

Murilo Alexandre Fendrich

**INFLUÊNCIA DA DENSIDADE DE ENERGIA SOBRE
AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS FABRICADAS
EM DIFERENTES PA12 POR SINTERIZAÇÃO
SELETIVA A LASER**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Mecânica.
Orientador: Prof. Dr. Carlos Henrique Ahrens

Florianópolis
2016

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

Fendrich, Murilo Alexandre
INFLUÊNCIA DA DENSIDADE DE ENERGIA SOBRE AS
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS FABRICADAS EM DIFERENTES
PA12 POR SINTERIZAÇÃO SELETIVA A LASER / Murilo Alexandre
Fendrich ; orientador, Carlos Henrique Ahrens -
Florianópolis, SC, 2016.
107 p.

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

Inclui referências

1. Engenharia Mecânica. 2. Manufatura aditiva. 3.
Sinterização seletiva a laser. 4. Poliamida 12. 5.
Impressão 3D. I. Ahrens, Carlos Henrique. II. Universidade
Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica. III. Título.

Murilo Alexandre Fendrich

**INFLUÊNCIA DA DENSIDADE DE ENERGIA SOBRE
AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PEÇAS FABRICADAS
EM DIFERENTES PA12 POR SINTERIZAÇÃO
SELETIVA A LASER**

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre em Engenharia Mecânica”, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

Florianópolis, 14 de Dezembro de 2016.

Prof. Jonny Carlos da Silva, Dr.
Coordenador do PPGEM

Prof. Carlos Henrique Ahrens, Dr. – Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina

Banca Examinadora:

Prof. Guilherme Mariz de Oliveira Barra, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Fernando Humel Lafratta, Dr.
Universidade do Estado de Santa Catarina

Prof. Aurélio da Costa Sabino Netto, Dr.
Instituto Federal de Santa Catarina

À Taciara e ao Pedro.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, professor Carlos Henrique Ahrens, pela orientação, confiança, incentivo e amizade.

Ao laboratório NIMMA, pelo suporte oferecido.

A empresa Alkimat, pela infraestrutura de trabalho.

Aos colegas de laboratório e de empresa por estarem sempre dispostos a ajudar e propiciarem um ótimo ambiente de trabalho.

À minha família, em especial a minha esposa Taciara e meu filho Pedro, pelo apoio, carinho, compreensão e ajuda em todos os momentos.

Aos meus amigos, que colaboraram para meu crescimento pessoal.

A Deus, pela vida.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho.

A CAPES pela bolsa concedida.

*“Não tentes ser bem sucedido, tenta antes
ser um homem de valor”*
Albert Einstein

RESUMO

A sinterização seletiva a laser (SLS) é considerada uma das mais versáteis tecnologias de manufatura aditiva devido a sua habilidade para processar muitos tipos de materiais. Dentre os materiais poliméricos a Poli-amida 12 é a mais utilizada. Resultados de pesquisas publicadas na literatura especializada evidenciam que as propriedades finais das peças obtidas por esta técnica dependem de uma composição de variáveis (parâmetros), ajustadas no equipamento, que influenciam o processo de sinterização. Igualmente, as características geométricas e propriedades da PA12 empregada também são apontadas como condições capazes de influenciar na dinâmica de sinterização. Contudo, o conhecimento até aqui obtido a respeito do processo de fabricação com este material baseia-se fundamentalmente em estudos realizados com matérias-primas desenvolvidas especificamente para uso em um dado equipamento comercial. Com a recente expiração dos prazos de proteção de patentes deste tipo de tecnologia, novos fabricantes de equipamentos e de PA12 para SLS tem surgido no mercado, abrindo oportunidade de novas pesquisas e aprimoramento da tecnologia. Este trabalho investigou a influência da densidade de energia, para diferentes potências aplicadas por um laser de CO₂ e diferentes velocidades de varredura, na qualidade (propriedades mecânicas e microestrutura) de corpos de prova fabricados em um equipamento SLS nacional. Foram empregadas PA12 de três diferentes fornecedores. Os resultados foram avaliados em termos de: módulo de elasticidade, tensão máxima, deformação total, densidade aparente e microestrutura. Os resultados mostraram que se mantendo constante a densidade de energia aplicada, aumentando-se simultaneamente os valores de velocidade de varredura e de potência do laser, as propriedades mecânicas apresentaram diferenças em relação à mudança nos valores de módulo de elasticidade, na tensão máxima, na deformação e na densidade aparente. As diferenças morfológicas das PA12 escolhidas se mostrou como o fator mais influente para as propriedades mecânicas neste estudo.

Palavras-chave: Manufatura aditiva, sinterização seletiva a laser, poli-amida 12, densidade de energia, impressão 3D.

ABSTRACT

Selective laser sintering (SLS) is considered one of the most versatile additive manufacturing technologies due its ability to process many types of materials. Among the polymeric materials, Polyamide 12 is the most commonly used. Research results published in the literature show that the final properties of the parts obtained by this technique depends on a composition of variables (parameters) set in the equipment, which influence the sintering process. Also, the geometric characteristics and properties of PA12 employed are also identified as conditions that can influence the sintering dynamics. However, the knowledge obtained so far about the manufacturing process with this material is based fundamentally in raw materials dedicated to manufacture in a specific commercial equipment. With the recent patent protection expiration for this type of technology, new equipment manufacturers as well as PA12 material suppliers emerged in the market, opening new opportunities to research and technology improvement. This study investigated the energy density influence of different powers applied by a CO₂ laser and different scanning speeds, in quality (mechanical properties and microstructure) of specimens manufactured in a national SLS equipment. PA12 from three different suppliers were employed. The results were evaluated in terms of: tensile modulus, maximum stress, total strain, apparent density and microstructure. The results showed that maintaining the applied energy density, increasing simultaneously the scan speed and laser power values, mechanical properties showed differences in terms of tensile modulus, maximum stress, total strain and apparent density. The morphological differences between the PA12 employed was shown to be the most influential factor for the mechanical properties in this study.

Keywords: Additive Manufacturing, Selective Laser Sintering, Polyamide 12, energy density, 3D printing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Ilustração esquemática do processo de coalescência das partículas de polímero.....	35
Figura 2 - Modelagem tridimensional: (a) Modelo CAD; (b) Arquivo STL; (c) Fatiamento da peça.....	35
Figura 3 - Esquema simplificado de um dispositivo SLS.....	36
Figura 4 - Representação gráfica do deslocamento de um feixe laser sobre o leito de pó no processo SLS.....	39
Figura 5 - Apresentação das diferentes propriedades de polímeros a serem levadas em consideração para desenvolvimento de um material para SLS.....	41
Figura 6 - Curva DSC indicando a “janela de sinterização” do processo SLS evidenciando a região entre a temperatura de fusão (T_f) e a temperatura de cristalização (T_c).....	42
Figura 7 - Exemplos de distintas formas de partículas existentes: esféricas (A), formato “batata” (B), moídas criogenicamente (C).....	43
Figura 8 - Curvas de distribuição de volume de partícula evidenciando volumes de partículas similares (1) e distintas distribuições de números de partícula (2).....	45
Figura 9 - Estrutura molecular do monômero de PA12.....	45
Figura 10 - Curva de DSC para Poliamida 12.....	47
Figura 11 - Etapas do desenvolvimento da metodologia do trabalho.....	52
Figura 12 - Equipamento de SLS – <i>LaserFunde</i>	56
Figura 13 - Posicionamento dos corpos de prova EN ISO527 1BA em relação a plataforma de construção do equipamento	57
Figura 14 - Representação do ângulo de direção dos vetores para fabricação dos corpos de prova.....	58
Figura 15 - Curva FTIR, PA1.....	63
Figura 16 - Curva FTIR, PA2.....	63
Figura 17 - Curva FTIR, PA3.....	64
Figura 18 - MEV dos três tipos de PA12 investigadas.....	65
Figura 19 - Gráfico da curva de DSC para as três PA12 investigadas...67	
Figura 20 - Gráfico do tamanho médio e distribuição dos tamanhos de partícula.....	69
Figura 21 - Aspecto qualitativo das peças da etapa 2.....	72
Figura 22 - Resultados de módulo de elasticidade para densidade de energia $0,08 \text{ J/mm}^2$	74
Figura 23 - Resultados da tensão máxima para densidade de energia $0,08 \text{ J/mm}^2$	75

Figura 24 - Resultados da deformação total para densidade de energia 0,08 J/mm ²	76
Figura 25 - Resultados da densidade aparente para densidade de energia 0,08 J/mm ²	78
Figura 26 - MEV dos corpos de prova fabricados com os parâmetros potência 30 W e velocidade de 750 mm/s.....	79
Figura 27 - MEV dos corpos de prova fabricados com os parâmetros potência 40 W e velocidade de 1000 mm/s.....	80
Figura 28 - MEV dos corpos de prova fabricados com os parâmetros potência 50 W e velocidade de 1300 mm/s.....	81
Figura 29 - Gráfico dos efeitos principais para módulo de elasticidade.....	83
Figura 30 - Gráfico dos efeitos principais para tensão máxima.....	84
Figura 31 - Gráfico dos efeitos principais para deformação total.....	85
Figura 32 - Gráfico dos efeitos principais para densidade aparente.....	86
Figura 33 - Superfície de resposta estimada para módulo de elasticidade, potência constante de 40 W.....	87
Figura 34 - Superfície de resposta estimada para módulo de elasticidade, velocidade constante de 1300 mm/s.....	87
Figura 35 - Superfície de resposta estimada para a tensão máxima, potência constante de 50 W.....	88
Figura 36 - Superfície de resposta estimada para a tensão máxima, velocidade constante de 750 mm/s.....	88
Figura 37 - Superfície de resposta estimada para a deformação total, potência constante de 50 W.....	89
Figura 38 - Superfície de resposta estimada para deformação total, velocidade constante de 750 mm/s.....	89
Figura 39 - Superfície de resposta estimada para densidade aparente, potência constante de 40 W.....	90
Figura 40 - Superfície de resposta estimada para densidade aparente, velocidade constante de 1300 mm/s.....	91
Figura 41 - MEV das três PA12 investigadas, a esquerda densidade de energia de 0,06 J/mm ² , e a direita 0,08 J/mm ²	92
Figura 42 - MEV das três PA12 investigadas, a esquerda densidade de energia de 0,06 J/mm ² , e a direita 0,08 J/mm ²	93
Figura 43 - Gráfico de interação para o módulo de elasticidade (0,08 J/mm ²)	103
Figura 44 - Gráfico de interação para a tensão máxima (0,08 J/mm ²),.....	103
Figura 45 - Gráfico de interação para a deformação total (0,08 J/mm ²).....	104

Figura 46 - Gráfico de interação para a densidade aparente (0,08 J/mm ²).....	104
Figura 47 - Curva TGA, PA1.....	105
Figura 48 - Curva TGA, PA2.....	105
Figura 49 - Curva TGA, PA3.....	106

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Classificação dos processos de manufatura aditiva.....	33
Quadro 2 - Poliamidas utilizadas na pesquisa.....	52
Quadro 3 - Critérios para escolha das combinações viáveis.....	60
Quadro 4 - Respostas para as combinações avaliadas.....	61
Quadro 5 - Projeto estatístico ANOVA utilizado.....	61
Quadro 6 - Legenda dos grupos característicos presentes nas poliamidas 12 avaliadas por FTIR.....	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição de parâmetros levantados para processamento de Poliamida 12 por SLS.....	48
Tabela 2 - Propriedades gerais da PA12 (PA2200).....	49
Tabela 3 - Especificações do equipamento <i>LaserFunde</i>	55
Tabela 4 - Parâmetros e valores investigados no estudo da Etapa 2.....	59
Tabela 5 - Parâmetros do equipamento mantidos constantes.....	59
Tabela 6 – Resultados do ensaio de TGA para as PA12 investigadas...	62
Tabela 7 - Temperaturas de fusão, cristalização, entalpia e grau de cristalinidade para as três amostras de PA12.....	66
Tabela 8 - Temperaturas de fusão inicial e final para três amostras.....	68
Tabela 9 - Temperaturas de cristalização inicial e final para três amostras.....	68
Tabela 10 - Dados dos tamanhos de partícula.....	70
Tabela 11 – Resultado para os índices de <i>Carr</i> para escoabilidade dos pós de PA12.....	70
Tabela 12 - Resultados qualitativos das combinações propostas no item 3.2.2.....	71
Tabela 13 - Parâmetros experimentais selecionados para realização da etapa 3.....	72
Tabela 14 - Resultados e desvio padrão do módulo de elasticidade dos parâmetros testados.....	73
Tabela 15 - Resultados e desvio padrão da tensão máxima dos parâmetros testados.....	75
Tabela 16 - Resultados e desvio padrão da deformação total dos parâmetros testados.....	76
Tabela 17 - Resultados e desvio padrão da densidade aparente dos parâmetros testados.....	77
Tabela 18 - Análise de Variância para Módulo de Elasticidade (0,08 J/mm ²).....	101
Tabela 19 - Análise de Variância para Tensão Máxima (0,08 J/mm ²).101	
Tabela 20 - Análise de Variância para Deformação Total (0,08 J/mm ²).....	101
Tabela 21 - Análise de Variância para Densidade Aparente (0,08 J/mm ²).....	102
Tabela 22 – Parâmetros iniciais avaliados no equipamento <i>LaserFunde</i>	107

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

3D	Tridimensional
3DP	Impressão Tridimensional
ANOVA	Análise de Variância
ASTM	Sociedade Americana para Testes e Materiais
ATR	Refletância Total Atenuada
CAD	Desenho Assistido por Computador
CLP	Controlador Lógico Programável
CP	Corpo de Prova
DA	Densidade Aparente
DIN	Instituto Alemão para Padronização
DMLS	Sinterização Direta de Metais a Laser
DP	Desvio Padrão
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DT	Deformação Total
EBM	Fusão por Feixe de Elétrons
EBW	Soldagem por Feixe de Elétrons
EMC	Engenharia Mecânica
EN	Inglês
EOS	<i>Electro Optical Systems</i> - empresa
F	Fator F para Análise de Variância
FDM	Modelagem por Fusão e Deposição
FGM	Materiais com Gradientes Funcionais
GL	Graus de Liberdade
IFSC	Instituto Federal de Santa Catarina
IR	Infravermelho
ISI	<i>International Scientific Instruments</i> - empresa
ISO	Organização Internacional para Padronização
LENS	Conformação Próxima ao Formato Final via Laser
LOM	Laminação de Folhas
MA	Manufatura Aditiva
ME	Módulo de Elasticidade
NIMMA	Núcleo Integrado em Moldagem e Manufatura Aditiva
P	Valor P para Análise de Variância
PA	Poliamida
PA12	Poliamida 12
PEEK	Poliéter-éter-cetona
PZT	Cerâmica Piezoelétrica Titânio-Zirconato de Chumbo
SL	Estereolitografia
SLA	<i>Stereolithography Apparatus</i>

SLM	Fusão Seletiva a Laser
SLS	Sinterização Seletiva a Laser
STL	<i>Standard Tessellation Language</i>
TGA	Análise Termogravimétrica
TM	Tensão Máxima
TPU	Poliuretano Termoplástico
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina

LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	Grau Celsius por Minuto
ΔG	Energia Livre de Gibbs
ΔH	Varição de Entalpia
%	Porcentagem
ρ_e	Densidade de Energia
μm	Micrometros
cm^{-1}	Por Centímetro
CO_2	Dióxido de Carbono
D	Diâmetro Focal
d	Espaçamento entre Linhas
g	Grama
g/cm^3	Grama por Centímetro Cúbico
J	Joule
J/mm^2	Joule por Milímetro Quadrado
J/s	Joule por Segundo
mm	Milímetro
mm/s	Milímetro por Segundo
MPa	Megapascal
P	Potência
T_c	Temperatura de Cristalização
T_d	Temperatura de Degradação
T_f	Temperatura de Fusão
T_g	Temperatura de Transição Vítreá
s	Segundos
v	Velocidade de Varredura
W	Watts

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	29
1.1 Objetivos	30
1.1.1 Objetivo geral	30
1.1.2 Objetivos específicos	30
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	31
2.1. Manufatura Aditiva	31
2.1.1 Classificação dos processos de manufatura aditiva.....	32
2.2 Definição de sinterização seletiva a laser (SLS)	34
2.3 Princípios da manufatura aditiva por SLS	35
2.4 Parâmetros de processo da SLS	37
2.4.1 Potência do laser.....	37
2.4.2 Velocidade de varredura.....	37
2.4.3 Espaçamento entre linhas.....	38
2.4.4 Espessura da camada.....	38
2.4.5 Representação gráfica dos parâmetros de processo SLS.....	38
2.5 Densidade de energia	39
2.6 Propriedades de materiais poliméricos para SLS	40
2.6.1 Propriedades térmicas.....	41
2.6.2 Propriedades ópticas.....	42
2.6.3 Propriedades reológicas.....	43
2.6.4 Propriedades da partícula.....	43
2.6.5 Propriedades do pó.....	44
2.7 Pesquisas na área de SLS com PA12	45
3 MATERIAIS E MÉTODOS	51
3.1 Etapa 1: Caracterização das matérias-primas	52
3.1.1 Análise Termogravimétrica (TGA) e espectroscopia no infravermelho (IR).....	53
3.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	53
3.1.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....	53
3.1.4 Análise da distribuição e tamanho médio de partícula.....	54
3.1.5 Escoabilidade.....	54
3.2 Etapa 2: Determinação dos parâmetros de fabricação	54
3.2.1 Equipamento SLS utilizado.....	54
3.2.2 Determinação do intervalo de processamento.....	56
3.3 Etapa 3: Fabricação dos corpos de prova	60
3.3.1 Influência da densidade de energia nas propriedades mecânicas.....	60
3.3.2 Projeto Estatístico – Análise de variância (ANOVA).....	61

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	62
4.1 Etapa 1: Caracterização das matérias-primas.....	62
4.1.1 Análise Termogravimétrica (TGA) e Espectroscopia no infravermelho (IR).....	62
4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	65
4.1.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....	66
4.1.4 Análise de distribuição e tamanho médio de partículas.....	69
4.1.5 Escoabilidade.....	70
4.2 Etapa 2: Determinação dos parâmetros de fabricação.....	70
4.3 Etapa 3: Fabricação dos corpos de prova.....	73
4.3.1 Influência da densidade de energia nas propriedades mecânicas..	73
4.3.2 Influência da densidade de energia na densidade aparente.....	77
4.3.3 Análise microestrutural	78
4.4 Projeto estatístico – Análise de Variância (ANOVA).....	82
4.4.1 Influência da potencia do laser, velocidade de varredura e tipo de material sobre as propriedades das peças fabricadas por SLS.....	82
4.4.2 Análise das superfícies de resposta sobre as propriedades das peças.....	86
4.5 Análise comparativa entre densidades de energia.....	91
5 CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	94
5.1 Conclusão.....	94
5.2 Sugestões para trabalhos futuros.....	96
6 REFERÊNCIAS.....	97
APÊNDICE A - ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA).....	101
APÊNDICE B - GRÁFICOS DE INTERAÇÃO ENTRE OS FATORES.....	103
APÊNDICE C - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TGA.....	105
APÊNDICE D - LEVANTAMENTO DOS PARÂMETROS DO EQUIPAMENTO.....	107

1. INTRODUÇÃO

A sinterização seletiva a laser (SLS) é um dos principais processos de manufatura aditiva (MA) da atualidade, no qual o princípio de fabricação permite a obtenção de peças tridimensionais através da fusão seletiva por ação de um feixe de laser, de camadas sucessivas de material presente em um leito de pó. (GAO et al., 2015).

De acordo com Schmid et al. (2014), dentre os materiais poliméricos investigados para uso neste processo de fabricação, a poliamida 12 (PA12) é apontada como sendo a mais apropriada para a SLS e, portanto, é o material que mais vem sendo utilizado. As propriedades finais das peças em PA12 obtidas por esta técnica dependem de uma composição de variáveis (parâmetros), ajustadas no equipamento, que influenciam o processo de sinterização. Igualmente importantes, as características geométricas (morfologia), propriedades e estrutura molecular da PA12, na forma de material particulado (pó), também são apontadas como condições capazes de influenciar na dinâmica de sinterização e nas propriedades mecânicas finais das peças.

Apesar de diversas pesquisas apontarem a PA12 como um dos materiais poliméricos mais apropriados para o processo de SLS, o conhecimento até aqui obtido a respeito da fabricação com este material baseia-se fundamentalmente em estudos realizados com matérias-primas desenvolvidas especificamente para uso em um dado equipamento comercial.

De acordo com Caulfield (2006), outra situação recorrente nas bibliografias é tratar o conjunto de parâmetros de processo em termos de um valor de densidade de energia aplicado pelo laser sobre o material, sem, contudo, evidenciar a relação da densidade de energia com a qualidade e propriedades mecânicas das peças fabricadas.

Além disso, com a cada vez maior diversificação de fornecedores de PA12 para uso em equipamentos SLS, e a possibilidade de surgir novos fabricantes de equipamentos após a recente expiração de proteção de patentes, abre-se uma lacuna para aprofundar as pesquisas nesta área.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste trabalho é investigar a influência da densidade de energia sobre as propriedades mecânicas de peças fabricadas em diferentes PA12 por sinterização seletiva a laser.

