

IMPRESSÃO 3D DE POLI (3-HIDROXIBUTIRATO) PELA TÉCNICA DE
SINTERIZAÇÃO SELETIVA A LASER VISANDO A PRODUÇÃO DE
ARCABOUÇOS PARA REGENERAÇÃO ÓSSEA

Tatiana Faria Pereira

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de
Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de
Materiais, COPPE, da Universidade Federal do
Rio de Janeiro, como parte dos requisitos
necessários à obtenção do título de Doutor em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadoras: Rossana Mara da Silva Moreira

Thiré

Marysilvia Ferreira da Costa

Rio de Janeiro

Março de 2015

IMPRESSÃO 3D DE POLI (3-HIDROXIBUTIRATO) PELA TÉCNICA DE
SINTERIZAÇÃO SELETIVA A LASER VISANDO A PRODUÇÃO DE
ARCABOUÇOS PARA REGENERAÇÃO ÓSSEA

Tatiana Faria Pereira

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ
COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM
CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof.^a Rossana Mara da Silva Moreira Thiré, D.Sc.

Prof.^a Marysilvia Ferreira da Costa, D.Sc.

Prof. Luiz Carlos Pereira, D.Sc.

Prof.^a Verônica Maria de Araujo Calado, D.Sc.

Prof.^a Dilma Alves Costa, D.Sc.

Dr. Izaque Alves Maia, Ph.D.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2015

Pereira, Tatiana Faria

Impressão 3D de Poli (3-hidroxibutirato) pela Técnica de Sinterização Seletiva a Laser visando a Produção de Arcabouços para Regeneração Óssea/Tatiana Faria Pereira. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2015.

XIX, 193 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadoras: Rossana Mara da Silva Moreira Thiré

Marysilvia Ferreira da Costa

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2015.

Referências Bibliográficas: p. 153-164.

1. Poli(3-hidroxibutirato). 2. Arcabouços Porosos. 3. Regeneração Óssea. I. Thiré, Rossana Mara da Silva Moreira *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

AGRADECIMENTOS

A Deus por me manter firme e ter me dado a família e os amigos que me apoiaram em todas as etapas da minha vida.

Às Professoras Rossana Mara da Silva Moreira Thiré e Marysilvia Ferreira da Costa por terem me confiado este trabalho.

Ao CNPQ e a FAPERJ pela bolsa de doutorado e a CAPES e ao PROCAD/CAPES pelo apoio financeiro.

Aos profissionais do Centro de Tecnologia de Informação (CTI), em especial: Marcelo, Izaque e Jorge, pela ajuda e dedicação a este trabalho, e também pelo carinho e atenção.

À PHB Industrial S/A por ter fornecido à matéria-prima deste trabalho.

À Professora Dilma Alves Costa pela eterna orientação.

Aos profissionais desta instituição em especial: Francisco (Secretaria), Carla, Adriana, Hugo, Manuel (MEV), Robson, Laércio e Roberto, Ana Paula e Luiza.

Aos amigos preciosos que fiz durante os anos que passei nessa Instituição, Taíla, Elizandra, Jeremias, Geovânio, Bruna, Márcio, Diego, Diogo, Paulo Henrique, Mariana, Agmar, por inúmeros socorros prestados e pelos momentos de alegrias.

Aos meus pais Thomáz e Fátima pelo amor e a dedicação.

Aos meus irmãos Thiago e Juninho por torcerem pelo meu sucesso.

Aos meus familiares por estarem sempre presentes na minha vida.

Aos amigos, Cláudia, Agostinho, Roberta, Livia, Gigi, Renato, Dilma, Cinthya, Bruno Elizandra, Marília, Cristiano, Carlos e o Kiko por estarem sempre comigo nos

momentos de alegrias e pelo apoio nos momentos de dificuldades. Vocês fazem parte da minha família.

Aos amigos Crica, Pirez, Carol, Herta, Mariana, Rose, Moriz pelos ensinamentos e momentos de alegrias.

A todos, muito obrigada. Amo muito vocês.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

IMPRESSÃO 3D DE POLI (3-HIDROXIBUTIRATO) PELA TÉCNICA DE
SINTERIZAÇÃO SELETIVA A LASER VISANDO A PRODUÇÃO DE
ARCABOUÇOS PARA REGENERAÇÃO ÓSSEA

Tatiana Faria Pereira

Março/2015

Orientadoras: Rossana Mara da Silva Moreira Thiré

Marysilvia Ferreira da Costa

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Neste trabalho, foi utilizada a tecnologia de Sinterização Seletiva a Laser (SLS) para a construção de arcabouços porosos de poli(3-hidroxibutirato) com aplicação potencial em Engenharia Óssea. Foi avaliada a influência dos parâmetros de processo SLS nas propriedades morfológicas e mecânicas dos arcabouços confeccionados a partir de dois modelos digitais distintos. Os resultados indicaram a possibilidade de reuso do pó remanescente do processamento por SLS. O primeiro modelo foi reproduzido utilizando potência de laser (PL) distintas, resultando em arcabouços com porosidade variando de 51,6 a 77,5% e propriedades mecânicas com características anisotrópica em compressão. O segundo modelo foi construído seguindo o Planejamento Fatorial 3^3 , onde foram determinados os parâmetros ótimos de potência de laser (18,8 W), espaçamento entre as varreduras (0,19 mm) e espessura da camada (0,13 mm) para obtenção de arcabouços com as seguintes características aproximadas: distorção de fraca a moderada na estrutura, desvio dimensional em relação ao modelo digital de 43% (tamanho de poro) e 2,37% (dimensões externas), grau de porosidade de 70%, módulo e resistência em compressão de 35 MPa e 1,5 MPa, respectivamente.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

3D PRINTING OF POLY(3-HYDROXYBUTYRATE) BY SELECTIVE LASER
SINTERING TECHNIQUE FOR SCAFFOLDS PRODUCTION APPLIED TO BONE
REGENERATION

Tatiana Faria Pereira

March/2015

Advisors: Rossana Mara da Silva Moreira Thiré

Marysilvia Ferreira da Costa

Department: Metallurgical and Materials Engineering

In this study, Selective Laser Sintering Technology (SLS) was used for the construction of porous scaffolds of poly (3-hydroxybutyrate) with potential application in bone engineering. The influence of the SLS process parameters on morphological and mechanical properties of the scaffolds made from two different digital models was evaluated. The results indicated the possibility of reuse of the remaining SLS processing powder. The first model was reproduced using different laser power (PL), resulting scaffolds with porosity ranging from 51.6 to 77.5% and mechanical properties with anisotropic characteristics in compression. The second model was built following 3³ complete factorial design, and the optimal parameters laser power (18.8 W), the scan spacing (0.19 mm) and layer thickness (0.13 mm) were determined to obtain scaffolds having the following approximate characteristics: a low to moderate distortion in the structure, dimensional deviation from the computational model 43% (pore size) and 2.37% (external dimensions), degree of porosity of 70%, modulus and compression strength of 35 MPa and 1.5 MPa, respectively.

Sumário

CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO.....	1
CAPÍTULO II – OBJETIVO.....	5
CAPÍTULO III – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	6
3.1. Defeitos Ósseos	6
3.2. Regeneração Tecidual.....	7
3.3. Arcabouços para o crescimento celular.....	8
3.3.1. Características necessárias aos arcabouços para a regeneração tecidual.....	10
3.4. Poli(3-hidroxibutirato).....	15
3.5. Técnicas para fabricação de arcabouços porosos.....	18
3.5.1. Sinterização Seletiva à Laser, SLS.....	20
3.5.2. Influência dos principais parâmetros de processo SLS nas propriedades finais das peças obtidas.....	23
3.5.3. Densidade de energia fornecida ao material no processamento por SLS.....	31
3.6. Processo de Sinterização de Polímeros.....	32
3.7. Propriedades Importantes dos Materiais (Polímeros) que Influenciam no Processamento por SLS.....	34
3.8. Principais problemas que podem ocorrer no processo por SLS.....	38
CAPÍTULO IV – MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
4.1. Poli(3-hidroxibutirato).....	40
CAPÍTULO IV – MATERIAIS E MÉTODOS – PARTE I.....	41
4.2. Confecção de arcabouços porosos utilizando o PHB não processado e após ciclos de processamento por SLS.....	41
4.2.1. Modelo Digital dos Arcabouços.....	41
4.2.2. Equipamento de Sinterização Seletiva a Laser	41
4.2.3. Condições de processamento SLS.....	43
4.3. Simulação de degradação isotérmica do pó de PHB com o tempo.....	44
4.4. Caracterização do pó de PHB e dos arcabouços porosos.....	45
4.4.1. Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).....	45
4.4.2. Difração de Raios-X.....	45

4.4.3. Determinação da distribuição granulométrica do pó de PHB.....	45
4.4.4. Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC).....	45
4.4.5. Análise termogravimétrica (TGA) e termogravimetria derivativa (DTG).....	46
4.4.6. Espectrometria de Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio...	46
CAPÍTULO IV – MATERIAIS E MÉTODOS – PARTE II.....	47
4.5. Confeção dos Arcabouços Porosos de PHB.....	47
4.6. Caracterização dos arcabouços porosos de PHB.....	47
4.6.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	47
4.6.2. Microtomografia.....	48
4.6.3. Teste de Compressão.....	48
CAPÍTULO IV – MATERIAIS E MÉTODOS – PARTE III.....	49
4.7. Confeção dos Arcabouços Porosos de PHB seguindo um Planejamento Fatorial Completo 3^3	50
4.7.1. Modelo Digital dos Arcabouços (modelo 2).....	50
4.7.2. Planejamento Fatorial Completo 3^3	50
4.8. Caracterização dos arcabouços porosos de PHB relativa à obtenção dos parâmetros respostas do planejamento fatorial.....	53
4.8.1. Análise visual de distorção e delaminação (Índice de Distorção ou Delaminação - ID).....	53
4.8.2. Análise dimensional dos poros.....	54
4.8.3. Análise dimensional da estrutura externa.....	55
4.8.4. Índice de Acurácia Dimensional (AC).....	56
4.8.5. Determinação da porosidade aparente dos arcabouços.....	56
4.8.6. Fator de Porosidade – FP.....	57
4.8.7. Teste de compressão	58
4.8.8. Fator de Propriedade Mecânica Compressiva – PC.....	58
CAPÍTULO V – RESULTADOS E DISCUSSÃO - PARTE I.....	59
5.1. Caracterização do PHB.....	60
5.1.1. Espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).....	60
5.1.2. Difração de Raios-X.....	61

5.1.3. Análise de Distribuição Granulométrica.....	62
5.1.4. Análise Térmica do PHB.....	63
5.2. Caracterização do pó de PHB após ciclos de processamento SLS.....	66
5.3. Caracterização térmica dos arcabouços de PHB.....	68
5.4. Caracterização do PHB submetido à exposição isotérmica em atmosfera inerte em diferentes tempos.....	69
5.5. Conclusões Parciais.....	70
CAPÍTULO V – RESULTADOS E DISCUSSÃO - PARTE II.....	71
5.6. Caracterização dos Arcabouços de PHB.....	71
5.6.1. Características Gerais.....	71
5.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	74
5.6.3. Microtomografia.....	79
5.6.4. Teste de Compressão.....	86
5.7. Conclusões Parciais.....	94
CAPÍTULO V – RESULTADOS E DISCUSSÃO - PARTE III.....	96
5.8. Caracterização dos arcabouços – Planejamento Fatorial.....	96
5.8.1. Índice de Distorção ou Delaminação (ID).....	96
5.8.2. Análise dimensional dos poros.....	98
5.8.3. Análise dimensional da geometria externa e grau de desnivelamento da altura.....	102
5.8.4. Índice de Acurácia Dimensional.....	104
5.8.5 Porosidade dos arcabouços.....	108
5.8.6. Propriedades Mecânicas Compressivas dos Arcabouços.....	112
5.9. Planejamento Fatorial Completo.....	116
5.9.1. Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre o índice de disorção ou delaminação do arcabouço.....	117
5.9.2. Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre a acurácia dimensional dos arcabouços.....	125
5.9.3 Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre a porosidade dos arcabouços.....	133
5.9.4 Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre as propriedades mecânicas dos arcabouços.....	141

5.10. Otimização com restrição.....	147
5.11. Conclusões Parciais.....	149
CAPÍTULO VI- CONCLUSÕES.....	151
6.1 Conclusões.....	151
6.2. Sugestões para Trabalhos Futuros.....	152
CAPÍTULO VII – REFERÊNCIAS	153
ANEXO.....	165

Lista de Figuras

Figura 3.1: Estrutura química do poli(3-hidroxibutirato).....	15
Figura 3.2: Degradação térmica de Polihidroxibutirato via mecanismo cis- eliminação.....	18
Figura 3.3: Esquema que representa as etapas de fabricação da peça por impressão 3D.....	20
Figura 3.4: Desenho esquemático que apresenta as etapas do processamento SLS.....	22
Figura 3.5: Etapas da coalescência de duas partículas poliméricas.....	33
Figura 3.6: Propriedades Importantes dos Materiais (Polímeros) que Influenciam no Processamento por SLS.....	37
Figura 4.1: Modelo Digital dos arcabouços (denominado modelo digital 1).....	41
Figura 4.2: Equipamento para a fabricação dos arcabouços por SLS (Sinterstation 2000, propriedade do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer).....	42
Figura 4.3: Desenho esquemático da execução dos testes de compressão.....	49
Figura 4.4: Modelo digital dos arcabouços (denominado modelo digital 2).....	51
Figura 5.1: Espectro de FTIR do PHB (a) e a ampliação da região de 1800 – 650 cm ⁻¹ (b).....	61
Figura 5.2: Difratoograma de DRX do PHB antes do processamento.....	62
Figura 5.3: Gráfico da granulometria do pó de PHB após o peneiramento.....	63
Figura 5.4: Análise térmica do PHB realizada por DSC relativa ao 2º ciclo de aquecimento.....	64
Figura 5.5: Análise térmica do PHB relativa a curva de TGA e (c) DTG.....	65
Figura 5.6: Espectros de RMN-H ¹ do pó de PHB após ciclos de processamento por SLS de 32,15 h (coletado do <i>part bed</i>) e 3,5 h (coletado do <i>part bed</i>) (b) e do pó de PHB não processado (c).....	67
Figura 5.7: Fotografia dos arcabouços produzidos com PL de 7 W (a), 10 W (b), 13 W (c), 16 W (d), 19 W (e), 22 W (f) e 25 W (g).....	71
Figura 5.8: Fotografias dos arcabouços referentes ao plano xy, construídos com PL de 7 W (a), 10 W (b) 13 W (c) 16 W (d) 19 W (e) 22 W (f) 25 W (g) e modelo	

digital (h).....	72
Figura 5.9: Fotografias dos arcabouços referentes ao plano xz, construídos com PL de 7 W (a), 10 W (b); 13 W (c); 16 W (d); 19 W (e), 22 W (f); 25 W (g) e modelo digital (h), evidenciando a delaminação entre as camadas (seta preta) e o empenamento (evidenciado vermelho).....	73
Figura 5.10: Fotografias dos arcabouços referentes à sua estrutura interna no plano xz, construídos com PL de 7 W (a), 10 W (b); 13 W (c); 16 W (d); 19 W (e), 22 W (f); 25 W (g) e o modelo digital (h).....	73
Figura 5.11: Imagens de MEV da superfície dos arcabouços confeccionados com diferentes potências de laser (a) 7W, (b) 13W, (c) 16 W, (d) 19 W, (e) 22 W e (f) 25 W (aumento x 30).....	75
Figura 5.12: Imagens de MEV da superfície dos arcabouços confeccionados com diferentes potências de laser (a) e (b) 7W, (c) e (d) 13W, (e) e (f) 16 W (aumento x 100 e x 300).....	76
Figura 5.13: Imagens de MEV da superfície dos arcabouços confeccionados com diferentes potências de laser (a) e (b) 19 W, (c) e (d) 22 W, (e) e (f) 25 W (aumento x 100 e x 300).....	77
Figura 5.14: Imagens tridimensionais dos arcabouços obtidas utilizando o μ CT, referentes às PL de: 7 W (a) e (b), 13 W (c) e (d).....	79
Figura 5.15: Imagens tridimensionais dos arcabouços obtidas utilizando o μ CT, referentes às PL de: 19 W (a) e (b), 22 W (c) e (d) e 25 W (e) e (f).....	80
Figura 5.16: Gráfico de Densidade de Energia por Área versus Porosidade.....	81
Figura 5.17: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 7 W (a) e 10 W (b).....	83
Figura 5.18: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 13 W (a) e 16 W (b).....	84
Figura 5.19: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 19 W (a) e 22 W (b).....	85
Figura 5.20: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 25 W.....	86
Figura 5.21: Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 7 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e perpendicular (b) à direção da camada.....	87

Figura 5.22: Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 10 W e 13 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e (b) e perpendicular (c) e (d) à direção da camada, respectivamente.....	88
Figura 5.23 Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 16 W e 19 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e (b) e perpendicular (c) e (d) à direção da camada, respectivamente.....	89
Figura 5.24 Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 22 W e 25 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e (b) e perpendicular (c) e (d) à direção da camada, respectivamente.....	90
Figura 5.25: Resultados de Módulo Compressivo obtidos nos ensaios 1 e 2.....	91
Figura 5.26: Resultados de Resistência Compressiva obtidos nos ensaios 1 e 2.....	91
Figura 5.27: Resultado do ID (a) e valores de DEv (b) para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3	97
Figura 5.28: Resultado da Área dos Poros (a) e valores de DEv (b) para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3 . Mesma letra indica que não há diferença significativa entre os valores (LSD Fisher, $p < 0,05$)...	99
Figura 5.29: Resultados de área dos poros com relação à DEvolume (a) e DEárea (b), para cada condição de processamento.....	101
Figura 5.30: Resultado da Análise dimensional Externa do arcabouço (a) lado x e y (b) altura para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3	103
Figura 5.31: Valores de DEvolume correspondente a cada condição de processamento.....	104
Figura 5.32: Resultado de Porosidade (a) e valores de DEv (b) para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3	109
Figura 5.33: Gráfico de DEvolume versus Porosidade.....	111
Figura 5.34: Resultado de propriedades mecânicas compressivas dos arcabouços (a) módulo e (b) resistência.....	113
Figura 5.35: Valores de DEvolume correspondente a cada condição de processamento.....	114
Figura 5.36: Gráfico de Pareto relativo ao tratamento estatístico da variável resposta ID.....	120

Figura 5.37.: Gráfico dos valores previstos <i>versus</i> valores observados (variável resposta ID).....	121
Figura 5.38: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta ID (a) e Curva de Nível correspondente.....	122
Figura 5.39: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis da EC e de EV na variável resposta ID, mantendo fixo a PL.....	123
Figura 5.40: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis da EC e de EV na variável resposta ID, mantendo fixo a PL.....	124
Figura 5.41: Gráfico de Pareto relativo ao tratamento estatístico da variável resposta AC.....	127
Figura 5.42: Gráfico dos valores previstos <i>versus</i> valores observados (variável resposta AC).....	129
Figura 5.43: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta AC (a) e Curva de Nível correspondente.....	131
Figura 5.44: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis da EC e de EV na variável resposta AC, mantendo fixo a PL.....	131
Figura 5.45: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de PL e de EC na variável resposta AC, mantendo fixo o EV.....	132
Figura 5.46: Gráfico de Pareto relativo ao tratamento estatístico da variável resposta FP.....	135
Figura 5.47: Gráfico dos valores previstos <i>versus</i> valores observados (variável resposta FP).....	137
Figura 5.48: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta FP (a) e Curva de Nível correspondente.....	138
Figura 5.49: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de PL e de EC na variável resposta FP, mantendo fixo o EV.....	139
Figura 5.50: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de EC e EV na variável resposta FP, mantendo fixo a PL.....	140
Figura 5.51: Gráfico de Paretos relativo ao tratamento estatístico da variável resposta PC.....	142

Figura 5.52: Gráfico dos valores previstos <i>versus</i> valores observados (variável resposta PC).....	144
Figura 5.53: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta PC (a) e Curva de Nível correspondente.....	145
Figura 5.54: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de EC e EV na variável resposta PC, mantendo fixo a PL.....	146
Figura 5.55: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de PL e de EC na variável resposta PC, mantendo fixo o EV.....	147
Figura 5.48: Gráfico da Função <i>desirability</i>	148
Anexo 1 - Figura 1: Curvas de DSC relativas ao 2º ciclo de aquecimento realizadas no pó de PHB após ciclos de 3,5 h e 32,15 h de processamento por SLS	165
Anexo 1 - Figura 2: Espectros de RMN-H ¹ do pó de PHB não processado (a) e remanescente de ciclos de 3,5 h (coletado do part bed) e 32,15 h (coletado do part bed) após ciclos de processamento SLS.....	166
Anexo 1 - Figura 03: Curvas de DSC relativas ao 2º ciclo de aquecimento realizadas nos modelo físico confeccionado com PHB não processado (1º conjunto de processamento) e o remanescente de ciclos de 3,5 h (2º conjunto de processamento).....	167
Anexo 2 - Figura 04: Teste de normalidade dos dados referente ao Índice de Distorção ou Delaminação (ID).....	190
Anexo 2 - Figura 05: Teste de normalidade dos dados referente ao índice de acurácia dimensional (AC).....	191
Anexo 2 - Figura 06: Teste de normalidade dos dados referente ao fator de porosidade (FP).....	192
Anexo 2 - Figura 07: Teste de normalidade dos dados referente ao fator propriedades compressiva (PC).....	193

Lista de Tabelas

Tabela 3.1: Propriedades do poli(3-hidroxi-butarato).....	16
Tabela 4.1: Propriedades físico-químicas do PHB (dados do fabricante).....	40
Tabela 4.2: Principais parâmetros do processo utilizados.....	42
Tabela 4.3: Esquema do processamento dos arcabouços.....	43
Tabela 4.4: Especificação dos parâmetros de processo de cada grupo de amostras.....	47
Tabela 4.5: Fatores e níveis investigados no planejamento fatorial completo 3^3	51
Tabela 4.6: Planejamento Fatorial Completo 3^3 , sem réplicas das corridas.....	52
Tabela 4.7: Parâmetros de processos fixos.....	53
Tabela 5.1: Propriedades Térmicas e grau de cristalinidade do PHB não processado e após ciclos de 3,5 h e 32,15 h, obtidas a partir das curvas de DSC relativa ao 2º ciclo de aquecimento.....	66
Tabela 5.2: Propriedades Térmicas e grau de cristalinidade do modelo físico confeccionado com PHB não processado (1ª impressão) e o remanescente de ciclos de 3,5 h (2ª impressão) e 30,45 h (3ª impressão) de processamento SLS.....	69
Tabela 5.3.: Propriedades Térmicas e grau de cristalinidade do pó de PHB submetido à temperatura de 140°C por períodos de tempo de 3,5 h a 50 h, em atmosfera inerte.....	70
Tabela 5.5. Densidade de Energia.....	71
Tabela 5.6: Porosidade dos arcabouços em cada potência de laser utilizada.....	81
Tabela 5.7: Determinação do Índice de Acurácia Dimensional.....	107
Tabela 5.8: Características Finais dos Arcabouços (ID, AC, FP e PC), expresso na forma normalizada, para cada condição de processamento estabelecida no planejamento fatorial completo 3^3 , sem réplicas.....	117
Tabela 5.9: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta ID.....	118
Tabela 5.10: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta ID, considerando os fatores marginais.....	119

Tabela 5.11: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta ID, incluindo quatro efeitos não significativos.....	120
Tabela 5.12: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta ID...	120
Tabela 5.13: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta AC.....	126
Tabela 5.14: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta AC, considerado o efeito marginal.....	127
Tabela 5.15: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta AC, considerando 5 efeitos não significativos.....	128
Tabela 5.16: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta AC.....	128
Tabela 5.17: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta FP.....	134
Tabela 5.18: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta FP, com a remoção dos efeitos não significativos.....	135
Tabela 5.19: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta FP, considerando 7 efeitos não significativos.....	136
Tabela 5.20: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta FP.	136
Tabela 5.21: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta PC.....	142
Tabela 5.22: Análise de Variância para o modelo reduzido da variável resposta PC, incluindo o efeito marginal.....	143
Tabela 5.23: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta PC.	144
Tabela 5.24: Resultados da Otimização com restrição, considerando a Função Desirability Global de 0,6847.....	149
Anexo 2 – Tabela 1: Características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).	169
Anexo 2 - Tabela 2: Resultados da Análise Dimensional dos Poros	177

Anexo 2 – Tabela 3: Resultados da Análise Dimensional da Geometria Externa ..	179
Anexo 2 - Tabela 4: Resultados relativos ao grau de desnivelamento da altura.....	182
Anexo 2 - Tabela 5: Determinação do Índice de Acurácia Dimensional.....	184
Anexo 2 - Tabela 6: Resultados de Porosidade, acompanhado do respectivo Fator Porosidade.	186
Anexo 2 – Tabela 7: Resultados de Propriedades Mecânicas, acompanhado do respectivo Fator Propriedade Mecânica Compressiva (PC).	188

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

A Reconstrução Tecidual ou Engenharia Tecidual (*Tissue Engineering*) é um campo de estudo que abrange diversas áreas do conhecimento, dentre as quais se destacam a medicina, biologia e engenharia, tendo como propósito o desenvolvimento de soluções aos problemas relacionados à perda de órgãos e suas funções (ARMENTANO *et al.*, 2010).

O seu desenvolvimento é motivado pelas limitações encontradas nos transplantes de órgãos, as quais estão relacionadas ao número insuficientes de doadores compatíveis para atender à demanda crescente de receptores na lista de espera, aliados aos riscos de rejeição do tecido/órgão e aos efeitos colaterais dos remédios imunossupressores (TABATA, 2005).

Uma das primeiras estratégias desenvolvidas na Reconstrução Tecidual consistiu na produção de uma matriz de glicosaminoglicanas-colágeno para a regeneração da derme em pacientes que sofreram queimaduras, reportada em 1980. Os avanços da Reconstrução Tecidual vêm sendo acompanhados pelo desenvolvimento de arcabouços poliméricos porosos para a liberação de células e formação de tecidos, representando uma estratégia para a regeneração da maioria dos tecidos (BARRÈRE, *et al.* 2008). Dentre todos os tecidos humanos, o osso é o mais amplamente investigado na Engenharia de Tecidual, devido ao seu elevado potencial de regeneração.

Na maioria das fraturas ósseas, a regeneração ocorre sem a necessidade de grandes intervenções (STEVENS, 2008). Porém, grandes lesões, que podem ser ocasionadas devido à ressecção de tumores e à fraturas graves, necessitam de intervenções cirúrgicas. Atualmente, o tratamento padrão para esses casos é a utilização de enxerto ósseo autógeno, no qual é utilizado o osso do próprio paciente, retirado normalmente de um local de fácil acesso, e transplantado para o sítio lesionado. Entretanto, este procedimento é limitado pela quantidade de osso que pode ser retirada de um local doador do próprio paciente e, também pelas possíveis morbidades do sítio doador do enxerto ósseo, relacionadas à perda sensorial e por dores crônicas (MOORE *et al.*, 2001; STEVENS, 2008; SILVA *et al.*, 2010).

A engenharia de materiais está diretamente relacionada à Regeneração Tecidual no que tange o desenvolvimento de biomateriais e na produção dos arcabouços porosos (*scaffolds*), os quais fornecem os requisitos necessários para adesão, proliferação e secreção da matriz extracelular (ECM), viabilizando a reconstrução do tecido.

Os arcabouços porosos são empregados como substrato temporário com a função de guiar a regeneração de tecido, fornecendo suporte para o crescimento e diferenciação celular, assim como na distribuição de fatores de crescimento e moléculas bioativas (LUO *et al.*, 2007; MARTINS *et al.*, 2010). As propriedades do material, assim como a característica estrutural interna e o formato externo do arcabouço são considerados requisitos fundamentais ao sucesso da regeneração óssea.

Os arcabouços devem apresentar porosidade elevada, poros abertos e completamente interconectados. A estrutura constituída de microporosidade (poros inferiores a 10 μm) macroporosidade (poros de 200 a 900 μm) é necessária ao crescimento celular, ao transporte de nutrientes e de produtos residuais (SALGADO *et al.*, 2004; ZHOU *et al.*, 2008). Entretanto o grau de porosidade influencia na estabilidade mecânica dos arcabouços, e por isso, o seu valor deve ser ajustado com as propriedades mecânicas do tecido que se pretende regenerar (SALGADO *et al.*, 2004).

Adicionalmente, os arcabouços devem suportar a neovascularização, estimular a osteoindução com a neoformação óssea, e ser bioreabsorvíveis permitindo a sua substituição pelo osso recém formado ao longo do tempo, além de apresentarem propriedades mecânicas próximas ao tecido ósseo a ser regenerado (SCHIEKER *et al.*, 2006, CHEUNG *et al.*, 2007). Também devem possuir um formato externo adequado ao tamanho e a geometria do defeito, e ter capacidade de se fixar nas fronteiras do local lesionado (HOLLISTER & MURPHY 2011).

A escolha do material mais apropriado à produção de arcabouços aplicáveis na Engenharia Tecidual é muito importante, tendo em vista que suas propriedades irão influenciar nas suas características finais. Dentre os materiais que vêm atraindo muita atenção de pesquisadores está o poli(3-hidroxibutirato), PHB, em virtude da sua biodegradabilidade, biocompatibilidade e não toxicidade a diversas linhagens celulares (NEBE *et al.*, 2001; CHEN & WU, 2005 MISRA *et al.*, 2006; SOMBATMANKHONG *et al.*, 2007, SHISHATSKAYA *et al.*, 2008; SABIR *et al.*, 2009).

O PHB é o membro mais simples e comum da classe dos polihidroxialcanoatos, que se constitui de poliésteres naturais produzidos por microrganismos sob condições de crescimento fora do equilíbrio (MISRA *et al.*, 2006). O seu uso como biomaterial foi

indicado pela primeira vez a partir de uma patente de 1962, onde foram apresentadas indicações de uso em suturas cirúrgicas biodegradáveis e filmes para apoiar a cicatrização do tecido das artérias lesionadas e vasos sanguíneos (FREIR, 2006).

Além das propriedades do material, a escolha da técnica de fabricação dos arcabouços influencia nas suas características finais. Os métodos convencionais incluem adesão de fibras, moldagem por fusão, lixiviação de particulados com evaporação de solvente, borbulhamento de gás, separação de fase, emulsão/liofilização entre outros (CHEUNG *et al.* 2007).

A maioria destes métodos requer o uso de solventes orgânicos tóxicos no seu processamento, o que pode ocasionar efeitos adversos na adesão celular e na incorporação de agentes biológicos se a sua remoção não for completa. Um problema adicional é que, algumas destas técnicas necessitam de agentes porogênicos que acarretam em problemas na dispersão de poros devido à aglomeração das partículas. Outras desvantagens são as limitações no formato e a intervenção manual, que ocasionam a formação de arcabouços com geometrias simples e com problemas na reprodutibilidade, respectivamente (LEONG *et al.* 2003).

O uso das tecnologias de Impressão Tridimensional (3D) na construção de arcabouços porosos aplicáveis à Engenharia Óssea tem atraído a atenção de diversos pesquisadores, principalmente por permitir a construção de arcabouços com estrutura pré-definida e de elevada complexidade a partir de modelos digitais. Adicionalmente os arcabouços podem ser construídos em formatos anatômicos e personalizados, utilizando dados de imagens obtidos por tomografia computadorizada do paciente (SCHIEKER *et al.*, 2006).

Todas as tecnologias de impressão 3D se caracterizam por uma forma de fabricação aditiva onde um modelo físico tridimensional é construído camada- por-camada, a partir do seu modelo digital. Pertence a este grupo a Sinterização Seletiva a Laser (SLS), que foi a tecnologia utilizada neste trabalho (SCHIEKER *et al.*, 2006).

Na tecnologia SLS, o princípio básico de fabricação consiste na sinterização seletiva de camadas do material pulverizado, utilizando um feixe de laser de CO₂ (ou Nd-YAG), de acordo com geometrias bidimensionais, correspondente a cada fatia que compõem o modelo digital do objeto. Ao final do processo, as camadas sinterizadas e aderidas umas sobre as outras formam a estruturação tridimensional completa do objeto, que se encontra imersa no leito de pó, o qual é removido por jateamento de ar comprimido.

O nível de controle sobre a microestrutura dos arcabouços confeccionados por SLS depende dos parâmetros do processo: potência de laser, velocidade de varredura do laser e espaçamento entre as varreduras do laser, entre outros. Depende também, das propriedades do pó que incluem: o tamanho e distribuição da partícula, índice de fluidez e a sua energia de absorção ao laser (SALMORIA *et al.*, 2007).

A proposta deste trabalho consistiu na produção de arcabouços porosos de PHB utilizando a tecnologia de SLS. Foi feita avaliação da influência dos parâmetros de processo nas suas propriedades morfológicas e mecânicas, de modo a determinar os parâmetros mais adequados. Assim, neste contexto, foram construídos arcabouços utilizando dois modelos digitais distintos, cada um deles teve o propósito de estudo diferenciado no que se refere aos parâmetros de processo e as propriedades dos arcabouços avaliados.

As atividades de pesquisa foram desenvolvidas na Universidade Federal do Rio de Janeiro em parceria com o Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (CTI) de Campinas, onde os arcabouços foram confeccionados.

Os resultados obtidos neste trabalho geraram a publicação de dois artigos científicos, sendo o primeiro em outubro de 2012, na revista internacional *Macromolecular Symposia*, intitulado: “3D Printing of Poly(3-hydroxybutyrate) Porous Structures Using Selective Laser Sintering”, sob autoria de Tatiana F. Pereira, Marcelo F. Oliveira, Izaque A. Maia, Jorge V. L. Silva, Marysilvia F. Costa, Rossana M. S. M. Thiré. O segundo artigo foi publicado em novembro de 2012 no periódico *Virtual and Physical Prototyping*, com o título: “Effect of process parameters on the properties of selective laser sintered Poly(3-hydroxybutyrate) scaffolds for bone tissue engineering”, sob a mesma autoria do primeiro com acréscimo do Márcio A.C. Silva.

Também foram apresentados 03 (três) trabalhos em Congressos Internacionais, intitulados: “Study of poly(3-hydroxybutyrate) scaffolds fabrication by selective laser sintering for use in tissue engineering” (apresentado na 1st International Conference on Design and Processes for Medical Devices - PROMED, 2012, Brescia, Italy), “Efeito da potência do laser nas propriedades de arcabouços porosos de PHB produzidos por prototipagem rápida” (apresentado no 6º Congresso Latino Americano de Órgãos Artificiais e Biomateriais, 2010, Gramado - RS, Brasil) e “Effect of SLS Manufacturing Parameters on the Porosity of PHB Scaffolds for Tissue Engineering” (apresentado 26th European Conference on Biomaterials, 2014, Liverpool. Book of Abstracts. Liverpool, England).

CAPÍTULO II

OBJETIVOS

Objetivo Geral

- Construção arcabouços porosos de poli(3-hidroxibutirato) utilizando a tecnologia de impressão 3D, por Sinterização Seletiva a Laser, visando a aplicação na engenharia óssea.

Objetivo Específico

- Avaliação da possibilidade de reuso do pó remanescente do processo SLS.
- Investigação da influência da potência de laser (PL), espaçamento entre as varreduras do laser (EV) e a espessura da camada (EC) nas propriedades morfológicas e mecânicas dos arcabouços;
- Determinação dos parâmetros de processo ótimo por meio da técnica de planejamento fatorial, seguido da utilização da superfície resposta.

CAPÍTULO III

REVISÃO DA LITERATURA

3.1. Defeitos Ósseos

O osso apresenta uma elevada capacidade regenerativa, principalmente em indivíduos jovens e, por isso, a maioria das fraturas regenera-se sem a necessidade de grandes intervenções (STEVENS, 2008). Porém, grandes lesões ósseas, devido à ressecção de tumores e a fraturas graves, necessitam de intervenções cirúrgicas. Atualmente, o tratamento padrão para esses casos é a utilização de enxerto ósseo autógeno, no qual é utilizado o osso do próprio paciente, retirado normalmente, de um local de fácil acesso, como o osso ilíaco, e transplantado para o sítio lesionado.

O enxerto ósseo autógeno integra-se bem ao tecido hospedeiro e não apresenta complicações imunológicas e doenças relacionadas como no caso do uso de osso alogénicos (osso de cadáver humano) ou xenogénicos (osso de uma fonte animal) (STEVENS, 2008).

Os elementos essenciais que um enxerto ósseo ideal deve possuir para promover a regeneração óssea se constituem de: osteogênese, osteoindução e osteocondução e osteointegração (GIANNOUDIS *et al*, 2005). A osteogênese se caracteriza pela formação de novo osso por células osteoblásticas presentes no interior do enxerto (MOORE *et al*, 2001). Por outro lado, a osteoindução consiste na estimulação e ativação de células-tronco mesenquimais presentes no tecido circunjacente ao enxerto, que se diferenciam em osteoblastos formadores de osso. Este processo é mediado por uma cascata de sinais e pelas ativações de vários receptores extras e intracelulares que pertencem à família do fator beta de crescimento (TGF-Beta) (GIANNOUDIS *et al*, 2005). A osteocondução se caracteriza pela capacidade do enxerto em suportar o crescimento ósseo sobre sua superfície (MOORE *et al*, 2001). Por fim, a osteointegração consiste na ligação entre o osso hospedeiro e a superfície do enxerto, sem uma camada intermediária de tecido fibroso (MOORE *et al*, 2001; GIANNOUDIS *et al*, 2005).

Os enxertos ósseos autógenos, em princípio, apresentam todos os requisitos essenciais para a regeneração óssea, tais como fatores de crescimento para osteoindução e vascularização, células com potencial osteogénico e eles, também, funcionam como

arcabouço osteocondutivo (GIANNOUDIS *et al.*, 2005). Porém, este procedimento é limitado pela quantidade de osso que pode ser retirada de um local doador do próprio paciente e, também pelas possíveis morbidades do sítio doador do enxerto ósseo, relacionadas à perda sensorial e por dores crônicas (MOORE *et al.*, 2001; STEVENS, 2008; SILVA *et al.*, 2010).

3.2. Regeneração Tecidual

A Regeneração Tecidual é um campo multidisciplinar focalizado no desenvolvimento e aplicações dos conhecimentos das áreas de química, física, engenharia e medicina para soluções de problemas críticos da saúde, como perda de um órgão ou de suas funções (ARMENTANO *et al.* 2010). Os avanços no campo da Regeneração Tecidual foram motivados pelos problemas envolvidos no transplante de órgãos que incluem a deficiência de doadores e os possíveis efeitos colaterais causados pelos agentes imunossupressores, que podem causar infecções e desenvolvimento de tumores (TABATA, 2005).

Uma das definições mais recentes de Regeneração Tecidual consiste na criação de um novo tecido para a reconstrução terapêutica do corpo humano pela estimulação deliberada e controlada de células selecionadas através de uma combinação sistemática de sinais moleculares e mecânicos (WILLIAMS, 2008).

A Engenharia Tecidual é dividida em duas categorias: *in vitro* e *in vivo*. Na Engenharia Tecidual *in vitro*, é necessário promover um meio biológico adequado, o qual forneça todos os requisitos ao desenvolvimento tecidual. Pode ser aplicada na regeneração de pele (derme e epiderme), cartilagem articular e artérias (TABATA, 2000). Enquanto na Engenharia Tecidual *in vivo*, o organismo hospedeiro fornece a maioria dos elementos requeridos à regeneração, sendo esta a abordagem mais empregada, que abrange a utilização de arcabouços porosos ou a injeção de células em caso de pequenos defeitos em que a matriz extracelular ainda está disponível (TABATA, 2000).

Para a regeneração de grandes lesões é necessária a utilização de arcabouços, que são substratos temporários com função de suporte e orientação para o crescimento celular, guiando a formação do novo tecido (LUO *et al.*, 2007). Os arcabouços podem ser semeados com células antes da sua implantação no organismo, sendo esta uma abordagem altamente promissora (TABATA, 2000). Os arcabouços também podem ser

utilizados sem a semeadura de células antes do seu implante no organismo, como na regeneração da derme (TABATA, 2000).

A Regeneração Tecidual é favorecida com a associação de três elementos principais: arcabouços, células e moléculas bioativas (proteínas e fatores de crescimento), sendo combinadas em um meio biológico conveniente para promover a regeneração do tecido *in vitro* e *in vivo* (O'SHEAL & MIAO, 2008).

As características essenciais das células na Engenharia Tecidual são a sua capacidade de proliferação e diferenciação, produção biomolecular e formação de matriz extracelular. As células usadas podem ser de origem autólogas, alogênicas e xenogênicas. As células autólogas são doadas pelo próprio paciente, as alogênicas são fornecidas por outro indivíduo e as xenogênicas são de origem animal (SHIEH & VACANTI, 2005).

As proteínas adesivas são derivadas da matriz extracelular tal como fibronectina, laminina, vitronectina e colágeno. Estas proteínas são adicionadas com a intenção de promover a adesão e o bioreconhecimento celular (MA *et al.* 2007). Os fatores de crescimento são polipeptídios que transmitem sinais para modular as atividades celulares, atuando no estímulo ou na inibição da proliferação, migração e adesão celular, como também na expressão do gene (BABENSEE *et al.*, 2000).

3.3. Arcabouços para o crescimento celular

Os arcabouços porosos são empregados como substrato temporário com a função de guiar a regeneração de tecido *in vitro* e *in vivo*, fornecendo suporte para o crescimento e diferenciação celular, assim como para distribuição de fatores de crescimento e moléculas bioativas (LUO *et al.* 2007; MARTINS *et al.* 2010). Os arcabouços devem possuir uma estrutura que direcione a formação do novo tecido e permita o transporte de nutrientes e produtos residuais (MURPHY & MIKOS, 2007). As funções específicas dos arcabouços variam de acordo com o tipo de tecido que se deseja regenerar e a necessidade clínica. Os arcabouços podem coordenar eventos biológicos a nível molecular, celular e tecidual. (LUO *et al.* 2007). O processo de formação de tecidos é orquestrado por eventos celulares que podem ocorrer na escala de tempo de segundos a semanas, e com dimensões na faixa de nanômetros a centímetros (GRIFFITH, 2002).

Os arcabouços porosos podem ser semeados com células-tronco, células progenitoras, e co-culturas de células para induzir a formação do tecido *in vivo* ou *in*

vitro. Por sua vez, arcabouços sem células podem ser diretamente implantados *in vivo*, podendo ter capacidade de liberação de biomoléculas, além de promover sinais temporal/espacial para guiar a regeneração de tecidos defeituosos (LUO *et al.* 2007).

As características temporais dos arcabouços representadas, principalmente, pela sua degradação e pela liberação de fatores bioativos, apresentam estágios específicos no desenvolvimento dos tecidos (LUO *et al.* 2007).

Um importante princípio na Regeneração Tecidual é a incorporação de sinais espaciais nos arcabouços tridimensionais para guiar a formação do tecido estrutural. Isso envolve a confecção de arcabouços com propriedades anisotrópicas. A geração de variações direcionais nas comunicações entre as células ou entre a célula e a matriz extracelular pode potencialmente orientar os comportamentos celulares e deposições de nova matriz extracelular (LUO *et al.*, 2007).

Os arcabouços devem apresentar anisotropia biomecânica e propriedades estruturais para promover a indução celular e orientações na matriz extracelular, guiando organizações a nível molecular, celular e tecidual (LUO *et al.*, 2007).

No nível tecidual ou macroscópico, os arcabouços são projetados para apresentar geometrias que correspondam às características anatômicas do tecido ou órgão. No nível microscópico ou celular, várias técnicas têm sido desenvolvidas para acoplar mecanismos de orientação célula/tecido para a regeneração de tecidos que requerem o crescimento celular direcional, como no caso do nervo. A fabricação de arcabouços com heterogeneidade química constitui outra abordagem para atingir o controle espacial para a orientação do tecido (LUO *et al.*, 2007).

A incorporação de sistemas de liberação de moléculas bioativas em arcabouços oferece uma plataforma importante, por permitir o controle espacial e temporal na regeneração do tecido (LUO *et al.*, 2007). A integração de arcabouços com métodos de liberação-controlada de biomoléculas tem funções de promover a formação do novo tecido, estimular a angiogênese, guiar a diferenciação celular e facilitar o processo de regeneração (BABENSEE *et al.* 2000).

A associação de fatores de crescimento em arcabouços pode ocorrer mediante a utilização de dois sistemas potenciais de liberação. Os fatores de crescimento podem ser incorporados diretamente no processamento dos arcabouços ou após a fabricação deles (BABENSEE *et al.* 2000). Os sistemas de liberação de fatores solúveis nos arcabouços são mediados por meio de mecanismos múltiplos ou únicos, como exemplos: difusão, dissolução e degradação dos arcabouços, além de poder ocorrer por estímulos externos.

Para cada aplicação em Regeneração Tecidual a dosagem, a cinética de liberação e o tempo de duração dos biofatores devem ser otimizados e adaptados para os mecanismos de regeneração do tecido (LUO *et al.* 2007).

A regeneração de um órgão ou tecido inicia-se pela escolha do arcabouço para a inoculação das células. A seleção leva em consideração o tipo, o local e a extensão da lesão, podendo seguir basicamente duas estratégias de aplicação quando preparados com materiais poliméricos degradáveis (BARBANTI *et al.* 2005; HUTMACHER, 2000). A primeira estratégia está relacionada com a Regeneração Tecidual *in vivo*, pelo qual o arcabouço polimérico é desenvolvido de forma a suportar física e mecanicamente as células, da inoculação até o implante no organismo hospedeiro. O conjunto polímero e células são implantados no organismo na forma de um tecido prematuro formado, sendo o polímero remodelado pela degradação *in vivo* numa razão proporcional ao crescimento celular e à solicitação mecânica. Esses arcabouços poliméricos exercem suporte para o crescimento celular e, adicionalmente, servem como substituto mecânico/estrutural do tecido original até a formação de um novo tecido e sua completa substituição (BARBANTI *et al.* 2005).

A segunda estratégia está relacionada com a Regeneração Tecidual *in vitro*, em que o implante ocorre na forma de um tecido maduro formado. O arcabouço polimérico é projetado com propriedades mecânicas e tempo de degradação adequado para a inoculação das células até a sua inserção num bioreator, onde ocorrerá a formação do tecido maduro. Nesta etapa ocorre a proliferação celular e a secreção das matrizes extracelulares durante a cultura do tecido *in vitro*, enquanto o polímero é degradado gradualmente, permitindo espaço para crescimento celular e formação do tecido no reator biológico. O implante é inserido no organismo somente após a formação do tecido. (BARBANTI *et al.* 2005).

3.3.1. Características necessárias aos arcabouços para a regeneração tecidual

Os arcabouços poliméricos para aplicação em Regeneração Tecidual precisam estar adequados aos seguintes requerimentos:

- Biocompatibilidade;
- Bioatividade;
- Superfície química adequada;
- Porosidade e tamanho de poros adequados;

- Propriedades mecânicas apropriadas;
- Controle na taxa de degradação;
- Facilmente processado em geometrias tridimensionais;
- Produto que possa ser esterilizado.

A biocompatibilidade dos materiais exibe um papel importante na Regeneração Tecidual, a qual assegura que o material seja confiável para o uso no corpo humano e em fluidos endógenos. O material não deve induzir à nenhuma resposta inflamatória, de extrema imunogeneticidade ou citotoxicidade para células nativas, tecidos ou órgãos vivos. Os produtos resultantes do processo de degradação do implante não devem produzir material nocivo. Para projeto e desenvolvimento de arcabouços poliméricos, o requerimento básico é que eles sejam naturalmente degradados com o tempo e gradualmente absorvido pelo corpo humano sem gerar algum efeito lateral (CHEUNG *et al.* 2007). Por sua vez, a bioatividade do material está relacionada à sua capacidade de interagir com os tecidos vivos de tal modo a estimular processos físico-químicos inerentes aos sistemas biológicos que favoreçam a integração do biomaterial no ambiente receptor (ORÉFICE *et al.* 2006).

A natureza da superfície do arcabouço pode afetar diretamente a resposta celular e, conseqüentemente, pode influenciar na taxa e na qualidade da formação do novo tecido. A química da superfície, assim como a sua topografia, determina o tipo de proteínas que podem adsorver no biomaterial e como as células poderão aderir, proliferar e se diferenciarem (BOYAN *et al.* 1996).

As características estruturais dos poros e a porosidade dos arcabouços são as primeiras variáveis que regem a organização e a distribuição inicial celular no material. Os poros devem ser interconectados para permitir a migração e a proliferação celular, assim como, o fluxo de nutrientes. As características espaciais e geométricas das células individuais ou em colônias dentro dos poros conduzem os eventos subsequentes de proliferação, diferenciação celular e formação do tecido (LUO *et al.*, 2007, MURPHY *et al.*, 2010). O tamanho do poro afeta a eficiência da adesão celular, infiltração e vascularização nos arcabouços (LUO *et al.*, 2007; HARLEY *et al.*, 2008). Poros muito pequenos podem ocasionar limitações na migração celular que resulta na formação de uma cápsula celular em torno das bordas dos arcabouços, podendo prejudicar a difusão de nutrientes e a remoção de produtos residuais. Por sua vez, poros muito grandes diminuem a área superficial, limitando a adesão celular (MURPHY *et al.*, 2010). É

necessário que os arcabouços possuam um equilíbrio entre o tamanho ótimo de poros para promover a migração celular e uma área superficial adequada para a adesão celular. Embora uma porosidade elevada seja requerida para a adesão e distribuição uniforme das células, um valor muito alto pode resultar na redução das propriedades mecânicas, comprometendo a integridade estrutural dos arcabouços (KARAGEORGIOU & KAPLAN, 2005).

Não existe consenso referente ao tamanho de poro ótimo para o máximo crescimento celular, mas é geralmente aceito que isto depende do tecido que é pretendido restaurar/substituir. No caso da regeneração óssea, arcabouços com tamanho médio de poros na faixa de 20 a 1500 μm têm sido relatado na literatura. No trabalho de Baksh *et al.* (1998), arcabouços de polifosfato de cálcio com tamanho de poros na faixa de 0,3 – 1 mm apresentaram bons resultados na regeneração óssea quando foram avaliados *in vitro* e *in vivo*. Arcabouços com diâmetro de poros na faixa de 150 a 500 μm apresentaram a formação de osso mineralizado (GREEN *et al.* 2002). Poros para regeneração da derme e do nervo periférico, o tamanho médio dos poros encontra-se na faixa 20 – 120 μm e 5 – 10 μm , respectivamente (YANNAS, 2005).

As propriedades mecânicas da matriz extracelular natural apresentam extrema importância na coordenação das funções teciduais macroscópicas, como no suporte do carregamento fisiológico, assim como na regulação do comportamento celular via sinalizações de mecanotransdução (LUO *et al.*, 2007).

Os arcabouços devem possuir resistência mecânica suficiente para manter a sua integridade até a regeneração do tecido *in vitro*, mantendo o espaço para o crescimento celular e o transporte de nutrientes (LEONG *et al.*, 2003). Na Regeneração Tecidual *in vivo* os arcabouços devem possuir propriedades mecânicas adequadas para suportar o carregamento fisiológico (LEONG *et al.*, 2008). Estes arcabouços temporários devem resistir às tensões internas e externas até a formação do novo tecido. É necessário que as propriedades mecânicas dos arcabouços sejam similares às propriedades do novo tecido gerado, com a finalidade de promover um suporte estrutural próprio no estágio de regeneração. No estágio posterior, todos os carregamentos devem ser totalmente transferidos para o novo tecido, visto que os arcabouços são degradados gradualmente (CHEUNG *et al.*, 2007).

A otimização do arcabouço para uma aplicação particular necessita levar em consideração os requerimentos funcionais a nível tecidual, assim como, os

requerimentos micromecânicos a nível celular, possibilitando a regeneração apropriada do tecido ou órgão (LUO *et al.*, 2007).

Os tecidos são constituídos de camadas com diferentes microestruturas que podem variar em termo de porosidade, densidade e tamanho de poro. A seção transversal de um osso humano, por exemplo, apresenta uma estrutura com variações nos tamanhos de poros e na distribuição da porosidade, resultando em um tecido com diferentes propriedades mecânicas (LEONG *et al.*, 2008). A camada exterior da estrutura óssea (denominada osso cortical) é sólida e densa, apresentando um módulo de elasticidade (E) entre 3 – 30 GPa, enquanto que o osso esponjoso localizado na camada interior possui um módulo (E) entre 0,02 – 0,5 GPa (YANG *et al.*, 2001).

A regeneração da cartilagem articular, como no tecido ósseo, também é influenciada pelos sinais mecânicos. A cartilagem articular é submetida a carregamentos compressivos no organismo. Esses carregamentos mecânicos levam a alterações a nível celular, assim como o fluxo de nutrientes e gradientes de concentrações dos íons. Portanto, os carregamentos compressivos promovem a viabilidade celular, assim como a secreção de vários componentes da matriz extracelular como o colágeno, proteoglicanas e a fibronectina que estão presentes na cartilagem articular (LEONG *et al.* 2008). O módulo de elasticidade da cartilagem apresenta valores menores que o tecido ósseo, estando entre 0,7 e 15,3 MPa (YANG *et al.* 2001).

Na interface tecido-implante, no caso de implantes com alto módulo a tensão mecânica deverá se apresentar na estrutura da matriz extracelular, resultando na ativação celular. Se o tecido for tensionado excessivamente poderá ocorrer o encapsulamento fibroso e inflamação. Por outro lado se o material do implante apresentar um módulo mais baixo que o tecido vizinho, a concentração de tensão será principalmente no implante, deixando o tecido protegido de alguma tensão externa. No entanto, se biomaterial possuir um módulo muito baixo poderá exercer uma tensão de cisalhamento muito pequena na vizinhança do tecido, podendo resultar em atrofia, efeitos análogos aos causados pela baixa gravidade às quais os astronautas são submetidos. O cenário ótimo, portanto, é quando os módulos do tecido e o implante estão com valores muito próximos, resultando em transferência uniforme de tensão do implante para o tecido (HILBORN & BJURSYEN, 2007).

Os arcabouços devem ser projetados como uma estrutura multicamadas, apresentando variações nas suas propriedades mecânicas ao longo da sua seção transversal para atender adequadamente os requisitos mecânicos na regeneração do

tecido. Esta variação nas propriedades mecânicas pode ser atingida pela confecção de arcabouço com diferentes características morfológicas (porosidade e tamanho de poro), principalmente a porosidade, ao longo da sua estrutura (LEONG *et al.* 2008).

Os arcabouços de polímeros biodegradáveis devem permanecer no local onde são implantados mantendo características físicas e propriedades mecânicas, assim como suportar a adesão, proliferação e diferenciação das células até a regeneração do tecido. Idealmente, a taxa de degradação dos arcabouços porosos deve ser igual à taxa de formação do novo tecido de modo a promover uma transição regular da transferência de carregamento do arcabouço para o tecido (CHEUNG *et al.*, 2007). Na engenharia óssea, por exemplo, se o material degradar antes da transferência de carregamento para o novo tecido, o processo de regeneração apresentará falhas. Por outro lado, os materiais que degradam muito lentamente também comprometem o processo de regeneração óssea e afetam potencialmente os tecidos vizinhos (LUO *et al.*, 2007).

A confecção de arcabouços com a taxa de degradação compatível ao do tecido que se deseja regenerar requer um acoplamento dos aspectos temporais específicos para os processos de formação do tecido com as propriedades químicas dos arcabouços (LUO *et al.*, 2007).

O controle dos mecanismos de degradação permite que os arcabouços colaborem temporalmente com os eventos celular e tecidual via mudanças nas suas propriedades e funções. Algumas das propriedades e funções dos arcabouços podem diminuir com a sua degradação (LUO *et al.*, 2007).

A taxa de degradação do arcabouço polimérico será maior quando este material for implantado num local de alta vascularização, em comparação à região menos vascularizada (BARBANTI *et al.*, 2005).

A degradação dos arcabouços pode ocorrer através de mecanismos que envolvem processos químicos, físicos ou biológicos. A degradação química pode ser convenientemente alterada por mudanças nas propriedades físicas e químicas dos arcabouços poliméricos, como a hidrofobicidade da cadeia, a cristalinidade, a temperatura de transição vítrea e a densidade de reticulação entre as cadeias (LUO *et al.* 2007). Portanto, a taxa de degradação pode ser ajustada por alterações nas propriedades físicas e químicas dos arcabouços para promover uma adequada regeneração de tecido.

O conhecimento dos mecanismos envolvidos nos processos de cicatrizações e regeneração do tecido é necessário para possibilitar um controle maior sobre as

propriedades de degradação. Portanto é necessário ajustar a degradação dos arcabouços com um valor correspondente a regeneração do tecido (LUO *et al.* 2007).

3.4. Poli(3-hidroxibutirato)

O poli(3-hidroxibutirato), PHB, tem atraído muita atenção de pesquisadores para o seu uso na engenharia tecidual, em virtude da sua biocompatibilidade e não toxicidade a diversas linhagens celulares (NEBE *et al.*, 2001; CHEN & WU, 2005 MISRA *et al.*, 2006; SOMBATMANKHONG *et al.* 2007, SHISHATSKAYA *et al.* 2008; SABIR, 2009).

O PHB é o membro mais simples e comum da família dos polihidroxialcanoatos, e foi descoberto por Lemoigne em 1926. Os polihidroxialcanoatos (PHAs) constituem uma classe de poliéster biodegradável natural produzidos por microrganismos sob condições de crescimento fora do equilíbrio, na presença de excesso de fontes de carbono e limitações nas condições de nutrientes (exemplo: nitrogênio e fósforo). São armazenados em grânulos insolúveis em água no citoplasma celular (MISRA *et al.*, 2006).

O PHB foi o primeiro polímero dos PHAs a ser usado em aplicações biomédicas. (MISRA *et al.*, 2006). O seu uso como biomaterial foi indicado pela primeira vez a partir de uma patente de 1962, onde foram apresentadas indicações de uso em suturas cirúrgicas biodegradáveis e filmes para apoiar a cicatrização do tecido das artérias lesionadas e vasos sanguíneos (FREIR, 2006). A Figura 3.1 representa a estrutura química do poli(3-hidroxibutirato).

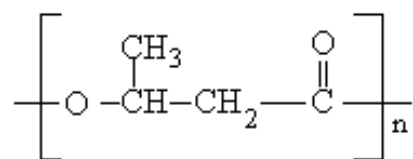


Figura 3.1: Estrutura química do poli(3-hidroxibutirato).

A Tabela 3.1 apresenta algumas propriedades do PHB, sendo estas encontradas na literatura em uma ampla faixa de valores, devido à diferença na produção de microorganismo, técnicas de extração e métodos de preparação da amostra. Estas diferenças podem ser atribuídas à variação na massa molar e na polidispersão dos polímeros extraídos. A massa molar do PHB encontra-se numa faixa de 0,2 – 0,3 MDa, porém valores maiores que 20 MDa e menores que 0,013 MDa já foram reportados na

literatura (MISRA *et al.* 2006). Este polímero apresenta-se solúvel em clorofórmio e em outros solventes hidrocarbonetos halogenados (ARKIN & BAKI, 2002).

Tabela 3.1: Propriedades do poli(3-hidroxibutirato)
(MISRA *et al.* 2006)

PROPRIEDADES	VALORES
Temperatura de fusão (°C)	160 – 177
Temperatura de transição vítrea (°C)	-4 – 15
Resistência à tração (MPa)	15 – 40
Módulo de elasticidade em tração (GPa)	1.1 – 3.5
Cristalinidade (%)	55 – 80
Alongamento na ruptura (%)	1 – 6
Densidade (g/cm ³)	1,243
Índice de polidispersão	1,9 – 2,1
Período de degradação	> 52 semanas
Ângulo de contato (°)	66

Com relação às propriedades mecânicas, esse material é considerado relativamente rígido, duro e possui resistência à tração comparável a do polipropileno. Embora seja um poliéster termoplástico natural, o PHB possui propriedades físicas e mecânicas semelhantes ao polímero sintético, polipropileno (FRANCHETTI & MARCONAT, 2006). Porém, possui uma baixa taxa de degradação no organismo, presumidamente devido a sua elevada cristalinidade, que também promove uma maior fragilidade do material (NAIR & LAURENCIN, 2007).

A baixa taxa de degradação do PHB pode ser considerada uma vantagem para aplicações na regeneração óssea e do nervo (FREIER, 2006; STRALEY, *et al.*, 2010). Adicionalmente, o potencial piezoelétrico do PHB é considerado uma característica especial, por ser comparável com o osso natural. A recuperação e fortalecimento ósseo podem ocorrer por estimulação elétrica. Portanto, compósitos de PHB podem ser empregados na engenharia óssea (FREIER, 2006).

A degradação *in vivo* (diminuição da massa molecular) ou a reabsorção (perda de massa) do PHB apresentam controvérsias na literatura, quanto ao tempo em que estes eventos ocorrem. As razões para as divergências estão provavelmente relacionadas ao uso de amostras obtidas por várias tecnologias de processamento em formas diferentes (fibras, filmes, arcabouços porosos) e à impossibilidade de comparar o desempenho para os diferentes locais de implantação. Porém, inúmeras pesquisas confirmam que o PHB é um polímero completamente reabsorvível, com uma taxa de degradação

comparável com poliésteres biodegradáveis sintéticos que degradam lentamente, como PLLA (Poli-L-ácido láctico) de elevada massa molar (FREIER, 2006).

A degradação enzimática de filmes de PHB é um processo heterogêneo, ocorrendo em duas etapas, que inclui a adsorção enzimática acompanhada pela sua ação catalítica nos grupos funcionais (éster) deste polímero (LÖBLER *et al.*, 2002). A primeira etapa consiste na adsorção da enzima na superfície do filme de PHB, envolvendo os seus domínios específicos. Então, um sítio ativo da enzima adsorvida realiza a clivagem das cadeias de poliéster.

Estudo da degradação enzimática *in vitro* de filmes de PHB em tampão Tris (tris(hidroximetil)aminometano), utilizando a enzima lipase pancreática, apresentou uma significativa diminuição no peso molecular do PHB (34,6 %), após um período de incubação de 83 dias. A realização do ensaio de degradação sem a adição de lipase resultou em uma menor redução (16,98 %) no peso molecular. Nos experimentos realizados *in vivo*, a biodegradação deste material foi mais rápida, podendo ser atribuído à presença de inúmeras esterases não específicas capazes de clivar as cadeias de PHB. Os filmes de PHB implantado em peritônio de ratos apresentaram uma degradação quase completa após um período de quatro meses (BOSKHOMDZHIEV *et al.*, 2010).

O processamento do PHB em elevadas temperaturas pode ocasionar a sua degradação térmica. Na literatura tem sido reportado que a degradação térmica deste polímero ocorre quase que exclusivamente através do mecanismo cis-eliminação, ocorrendo a cisão aleatória da cadeia polimérica após a etapa de transição com a formação de um anel de seis membros (AOYAGI *et al.*, 2002), como apresentado na Figura 3.2. Os principais produtos da degradação térmica dos PHB são os ácidos crotônicos (monoméricos) e os seus oligômeros com grupos terminais insaturados, assim como, um poliéster com ácido carboxílico como grupo terminal.

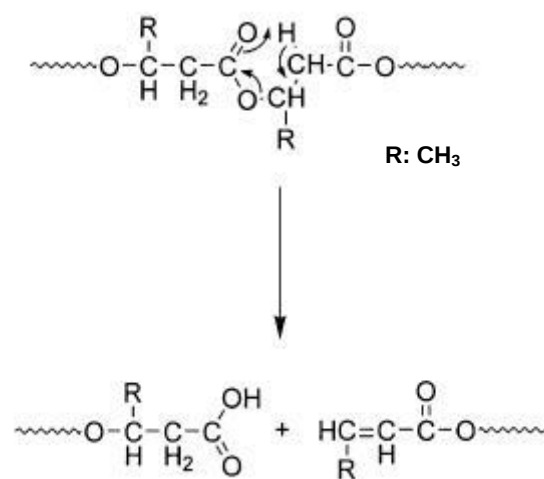


Figura 3.2: Degradação térmica de Polihidroxibutirato via mecanismo cis-eliminação.

Adaptado (AOYAGI *et al.*, 2002)

3.5. Técnicas para fabricação de arcabouços porosos

Uma variedade de técnicas é utilizada no processamento de arcabouços porosos tridimensionais de polímeros biodegradáveis. A escolha da técnica de fabricação dos arcabouços influencia as suas características morfológicas, tais como o tamanho dos poros, porosidade e interconectividade.

Os métodos convencionais incluem adesão de fibras, moldagem por fusão, lixiviação de particulados com evaporação de solvente, borbulhamento de gás, separação de fase, emulsão/liofilização entre outros. (CHEUNG *et al.* 2007). Embora os arcabouços produzidos convencionalmente tenham apresentado diferentes graus de sucesso nas aplicações para uma variedade de tecidos, a maior parte deles apresenta algumas limitações que restringem a sua aplicação. Dentro das principais limitações estão: (i) intervenção manual que é fortemente dependente das habilidades do operador ocasionando problemas como a reprodutibilidade do material, (ii) uso de solventes orgânicos tóxicos necessários no processamento da maioria das técnicas convencionais, que podem ocasionar efeitos adversos na adesão celular e na incorporação de agentes biológicos se a sua remoção não for completa, (iii) uso de agentes porogênicos por algumas técnicas limitam o formato dos arcabouços para uma espessura fina que facilite a remoção destes porogênicos e, também acarretam problemas na dispersão dos poros devido à aglomeração das partículas, (iv) limitações no formato que restringem os

arcabouços em membranas finas ou geometrias simples e uniforme (LEONG *et al.* 2003).

As limitações das técnicas convencionais fazem da impressão 3D, também conhecida como prototipagem rápida, uma tecnologia promissora para a fabricação de arcabouços com macro e microestruturas de elevada complexidade aplicáveis em regeneração tecidual. A impressão 3D é uma moderna tecnologia de fabricação comercializada no meado de 1980, abrangendo um grupo de técnicas que tem a capacidade de fabricar, rapidamente, complexas estruturas físicas tridimensionais (GIBSON & SHI, 1997; LEONG *et al.* 2003).

A impressão 3D consiste na fabricação camada-por-camada de modelos físicos tridimensionais, utilizando projeto digital da peça (CAD, computer aided design) (COOPER, 2001). Todas as tecnologias de impressão 3D possuem em comum as seguintes etapas (Figura 3.3): (i) modelagem digital da peça utilizando um sistema CAD, (ii) conversão do arquivo CAD para o formato STL (formato de arquivo padrão para impressão 3D que cria uma aproximação da superfície da peça usando malha de triângulos) (OLIVEIRA *et al.*, 2007). A denominação STL é derivada da *StereoLithography*, também conhecido como *Standard Triangulation Language*, (iii) fatiamento virtual do arquivo STL em finas camadas por um *software* do sistema PR (İLKGÜN, 2005), (iv) verificação da integridade do arquivo de dados; (v) processo para a fabricação por camada e (vi) pós-processamento da peça, quando necessário (OLIVEIRA *et al.*, 2007).

As principais vantagens da impressão 3D que despertam interesse no seu desenvolvimento para Regeneração Tecidual incluem: (i) construção física de formas anatômicas personalizadas a partir de imagens médicas 3D como as obtidas por tomografia computadorizada e ressonância magnética nuclear; (ii) inserção de elementos geométricos, a partir de CAD (computer aided design); nestas formas anatômicas físicas, tais como poros formando arcabouços anatômicos; (iii) processo de fabricação controlado por computador permitindo a fabricação de arcabouços com precisão e estrutura morfológica reprodutivas; (iv) fabricação de arcabouços com estrutura porosa anisotrópica pela incorporação de poros de diferentes modelos macroscópicos e microscópicos em regiões distintas do mesmo arcabouço. Este é um recurso único em aplicações onde múltiplos tipos celulares são necessários na regeneração do tecido e (v) a maioria possui condições favoráveis de processamento que incluem processos livres de solvente e/ou agente porogênico, aliada à possibilidade de

incorporação de agentes biológicos e farmacêuticos durante a fabricação (LEONG *et al.* 2003; ZEIN *et al.*, 2002).

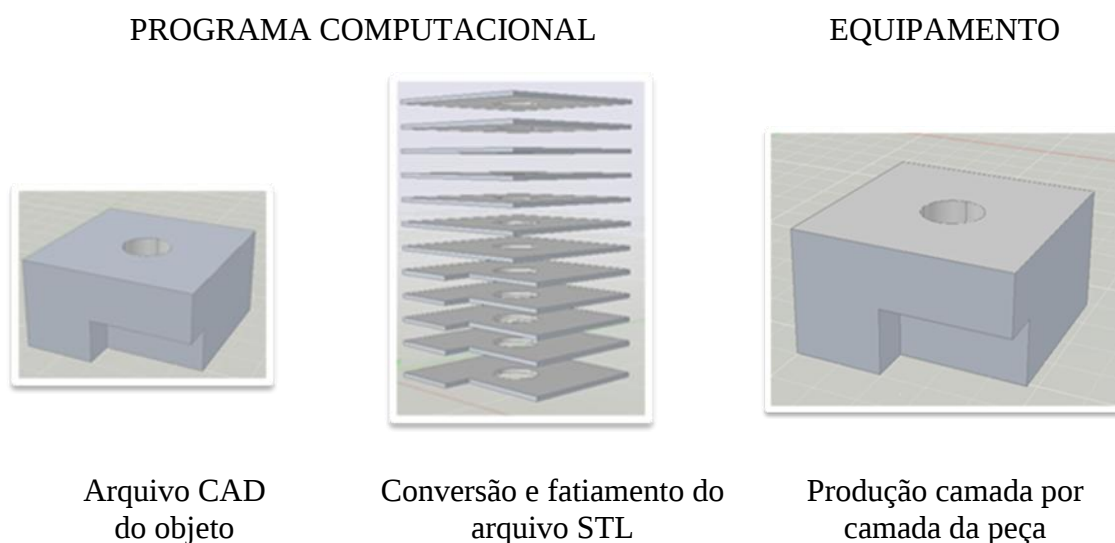


Figura 3.3: Esquema que representa as etapas de fabricação da peça por impressão 3D

Dentre as técnicas de impressão 3D, as tecnologias mais difundidas industrialmente e que podem ser utilizadas na fabricação de arcabouços são: Sinterização Seletiva a Laser (SLS - *Selective Laser Sintering*), Estereolitografia (SLA – *Stereolithography Apparatus*), Modelagem por Deposição e Fusão (FDM - *Fused Deposition Modeling*), 3DP (*Three-dimensional Printing*) (OLIVEIRA *et al.*, 2007).

