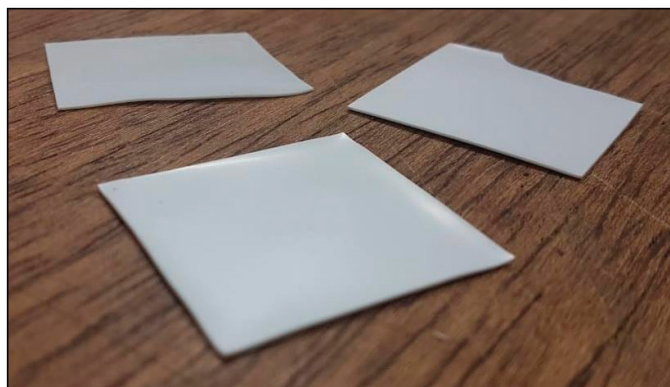
2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Fabricação das placas

Zircônia estabilizada com 8% mol de ítrio (Tosoh, TZ8Y) foi dispersa com o auxílio de 0,5% m de éster fosfato (Huntsmann) durante quatro horas em moinho vibratório em xilol. Após dispersão, foi adicionada à sus-

Tabela 1: Composição das placas fabricadas.

LOTE	SOLVENTES (%M)	TZ8Y (%M)	LIGANTE (%M)	PLASTIFICANTE TIPO I (%M)	PLASTIFICANTE TIPO II (%M)
A	56,7	27,2	5,2	5,7	5,2
B	56,7	30,0	2,4	2,5	2,5
C	62,0	29,5	2,4	2,5	4,0
D	64,2	30,8	2,4	1,2	1,2
E	63,0	30,2	2,4	2,2	2,2

**Figura 1:** Amostra das placas fabricadas no estudo.

pensão uma solução de ligante (PVB- Butvar B98), plastificante do tipo I trietileno glicol di-2-ethylhexanoate S2075 (Solutia) e polialquilen glicol UCON 50HB2000 (Dow Chemical) dissolvidos em álcool isopropílico. A proporção de xilol/isopropanol foi 50:50. Esta mistura foi homogeneizada por mais quatro horas em moinho vibratório. As composições das suspensões estão descritas na Tabela 1.

Após homogeneização, foi realizada a evaporação dos solventes até que a viscosidade da suspensão estivesse adequada para colagem, aproximadamente 1000 mPa.s sob taxa de cisalhamento de 3 s^{-1} , medido utilizando um viscosímetro conforme descrito na seção 2.3. Ao atingir a viscosidade adequada, a suspensão foi degaseificada e a colagem foi realizada com velocidade do filme de Mylar de 3 mm/s e abertura de 1 mm.

Após a secagem, as placas foram cortadas da região central da fita (cerca de 10 mm a partir da borda) em quadrados de $40 \times 40 \text{ mm}^2$, utilizando uma lâmina de bisturi nº 12 sobre placas de vidro. Quatro placas por lote foram sinterizadas em um forno CM 1708BL com taxa de aquecimento de 2 °C/min até 600 °C para eliminação lenta dos auxiliares de processamento, seguida de aquecimento a uma taxa de 150 °C/min até 1500 °C por 2 horas para densificação. Durante a sinterização as placas foram mantidas entre substratos porosos de zircônia estabilizada com magnésia que com seu peso exerceu uma pressão de 640 Pa sobre as placas e a face que estava em contato com o filme de Mylar voltada para cima.

Foram realizados ensaios para o corte das fitas utilizando punção de cortar couro, lâmina de bisturi número 10, lâmina número 12, tesoura cirúrgica e ferro de solda sobre superfície de madeira e vidro, sendo que a opção que apresentou melhor acabamento de borda foi com lâmina de bisturi nº 12 e corte sobre o vidro.

Também foram realizados ensaios para se determinar uma faixa de carga ideal. Foram testadas cargas de 640, 800, 1000 e 1150 Pa, com a face em contato com o Mylar voltada para cima e para baixo. Todas as amostras sinterizadas com carga de 800–1150 Pa trincaram.

Os melhores resultados foram das placas cortadas em quadrado com o bisturi nº12 sobre uma superfície de vidro, sinterizadas com a face do Mylar voltada para cima e sob carga de 640 Pa.

