

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA

CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

LUCAS STEFFENHAGEN

RAUL ANTONIO CARNIEL DOMINGUES

**EFEITO DE TRATAMENTO TÉRMICO EM BIOMATERIAL DE AMIDO  
TERMOPLÁSTICO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**(Tcc2)**

CURITIBA

2018

LUCAS STEFFENHAGEN  
RAUL ANTONIO CARNIEL DOMINGUES

## **EFEITO DE TRATAMENTO TÉRMICO EM BIOMATERIAL DE AMIDO TERMOPLÁSTICO**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso – Tcc 2 do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Ph.D. Márcia Silva de Araújo

CURITIBA

2018

## TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa “EFEITO DE TRATAMENTO TÉRMICO EM BIOMATERIAL DE AMIDO TERMOPLÁSTICO”, realizado pelos alunos LUCAS STEFFENHAGEN e RAUL ANTONIO CARNIEL DOMINGUES, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof<sup>a</sup>. Ph.D Márcia Silva de Araújo  
DAMEC, UTFPR  
Orientador

Prof<sup>a</sup>. Daphene Marques Solis  
DAMEC, UTFPR  
Coorientador

Prof. David Kretschek  
DAMEC, UTFPR  
Avaliador

Curitiba, 06 de dezembro de 2018.

## RESUMO

STEFFENHAGEN, Lucas; DOMINGUES, Raul Antonio Carniel. **EFEITO DE TRATAMENTO TÉRMICO EM BIOMATERIAL DE AMIDO TERMOPLÁSTICO.** 114 f. Trabalho de conclusão de curso – Tcc2, Bacharelado em Engenharia Mecânica, Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2018.

Biopolímeros a base de amido vem despertando o interesse de diferentes áreas a algum tempo, visto seu baixo preço, facilidade de produção e biodegradabilidade. Se comparados com plásticos comuns, os biopolímeros são mais amigáveis ao meio ambiente, porém ainda não apresentam propriedades ideais, sendo seu principal revés sua instabilidade devido à retrogradação. O objetivo do presente trabalho foi fazer tratamentos térmicos em amostras de amido termoplástico com diferentes proporções de glicerina e ácido cítrico a  $-18^{\circ}\text{C}$ ,  $4^{\circ}\text{C}$ ,  $30^{\circ}\text{C}$  e  $60^{\circ}\text{C}$  por 48h a fim de aumentar a velocidade da recristalização, estabilizando-o. Foi feito ensaio mecânico de tração, teste de encolhimento e análise térmica nos monofilamentos para seleção das melhores composições e tratamentos, potencializando sua capacidade de uso na manufatura aditiva, mais especificamente no processo de modelagem por depósito de material fundido. Foi possível obter monofilamentos a partir do processo de extrusão com todas as diferentes composições. Apenas os tratamentos térmicos de  $30^{\circ}\text{C}$  e  $60^{\circ}\text{C}$  afetaram as propriedades do material de maneira significativa, provavelmente por aumentarem a quantidade de reticulado e/ou retrodegradação na amostra ou por aproximar suas cadeias. A glicerina foi o composto que mais influenciou as propriedades mecânicas do amido termoplástico presumivelmente por substituir as ligações entre as cadeias de amido por ligações amido plastificante. As amostras testadas, principalmente as com adição de ácido cítrico, não servem para a impressão 3D visto que o ácido estreita a faixa de temperatura entre fusão e decomposição do material e faz hidrólise do amido.

**Palavras-chave:** Amido Termoplástico. Biopolímeros. Tratamento Térmico

## ABSTRACT

STEFFENHAGEN, Lucas; DOMINGUES, Raul Antonio Carniel. EFFECT OF THERMAL TREATMENT IN BIOMATERIAL OF THERMOPLASTIC STARCH. 114 p. Undergraduate Thesis, Mechanical Engineering, Academic Mechanical Engineering Department, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2018.

Starch based Biopolymers have been arousing the interest of different areas, given their low price, easy production and biodegradability. Compared with ordinary plastics, bioplastics are more environmentally friendly, but still do not have ideal properties for industrial use, their main setback being its non-stability due to retrogradation. The objective of the present work was to make thermal treatments in samples of thermoplastic starch with different proportions of glycerol and citric acid at  $-18^{\circ}\text{C}$ ,  $4^{\circ}\text{C}$ ,  $30^{\circ}\text{C}$  and  $60^{\circ}\text{C}$  for 48h in order to increase the speed of recrystallization ( stabilizing it), and after that, characterizing and analyzing the different properties of the material, potentializing its use capacity in additive manufacture. It was possible to obtain monofilaments from the extrusion process with all the different compositions. Only the heat treatments of  $30^{\circ}\text{C}$  and  $60^{\circ}\text{C}$  affected material properties significantly, probably by increasing the amount of crosslinking and / or retrogradation in the sample or by approaching their chains. Glycerin was the most influential component in the mechanical properties of the thermoplastic starch presumably by replacing the bonds between the starch chains by plasticizer starch bonds. The tested samples, especially those with the addition of citric acid, are not suitable for 3D printing because the acid narrows the temperature range between melting and decomposition of the material and hydrolyzes the starch.

**Keywords:** Thermoplastic starch. Bioplastics. Heat treatment

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1- Identificação das amostras de TPS modificadas.....</b>	<b>32</b>
<b>Tabela 2- Diferença percentual das médias dos comprimentos antes e depois dos tratamentos térmicos.....</b>	<b>41</b>
<b>Tabela 3 – Resultados da análise térmica.....</b>	<b>50</b>
<b>Tabela 4 – Resumo da influência do tratamento térmico e composição na força, módulo de ruptura, tensão e módulo de elasticidade.....</b>	<b>51</b>

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1 - Classificação dos biopolímeros conforme a forma de matéria-prima e degradabilidade.....</b>	<b>17</b>
<b>Figura 2 - Estruturas da amilose (a) e da amilopectina (b).....</b>	<b>18</b>
<b>Figura 3 - Estrutura hierárquica de um grânulo de amido.....</b>	<b>19</b>
<b>Figura 4 – Representação das mudanças em uma mistura água amido durante o processo de aquecimento, resfriamento e armazenamento. (I) Grânulos de amido; (II) Gelatinização e inchamento dos grânulos [a], e ruptura parcial dos grânulos [b]; (III) Retrogradação da amilose [a] e retrogradação da amilopectina. ....</b>	<b>21</b>
<b>Figura 5 – Interação entre as cadeias de amido, ácido cítrico e glicerina. ....</b>	<b>23</b>
<b>Figura 6 – Efeito do tempo de cura sobre a resistência a tração em filmes a base de amido com ligações cruzadas .....</b>	<b>24</b>
<b>Figura 7 – Porcentagem de recristalização em relação ao tempo .....</b>	<b>26</b>
<b>Figura 8 – Cristalinidade do material em função do tempo.....</b>	<b>26</b>
<b>Figura 9 – Fluxograma com as etapas de projeto .....</b>	<b>31</b>
<b>Figura 10 - Grânulos de amido termoplástico após granulação.....</b>	<b>33</b>
<b>Figura 11 – a) Processo de obtenção do monofilamento na extrusora. b) Exemplo de monofilamento de amido termoplástico. ....</b>	<b>34</b>
<b>Figura 12 – Ensaio de tração em amostra de monofilamento termoplástico.....</b>	<b>36</b>
<b>Figura 13 – Impressora 3D do tipo prusa no NPT da UTFPR .....</b>	<b>38</b>
<b>Figura 14 – Curvas de superfície para tensão nas amostras taradas a: [A] TA, [B] 30°C, [C] -18°C e [D] 4°C .....</b>	<b>.....</b>
<b>Figura 15 – Curvas de superfície para o MOR nas amostras taradas a: [A] [B] 30°C, [C] -18°C e [D] 4°C .....</b>	<b>44</b>
<b>Figura 16– Curvas de superfície para o MOE nas amostras taradas a: [A] TA, [B] 30°C, [C] -18°C e [D] 4°C .....</b>	<b>44</b>

<b>Figura 17– Gráficos para análise das amostras tratadas a 60°C, sendo: [A] MOE, [B] MOR e [C] Tensão .....</b>	<b>46</b>
<b>Figura 18 – Semelhança da tensão de ruptura entre TPS e plásticos convencionais .....</b>	<b>48</b>
<b>Figura 19 – Semelhança da deformação entre TPS e plásticos convencionais</b>	<b>48</b>
<b>Figura 20 – Semelhança do módulo de elasticidade do TPS e plásticos convencionais .....</b>	<b>49</b>

## LISTA DE SIGLAS

ABS	Termopolímero de acrilonitrila butadieno e estireno
ATD	Análise Térmica Diferencial
ANOVA	Análise de variância
DSC	Calorímetro Diferencial de Varredura
FDM	Modelagem por depósito de material fundido
MOE	Módulo de elasticidade
MOR	Módulo de ruptura
NPT	Núcleo de Pesquisas Tecnológicas
PLA	Ácido polilático
PETG	Polyethylene terephthalate glycol
PVA	Álcool polivinílico
T <sub>g</sub>	Temperatura de transição vítrea
T <sub>m</sub>	Temperatura de fusão cristalina
TPS	Amido Termoplástico (Thermoplastic starch)
UTFPR	Universidade Tecnologia Federal do Paraná

## Sumário

1. INTRODUÇÃO.....	12
1.1. Contextualização do tema.....	12
1.2. Caracterização do problema .....	13
1.3. Objetivos .....	13
1.4. Justificativa.....	14
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	16
2.1. Polímeros .....	16
2.2. Biopolímeros .....	16
2.3. Amido .....	17
2.4. Processamento de amido termoplástico .....	19
2.4.1. Gelatinização e retrogradação .....	20
2.4.2. Extrusão reativa de amido.....	21
2.4.3. Ligações cruzadas .....	22
2.4.4. Recristalização .....	24
2.4.5. Propriedades reológicas.....	27
2.4.6. Propriedades mecânicas .....	27
2.4.7 Absorção de água .....	28
2.5. Manufatura aditiva.....	29
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	31
3.1 Materiais.....	32
3.2 Composição .....	32
3.3 Conformação.....	33
3.3.1 Extrusão reativa e granulação.....	33

3.3.2 Monofilamento .....	34
3.3.3 Tratamentos térmicos.....	34
3.4 Caracterização das amostras.....	35
3.4.1 Ensaio de tração .....	36
3.4.2 Conferência das dimensões do corpo de prova .....	37
3.4.3 Análise térmica.....	37
3.4.4 Impressão 3D .....	37
3.5 Análise estatística .....	38
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	40
4.1 Obtenção dos monofilamentos e tratamentos térmicos .....	40
4.2 Ensaio de tração .....	41
4.3 Escolha das melhores amostras .....	47
4.4 Análise térmica.....	49
4.5 Resumo dos resultados.....	50
5. CONCLUSÕES.....	54
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	55
REFERÊNCIAS .....	56
APÊNDICE B – Tabela de resultados completa para ensaio de tração.....	97
APÊNDICE C – Curvas análise térmica.....	103
APÊNDICE D – Curvas de superfície, gráficos de Pareto e análise de tendência para as amostras tratadas a 60°C .....	106

## 1. INTRODUÇÃO

Sabendo-se da finitude dos recursos petroquímicos, que são a matéria-prima da maioria dos polímeros, e a crescente preocupação da opinião pública, classe política e setor industrial com o meio ambiente, houve um significativo aumento no interesse por plásticos a base de biomassa. Ainda assim, esses representam uma parcela pequena da produção mundial, cerca de 6%, ou seja, aproximadamente 18,3 milhões de toneladas (ENDRES *et al.*, 2017).

Entre as opções de biopolímeros, a mais popular seja talvez o amido termoplástico ou TPS, em função de sua matéria-prima abundante e barata, além de processo de fabricação simples. Este apresenta, porém, um problema de fragilidade, que aumenta em função do tempo, denominado retrogradação (NAFCHI *et al.*, 2013).

A retrogradação pode ser caracterizada pela reorganização das moléculas de amido em uma estrutura mais organizada após a gelatinização (destruição da cristalinidade) durante a fabricação (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010).

O TPS ainda não é utilizado em larga escala na indústria plástica muito menos na manufatura aditiva, mesmo tendo potencial.

### 1.1. Contextualização do tema

Produtos termoplásticos além de serem produzidos em larga escala possuem elevada resistência à degradação e seu reaproveitamento e reciclagem não vem sendo o suficiente para evitar o grande acúmulo desse material em aterros gerando graves problemas ambientais. Os polímeros tradicionais, porém, ainda tem vantagem em relação aos biopolímeros em se tratando de aplicações de baixo custo e quando um melhor desempenho técnico se faz necessário (apresentam melhores características mecânicas e térmicas) (BRITO *et al.*, 2011).

Segundo o relatório da comissão europeia para a pesquisa agroindustrial *DG XII: Study on Production of Thermo- Bioplastic and Fibers based mainly on Biological Materials, Science, Research and Development* (MOSCICKI, 2010) com o

aumento do valor de mercado, espera-se a circulação de 1,1 milhão de toneladas de biopolímeros, avaliados em 2 bilhões de euros e com o potencial de criação de 20.000 novos empregos.

Entre as diversas possíveis aplicações do amido termoplástico uma que se destaca é a impressão 3D, ou manufatura aditiva, mais especificamente através do processo de FDM (Modelagem por depósito de material fundido). Essa indústria tem crescido nos últimos anos, despertando interesse nas áreas, industriais e médicas.

## **1.2. Caracterização do problema**

Biopolímeros a base de amido, plastificado com água, não apresentam propriedades mecânicas satisfatórias para a utilização industrial principalmente em consequência do processo de envelhecimento devido a recristalização, isso é, após a fabricação não se tem um material estável, que em função do tempo tende a ficar mais duro e quebradiço. A introdução de glicerina e ácido cítrico apesar de melhorarem esse aspecto não apresentam soluções para a estabilidade do material quando estocado (REDDY; YANG, 2010).

Em termos de materiais a base amidos biodegradáveis, tem-se o poli(ácido láctico) (PLA), que diferentemente do TPS (que utiliza o amido diretamente), utiliza a fermentação do amido e posteriormente separação das matérias-primas. O PLA é frequentemente misturado com amido a fim de melhorar a capacidade de biodegradação e redução de custos. (MOSCICKI, 2010)

Após uma revisão de literatura verificou se que os estudos sobre tratamentos térmicos em biopolímeros ainda é bastante escasso.

## **1.3. Objetivos**

Este trabalho teve por objetivo principal testar técnicas de tratamentos térmicos a fim de acelerar o processo de retrogradação, visando a estabilidade necessário à utilização na área de manufatura aditiva.

Assim o primeiro objetivo específico foi obter amido termoplástico por extrusão reativa com diferentes proporções de amido, ácido cítrico e glicerina. E na sequência obter um monofilamento com 1,75 mm de diâmetro, por meio de estiramento. Todas as composições foram tratadas termicamente. Com o intuito de escolher o melhor tratamento, foram feitos ensaios de tração e encolhimento. Os testes de impressão foram realizados com os filamentos das composições e tratamentos com os melhores resultados. A fim de entender a influência do tratamento sobre o processo de retrogradação e estabilidade do material, análise térmica diferencial foi realizada nas amostras moídas.

#### **1.4. Justificativa**

O seguinte trabalho se baseia na busca por alternativas de baixo custo e de baixo impacto ambiental para substitutos de polímeros derivados de petróleo. Devido a grande preocupação ambiental que foi desenvolvida nos últimos anos a busca por soluções ecológicas para a alta demanda desses materiais na indústria fazem deste trabalho de grande interesse para o desenvolvimento dessa área.

Uma das possibilidades de aplicação do TPS é como material de suporte em impressão 3D. Na construção de peças mais complexas por manufatura aditiva, em especial na técnica de modelagem por depósito de material fundido (FDM), existe a necessidade de um material de apoio, isto é, um suporte para regiões suspensas na qual o material precisa ser retirado da peça no final do processo. Visto que o TPS é solúvel em água ele se apresenta como uma solução para facilitar essa operação uma vez que outros materiais de suporte não são solúveis e exigem remoção mecânica, o que pode danificar a peça impressa.

Na área Biomédica, o processo de fabricação de estruturas próprias para o crescimento de tecido orgânico, conhecido como *scaffold*, é realizado por meio de processos complexos, demorados e que muitas vezes envolvem materiais perigosos. Além disso, processos que barateiam a produção de *scaffold* não permitem precisão no controle de microarquiteturas tais como tamanho dos poros, geometria, entre outros (MOHANTY *et al.*, 2015).

Um dos materiais que vem sendo utilizados com finalidades médicas e como material de apoio é o poli(álcool vinílico) (PVA) (MOHANTY *et al.*, 2015). Porém o PVA é um material obtido da hidrólise do acetato de polivinila, um polímero sintético. O que se pretende obter deste trabalho é um material que atenda as exigências de tais aplicações de maneira renovável.

## **2. REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1. Polímeros**

Polímeros são materiais utilizados por séculos em forma natural, como, por exemplo, couro, borracha, lã entre outros. Com o advento da indústria moderna surgem formas de sintetizar polímeros a partir de pequenas moléculas orgânicas. Grande parte dos polímeros utilizados atualmente são de origem sintética (CALLISTER, 2008).

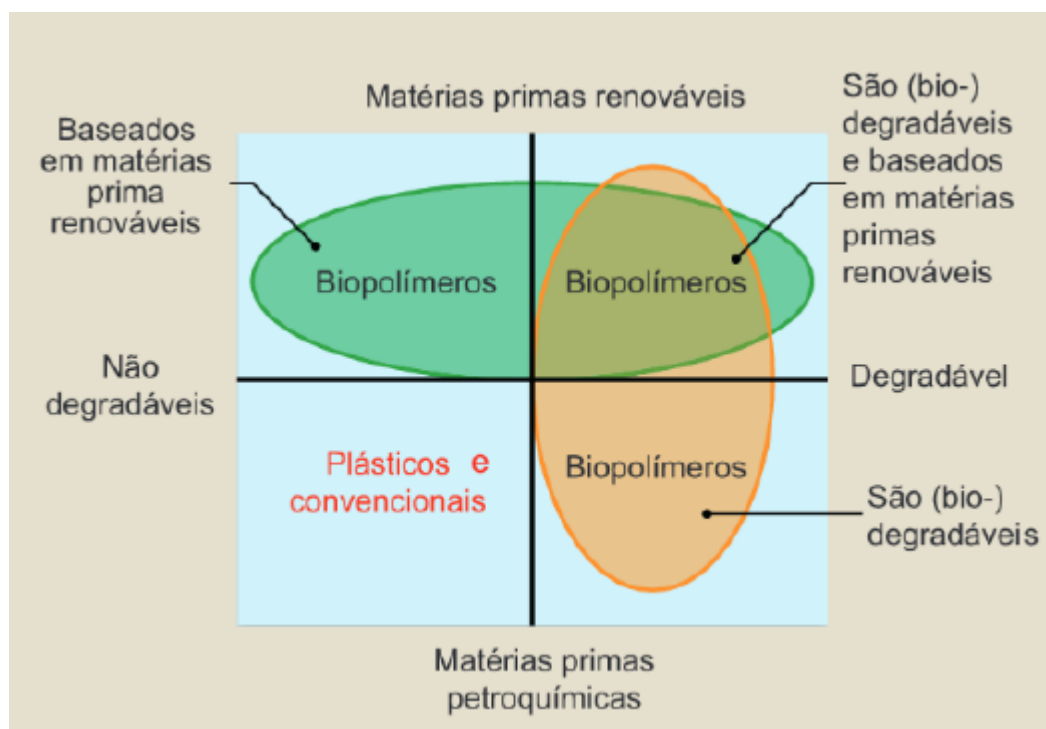
De maneira geral pode-se dizer que polímeros se comportam de maneira dúctil e possuem baixa resistência à tração, porém, vários fatores influenciam nas propriedades dos polímeros. Podemos citar o exemplo da temperatura, que caso seja elevada, diminui o módulo de resistência à tração (CALLISTER, 2008).

Pode-se dizer que as propriedades dos polímeros são intrínsecas ao material, porém, pode-se manipular alguns parâmetros para alterar as propriedades, uma dessas formas é a adição de um aditivo durante a produção do material. Aditivos do tipo plasticizantes são utilizados em materiais que à temperatura ambiente são frágeis. As pequenas moléculas do aditivo ocupam posições entre grandes cadeias, reduzindo assim as ligações intermoleculares secundárias. Sendo assim, polímeros antes frágeis a temperatura ambiente, agora podem ser utilizados em situações nas quais se exige flexibilidade e ductilidade (CALLISTER, 2008).

### **2.2. Biopolímeros**

Os biopolímeros podem ser classificados como um novo tipo de material polimérico dentro da classe de materiais sintéticos. São obtidos normalmente a partir da celulose, proteínas, óleos vegetais ou borracha. Devem apresentar a característica da biodegradabilidade ou ser de origem natural, seguindo essa lógica tem se: biopolímeros degradáveis de origem petrolífera, biopolímeros degradáveis com origem biológica e biopolímeros não degradáveis de origem biológica. Conforme ilustrado na Figura 1 (ENDRES *et al.*, 2017).