3.5.1. Sinterização Seletiva a Laser, SLS

A tecnologia de SLS foi originada na Universidade do Texas, EUA, sendo o primeiro equipamento comercializado em 1992 pela empresa DTM *Corporation*. Em 2001 a empresa 3D Systems, Inc. comprou a DTM e passou a deter os direitos dessa tecnologia (VOLPATO 2007).

A empresa EOS *GmbH*, da Alemanha, também desenvolveu uma tecnologia SLS, sendo esta com princípio de fabricação parecido com a da 3D System, sendo o primeiro equipamento lançado em 1994 (VOLPATO, 2007).

O princípio básico de fabricação consiste na sinterização seletiva de camadas do material pulverizado, utilizando um feixe de laser de CO₂ (ou Nd-YAG), de acordo com geometrias bidimensionais, correspondente a cada fatia que compõem o modelo digital do objeto. Ao final do processo, as camadas sinterizadas e aderidas umas sobre as outras

formam a estruturação tridimensional completa do objeto, que se encontra imersa no leito de pó, o qual é removido por jateamento de ar comprimido.

Baseando-se na tecnologia SLS comercializada pela empresa 3D Systems, o processo de fabricação física do objeto engloba as etapas descritas a seguir e ilustradas no desenho esquemático, apresentado na Figura 3.4.

1. Formação da camada de pó – O início do processo de fabricação ocorre com a formação da primeira camada de pó na plataforma de construção, resultado das seguintes ações sincronizadas: (1.1) movimento ascendente da base móvel de um dos reservatórios de alimentação do material, formando uma altura de pó acima do nível da plataforma de construção; (1.2) movimento descendente, da plataforma de construção para o interior do cilindro de construção (*build cylinder*), a uma altura exata à camada de pó, sendo esta definida pelo parâmetro denominado espessura da camada de pó (*powder layer thickness*) e por fim, (1.3) a passagem do rolo que espalha e compacta o pó fornecido pelo alimentador para a formação da referida camada, sendo o pó excedente recolhido em coletores (*overflow*) dispostos nas extremidades dos alimentadores (Figura 3.4 a, b e c).

2. Varredura com laser – O feixe de laser é acionado e segue a trajetória de linhas paralelas sobre a superfície de construção da peça, por meio de um sistema de varredura óptico. Ao final de cada linha o feixe de laser é deslocado para a linha de varredura subsequente a uma distância definida pelo parâmetro espaçamento entre as varreduras (*scan spacing*). Outros parâmetros da varredura do laser envolvidos no processamento são: a potência do laser e a velocidade de varredura. No caso do laser de CO₂, a potência pode ser ajustada dentro de valores até 50 W, e para o laser de Nd-YAG (mais apropriado para metais), a faixa de valores encontra-se entre 50 W a 3 KW (GIBSON & SHI, 1997). A ação do feixe de laser sobre as linhas de varredura obedece à geometria do modelo digital bidimensional de cada camada, fornecendo energia para a sinterização seletiva das partículas do material. Todas as etapas e movimentos descritos acima ocorrem sucessivamente, em mecanismos sincronizados, até a completa formação da peça.

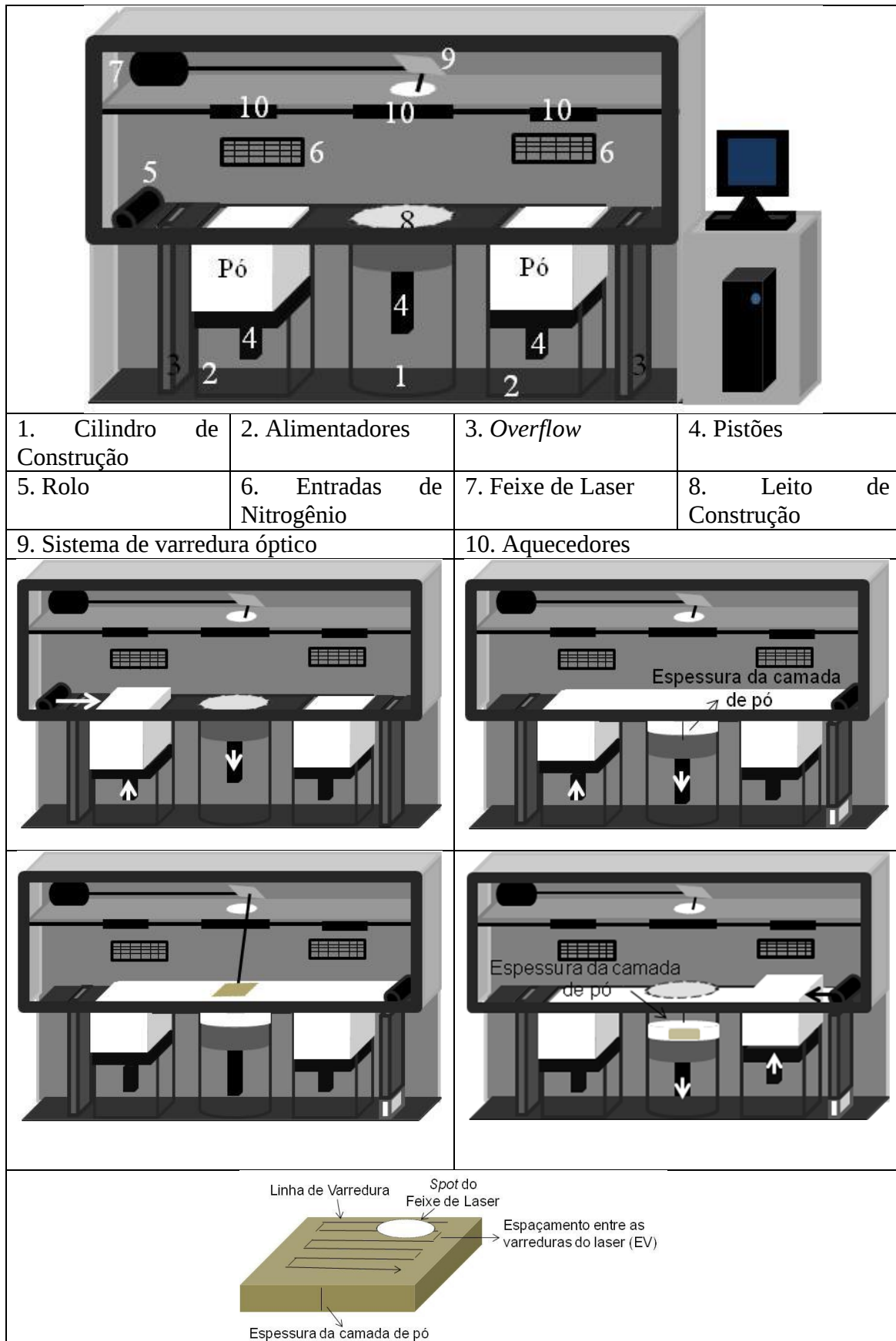


Figura 3.4: Desenho esquemático que apresenta as etapas do processamento SLS.

A câmara de construção é mantida aquecida, a um valor definido pelo parâmetro denominado temperatura do leito de construção (*part bed temperature*), o que minimiza a energia fornecida pelo laser (STEEN & MAZUMDER, 2010). O aquecimento na câmara de construção é também necessário para evitar a distorção térmica e facilitar a fusão com a camada da peça previamente confeccionada (WOESZ, 2008). Além disso, gás inerte, tal como nitrogênio, é introduzido na câmara, para evitar oxidação ou queima do pó (STEEN & MAZUMDER, 2010).

Durante o processamento, a peça encontra-se apoiada e envolvida pelo material não sinterizado, apresentando-se completamente submersa no leito de pó com o término do processo (LEONG *et al*, 2003). Após da retirada do objeto do equipamento, o pó não sinterizado pelo laser é removido com auxílio de escova, jateamento com ar comprimido ou com microesferas de vidro (OLIVEIRA *et al*, 2007).

3.5.2. Influência dos principais parâmetros de processo SLS nas propriedades finais das peças obtidas

- **Temperatura no leito de construção (T_b)**

A determinação do valor ótimo para a temperatura do leito de construção (T_b) depende do material a ser utilizado para a fabricação da peça. Considerando os materiais poliméricos este parâmetro está relacionado às suas transições térmicas, variando de acordo com a sua estrutura macromolecular (polímero amorfo ou semicristalino) (GIBSON & SHI, 1997). Para polímeros semicristalinos, a temperatura do leito de construção (T_b) deve encontrar-se pouco abaixo da temperatura de fusão (T_m). No caso de polímeros amorfos, esta temperatura deve ser inferior ou aproximadamente igual à T_g (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

O correto ajuste na energia do laser depende da temperatura do leito de construção, que é elevada até determinado ponto em que apenas um incremento de temperatura, produzida pelo laser, seja necessária para a sinterização das partículas. Em polímeros semicristalinos, o pré-aquecimento do pó minimiza a retração (*shrinkage*) que ocorre durante o resfriamento e a recristalização. O controle na taxa de cristalização resulta em peças com melhor acurácia dimensional e reduz o risco de distorção (SHI *et al.*, 2004).

A utilização de temperaturas (T_b) muito baixas pode resultar em ondulação (empenamento) dos cantos e das bordas da camada sinterizada. Essas ondulações podem

causar irregularidade na formação da camada de pó subsequente, levando ao deslocamento da camada previamente sinterizada. Esse deslocamento, por sua vez impede o alinhamento da camada subsequente sobre a camada anterior (deslocada). Na melhor das hipóteses, a peça apresentará distorções e empenamentos (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

No trabalho de RIMMEL & MARQUIS (2000), o processamento por SLS do polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM), utilizando um sistema experimental, onde a varredura do laser foi efetuada sem o aquecimento prévio das camadas de pó, impediu a construção da peça, devido ao elevado gradiente de temperatura gerado e, também, pela característica das partículas do polímero, no que se refere ao seu caráter altamente poroso. Entretanto, quando este polímero foi processado em um equipamento SLS comercial, que permitiu o pré-aquecimento da camada do pó, peças com múltiplas camadas foram produzidas, apresentando boa acurácia dimensional (GOODRIDGE *et al.*, 2010). O pré-aquecimento da camada de pó, a uma temperatura pouco abaixo do ponto de fusão de polímero semi-cristalino permite a manutenção da temperatura, durante um tempo após a consolidação, o que minimiza o gradiente térmico, e, conseqüentemente a ocorrência de empenamento GOODRIDGE *et al.*, 2012).

Em contrapartida, Tb muito alta pode resultar em ligações indesejadas e em “*hard part cake*”, tornando problemática a remoção do pó da peça sinterizada, que pode resultar em inacurácia dimensional e perda de definição (GOODRIDGE *et al.*, 2012 e BOUREALL *et al.*, 2014), além de reduzir o grau de reutilização do material remanescente do processamento SLS (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

- **Potência do laser**

A potência do laser influencia diretamente na quantidade de energia que a camada de pó será submetida. No trabalho de SIMPSON *et al.*, (2008) foi reportado um aumento do grau de sinterização com o aumento da potência de laser de 5 para 25 W.

De acordo com a potência de laser empregada, a temperatura pode atingir a temperatura de fusão do material, tornando o pó polimérico um líquido altamente viscoso. Esta fluência do polímero acarreta em uma tensão de cisalhamento entre duas camadas podendo ocasionar a distorção da peça. Após a varredura do laser, a temperatura será reduzida acarretando no aumento da viscosidade e diminuição da taxa

de difusão. Este resfriamento permitirá o rearranjo das cadeias, formando a peça camada por camada (GIBSON & SHI, 1997).

No trabalho de WIRIA *et al.* (2010), foi medida a distribuição de temperatura do leito do pó de poli(vinil álcool) no tempo de aproximadamente 1 ms após a irradiação do laser, com a utilização de PL de 3 e 4 W. Os resultados reportados mostraram que para ambas PL apareceram formas de círculos concêntricos, que indicam as respectivas faixas de temperatura, as quais se tornaram mais tênue do centro para borda, mostrando um comportamento gaussiano. Também foi demonstrado que a diferença de 1 W entre as PL resultou em diferenças significativas entre as respectivas temperaturas medidas no leito de pó, principalmente entre os círculos mais internos, que corresponde o alvo da irradiação do laser, onde a variação entre as temperatura foi de 20 °C. No caso da PL de 3 W a distribuição da temperatura apresentou 5 valores diferentes, cujos limites máximos e mínimos foram de 75 °C e 26 °C. Quanto a PL de 4 W, a distribuição também ocorreu em 5 temperaturas diferentes, com a máxima de 95 °C e a mínima de 27 °C.

- **Espessura da camada**

A espessura da camada é um fator importante que influencia o tempo de construção e a rugosidade na superfície. A diminuição da rugosidade da superfície pode ser obtida com a utilização de camadas com espessura pequena, porém o tempo de construção da peça será muito maior (GIBSON & SHI, 1997). A escolha da espessura da camada de material para o processamento por SLS é influenciada pela granulometria média do pó. A espessura ótima da camada tem sido relatada baseada em determinações empíricas como sendo de 2 – 3 vezes o tamanho médio das partículas de pó ($\phi_{\text{médio}}$) (SCHULTZ, 2003).

A máxima espessura da camada é determinada, principalmente, pela profundidade de penetração (“*depth penetration*”) da energia do laser na camada de pó, que por sua vez é determinada por propriedades do pó, tais como, condutividade térmica, calor específico, distribuição do tamanho das partículas, densidade e compactação do pó. Para garantir o sucesso de peças produzidas por SLS, a energia aplicada à camada de pó deve ser suficiente para promover tanto a consolidação da mesma, quanto a adesão com a camada prévia construída (GOODRIDGE *et al.*, 2012). Se a máxima profundidade de penetração do laser é menor que a espessura da camada de pó, não haverá adesão entre camadas sucessivas sinterizadas pelo laser, resultando

em delaminação. Se a profundidade de penetração do laser é próxima à espessura da camada, uma região porosa pode ser gerada na interface de duas camadas sucessivas, devido à incompleta fusão intercamada. Quando a profundidade de penetração da energia do laser é ligeiramente maior do que a espessura da camada, haverá a completa fusão da camada superior e a refusão parcial da camada subjacente, promovendo uma boa adesão entre elas e, minimizando a porosidade intra e intercamada (CHUNG & DAS, 2006).

No trabalho de ZHOU *et al.* (2013) foi reportado que a energia do laser necessária à sinterização das partículas aumenta linearmente ao longo da profundidade da camada de pó e a distribuição de temperatura da área sinterizada pode ser ilustrada como um cone invertido, baseando-se em análise teórica e experimental. Também foi reportado que a profundidade máxima de sinterização experimental foi maior que a teórica, sendo destacado como razões possíveis para este resultado, o fato de que a temperatura no centro do *spot* do laser, nas condições de energia do laser estabelecida neste trabalho, foi maior do que a temperatura de gaseificação do polímero investigado (Poliamida-6). Isso ocasionou a passagem da energia do laser através da zona de gaseificação e a transferência para o leito de pó, causando aumento na profundidade de sinterização.

- **Espaçamento entre as varreduras do laser - EV (*Scan spacing, SS*)**

O espaçamento entre a varredura do laser (*scan spacing*) consiste na distância entre duas linhas paralelas. O valor do EV, geralmente é de 3 a 6 vezes menor que o diâmetro do feixe do laser. Portanto, a mesma região na camada de pó é exposta várias vezes à irradiação do laser (GOODRIDGE *et al.*, 2012). A divisão do diâmetro do feixe de laser pelo espaçamento entre as varreduras fornece o fator de sobreposição parcial do feixe (*beam overlap factor*), como reportado por DAS (2008).

ZHOU *et al.* (2008) reportaram que, durante a fabricação de arcabouços de poli(L-ácido láctio) com o valor do espaçamento entre as varreduras (EV) de 0,18 mm, foi observado que a densidade de energia foi insuficiente para promover a completa sinterização. Enquanto que, quando foi utilizada o EV de 0,08, uma quantidade excessiva de energia foi fornecida na superfície do leito de construção, ocasionando a obstrução dos poros.

No trabalho de NELSON *et al.*, (2014), foi avaliado o efeito do parâmetro EV nas propriedades mecânicas de amostras de poliamida, correlacionado com a influência

da potência de laser. Os resultados reportados mostraram uma redução da resistência à tração com o aumento da EV, quando foi empregada uma potência de laser de 5 W. O contrário foi observado na potência de laser de 15 W, devido à deterioração do polímero. Com o aumento do EV, a degradação do material causado pelo laser foi reduzida, o que promoveu um aumento da resistência à tração.

ZHOU *et al.*, (2013) avaliou, através de simulação numérica, o efeito da variação do espaçamento entre a varredura do laser (EV) na distribuição de temperatura ao longo superfície da camada de pó. A temperatura encontrada no ponto de sobreposição do feixe de laser diminuiu de aproximadamente 400°C para 200°C, quando o EV aumentou de 0,30 mm para 0,45 mm. Estes valores de temperatura estão, respectivamente, acima e abaixo do ponto de fusão do polímero avaliado no estudo.

- **Velocidade de Varredura do Laser**

A velocidade de varredura do laser é um parâmetro muito importante que afeta o grau de sinterização das peças confeccionadas por SLS. Este parâmetro influencia a densidade de energia que será fornecida à camada de pó para a sinterização do material. A densidade de energia é inversamente proporcional à velocidade de varredura do laser. A utilização de uma velocidade de varredura do laser baixa pode acarretar em excessivo aquecimento do pó, devido ao fornecimento de uma maior quantidade de energia ao material. Este excessivo aquecimento pode ocasionar problemas na peça, como empenamento, aumento da densidade e até degradação do material (KULMAN, 2006). Adicionalmente pode ocorrer a expansão da peça com relação ao modelo digital, decorrente ao acréscimo de material devido à penetração da energia do laser além dos limites geométricos projetados no modelo. Entretanto, o emprego de uma velocidade alta provavelmente prejudicará sinterização, assim como a aderência do pó à camada inferior. (KULMAN, 2006).

SIMPSON *et al.*, (2008) avaliou a influência da velocidade de varredura do laser no grau de sinterização do pó de 95/5 do copolímero poli(L-ácido láctico-co-glicólico) com faixa granulométrica de 50 – 125 µm. Foi reportado que não houve sinterização do material quando foi empregado uma velocidade de varredura do laser de 5080 mm/s, sendo utilizado uma temperatura do leito de construção de 65 °C e valores de potência de laser de 5 – 20 W. A redução da velocidade de varredura do laser para 2540 mm/s possibilitou a observação de alguma sinterização quando foram empregadas as potências de laser 10 e 15 W, porém as amostras apresentaram-se frágeis com o

manuseio. Com a potência de laser de 20 W foi obtida uma camada sinterizada estável. Quando foi utilizada uma velocidade de varredura do laser ainda menor (1905 mm/s) foi possível construir uma camada sinterizada estável a partir da potência de laser de 5 W.

No trabalho de VELU & SINGAMNENI (2014), também foi avaliado o efeito da variação da velocidade de varredura do laser no processo de sinterização. Os resultados reportados mostraram que o aumento da velocidade de varredura do laser ocasionou a diminuição da espessura da camada sinterizada do biocompósito a base de polimetilmetacrilato. Entretanto, acima de um determinado valor de velocidade de varredura, a espessura da camada sinterizada se manteve constante, dentro dos limites de velocidades avaliados.

- **Orientação da peça no leito de construção**

A orientação das peças no leito de construção influencia nas suas propriedades finais, tais como acurácia dimensional, empenamento (*curling*), propriedades mecânicas, assim como no tempo e nos custos de fabricação.

A orientação de construção da peça (*part build*) é definida como a orientação do eixo principal do objeto (eixo ao longo da maior dimensão) em relação ao plano superior do leito de construção (CAULFIELD *et al.*, 2007). Outras formas de orientação da peça estão relacionadas à direção do eixo mais longo da peça com relação às linhas de varredura do laser.

Os resultados reportados no trabalho de AJOKU *et al.*, (2006) mostraram que a construção da peça na orientação do eixo z (*z-axis orientation*) resultou em menores propriedades mecânicas de tração, compressão e flexão, enquanto que na orientação no eixo x (*x-axis orientation*) em maiores propriedades de tração e compressão, e no eixo y (*y-axis orientation*) de flexão.

A anisotropia nas propriedades mecânicas das peças produzidas por SLS pode ser explicada pela característica do processo SLS, caracterizada por uma tecnologia de fabricação camada-a-camada. A varredura do laser em cada camada ocorre numa única direção e durante este processo as partículas que receberam a energia do laser se ligam uma na outra, sendo esta ligação denominada de pescoço de sinterização (*neck*). A direção x, que é paralela à frente do equipamento, corresponde à direção de varredura do laser. Nessa direção o diâmetro dos pescoços de sinterização (*necks*) formados entre as partículas é maior, com relação à direção y e z (AJOKU *et al.*, 2006). Ao final de cada linha de varredura, o laser é automaticamente desligado e um deslocamento do

espelho no eixo y ocorre, direcionando o laser para a próxima linha paralela de varredura, sendo então automaticamente religado. A distância entre duas linhas de varredura vizinhas é definida pelo parâmetro espaçamento entre as varreduras (*scan spacing*). A ligação entre as partículas na direção do espaçamento entre as varreduras do laser (no eixo y) é menor do que ao longo de uma mesma linha de varredura, resultando em um menor diâmetro do pescoço (*necking*), ocasionado pelo ligeiro resfriamento das partículas no período de tempo decorrido entre as varreduras. A deposição de uma nova camada de pó causa resfriamento na camada previamente sinterizada, que resultará, quando da varredura do laser sequencial, um menor grau de sinterização das partículas entre as camadas (menor diâmetro de pescoço de sinterização, *necking*), com relação às demais direções (AJOKU et al., 2006; GOODRIDGE et al., 2012).

No processo de fabricação SLS, a varredura do laser ocorre em toda a área bidimensional, determinada pelas peças em construção. Quanto maior for a área de sinterização, maior o tempo necessário ao início da varredura do laser (sinterização) da camada subsequente, diminuindo ainda mais o resfriamento da camada prévia sinterizada, o que minimiza o grau de sinterização das partículas entre as camadas, que consequentemente leva a menores propriedades mecânicas (AJOKU et al., 2006).

No trabalho de NELSON et al., (2014), foi avaliado o efeito da direção de varredura do feixe de laser com relação a orientação da peça no leito de construção, nas propriedades mecânicas (tração) de peças de poliamida. As amostras foram confeccionadas com a direção da varredura do laser perpendicular e paralela ao eixo mais longo do corpo-de-prova de tração. As amostras orientadas perpendicularmente tiveram períodos de tempos mais curtos entre as linhas de varreduras, levando a uma exposição mais longa ao feixe de laser, que pode ter ocasionado a deterioração do polímero, quando em condições de maior densidade de energia do laser aplicada durante o processamento, resultando na maior redução da resistência à tração, com relação às amostras orientadas paralelamente.

- ***Delay Time (Tempo de atraso)***

O tempo de atraso (*delay time*) consiste no intervalo de tempo entre quaisquer dois pontos adjacentes em linhas de varreduras sucessivas, que é dependente da velocidade do laser e geometria da camada, na qual pode se alterar por mudanças na orientação da peça no leito de construção (JAIN et al., 2009). Adicionalmente, o tempo

de atraso (*delay time*) é influenciado pelo número de peças sendo construída na mesma camada (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

O processamento de uma peça é constituído, na maioria das vezes por um conjunto de valores de tempo de atraso (*delay time*), que dependem da geometria bidimensional de cada camada e da orientação (*build orientation*) da peça no leito de construção. O valor do tempo de atraso (*delay time*) pode ser calculado pela razão entre distância percorrida pelo feixe de laser entre dois pontos consecutivos em linhas de varreduras sucessivas e a velocidade de varredura do laser (JAIN *et al.*, 2009).

No trabalho de JAIN *et al.*, (2009) o comportamento das propriedades mecânicas de peças de poliamida face ao tempo de atraso (*delay time*) foi avaliado, sendo as peças produzidas em 07 (sete) orientações (*build orientation*) diferentes, relativo à direção do eixo mais longo da peça com relação às linhas de varredura do laser. A maior resistência mecânica foi obtida quando a peça foi processada na orientação 60°, que corresponde ao tempo de atraso (*delay time*) na faixa de 0,007 – 0,014 s. Os menores valores de resistências das amostras correspondentes aos *times delay* abaixo de 0,007 e acima de 0,014 s podem ser resultante da degradação térmica do material e do menor grau de sinterização entre as partículas, respectivamente. No que se refere aos resultados apresentados em termos de orientação, os resultados mostram que as quatro menores resistências foram nas orientações de 0, 15°, 30° e 90°, sucessivamente (JAIN *et al.*, 2009)..

Também existe um intervalo de tempo na varredura do laser entre as camadas. Neste caso, a duração deste tempo depende do tipo de equipamento. Algumas máquinas possuem um controle direto sobre o tempo mínimo de atraso (*delay*), em outras a duração desse tempo é inalterável. Há equipamentos que requerem a obtenção do ajuste das temperaturas do leito de pó/câmara antes do espalhamento da próxima camada de pó sobre a previamente sinterizada. Portanto, nestes os parâmetros de processo influenciam no tempo de atraso (*delay time*). Quando uma elevada potência de laser combinada com uma temperatura de leito de construção relativamente baixa for utilizada, o tempo de atraso (*delay time*) será extenso, necessário ao resfriamento da camada sinterizada, de forma a voltar à temperatura inicial (temperatura do leito de construção), antes do espalhamento da próxima camada de pó. Extensos tempos de atraso (*delay times*) podem ocasionar delaminação das camadas e/ou empenamento (*curling*) na peça, devido à perda de energia térmica via condução dentro da camada de pó ou radiação e convecção na superfície da camada de pó (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

3.5.3. Densidade de energia fornecida ao material no processamento por SLS

A densidade de energia (DE) é definida pela combinação de alguns parâmetros de processo, que correspondem ao valor de energia fornecida à camada de pó, expressos por unidade de área e de volume, de acordo com as equações 3.1 e 3.2, respectivamente.

A DE por área, originalmente denominado número de Andrews foi desenvolvida no trabalho de NELSON (1993) e é definida como a razão da potência de laser (PL) pelo produto do espaçamento entre a varredura do laser (EV) e a velocidade de varreduras do laser (VL). O acréscimo do parâmetro espessura da camada (EC) nesta equação, como multiplicador do produto EV e VL, descreve a densidade de energia por volume de cada camada de pó, sendo esta equação definida no trabalho de STARR *et al.*, (2011).

A DE por unidade de área ao longo da linha de varredura do laser foi reportado na literatura, substituindo o parâmetro EV pelo valor do diâmetro do *spot* do laser, na equação 3.1 (BEAL *et al.*, 2009; FRANCO *et al.*, 2010; FRANCO & ROMOLI, 2012).

$$DE = \left[\frac{(PL)}{((EV) \times (VL))} \right] (J/mm^2)$$

Equação 3.1 – Densidade de energia por área (DEárea)

$$DE = \left[\frac{(PL)}{((EC) \times (VL) \times (EV))} \right] (J/mm^3)$$

Equação 3.2 – Densidade de energia por volume (DEvolume)

Diversos estudos avaliaram a influência da densidade de energia nas propriedades finais das peças obtidas por SLS (BEAL *et al.*, 2009; STARR *et al.*, 2011; VELU & SINGAMNENI, 2014). No trabalho de STARR *et al.*, (2011), o desempenho das propriedades mecânicas de tração da poliamida-12 (PA-12) frente à DEvolume foi avaliada, e os resultados reportados mostraram que o módulo de elasticidade e a tensão de escoamento apresentou significativa ascensão com o aumento da DEvolume, até o valor de 0,12 J/mm³, sendo este valor superior à quantidade de energia necessária para completa fusão das camada de pó (calculada em 0,091 J/mm³). Acima deste valor de DEvolume as propriedades mantiveram-se praticamente as mesmas.

No trabalho de NELSON *et al.*, (2014) foi reportado que o aumento da densidade de energia DEárea proporcionou progressivo aumento nas propriedades mecânicas de peças de poliamida-12, resultante da melhora na fusão das partículas de polímero permitindo a formação de uma estrutura mais compacta. Entretanto, este comportamento foi observado até uma determinada DEárea, que quando excedida,

resultou em declínio de tais propriedades. Isto se deve à deterioração do polímero ocasionado pelo excesso de energia fornecida às amostras durante a sua fabricação.

Nos trabalhos de FRANCO *et al.*, (2010 e 2012), foi avaliado o grau de sinterização da poliamida, após a passagem do feixe de laser ao longo de uma linha de varredura, por meio da determinação da altura e da superfície da camada de pó que foi sinterizada a partir das imagens de microscopia óptica. Os seguintes parâmetros foram denominados pelos autores: profundidade sinterizada (altura da camada de pó sinterizada) e largura sinterizada (área da camada de pó sinterizada). A altura da camada de pó sinterizada está relacionada com a profundidade de penetração da energia fornecida pelo laser, sendo esta determinação importante para o ajuste mais apropriado do parâmetro EC (espessura da camada de pó). Enquanto que, a largura sinterizada representa a influência da radiação do laser transversal, levando em consideração a potência, velocidade e o diâmetro do *spot* do laser. Isso influencia no ajuste do valor para o parâmetro espaçamento entre as varreduras do laser (EV) com relação à densidade de energia empregada para garantir a correta sobreposição entre as linhas sinterizadas adjacentes. Os resultados reportados mostraram que os valores de área da superfície do pó sinterizada (largura sinterizada) foram predominantes sobre os valores de altura sinterizada (profundidade sinterizada) até a densidade de energia em torno de $0,10 \text{ J/mm}^2$, atingindo a extensão máxima de $500 \text{ }\mu\text{m}$, um valor limite que foi influenciado pelo diâmetro do *spot* do laser ($700 \text{ }\mu\text{m}$). Este fenômeno pode ser atribuído a baixa condutividade e difusividade do polímero, que mantém o calor localizado na área irradiada. Com o aumento da densidade de energia, a profundidade ultrapassa a extensão da largura sinterizada, e atinge o limite assintótico em torno de $600 - 650 \text{ }\mu\text{m}$ (FRANCO *et al.*, 2010; FRANCO *et al.*, 2012).

3.6. Processo de Sinterização de Polímeros

A sinterização é um processo em que ocorre a coalescência de partículas de pó (metal, cerâmica ou polímero) a uma temperatura elevada. A coalescência é o princípio físico da formação de um corpo uniforme e homogêneo a partir de partículas do mesmo material (KULMAN, 2006).

A sinterização é constituída de três fases: (i) formação do pescoço, *neck*, (ii) densificação, caracterizada pelo aumento dos contatos e a diminuição na porosidade, (iii) isolamento e arredondamento dos poros. Estes estágios de sinterização resultam na

ligação das partículas através de seus pontos de contato, removendo parcialmente as porosidades internas. Promove uma contração externa e algumas propriedades físicas são alcançadas (KULMAN, 2006).

Na sinterização de polímeros ocorrem os fenômenos de fusão, coalescência e cristalização (HAMBIR *et al.*, 1999). A coalescência de partículas poliméricas ocorre em temperaturas acima da temperatura de fusão e acima da temperatura de transição vítrea para polímeros semicristalinos e amorfos, respectivamente (MAZUR, 1995; BELLEHUMEUR *et al.*, 1998).

As partículas de polímeros quando em contato entre si em elevadas temperaturas diminuem as suas áreas superficiais com a ocorrência de coalescência. A força motriz para a ocorrência do fenômeno de coalescência é a tensão superficial do polímero, enquanto a viscosidade é o principal fator de resistência a este fenômeno (KONTOPOULOU & VLACHOPOLUS, 2001). A coalescência de partículas poliméricas é governada pela combinação de processos físicos que incluem a deformação, difusão e a relaxação de tensão (MAZUR, 1995).

A coalescência das partículas poliméricas inicia-se pelo crescimento do pescoço, decorrente da formação de uma interface de contato molecular entre as partículas, seguindo do equilíbrio nas propriedades dos materiais na região do pescoço e por fim, ocorre à completa coalescência das partículas (Figura 3.6).

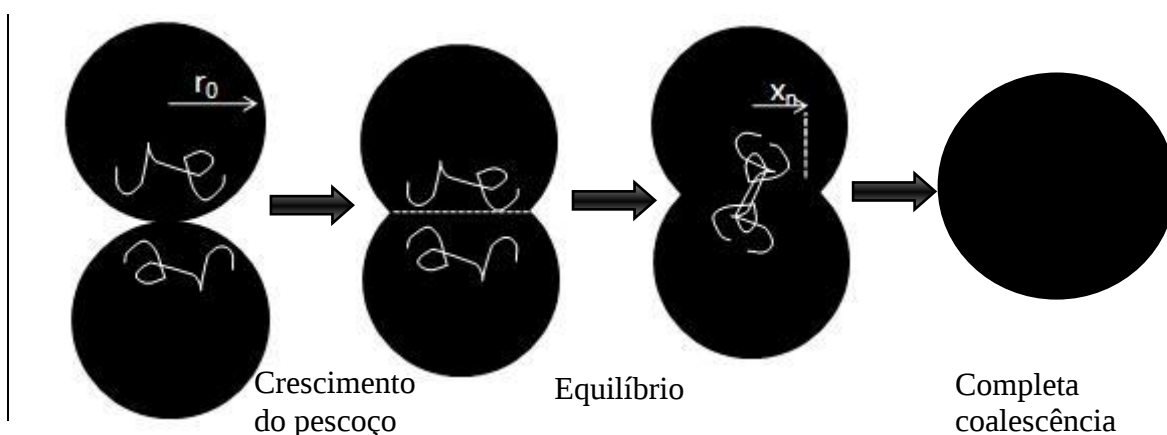


Figura 3.5: Etapas da coalescência de duas partículas poliméricas
(Adaptado de MANSUR *et al.* 1995 e VASQUEZ *et al.* 2014)

O crescimento do pescoço envolve forças que promovam o contato entre as superfícies das partículas por meio da combinação do fluxo viscoso e a deformação

elástica ou viscoelástica, fatores que restringem o contato entre as partículas (existência de outras fases, por exemplo) e mecanismos de deformação os quais governam o crescimento da área de contato (ou o raio do pescoço, x_n). O crescimento do pescoço entre os agregados multipartículas resulta no processo de densificação (MAZUR, 1995).

Na etapa de equilíbrio ocorrem mudanças na organização molecular do polímero e nas suas propriedades que evoluem para fusão isotrópica. Esta etapa envolve a relaxação da tensão mecânica associada às configurações fora do equilíbrio dos novos poliméricos e a difusão das cadeias poliméricas por meio das interfaces entre as partículas para estabelecer uma distribuição uniforme dos emaranhamentos (MAZUR, 1995).

A coalescência dos polímeros apresenta diferenças qualitativas dos metais e cerâmicos decorrentes da característica reológica dos polímeros fundidos, assim como pela relação entre a estrutura molecular e a sua dinâmica (MAZUR, 1995). A sinterização das partículas poliméricas pode ocorrer por deformação elástica e/ou viscoelástica (SCHULTZ, 2003). A complexidade na coalescência dos polímeros está relacionada ao fato que a sua resposta viscoelástica é específica para cada polímero, assim como para cada distribuição no peso molecular. Portanto, a cinética do crescimento do pescoço viscoelástico, assim como dos vários componentes na etapa de equilíbrio não pode ser caracterizada como um parâmetro único para todos os polímeros. Ao contrário dos mecanismos mais simples, como a deformação elástica ou o fluxo viscoso, no crescimento do pescoço viscoelástico não existem relações de escala geral para descrever o efeito do tamanho da partícula neste fenômeno. No entanto, podem ser observadas, qualitativamente, diferentes cinéticas na coalescência de partículas de tamanho diferentes utilizando o mesmo polímero (MAZUR, 1995).

3.7. Propriedades Importantes dos Materiais (Polímeros) que Influenciam no Processamento por SLS

- **Propriedades Térmicas e viscosidade**

Os polímeros termoplásticos são os mais empregados, podendo ser amorfos ou semicristalinos. Os polímeros semicristalinos possuem uma transição de primeira ordem (temperatura de fusão) que resulta numa diminuição drástica da viscosidade em uma pequena faixa de temperatura. Os polímeros semicristalinos no estado fundido, quando submetidos ao resfriamento, solidificam numa temperatura inferior à sua temperatura de

fusão, conhecida como temperatura de cristalização. Esta característica é importante no processamento por SLS porque mantém o polímero no estado fundido na adição de algumas camadas, sendo relatado como importante na adesão intercamadas (SCHULTZ, 2003). Portanto, no processamento por SLS é requerido que a temperatura de fusão seja consideravelmente maior que a temperatura de cristalização para que o processo de solidificação do polímero seja lento durante o processo de construção da peça (ZARRINGHALAM *et al*, 2003). Além disso, polímeros com uma faixa estreita na temperatura de fusão associado com uma baixa viscosidade no estado fundido são desejáveis durante a sinterização para atingir o nível de fluidez necessário mais rapidamente sem a introdução de excesso de energia (ZARRINGHALAM *et al*, 2003).

Os polímeros semicristalinos possuem taxas de cristalização distintas de acordo com a sua estrutura. A taxa de cristalização é mínima próxima às T_g e T_m do polímero, atingindo o máximo entre estas duas temperaturas. No processamento por SLS, a taxa de cristalização deve ser mantida relativamente baixa, de acordo com a velocidade de fabricação da peça, a fim de evitar a sua distorção decorrente da contração pelo resfriamento (KRUTH *et al*, 2007).

A particularidade observada entre resfriamento do polímero semicristalino e do polímero amorfo afeta as propriedades das peças produzidas por SLS. No resfriamento do polímero semicristalino, quando é atingida a temperatura de fusão ocorre uma contração brusca de volume, o que pode resultar em inacurácia geométrica e distorções da peça. Nos polímeros amorfos, o resfriamento não é acompanhado por uma contração volumétrica brusca como ocorre nos polímeros semicristalinos. Esta característica dos polímeros amorfos permite a confecção de peças com alta precisão dimensional, apresentando pequena distorção. No entanto, estes polímeros apresentam um nível mais baixo de consolidação comparado com os polímeros semicristalinos, ocasionado maior porosidade residual e, conseqüentemente, menor resistência mecânica (KRUTH *et al*, 2003; KRUTH *et al*, 2007).

Outra propriedade do material que é considerada importante para o processamento por SLS é a viscosidade. A viscosidade deve ser baixa o suficiente para permitir a completa consolidação dentro da escala de tempo do processo. Além disso, a baixa viscosidade é desejável para uma boa interfusão entre as cadeias poliméricas, promovendo a formação do pescoço entre as partículas e a adesão entre as camadas. No entanto, a baixa viscosidade pode resultar em grande contração da peça, ocasionado a perda da precisão dimensional. A viscosidade está linearmente relacionada com o peso

molecular do polímero. Portanto, existe uma faixa de peso molecular ótima para a confecção das peças com melhor qualidade. O peso molecular médio dos polímeros, assim como a sua distribuição são propriedades importantes que influenciam no processamento por SLS (KRUTH *et al.*, 2007).

No trabalho de WILLIAMS *et al.*, (2005) foi reportado que o poli(ϵ -caprolactona) (PCL) com massa molar ponderal média de 50.000 g/mol demonstrou boa sinterabilidade a laser, durante a fabricação de arcabouços por SLS. Em outro trabalho relatado na literatura, o polímero PCL com massa molar de 40.000 g/mol não apresentou uma sinterização adequada, produzindo peças com grandes distorções em decorrência de contrações (KRUTH *et al.*, 2007). Esta contração está relacionada com o valor mais baixo da massa molar do PCL, assim como por diferenças no grau de pureza comparado com o PCL utilizado na confecção dos arcabouços (KRUTH *et al.*, 2007).

- **Propriedades Ópticas**

No processo de SLS, o material deve ter capacidade de absorver energia no comprimento de onda do laser, que no caso do laser de CO₂ é de 10,6 μ m. Essa característica está presente na maior parte dos polímeros, devido aos componentes alifáticos (ligação C-H). A maior parte dos polímeros alifáticos tem grupos vibracionais na região de absorção do espectro do infravermelho suficiente para absorver relevantes porções de absorção da radiação de 10.6 μ m. Entretanto, no caso do material com pouca capacidade de absorção, um aumento da potência do laser pode compensar esta característica (SCHMID *et al.*, 2014).

- **Formato, Tamanho e distribuição granulométrica das partículas do pó**

O tamanho, morfologia e distribuição granulométrica das partículas do material influenciam tanto na sua capacidade de processabilidade por SLS, quanto nas características finais das peças obtidas, referente à rugosidade da superfície, acurácia dimensional e porosidade (WILLIAMS *et al.*, 2005, GOODRIDGE *et al.*, 2012; SCHMID *et al.*, 2014, VASQUEZ *et al.*, 2014).

A processabilidade adequada do pó em SLS consiste na capacidade de formação de finas camadas de pó no leito de construção, com elevado grau de compactação e superfície plana, sendo esta situação favorecida quando as partículas apresentam elevado grau de esfericidade, que reduz a área de superfície com relação ao volume e

melhora a eficiência de empacotamento. Além dessa característica, a distribuição granulométrica de pós com partículas de tamanho variado é também favorável, no sentido que as partículas menores preenchem o espaço formado entre as maiores, o que resulta no aumento da densidade, ao mesmo tempo, que mantém o fluxo de pó adequado (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

Não há um consenso na literatura quanto à distribuição granulométrica ótima ao processamento por SLS. Foram reportados faixas ótimas de tamanhos de partículas de: 45-90 μm , 20-80 μm , 10-100 μm (WILLIAMS *et al.* 2005; GOODRIDGE *et al.*, 2012; SCHMID *et al.*, 2014). Entretanto, no trabalho de WIRIA *et al.*, (2008) foi reportado que o espalhamento do pó de PVA (poli álcool vinílico) com partículas de tamanhos na faixa de 10-75 μm apresentou aderência de pó no rolo, ocasionando a formação de camadas de pó irregulares. Este problema foi reduzido significativamente quando a faixa de distribuição granulométrica foi alterada para 50-100 μm .

No trabalho de SCHMID *et al.*, (2014) foi reportado que o processamento de pó que apresenta uma mistura de tamanho de partículas dentro da faixa de distribuição volumétrica considerada como adequada, entretanto com uma significativa porção de pequenas dimensões, pode, no entanto, apresentar problemas no espalhamento do pó. Esta situação pode estar relacionada pela ocorrência de aglutinação das partículas pequenas, reduzindo o fluxo livre do pó.

O pó constituído por partículas com tamanhos acima do limite superior das faixas de distribuição granulométricas consideradas ótimas não inviabiliza a sua utilização em SLS, como observado no processamento de pó PLA (poliácido láctico) e HDPE (polietileno de alta densidade), com granulometria de 150-200 μm e 425-600 μm , respectivamente. Entretanto, as respectivas peças obtidas apresentaram significativa rugosidade nas suas superfícies e, também, elevada porosidade, sendo este reportado para as peças de HDPE (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

Outros trabalhos também reportaram que o acabamento das superfícies das peças sinterizadas é afetado pelo tamanho das partículas do material (WILLIAMS *et al.*, 2005 e VASQUEZ *et al.*, 2014). A obtenção de peças com superfícies mais rugosas, e também com porosidade, que consequentemente acarretará em redução nas propriedades mecânicas, é mais propensa quando utiliza-se partículas maiores, por estas serem menos susceptíveis a fundir completamente, devido à pobre difusividade térmica de polímeros em pó (VASQUEZ *et al.*, 2014).

3.8. Principais problemas que podem ocorrer no processo por SLS

As peças impressas com a tecnologia SLS podem apresentar problemas geométricos decorrentes da ocorrência de empenamento das camadas (*curling*), delaminação e contrações/expansões. Adicionalmente o polímero pode sofrer alterações físicas devido à degradação térmica do material.

O empenamento (*curling*) da camada pode ocorrer se existir uma diferença de temperatura significativa entre a superfície da amostra e o pó não sinterizado que está em seu entorno, assim como da temperatura no interior da câmara de construção (WIRIA *et al.* 2008). O empenamento (*curling*) pode ocorrer em todas as camadas na construção da peça, porém é mais acentuado nas camadas iniciais (İLKGÜN, 2005). O gradiente de temperatura durante o processamento SLS deve ser reduzido para diminuir o efeito de empenamento nas peças (WIRIA *et al.* 2008). Quando o pó empregado na formação da camada subsequente está frio pode ocasionar o empenamento da camada previamente sinterizada. A redução no gradiente de temperatura pode ser obtida pelo aumento da velocidade de varredura do laser e pela utilização de uma maior temperatura no leito de construção, estreitando a diferença de temperatura entre a peça sinterizada e o pó que está a sua volta (WIRIA *et al.*, 2008).

As peças obtidas por SLS podem sofrer contração ou expansão das dimensões com relação ao seu modelo digital. A contração da peça é fortemente influenciada pelos parâmetros do processo, temperatura da câmara de construção, taxa de resfriamento e a pela sua geometria. O fenômeno de encolhimento da peça pode estar relacionado com o processo de cristalização que promove o arranjo molecular, ocasionando a diminuição de volume. Pode ser decorrente também da fusão das partículas durante o processamento, ocorrendo uma diminuição da porosidade e do seu volume. Além disso, a contração do material pode ocorrer devido a fenômenos térmicos. No aquecimento, a peça expande devido ao coeficiente de expansão térmica do material, porém, na etapa de resfriamento, ocorre seu encolhimento. A não uniformidade da contração térmica das peças produzidas por SLS pode ocorrer devido ao gradiente de temperatura durante o seu processamento (SENTHILKUMARAN *et al.*, 2009). O fator de contração é um parâmetro do processo que pode ser considerado no modelo digital para compensar o encolhimento do material durante o processamento SLS, afetando diretamente a acurácia dimensional da peças sinterizadas (İLKGÜN, 2005).

Resultados relatados por SIMPSON *et al.*, (2008) mostraram que a altura média das peças produzidas com compósito PLG (poli(L-ácido láctico-co-glicólico))/hidroxiapatita e β -tricálcio fosfato corresponderam bem à altura teórica projetada no modelo digital. Entretanto, as medidas das amostras nas dimensões x (paralelo ao movimento do rolo) e y (perpendicular ao movimento do rolo) apresentaram valores maiores com relação ao modelo. A maior diferença dimensional foi observada na direção x, especialmente no início do processo de sinterização, decorrente a ação do rolo, devido à ocorrência de deslocamento da camada sinterizada. Após atingir aproximadamente a metade da fabricação da amostra, o erro dimensional diminui para valores comparáveis aqueles obtidos na direção y. Também foi reportado que o aumento das dimensões x e y pode estar relacionado à sinterização parcial do pó que está em contato com as superfícies das peças, dificultando a sua remoção na etapa de pós-processamento. Para aumentar a precisão dimensional, a adequação do modelo digital pode ser realizada, de forma a compensar os desvios dimensionais (SIMPSON *et al.* 2008).

A delaminação das peças confeccionadas por SLS pode ocorrer quando a adesão intercamadas não ocorre de forma apropriada. Este problema é visualizado por aberturas nas bordas das amostras (TAN *et al.* 2003).

A temperatura que o polímero é exposto durante o processamento SLS pode ocasionar a degradação térmica, ocasionando a redução na sua massa molar. O grau de degradação pode aumentar com o tamanho da amostra, decorrente da exposição do polímero por um maior período de tempo a temperaturas elevadas (SIMPSON *et al.* 2008).

CAPÍTULO IV

MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo é referente às metodologias, os materiais, os equipamentos e as técnicas de caracterização utilizadas na confecção deste trabalho.

4.1. Poli(3-hidroxibutirato)

O Poli(3-hidroxibutirato) utilizado na tese foi fornecido pela PHB Industrial S/A (Biocycle 1000®, lote 122), que possui as seguintes propriedades físico-químicas, conforme informado pelo fabricante (Tabela 4.1).

Tabela 4.1: Propriedades físico-químicas do PHB (dados do fabricante).

Propriedade	Valor
Densidade (g/cm ³)	1,22
Índice de Fluidez (g/10 min) – 190 °C/2,16 Kg	10 - 12
Resistência à tração (MPa)	30 - 40
Alongamento na ruptura (%)	2,5 – 6,0
Módulo de Elasticidade (GPa)	2,5 – 3,0
Resistência ao Impacto Izod (J/m)	20 - 30
Temperatura de fusão (°C)	170 - 175
Massa molar ponderal média (g/mol)	~ 600.000

PARTE I

A primeira parte da tese consistiu na caracterização da matéria-prima (PHB virgem) e do pó de PHB após ciclos de processamento por SLS e, também, na avaliação do efeito da reutilização desses materiais na reprodutibilidade dos arcabouços produzidos por essa tecnologia, baseando-se em análise de propriedades térmicas.

4.2. Confeção de arcabouços porosos utilizando o PHB não processado e após ciclos de processamento por SLS

4.2.1. Modelo Digital dos Arcabouços

O modelo digital (CAD) do arcabouço foi desenvolvido com o auxílio do programa *SolidWorks®*, no formato aproximado de um cubo (10,407 x 10,350 x 10,140 mm³) e uma arquitetura interna composta de 16 (dezesesseis) pinos circulares com diâmetro de 1,668 mm, arrançados ortogonalmente com 32 (trinta e dois) pinos de diâmetro 1,641 mm. O arranjo espacial destes pinos resultaram em canais ortogonais de 0,836 mm em diâmetro (Figura 4.1a e b).

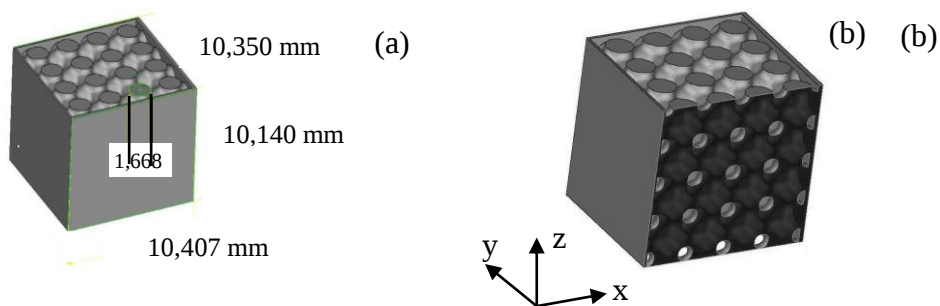


Figura 4.1: Modelo digital dos arcabouços (denominado modelo digital 1).

4.2.2. Equipamento de Sinterização Seletiva a Laser

Os arcabouços foram confeccionados no Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (CTI), utilizando o equipamento Sinterstation 2000. Este equipamento utiliza um laser de CO₂ com comprimento de onda de 10,3 µm e tamanho de spot de 450 µm. A configuração do equipamento e seus principais constituintes podem ser observados na Figura 4.2.

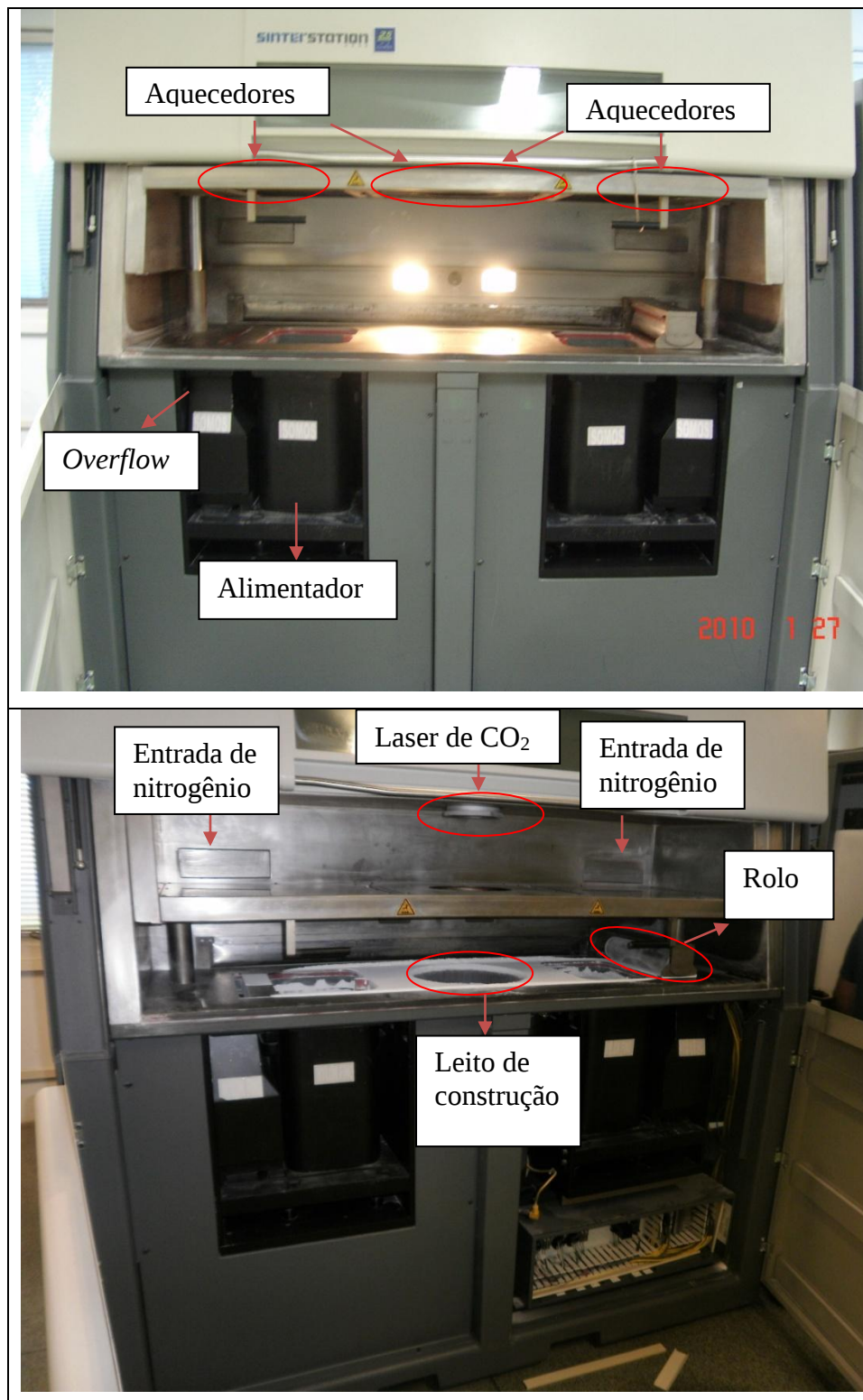


Figura 4.2. Equipamento para a fabricação dos arcabouços por SLS (Sinterstation 2000, propriedade do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer).

4.2.3. Condições de processamento SLS

A Tabela 4.2 apresenta os principais parâmetros de processo utilizados na fabricação dos arcabouços.

Tabela 4.2: Principais parâmetros do processo utilizados

Parâmetro	Valor	Densidade de energia área (DEárea) *, J/mm ²	Densidade de energia volume (DEvolume), **J/mm ³
Potência de Laser (PL)	16 W	0,0533	0,2963
Espessura da camada de pó do leito de construção (EC)	0,18 mm		
Temperatura de aquecimento do leito de construção (Tb)	100 °C		
Velocidade de varredura do laser (VL)	2000 mm/s		
Espaçamento entre a varredura do laser EV	0,15 mm		

* Densidade de energia calculada de acordo com a equação 3.1 (item 3.5.3)

** Densidade de energia volumétrica calculada de acordo com a equação 3.2 (item 3.5.3)

O primeiro conjunto de processamento consistiu de 7 impressões de 30 minutos cada, resultando no ciclo total de 3,5 h, onde a densidade de energia de área (DEárea) variou de 0,023 a 0,083 J/mm² (ou a DEvolume de 0,1296 a 0,4629 J/mm³). O pó coletado no *overflow* do equipamento SLS (ver Figura 4.1) proveniente desse processamento foi utilizado como matéria-prima no segundo conjunto de processamento, que consistiu de 4 impressões de 30 minutos cada, totalizando um ciclo de 2 horas. Nesse caso, a DEárea variou de 0,0233 a 0,0533 J/mm² (ou DEvolume de 0,1296 a 0,2963 J/mm³). O terceiro conjunto de processamento consistiu de 3 impressões de 30 minutos cada, onde a DEárea ficou na faixa de 0,0333 a 0,0533 J/mm² (ou DEvolume de 0,1852 a 0,2963 J/mm³). Neste conjunto os alimentadores foram carregados com o pó de PHB submetido a vários ciclos de processamento por SLS de duração total de 30,45 h.

O pó coletado do leito de construção após o 1º e o 3º conjunto de processamento (ciclos de 3,5 h e 30,45 h, respectivamente) foi caracterizado por análise de calorimetria diferencial de varredura (DSC) e espectrometria de ressonância magnética nuclear

(RMN-H). E os arcabouços impressos com DEárea de $0,053 \text{ J/mm}^2$ (DEvolume de $0,2963 \text{ J/mm}^3$) em cada um dos conjuntos de processamento foram caracterizados por DSC.

A Tabela 4.3 sumariza o esquema dos conjuntos de processamentos dos arcabouços, da coleta do pó do leito de construção e das respectivas análises realizadas.

Tabela 4.3: Esquema do processamento dos arcabouços.

Processamento	Matéria-prima para o processamento	Duração total	Análises realizadas
1º conjunto de Processamento (7 impressões)	PHB não processado	3,5 h	- DSC e RMN-H do pó coletado do leito de construção após o 1º conjunto de processamento (3,5 h) - DSC do arcabouço impresso com DEárea de $0,0533 \text{ J/mm}^2$ ($0,2963 \text{ J/mm}^3$)
2º conjunto de Processamento (4 impressões)	PHB coletado no overflow do 1º processamento (ciclo total de 3,5 h)	2,0 h	- DSC do arcabouço impresso com DEárea de $0,0533 \text{ J/mm}^2$ (ou DEvolume de $0,2963 \text{ J/mm}^3$)
3º conjunto de Processamento (3 impressões)	PHB remanescente de vários ciclos de processamento (total de 30,45 h)	1,5 h	- DSC e RMN-H do pó coletado do leito de construção após o 1º conjunto de processamento (32,15 h) - DSC do arcabouço impresso com DEárea de $0,0533 \text{ J/mm}^2$ (ou DEvolume de $0,2963 \text{ J/mm}^3$)

4.3. Simulação de degradação isotérmica do pó de PHB com o tempo.

Amostras de pó de PHB foram submetidas à temperatura de 140°C em atmosfera rica em nitrogênio, por períodos de tempo de 3,5 h, 25 h e 50 h, em uma estufa modelo Marconi MR030, de forma a simular as condições que o pó estaria submetido durante o processamento por SLS em ciclos de diferentes durações. O objetivo deste teste foi investigar a influência do tempo de processamento nas propriedades térmicas do material. O procedimento adotado baseou-se na metodologia descrita por PHAM *et al.* (2008).

4.4. Caracterização do pó de PHB e dos arcabouços porosos

4.4.1. Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier realizadas foi realizada no PHB não processado (virgem). Foi realizada em um espectrômetro Perkin-Elmer 1720X, utilizando as seguintes condições operacionais: faixa do comprimento de onda de 4000 - 500 cm^{-1} e número de varreduras de 16.

4.4.2. Difração de Raios-X

A análise de difração de raios-X foi utilizada para a caracterização microestrutural do PHB antes do processamento. Foi utilizado um difratômetro Rigaku-Miniflex, operado com fonte de $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 0,1542 \text{ nm}$. As medidas das intensidades difratadas foram feitas ao longo de uma região angular de 2-60° (2 θ), no tempo de contagem de 1 s e com passo de 0,02°. O grau de cristalinidade dos materiais foi obtido utilizando-se a Eq. 4.1 (OLIVEIRA *et al.*, 2006):

$$\%X_c = \left[\frac{I_c}{(I_c + KI_a)} \right] \times 100 \quad \text{Equação 4.1}$$

Sendo:

I_c = área dos picos cristalinos

I_a = área dos picos amorfos

K = coeficiente de ajuste (para o PHB, $K = 0,96 \pm 0,03$)

4.4.3. Determinação da distribuição granulométrica do pó de PHB

A determinação da distribuição granulométrica do PHB peneirado foi realizada através da técnica de espalhamento de luz, utilizando o granulômetro MALVERN, HYDRO 2000 MU. Para a dispersão do pó, necessário na realização desta técnica, foi utilizado etanol P.A como dispersante.

4.4.4. Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

O equipamento Perkin Elmer DSC 800 foi utilizado para a determinação das propriedades térmicas e o grau de cristalinidade do pó de PHB, que inclui o polímero não processado (virgem), remanescentes do 1° e 3° conjunto de processamento

(coletado do leito de construção) e o submetido ao aquecimento isotérmico em atmosfera rica em nitrogênio (140°C em períodos de 3,5h, 25h e 50h), e também as peças obtidas no 1º, 2º e 3º conjunto de processamento.

Ambos, o primeiro e o segundo ciclo de aquecimento, foram executados nas mesmas condições de aquecimento, de -20°C a 210°C, na taxa de 10°C/min. O primeiro foi acompanhado de um rápido resfriamento, em uma taxa de 150°C/min, até -20°C. As transições térmicas e a entalpia de fusão foram obtidas das curvas de DSC no segundo aquecimento e as temperaturas foram tomadas no pico máximo.

O grau de cristalinidade (X_c) das amostras foi calculado usando a equação 4.2, em que ΔH_f é a entalpia de fusão e ΔH_f^0 é a entalpia de fusão do PHB 100% cristalino, cujo valor reportado na literatura é de 146 J/g (ERCEG *et al.*, 2005).

$$X_c = \left[\frac{(\Delta H_f)}{\Delta H_f^0} \right] \times 100 \quad \text{Equação 4.2}$$

4.4.5. Análise termogravimétrica (TGA) e termogravimetria derivativa (DTG).

As análises termogravimétricas (TGA) e a termogravimetria derivativa (DTG) foram utilizadas para a determinação temperatura da degradação térmica do PHB não processado (virgem). As temperaturas iniciais e finais em que ocorre a degradação deste polímero (T_i e T_f , respectivamente) foram obtidas pelas curvas de TGA. Enquanto que a temperatura na qual a velocidade de degradação é máxima (T_d) foi fornecida pela DTG.

A análise de TGA foi realizada em um analisador termogravimétrico (TGA) Perkin-Elmer (modelo Pyris 1 TGA), aplicando uma taxa de aquecimento de 10°C/min até a temperatura de 700°C em atmosfera de nitrogênio.

4.4.6. Espectrometria de Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio

A espectrometria de Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio (RMN H^1) foi utilizada para a caracterização química do pó de PHB não processado (virgem) e após o 1º e 3º conjunto de processamento (ciclo total de 3,5 h e 32,5 h, respectivamente), de amostras coletadas do leito de construção. A análise foi realizada no espectrofotômetro Varian Mercury VX 300MHz a 40°C. As amostras foram dissolvidas em clorofórmio deuterado.

PARTE II

A segunda parte da tese consistiu na avaliação da influência da potência de laser nas propriedades de arcabouços porosos de PHB.

4.5. Confeção dos Arcabouços Porosos de PHB

Os arcabouços foram confeccionados utilizando o modelo digital e o equipamento SLS descritos na Parte I.

Foram produzidos 07 (sete) grupos de amostras distintos, a partir da variação da potência de laser, mantendo os demais parâmetros iguais, como apresentado na Tabela 4.4.

Tabela 4.4: Especificação dos parâmetros de processo de cada grupo de amostras.

Grupos de amostras	Potência de Laser (W)	EC	VL	EV	Temperatura do leito de construção	Orientação no leito de construção
Grupo 1	7 W	0,18 mm	2000 mm/s	0,15 mm	100°C	90°
Grupo 2	10 W					
Grupo 3	13 W					
Grupo 4	16 W					
Grupo 5	19 W					
Grupo 6	22 W					
Grupo 7	25 W					

Os parâmetros foram fixados com base em resultados preliminares do grupo de divisão tridimensional do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (dados não publicados).

4.6. Caracterização dos arcabouços porosos de PHB

4.6.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise da morfologia dos arcabouços foi conduzida em microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM (modelo 6460 LV) operando a 15 kV. A superfície para análise corresponde ao plano_xy do arcabouço. Estas superfícies foram submetidas ao processo de recobrimento (ouro) obtido por processo específico (20 mA por 2 min).

4.6.2. Microtomografia

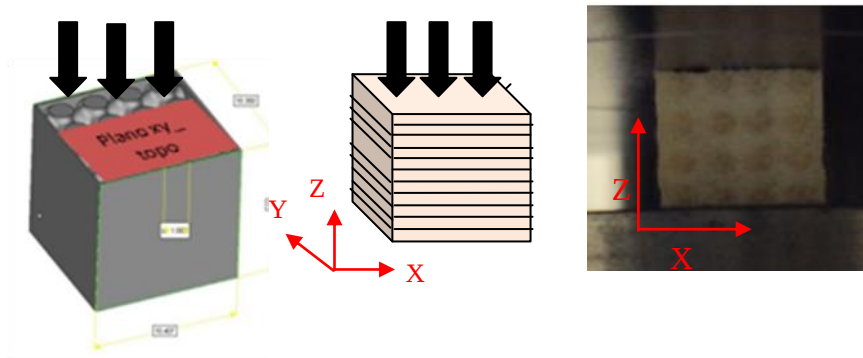
A porosidade dos arcabouços foi determinada utilizando a microtomografia computadorizada (μ CT), uma técnica não destrutiva de análise morfométrica, em duas ou três dimensões. As análises das amostras foram realizadas no microtomógrafo Bruker-Syscan (modelo 1173), sob condição de 75 a 90 kV e corrente de 75 a 106 μ A, operado com tubos de raios-X microfocus de tamanho focal $\leq 5\text{m}$ e um detector de 2240 x 2240 pixels. Um filtro de alumínio de 0,5 mm de espessura foi utilizado a fim de melhorar a qualidade da imagem.

A obtenção da imagem se deu por rotação de 360° da amostra ao longo do seu eixo Z, com escaneamento a cada 0,5°. As imagens foram reconstruídas com base no algoritmo de Feldkamp (FELDKAMP *et al.*, 1984), com tamanho de pixel de 7,4 μm e utilizando, aproximadamente, 400 fatias escaneadas por amostra. Os parâmetros morfológicos foram calculados diretamente nos modelos 3D processados digitalmente (LORENSEN e CLINE, 1987). Para tal, foi necessária uma etapa prévia de binarização das imagens, onde foram utilizados os softwares NRecon® (NRecon 2011- versão 1.6.8.0) e InstaRecon (InstaRecon 2011- versão 1.3.9.2).

4.6.3. Teste de Compressão

Os ensaios de compressão foram conduzidos numa máquina de teste universal (Instron 5567 e Instron5582), utilizando uma célula de carga de 2 KN e velocidade de 1,3 mm/min. Os ensaios foram realizados em triplicatas e de duas formas diferentes: com a carga aplicada na direção paralela e perpendicular às camadas sinterizadas dos arcabouços, como ilustrado na Figura 4.3. Houve um preparo prévio das amostras antes do ensaio, que consistiu no lixamento da superfície empenada, referente às primeiras camadas fabricadas.

Aplicação da carga paralela à direção da camada.



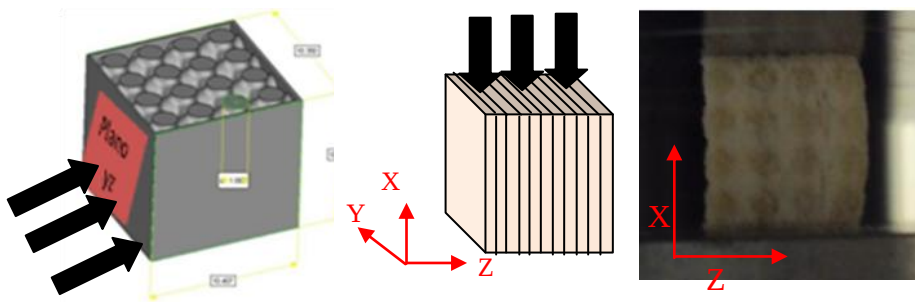
Dimensões:

Lado x: 10,3 mm

Lado y: 10,0 mm

Altura: 9 mm

Aplicação da carga perpendicular à direção da camada



Dimensões:

Lado x: 9 mm

Lado y: 10 mm

Altura: 10,3 mm

Figura 4.3. Desenho esquemático da execução dos testes de compressão

PARTE III

A terceira parte da tese consiste na determinação dos parâmetros ótimos de fabricação de arcabouços porosos de PHB, a partir de um planejamento fatorial completo 3^3 .