As placas sinterizadas apresentaram dimensões de aproximadamente $35 \times 35 \text{ mm}^2$ e espessura da ordem de 350 μm . Todas as placas apresentaram densidade relativa acima de 95%, calculada a partir de sua massa e dimensões finais. A Figura 1 apresenta um lote das placas após a sinterização.

2.2. Mapeamento da topografia

A técnica adotada para mapear a topografia das placas foi uma adaptação do método utilizado por PARK *et al.* [4]. Inicialmente foi realizado um mapa de relevo utilizando uma base com mobilidade no eixo X-Y, na qual as

placas foram fixadas e com o auxílio de um relógio comparador, foram realizadas as medidas na variação do relevo de cada uma das placas com 1 milímetro de intervalo entre as medições. Utilizou-se um ponto na região central das peças para ser o ponto de altura nula, sendo as medidas aferidas no relógio comparador, a altura relativa de cada pedaço da placa em relação a esse ponto de referência. Os dados obtidos foram utilizados para montar um mapa topográfico de cada placa.

A fim de quantificar a planicidade das placas, foi definido um “índice de planicidade”. Foi realizada uma regressão linear múltipla pelo método dos mínimos quadrados, com o objetivo de obter o plano parametrizado que melhor se ajustasse ao conjunto de pontos medidos da topografia das placas. O índice de planicidade de cada placa foi definido pelo coeficiente de determinação (R^2), o qual reflete numericamente o quanto os pontos da população estão ajustados à equação do plano ajustado para o mapa topográfico. Desta forma, quanto mais plana for a placa, mais próximo de 1 será o seu índice.

2.3. Ensaio de viscosidade

Os ensaios de viscosidade foram realizados com o intuito de investigar o comportamento reológico das suspensões e verificar se estavam adequadas para o processo de colagem. Foi utilizado um reômetro Haake Visco-tester 550 com sistema cone placa e sensor PK100D. A taxa de cisalhamento foi aumentada gradualmente de 0 a 300 s^{-1} em 60 s, mantida a 300 s^{-1} por 30 s e reduzida até 0 s^{-1} em 60 s. Desta maneira avaliou-se o comportamento viscoelástico da suspensão e a recuperação da viscosidade pela diferença entre as curvas de aumento e de redução da taxa de cisalhamento [9]. O ensaio foi conduzido a temperatura constante de 22 °C.

2.4. Análise estatística

A influência dos parâmetros de processamento na planicidade das placas foi investigada por meio de uma análise estatística bivariada utilizando os dados individuais de cada uma das placas da população. Inicialmente foi necessário avaliar se o conjunto de dados das variáveis a serem relacionadas apresentavam distribuição normal, a fim de verificar a aplicabilidade dos testes de correlação. Isso foi realizado através do teste de hipótese de Shapiro-Wilk, para um nível de significância definido de 5% ($p < 0,05$).

O coeficiente de correlação Pearson é um teste paramétrico que mede a relação linear entre duas variáveis. Sua aplicação é adequada apenas no caso em que ambas as variáveis sejam quantitativas e apresentem distribuição normal ($p < 0,05$) [10]. Seu resultado aponta se as variáveis mudam seus valores na mesma proporção.

O coeficiente de correlação de Spearman é um teste não paramétrico que mede a monotonicidade da relação entre duas variáveis, ou seja, indica se elas têm o mesmo comportamento de aumento ou diminuição, mas não necessariamente na mesma proporção. O uso desse coeficiente é indicado para relacionar quaisquer tipos de variáveis e independe da normalidade da distribuição dos dados [11].

Em todas as análises foi utilizado o coeficiente de Spearman, por não existir limitação nos conjuntos de dados para sua aplicação. E, uma vez que todas as variáveis são quantitativas, para verificar a aplicabilidade do coeficiente de Pearson é necessário verificar a normalidade da distribuição dos dados das duas variáveis envolvidas em cada análise. Se ambas apresentarem distribuição normal, o teste de correlação poderá ser aplicado.