1.1.2 Objetivos específicos

- Selecionar e caracterizar três diferentes PA12 consideradas apropriadas para o processo de sinterização seletiva a laser;

- Identificar o intervalo de densidade de energia e os parâmetros de processo apropriados para fabricação de peças em PA12 em um equipamento nacional de sinterização seletiva a laser;

- Obedecendo o intervalo de densidade de energia identificado, fabricar peças com as diferentes PA12 e avaliar a influência da densidade de energia sobre resultados de ensaio mecânico de tração, medição de densidade e microestrutura;

- Analisar as propriedades das peças resultantes correlacionando com as propriedades das PA12 e dos parâmetros de processo empregados.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Manufatura Aditiva

O termo manufatura aditiva, segundo o comitê F42 da ASTM, estabelecido em 2009, é definido no texto da norma ASTM F2792 como:

“processo de união de materiais para produzir objetos a partir de um modelo 3D, geralmente camada a camada, em oposição às metodologias de fabricação subtrativas. Sinônimos: fabricação aditiva, processos aditivos, técnicas aditivas, fabricação aditiva de camadas, fabricação de camadas, e fabricação de formas livres”

A indústria da manufatura aditiva, que engloba tanto a fabricação de máquinas quanto a venda de materiais e serviços associados, apresentou um faturamento de mais de 6 bilhões de dólares em 2015. De acordo com o relatório anual *Wohlers Report* (2015), e com um crescimento de dois dígitos sustentado nos últimos anos, é previsto que o setor superará o valor de 17 bilhões de Dólares até 2020. Portanto, trata-se de um mercado em expansão, com produtos aplicáveis a uma série de setores da indústria como a aeronáutica, automotiva, design, arquitetura, saúde, além de ser uma ferramenta de trabalho para universidades e institutos de pesquisa.

Ainda de acordo com o relatório, as receitas provenientes do mercado apontam que cerca de 70% das aplicações de materiais em pó e máquinas vendidas são dedicadas em tecnologias para a fabricação de peças e modelos a partir de polímeros. Além do crescimento do mercado, a visibilidade desta tecnologia e suas aplicações na indústria estão aumentando rapidamente. A revista britânica *The Economist* (2012), abordou o potencial da manufatura aditiva como uma tecnologia de produção revolucionária.

Também no Brasil, muitas ações têm surgido no sentido de contribuir para a disseminação desta tecnologia, como os esforços locais que têm sido realizados entre a academia, através do laboratório NIM-MA da Universidade Federal de Santa Catarina e o setor empresarial.

Outro fator determinante para o avanço das tecnologias de manufatura aditiva é a expiração de patentes, permitindo o crescimento do interesse de novos setores explorarem o potencial desta tecnologia em termos de materiais e equipamentos.

2.1.1 Classificação dos processos de manufatura aditiva

O princípio de fabricação pelos processos de MA consiste na sobreposição de camadas de material, até que o objeto tridimensional desejado adquira forma. O uso dessa tecnologia tem a finalidade de criar modelos funcionais, de apresentação, de visualização, para montagem e moldes para ferramentaria (VOLPATO et al., 2007), além de atualmente ser utilizado para fabricação direta de peças.

Desde que surgiram, os processos de MA foram classificados de diferentes maneiras, como em função do nome atribuído pelo fabricante ou em função do estado da matéria-prima empregada. De acordo com o quadro 1, atualmente a norma ASTM F2792 classifica os processos de MA com base no princípio de consolidação das camadas.

Quadro 1 - Classificação dos processos de manufatura aditiva.

Categoria	Tecnologia	Matéria prima	Fonte de energia	Características Gerais
Extrusão de material	<i>Fused Deposition Modeling (FDM)</i>	Termoplásticos, argilas cerâmicas, pastas metálicas	Energia térmica	Máquina de extrusão de baixo custo
	<i>Contour Crafting</i>			Impressão multimaterial Resolução limitada da peça Baixa qualidade superficial
Fusão de pós	Sinterização Seletiva a Laser (SLS)	Polímeros	Feixe laser de alta energia	Bons detalhes e precisão
	<i>Direct Melting Laser Sintering (DMLS)</i>			Peças com alta densidade
	Fusão Seletiva a Laser (SLM)	Metal atomizado em pó, pó cerâmico	Feixe de elétrons	Alta rigidez e resistência
	Fusão por Feixe de Elétrons (EBM)			Manipulação do pó e reciclagem Estruturas de ancoragem e suporte
Fotopolimerização	Estereolitografia (SLA)	Fotopolímeros, Cerâmicas	Luz ultravioleta / Feixe laser	Peças totalmente densas
				Alta rigidez e resistência
				Alta velocidade de construção
				Boa resolução da peça
<i>Material jetting</i>	<i>Polyjet / Impressão a jato de tinta</i>	Fotopolímeros, ceras	Energia térmica/ cura por luz	Sobrecura - forma escaneada por linha
				Alto custo de suprimentos
				Impressão multimaterial
<i>Binder jetting</i>	<i>Indirect Inkjet Printing (Binder 3DP)</i>	Pó polimérico, (gesso, resina), pó cerâmico, pó metálico	Energia térmica	Boa qualidade superficial
				Material com baixa resistência
				Impressão de objetos coloridos
Laminação de folhas	Manufatura de Objeto por Laminação (LOM)	Filme plástico, Folha metálica, Fita cerâmica	Feixe laser	Requer pós-processamento de infiltração
				Larga seleção de materiais
				Alta porosidade nas peças acabadas
<i>Directed Energy Deposition</i>	<i>Laser Engineered Net Shaping (LENS) Electron Beam Welding (EBW)</i>	Pó metálico	Feixe laser / Feixe de elétrons	Boa qualidade superficial
				Custos baixos de material
				Dificuldade para remover sobra de material
				Reparo de danos/partes desgastadas
				Requer pós-processamento

Fonte: Adaptado de Gao et al., 2015

Dentre os diferentes processos de manufatura aditiva existentes atualmente, um dos mais empregados é a SLS. Esta tecnologia utiliza o princípio de fusão em leito de pó. O processo de SLS é amplamente utilizado para alguns tipos de polímeros termoplásticos como a poliamida, poliéter-éter-cetona (PEEK) e o poliuretano termoplástico (TPU), no entanto, também pode ser aplicado para pós metálicos, compósitos e cerâmicos (VOLPATO et al., 2007). Por ser esta a tecnologia utilizada no desenvolvimento experimental deste trabalho, esta será apresentada em maiores detalhes no item 2.2.

2.2 Definição de sinterização seletiva a laser (SLS)

Segundo Thümmler e Oberacker (1996), sinterização é definida como o transporte de matéria ativado termicamente em uma massa de pó, resultando na redução de volume e diminuição da superfície específica livre devido ao crescimento dos contatos entre as partículas e a alteração da geometria dos poros. A sinterização ou a coalescência de partículas compreende três principais estágios: formação de pescoço (*neck*), densificação (aumento do contato e diminuição da porosidade) e eliminação de poros. Sob o ponto de vista físico-químico, a sinterização pode ser vista como uma transformação de um estado termodinâmico mais estável e irreversível, no qual a força motriz é a diminuição da área superficial proporcionando um $\Delta G < 0$ (energia livre de Gibbs) para o processo.

Na sinterização de polímeros em especial, e representados pela figura 1, são observados quatro eventos principais, que atuam no processo de coalescência das partículas:

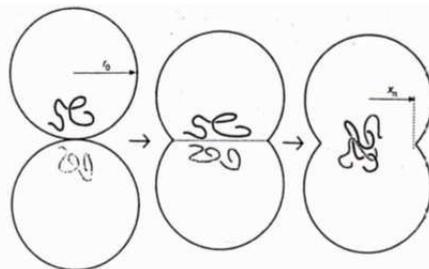
- Microfusão localizada (locais de contato);
- Crescimento dos contatos;
- Transporte de material por fluxo viscoso;
- Emaranhamento entre as cadeias poliméricas de partículas adjacentes.

De acordo com Narkis e Rosenzweig (1995), as partículas de pó adjacentes ao receberem a energia do feixe laser têm suas moléculas excitadas, proporcionando movimentos de rotação e translação das mesmas. Nas áreas de contato superficial ocorre o início de pontos de fusão e conseqüentemente a formação de *necks* (*pescoços*) que terão seus diâmetros aumentados na medida em que o processo de sinterização evolui.

Uma vez formados os *necks*, o mecanismo de transporte verificado é o fluxo viscoso. Materiais poliméricos se caracterizam por apresen-

tarem moléculas muito longas e não apenas movimentação de átomos individuais, característico dos metais. Neste mecanismo de transporte, o índice de fluidez do material utilizado se mostra de fundamental importância, pois demonstra sua característica de escoamento. As cadeias poliméricas no estado fundido ganham mobilidade e se emaranham com outras cadeias da partícula adjacente, garantindo a rigidez mecânica do *neck* após seu resfriamento.

Figura 1 - Ilustração esquemática do processo de coalescência das partículas de polímero.

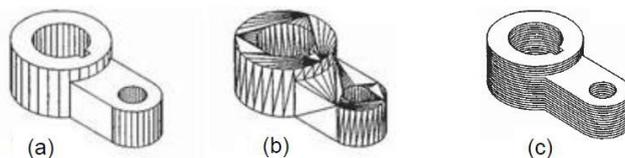


Fonte: Narkis e Rosenzweig (1995)

2.3 Princípios da manufatura aditiva por SLS

Os processos de manufatura baseados na sinterização seletiva a laser seguem uma seqüência de etapas que tem início com a modelagem tridimensional e geração de um modelo CAD do objeto que se deseja fabricar. Conforme ilustrado na figura 2, este modelo computacional é “exportado” em um formato de arquivo denominado *STL* (*Standard Triangle Language* ou *Standard Tessellation Language*) considerado o formato padrão amplamente aceito na indústria da manufatura aditiva. O modelo é baseado em triângulos, que definem os contornos do objeto (DAHOTRE e HARIMKAR, 2008).

Figura 2 - Modelagem tridimensional: (a) Modelo CAD; (b) Arquivo STL; (c) Fatiamento da peça.



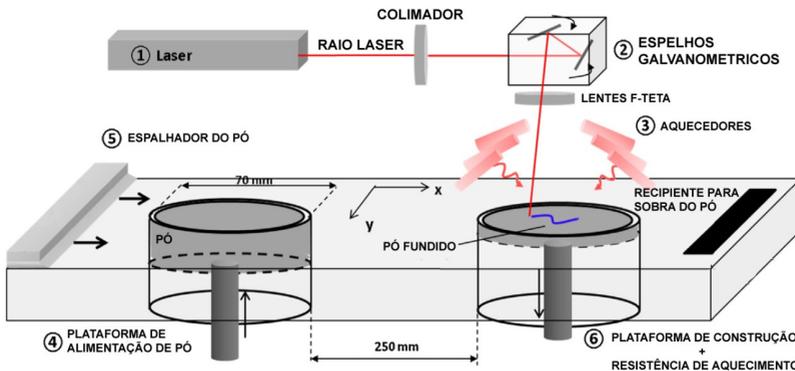
Fonte: Dahotre e Harimkar (2008)

O arquivo STL é então utilizado por softwares especialmente desenvolvidos que permitem que sejam implementados os parâmetros desejados para o processo de fabricação no equipamento de SLS.

A figura 3 apresenta um esquema simplificado de um equipamento de SLS. Neste, os objetos são construídos camada a camada a partir de um material em pó. O mesmo é espalhado no topo da plataforma de construção, a qual pertence ao conjunto da câmara de fabricação. O espalhador de pó pode ser um rolo ou raspador, usualmente metálico ou de borracha.

O pó é fornecido pela elevação da plataforma de alimentação, espalhado e aquecido localmente pelo feixe laser, atingindo a temperatura de fusão nos locais por onde o laser atua, de modo a unir as partículas. Após esta camada ser processada, o equipamento promove a descida de uma altura pré-determinada da plataforma de construção e uma nova camada de pó é depositada, fundida pelo laser e solidificada sucessivamente.

Figura 3 - Esquema simplificado de um dispositivo SLS.



Fonte: Adaptado de Peyre et al., 2015

O objeto é construído em um volume que pode ser em formato cilíndrico ou retangular, incluindo um sistema de aquecimento (GEBHARDT, 2003). Ao final, quando todas as camadas foram processadas, a câmara de fabricação é aberta para remoção da peça que está envolta em pó não fundido. Este excesso de pó é removido utilizando-se de pincéis e aspiradores, e pode em alguns casos ser reutilizado ou reciclado (TEKES, 1997).

De acordo com Dahotre e Harimkar (2008) a estrutura básica deste tipo de equipamento é composta por:

- Sistema laser, com sistema ótico de espelhos defletores motorizados para direcionamento do feixe;
- Plataforma de construção;
- Sistema de alimentação de pós;
- Sistema de espalhamento do pó;
- Sistema de aquecimento e atmosfera.

Todos estes componentes são controlados por computador através de controladores lógicos programáveis (CLP), sensores e outras placas eletrônicas (STUCKER, 2001).

2.4 Parâmetros de processo da SLS

A sinterização seletiva a laser é um processo afetado por uma série de parâmetros, como as propriedades do material, formas geométricas do objeto, e principalmente os de processo. Todos estes parâmetros se inter-relacionam em termos da quantidade e da qualidade de energia sendo direcionada sobre a superfície do pó.

As propriedades finais geométricas como a precisão dimensional, acabamento superficial e as propriedades mecânicas como densidade e resistência da peça construída dependem desta combinação de parâmetros. Os itens a seguir apresentam os parâmetros mais estudados no que diz respeito ao processamento SLS.

2.4.1 Potência do laser

De acordo com Gibson et al., (1997), a potência do laser é definida como a quantidade de energia por unidade de tempo que é direcionada pelo feixe laser sobre a superfície do leito de pó. Este parâmetro deve ser definido para assegurar que o pó seja aquecido a temperaturas superiores a de fusão durante a passagem do feixe. A energia total do laser tem fundamental efeito sobre o resultado da sinterização.

2.4.2 Velocidade de varredura

A velocidade de varredura é definida como a velocidade que o feixe laser é deslocado sobre a superfície do pó (TIAN *et al.*, 2008). Este parâmetro desempenha papel no processo SLS influenciando direta-

te no tempo de fabricação de uma peça. Ao mesmo tempo, o controle deste parâmetro está comprometido com a densificação ou ausência da mesma nas partículas de pó sinterizadas.

2.4.3 Espaçamento entre linhas

O espaçamento entre linhas é a distância entre dois vetores vizinhos e paralelos no deslocamento do feixe laser. O intervalo de espaçamento entre linhas pode ser inferior, igual ou superior ao diâmetro focal do laser.

Assim como o parâmetro velocidade de varredura, este índice é de fundamental importância quando se estuda a obtenção de peças densas ou porosas (DAHOTRE e HARIMKAR, 2008).

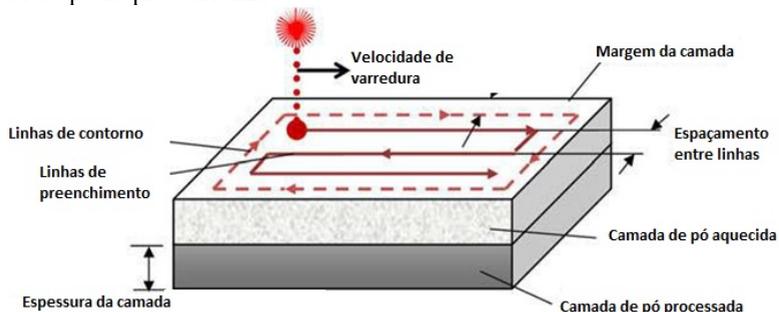
2.4.4 Espessura da camada

A espessura da camada é um importante parâmetro no processo de sinterização a laser. A mesma é definida como a profundidade que a plataforma de construção desce a cada fatia do objeto em processo, portanto define a espessura depositada de pó a ser sinterizada em um ciclo do processo. De acordo com Gibson et al. (1997) esta variável está diretamente relacionada ao tempo de fabricação de uma peça e sua rugosidade, ou seja, espessuras menores gerarão maior número de fatias, maior tempo de processo, portanto, melhor resolução, enquanto espessuras maiores resultarão em menor tempo de processo e menor resolução quando todos os outros parâmetros forem constantes.

2.4.5 Representação gráfica dos parâmetros de processo SLS

Os parâmetros de processo explicitados nos itens anteriores podem ser vistos na figura 4, a qual mostra a representação de forma gráfica de como ocorre o deslocamento do feixe laser sobre a superfície do leito de pó na SLS.

Figura 4 - Representação gráfica do deslocamento de um feixe laser sobre o leito de pó no processo SLS.



Fonte: Adaptado de Gibson et al., (1997)

2.5 Densidade de energia

Segundo a definição proposta por Steen (1991), a densidade de energia é uma medida da quantidade de energia fornecida sobre o leito de pó por unidade de área, sendo, portanto, uma função de três parâmetros correspondentes a maneira como o feixe de laser é aplicado. Estes parâmetros são: a potência do laser, a velocidade de varredura, e o espaçamento entre linhas, todos exercendo uma forte influência sobre o comportamento mecânico de peças produzidas por SLS (CAULFIELD, 2006). Baseado nesta definição, a densidade de energia pode ser expressa pela equação:

$$\rho_e = \frac{P}{v \cdot d} \quad (1)$$

onde ρ_e (J/mm^2) é a densidade de energia, P (Watts) é a potência do laser, v (mm/s) a velocidade de varredura e d (mm) é o espaçamento entre linhas de trajetória percorrida pelo laser sobre a superfície do leito de pó.

A equação (1) mostra que a densidade de energia aumenta com o incremento da potência do laser e decresce com o aumento da velocidade de varredura e espaçamento entre linhas respectivamente (TIAN et al., 2008).

De acordo com Franco et al. (2008), levantamentos mostram que os melhores resultados de resistência de uma peça fabricada por SLS em

PA12 são obtidos quando a densidade de energia é mantida entre 0,02 e 0,08 J/mm². Ainda de acordo com o autor, uma vez que cada processo de produção objetiva obter produtos com a melhor qualidade utilizando a menor quantidade de energia possível é desejável que a análise da densidade de energia para o processo SLS, seja combinada a uma avaliação criteriosa das propriedades das matérias-primas utilizadas, ou seja, a densidade de energia não é recomendada que seja avaliada como um parâmetro isolado no processo, mas o conjunto de parâmetros que levam a esta definição.

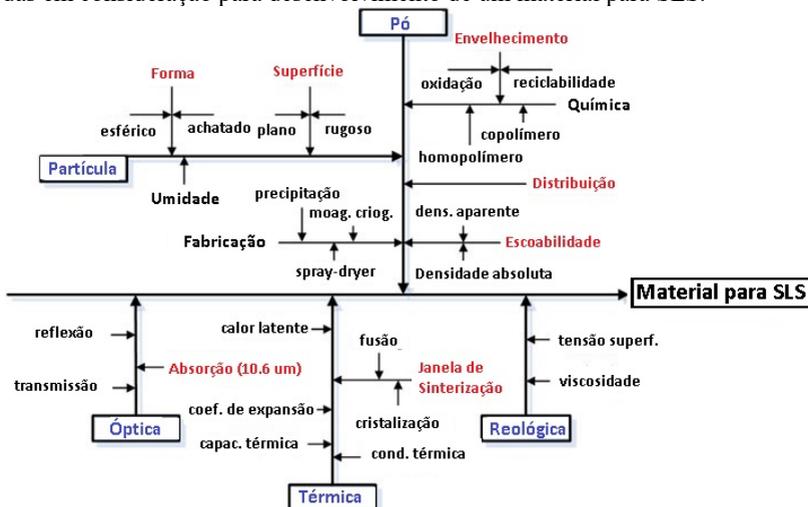
2.6 Propriedades de materiais poliméricos para SLS

De acordo com Verbelen et al., (2015), com o crescente uso da sinterização seletiva a laser para produção de peças, há considerável interesse em desenvolver existentes e também implementar novos polímeros para esta técnica. Devido à complexidade do processo, entretanto, os materiais estão sujeitos a requisitos suficientemente específicos para que possam ser processáveis.

Segundo Schmid et al. (2014), a compreensão das propriedades de materiais poliméricos para SLS passa por uma avaliação criteriosa de cinco propriedades associadas.

Como pode ser observado na figura 5, estas cinco propriedades podem ser divididas em intrínsecas (térmica, óptica e reológica) e extrínsecas (características da partícula e do pó). As propriedades intrínsecas são tipicamente determinadas pela estrutura molecular do polímero em si, enquanto que as extrínsecas são propriedades controladas pela produção dos pós. Estas propriedades serão apresentadas em maiores detalhes nos itens a seguir.

Figura 5 - Apresentação das diferentes propriedades de polímeros a serem levadas em consideração para desenvolvimento de um material para SLS.



Fonte: Adaptado de Schmid et al. (2014).