4.7. Confeção dos Arcabouços Porosos de PHB seguindo um Planejamento Fatorial Completo 3^3

4.7.1. Modelo Digital dos Arcabouços (modelo 2)

O modelo digital (CAD) do arcabouço, desenvolvido com auxílio do programa *SolidWorks®* e tendo como base o modelo descrito por ZHOU *et al.*, (2008), apresenta o formato e as dimensões apresentados na Figura 4.4.

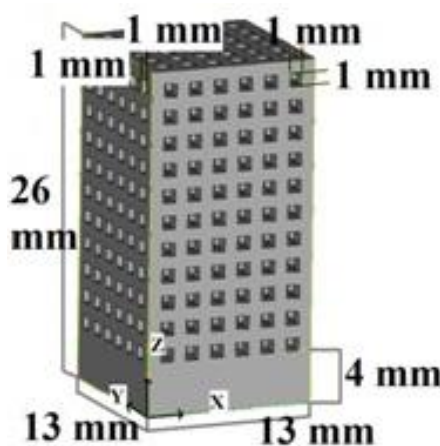


Figura 4.4: Modelo digital dos arcabouços (denominado modelo digital 2)

4.7.2. Planejamento Fatorial Completo 3^3

Os arcabouços foram confeccionados seguindo um planejamento fatorial completo 3^3 , formado por 27 (vinte e sete) condições experimentais diferentes, resultantes da combinação de três variáveis (fatores) e três níveis (valores específicos da variáveis). A Tabela 4.5 apresenta os valores e níveis investigados no planejamento fatorial completo.

O desenvolvimento do planejamento fatorial bem como da análise estatística foram realizados com auxílio do *Software Statistica* (versão 8).

Tabela 4.5: Fatores e níveis investigados no planejamento fatorial completo 3^3

Fatores	Níveis		
	-1	0	1
A: Potência de Laser (PL)	10 W	15 W	20 W
B: Espaçamento entre a varredura do laser (EV)	0,15 mm	0,20 mm	0,25 mm
C: Espessura da camada (EC)	0,08 mm	0,18 mm	0,28 mm

Os níveis do fator potência de laser (PL) e espessura da camada (EC) foram determinados tendo como base os resultados apresentados na Parte II. Com relação aos níveis de espaçamento entre a varredura do laser (EV), os experimentos preliminares do CTI (não publicados) mostraram que melhores resultados foram obtidos com $EV \geq 0,15$ mm.

A Tabela 4.6 apresenta as 27 (vinte e sete) condições experimentais formadas a partir da combinação entre os fatores e níveis utilizados, além das densidades de energias relacionadas às condições experimentais em cada teste. É válido ressaltar que as peças foram produzidas de forma aleatória, não seguindo a sequência apresentada na tabela 4.6.

Tabela 4.6: Planejamento Fatorial Completo 3^3 , sem réplicas das corridas.

Códigos das Condições Experimentais				Valores das Condições Experimentais			Densidade de energia	
Nº. Testes	A	B	C	PL	EV	EC	DEárea (J/mm ²) Eq. 4.1	DEvol (J/mm ³) Eq. 4.2
1	-1	-1	-1	10 W	0,15 mm	0,08 mm	0,0333	0,4166
2	-1	-1	0	10 W	0,15 mm	0,18 mm	0,0333	0,1851
3	-1	-1	1	10 W	0,15 mm	0,28 mm	0,0333	0,1190
4	-1	0	-1	10 W	0,20 mm	0,08 mm	0,0250	0,3125
5	-1	0	0	10 W	0,20 mm	0,18 mm	0,0250	0,1388
6	-1	0	1	10 W	0,20 mm	0,28 mm	0,0250	0,0892
7	-1	1	-1	10 W	0,25 mm	0,08 mm	0,0200	0,2500
8	-1	1	0	10 W	0,25 mm	0,18 mm	0,0200	0,1111
9	-1	1	1	10 W	0,25 mm	0,28 mm	0,0200	0,0714
10	0	-1	-1	15 W	0,15 mm	0,08 mm	0,0500	0,6250
11	0	-1	0	15 W	0,15 mm	0,18 mm	0,0500	0,2777
12	0	-1	1	15 W	0,15 mm	0,28 mm	0,0500	0,1785
13	0	0	-1	15 W	0,20 mm	0,08 mm	0,0375	0,4687
14	0	0	0	15 W	0,20 mm	0,18 mm	0,0375	0,2083
15	0	0	1	15 W	0,20 mm	0,28 mm	0,0375	0,1339
16	0	1	-1	15 W	0,25 mm	0,08 mm	0,0300	0,3750
17	0	1	0	15 W	0,25 mm	0,18 mm	0,0300	0,1666
18	0	1	1	15 W	0,25 mm	0,28 mm	0,0300	0,1071
19	1	-1	-1	20 W	0,15 mm	0,08 mm	0,0666	0,8333
20	1	-1	0	20 W	0,15 mm	0,18 mm	0,0666	0,3703
21	1	-1	1	20 W	0,15 mm	0,28 mm	0,0666	0,2380
22	1	0	-1	20 W	0,20 mm	0,08 mm	0,0500	0,6250
23	1	0	0	20 W	0,20 mm	0,18 mm	0,0500	0,2777
24	1	0	1	20 W	0,20 mm	0,28 mm	0,0500	0,1785
25	1	1	-1	20 W	0,25 mm	0,08 mm	0,0400	0,5000
26	1	1	0	20 W	0,25 mm	0,18 mm	0,0400	0,2222
27	1	1	1	20 W	0,25 mm	0,28 mm	0,0400	0,1428

Os demais parâmetros de processo foram fixos em todos os testes realizados, sendo estes apresentados na Tabela 4.7.

Tabela 4.7: Parâmetros de processos fixados

Parâmetro	Valor
Temperatura de aquecimento do leito de construção	100 °C
Velocidade de varredura do laser (VL)	2000 mm/s
Orientação no leito de construção	45°

É válido ressaltar que não foi possível a confecção de arcabouços de PHB na orientação no leito de construção (*build*) de 0° e 90°, logo na primeira condição de processamento avaliada (DEárea: 0,02 J/mm² ou DEvolume: 0,11 J/mm³) considerando o modelo digital em questão. Ressalta-se que a orientação no leito de construção foi cogitada para ser um dos parâmetros (fatores) do planejamento experimental, tendo em vista a sua significativa influência nas propriedades de peças confeccionadas por SLS. Diante do fracasso obtido nessas impressões, a orientação no leito de construção foi mantida em 45°.

A escolha da temperatura do leito de construção foi realizada com base nos resultados preliminares (não publicados) obtidos pelo CTI que definiu a temperatura mais apropriada para o processamento por SLS de PHB.

O quadro 4.1 apresenta os parâmetros respostas avaliados no planejamento fatorial completo 3³.

Quadro 4.1: Parâmetros respostas

Parâmetros respostas	Índice de Distorção ou Delaminação (ID)
	Índice de Acurácia Dimensional (AC)
	Fator Porosidade (FP)
	Fator Propriedades Mecânicas Compressivas (FPC)

4.8. Caracterização dos arcabouços porosos de PHB relativa à obtenção dos parâmetros respostas do planejamento fatorial

4.8.1. Análise visual de distorção e delaminação (Índice de Distorção ou Delaminação - ID)

A avaliação visual das características dos arcabouços foi realizada para a determinação do nível de defeitos na sua estrutura, tais como delaminação entre as camadas sinterizadas, distorções, etc. Com base nos critérios de classificação definidos

no Quadro 4.2, os aspectos visuais observados foram quantificados na faixa de 0 a 1, sendo este valor denominado “Índice de Distorção ou Delaminação - ID”.

Quadro 4.2: Critérios de classificação do grau de defeitos do arcabouço (distorção e delaminação)

0,0	- Não perceptível delaminação e/ou - Leve dano da base sem inclinação
0,25	- Leve ou não perceptível delaminação e/ou - Leve dano da base e leve inclinação da estrutura porosa do arcabouço.
0,5	- Fraca delaminação entre as camadas e/ou - Dano moderado na base e inclinação moderado na estrutura porosa do arcabouço.
0,75	- Moderada delaminação entre as camadas, moderada fragilidade no manuseio e/ou - Dano acentuado na base e dano moderado na estrutura porosa do arcabouço (ou inclinação acentuada da estrutura porosa).
1,0	- Acentuada delaminação entre as camadas, causando elevada fragilidade no manuseio e/ou - Dano estrutural acentuado da base e da estrutura porosa do arcabouço.

4.8.2. Análise dimensional dos poros

A determinação das dimensões finais da área dos poros dos arcabouços foi realizada com auxílio do software Image-Pro Plus 6.0, que fornece uma coletânea de ferramentas de medição para diversos aspectos da imagem, no qual foi utilizada a medida de área (polígono).

As imagens de todas as superfícies dos arcabouços, exceto o plano xy_y (fundo) foram obtidas utilizando o *scanner* (HP Deskjet F4580). O tamanho médio de poros de cada amostra compreende a análise dimensional de 05 (cinco) imagens, referentes às respectivas faces de estrutura porosa dos arcabouços. Para cada condição de processamento foi realizada a análise dimensional de 03 (três) amostras, sendo os resultados apresentados em valores médios, acompanhado dos respectivos desvios-padrão e coeficiente de variação (em %).

A partir dos valores médios encontrados foram determinados os desvios dimensionais de poros com relação ao valor estabelecido no modelo digital, de cada um dos grupos, através da equação 4.3.

$$\text{Desvio Dimensional de Poro } (D_p) = \left[\frac{(A_p - A_i)}{A_p} \right] \quad \text{Equação 4.3}$$

Em que A_p e A_i referem-se à área projetada e aos valores médios desta dimensão em cada grupo, respectivamente.

4.8.3. Análise dimensional da estrutura externa

As dimensões externas dos arcabouços: comprimento (lado x), largura (lado y) e altura foram determinadas com auxílio do software Matlab R2007b, utilizando um algoritmo desenvolvido no Laboratório de Biopolímeros (PEMM/COPPE/UFRJ).

O algoritmo analisa a imagem facial dos arcabouços, a qual foi aplicada técnicas de processamento de imagens, utilizando o *software* Image-Pro Plus 6.0. As imagens das faces de cada arcabouço foram obtidas em tons de cinza (0 – 255) com auxílio do *scanner* (HP Deskjet F4580).

Os resultados finais de comprimento, largura e altura de cada amostra correspondem aos valores médios das respectivas dimensões obtidas nos planos xz (lado x e altura), plano yz (lado y e altura) e plano xy (lado x e y). Para cada condição de processamento foi realizada a análise dimensional de 3 arcabouços, sendo os resultados apresentados em valores médios, acompanhado dos respectivos desvios-padrão e coeficiente de variação (em %).

A partir dos valores médios encontrados foram determinados os desvios dimensionais com relação ao valor estabelecido no modelo digital, de cada um dos grupos, utilizando a Equação 4.4.

$$\text{Desvio Dimensional da Estrutura Externa } (D_d) = \left[\frac{(X_p - X_i)}{X_p} \right] \quad \text{Equação 4.4}$$

Em que X_p refere-se à dimensão projetada podendo estar relacionada ao comprimento (lado x), largura (lado y) ou altura, e o X_i corresponde ao valor médio das respectivas dimensões obtidas a partir de medidas em diferentes planos.

A análise dimensional do arcabouço também englobou a determinação do grau de desnivelamento da altura dos arcabouços, a partir da diferença entre as medidas realizadas na imagem referente à face frontal (plano xz_a) e posterior (plano xz_b) do arcabouço, e a sua comparação com valor máximo encontrado em uma determinada

condição de processamento, no qual corresponde ao número 1, caracterizado como o pior caso (Equações 4.5).

$$\text{Grau de desnivelamento da altura (GDA)} = \left[\frac{(H_p - H_f)}{D_{\text{máx}}} \right] \quad \text{Equação 4.5}$$

Em que H_p e H_f referem-se aos valores médios de altura medidas na face posterior (plano xz_b) e frontal (plano xz_a) de cada arcabouço, e o $D_{\text{máx}}$ corresponde a maior diferença entre as alturas obtida em uma determinada condição.

4.8.4. O Índice de Acurácia dimensional – AC

O Índice (ou fator) de acurácia dimensional dos arcabouços corresponde à média dos seguintes índices: desvio dimensional do poro, desvio dimensional do formato externo e o grau de desnivelamento da altura (Equação 4.6).

$$\text{Acurácia Dimensional (AC)} = \left[\frac{(D_p + D_d + GDA)}{3} \right] \quad \text{Equação 4.6}$$

Em que D_p , D_d e GDA correspondem ao desvio dimensional da área dos poros, o desvio dimensional do formato do arcabouço e o grau de desnivelamento da altura, respectivamente.

O resultado da acurácia dimensional do conjunto das 27 condições de processamento avaliadas compreende valores entre 0 a 1. Quanto mais próximo de zero, maior a acurácia dimensional global do arcabouço e o oposto, corresponde aos valores próximos a 1.

4.8.5. Determinação da porosidade aparente dos arcabouços

A densidade dos arcabouços foi medida de acordo com a norma ASTM F2450 – 10 – “*Standard Guide for Assessing Microstructure of Polymeric Scaffolds for Use in Tissue Engineered Medical Products*”. As amostras foram imersas em etanol, seguindo o princípio de Arquimedes, assumindo que todo corpo embebido em um fluido sofre, por parte do fluido, uma força vertical para cima, com intensidade igual ao peso do fluido deslocado pelo corpo. Quando um corpo se encontra imerso em um líquido em repouso, duas forças estão atuando sobre ele: a força peso e a força de impulsão.

Para determinar a medida de densidade, foi utilizada balança hidrostática do Laboratório de Polímeros (PEMM/COPPE/UFRJ) para obtenção da massa real e da

massa aparente do PHB processado. Estes valores foram aplicados à Equação 4.7, adotando a densidade do etanol como 0,79g/cm³.

$$\boxed{Densidade = \left[\frac{(w_{seco} \times \rho_{etanol})}{(w_{seco} - w_{molhado})} \right]} \quad \text{Equação 4.7}$$

Onde W_{seco} é a massa referente ao arcabouço seco, $W_{molhado}$ é a massa referente ao arcabouço imerso em etanol e ρ_{etanol} é a densidade do etanol a temperatura de execução do experimento.

A partir das dimensões das amostras, foi possível medir o volume real dos arcabouços porosos (V_{real}) através da Equação 4.8:

$$\boxed{V_{real} = [l_1 \times l_2 \times altura]} \quad \text{Equação 4.8}$$

A porosidade de um arcabouço é dada pela relação entre seu volume real e o volume de vazios (KARAGEORGIOU & KAPLAN, 2005). Para medir o volume dos poros (V_{poros}), utilizou-se a equação 4.9:

$$V_{poros} = V_{real} - \frac{W_{seco}}{densidade} \quad \text{Equação 4.9}$$

A porosidade aparente foi determinada de acordo com a equação 4.10:

$$Porosidade = \left(\frac{V_{poros}}{V} \right) \times 100 \quad \text{Equação 4.10}$$

Os ensaios foram realizados e quadruplicata (exceto algumas condições) e os resultados foram apresentados em valores médios, acompanhados dos respectivos desvios-padrão e coeficiente de variação (em %).

4.7.6. Fator de Porosidade – FP

A partir dos valores médios de porosidade aparente encontrados para as amostras produzidas de acordo com cada condição de processamento foi determinado o fator de porosidade de cada uma, através das equações 4.11.

$$\boxed{\text{Fator Porosidade} = \left[\frac{(P_{\max} - P_i)}{P_{\max}} \right]} \quad \text{Equação 4.11}$$

Em que o $P_{\max}$ refere-se aos valores máximos da média de porosidade obtida, dentre todos os grupos de amostras, e P_i corresponde os valores médios destas propriedades de cada grupo.

4.8.7. Teste de compressão

As propriedades compressivas dos arcabouços foram determinadas por meio de ensaios de compressão realizados na máquina de teste universal (Instron 5567), utilizando uma célula de carga de 2 KN e velocidade de 1,3 mm/min. Os ensaios foram realizados em triplicata e os resultados de resistência e módulo compressivo de cada grupo de amostra foram apresentados em valores médios, acompanhados dos respectivos desvios padrão e coeficiente de variação (em %).

4.8.8. Fator de Propriedade Mecânica Compressiva - PC

A partir dos valores médios de módulo e resistência encontrados para as amostras produzidas de acordo com cada condição de processamento foram determinados os respectivos fatores de módulo e resistência de cada uma, através das equações 4.12 e 4.13, baseando-se no trabalho de DUAN *et al.*, (2011).

$$\boxed{\text{Fator Resistência } (F_R) = \left[\frac{(\sigma_{\max} - \sigma_i)}{\sigma_{\max}} \right]} \quad \text{Equação 4.12}$$

$$\boxed{\text{Fator Módulo } (F_M) = \left[\frac{(E_{\max} - E_i)}{E_{\max}} \right]} \quad \text{Equação 4.13}$$

Onde o $\sigma_{\max}$ e $E_{\max}$ referem-se aos valores máximos das médias de resistência e módulo compressivo obtidos, dentre todos os grupos de amostras, e σ_i e E_i são os valores médios destas propriedades dentro de cada grupo.

A propriedade compressiva foi definida como a média dos fatores de resistência e módulo, e o resultado fica compreendido entre valores de 0 a 1 (Equação 4.14). Os

valores extremos, 0 (zero) e próximo de 1 (um) indica que o arcabouço tem a melhor e a pior propriedade mecânica, respectivamente.

$$\text{Propriedade compressiva (PC)} = \left[\frac{(F_R + F_M)}{2} \right] \quad \text{Equação 4.14}$$

CAPÍTULO V

RESULTADOS E DISCUSSÃO

PARTE I

5.1. Caracterização do PHB

5.1.1. Espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 5.1 apresenta o espectro de FTIR do PHB (não processado por SLS). No espectro do FTIR foram observadas as bandas referentes às principais ligações químicas presentes na estrutura química do PHB. A banda referente ao estiramento da ligação C=O do grupo éster de uma estrutura cristalina altamente ordenada pode ser detectada na região de 1721 cm^{-1} (PADERMSHOKE *et al.*, 2005). As bandas relacionadas com a vibração do estiramento da ligação O-C-O na fase cristalina podem ser observadas em 1228 , 1262 e 1278 cm^{-1} , enquanto que a região 1182 cm^{-1} está associada à ligação O-C-O na fase amorfa (Figura 5.1 (b)). Para o estiramento da ligação C-H, as bandas localizadas em torno da região 2980 cm^{-1} estão associadas ao estiramento assimétrico do CH_3 (PADERMSHOKE *et al.*, 2005). Por sua vez, a banda na região 1379 pode ser atribuída à vibração simétrica dos grupos CH_3 (XU, *et al.*, 2008). As bandas próximas a 2930 cm^{-1} são atribuídas ao estiramento antisimétrico do CH_2 (Figura 5.1 (a)). O grupo CH_2 faz parte da cadeia polimérica, enquanto o CH_3 é o grupamento lateral na estrutura química do PHB (PADERMSHOKE *et al.*, 2005).

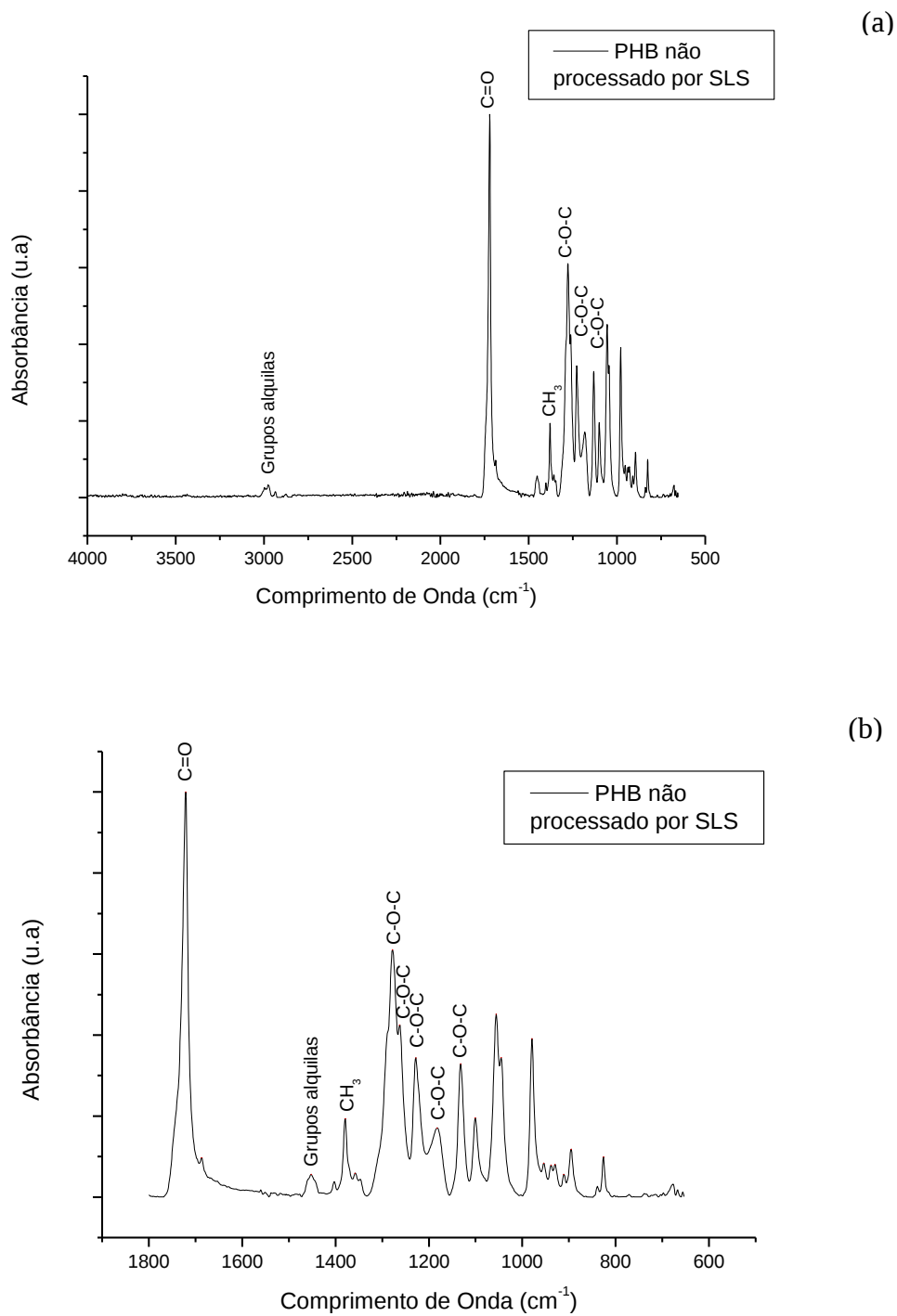


Figura 5.1: Espectro de FTIR do PHB (a) e a ampliação da região de 1800 – 650 cm⁻¹ (b).

5.1.2. Difração de Raios-X

As características microestruturais do PHB não processado foram obtidas pelo seu difratograma de DRX (Figura 5.2).

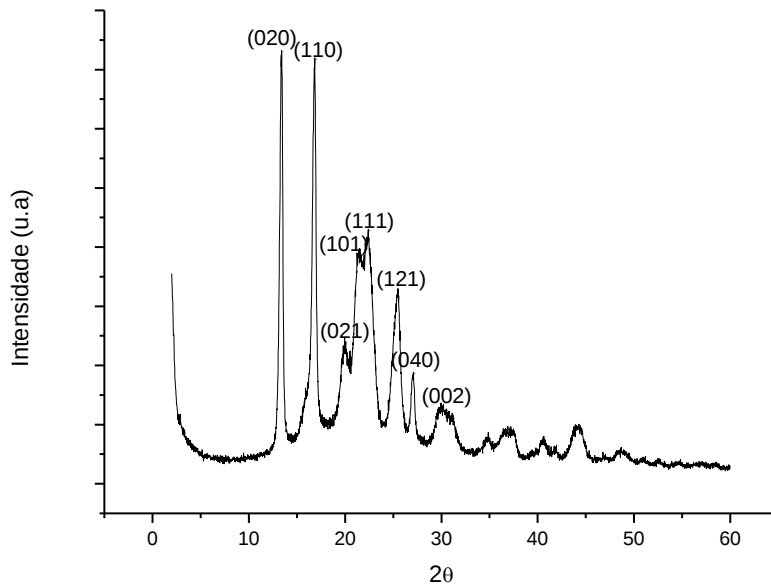


Figura 5.2: Difratoograma de DRX do PHB antes do processamento.

O Difratoograma de DRX do PHB apresenta os planos cristalinos característicos deste polímero, conforme reportado por OLIVEIRA *et al.*, (2006). A cristalinidade do polímero também foi obtida a partir do seu difratograma de DRX, apresentando um valor de $(61,9 \% \pm 0,3)$, encontrando-se dentro da faixa de cristalinidade do PHB reportada pela literatura.

5.1.3. Análise de Distribuição Granulométrica

A Figura 5.3 apresenta a distribuição granulométrica do pó de PHB após o peneiramento. De acordo com o resultado, verificou-se que o tamanho das partículas variou de 0,6 – 200 μm sendo que aproximadamente 50% das partículas apresentaram tamanhos inferiores a 80 μm (tamanho da abertura da peneira utilizada na etapa de peneiramento do polímero). Menos de 5 % das partículas presentes na amostra apresentaram tamanhos inferiores a 10 μm

A existência de tamanhos de partículas maiores com relação ao especificado pela peneira, pode ter sido ocasionado pela força exercida pelo material durante o peneiramento, permitindo a passagem de certa quantidade destas partículas. Assim como, pode ter ocorrido a aglomeração de algumas partículas de material. Enquanto que partículas menores que 100 μm corresponderam a aproximadamente 65 % do volume da amostra.

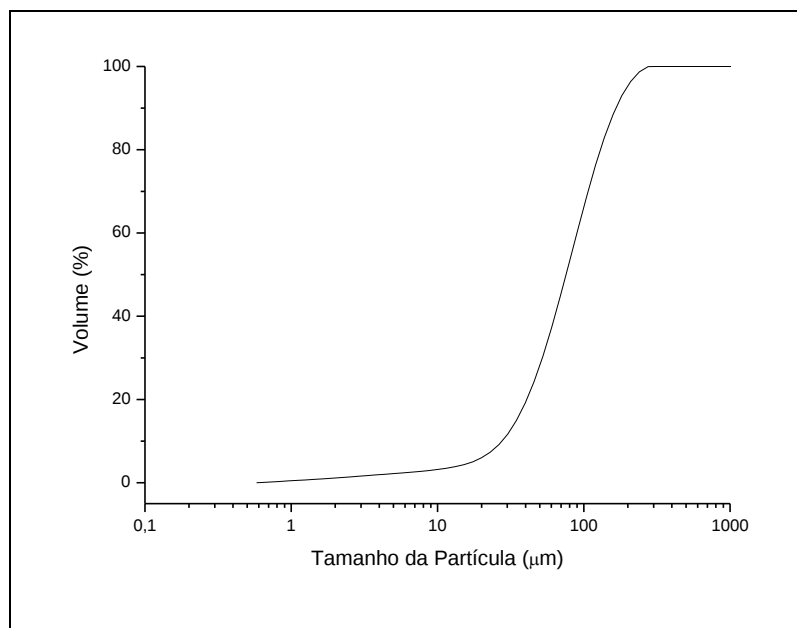


Figura 5.3: Gráfico da granulometria do pó de PHB após o peneiramento

Foram reportados faixas ótimas de tamanhos de partículas de: 45-90 μm , 20-80 μm , 10-100 μm (WILLIAMS *et al.* 2005; GOODRIDGE *et al.*, 2012; SCHMID *et al.*, 2014). Portanto, o pó de PHB que foi utilizado na confecção das amostras apresentou uma distribuição granulométrica favorável para o processamento por SLS, principalmente com relação ao tamanho mínimo da partícula.

5.1.4. Análise Térmica do PHB

As propriedades térmicas e a temperatura de degradação do PHB foram determinadas por calorimetria diferencial de varredura (DSC) (5.3 a) e por análise termogravimétrica, respectivamente (Figura 5.4 (a) e (c)).

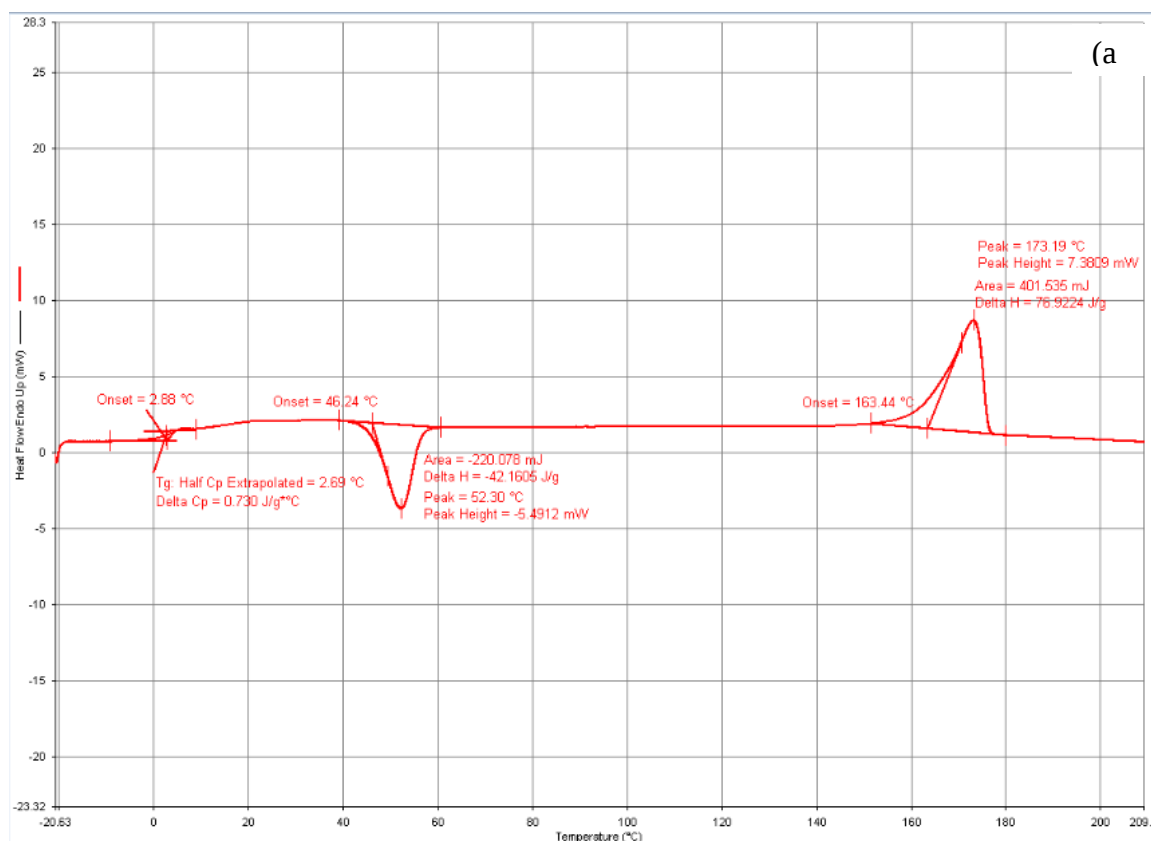


Figura 5.4: Análise térmica do PHB realizada por DSC relativa ao 2º ciclo de aquecimento.

A curva de DSC no segundo aquecimento apresentou as seguintes temperaturas de transições térmicas para o PHB: temperatura de fusão de 173,2 °C, temperatura de cristalização a frio de 52,3 °C e temperatura de transição vítrea de 2,7 °C, encontrando-se dentro da faixa de valores descritos na literatura (MISRA *et al.*, 2006). As variações nas entalpias associadas à fusão e a cristalização deste polímero foram de 76,9,5 J/g e -42,16 J/g, respectivamente. O PHB possui uma diferença significativa entre as temperaturas de fusão e cristalização, sendo uma característica favorável para o seu processamento por SLS, conforme discutido no item 3.8 (ZARRINGHALAM *et al.*, 2003).

A curva de decomposição térmica do PHB obtida por TGA permitiu obter as temperaturas inicial (Ti) e final (Tf) da variação da massa deste polímero, sendo encontrados os valores de 250,6°C e 283,6°C, respectivamente (Figura 5.5(a)). A curva de DTG forneceu a temperatura onde a velocidade de decomposição é máxima, sendo obtido um valor de 266,8°C. Estes valores foram obtidos empregando uma taxa de aquecimento de 10 °C/min para a realização da análise, sendo reportado na literatura

que o aumento na taxa de aquecimento desloca a curva de decomposição térmica para temperaturas mais elevadas (LUCAS *et al.*, 2001). Esse comportamento foi observado no trabalho de LI *et al.*, (2001), em que, foram encontrados 282 °C e 303°C para o início e o término da variação de massa, respectivamente, quando foi empregado uma taxa de aquecimento de 20°C/min.

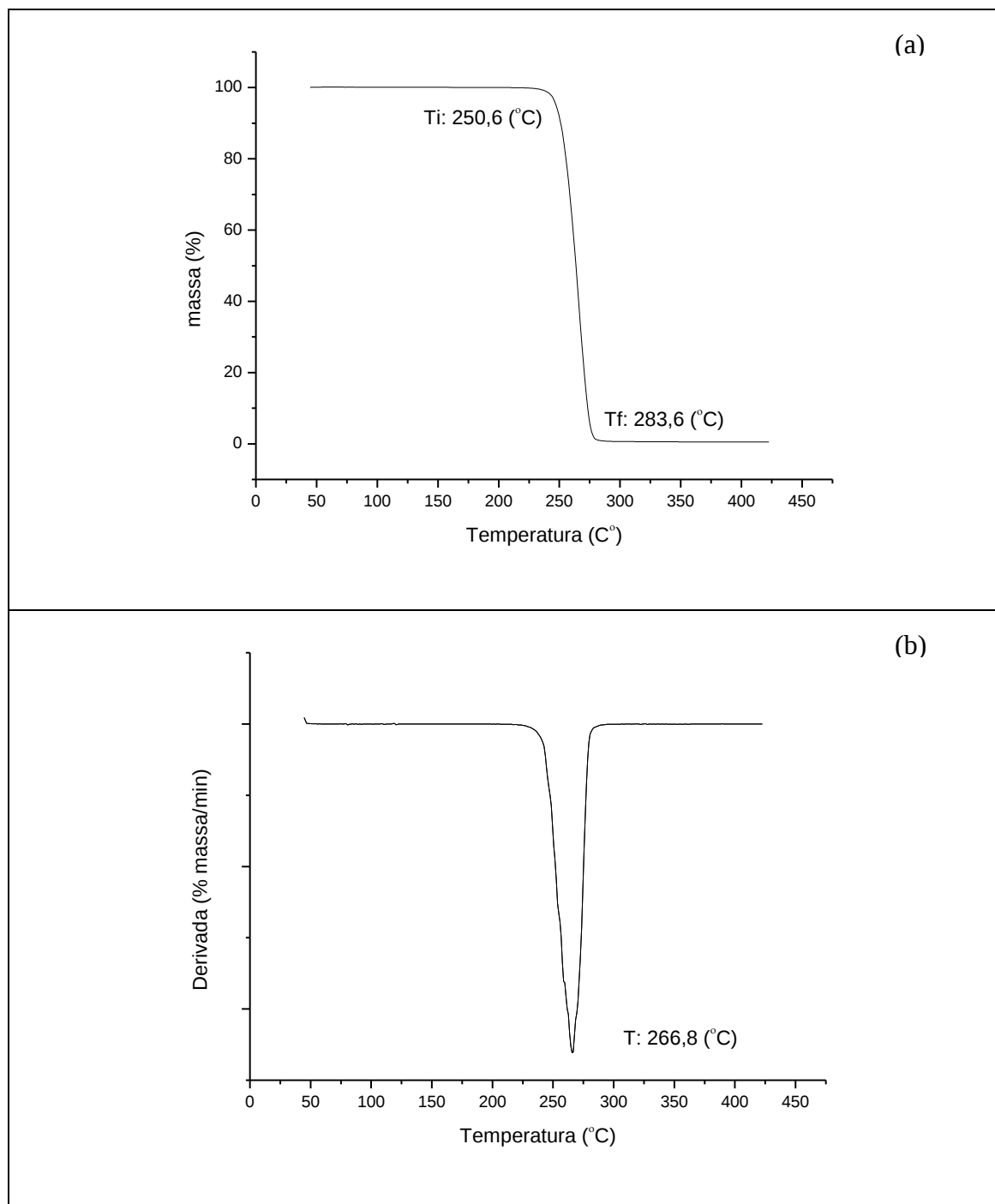


Figura 5.5: Análise térmica do PHB relativa à curva de TGA e (c) DTG.

A curva de DTG apresentou um único pico, indicando que a decomposição ocorreu em uma única etapa de perda de massa. Conforme apresentado no item 3.4, a degradação térmica de PHB envolve a formação de um produto intermediário contendo um anel de 6 átomos de carbono. O pico relativo à perda de massa da água (em torno de 100°C) não foi observado. Este resultado era esperado, tendo em vista o caráter hidrofóbico e não-higroscópico do PHB.

5.2. Caracterização do pó de PHB após ciclos de processamento SLS

O pó de PHB remanescente do processamento por SLS, referente a ciclos de duração de 3,5 h e 32,15 h foram caracterizados por DSC e RMN- H^1 para avaliar se houve mudanças nas propriedades físico-químicas do material, ao serem aquecidas mesmo em atmosfera rica em nitrogênio.

A Tabela 5.1 apresenta os resultados encontrados nas análises de DSC realizadas nas amostras do pó do PHB não processado e após ciclos de 3,5 h e 32,15 h de processamento SLS. A curva de DSC do PHB não processado está apresentada no item 5.1.4 e as demais no anexo 1.

Tabela 5.1: Propriedades Térmicas e grau de cristalinidade do PHB não processado e após ciclos de 3,5 h e 32,15 h, obtidas a partir das curvas de DSC relativa ao 2º ciclo de aquecimento.

Propriedades Térmicas e Grau de cristalinidade	Amostra do pó		
	PHB não processado	PHB após ciclo de 3,5 h	PHB após ciclo de 32,15 h
Temperatura de fusão, C° (Tf)	173,2	173,7	173,2
Temperatura de cristalização, C° (Tc)	52,3	52,2	51,4
Temperatura de transição vítrea, C° (Tg)	2,7	3,16	2,7
Entalpia de fusão, J/g (ΔH_f)	76,9	80,14	80,7
Grau de cristalinidade, % (Xc)	53	55	55

As propriedades térmicas das amostras de PHB após ciclos de processamentos de 3,5 h e 32,15 h não apresentaram alterações significativas, quando comparadas às amostras de PHB não processado. Ressalta-se que as amostras de pó foram coletadas no leito de construção, onde o material é submetido a maiores níveis de aquecimento. Isto

significa que o pó PHB após ciclo total de duração de 32,15 h de processamento por SLS ainda mantém as características térmicas.

No trabalho de PHAM *et al.*, (2008) foi reportada a ocorrência de alterações sutis nas propriedades térmicas da poliamida (PA220) coletada da câmara de construção, após ciclos de processamento SLS em torno de 20 - 40h. Os resultados reportados mostram um aumento de 4 °C e 2 °C na temperatura de transição vítrea e de fusão do polímero, respectivamente, o qual foi exposto a temperaturas de 140°C a 175°C, sob atmosfera rica em nitrogênio. O estudo também mostrou que mesmo com essas pequenas variações das propriedades térmicas do polímero e, também, com as reduções do índice de fluidez, sendo essas mais significativas, a PA220 ainda poderá ser reutilizada, produzindo peças de boa qualidade.

A Figura 5.6 apresenta os espectros de RMN- ^1H de amostras do pó de PHB não processado (c) e do remanescente do processo SLS (coletados no leito de construção) após ciclos de 3,5h (b) e 32,5h (a), evidenciando a área de integração de cada pico (valor abaixo de cada pico).

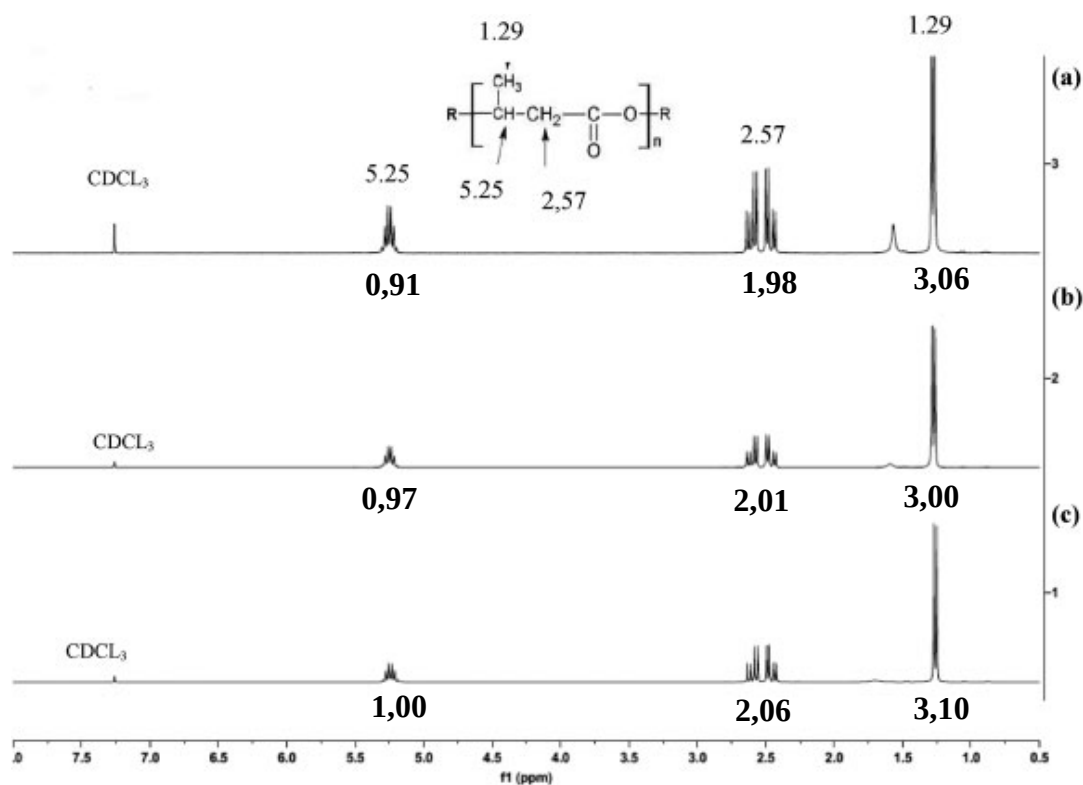


Figura 5.6: Espectros de RMN- ^1H do pó de PHB após ciclos de processamento por SLS de 32,15 h (coletado do *part bed*) e 3,5 h (coletado do *part bed*) (b) e do pó de PHB não processado (c).

As áreas integradas relativas a cada sinal do espectro são relacionadas ao número de prótons equivalentes responsáveis pelo pico. Portanto, a relação entre as áreas integradas dos picos caracterizam a ligação C-H, C-H₂ e C-H₃, que foram observadas em todos os espectros. No anexo 2 pode ser visualizado os espectros individuais onde foram calculadas as áreas de integração dos picos, com auxílio do *software* do equipamento.

Conforme proposto no trabalho de ARIFFIN *et al.*, (2008) o PHB sofre degradação térmica principalmente pela cisão da cadeia polimérica de forma aleatória com subsequente transesterificação auto-acelerada e uma reação em cadeia favorecida cineticamente a partir do crotonato da extremidade de cadeia. Desta forma, espera-se que se o pó de PHB foi degradado durante o processamento por SLS, a sua cadeia polimérica apresente carbono insaturado.

Pode-se observar nos espectros de RMN-H¹ que exposição do PHB às condições de processamento SLS por ciclos de 3,5h e 32,5h não apresentaram alterações nem mesmo em relação ao PHB não processado (virgem). Os picos relacionados à ligação de hidrogênio de carbono insaturado, que demonstraria a ocorrência de degradação térmica do polímero não foram observados (NGUYEN & MARCHESSAULT, 2004).

5.3. Caracterização térmica dos arcabouços de PHB

A Tabela 5.2 apresenta os resultados de propriedades térmicas dos arcabouços confeccionados com o PHB não processado (virgem) e utilizando como matéria-prima o pó após ciclos de processamento por SLS de 3,5 h e 30,45 h, relativos ao 1º, 2º e 3º conjunto de impressão, respectivamente.

Pode-se observar que as propriedades térmicas do arcabouço resultante da 3º conjunto de impressão não apresentaram alterações significativas com relação ao arcabouço confeccionado com o PHB não processado (virgem). As variações aleatórias nas propriedades térmicas e grau de cristalinidade podem estar relacionadas com a falta de controle na retirada do pó residual e não à efetiva mudança no PHB sinterizado.

Estes resultados indicam que o reuso do PHB remanescente do processamento SLS não afetou de forma significativa as propriedades térmicas da peça confeccionadas com este material.

Tabela 5.2: Propriedades Térmicas e grau de cristalinidade do modelo físico confeccionado com PHB não processado (1º impressão) e o remanescente de ciclos de 3,5 h (2º impressão) e 30,45 h (3º impressão) de processamento SLS.

Propriedades Térmicas e Grau de cristalinidade	Arcabouços		
	1º conjunto de processamento	2º conjunto de processamento	3º conjunto de processamento
Temperatura de fusão, C° (Tf)	166,5	169,3	167,2
Temperatura de cristalização, C° (Tc)	48,9	47,3	51,3
Temperatura de transição vítrea, C° (Tg)	-0,8	1,03	-0,95
Entalpia de fusão, J/g (ΔH_f)	77,8	78,2	76,5
Grau de cristalinidade, % (Xc)	53,0	53,5	52,0

5.4. Caracterização do PHB submetido à exposição isotérmica em atmosfera inerte em diferentes tempos

A Tabela 5.3 apresenta os resultados de DSC do PHB não processado e após a exposição à temperatura de 140°C, em atmosfera inerte, sob períodos de tempo de 3,5h, 25h e 50h. Pode-se observar que não houve alterações significativas nas propriedades térmicas e no grau de cristalinidade do material. Ressalta-se que a amostra submetida à exposição isotérmica por 25h apresentou uma redução nos valores de entalpia de fusão e no grau de cristalinidade, com relação ao polímero não processado, de 7 J/g e 5%, respectivamente. Entretanto, na amostra referente ao período de 50 h, estas propriedades voltaram a apresentar valores muito próximos ao original, assim como observado para as demais propriedades, com exceção da temperatura de cristalização que apresentou uma redução de 3,9°C.

De acordo com os resultados reportados por PHAM *et al.*, (2008), referente ao estudo similar realizado para a poliamida, no qual utilizou temperaturas de 100 a 160 °C e períodos de tempos de 20-200 h, sob atmosfera rica em nitrogênio. As amostras expostas a 140°C apresentaram um aumento na temperatura de fusão de 3°C, quando submetida a um período de tempo de 50h. Em 200 horas, as amostras apresentaram um aumento da temperatura de fusão na faixa de 2°C a 7°C, cujos limites referem-se às temperaturas de 100° e 160°C, respectivamente.

Tabela 5.3.: Propriedades Térmicas e grau de cristalinidade do pó de PHB submetido à temperatura de 140°C por períodos de tempo de 3,5 h a 50 h, em atmosfera inerte.

Propriedades Térmicas e Grau de cristalinidade	Tempo de exposição isotérmica (140°C) do pó de PHB em atmosfera inerte			
	0	3,5 h	25 h	50 h
Temperatura de fusão, C° (Tf)	173,2	173,5	173,3	173,2
Temperatura de cristalização, C° (Tc)	52,3	53,3	54,1	48,2
Temperatura de transição vítrea, C° (Tg)	2,7	3,18	3,51	3,23
Entalpia de fusão, J/g (ΔH_f)	76,9	77,7	69,9	77,2
Grau de cristalinidade, % (Xc)	53	53	48	53

5.5. Conclusões Parciais

- A avaliação das propriedades térmicas e da estrutura química do pó de PHB remanescente do processamento por SLS indicou a possibilidade do seu reuso como matéria-prima mesmo após ciclos de exposição de 32 h sem afetar a reprodutibilidade do processo.
- Esta observação permitirá a redução no custo de produção de peças de PHB por SLS, já que, em equipamentos comerciais, a quantidade de pó remanescente do processo de impressão pode exceder 85% da matéria-prima utilizada.

PARTE II

5.6. Caracterização dos Arcabouços de PHB

Os arcabouços foram construídos por SLS a partir do modelo digital 1 (Figura 5.8), em diferentes potências de laser, implicando em valores distintos de densidade de energia do laser fornecida sobre a camada de pó, como pode ser observada na Tabela 5.5.

Tabela 5.5. Densidade de Energia

Grupos	Potência de laser (W)	Densidade de energia por área (J/mm^2)*	Densidade de energia volumétrica (J/mm^3)**
1	7	0,0233	0,1296
2	10	0,0333	0,1852
3	13	0,0433	0,2407
4	16	0,0533	0,2963
5	19	0,0633	0,3518
6	22	0,0733	0,4074
7	25	0,0833	0,4629

* Densidade de energia calculada de acordo com a equação 3.1 (item 3.5.3)

** Densidade de energia volumétrica calculada de acordo com a equação 3.2 (item 3.5.3)

5.6.1. Características Gerais

As Figuras 5.7, 5.8, 5.9 e 5.10 apresentam o aspecto visual do arcabouço, referente a cada condição de processamento aplicada.

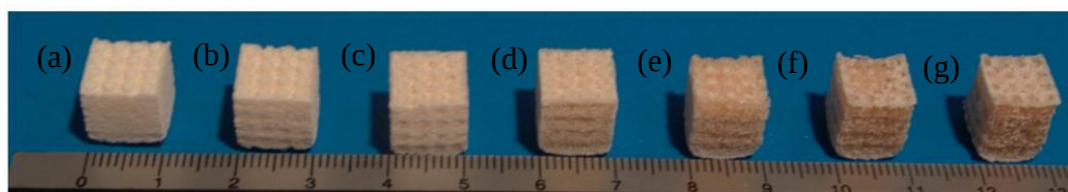


Figura 5.7: Fotografia dos arcabouços produzidos com PL de 7 W (a), 10 W (b), 13 W (c), 16 W (d), 19 W (e), 22 W (f) e 25 W (g)

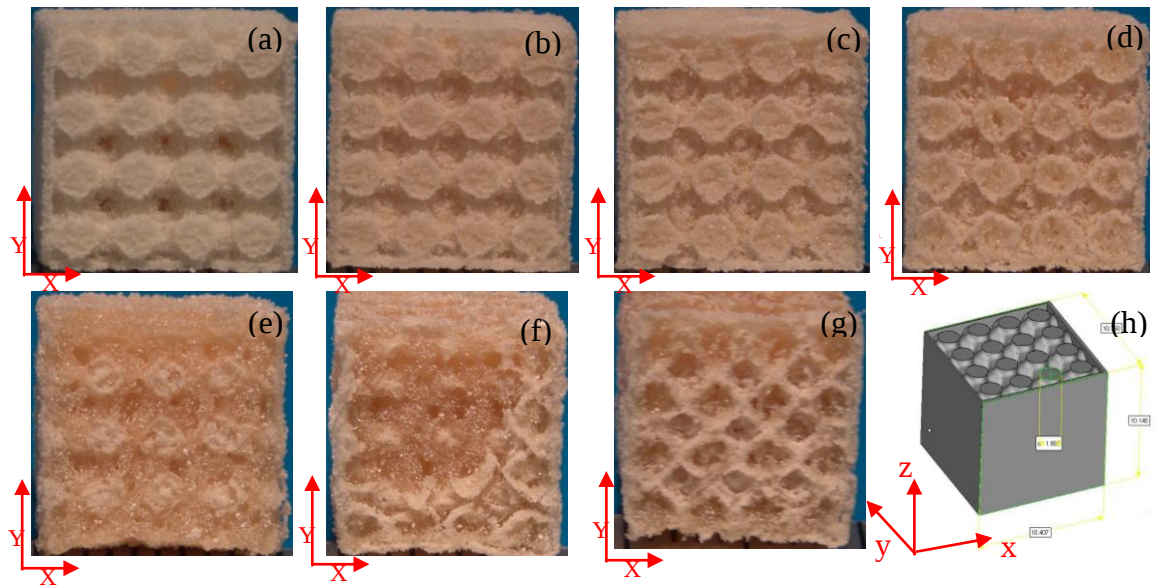


Figura 5.8. Fotografias dos arcabouços referentes ao plano xy, construídos com PL de 7 W (a), 10 W (b) 13 W (c) 16 W (d) 19 W (e) 22 W (f) 25 W (g) e modelo digital (h).

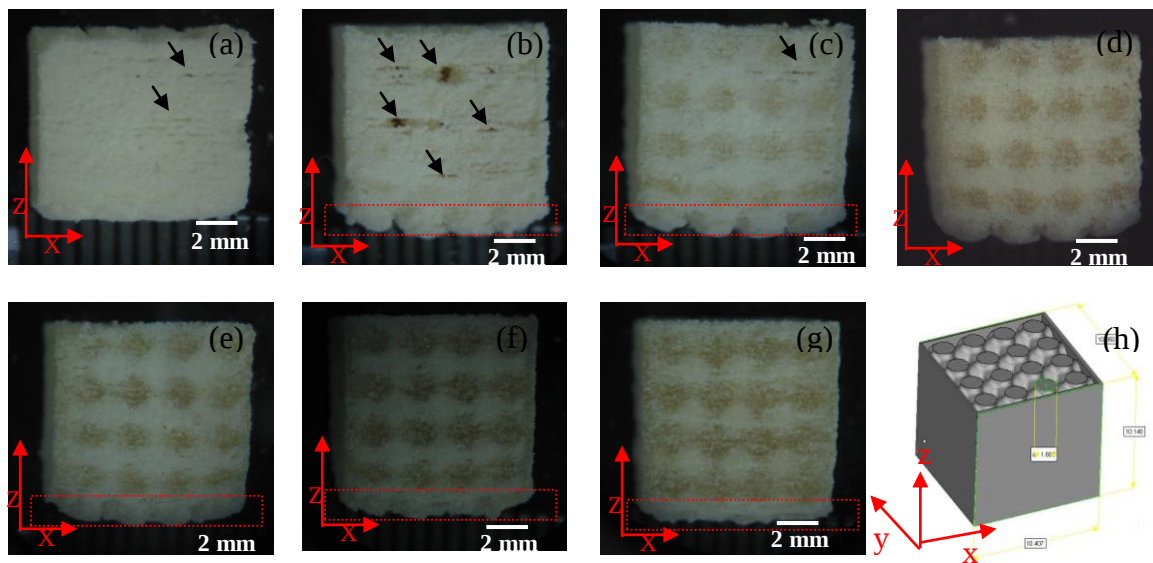


Figura 5.9: Fotografias dos arcabouços referentes ao plano xz, construídos com PL de 7 W (a), 10 W (b); 13 W (c); 16 W (d); 19 W (e), 22 W (f); 25 W (g) e modelo digital (h), evidenciando a delaminação entre as camadas (seta preta) e o empenamento (evidenciado vermelho).

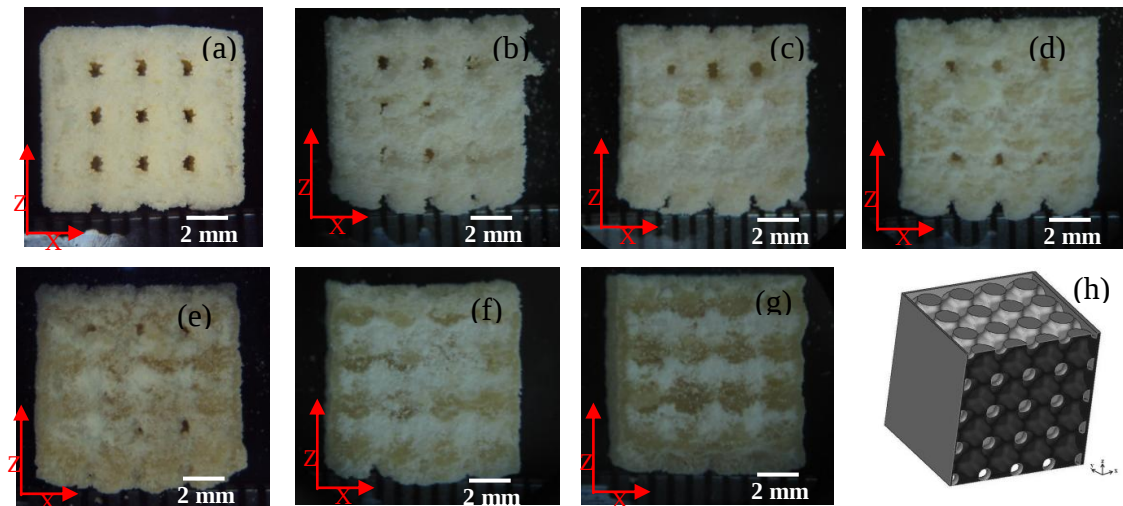


Figura 5.10: Fotografias dos arcabouços referentes à sua estrutura interna no plano xz, construídos com PL de 7 W (a), 10 W (b); 13 W (c); 16 W (d); 19 W (e), 22 W (f); 25 W (g) e o modelo digital (h).

A reprodução física do modelo digital foi obtida em todas as potências de laser mostradas na Tabela 5.5. Foram observadas acentuadas alterações nas geometrias das peças, principalmente na estrutura dos pinos, a partir da potência de laser de 19 W, como observado na Figura 5.8.

Todos os arcabouços apresentaram empenamento (*curling*) nas camadas iniciais sinterizadas, ressaltando que, na PL de 7 W, o efeito foi de menor intensidade (Figura 5.9). O empenamento da peça é resultado do resfriamento rápido da(s) camada(s) sinterizada(s), devido a uma diferença significativa da temperatura entre a superfície da peça e o pó localizado ao redor (WIRIA *et al.*, 2008). O efeito do empenamento (*curling*) pode ser diminuído com a redução da diferença entre a peça em processamento e seu entorno (WIRIA *et al.*, 2008 e GOODRIDGE *et al.*, 2012).

O aumento da potência do laser resultou em acréscimo em ambas DEs (Tabela 5.5), o que pode resultar em maiores temperaturas na superfície da camada de pó, e consequentemente, em incremento no gradiente de temperatura. No entanto não foi observada uma alteração significativa entre o nível de empenamento das camadas iniciais dos arcabouços, construídos em PL a partir de 10 W.

Os arcabouços confeccionados com potências de laser de 7 a 16 W apresentaram delaminação (Figura 5.9). No caso das PL de 13 e 16 W, a delaminação apresentada no arcabouço foi a de menor intensidade, com relação às demais.

A delaminação das peças pode ocorrer quando a densidade de energia empregada no seu processamento for baixa. A energia aplicada à camada de pó deve ser

suficiente para promover tanto a consolidação da mesma, quanto à adesão com a camada prévia construída (GOODRIDGE *et al.*, 2012). Se a profundidade de penetração da energia for menor que a espessura da camada de pó, não haverá adesão entre camadas sucessivas sinterizadas pelo laser, resultando em delaminação (CHUNG & DAS, 2006).

Em todos os arcabouços, a etapa de limpeza da peça, por meio de jateamento com ar comprimido, não foi suficiente para a remoção de todo o pó retido no seu interior e, também, o pó aderido nas superfícies, o que ocasionou o fechamento parcial ou total dos canais, como observado na Figura 5.10. A dificuldade da completa remoção do pó da peça pode ser resultado da sua fusão parcial nas superfícies da estrutura, devido à penetração da energia do laser, além da área de varredura projetada (ZHOU *et al.*, 2008). O tamanho do *spot* do laser relativo ao equipamento SLS utilizado é de 450 μm , portanto, a energia do laser pode ter atingido a área dos canais, durante a passagem do laser nos limites dimensionais dos pinos, comprometendo a reprodução dimensional do modelo e a remoção completa do pó do interior da peça.

Adicionalmente, a transferência de calor por irradiação também acarreta agregação de material além da região de varredura. Com o aumento da potência de laser, a densidade de energia aplicada no processamento da peça aumentou (item 5.6), o que pode ter ocasionado acréscimo na porção de partículas adjacentes à região de varredura do laser que sofreram fusão parcial.

Além disso, as paredes dos arcabouços podem ter contribuído para a dificuldade de remoção do pó do seu interior.

5.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As Figuras 5.11, 5.12 e 5.13 apresentam imagens de MEV da superfície externa dos arcabouços (plano xy) confeccionados com diferentes potências de laser.

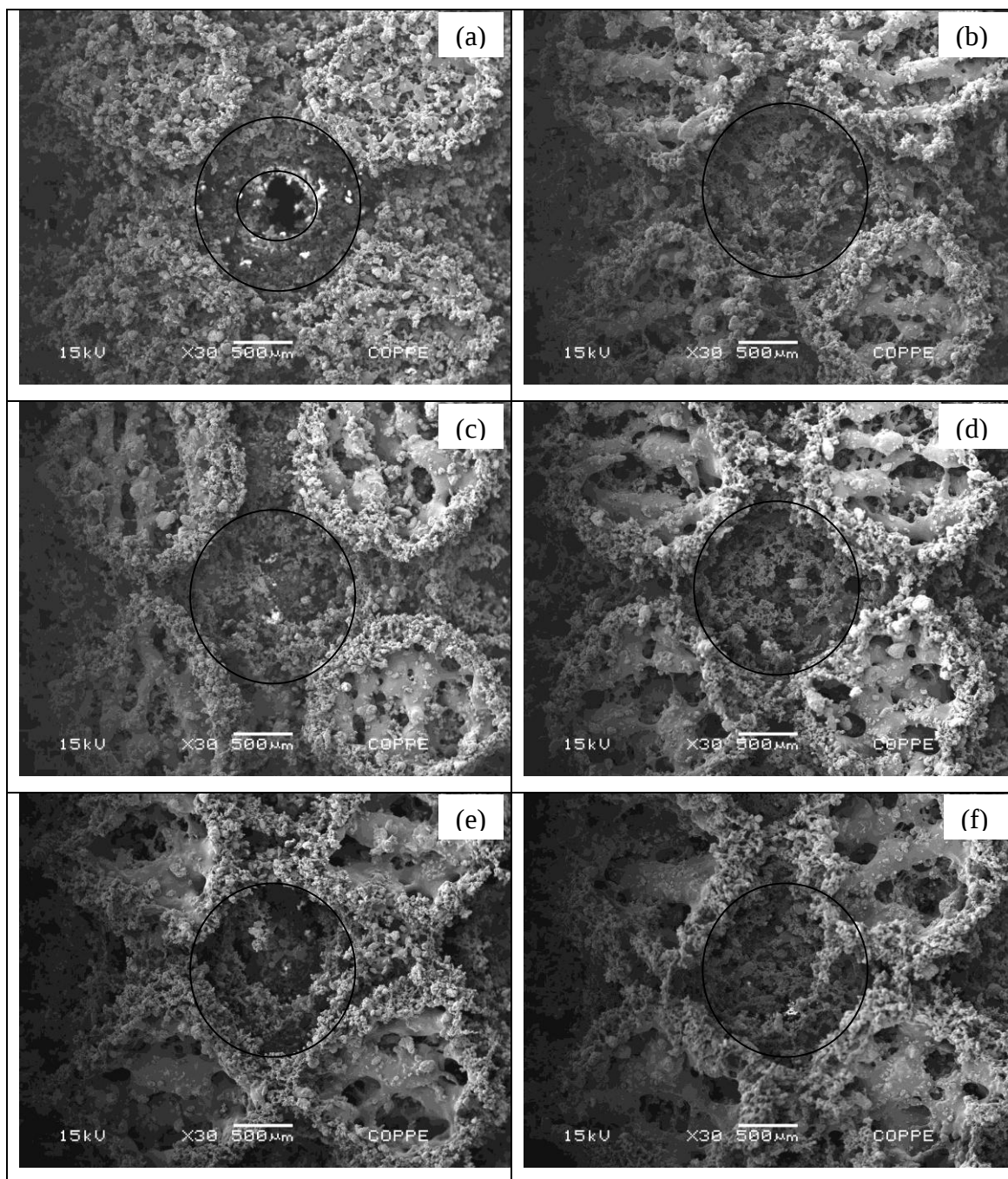


Figura 5.11: Imagens de MEV da superfície dos arcabouços confeccionados com diferentes potências de laser (a) 7W, (b) 13W, (c) 16 W, (d) 19 W, (e) 22 W e (f) 25 W (aumento x 30).

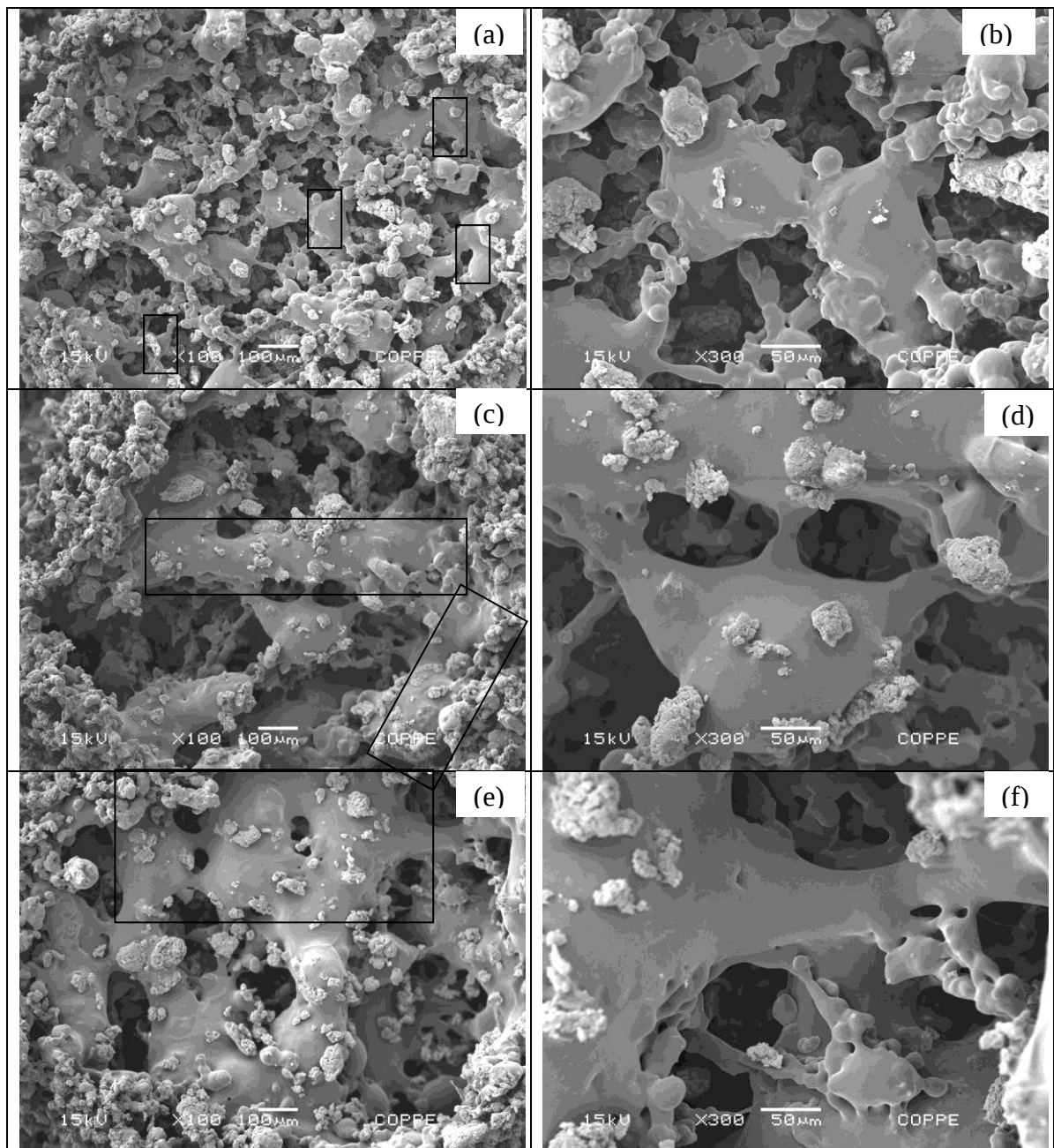


Figura 5.12: Imagens de MEV da superfície dos arcabouços confeccionados com diferentes potências de laser (a) e (b) 7W, (c) e (d) 13W, (e) e (f) 16 W (aumento x 100 e x 300).