A correlação foi analisada com intuito de observar como uma variável se comporta na presença da outra, ou seja, se existem correlações entre os parâmetros de processamento da técnica de colagem de fita e a planicidade do produto final e se essas correlações são significativas. Tanto para o teste de correlação de Pearson quanto para o de Spearman, o resultado está compreendido entre -1 e 1, sendo os extremos a indicação de uma correlação forte, positiva ou negativa, e o zero, a inexistência da correlação. Além disso, o valor-p calculado pelo teste de correlação é utilizado no teste de hipótese que diz que a correlação é inexistente, sendo assim, apenas se o valor-p for inferior ao nível de significância, a probabilidade de a hipótese nula ser rejeitada é muito grande, o que representa que a correlação é estatisticamente significativa no nível de significância definido [12].

2.5. Pós processamento das fitas

Para avaliar outras alternativas visando aumentar a planicidade das placas, foram testadas duas rotas de pós processamento na fita à verde.

O primeiro ensaio consistiu em laminar a fita à verde entre duas placas de vidro a pressão de 75 Pa e 70 °C temperatura próxima a temperatura de transição vítrea do ligante, de acordo com informações do fabricante.

O outro ensaio consistiu em realizar uma prensagem isostática a 200 MPa na fita à verde selada a vácuo numa embalagem de polipropileno.

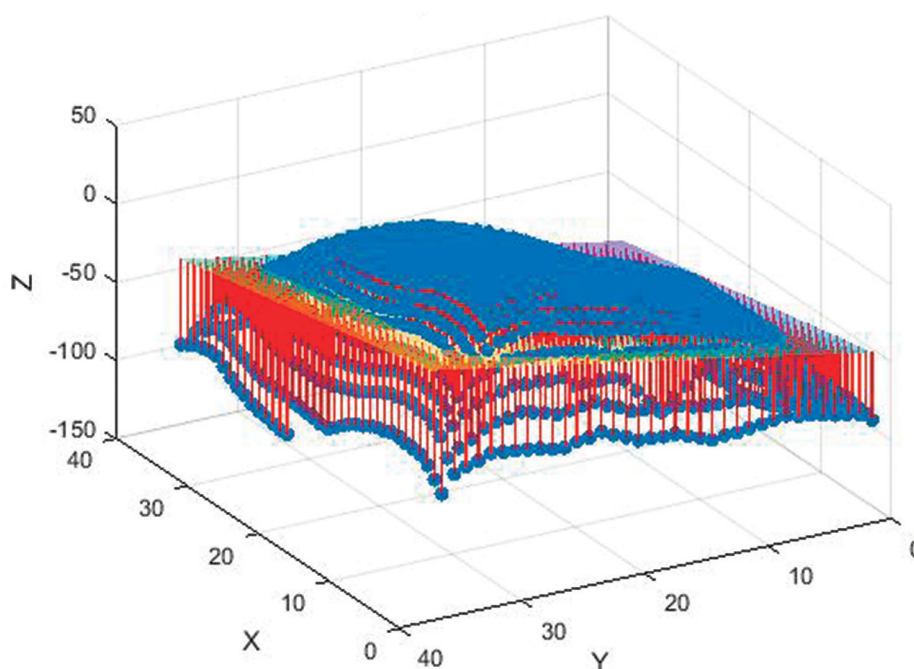


Figura 2: Topografia de uma das placas em relação ao plano ajustado pela regressão linear.

Tabela 2: Índice de planicidade das placas fabricadas.

LOTE	ÍNDICE DE PLANICIDADE MÉDIO
A	0,112
B	0,267
C	0,441
D	0,503
E	0,493

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Avaliação da planicidade

Para aplicar o método dos mínimos quadrados foi necessário transformar os mapas topográfico das peças para um formato matricial. O gráfico da Figura 2 mostra o plano ajustado pelo método em relação aos pontos medidos da topografia de uma das placas estudadas. Os pontos azuis são os pontos de cada coordenada do mapa topográfico da peça e as linhas vermelhas que ligam os pontos ao plano ajustado representam os resíduos da regressão, que foram utilizados no cálculo do índice de planicidade.

A Tabela 2 mostra o índice de planicidade médio calculado para cada um dos lotes de placas fabricadas.