Figura 1 - Classificação dos biopolímeros conforme a forma de matéria-prima e degradabilidade



Fonte: Endres *et al.* (2017).

Nos biopolímeros degradáveis, a degradação pode variar de semanas a meses, e ocorre em função da ação enzimática de bactérias, fungos e algas. Esse processo é caracterizado pela decomposição do material em dióxido de carbono, água, metano, compostos inorgânicos e biomassa. Para isso ocorrer é necessário que os microrganismos decompositores possuam as enzimas adequadas para romper as ligações químicas da cadeia principal do polímero, se fazendo necessárias condições favoráveis de temperatura, umidade, pH e disponibilidade de oxigênio (BRITO *et al.*, 2011).

### 2.3. Amido

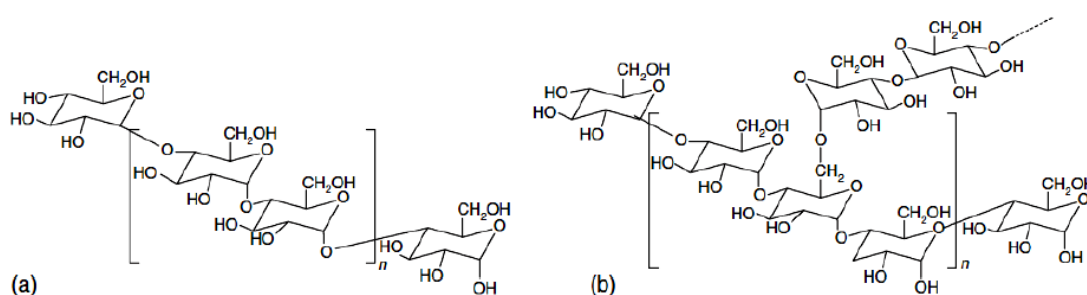
O amido pode ser considerado um dos materiais mais versáteis para o uso potencial em biopolímeros tendo em vista a sua abundância. Além de ser completamente biodegradável, o amido pode ser retirado das mais diversas fontes

como por exemplo: batata, arroz, milho, farinha entre muitos outros (MOSCICKI, 2010).

O amido é composto por carbono, hidrogênio e oxigênio na proporção 6:10:5, e pertence à classe de compostos orgânicos dos carboidratos. É formado por sucessivas moléculas de glicose ligadas por uma ligação glicosídica alfa (NAFCHI *et al.*, 2013).

O amido pode ser considerado um polímero natural, visto que é formado de dois polissacarídeos principais: a amilose e amilopectina. Sendo a primeira constituída de moléculas principalmente lineares que podem variar quanto à distribuição de peso molecular e grau de polimerização aumentando sua viscosidade e conseqüentemente seu comportamento de cristalização. Já a amilopectina apresenta viscosidade menor visto o grande número de ramificações. A proporção entre essas duas moléculas afeta significativamente as propriedades do biopolímero a base de amido, conseqüentemente a origem do amido a ser utilizado é de suma importância. Na Figura 2 são mostradas as estruturas químicas da amilose e amilopectina (BRITO *et al.*, 2011).

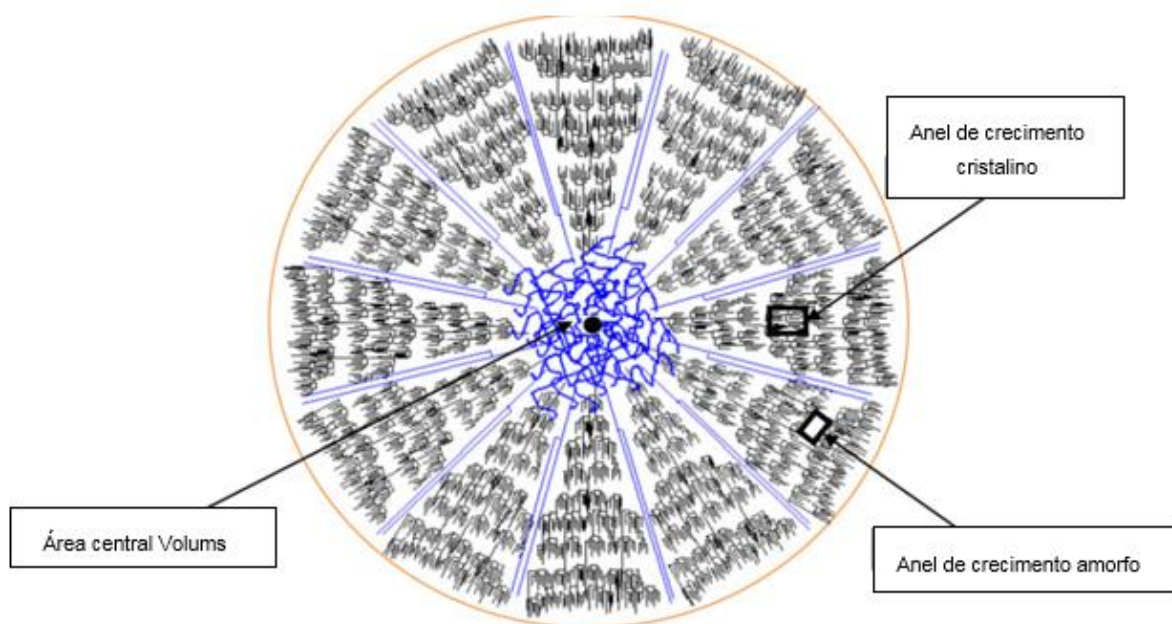
**Figura 2 - Estruturas da amilose (a) e da amilopectina (b)**



**Fonte: Brito et al. (2011).**

Os grânulos de amido costumam ter de 20 a 30% de amilose. E são formados por um núcleo de estrutura amorfa (diretamente proporcional com a concentração de amilose) e cercados de maneira intercalada por anéis semicristalinos concêntricos e anéis crescentes amorfos conforme mostrado na Figura 3 (WANG *et al.*, 2015).

**Figura 3 - Estrutura hierárquica de um grânulo de amido**



Fonte: adaptado de Wang *et al.* (2015).

É possível verificar a existência de birrefringência nos grânulos de amido, este fenômeno indica certo grau de organização molecular. Esta cristalização se deve a parte linear das moléculas de amilopectina que formam estruturas helicoidais duplas, por meio de pontes de hidrogênio entre os agrupamentos hidroxila. A parte amorfa do amido vem das ramificações de amilopectina e cadeias de amilose (SOUZA; ANDRADE, 2000). De maneira geral o amido tem estrutura cristalina ou semicristalina com graus de cristalinidade variando de 20 a 45% (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010).

#### **2.4. Processamento de amido termoplástico**

O amido é normalmente processado aquecendo-o em meio aquoso, que é seu plastificante, gerando sua gelatinização. Esse processo dissolve os cristais do amido levando a perda de sua ordem molecular. Como a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e a temperatura de fusão ( $T_m$ ) do amido puro são maiores que sua

temperatura de decomposição, o uso de um plastificante como água, açúcares ou glicóis se faz necessário (BRITO *et al.*, 2011)

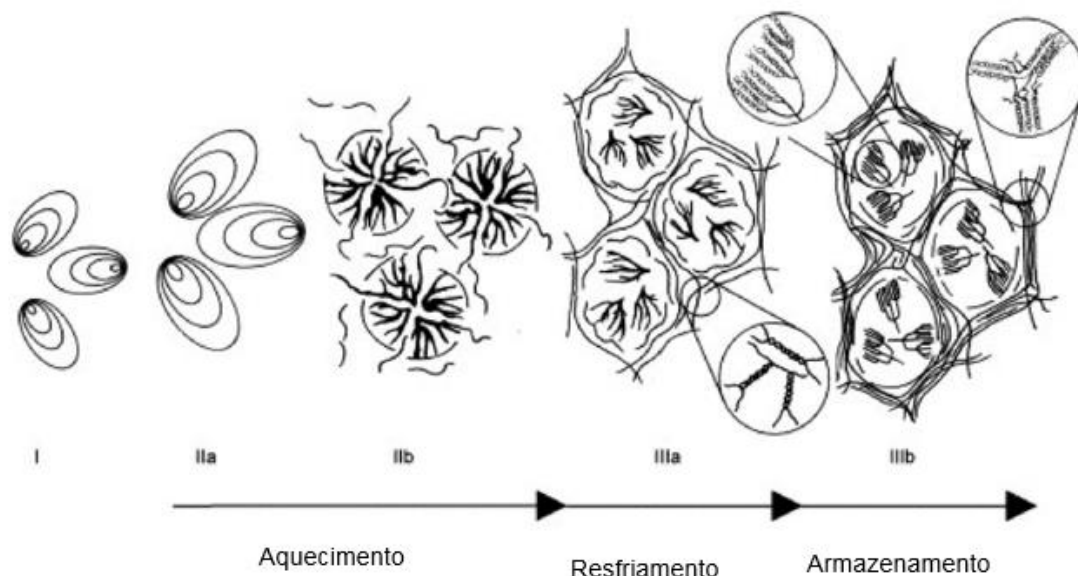
Os plastificantes tendem a aumentar a mobilidade molecular das cadeias do amido, pois reduzem a quantidade de ligações de hidrogênio, diminuindo as interações amido-amido e substituindo-as por interações amido-plastificante, conseqüentemente diminuindo sua Tg. Entre os plastificantes a glicerina é amplamente usada (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). Além disso os plastificantes tendem a diminuir o grau de absorção de água diminuindo assim sua fragilidade (NAFCHI *et al.*, 2013).

#### **2.4.1. Gelatinização e retrogradação**

A gelatinização é o fenômeno que possibilita a destruição da organização (ou cristalinidade) dos grânulos de amido por meio do rompimento das ligações de hidrogênio (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). Sabe-se que os grânulos de amido incham e se rompem mais facilmente na presença de água (SOUZA; ANDRADE, 2000).

A retrogradação ocorre normalmente na fase de armazenamento do material. Nele as moléculas de amido após a gelatinização começam a se reorganizar em uma estrutura mais organizadas (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). Este processo de recristalização se deve a tendência de as macromoléculas voltarem a formar ligações de hidrogênio em consequência da expulsão de água (ou outros solventes). Este fenômeno “envelhece” o amido, tornando-o mais frágil e quebradiço (NAFCHI *et al.*, 2013). O crescimento e nucleação de cristais se estabiliza em certo momento. O fenômeno de gelatinização e retrogradação está caracterizado na Figura 4.

**Figura 4 – Representação das mudanças em uma mistura água amido durante o processo de aquecimento, resfriamento e armazenamento. (I) Grânulos de amido; (II) Gelatinização e inchamento dos grânulos [a], e ruptura parcial dos grânulos [b]; (III) Retrogradação da amilose [a] e retrogradação da amilopectina.**



Fonte: adaptado de Wang *et al.* (2015).

Algumas desvantagens em relação ao uso de amido como termoplástico são suas propriedades hidrofílicas consequentes do grupo hidroxila, visto que na presença de água a amilose se dissolve e a amilopectina incha. Além disso, o amido na sua forma natural não é termoplástico, já que a pirólise ocorre antes do ponto de perda da cristalinidade. Por isso se faz necessário o processo de gelatinização e a adição de plastificantes (NAFCHI *et al.*, 2013). Não obstante o produto depois de conformado não é estável, e apresenta aumento de sua fragilidade em função do tempo devido à retrogradação.

#### 2.4.2. Extrusão reativa de amido

Para a produção do amido termoplástico, a extrusão é um dos métodos mais econômicos de se obter um material com boas propriedades mecânicas. Uma extrusora monorosca opera transportando o material por uma rosca sem fim em um compartimento chamado de barril. Esse método de produção exige que exista uma

fricção entre a rosca e o material para que não exista uma rotação em vazio do equipamento. Sendo assim a extrusão não é indicada para material com alta porcentagem de água e gordura (MOSCICKI, 2010).

A fim de facilitar a produção de biopolímeros em escala industrial, estes devem ser processados empregando tecnologias já conhecidas da indústria de processamento de plásticos convencionais. Apesar da natureza hidrofílica e semicristalina do amido dificultar o processamento deste via extrusão, este costuma ser o método mais empregado e com melhores resultados para o processo de gelatinização do amido devido as altas temperaturas e taxa de cisalhamento (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010).

O TPS (*thermoplastic starch*) ou amido termoplástico é um biopolímero amorfo ou semicristalino composto de amido plastificado, formado por meio da destruição dos grânulos de amido a temperaturas elevadas e alto grau de cisalhamento (NAFCHI *et al.*, 2013). Este pode ser produzido em equipamentos comuns de processamento de termoplásticos, como por exemplo as extrusoras. Conta ainda com a capacidade de ser modificado ou misturado com outros polímeros a fim de melhorar suas propriedades e condições de processamento. De maneira geral os TPS são frágeis e sensíveis a umidade, consequentemente quando usados comercialmente costumam ser modificados ou misturados a polímeros sintéticos (BRITO *et al.*, 2011).

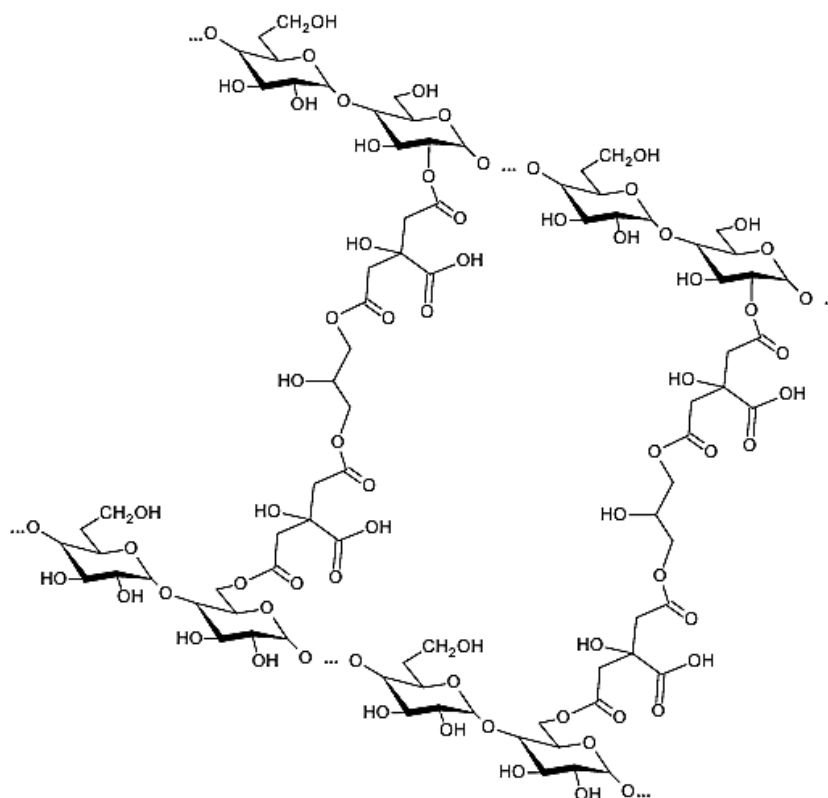
Souza e Andrade (2000) utilizaram amido com 15% de glicerina e 9% de água para obter TPS a partir de uma extrusora monorosca com zonas aquecidas a 70, 80, 95 e 115°C a velocidades de 20 a 40 rpm. Observaram ainda nesse experimento que à temperatura de 70°C cerca de 70% dos grânulos são rompidos, e em temperaturas superiores a 75°C não são mais observadas estruturas moleculares organizadas. Logo, os autores concluíram que a temperatura de gelatinização beirava essa faixa de temperatura.

#### **2.4.3. Ligações cruzadas**

Reddy e Yang (2010) mostraram que pode se melhorar algumas propriedades dos biopolímeros a base de amido com a utilização de agentes que

criam ligações cruzadas. Sendo uma opção barata e acessível o ácido cítrico. A Figura 5 mostra a interação entre o ácido cítrico, glicerina e o amido. Estas ligações cruzadas ocorrem entre os ácidos carboxílicos e grupos hidroxila presente no amido e substituem as ligações feitas entre o amido e a água, conseqüentemente diminuindo a absorção de água do material. Entre as melhorias produzidas pelas ligações cruzadas estão: melhora da resistência à tração, resistência à degradação térmica, estabilidade térmica, evitam o inchamento do amido, melhor permeabilidade ao vapor, resistência à dissolução, entre outros.

**Figura 5 – Interação entre as cadeias de amido, ácido cítrico e glicerina.**

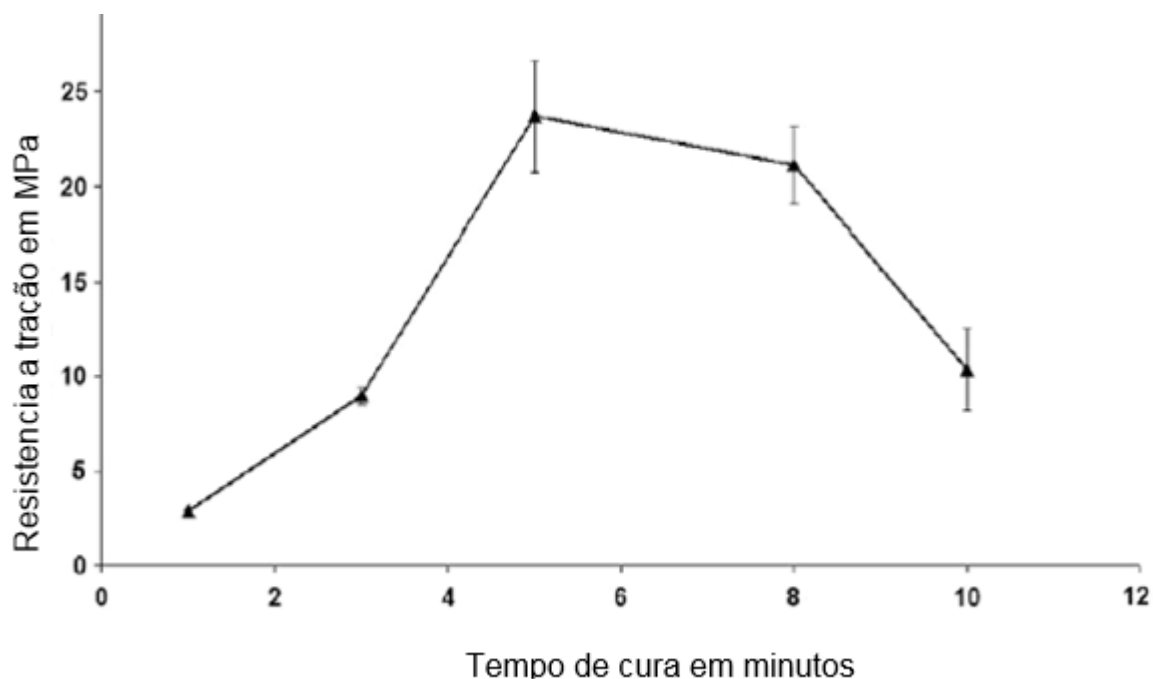


**Fonte: Seligra et al. (2016).**

Estudos analisando filmes finos a base de amido com ligações cruzadas, mostraram que o tempo de cura é um fator determinante para resistência à tração, conforme mostrado na Figura 6. De acordo com Reddy e Yang (2010), o tempo de cura determina a eficiência das ligações cruzadas no material. Com temperaturas de 165-170°C o tempo ideal de cura ficaria em torno dos 5 minutos, no experimento

realizado, após aquecidas as amostras, resfriaram em uma câmara condicionada a 23°C e 50% de umidade. Este processo, porém, tende a “amarelar” o plástico, devido a desidratação do ácido cítrico que leva a formação de ácido insaturado.

**Figura 6 – Efeito do tempo de cura sobre a resistência à tração em filmes a base de amido com ligações cruzadas**



Fonte: adaptado de Reddy e Yang (2010).

#### 2.4.4. Recristalização

O processo de recristalização da amilose ocorre de maneira mais rápida que o da amilopectina (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). A quantidade de estruturas helicoidais simples não aumenta durante o processo de envelhecimento, logo a retrogradação se dá devido a recristalização em estruturas helicoidais duplas (presentes na amilopectina) (NAFCHI *et al.*, 2013).

A recristalização é influenciada por fatores externos como, por exemplo, tipo de armazenamento, tempo, composição do amido, entre outros. A glicerina por exemplo, devido à sua higroscopicidade, favorece o aumento de água no sistema consequentemente favorecendo também a recristalização (MALI; GROSSMANN;

YAMASHITA, 2010). Já amidos com alta concentração de amilose tendem a perder sua flexibilidade (WANG *et al.*, 2015).