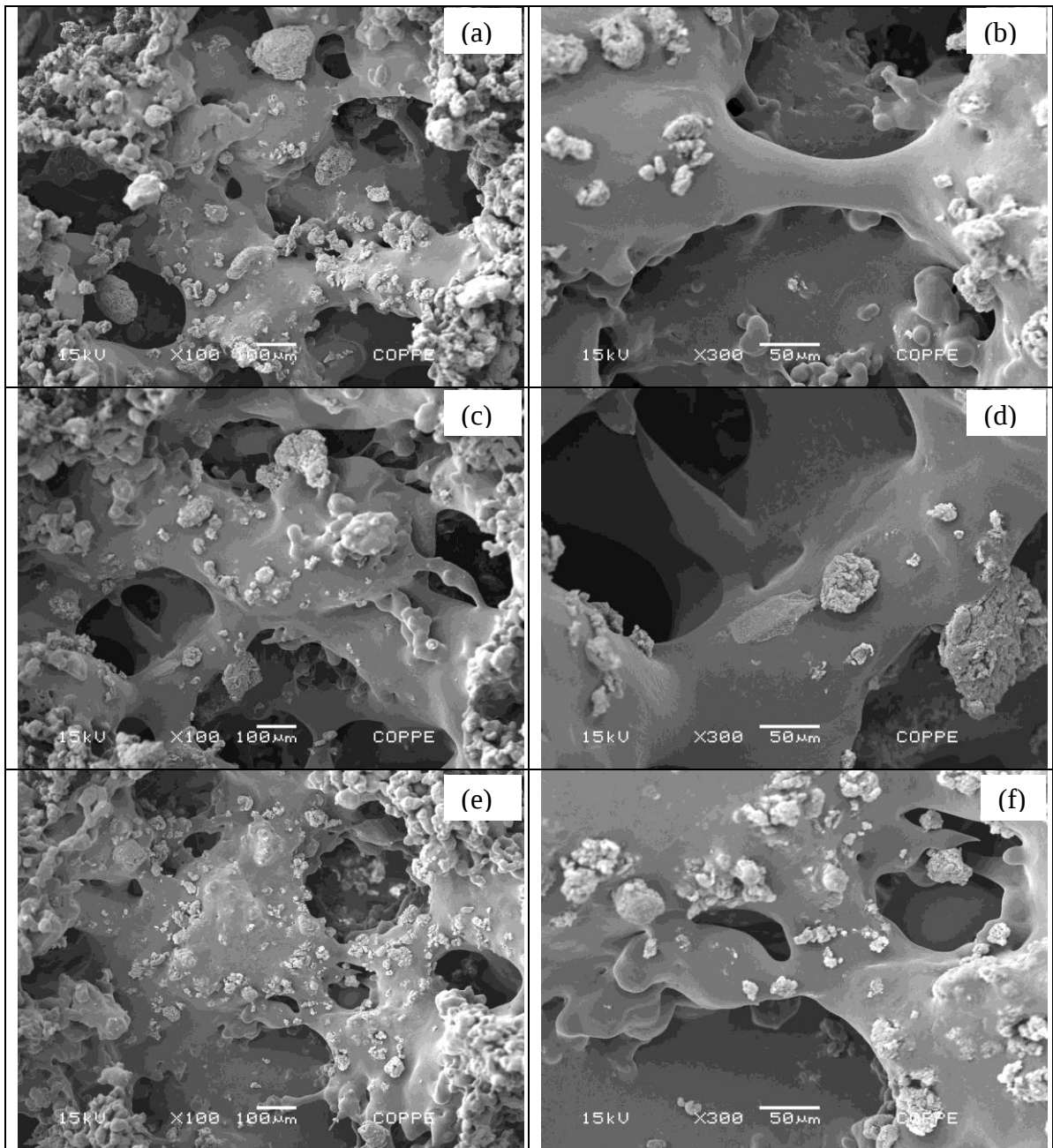


Figura 5.13: Imagens de MEV da superfície dos arcabouços confeccionados com diferentes potências de laser (a) e (b) 19 W, (c) e (d) 22 W, (e) e (f) 25 W (aumento x 100 e x 300).

As imagens da Figura 5.11 mostram a arquitetura dos pinos e dos canais da estrutura dos arcabouços. Pode-se observar a ocorrência da sinterização das partículas do pó na região dos canais, o que resultou no seu fechamento parcial ou total. Na região dos canais, a característica dos pescoços (*necking*) de sinterização é distinta da observada nos pinos. Nessa região, o diâmetro do pescoço de sinterização é

significativamente menor, indicando que a energia fornecida a essas partículas foi menor.

As imagens da Figura 5.12 e 5.13 são referentes a uma região localizada no pino dos arcabouços, demonstrando a porosidade inerente do processamento por SLS, resultante da sinterização incompleta das partículas do PHB. Com o aumento da potência de laser, pode-se observar a diminuição na quantidade de espaços vazios (poros).

Considerando que todos os outros parâmetros do laser foram mantidos constantes, somente a potência do laser influenciou na densidade de energia fornecida à camada de pó, e consequentemente, no grau de sinterização das partículas de PHB.

O aumento da potência do laser além de ocasionar maior incidência de radiação sobre a área correspondente ao *spot* do laser e adjacências, também aumenta a profundidade de penetração da energia na camada de pó (BEAL *et al.*, 2009; WIRIA *et al.*, 2010).

Também podem-se observar nas Figuras 5.12 e 5.13, as características dos pescoços (*necking*) de sinterização em cada PL aplicada (indicadas por detalhes em preto). Pode-se dizer que na PL de 7 W, a maior parte dos pescoços (*necking*) estão enquadrados na fase inicial do crescimento, indicado pela característica côncava do pescoço (*necking*) formado entre as partículas, sendo este aspecto reportado por WIRIA *et al.* (2010). Com o aumento da PL a largura dos pescoços é visivelmente aumentada, sendo observada, também a coalescência completa entre partículas e, consequentemente, aumento de regiões densificadas e diminuição de espaços vazios.

WIRIA *et al.* (2010) reportaram mudanças nas características dos pescoços de sinterização, entre o processamento por SLS realizado com PL de 13 W e 14 W, observado por imagens de microscopia eletrônica de varredura, onde foi observado que na PL mais baixa o efeito de sinterização somente atingiu a fase inicial de crescimento do pescoço. Em contrapartida, na maior PL foi demonstrado o estágio final de sinterização, com a completa coalescência entre as partículas em algumas regiões, como pode ser observada nas imagens de MEV correspondente.

Para a fabricação de arcabouços aplicáveis à engenharia tecidual, a sinterização incompleta das partículas é desejável, tendo em vista que uma estrutura com porosidade elevada, formada por microporos e macroporos é necessária ao crescimento celular, ao transporte de nutrientes e produtos residuais. Entretanto, o grau de porosidade influencia na estabilidade mecânica dos arcabouços, e por isso, o seu valor deve ser equilibrado

com as propriedades mecânicas do tecido que se pretende regenerar (SALGADO *et al.*, 2004).

Em resumo, para a construção de arcabouços por SLS, o grau de sinterização entre as partículas deve propiciar a formação de microporos, para que juntos com os macroporos reproduzidos do modelo formem uma estrutura favorável à regeneração óssea, ao mesmo tempo em que, deve promover uma estabilidade mecânica, compatível com tecido que se pretende regenerar.

5.6.3. Microtomografia

As Figuras 5.14 e 5.15 apresentam as imagens tridimensionais dos arcabouços porosos geradas com auxílio da microtomografia computadorizada de Raios X (Micro-CT), a qual foi utilizada na determinação da porosidade dos arcabouços, em cada uma das potências de laser utilizadas.

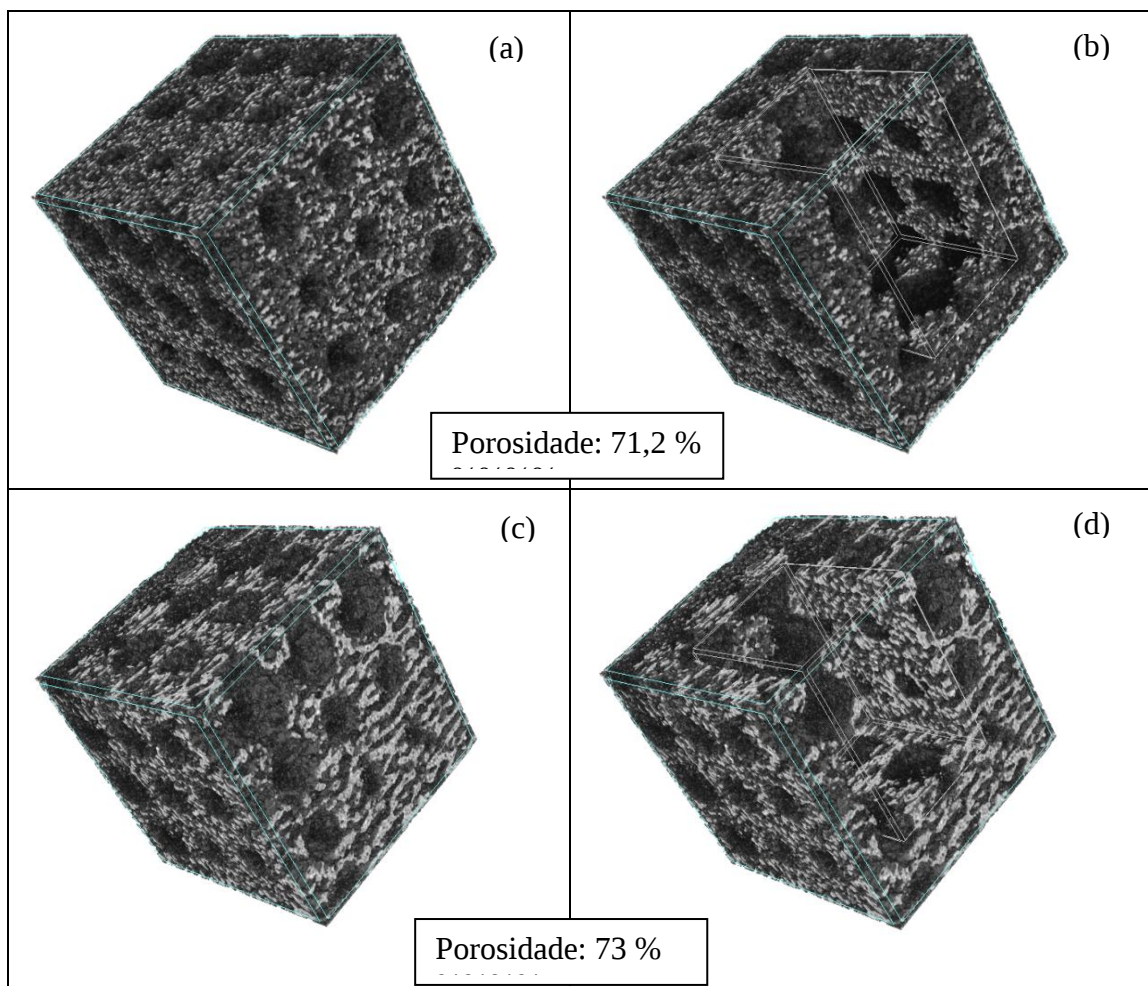


Figura 5.14: Imagens tridimensionais dos arcabouços obtidas utilizando o μ CT, referentes às PL de: 7 W (a) e (b), 13 W (c) e (d)

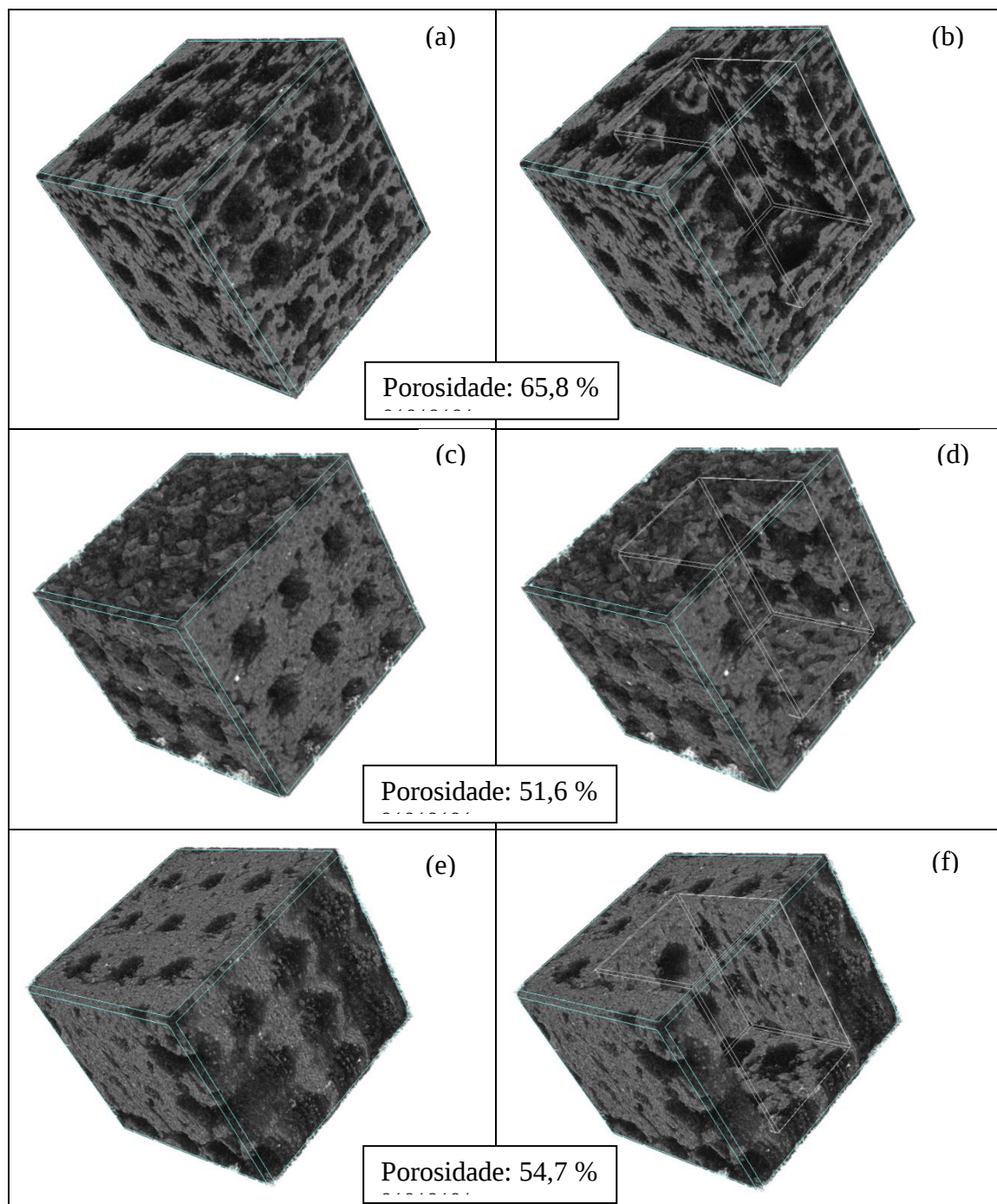


Figura 5.15: Imagens tridimensionais dos arcabouços obtidas utilizando o μ CT, referentes às PL de: 19 W (a) e (b), 22 W (c) e (d) e 25 W (e) e (f).

As regiões densas dos arcabouços são caracterizadas pelo tom de cinza mais claro e os poros pelo cinza mais escuro. Como podem ser observados na Tabela 5.6, os valores de porosidade encontram-se dentro da faixa de 54,7 % a 77,5 %.

Os maiores valores de porosidade, na ordem de 71 a 77%, referem-se a amostras produzidas nas potências de laser de 7 a 16 W. Com o aumento da potência de laser para

22 e 25 W houve uma redução acentuada na porosidade, para valores de 51,6 e 54,7 %, respectivamente.

Tabela 5.6: Porosidade dos arcabouços em cada potência de laser utilizada.

Potência de Laser (W)	Porosidade (%)
7	71,2
10	77,5
13	73,0
16	72,9
19	65,8
22	51,6
25	54,7

A porosidade dos arcabouços é o somatório da estrutura porosa reproduzida a partir do modelo digital (porosidade projetada) e dos poros inerentes ao processamento (porosidade intrínseca), devido à sinterização incompleta das partículas.

De acordo com as imagens de MEV e de microtomografia, pode-se dizer que de uma forma geral, o aumento da PL (ou de DEárea ou DEvolume) ocasionou acréscimo no nível de sinterização entre as partículas (Figuras 5.11 a 5.15), o que consequentemente reduziu os valores de porosidade, com algumas exceções, como observado no gráfico da Figura 5.16. A estrutura porosa do arcabouço construída não foi fiel ao seu respectivo modelo digital. Os poros construídos apresentaram dimensões menores aos que foram projetados.

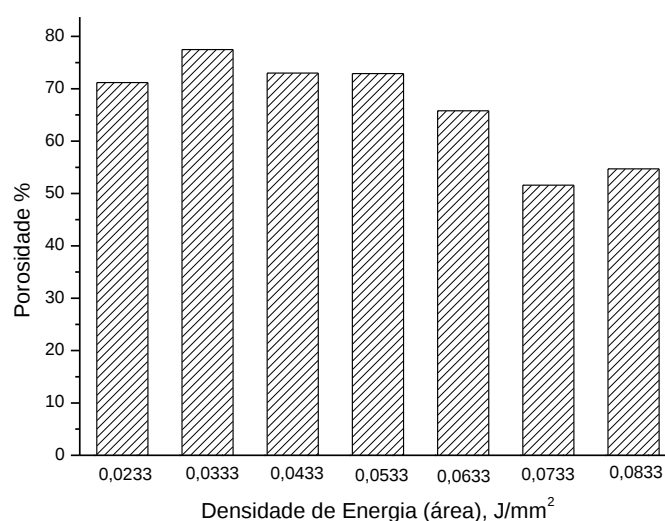


Figura 5.16: Gráfico de Densidade de Energia por Área versus Porosidade.

Para os arcabouços confeccionados na faixa de potência de laser de 10 W a 22 W, foi observada redução da porosidade de 77,5% para 51,6% com o aumento da PL. Entretanto, para a potência de laser de 7 W, o valor de porosidade foi menor do que os obtidos para a potência de 10 W a 16 W, da mesma forma que a porosidade na potência de 25W foi maior do que a de 22W.

De acordo com MA *et al.*, (2001), arcabouços de elevada porosidade (em torno de 90%) são favoráveis à regeneração óssea. Entretanto, arcabouços com porosidade de 75% também exibiram elevado grau de adesão, crescimento e diferenciação osteogênica, conforme reportado no trabalho de XU *et al.*, 2011.

As Figuras 5.17, 5.18, 5.19 e 5.20 apresentam os gráficos da distribuição do tamanho dos poros em cada condição de processamento.

Pode-se observar que, em todos os casos, a estrutura porosa dos arcabouços é constituída, principalmente, por poros menores que 60 μm . Em percentagens variadas, poros menores que 500 μm (ou valores aproximados) foram acima de 95 % da estrutura porosa dos arcabouços. Poros de 500 a 2000 μm compreenderam 5 % da estrutura porosa, sendo tamanhos superiores a 1000 μm correspondem menos de 1% da porosidade. De acordo com a literatura, poros abaixo de 1 μm tem uma função biológica de interação com proteínas, sendo importante na bioatividade. Poros na faixa de 1 – 20 μm desempenham um papel na adesão celular e estrutura porosa com tamanhos de 100 a 1000 μm são importantes no desenvolvimento do tecido ósseo e vascularização (TRIPATHI, G. & BASU, B. 2012). Também foi reportado na literatura que a regeneração óssea pode ser um processo mais rápido e eficiente usando arcabouços com canais radiais e gradiente de tamanho de poros (ROY *et al.*, 2003).

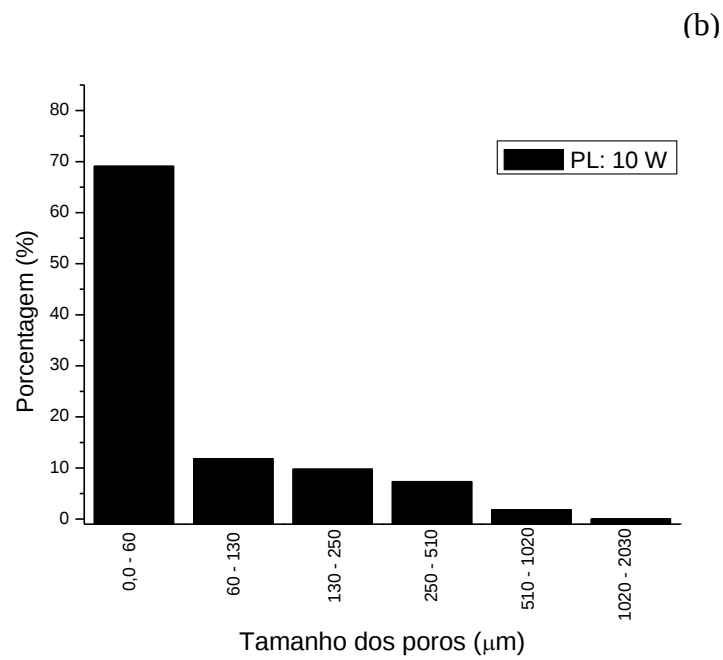
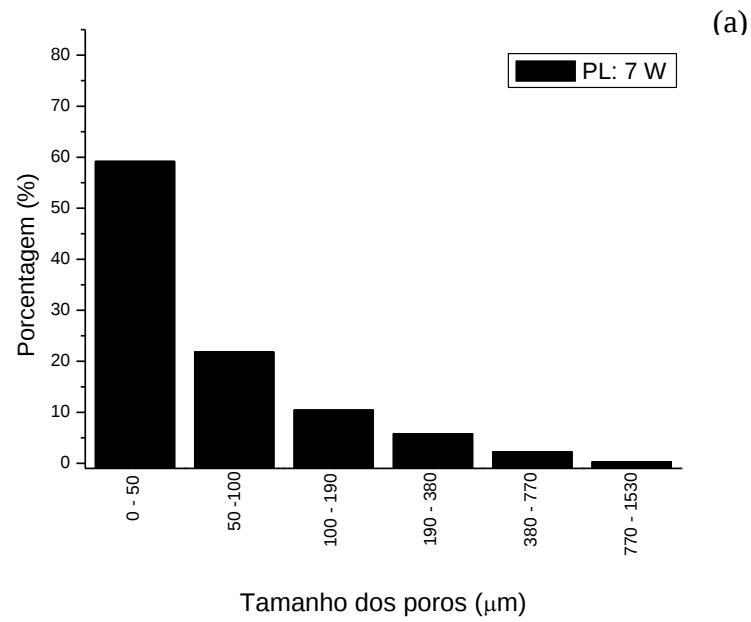


Figura 5.17: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 7 W (a) e 10 W (b).

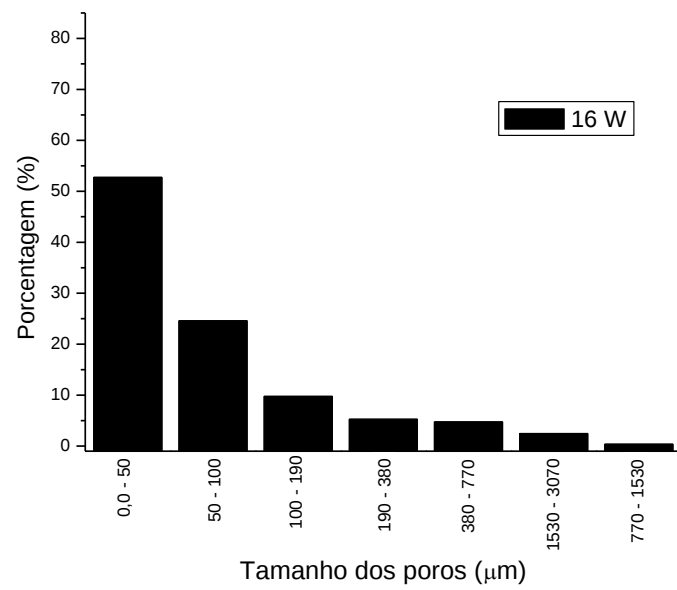
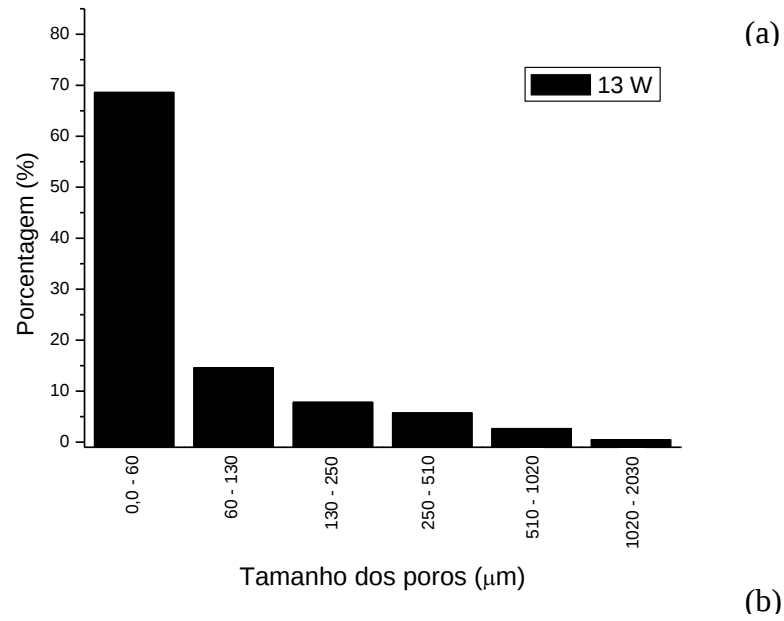


Figura 5.18: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 13 W (a) e 16 W (b).

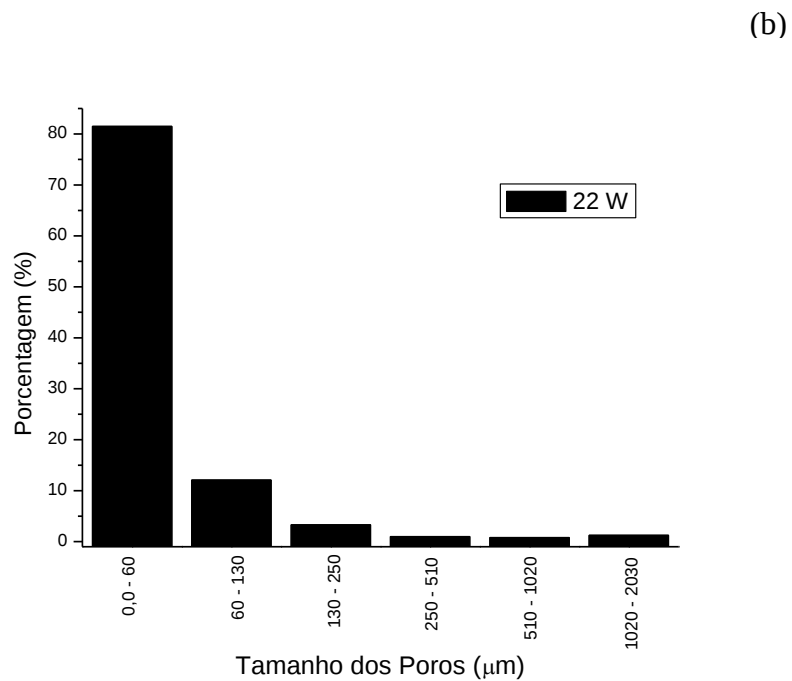
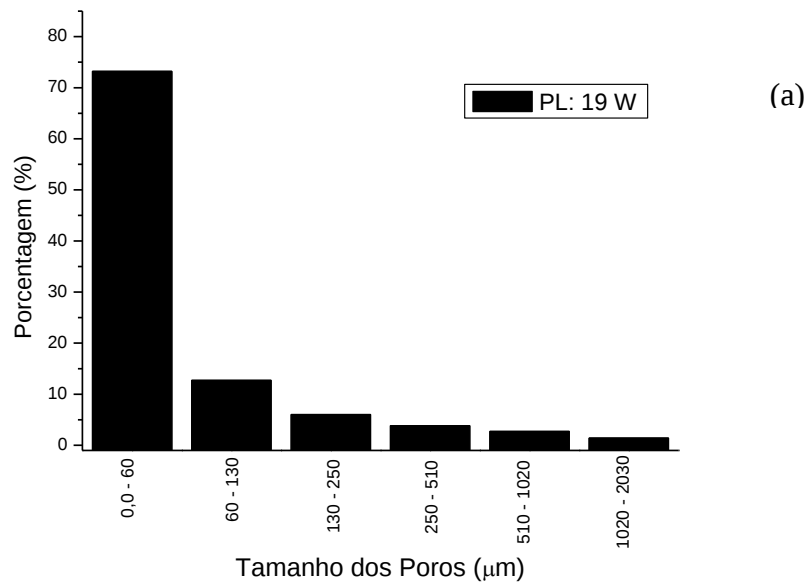


Figura 5.19: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 19 W (a) e 22 W (b).

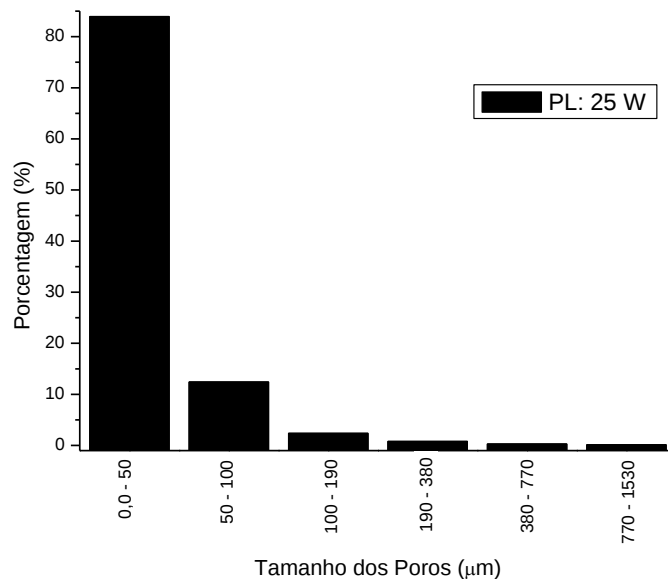


Figura 5.20: Gráficos da distribuição do tamanho de poros dos arcabouços confeccionados com PL de 25 W.

5.6.4. Teste de Compressão

As propriedades mecânicas compressivas dos arcabouços apresentaram uma ampla faixa de valores, que variou em função da potência de laser utilizada no processamento das peças e da condição em que o ensaio de compressão foi realizado, no que diz respeito à orientação da amostra frente ao carregamento mecânico aplicado (Figuras 5.21-5.26). O crescente incremento no valor da potência do laser (PL) resultou em aumento significativo do módulo e da resistência compressiva

Quando o carregamento mecânico foi aplicado na direção paralela ao empilhamento das camadas sinterizadas de construção dos arcabouços (ensaio 1), os valores de módulo e de resistência ficaram na faixa de $(2,47 \pm 0,21)$ a $(103,27 \pm 9,20)$ MPa e de $(0,83 \pm 0,0)$ MPa a $(6,09 \pm 0,07)$ MPa, respectivamente.

Quando o carregamento mecânico foi aplicado na direção perpendicular ao empilhamento das camadas sinterizadas de construção dos arcabouços (ensaio 2), os valores de módulo e de resistência ficaram na faixa de $(8,62 \pm 0,61)$ MPa a $(229,19 \pm 11,48)$ MPa e $(0,24 \pm 0,01)$ MPa a $(11,12 \pm 0,64)$ MPa, respectivamente.

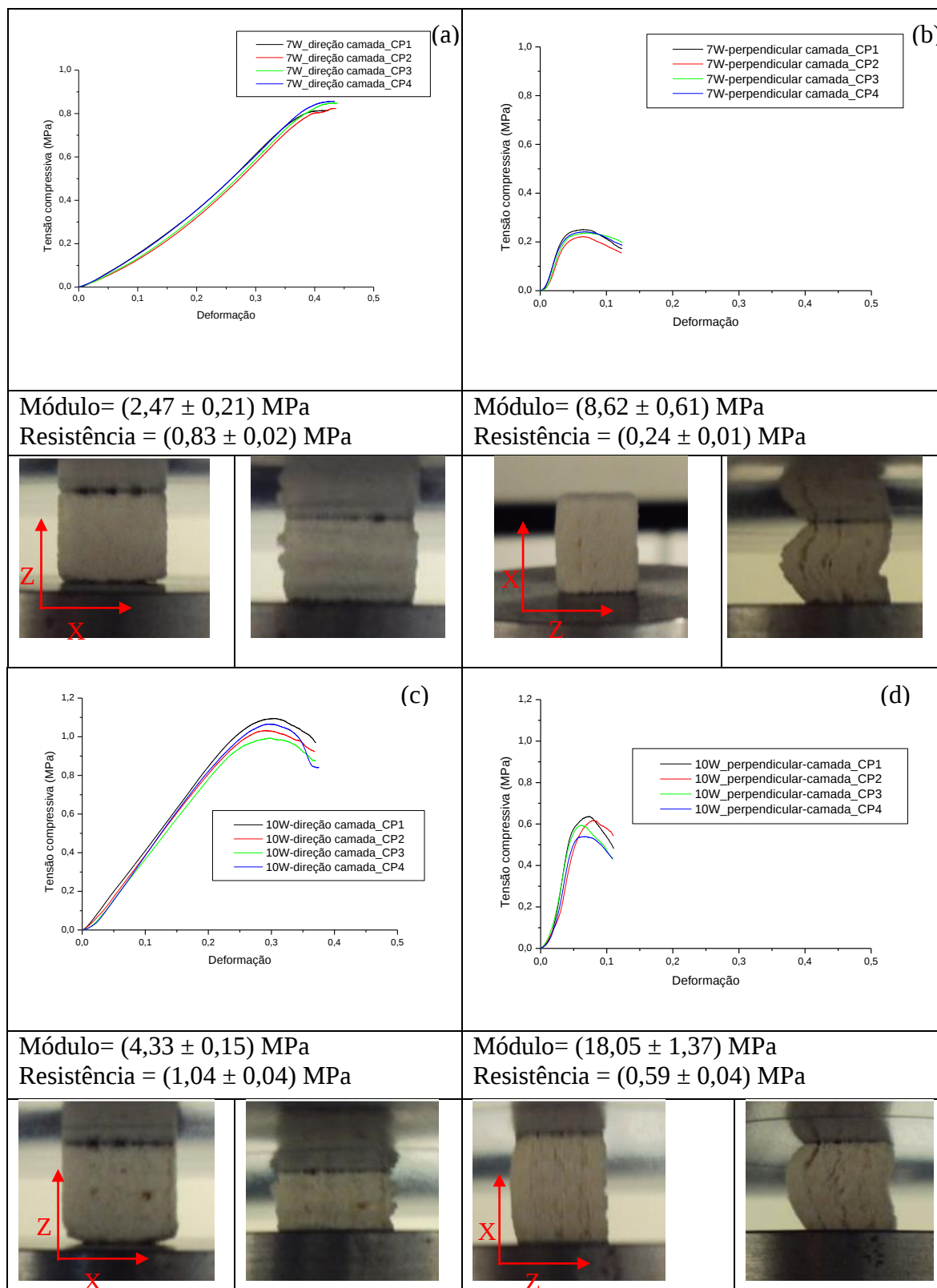


Figura 5.21: Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 7 W e 10 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e (b) e perpendicular (c) e (d) à direção de empilhamento das camadas sinterizadas, respectivamente.

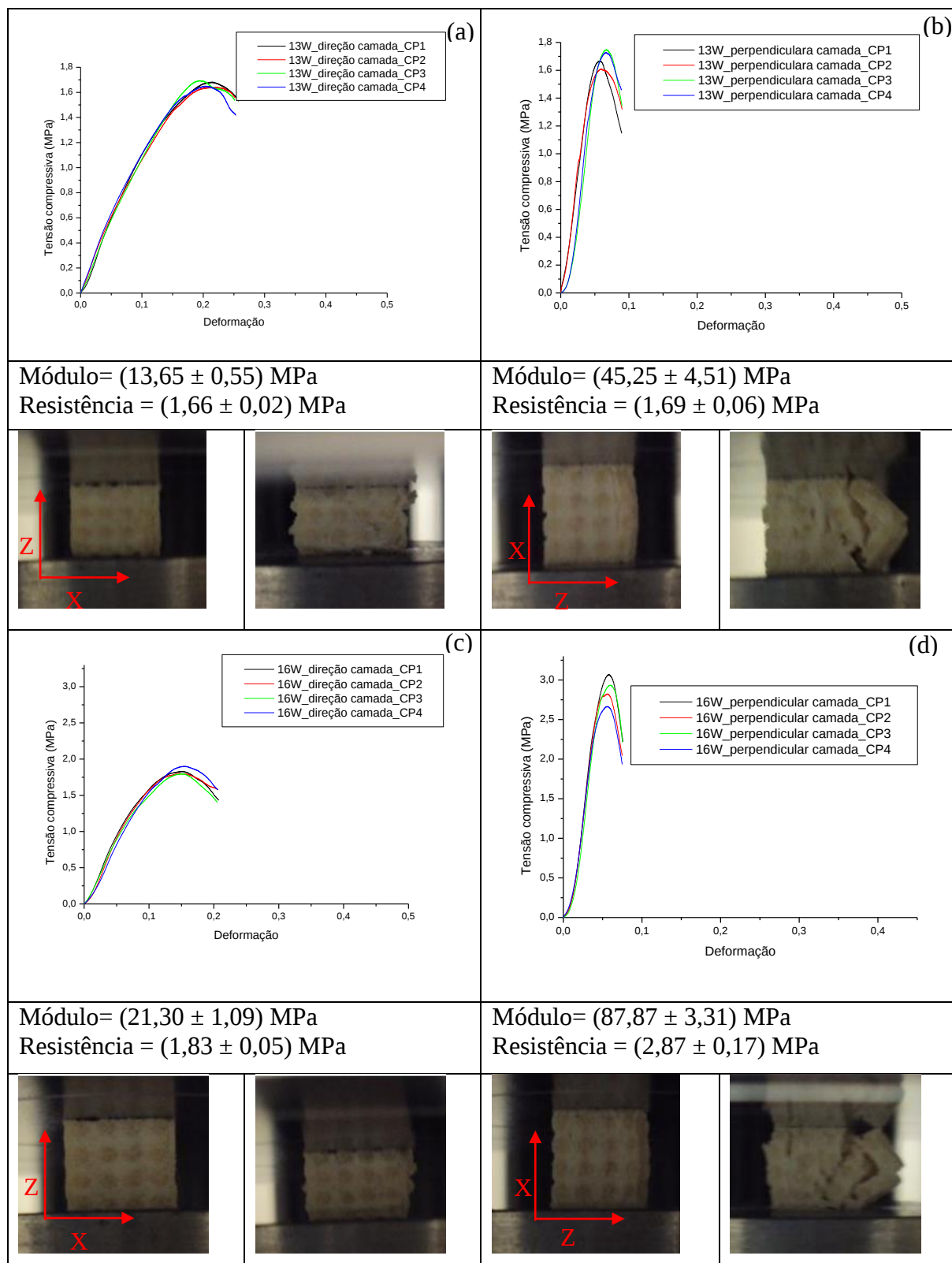


Figura 5.22: Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 13 W e 16 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e (b) e perpendicular (c) e (d) à direção de empilhamento das camadas sinterizadas, respectivamente.

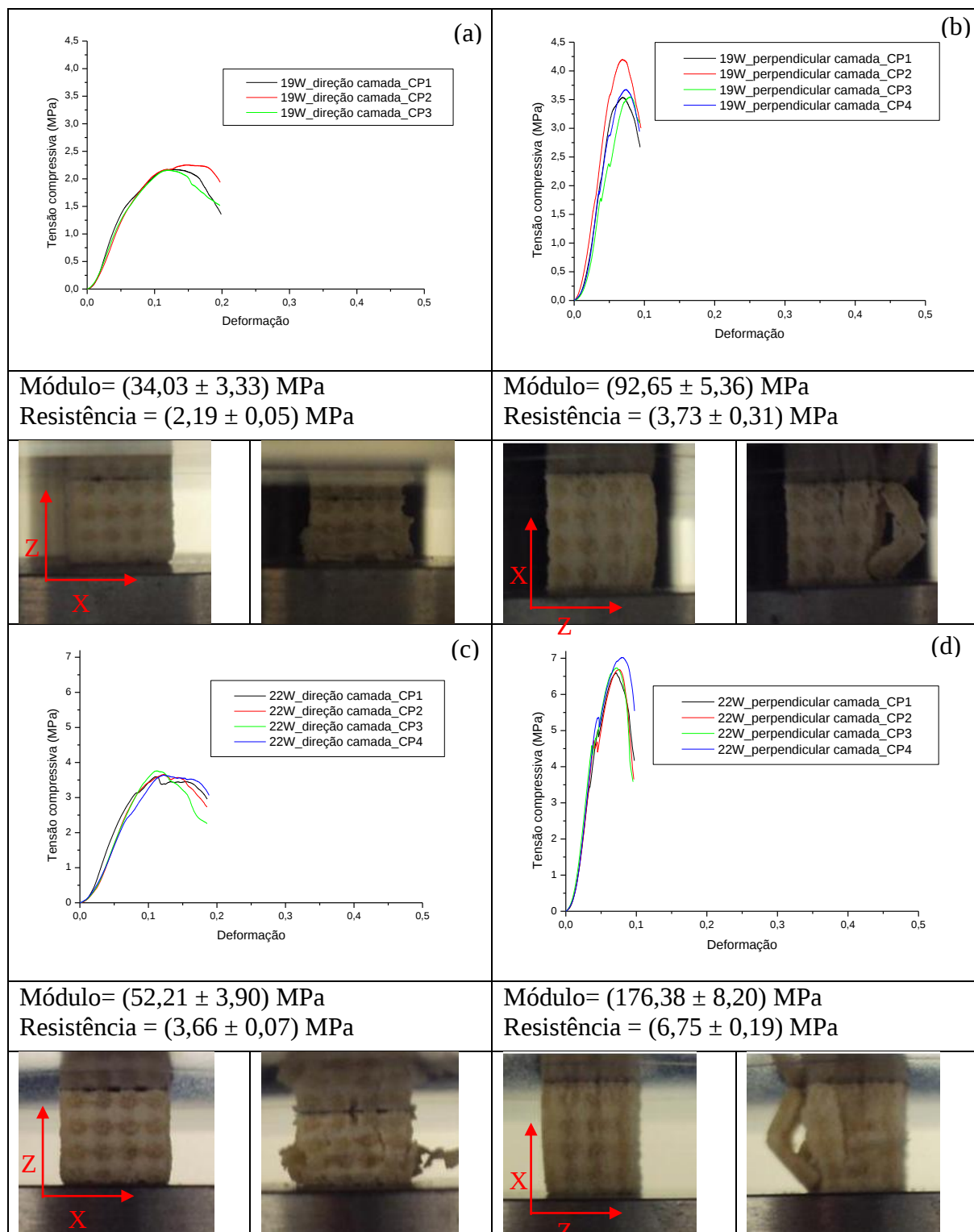


Figura 5.23: Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 19 W e 22 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e (b) e perpendicular (c) e (d) à direção de empilhamento das camadas sinterizadas, respectivamente.

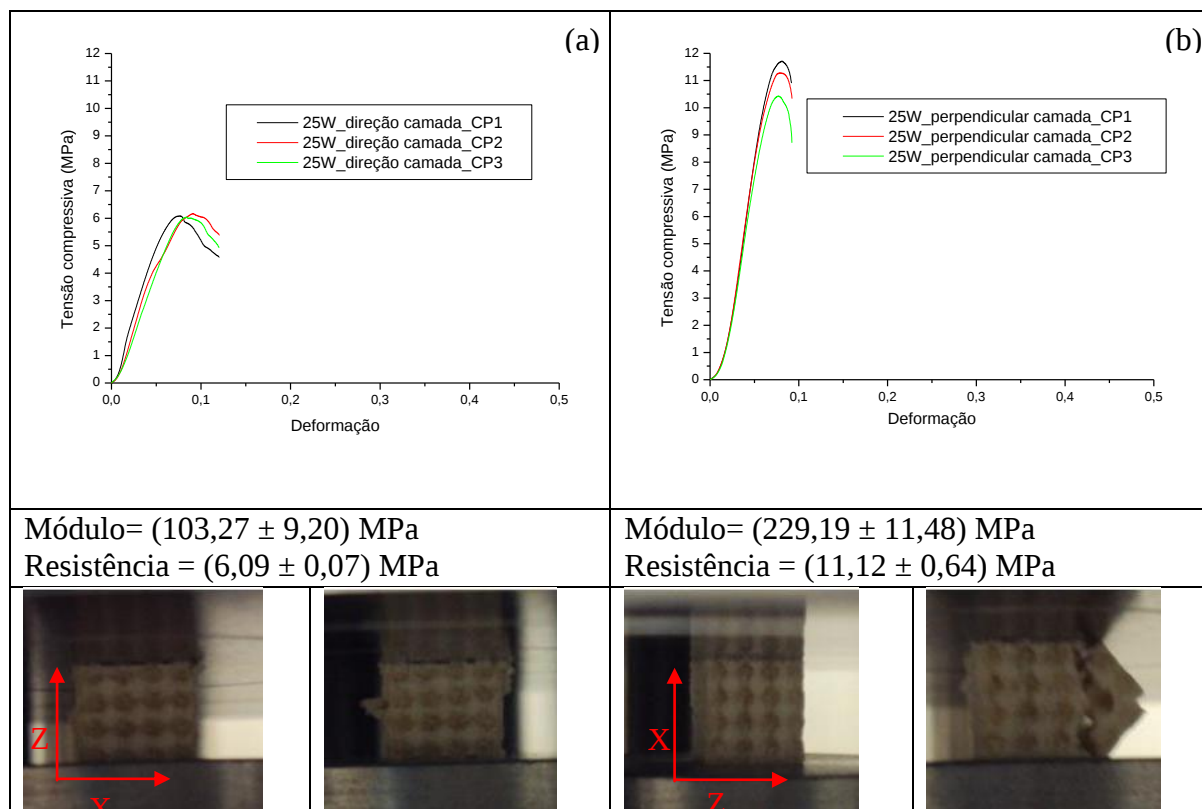


Figura 5.24 Propriedades Mecânicas dos Arcabouços Construídos com PL de 25 W, submetidas ao ensaio de compressão sob carregamento paralelo (a) e (b), respectivamente.

A direção do carregamento aplicado à amostra influenciou, significativamente, nos valores das suas propriedades compressivas (Figura 5.21-5.26). Esta variação entre os resultados está relacionada, principalmente, com as características anisotrópicas conferidas às propriedades dos arcabouços produzidos por SLS, resultante do seu processamento, no que se refere à direção das camadas sinterizadas, à direção da linha de varredura do laser e do espaçamento entre as varreduras. Entretanto, as diferenças sutis na arquitetura da estrutura porosa com o plano da amostra, devido à diferença entre o diâmetro dos pinos verticais (1,668 mm) e horizontais (1,641 mm) e às finas paredes que envolvem somente as laterais do arcabouço podem ter contribuído para estes resultados.

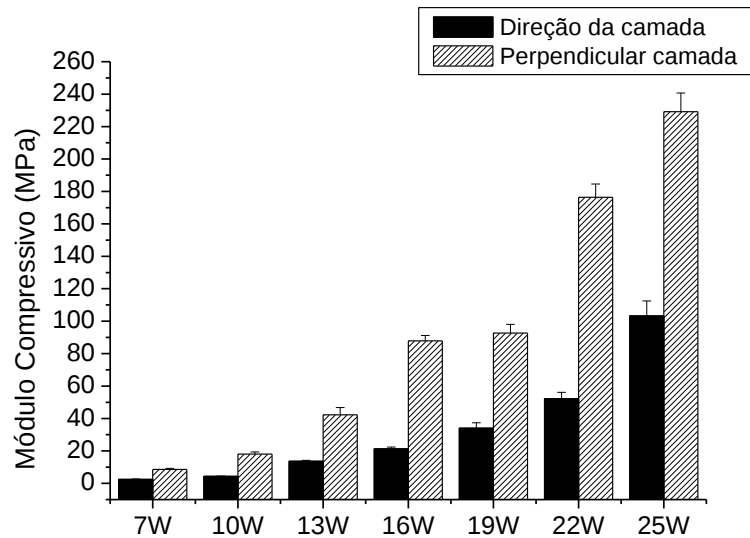


Figura 5.25: Resultados de Módulo Compressivo obtidos nos ensaios 1 e 2.

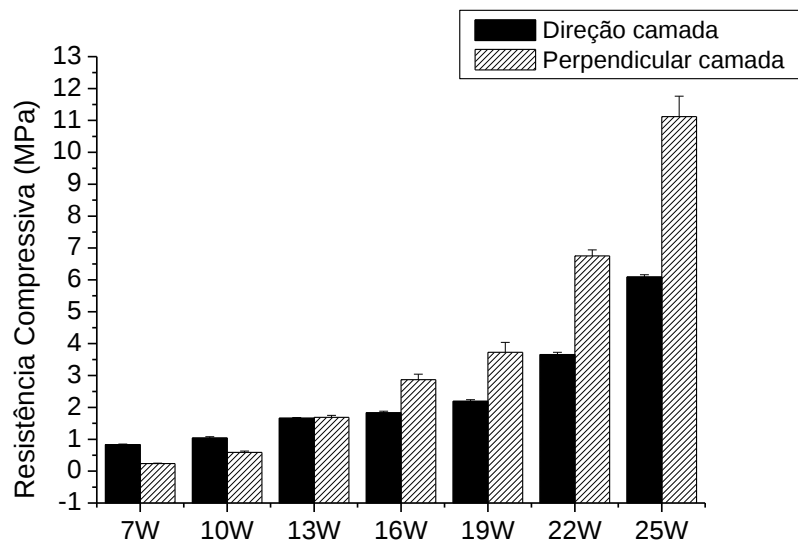


Figura 5.26: Resultados de Resistência Compressivo obtidos nos ensaios 1 e 2.

Para o módulo compressivo, a análise comparativa entre as amostras de mesmas potências de laser mostrou que, em todos os casos, os maiores valores foram obtidos, quando o ensaio de compressão ocorreu com o carregamento aplicado na direção perpendicular às camadas sinterizadas. A variação entre os resultados foi na faixa de 6,15 MPa a 125,92 MPa, sendo os limites inferior e superior referentes as potências de laser de 7W e 25W, respectivamente.

No caso da resistência compressiva, esse mesmo comportamento foi observado, a partir de potência de laser de 16 W, apresentando uma diferença entre os resultados na

faixa de 1,04 MPa a 5,03 MPa. Para as potências de laser de 7W e 10W, a variação foi de 0,59 MPa e 0,45 MPa, respectivamente, e para PL de 13W, os resultados foram considerados estatisticamente iguais (teste LSD Fisher, $p < 0,05$).

Em cada grupo de arcabouços produzidos, a potência do laser foi o único parâmetro diferente, o qual está, diretamente, relacionado com a densidade de energia fornecida à camada de pó, durante a passagem do laser, e conseqüentemente ao grau de sinterização das partículas. Como apresentado na Tabela 5.5, as densidades de energia ficaram nas faixas de $0,0233 \text{ J/mm}^2$ a $0,0833 \text{ J/mm}^2$ (DEárea) ou $0,1296 \text{ J/mm}^3$ a $0,4629 \text{ J/mm}^3$ (DEvolume), com o aumento das potências de laser de 7 W para 25 W, o que correspondeu a um acréscimo de 108 MPa e 220,57 MPa, para os valores de módulos, referentes aos ensaios 1 (paralelo) e 2 (perpendicular), respectivamente. Da mesma forma, a resistência compressiva apresentou aumento de 5,26 MPa e 10,88 MPa, sendo que a menor variação, também foi obtida na condição de ensaio 1.

A anisotropia das propriedades mecânicas dos arcabouços pode estar relacionada com as particularidades de cada plano da peça frente ao seu processamento por SLS, no que se refere à direção de empilhamento das camadas sinterizadas, da direção das linhas de varredura do laser e do espaçamento entre as varreduras. Estas características do processamento por SLS influenciam no comportamento de sinterização das partículas em cada direção da peça (AJOKU *et al.*, 2006).

Em ambas as condições de ensaio dos arcabouços, o carregamento ocorreu sobre uma estrutura porosa constituída por 16 pinos verticais e 32 pinos horizontais arranjados ortogonalmente ao longo da altura dos pinos verticais, dos quais 16 estão na direção x e 16 na direção y do arcabouço, formando canais ortogonais de 0,836 mm de diâmetro.

Na condição de ensaio 1, as alturas dos pinos verticais estão na direção paralela ao empilhamento das camadas (direção z), e as dos pinos horizontais estão paralela ao vetor de varredura do laser (direção x) e paralela a direção de espaçamento do laser (direção y). Na condição 2, houve uma inversão, os pinos verticais correspondem à direção paralela ao vetor de varredura do laser (direção z), e a altura dos pinos horizontais refere-se à direção paralela ao empilhamento das camadas (direção x) e paralela ao espaçamento entre as varreduras do laser.

Conforme reportado por AJOKU *et al.*, (2006), o diâmetro do pescoços de sinterização (*necking*) entre as partículas localizados na linha de varredura do laser é maior, do que os referentes à direção do espaçamento de varredura e a das camadas sinterizadas, o que indica um maior grau de sinterização entre as partículas. O diâmetro

menor do pescoço de sinterização na direção do espaçamento entre as varredura é ocasionado por algum resfriamento das partículas localizadas em uma linha de varredura do laser, durante os instantes em que o laser é automaticamente desligado e deslocado para a próxima posição de varredura, paralela a anterior. Com relação à sinterização intercamadas, o pescoço de sinterização apresenta o menor diâmetro, devido à ocorrência de algum resfriamento da camada previamente sinterizada, o que resulta, quando da varredura do laser da camada sequencial, um menor grau de sinterização de partículas com relação às demais direções (AJOKU *et al.*, 2006; GOODRIDGE *et al.*, 2012).

Em hipótese, pode-se inferir que a sinterização intercamada foi mais fraca que a sinterização intracamada, ressaltando que a altura dos pinos verticais do arcabouço corresponde a direção do empilhamento das camadas sinterizadas, e que nos pinos horizontais, os quais as camadas sinterizadas estão na direção do diâmetro do pino.

Cabe ressaltar que o grau de sinterização das partículas ao longo das direções do objeto, pode ser influenciado por vários parâmetros, como espessura da camada, parâmetros do laser (potência, velocidade e espaçamento entre as varreduras), propriedades do material, características da peça.

As características anisotrópicas conferidas às propriedades mecânicas dos arcabouços produzidos por SLS representam uma vantagem à sua aplicação na regeneração óssea, uma vez que a própria estrutura do osso trabecular apresenta valores de módulos e resistência compressiva diferentes, em função da direção do carregamento (GIESEN *et al.*, 2001). Um dos requisitos necessários aos arcabouços aplicáveis à regeneração óssea refere-se às propriedades mecânicas, que deve ser compatível com as do tecido, o qual se pretende regenerar (HILBORN & BJURSYEN, 2007).

A heterogeneidade do osso trabecular leva a uma ampla variação nas propriedades mecânicas, no qual estão relacionados à direção do carregamento, da localização anatômica e da idade do indivíduo (OFTADEH *et al.*, 2015). No caso do módulo, foi encontrado na literatura valores na faixa de 1 a 624 MPa, 6 a 1524 MPa, e 16 a 1113 MPa, de acordo com a direção de carregamento, com os valores principais na faixa de 123 a 287 MPa (GOULET *et al.*, 1994). Para a resistência compressiva, os valores estão entre 0,10 a 16 MPa, nos quais os principais encontram-se na faixa de 2,58 a 4,63 MPa.

Desta forma, todos os arcabouços confeccionados podem ser aplicados à regeneração de algum tipo de osso trabecular, no que tange ao requisito de propriedades

mecânicas. Entretanto, somente os arcabouços confeccionados com a PL de 22 e 25 W apresentam propriedades mecânicas, sob o carregamento perpendicular à direção das camadas sinterizadas, dentro da faixa principal de módulo da maioria do osso trabecular, o que representa mais possibilidade de aplicação.

Da mesma forma que as propriedades mecânicas, outras características, tais como, porosidade e tamanho de poros, devem apresentar valores adequados, para o sucesso na regeneração do tecido. Dentre os arcabouços confeccionados, o maior valor de porosidade (77%) foi conferido ao processado com potência de laser de 10 W, que apresenta um valor de módulo de 4 MPa, quando o ensaio foi realizado na condição 1. Na outra condição de ensaio, com o carregamento na direção perpendicular à camada de construção do arcabouço, o módulo foi de 18 MPa, que corresponde a um aumento de 77%.

5.7. Conclusões Parciais

- A reprodução física do modelo digital foi obtida em todas as condições de processamento empregadas. No entanto, os arcabouços apresentaram empenamento nas camadas iniciais em todas as condições em que foram processados, ressaltando que, na PL de 7 W, o efeito foi de menor intensidade. A partir da potência de laser (PL) de 19 W foi observada acentuada alteração na geometria da peça, principalmente na estrutura dos pinos.
- Os arcabouços confeccionados com PL inferiores a 16 W apresentaram delaminação, que foram mais intensas em 7 e 10 W, indicando que, provavelmente, a profundidade de penetração da energia do laser foi menor do que a espessura da camada de pó, o que pode ter comprometido a adesão entre as camadas sinterizadas.
- O aumento da PL acarretou aumento da resistência mecânica dos arcabouços, o que está relacionado com a maior intensidade na sinterização das partículas de pó, devido ao aumento da densidade de energia. Em contrapartida, os arcabouços de uma forma geral apresentaram uma diminuição da porosidade.
- A formação de poros não projetados nos arcabouços, resultado da sinterização incompleta das partículas de PHB, pode ser favorável a regeneração óssea, tendo em vista que uma estrutura constituída por microporos (inerente do

processamento por SLS) e a macroporos (poros projetados) é necessária ao crescimento celular, o transporte de nutrientes e produtos residuais.

- As propriedades mecânicas dos arcabouços foram significativamente diferentes de acordo com o plano da peça sobre o qual foi aplicado o carregamento mecânico. Esses resultados podem estar relacionados, principalmente, com as características anisotrópicas conferidas às propriedades das peças produzidas por SLS.

PARTE III

5.8. Caracterização dos arcabouços – Planejamento Fatorial

5.8.1. Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID)

A avaliação visual das características dos arcabouços foi realizada para a determinação do nível de defeitos na sua estrutura, tais como distorções, delaminação entre as camadas sinterizadas, e estabilidade ao manuseio. Os critérios de avaliação foram definidos no item 4.8.1, os quais quantificam os aspectos visuais observados em números no intervalo entre 0 a 1. Os limites inferiores e superiores estão associados aos arcabouços de menor e maior grau de defeitos, respectivamente. O anexo 2 (Tabela 2) apresenta fotografias de arcabouço típico, produzida em cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial completo 3³.

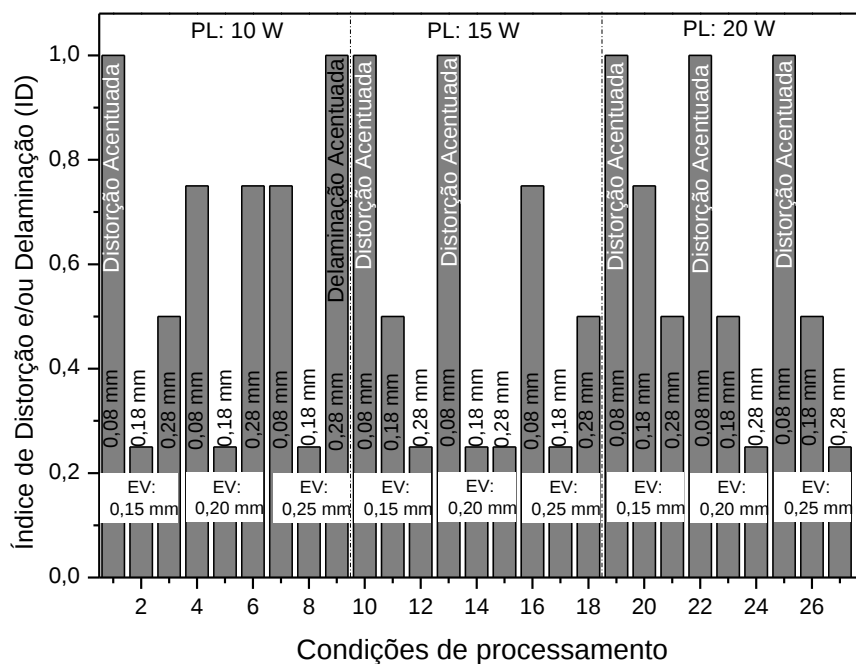
Em todos os arcabouços foi observado o empenamento de suas camadas iniciais, em intensidades diferentes, em função da condição de processamento empregada. Os casos mais leves causaram ligeira deformação das camadas iniciais do arcabouço, como apresentado nas fotografias da Tabela 2 do anexo.

O processamento dos arcabouços utilizando o menor valor de espessura da camada (EC - 0,08mm) resultou em distorções acentuadas em suas estruturas, que foram intensificadas com o aumento da potência de laser (PL) e a redução do valor de espaçamento entre as varreduras do laser (EV). Nestes arcabouços, o empenamento das camadas sinterizadas foi tão acentuado, que causou irregularidade na formação da camada de pó subsequente, com o arraste da camada previamente sinterizada, pela passagem do rolo, e com isso, impedindo que a sinterização das próximas camadas fosse realizada na posição correta. O resultado final foi uma estrutura com camadas deslocadas, como observado nas fotografias da Tabela 2 do anexo.

A causa do empenamento das camadas sinterizadas pode estar relacionada à diferença de temperatura existente entre o volume de material processado e o pó localizado no seu entorno, durante a construção da peça (WIRIA *et al.* 2008). Dessa forma, o valor da taxa de resfriamento da camada sinterizada pode ter relação com a intensidade do empenamento.

A Figura 5.27 apresenta os resultados de ID observados em cada condição de processamento e os valores de DEvolume correspondentes a cada corrida.

(a)



(b)

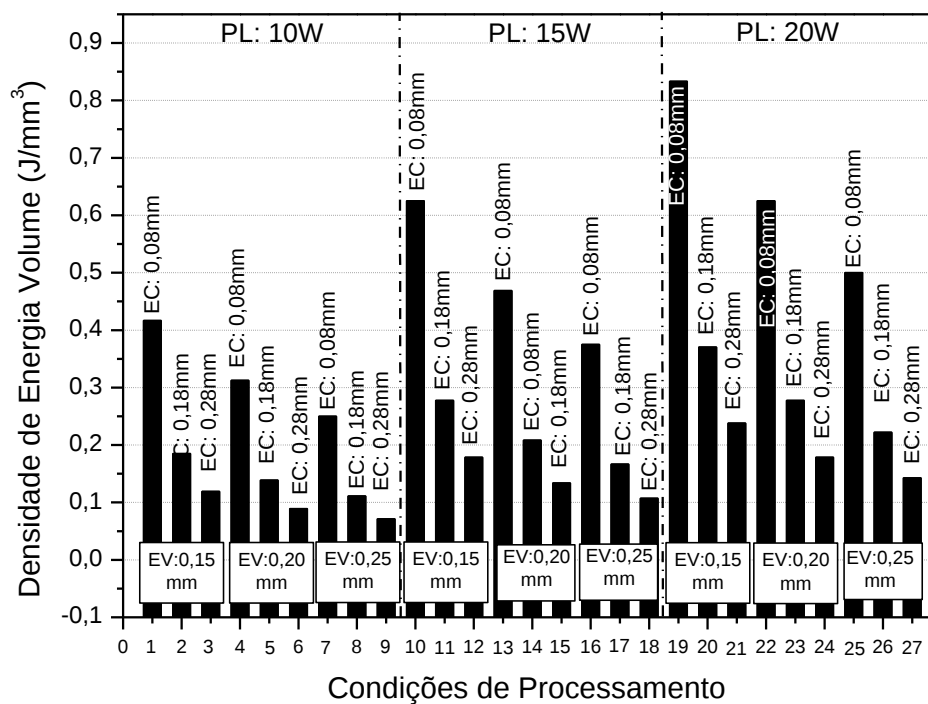


Figura 5.27: Resultado do ID (a) e valores de DEv (b) para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3 .

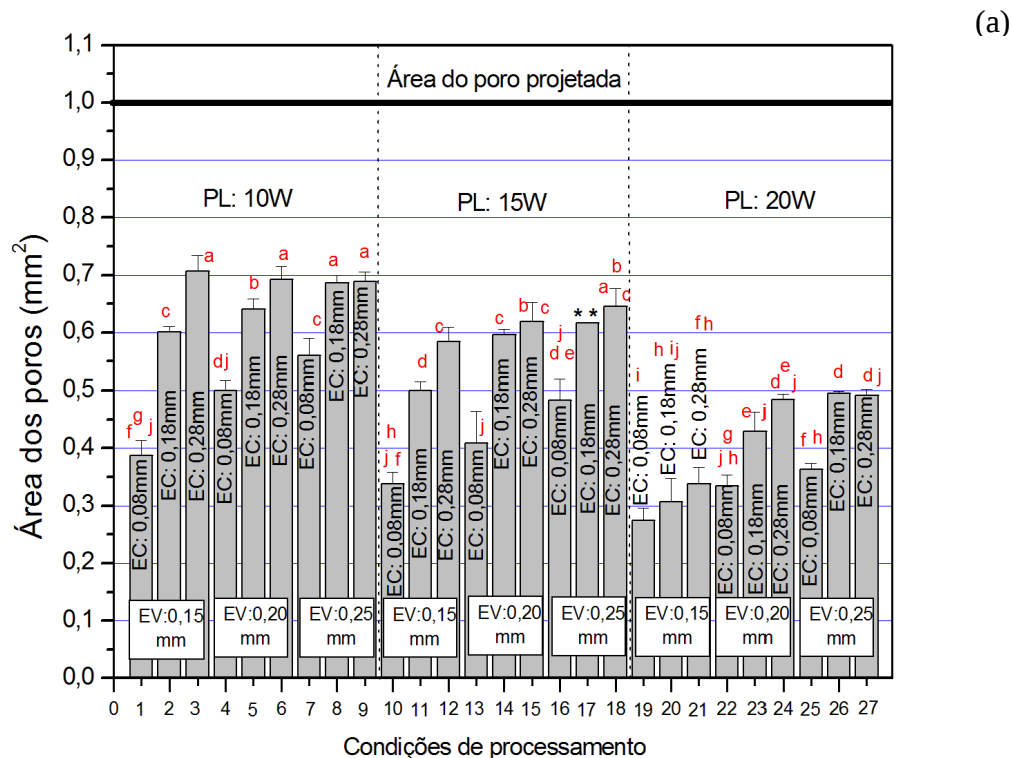
Os processamentos realizados no nível baixo de espessura da camada, EC, (0,08 mm) resultaram em maiores valores de densidade de energia (volume) aplicada à camada de pó durante o processamento, quando comparado aos demais níveis de EC, processados com as mesmas condições de PL (potência de laser) e EV (espaçamento entre as varreduras do laser). Tendo em vista que os processamentos foram realizados na mesma temperatura do leito de construção (T_b), o aumento da densidade de energia ampliou o gradiente de temperatura formado entre a camada sinterizada e o pó não processado.

Como pode ser observado na Figura 5.27, os valores de DEvolume acima de $0,41 \text{ J/mm}^3$ resultaram no maior nível de distorção (ID: 1,0). Em contrapartida o menor valor de DEvolume ($0,07 \text{ J/mm}^3$) resultou em arcabouço com maior grau de delaminação e, conseqüentemente, com elevada fragilidade da estrutura com o manuseio, indicando que a profundidade de penetração da energia do laser foi inferior à espessura da camada utilizada.

5.8.2. Análise dimensional dos poros

A Figura 5.28 apresenta o gráfico dos resultados da análise dimensional dos poros dos arcabouços e da densidade de energia do laser, referentes à cada condição de processamento.

Como observado no gráfico apresentado na Figura 5.28, todas as condições de processamento resultaram em arcabouços de tamanhos de poros menores do que o valor estabelecido no modelo digital (área projetada: 1 mm^2). Entretanto, a intensidade do desvio dimensional projetado variou com a combinação entre os níveis de PL, EC e EV escolhidos. Os arcabouços apresentaram tamanhos (área) dos poros na faixa de $(0,27 \pm 0,02) \text{ mm}^2$ a $(0,71 \pm 0,03) \text{ mm}^2$, que correspondem, respectivamente, a uma redução de $(73 \pm 2)\%$ a $(29 \pm 3)\%$, com relação ao valor estabelecido no modelo digital. Os resultados da análise dimensional dos poros do arcabouço, em todas as condições de processamento realizadas podem ser visualizados no Anexo 2 (Tabela 3).



* * Não há réplicas na condição 17.