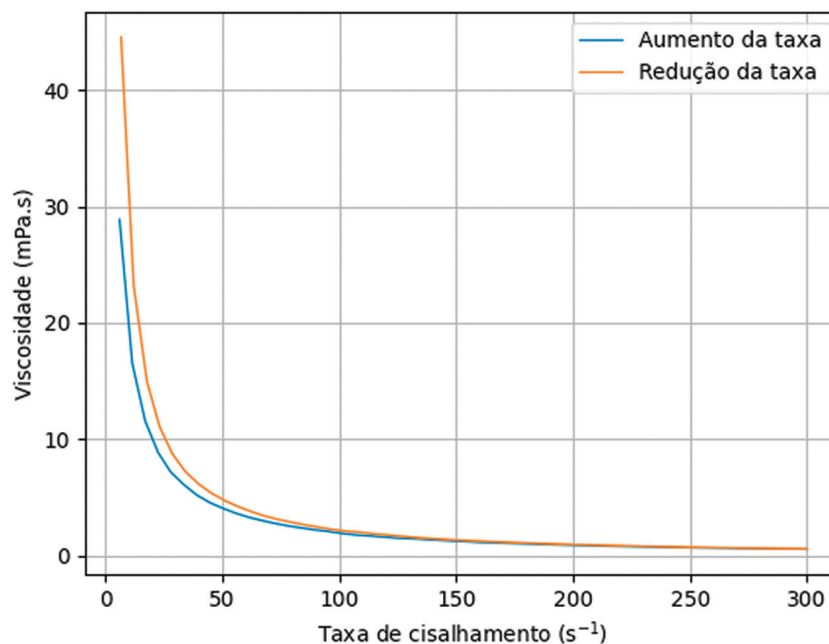
3.2. Influência dos parâmetros de processamento

Os parâmetros a serem relacionados com a planicidade das placas produzidas pela técnica de colagem de fita são: O comportamento tixotrópico da suspensão, A fração mássica de plastificante do tipo I em relação ao ligante, a fração mássica de plastificante do tipo II em relação ao TZ8Y e a fração volumétrica de ligantes em relação ao TZ8Y. Os três últimos estão representados na Tabela 3 para todos os lotes.

Para o conjunto de dados dos índices de planicidade das placas, o teste de Shapiro-Wilk apresentou um valor-p igual a 0,286, que é superior ao nível de significância definido e a distribuição pôde ser considerada normal. Desta forma, o teste de correlação mais adequado para a análise será definido pela distribuição dos dados da variável a ser relacionada com a planicidade. Pelo teste de Shapiro-Wilk, apenas a fração volumétrica de ligantes

Tabela 3: Parâmetros de processamento estudados.

LOTE	PLASTIFICANTE TIPO I/LIGANTES (MASSA/MASSA)%	PLASTIFICANTE TIPO II/TZ8Y (MASSA/MASSA)%	LIGANTES/TZ8Y (VOLUME/VOLUME)%
A	110,0	19,0	50,9
B	105,0	8,4	30,3
C	105,0	13,5	30,4
D	50,0	4,0	30,3
E	90,0	2,4	30,4

**Figura 3:** Resultado do ensaio de viscosidade realizado com uma das suspensões do estudo.

em relação aos sólidos apresentou uma distribuição normal dos dados e será analisada pelo teste de correlação de Pearson, enquanto todas as outras variáveis apresentaram uma distribuição não normal e serão analisados pelo teste de correlação de Spearman.

Todas as suspensões que passaram pelo ensaio de viscosidade apresentaram um comportamento tixotrópico. Como observado no gráfico da Figura 3, que mostra o resultado do ensaio para uma das suspensões do estudo, existe uma histerese, notada pela distinção entre as curvas de aumento e de diminuição da taxa de cisalhamento e é possível atestar que a suspensão apresentou dificuldade em recuperar rapidamente a viscosidade anterior com a diminuição da taxa.

Para quantificar a magnitude da tixotropia da suspensão, foi calculado a histerese, ou seja, a área entre as curvas determinadas pelas duas etapas do ensaio de viscosidade [13]. Um valor maior da área é um indicativo de um maior tempo para retomar a viscosidade inicial. A área foi calculada numericamente utilizando uma soma trapezoidal, utilizando como extremo inferior o maior ponto mínimo e como extremo superior o menor ponto máximo entre as todas as amostras ensaiadas, de forma a igualar os intervalos de cálculo para todas as suspensões.