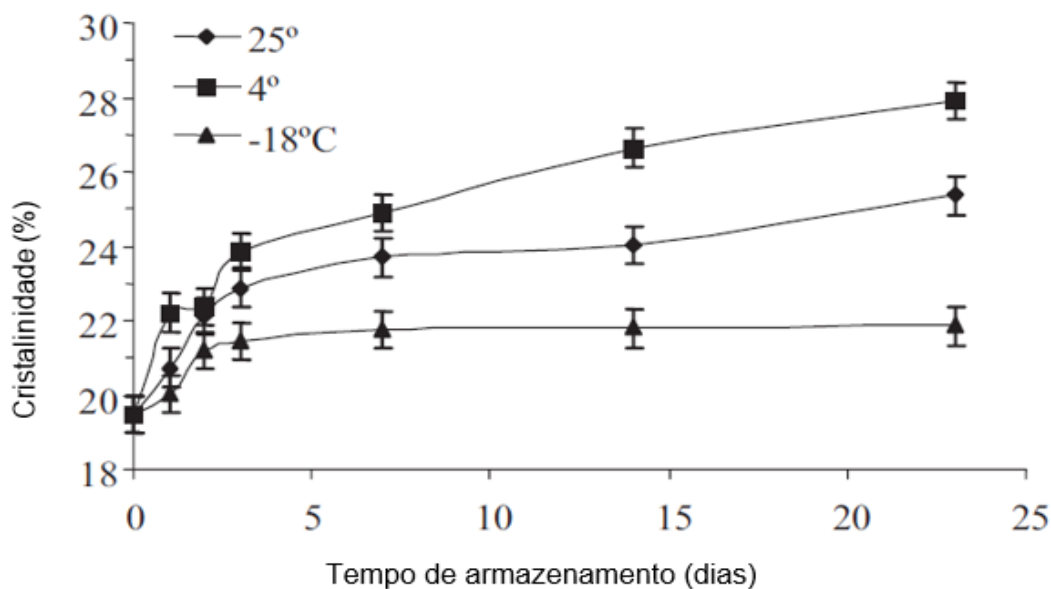
Wang *et al.* (2015) concluíram que a proporção de água presente na mistura é um fator que influencia diretamente a recristalização, sendo que esta ocorre de maneira máxima com 40% a 45% de água. Observaram também que o tempo médio para retrogradação máxima era de 5,2 dias para amostras a 60°C e 34 minutos em amostras a 80°C.

O processo de retrogradação costuma ocorrer de maneira rápida no início e vai diminuindo em função do tempo, o mesmo ocorre com as alterações em suas propriedades mecânicas. Manter as amostras em ciclos alternados de 4 a 30°C diminui a recristalização resultando em mudanças menos drásticas na dureza e elasticidade do material. Já a armazenagem isotérmica em temperaturas baixas acelera o processo de recristalização da amilopectina, sendo o melhor resultado a 4°C (WANG *et al.*, 2015).

Além da reorganização das moléculas, durante o tempo de armazenamento a proporção de plastificante na composição tende a diminuir devido à migração do mesmo para a superfície e pôr fim ao ambiente externo. Isso ajuda a diminuir seu alongamento e aumentar sua resistência à tração (ABDELWAHAB *et al.*, 2012).

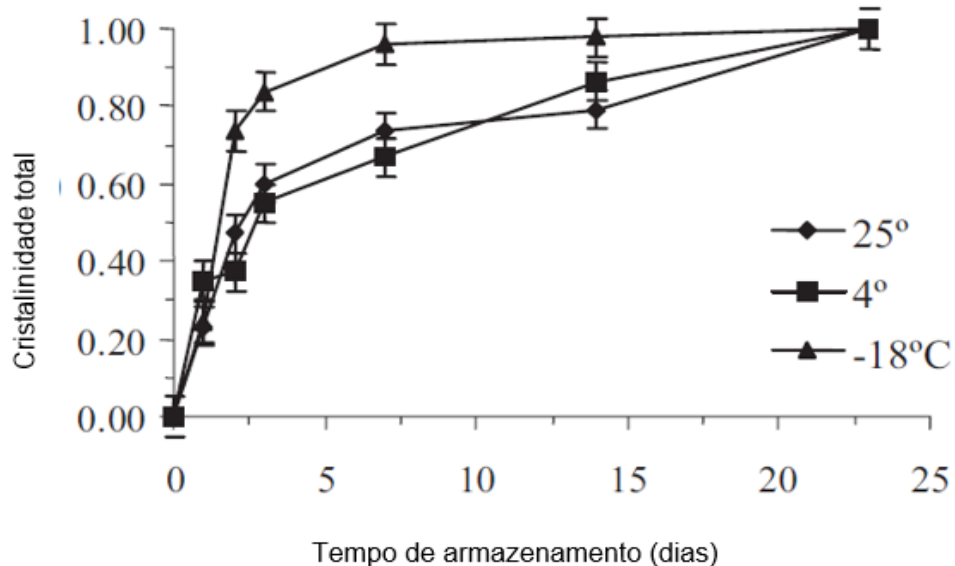
Aguirre *et al.* (2011) estudaram os efeitos da temperatura de armazenamento em grânulos de amido de pão, mantendo-os a temperaturas de -18°C, 4°C (umidade relativa de 70%) e 25°C (umidade relativa de 75%). Concluíram que a umidade no pão diminuiu em função do tempo, salvo para a amostra mantida a -18°C, na qual a umidade se manteve constante. Quanto a retrogradação, essa se mostrou maior e mais rápida na amostra mantida a 4°C, a -18°C só se percebeu a presença de cristais a partir do terceiro dia, que se mantiveram relativamente constantes. Observou-se também que as diferentes temperaturas influenciaram no tipo de cristal gerado durante a recristalização. A porcentagem de recristalização em relação ao tempo e a cristalinidade total encontra-se nas Figuras 7 e 8.

Figura 7 – Porcentagem de recristalização em relação ao tempo



Fonte: adaptado de Aguirre *et al.* (2011)

Figura 8 – Cristalinidade do material em função do tempo



Fonte: adaptado de Aguirre *et al.* (2011).

A temperatura de transição vítrea é um importante parâmetro para definição de propriedades mecânicas de polímeros amorfos. Abaixo da T<sub>g</sub> a mobilidade molecular no material é menor, conferindo-lhe certo grau de rigidez. Acima da T<sub>g</sub> a mobilidade molecular é maior, deixando-o em um estado borrachoso (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010).

Tratamentos térmicos podem melhorar as propriedades mecânicas e tribológicas de substâncias amorfas e semicristalinas como os polímeros. Normalmente estes tratamentos buscam influenciar o grau de cristalização que podem ser controlados mudando-se a taxa de resfriamento durante o processo de produção. Outra maneira de se melhorar as propriedades dos polímeros é por meio de mudanças nas estruturas químicas como por exemplo as ligações cruzadas (que ocorrem normalmente nas regiões amorfas) (ALY, 2015).

As propriedades do TPS variam conforme: o tipo de processo de fabricação e os parâmetros de processo; a quantidade e o tipo de plastificante; o tempo, a umidade relativa o tempo e a temperatura de armazenamento.

#### **2.4.5. Propriedades reológicas**

Materiais termoplásticos a base de amido, independentemente da quantidade e dos tipos dos plastificantes, exibem comportamento de um fluido não newtoniano quando fundidos. O aumento da quantidade de plastificante influencia no aumento da habilidade de fluir do TPS. Além disso, a viscosidade do amido termoplástico possui uma alta dependência, assim como os polímeros de forma geral, da temperatura (MOSCICKI, 2011).

#### **2.4.6. Propriedades mecânicas**

As propriedades mecânicas dos amidos termoplásticos são diretamente ligadas aos parâmetros de produção, tais como temperatura de extrusão e quantidades de água e plastificante utilizado. Considera-se que um aumento na quantidade de glicerina, até a porcentagem de 35%, diminui a resistência à tração ao mesmo tempo que aumenta o alongamento do material. Para a mesma

porcentagem de água tanto a resistência à tração quanto o alongamento aumentam no material (MOSCICKI, 2011).

Outro fator que influencia as propriedades do TPS é o estoque do material após sua produção, visto que ocorre a recristalização da amilose e amilopectina. Esse efeito, chamado de retrogradação do amido, aumenta a tensão mecânica e diminui o efeito do alongamento quanto maior for o tempo de estoque do produto (MOSCICKI, 2011). A retrogradação pode ser dividida em duas partes: A recristalização rápida e irreversível da amilose, e a recristalização lenta e reversível da amilopectina. Esse efeito ocorre devido à tendência do material de formar ligações de hidrogênio, expulsando a água e aditivos de dentro do TPS.

Os plastificantes também desempenham um papel crucial nas propriedades finais do TPS já que atuam diminuindo as forças intermoleculares entre as cadeias de amido. Aumentando as quantidades de plastificantes, o material se torna mais flexível e deformável (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010).

#### **2.4.7 Absorção de água**

Um dos maiores problemas encontrados na produção e armazenamento do TPS é a absorção de água do material, visto que com a absorção muda-se algumas propriedades do material. Isso leva a uma instabilidade no processo de produção e que, conseqüentemente, prejudicam a qualidade do produto (MOSCICKI; JANSSEN, 2010).

Sem a presença do plastificante a amilopectina absorve menos água que a amilose. A inserção da glicerina substitui na cadeia o espaço que a água ocuparia, e, portanto, a absorção de água na presença de um plastificante é menor. A quantidade de água absorvida pelo material depende diretamente da umidade relativa do ambiente. Segundo Moscicki e Janssen (2010), em ambientes com umidade abaixo de 50%, a quantidade de água é menor quando é utilizado um plastificante. Porém, em ambientes com a umidade relativa superior a 70%, a quantidade de água no TPS produzido com glicerina é maior do que o produzido sem glicerina. Embora ambos os componentes do amido reajam de forma semelhante na presença de água, com alto teor de umidade no ambiente a amilose

absorve mais água que a amilopectina. Segundo Moscicki e Janssen (2010) isto é mais provável de ocorrer devido à cristalização da amilopectina, pois a cristalização reduz a absorção de água dos polímeros hidrofílicos.

## 2.5. Manufatura aditiva

A impressão 3D se refere a produção de peças por meio da adição de material camada por camada a partir de um modelo tridimensional computadorizado (CHUANXING, 2018). E nos últimos anos vem despertando o interesse nas áreas indústrias, mecânicas e biomédicas (KUO *et al.*, 2016).

Entre as diversas técnicas de manufatura aditiva, uma das mais utilizadas é a modelagem por depósito de material fundido (FDM), devido ao seu baixo custo, grande procedibilidade e facilidade de manipulação (KUO *et al.*, 2016). Neste processo um monofilamento polimérico é forçado através de um bocal aquecido, que o funde permitindo a formação de estruturas em três dimensões.

Chuanxing (2018) utilizou amido de batata acompanhado de proteína de ervilha e manteiga para produzir uma “massa” imprimível. Para isto utilizou uma impressora 3D com bocal de 0,8 mm e filamento de 1,5 mm.

Kuo *et al.* (2016) utilizaram uma blenda de amido termoplástico e Termopolímero de Acrilonitrila Butadieno Estireno (ABS) para produzir um filamento de 1,75 mm que foi posteriormente usado com sucesso para impressão 3D. Como a amilopectina e suas cadeias ramificadas apresentam baixa processabilidade e por isso julgou-se necessária a adição de ABS, a fim de se melhorar essa propriedade. O monofilamento foi obtido usando uma composição de água, glicerina, amido e ABS em uma extrusora dupla rosca, a gelatinização se deu a uma temperatura de 70°C e 500 rpm. A impressora 3D utilizada foi uma da Vinci 1.0 a 210°C.

Já na área de biomedicina a impressão 3D pode ser utilizada para montar estruturas para o crescimento de material orgânico (*Scaffold*). Segundo algumas pesquisas é possível imprimir essas estruturas tridimensionais a partir de uma mistura de amido, dextrano e gelatina (LAM *et al.*, 2002).

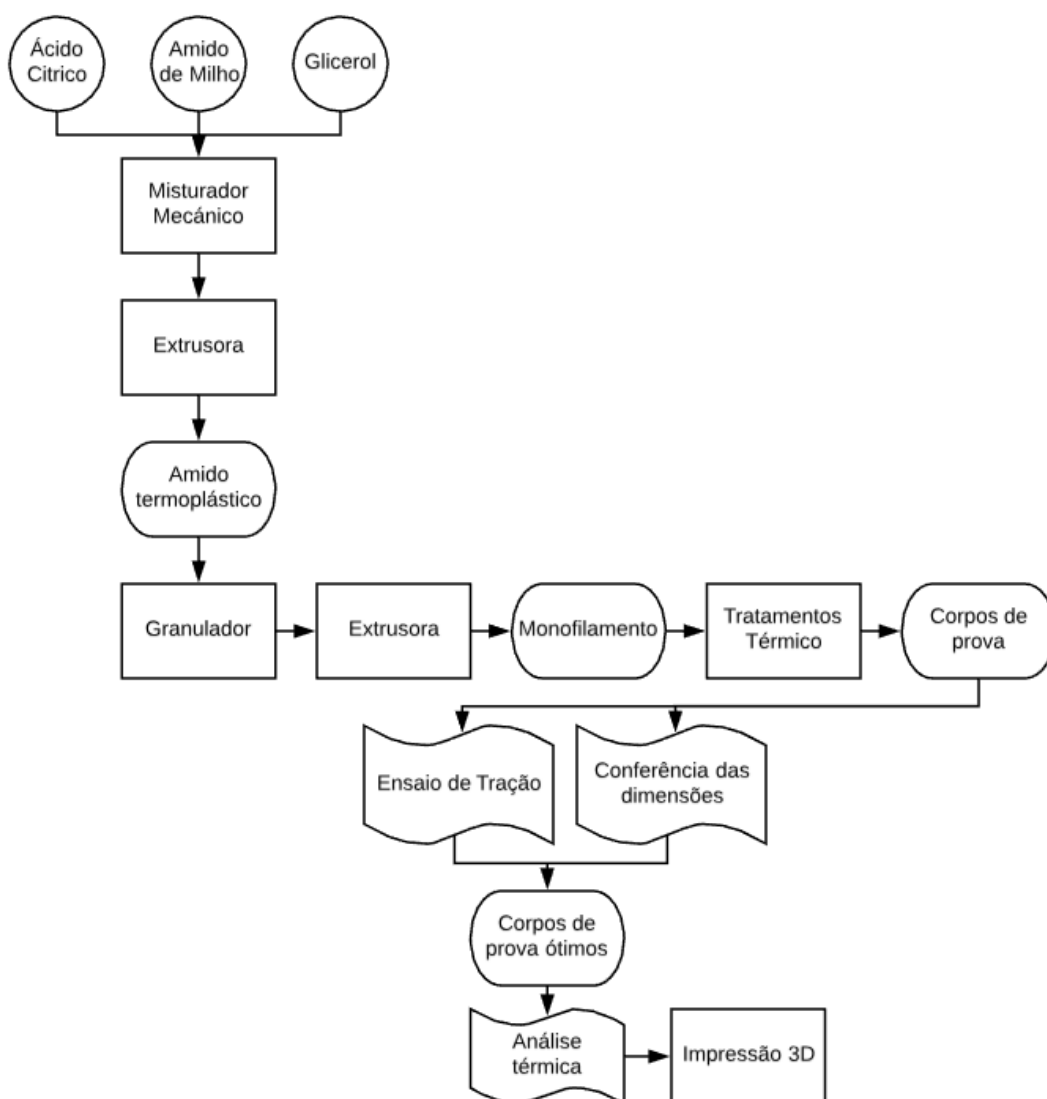
O uso de *scaffold* na área médica visa o crescimento de tecidos orgânicos de maneira extracelular em uma estrutura tridimensional que serve como guia, a fim de se efetuar a substituição de tecidos danificados. A estrutura do *scaffold* é normalmente constituída de polímeros e biomateriais e proveem o suporte estrutural necessário para desenvolvimento do tecido (CHAN; LEONG, 2008). A estrutura *scaffold* deve idealmente ser porosas, ser biocompatível e ter resistência mecânica (ROSLAN *et al.*, 2016).

Outra possibilidade de aplicação do TPS é como material de suporte em impressão 3D. Na construção de peças que possuam partes suspensas ou ângulos de 45° por manufatura aditiva FDM existe a necessidade desse material de apoio, isto é, um material que tem como único propósito manter a integridade estrutural da peça durante o processo de impressão, não sendo mais necessário na peça finalizada, e por isso retirada. Como o amido termoplástico tem como característica ser solúvel em água, ele pode ser um forte candidato para mais esta aplicação, bastaria lavar a peça para retirar o TPS.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Aqui estão descritos os materiais e métodos utilizados na obtenção dos monofilamentos de amido termoplástico modificado para o processo de manufatura aditiva. O fluxograma descrito na Figura 9 ilustra as etapas do processo.

**Figura 9 – Fluxograma com as etapas de projeto**



Fonte: Autoria própria.

### 3.1 Materiais

O amido de milho utilizado é do tipo híbrido regular em pó da marca Cargill e apresenta 30% de amilose e 70% de amilopectina. Foram utilizados ainda glicerina bidestilado e ácido cítrico anidro do laboratório de reagentes analíticos Biotec.

### 3.2 Composição

Além do amido, diferentes quantidades de ácido cítrico e glicerina foram adicionadas, a fim de se testar também as influências destes dois componentes no produto. **A relação glicerina/amido deve completar 100%, já a porcentagem de ácido cítrico é em função da massa de amido.** O amido termoplástico foi obtido por meio do processo de extrusão reativa. As amostras estão identificadas como “AM” com as terminações de 01 a 07, conforme a Tabela 1. A partir de cada amostra foram feitos sete corpos de prova de monofilamento para os tratamentos térmicos, segundo um planejamento experimental fatorial completo  $2^2$ , ou seja, com duas variáveis a dois níveis cada e um ponto central que deve ser repetido 3 vezes. (AM03, AM04, AM05).

**Tabela 1- Identificação das amostras de TPS modificadas.**

Ácido cítrico	3%	AM01		AM06
	1,5%		AM03	
			AM04	
		AM05		
	0%	AM02		AM07
		15%	20%	25%
		Glicerina		

**Fonte: Autoria própria.**

O amido e ácido cítrico foram misturados a glicerina, com a ajuda de um misturador mecânico Quimis, modelo Q25OM, **até a uniformidade da mistura.**

### 3.3 Conformação

Cada um dos processos citados do fluxograma está descrito em detalhes a fim de uma melhor compreensão.

#### 3.3.1 Extrusão reativa e granulação

O Amido Termoplástico foi obtido por meio do processo de extrusão reativa usando uma extrusora monorosca da marca BGM EL-25 do laboratório do Núcleo de Pesquisas Tecnológicas (NPT) na UTFPR. As diferentes zonas de temperatura da extrusora foram fixadas em 70 °C, 85 °C, 100 °C e 115 °C, sendo a primeira a mais próxima a zona de alimentação e a última a mais próxima do cabeçote. A velocidade da rosca variou entre 42 e 51 rpm.

O processo de granulação se deu ao se passar o monofilamento de TPS pelo granulador que é um dispositivo da extrusora, como resultado obtém-se *pellets* ou grânulos, que então foram armazenadas em sacos plásticos e devidamente identificados.

**Figura 10 - Grânulos de amido termoplástico após granulação.**



Fonte: Autoria própria.

### 3.3.2 Monofilamento

A fim de se obter uma melhor homogeneização dos monofilamentos de TPS, os grânulos obtidos após a extrusão reativa foram novamente extrudados de maneira idêntica ao processo anterior, tendo como única diferença um ventilador para ajudar no resfriamento do filamento.

**Figura 11 – a) Processo de obtenção do monofilamento na extrusora. b) Exemplo de monofilamento de amido termoplástico.**



a)

b)

Fonte: Autoria própria.

### 3.3.3 Tratamentos térmicos

Com base na literatura, decidiu-se submeter cada uma das 7 amostras a quatro tratamentos térmicos distintos por 24 horas (já que tempos superiores a

esse período são inviáveis na indústria) sendo o primeiro a  $-18^{\circ}\text{C}$ , o segundo a  $4^{\circ}\text{C}$ , o terceiro a  $30^{\circ}\text{C}$  e pôr fim a  $60^{\circ}\text{C}$ . Utilizou-se para o procedimento respectivamente um congelador, geladeira, estufa e forno. A temperatura foi medida com auxílio de um termômetro.

Além disso uma amostra foi mantida em temperatura ambiente para controle. Antes de serem feitos os ensaios, as amostras foram mantidas a temperatura a  $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$  por no mínimo 48 h segundo a norma ASTM D2256/D2256M.

Os tratamentos foram feitos com as amostras em sacos ziplock e no mesmo dia, desta maneira minimizando qualquer influência da umidade. Podemos, todavia, afirmar que, como a retrogradação é irreversível a umidade relativa durante o tratamento térmico não é um fator tão crucial.

A identificação das amostras se deu conforme mostrada na Tabela,1 para as diferentes proporções de ácido cítrico e glicerina com o número do tratamento térmico a qual foi submetida entre parênteses. Por exemplo a amostra "AM01 (30)" se refere a amostra com 3% de ácido cítrico 15% de glicerina, submetida a um tratamento de  $30^{\circ}\text{C}$ .

Com os tratamentos pretendeu-se analisar o possível efeito de recristalização a  $-18^{\circ}\text{C}$ . Com o tratamento a  $4^{\circ}\text{C}$  objetivou-se acelerar o processo de retrogradação a fim de se estabilizar o material. A amostra mantida a temperatura ambiente foi usada como controle. E ao se fazer o tratamento a  $30^{\circ}\text{C}$  e  $60^{\circ}\text{C}$  a Intenção era eliminar a água da amostra, o que deve ocorrer durante a retrogradação, visando assim também acelerar o processo de recristalização.