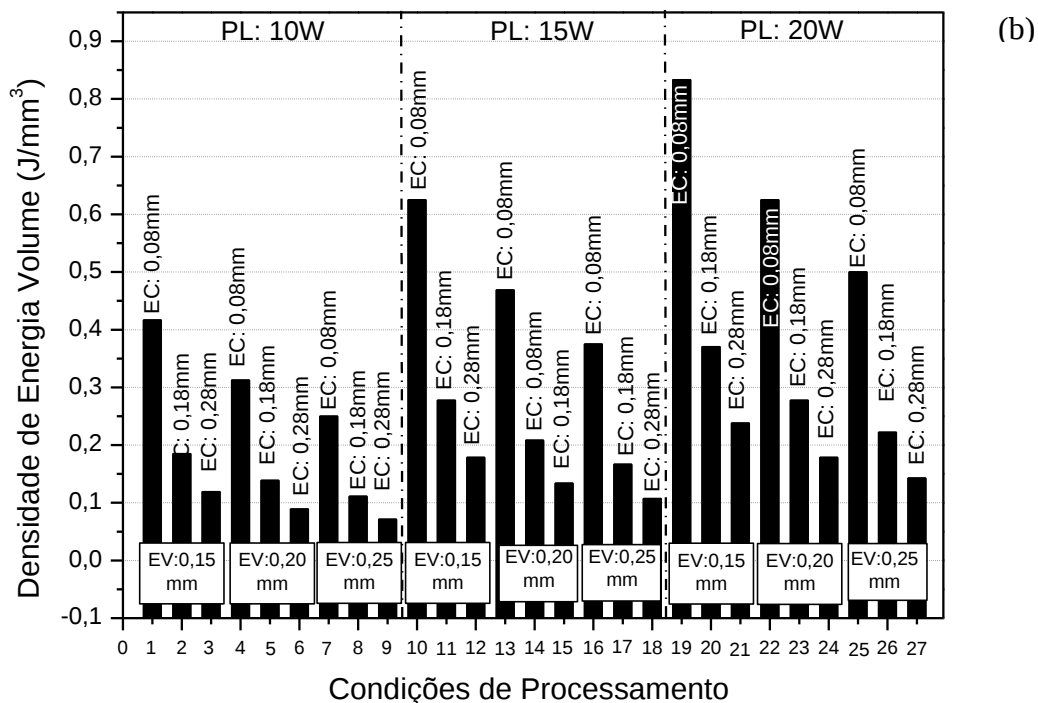


Figura 5.28: Resultado da Área dos Poros (a) e valores de DEv (b) para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3 . Mesma letra indica que não há diferença significativa entre os valores (LSD Fisher, $p < 0,05$).

De uma forma geral, as peças construídas por SLS apresentaram alguma imprecisão na resolução dimensional com relação ao modelo digital, a qual é inerente do processamento e se torna mais significativa nos detalhes estruturais de pequenas dimensões. Um dos aspectos relacionados a essa questão refere-se ao fato de que parte do spot do laser (450 μm) atinge a área dos poros durante a passagem do laser sobre os pontos das linhas de varredura que estão nos limites geométricos dos pinos. Adicionalmente, a sinterização de partículas pode ocorrer em uma determinada área ao redor do feixe de laser, devido ao fenômeno de transferência de energia. O modelo de distribuição da temperatura do feixe de laser no processo SLS apresenta uma característica típica de distribuição Gaussiana (WIRIA *et al.*, 2010). A temperatura mais elevada corresponde ao local que recebe diretamente o feixe de laser. A energia remanescente da sinterização das partículas do polímero nesse ponto é distribuída para as regiões vizinhas por condução. A temperatura vai diminuindo com o aumento da distância do *spot* do laser, à medida que a energia vai sendo absorvida pelo polímero ao longo da sua condução (WIRIA *et al.*, 2010). A área e intensidade de penetração da energia do laser são influenciadas por diversos parâmetros de processamento, assim como pelas propriedades do material.

A partir da análise combinada dos gráficos apresentados na Figura 5.28, observou-se que a comparação entre resultados obtidos em condições de processamento diferenciados apenas pelo valor do nível de um dos parâmetros mostrou que, de forma geral, a ampliação do desvio entre o tamanho do poro real e projetado ocorreu com o aumento da DEvolume. De uma forma geral, o aumento da DEvolume fornecida à camada de pó durante o processamento da peça, provavelmente promoveu a extensão da área de penetração da energia, além da região de varredura do laser, o que pode ter resultado na sinterização de partículas do pó, em locais não estabelecidos no modelo digital.

A Figura 5.29 apresenta os gráficos de DEvolume e de DEárea versus a área dos poros dos arcabouços.

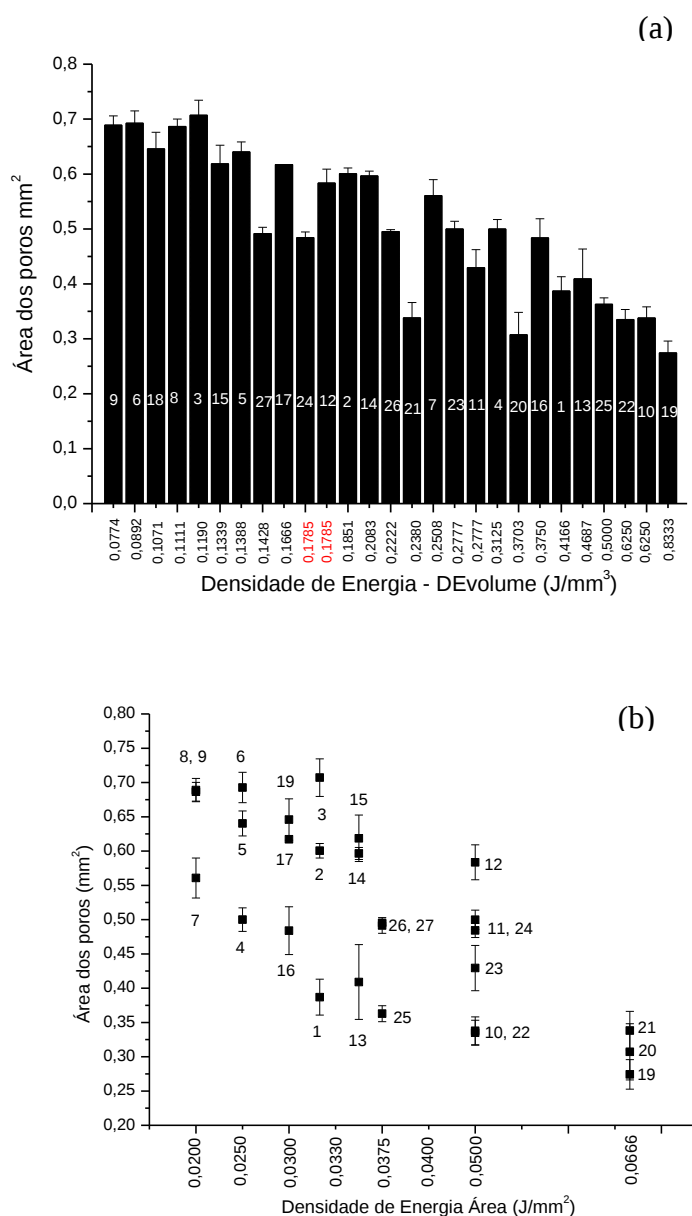


Figura 5.29: Resultados de área dos poros com relação à DEVolume (a) e DEÁrea (b), para cada condição de processamento.

A partir da análise do gráfico da figura 5.29 observou-se que em alguns casos, a diminuição da DEVolume resultou em poros significativamente menores aos obtidos quando a DEVolume for mais alta. A avaliação agrupada destes resultados mostrou que as DEÁrea da corrida 27 ($0,0400 \text{ J/mm}^2$) é superior a da 17 ($0,0300 \text{ J/mm}^2$), considerando que a diferença na DEVolume foi pequena ($0,0238 \text{ J/mm}^3$). Esta mesma situação foi observada entre as corridas 21 ($0,0666 \text{ J/mm}^2$) e 7 ($0,0200 \text{ J/mm}^2$); 26 ($0,0400 \text{ J/mm}^2$) e 7 ($0,0200 \text{ J/mm}^2$); 11 ($0,0500 \text{ J/mm}^2$) e 4 ($0,0250 \text{ J/mm}^2$); 20 ($0,0666 \text{ J/mm}^2$) e 16 ($0,0300 \text{ J/mm}^2$), ressaltando que em todos estes casos, a variação de

DEvolume foi no máximo de $0,0348 \text{ J/mm}^2$ (Figura 5.29 (b)). Ressalta-se que, no caso das corridas 12 e 24, ambas possuem a mesma DEárea e DEvolume, entretanto, apresentaram tamanhos de poros significativamente diferentes, sendo estes de $(0,58 \pm 0,02) \text{ mm}^2$ e de $(0,48 \pm 0,01) \text{ mm}^2$, respectivamente. Na corrida 12, a de maior tamanho de poro, a PL foi de 15 W e o EV de 0,15 mm, e na outra a PL foi de 20W e EV de 0,20 mm.

Além disso, cabe ressaltar que, em alguns casos, o aumento da DEv não resultou em tamanhos de poros estatisticamente diferentes, de acordo com Teste LSD Fisher, conforme evidenciado na Figura 5.28(a).

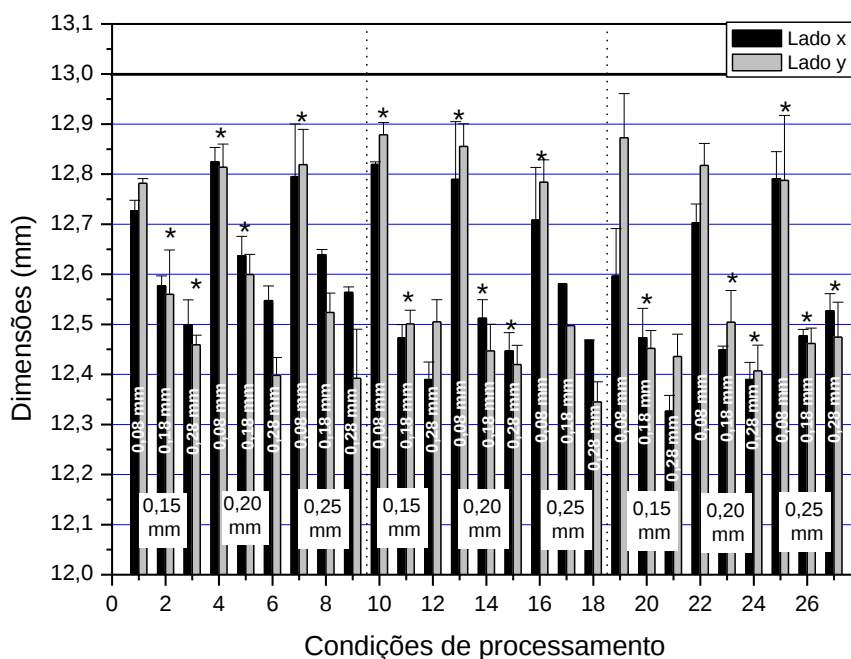
Em hipótese, pode-se sugerir que em pequenas diferenças entre as DEvolume, o tamanho de poros pode ser fortemente influenciado pela DEárea. Ressalta-se que a DEárea refere-se apenas aos parâmetros do laser e da estratégia de varredura (potência do laser, velocidade e espaçamento entre as varreduras), ao contrário da DEvolume que também acrescenta o parâmetro de espessura da camada. O aumento da DEárea acarreta em maior extensão da área e da profundidade de penetração da energia do laser e, consequentemente, pode causar maior redução do tamanho de poros.

A espessura da camada também pode influenciar, uma vez que, quanto menos espessa ela for, maior será a porção da camada previamente sinterizada a receber novamente a energia do laser, o que pode intensificar a redução do tamanho dos poros, por isso a avaliação da DEvolume é importante.

5.8.3. Análise dimensional da geometria externa e grau de desnivelamento da altura

As Figuras 5.30 e 5.31 apresentam os gráficos dos resultados das dimensões da geometria externa dos arcabouços, em comparação com seu modelo digital (linha contínua dos gráficos), e o gráfico da densidade de energia, em cada condição de processamento.

(a)



* Os lados x e y não diferem entre si, de acordo com o teste LSD Fisher.

(b)

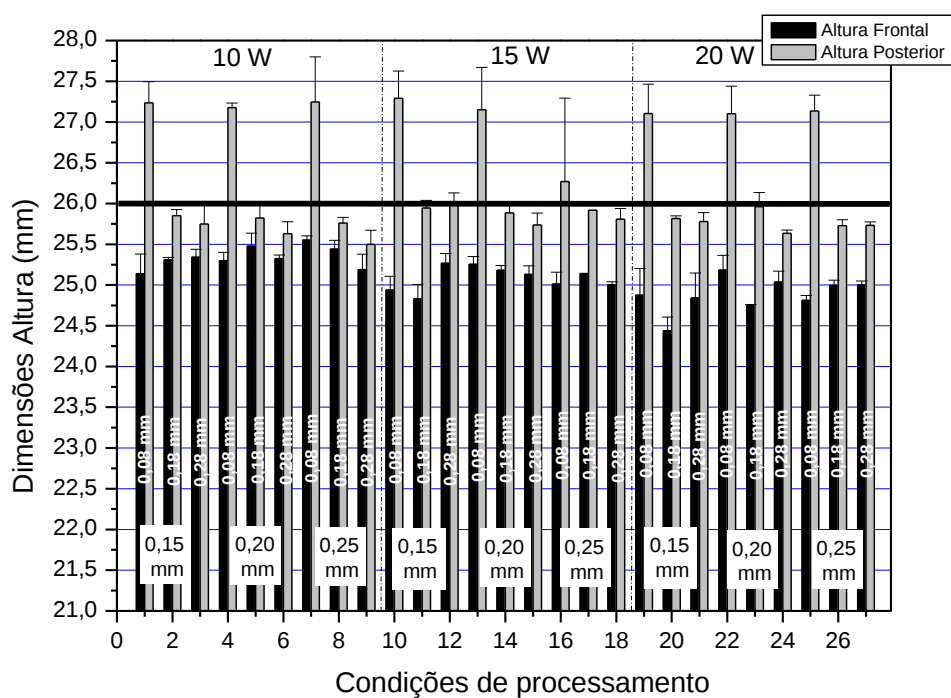


Figura 5.30: Resultado da Análise dimensional Externa do arcabouço (a) lado x e y (b) altura para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3 .

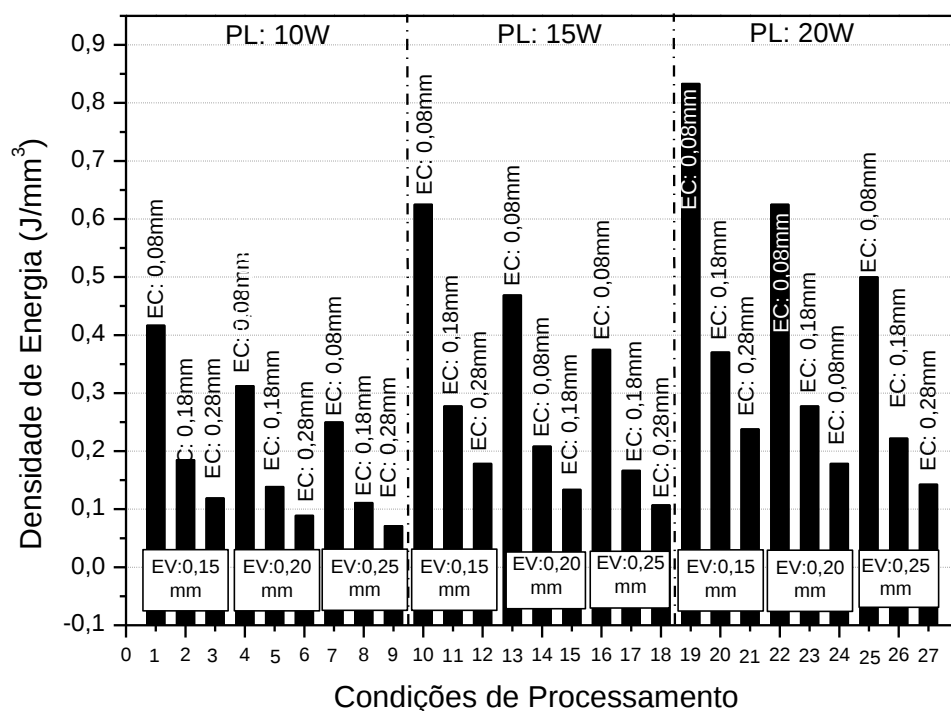


Figura 5.31: Valores de DEvolume correspondente a cada condição de processamento.

Todos os arcações apresentaram medidas dos lados x e y menores do que ao estabelecido no modelo digital, para todas as condições de processamento avaliadas (Figura 5.30a). Os desvios dimensionais ficaram nas faixas de (1,3 % a 5,2%) e (0,90 % a 5,1 %), para os lados x e y, respectivamente. Os resultados da análise das dimensões externas dos arcações, em todas as condições de processamento realizadas podem ser visualizados no Anexo 2 (Tabela 3). Na maior parte das condições de processamento, as medidas dos lados x e y dos arcações não diferiram estatisticamente entre si, de acordo com o Teste de Fisher (evidenciadas no gráfico da Figura 5.30a). As exceções a essa situação foram encontradas nos arcações produzidos em 9 condições de processamento (1, 6, 8, 9, 12, 18, 19, 21 e 22), não sendo observada alguma relação desses resultados com os respectivos níveis de PL, EV e EC aplicados, bem como os DE resultantes. Dentre tais condições de processamento, em 05 (cinco) delas a medida do y foi maior, correspondente a um menor desvio do valor projetado.

No que se refere à altura, ocorreu tanto à redução quanto o aumento na sua dimensão com relação ao modelo digital (Figura 5.30b). O aumento dimensional ocorreu apenas na parte posterior do arcação (plano xz_b), quando o processamento foi realizado, principalmente, com o nível baixo da EC (0,08 mm), independente dos

valores de PL e EV empregados (Anexo 2, Tabela 1 e 3). Também observou-se que os arcabouços confeccionados com a EC de 0,08 mm apresentaram uma variação significativa entre altura medida na parte frontal (plano xz_a) e posterior (plano xz_b) da peça, o que ocasionou o desnivelamento acentuado, sendo estes nas faixas de 1,7 a 2,1 mm, 1,2 a 2,3 mm e 1,92 a 2,32, referentes às PL de 10W, 15W e 20W, em todas os níveis de EV, respectivamente (Anexo 2 – Tabela 4).

A redução das dimensões geométricas (lado x, lado y e altura frontal) dos arcabouços com relação ao modelo digital pode ser resultado do rearranjo das cadeias poliméricas, durante o seu resfriamento, o qual resulta na diminuição de volume, conforme reportado por GOODRIDGE *et al.*, (2012).

O aumento da altura posterior (plano xz_b) dos arcabouços, em todas as corridas realizadas com nível baixo de espessura da camada, EC, (0,08 mm), indica que profundidade de penetração da energia do laser foi maior que essa EC, o que ocasionou a extensão da região de sinterização das partículas para além do limite geométrico inferior desse plano, o qual corresponde o início da construção do arcabouço, tendo em vista que o seu processamento foi realizado na orientação de 45°.

Ressalta-se que o grau de encolhimento (*shrinkage*) das peças sinterizadas a laser é influenciada pelas propriedades do material; contudo, ela também é afetada pela temperatura do leito de construção e parâmetros do laser, assim como pela taxa de resfriamento, tamanho e geometria da peça. Da mesma forma, a profundidade de penetração da energia do laser na camada de pó é influenciada por parâmetros de processo e pelas propriedades do material. (GOODRIDGE *et al.*, 2012).

A análise combinada dos gráficos, apresentados na Figura 5.30(a) e 5.31, mostrou que o comportamento do desvio dimensional de ambos os lados (x e y) com relação ao modelo digital foi o inverso ao observado para a DEv. Ou seja, o aumento do desvio dimensional foi observado com o aumento do nível de EC, em cada nível de EV e PL, o que resultou em diminuição da DEv.

O aumento do nível da espessura da camada (EC), de forma genérica, resultou na maior contração das dimensões x e y do arcabouço, considerando as condições de processamento de mesmos níveis de PL (potência de laser) e EV (espaçamento entre as varreduras do laser). As variações máximas entre as respectivas dimensões foram nas faixas de: $12,82 \pm 0,01$ mm (contração de 1,4%) a $12,39 \pm 0,03$ mm (contração de 4,7%), referentes ao lado x, e $12,87 \pm 0,08$ (contração 1%) a $12,43 \pm 0,04$ (contração 4,4%), referentes ao lado y, os quais foram observados entre as condições representadas

pelos números 10 e 12 (PL: 15W e EV: 0,15mm) e 19 e 21 (PL: 20W e EV: 0,15mm), respectivamente. Na maioria dos casos, os processamentos realizados com a EC de 0,18mm e 0,28mm, mantendo a mesma PL e EV resultaram em dimensões menores ao obtido com a EC de 0,08mm. Entretanto, com relação aos resultados obtidos entre o processamento na EC de 0,18mm e 0,28mm, estes foram estatisticamente iguais, na maior parte das situações.

Com relação à variação do nível de EV, em condições de mesma PL e EC, foi verificado que a diferença mais significativa ocorreu entre o EV de 0,15 mm e 0,20 mm, na PL de 20 W e EC de 0,08 mm, cujos respectivos resultados foram 12,47 mm (contração 4,0%) e 12,70 mm (contração de 2,3%), referentes ao lado x. No entanto, na maioria dos casos, a alteração apenas do EV não influenciou nos resultados, de acordo com o Teste de Fisher.

Na literatura foi reportado o aumento do grau de encolhimento da peça, com o aumento da velocidade e o espaçamento entre a varredura do laser, assim como, o inverso, com o aumento da espessura da camada, potência do laser, temperatura do leito de construção (WANG *et al.*, 2007).

No entanto, nos resultados em questão, foi observado o contrário, a redução do grau de encolhimento das medidas do lado x e y dos arcabouços quando o processamento foi aplicado no menor nível de EC.

A diminuição do nível EC aumenta o gradiente de temperatura entre as camadas sinterizadas e o pó em seu entorno e, conseqüentemente, aumenta a taxa de resfriamento do polímero. Portanto, espera-se um resultado de maior contração da peça produzida. Em contrapartida, a redução no valor de EC aumenta a densidade de energia (volumétrica) aplicada durante o processamento, o que pode acarretar sinterização parcial do pó circunvizinho às camadas de construção da peça, causando a sua adesão nas superfícies e, conseqüentemente, um acréscimo de suas medidas. Portanto, nas condições de processamento com a EC de 0,08 mm, a penetração da energia do laser além da região de varredura, que resultou em sinterização indesejável do pó localizado no entorno, pode ter compensado parte da contração da peça, devido à cristalização do polímero.

5.8.4. Índice de Acurácia Dimensional

O índice de acurácia dimensional referiu-se ao valor médio do conjunto das seguintes características avaliadas: desvios dimensionais do poro e do formato externo, com relação ao valor estabelecido no modelo, e grau de desnivelamento da altura dos respectivos arcabouços obtidos em cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3 (Tabela 5.7). É válido ressaltar que essas características foram discutidas nos itens 5.8.2 e 5.8.3.

Tabela 5.7: Determinação do Índice de Acurácia Dimensional.

Condição de Processamento			Análise Dimensional			
PL	EV	EC	Desvio Dimensional Poro (Dp)	Desvio Dimensional (Dd)	Grau de desnivelamento (GDA)	Acurácia Dimensional (AC)
10 W	0,15 mm	0,08 mm	0,6130	0,0296	0,8919	0,5115
10 W	0,15 mm	0,18 mm	0,3994	0,0246	0,2304	0,2181
10 W	0,15 mm	0,28 mm	0,2928	0,0289	0,1734	0,1650
10 W	0,20 mm	0,08 mm	0,5000	0,0249	0,7975	0,4408
10 W	0,20 mm	0,18 mm	0,3597	0,0214	0,1469	0,1760
10 W	0,20 mm	0,28 mm	0,3073	0,0303	0,1308	0,1561
10 W	0,25 mm	0,08 mm	0,4393	0,0237	0,7202	0,3944
10 W	0,25 mm	0,18 mm	0,3134	0,0237	0,1363	0,1578
10 W	0,25 mm	0,28 mm	0,3110	0,1333	0,1321	0,1921
15 W	0,15 mm	0,08 mm	0,6621	0,0284	1	0,5635
15 W	0,15 mm	0,18 mm	0,5000	0,0317	0,4738	0,3351
15 W	0,15 mm	0,28 mm	0,4164	0,0291	0,3142	0,2532
15 W	0,20 mm	0,08 mm	0,5909	0,0360	0,8053	0,4774
15 W	0,20 mm	0,18 mm	0,4034	0,0289	0,2995	0,2439
15 W	0,20 mm	0,28 mm	0,3813	0,0327	0,2574	0,2238

Tabela 5.7: Continuação da Determinação do Índice de Acurácia Dimensional.

Condição de Processamento			Análise Dimensional			
PL	EV	EC	Desvio Dimensional Poro (Dp)	Desvio Dimensional (Dd)	Grau de desnivelamento (GDA)	Acurácia Dimensional (AC)
15 W	0,25 mm	0,08 mm	0,5161	0,0273	0,5351	0,3595
15 W	0,25 mm	0,18 mm	0,3829	0,0267	0,3310	0,2468
15 W	0,25 mm	0,28 mm	0,3541	0,0342	0,3423	0,2435
20 W	0,15 mm	0,08 mm	0,7256	0,0316	0,9485	0,5686
20 W	0,15 mm	0,18 mm	0,6927	0,0374	0,5852	0,4384
20 W	0,15 mm	0,28 mm	0,6619	0,0370	0,3985	0,3658
20 W	0,20 mm	0,08 mm	0,6649	0,0276	0,8156	0,5027
20 W	0,20 mm	0,18 mm	0,5705	0,0333	0,5171	0,3736
20 W	0,20 mm	0,28 mm	0,5157	0,0359	0,2550	0,2689
20 W	0,25 mm	0,08 mm	0,6371	0,0304	0,9872	0,5516
20 W	0,25 mm	0,18 mm	0,5048	0,0326	0,2962	0,2779
20 W	0,25 mm	0,28 mm	0,5084	0,1526	0,3108	0,3239

O índice de acurácia dimensional global mais próximo de zero indica a melhor reprodução do modelo digital, no que se refere ao conjunto de aspectos dimensionais avaliados, e o oposto, corresponde aos valores próximos a 1.

5.8.5 Porosidade dos arcabouços

A Figura 5.32 apresenta o gráfico dos resultados da porosidade dos arcabouços e o de densidade de energia do laser, referentes a cada condição de processamento.

Os resultados de porosidade apresentaram valores na faixa de $(52,77 \pm 0,88) \%$ a $(89,98 \pm 0,72) \%$, os quais variaram em função das condições de processamento SLS empregada, sendo estas diferenciadas pela combinação entre os níveis dos PL, EC e EV (Figura 5.32a)

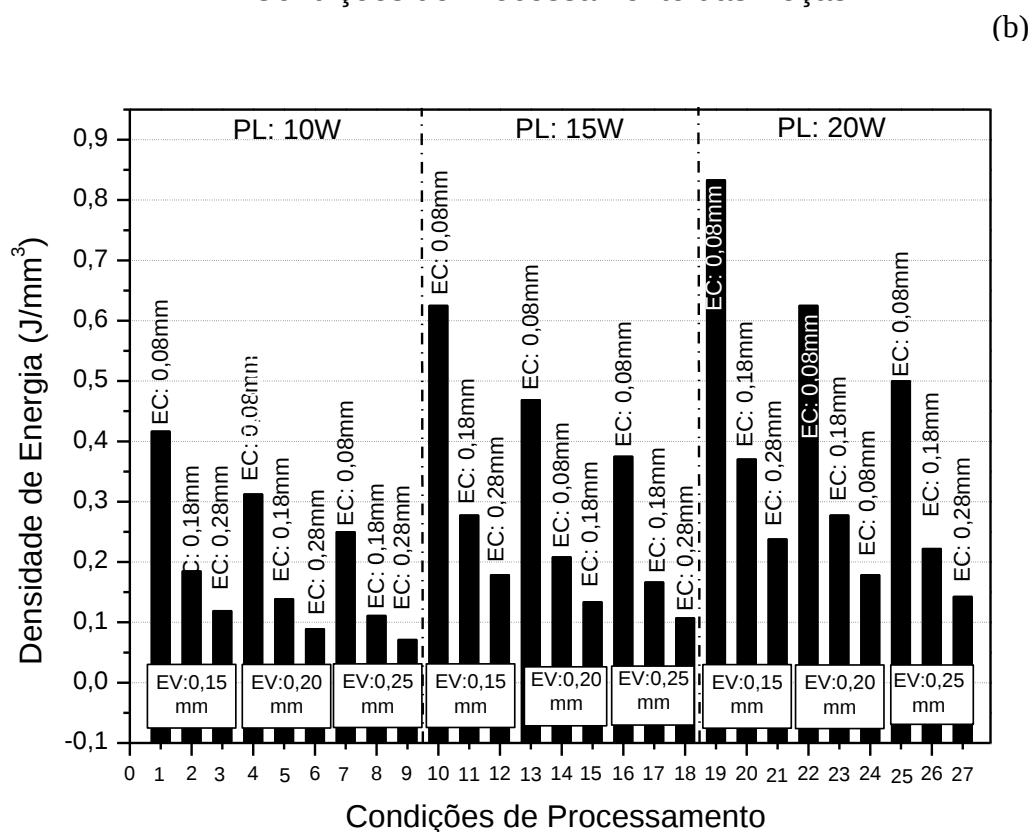
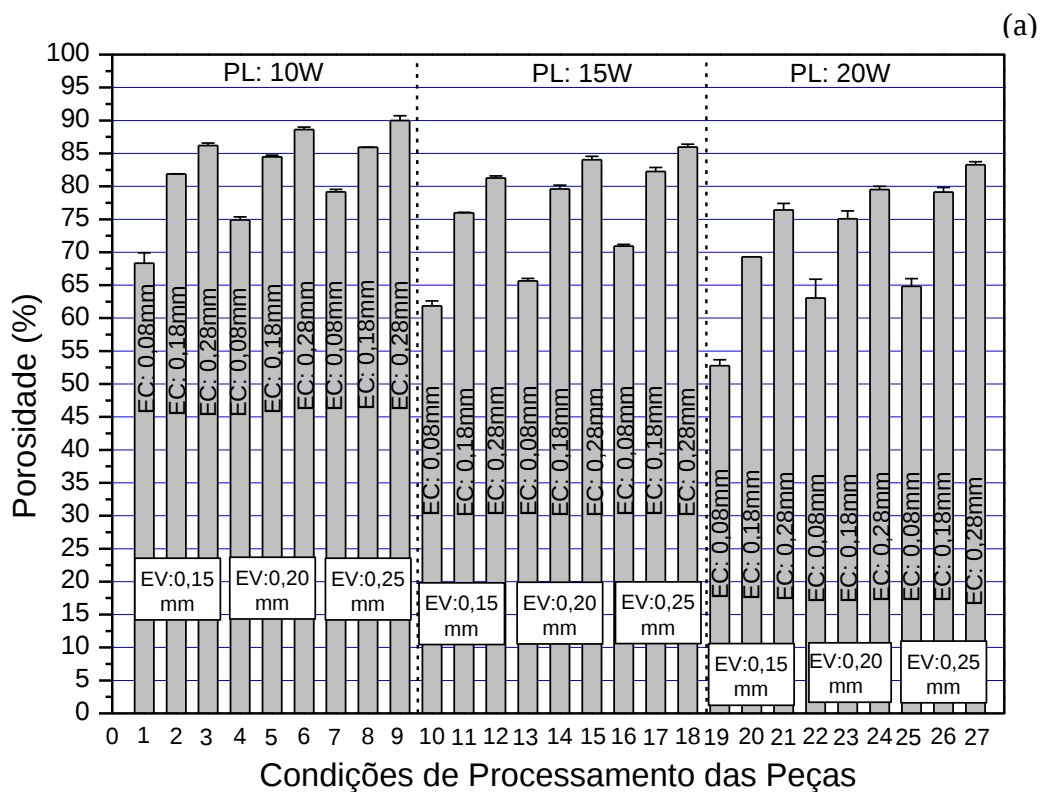


Figura 5.32: Resultado de Porosidade (a) e valores de DEv (b) para cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3 .

A partir da análise combinada dos gráficos apresentados na Figura 5.32, observou-se que os resultados de porosidade apresentaram o comportamento inverso ao do DEvolume. A comparação entre resultados obtidos em condições de processamento diferenciadas apenas pelo valor do nível de um dos parâmetros mostrou que, de forma geral, a diminuição da DEv resultou no aumento da porosidade dos arcabouços.

O aumento da densidade de energia fornecida à camada de pó durante o processamento SLS provavelmente acarretou aumento do grau de sinterização entre as partículas do polímero, o que consequentemente reduziu a ocorrência de poros não projetados na peça processada. Além disso, a redução da porosidade também foi ocasionada pela diminuição da área do poro projetado, que ocorreu com o aumento da DEv, como discutido no item 5.8.2.

O maior valor de porosidade (89,9%) correspondeu ao processamento realizado com o nível baixo de PL (10 W) e os níveis altos de EC (0,28 mm) e EV (0,25 mm), o qual resultou na densidade de energia de $0,0714 \text{ J/mm}^3$. A menor porosidade (52,7 %) foi obtida no nível oposto de tais parâmetros (PL: 20 W, EV: 0,15 mm e EC: 0,08 mm), relativo à densidade de energia de $0,8333 \text{ J/mm}^3$. Portanto, a diferença de $0,7619 \text{ J/mm}^3$ entre estes processamentos resultou na variação de porosidade em torno de 37%.

Pode-se observar que a espessura da camada de pó (EC) acarretou maior influência nos resultados de porosidade do que a PL e o EV. No caso da EC, a passagem entre o nível baixo (0,08 mm) e alto (0,28 mm) deste parâmetro acarretou variação entre os valores de porosidade de 10,8 a 23,6%, correspondente a diferença de DEvolume de $0,0397$ a $0,5953 \text{ J/mm}^3$. Quanto à variação entre o nível baixo e alto de PL, a diferença entre os resultados foi na faixa de 6,7 a 15,5 %, relativa à diferença de DEvolume de $0,0714$ a $0,4167 \text{ J/mm}^3$. Para o EV, a variação foi de 3,79 a 12 %, referente à DEvolume de $0,0476$ a $0,3333 \text{ J/mm}^3$. Ressalta-se que em cada uma das comparações realizadas os demais parâmetros foram mantidos fixos.

A variação entre o nível intermediário (0,18 mm) e alto (0,28 mm) da EC acarretou em efeitos menos significativos nos resultados, os quais resultaram em variações de 4,06 a 7,1 %, com diferenças entre as DEvolume de $0,0397$ a $0,1323 \text{ J/mm}^3$. Com relação a PL, a passagem do nível baixo (10 W) e intermediário (15 W), resultou em variações de 4 a 6,5 % (variação de DEvolume: $0,0357$ a $0,208 \text{ J/mm}^3$). Estes resultados não foram significativamente diferentes aos observados entre o nível intermediário (15 W) e alto (20 W), os quais foram de 2,67 a 9,1 % (variação de

DEvolume: 0,0357 a 0,208 J/mm³), o que pode ser explicado pela mesma faixa variação de DEvolume).

Quanto ao EV, a passagem entre o nível baixo (0,15 mm) e médio (0,20 mm), resultou em variações de 2,4 a 10,3 % (diferença entre DEvolume: 0,0298 a 0,2083 J/mm³). Em contrapartida, a faixa de variação foi mais estreita (1,35 a 1,78 %) entre o nível médio (0,20 mm) e alto (0,25 mm) de EV, que corresponde a diferença de DEvolume de 0,0178 J/mm³ a 0,1250 J/mm³), observando que a variação de DEvolume, neste caso, é menor.

A Figura 5.33 apresenta o gráfico com os resultados de porosidade plotados com relação à DEvolume.

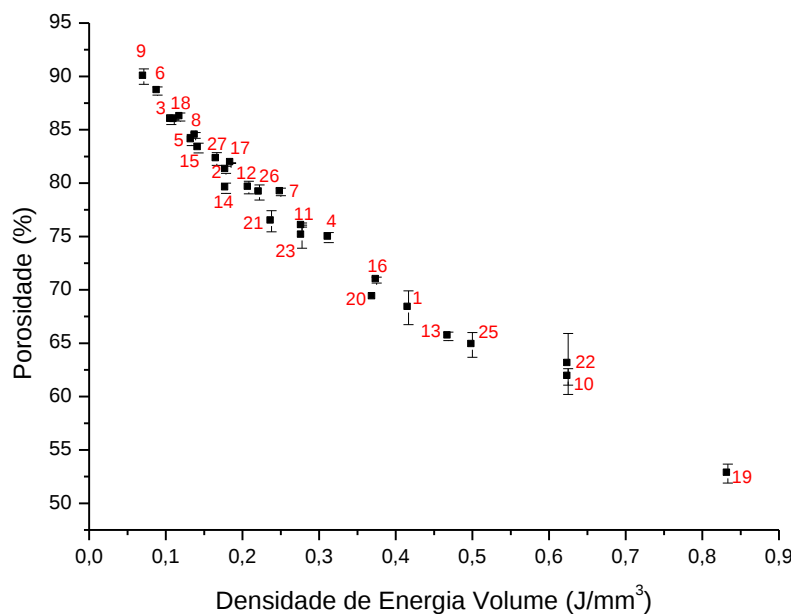


Figura 5.33: Gráfico de DEvolume versus Porosidade.

Também observou-se que algumas combinações entre os níveis dos parâmetros resultaram valores de porosidade muito próximos, o que pode ter sido ocasionado pela proximidade entre os valores DEvolume. Os resultados demonstraram que, de uma forma geral, pequenas variações de DEvolume não causaram efeito na porosidade dos arcabouços.

Arcabouços de elevada porosidade (em torno de 90%) foram reportados como favoráveis à regeneração óssea (Ma *et al.*, 2001). No entanto, arcabouços com

porosidade de 75% também exibiram elevado grau de adesão, crescimento e diferenciação osteogênica, conforme reportado no trabalho de XU *et al.*, 2011.

5.8.6. Propriedades Mecânicas Compressivas dos Arcabouços

As Figuras 5.34 e 5.35 apresentam os gráficos dos resultados de módulo e resistência compressiva dos arcabouços e o gráfico de densidade de energia do laser, referentes a cada condição de processamento.

As propriedades mecânicas compressivas dos arcabouços apresentaram uma ampla faixa de valores, as quais variaram em função das condições de processamento SLS empregada. Os valores de módulo e resistência compressiva ficaram na faixa de $(0,04 \pm 0,01)$ MPa a $(108,96 \pm 16,33)$ MPa e $(0,0050 \pm 0)$ a $(5,41 \pm 0,27)$ MPa respectivamente, como observado nas Figuras 5.34 e na Tabela 7 do anexo 2.

A partir da análise combinada dos gráficos apresentados nas Figuras 5.34 e 5.35, observou-se que os resultados de módulo e resistência compressiva apresentaram o mesmo comportamento observado na DEvolume. A comparação entre resultados obtidos em condições de processamento diferenciadas apenas pelo valor do nível de um dos parâmetros mostrou que, de forma geral, o aumento da DEv resultou no aumento das propriedades mecânicas dos arcabouços.

O maior valor de módulo (108,9 MPa) e resistência compressiva (5,4 MPa) corresponde ao processamento realizado com nível alto de PL (20 W) e níveis baixos de EV (0,15 mm) e EC (0,08 mm), que refere-se a DEvolume de $0,8333 \text{ J/mm}^3$. Enquanto que, o valor mais baixo de módulo (0,04 MPa) e resistência (0,005 MPa) foi obtida no nível oposto de tais parâmetros (PL: 10 W, EV: 0,25 mm e EC: 0,28 mm), relativo a DEvolume de $0,0714 \text{ J/mm}^3$. Portanto, a diferença de $0,7619 \text{ J/mm}^3$ entre estes processamentos resultou em uma variação significativa nas propriedades mecânicas dos modelos físicos.

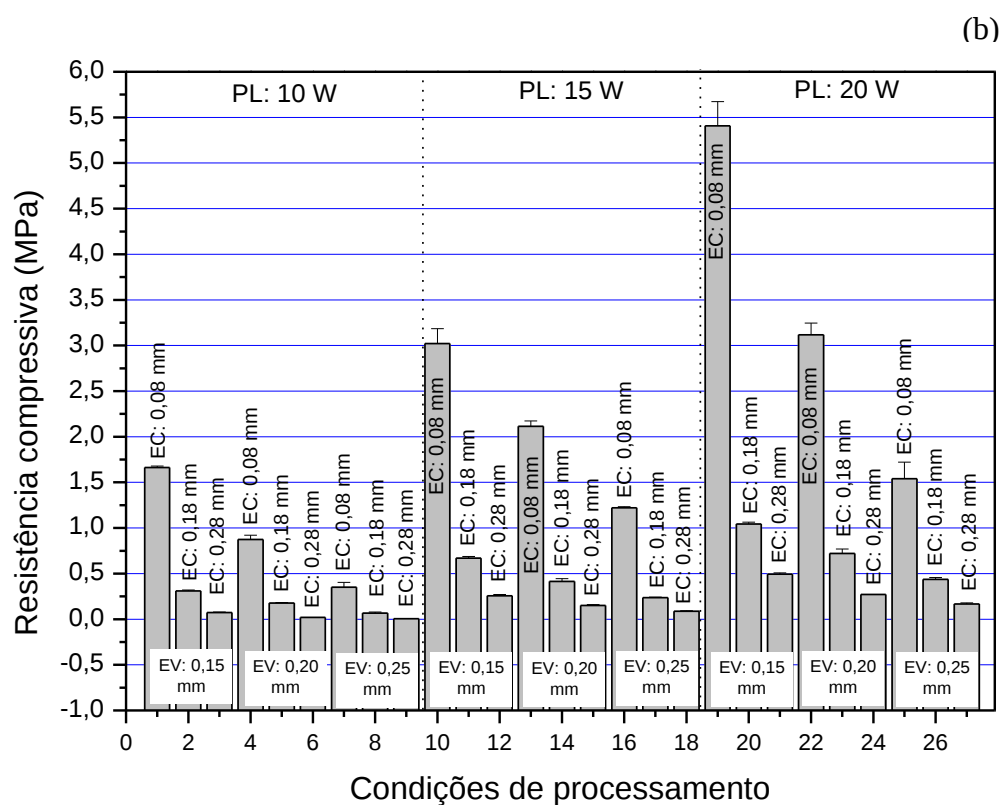
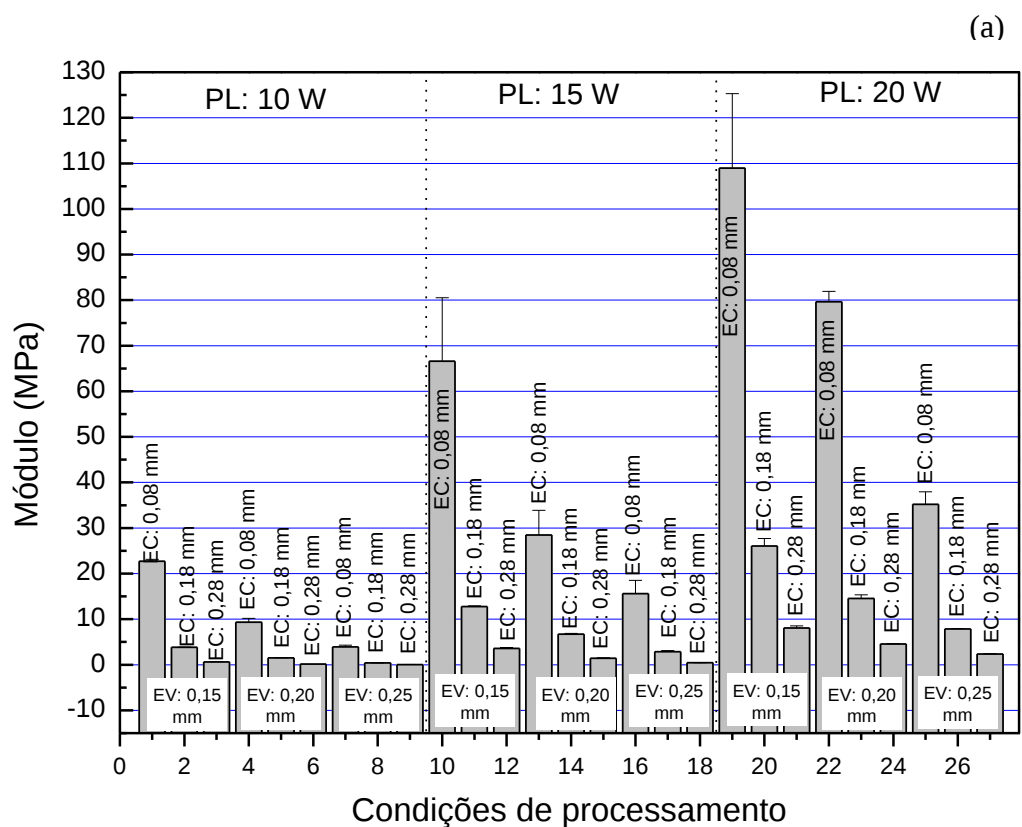


Figura 5.34: Resultado de propriedades mecânicas compressivas dos arcabouços (a) módulo e (b) resistência

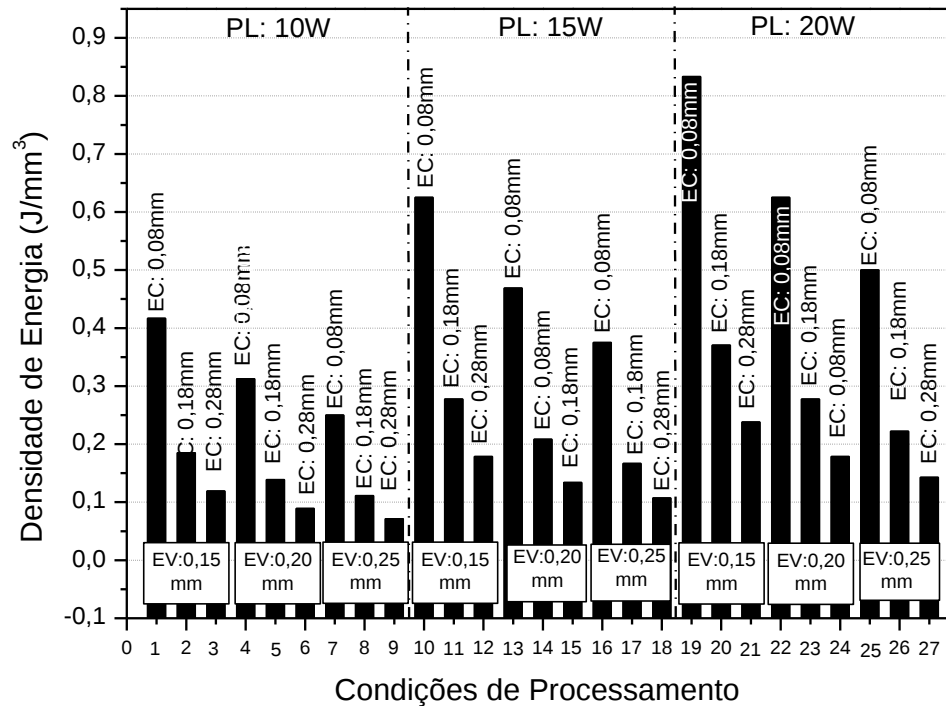


Figura 5.35: Valores de DEvolume correspondente a cada condição de processamento.

Pode-se observar que a EC acarretou maior influência nas propriedades mecânicas dos arcabouços do que a PL e o EV. No caso da EC, a passagem entre o nível baixo (0,08 mm) e alto (0,28 mm) deste parâmetro acarretou em variações nos valores de módulo e de resistência compressiva nas respectivas faixas de 3,89 a 100,8 MPa e a 0,345 a 4,91 MPa, as quais ambas correspondem a diferença de DEvolume de 0,1786 a 0,5953 J/mm³. Quanto à variação entre o nível baixo e alto de PL, a diferença entre os resultados de propriedades mecânicas foram nas faixas de 2,31 a 86,2 MPa (módulo) e 0,162 a 3,74 MPa (resistência), ambas relativas as diferenças de DEvolume de 0,0714 a 0,4167 J/mm³. Para o EV, a variação foi de 0,58 a 73,78 MPa (módulo) e de 0,07 a 3,86 MPa (resistência), referente a DEvolume de 0,0476 a 0,3333 J/mm³. Ressalta-se que em cada uma das comparações realizadas os demais parâmetros foram mantidos fixos.

Pode-se observar na Figura 5.34, que a variação entre os níveis baixo (0,08 mm) e médio de EC (0,18 mm) acarretou maior influência nos resultados do que os obtidos entre os níveis médio (0,18 mm) e alto de EC (0,28 mm) deste parâmetro. Os resultados mostraram uma diferença nas faixas de 3,52 a 82,83 MPa (módulo) e de 0,28 a 4,36 MPa (resistência) para a primeira situação (0,08 mm – 0,18 mm), relativo a diferença entre as DEvolume de 0,1389 a 0,463 J/mm³. No caso da segunda (0,18 mm – 0,28

mm), as variações entre os resultados foram nas faixas de 0,37 a 18 MPa (módulo) e de 0,06 a 0,55 MPa (resistência), o que corresponde a diferenças as DEvolume de 0,0397 a 0,1323 J/mm³.

Com relação a PL, a passagem do nível baixo (10 W) e intermediário (15 W), resultou em variações entre os resultados de 0,42 a 43,9 MPa (módulo) e de 0,08 a 1,35 MPa (resistência) (variação de DEvolume de 0,0357 a 0,2084 J/mm³). Estes resultados foram próximos aos observados entre o nível médio (15 W) e alto (20 W) de tal parâmetro, o quais apresentaram as faixas de 0,29 a 42,34 MPa (módulo) e de 0,08 a 2,38 MPa, o que pode ser explicado pela mesma faixa variação de DEvolume (0,0357 a 0,208 J/mm³).

Quanto ao EV, a passagem entre o nível baixo (0,15 mm) e médio (0,20 mm), resultou em variações na faixa de 0,46 a 29,3 MPa (módulo) e 0,05 a 2,3 MPa (resistência), correspondente a variações de DEvolume de 0,0298 a 0,2083 J/mm³. Em contrapartida, a faixa de variação foi de 0,12 a 44,5 MPa (módulo) e de 0,07 a 1,57 MPa (resistência) entre o nível médio (0,20 mm) e alto (0,25 mm) de EV, que corresponde a diferença de DEvolume de 0,0178 J/mm³ a 0,1250 J/mm³). No entanto, observou-se que, apesar do limite superior da faixa de DEvolume apresentar um valor menor, o resultado correspondente da variação entre os módulos foi maior do que o observado entre o nível baixo e médio.

Conforme reportado na literatura, o osso trabecular humano apresenta valores variáveis de módulo compressivo e de resistência compressiva, que se distinguem pela localização, idade e sexo do indivíduo e direção do carregamento, dentre outros. Os valores de módulos reportados estão nas faixas de 1 a 624 MPa, 6 a 1524 MPa e 16 a 1113 MPa, sendo os principais com valores entre 123 a 287 MPa. Para a resistência compressiva foi reportado valores entre 0,10 a 9,60, 0,51 a 14,56 MPa e 0,58 a 16 MPa, sendo os principais na faixa de 2,58 a 4,63 MPa (GOULET *et al.*, 1994).

Desta forma, os resultados de propriedades mecânicas dos arcabouços obtidos nos processamentos realizados no nível alto de EC (0,28 mm) combinado com níveis baixo de PL (10 W) e em todos EV (0,15 mm, 0,20 mm e 0,25 mm) indicam a não aplicabilidade dos mesmos à regeneração óssea. Os arcabouços obtidos com a combinação de nível alto de EC (0,28 mm) e de EV (0,25 mm), com o nível intermediário de PL (15W) e a do nível intermediário de EC (0,18 mm), com baixo de PL (10W) e alto de EV (0,25 mm) também não apresentam propriedades mecânicas apropriadas para o uso em tecido ósseo.

Nas condições de processamento, representadas pelos n°. 2, 5, 7, 12, 15, 17, 24 e 27, os arcabouços construídos apresentaram valores de módulo de 1,42 – 4,54 MPa, que não atendem às propriedades mecânicas necessárias a todas direções de carregamento.

Quanto aos demais resultados, estes foram inferiores aos valores de módulos da faixa principal (123 a 287 MPa), a qual abrange um maior número de tipo ósseo. Foram obtidos arcabouços com valores de módulo nas faixas de 6,69 a 12,77 MPa (condições de processamento de n°. 4, 11, 14, 21 e 26), de 14,55 a 35,18 MPa (condições de processamento de n°. 1, 13, 16, 20, 23 e 25) e de 66,6 a 108,9 MPa (condições de processamento de n° 10, 19, 22). As combinações entre os níveis dos parâmetros que resultaram nos maiores valores de módulo foram as de: nível alto de PL (20 W), nível baixo de EC (0,08 mm) e nível baixo (0,15 mm) ou intermediário de EV (0,20 mm), e a de nível intermediário de PL (15 W), níveis baixos de EV e de EC.

5.9. Planejamento Fatorial Completo

A Tabela 5.8 apresenta os resultados obtidos para seguintes características finais dos arcabouços: índice de distorção ou delaminação (ID – item 5.8.1 e Tabela 1 do anexo), índice de acurácia dimensional (AC – item 5.8.4 e Tabelas 2 – 5 do anexo), fator de porosidade (FP – item 5.8.5 e Tabela 6 do anexo) e fator de propriedades mecânicas compressivas (PC – item 5.8.6 e Tabela 07 do anexo), os quais estão expressos na forma normalizada, para cada uma das combinações dos parâmetros (potência de laser, espaçamento entre as varreduras e espessura da camada) estabelecidas no planejamento fatorial completo 3^3 . É válido ressaltar que esse planejamento fatorial foi realizado sem réplicas. Os valores mais próximo de 0 indica os melhores resultados das respectivas características e o oposto corresponde aos valores próximos a 1.

Os testes estatísticos realizados no tratamento dos resultados foram precedidos dos testes de normalidades dos dados, no qual é a condição primordial para aplicação dos mesmos. O anexo 2 (Figuras 04 a 07) apresenta o gráfico de probabilidade normal de resíduos e o teste de Shapiro-Wilk, referente a cada um dos parâmetros respostas avaliados no planejamento fatorial completo 3^3 .

Tabela 5.8: Características Finais dos Arcabouços (ID, AC, FP e PC), expresso na forma normalizada, para cada condição de processamento estabelecida no planejamento fatorial completo 3^3 , sem réplicas.

N° de Testes	Fatores			Variáveis Respostas			
	PL (W)	EV (mm)	EC (mm)	ID	AC	FP	PC
1	-1 (10)	-1 (0,15)	-1 (0,08)	1,00	0,5115	0,2406	0,7419
2	-1 (10)	-1 (0,15)	0 (0,18)	0,25*	0,2181	0,0900	0,9538
3	-1 (10)	-1 (0,15)	1 (0,28)	0,50	0,1650	0,0420	0,9903
4	-1 (10)	0 (0,20)	-1 (0,08)	0,75	0,4408	0,1676	0,8764
5	-1 (10)	0 (0,20)	0 (0,18)	0,25*	0,1760	0,0612	0,9768
6	-1 (10)	0 (0,20)	1 (0,28)	0,75	0,1561*	0,0150	0,9974
7	-1 (10)	1 (0,25)	-1 (0,08)	0,75	0,3944	0,1201	0,9495
8	-1 (10)	1 (0,25)	0 (0,18)	0,25*	0,1578	0,0450	0,9919
9	-1 (10)	1 (0,25)	1 (0,28)	1,00	0,1921	0*	0,9993
10	0 (15)	-1 (0,15)	-1 (0,08)	1,00	0,5635	0,3126	0,4150
11	0 (15)	-1 (0,15)	0 (0,18)	0,50	0,3351	0,1556	0,8794
12	0 (15)	-1 (0,15)	1 (0,28)	0,25*	0,2532	0,0970	0,9597
13	0 (15)	0 (0,20)	-1 (0,08)	1,00	0,4774	0,2704	0,6739
14	0 (15)	0 (0,20)	0 (0,18)	0,25*	0,2439	0,1155	0,9310
15	0 (15)	0 (0,20)	1 (0,28)	0,25*	0,2238	0,0660	0,9795
16	0 (15)	1 (0,25)	-1 (0,08)	0,75	0,3595	0,2118	0,8155
17	0 (15)	1 (0,25)	0 (0,18)	0,25*	0,2468	0,0857	0,9649
18	0 (15)	1(0,25)	1 (0,28)	0,50	0,2435	0,0447	0,9898
19	1 (20)	-1 (0,15)	-1 (0,08)	1,00	0,5686	0,4134	0*
20	1 (20)	-1 (0,15)	0 (0,18)	0,75	0,4384	0,2298	0,7838
21	1 (20)	-1 (0,15)	1 (0,28)	0,50	0,3658	0,1506	0,9173
22	1 (20)	0 (0,20)	-1 (0,08)	1,00	0,5027	0,2992	0,3463
23	1 (20)	0 (0,20)	0 (0,18)	0,50	0,3736	0,1655	0,8666
24	1 (20)	0 (0,20)	1 (0,28)	0,25*	0,2689	0,1162	0,9541
25	1 (20)	1 (0,25)	-1 (0,08)	1,00	0,5516	0,2794	0,7124
26	1 (20)	1 (0,25)	0 (0,18)	0,50	0,2779	0,1205	0,9236
27	1 (20)	1(0,25)	1 (0,28)	0,25*	0,3239	0,0743	0,9737

* Indica os melhores resultados em cada parâmetro resposta avaliado.

5.9.1. Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre o índice de distorção ou delaminação (ID) do arcabouço

O tratamento estatístico do conjunto de dados experimentais relacionado às corridas incluídas no planejamento fatorial foi realizado para a determinação da importância de cada fator e suas interações propostas no modelo (linear e quadrático) para descrever o parâmetro resposta ID, com objetivo de determinar o modelo de regressão e a superfície resposta.

A Tabela 5.9 apresenta os resultados obtidos por meio da Análise de Variância (ANOVA), os quais fornecem a análise da significância dos efeitos e dos coeficientes de regressão do modelo (variáveis escalonadas), utilizando a estatística do Teste F (distribuição de Fisher). Os fatores e interações significativos para o modelo referem-se aos valores de nível $p < 0,05$, nos quais correspondem ao $F_{\text{calculado}}$ (MQR/MQE) $> F_{\text{tabelado}}$ (valor tabelado para percentuais da distribuição F, com 95 % de confiança). Como observado na ANOVA, essa situação foi observada somente para a EC linear e quadrática, e para interação dos termos lineares do EV e EC. A Figura 5.36 apresenta o Gráfico de Pareto, onde se pode distinguir, rapidamente, os efeitos significativos, que correspondem às barras que ultrapassam a linha divisória ($p = 0,05$), além do nível de significância dos mesmos.

Tabela 5.9: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta ID.

ANOVA; Var.:ID; R-sqr=,92843; Adj.:76741 (Plan_var ID AC FP PC_3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,021412 DV: ID						
Factor	SS	df	MS	F	p	
(1)Potência(L)	0,003472	1	0,003472	0,16216	0,697720	
Potência(Q)	0,056713	1	0,056713	2,64865	0,142289	
(2)Espaçamento(L)	0,013889	1	0,013889	0,64865	0,443873	
Espaçamento(Q)	0,018519	1	0,018519	0,86486	0,379588	
(3)Espessura(L)	0,888889	1	0,888889	41,51351	0,000200	
Espessura(Q)	0,560185	1	0,560185	26,16216	0,000913	
1L by 2L	0,046875	1	0,046875	2,18919	0,177248	
1L by 2Q	0,001736	1	0,001736	0,08108	0,783070	
1Q by 2L	0,001736	1	0,001736	0,08108	0,783070	
1Q by 2Q	0,000579	1	0,000579	0,02703	0,873495	
1L by 3L	0,255208	1	0,255208	11,91892	0,008664	
1L by 3Q	0,210069	1	0,210069	9,81081	0,013968	
1Q by 3L	0,043403	1	0,043403	2,02703	0,192333	
1Q by 3Q	0,000579	1	0,000579	0,02703	0,873495	
2L by 3L	0,083333	1	0,083333	3,89189	0,083981	
2L by 3Q	0,027778	1	0,027778	1,29730	0,287662	
2Q by 3L	0,006944	1	0,006944	0,32432	0,584652	
2Q by 3Q	0,002315	1	0,002315	0,10811	0,750750	
Error	0,171296	8	0,021412			
Total SS	2,393519	26				

* $F_{0,05;1;8}$ (tabelado) = 5,3177

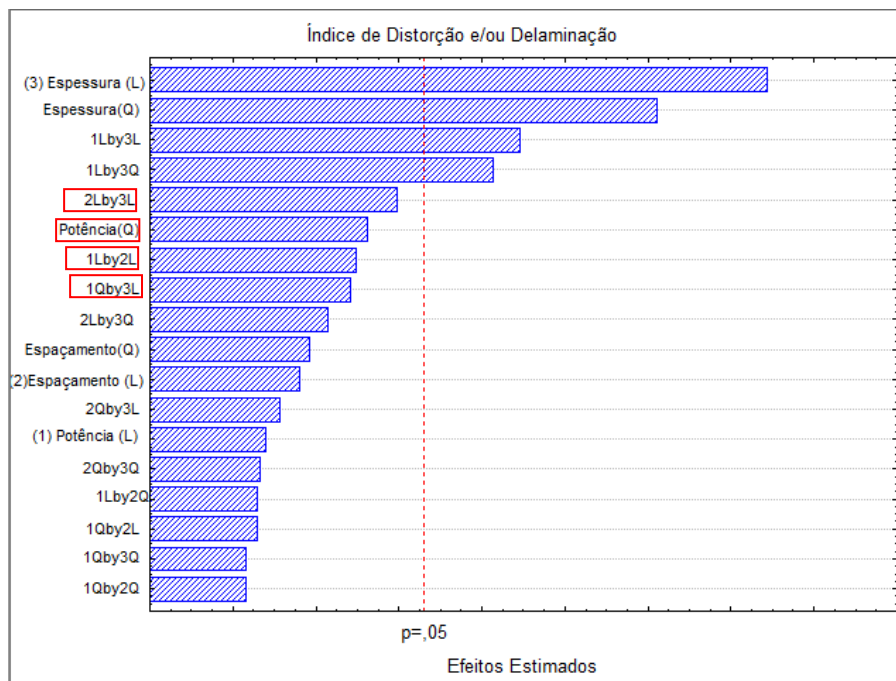


Figura 5.36: Gráfico de Pareto relativo ao tratamento estatístico da variável resposta ID

Ressalta-se que, o coeficiente de determinação (R^2) obtido na análise de variância indica que o modelo explica 92,84 % da variância. A remoção dos efeitos não significativos ($p > 0,05$) resultou numa piora no ajuste no modelo, a qual foi observada pela diminuição do coeficiente de determinação ajustado (R^2_{ajus}) de 0,7674 para 0,7634. Entretanto, quando incluído ao modelo o efeito da interação $2Lby3L$ ($p = 0,083$), que é considerado um efeito marginal, devido à proximidade dos respectivos valores p com o nível de significância de 0,05, o R^2_{ajus} teve um aumento, passando para 0,7952 (Tabela 5.10).

Tabela 5.10: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta ID, considerando os fatores marginais.

ANOVA; Var.:ID; R-sqr=,83462; Adj:,79525 (Plan_var ID AC FP PC_					
3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0188492					
DV: ID					
Factor	SS	df	MS	F	p
(3)Espessura(L)	0,888889	1	0,888889	47,15789	0,000001
Espessura(Q)	0,560185	1	0,560185	29,71930	0,000021
1L by 3L	0,255208	1	0,255208	13,53947	0,001394
1L by 3Q	0,210069	1	0,210069	11,14474	0,003117
2L by 3L	0,083333	1	0,083333	4,42105	0,047734
Error	0,395833	21	0,018849		
Total SS	2,393519	26			

$F_{0,05; 1, 21} = 4,3248$

A adição gradativa de outros efeitos não significativos, considerando primeiro os que mais se aproximam do nível de significância p (0,05), indicou que a inclusão de mais quatro fatores no modelo (incluindo o marginal), resultou em melhor ajuste, tendo em vista o aumento do R^2_{ajus} (0,8498), como observado na Tabela 5.11. Os efeitos incluídos no modelo são evidenciados (detalhe vermelho) no gráfico de pareto (Figura 5.28).

Tabela 5.11: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta ID, incluindo quatro efeitos não significativos.

ANOVA; Var.:ID; R-sqr=,89603; Adj:,84983 (Plan_var ID AC FP PC_3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0138246 DV: ID						
Factor	SS	df	MS	F	p	
Potência(Q)	0,056713	1	0,056713	4,10233	0,057913	
(3)Espessura(L)	0,888889	1	0,888889	64,29767	0,000000	
Espessura(Q)	0,560185	1	0,560185	40,52093	0,000005	
1L by 2L	0,046875	1	0,046875	3,39070	0,082107	
1L by 3L	0,255208	1	0,255208	18,46047	0,000434	
1L by 3Q	0,210069	1	0,210069	15,19535	0,001054	
1Q by 3L	0,043403	1	0,043403	3,13953	0,093343	
2L by 3L	0,083333	1	0,083333	6,02791	0,024480	
Error	0,248843	18	0,013825			
Total SS	2,393519	26				

$F_{0,05; 1, 18} = 4,4139$

A Tabela 5.12 apresenta os efeitos e o coeficiente de regressão (variáveis escalonadas) do modelo reduzido.

Tabela 5.12: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta ID.

Effect Estimates; Var.:ID; R-sqr=,89603; Adj:,84983 (Plan_var ID AC FP PC_correção ID) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0138246 DV: ID										
Factor	Effect	Std.Err.	t(18)	p	-95, % Cnf.Limt	+95, % Cnf.Limt	Coeff.	Std.Err. Coeff.	-95, % Cnf.Limt	+95, % Cnf.Limt
Mean/Interc.	0,592593	0,022628	26,18858	0,000000	0,545053	0,640132	0,592593	0,022628	0,545053	0,640132
Potência(Q)	-0,097222	0,048001	-2,02542	0,057913	-0,198069	0,003624	-0,048611	0,024001	-0,099034	0,001812
(3)Espessura(L)	-0,444444	0,055427	-8,01858	0,000000	-0,560892	-0,327997	-0,222222	0,027713	-0,280446	-0,163999
Espessura(Q)	-0,305556	0,048001	-6,36561	0,000005	-0,406402	-0,204709	-0,152778	0,024001	-0,203201	-0,102355
1L by 2L	-0,125000	0,067884	-1,84138	0,082107	-0,267618	0,017618	-0,062500	0,033942	-0,133809	0,008809
1L by 3L	-0,291667	0,067884	-4,29656	0,000434	-0,434285	-0,149048	-0,145833	0,033942	-0,217143	-0,074524
1L by 3Q	0,229167	0,058789	3,89812	0,001054	0,105656	0,352678	0,114583	0,029395	0,052828	0,176339
1Q by 3L	-0,104167	0,058789	-1,77187	0,093343	-0,227678	0,019344	-0,052083	0,029395	-0,113839	0,009672
2L by 3L	0,166667	0,067884	2,45518	0,024480	0,024048	0,309285	0,083333	0,033942	0,012024	0,154643

O modelo de regressão reduzido para a variável resposta índice de distorção e/ou delaminação pode ser descrito pela Equação 5.1, utilizando os coeficientes referentes às variáveis escalonadas, apresentada na Tabela 5.12.

$$ID = \begin{bmatrix} 0,59 - 0,05PL^2 - 0,03EV^2 - 0,22EC - 0,15EC^2 - 0,06PL \times EV \\ - 0,14PL \times EC + 0,11PL \times EC^2 - 0,05PL^2 \times EC + 0,08EV \times EC \end{bmatrix} \quad \text{Equação 5.1}$$

Entretanto, apesar da melhora no R^2_{ajus} , o modelo ainda não descreve satisfatoriamente os dados experimentais, uma vez que o mesmo é considerado baixo e, também, devido ao comportamento apresentado no gráfico de valores previstos versus observados, onde os dados experimentais estão distantes da reta (Figura 5.37). Também, cabe ressaltar que, não há réplicas nas corridas, o que impossibilitou a determinação do erro experimental.

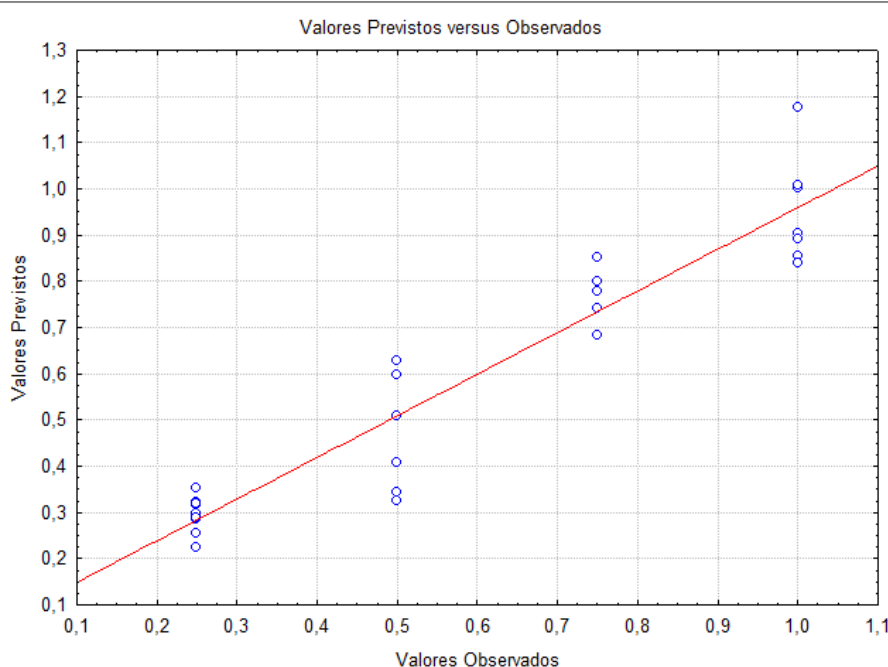


Figura 5.37.: Gráfico dos valores previstos *versus* valores observados (variável resposta ID).