Relacionando a área obtida com a o índice de planicidade de cada placa da população (Figura 4), o coeficiente de correlação de Spearman apresentou um resultado de -0.1684 com um valor-p igual 0.623 , que é muito superior ao nível de significância definido, o que denota que a correlação não é estatisticamente significativa e que o comportamento tixotrópico da suspensão não teve influência na planicidade das placas fabricadas.

Apesar deste resultado, a existência dessa influência não pode ser descartada. A taxa de cisalhamento à qual as suspensões foram submetidas durante a colagem foi muito baixa, cerca de 3 s^{-1} . Foi observado nos resultados dos ensaios de viscosidade, como exemplificado na Figura 3, que para taxas de cisalhamento muito baixas, a diminuição da viscosidade foi bem sutil, e, apesar do comportamento tixotrópico das suspensões, a viscosidade inicial é recuperada de forma bem mais rápida.

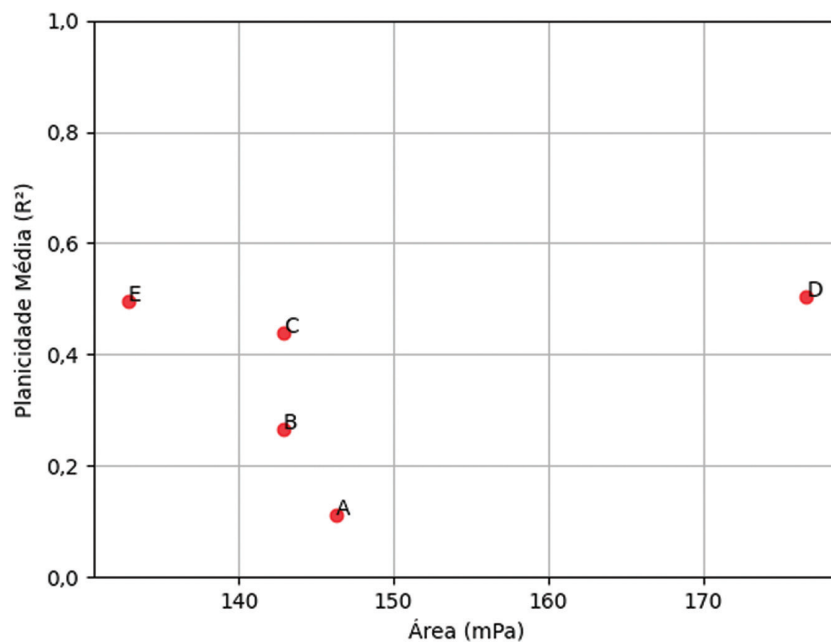


Figura 4: Relação entre a planicidade média de cada lote de placas e a área correspondente do ensaio de viscosidade.