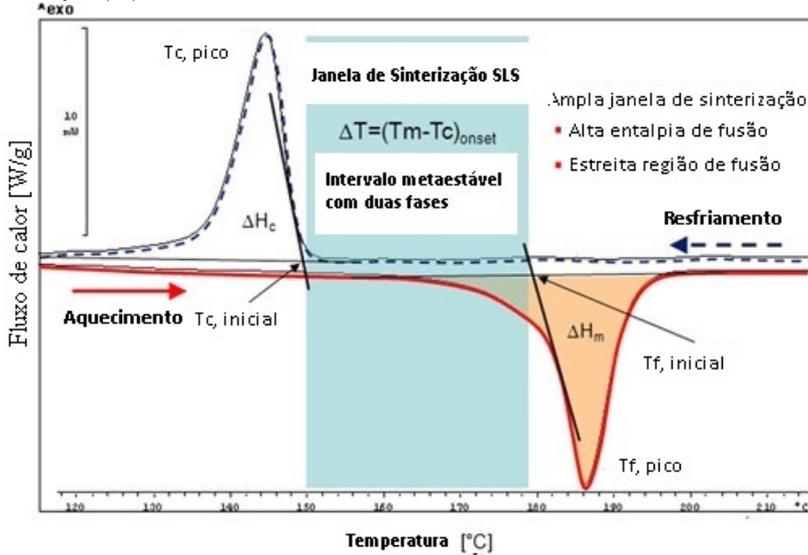
2.6.1 Propriedades térmicas

De acordo com Schmid et al. (2014), o entendimento dos aspectos térmicos desejáveis para um material dedicado a SLS deve ser correlacionado com a seqüência do processamento SLS. Neste caso, um laser do tipo CO_2 é utilizado para fundir as partículas de pó depositadas continuamente em finas camadas. A coalescência das partículas na camada superior de pós é necessária assim como a adesão com as camadas fundidas anteriormente. Para polímeros semicristalinos, isto implica que a temperatura de cristalização (T_c) deve ser ultrapassada durante o processo o máximo possível. Além de que a temperatura em que o material é submetido durante o processo deve ser precisamente controlada entre a temperatura de fusão (T_f) e a temperatura de cristalização (T_c) (figura 6).

Este intervalo de temperatura termodinamicamente metaestável é denominado de “janela de sinterização”. A figura 6 mostra uma curva DSC teórica dedicada ao entendimento de um polímero no processamento por SLS e nela se evidencia a presença de um intervalo definido entre T_f e T_c . Esta imagem é um esquema de uma representação térmica ideal com taxas de aquecimento e resfriamento ideais ($10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$). O processo SLS possui diferenças especialmente se a temperatura da câ-

mara de fabricação está muito próximo a T_c e a taxa de resfriamento é lenta.

Figura 6 - Curva DSC indicando a “janela de sinterização” do processo SLS evidenciando a região entre a temperatura de fusão (T_f) e a temperatura de cristalização (T_c).



Fonte: Adaptado de Schmid et al. (2014).

2.6.2 Propriedades ópticas

Do ponto de vista das propriedades ópticas, para que um polímero possa ser processado por SLS, é necessário que seja capaz de absorver energia no comprimento de onda do espectro infravermelho. Isto é possível visto que em sua grande maioria, os polímeros são compostos por ligações alifáticas (C-H). Os grupamentos alifáticos dos polímeros apresentam propriedades de alta absorção de energia quando expostos a radiação de comprimento de onda de valor 10,6 μm (lasers do tipo CO₂). Para situações em casos de baixa absorção neste espectro, um aumento na potência do laser pode compensar o efeito.

2.6.3 Propriedades reológicas

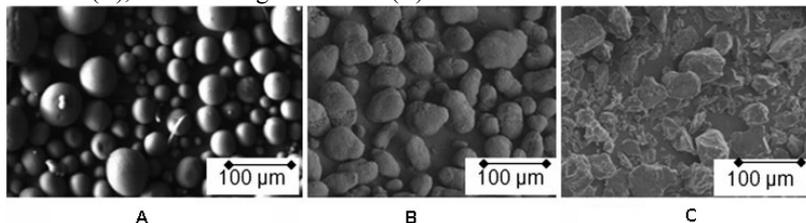
Além da capacidade da absorção IR, uma baixa viscosidade e uma baixa tensão superficial do polímero são essenciais para o êxito do processamento SLS (Rietzel, 2015). Isto é fundamental para acelerar a coalescência das partículas de polímero. Especialmente, uma baixa viscosidade do fundido a baixas taxas de cisalhamento são importantes, pois, a despeito dos processos de injeção, a SLS não promove forças adicionais durante a fabricação da peça. (Nelson, 1993; Childs et al., 1999).

2.6.4 Propriedades da partícula

Segundo Amado et al. (2011), a forma e a superfície das partículas unitárias determinam o comportamento do pó resultante. No caso de pós para SLS, as partículas devem apresentar o melhor formato esférico possível. Isto se deve para favorecer um comportamento homogêneo ao escoamento, assim como permitir distribuição uniforme no leito de pó, uma vez que no processo SLS, a matéria-prima não passa por processos de compactação extras.

Ainda segundo Amado et al. (2011), a obtenção de peças densas está diretamente relacionada a densidade do pó a verde no leito de pó e seu comportamento quanto a escoabilidade. A figura 7 mostra algumas formas de partículas de pós obtidas por diferentes processos.

Figura 7 - Exemplos de distintas formas de partículas: esféricas (A), formato “batata” (B), moídas criogenicamente (C).



Fonte: Schmid et al. (2014)

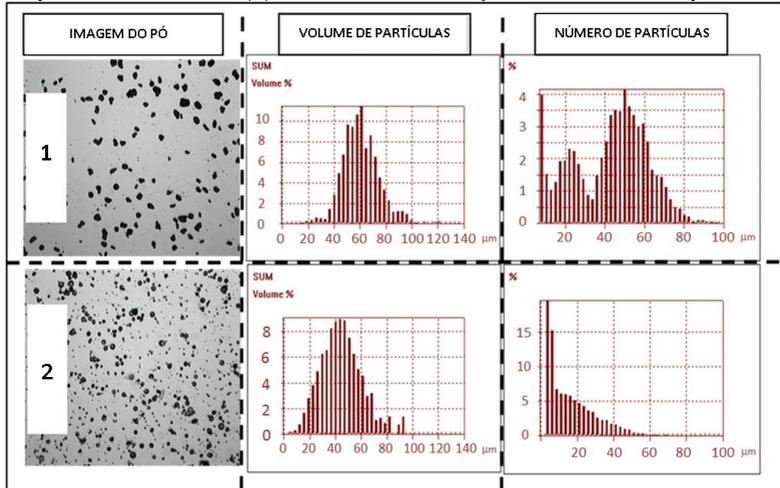
Partículas esféricas (A) são geralmente obtidas por procesos de solubilização. Partículas em formato de “batata” (B) são as partículas mais comuns presentes nos pós disponibilizados para SLS e são obtidas

a partir de processos de precipitação. Já as partículas obtidas por moagem criogênica (C) são consideradas inadequadas para o processamento por SLS quando o objetivo é a obtenção de peças densas, uma vez que a inadequada escoabilidade deste tipo de partícula gera uma superfície do leito de pó heterogênea com densidade irregular e resultando em peças pouco resistentes, de baixa densidade e baixas propriedades mecânicas (DUPIN et. al., 2013).

2.6.5 Propriedades do pó

No que diz respeito aos pós considerados apropriados para o processo SLS, estes devem apresentar certa distribuição do tamanho de partículas. Segundo Schmid et al. (2014), a distribuição favorável recomendada é entre 20 e 80 μm . Entretanto, é necessário identificar não somente o volume, mas também a fração de partículas pequenas. Particularmente, a quantidade de partículas pequenas pode ser responsável pelo comportamento do pó no processamento SLS. A figura 8 ilustra esta situação, ambos os pós 1 e 2 possuem semelhantes distribuições de volume de partículas. Contudo, o pó 2 contém maior proporção de partículas pequenas, o que pode acarretar em prejuízo na escoabilidade do pó gerando agregações. A adesão entre partículas pequenas piora o comportamento e escoabilidade afetando o processamento SLS. Em particular, pós obtidos por moagem criogênica contém grande quantidade de partículas pequenas e finas, outra razão pelas quais são pós pouco efetivos para processamento SLS.

Figura 8 - Curvas de distribuição de volume de partícula evidenciando volumes de partículas similares (1) e distintas distribuições de números de partícula (2).



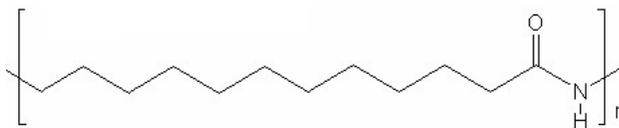
Fonte: Adaptado de Schmid et al. (2014)

Estas propriedades descritas neste capítulo podem servir como justificativas para haver reduzida quantidade de polímeros disponíveis para processamento por SLS, capazes de fabricar peças de elevada densidade, ou seja, baixa presença de poros ou vazios.

2.7 Pesquisas na área de SLS com PA12

Entre os materiais poliméricos o mais empregado para SLS é a PA12 e materiais compósitos contendo PA12 (SELTZER et al., 2011). A capacidade da PA12 apresentar as características evidenciadas no item anterior são em parte justificadas em função das propriedades intrínsecas de sua estrutura molecular. A figura 9 apresenta a estrutura molecular de um monômero que corresponde à poliamida 12.

Figura 9 - Estrutura molecular do monômero de PA12.



Fonte: Paggi (2008)

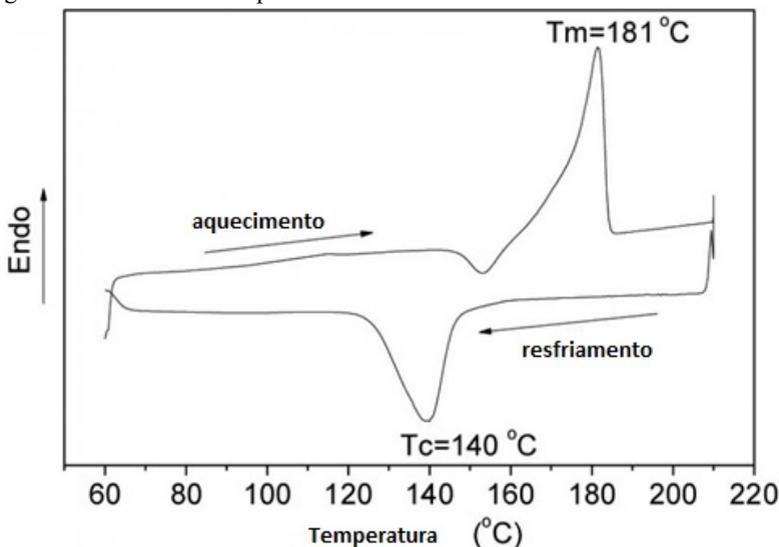
Quando comparada uma mesma massa molar e devido ao menor número de grupamentos amida presentes em sua cadeia, esta poliamida apresenta baixa absorção de umidade em relação a PA6 ou a PA66, não necessitando de secagem prévia ao processamento. Estas particularidades apresentadas conferem ao material características favoráveis ao uso em peças de engenharia e adequado para diversas aplicações e uso nas áreas aeroespacial, automotiva, saúde e peças indicadas para capas e encaixes, conectores, peças de teste e também peças que demandem união através de colagem.

Existem diferentes tipos de poliamidas e suas propriedades variam de acordo com o número de carbonos presentes em sua estrutura e conseqüentemente a quantidade de grupamentos amida presentes. No entanto, algumas características são comuns aos diferentes tipos, dentre elas: elevada resistência ao impacto e resistência a tração, moderada dureza e condições adequadas de processabilidade. De um modo geral suas boas propriedades mecânicas e intervalo suficientemente definido entre as temperaturas de cristalização e de fusão, confere a mesma uma boa processabilidade no que diz respeito a combinação de parâmetros de fabricação em equipamentos de sinterização seletiva a laser (PAGGI, 2008).

Se comparadas a outros polímeros, as poliamidas apresentam temperaturas de processamentos elevadas, da ordem de 250 a 300 °C. Vale também destacar que a poliamida apresenta características especiais como elevada resistência quando exposta à ambientes agressivos, bom acabamento superficial com indicação para fabricação de peças complexas, além de ser um material passível de sofrer esterilização.

Diferentemente das características comuns apresentadas, a PA12 caracteriza-se por apresentar uma temperatura de fusão relativamente baixa, conferindo temperaturas de processamento moderadas. De acordo com Kruth et al. (2007), a figura 10 ilustra uma curva típica de calorimetria diferencial de varredura (DSC) para a PA12 adequada para sinterização seletiva a laser indicando que a temperatura de cristalização T_c é da ordem de 140 °C, e a temperatura de fusão em torno de 181 °C.

Figura 10 - Curva de DSC para Poliamida 12.



Fonte: Adaptado de Kruth (2007)

De acordo com Schmid et al. (2014), o comportamento térmico e a distribuição de tamanhos de partícula e morfologia adequadas, são fatores-chave para o sucesso do processamento por SLS. De um lado, o controle da estrutura molecular através do tamanho da cadeia e a cristalinidade, e de outro, o formato das partículas para oferecer adequada escoabilidade ao pó.

Van den Eynde et al. (2015), aborda em sua pesquisa que a utilização de pós com partículas em formato esférico resulta em camadas com distribuição mais uniforme do pó a verde quando depositada pelo espalhador em um equipamento SLS.

Beretta et al. (2014), por outro lado, evidencia que somente os valores de distribuição e tamanho de partículas não permitem elencar o comportamento de escoabilidade dos pós de PA12, uma vez que a morfologia individual das partículas também exerce forte influência nas características de escoabilidade, mesmo com distribuições de tamanho de partículas semelhantes.

Outro aspecto que tem merecido destaque nas pesquisas referentes ao uso da PA12 para o processo de SLS diz respeito aos parâmetros de fabricação empregados nos equipamentos. Pesquisas realizadas no laboratório NIMMA da UFSC apresentam valores de potência diferentes em relação a equipamentos comerciais. Utilizando um equipamento SLS

não comercial, pesquisas com a PA12, desenvolvidas por Leite (2007), por exemplo, exploram valores de potência entre 1 e 10W. Pesquisas realizadas por Kruth et al., (2007) em equipamento *3D systems Sinterstation* tratam de valores da ordem de até 36W.

Estas pesquisas também apresentam diferenças no que diz respeito aos valores empregados para a velocidade de varredura. Enquanto equipamentos comerciais operam em velocidades entre 1500 e 2500 mm/s, trabalhos realizados no NIMMA reportam a valores de velocidades entre 30 e 50 mm/s.

Já o parâmetro de espaçamento de linhas, apresenta semelhança entre os diferentes trabalhos, adotando geralmente valores entre 0,2 e 0,3 mm. Em relação aos regimes de temperatura das câmaras de fabricação, as pesquisas apontam para rampas de aquecimentos e manutenção da temperatura sobre o material com valores entre 140 e 180 °C. Segundo Caulfield et al. (2006), neste processo, a plataforma de fabricação deve ser mantida entre 10 e 20°C abaixo da temperatura de fusão do material.

Neste contexto e baseado na equação da densidade de energia, evidencia-se que uma ampla faixa de densidades de energia tem sido utilizada nos trabalhos desenvolvidos com a PA12 fabricada por SLS, com valores entre 0,03 a 1,49 J/mm².

A tabela 1 apresenta, de forma condensada, as faixas de parâmetros de processo identificadas nas situações pesquisadas evidenciando que há diferenças significativas em termos de parâmetros de processo empregados e que resultam em situações distintas de densidade de energia.

Tabela 1 - Composição de parâmetros levantados para processamento de Poliamida 12 por SLS.

Parâmetros	Equipamentos comerciais*	Pesquisas NIMMA**
Potência do laser(W)	17-36	1-10
Velocidade de varredura (mm/s)	1500 - 2500	30-50
Espaçamento entre linhas (mm)	0,2 - 0,3	0,2-0,3
Temperatura de fabricação (°C)	160-176	140
Densidade de energia (J/mm ²)	0,03-0,15	0,07-1,49

* Fichas técnicas equipamentos EOS Formiga P110 e 3D Systems (Sinterstation HQ)

** Trabalho de doutorado Janaína Lisi Leite 2007 e dissertação de mestrado Rodrigo Acácio Paggi 2008, laboratório NIMMA (ex-CIMJECT).

De acordo com Schmidt et al. (2015), no processo SLS, apesar das investigações que vem sendo realizadas com outros polímeros, a PA12 é um dos poucos materiais poliméricos disponíveis e considerados otimizados para este processo. A tabela 2 apresenta as propriedades gerais da PA12 (designada comercialmente de PA2200), segundo dados fornecidos pela ficha técnica da empresa EOS.

Tabela 2 - Propriedades gerais da PA12 (PA2200).

Propriedades gerais		
Medição	Norma	Valor
Tamanho médio de partícula	ISO 13320-11	56 µm
Densidade do pó a verde	EN ISO 60	0,45 g/cm ³
Densidade da peça sinterizada	Método próprio	0,93 g/cm ³
Propriedades mecânicas		
Módulo de elasticidade	EN ISO 527	1700 MPa
Resistência máxima a tensão	EN ISO 527	48 MPa
Deformação total	EN ISO 527	24%
Módulo de flexão	EN ISO 178	1500 MPa
Resistência máxima a flexão	EN ISO 178	58 MPa
Resistência ao impacto - Charpy	EN ISO 179	53 KJ/m ²
Resistência ao impacto com indentação - Charpy	EN ISO 179	4.8 KJ/m ²
Dureza - Shore D	ISO 868	75
Propriedades térmicas		
Temperatura de fusão	EN ISO 11357-1	180 °C
Temperatura de amolecimento – Vicat B/50	EN ISO 306	163 °C

Fonte: Sítio da empresa EOS

Outros tipos de polímeros, em geral, apresentam baixa escoabilidade e comportamento térmico inadequado para as características atuais do processo, resultando em peças de baixa qualidade. De fato, é um desafio do ponto de vista tecnológico produzir materiais poliméricos em pó com tamanhos de partícula pequenos, distribuição de tamanhos adequada e boa escoabilidade concomitantemente com boa processabilidade. Por estas razões, as pesquisas continuam à procura de rotas de processo que viabilizem outras opções de polímeros para esta técnica.

À medida que a tecnologia se populariza, novos fornecedores de equipamentos e de materiais para SLS, incluindo-se a PA12 vêm surgindo, justificando compreender melhor a relação que é estabelecida entre propriedades da matéria-prima, parâmetros de processo e propriedades da peça manufaturada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

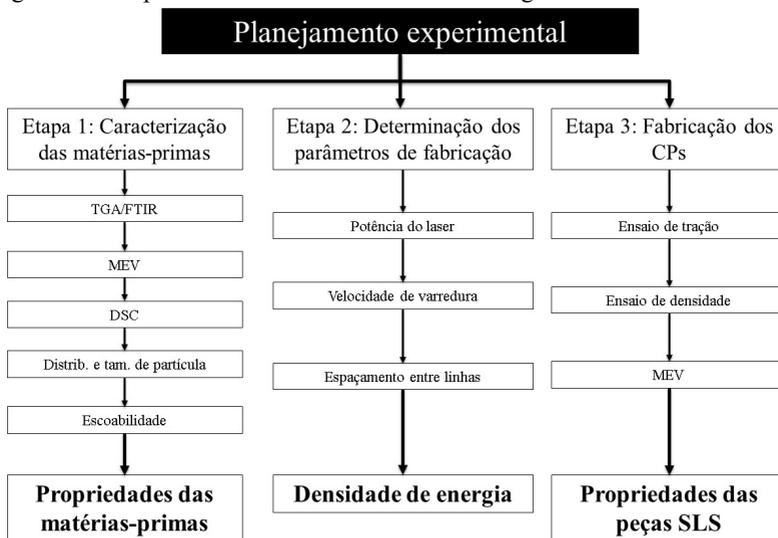
Este capítulo apresenta a descrição dos equipamentos, materiais e o planejamento dos procedimentos experimentais utilizados para a realização do trabalho.

Para cumprir com os objetivos propostos, o trabalho foi dividido em três etapas principais, como mostra o esquema da Figura 11. A primeira etapa foi a de caracterização das três matérias-primas (PA12) selecionadas para o trabalho com a finalidade de avaliar suas propriedades.

Na segunda etapa foi realizado um estudo preliminar de fabricação de corpos de prova visando identificar os parâmetros mais apropriados do equipamento disponível para fabricar peças sem defeitos aparentes (intervalo de processamento), considerando uma mesma densidade de energia. Nesta etapa foram realizados estudos sobre a influência dos parâmetros de fabricação (potência do laser, velocidade de varredura e espaçamento entre linhas). Os resultados obtidos deste estudo preliminar foram utilizados como base para definir o planejamento experimental para o estudo da terceira etapa.

Finalmente, a terceira etapa teve como objetivo fabricar corpos de prova avaliando a influência dos parâmetros de fabricação por SLS permeando uma mesma densidade de energia quando obtidas por parâmetros distintos, sendo estes, a) a potência do laser e, b) velocidade de varredura do laser. Os corpos de prova foram então submetidos a ensaio mecânico de tração, ensaio de densidade e análise em MEV. Os resultados foram avaliados em termos de: módulo de elasticidade, tensão máxima, deformação total, densidade aparente e análise da microestrutura. Os mesmos foram avaliados sob a metodologia estatística ANOVA, avaliando a influência dos parâmetros sobre as propriedades. Ao final, uma análise em MEV foi realizada para comparar a microestrutura de amostras fabricadas mediante duas densidades de energia distintas.