### **3.4 Caracterização das amostras**

Para os monofilamentos submetidos aos tratamentos térmicos foram realizados ensaios de resistência à tração e conferência de suas dimensões antes e após os tratamentos, conforme o fluxograma da Figura 9 a fim de definir a melhor composição e tratamento.

### 3.4.1 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi realizado de acordo com a norma ASTM D638-14 (2014) no laboratório NPT da UTFPR Campus Curitiba com auxílio da máquina de ensaio EMIC DL10000. Os corpos de prova foram tracionados a 10 mm/min e o comprimento inicial entre garras foi de 250 mm. As medidas das dimensões dos corpos de prova como diâmetro médio foram mensuradas com um paquímetro Miutoyo com resolução de 0,05mm. **Para cada composição em suas diferentes temperaturas de tratamento foram retiradas 5 amostras para serem ensaiadas.**

Além dos monofilamentos termoplásticos extrudados, foram ensaiadas nas mesmas condições amostras de ABS, PETG e PLA para fins de comparação.

**Figura 12 – Ensaio de tração em amostra de monofilamento termoplástico.**



**Fonte: Autoria própria.**

### **3.4.2 Conferência das dimensões do corpo de prova**

Antes da aplicação dos tratamentos térmicos foram cortados três corpos de prova de 150mm de comprimento de cada uma das 35 amostras. Esses foram novamente medidos após o tratamento térmico para verificar qualquer alteração em seu comprimento. As medições foram feitas com auxílio de uma régua.

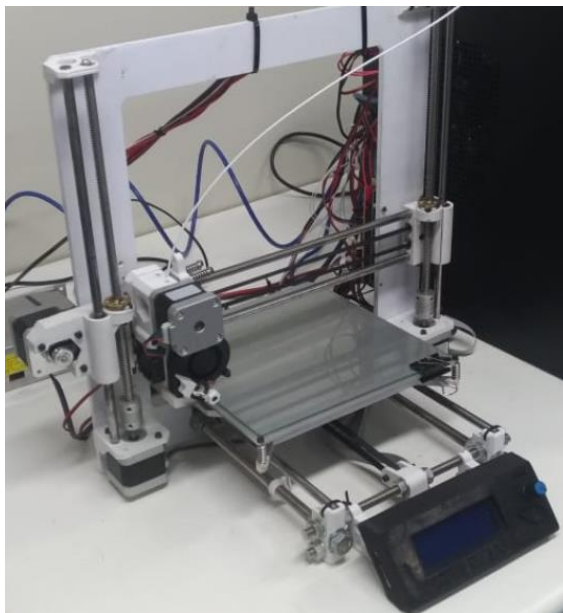
### **3.4.3 Análise térmica**

A partir de um ensaio de análise térmica diferencial (ATD) foi possível determinar a faixa de fusão das amostras nas quais seriam feitas a tentativa de impressão 3D, dessa maneira se definindo previamente as temperaturas do bico de fusão da impressora. O ensaio consistiu em comparar amostras do material TPS moído com um material de referência num equipamento RB-3000-20 da BP engenharia situada no laboratório NPT da UTFPR.

### **3.4.4 Impressão 3D**

Após os tratamentos térmicos, escolheu se as cinco amostras com propriedades mais semelhantes aos plásticos industriais utilizados para a impressão 3D (ABS, PETG e PLA) que foram então submetidas a um teste empírico de impressão. Para isso foi usada uma impressora 3D do tipo prusa do laboratório do Núcleo de Pesquisas Tecnológicas (NPT) na UTFPR com espessura de bico de 0,4 mm a 1,2 mm, temperatura de extrusão ajustável, e espessura do filamento de 1,7mm. Conforme mostrada na Figura 13. As temperaturas de extrusão usadas foram baseadas nos resultados da análise térmica.

**Figura 13 – Impressora 3D do tipo prusa no NPT da UTFPR**



**Fonte: Autoria própria.**

### **3.5 Análise estatística**

Para realizar uma análise estatística das composições foi utilizado o software Statistica versão 13 em sua versão Trial. O objetivo ao realizar essa análise foi determinar quais propriedades foram alteradas significativamente pelas composição e tratamentos térmicos.

Utilizando um modelo experimental fatorial completo  $2^2$  foi construído um modelo que se ajustava a cada propriedade. O modelo utilizado pode ser visto abaixo.

$$Z = AX^2 + BY^2 + CXY + K$$

Sendo:

A: coeficiente referente a glicerina

B: coeficiente referente ao ácido cítrico

C: coeficiente referente a glicerina e ao ácido cítrico

K: constante

Foi também realizada uma análise de variância ANOVA, para isso foi definido como hipótese nula que os coeficientes não teriam influência nas propriedades, ou seja, A, B e C são iguais a zero e de que a propriedade é então constante. Como foi definido um intervalo de confiança de 95%, quando o valor de p é maior que 0,5 se recusava a hipótese nula e assim se definia que ao menos um dos coeficientes é estatisticamente significativa.

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Neste capítulo estão apresentados de maneira resumida os principais resultados observados durante o processo de conformação e caracterização dos monofilamentos.

### **4.1 Obtenção dos monofilamentos e tratamentos térmicos**

Durante o processo de extrusão do monofilamento pôde-se observar, de maneira condizente com a literatura, que os filamentos contendo menos ácido cítrico eram mais duros e quebradiços, característica que foi amplificado nas amostras submetidas ao tratamento de 60°C. Tal comportamento se deve ao fato que o ácido ao formar ligações cruzadas confere maior elasticidade ao material e que o tratamento de 60°C expulsou água do material e possivelmente aumentou sua taxa de recristalização.

Pode-se observar também uma tendência das amostras com mais ácido apresentarem uma cor mais escura. Uma das misturas que apresentou melhores resultados para a extrusão foi a mistura AM07 (0% de ácido cítrico e 25% de glicerina).

#### **4.1. Conferência das dimensões do corpo de prova**

Os resultados das diferenças das médias dos comprimentos dos corpos de prova diferentes de zero, antes e depois dos tratamentos térmicos encontram se na Tabela 2.

**Tabela 2- Diferença percentual das médias dos comprimentos antes e depois dos tratamentos térmicos**

Amostra	Encolhimento das amostras [%]
AM01 (60)	4,0%
AM02 (60)	4,0%
AM03 (60)	3,3%
AM04 (60)	3,3%
AM05 (60)	4,0%
AM06 (60)	6,0%
AM07 (60)	4,0%

**Fonte: Autoria própria.**

Como foi utilizada uma régua para a medição, considera-se o erro de 0,5 mm, e, portanto, valores que atingiram um valor compatível com o erro foram rejeitados da Tabela 2.

As amostras tratadas a 60°C foram as únicas que apresentaram encolhimento mensurável. Pode-se dizer que com exceção da amostra com 25% de glicerina e 3% de ácido cítrico (AM06) o encolhimento das demais amostras de 60°C se manteve parecido. Indicando que o fenômeno se deve principalmente ao efeito da temperatura.

Como já mencionado anteriormente, a temperatura mais elevada tende a expulsar água do amido termoplástico consequentemente diminuído seu volume. O grau de cristalinidade, é também inversamente proporcional ao volume, no entanto é mais provável que tão acentuada diminuição do tamanho se deva principalmente ao empacotamento das cadeias que se aproximaram com a desidratação.

## **4.2 Ensaio de tração**

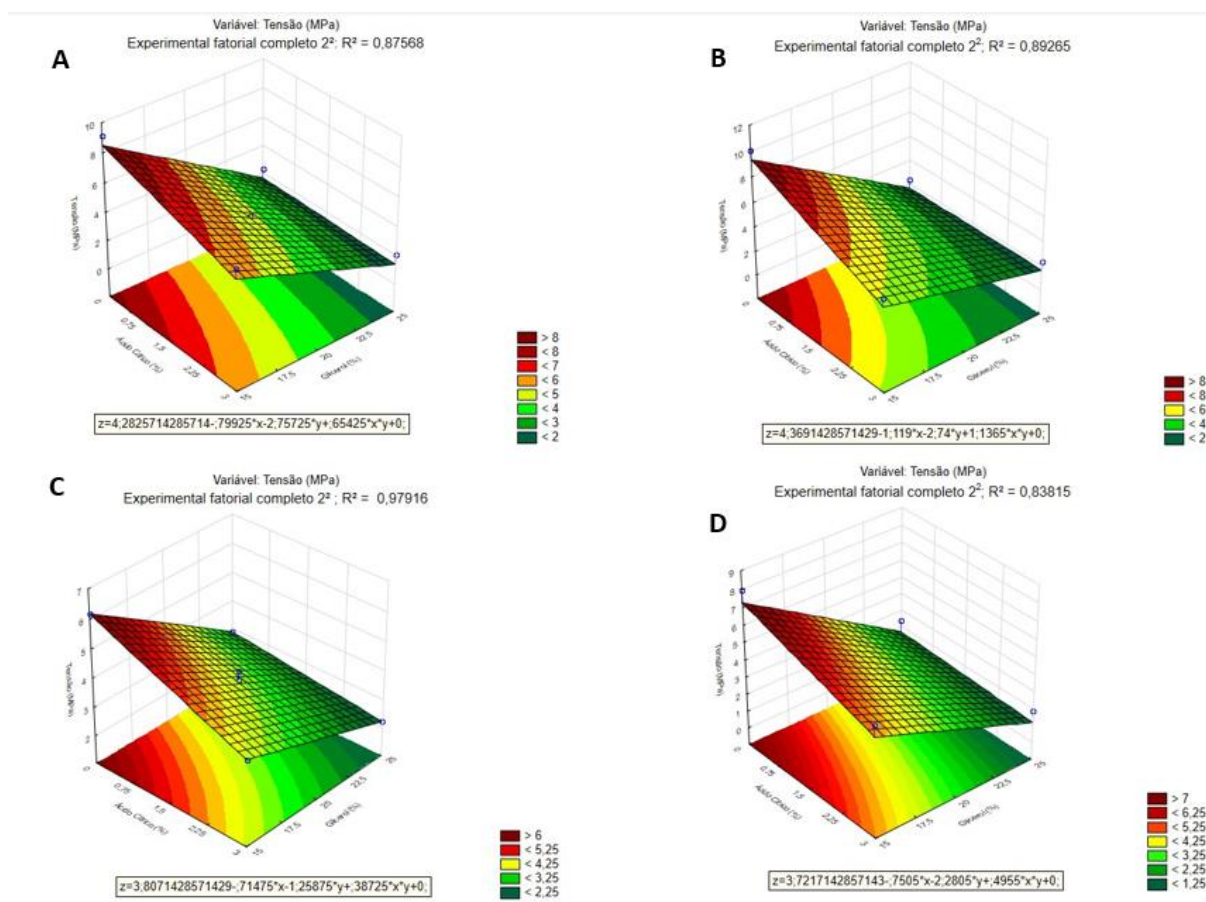
Os resultados completos dos ensaios de tração, juntamente com as curvas tensão versus deformação de cada uma das amostras de TPS e dos plásticos comerciais para impressão encontram-se no Apêndice A. Os resultados numéricos completos podem ser encontrados no Apêndice B.

Não foi possível realizar o ensaio de tração da amostra AM02 (60) visto que em consequência da ausência do ácido cítrico, baixa quantidade de glicerina e sendo ela submetida ao tratamento em temperatura mais elevada a amostra se torna quebradiça para ser testada. O que também impossibilita sua utilização para impressão 3D.

As curvas de superfície com resultados relevantes, assim como os gráficos resultantes dos ensaios tratados a 60°C encontram-se abaixo, os gráficos de Pareto estão no apêndice D. Nas curvas de superfície o eixo z se refere sempre a propriedade, o eixo y a quantidade de glicerina, e o eixo x a quantidade de ácido cítrico.

Podemos observar que para as curvas de tensão das análises a temperatura ambiente, e tratadas a 30°C, -18°C e 4°C (Figura 14) o valor da tensão tende a diminuir consideravelmente com a adição de glicerina em todas as diferentes amostras, o mesmo ocorre para adição de ácido cítrico, mas de maneira menos expressiva.

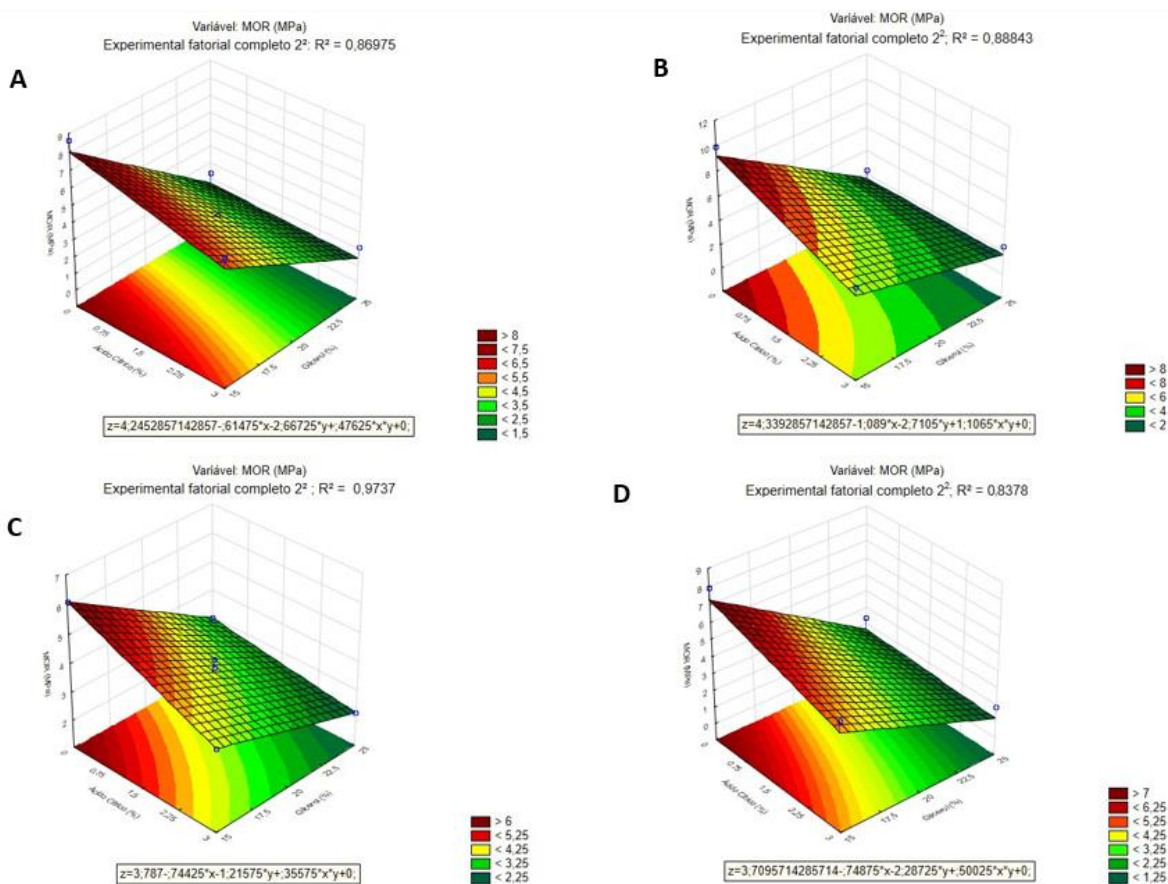
Figura 14 – Curvas de superfície para tensão nas amostras taradas a: [A] TA, [B] 30°C, [C] -18°C e [D] 4°C



Fonte: Autoria própria.

Como esperado, os resultados para o módulo de ruptura foram iguais aos da tensão sendo que para todos os tratamentos térmicos (com exceção do de 60°C que será analisado mais a frente) a glicerina e o ácido cítrico influenciam negativamente o módulo de ruptura (MOR), como pode ser visto nas Figura 15.

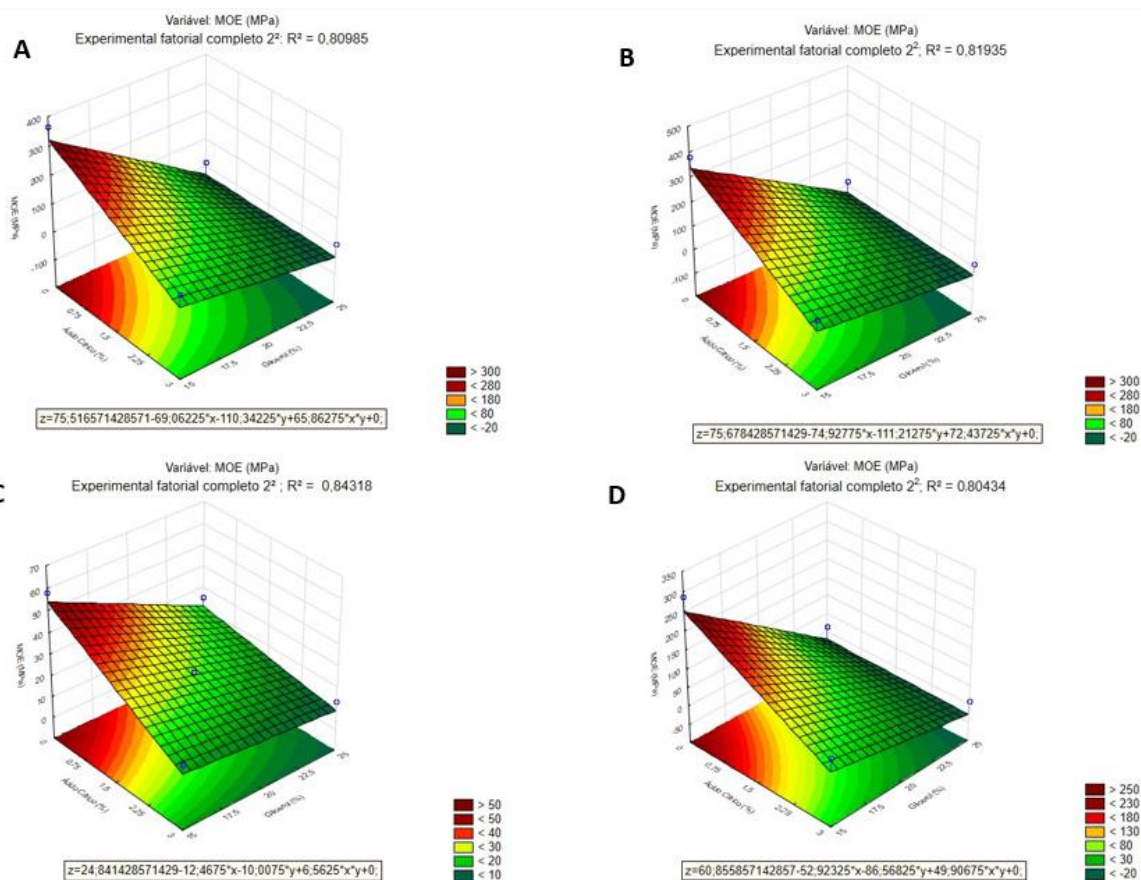
Figura 15 – Curvas de superfície para o MOR nas amostras taradas a: [A] TA, [B] 30°C, [C] -18°C e [D] 4°C



Fonte: Autoria própria.

O módulo de elasticidade foi o que foi afetado de maneira mais significativa. Sendo que o mesmo tende a diminuir com o aumento da glicerina, e ácido cítrico independente do tratamento. Conforme figura 16.