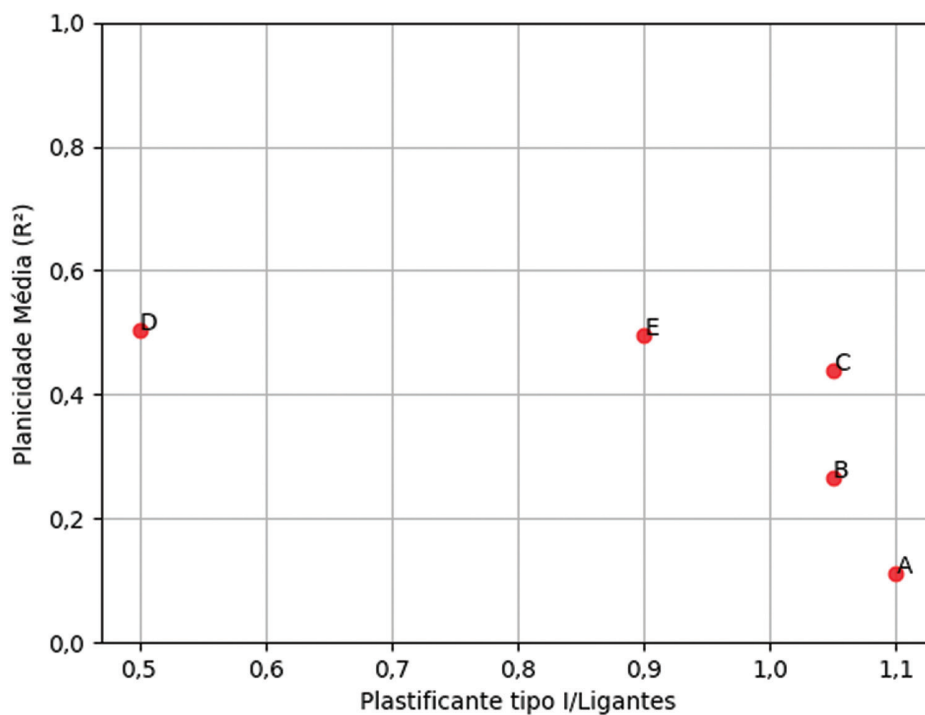


Figura 5: Relação entre a planicidade média de cada lote de placas e a proporção de massa entre o plastificante tipo I e os ligantes.

Isso sugere que a influência da tixotropia seja maior para taxas de cisalhamento superiores durante a colagem. É possível observar nos resultados dos ensaios de viscosidade que apenas para taxas acima de 20 s^{-1} a suspensão teve uma diminuição maior da viscosidade, e a partir desse valor a tixotropia provavelmente terá uma influência mais significativa na planicidade das placas, uma vez que a suspensão precisará de mais tempo para recuperar a viscosidade de repouso.

Relacionando diretamente fração mássica de plastificante do tipo I em relação aos ligantes com o índice de planicidade (Figura 5), o coeficiente de correlação de Spearman apresentou um resultado de -0.9543 com um valor- $p < 10^{-3}$, inferior ao nível de significância definido, o que sugere que a correlação indicada é bastante significativa estatisticamente. É importante salientar que após a sinterização, todas as placas empenaram na

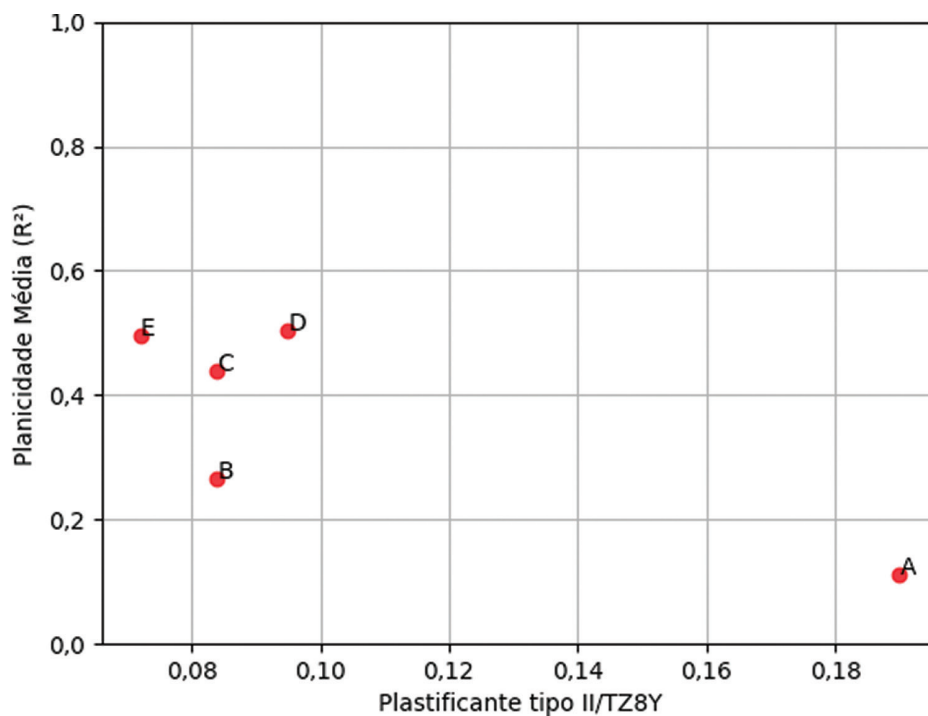


Figura 6: Relação entre a planicidade média de cada lote de placas e a proporção de massa entre o plastificante tipo II e TZ8Y.