A Figura 5.38 apresenta a superfície de resposta gerada para os fatores PL e EC, no nível baixo de EV (0,15 mm), considerando o modelo reduzido, o qual mostra a suposta condição de máxima qualidade do arcabouço (valor mínimo de ID), por meio da região com coloração verde mais intensa.

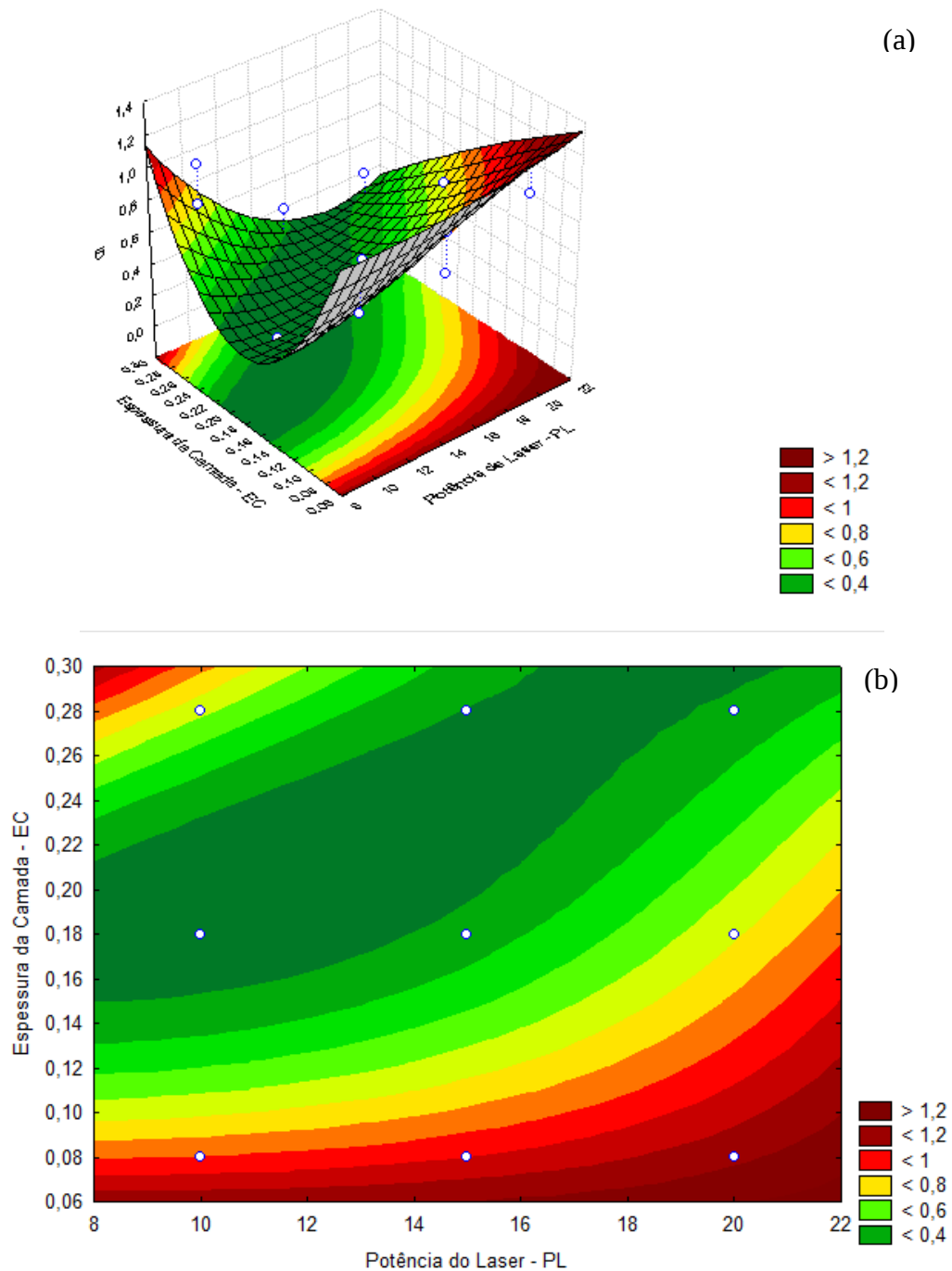


Figura 5.38: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta ID (a) e Curva de Nível correspondente

A superfície de resposta mostrou que valores de EC inferiores a 0,12 mm, independente da faixa de PL de 8 a 22 W resultam em ID acima de 0,6, o qual corresponde arcabouços de dano moderado na base a distorções estruturais acentuadas. Em contrapartida, em EC acima de 0,24 mm e em PL baixas (até 13 W), os resultados

previstos no modelo correspondem a delaminações de fraca a acentuada (causando a fragilidade da peça). Também observou-se que existe combinações entre PL e EC, descrita por uma relação direta entre tais fatores, as quais as respostas ID estão previstas ser mais próxima de zero (melhor qualidade). A região de ótimo corresponde a uma faixa de EC de 0,15 mm a 0,30 mm. Pode-se identificar no gráfico de curva de nível que o ID é mais sensível à mudança da EC do que da PL.

A discussão dos resultados relativos ao índice de distorção ou delaminação do arcabouço realizada no item 5.8.1 pode ser corroborada por meio da análise dos gráficos de médias marginais, apresentados na Figura 5.39 e 5.40, os quais permitem a visualização dos melhores níveis para os três fatores avaliados no planejamento experimental.

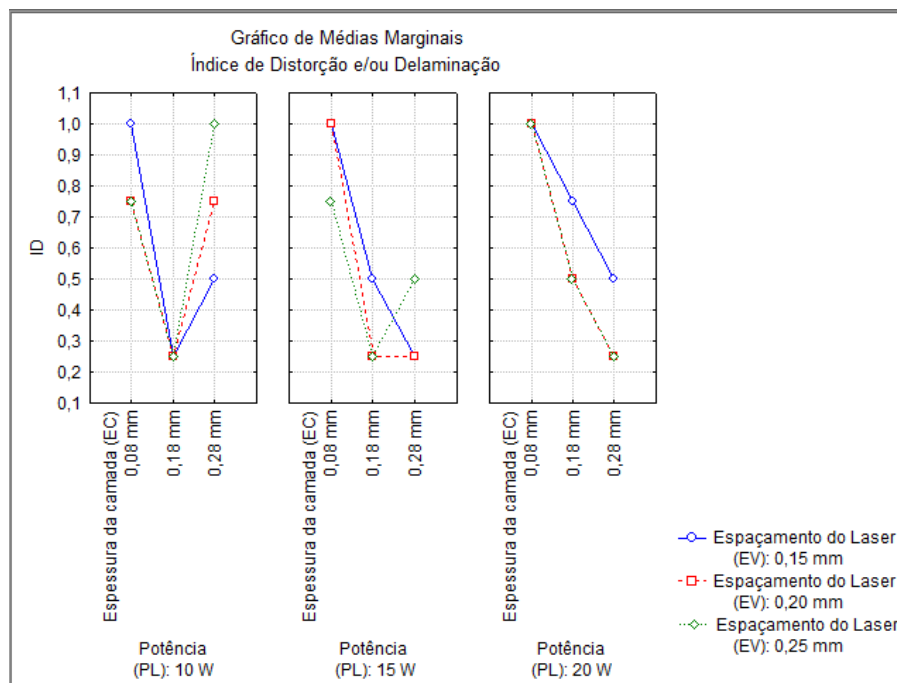


Figura 5.39: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis da EC e de EV na variável resposta ID, mantendo fixo a PL.

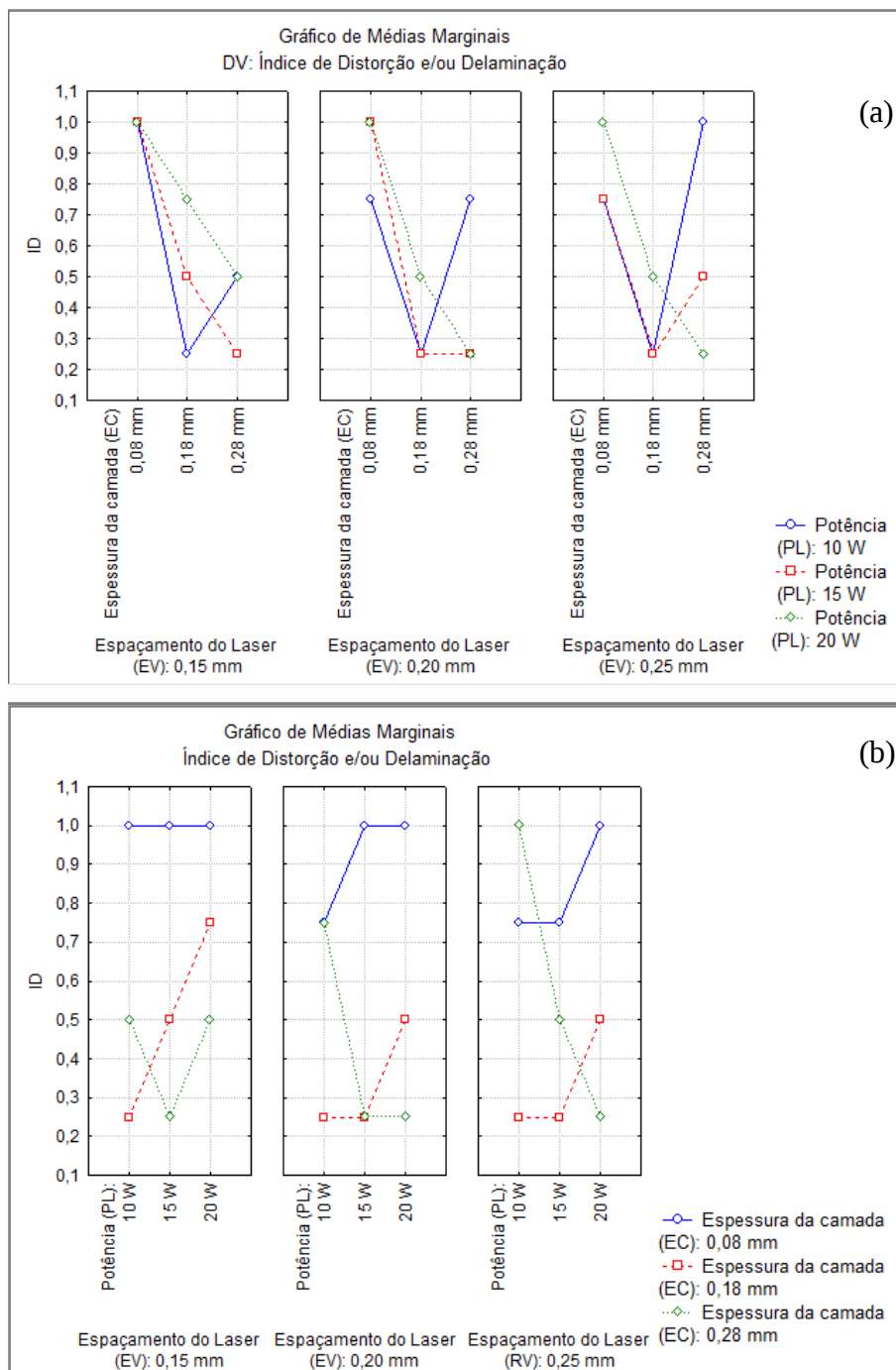


Figura 5.40: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de PL e de EC na variável resposta ID, mantendo fixo o EV.

De acordo com a análise dos gráficos de médias marginais concluiu-se que, o menor ID, no qual representa os arcabouços de melhor qualidade (menor grau de distorção ou delaminação), foram obtidos nas seguintes combinações: nível intermediário de EC e níveis baixos de EV e de PL (1º situação); nível alto de EC, nível baixo de EV e nível intermediário de PL (2º situação); níveis intermediários de EC e de

EV, em ambos os níveis baixo ou médio de PL (3° e 4° situação); nível alto de EC e intermediário de EV, em ambos os níveis médio e alto de PL (5° e 6° situação); níveis intermediários de EC e nível alto de EV, em ambos os níveis baixos e médios de PL (7° e 8° situação) e níveis altos de EC, EV e PL (9° situação).

Também, observou-se que o nível baixo da EC (0,08 mm) combinado a qualquer um dos níveis das variáveis PL e EV resultou em arcabouços com distorção de moderada a acentuada, os quais apresentaram o ID máximo (1,0), na maioria das combinações. Ressalta-se que, a variação do nível alto para o baixo da PL, na condição de EC de 0,08 mm e EV de 0,15 mm não resultou em qualquer efeito no valor de ID (1,0). Nos demais níveis de EV, foi observada a redução do índice de distorção de 1,0 para 0,75 com a diminuição da PL (Figura 5.40a).

Com relação ao maior ID (1,0), referente aos arcabouços de grau de delaminação entre as camadas mais acentuado, que resultou em elevada fragilidade da peça com o manuseio, este foi resultante do nível alto de EC e de EV, e do nível baixo de PL.

Também, observou-se que, no nível alto de PL (20 W), as curvas referentes ao nível médio e alto de EV se sobrepuseram, indicando que essa variação do EV não resultou em qualquer efeito nos resultados (Figura 5.39).

Adicionalmente, a análise dos gráficos de médias marginais também fornece informações acerca da interação entre os fatores. Pode-se observar em todos os gráficos o não paralelismo entre as curvas, com exceção das curvas sobrepostas supracitadas, havendo na maior parte dos casos, o seu cruzamento, o que indica a ocorrência de interação entre a PL e a EC, em todos os níveis de EV (Figuras 5.39 e 5.40) e entre a EC e o EV, exceto no nível médio e alto de EV, na PL de 20W (curvas sobrepostas).

5.9.2. Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre a acurácia dimensional dos arcabouços.

O índice de acurácia dimensional refere-se ao valor médio do conjunto das seguintes características avaliadas: desvios dimensionais do poro e do formato externo, com relação ao valor estabelecido no modelo, e grau de desnivelamento da altura dos respectivos arcabouços obtidos em cada condição de processamento incluída no planejamento fatorial 3^3 (Anexo 2 Tabela 2 – 5).

O índice de acurácia dimensional global mais próximo de zero indica a melhor reprodução do modelo digital, no que se refere ao conjunto de aspectos dimensionais avaliados, e o oposto, corresponde aos valores próximos a 1.

O tratamento estatístico do conjunto de dados experimentais relacionado às corridas incluídas no planejamento fatorial foi realizado para a determinação da importância de cada fator e suas interações propostas no modelo (duas interações - linear e quadrático) para descrever o parâmetro resposta AC.

A Tabela 5.13 apresenta os resultados obtidos por meio da Análise de Variância (ANOVA), a qual fornece a análise da significância dos efeitos e dos coeficientes de regressão do modelo, utilizando a estatística do Teste F (distribuição de Fisher). Como observado na ANOVA, somente os termos lineares da PL e do EV a EC (linear e quadrática) foram significativos ($p < 0,05$). A Figura 5.41 apresenta o gráfico de pareto, onde se pode distinguir, rapidamente, os efeitos significativos, que correspondem às barras que ultrapassam a linha divisória ($p = 0,05$), além do nível de significância dos mesmos.

Tabela 5.13: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta AC.

ANOVA; Var.:AC; R-sqr=.96902; Adj.:89932 (Planejamento Experimento ID-AC-FP-PC) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0017988 DV: AC					
Factor	SS	df	MS	F	p
(1)Potência(L)	0,088114	1	0,088114	48,9844	0,000113
Potência(Q)	0,000666	1	0,000666	0,3700	0,559875
(2)Espaçamento Laser(L)	0,025065	1	0,025065	13,9342	0,005764
Espaçamento Laser(Q)	0,003590	1	0,003590	1,9959	0,195428
(3)Espessura camada(L)	0,263407	1	0,263407	146,4327	0,000002
Espessura camada(Q)	0,049002	1	0,049002	27,2409	0,000803
1L by 2L	0,000398	1	0,000398	0,2212	0,650702
1L by 2Q	0,000566	1	0,000566	0,3144	0,590353
1Q by 2L	0,001522	1	0,001522	0,8462	0,384523
1Q by 2Q	0,000104	1	0,000104	0,0577	0,816152
1L by 3L	0,002383	1	0,002383	1,3249	0,282947
1L by 3Q	0,003489	1	0,003489	1,9397	0,201186
1Q by 3L	0,000530	1	0,000530	0,2944	0,602194
1Q by 3Q	0,000447	1	0,000447	0,2484	0,631583
2L by 3L	0,008196	1	0,008196	4,5564	0,065325
2L by 3Q	0,001817	1	0,001817	1,0100	0,344335
2Q by 3L	0,000535	1	0,000535	0,2976	0,600294
2Q by 3Q	0,000297	1	0,000297	0,1653	0,694981
Error	0,014391	8	0,001799		
Total SS	0,464519	26			

* $F_{0,05;1;8}$ (tabelado) = 5,3177

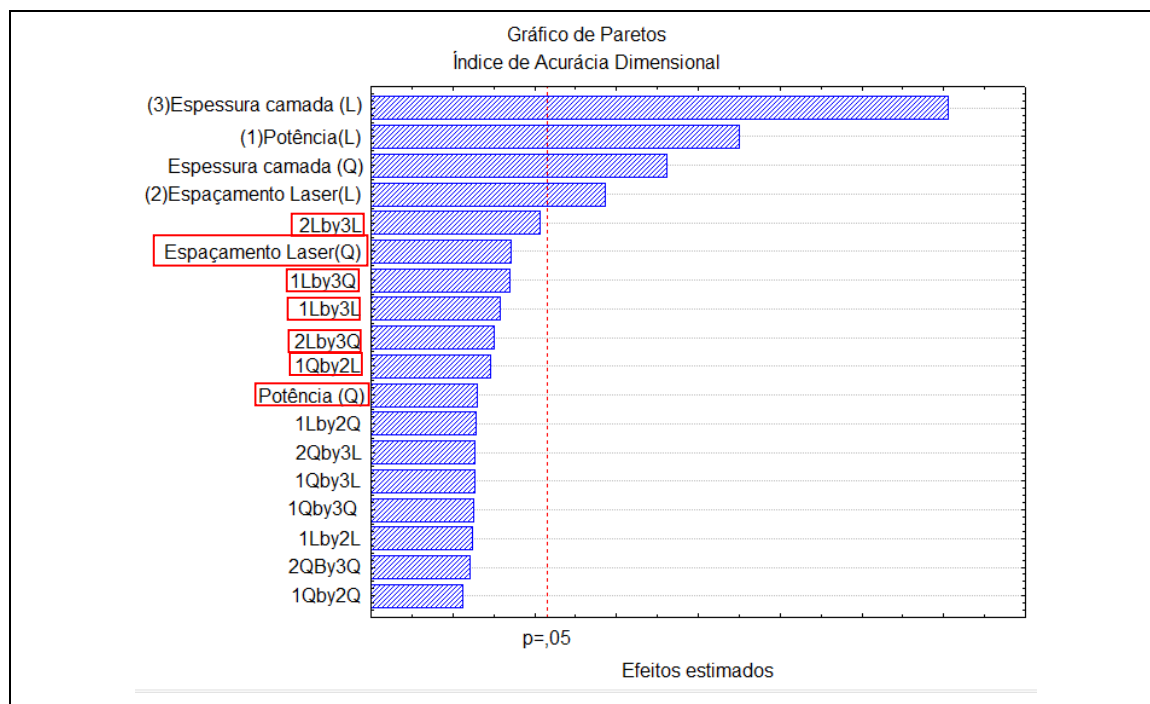


Figura 5.41: Gráfico de Pareto relativo ao tratamento estatístico da variável resposta AC

Ressalta-se que, o coeficiente de determinação (R^2) obtido na análise de variância indica que o modelo explica 96,9 % da variância. A remoção dos efeitos não significativos ($p > 0,05$) resultou numa ligeira melhora no ajuste no modelo, que foi observada pelo aumento do coeficiente de determinação ajustado (R^2_{ajus}) de 0,89932 para 0,90095. Quando mantido no modelo o efeito da interação do EV (linear) e EC (linear) ($p = 0,065$), o R^2_{ajus} foi de 0,9180 (Figura 5.14).

Tabela 5.14: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta AC, considerado o efeito marginal.

ANOVA; Var.:AC; R-sqr=,93384; Adj.:91808 (Spreadsheet13) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0014635 DV: AC					
Factor	SS	df	MS	F	p
(1)Potência(L)	0,088114	1	0,088114	60,2065	0,000000
(2)Espaçamento Laser(L)	0,025065	1	0,025065	17,1265	0,000467
(3)Espessura camada(L)	0,263407	1	0,263407	179,9798	0,000000
Espessura camada(Q)	0,049002	1	0,049002	33,4817	0,000010
2L by 3L	0,008196	1	0,008196	5,6003	0,027647
Error	0,030734	21	0,001464		
Total SS	0,464519	26			

$F_{0,05; 1, 21} = 4,3248$

Ainda houve aumento do R^2_{ajus} (0,93727) quando mais 5 fatores e interações foram incluídas no modelo, como observado na ANOVA (Tabela 5.15). Na figura 5.41 pode ser observado o gráfico de pareto, o qual permitiu a visualização dos efeitos estatisticamente significante, bem como a proximidade de cada fator ao nível de significância, auxiliando a ordem dos efeitos incluídos no modelo, para determinação do melhor ajuste, definido no R^2_{ajus} máximo.

Tabela 5.15: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta AC, considerando 5 efeitos não significativos.

ANOVA; Var.:AC; R-sqr=.9614; Adj.:93727 (Spreadsheet13) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=.0011208 DV: AC						
Factor	SS	df	MS	F	p	
(1)Potência(L)	0,088114	1	0,088114	78,6187	0,000000	
(2)Espaçamento Laser(L)	0,025065	1	0,025065	22,3641	0,000227	
Espaçamento Laser(Q)	0,003590	1	0,003590	3,2033	0,092430	
(3)Espessua camada(L)	0,263407	1	0,263407	235,0207	0,000000	
Espessua camada(Q)	0,049002	1	0,049002	43,7209	0,000006	
1Q by 2L	0,001522	1	0,001522	1,3582	0,260937	
1L by 3L	0,002383	1	0,002383	2,1265	0,164122	
1L by 3Q	0,003489	1	0,003489	3,1132	0,096740	
2L by 3L	0,008196	1	0,008196	7,3130	0,015635	
2L by 3Q	0,001817	1	0,001817	1,6210	0,221143	
Error	0,017933	16	0,001121			
Total SS	0,464519	26				

$F_{0,05; 1, 16} = 4,4940$

A Tabela 5.16 apresenta os efeitos e o coeficiente de regressão (variáveis escalonadas) do modelo reduzido.

Tabela 5.16: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta AC.

Effect Estimates; Var.:AC; R-sqr=.9614; Adj.:93727 (Spreadsheet13) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=.0011208 DV: AC										
Factor	Effect	Std.Err.	t(16)	p	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt	Coeff.	Std.Err. Coeff.	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
Mean/Interc.	0,334483	0,006443	51,9153	0,000000	0,320825	0,348141	0,334483	0,006443	0,320825	0,348141
(1)Potência(L)	0,139932	0,015782	8,8667	0,000000	0,106476	0,173388	0,069966	0,007891	0,053238	0,086694
(2)Espaçamento Laser(L)	-0,074633	0,015782	-4,7291	0,000227	-0,108089	-0,041177	-0,037316	0,007891	-0,054044	-0,020589
Espaçamento Laser(Q)	-0,024462	0,013667	-1,7898	0,092430	-0,053435	0,004512	-0,012231	0,006834	-0,026718	0,002256
(3)Espessua camada(L)	-0,241940	0,015782	-15,3304	0,000000	-0,275396	-0,208484	-0,120970	0,007891	-0,137698	-0,104242
Espessua camada(Q)	-0,090371	0,013667	-6,6122	0,000006	-0,119345	-0,061398	-0,045186	0,006834	-0,059672	-0,030699
1Q by 2L	-0,019508	0,016739	-1,1654	0,260937	-0,054993	0,015977	-0,009754	0,008370	-0,027496	0,007989
1L by 3L	0,028186	0,019329	1,4582	0,164122	-0,012789	0,069161	0,014093	0,009664	-0,006394	0,034580
1L by 3Q	0,029535	0,016739	1,7644	0,096740	-0,005950	0,065020	0,014767	0,008370	-0,002975	0,032510
2L by 3L	0,052269	0,019329	2,7042	0,015635	0,011294	0,093244	0,026135	0,009664	0,005647	0,046622
2L by 3Q	-0,021312	0,016739	-1,2732	0,221143	-0,056797	0,014173	-0,010656	0,008370	-0,028398	0,007087

O modelo de regressão reduzido para a variável resposta índice de acurácia dimensional pode ser descrito pela Equação 5.2, utilizando os coeficientes referentes às variáveis escalonadas, apresentada na Tabela 5.16.

$$AC = \left[\begin{array}{l} 0,334 + 0,069PL - 0,037EV - 0,012EV^2 - 0,121EC - 0,0451EC^2 \\ - 0,009PL^2EV + 0,014PL \times EC + 0,015PL \times EC^2 + 0,026EV \times EC \\ + 0,008EVEC^2 \end{array} \right] \quad \text{Equação 5.2}$$

Pode-se dizer que o modelo descreve satisfatoriamente os dados experimentais, tendo em vista o valor do R^2_{ajus} (0,93727), corroborado pelo comportamento apresentado no gráfico de valores previstos versus observados, onde os dados experimentais estão próximos a reta (Figura 5.42). No entanto, cabe ressaltar que, não há réplicas nas corridas, o que impossibilitou a determinação do erro experimental.

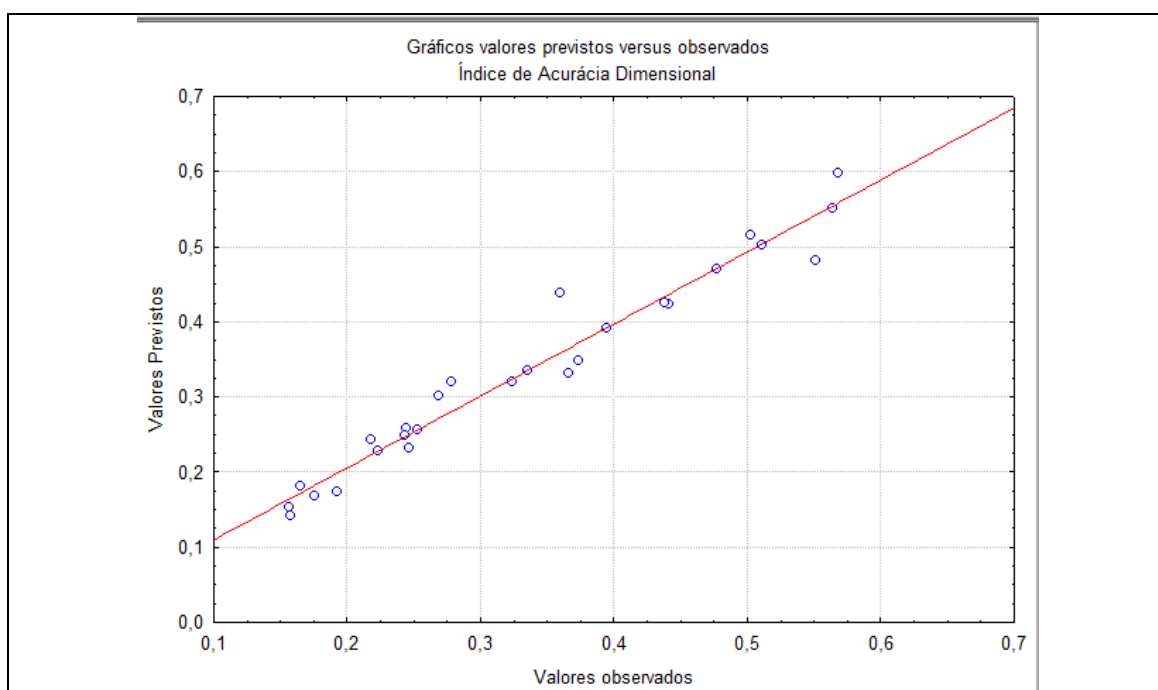


Figura 5.42: Gráfico dos valores previstos *versus* valores observados (variável resposta AC).

A Figura 5.43 apresenta a superfície de resposta gerada para os fatores PL e EC, no nível baixo de EV (0,15 mm), considerando o modelo reduzido, o qual mostra a suposta condição de melhor reprodução dimensional do modelo (valor mínimo de AC), através da região com coloração verde mais intensa.

A superfície de resposta mostrou que a EC em torno de 0,08 mm, independente da PL utilizada (na faixa de 8 a 22 W), resultou em valores de AC acima de 0,5, o que

corresponde a arcabouços com maiores desvios dimensionais com relação ao modelo, considerando o resultado médio de três características (desvio dimensional dos poros e da dimensão externa e, o grau de desnivelamento da altura).

Em contrapartida, as respostas de AC mais próximas de 0, correspondentes aos menores desvios dimensionais da peça, estão condicionados à EC acima de 0,15 mm e PL até 16 W, conforme previsto no modelo de regressão.

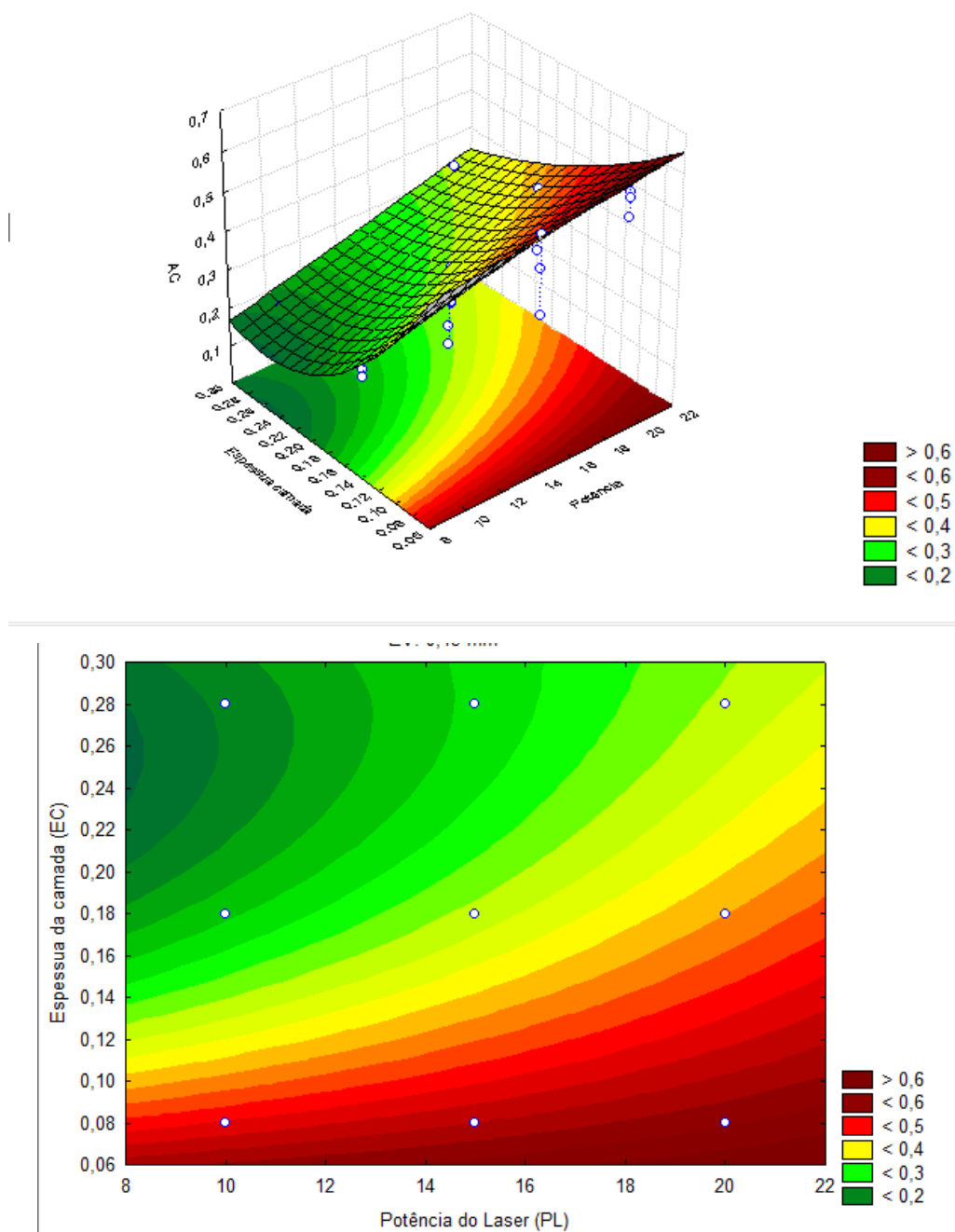


Figura 5.43: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta AC (a) e Curva de Nível correspondente.

Também, observou-se no gráfico de curva de nível que, a influência da PL e EC sobre os resultados variaram, de acordo com os níveis utilizados para cada um deles. De forma geral, na faixa mais baixa de valores de EC, a resposta AC é mais sensível à mudança dos valores EC do que da PL. Em contrapartida, nos maiores valores de EC e nos menores de PL, a resposta é mais influenciada pela PL.

As Figuras 5.44 e 5.45 apresentam os gráficos de médias marginais, os quais permitem a análise dos melhores níveis para os três fatores avaliados nesse planejamento.

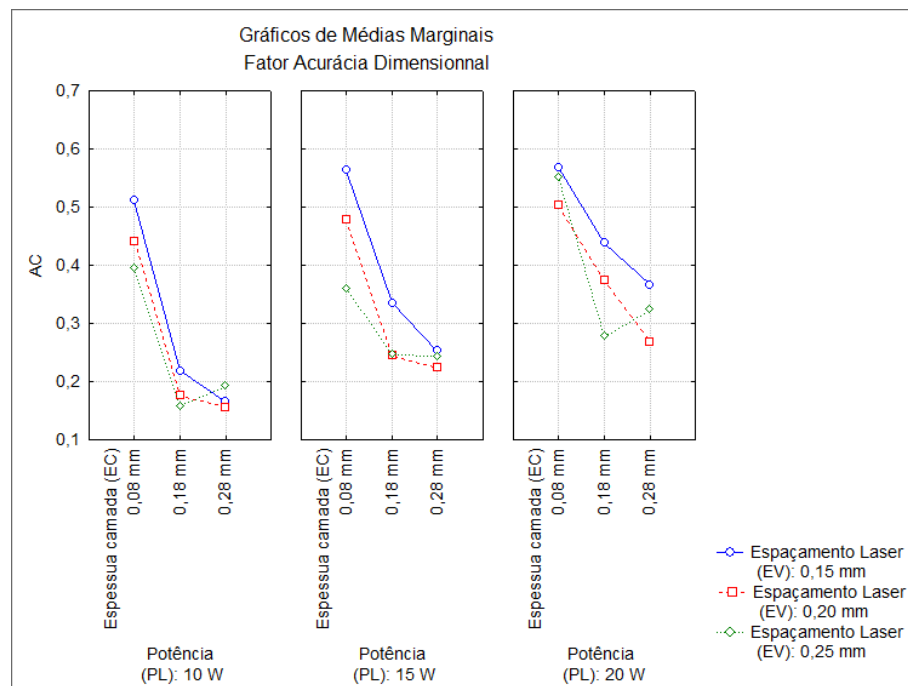


Figura 5.44: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis da EC e de EV na variável resposta AC, mantendo fixo a PL

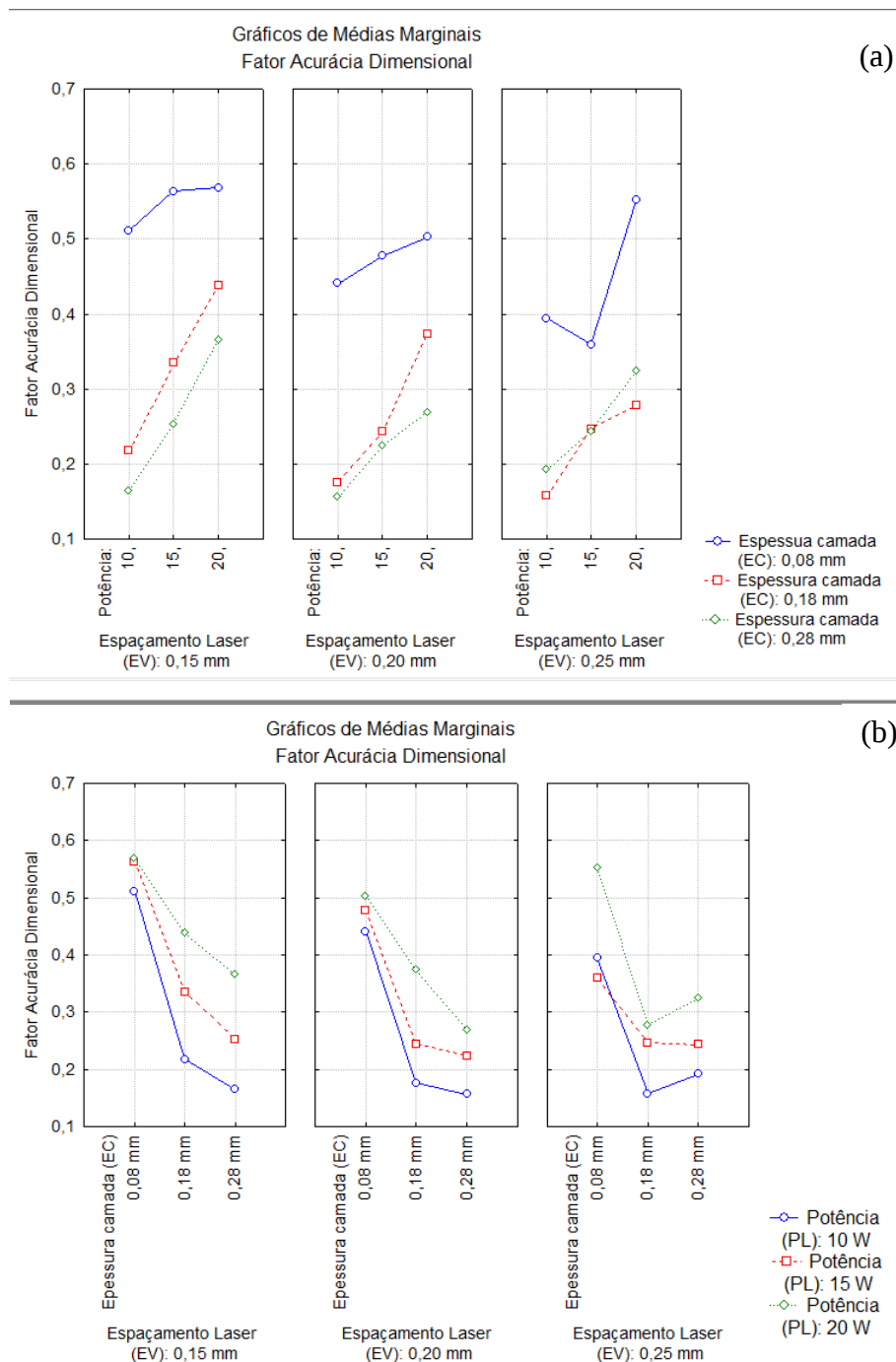


Figura 5.45: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de PL e de EC na variável resposta AC, mantendo fixo o EV.

Como observado nos gráficos, o nível baixo de EC, resultou nos maiores resultados de F_{AC} (ou AC), nos quais retratam os arcabouços de maiores desvios dimensionais comparado ao modelo projetado. Em contrapartida, o nível alto de EC (0,28 mm), combinado com o nível baixo de PL (10 W) e o nível baixo ou médio de EV (0,15 mm ou 0,20 mm), resultou em menores valores de F_{AC} (ou AC). Assim como, a

condição de nível médio de EC (0,18 mm), combinada com nível baixo de PL (10 W) e alto de EV (0,25mm).

Ou seja, as combinações de níveis e fatores que promoveram os menores valores de F_{AC} representam as melhores condições para o processamento de arcabouços com dimensões mais próximas ao modelo.

Também pode-se observar que na PL de 10 W a variação do nível de EV resultou em efeito pouco significativo no fator acurácia dimensional (AC), principalmente entre os níveis baixo e intermediário de EC (Figura 5.44 gráfico a esquerda). Ainda, de acordo com a Figura 5.44, foi observada que a passagem do nível médio e alto de EC resultou no aumento do fator AC (diminuição da acurácia dimensional), no nível alto de EV (0,25 mm), em todos os níveis de PL, apresentando comportamento diferente ao ocorrido nos demais níveis de EV (0,15 mm e 0,20 mm).

Além disso, foi observado que a variação do nível baixo (0,08 mm) para o médio (0,18 mm) de EC resultou em maior efeito nos resultados do que o observado na variação do nível médio (0,18 mm) para o alto (0,28 mm) de EC (Figura 5.44 e 5.45).

Também observou-se o não paralelismo entre as curvas, o que indica a ocorrência de interação entre os fatores EC e EV (Figura 5.45) e PL e EC (Figura 5.44), como ocorreu no ID (índice de distorção ou delaminação).

5.9.3 Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre a porosidade dos arcabouços.

O índice de porosidade (ou fator porosidade) corresponde aos resultados normalizados dos valores absolutos de porosidade dos arcabouços, resultantes de cada condição de processamento, a partir do valor (médio) máximo encontrado em uma determinada condição (Anexo 2, Tabela 6). O índice de porosidade zero indica o maior valor de porosidade, e o oposto, corresponde aos valores próximos a 1.

O tratamento estatístico do conjunto de dados experimentais relacionadas às corridas incluídas no planejamento fatorial foi realizado para a determinação da importância de cada fator e suas interações propostas no modelo (duas interações - linear e quadrático) para descrever o parâmetro resposta FP.

A Tabela 5.17 apresenta os resultados obtidos por meio da Análise de Variância (ANOVA), no qual fornece a análise da significância dos efeitos e dos coeficientes de regressão do modelo, utilizando a estatística do Teste F (distribuição de Fisher). Como

observado na ANOVA, os fatores PL (linear), EV (linear), EC (linear e quadrática) e as interações PL (linear) e EV (linear), PL (linear) e EC (linear), EV (linear) e EC (linear) foram significativos ($p < 0,05$). A Figura 5.46 apresenta o gráfico de pareto, onde se pode distinguir, rapidamente, os efeitos significativos, que correspondem às barras que ultrapassam a linha divisória ($p = 0,05$), além da ordem de significância dos mesmos.

Tabela 5.17: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta FP.

ANOVA; Var.:FP; R-sqr=,99566; Adj:,98589 (Spreadsheet18) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0001508 DV: FP					
Factor	SS	df	MS	F	p
(1)Potência(L)	0,063311	1	0,063311	419,752	0,000000
Potência(Q)	0,000145	1	0,000145	0,959	0,356007
(2)Espaçamento Laser(L)	0,031248	1	0,031248	207,171	0,000001
Espaçamento Laser(Q)	0,000474	1	0,000474	3,145	0,114097
(3)Espessua camada(L)	0,162337	1	0,162337	1076,290	0,000000
Espessua camada(Q)	0,011357	1	0,011357	75,297	0,000024
1L by 2L	0,001044	1	0,001044	6,922	0,030129
1L by 2Q	0,000087	1	0,000087	0,580	0,468283
1Q by 2L	0,000183	1	0,000183	1,214	0,302607
1Q by 2Q	0,000205	1	0,000205	1,361	0,276959
1L by 3L	0,002684	1	0,002684	17,795	0,002922
1L by 3Q	0,000328	1	0,000328	2,177	0,178282
1Q by 3L	0,000075	1	0,000075	0,497	0,500971
1Q by 3Q	0,000065	1	0,000065	0,429	0,530952
2L by 3L	0,002846	1	0,002846	18,871	0,002465
2L by 3Q	0,000168	1	0,000168	1,115	0,321872
2Q by 3L	0,000221	1	0,000221	1,465	0,260718
2Q by 3Q	0,000010	1	0,000010	0,068	0,801022
Error	0,001207	8	0,000151		
Total SS	0,277997	26			

$F_{0,05; 1, 8} = 5,3177$

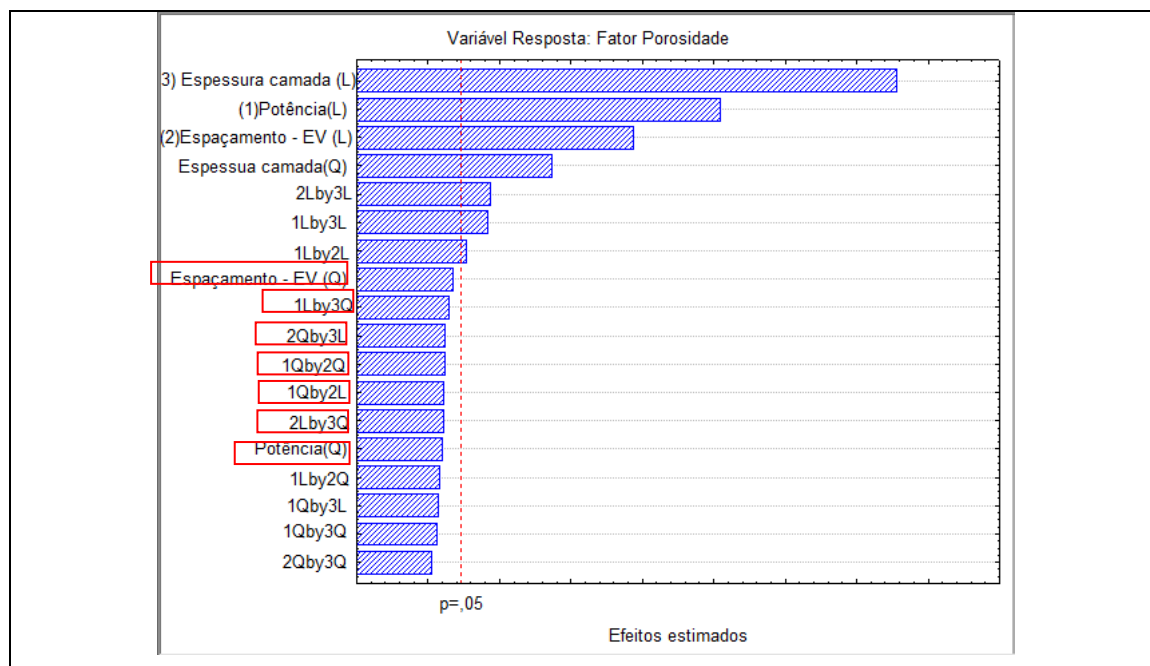


Figura 5.46: Gráfico de Pareto relativo ao tratamento estatístico da variável resposta FP

Ressalta-se que, o coeficiente de determinação (R^2) obtido na análise de variância indica que o modelo explica 99,6 % da variância. A remoção dos efeitos não significativos ($p > 0,05$) resultou em ligeira piora no ajuste no modelo, na qual foi observada a redução do coeficiente de determinação ajustado (R^2_{ajus}) de 0,98589 para 0,9844, como observado na Tabela 5.18.

Tabela 5.18: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta FP, com a remoção dos efeitos não significativos.

ANOVA; Var.:FP; R-sqr=,9886; Adj:,9844 (Spreadsheet18) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0001668 DV: FP					
Factor	SS	df	MS	F	p
(1)Potência(L)	0,063311	1	0,063311	379,6071	0,000000
(2)Espaçamento Laser(L)	0,031248	1	0,031248	187,3574	0,000000
(3)Espessura camada(L)	0,162337	1	0,162337	973,3531	0,000000
Espeessua camada(Q)	0,011357	1	0,011357	68,0955	0,000000
1L by 2L	0,001044	1	0,001044	6,2603	0,021646
1L by 3L	0,002684	1	0,002684	16,0927	0,000746
2L by 3L	0,002846	1	0,002846	17,0663	0,000568
Error	0,003169	19	0,000167		
Total SS	0,277997	26			

$$F_{0,05; 1, 8} = 4,3808$$

Quando mantido no modelo 7 efeitos não significativos (destacados no gráfico de pareto), o R^2_{ajus} apresentou o valor máximo de 0,98875, indicando que tais efeitos são importantes para definir o modelo de regressão (Tabela 5.19).

Tabela 5.19: Análise de variância para o modelo reduzido da variável resposta FP, considerando 7 efeitos não significativos.

ANOVA; Var.:FP; R-sqr=.99481; Adj.:98875 (Spreadsheet18) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=.0001203 DV: FP					
Factor	SS	df	MS	F	p
(1)Potência(L)	0,063311	1	0,063311	526,169	0,000000
Potência(Q)	0,000145	1	0,000145	1,203	0,294298
(2)Espaçamento Laser(L)	0,031248	1	0,031248	259,694	0,000000
Espaçamento Laser(Q)	0,000474	1	0,000474	3,942	0,070424
(3)Espessura camada(L)	0,162337	1	0,162337	1349,154	0,000000
Espessura camada(Q)	0,011357	1	0,011357	94,386	0,000000
1L by 2L	0,001044	1	0,001044	8,677	0,012241
1Q by 2L	0,000183	1	0,000183	1,522	0,240991
1Q by 2Q	0,000205	1	0,000205	1,706	0,215980
1L by 3L	0,002684	1	0,002684	22,306	0,000495
1L by 3Q	0,000328	1	0,000328	2,730	0,124414
2L by 3L	0,002846	1	0,002846	23,655	0,000389
2L by 3Q	0,000168	1	0,000168	1,397	0,260041
2Q by 3L	0,000221	1	0,000221	1,836	0,200368
Error	0,001444	12	0,000120		
Total SS	0,277997	26			

$F_{0,05; 1, 12} = 4,7472$

A Tabela 5.20 apresenta os efeitos e o coeficiente de regressão (variáveis escalonadas) do modelo reduzido.

Tabela 5.20: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta FP.

Effect Estimates; Var.:FP; R-sqr=.99481; Adj.:98875 (Spreadsheet18) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=.0001203 DV: FP										
Factor	Effect	Std.Err.	t(12)	p	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt	Coeff.	Std.Err. Coeff.	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
Mean/Interc.	0,147819	0,002111	70,0217	0,000000	0,143219	0,152418	0,147819	0,002111	0,143219	0,152418
(1)Potência(L)	0,118614	0,005171	22,9384	0,000000	0,107347	0,129880	0,059307	0,002585	0,053674	0,064940
Potência(Q)	0,004911	0,004478	1,0967	0,294298	-0,004846	0,014668	0,002456	0,002239	-0,002423	0,007334
(2)Espaçamento Laser(L)	-0,083330	0,005171	-16,1150	0,000000	-0,094597	-0,072064	-0,041665	0,002585	-0,047298	-0,036032
Espaçamento Laser(Q)	-0,008891	0,004478	-1,9855	0,070424	-0,018649	0,000866	-0,004446	0,002239	-0,009324	0,000433
(3)Espessura camada(L)	-0,189934	0,005171	-36,7308	0,000000	-0,201201	-0,178668	-0,094967	0,002585	-0,100600	-0,089334
Espessura camada(Q)	-0,043507	0,004478	-9,7153	0,000000	-0,053264	-0,033750	-0,021753	0,002239	-0,026632	-0,016875
1L by 2L	-0,018656	0,006333	-2,9457	0,012241	-0,032454	-0,004857	-0,009328	0,003167	-0,016227	-0,002429
1Q by 2L	0,006766	0,005485	1,2335	0,240991	-0,005184	0,018716	0,003383	0,002742	-0,002592	0,009358
1Q by 2Q	0,006204	0,004750	1,3062	0,215980	-0,004145	0,016553	0,003102	0,002375	-0,002072	0,008277
1L by 3L	-0,029911	0,006333	-4,7229	0,000495	-0,043709	-0,016112	-0,014955	0,003167	-0,021855	-0,008056
1L by 3Q	-0,009061	0,005485	-1,6521	0,124414	-0,021011	0,002889	-0,004531	0,002742	-0,010506	0,001444
2L by 3L	0,030802	0,006333	4,8637	0,000389	0,017004	0,044601	0,015401	0,003167	0,008502	0,022300
2L by 3Q	0,006484	0,005485	1,1822	0,260041	-0,005466	0,018434	0,003242	0,002742	-0,002733	0,009217
2Q by 3L	0,007432	0,005485	1,3550	0,200368	-0,004518	0,019382	0,003716	0,002742	-0,002259	0,009691

O modelo de regressão reduzido para a variável resposta fator porosidade pode ser descrito pela Equação 5.3, utilizando os coeficientes referentes às variáveis escalonadas, apresentada na Tabela 5.20.

$$FP = \left[\begin{array}{l} 0,148 + 0,059PL + 0,002PL^2 - 0,041EV - 0,004EV^2 - 0,095EC \\ - 0,022EC^2 - 0,009PL \times EV + 0,003PL^2EV + 0,003PL^2EV^2 \\ - 0,015PL \times EC - 0,004PLEC^2 + 0,015EV \times EC + 0,003EVEC^2 \\ - 0,004EV^2EC^2 \end{array} \right] \quad \text{Equação 5.3}$$

Pode-se dizer que o modelo descreve satisfatoriamente os dados experimentais, tendo em vista o valor do R^2_{ajus} (0,98875), corroborado pelo comportamento apresentado no gráfico de valores previstos versus observados, onde os dados experimentais estão próximos a reta (Figura 5.47). Entretanto, cabe ressaltar que, não há réplicas nas corridas, o que impossibilitou a determinação do erro experimental.

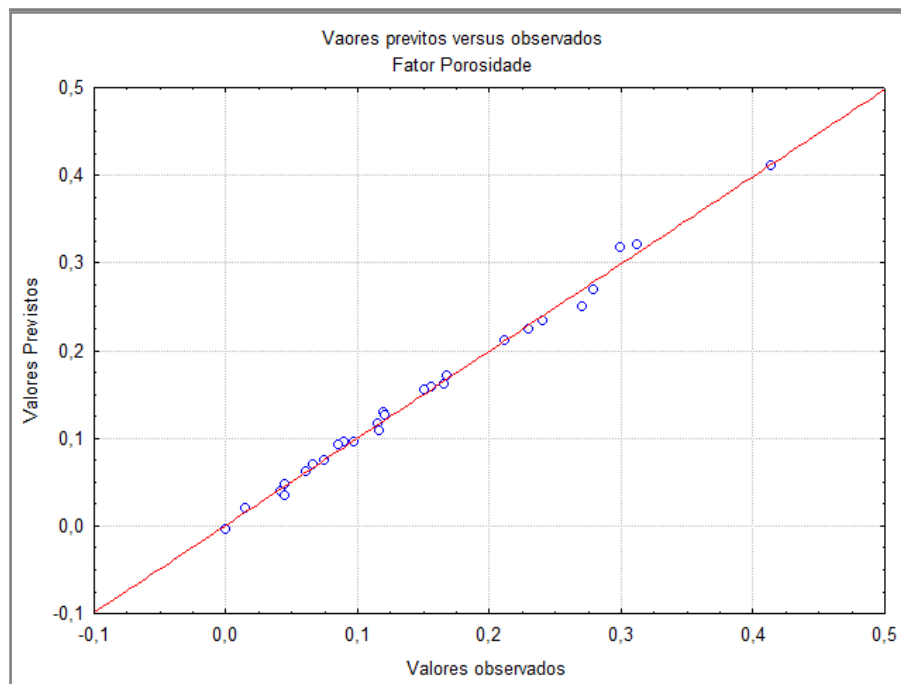


Figura 5.47: Gráfico dos valores previstos *versus* valores observados (variável resposta FP).

A Figura 5.48 apresenta a superfície de resposta gerada para os fatores PL e EC, no nível baixo de EV (0,15 mm), considerando o modelo reduzido, a qual mostra a

suposta condição de maior porosidade dos arcabouços (valor mínimo de FP), através da região com coloração verde mais intensa.

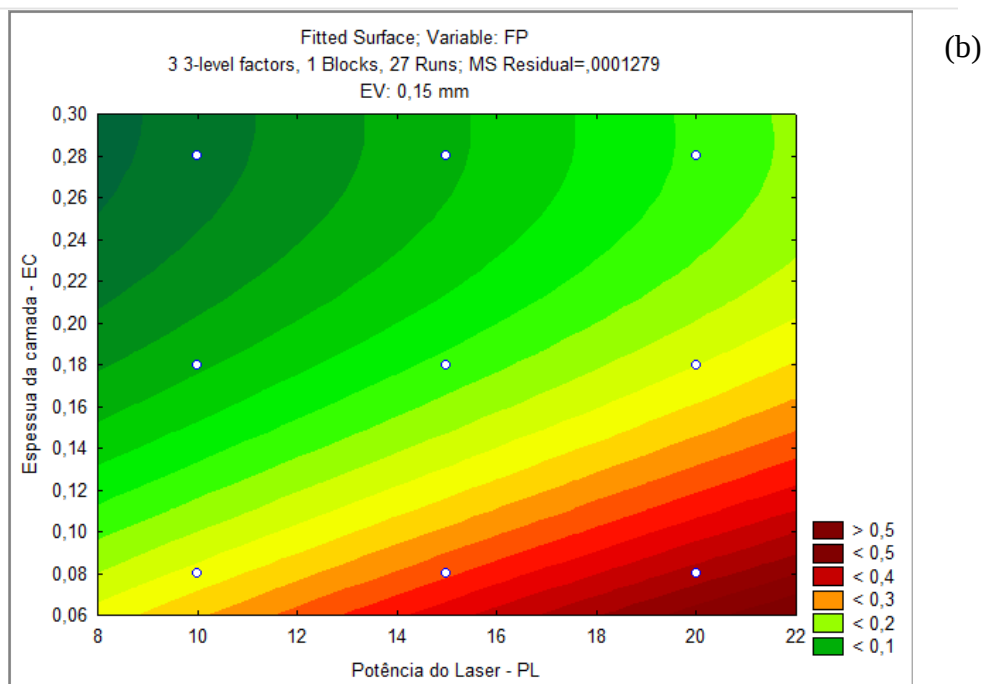
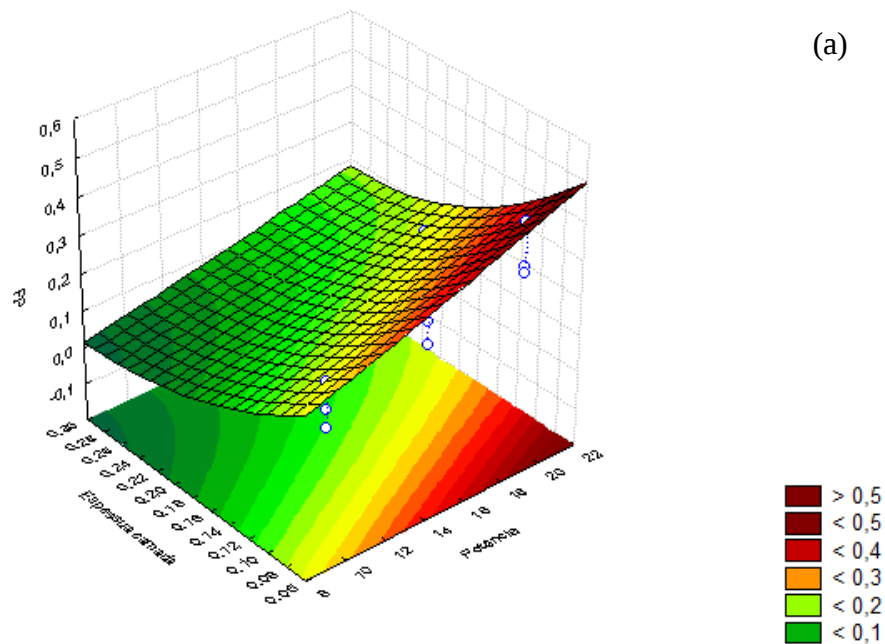


Figura 5.48: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta FP (a) e Curva de Nível correspondente.

A superfície de resposta mostrou que em EC inferiores a 0,11 mm, dentro da faixa de PL de 8 a 22 W, a porosidade prevista para os arcabouços é inferior a 70 %

(equivalentes a $FP > 0,2$), atingindo valores inferiores a 52 % , em PL superiores a 14 W.

A discussão dos resultados de porosidade realizada no item 5.8.5 pode ser corroborada por meio da análise dos gráficos de médias marginais, apresentados nas Figuras 5.49 e 5.50 os quais permitem a visualização dos melhores níveis para os três fatores avaliados, observando os resultados expressos pelo fator de porosidade.

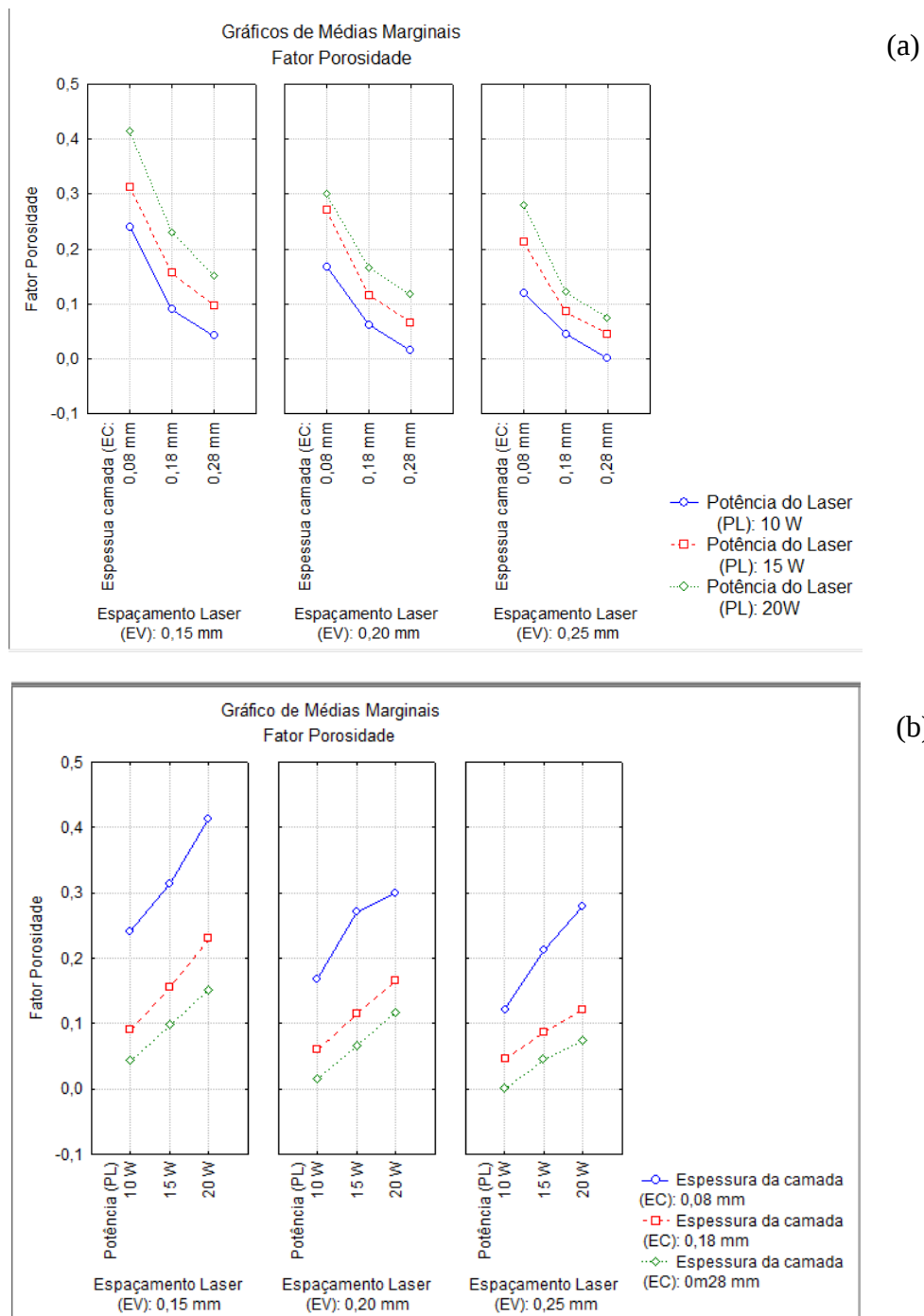


Figura 5.49: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de PL e de EC na variável resposta FP, mantendo fixo o EV.

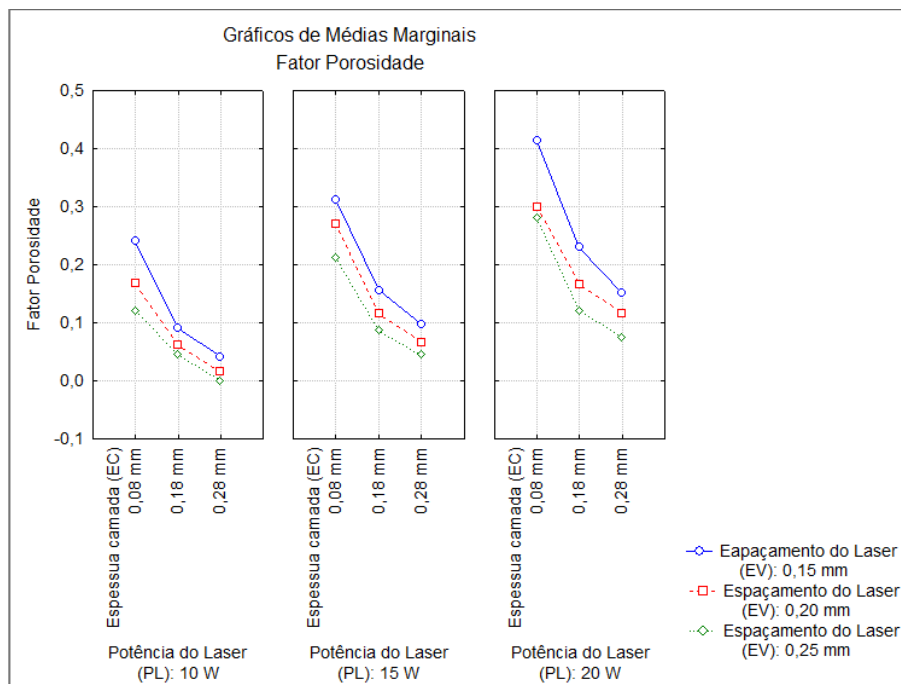


Figura 5.50: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de EC e EV na variável resposta FP, mantendo fixo a PL.

Pode-se observar que a combinação do nível baixo da PL (10 W) e alto da EC (0,28 mm), em todos os níveis de EV, promoveu os menores resultados do FP (0 a 0,042), os quais correspondem aos valores máximos de porosidade, sendo este de 89,9 a 86,2 %. Portanto, nesta condição de PL e EC, a variação de EV não causou efeito significativo nos resultados de porosidade.

Em contrapartida, a combinação do nível alto de PL (20 W), e os níveis baixos de EC (0,08 mm) e de EV (0,15 mm) resultou no maior fator porosidade (0,41), que equivale ao valor de porosidade mínima (52,77 %). Nesta condição de PL e EC, a passagem para o nível baixo para o nível médio (ou alto) de EV resultou em diferença significativa no FP, que equivale ao aumento de porosidade para 63,05% (ou 64,84%)

Corroborando com as discussões realizadas no item 5.8.5, observou-se na análise dos gráficos de médias marginais o efeito pouco significativo nos resultados com a variação do nível médio para o alto de EV, o qual foi identificado pela proximidade entre as respectivas curvas (Figura 5.49 b). Além disso, também pode-se observar que o aumento da EC do nível baixo para o médio (ou o alto) ocasionou uma influência significativamente maior nos resultados, em comparação com os obtidos entre a EC de 0,18 mm (nível médio) e 0,28 mm (nível alto) (Figura 5.50). Ressalta-se que, na

condição de EV de 0,15 mm, o efeito da variação da EC sobre os resultados de porosidade foram mais significativos, com relação às demais condições de EV aplicada

Adicionalmente, a análise dos gráficos de médias marginais também fornece informações acerca da interação entre os fatores. O quase paralelismo das curvas de nível baixo, médio e alto de PL (Figura 5.49a- gráfico à esquerda) indica que não existe interação significativa entre a EC e a PL, no nível baixo de EV. Assim como observado entre os níveis médio e alto de EC, em todos os níveis de EV aplicados (Figura 5.50).

5.9.4 Avaliação da influência combinada dos parâmetros sobre as propriedades mecânicas dos arcabouços.

O fator propriedades mecânicas compressivas (PC) corresponde aos resultados normalizados dos valores absolutos de módulos e resistência, obtidos em cada condição de processamento, a partir do valor (médio) máximo encontrado em uma determinada condição (Anexo 2, Tabela 7). O PC igual a zero equivale ao arcabouço que apresentou o maior valor de módulo e resistência, e o oposto está relacionado ao resultado mais próximo de 1.

O tratamento estatístico do conjunto de dados experimentais relacionadas às corridas incluídas no planejamento fatorial foi realizado para a determinação da importância de cada fator e suas interações propostas no modelo (duas interações - linear e quadrático) para descrever o parâmetro resposta PC.

A Tabela 5.21 apresenta os resultados obtidos por meio da Análise de Variância (ANOVA), que fornece a análise da significância dos efeitos e dos coeficientes de regressão do modelo, utilizando a estatística do Teste F (distribuição de Fisher). Como observado na ANOVA, os fatores PL (linear), EV (linear) e EC (linear e quadrática), juntamente com as seguintes interações entre os termos lineares da: PL e EV (*1Lby2L*); PL e EC (*1Lby3L*) e EV e EC (*2Lby3L*), além da interação entre o termo linear da PL e quadrático da EC foram considerados significativos ($p < 0,05$). A Figura 5.51 apresenta o gráfico de pareto, onde se pode distinguir, rapidamente, os efeitos significativos, que correspondem às barras que ultrapassam a linha divisória ($p = 0,05$), além da ordem de significância dos mesmos.