Figura 16– Curvas de superfície para o MOE nas amostras taradas a: [A] TA, [B] 30°C, [C] -18°C e [D] 4°C

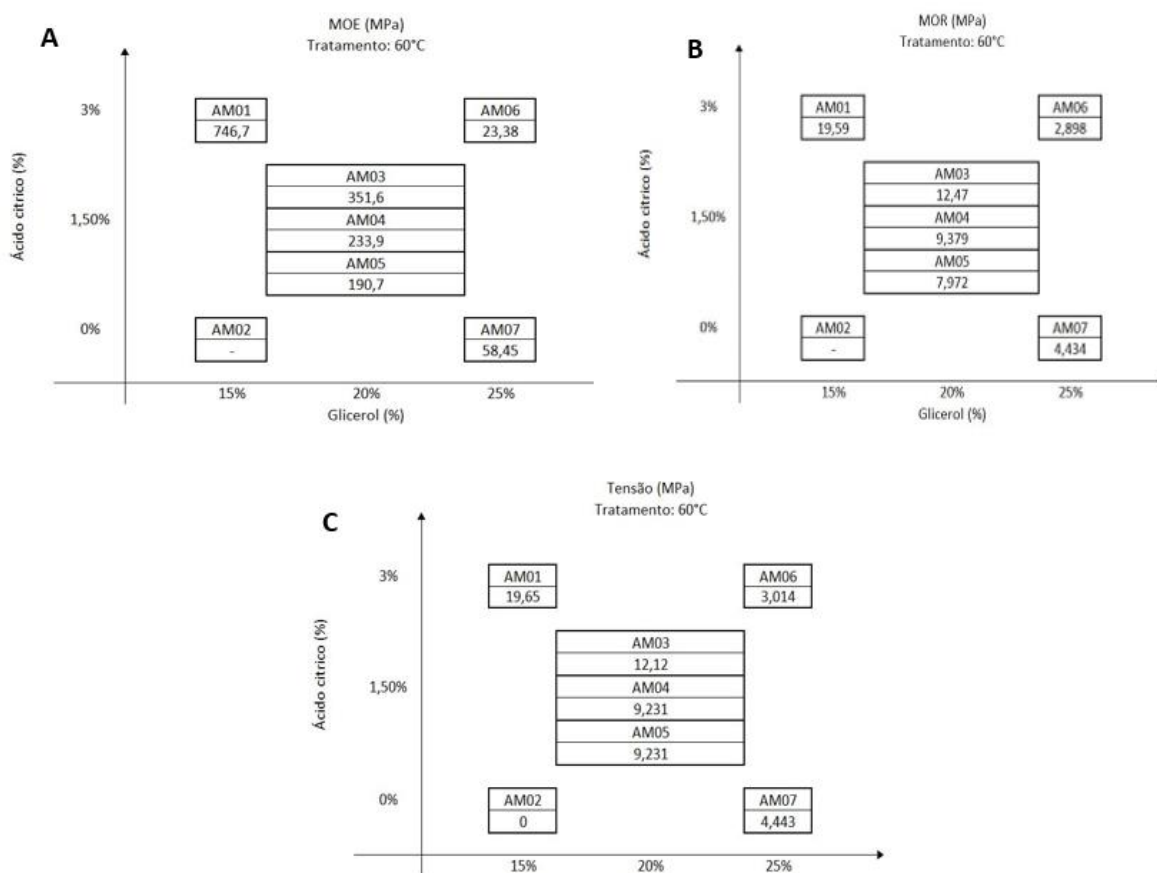


Fonte: Autoria própria.

Como já citado, em função da não possibilidade de ensaiar a amostra AM02 (60°C) optou se por fazer um gráfico bidimensional explorando suas propriedades.

Conforme visto na Figura 17, existe uma tendência de a glicerina diminuir o coeficiente de elasticidade, modulo de ruptura e tensão. Não é possível tirar conclusões definitivas a respeito da influência do ácido cítrico visto que os valores se contradizem para as amostras com 15 e 25% de glicerina.

Figura 17– Gráficos para análise das amostras tratadas a 60°C, sendo: [A] MOE, [B] MOR e [C] Tensão



Fonte: Autoria própria.

Observou-se, contudo, um aumento bastante significativo para os valores de MOR e MOE para as amostras tratadas a 60°C conforme pode ser observado respectivamente nas tabelas XX e XY. Tal resultado pode ser consequência tanto do aumento do grau de recristalinização, aumento do reticulado, quanto ao processo de aproximação das cadeias em função da desidratação.

Tabela 3 - Resultados numéricos do modulo de ruptura

	MOR (MPa)				
	-18	4	TA	30	60
AM01	5,423	5,528	6,452	3,904	19,59
AM02	7,921	9,919	8,634	6,104	
AM03	2,279	2,928	3,067	3,802	12,47
AM04	3,039	4,065	2,964	4,118	9,379
AM05	3,11	3,33	4,183	3,436	7,972
AM06	1,849	2,32	2,07	2,184	2,898
AM07	2,346	2,285	2,347	2,961	4,434

Fonte: Autoria própria.

Tabela 4 – Resultados numéricos do modulo de elasticidade

	MOE (MPa)				
	-18	4	TA	30	60
AM01	81,04	86,37	97,15	20,19	746,7
AM02	286,7	381,1	367	58,25	
AM03	7,394	11,2	9,525	15,5	351,6
AM04	12,73	14,79	12,61	17,21	233,9
AM05	16,66	13,67	19,55	24,33	190,7
AM06	7,717	8,819	8,191	13,3	23,38
AM07	13,75	13,8	14,59	25,11	58,45

Fonte: Autoria própria.

### 4.3 Escolha das melhores amostras

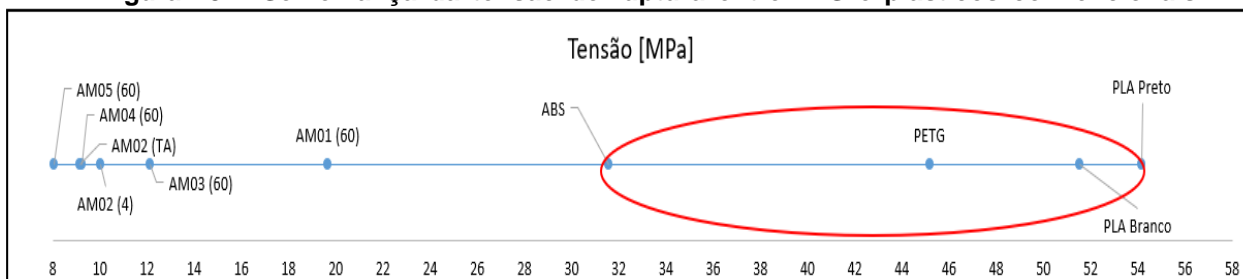
Cinco amostras de amido termoplástico foram escolhidas como sendo as com propriedades mais parecidas com as dos plásticos com aplicação em manufatura aditiva (ABS, PETG e PLA). Dessa maneira procurou se poupar tempo,

testando na impressora apenas os materiais com real chance de aplicação na impressão 3D.

Para tal escolha foram usados como critério a semelhança da tensão de ruptura, deformação específica e módulo de elasticidade dos diferentes TPS com os plásticos industriais. Tais atributos foram escolhidos pois definem características importantes tanto do produto final, quanto do processo de fabricação.

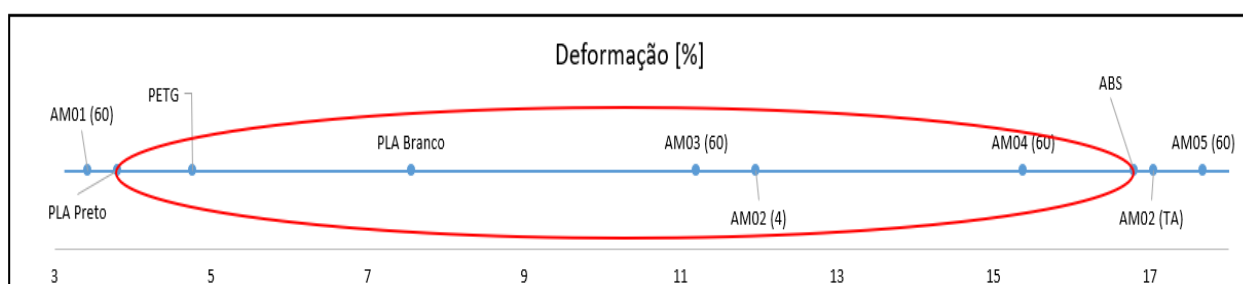
Os resultados podem ser observados nas Figuras 18, 19 e 20.

**Figura 18 – Semelhança da tensão de ruptura entre TPS e plásticos convencionais**



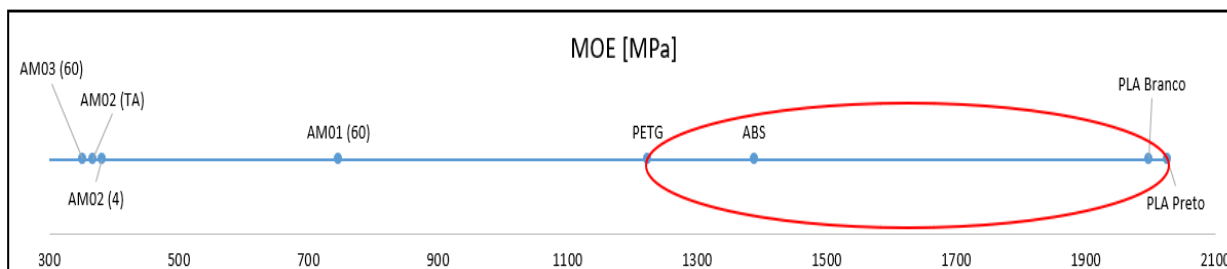
Fonte: Autoria própria.

**Figura 19 – Semelhança da deformação entre TPS e plásticos convencionais**



Fonte: Autoria própria.

**Figura 20 – Semelhança do módulo de elasticidade do TPS e plásticos convencionais**



**Fonte: Autoria própria.**

Nota-se que tanto a tensão de ruptura quanto o módulo de elasticidade dos plásticos convencionais são maiores que os dos TPS, e que nenhuma amostra de amido termoplástico se aproxima de tais valores. Apenas em relação à deformação, pode-se afirmar que há amostras de TPS que apresentam resultados similares aos outros plásticos.

Com base nos resultados, pode-se afirmar que as amostras AM01 (60), AM03 (60), AM04 (60), AM02 (4) e AM02 (TA) figuram entre as com resultados que mais se aproximam do ABS, PETG e PLA, e por isso foram as escolhidas para o teste empírico de impressão e análise térmica.

#### 4.4 Análise Térmica Diferencial (ATD)

As curvas do ensaio de análise térmica podem ser observadas no Apêndice C. A partir delas é possível estabelecer a faixa de temperatura de fusão das amostras AM01 (60), AM03 (60), AM04 (60) e AM02 (4) conforme demonstrado na Tabela 3.

Durante a análise térmica pode se observar que na amostra tratada a 4°C houve evaporação de gases, formação de bolhas e expansão do material durante o processo de fusão, provando que ainda havia água retida no monofilamento. fenômeno que não ocorreu nas análises tratadas a 60°C.

Nas curvas dos materiais tratados a 60°C (AM01 60, AM03 60 e AM04 60) pode se observar um segundo vale, que não existe nas curvas das demais amostras (a 4°C e a temperatura ambiente). Esses vales podem indicar a

transformação da mistura em carbono. Vale lembrar também que ligações cruzadas tendem a virar carbono mais rapidamente. O vale maior nas curvas com mais ácido cítrico e tratamento térmico a maior temperatura indicam uma relação direta entre esses dois fatores e a quantidade de ligações cruzadas.

**Tabela 5 – Resultados da análise térmica**

Amostra	Início da fusão [°C]	Pico de fusão [°C]	Final da fusão [°C]	Início Decomposição [°C]
AM01 (60)	96,6	140,7	208,9	255
AM03 (60)	94,5	141,7	206,8	260
AM04 (60)	107	141,7	201	250
AM02 (04)	95,5	140,7	210	280
AM02 (TA)	98,7	139,6	222,6	285

**Fonte: Autoria própria.**

#### 4.5 Resumo dos resultados

Para melhor entender como as quantidades de ácido cítrico e glicerina influenciaram as diferentes propriedades do monofilamento de amido termoplástico submetidos aos diferentes tratamentos térmicos, foi feita uma comparação entre as curvas de superfície de resposta e gráficos de Pareto para a visualização da influência dos componentes nas diferentes propriedades do material tratado a - 18°C, 4°C, TA e 30°C. Não foi possível analisar da mesma maneira as amostras tratadas a 60°C, pois não foi possível completar o ensaio de tração conforme explicado anteriormente.

Neste tópico iremos abordar apenas as propriedades que foram alteradas de maneira significativas, sendo elas: MOR, MOE e tensão.

As correlações entre amostras tratadas estão resumidas na Tabela 4, na qual é possível observar se a composição e/ou o tratamento aumenta ou diminuem certa propriedade. As influências que são de fato relevantes de acordo com o critério de 95% de intervalo de confiança estão marcados em amarelo.

**Tabela 6 – Resumo da influência do tratamento térmico e composição na força, módulo de ruptura, tensão e módulo de elasticidade.**

Tratamento térmico	Adição do Componente	Propriedade	
		MOR	MOE
-18°C	Glicerina [%]	↓	↓
	Ácido cítrico [%]	↓	↓
	Glicerina e Ácido cítrico [%]	↑	↑
4°C	Glicerina [%]	↓	↓
	Ácido cítrico [%]	↓	↓
	Glicerina e Ácido cítrico [%]	↑	↑
TA	Glicerina [%]	↓	↓
	Ácido cítrico [%]	↓	↓
	Glicerina e Ácido cítrico [%]	↑	↑
30°C	Glicerina [%]	↓	↓
	Ácido cítrico [%]	↓	↓
	Glicerina e Ácido cítrico [%]	↑	↑

Fonte: Autoria própria.

A quantidade de glicerina foi a variável que se apresentou como sendo a mais relevante visto que tem influência negativa considerável sobre o módulo de ruptura, tensão e módulo de elasticidade. Comportamento esse que independe do tipo de tratamento térmico. Este desempenho pode ser explicado pelo efeito plastificante da glicerina que como explicado anteriormente substitui as interações entre o amido por interações amido plastificante, aumentando assim a mobilidade das cadeias deixando o material mais flexível. Com menos ligações de hidrogênio, a tensão tende a diminuir e sua deformação aumentar efeitos que levam a queda nos valores do módulo de ruptura e módulo de elasticidade.

O valor sozinho de ácido cítrico apesar de apenas relevante nas amostras tratadas a 30°C e no que tange o MOE, tem uma tendência clara de também diminuir os valores de tensão, módulo de ruptura e módulo de elasticidade. Comportamento interessante visto que existe uma tendência de aumento das ligações cruzadas com a adição de ácido, o que deixaria o material mais resistente e com propriedades contrárias as apresentadas. Logo acredita-se que exista um ponto ótimo para a adição de ácido, no qual há também aumento do reticulado, passando-se esse ponto o ácido cítrico faz a hidrólise das cadeias de amido, decompondo-as, o que explica os resultados apresentados.

Em relação à adição de ácido cítrico e glicerina, sabe-se da literatura que o uso dos dois componentes aumenta ainda mais a capacidade de reticulação do amido, visto que as moléculas de glicerina e ácido cítrico facilitam a ligação das cadeias de amido conforme apresentado na Figura 5. Como mais ligações cruzadas as amostras se tornam mais densas, e rígidas, o que leva a um aumento mesmo que muitas vezes não significativo (dentro do intervalo de confiança de 95%) na tensão módulo de ruptura, e módulo de elasticidade, conforme pode ser observado na maioria dos casos da Tabela 4.

Vale notar que na amostra tratada a 30°C o efeito negativo do ácido cítrico na tensão e MOR foi muito mais acentuado. Efeito que se deve provavelmente ao fato da temperatura mais elevada acelerar o processo de hidrólise que enfraquece o material. Não seria errado pressupor que tal consequência se extrapole também para as amostras tratadas a 60°C. Observa-se também que na amostra tratada a 30°C a tensão, MOR e MOE aumentam com a adição de ácido cítrico e glicerina mostrando uma possível tendência de aumento de ligações cruzadas e ou recristalização com o aumento da temperatura.

#### **4.2. Impressão 3D**

A partir dos resultados da análise térmica optou se por começar os testes de impressão com a temperatura do bico setada em 100°C e se aumentou gradualmente essa temperatura a fim de se determinar o melhor valor.

Optou-se por começar com a amostra AM01 (60) com um bico com espessura de saída de 0,4 mm. As temperaturas utilizadas foram 130°C, 150°C, 170°C, 200°C e 210°C. Em nenhuma das temperaturas a amostra amoleceu o suficiente para que o motor de passo fosse capaz de extrudar o material. Finalmente a 210°C o material de amido termoplástico fundiu entupindo o bico da impressora sem que nenhum material fosse extrudado. Após realizada a troca do bico de 0,4 mm para 1,2 mm utilizou-se a mesma amostra a 150°C para nova tentativa de impressão, ocorrendo o mesmo fenômeno anteriormente descrito e havendo novamente o entupimento do bico.

O mesmo comportamento se repetiu para o próximo material analisado. A amostra AM04 (60) foi submetida a temperaturas de 100°C, 140°C, 150°C, 160°C, 170°C, 180°C, 190°C e 200°C em nenhuma das temperaturas o motor da impressora foi capaz de empurrar o material através do bico de 1,2 mm.

Por fim tentou-se imprimir o material AM02 (TA) também com bico de 1,2 mm. A temperatura inicial foi 140°C que foi o suficiente para fundir o material e entupir o bico, de maneira análoga a amostra AM01 (60), mais uma vez não foi possível realizar a impressão do material.

Notou-se que nas três tentativas realizadas em material tratado a 60°C e em temperatura ambiente, o material, amolecia apenas um pouco antes de se degradar e carbonizar, mesmo o ensaio de análise térmica indicando uma faixa clara de fusão. Como a amostra AM03 (60) possui a mesma composição da amostra AM04 (60) e em função do tempo gasto e trabalho necessário para se desmontar e desentupir o bico de impressão optou-se por realizar apenas a tentativa de impressão nas análises acima descritas.

É provável que as análises tenham virado carbono ao invés de se fundir conforme mostrado em algumas das curvas de análise térmica.

## 5. CONCLUSÕES

Obteve-se com sucesso monofilamentos com diâmetros próximos a 1,7 mm com todas as diferentes proporções de ácido cítrico e glicerina, provando que filamentos de amido termoplástico podem, com certa facilidade, ser obtidos através da extrusão.

Pode-se determinar pelo ensaio de tração que as propriedades mecânicas, assim como tensão, força máxima, módulo de elasticidade e módulo de ruptura são bastante inferiores se comparadas aos plásticos comerciais, o que pode dificultar ou impedir a utilização do TPS para certos usos industriais.

A adição de glicerina por quebrar as ligações de hidrogênio entre as cadeias de amido deixa o material com MOR, MOE e tensão menor, sendo ela o componente que mais influenciou nas propriedades mecânicas das amostras de TPS.

O ácido cítrico, ao contrário do que se imaginava, não aumentou propriedades como módulo de ruptura, MOE e tensão, ao aumentar o número de ligações cruzadas, seu excesso na composição pode levar à hidrólise das cadeias de amido, decompondo o material.

A adição de ácido cítrico e glicerina levou a um possível aumento das ligações cruzadas na composição. Esta reticulação é também favorecida com o tratamento de 30°C e 60°C. As ligações, apesar de aumentarem o MOE e MOR característica que é positiva, fazem com que ele carbonize ao invés de fundir, dificultando seu uso na manufatura aditiva.

As amostras testadas, principalmente as com adição de ácido cítrico, não servem para a impressão 3D, pois decompõem; uma alternativa mais interessante seria talvez uma amostra entre 15% e 25% de glicerina sem a adição de ácido.

Com o aumento significativo do MOR e MOE nas amostras tratadas a 60°C

pode se supor que exista um aumento do grau de cristalinidade, reticulado e/ou aproximação de cadeias no material em função do aumento da temperatura. Temperaturas negativas e frias não pareceram influenciar o material de nenhuma maneira.

## 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tendo em vista o interesse em utilizar o TPS para impressão no processo de manufatura aditiva, sugere-se em trabalhos futuros refazer os testes de impressão com todas as análises (diferentes constituições e tratamentos térmicos), a fim de se verificar se há diferenças nos processos de impressão. Ainda em relação à impressão sugere-se testar, de maneira mais ampla a influência da temperatura do bico da impressora.

É indicado repetir o trabalho apresentado para as amostras tratadas termicamente a 60°C, visto que essas apresentaram resultados mais próximos de material comerciais, porém não puderam ser analisadas as superfícies de resposta devido a impossibilidade de realizar o ensaio de tração na amostra AM02.

Uma calorimetria diferencial de varredura (DSC) das amostras poderia fornecer mais dados para a caracterização das propriedades físico químicas do material podendo-se assim determinar o calor específico, temperatura de cristalização, e temperatura de fusão do material, além de determinar qual o grau de cristalinidade da amostra, podendo-se assim atribuir quais características se devem a recristalização e quais se devem a presença de ligações cruzadas.

O ensaio de absorção de água em meio saturado também poderia apresentar resultados interessantes, indicando se algum dos tratamentos alterou essa propriedade. O mesmo se aplica para um teste com relação a biodegradabilidade do material.

Testar outras composições de amido e glicerina, deixando de lado o ácido cítrico, evitando assim ligações cruzadas, impedindo assim que a amostra carbonize ao invés de fundir, permitindo a prototipagem numa impressora 3D.

## REFERÊNCIAS

ABDELWAHAB, M. A.; FLYNN, A.; CHIOU, B. SEN; IMAM, S.; ORTS, W.; CHIELLINI, E. Thermal, mechanical and morphological characterization of plasticized PLA-PHB blends. **Polymer Degradation and Stability**, v. 97, n. 9, p. 1822–1828, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.05.036>>.

AGUIRRE, J. F.; OSELLA, C. A.; CARRARA, C. R.; SÁNCHEZ, H. D.; BUERA, M. D. P. Effect of storage temperature on starch retrogradation of bread staling. **Starch/Staerke**, v. 63, n. 9, p. 587–593, 2011.

ALY, A. A. Heat Treatment of Polymers: A Review. **International Journal of Materials Chemistry and Physics**, v. 1, n. 2, p. 132–140, 2015. Disponível em: <<http://www.aiscience.org/journal/ijmcp>>.

BRITO, G. F.; AGRAWAL, P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. Biopolímeros, polímeros biodegradáveis e polímeros verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 6, n. 2, p. 127–139, 2011.