Figura 11 - Etapas do desenvolvimento da metodologia do trabalho.



Fonte: Autor

3.1 Etapa 1: Caracterização das matérias-primas

Neste trabalho foram selecionadas como matérias-primas a Poli-amida 12 (PA12) de três diferentes fornecedores, designadas neste trabalho como sendo PA1, PA2 e PA3 conforme mostra o quadro 2.

Quadro 2 - Poliamidas utilizadas na pesquisa

Designação	Nome Comercial	Fornecedor
PA1	<i>PA2200</i>	EOS
PA2	<i>Polymon</i>	Polychroma
PA3	<i>InnovPA 1550</i>	Exceltec

Fonte: Autor

Para caracterização dos materiais nesta etapa e com o objetivo de conhecer as propriedades das matérias-primas disponíveis, foram utilizadas cinco técnicas: análise termogravimétrica (TGA) e espectroscopia no infravermelho (IR) dentro de uma mesma análise; microscopia eletrônica de varredura (MEV); calorimetria diferencial de varredura (DSC); análise da distribuição e tamanho médio de partículas e escoabilidade.

3.1.1 Análise Termogravimétrica (TGA) e espectroscopia no infravermelho (IR)

A termogravimetria foi realizada para avaliar: i) a temperatura de decomposição térmica das três PA12, ii) confirmar a temperatura de fusão dos materiais, iii) verificar a massa residual após a decomposição térmica e iv) inferir sobre a existência de cargas. As curvas termogravimétricas foram obtidas em equipamento NETZSCH STA 449 F3, conduzidas sob atmosfera de nitrogênio (fluxo de 100 ml/min), com taxa de aquecimento de 10 °C/min, em uma faixa de temperatura entre 0 e 700 °C. As análises foram realizadas no Laboratório de Materiais - EMC, da Universidade Federal de Santa Catarina. Neste mesmo equipamento, as PA12 foram analisadas por espectroscopia no infravermelho (IR), utilizando a técnica de Refletância Total Atenuada (ATR). As análises foram realizadas na faixa de 4000 cm^{-1} a 500 cm^{-1} com o objetivo de confirmar o material PA12.

3.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para avaliar a morfologia das partículas. Utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura da marca Jeol, modelo JSM-6390LV, com fonte de elétrons de tungstênio e detector de elétrons secundários, localizado no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica, da Universidade Federal de Santa Catarina. As amostras foram coladas em um suporte com o auxílio de uma fita de carbono dupla face. Para tornar as amostras eletronicamente condutoras, efetuou-se recobrimento com uma fina camada de ouro num metalizador modelo D2 *Diode Sputtering System*, fabricado pela ISI (*International Scientific Instruments*). Análises de micrografias obtidas em MEV também foram realizadas nas superfícies dos corpos de prova do estudo principal (Etapa 3) com o objetivo de i) avaliar o grau de coalescência e densificação das partículas e realizar uma comparação entre duas densidades de energia distintas.

3.1.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A técnica de DSC foi utilizada para determinar as temperaturas de cristalização (T_c) e de fusão (T_f) das três diferentes PA12. As curvas foram obtidas em equipamento Shimadzu DSC-50 sob atmosfera de nitrogênio, utilizando-se aproximadamente 7,0 mg de amostra em uma faixa de temperatura entre 20 e 240 °C, a uma taxa de aquecimento de

10 °C/min. As análises foram realizadas no Departamento de Química, da Universidade Federal de Santa Catarina.

3.1.4 Análise da distribuição e tamanho médio de partículas

Foram realizadas análises da distribuição e tamanho médio de partículas. O equipamento utilizado foi o CILAS 1190 do Laboratório de Materiais (LabMat), da Universidade Federal de Santa Catarina. A finalidade desta análise foi de confirmar diferenças entre os tamanhos médios e as distribuições de partícula entre os diferentes fornecedores.

3.1.5 Escoabilidade

Um ensaio de escoabilidade foi realizado com a finalidade de evidenciar diferenças no comportamento das três PA12 investigadas. Foi utilizado como método o índice de *Carr*, o qual utiliza um cilindro com volume interno padronizado em 25 cm³, preenche-se o mesmo e se mede a massa calculando a densidade relativa através da equação (2),

$$D = m/V \quad (2)$$

onde D é a densidade relativa em g/cm³, m é a massa em gramas, e V o volume em cm³.

Após, aplica-se uma força de compactação através de pequenas batidas sobre o cilindro padrão e mede-se novamente a densidade do pó, agora compactado. O índice de *Carr* é calculado medindo-se a relação entre as densidades após e antes da aplicação da força de compactação, sendo que quanto menor for o valor do índice, maior é a escoabilidade do pó.

3.2 Etapa 2: Determinação dos parâmetros de fabricação

3.2.1 Equipamento SLS utilizado

O equipamento utilizado para a fabricação dos corpos de prova, tanto na etapa 2 quanto na etapa 3, foi o equipamento *LaserFunde*, (figura 12), primeira versão de equipamento nacional de Sinterização Seletiva a Laser, gentilmente cedido pela empresa Alkimat Tecnologia, que demonstrou amplo interesse no entendimento do processamento da PA12.

De uma forma geral, o equipamento *LaserFunde* segue a configuração e seqüência típica de fabricação encontrada em equipamentos

similares de SLS (descritos no capítulo 2). Suas características são apresentadas na tabela 3.

Tabela 3 - Especificações do equipamento *LaserFunde*.

Característica	Valores
Volume efetivo de fabricação (mm)	ϕ 110 x 120
Faixa de espessura de camada (μm)	100 a 300
Tipo do Laser e Potência máxima	CO ₂ , 60 W
Velocidade máx. de varredura (mm/s)	Até 2000
Diâmetro do ponto focal (μm)	400
Temp. na plataforma de construção (°C)	130
Atmosfera	ar atmosférico
Potência instalada	1 KW
Interface	Software próprio
Interface CAD	STL

Fonte: Alkimat Tecnologia

O equipamento *LaserFunde* possui uma câmara de fabricação e nela estão contidas uma plataforma de alimentação e uma plataforma de construção, ambas com volume útil de 1.140 cm³ e um funil de descarte de pó. Dispõe também de um dispositivo espalhador de pós com lâmina de borracha e de dois aquecedores internos na câmara dispostos na parte superior de cada uma das plataformas. Os aquecedores foram utilizados no experimento com acionamento manual no qual o ponto de partida era iniciado quando a medição de temperatura através do sensor atingia a temperatura de 130 °C. O controle de espessura de camada permite que sejam depositadas camadas entre 100 e 300 μm . O software utiliza arquivos STL e foi desenvolvido pela própria empresa. É equipado com um laser do tipo CO₂ de 60W de potência efetivos entregues sobre a plataforma de construção e espelhos defletores do feixe que permitem a utilização de velocidade máxima de varredura de 2000 mm/s.

Figura 12 - Equipamento de SLS – *LaserFunde*.



Fonte: Alkimat Tecnologia

3.2.2 Determinação do intervalo de processamento

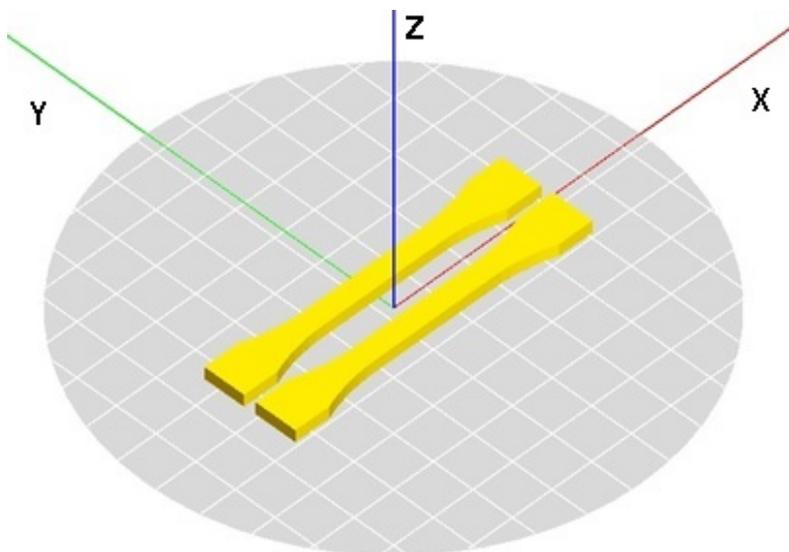
Em função de não haver indicação inicial de quais eram os valores dos parâmetros de processamento mais apropriados para fabricar peças livre de defeitos aparentes no equipamento *LaserFunde*, o intervalo possível de processamento foi determinado mediante a fabricação de amostras que foram avaliadas com base nos seguintes critérios gerais:

- i) possuir rigidez e resistência suficientes para permitir manuseio e realização dos ensaios;
- ii) possuir aspecto visual homogêneo.

Nesta etapa foram fabricadas amostras com o material PA1, escolhida por ser comercialmente a mais empregada para produção de peças por SLS. As amostras foram fabricadas no formato da geometria de corpos de prova de tração cujas dimensões obedecem a norma EN ISO527, modelo 1BA em lotes de duas peças em cada processo de construção. Este corpo de prova corresponde a uma peça com 3 mm de espessura.

O posicionamento das peças na plataforma de construção é mostrado na figura 13, sendo o eixo X o comprimento, o eixo Y a largura, e o eixo Z, a espessura. A escolha desse posicionamento para a construção se deveu ao fato deste ser considerado o menos dispendioso em termos de tempo e de consumo de material, embora se saiba que a direção de fabricação da peça é um fator estudado como influente para as propriedades finais de uma peça fabricada por SLS (CAULFIELD, 2006).

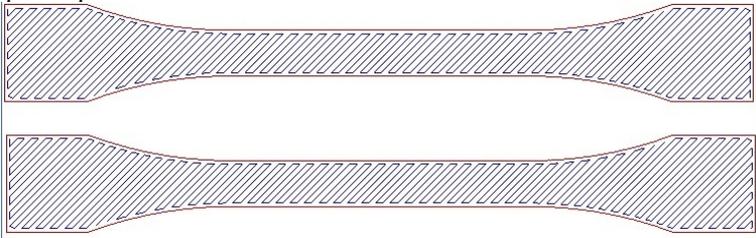
Figura 13 – Posicionamento dos corpos de prova EN ISO527 1BA em relação a plataforma de construção do equipamento.



Fonte: Autor

Foi utilizada como estratégia de construção, a trajetória do feixe laser inclinada a 45 graus em relação aos eixos X e Y , as quais são mostradas na figura 14. A cada camada, a direção da inclinação foi realizada de maneira alternada.

Figura 14 - Representação do ângulo de direção dos vetores para fabricação dos corpos de prova.



Fonte: Autor

Levando em consideração as características do equipamento, primeiramente foi realizada uma avaliação completa dos parâmetros de fabricação, os quais estão mostrados no apêndice D.

Foi verificado nesta versão do equipamento que a temperatura máxima de trabalho disponível ($130\text{ }^{\circ}\text{C}$) para esta câmara de fabricação, a qual era inferior aos dados publicados e sugeridos pela literatura nos trabalhos de Kruth et al. (2007) e Dahotre e Harimkar (2008), inviabilizou a parametrização do equipamento para espaçamentos inferiores ao valor de $0,5\text{ mm}$, pois influenciou de maneira significativa sobre a qualidade das peças, resultando em peças com contração visível, portanto, tanto nesta etapa e na seguinte, o espaçamento entre linhas de valor $0,5\text{ mm}$ foi mantido como um parâmetro constante.

Os parâmetros utilizados para o estudo preliminar com base na equação (1) são mostrados na tabela 4. De modo a facilitar a compreensão de cada combinação de parâmetros experimentais utilizada foi estabelecido um código no qual o valor do parâmetro potência do laser é apresentado antecedido pela letra P e a velocidade de varredura antecedida pela letra V.

Tabela 4 - Parâmetros e valores investigados no estudo da Etapa 2.

Potência do laser (W)	Velocidade de Varredura (mm/s)	Código
30	750	P30V750
30	1000	P30V1000
30	1300	P30V1300
30	1600	P30V1600
40	750	P40V750
40	1000	P40V1000
40	1300	P40V1300
40	1600	P40V1600
50	750	P50V750
50	1000	P50V1000
50	1300	P50V1300
50	1600	P50V1600

Fonte: Autor

Os parâmetros apresentados, combinados um a um, resultaram em 12 combinações para este material, com valores de densidade de energia entre 0,04 e 0,13 J/mm² calculados mediante a equação (1) (apresentada no item 2.5).

Outros parâmetros do equipamento que não estão diretamente relacionados à equação (1) como a temperatura da câmara de fabricação, espessura da camada e atmosfera, também foram mantidos constantes nos valores mostrados na tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros do equipamento mantidos constantes

Temperatura da câmara (°C)	Espessura da camada (µm)	Atmosfera da câmara
130	150	ar ambiente

Fonte: Autor

Conforme anteriormente exposto, a temperatura de 130 °C correspondeu a temperatura de início do processo de fabricação, e a espessura da camada de 150 µm em um corpo de prova com espessura total de 3 mm, correspondeu a um processo de fabricação com um total de 20 camadas.

Para selecionar a combinação de valores dos parâmetros que resultassem em peças consideradas adequadas e livres de defeitos foi adotado o critério qualitativo, resumido no quadro 3.

Quadro 3 - Critérios para escolha das combinações viáveis.

Aspecto da peça	Resultado
Peça sem distorções visíveis e com rigidez suficiente para o manuseio.	Aprovada
Peça com distorções visíveis, perda da peça antes do término do processo ou peça sem rigidez suficiente para o manuseio.	Reprovada

Fonte: Autor

Ao final desta etapa, e com base na seleção orientada pelos critérios mencionados foi realizada a seleção da densidade de energia objeto de estudo da etapa 3.

3.3 Etapa 3: Fabricação dos corpos de prova

3.3.1 Influência da densidade de energia nas propriedades mecânicas

Nesta etapa do trabalho, as três amostras de PA12 escolhidas para o desenvolvimento do trabalho e caracterizadas na etapa 1 foram utilizadas para fabricação de corpos de prova no equipamento *LaserFunde*, obedecendo novamente a norma EN ISO 527 1BA. Foram fabricados um número mínimo de 5 corpos de prova para cada ensaio.

A fabricação foi realizada mediante a utilização do valor de densidade de energia que foi avaliada e escolhida na etapa 2. Após a fabricação dos CPs, estes foram submetidos ao ensaio mecânico de tração. Neste ensaio foram extraídos os valores de: módulo de elasticidade, tensão máxima e a deformação total. Foi utilizada uma máquina universal de ensaios, marca EMIC, modelo DL2000 com célula de carga de 20 KN e velocidade de ensaio de 2 mm/min. O equipamento foi gentilmente cedido pelo Instituto Federal de Santa Catarina, campus da cidade de Caçador, onde os ensaios foram realizados.

A densidade aparente foi obtida através de corpos de prova fabricados com dimensões de 10 x 10 x 3 mm. Posteriormente, foram medidos nas direções da largura, altura e espessura, obtendo-se o volume. Na sequência tiveram suas massas medidas em balança analítica. A razão entre a massa obtida e o volume medido resultou no valor de densidade aparente. O quadro 4 apresenta de forma organizada as respostas avaliadas e suas respectivas unidades.

Quadro 4 - Respostas para as combinações avaliadas

Respostas	Unidades
Módulo de elasticidade	MPa
Tensão Máxima	MPa
Deformação Total	%
Densidade aparente	g/cm ³

Fonte: Autor

Após o ensaio de resistência à tração e determinação das densidades amostras, a região superficial das amostras foi analisada em MEV com o objetivo de avaliar o grau de coalescência e densificação das partículas. A técnica foi a explicitada no item 3.1.2.

3.3.2. Projeto Estatístico – Análise de variância (ANOVA)

Com a obtenção dos resultados das propriedades mecânicas, foi realizado um projeto estatístico de análise de variância (ANOVA), com o objetivo de investigar a influência dos diferentes parâmetros para cada uma das propriedades estudadas.

A ANOVA foi utilizada com o objetivo de evidenciar o comportamento dos parâmetros empregados sobre as propriedades mecânicas resultantes. Nesta etapa foi utilizado um projeto fatorial 2³, apresentado no quadro 5, tendo como fatores experimentais os parâmetros: potência do laser, velocidade de varredura e o tipo de PA12 empregada. As variáveis de resposta foram o módulo de elasticidade, a tensão máxima, a deformação total e a densidade aparente.

Quadro 5 - Projeto estatístico ANOVA utilizado.

Classe do projeto	Fatorial 2³
Número de fatores experimentais	3
Número de respostas	4
Número de corridas	9
Número de graus de liberdade	2
Aleatorizado	Não

Fonte: Autor / ANOVA realizada no software *Statgraphics*

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Etapa 1: Caracterização das matérias-primas

4.1.1 Análise Termogravimétrica (TGA) e Espectroscopia no infravermelho por transformada de fourier (FTIR)

A análise TGA teve por objetivo evidenciar a temperatura de degradação, inferir a temperatura de fusão, as massas residuais e eventuais presenças de carga para cada amostra de PA12. Os valores obtidos estão apresentados na tabela 6 e os respectivos gráficos no apêndice C.

Tabela 6 – Resultados do ensaio de TGA para as PA12 investigadas.

Material	T_f (°C)	T_d inicial (°C)	T_d final (°C)	Massa residual (%)
PA1	184	432	525	1,29
PA2	181	450	532	8,31
PA3	177	454	533	3,3

Fonte: Autor

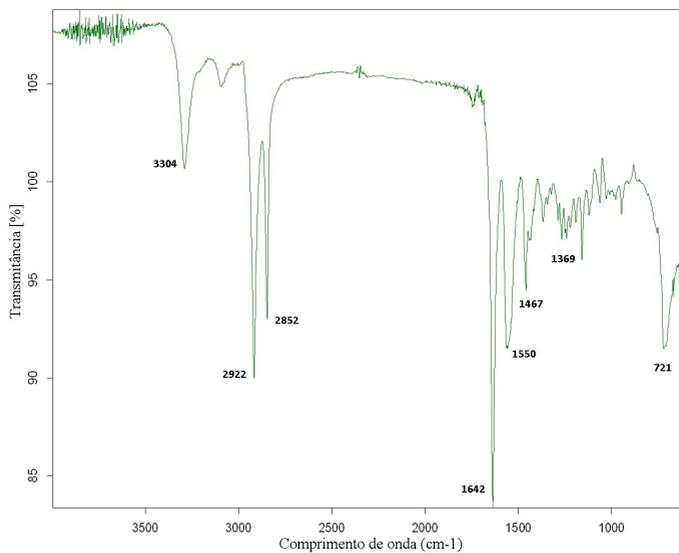
A temperatura de fusão neste ensaio foi de 184 °C para a PA1, de 181°C para a PA2 e de 177 °C para a PA3.

Neste estudo ficou evidenciado que para a PA1, a temperatura de degradação ocorre entre 432 e 525 °C, para a PA2 entre 450 e 532 °C e para a PA3, entre 454 e 533 °C, e as massas residuais após a degradação são de 1,29%, 8,31% e 3,3% respectivamente.

No que diz respeito aos resultados de massa residual, a amostra do material PA2 chamou especial atenção por apresentar massa residual de 8,31% ao a final do ensaio, o que segundo a ficha do produto foi devido a presença de dióxido de titânio (TiO₂) adicionado a esta formulação.

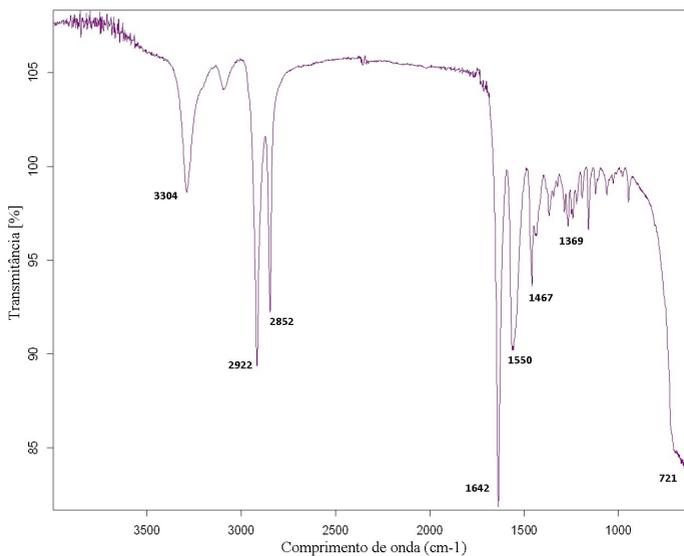
O ensaio de infravermelho por transformada de fourier (FTIR) teve como objetivo evidenciar eventuais diferenças entre as poliamidas testadas. As curvas de infravermelho podem ser vistas nas imagens das figuras 15, 16 e 17.