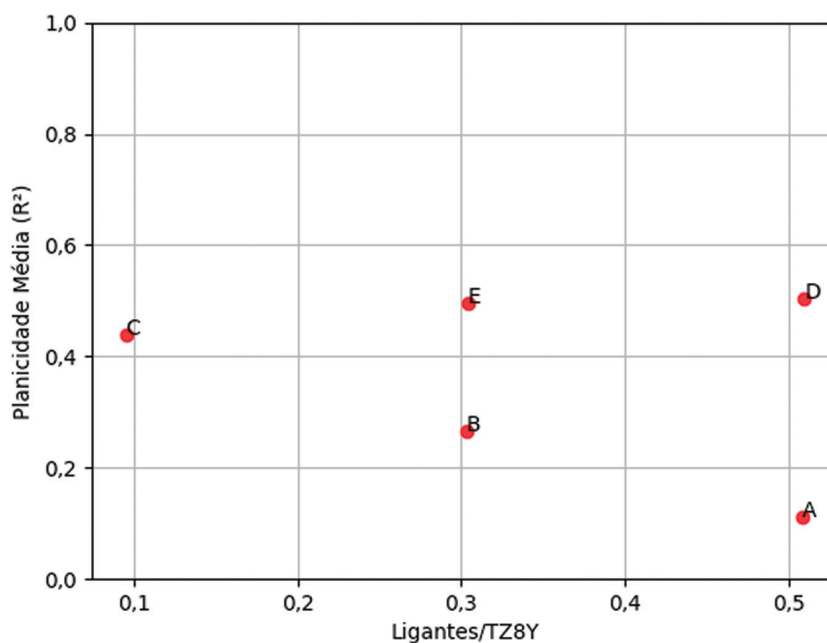


Figura 7: Relação entre a planicidade média de cada lote de placas e a proporção de volume entre os ligantes e os sólidos.

direção oposta ao contato com o filme de Mylar, independente da posição (face em contato com o Mylar voltado para cima ou para baixo) e da carga aplicada durante a sinterização. Este comportamento indica a formação de um gradiente de densidade que ocorre após a colagem, durante a etapa de secagem. A fração do teor de plastificante do tipo I tem influência na interação ligante/solvente e sua migração para a superfície durante a etapa de secagem, causando o gradiente de densidade.

Para a relação entre a fração mássica de plastificante do tipo II em relação ao TZ8Y e o índice de planicidade (Figura 6), o coeficiente de Spearman apresentou um resultado de -0.5801 com um *valor-p* igual a 0,172, superior ao nível de significância definido, o que indica que a correlação não é estatisticamente significativa.

Para a relação entre a fração volumétrica de ligantes em relação ao TZ8Y e o índice de planicidade (Figura 7), o coeficiente de Pearson apresentou um resultado de -0.4347 com um *valor-p* igual a 0.329, superior ao nível de significância definido, o que indica que a correlação não é estatisticamente significativa. Para a mesma relação, o coeficiente de Spearman resultou em 0, com um *valor-p* igual a 1, reforçando baixa representatividade dessa relação para as placas fabricadas no estudo. A fração de ligantes têm influência na resistência mecânica a verde das placas e considerando sua migração para a superfície durante a secagem, era de se esperar que o teor deste aditivo tivesse um grande peso no empenamento das placas, no entanto, esta relação não foi encontrada neste trabalho.

3.3. Influência do pós processamento

Placas do lote A foram submetidas a laminação e a média do índice de planicidade determinado foi de 0.801, o que representou uma melhora significativa em relação à média do lote, que foi de 0.112.

Foi realizada a prensagem isostática em algumas placas do lote B, e a média do índice de planicidade determinado foi de 0.801, com placas com o valor superior a 0.9. Para o lote B a média foi de 0.267, o que representa uma melhora extremamente relevante na planicidade do produto final.

Estes resultados indicam que a laminação das fitas à verde ou sua prensagem isostática é uma rota eficiente para reduzir o empenamento de placas após a sinterização pois melhoram a homogeneidade da fita, reduzindo o efeito de migração de ligantes para a superfície e gradiente de densidade que ocorre durante a secagem.

4. CONCLUSÕES

A planicidade dos diferentes lotes de placas fabricadas pela técnica de colagem de fita foi analisada com o objetivo de identificar possíveis correlações com alguns dos diversos parâmetros de processamentos. A maioria dos parâmetros considerados não apresentou uma correlação estatisticamente significativa com a planicidade, porém para a fração mássica entre o plastificante do tipo I e os ligantes surgiu uma correlação bastante forte e significativa ($\rho \cong -0,95$ e $p < 10^{-3}$) que pode ser levada em questão em futuros estudos, apenas sempre lembrando que a correlação não implica diretamente em causalidade.