CALLISTER, J. W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma Introdução**.

Rio de Janeiro, RJ, BR: LTC, 2008.

CHAN, B. P.; LEONG, K. W. Scaffolding in tissue engineering: General approaches and tissue-specific considerations. **European Spine Journal**, v. 17, n. SUPPL. 4, 2008.

CHUANXING, F. Effects of Pea Protein on the Properties of Potato Starch-Based 3D Printing Materials Abstract : p. 1–10, 2018.

KUO, C. C.; LIU, L. C.; TENG, W. F.; CHANG, H. Y.; CHIEN, F. M.; LIAO, S. J.; KUO, W. F.; CHEN, C. M. Preparation of starch/acrylonitrile-butadiene-styrene copolymers (ABS) biomass alloys and their feasible evaluation for 3D printing

applications. **Composites Part B: Engineering**, v. 86, p. 36–39, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.10.005>>.

LAM, C. X. F.; MO, X. M.; TEOH, S. H.; HUTMACHER, D. W. Scaffold development using 3D printing with a starch-based polymer. **Materials Science and Engineering C**, v. 20, n. 1–2, p. 49–56, 2002.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Filmes de amido: Produção, propriedades e potencial de utilização. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 1, p. 137–156, 2010.

MOSCICKI, L. **Extrusion-Cooking Techniques**. [S.l: s.n.], 2011.

MOSCICKI, L. JANSSEN, L. **Thermoplastic Starch: A Green Material For Various Industries**. [S.l: s.n.], 2010.

MOHANTY, S.; LARSEN, L.; TRIFOL, J. et al. **Fabrication of scalable and structured tissue engineering scaffolds using water dissolvable sacrificial 3D printed moulds**. *Materials Science and Engineering C*, v. 55, p. 569–578, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2015.06.002>>.

NAFCHI, A. M.; MORADPOUR, M.; SAEIDI, M.; ALIAS, A. K. Thermoplastic starches: Properties, challenges, and prospects. **Starch/Staerke**, v. 65, n. 1–2, p. 61–72, 2013.

REDDY, N.; YANG, Y. Citric acid cross-linking of starch films. **Food Chemistry**, v. 118, n. 3, p. 702–711, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.05.050>>.

ROSLAN, M. R.; NASIR, N. F. M.; CHENG, E. M.; AMIN, N. A. M. Tissue engineering scaffold based on starch: A review. **International Conference on Electrical, Electronics, and Optimization Techniques, ICEEOT 2016**, p. 1857–1860, 2016.

SOUZA, R. C. R.; ANDRADE, C. T. Investigação dos Processos de Gelatinização e Extrusão de Amido de Milho. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 10, n. 1, p. 24–30, 2000.

WANG, S.; LI, C.; COPELAND, L.; NIU, Q.; WANG, S. Starch

Retrogradation: A Comprehensive Review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 14, n. 5, p. 568–585, 2015.

## APÊNDICE A - Relatórios de ensaio de tração

### UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ Núcleo de Pesquisa Tecnológica

#### Relatório de Ensaio

Maquina: Emic DL10000 Célula: Trd 21 Extensômetro: - Data: 31/08/2018 Hora: 19:14:42 Trabalho n° 0822

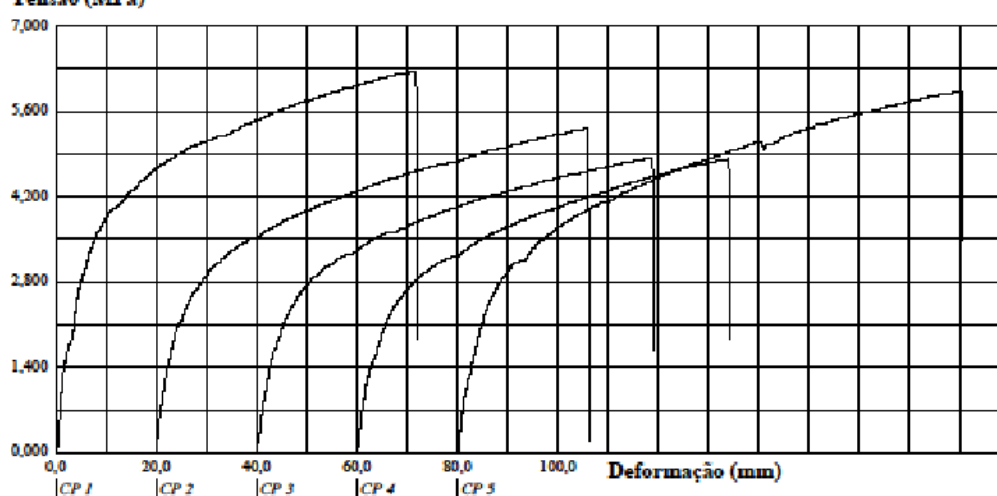
Programa: Tesc versão 3.04

Método de Ensaio: Tração monofilamento 500N

Ident. Amostra: \*\*\*\*\* ALUNO: Raul e Lucas MATERIAL: AM01 IDADE: -18

Corpo de Prova	Diâmetro (mm)	Força Máxima (N)	Tensão (MPa)	Deformação Máxima (mm)	Deformação Específica (%)	MOE (MPa)	MOE SEC (MPa)	MOR (MPa)
CP 1	1,88	17,35	6,25	72,05	28,8205	*	116,57	6,25
CP 2	2,03	17,19	5,31	86,38	34,5538	*	74,75	5,31
CP 3	2,10	16,71	4,83	79,28	31,7121	*	76,69	4,82
CP 4	2,00	15,14	4,82	74,34	29,7371	*	71,02	4,81
CP 5	1,92	17,16	5,93	100,78	40,3122	*	66,16	5,93
Media	1,986	16,71	5,426	82,57	33,03	*	81,04	5,423
Mediana	2,000	17,16	5,312	79,28	31,71	*	74,75	5,312
Desv. Padrão	0,08764	0,9089	0,6460	11,57	4,627	*	20,27	0,6497
Coef. Var. (%)	4,413	5,440	11,91	14,01	14,01	*	25,01	11,98
Mínimo	1,880	15,14	4,819	72,05	28,82	*	66,16	4,808
Máximo	2,100	17,35	6,249	100,8	40,31	*	116,6	6,249

Tensão (MPa)







































**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**  
Núcleo de Pesquisa Tecnológica

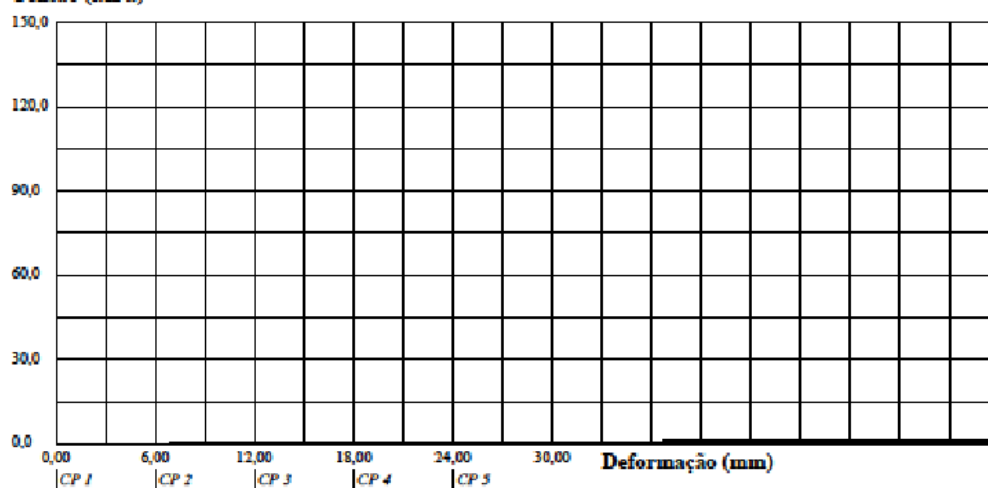
**Relatório de Ensaio**

Maquina: Emic DL10000    Celula: Trd 21    Extensômetro: -    Data: 29/08/2018    Hora: 21:31:22    Trabalho n° 0798  
Programa: Tesc versão 3.04    Método de Ensaio: Tração monofilamento 500N

Ident. Amostra: \*\*\*\*\*ALUNO: Lucas e Raul    MATERIAL: AM06    IDADE: TA

Corpo de Prova	Diâmetro (mm)	Força Máxima (N)	Tensão (MPa)	Deformação Máxima (mm)	Deformação Específica (%)	MOE (MPa)	MOE SEC (MPa)	MOR (MPa)
CP 1	1,75	5,15	2,14	106,88	42,7538	*	7,82	2,14
CP 2	1,68	4,53	2,05	104,16	41,6621	*	7,51	2,04
CP 3	1,73	4,72	2,01	104,57	41,8288	*	7,09	1,98
CP 4	1,57	4,11	2,12	72,30	28,9204	*	10,96	2,12
CP 5	1,72	4,33	1,86	90,82	36,3288	*	7,59	*
Media	1,690	4,563	2,036	95,75	38,30	*	8,191	2,070
Mediana	1,720	4,533	2,045	104,2	41,66	*	7,586	2,079
Desv. Padrão	0,07176	0,3981	0,1107	14,55	5,819	*	1,568	0,07492
Coef. Var.(%)	4,246	8,715	5,439	15,19	15,19	*	19,14	3,620
Mínimo	1,570	4,106	1,863	72,30	28,92	*	7,087	1,979
Máximo	1,750	5,149	2,141	106,9	42,75	*	10,96	2,141

**Tensão (MPa)**



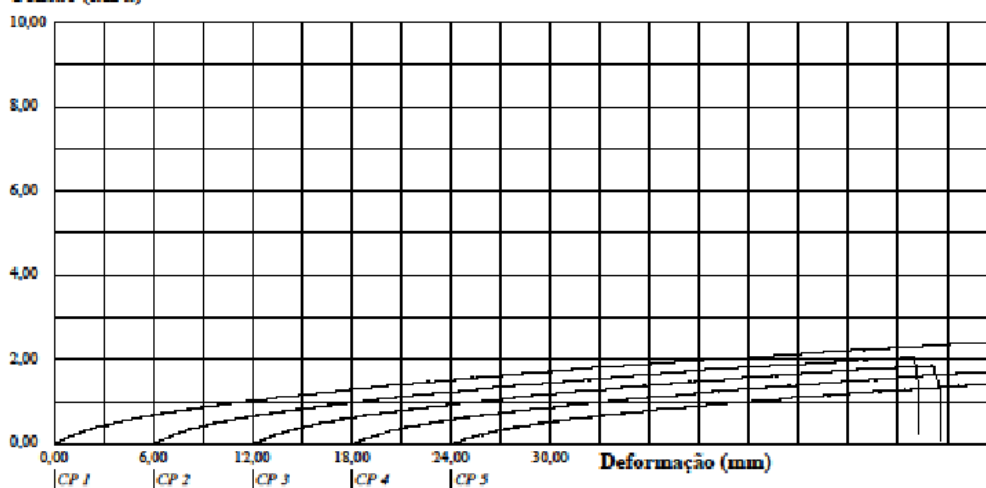
**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**  
Núcleo de Pesquisa Tecnológica

**Relatório de Ensaio**

Maquina: Emic DL10000    Celula: Trd 21    Extensômetro: -    Data: 29/08/2018    Hora: 21:46:33    Trabalho n.º 0799  
Programa: Tesc versão 3.04    Método de Ensaio: Tração monofilamento 500N  
Ident. Amostra: \*\*\*\*\*ALUNO: Lucas e Raul    MATERIAL: AM07    IDADE: TA

Corpo de Prova	Diâmetro (mm)	Força Máxima (N)	Tensão (MPa)	Deformação Máxima (mm)	Deformação Específica (%)	MOE (MPa)	MOE SEC (MPa)	MOR (MPa)
CP 1	1,88	7,95	2,87	82,16	32,8621	*	14,45	2,87
CP 2	1,93	6,02	2,06	46,28	18,5121	*	17,32	2,06
CP 3	1,78	4,65	1,87	41,61	16,6455	*	17,75	1,87
CP 4	1,88	7,25	2,61	88,38	35,3538	*	11,83	2,59
CP 5	1,85	5,97	2,22	75,84	30,3371	*	11,57	*
Media	1,864	6,371	2,326	66,86	26,74	*	14,59	2,347
Mediana	1,880	6,022	2,221	75,84	30,34	*	14,45	2,326
Desv. Padrão	0,05505	1,277	0,4075	21,44	8,576	*	2,923	0,4623
Coef. Var.(%)	2,953	20,04	17,52	32,07	32,07	*	20,04	19,70
Mínimo	1,780	4,653	1,870	41,61	16,65	*	11,57	1,870
Máximo	1,930	7,955	2,866	88,38	35,35	*	17,75	2,866

**Tensão (MPa)**





































Identificação	Diâmetro	Força máxima	Tensão	Deformação máxima	Deformação específica	MOE	MOR
---------------	----------	--------------	--------	-------------------	-----------------------	-----	-----

## APÊNDICE B – Tabela de resultados completa para ensaio de tração

Identificação			Diâmetro	Força máxima	Tensão	Deformação máxima	Deformação específica	MOE	MOR
Tratamento	Amostra	-	(mm)	(N)	(Mpa)	(mm)	(%)	(MPa)	(MPa)
-18	AM01	Média	1,986	16,71	5,426	82,57	33,03	81,04	5,423
-18	AM01	Mediana	2	17,16	5,312	79,28	31,71	74,75	5,312
-18	AM01	Desv.Padrão	0,08764	0,9089	0,646	11,57	4,627	20,27	0,650
-18	AM01	Coef.Var.(%)	4,413	5,44	11,91	14,01	14,01	25,01	11,980
-18	AM01	Mínimo	1,88	15,14	4,819	72,05	28,82	66,16	4,808
-18	AM01	Máximo	2,1	17,35	6,249	100,8	40,31	116,6	6,249
-18	AM02	Média	1,91	22,67	7,918	69,88	27,95	286,7	7,921
-18	AM02	Mediana	1,9	22,8	7,851	72,66	29,06	286,9	7,944
-18	AM02	Desv.Padrão	0,03742	0,8035	0,3414	11,26	4,503	21,64	0,381
-18	AM02	Coef.Var.(%)	1,959	3,544	4,312	16,11	16,11	7,549	4,813
-18	AM02	Mínimo	1,88	21,79	7,481	56,05	22,42	258,3	7,481
-18	AM02	Máximo	1,97	23,71	8,326	83,38	33,35	308,9	8,313
-18	AM03	Média	2,846	14,51	2,282	143,7	57,49	7,394	2,279
-18	AM03	Mediana	2,88	14,61	2,235	149,6	59,84	6,735	2,235
-18	AM03	Desv.Padrão	0,09127	1,123	0,1578	20,81	8,322	1,531	0,161
-18	AM03	Coef.Var.(%)	3,207	7,736	6,916	14,48	14,48	20,7	7,046
-18	AM03	Mínimo	2,75	12,66	2,131	114,5	45,79	6,032	2,120
-18	AM03	Máximo	2,95	15,62	2,546	165,4	66,18	9,824	2,546
-18	AM04	Média	1,896	8,588	3,045	94,53	37,81	12,73	3,039
-18	AM04	Mediana	1,93	8,348	3,139	91,63	36,65	12,77	3,119
-18	AM04	Desv.Padrão	0,08961	0,8627	0,2638	5,532	2,213	1,321	0,264
-18	AM04	Coef.Var.(%)	4,726	10,05	8,665	5,852	5,852	10,37	8,699
-18	AM04	Mínimo	1,8	7,715	2,637	90,03	36,01	10,6	2,631
-18	AM04	Máximo	1,98	9,853	3,281	103,6	41,45	14,15	3,281
-18	AM05	Média	2,034	10,22	3,159	86,06	34,42	16,66	3,110
-18	AM05	Mediana	2,07	10,5	3,335	85,86	34,35	16,2	3,087
-18	AM05	Desv.Padrão	0,1193	0,7917	0,3086	12,15	4,858	1,655	0,333
-18	AM05	Coef.Var.(%)	5,865	7,747	9,771	14,11	14,11	9,93	10,720
-18	AM05	Mínimo	1,85	9,289	2,809	71,13	28,45	14,73	2,809
-18	AM05	Máximo	2,17	11,22	3,456	101,2	40,5	18,71	3,456
-18	AM06	Média	1,868	5,111	1,856	90,91	36,37	7,717	1,849
-18	AM06	Mediana	1,9	5,132	1,773	91,63	36,65	7,563	1,773
-18	AM06	Desv.Padrão	0,08167	0,9185	0,2552	15,13	6,053	1,35	0,258
-18	AM06	Coef.Var.(%)	4,372	17,97	13,75	16,65	16,65	17,49	13,960
-18	AM06	Mínimo	1,73	3,712	1,579	74,26	29,7	6,505	1,557
-18	AM06	Máximo	1,93	6,176	2,178	107,9	43,16	9,993	2,172
-18	AM07	Média	1,9	6,668	2,366	72,02	28,81	13,75	2,346
-18	AM07	Mediana	1,95	6,672	2,412	74,09	29,64	13,69	2,257
-18	AM07	Desv.Padrão	0,0946	0,4179	0,2861	7,84	3,136	1,351	0,332
-18	AM07	Coef.Var.(%)	4,979	6,267	12,09	10,88	10,88	9,824	14,130
-18	AM07	Mínimo	1,78	6,21	2,079	58,74	23,5	12,08	2,079
-18	AM07	Máximo	2	7,202	2,791	79,43	31,77	15,67	2,791

Tratamento	Amostra	-	(mm)	(N)	(Mpa)	(mm)	(%)	(MPa)	(MPa)
4	AM01	Média	2,452	26,52	5,529	80,63	32,25	86,37	5,528
4	AM01	Mediana	2,55	29,92	5,543	82,11	32,85	91,09	5,543
4	AM01	Desv.Padrão	0,3233	6,882	0,2769	20,4	8,158	21,84	0,277
4	AM01	Coef.Var.(%)	13,18	25,96	5,009	25,29	25,29	25,28	5,008
4	AM01	Mínimo	1,93	16,22	5,15	55,36	22,15	63,08	5,150
4	AM01	Máximo	2,73	32,21	5,859	108,8	43,53	117,7	5,859
4	AM02	Média	1,658	21,67	10,04	29,9	11,96	381,1	9,919
4	AM02	Mediana	1,63	21,54	10,06	27,59	11,04	398,8	9,938
4	AM02	Desv.Padrão	0,169	3,364	0,7531	7,481	2,992	71,23	0,718
4	AM02	Coef.Var.(%)	10,19	15,52	7,499	25,02	25,02	18,69	7,236
4	AM02	Mínimo	1,47	17,07	9,111	25,18	10,07	281,2	9,040
4	AM02	Máximo	1,92	26,38	10,86	43,07	17,23	473,9	10,680
4	AM03	Média	1,91	8,454	2,953	101	40,41	11,2	2,928
4	AM03	Mediana	1,9	8,434	3,002	101,1	40,45	11,01	2,982
4	AM03	Desv.Padrão	0,03082	0,3672	0,1636	6,006	2,402	0,5739	0,183
4	AM03	Coef.Var.(%)	1,614	4,343	5,539	5,944	5,944	5,123	6,235
4	AM03	Mínimo	1,87	7,972	2,669	91,34	36,54	10,56	2,664
4	AM03	Máximo	1,95	8,878	3,083	107,1	42,85	12,09	3,083
4	AM04	Média	1,776	9,956	4,026	105,2	42,09	14,79	4,065
4	AM04	Mediana	1,78	9,665	3,877	106,1	42,44	13,52	3,798
4	AM04	Desv.Padrão	0,03286	0,5304	0,3391	6,603	2,641	2,467	0,465
4	AM04	Coef.Var.(%)	1,85	5,328	8,422	6,276	6,276	16,67	11,430
4	AM04	Mínimo	1,72	9,443	3,795	94,61	37,85	13,01	3,795
4	AM04	Máximo	1,8	10,69	4,602	112,7	45,08	18,95	4,602
4	AM05	Média	1,918	9,874	3,427	99,41	39,76	13,67	3,330
4	AM05	Mediana	1,95	9,888	3,38	97,74	39,1	13,84	3,291
4	AM05	Desv.Padrão	0,05404	0,2581	0,2617	4,65	1,86	0,8281	0,204
4	AM05	Coef.Var.(%)	2,817	2,614	7,639	4,677	4,677	6,058	6,134
4	AM05	Mínimo	1,85	9,597	3,16	95,61	38,25	12,56	3,137
4	AM05	Máximo	1,97	10,16	3,78	106,8	42,74	14,65	3,600
4	AM06	Média	1,76	5,611	2,322	96,93	38,77	8,819	2,320
4	AM06	Mediana	1,77	5,44	2,183	96,28	38,51	8,602	2,183
4	AM06	Desv.Padrão	0,0755	0,307	0,3037	4,533	1,813	0,8631	0,300
4	AM06	Coef.Var.(%)	4,29	5,471	13,08	4,677	4,677	9,787	12,940
4	AM06	Mínimo	1,65	5,372	2,124	91,36	36,55	8,239	2,124
4	AM06	Máximo	1,85	6,09	2,848	104	41,59	10,33	2,840
4	AM07	Média	2,096	7,886	2,287	70,73	28,29	13,8	2,285
4	AM07	Mediana	2,08	7,647	2,269	71,88	28,75	12,51	2,257
4	AM07	Desv.Padrão	0,1911	1,337	0,2705	11,14	4,455	3,55	0,271
4	AM07	Coef.Var.(%)	9,119	16,96	11,83	15,75	15,75	25,72	11,850
4	AM07	Mínimo	1,9	6,62	1,948	57,86	23,15	11,7	1,948
4	AM07	Máximo	2,35	9,528	2,697	86,97	34,79	20,12	2,697