Figura 15 - Curva FTIR, PA1



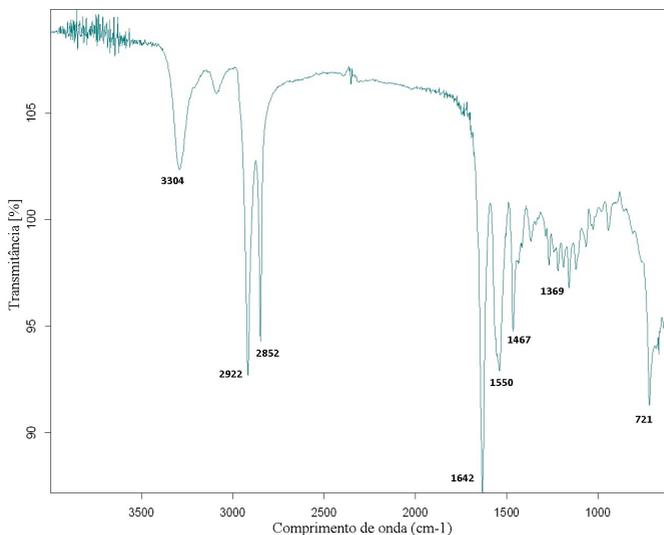
Fonte: Autor

Figura 16 - Curva FTIR, PA2



Fonte: Autor

Figura 17 - Curva FTIR, PA3



Fonte: Autor

O quadro 6 apresenta uma legenda dos números de onda referente aos respectivos picos existentes nas curvas de infravermelho, e serve de auxílio para evidenciar nas figuras 15 a 17 que as mesmas bandas de absorção estão presentes em todas as três amostras.

Merece destaque na figura 16, que a presença de TiO_2 é confirmada, uma vez que ocorre absorção nas bandas características de 455, 494 e 527 cm^{-1} respectivamente.

Quadro 6 – Legenda dos grupos característicos presentes nas poliamidas 12 avaliadas por FTIR.

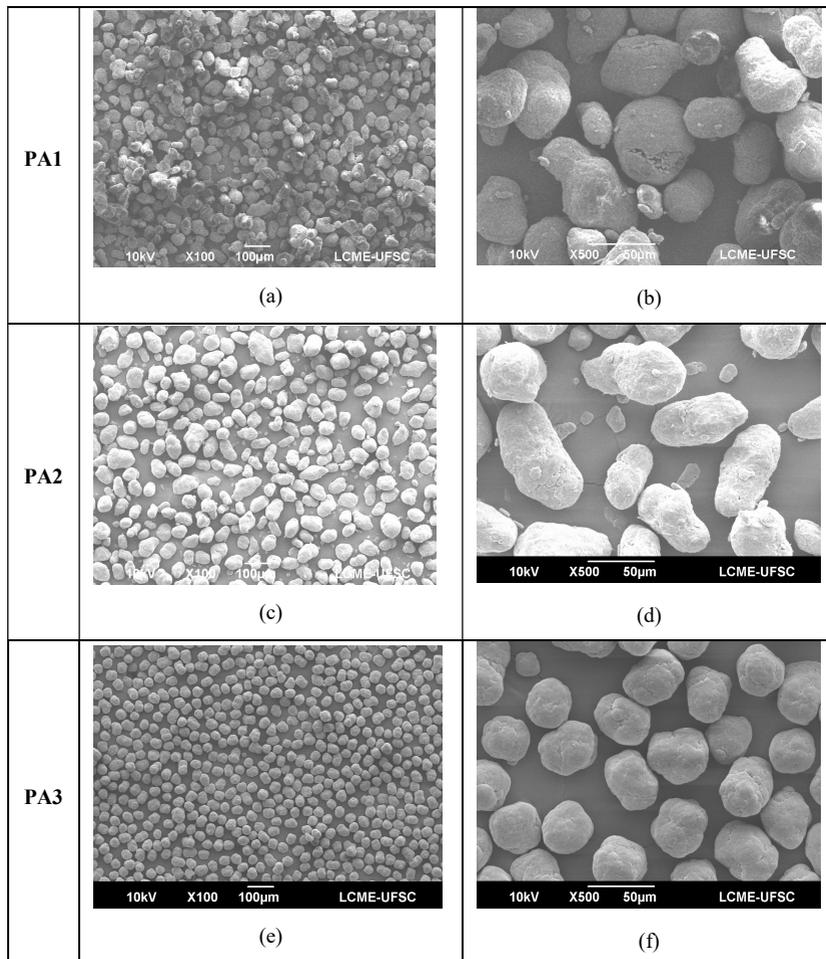
Bandas de absorção (cm^{-1})	Grupamentos
3304	-NH
2922	-CH ₂
2852	-CH ₂
1642	Amida I
1550	Amida II
1467	-CH ₂
1369	Amida III
721	-CH ₂

Fonte: Autor

4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A figura 18 mostra as imagens obtidas em MEV das três amostras investigadas. As imagens são apresentadas com aumentos de 100 e 500 vezes para cada amostra.

Figura 18 - MEV dos três tipos de PA12 investigadas.



Fonte: Autor

As imagens evidenciaram diferenças morfológicas entre os pós. Enquanto a PA1 é composta por partículas irregulares e com aparente aglutinação, as imagens da PA2 e a PA3 mostram partículas com melhor dispersão e pouco aglutinadas. As amostras de PA1 e PA2 mostram formatos semelhantes ao tipo “batata” e a PA3 com formatos arredondados e aparentemente de tamanhos proporcionalmente menores, sugerindo segundo Amado et al. (2011), que poderão acarretar em diferentes tipos de comportamento quando submetidas à sinterização seletiva a laser.

4.1.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

Os resultados da análise DSC estão mostrados na tabela 7. Com os dados da análise também foi possível calcular o grau de cristalinidade das amostras de acordo com a equação (3):

$$Xc = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^* \phi} \cdot 100 \quad (3)$$

onde ΔH_f é a entalpia de fusão da amostra, ΔH_f^* é a entalpia de fusão para a polímero perfeitamente cristalino, valor de 209,34 J/g e ϕ é a fração em massa do polímero na mistura (caso seja uma mistura) (Chatterjee, 2012).

Tabela 7 - Temperaturas de fusão, cristalização, entalpia e grau de cristalinidade para as três amostras de PA12.

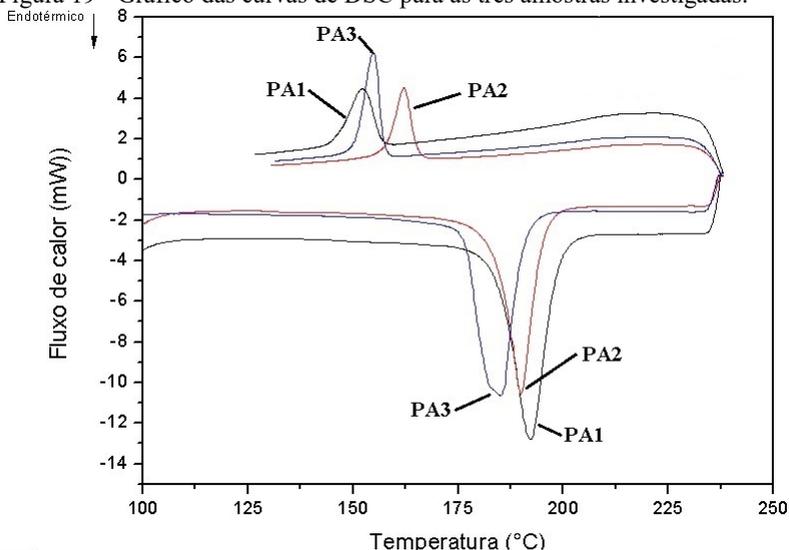
Material	Temp. de pico de fusão (°C)	Temp. de pico de cristalização (°C)	Dif. T (°C)	Entalpia de fusão (J/g)	Grau de cristalinidade (%)
PA1	192	152	40	81,22	38,8
PA2	190	162	28	67,50	32,2
PA3	185	154	31	78,31	37,4

Fonte: Autor

Os dados mostraram que a PA1 apresentou temperatura de cristalização (T_c) com pico em 152 °C e temperatura de fusão (T_f) com pico

de 192 °C. A PA2 apresentou temperatura de cristalização (T_c) com pico de 162 °C e temperatura de fusão com pico em 190 °C. Já a PA3 apresentou temperatura de cristalização (T_c) de 154 °C e temperatura de fusão de 185 °C. Os resultados indicaram haver proximidade entre as propriedades térmicas das três poliamidas estudadas. As diferenças apresentadas podem ser atribuídas a própria calibração do equipamento e também ao fato de as análises terem sido realizadas somente em uma corrida sem ter eliminado a memória térmica de eventuais processamentos anteriores das poliamidas. O gráfico da curva DSC é mostrado na figura 19.

Figura 19 - Gráfico das curvas de DSC para as três amostras investigadas.



Fonte: Autor

Foi verificado que ao comparar com o ensaio de TGA, houve diferenças de resultado para a temperatura de fusão das PA em que os resultados diferem em ordens que se aproximam de 10 °C, no entanto, as ordens permanecem inalteradas.

Se consideradas somente as temperaturas de pico, todas as três amostras investigadas apresentam intervalos definidos ou “janela de sinterização” com diferenças entre a temperatura de fusão e a temperatura de cristalização de 40 °C, 28 °C e 31 °C respectivamente.

De acordo com os estudos de Schmid et al. (2014), a partir do ensaio de DSC também foram extraídos os valores da temperatura de fusão

inicial e temperatura de fusão final, assim como a temperatura de cristalização inicial e a temperatura de cristalização final cujos valores estão mostrados nas tabelas 8 e 9 respectivamente.

Foram verificadas diferenças com relação aos intervalos de temperatura de fusão e cristalização para todas as poliamidas investigadas, com especial destaque para a PA3, que apresentou o maior intervalo de temperaturas de fusão e o menor intervalo de temperatura de cristalização.

Tabela 8 - Temperaturas de fusão inicial e final para as três amostras

Material	T_f inicial (°C)	T_f final (°C)	Diferença (°C)
PA1	183	198	15
PA2	182	199	17
PA3	174	196	22

Fonte: Autor

Tabela 9 - Temperaturas de cristalização inicial e final para as três amostras

Material	T_c inicial (°C)	T_c final (°C)	Diferença (°C)
PA1	156	145	11
PA2	165	157	8
PA3	157	150	7

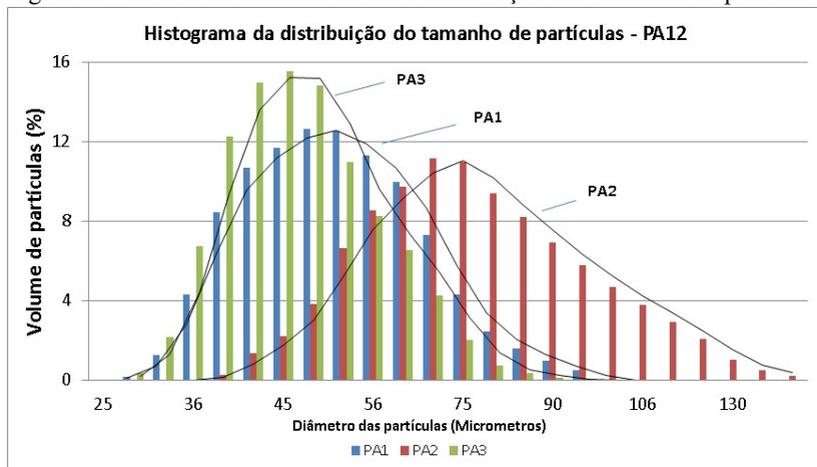
Fonte: Autor

Outra questão importante a ser mencionada diz respeito a janela de sinterização, mencionada no item 2.6.1. Ao analisar as tabelas 8 e 9 observa-se que a PA1 é a que apresenta a maior janela de sinterização com um intervalo de temperaturas da ordem de 27 °C, enquanto a PA2 e a PA3 um intervalo de 17 °C. Estes valores estão de acordo com os valores típicos apresentados em pesquisas realizadas com a PA12, variando entre 15 °C e 30 °C (LIPPITS et al., 2006).

4.1.4 Análise de distribuição e tamanho médio de partículas

Na figura 20 são apresentados os histogramas das curvas do ensaio de distribuição e tamanho médio de partículas. Os valores dos tamanhos encontrados são apresentados na tabela 10.

Figura 20 - Gráfico do tamanho médio e distribuição dos tamanhos de partícula.



Fonte: Autor

Os resultados mostraram que a PA1 possui tamanho médio de partícula de 46,45 µm, com o valor de D10 sendo 32,48 µm, D50 de 44,70 µm e D90 de 62,78 µm, a PA2, tamanho médio de 66,72 µm, com o valor de D10 sendo 45,68 µm, D50 de 63,77 µm e D90 de 92,13 µm, e a PA3 tem tamanho médio de partícula de 42,01 µm, com o valor de D10 sendo 30,56 µm, D50 de 40,44 µm e D90 de 55,44 µm, estes valores corroboram com Amado et al. (2011) o qual evidencia diferentes métodos de fabricação para obtenção de polímeros em pó para diversos tipos de processamento.

Foi verificado que a PA3 tem o menor tamanho médio de partículas entre as amostras e a menor faixa de distribuição de partículas, enquanto que a PA2, possui o maior tamanho médio e a maior faixa de distribuição. Embora a PA1 tenha o tamanho médio de partícula próximo do valor da PA3 (46 e 42 µm), esta apresentou faixa mais ampliada de distribuição de tamanho de partículas.

Tabela 10 - Dados dos tamanhos de partícula

Material	Dmédio	D10	D50	D90
PA1	46,45 μm	32,48 μm	44,70 μm	62,78 μm
PA2	66,72 μm	45,68 μm	63,77 μm	92,13 μm
PA3	42,01 μm	30,56 μm	40,44 μm	55,44 μm

Fonte: Autor

4.1.5 Escoabilidade

A tabela 11 mostra os índices de *Carr* obtidos. Seguindo a regra do ensaio de que o menor valor apresenta melhor escoabilidade, a PA2 apresentou o menor índice, seguida da PA1 e com a pior escoabilidade a PA3.

Este resultado difere das informações apresentadas por Van den Eynde et al. (2015), o qual apresenta que morfologias de partícula arredondadas e com tamanhos menores apresentam melhor escoabilidade e corrobora com Beretta et al. (2014), o qual apresenta que a combinação entre distribuição de tamanhos de partícula e a morfologia individual é a melhor aproximação para avaliação da escoabilidade.

Tabela 11 – Resultado para os índices de Carr para escoabilidade dos pós de PA12.

Material	Índice de Carr
PA1	1,63
PA2	1,47
PA3	1,71

Fonte: Autor

4.2 Etapa 2: Determinação dos parâmetros de fabricação

Com base nos critérios apresentados no capítulo anterior, a tabela 12 mostra os resultados obtidos para cada combinação dos parâmetros de fabricação e suas densidades de energia correspondentes.

Tabela 12 - Resultados qualitativos das combinações propostas no item 3.2.2

Potência do laser (W)	Velocidade de Varredura (mm/s)	Código	Densidade de energia (J/mm ²)	Resultado
30	750	P30V750	0,08	Aprovada
30	1000	P30V1000	0,06	Aprovada
30	1300	P30V1300	0,05	Reprovada
30	1600	P30V1600	0,04	Reprovada
40	750	P40V750	0,11	Reprovada
40	1000	P40V1000	0,08	Aprovada
40	1300	P40V1300	0,06	Aprovada
40	1600	P40V1600	0,05	Reprovada
50	750	P50V750	0,13	Reprovada
50	1000	P50V1000	0,10	Reprovada
50	1300	P50V1300	0,08	Aprovada
50	1600	P50V1600	0,06	Aprovada

Fonte: Autor

Ao analisar as peças fabricadas, foram evidenciados três comportamentos distintos, mostrados na figura 21. As densidades de energia resultantes com valor abaixo de 0,06 J/mm² resultaram em peças frágeis e quebradiças, portanto foram reprovadas, as peças resultantes das densidades de energia entre 0,06 e 0,08 J/mm² foram aprovadas sob o ponto de vista qualitativo por apresentarem boa rigidez e adequado manuseio, e as peças resultantes de densidades de energia acima de 0,08 J/mm² também foram reprovadas por apresentarem elevada contração, inviabilizando que o processo de fabricação fosse realizado até sua conclusão.

Mediante esta avaliação crítica de manuseio e visualização dos corpos de prova foi possível identificar que os valores mais indicados da resultante de densidade de energia foram os valores de 0,06 e 0,08 J/mm².

Figura 21 - Aspectos qualitativos das peças da etapa 2.



Fonte: Autor

Embora duas densidades de energia foram consideradas viáveis para o intervalo de processamento, devido a quantidade de material disponível para a pesquisa e corroborando com Franco et al. (2008), o qual afirma que as melhores resistências mecânicas e densificações são obtidas com densidade de energia de até $0,08 \text{ J/mm}^2$, este valor foi escolhido para a realização do estudo na etapa 3 a seguir.

Para a densidade de energia de $0,08 \text{ J/mm}^2$, as três combinações que resultaram em corpos de prova rígidos e de adequado manuseio foram os corpos de prova resultantes dos parâmetros que são mostrados na tabela 13, os mesmos estão mostrados junto de seus respectivos códigos os quais serão abordados no item 4.3.

Tabela 13 - Parâmetros experimentais selecionados para realização da etapa 3.

Potência do laser (W)	Velocidade de Varredura (mm/s)	Código	Densidade de energia (J/mm^2)
30	750	P30V750	0,08
40	1000	P40V1000	
50	1300	P50V1300	

Fonte: Autor

Ao final desta etapa foi realizado uma avaliação microestrutural comparativa entre peças fabricadas com as densidades de energia de 0,06 e 0,08 J/mm² com o objetivo de comparar o grau de densificação entre as duas densidades de energia possíveis.

4.3 Etapa 3: Fabricação dos corpos de prova

4.3.1 Influência da densidade de energia nas propriedades mecânicas

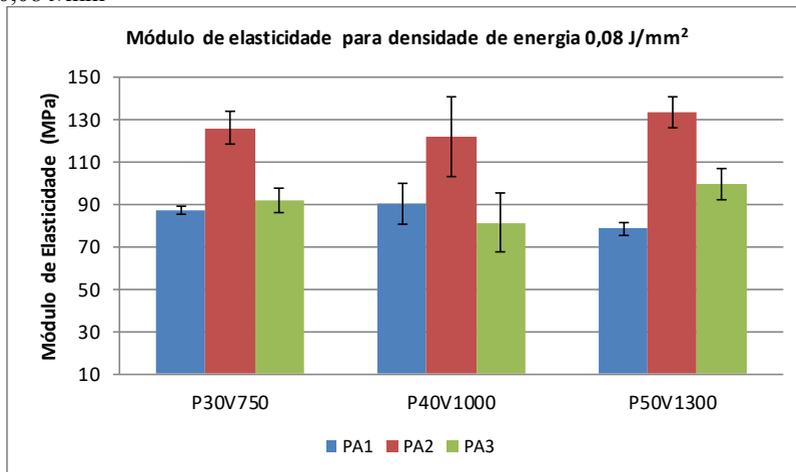
As propriedades mecânicas foram obtidas através de ensaio mecânico de tração. A tabela 14 apresenta os resultados dos valores médios e seus respectivos desvios padrão para cada combinação avaliada do módulo de elasticidade extraído do ensaio, onde ME é o módulo de elasticidade e DP é o desvio padrão, enquanto que a figura 22 apresenta o gráfico comparativo dos dados.

Tabela 14 - Resultados e desvio padrão do módulo de elasticidade dos parâmetros testados

	PA1		PA2		PA3	
Código	ME (MPa)	DP	ME (MPa)	DP	ME (MPa)	DP
P30V750	87	1,7	125,8	7,8	91,7	5,7
P40V1000	90,1	9,6	121,5	19,0	81	13,6
P50V1300	78,3	3,0	133	7,2	99,5	7,3

Fonte: Autor

Figura 22 - Resultados do módulo de elasticidade para densidade de energia 0,08 J/mm²



Fonte: Autor

Os resultados do módulo de elasticidade mostraram que quando comparados as três diferentes poliamidas investigadas, a poliamida PA2 apresentou valores superiores para módulo de elasticidade em todas as três combinações propostas. Para a PA1 e PA3, foi observado que os valores de módulo de elasticidade apresentados tem pequena diferença, e seus desvios padrão tornam suas médias equivalentes, exceto em P50V1300, no qual a PA3 superou o valor da PA1.

Do ponto de vista de comparação de parâmetros diferentes para o mesmo material, a PA1 não apresentou diferenças significativas para as combinações P30V750 e P40V1000, e apresentou decréscimo do módulo na combinação P50V1300. A PA2 não apresentou diferenças significativas nos resultados de módulo de elasticidade para as três combinações testadas e a PA3 apresentou um acréscimo no módulo de elasticidade quando testada sob a combinação P50V1300.