Tabela 5.21: Análise de variância para o modelo completo, considerando a variável resposta PC.

ANOVA; Var.:PC; R-sqr=,97721; Adj:,92593 (Planejamento Experimento ID-AC-FP-PC) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0041418 DV: PC					
Factor	SS	df	MS	F	p
(1)Potência(L)	0,222117	1	0,222117	53,6276	0,000082
Potência(Q)	0,001277	1	0,001277	0,3083	0,593901
(2)Espaçamento Laser(L)	0,156728	1	0,156728	37,8402	0,000274
Espaçamento Laser(Q)	0,001086	1	0,001086	0,2622	0,622464
(3)Espessura camada(L)	0,579767	1	0,579767	139,9782	0,000002
Espessura camada(Q)	0,093874	1	0,093874	22,6649	0,001425
1L by 2L	0,035626	1	0,035626	8,6015	0,018916
1L by 2Q	0,000073	1	0,000073	0,0175	0,897943
1Q by 2L	0,000477	1	0,000477	0,1151	0,743190
1Q by 2Q	0,000340	1	0,000340	0,0822	0,781655
1L by 3L	0,155813	1	0,155813	37,6193	0,000279
1L by 3Q	0,025290	1	0,025290	6,1061	0,038647
1Q by 3L	0,000679	1	0,000679	0,1639	0,696243
1Q by 3Q	0,000093	1	0,000093	0,0224	0,884838
2L by 3L	0,125049	1	0,125049	30,1916	0,000577
2L by 3Q	0,021969	1	0,021969	5,3042	0,050229
2Q by 3L	0,000448	1	0,000448	0,1083	0,750577
2Q by 3Q	0,000072	1	0,000072	0,0174	0,898294
Error	0,033135	8	0,004142		
Total SS	1,453912	26			

* $F_{0,05;1;8}$ (tabelado) = 5,3177

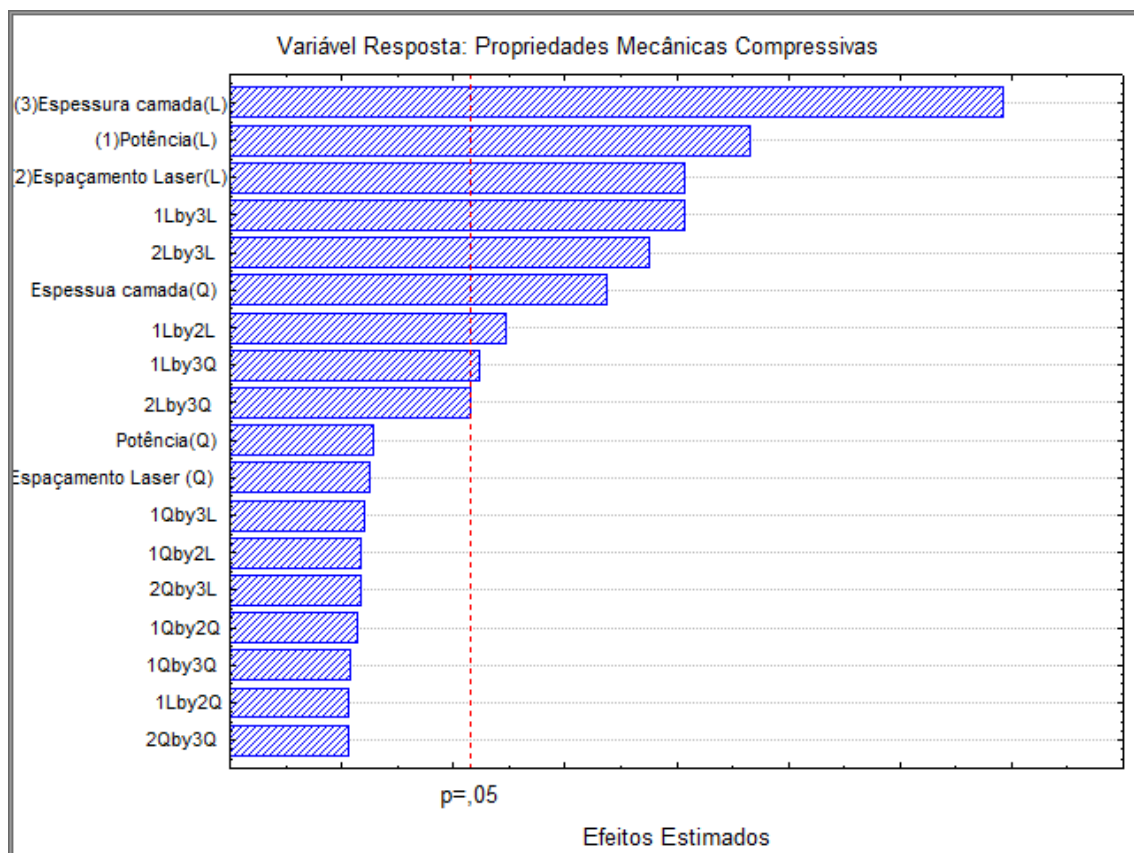


Figura 5.51: Gráfico de Pareto relativo ao tratamento estatístico da variável resposta PC.

Ressalta-se que, o coeficiente de determinação (R^2) obtido na análise de variância indica que o modelo explica 97,72 % da variância. A remoção dos efeitos não significativos ($p > 0,05$), resultou no aumento do R^2_{ajus} (coeficiente de determinação ajustado) de 0,92593 para 0,94074. Quando mantido no modelo o efeito da interação do termo linear de EV e quadrático da EC (2Lby3Q, $p=0,0502$), o R^2_{ajus} foi para 0,96036, e o efeito desta interação passou a ser significativo (Tabela 5.22). Ressalta-se que, a inclusão de outros efeitos não significativos no modelo resultou na diminuição do R^2_{ajus} , o que reforça o fato de que os mesmos não são importantes para o modelo.

Tabela 5.22: Análise de Variância para o modelo reduzido da variável resposta PC, incluindo o efeito marginal.

ANOVA; Var.:PC; R-sqr=.97408; Adj.:96036 (Spreadsheet13) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0022164 DV: PC					
Factor	SS	df	MS	F	p
(1)Potência(L)	0,222117	1	0,222117	100,2151	0,000000
(2)Espaçamento Laser(L)	0,156728	1	0,156728	70,7129	0,000000
(3)Espessua camada(L)	0,579767	1	0,579767	261,5805	0,000000
Espessua camada(Q)	0,093874	1	0,093874	42,3544	0,000005
1L by 2L	0,035626	1	0,035626	16,0738	0,000909
1L by 3L	0,155813	1	0,155813	70,3001	0,000000
1L by 3Q	0,025290	1	0,025290	11,4105	0,003574
2L by 3L	0,125049	1	0,125049	56,4198	0,000001
2L by 3Q	0,021969	1	0,021969	9,9120	0,005864
Error	0,037679	17	0,002216		
Total SS	1,453912	26			

A Tabela 5.23 apresenta os efeitos e o coeficiente de regressão (variáveis escalonadas) do modelo reduzido.

Tabela 5.23: Efeitos estimados e os coeficientes do modelo de regressão (variáveis escalonadas), considerando o modelo reduzido da variável resposta PC.

Effect Estimates; Var.:PC; R-sqr=.97408; Adj.:96036 (Spreadsheet13) 3 3-level factors, 1 Blocks, 27 Runs; MS Residual=,0022164 DV: PC										
Factor	Effect	Std.Err.	t(17)	p	-95, % Cnf.Limt	+95, % Cnf.Limt	Coeff.	Std.Err. Coeff.	-95, % Cnf.Limt	+95, % Cnf.Limt
Mean/Interc.	0,835741	0,009060	92,2421	0,000000	0,816625	0,854856	0,835741	0,009060	0,816625	0,854856
(1)Potência(L)	-0,222170	0,022193	-10,0107	0,000000	-0,268993	-0,175346	-0,111085	0,011097	-0,134496	-0,087673
(2)Espaçamento Laser(L)	0,186624	0,022193	8,4091	0,000000	0,139801	0,233447	0,093312	0,011097	0,069900	0,116724
(3)Espessua camada(L)	0,358939	0,022193	16,1734	0,000000	0,312116	0,405762	0,179469	0,011097	0,156058	0,202881
Espessua camada(Q)	0,125083	0,019220	6,5080	0,000005	0,084533	0,165633	0,062541	0,009610	0,042266	0,082817
1L by 2L	0,108974	0,027181	4,0092	0,000909	0,051627	0,166321	0,054487	0,013590	0,025814	0,083160
1L by 3L	0,227899	0,027181	8,3845	0,000000	0,170552	0,285245	0,113949	0,013590	0,085276	0,142623
1L by 3Q	0,079515	0,023539	3,3779	0,003574	0,029851	0,129178	0,039757	0,011770	0,014925	0,064589
2L by 3L	-0,204164	0,027181	-7,5113	0,000001	-0,261511	-0,146817	-0,102082	0,013590	-0,130755	-0,073409
2L by 3Q	-0,074110	0,023539	-3,1483	0,005864	-0,123773	-0,024446	-0,037055	0,011770	-0,061887	-0,012223

O modelo de regressão reduzido para a variável resposta fator propriedades compressivas pode ser descrito pela Equação 5.4, utilizando os coeficientes referentes às variáveis escalonadas, apresentada na Tabela 5.23.

$$PC = \left[\begin{array}{l} 0,835 - 0,111PL + 0,0933EV + 0,179EC + 0,062EC^2 \\ + 0,054PL \times EV + 0,114PL \times EC + 0,039PL \times EC^2 \\ - 0,102EVEC - 0,037EVEC^2 \end{array} \right] \quad \text{Equação 5.4}$$

Pode-se dizer que o modelo descreve satisfatoriamente os dados experimentais, tendo em vista o valor do R^2_{ajus} (0,96036), corroborado pelo comportamento apresentado no gráfico de valores previstos versus observados, onde os dados experimentais estão próximos a reta (Figura 5.52). Entretanto, cabe ressaltar que, não há réplicas nas corridas, o que impossibilitou a determinação do erro experimental.

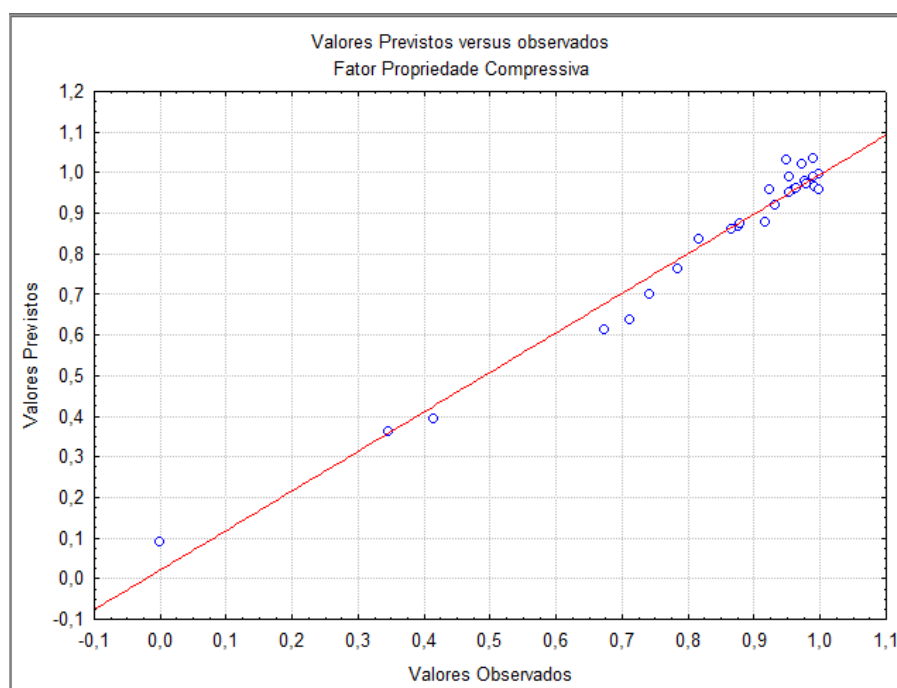


Figura 5.52: Gráfico dos valores previstos *versus* valores observados (variável resposta PC).

A Figura 5.53 apresenta a superfície de resposta gerada para os fatores PL e EC, no nível baixo de EV (0,15 mm), considerando o modelo reduzido, no qual mostra a suposta condição de maior propriedade mecânica dos arcabouços (valor mínimo de PC), através da região com coloração verde mais intensa.

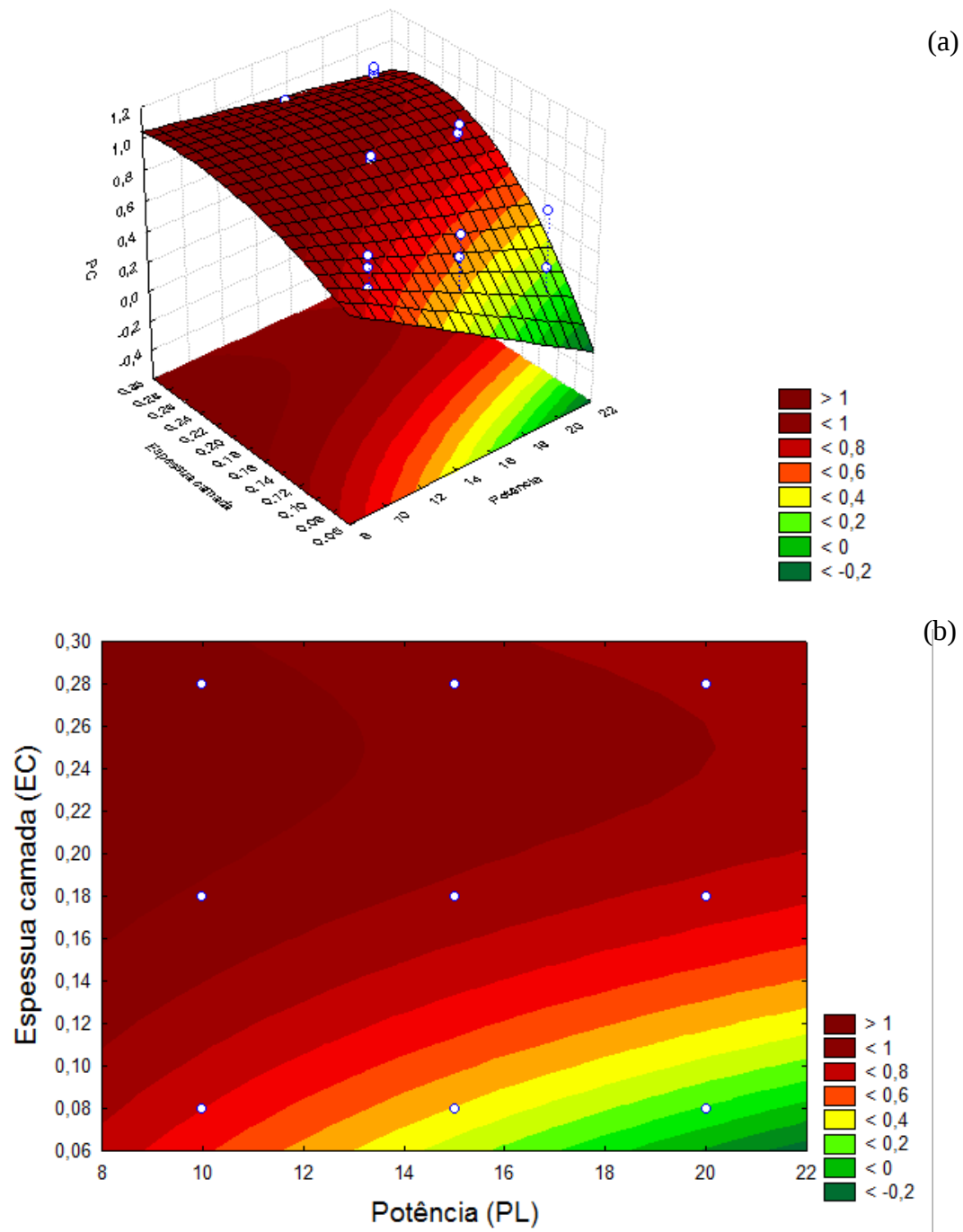


Figura 5.53: Superfície resposta gerada para os fatores de EC e PL, fixando o EV no nível baixo (0,15 mm), de acordo com o modelo reduzido obtido para a variável resposta PC (a) e Curva de Nível correspondente.

Como pode-se observar nos gráfico da superfície de resposta, a região de ótimo é muito pequena, abrangendo uma faixa restrita de valores de EC e PL. Também observou-se que valores de PC inferiores a 0,2 correspondem a combinações entre PL acima de 16 W e EC abaixo de 0,10 mm. De acordo com os dados experimentais, PC

de 0,2 corresponde a valores de módulos e resistência compressiva superiores a 80 MPa e 3 MPa, respectivamente.

Também nota-se que existe uma grande região que apresenta a mesma faixa de valores de PC, a qual corresponde a valores acima de 0,9. De acordo com os dados experimentais, 16 condições de processamento resultaram em valores de PC acima de 0,9, o que corresponde a módulo e resistência nas faixas de 0,04 a 8,1 MPa e 0,005 a 0,49 MPa, respectivamente.

Corroborando com as discussões realizadas no item 5.8.6, pode-se observar na análise dos gráficos de médias marginais (Figura 5.54 e 5.55) que, o efeito das variações entre os níveis de EC e EV nas propriedades mecânicas é mais significativo na PL de 20 W (nível alto), comparado aos demais níveis deste parâmetro

Também observou-se que, a variação do nível baixo para o médio (ou alto) de EC apresentou diferenças mais significativas entre os resultados, do que com relação à variação do nível médio para o alto do parâmetro em questão, as quais foram mais acentuadas na condição combinada de nível baixo de EV (0,15 mm) e alto de PL (20W).

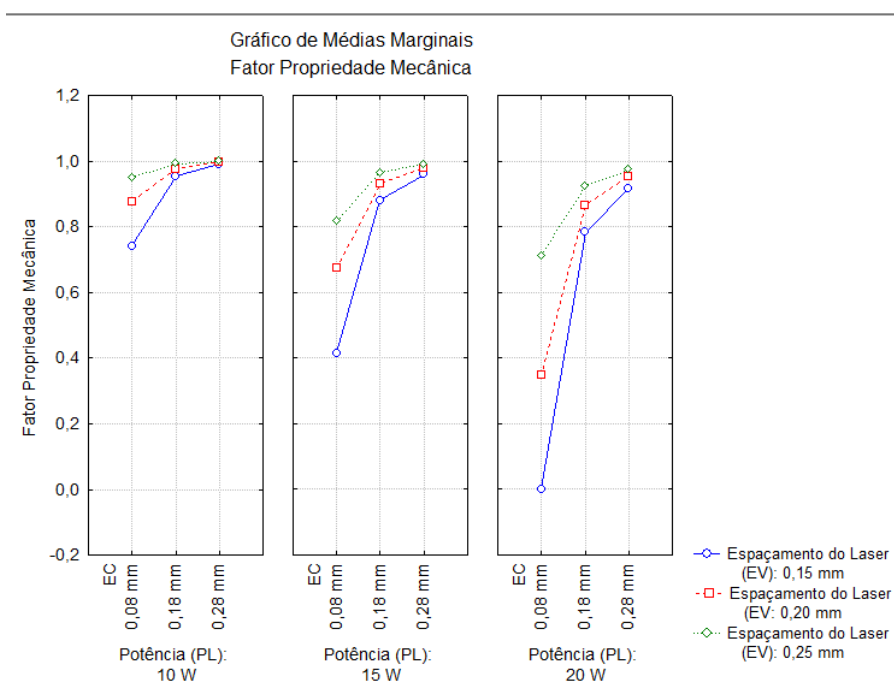


Figura 5.54: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de EC e EV na variável resposta PC, mantendo fixo a PL.

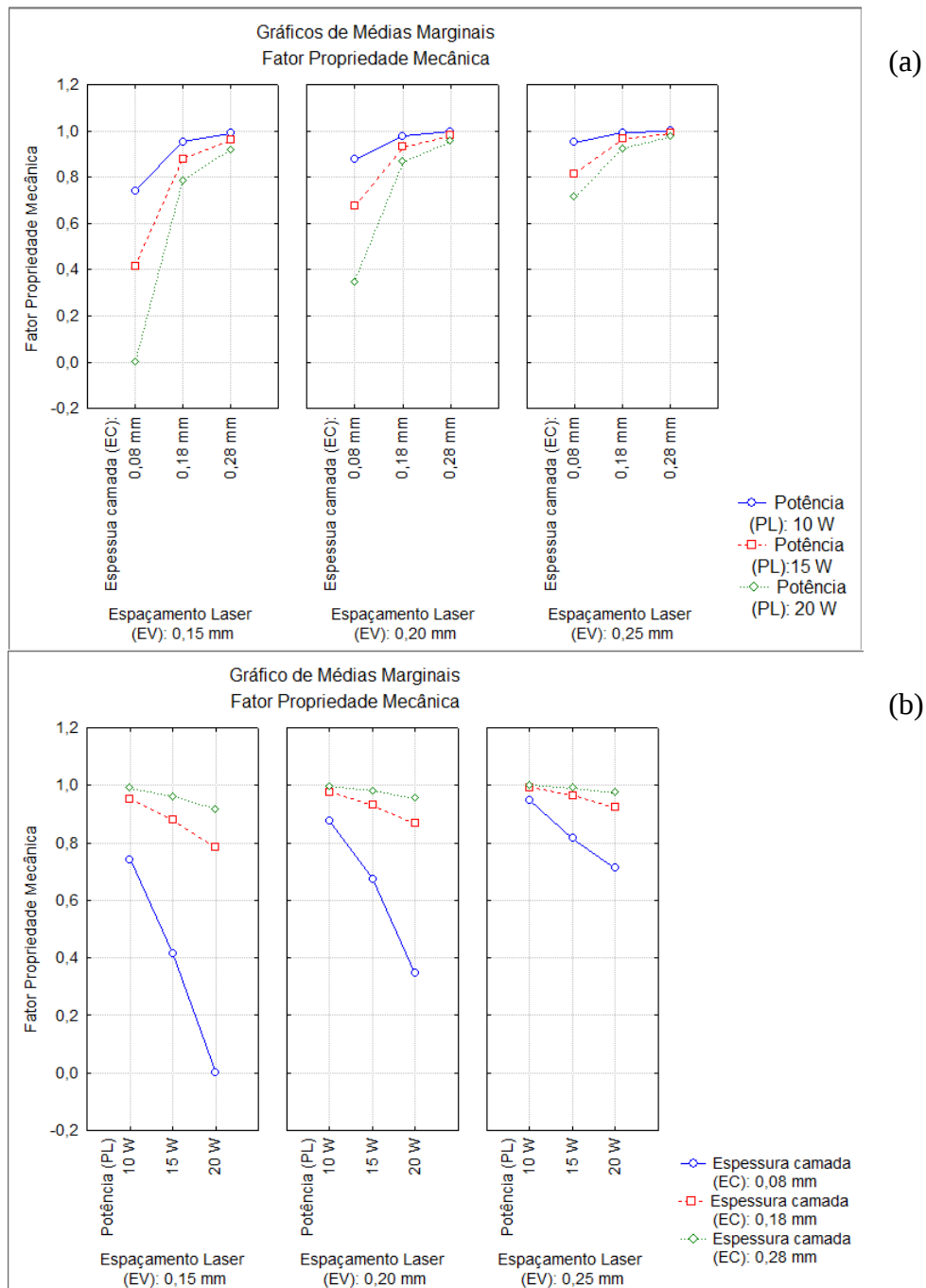


Figura 5.55: Gráfico de Médias Marginais, mostrando o efeito da variação dos níveis de PL e de EC na variável resposta PC, mantendo fixo o EV.

5.10. Otimização com restrição

De acordo com os resultados apresentados os parâmetros ótimos de cada variável dependente (parâmetros respostas) são diferentes entre si. Ressalta-se que o fator porosidade e acurácia dimensional apresentaram as respectivas regiões de ótimo

mais próximas, como observado nas superfícies de resposta geradas (Figuras 5.43 e 5.48)

Os arcabouços de maiores propriedades mecânicas foram os que apresentaram maior intensidade de distorção, menor grau de porosidade e maiores desvios dimensionais com relação ao modelo projetado. Em contrapartida, os arcabouços de maiores porosidades apresentaram delaminação entre as camadas e menores propriedades mecânicas.

Portanto, nos casos de mais de uma variável resposta, normalmente, se deseja determinar os valores operacionais ótimos das variáveis independentes que satisfaçam simultaneamente todos os requisitos necessários às variáveis dependentes. Neste âmbito pode-se utilizar o método de otimização com restrição, que neste trabalho foi realizada utilizando as funções *desirability*, do software *Statistica*.

A Figura 5.56 apresenta o gráfico para função *desirability* realizada para a otimização das condições experimentais ótimas, considerando o conjunto das quatro variáveis respostas. A Tabela 5.23 apresenta as condições operacionais ótimas e os parâmetros respostas resultante, relativos ao gráfico apresentado na Figura 5.48.

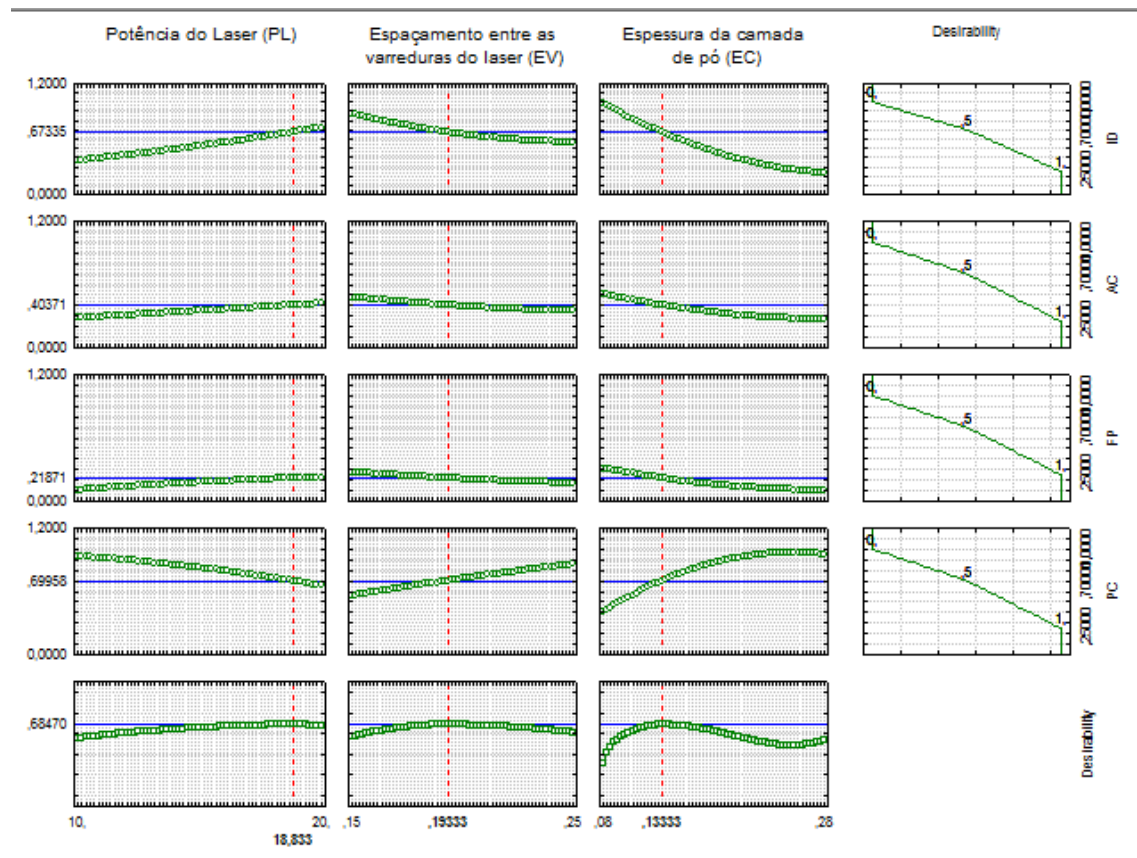


Figura 5.56: Gráfico da Função *desirability*

Tabela 5.24: Resultados da Otimização com restrição, considerando a Função Desirability Global de 0,6847.

Parâmetros	Valor Ótimo	ID	AC	FP	PC
PL	18,8 W	0,67335	0,40371	0,21871	0,69958
EV	0,19 mm				
EC	0,13 mm				

Tomando como base a classificação apresentada no item 4.8.1, o ID de 0,67335 pode resultar em distorção da estrutura do arcabouço de intensidade fraca a moderada. Ressalta-se que na condição de PL de 18,8 W, EV de 0,19 mm e EC de 0,13 mm não se espera a existência de delaminação entre as camadas, portanto o valor de ID está relacionado com a ocorrência de distorção.

Com relação ao AC, o valor de 0,40371 corresponde a uma redução em torno de 43% do tamanho de poro (área) e um desvio dimensional global de 2,37%, com relação às respectivas dimensões projetadas, além de um desnivelamento da altura do arcabouço de 1,69 mm, relativa à diferença entre o seu plano frontal e posterior.

Quanto ao FP, o valor de 0,21871 é equivalente a uma porosidade de aproximadamente 70 %. No que se refere às propriedades compressivas, o PC de 0,69958 corresponde a um valor de módulo e resistência próximos de 35 MPa e 1,5 MPa, respectivamente.

De forma a minimizar a distorção dos arcabouços confeccionados com esses parâmetros otimizados pode-se inserir no seu modelo digital uma estrutura de sacrifício, correspondente às primeiras camadas sinterizadas.

5.11. Conclusões Parciais

- A avaliação da influência individual e combinada dos parâmetros PL, EC e EV nas propriedades dos arcabouços confeccionados a partir do modelo digital 2, utilizando um planejamento fatorial completo 3^3 mostrou que:
 - O nível baixo da EC (0,08 mm) combinado a qualquer um dos níveis das variáveis PL e EV resultou em arcabouços com acentuada distorção, que apresentaram o ID máximo (1,0), na maioria das combinações;

- O nível alto de EC (0,28 mm) combinado ao nível baixo de PL (10 W) e alto de EV (0,25 mm) resultou em arcabouços com acentuada delaminação e fragilidade no manuseio;
- A variação dos níveis de apenas um parâmetro mostrou que, de forma geral, o aumento da PL (potência de laser) resultou em arcabouços com maiores desvios das dimensões estabelecidas no modelo digital, maiores valores de propriedades mecânicas e menor grau de porosidade. A mesma situação foi observada com a diminuição do nível do EV (espaçamento entre as varreduras) ou da EC (Espessura da camada);
- De forma geral, a variação entre os níveis de EC resultou em maior efeito nas propriedades dos arcabouços, do que os demais parâmetros;
- Com exceção do ID (Índice de Distorção e/ou Delaminação), os modelos de regressão obtidos para cada uma das demais variáveis respostas avaliadas no planejamento fatorial apresentaram elevado coeficiente de determinação e conformidade no gráfico de valores previstos versus observados, o que pode indicar a adequação dos respectivos modelos para descrição do comportamento da AC (Índice de Acurácia Dimensional), FP (Fator Porosidade), PC (Fator Propriedades Mecânicas Compressivas) dos arcabouços.
- De uma forma geral, os arcabouços de maiores propriedades mecânicas foram os que apresentaram maior intensidade de distorção, menor grau de porosidade e maiores desvios dimensionais com relação ao modelo projetado. Por outro lado, os arcabouços de maiores porosidades apresentaram delaminação entre as camadas e menores propriedades mecânicas. Desta forma, utilizando o conceito de otimização com restrição, foram determinados as seguintes condições operacionais de ótimo: PL de 18,8 W, EV de 0,19 mm e EC de 0,13 mm.

CAPÍTULO VI

CONCLUSÕES

6.1. Conclusões

- A avaliação das propriedades térmicas e da estrutura química do PHB remanescente do processamento por SLS indicou a possibilidade do seu reuso como matéria-prima mesmo após ciclos de exposição de 32 h sem afetar a reprodutibilidade do processo. Esta observação permitirá a redução no custo de produção de peças de PHB por SLS, já que, em equipamentos comerciais, a quantidade de pó remanescente do processo de impressão pode exceder 85% da matéria-prima utilizada.
- A Tecnologia de impressão 3D apresenta-se como uma alternativa para obtenção de peças de PHB com geometrias complexas, contornando os problemas associados ao processamento deste material.
- A estruturação tridimensional do PHB por Sinterização Seletiva a Laser foi obtida com sucesso em todas as condições de processamento avaliadas, considerando os dois modelos digitais utilizados. No entanto, o nível de reprodução das características geométricas e dimensional dos modelos digitais, bem como as propriedades mecânicas e porosidade dos arcabouços, foi diferente em cada condição de processamento utilizada.
- Por meio da Técnica de planejamento fatorial completo 3^3 foram obtidas as seguintes condições operacionais de ótimo: PL (potência de laser) de 18,8 W, EV (espaçamento entre as varreduras do laser) de 0,19 mm e EC (espessura da camada) de 0,13 mm. Nessas condições operacionais as seguintes características aproximadas dos arcabouços são previstas: distorção de fraca a moderada na estrutura, desvio dimensional em relação ao modelo digital de 43% (tamanho de poro) e 2,37% (dimensões externas), grau de porosidade de 70%, módulo e resistência em compressão de 35 MPa e 1,5 MPa, respectivamente, as quais são compatíveis para aplicação na regeneração óssea.

- De forma a minimizar a distorção dos arcabouços confeccionados com estes parâmetros otimizados pode-se inserir no seu modelo digital uma estrutura de sacrifício, correspondente as primeiras camadas a serem sinterizadas.

6.2. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Desenvolvimento de um equipamento de Sinterização Seletiva a Laser que permita o seu uso com uma quantidade menor de matéria-prima, com aplicação direcionada para pesquisa e na fabricação de peças de pequenas dimensões.
- Determinar os parâmetros ótimos do processamento por SLS relativos à Potência de Laser (PL) e a Espessura da Camada (EC), por meio do planejamento fatorial, baseando-se nos parâmetros otimizados reportados neste trabalho, considerando o erro experimental;
- Biofuncionalizar a superfície dos arcabouços otimizados com uma proteína óssea Morfogenética;
- Estudar a degradação *in vitro* dos arcabouços obtidos com os parâmetros SLS otimizados e biofuncionalizados;
- Avaliar o desempenho dos arcabouços para aplicação na Regeneração Óssea por meio de testes *in vitro* de bioatividade e de adesão de osteoblastos humanos.

CAPÍTULO VII

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AJOKU U, SALEH N, HOPKINSON N, HAGUE R, ERASENTHIRAN P, 2006, “Investigating mechanical anisotropy and end-of-vector effect in laser-sintered nylon parts” *J Eng Manuf B*, v. 220, pp. 1077–1086
- AOYAGIA, Y., YAMASHITA, K., DOI, Y., 2002, “Thermal degradation of poly[(R)-3-hydroxybutyrate], poly[ε-caprolactone], and poly[(S)-lactide]”, *Polymer Degradation and Stability*, v. 76, pp. 53–59.
- ARIFFIN, H., HARUO NISHIDA, H., SHIRAI, Y., HASSAN, M.A., 2008, “Determination of multiple thermal degradation mechanisms of poly(3-hydroxybutyrate)”, *Polymer Degradation and Stability*, v. 93, pp.1433–1439;
- ARKIN, A. H. & BAKI, H., 2002. “Chemical Modification of Chlorinated Microbial Polyesters” *Biomacromolecules*, v.3, pp. 1327-1335;
- ARMENTANO, I., DOTTORI M., FORTUNATI, E., MATTIOLI, S., KENNY, J. M., 2010, “Biodegradable polymer matrix nanocomposites for tissue engineering: A review”, *Polymer Degradation and Stability*, v. xxx, pp. 1-21;
- BABENSEE, J. E, MCINTIRE, L. V, MIKOS, A. G., 2000, “Growth Factor Delivery for Tissue Engineering” *Pharmaceutical Research* .v 17, pp 497-504.
- BAKSH, D., DAVIES, J. E., 1998, “Three-dimensional matrices of calcium polyphosphates support bone growth in vitro and in vivo”, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 9, pp. 743 – 748.
- BARBANTI, S. H, ZAVAGLIA, C. A. C., DUEK, R. A. E., 2005, “Polímeros Bioreabsorvíveis na Engenharia de Tecidos” *Polímeros Ciência e Tecnologia*, v. 15 , pp. 13-21.
- BARRÈRE, F., MAHMOOD, T.A., GROOT, K., BLITTERSWIJK, C.A., 2008, “Advanced biomaterials for skeletal tissue regeneration: Instructive and smart functions”, *Materials Science and Engineering R*, v. 59, pp. 38–71.

- BEAL, V. E, PAGGI, R. A., SALMORIA, G. V., LAGO A., 2009 “Statistical Evaluation of Laser Energy Density Effect on Mechanical Properties of Polyamide Parts Manufactured by Selective Laser Sintering”, *Journal of Applied Polymer Science*, v. 113, pp. 2910–2919
- BELLEHUMEUR, C. T., KONTOPOULOU, M., VLACHOPOULOS, J., 1998, “The role of viscoelasticity in polymer sintering”, *Rheol. Acta*, v. 37, pp. 270–278.
- BOSKHOMDZHIEV A. P., BONARTSEV, A. P., MAKHINA, T. K., *et al.*, 2010, “Biodegradation Kinetics of Poly(3-hydroxybutyrate)-Based Biopolymer Systems”, *Biochemistry (Moscow) Supplement Series B: Biomedical Chemistry*, v. 4, pp. 177–183.
- BOYAN, B. D., HUMMERT, T. W., DEAN, D. D., *et al.*, 1996 “Role of Material Surfaces in Regulating Bone and Cartilage Cell Response”, *Biomaterials*, v. 17, pp.137–146.
- CAULFIELD, B., MCHUGH, P. E., LOHFELD, S., 2007, “Dependence of mechanical properties of polyamide components on build parameters in the SLS process”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 182, pp. 477–488.
- CHEN, G., WU, Q., 2005, “The application of polyhydroxyalkanoates as tissue engineering materials”, *Biomaterials*, v. 26, pp. 6565–6578.
- CHEUNG, H., LAU, k., LU, T., HUI, D., 2007. “A Critical Review on Polymer-Based Bio-Engineered Materials for Scaffold Development”, *Composites: Part B*, v.38, pp 291–300.
- CHUNG, H., DAS, S., 2006, “Processing and properties of glass bead particulate-filled functionally graded Nylon-11 composites produced by selective laser sintering”, *Materials Science and Engineering A*, v. 437, pp. 226–234;
- COOPER, G.K., 2001, *Rapid Prototyping Technology – Selection and Application*, 1 ed., New York, Marcel Dekker Inc.
- DAS, S., 2008, “Selective Laser Sintering of Polymers and Polymer-Ceramic Composites”, In: Bidanda, B., Bártolo P. J., (eds.), *Virtual Prototyping & Bio Manufacturing in Medical Applications*, capítulo 11, U.S.A, Springer.
- DUAN, B., WANG. M, 2011 “Selective laser sintering and its application in biomedical engineering”, *Materials Research Society*, v. 36, pp. 998-1005

- DUAN, B., CHEUNG, W.L., WANG, M., 2011 “Optimized fabrication of Ca-P/PHBV nanocomposite scaffolds via selective laser sintering for bone tissue engineering”, *Biofabrication*, v. 3, pp. 1-13;
- EOSOLY, S., BRABAZON, D., LOHFELD, S., LOONEY, L., 2009 “*Selective laser sintering of hydroxyapatite/poly-e-caprolactone scaffolds*”, *Acta Biomaterialia* xxx (2009) xxx–xxx.
- ERCEG, M., KOVAČIĆ, T., KLARIĆ, I., 2005 “Thermal degradation of poly(3-hydroxybutyrate) plasticized with acetyl tributyl citrate”, *Polymer Degradation and Stability*, v. 90, pp. 313-318
- FELDKAMP, L.A., DAVIS, L.C., KRESS, J.W., 1984, "Practical cone beam algorithm" *Journal of the Optical Society of America A*, v. 1, pp. 612–619.
- FRANCHETTI, S.M.M, MARCONATO, J.C, 2006, “Polímeros Biodegradáveis – Uma Solução Parcial Para Diminuir a Quantidade dos Resíduos Plásticos”, *Quim. Nova*, v. 29, pp. 811-816;
- FRANCO, A., LANZETTA M., ROMOLI, L., 2010, “Experimental analysis of selective laser sintering of polyamide powders: an energy perspective”, *Journal of Cleaner Production*, v. 18, pp. 1722-1730;
- FRANCO, A., ROMOLI, L., 2012 “Characterization of laser energy consumption in sintering of polymer based Powders”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 212, pp. 917– 926;
- FREIER, T., 2006. “Biopolyesters in Tissue Engineering Applications” *Advanced Polymer Science*, v. 203, pp 1–61.
- GIANNOUDIS, P.V., DINOPOULOS, H., TSIRIDIS, E., 2005, “Bone substitutes: An update”, *Injury, Int. J. Care Injured*, v. 36S, pp. S20—S27
- GIBSON I., SHI D., 1997, “Material Properties and Fabrication Parameters in Selective Laser Sintering Process”, *Rapid prototyping Journal*, v. 3, pp. 129 – 136.
- GIESEN, E.B.W., DING, M., DALSTRA, M., EIJDEN, T.M.G.J., 2001 “Mechanical properties of cancellous bone in the human mandibular condyle are anisotropic”, *Journal of Biomechanics*, v. 34, pp. 799–803;

- GOODRIDGE, D. R., HAGUE, J.M. R, TUCK, J. C., 2010 “An empirical study into laser sintering of ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE)”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 210, pp. 72–80;
- GOODRIDGE, D.R, TUCK, J.C, HAGUE J.M.R, 2012, “Laser sintering of polyamides and other polymers” *Progress in Materials Science*, v. 57, pp. 229–267;
- GOULET, R.W., GOLDSTEIN, S.A., CIARELLI, M.J., KUHN, J.L., BROWN, M.B., FELDKAMP, L.A., 1994. The relationship between the structural and orthogonal compressive properties of trabecular bone. *Journal of Biomechanics*, v. 27, 375_377, 379_389.
- GREEN D., WALSH D., MANN S., OREFFO R. O. C., 2002, “The Potential of Biomimesis in Bone Tissue Engineering: Lessons From the Design and Synthesis of Invertebrate Skeletons”, *Bone*, v.. 30, pp. 810–815.
- GRIFFITH L. G., 2002, “Emerging Design Principles in Biomaterials and Scaffolds for Tissue Engineering”, *Ann. N.Y. Acad. Sci.*, v. 961, pp. 83 – 95.
- HAMBIR, S., JOG, J. P., 1999, “Sintering of ultra high molecular weight polyethylene”, *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 23, pp. 221–226.
- HARLEY B. A. C., KIM H, ZAMAN M. H., YANNAS I. V., LAUFFENBURGER D. A., GIBSON L. J., 20008, “Microarchitecture of Three-Dimensional Scaffolds Influences Cell Migration Behavior via Junction Interactions”, *Biophysical Journal*, v. 85, pp. 4013–4024.
- HILBORN, J., BJURSYEN, M. L., 2007, “A New and Envolving Paradigm for Biocompatibility”, *Journal of Tissue Engineering and Regenerative Medicine* v.1, pp 110 – 119.
- HOLLISTER, S.J., AND MURPHY, W.L., 2011, “Scaffold Translation: Barriers Between Concept and Clinic” , *Tissue Engineering: Part B*, v. 17, pp. 459-474.
- HUTMACHER, D. W, 2000, “Scaffolds in Tissue Engineering Bone and Cartilage”, *Biomaterials*, v. 21, pp. 2529–43.
- İLKGÜN, Ö, 2005, *Effects of Production Parameters on Porosity and Hole Properties in Laser Sintering Rapid Prototyping Process*, Tese de mestrado, Middle East Technical University, Ankara, Turkey.

- JAIN, K. P., PANDEY, M. P., RAO P. V. M., 2009, “Effect of delay time on part strength in selective laser sintering”, *Int J Adv Manuf Technol*, v. 43, pp. 117–126;
- KARAGEORGIU, V., KAPLAN, D., 2005. “Porosity of 3D Biomaterial Scaffolds and Osteogenesis” *Biomaterials*, v. 26, pp 5474–5491.
- KONTOPOULOU, M., VLACHOPOULOS, J., 2001, “Melting and Densification of Thermoplastic Powders”, *Polymer Engineering and Science*, v. 41, pp. 155 – 169.
- KULMAN C., 2006, *Desenvolvimento de Sistema-Protótipo de Sinterização Seletiva a Laser, Visando a Obtenção de Componentes com Gradientes Funcionais*, Tese de mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, Brasil.
- KRUTH, J. P., LEVY, G., KLOCKE F., CHILDS, T. H. C., 2007, “Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing”, *Annals of the CIRP*, v. 56, pp. 730 – 759.
- LEONG K. F., CHEAH C. M., CHUA C. K., 2003, “Solid freeform fabrication of three-dimensional scaffolds for engineering replacement tissues and organs” *Biomaterials*, v. 24, pp. 2363–2378.
- LEONG K. F., CHUA C. K., SUDARMADJI N., YEONG W. Y., 2008, “Engineering functionally graded tissue engineering scaffolds”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 1, pp. 140 – 152.
- LI S-H., YU, P. H., CHEUNG, M.K., 2001, “Thermogravimetric Analysis of Poly(3-hydroxybutyrate) and Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate)”, *Journal of Applied Polymer Science*, v. 80, pp. 2237–2244;
- LÖBLER, M., SAB, M., KUNZEB, C., SCHMITZB, K., HOPT, H. T., 2002 “Biomaterial patches sutured onto the rat stomach induce a set of genes encoding pancreatic enzymes”, *Biomaterials*, v. 23, pp. 577–583
- LUCAS, E. F., SOARES, B. G., MONTEIRO, E., 2001, “*Caracterização de Polímeros. Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica*”, Rio de Janeiro, Epapers serviços editoriais.

- LUO, Y., ENGELMAYR, G., AUGUSTE, T. D. *et al.*, 2007 “Three-dimensional Scaffolds”, In: LANZA, R., LANGER, R., VACANTI, J. (eds)., *Principles of Tissue Engineering*, capítulo 25, U.S.A., Elsevier.
- MAZUR, S., “Coalescence of Polymer Particles”, In: NARKIS, M., ROSENZWEIG, N. (eds)., *Polymer Powder Technology*, capítulo 8, New York, U.S.A, John Wiley & Sons.
- MA P. X, LANGER R., 1999, “Fabrication of Biodegradable Polymer Foams for Cell Transplantation and Tissue Engineering, In: MORGAN, R. J, YARMUSH, L. M. (eds)., *Tissue engineering methods and protocols*, capítulo 4, Totowa, USA, Humana Press Inc.
- MA, P. X., ZHANG, R., XIAO, G., FRANCESCHI, R., 2001 “Engineering new bone tissue in vitro on highly porous poly(α -hydroxyl acids)/hydroxyapatite composite scaffolds”, *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 54, pp. 284 – 293;
- MA Z., MAO, Z., GAO, C., 2007, “Surface Modification and Property Analysis of Biomedical Polymers Used for Tissue Engineering”. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* article in press; pp.1-21.
- MARTINS, A. M., ALVES C. M., KASPER F. K., MIKOS A. G., REIS R. L., 2010, “Responsive and in situ-forming chitosan scaffolds for bone tissue engineering applications: an overview of the last decade”, *J. Mater. Chem.*, v. 20, pp. 1638–1645.
- MISRA, K. S., VALAPPIL, P. S., ROY, I. E., ET AL., 2006, “Polyhydroxyalkanoate (PHA)/Inorganic Phase Composites for Tissue Engineering Applications”, *Biomacromolecules*, v. 7, pp 2249-2258.
- MOORE, W.R., GRAVES, S.E., BAIN, G.I., 2001, “Synthetic Bone Graft Substitutes”, *ANZ Journal of Surgery*, v. 71, pp. 354-361;
- MURPHY C. M., HAUGH M. G., O’BRIEN F. J., 2010, “The effect of mean pore size on cell attachment, proliferation and migration in collagen–glycosaminoglycan scaffolds for bone tissue engineering”, *Biomaterials*, v. 31, pp. 461-466.
- NAIR, S., LAURENCIN, T. C, 2007. “Biodegradable Polymers as Biomaterials”, *Progress Polymer Science*, v. 32, pp 762–798.

- NEBE, B., FORSTER, C., POMMERENKE, H., FULDA, G., BEHREND, D., BERNEWSKI, U., SCHMITZ, K-P, RYCHLY, J., 2001, “Structural alterations of adhesion mediating components in cells cultured on poly- β -hydroxy butyric acid”, *Biomaterials*, v. 22, pp. 2425-2434
- NELSON J. C., XUEF S., BARLOW J. W, BEAMAN J. J., *et al.*, 1993, “Model of the Selective Laser Sintering of Bisphenol-A Polycarbonate”, *Ind. Eng. Chem. Res.*, v. 32, pp. 2305-2317.
- NELSON, J.A., GALLOWAY G., RENNIE A. E. W., ABRAM T. N., 2014, “Effects of Scan Direction and Orientation on Mechanical Properties of Laser Sintered Polyamide-12”, *Int J Advanced Design and Manufacturing Technology*, v. 7, pp. 19-25;
- NGUYEN, S., MARCHESSAULT, R.H., 2004, “Synthesis and Properties of Graft Copolymers Based on Poly(3-hydroxybutyrate) Macromonomers”, *Macromol. Biosci.*, v. 4, pp. 262–268
- OFTADEH, R., PEREZ-VILORIA, M., VILLA-CAMACHO, J.C., VAZIRI, A., NAZARIAN, A., 2015, “Biomechanics and Mechanobiology of Trabecular Bone: A Review”, *Journal of Biomechanical Engineering*, v.137, pp. 010802-1 - 010802-15;
- OLIVEIRA, L. M., ARAÚJO, E. S., GUEDES, S. M. L., 2006, “Gamma irradiation effects on poly(hydroxybutyrate)”, *Polymer Degradation and Stability*, v. 91, PP. 2157- 2162.
- OLIVEIRA M. F., MAIA I. A., NORITOMI P. Y., NARGI G. C., SILVA J. V. L., FERREIRA B. M. P., DUEK E. A. R., 2007, “Construção de *Scaffolds* para engenharia tecidual utilizando prototipagem rápida”, *Revista Matéria*, v. 12, pp. 373 – 382.
- ORÉFICE, R. L., PEREIRA, M., MANSUR, H. S., 2005, *Biomateriais - Fundamentos e Aplicações*, 1 ed, Rio de Janeiro, Editora Cultura Médica.
- O'SHEA, T. M., MIAO, X., 2008, “Bilayered Scaffolds for Osteochondral Tissue Engineering” *Tissue Engineering: Part B*, v. 14, pp. 447 – 464.

- PADERMSHOKE, A., KATSUMOTO, Y., SATO, et al., 2005, “Melting behavior of poly(3-hydroxybutyrate) investigated by two-dimensional infrared correlation spectroscopy”, *Spectrochimica Acta Part A*, v. 61, pp. 541–550.
- PHAM, D. T., DOTCHEV, K. D, YUSOFF, W. A. Y., 2008, “Deterioration of polyamide powder properties in the laser sintering process” *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, v. 222, pp. 2163 – 2167;
- RIMELL, T.J, MARQUIS, M.P, 2000, “Selective Laser Sintering of Ultra High Molecular Weight Polyethylene for Clinical Applications”, *Inc. J Biomed Mater Res (Appl Biomater)*, v. 53, pp. 414–420;
- ROY, T. D, SIMON, J.L., RICCI, J.L., REKOW, E. D, THOMPSON, V.P, PARSONS, J. R., 2003, “Performance of degradable composite bone repair products made via three-dimensional fabrication techniques”, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, v. 66A, pp. 283-291.
- SABIR, M. I, XU, X., LI, L., 2009, “A review on biodegradable polymeric materials for bone tissue engineering applications”, *J Mater Sci*, v. 44, pp. 5713–5724.
- SALGADO, A. J., COUTINHO O. P., REIS, R. L, 2004, “Bone Tissue Engineering: State of the Art and Future Trends”, *Macromolecular Bioscience*, v. 4, pp. 743-765;
- SALMORIA, G.V, LEITE, J.L, AHRENS, C.H., LAGO, A., PIRES, A.T.N, 2007 “Rapid manufacturing of PA/HDPE blend specimens by selective laser sintering: Microstructural characterization”, *Polymer Testing*, v. 26, pp. 361–368
- SCHIEKER, M., SEITZ, H., DROSSE, I., SEITZ, S., MUTSCHLER W., 2006, “Biomaterials as Scaffold for Bone Tissue Engineering”, *European Journal of Trauma*, v. 32, pp. 114-124.
- SCHMID, M., AMADO, A., WEGENER, K., 2014, “Materials perspective of polymers for additive manufacturing with selective laser sintering”, *J. Mater. Res.*, Vol. 29, 1824-1832;
- SCHULTZ J. P., 2003, *Modeling Heat Transfer and Densification during Laser Sintering of Viscoelastic Polymers*, Tese de doutorado, Blacksburg, USA.

- SENTHILKUMARAN K., PANDEY P. M., RAO P. V. M., 2009, “Influence of building strategies on the accuracy of parts in selective laser sintering”, *Materials and Design*, v. 30, pp. 2946–2954.
- SHI, Y., LI, Z., SUN, H., HUANG, S., ZENG, F., 2004, “Effect of the properties of the polymer materials on the quality of selective laser sintering parts”, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, v. 218, pp. 247-252
- SHIEH, S., VACANTI, J. P., 2005, “State-of-the-Art Tissue Engineering: from Tissue Engineering to Organ Building”, *Surgery*, v. 137, pp. 1-7.
- SHISHATSKAYA, E. I., VOINOVA, O. N., GOREVA, A. V., MOGILNAYA, O. A., VOLOVA, T. G., 2008, “Biocompatibility of polyhydroxybutyrate microspheres: in vitro and in vivo evaluation”, *J Mater Sci: Mater Med*, v. 19, pp. 2493–2502.
- SILVA, R.B., CAVALI, P.T.M., VEIGA, I.G., RISSO-NETO, M.I, PASQUALINI, W., SANTOS, M.A.M., ROSSATO, A.J., LEHOCZKI, M.A., LANDIM, E., 2010 “Avaliação da dor e morbidade local da retirada do enxerto ósseo da crista líaca para artrodese cervical anterior”, *Coluna/Columma*, v.9, pp 424-429.
- SIMPSON R. L., WIRIA F. E., AMIS A. A., et al., 2008, “Development of a 95/5 Poly(L-lactide-co-glycolide)/hydroxylapatite and b-Tricalcium Phosphate Scaffold as Bone Replacement Material via Selective Laser Sintering”, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, v. 84B, pp. 17 – 25.
- SOMBATMANKHONG, K., SANCHAVANAKIT, N., PAVASANT, P., SUPAPHOL, P., 2007, “Bone scaffolds from electrospun fiber mats of poly(3-hydroxybutyrate), poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) and their blend”, *Polymer*, v.48, pp. 1419e1427.
- STARR, L. T., GORNET, J. T., USHER, S. J., 2011, “The effect of process conditions on mechanical properties of laser-sintered nylon”, *Rapid Prototyping Journal*, v. 17, pp. 418–423;

- STEEN, W.M., MAZUMDER, J., 2010 “Rapid Prototyping and Low-volume Manufacture”, In: STEEN, W.M., MAZUMDER, J., *Laser Material Processing*, capítulo 7, London, Springer-Verlag London;
- STEVENS, M. M., 2008, “Biomaterials for bone tissue engineering”, *Material Today*, v. 11, pp. 18–25;
- TABATA, 2000, “The importance of drug delivery systems in tissue engineering”, *Pharmaceutical Science & Technology Today*, v. 3, pp. 80 – 89.
- TABATA, 2005, “Role of Gelatin in the Release Carrier of Growth Factor for Tissue Engineering”, In: MA, P. X., ELISSEF, J. (eds), *Scaffolding in Tissue Engineering*, capítulo 4, Boca Raton, USA, CRCPress.
- TAN, K. H., CHUA C. K., LEONG K. F., CHEAH C. M., CHEANG P., ABU BAKAR M.S., CHAC S. W., 2003, “Scaffold development using selective laser sintering of polyetheretherketone–hydroxyapatite biocomposite blends”, *Biomaterials*, v.24, pp. 3115–3123.
- TRIPATHI, G., BASU, B., 2012, “A porous hydroxyapatite scaffold for bone tissue engineering: Physico-mechanical and biological evaluations”, *Ceramics International*, v. 38, pp. 341–349
- VASQUEZ, G.M., MAJEWSKI C.E., HAWORTH, B., HOPKINSON, N. 2014 “A targeted material selection process for polymers in laser sintering”, *Additive Manufacturing*, v. 1–4, pp. 127–138;
- VELU, R., SINGAMNENI, S., 2014 “Selective laser sintering of polymer biocomposites based on polymethyl methacrylate”, *J. Mater. Res.*, V. 29, pp. 1883-1892;
- VOLPATO, N., 2007 “Os principais processos de prototipagem rápida”, In: AHRENS, C.H., FERREIRA C.V., PETRUSH, G., CARVALHO, J., SANTOS, J.R.L., SILVA, J.V.L., VOLPATO, N (ed), *Prototipagem Rápida: Tecnologias e Aplicações*, capítulo 3, Brasil, Editora Blücher;
- WANG, R-J., WANG, L., ZHAO, L., LIU, Z., 2007, “Influence of process parameters on part shrinkage in SLS”, *Int J Adv Manuf Technol*, v. 33, pp. 498–504;

- WILLIAMS, J. D., DECKARD C. R., 1998, “Advances in modeling the effects of selected parameters on the SLS process”, *Rapid Prototyping Journal*, V. 4, pp. 90–100
- WILLIAMS, J. M., ADEWUNMI A., SCHEK R. M., 2005, “Bone tissue engineering using polycaprolactone scaffolds fabricated via selective laser sintering”, *Biomaterials*, v. 26, pp. 4817–4827.
- WILLIAMS, D. F., 2008, “On the mechanisms of biocompatibility”, *Biomaterials*, v. 29, pp. 2941–2953.
- WIRIA F. E., CHUA C. K., LEONG K. F., QUAH Z. Y., CHANDRASEKARAN M., LEE M. W., 2008, “Improved biocomposite development of poly(vinyl alcohol) and hydroxyapatite for tissue engineering scaffold fabrication using selective laser sintering”, *J Mater Sci: Mater Med*, v. 19, pp. 989–996.
- WIRIA, F. E., LEONG, K. F., CHUA, C. K., 2010, “Modeling of powder particle heat transfer process in selective laser sintering for fabricating tissue engineering scaffolds”, *Rapid Prototyping Journal*, v. 16,, pp. 400 – 410.
- WOESZ A., 2008 “Rapid Prototyping to Produce Porous Scaffolds with Controlled Architecture for Possible use in Bone Tissue Engineering”, In: BIDANDA B., BÁRTOLO P. J., (eds), *Virtual Prototyping & Bio Manufacturing in Medical Applications*, New York, USA, LLC.
- XU, C, SU, P., CHEN, X., MENG, X. ,YU, W., XIANG, A. P., WANG, Y., 2011, “Biocompatibility and osteogenesis of biomimetic Bioglass-Collagen-Phosphatidylserine composite scaffolds for bone tissue engineering”, *Biomaterials*, v. 32, pp. 1051-1058;
- XU, J., GUO, B., YANG, R, 2002 “In situ FTIR study on melting and crystallization of polyhydroxyalkanoates”, *Polymer*, v. 43, pp. 6893–6899.
- YANG S, LEONG K., DU Z., CHUA C., 2001, “The Design of Scaffolds for Use in Tissue Engineering. Part I. Traditional Factors”, *Tissue Engineering*”, v. 7, pp. 679 – 689.
- YANNAS I. V., 2005, “Facts and Theories of Induced Organ Regeneration”, *Adv Biochem Engin/Biotechnol*, v. 93, pp. 1–38.

- ZARRINGHALAM, H., HOPKINSON, N., KAMPERMAN, N. F., VLIEGER, J. J., 2006, “Effects of processing on microstructure and properties of SLS Nylon 12”, *Materials Science and Engineering A*, v. 435–436, pp. 172–180.
- ZEIN I., HUTMACHER D. W., TAN K. T., TEOH S. H., 2002, “Fused deposition modeling of novel scaffold architectures for tissue engineering applications”, *Biomaterials*, V. 23, pp. 1169-1185.
- ZHIJIANG, C., 2006, “Biocompatibility and Biodegradation of novel PHB porous substrates with controlled multi-pore size by emulsion templates method”, *J Mater Sci: Mater Med*, v. 17, pp. 1297–1303.
- ZHOU, W. Y., LEE S. H., WANG M., CHEUNG W. L., IP W. Y., 2008, “Selective laser sintering of porous tissue engineering scaffolds from poly(L-lactide)/carbonated hydroxyapatite nanocomposite microspheres”, *J Mater Sci: Mater Med*, v. 19, pp. 2535–2540.
- ZHOU, W., WANG, X., HU, J., ZHU, X., 2013, “Melting process and mechanics on laser sintering of single layer polyamide 6 powder”, *Int J Adv Manuf Technol*, v. 69, pp. 901–908;

ANEXO

Anexo 1 – Capítulo V - Parte I

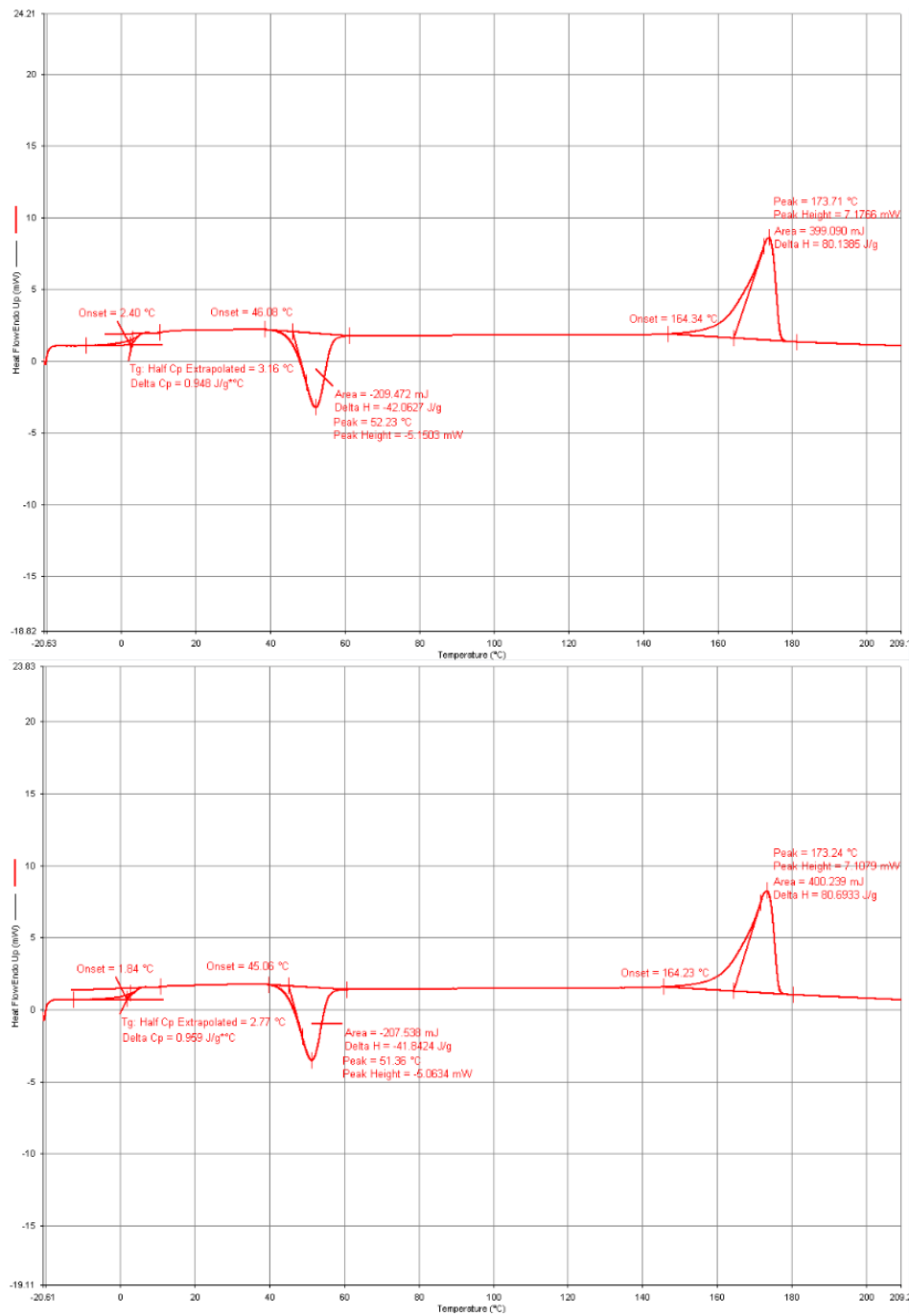


Figura 1: Curvas de DSC relativas ao 2º ciclo de aquecimento realizadas no pó de PHB após ciclos de 3,5 h e 32,15 h de processamento por SLS

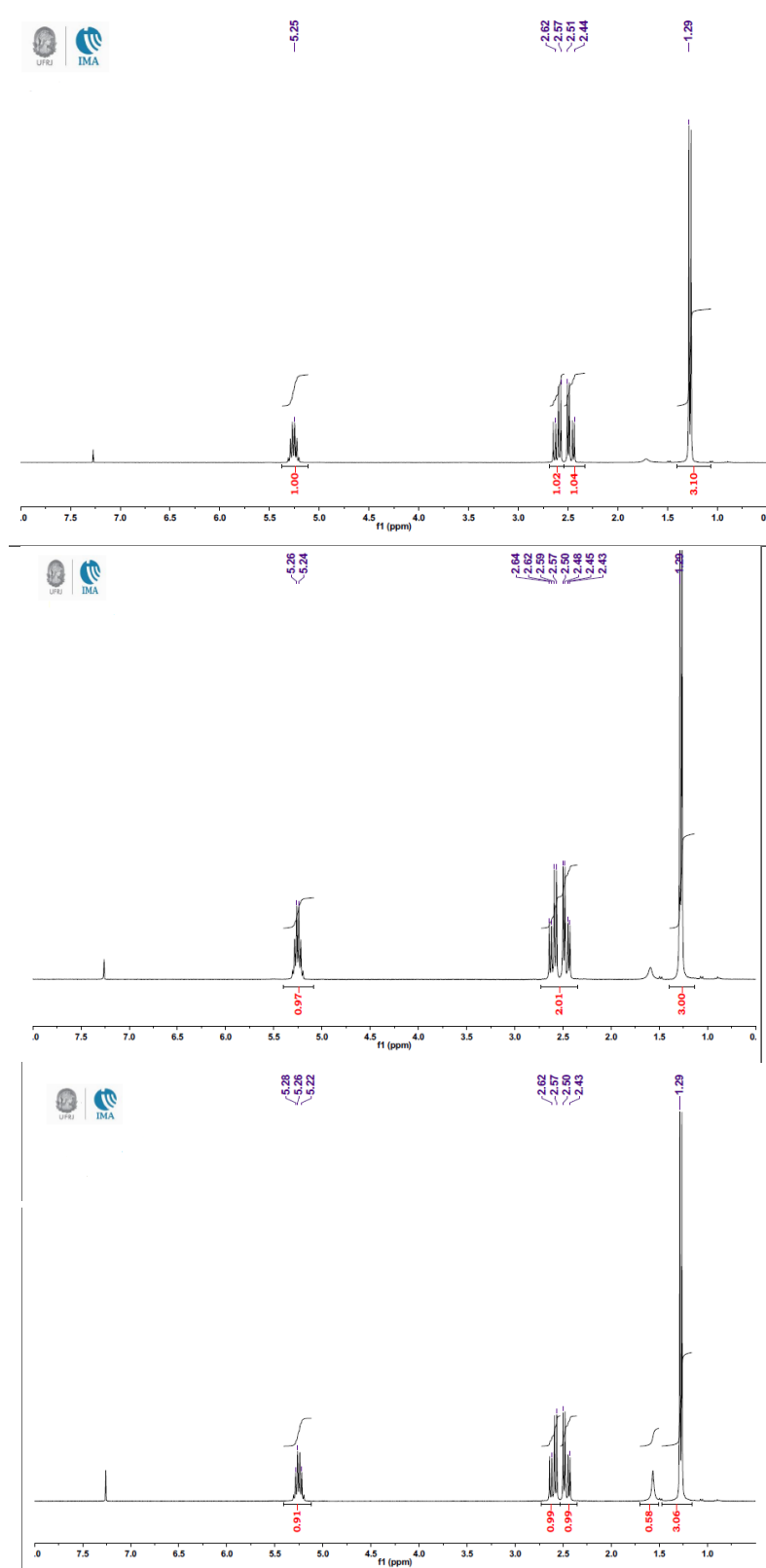


Figura 2: Espectros de RMN- H^1 do pó de PHB não processado (a) e remanescente de ciclos de 3,5 h (coletado do part bed) e 32,15 h (coletado do part bed) após ciclos de processamento SLS.