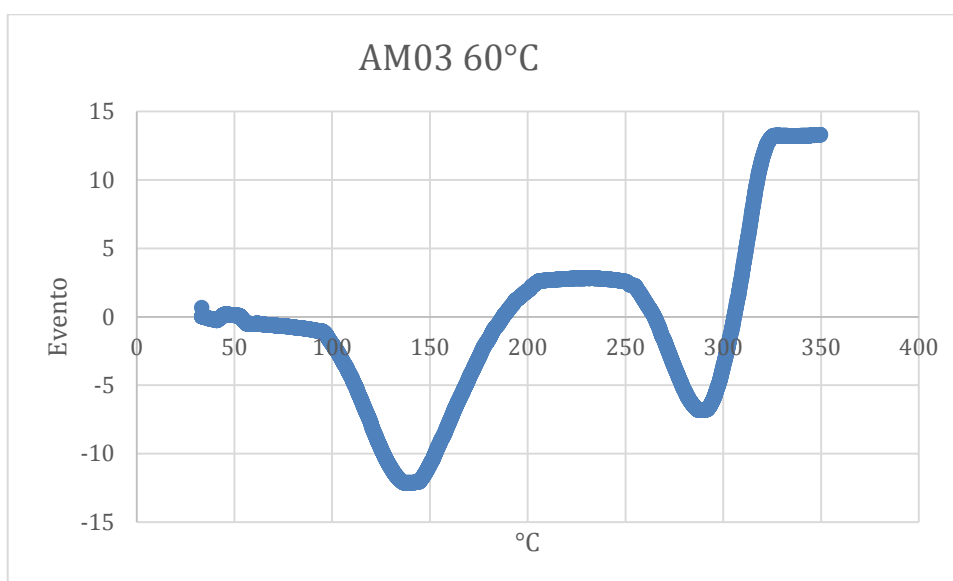
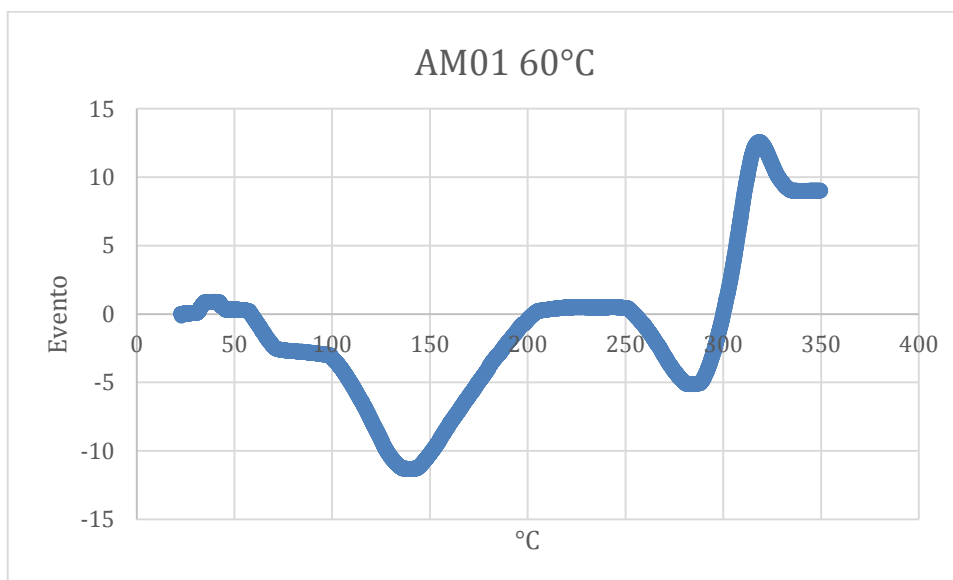
Identificação			Diâmetro	Força máxima	Tensão	Deformação máxima	Deformação específica	MOE	MOR
Tratamento	Amostra	-	(mm)	(N)	(Mpa)	(mm)	(%)	(MPa)	(MPa)
TA	AM01	Média	1,956	18,77	6,242	82,55	33,02	97,15	6,452
TA	AM01	Mediana	1,93	19,52	6,214	77,76	31,1	81,12	6,452
TA	AM01	Desv.Padrão	0,06025	2,156	0,6111	18,31	7,323	44,89	0,351
TA	AM01	Coef.Var.(%)	3,08	11,49	9,79	22,18	22,18	46,21	5,440
TA	AM01	Mínimo	1,9	15,57	5,321	60,24	24,1	66,05	6,204
TA	AM01	Máximo	2,05	20,63	6,884	102,3	40,9	175,6	6,700
TA	AM02	Média	1,802	23,26	9,149	42,62	17,05	367	8,634
TA	AM02	Mediana	1,77	22,51	8,767	40,8	16,32	394,1	8,590
TA	AM02	Desv.Padrão	0,1616	3,2	0,966	20,8	8,321	59,92	0,395
TA	AM02	Coef.Var.(%)	8,969	13,76	10,56	48,81	48,81	16,32	4,577
TA	AM02	Mínimo	1,63	20,1	8,315	14,91	5,962	299,1	8,211
TA	AM02	Máximo	1,97	26,72	10,79	63,34	25,34	423,9	9,145
TA	AM03	Média	2,282	12,69	3,074	150,7	60,29	9,525	3,067
TA	AM03	Mediana	2,77	16,46	2,885	173	69,19	6,988	2,875
TA	AM03	Desv.Padrão	0,8108	6,48	0,5705	51,5	20,6	4,296	0,572
TA	AM03	Coef.Var.(%)	35,53	51,08	18,56	34,17	34,17	45,1	18,650
TA	AM03	Mínimo	1,35	4,858	2,464	78,49	31,4	5,928	2,459
TA	AM03	Máximo	3,01	18,15	3,895	195,1	78,04	16,12	3,895
TA	AM04	Média	1,81	7,606	2,966	98,66	39,47	12,61	2,964
TA	AM04	Mediana	1,85	7,595	2,934	100	40,01	12,88	2,934
TA	AM04	Desv.Padrão	0,07382	0,1938	0,2328	11,03	4,413	1,203	0,234
TA	AM04	Coef.Var.(%)	4,079	2,548	7,847	11,18	11,18	9,542	7,882
TA	AM04	Mínimo	1,7	7,339	2,736	84,43	33,77	10,61	2,736
TA	AM04	Máximo	1,88	7,886	3,346	113,2	45,29	13,71	3,346
TA	AM05	Média	1,89	11,73	4,185	95,43	38,17	19,55	4,183
TA	AM05	Mediana	1,9	11,68	4,254	95,16	38,06	19,77	4,254
TA	AM05	Desv.Padrão	0,04637	0,6333	0,2778	3,303	1,321	1,795	0,280
TA	AM05	Coef.Var.(%)	2,453	5,399	6,637	3,461	3,461	9,183	6,684
TA	AM05	Mínimo	1,82	11,12	3,801	92,13	36,85	16,76	3,801
TA	AM05	Máximo	1,93	12,76	4,501	100,5	40,2	21,63	4,501
TA	AM06	Média	1,69	4,568	2,036	95,75	38,3	8,191	2,070
TA	AM06	Mediana	1,72	4,533	2,045	104,2	41,66	7,586	2,079
TA	AM06	Desv.Padrão	0,07176	0,3981	0,1107	14,55	5,819	1,568	0,075
TA	AM06	Coef.Var.(%)	4,246	8,715	5,439	15,19	15,19	19,14	3,620
TA	AM06	Mínimo	1,57	4,106	1,863	72,3	28,92	7,087	1,979
TA	AM06	Máximo	1,75	5,149	2,141	106,9	42,75	10,96	2,141
TA	AM07	Média	1,864	6,371	2,326	66,86	26,74	14,59	2,347
TA	AM07	Mediana	1,88	6,022	2,221	75,84	30,34	14,45	2,326
TA	AM07	Desv.Padrão	0,05505	1,277	0,4075	21,44	8,576	2,923	0,462
TA	AM07	Coef.Var.(%)	2,953	20,04	17,52	32,07	32,07	20,04	19,700
TA	AM07	Mínimo	1,78	4,653	1,87	41,61	16,65	11,57	1,870
TA	AM07	Máximo	1,93	7,955	2,866	88,38	35,35	17,75	2,866

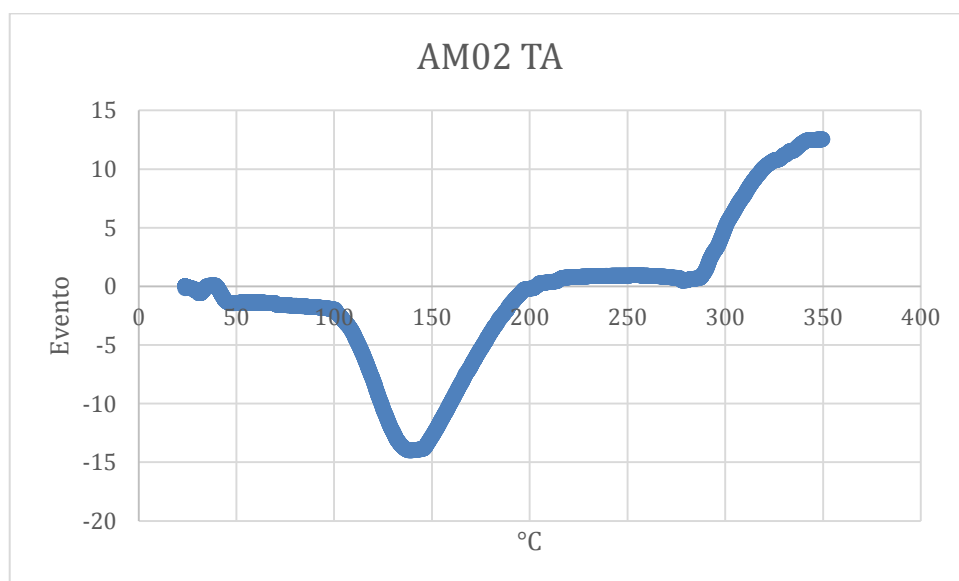
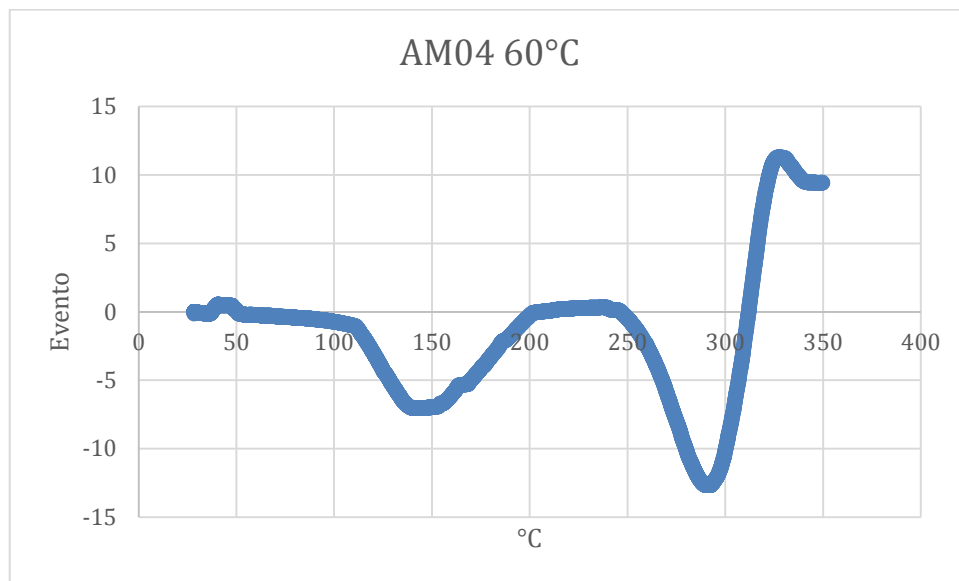
Identificação			Diâmetro	Força máxima	Tensão	Deformação máxima	Deformação específica	MOE	MOR
Tratamento	Amostra	-	(mm)	(N)	(Mpa)	(mm)	(%)	(MPa)	(MPa)
30	AM01	Média	1,892	11,2	3,96	92,65	37,06	20,19	3,904
30	AM01	Mediana	1,95	11,62	4,181	97,74	39,1	20,2	3,967
30	AM01	Desv.Padrão	0,09808	1,968	0,4809	24	9,601	5,355	0,537
30	AM01	Coef.Var.(%)	5,184	17,57	12,14	25,91	25,91	26,52	13,770
30	AM01	Mínimo	1,75	7,852	3,264	52,74	21,1	15,58	3,264
30	AM01	Máximo	1,98	12,76	4,416	117,6	47,03	28,76	4,416
30	AM02	Média	1,934	18,12	6,164	108	43,21	58,25	6,104
30	AM02	Mediana	1,93	18,73	6,403	119	47,59	60,92	6,306
30	AM02	Desv.Padrão	0,01517	1,817	0,5489	29,08	11,63	23,76	0,615
30	AM02	Coef.Var.(%)	0,7842	10,02	8,906	26,92	26,92	40,79	10,070
30	AM02	Mínimo	1,92	15,12	5,223	56,78	22,71	34,37	5,223
30	AM02	Máximo	1,95	19,66	6,582	126,9	50,76	92,84	6,582
30	AM03	Média	1,95	11,36	3,809	106,2	42,47	15,5	3,802
30	AM03	Mediana	1,95	11,31	3,786	108,6	43,45	15,26	3,786
30	AM03	Desv.Padrão	0,06481	0,4299	0,193	9,213	3,685	2,762	0,200
30	AM03	Coef.Var.(%)	3,323	3,785	5,068	8,677	8,677	17,82	5,271
30	AM03	Mínimo	1,85	10,88	3,552	90,86	36,35	13,07	3,536
30	AM03	Máximo	2,03	12,01	4,048	113,2	45,3	20,12	4,048
30	AM04	Média	1,886	11,49	4,123	101,7	40,68	17,21	4,118
30	AM04	Mediana	1,88	11,75	4,234	103,1	41,22	17,4	4,209
30	AM04	Desv.Padrão	0,03715	0,5798	0,3601	5,009	2,003	1,372	0,358
30	AM04	Coef.Var.(%)	1,97	5,045	8,733	4,924	4,924	7,972	8,701
30	AM04	Mínimo	1,83	10,62	3,669	96,05	38,42	15,11	3,669
30	AM04	Máximo	1,92	12,08	4,592	106,9	42,75	18,87	4,592
30	AM05	Média	2,082	11,92	3,505	76,65	30,66	24,33	3,436
30	AM05	Mediana	2,07	11,84	3,517	77,16	30,86	25,52	3,517
30	AM05	Desv.Padrão	0,03271	0,3719	0,1856	4,006	1,602	2,422	0,162
30	AM05	Coef.Var.(%)	1,571	3,12	5,295	5,227	5,227	9,952	4,700
30	AM05	Mínimo	2,05	11,58	3,25	71,18	28,47	20,08	3,250
30	AM05	Máximo	2,13	12,42	3,763	81,57	32,63	25,88	3,542
30	AM06	Média	1,772	5,467	2,217	70,24	28,1	13,3	2,184
30	AM06	Mediana	1,78	5,508	2,214	71,7	28,68	13,71	2,211
30	AM06	Desv.Padrão	0,04324	0,3708	0,1199	4,891	1,956	1,507	0,110
30	AM06	Coef.Var.(%)	2,44	6,782	5,41	6,963	6,963	11,33	5,053
30	AM06	Mínimo	1,7	5,012	2,028	64,2	25,68	10,94	2,028
30	AM06	Máximo	1,81	5,97	2,346	76,26	30,5	14,66	2,287
30	AM07	Média	2,074	9,836	2,872	56,14	22,46	25,11	2,961
30	AM07	Mediana	2,2	9,528	2,764	58,91	23,56	24,5	2,887
30	AM07	Desv.Padrão	0,3645	3,198	0,3106	10,47	4,188	2,09	0,272
30	AM07	Coef.Var.(%)	17,58	32,51	10,82	18,65	18,65	8,322	9,196
30	AM07	Mínimo	1,67	6,244	2,507	45,16	18,06	22,4	2,743
30	AM07	Máximo	2,4	13,62	3,327	69,47	27,79	27,44	3,327

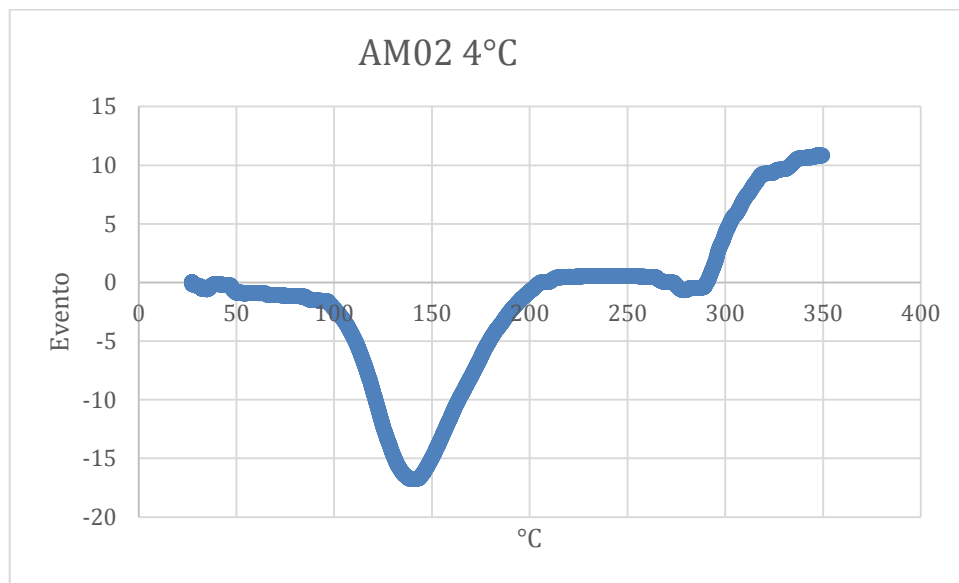
Identificação			Diâmetro	Força máxima	Tensão	Deformação máxima	Deformação específica	MOE	MOR
Tratamento	Amostra	-	(mm)	(N)	(Mpa)	(mm)	(%)	(MPa)	(MPa)
60	AM01	Média	2,016	62,39	19,65	8,559	3,424	746,7	19,590
60	AM01	Mediana	2,03	59,22	19,75	8,759	3,504	845,2	19,750
60	AM01	Desv.Padrão	0,1573	7,311	2,323	1,309	0,5234	161,4	2,356
60	AM01	Coef.Var.(%)	7,8	11,72	11,82	15,29	15,29	21,62	12,030
60	AM01	Mínimo	1,78	56,26	16,62	6,843	2,737	498,1	16,450
60	AM01	Máximo	2,18	73,73	22,97	10,41	4,162	869,3	22,890
60	AM02	-	-	-	-	-	-	-	-
60	AM02	-	-	-	-	-	-	-	-
60	AM02	-	-	-	-	-	-	-	-
60	AM02	-	-	-	-	-	-	-	-
60	AM02	-	-	-	-	-	-	-	-
60	AM02	-	-	-	-	-	-	-	-
60	AM03	Média	2,056	40,04	12,12	28	11,2	351,6	12,470
60	AM03	Mediana	2,07	41,42	11,93	28,84	11,54	330,6	12,420
60	AM03	Desv.Padrão	0,07232	2,653	1,451	7,578	3,031	88,6	1,402
60	AM03	Coef.Var.(%)	3,517	6,625	11,98	27,06	27,06	25,2	11,240
60	AM03	Mínimo	1,95	36,63	10,7	18,66	7,462	261,6	10,880
60	AM03	Máximo	2,12	42,31	14,17	38,47	15,39	479,8	14,170
60	AM04	Média	2,006	29,3	9,231	38,45	15,38	233,9	9,379
60	AM04	Mediana	2,05	29,37	8,899	44,59	17,84	230,1	9,100
60	AM04	Desv.Padrão	0,1187	4,501	0,8069	11,43	4,573	44,28	0,847
60	AM04	Coef.Var.(%)	5,915	15,36	8,741	29,74	29,74	18,93	9,032
60	AM04	Mínimo	1,8	22,2	8,623	19,45	7,779	179,1	8,719
60	AM04	Máximo	2,1	33,96	10,6	46,36	18,55	299,5	10,600
60	AM05	Média	2,036	26,08	8,057	44,21	17,68	190,7	7,972
60	AM05	Mediana	2	28,21	8,397	43,8	17,52	226,1	8,532
60	AM05	Desv.Padrão	0,06986	4,11	1,495	11,52	4,609	74,86	1,713
60	AM05	Coef.Var.(%)	3,431	15,76	18,56	26,07	26,07	39,25	21,480
60	AM05	Mínimo	1,96	19,21	5,547	26,57	10,63	72,03	5,547
60	AM05	Máximo	2,12	29,15	9,279	55,38	22,15	261,1	9,279
60	AM06	Média	1,954	9,073	3,014	67,18	26,87	23,38	2,898
60	AM06	Mediana	1,95	8,622	2,991	72,24	28,9	18,4	2,898
60	AM06	Desv.Padrão	0,2378	2,09	0,2759	14,5	5,799	11,07	0,437
60	AM06	Coef.Var.(%)	12,17	23,03	9,154	21,58	21,58	47,36	15,090
60	AM06	Mínimo	1,67	7,253	2,595	41,49	16,6	15,46	2,589
60	AM06	Máximo	2,32	12,64	3,311	76,76	30,7	42,7	3,207
60	AM07	Média	1,982	13,71	4,443	52,86	21,15	58,45	4,434
60	AM07	Mediana	1,97	15,6	4,638	54,59	21,84	59,09	4,623
60	AM07	Desv.Padrão	0,09149	3,291	1,053	19,63	7,85	9,255	1,059
60	AM07	Coef.Var.(%)	4,616	24,01	23,7	37,12	37,12	15,83	23,880
60	AM07	Mínimo	1,88	9,597	3,213	30,16	12,06	43,39	3,208
60	AM07	Máximo	2,13	16,53	5,62	80,34	32,14	67,73	5,620