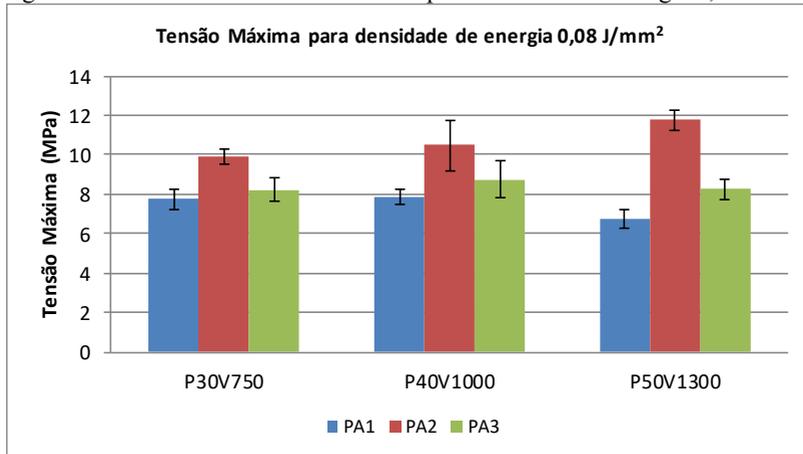
A partir do ensaio mecânico de tração outro resultado extraído foi o da tensão máxima. A tabela 15 apresenta os resultados dos valores médios e seus respectivos desvios padrão onde TM é a tensão máxima e DP é o desvio padrão, enquanto que a figura 23 apresenta o gráfico comparativo dos dados.

Tabela 15 - Resultados e desvio padrão da tensão máxima dos parâmetros testados

	PA1		PA2		PA3	
Código	TM (MPa)	DP	TM (MPa)	DP	TM (MPa)	DP
P30V750	7,8	0,5	9,9	0,3	8,3	0,5
P40V1000	7,9	0,3	10,5	1,2	8,8	0,9
P50V1300	6,8	0,5	11,8	0,5	8,3	0,5

Fonte: Autor

Figura 23 - Resultados da tensão máxima para densidade de energia 0,08 J/mm²



Fonte: Autor

Na análise de tensão máxima e acompanhando os resultados do módulo de elasticidade, a PA2 apresentou valores superiores para as tensões máximas em todas as três combinações testadas. Para as PA1 e PA3, os resultados mostraram semelhança para as combinações P30V750 e P40V1000 e um acréscimo foi observado da PA3 sobre a PA1 na combinação P50V1300.

Na PA2 foi observado um crescimento da tensão máxima ao passo que a potência e a velocidade foram aumentadas, o que ocorreu de forma inversa com a PA1 e para a PA3 não foi possível identificar mudanças significativas. Tanto para a tensão máxima quanto o módulo de elasticidade pôde ser observado que os valores resultantes do ensaio foram inferiores aos valores especificados de propriedades mecânicas da PA12 na tabela 2, do capítulo 2. Estes valores reduzidos podem ser atri-

buidos a baixa temperatura de exposição do pó na câmara de fabricação, limitada pelo equipamento em torno de 130 °C, bem como ao sistema de espalhamento existente no equipamento. Este, composto por um raspador de borracha, não permitiu uma melhor compactação do pó durante a etapa de sua distribuição no leito de pó.

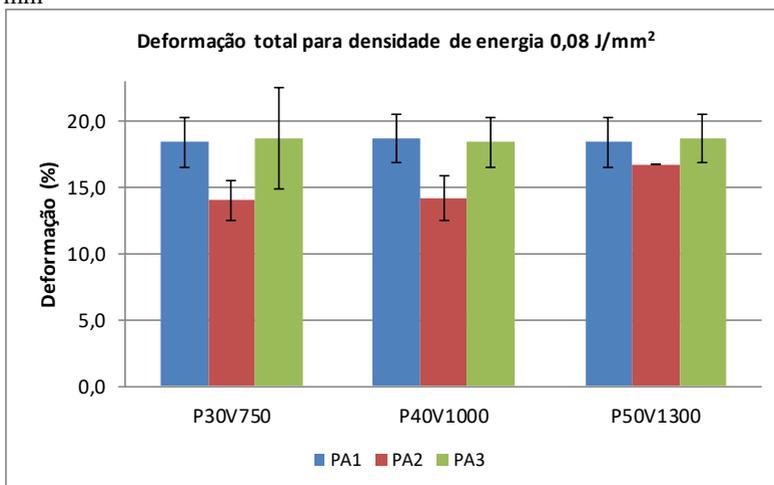
Por fim, a última propriedade extraída do ensaio de tração foi a deformação total. A tabela 16 apresenta os resultados dos valores médios e seus respectivos desvios padrão onde DT é a deformação total e DP é o desvio padrão, enquanto que a figura 24 apresenta o gráfico comparativo dos dados.

Tabela 16 - Resultados e desvio padrão da deformação total dos parâmetros testados

	PA1		PA2		PA3	
Código	DT (%)	DP	DT (%)	DP	DT (%)	DP
P30V750	18,3	1,9	14,0	1,4	18,7	3,8
P40V1000	18,7	1,8	14,2	1,6	18,3	1,9
P50V1300	18,3	1,9	16,7	0,0	18,7	1,8

Fonte: Autor

Figura 24 - Resultados da deformação total para densidade de energia 0,08 J/mm²



Fonte: Autor

Na avaliação da deformação total, inversamente aos resultados do módulo de elasticidade e tensão máxima, a PA2 foi a que apresentou os menores valores de deformação total.

Por outro lado, a PA1 e a PA3 apresentaram os maiores valores de deformação total sem evidenciar diferenças significativas entre seus resultados.

4.3.2 Influência da densidade de energia na densidade aparente

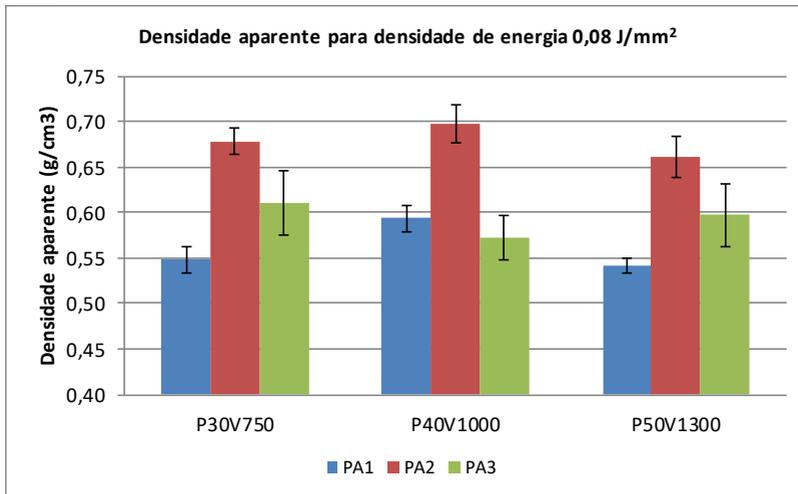
A tabela 17 apresenta os resultados dos valores médios e seus respectivos desvios padrão para cada combinação avaliada, onde DA é a densidade aparente e DP é o desvio padrão, enquanto que a figura 25 apresenta o gráfico comparativo dos dados.

Tabela 17 - Resultados e desvio padrão da densidade aparente dos parâmetros testados

Código	PA1		PA2		PA3	
	DA (g/cm ³)	DP	DA (g/cm ³)	DP	DA (g/cm ³)	DP
P30V750	0,55	0,04	0,68	0,01	0,61	0,03
P40V1000	0,59	0,01	0,70	0,02	0,57	0,02
P50V1300	0,54	0,01	0,66	0,02	0,60	0,03

Fonte: Autor

Figura 25 - Resultados da densidade aparente para densidade de energia 0,08 J/mm²



Fonte: Autor

Os resultados mostraram que a PA2 foi a que apresentou os maiores valores de densidade aparente quando comparada as PA1 e PA3, alcançando o valor máximo médio de 0,7 g/cm³ na combinação P40V1000. A PA3 apresentou valores de densidade superiores a PA1 nas combinações P30V750 e P50V1300.

Já na comparação de parâmetros diferentes para o mesmo material, a PA1 apresentou comportamento de densidade aparente crescente para P40V1000 e decresceu em P50V1300. Já a PA3 embora tenha apresentado valor superior em P30V750, seus desvios padrão não podem confirmar que este valor é significativo perante as outras combinações. Uma vez que a densidade a verde dos pós em etapa anterior a sinterização é de 0,45 g/cm³, pode-se inferir que as peças apresentam um comportamento poroso, o qual será confirmado no item 4.3.3.

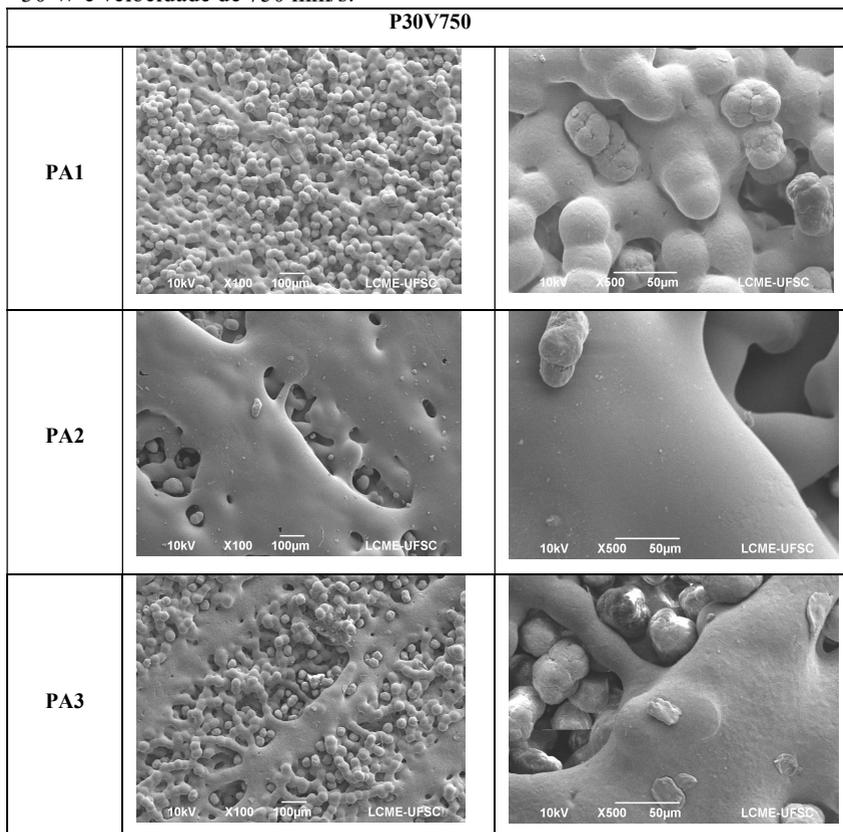
4.3.3 Análise microestrutural

A verificação de características morfológicas da região superficial das amostras foi realizada em virtude da possibilidade de comparação entre amostras fabricadas com parâmetros diferentes em termos de potência do laser, velocidade de varredura e material, mas que permeiam os mesmos valores de densidade de energia. Porosidade e grau de sinte-

rização são avaliações relevantes na caracterização das amostras e determinação da contribuição de cada parâmetro em questão. A correlação das imagens e ensaios mecânicos pode justificar os comportamentos observados.

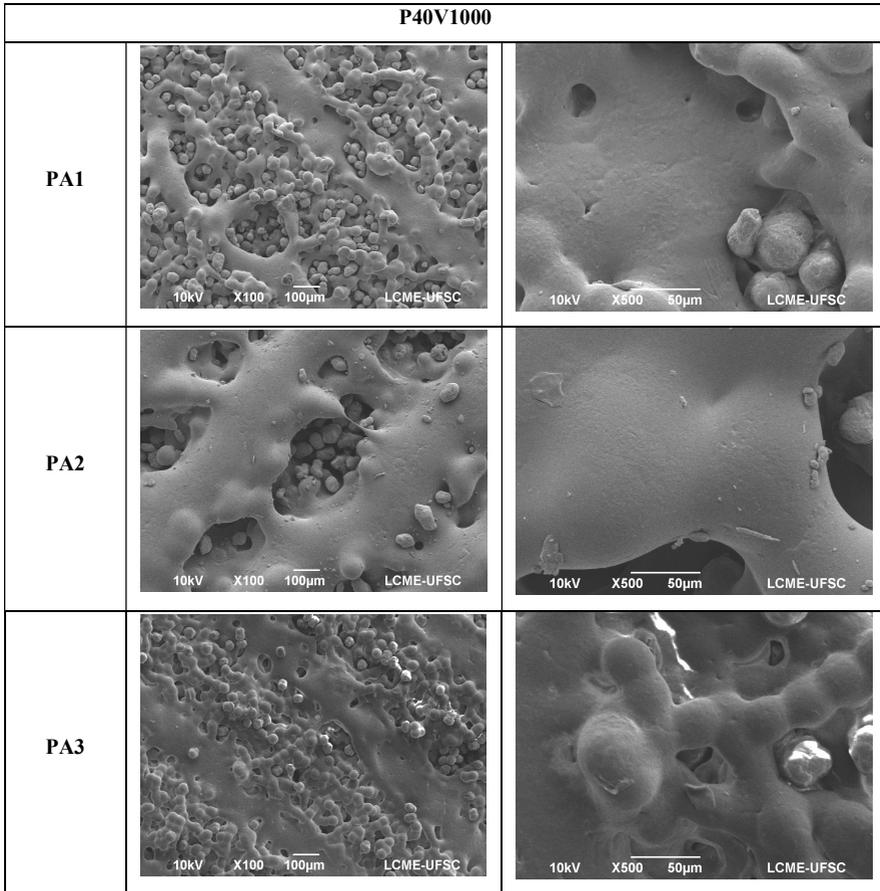
As figuras 26, 27 e 28 apresentam as micrografias de superfície das amostras de poliamida estudadas. Aumentos de 100 e 500 vezes foram utilizados visando melhor visualização das regiões da amostra.

Figura 26 – MEV dos corpos de prova fabricados com os parâmetros potência 30 W e velocidade de 750 mm/s.



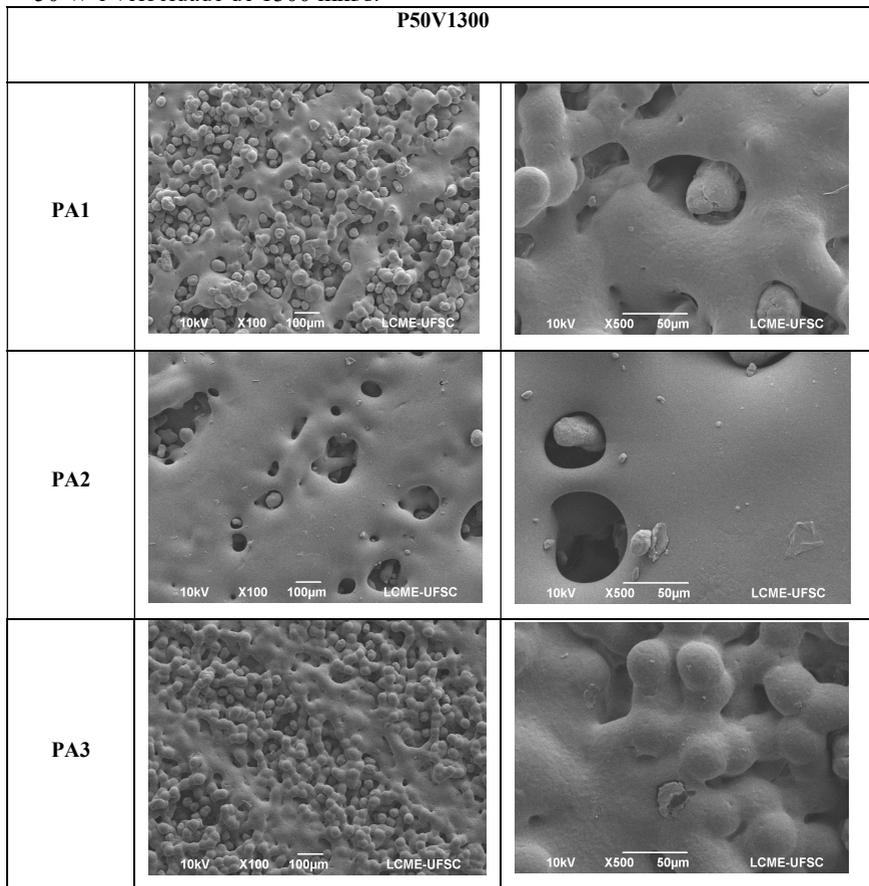
Fonte: Autor

Figura 27 - MEV dos corpos de prova fabricados com os parâmetros potência 40 W e velocidade de 1000 mm/s.



Fonte: Autor

Figura 28 - MEV dos corpos de prova fabricados com os parâmetros potência 50 W e velocidade de 1300 mm/s.



Fonte: Autor

A partir dos resultados das imagens MEV foi verificado que para os três tipos de PA12 investigados, o grau de coalescência das partículas e respectiva densificação foi pequeno. Diferenças ocorreram com relação a PA2, que com os mesmos parâmetros de equipamento utilizados apresentou maior grau de coalescência de suas partículas, o que é justificado pelo fato de ter apresentado os maiores valores de módulo de elasticidade, tensão máxima e densidade aparente, e os menores valores de deformação total.

Além das justificativas apresentadas no item 3.2.1, em relação aos baixos valores obtidos para as propriedades mecânicas, uma justifi-

cativa adicional para a elevada porosidade observada se deve ao fato de que o parâmetro espaçamento entre linhas empregado nos testes é superior ao valor do diâmetro focal do equipamento, apresentado na tabela 3.

Outro resultado evidenciado pela análise microestrutural é que embora, todas as amostras tenham sido fabricadas sob as mesmas condições no que tange a densidade de energia, a mudança dos parâmetros velocidade de varredura e potência do laser, promoveu diferenças morfológicas nas superfícies das peças. Isto pode ser evidenciado pela imagem da amostra da PA1 quando fabricada sob os parâmetros P30V750, onde aparentemente não é possível identificar ou visualizar as linhas de fusão promovidas pela trajetória do feixe de laser. Diferente do que ocorre quando o mesmo material é fabricado por P40V1000 e P50V1300, evidenciando as linhas de fusão. Situações semelhantes ocorrem também para a PA2 e a PA3, porém em menor proporção.

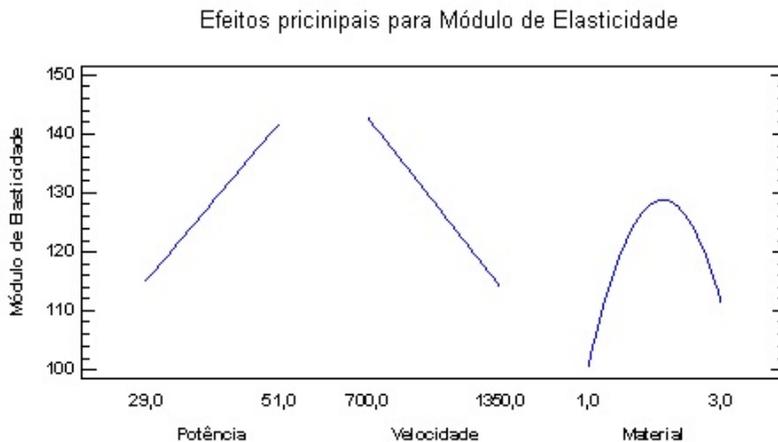
Outro resultado importante no que diz respeito a PA2 é que quando submetida aos parâmetros P50V1300 ela apresentou maior grau de densificação em relação as outras combinações de parâmetros.

4.4 Projeto estatístico – Análise de Variância (ANOVA)

4.4.1 Influência da potência do laser, velocidade de varredura e tipo de material sobre as propriedades das peças fabricadas por SLS

Visando melhor evidenciar a influência das variáveis de processo, foi realizada a análise de variância (ANOVA), os valores obtidos desta análise e sua organização em forma de tabelas estão apresentados no apêndice A. A figura 29 mostra como se comportou o módulo de elasticidade através de um gráfico de efeitos principais. O gráfico mostra que o módulo de elasticidade aumenta a medida que a potência é aumentada e o mesmo decresce a medida que a velocidade aumenta. No que diz respeito ao tipo de material utilizado, o módulo de elasticidade apresenta aumento com a utilização da PA2 e menores valores de módulo para a PA3 e a PA1.

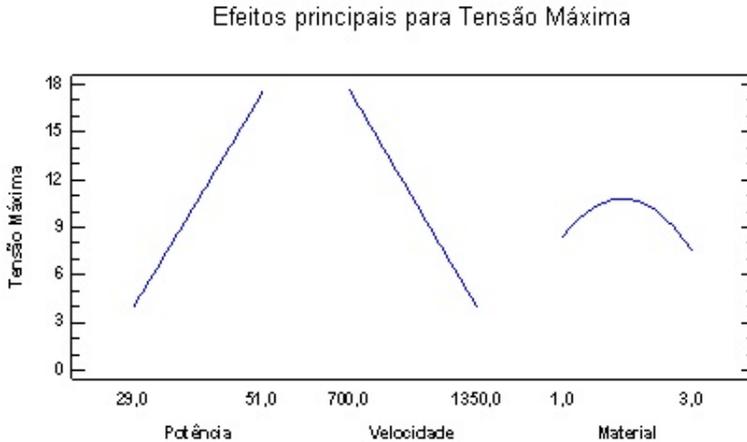
Figura 29 - Gráfico dos efeitos principais para módulo de elasticidade.



Fonte: Autor

A figura 30 apresenta o comportamento da tensão máxima, o gráfico mostra que a mesma demonstra comportamento análogo ao do módulo de elasticidade, ou seja, aumenta a medida que a potência é aumentada e decresce a medida que a velocidade aumenta. No que diz respeito ao tipo de material utilizado, o módulo de elasticidade apresenta aumento com a utilização da PA2 e menores valores, porém equivalentes de tensão para a PA3 e a PA1.