O comportamento tixotrópico da suspensão não apresentou uma correlação significativa com a planicidade das placas produzidas no estudo, o que pode ser explicado pela baixa taxa de cisalhamento à qual as suspensões estavam submetidas durante a colagem, uma vez que a queda de viscosidade foi mais acentuada para taxas de cisalhamento superiores, como observado nos resultados do ensaio de viscosidade. Dessa forma, a correlação não foi estatisticamente significativa pelo fato de outros parâmetros terem exercido uma influência maior na alteração da planicidade das placas.

É notável a importância da realização de um pós processamento nas fitas à verde para obtenção de um produto com melhor acabamento. A laminação das placas e a prensagem isostática produziram uma melhora significativa na planicidade média das placas produzidas em relação à das placas que não passaram por nenhum processo após a colagem, com destaque para o uso da prensagem isostática em que foram obtidas placas com planicidade acima de 0,9.

5. AGRADECIMENTOS

A CAPES pela bolsa de doutorado sanduíche (processo N° 2381-10-9).

6. BIBLIOGRAFIA

- [1] MISTLER, R.E., TWINAME, E.E., *Tape casting: theory and practice*, USA, Wiley, 2000.
- [2] BEAUMONT, P.W.R., ZWEBEN, C.H., *Comprehensive Composite Materials II*, USA, Elsevier, 2018.
- [3] HOTZA, D., NISHIHORA, R.K., MACHADO, R.A.F., *et al.*, “Tape casting of preceramic polymers toward advanced ceramics: a review”, *Ceramic Engineering and Science*, v. 1, n. 1, pp. 21–41, 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1002/ces2.10009>
- [4] PARK, H., MOON, H., PARK, S., *et al.*, “Performance improvement of anode-supported electrolytes for planar solid oxide fuel cells via a tape-casting/lamination/co-firing technique”, *Journal of Power Sources*, v. 195, n. 9, pp. 2463–2469, Maio. 2010. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jpowsour.2009.11.086>
- [5] AZARI, K., VAGHASLOO, Y.A., MOHANDESI, J.A., *et al.*, “The effect of cell shape on the warpage in solid oxide fuel cells”, *Journal of Power Sources*, v. 279, pp. 64–71, Abr. 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.12.147>

- [6] CHANTARAMEE, N., TANAKA, S., UEMATSU, K., “The effect of packing structure of powder particles on warping during sintering.”, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 28, n. 1, pp. 21–25, 2008. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.05.022>
- [7] JABBARI, M., BULATOVA, R., TOK, A.I.Y., *et al.*, “Ceramic tape casting: a review of current methods and trends with emphasis on rheological behavior and flow analysis”, *Materials Science and Engineering B*, v. 212, pp. 39–61, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.mseb.2016.07.011>
- [8] BITTERLICH, B., LUTZ, C., ROOSEN, A., “Rheological characterization of water-based slurries for the tape casting process”, *Ceramics International*, v. 28, n. 6, pp. 675–683, 2002. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0272-8842\(02\)00027-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0272-8842(02)00027-5)
- [9] BRETAS, R.E.S., D’AVILA, M.A., *Reologia de Polímeros Fundidos*, 2. ed., São Carlos, Edufscar, 2006.
- [10] FIGUEIREDO FILHO, B.D., SILVA JÚNIOR, J.A., “Desvendando os mistérios do coeficiente de correlação de Pearson”, *Revista Política Hoje*, v. 18, n. 1, pp. 115–146, 2009.
- [11] ZAR, H.J., *Biostatistical analysis*, 5 ed., USA, Pearson, 2009.
- [12] XIAO, C., YE, J., ESTEVES, R.M., *et al.*, “Using Spearman’s correlation coefficients for exploratory data analysis on big dataset”, *Concurrency and Computation*, v. 28, n. 14, pp. 3866–3878, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1002/cpe.3745>
- [13] HOLDSWORTH, S.D., “Rheological models used for the prediction of the flow properties of food products: a literature review”, *Food and Bioproducts Processing*, v. 71, n. 3, pp. 139–179, 1993.