Identificação			Diâmetro	Força máxima	Tensão	Deformação máxima	Deformação específica	MOE	MOR
Tratamento	Amostra	-	(mm)	(N)	(Mpa)	(mm)	(%)	(MPa)	(MPa)
-	ABS	Média	1,75	75,91	31,56	42	16,8	1388	28,810
-	ABS	Mediana	1,75	79,7	33,14	43,82	17,53	1478	30,280
-	ABS	Desv.Padrão	0	10,48	4,359	9,968	3,987	219,7	4,656
-	ABS	Coef.Var.(%)	0	13,81	13,81	23,73	23,73	15,84	16,160
-	ABS	Mínimo	1,75	57,48	23,9	27,97	11,19	1112	20,710
-	ABS	Máximo	1,75	83,74	34,81	51,05	20,42	1632	31,880
-	PETG	Média	1,75	108,6	45,16	11,92	4,767	1224	45,140
-	PETG	Mediana	1,75	108,2	44,97	12,13	4,854	1214	44,970
-	PETG	Desv.Padrão	0	2,686	1,117	0,4215	0,1686	61,06	1,084
-	PETG	Coef.Var.(%)	0	2,473	2,473	3,537	3,537	4,988	2,401
-	PETG	Mínimo	1,75	106,3	44,19	11,24	4,495	1155	44,190
-	PETG	Máximo	1,75	112,8	46,88	12,26	4,904	1315	46,800
-	PLA Branco	Média	1,75	123,9	51,53	18,88	7,554	1997	46,970
-	PLA Branco	Mediana	1,75	136,5	56,74	24,13	9,654	1985	47,640
-	PLA Branco	Desv.Padrão	0	20,07	8,343	11,75	4,701	167,2	5,033
-	PLA Branco	Coef.Var.(%)	0	16,19	16,19	62,23	62,23	8,369	10,720
-	PLA Branco	Mínimo	1,75	93,64	38,93	5,738	2,295	1739	38,770
-	PLA Branco	Máximo	1,75	138,8	57,71	30,09	12,04	2170	51,950
-	PLA Preto	Média	1,75	130,3	54,15	9,522	3,809	2026	52,570
-	PLA Preto	Mediana	1,75	134,9	56,09	9,509	3,804	2114	54,290
-	PLA Preto	Desv.Padrão	0	12,39	5,151	1,744	0,6975	158,1	5,405
-	PLA Preto	Coef.Var.(%)	0	9,512	9,512	18,31	18,31	7,804	10,280
-	PLA Preto	Mínimo	1,75	108,3	45,03	7,03	2,812	1789	44,790
-	PLA Preto	Máximo	1,75	137,5	57,17	11,93	4,77	2152	56,910

## APÊNDICE C – Curvas análise térmica

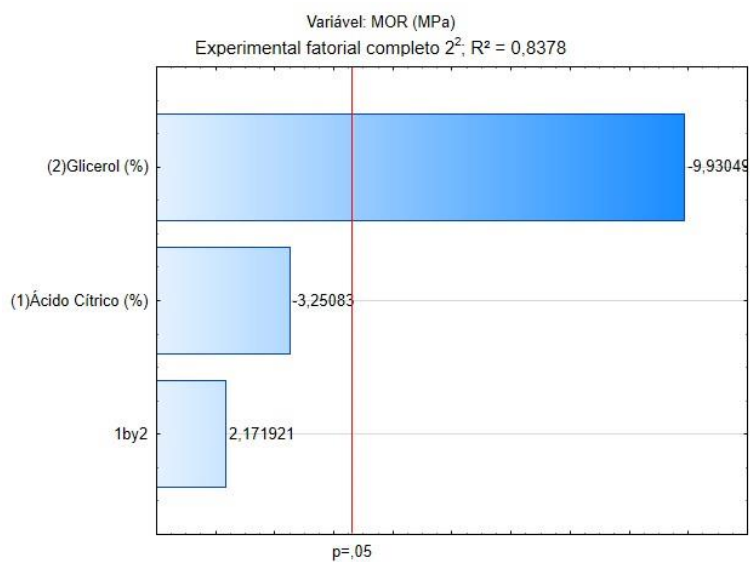
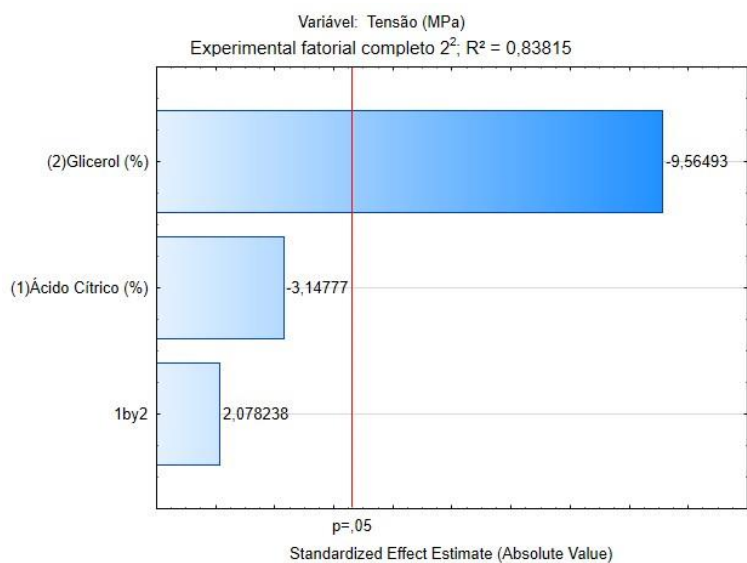


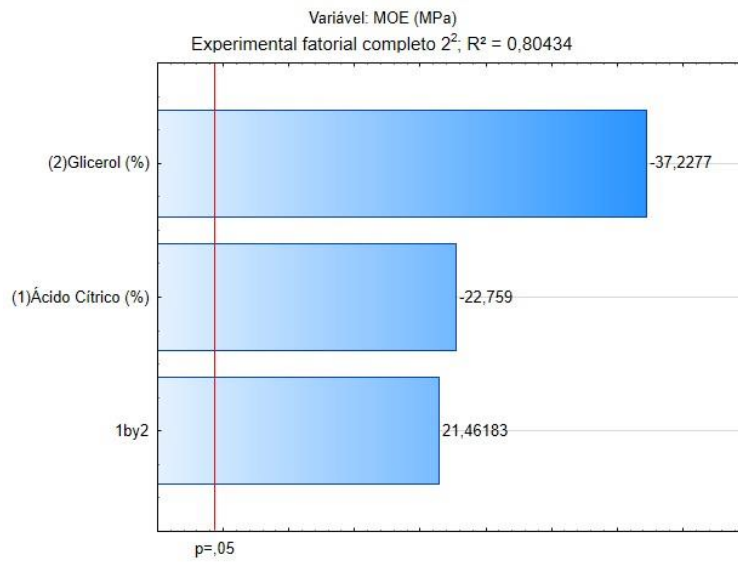




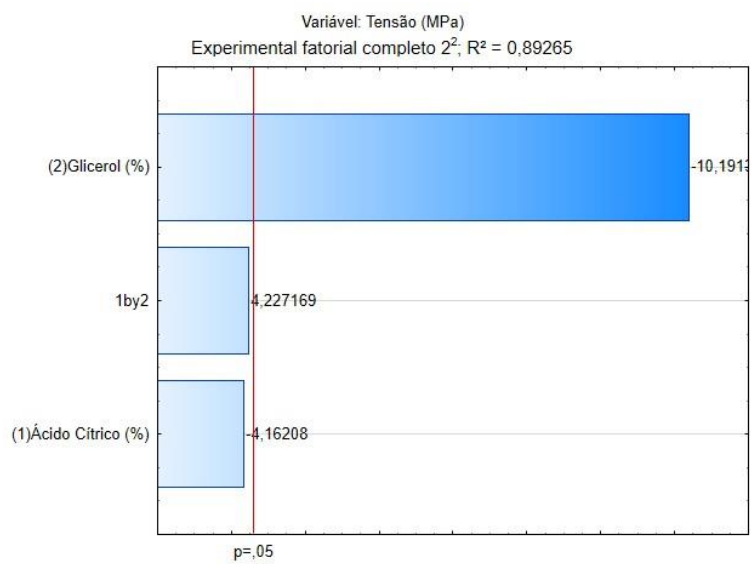
## APÊNDICE D – Curvas de superfície, gráficos de Pareto e análise de tendência para as amostras tratadas a 60°C

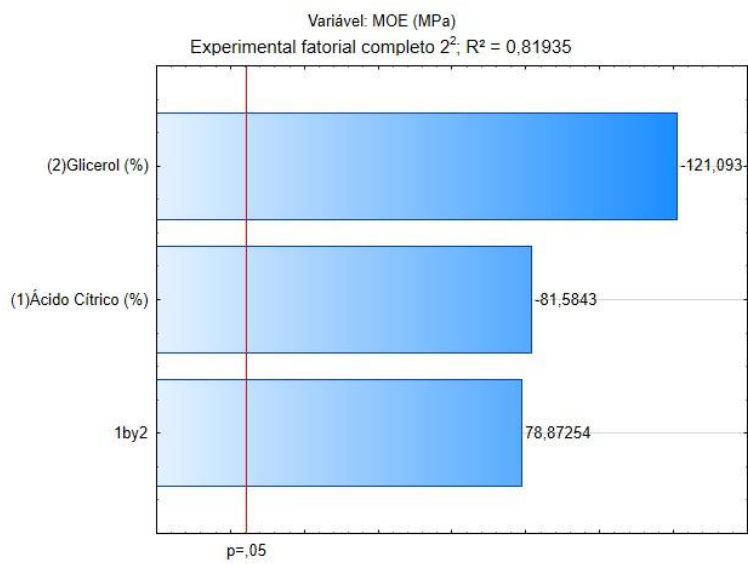
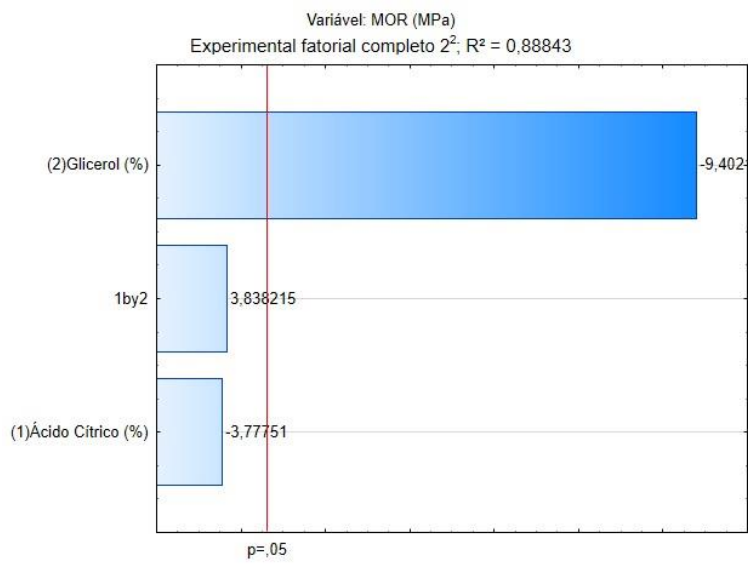
- -18°C



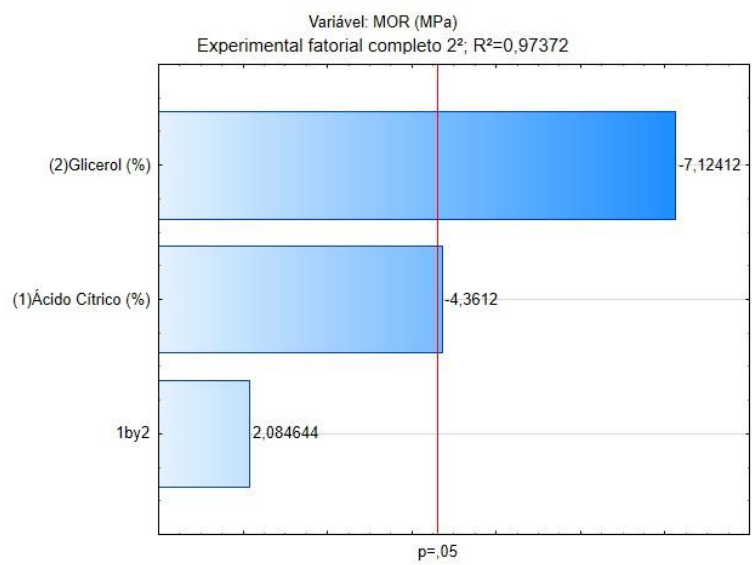
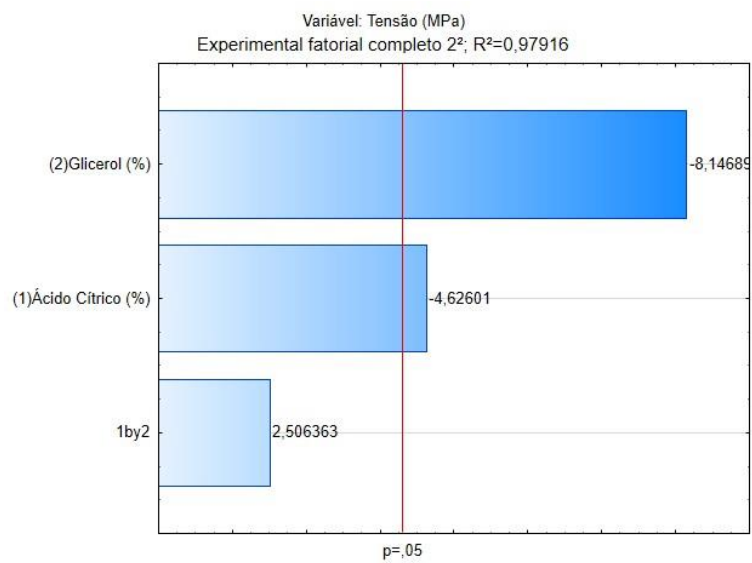


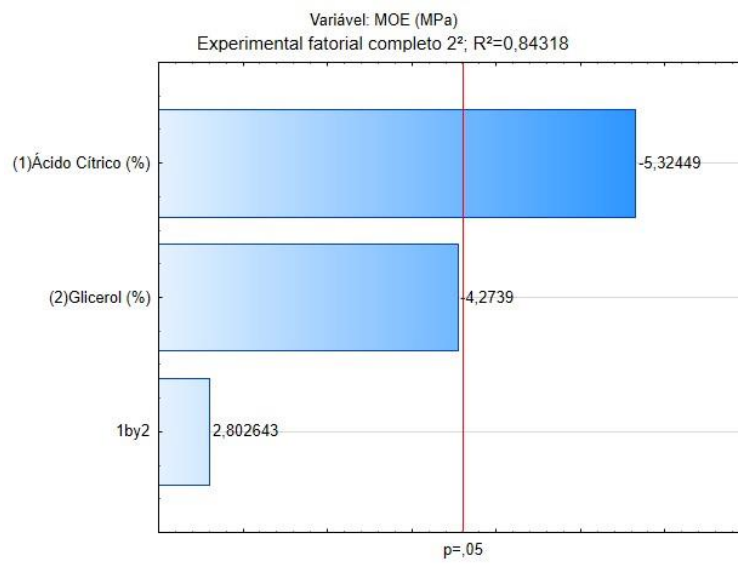
- 4°C



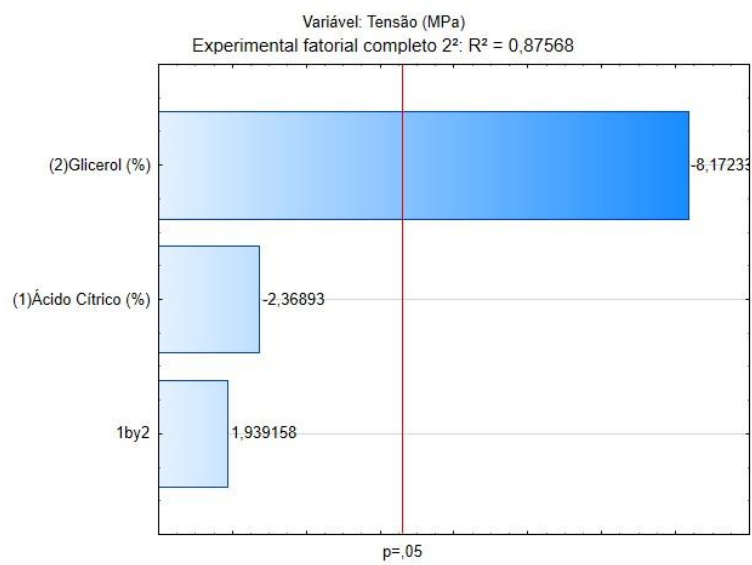


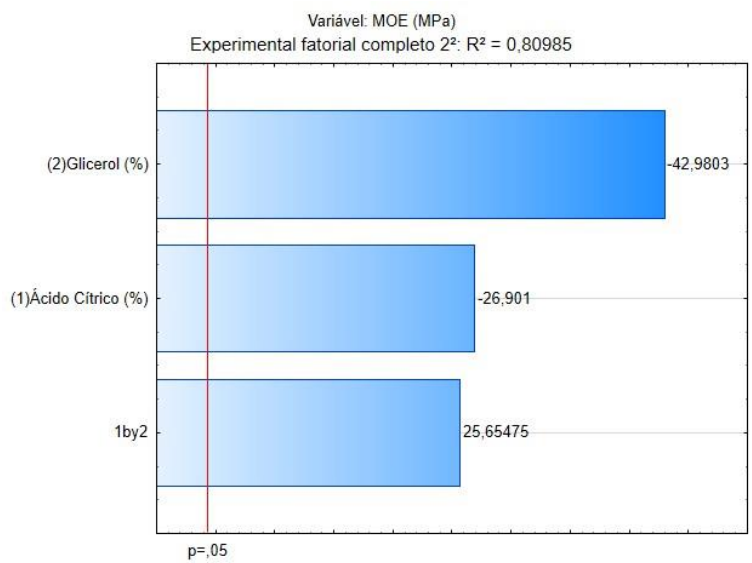
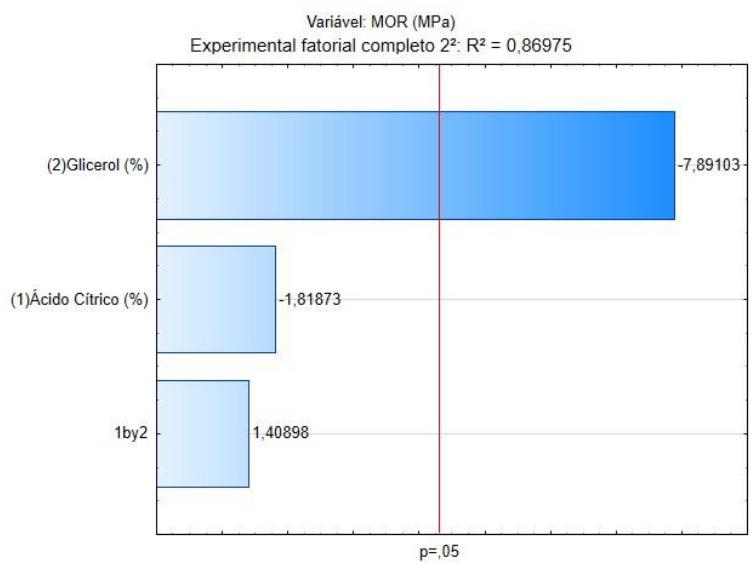
- 30°C – Erro Puro





- TA





- 60°C