Figura 30: Gráfico dos efeitos principais para tensão máxima



Fonte: Autor

A figura 31 mostra como o comportamento da deformação total, a mesma aumenta a medida que a potência é aumentada e decresce a medida que a velocidade aumenta. No que diz respeito ao tipo de material utilizado, o módulo de elasticidade apresenta aumento com a utilização da PA2 e menores valores, porém equivalentes de tensão para a PA3 e a PA1.

É possível verificar uma inversão do tipo de material quando avaliada a densidade aparente, situação em que a PA1 e a PA3 mostram maiores valores de deformação. Já para os parâmetros potência e velocidade o comportamento da deformação seguem o mesmo perfil que o módulo de elasticidade e a tensão máxima.

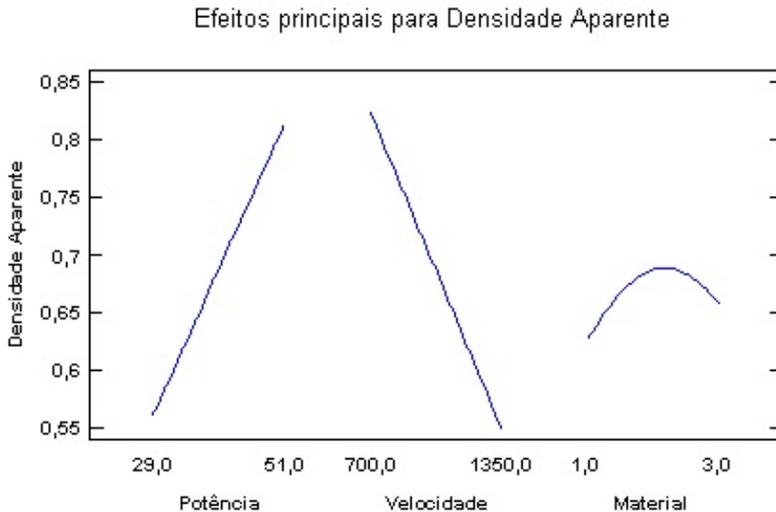
Figura 31 - Gráfico dos efeitos principais para deformação total



Fonte: Autor

Por fim, a figura 32 mostra o comportamento da propriedade densidade aparente, o gráfico mostra que a mesma aumenta à medida que a potência é aumentada e decresce à medida que a velocidade aumenta. No que diz respeito ao tipo de material utilizado, a densidade apresenta aumento com a utilização da PA2 e menores valores para a PA3 e a PA1.

Figura 32 - Gráfico dos efeitos principais para densidade aparente



Fonte: Autor

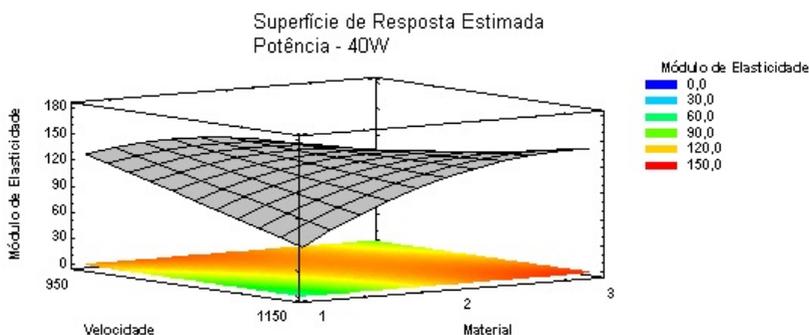
4.4.2 Análise das superfícies de resposta sobre as propriedades das peças

A Figura 33 e a Figura 34 apresentam as superfícies de resposta estimadas para o módulo de elasticidade dos diferentes tipos de PA12 empregadas. Foram selecionadas a potência do laser e a velocidade de varredura como eixos visíveis nos gráficos.

São apresentados os gráficos obtidos com a potência do laser constante de 40 W e velocidade de varredura constante de 1300 mm/s nas respectivas figuras. As superfícies de resposta intermediárias foram suprimidas por apresentarem perfis muito próximos entre si, além de não possuírem outras variações significativas em relação às curvas expostas.

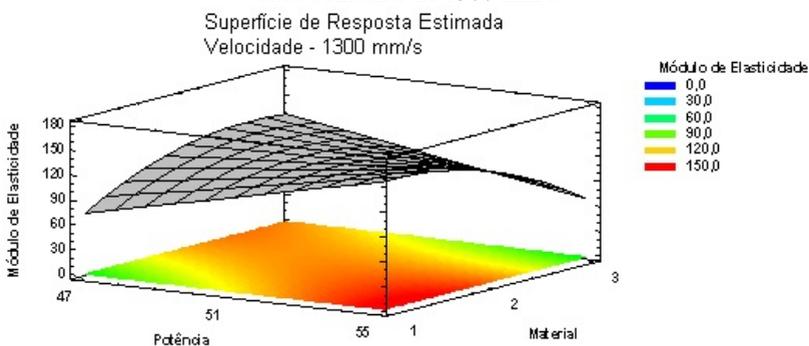
A metodologia de seleção dos eixos visualizados nos gráficos foi ajustada para cada análise de propriedade, com o intuito de análise mais aprimorada dos fatores que causam mais impacto nas propriedades.

Figura 33 - Superfície de resposta estimada para módulo de elasticidade, potência constante de 40 W.



Fonte: Autor

Figura 34 - Superfície de resposta estimada para módulo de elasticidade, velocidade constante de 1300 mm/s.



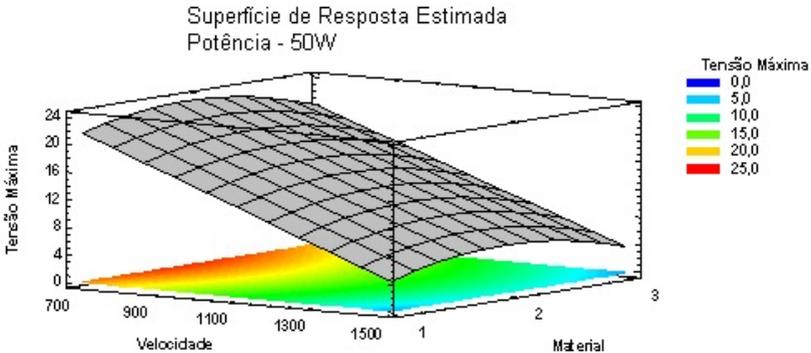
Fonte: Autor

Pela análise dos gráficos de superfície de resposta, foi observado que não há em todos os pontos experimentais, uma superioridade constante de material. Em alguns pontos a PA1 é equivalente a PA2 e em outros casos a PA3. Foi evidenciado também um padrão de comportamento do módulo invertido no que diz respeito ao material, enquanto que a PA1 aumenta o valor do módulo com o aumento da potência, a PA3 reduziu o valor com o aumento da potência.

A figura 35 e a figura 36 apresentam as superfícies de resposta estimadas para a tensão máxima para os diferentes tipos de PA12 empregadas.

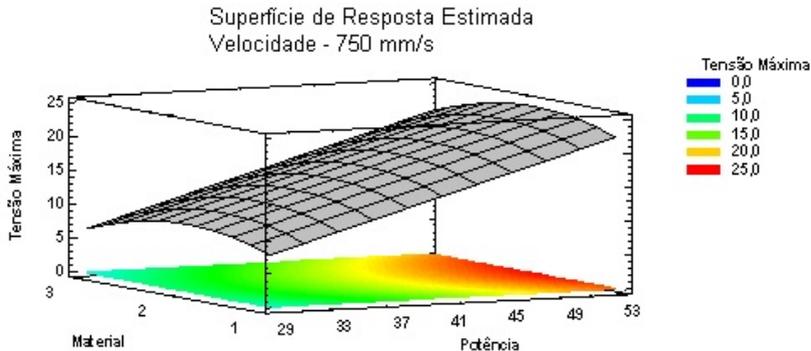
São apresentados os gráficos obtidos com a potência constante de 50 W e velocidade constante de 750 mm/s nas respectivas figuras.

Figura 35 - Superfície de resposta estimada para a tensão máxima, potência constante de 50 W.



Fonte: Autor

Figura 36 - Superfície de resposta estimada para a tensão máxima, velocidade constante de 750 mm/s.



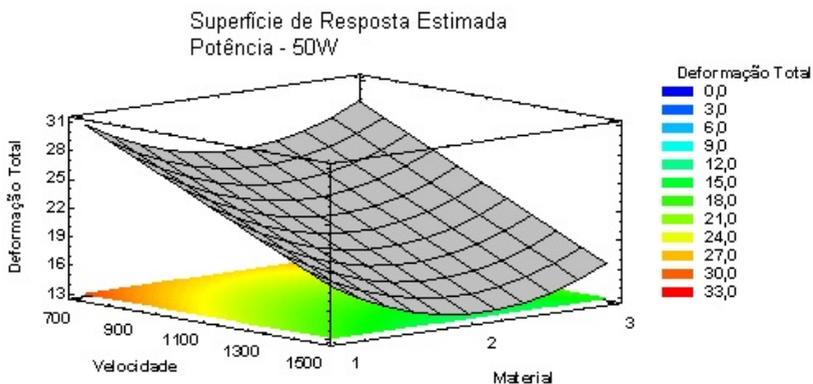
Fonte: Autor

No caso da tensão máxima, a PA2 apresentou valores ligeiramente maiores em relação as outras duas PA investigadas, independentemente do valor de potência ou velocidade empregados. Também apre-

sentou um padrão de comportamento que mostra um aumento a medida que a velocidade de varredura foi diminuída e também um aumento a medida que se aumenta a potência do laser, revelado para os três tipos de PA12 investigados.

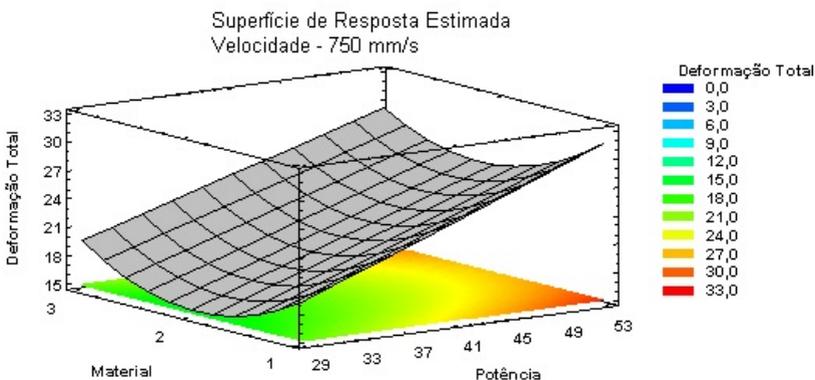
A figura 37 e a figura 38 apresentam as superfícies de resposta para a deformação total para os diferentes tipos de PA12 empregadas.

Figura 37 - Superfície de resposta estimada para a deformação total, potência constante de 50 W.



Fonte: Autor

Figura 38 – Superfície de resposta estimada para a deformação total, velocidade constante de 750 mm/s.



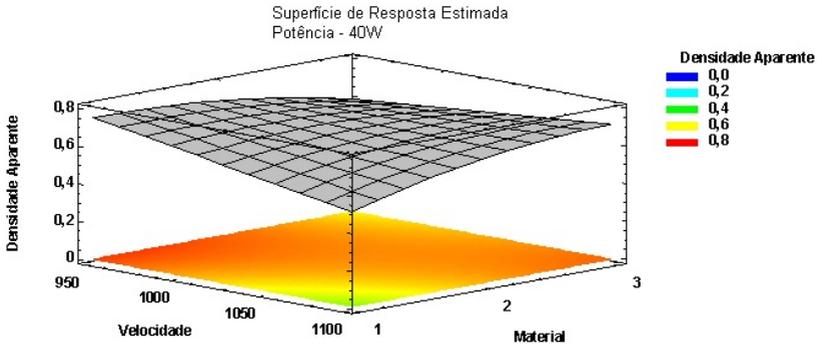
Fonte: Autor

Nesta propriedade, foi verificado que a PA1 e a PA3 apresentam valores maiores que a PA2 independentemente do valor de potência ou velocidade empregado. Também mostrou um padrão de comportamento que evidencia um aumento a medida que a velocidade de varredura é diminuída, e também um aumento a medida que a potência do laser é aumentada, revelado para os 3 tipos de PA12.

A figura 39 e a figura 40 apresentam as superfícies de resposta para a densidade aparente para os diferentes tipos de PA12 empregadas.

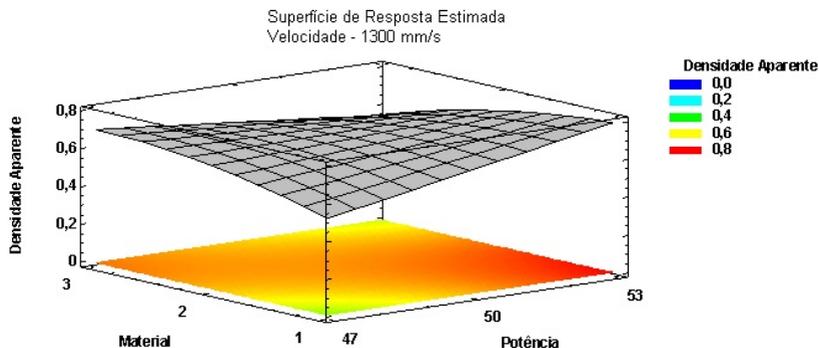
São apresentados os gráficos obtidos com a potência constante de 40 W e velocidade constante de 1300 mm/s nas respectivas figuras, ou seja, apenas os extremos das avaliações. As superfícies de resposta intermediárias foram suprimidas por apresentarem perfis muito próximos entre si, além de não possuírem outras variações significativas em relação às curvas expostas.

Figura 39 - Superfície de resposta estimada para a densidade aparente, potência constante de 40 W.



Fonte: Autor

Figura 40 - Superfície de resposta estimada para a densidade aparente, velocidade constante de 1300 mm/s.



Fonte: Autor

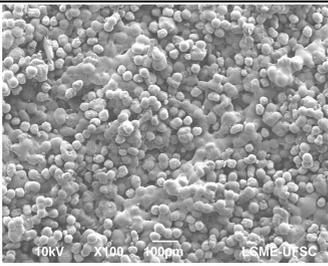
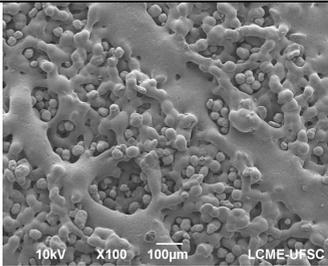
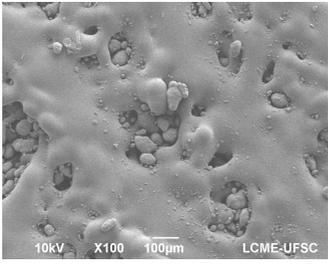
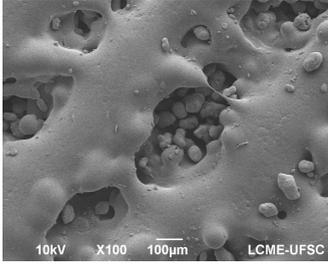
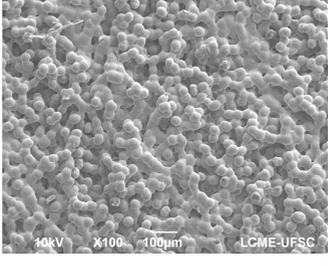
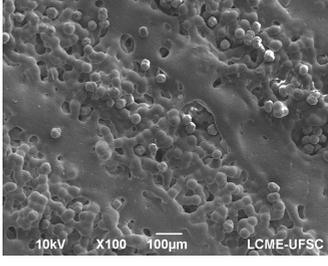
4.5 Análise comparativa entre densidades de energia

Com a finalidade de evidenciar as diferenças microestruturais entre diferentes densidades de energia aplicadas aos materiais, foi realizada uma análise em MEV mostrando as superfícies com densidades de energia de 0,06 e 0,08 J/mm².

As figuras 41 e 42 mostram os três tipos de PA12 investigados, quando comparadas as densidades de energia diferentes. No caso da figura 41 é apresentada a densidade de energia com valores diferenciados provenientes da mudança de potência e mantendo a velocidade constante. Na figura 42 é apresentada a densidade de energia com valores diferenciados provenientes da variação de velocidade e mantendo a potência constante.

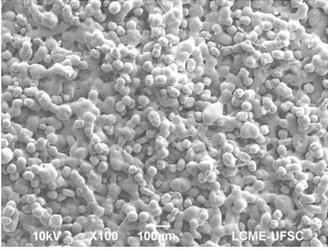
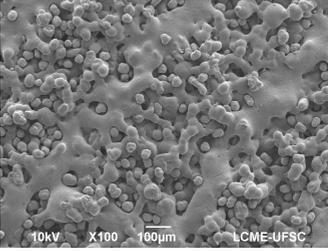
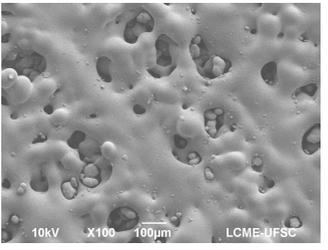
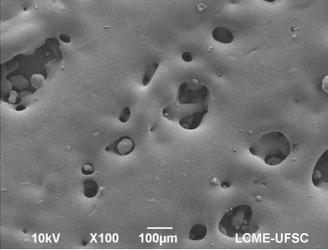
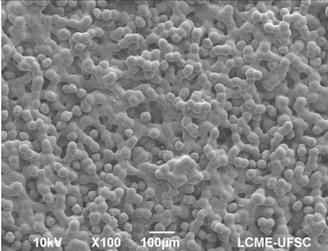
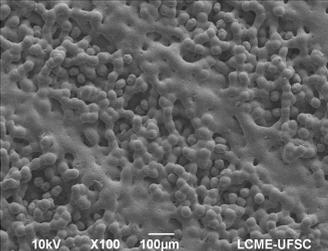
Na avaliação da figura 41, pode-se verificar que o aumento da potência aumenta o grau de coalescência das partículas, aumentando as regiões fundidas dos três materiais. E o mesmo pode ser evidenciado na figura 42, situação em que a redução da velocidade apresenta mais regiões fundidas no polímero.

Figura 41 - MEV das três PA12 investigadas, a esquerda densidade de energia de $0,06 \text{ J/mm}^2$, e a direita $0,08 \text{ J/mm}^2$.

	Código (Densidade de energia)	
Material	P30V1000 ($0,06 \text{ J/mm}^2$)	P40V1000 ($0,08 \text{ J/mm}^2$)
PA1	 10kV X100 100µm LCME-UFSC	 10kV X100 100µm LCME-UFSC
PA2	 10kV X100 100µm LCME-UFSC	 10kV X100 100µm LCME-UFSC
PA3	 10kV X100 100µm LCME-UFSC	 10kV X100 100µm LCME-UFSC

Fonte: Autor

Figura 42 - MEV das três PA12 investigadas, a esquerda densidade de energia de $0,06 \text{ J/mm}^2$, e a direita $0,08 \text{ J/mm}^2$.

	Código (Densidade de Energia)	
Material	P50V1600 ($0,06 \text{ J/mm}^2$)	P50V1300 ($0,08 \text{ J/mm}^2$)
PA1		
PA2		
PA3		

Fonte: Autor

5 CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 Conclusão

Este trabalho realizou o estudo da influência da densidade de energia sobre as propriedades de peças fabricadas em diferentes PA12 por sinterização seletiva a laser, assim como a influência de alguns dos parâmetros de processo.

As diferentes propriedades intrínsecas e extrínsecas das diferentes PA12 apontadas por Amado et al. (2011), Schmid et al. (2014) e Verbeelen et al. (2015), foram constatadas mediante a caracterização dos materiais. As propriedades intrínsecas como as propriedades térmicas e ópticas foram confirmadas de acordo com a literatura. As propriedades extrínsecas como as propriedades de partícula também foram verificadas, porém nem todas confirmadas conforme a literatura, como a escoabilidade, que apresentou ser maior para a PA2, um material com maior distribuição de tamanhos de partícula, e com formato do tipo “batata”, ao invés do que poderia ser esperado para a PA3, que foi o material que apresentou formatos arredondados e menor distribuição de tamanho de partículas.

As temperaturas de cristalização (T_c) e temperatura de fusão (T_f) das amostras mostraram diferenças no que diz respeito aos valores obtidos no ensaio de DSC de modo que as PA12 investigadas apresentaram valores de “janela de sinterização” com diferenças de até 10 °C, contudo, não foi possível afirmar que as diferenças neste sentido afetaram significativamente o grau de sinterização das partículas.

No equipamento disponível para a pesquisa duas densidades de energia (0,06 e 0,08 J/mm²) se mostraram viáveis para obtenção de peças com qualidade, isentas de contração visível. Com a temperatura máxima de 130 °C possível para aquecimento da câmara, somente o espaçamento entre linhas de valor 0,5 mm se mostrou adequado para fabricação.

Embora os testes tenham ocorrido em temperatura inferior a T_c , e abaixo da faixa da “janela de sinterização”, como mencionado, trouxe respostas para uma nova situação, evidenciando que é viável a fabricação de peças em condições diversas do que aponta a literatura, no entanto, resultaram em peças porosas e de baixa rigidez.