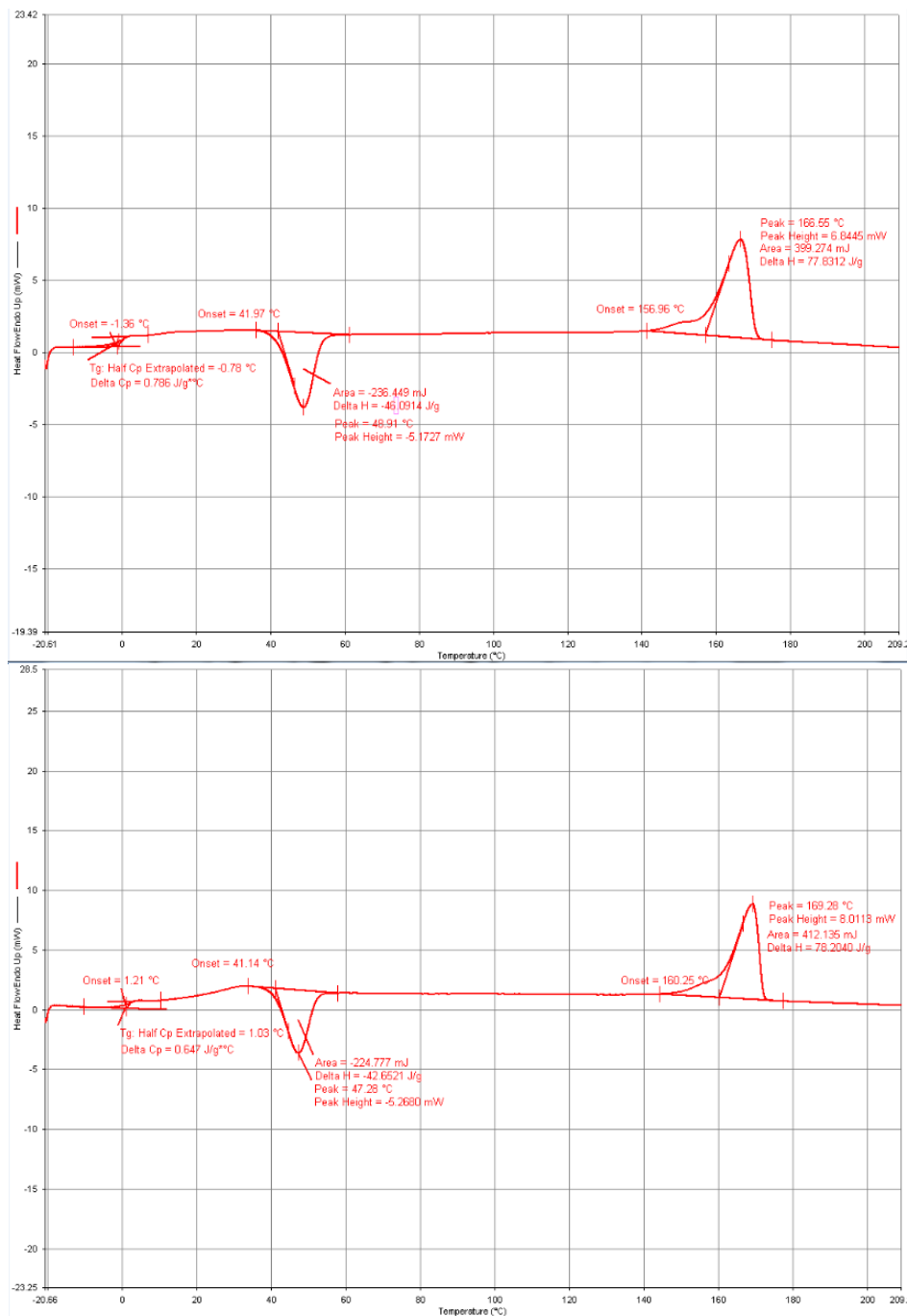


Figura 03: Curvas de DSC relativas ao 2º ciclo de aquecimento realizadas nos modelo físico confeccionado com PHB não processado (1º impressão) e o remanescente de ciclos de 3,5 h (2º impressão).

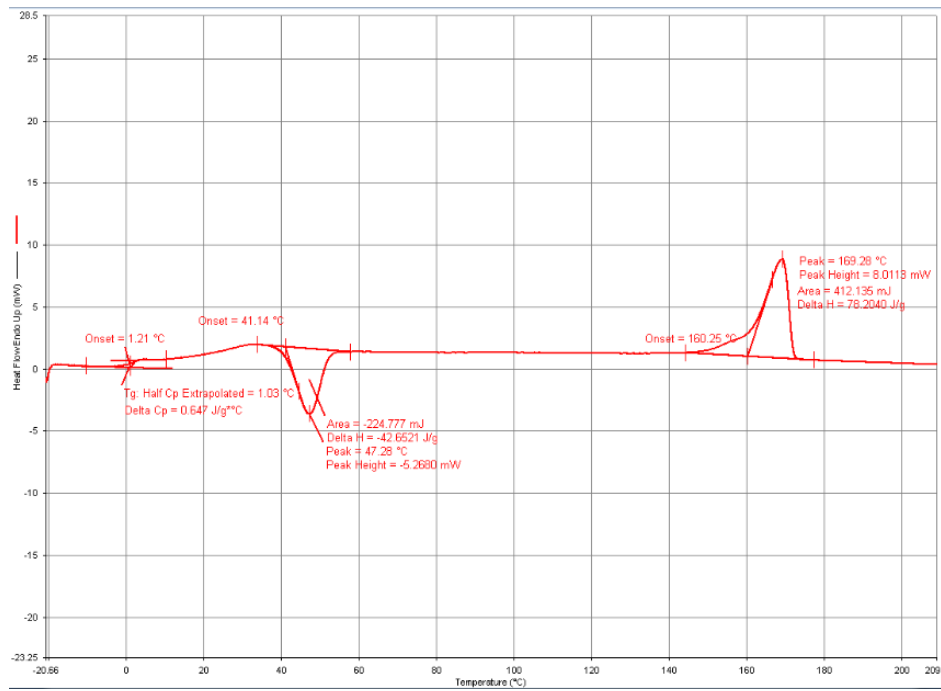


Figura 03: Curvas de DSC relativas ao 2º ciclo de aquecimento realizada no modelo físico confeccionado com PHB remanescente de ciclos de 30,45 h (3º impressão) de processamento SLS.

Anexo 2: Capítulo V - Parte III

Tabela 1: Características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

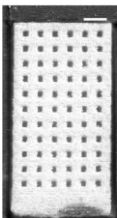
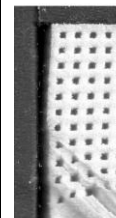
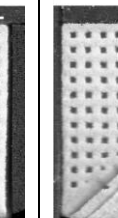
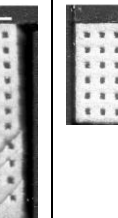
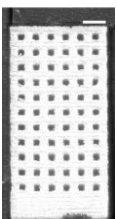
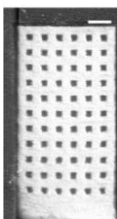
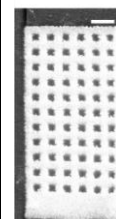
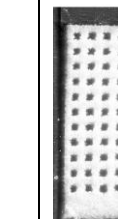
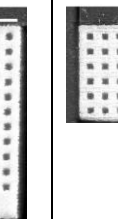
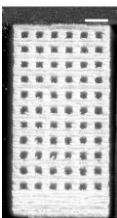
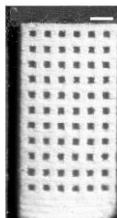
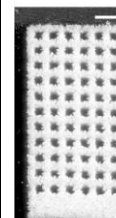
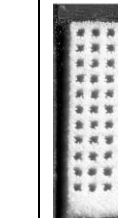
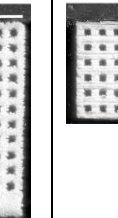
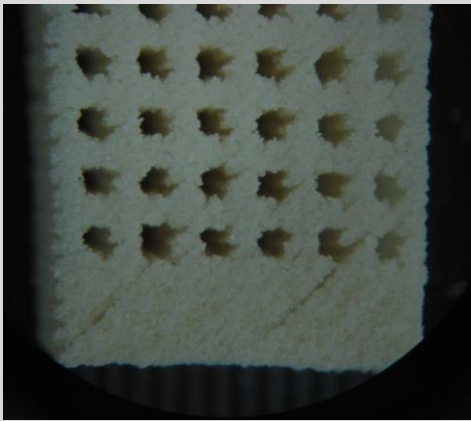
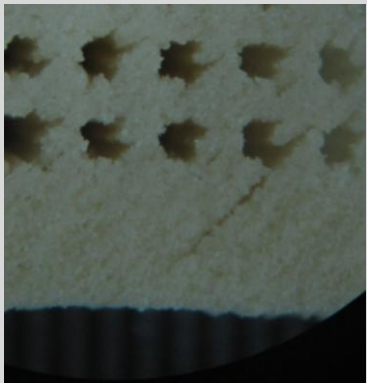
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0
1. 10 W.45°.0,15 mm.0,08 mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
2. 10W.45°.0,15mm.0,18mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
3. 10W.45°.0,15mm.0,28mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
Delaminação Fraca 					Delaminação Fraca 				

Tabela 1: Continuação das características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

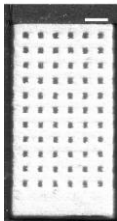
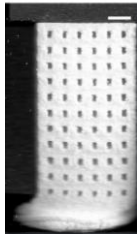
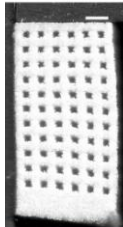
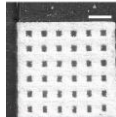
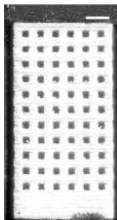
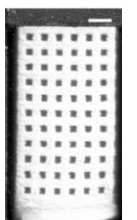
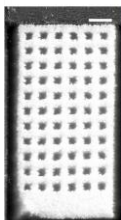
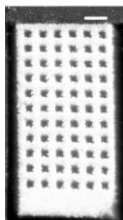
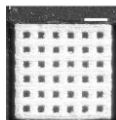
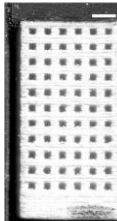
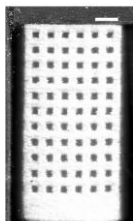
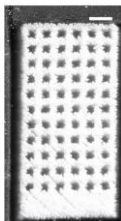
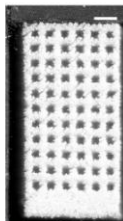
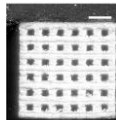
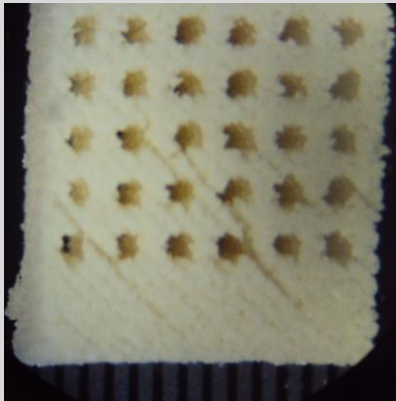
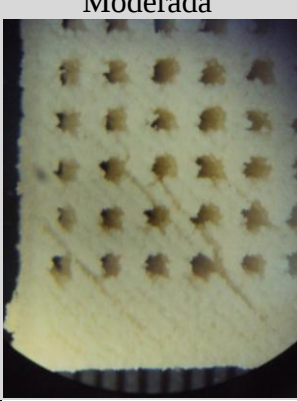
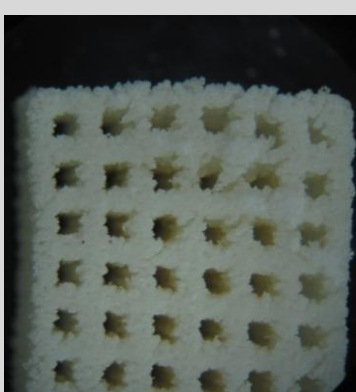
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0
4. 10W.45°.0,20 mm.0,08mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
5. 10W.45°.0,20mm.0,18mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
6. 10W.45°.0,20mm.0,28mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
Delaminação Moderada		Delaminação Moderada		Delaminação Moderada					
									

Tabela 1: Continuação das características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

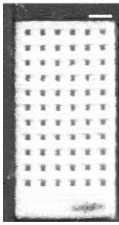
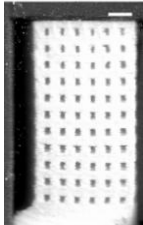
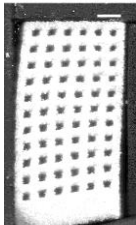
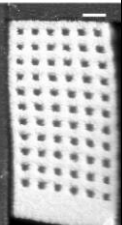
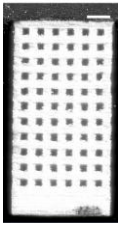
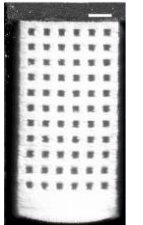
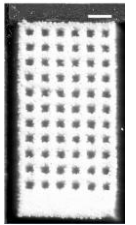
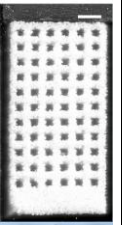
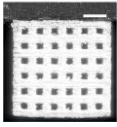
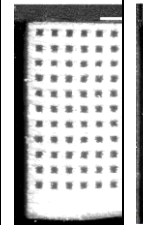
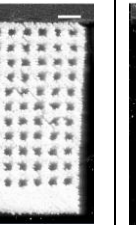
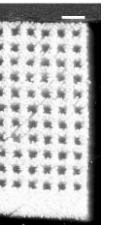
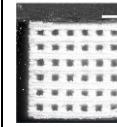
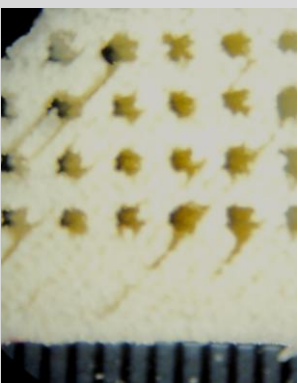
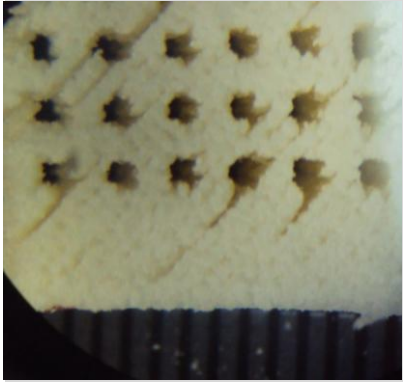
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0
7. 10W.45°.0,25mm.0,08mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
8. 10W.45°.0,25mm.0,18mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
9. 10W.45°.0,25mm.0,28mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
Fragilidade Acentuada da Estrutura			Delaminação Acentuada		Delaminação Acentuada				
									

Tabela 1: Continuação das características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

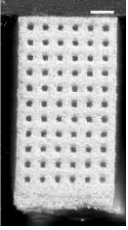
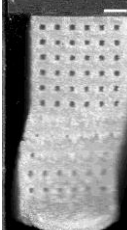
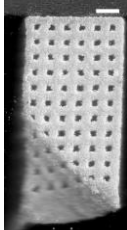
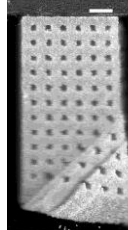
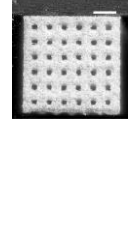
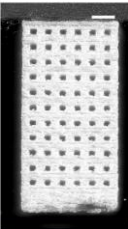
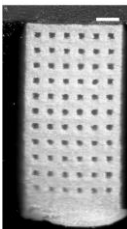
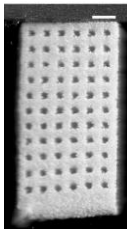
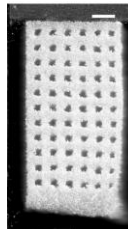
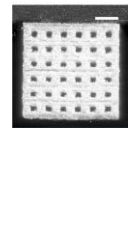
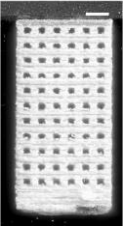
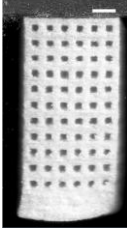
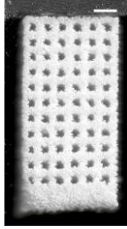
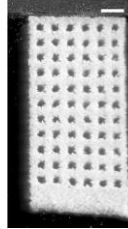
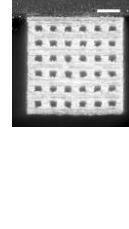
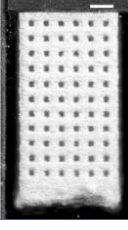
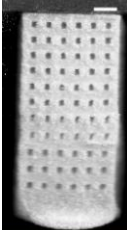
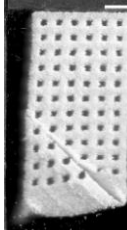
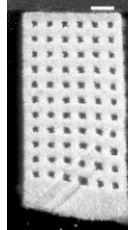
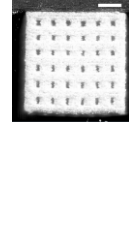
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0
10. 15W.45°.0,15mm. 0,08mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
11. 15W.45°.0,15mm.0,18mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
12. 15W.45°.0,15mm.0,28mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
13. 15W.45°.0,20mm.0,08mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					

Tabela 1: Continuação das características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

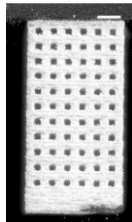
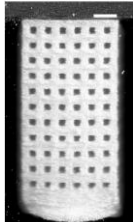
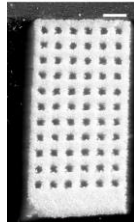
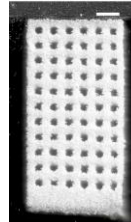
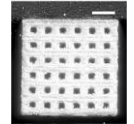
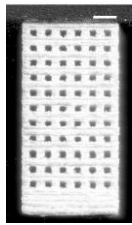
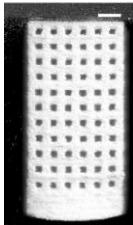
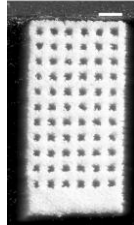
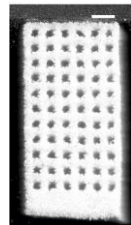
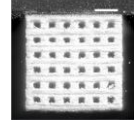
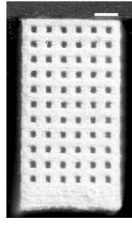
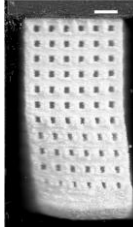
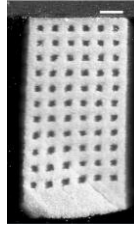
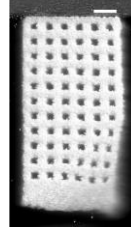
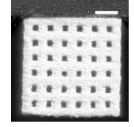
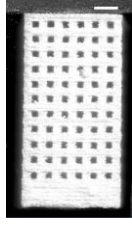
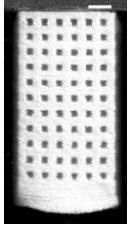
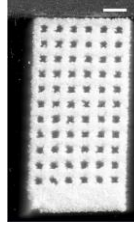
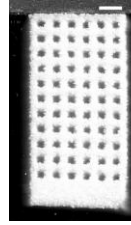
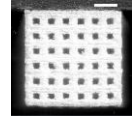
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0	
14. 15W.45°.0,20mm.0,18mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						
15. 15W.45°.0,20mm.0,28mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						
16. 15W.45°.0,25mm.0,08mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						
17. 15W.45°.0,25mm.0,18mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						

Tabela 1: Continuação das características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

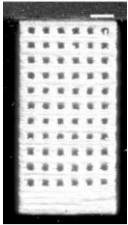
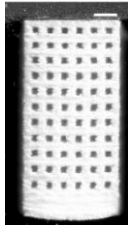
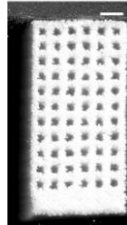
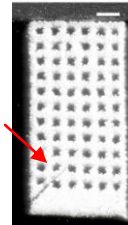
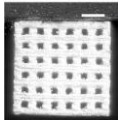
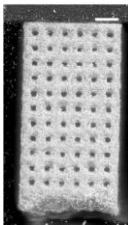
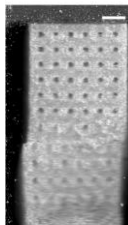
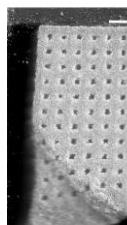
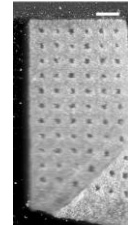
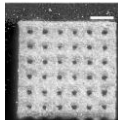
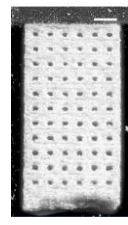
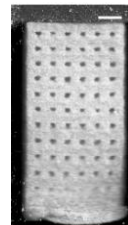
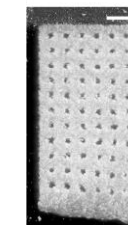
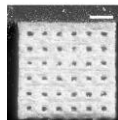
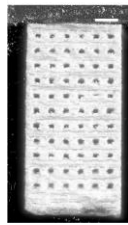
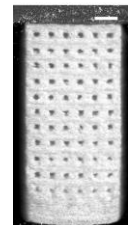
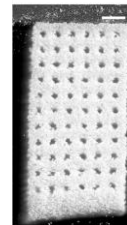
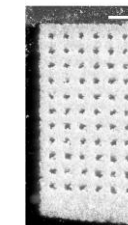
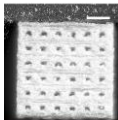
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0
18. 15W.45°.0,25mm.0,28mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
19. 20W.45°.0,15mm.0,08mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
20. 20W.45°.0,15mm.0,18mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
21. 20W.45°.0,15mm.0,28mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					

Tabela 1: Continuação das características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

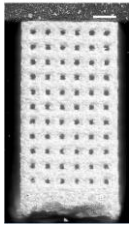
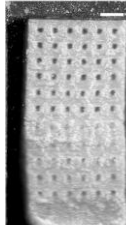
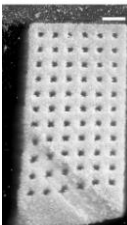
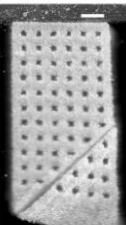
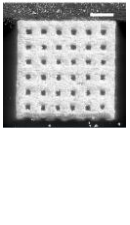
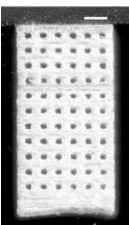
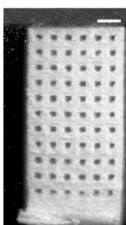
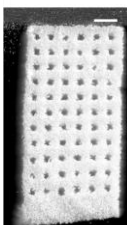
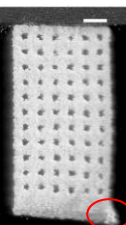
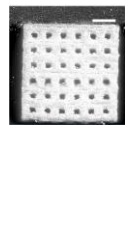
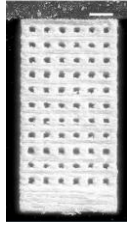
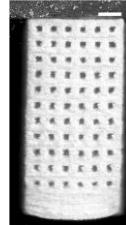
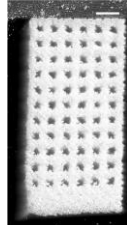
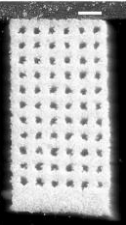
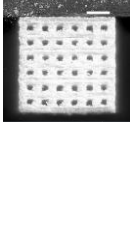
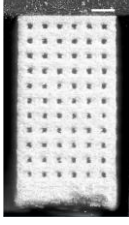
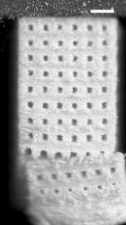
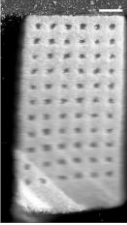
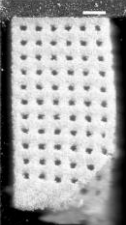
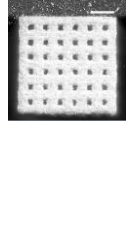
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0	
22. 20W.45°.0,20mm.0,08mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						
23. 20W.45°.0,20mm.0,18mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						
24. 20W.45°.0,20mm.0,28mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						
25. 20W.45°.0,25mm.0,08mm										
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo						

Tabela 1: Continuação das características visuais dos arcabouços em cada condição de processamento e o respectivo Índice de Distorção e/ou Delaminação (ID) (barra= 3 mm).

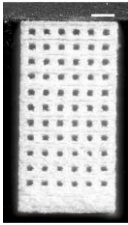
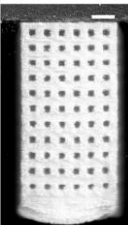
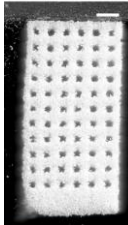
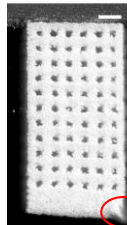
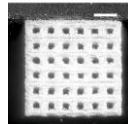
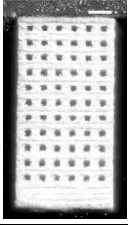
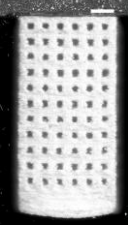
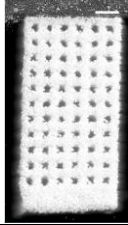
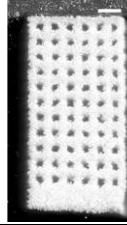
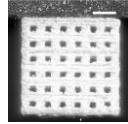
Características Visuais dos Arcabouços					0	0,25	0,50	0,75	1,0
26. 20W.45°.0,25mm.0,18mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					
27. 20W.45°.0,25mm.0,28mm									
									
xz_a	xz_b	yz_a	yz_b	xy_topo					

Tabela 2: Resultados da Análise Dimensional dos Poros

Nº	Condição de Processamento			Análise Dimensional do Poro	
	PL	EV	EC	Área do poro (mm ²)	Fator Desvio Dimensional do poro Eq. 4.3
1	10 W	0,15 mm	0,08 mm	0,3869 ± 0,0262 (6,78%)	0,6130 ± 0,0260 (4,28%)
2	10 W	0,15 mm	0,18 mm	0,6005 ± 0,0106 (1,77%)	0,3994 ± 0,0106 (2,67%)
3	10 W	0,15 mm	0,28 mm	0,7071 ± 0,0274 (3,88%)	0,2928 ± 0,0274 (9,37%)
4	10 W	0,20 mm	0,08 mm	0,5000 ± 0,0172 (3,45%)	0,5000 ± 0,0172 (3,45%)
5	10 W	0,20 mm	0,18 mm	0,6403 ± 0,0182 (2,84%)	0,3597 ± 0,0182 (5,06%)
6	10 W	0,20 mm	0,28 mm	0,6927 ± 0,0222 (3,21%)	0,3073 ± 0,0222 (7,25%)
7	10 W	0,25 mm	0,08 mm	0,5607 ± 0,0291 (5,19%)	0,4393 ± 0,0291 (6,63%)
8	10 W	0,25 mm	0,18 mm	0,6865 ± 0,0136 (1,98%)	0,3134 ± 0,0136 (4,34%)
9	10 W	0,25 mm	0,28 mm	0,6890 ± 0,0170 (2,47%)	0,3110 ± 0,0170 (5,48%)
10	15 W	0,15 mm	0,08 mm	0,3379 ± 0,0203 (6,0%)	0,6621 ± 0,0203 (3,06%)
11	15 W	0,15 mm	0,18 mm	0,4999 ± 0,0140 (2,81%)	0,5000 ± 0,0140 (2,8%)
12	15 W	0,15 mm	0,28 mm	0,5836 ± 0,0255 (4,38%)	0,4164 ± 0,0255 (6,14%)
13	15 W	0,20 mm	0,08 mm	0,4090 ± 0,0546 (13,35%)	0,5909 ± 0,0546 (9,24%)
14	15 W	0,20 mm	0,18 mm	0,5965 ± 0,0087 (1,46%)	0,4034 ± 0,0087 (2,16%)
15	15 W	0,20 mm	0,28 mm	0,6186 ± 0,0339 (5,48%)	0,3813 ± 0,0339 (8,89%)
16	15 W	0,25 mm	0,08 mm	0,4839 ± 0,0348 (7,1%)	0,5161 ± 0,0348 (6,74%)
17	15 W	0,25 mm	0,18 mm	0,6171	0,3829
18	15 W	0,25 mm	0,28 mm	0,6459 ± 0,0302 (4,6%)	0,3541 ± 0,0302 (8,54%)
19	20 W	0,15 mm	0,08 mm	0,2743 ± 0,0215 (7,87%)	0,7256 ± 0,0215 (2,97%)
20	20 W	0,15 mm	0,18 mm	0,3072 ± 0,0410 (13,36%)	0,6927 ± 0,0410 (5,92%)

Tabela 2: Continuação dos Resultados da Análise Dimensional dos Poros

N°	Condição de Processamento			Análise Dimensional do Poro	
	PL	EV	EC	Área do poro (mm ²)	Fator Desvio Dimensional Eq. 4.3
21	20 W	0,15 mm	0,28 mm	0,3381 ± 0,0281 (8,31%)	0,6619 ± 0,0281 (4,24%)
22	20 W	0,20 mm	0,08 mm	0,3350 ± 0,0182 (5,43%)	0,6649 ± 0,0182 (2,73%)
23	20 W	0,20 mm	0,18 mm	0,4294 ± 0,0330 (7,68%)	0,5705 ± 0,0330 (5,78%)
24	20 W	0,20 mm	0,28 mm	0,4842 ± 0,0103 (2,14%)	0,5157 ± 0,0103 (2,01%)
25	20 W	0,25 mm	0,08 mm	0,3628 ± 0,0117 (3,23%)	0,6371 ± 0,0117 (0,0323)
26	20 W	0,25 mm	0,18 mm	0,4952 ± 0,0035 (0,72%)	0,5048 ± 0,0035 (0,70%)
27	20 W	0,25 mm	0,28 mm	0,4915 ± 0,0114 (2,33%)	0,5084 ± 0,0114 (2,25%)

Tabela 3: Resultados da Análise Dimensional da Geometria Externa

	Condição de Processamento			Análise Dimensional da Geometria Externa			
	PL	EV	EC	Lado x (mm)	Lado y (mm)	Altura (mm)	Desvio Global
1	10 W	0,15 mm	0,08 mm	$12,7268 \pm 0,0209$ (0,16%)	$12,7818 \pm 0,0092$ (0,07%)	a. $25,1379 \pm 0,2431$ (0,96%)	0,0296
						b. $27,2368 \pm 0,2595$ (0,95%)	
2	10 W	0,15 mm	0,18 mm	$12,5771 \pm 0,0199$ (0,15%)	$12,5598 \pm 0,0887$ (0,70%)	a. $25,3088 \pm 0,0288$ (0,11%)	0,0246
						b. $25,8510 \pm 0,0755$ (0,29%)	
3	10 W	0,15 mm	0,28 mm	$12,4986 \pm 0,0504$ (0,40%)	$12,4590 \pm 0,0193$ (0,15%)	a. $25,3397 \pm 0,0978$ (0,38%)	0,0289
						b. $25,7480 \pm 0,2495$ (0,96%)	
4	10 W	0,20 mm	0,08 mm	$12,8244 \pm 0,0289$ (0,22%)	$12,8139 \pm 0,0464$ (0,36%)	a. $25,2997 \pm 0,1015$ (0,40%)	0,0249
						b. $27,1764 \pm 0,0584$ (0,21%)	
5	10 W	0,20 mm	0,18 mm	$12,6369 \pm 0,0390$ (0,30%)	$12,5996 \pm 0,0403$ (0,32%)	a. $25,4762 \pm 0,1593$ (0,62%)	0,0214
						b. $25,8221 \pm 0,1896$ (0,73%)	
6	10 W	0,20 mm	0,28 mm	$12,5475 \pm 0,0292$ (0,23%)	$12,3982 \pm 0,0356$ (0,28%)	a. $25,3225 \pm 0,0465$ (0,18%)	0,0303
						b. $25,6304 \pm 0,1467$ (0,57%)	
7	10 W	0,25 Mm	0,08 mm	$12,7951 \pm 0,1052$ (0,82%)	$12,8190 \pm 0,0705$ (0,55%)	a. $25,5504 \pm 0,0528$ (0,20%)	0,0237
						b. $27,2453 \pm 0,5554$ (2,03%)	
8	10 W	0,25 Mm	0,18 mm	$12,6388 \pm 0,0107$ (0,08%)	$12,5236 \pm 0,0388$ (0,31%)	a. $25,4400 \pm 0,1080$ (0,42%)	0,0237
						b. $25,7608 \pm 0,0688$ (0,26%)	
9	10 W	0,25 mm	0,28 mm	$12,5639 \pm 0,0107$ (0,08%)	$12,3923 \pm 0,0981$ (0,79%)	a. $25,1876 \pm 0,1902$ (0,0075)	0,1333
						b. $25,4986 \pm 0,1739$ (0,0068)	
10	15 W	0,15 mm	0,08 mm	$12,8194 \pm 0,0050$ (0,03%)	$12,8789 \pm 0,0243$ (0,18%)	a. $24,9372 \pm 0,1696$ (0,68%)	0,0284
						b. $27,2904 \pm 0,3351$ (1,22%)	

Tabela 3: Continuação dos Resultados da Análise Dimensional da Geometria Externa.

	Condição de Processamento			Análise Dimensional da Geometria Externa			
	PL	EV	EC	Lado x (mm)	Lado y (mm)	Altura (mm)	Desvio Global
1 1	15 W	0,15 mm	0,18 mm	12,4732 ± 0,0263 (0,21%)	12,5010 ± 0,0271 (0,21%)	a. 24,8299 ± 0,1778 (0,71%) b. 25,9448 ± 0,0941 (0,36%)	0,0317
1 2	15 W	0,15 mm	0,28 mm	12,3898 ± 0,0351 (0,28%)	12,5052 ± 0,0443 (0,35%)	a. 25,2654 ± 0,1208 (0,47%) b. 26,0048 ± 0,1263 (0,48%)	0,0291
1 3	15 W	0,20 mm	0,08 mm	12,7896 ± 0,1151 (0,90%)	12,8553 ± 0,0454 (0,35%)	a. 25,2541 ± 0,0958 (0,37%) b. 27,1491 ± 0,5220 (1,92%)	0,0360
1 4	15 W	0,20 mm	0,18 mm	12,5121 ± 0,0373 (0,29%)	12,4468 ± 0,0534 (0,42%)	a. 25,1809 ± 0,0585 (0,23%) b. 25,8858 ± 0,1149 (0,44%)	0,0289
1 5	15 W	0,20 mm	0,28 mm	12,4469 ± 0,0367 (0,29%)	12,4197 ± 0,0385 (0,31%)	a. 25,1294 ± 0,1059 (0,42%) b. 25,7353 ± 0,1477 (0,57%)	0,0327
1 6	15 W	0,25 mm	0,08 mm	12,7083 ± 0,1054 (0,82%)	12,7841 ± 0,0447 (0,34%)	a. 25,0102 ± 0,1484 (0,59%) b. 26,2695 ± 1,0231 (3,89%)	0,0273
1 7	15 W	0,25 mm	0,18 mm	12,5813	12,4975	a. 25,1387 b. 25,9176	0,0267
1 8	15 W	0,25 mm	0,28 mm	12,4681 ± 0,0006 (~ 0%)	12,3450 ± 0,0402 (0,32%)	a. 25,0027 ± 0,0363 (0,14%) b. 25,8083 ± 0,1310 (0,50%)	0,0342
1 9	20 W	0,15 mm	0,08 mm	12,5966 ± 0,0948 (0,75%)	12,8728 ± 0,0883 (0,68%)	a. 24,8729 ± 0,3295 (1,32%) b. 27,1050 ± 0,3607 (1,33%)	0,0316
2 0	20 W	0,15 mm	0,18 mm	12,4734 ± 0,0585 (0,46%)	12,4521 ± 0,0355 (0,28%)	a. 24,4396 ± 0,1671 (0,68%) b. 25,8167 ± 0,0312 (0,12%)	0,0374

Tabela 3: Continuação dos Resultados da Análise Dimensional da Geometria Externa

	Condição de Processamento			Análise Dimensional da Geometria Externa			
	PL	EV	EC	Lado x (mm)	Lado y (mm)	Altura (mm)	Desvio Global
2 1	20 W	0,15 mm	0,28 mm	12,3265 ± 0,0314 (0,25%)	12,4358 ± 0,0444 (0,35%)	a. 24,8409 ± 0,3078 (1,23%)	0,0370
						b. 25,7787 ± 0,1111 (0,43%)	
2 2	20 W	0,20 mm	0,08 mm	12,7027 ± 0,0377 (0,29%)	12,8176 ± 0,0438 (0,34%)	a. 25,1828 ± 0,1808 (0,71%)	0,0276
						b. 27,1021 ± 0,3387 (1,25%)	
2 3	20 W	0,20 mm	0,18 mm	12,4493 ± 0,0072 (0,05%)	12,5043 ± 0,0632 (0,50%)	a. 24,7443 ± 0,0166 (0,06%)	0,0333
						b. 25,9611 ± 0,1726 (0,66%)	
2 4	20 W	0,20 mm	0,28 mm	12,3899 ± 0,0343 (0,27%)	12,4071 ± 0,0514 (0,41%)	a. 25,0343 ± 0,1363 (0,54%)	0,0359
						b. 25,6345 ± 0,0399 (0,15%)	
2 5	20 W	0,25 mm	0,08 mm	12,7908 ± 0,0544 (0,42%)	12,7875 ± 0,1297 (1,01%)	a. 24,8115 ± 0,0613 (0,24%)	0,0304
						b. 27,1348 ± 0,1959 (0,72%)	
2 6	20 W	0,25 mm	0,18 mm	12,4772 ± 0,0129 (0,10%)	12,4617 ± 0,0307 (0,24%)	a. 24,9942 ± 0,0647 (0,25%)	0,0326
						b. 25,7275 ± 0,0738 (0,28%)	
2 7	20 W	0,25 mm	0,28 mm	12,5269 ± 0,0344 (0,27%)	12,4747 ± 0,0696 (0,55%)	a. 25,0006 ± 0,0498 (0,19%)	0,1526
						b. 25,7320 ± 0,0433 (0,16%)	

Tabela 4: Resultados relativos ao grau de desnivelamento da altura

N°	Condição de Processamento			Grau de Desnivelamento da Altura	
	PL	EV	EC	Diferença entre as alturas (mm)	Grau de desnivelamento Eq. 4.5
1	10 W	0,15 mm	0,08 mm	$2,0989 \pm 0,3050$ (14,53%)	0,8919
2	10 W	0,15 mm	0,18 mm	$0,5422 \pm 0,0935$ (17,26%)	0,2304
3	10 W	0,15 mm	0,28 mm	$0,4082 \pm 0,2948$ (72,21%)	0,1734
4	10 W	0,20 mm	0,08 mm	$1,8766 \pm 0,1265$ (6,74%)	0,7975
5	10 W	0,20 mm	0,18 mm	$0,3459 \pm 0,0992$ (28,68%)	0,1469
6	10 W	0,20 mm	0,28 mm	$0,3079 \pm 0,1125$ (36,53%)	0,1308
7	10 W	0,25 mm	0,08 mm	$1,6948 \pm 0,5722$ (33,76%)	0,7202
8	10 W	0,25 mm	0,18 mm	$0,3208 \pm 0,1207$ (37,62%)	0,1363
9	10 W	0,25 mm	0,28 mm	$0,3110 \pm 0,0485$ (15,60%)	0,1321
10	15 W	0,15 mm	0,08 mm	$2,3531 \pm 0,2782$ (11,82%)	1
11	15 W	0,15 mm	0,18 mm	$1,1149 \pm 0,2240$ (20,09%)	0,4738
12	15 W	0,15 mm	0,28 mm	$0,7394 \pm 0,2128$ (28,78%)	0,3142
13	15 W	0,20 mm	0,08 mm	$1,8950 \pm 0,4569$ (24,11%)	0,8053
14	15 W	0,20 mm	0,18 mm	$0,7049 \pm 0,1175$ (16,68%)	0,2995
15	15 W	0,20 mm	0,28 mm	$0,6059 \pm 0,1311$ (21,63%)	0,2574
16	15 W	0,25 mm	0,08 mm	$1,2593 \pm 0,8883$ (70,53%)	0,5351
17	15 W	0,25 mm	0,18 mm	0,7789	0,3310
18	15 W	0,25 mm	0,28 mm	$0,8056 \pm 0,0947$ (11,76%)	0,3423
19	20 W	0,15 mm	0,08 mm	$2,2320 \pm 0,1518$ (6,80%)	0,9485
20	20 W	0,15 mm	0,18 mm	$1,3771 \pm 0,1964$ (14,26%)	0,5852
21	20 W	0,15 mm	0,28 mm	$0,9378 \pm 0,2816$ (30,03%)	0,3985

Tabela 4: Continuação dos Resultados relativos ao grau de desnivelamento da altura

N°	Condição de Processamento			Grau de Desnivelamento da Altura	
	PL	EV	EC	Diferença entre as alturas (mm)	Grau de desnivelamento Eq. 4.5
22	20W	0,20mm	0,08mm	1,9193 ± 0,2445 (12,74%)	0,8156
23	20W	0,20mm	0,18mm	1,2168 ± 0,1812 (14,89%)	0,5171
24	20W	0,20mm	0,28mm	0,6002 ± 0,1762 (29,36%)	0,2550
25	20W	0,25mm	0,08mm	2,3232 ± 0,1366 (5,88%)	0,9872
26	20W	0,25mm	0,18mm	0,6970 ± 0,1195 (17,15%)	0,2962
27	20W	0,25mm	0,28mm	0,7314 ± 0,0065 (0,89%)	0,3108

Tabela 5: Determinação do Índice de Acurácia Dimensional.

Nº	Condição de Processamento			Análise Dimensional			
	PL	EV	EC	Desvio Dimensional Poro Eq. 4.3	Desvio Dimensional Eq. 4.4	Grau de desnivelamento Eq. 4.5	Acurácia Dimensional (AC) Eq. 4.6
1	10 W	0,15 mm	0,08 mm	0,6130	0,0296	0,8919	0,5115
2	10 W	0,15 mm	0,18 mm	0,3994	0,0246	0,2304	0,2181
3	10 W	0,15 mm	0,28 mm	0,2928	0,0289	0,1734	0,1650
4	10 W	0,20 mm	0,08 mm	0,5000	0,0249	0,7975	0,4408
5	10 W	0,20 mm	0,18 mm	0,3597	0,0214	0,1469	0,1760
6	10 W	0,20 mm	0,28 mm	0,3073	0,0303	0,1308	0,1561
7	10 W	0,25 mm	0,08 mm	0,4393	0,0237	0,7202	0,3944
8	10 W	0,25 mm	0,18 mm	0,3134	0,0237	0,1363	0,1578
9	10 W	0,25 mm	0,28 mm	0,3110	0,1333	0,1321	0,1921
10	15 W	0,15 mm	0,08 mm	0,6621	0,0284	1	0,5635
11	15 W	0,15 mm	0,18 mm	0,5000	0,0317	0,4738	0,3351
12	15 W	0,15 mm	0,28 mm	0,4164	0,0291	0,3142	0,2532
13	15 W	0,20 mm	0,08 mm	0,5909	0,0360	0,8053	0,4774
14	15 W	0,20 mm	0,18 mm	0,4034	0,0289	0,2995	0,2439
15	15 W	0,20 mm	0,28 mm	0,3813	0,0327	0,2574	0,2238
16	15 W	0,25 mm	0,08 mm	0,5161	0,0273	0,5351	0,3595
17	15 W	0,25 mm	0,18 mm	0,3829	0,0267	0,3310	0,2468
18	15 W	0,25 mm	0,28 mm	0,3541	0,0342	0,3423	0,2435
19	20 W	0,15 mm	0,08 mm	0,7256	0,0316	0,9485	0,5686
20	20 W	0,15 mm	0,18 mm	0,6927	0,0374	0,5852	0,4384

Tabela 5: Continuação da Determinação do Índice de Acurácia Dimensional

Nº	Condição de Processamento			Análise Dimensional			
	PL	EV	EC	Desvio Dimensional Poro Eq. 4.3	Desvio Dimensional Eq. 4.4	Grau de desnivelamento Eq. 4.5	Acurácia Dimensional (AC) Eq. 4.6
21	20 W	0,15 mm	0,28 mm	0,6619	0,0370	0,3985	0,3658
22	20 W	0,20 mm	0,08 mm	0,6649	0,0276	0,8156	0,5027
23	20 W	0,20 mm	0,18 mm	0,5705	0,0333	0,5171	0,3736
24	20 W	0,20 mm	0,28 mm	0,5157	0,0359	0,2550	0,2689
25	20 W	0,25 mm	0,08 mm	0,6371	0,0304	0,9872	0,5516
26	20 W	0,25 mm	0,18 mm	0,5048	0,0326	0,2962	0,2779
27	20 W	0,25 mm	0,28 mm	0,5084	0,1526	0,3108	0,3239

Tabela 6: Resultados de Porosidade, acompanhado do respectivo Fator Porosidade.

Nº.	Condição de Processamento			Porosidade	
	PL	EV	EC	Porosidade (%)	Fator Porosidade Eq. 4.11
1	10 W	0,15 mm	0,08 mm	$68,3243 \pm 1,5784$ (2,31%)	0,2406
2	10 W	0,15 mm	0,18 mm	$81,8794 \pm 0,0376$ (0,04%)	0,0900
3	10 W	0,15 mm	0,28 mm	$86,1985 \pm 0,3754$ (0,43%)	0,0420
4	10 W	0,20 mm	0,08 mm	$74,8959 \pm 0,4679$ (0,62%)	0,1676
5	10 W	0,20 mm	0,18 mm	$84,4680 \pm 0,2736$ (0,32%)	0,0612
6	10 W	0,20 mm	0,28 mm	$88,6309 \pm 0,37815$ (0,42%)	0,0150
7	10 W	0,25 mm	0,08 mm	$79,1718 \pm 0,3533$ (0,44%)	0,1201
8	10 W	0,25 mm	0,18 mm	$85,9253 \pm 0,0120$ (0,01%)	0,0450
9	10 W	0,25 mm	0,28 mm	$89,9810 \pm 0,7259$ (0,80%)	0
10	15 W	0,15 mm	0,08 mm	$61,8485 \pm 0,7682$ (1,24%)	0,3126
11	15 W	0,15 mm	0,18 mm	$75,9730 \pm 0,0927$ (0,12%)	0,1556
12	15 W	0,15 mm	0,28 mm	$81,2495 \pm 0,3325$ (0,40%)	0,0970
13	15 W	0,20 mm	0,08 mm	$65,6429 \pm 0,3937$ (0,59%)	0,2704
14	15W	0,20mm	0,18mm	$79,5869 \pm 0,5909$ (0,74%)	0,1155
15	15W	0,20mm	0,28mm	$84,0381 \pm 0,5184$ (0,61%)	0,0660
16	15W	0,25mm	0,08mm	$70,9179 \pm 0,2712$ (0,38%)	0,2118
17	15W	0,25mm	0,18mm	$82,2617 \pm 0,5939$ (0,72%)	0,0857
18	15W	0,25mm	0,28mm	$85,9507 \pm 0,4565$ (0,53%)	0,0447
19	20W	0,15mm	0,08mm	$52,7770 \pm 0,8864$ (1,67%)	0,4134
20	20W	0,15mm	0,18mm	69,3033	0,2298
21	20W	0,15mm	0,28mm	$76,4255 \pm 0,9904$ (1,29%)	0,1506

Tabela 6: Continuação dos Resultados de Porosidade, acompanhado do respectivo Fator Porosidade.

Nº.	Condição de Processamento			Porosidade	
	PL	EV	EC	Porosidade (%)	Fator Porosidade Eq. 4.11
22	20W	0,20mm	0,08mm	$63,0548 \pm 2,8592$ (4,53%)	0,2992
23	20W	0,20mm	0,18mm	$75,0826 \pm 1,1812$ (1,57%)	0,1655
24	20W	0,20mm	0,28mm	$79,5211 \pm 0,4805$ (0,60%)	0,1162
25	20W	0,25mm	0,08mm	$64,8362 \pm 1,1575$ (1,78%)	0,2794
26	20W	0,25mm	0,18mm	$79,1294 \pm 0,7079$ (0,89%)	0,1205
27	20W	0,25mm	0,28mm	$83,2882 \pm 0,4574$ (0,54%)	0,0743

Tabela 7: Resultados de Propriedades Mecânicas, acompanhado do respectivo Fator Propriedade Mecânica Compressiva (PC).

Nº	Condição de Processamento			Propriedades Mecânicas Compressivas				
	PL	EV	EC	Módulo (MPa)	Fator F_M Eq. 4.13	Resistência (MPa)	Fator F_R Eq. 4.12	PC Eq. 4.14
1	10 W	0,15 mm	0,08 mm	22,7166 ± 0,3971 (1,74 %)	0,7915	1,6633 ± 0,0152 (0,91%)	0,6923	0,7419
2	10 W	0,15 mm	0,18 mm	3,8166 ± 0,0602 (1,57 %)	0,9649	0,3100 ± 0,0100 (3,22%)	0,9426	0,9538
3	10 W	0,15 mm	0,28 mm	0,6233 ± 0,0832 (13,35 %)	0,9942	0,0733 ± 0,0057 (7,87%)	0,9864	0,9903
4	10 W	0,20 mm	0,08 mm	9,3300 ± 0,8453 (9,06 %)	0,9143	0,8733 ± 0,0472 (5,41%)	0,8384	0,8764
5	10 W	0,20 mm	0,18 mm	1,4900 ± 0,0432 (2,89 %)	0,9863	0,1766 ± 0,0057 (3,26%)	0,9673	0,9768
6	10 W	0,20 mm	0,28 mm	0,1600 ± 0 (0)	0,9985	0,0200 ± 0 0	0,9963	0,9974
7	10 W	0,25 mm	0,08 mm	3,9300 ± 0,3724 (9,47 %)	0,9639	0,3500 ± 0,0529 (15,11%)	0,9352	0,9495
8	10 W	0,25 mm	0,18 mm	0,4133 ± 0,0057 (1,39 %)	0,9962	0,0666 ± 0,0115 (17,32%)	0,9876	0,9919
9	10 W	0,25 mm	0,28 mm	0,0400 ± 0,0100 (25,00 %)	0,9996	0,0050 ± 0 0	0,9990	0,9993
10	15 W	0,15 mm	0,08 mm	66,6200 ± 13,9035 (20,87%)	0,3886	3,0200 ± 0,1652 (5,47%)	0,4414	0,4150
11	15 W	0,15 mm	0,18 mm	12,7750 ± 0,1626 (1,27%)	0,8827	0,6700 ± 0,0173 (2,58%)	0,8760	0,8794
12	15 W	0,15 mm	0,28 mm	3,5966 ± 0,1913 (5,32 %)	0,9669	0,2566 ± 0,0152 (5,95%)	0,9525	0,9597
13	15 W	0,20 mm	0,08 mm	28,4566 ± 5,4250 (19,06 %)	0,7388	2,1133 ± 0,0602 (2,85%)	0,6091	0,6739
14	15 W	0,20 mm	0,18 mm	6,6966 ± 0,1721 (2,57 %)	0,9385	0,4133 ± 0,0321 (7,77%)	0,9235	0,9310
15	15 W	0,20 mm	0,28 mm	1,4266 ± 0,1172 (8,22 %)	0,9869	0,1500 ± 0,0100 (6,66) %	0,9722	0,9795
16	15 W	0,25 mm	0,08 mm	15,6150 ± 2,8920 (18,52 %)	0,8566	1,2200 ± 0,0141 (1,15%)	0,7743	0,8155
17	15 W	0,25 mm	0,18 mm	2,8600 ± 0,2455 (8,58 %)	0,9737	0,2366 ± 0,0057 (2,43%)	0,9562	0,9649
18	15 W	0,25 mm	0,28 mm	0,4566 ± 0,0124 (2,73 %)	0,9958	0,0866 ± 0,0057 (6,66%)	0,9839	0,9898
19	20 W	0,15 mm	0,08 mm	108,9633 ± 16,3277 (14,98 %)	0	5,4066 ± 0,2663 (4,92%)	0	0
20	20 W	0,15 mm	0,18 mm	26,0700 ± 1,6403 (6,29 %)	0,7607	1,0433 ± 0,0208 (1,99%)	0,8070	0,7838
21	20 W	0,15 mm	0,28 mm	8,0766 ± 0,4666 (5,77 %)	0,9258	0,4933 ± 0,0152 (3,09%)	0,9087	0,9173

Tabela 7: Continuação dos Resultados de Propriedades Mecânicas, acompanhado do respectivo Fator Propriedade Mecânica Compressiva (PC).

N°	Condição de Processamento			Propriedades Mecânicas Compressivas				
	PL	EV	EC	Módulo (MPa)	Fator F_M Eq. 4.13	Resistência (MPa)	Fator F_R Eq. 4.12	PC Eq. 4.14
22	20 W	0,20 mm	0,08 mm	$79,6433 \pm 2,2954$ (2,88 %)	0,2690	$3,1166 \pm 0,1301$ (4,17%)	0,4235	0,3463
23	20 W	0,20 mm	0,18 mm	$14,5566 \pm 0,7834$ (5,38 %)	0,8664	$0,7200 \pm 0,0500$ (6,94%)	0,8668	0,8666
24	20 W	0,20 mm	0,28 mm	$4,5433 \pm 0,0848$ (1,86 %)	0,9583	$0,2700 \pm 0$ (0)	0,9500	0,9541
25	20 W	0,25 mm	0,08 mm	$35,1866 \pm 2,7647$ (7,85 %)	0,7096	$1,5400 \pm 0,1824$ (0,1184)	0,7151	0,7124
26	20 W	0,25 mm	0,18 mm	$7,8433 \pm 0,0862$ (1,09 %)	0,9280	$0,4366 \pm 0,0208$ (4,76%)	0,9192	0,9236
27	20 W	0,25 mm	0,28 mm	$2,3533 \pm 0,0848$ (3,60 %)	0,9784	$0,1666 \pm 0,0115$ (6,92%)	0,9691	0,9737

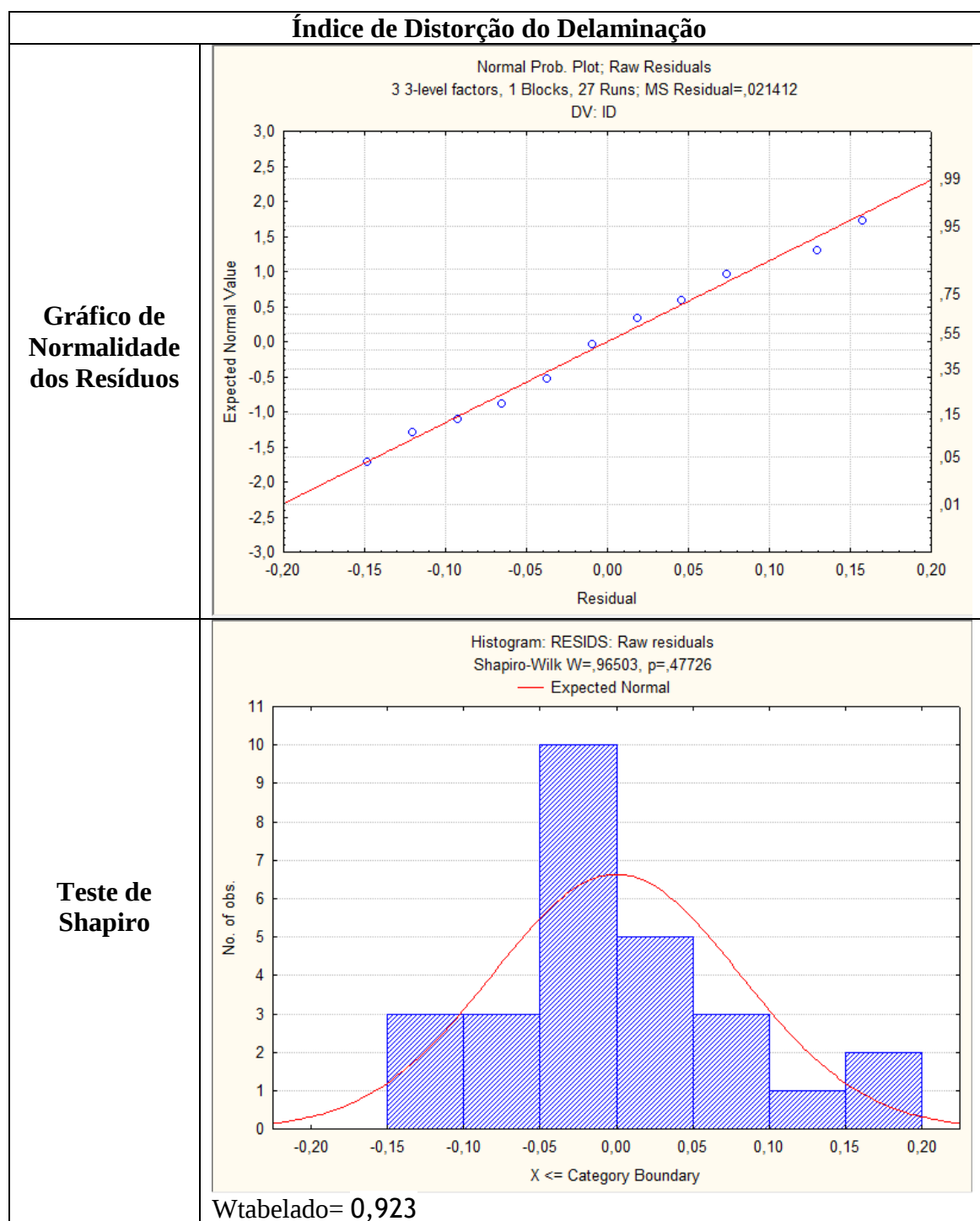


Figura 04: Teste de normalidade dos dados referente ao Índice de Distorção ou Delaminação (ID)

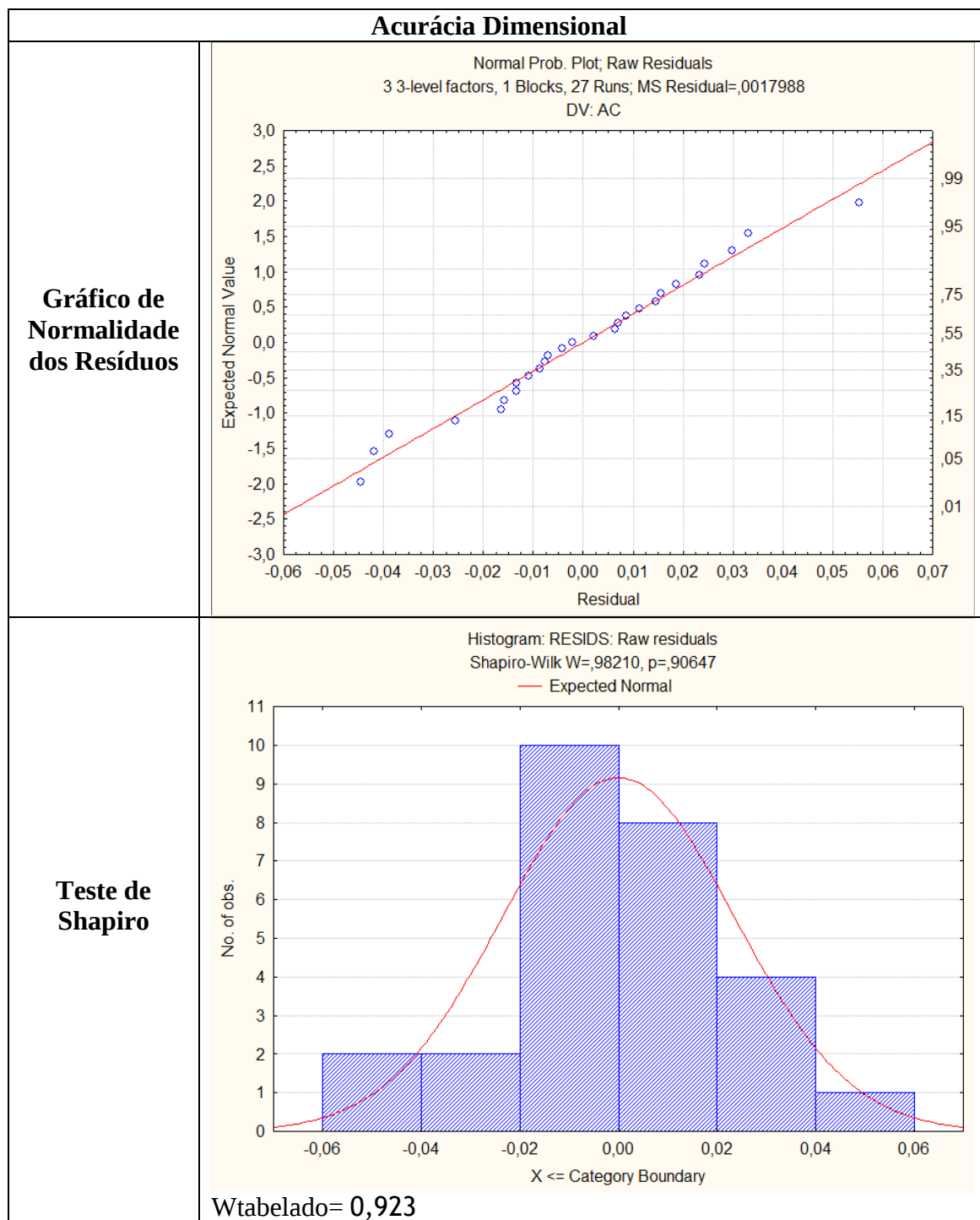


Figura 05: Teste de normalidade dos dados referente ao índice de acurácia dimensional (AC)

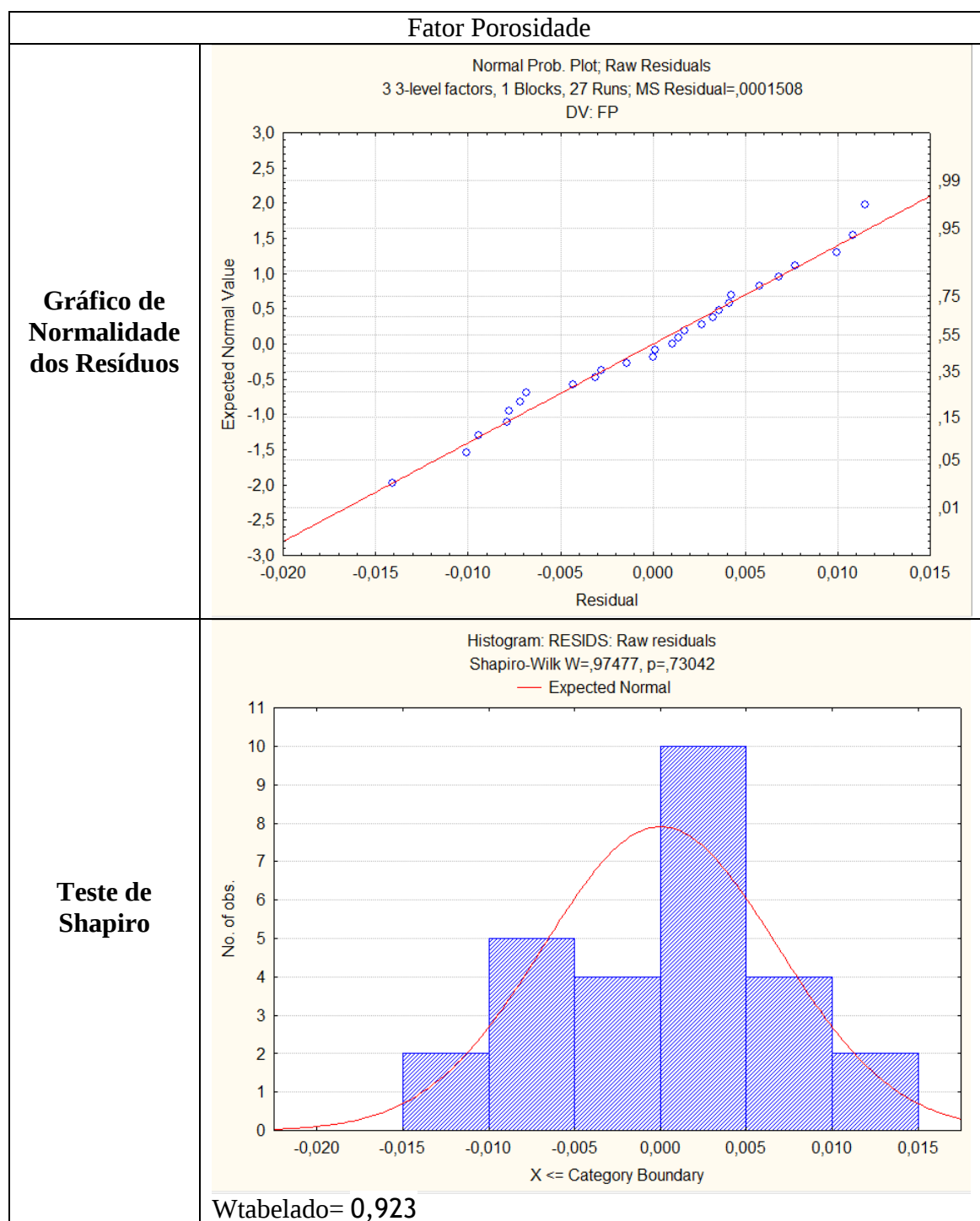


Figura 06: Teste de normalidade dos dados referente ao fator de porosidade

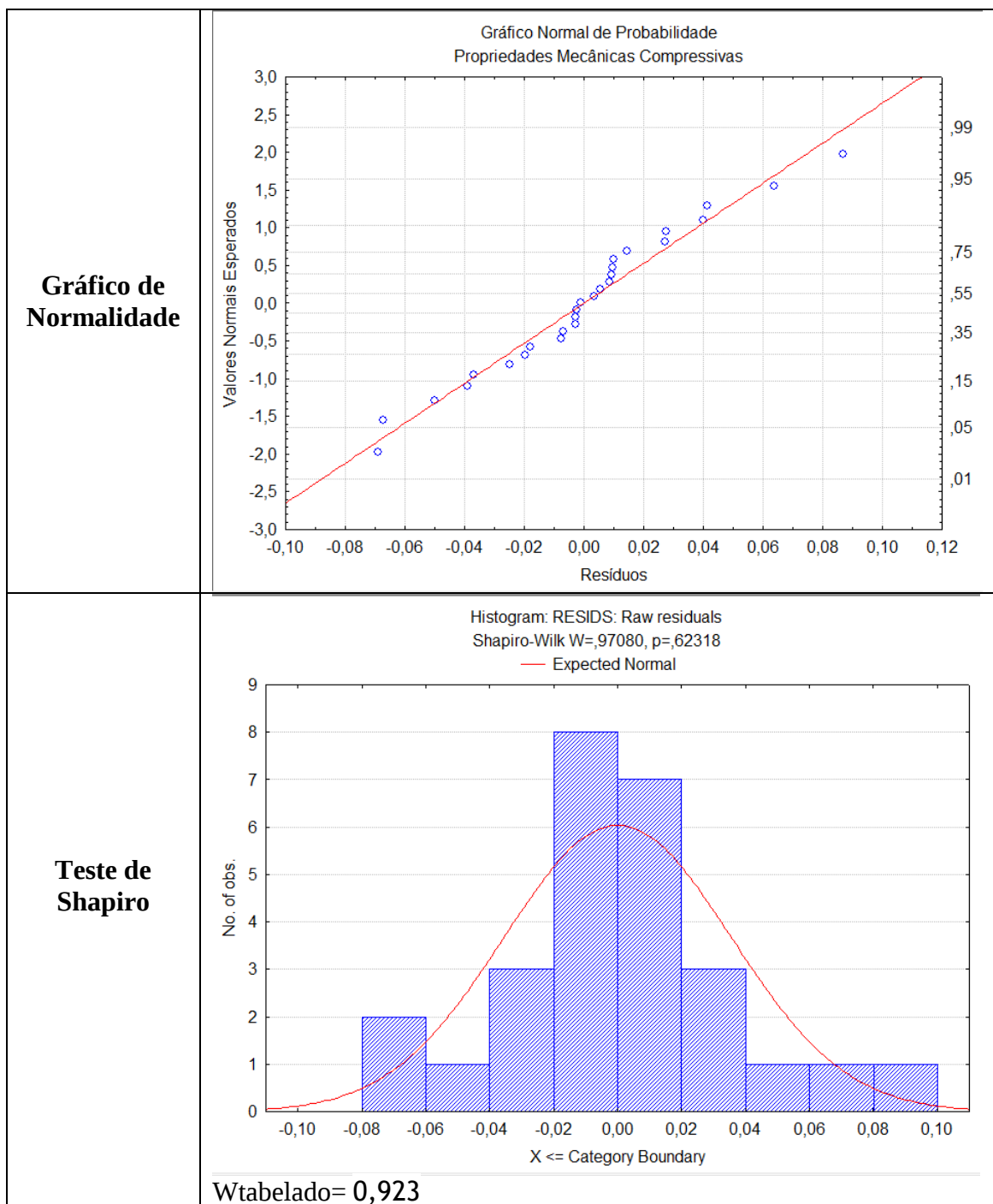


Figura 07: Teste de normalidade dos dados referente ao fator propriedades compressiva (PC).