As propriedades mecânicas obtidas a partir dos ensaios foram inferiores aos valores apresentados pela ficha de especificações de fornecedor de PA12 apresentada na tabela 2, sendo que o módulo de elasticidade atingiu valores da ordem de até 10%, a tensão máxima até 25%, e a

deformação total e densidade aparente de até 75% dos valores nominais das propriedades apresentadas pela ficha.

Estes valores reduzidos das propriedades foram confirmados pelas imagens obtidas em MEV, as quais mostraram baixo grau de coalescência das partículas e elevada porosidade.

Comparativamente entre os materiais investigados, a PA2 foi o material que apresentou os maiores valores em termos de módulo de elasticidade, tensão máxima, e densidade aparente, e, por outro lado os menores valores de deformação total, justificado por ter resultado em uma microestrutura mais densificada que a PA1 e a PA3. A presença de carga de 8,31% em massa mostrada pelo ensaio de TGA pode ter atuado como um agente de reforço aumentando as propriedades mecânicas resultantes das peças sinterizadas na amostra da PA2.

Diferentemente do que o demonstrado pela revisão da literatura, os maiores valores de propriedades mecânicas não foram conferidos ao material que apresentou os menores tamanhos médios de partícula e menor distribuição, mas foram apresentados pelo material que apresentou a maior distribuição de partículas e maior tamanho médio, o que acarretou em melhor compactação e redução de espaços vazios entre as partículas.

Em relação à densidade de energia investigada, não se pode afirmar que houve alterações nas propriedades mecânicas utilizando-se diferentes parâmetros em termos de potência de laser e velocidade de varredura. As propriedades foram significativamente alteradas somente quando alterado o tipo de PA12 empregada.

Foi possível confirmar que mudanças de densidade de energia aplicada no processo SLS, afetam o grau de densificação das partículas, o que pode ser visto nas imagens em MEV apresentadas no item 4.5.

As metodologias estatísticas que abordam avaliação de múltiplos fatores como a análise de variância (ANOVA), se mostram úteis quando um grande número de testes é necessário. Técnicas de apresentação de gráficos como as superfícies de resposta esclarecem com boa possibilidade de interpretação, cenários para estimativas existentes na investigação.

Num contexto geral, a cada novo material a ser empregado na manufatura aditiva por SLS, e a cada novo equipamento lançado no mercado ou academia, uma nova investigação é demandada. O embasamento de dados das literaturas e utilização das repetições apresentadas pode não ser sinônimo de sucesso. Testes continuados são necessários para qualificação da fabricação SLS considerando o conjunto de avalia-

ções entre as propriedades do material empregado e as especificações do equipamento, assim como seus mecanismos de controle.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Com o objetivo de aprofundar o conhecimento neste tema, especialmente em relação ao uso da PA12 no equipamento *LaserFunde*, sugere-se:

Em relação ao equipamento:

- Investigar a influência de outros tipos de espalhadores de pó como: lâmina tipo *doctor-blade* ou rolete espalhador, na escoabilidade e espalhamento do pó na câmara de fabricação;
- Investigar a influência de diferentes sistemas de controle de temperatura da câmara de fabricação;
- Investigar novas estratégias de varredura pelo laser, como por exemplo, duplo-passe (*double-scanning*);
- Investigar as propriedades mecânicas resultantes da fabricação de corpos de prova em outras direções de construção que não a utilizada neste trabalho;
- Investigar modelos estatísticos e ajustes para controle de variáveis de processo e padronização da sinterização seletiva a laser.

Em relação ao material:

- Investigar a utilização de cargas junto a PA12 para avaliar seus efeitos nas propriedades mecânicas visando a redução de custo de matéria-prima;
- Realizar ensaio para medição da massa molar e grau de cristalinidade do polímero para correlacionar com as propriedades mecânicas finais dos corpos de prova fabricados;
- Realizar ensaio de índice de fluidez para estudar o comportamento de fluidez do polímero quando fundido;
- Investigar processo de fabricação compreendendo combinações de diferentes morfologias de pós visando melhoria da compactação dos pós e conseqüentemente das propriedades mecânicas.

6 REFERÊNCIAS

3D Systems corporation. Acesso em: 20 de Maio de 2016.
<<http://www.3dsystems.com/products>>

Alkimat Tecnologia Ltda. **LaserFunde, plataforma de fusão seletiva a laser**, 2015.

AMADO A., SCHMID M., LEVY G., WEGENER K.: **Advances in SLS powder characterization. In Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium**, Austin, TX, 2011. 438–452 p.

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, **Standard Terminology for Additive Manufacturing Terminology, F2792-12a**, 2009.

BERETTA S, GHITA O., EVANS K.E. **Morphology of polymeric powders in Laser Sintering (LS): From Polyamide to new PEEK powders** University of Exeter, College of Engineering, Mathematics and Physical Sciences, Exeter, United Kingdom, 2014.

CAULFIELD B., MCHUGH, P.E., LOHFELD, S., **Dependence of mechanical properties of polyamide components on build parameter in the SLS process**. Journal of Materials Processing Technology. 2006.

CHATTERJEE S., **Investigation of Crystalline and Tensile Properties of Carbon Nanotube-Filled Polyamide-12 Fibers Melt-Spun by Industry-Related Processes**, 2012

CHILDS T.H.C., BERZINS M., RYDER G.R., TONTOWI A.E.: **Selective laser sintering of an amorphous polymer simulations and experiments**. Proc. Inst. Mech. Eng., 1999. p 333–349.

DAHOTRE, N.B. HARIMKAR, S.P. **Laser Fabrication and Machining of Materials**. Springer. [e-book] Springer Science + Business Media, LLC. New York. 2008.

DUPIN S., BARRÈS C., LAME O., CHARMENAU J.Y. **Fundamental study of the processing of polyamide 12 by selective laser sintering:**

Analysis of the relations between polymer features, process conditions and final properties of parts. Proceedings of the Polymer Processing Society 29th Annual Meeting PPS-29, Nuremberg, Germany, 2013.

EOS – Electro optical system innovations. Acesso em: 15 Julho 2015.
www.eos.info/press/customer_case_studies/eads

EOS - Electro optical systems. Acesso em: 01 de Novembro de 2016.
 <<http://www.eos.info>>

FRANCO A., LANZETTA M., ROMOLI L.. **Experimental analysis of selective laser sintering of polyamide powders:** Dipartimento di Ingegneria Meccanica, Nucleare e della Produzione, University of Pisa, Pisa, Italy 2010.

GAO, W., ZHANG, Y., RAMANUJAN D., RAMANI K., CHEN Y., WILLIAMS C., CHARLIE C., WANG C, SHIN Y., ZHANG S., ZAVATTIERI P. **The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering.** CAD Computer Aided Design. v. 69, 2015. p 65-89.

GEBHARDT, A. **Rapid Prototyping..** [e-book]. Hanser Publishers. Munich. 2003.

GIBSON, I., DONGPING, S. **Material properties and fabrication parameters in selective laser sintering process.** Rapid Prototyping Journal. Volume 3, Number 4. MCB University Press 1997.

DIN - DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG - **Determination of tensile properties of plastics, DIN EN ISO527-2, 1996**

KRUTH, J-P., LEVY, G., KLOCKE, F., CHILDS, T.H.C., **Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing,** K.U.Leuven, Division PMA, Leuven, Belgium, 2007

LEITE, J. L. **Sinterização seletiva a laser de blendas de PA12/PEAD, PA6/PA12 e PMMA/PS com gradientes funcionais aplicáveis em componentes anti fricção.** Tese de doutorado. Curso de pós-graduação

em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Brasil, 2007.

LIPPITS D.R., RASTOGI S., HÖHNE G.W.H.: **Melting kinetics in polymers**. Phys. Rev. Lett. 96, 2006.

NARKIS, M., ROSENZWEIG, N. **Polymer powder technology**. John Wiley & Sons, Inglaterra, 1995.

NELSON J.C., **Selective laser sintering: a definition of the process and an empirical sintering method**, PhD dissertation, University of Texas, Austin, 1993.

PAGGI, R. A. **Sinterização seletiva a laser de compósitos com gradiente funcional entre poliamida 12 e nanotubos de carbono aplicáveis no setor aeroespacial**. Dissertação de Mestrado. Curso de Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal de Santa Catarina, Brasil, 2008.

PEYRE, P. ROUCHAUSSE Y., DEFAUCHY, D., REGNIER G., **Experimental and numerical analysis of the selective laser sintering (SLS) of PA12 and PEKK semi-crystalline polymers**. Journal of Materials Processing Technology, v. 225, 2015. p. 326–336.

RIETZEL D.: **Werkstoffverhalten und Prozessanalyse beim Laser-Sintern von Thermoplasten**. Ph.D. Dissertation, Technischen Fakultät der Universität Erlangen-Nürnberg, Erlangen, Germany, 2015.

SCHMID, M., AMADO, A., WEGENER, K., **Materials perspective of polymers for additive manufacturing with selective laser sintering** irpd – Institute for Rapid Product Development, CH-9014 St. Gallen, Switzerland, 2014

SCHMIDT, J., SACHS, M., BLÜMEL, C., WINZER, B., TONI, F., WIRTH, K. E., PEUKERT, W. **A novel process chain for the production of spherical sls polymer powders with good flowability**. *Procedia Engineering*, 102, 2015. p. 550–556.

SELTZER R., ESCALERA F.M.E., SEGURADO J. **Effect of water conditioning on the fracture behavior of PA12 composites processed**

by **selective laser sintering**, Materials Science and Engineering: A, Volume 528, Issues 22–23, 2011. p. 6927-6933.

STEEN, W. M. **Laser Material Processing**. Springer-Verlag, ISBN 3-540-19670-6, 1991.

STUCKER, B. **The Selective Laser Sintering Process**. LIA Handbook of Laser Material Processing. Laser Institute of America. Magnolia Publishing, Inc. 2001.

TEKES. **Rapid prototyping**. Mallien. Tekes-julkaisu, Helsinki. 1997.

The Economist, Revista versão impressa de Abril de 2012.

THÜMMLER Von F. , OBERACKER, R. **Introduction to power metallurgy**., 384 Seiten, The Institute of Materials, London 1996.

TIAN, X. GÜNSTER, J., MELCHER, J. LI, D. HEINRICH, J.G.. **Process parameters analysis of direct laser sintering and post treatment of porcelain components using Taguchi's method**. 2008. [e-journal]. Journal of the European Ceramic Society Journal. Volume 29, 2009.

VERBELEN, L., DADBAKSH, S., VAN DEN EYNDE, M., KRUTH, J. P., GODERIS, B., VAN PUYVELDE, P. **Characterization of polyamide powders for determination of laser sintering processability**. *European Polymer Journal*, 75, 2015. P. 163–174.

VAN DEN EYNDE, M, VERBELEN L., VAN PUYVELDE P. **Assessing polymer powder flow for the application of laser sintering** KU Leuven, Department of Chemical Engineering, B-3001 Leuven, Belgium, 2015.

VOLPATO, N, AHRENS. C.H, FERREIRA, C. V., PETRUSHI, G., CARVALHO, J. SANTOS, J. R. L., SILVA, J. V. L. **Prototipagem Rápida: Tecnologias e Aplicações**. São Paulo: Edgard Blucher, 2007.

WOHLERS, T. **Wohlers report** Wohlers Associates. Colorado: Fort Collins. 2015.

APÊNDICE A - ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA)

Tabela 18 - Análise de Variância para Módulo de Elasticidade ($0,08 \text{ J/mm}^2$).

<i>Fator</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>GL</i>	<i>Quadrados Médios</i>	<i>Razão-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Potência	3,31198	1	3,31198	0,04	0,8590
B:Velocidade	3,50449	1	3,50449	0,04	0,8551
C:Material	22,1787	1	22,1787	0,27	0,6543
AC	73,9648	1	73,9648	0,91	0,4418
BC	78,9791	1	78,9791	0,97	0,4292
CC	179,496	1	179,496	2,20	0,2765
Erro Total	163,385	2	81,6927		
Total (corr.)	3093,95	8			

Fonte: Autor

Tabela 19 - Análise de Variância para Tensão Máxima ($0,08 \text{ J/mm}^2$).

<i>Fator</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>GL</i>	<i>Quadrados Médios</i>	<i>Razão-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Potência	1,50985	1	1,50985	3,46	0,1596
B:Velocidade	1,45649	1	1,45649	3,34	0,1650
C:Material	0,284107	1	0,284107	0,65	0,4785
BC	0,138656	1	0,138656	0,32	0,6121
CC	15,7636	1	15,7636	36,17	0,0092
Erro Total	1,30749	3	0,43583		
Total (corr.)	19,284	8			

Fonte: Autor

Tabela 20 - Análise de Variância para Deformação Total ($0,08 \text{ J/mm}^2$).

<i>Fator</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>GL</i>	<i>Quadrados Médios</i>	<i>Razão-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Potência	0,59528	1	0,59528	1,80	0,3114
B:Velocidade	0,541741	1	0,541741	1,64	0,3286
C:Material	0,0705854	1	0,0705854	0,21	0,6892
AB	0,0998877	1	0,0998877	0,30	0,6375
AC	1,08872	1	1,08872	3,30	0,2110
CC	31,9816	1	31,9816	96,88	0,0102
Erro Total	0,660198	2	0,330099		
Total (corr.)	36,9136	8			

Fonte: Autor

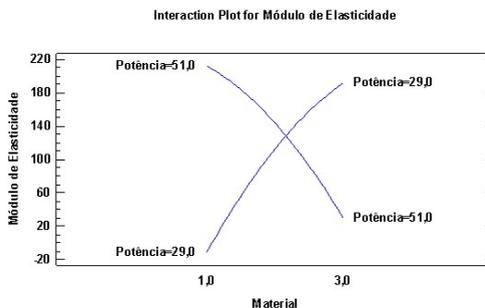
Tabela 21 - Análise de Variância para Densidade Aparente ($0,08 \text{ J/mm}^2$).

<i>Fator</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>GL</i>	<i>Quadrados Médios</i>	<i>Razão-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Potência	0,000214274	1	0,000214274	0,23	0,6773
B:Velocidade	0,000238529	1	0,000238529	0,26	0,6615
C:Material	0,000197574	1	0,000197574	0,21	0,6889
AC	0,00125254	1	0,00125254	1,36	0,3640
BC	0,00124574	1	0,00124574	1,35	0,3650
CC	0,00068351	1	0,00068351	0,74	0,4800
Erro Total	0,00184378	2	0,000921892		
Total (corr.)	0,0263111	8			

Fonte: Autor

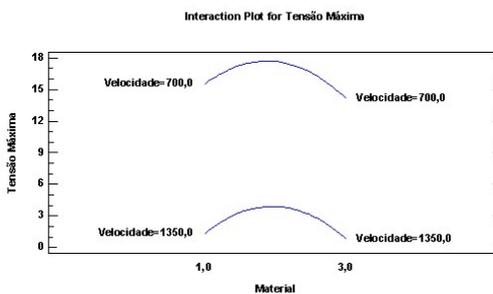
APÊNDICE B - INTERAÇÃO ENTRE OS FATORES

Figura 43 - Gráfico de interação para o módulo de elasticidade ($0,08 \text{ J/mm}^2$).



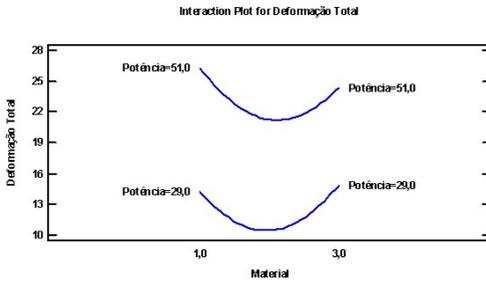
Fonte: Autor

Figura 44 - Gráfico de interação para a tensão máxima ($0,08 \text{ J/mm}^2$).



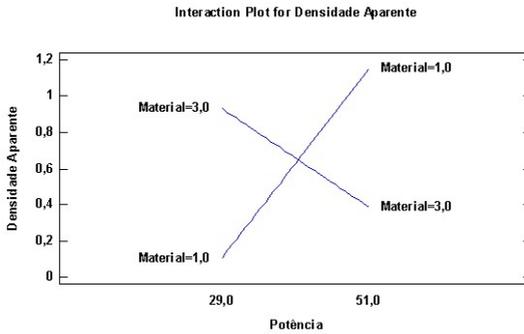
Fonte: Autor

Figura 45 - Gráfico de interação para a deformação total (0,08 J/mm²).



Fonte: Autor

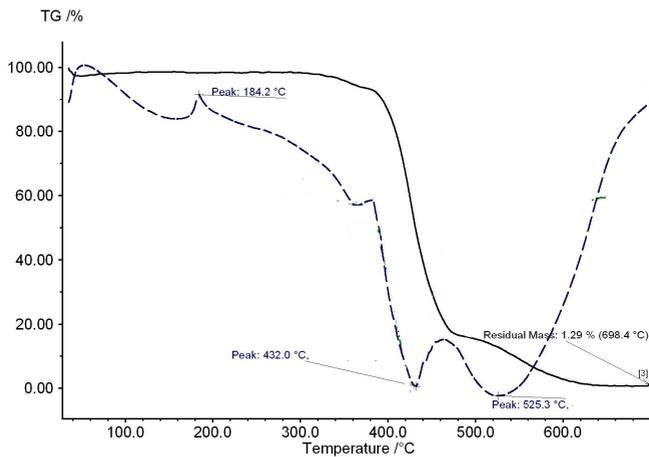
Figura 46 - Gráfico de interação para a densidade aparente (0,08 J/mm²).



Fonte: Autor

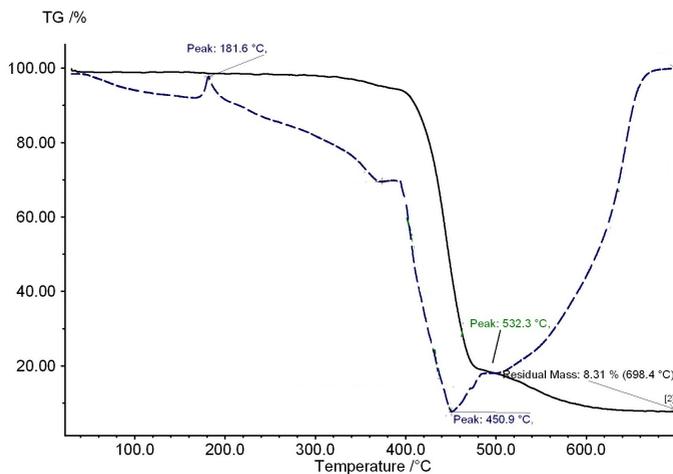
APENDICE C – RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TGA

Figura 47 - Curva TGA, PA1.



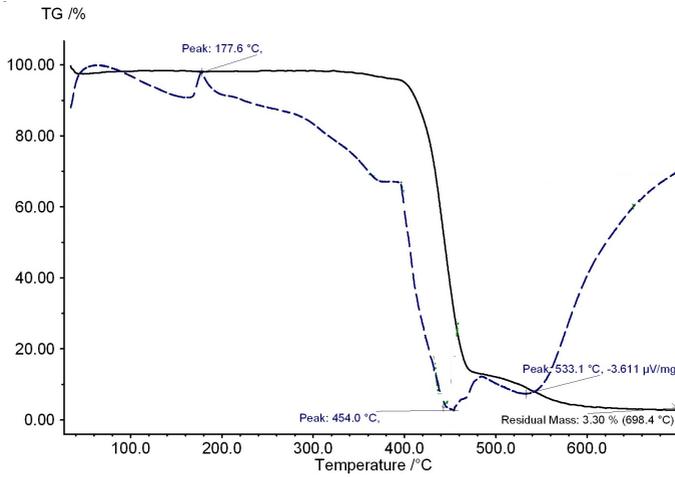
Fonte: Autor

Figura 48 - Curva TGA, PA2.



Fonte: Autor

Figura 49 - Curva TGA, PA3.



Fonte: Autor

APENDICE D – LEVANTAMENTO DOS PARÂMETROS DO EQUIPAMENTO

Tabela 22 – Parâmetros iniciais avaliados no equipamento *LaserFunde*.

Parâmetros iniciais testados		
Velocidade (mm/s)	Potência (W)	Esp. entre linhas (mm)
750	30	0,2
750	30	0,3
750	30	0,4
750	30	0,5
750	40	0,2
750	40	0,3
750	40	0,4
750	40	0,5
750	50	0,2
750	50	0,3
750	50	0,4
750	50	0,5
1000	30	0,2
1000	30	0,3
1000	30	0,4
1000	30	0,5
1000	40	0,2
1000	40	0,3
1000	40	0,4
1000	40	0,5
1000	50	0,2
1000	50	0,3
1000	50	0,4
1000	50	0,5
1300	30	0,2
1300	30	0,3
1300	30	0,4
1300	30	0,5
1300	40	0,2
1300	40	0,3
1300	40	0,4
1300	40	0,5
1300	50	0,2
1300	50	0,3
1300	50	0,4
1300	50	0,5
1600	30	0,2
1600	30	0,3
1600	30	0,4
1600	30	0,5
1600	40	0,2
1600	40	0,3
1600	40	0,4
1600	40	0,5
1600	50	0,2
1600	50	0,3
1600	50	0,4
1600	50	0,5

Fonte: Autor