ÉLVIO FRANCO DE CAMARGO ARANHA

**Análise de viabilidade de um novo processo de manufatura
aditiva por aglutinação de compósitos polímeros/metais
para fabricação de implantes e dispositivos médicos.**

Tese apresentada ao Instituto Dante Pazzanese
de Cardiologia, Entidade Associada a
Universidade de São Paulo, para obtenção do
título de Doutor em Ciências.

Programa de Medicina, Tecnologia e Intervenção
em Cardiologia

Orientador: Prof. Dr. Aron José Pazin de Andrade

Versão corrigida. Resolução CoPGr 6018/11, de 01 de novembro de 2011. A versão
original está disponível na Biblioteca do IDPC

São Paulo

2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Preparada pela Biblioteca do Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia
©reprodução autorizada pelo autor

Aranha, Élvio Franco de Camargo

Análise de viabilidade de novo processo de manufatura aditiva por aglutinação de compósitos polímeros/metais para fabricação de implantes e dispositivos médicos / Élvio Franco de Camargo Aranha. -- São Paulo, 2018.

Tese(doutorado)--Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia
Universidade de São Paulo
Área de Concentração: Medicina, Tecnologia e Intervenção em
Cardiologia

Orientador: Prof. Dr. Aron José Pazin de Andrade

Descritores: 1. Atividades Científicas e Tecnológicas. 2. Protótipo de Prova de Conceito. 3. Dispositivos Médicos 4. Impressão Tridimensional. 5. Fabricação Auxiliada por Computador. 6. Modelagem.

USP/IDPC/Biblioteca/092/19

*À minha esposa Celi,
que sempre me apoiou e caminhou ao meu lado e
aos meus filhos Carolina e Álvaro,
que tanto nos inspiram e a quem sempre
procuramos inspirar.*

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia (IDPC), especialmente ao meu orientador, Prof. Dr. Aron José Pazin de Andrade e ao Prof. Dr. Denys Emilio Campion Nicolosi, cujo conhecimento, empenho e dedicação deram sustentação ao desenvolvimento desta pesquisa, com a segurança e sobriedade com que cultivam verdadeiros laços de amizade.

A todos os amigos do Centro de Engenharia em Assistência Circulatória do IDPC, especialmente às colaborações do Pérsio Alfredo Anibal e do Dr. Bruno Utiyama da Silva.

A secretaria de Pós-graduação do IDPC, e a Sra. Janeide Alves, sempre disposta a auxiliar e esclarecer as questões administrativas que se apresentaram ao longo desse período.

Ao Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza e a Faculdade de Tecnologia de Sorocaba e à todos os professores e amigos, reservando especial agradecimento à Dra. Luciana Sgarbi Rossino, à Msc. Margarete Aparecida Leme Andrade, ao Dr. Luiz Carlos Rosa e ao Msc. Marcos Dorigão Manfrinato.

Ao grupo empresarial Morelli Ortodontia, em especial ao seu fundador Sr. Oraci Morelli e ao Engenheiro Roger Morelli. A todos os amigos da área de engenharia do Grupo Empresarial Morelli, que ao longo das pesquisas e testes, apoiaram, colaboraram e viabilizaram várias etapas técnicas deste trabalho.

À Pontifícia Universidade Católica-PUC/SP, campus Sorocaba, especialmente aos amigos Dr. Daniel Komatsu, Dra. Eliana Duek e Msc. Daniel Mistura, do laboratório de Biomateriais que auxiliaram na extrusão de filamentos para alimentação da impressora 3D, viabilizando a parte inicial deste trabalho.

Aos queridos amigos do DT3D (Divisão de Tecnologias Tridimensionais) do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer – Campinas SP, Dr. Jorge Vicente Lopez da Silva, Msc. Paulo Inforçatti Neto, e Msc. Marcelo Fernandes de Oliveira.

A empresa WerCompany e aos Tecnólogos em Automação Industrial Weliton Christensen de Melo e Lauro Fernando de Melo que viabilizaram a impressão das primeiras amostras em condições de debinding e sinterização.

Ao Instituto de Materiais Tecnológicos do Brasil Ltda., especialmente ao Engenheiro Dr. Marcelo Tadeu Milan, pela presteza, gentileza e profissionalismo, contribuindo com a realização dos ensaios de tração desta Tese.

Ao amigo e Prof. Dr. Haroldo Lhou Hasegawa Professor Adjunto na Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI-Campus Itabira) pelos aconselhamentos e presteza.

Às amigas Dra. Yoko Oshima Franco e Dra. Arianne Diniz Silva, professoras da UNISO - Universidade de Sorocaba, pelo companheirismo e colaborações.

Normalização Adotada

Esta tese está de acordo com as seguintes normas, em vigor no momento desta apresentação:

Universidade de São Paulo. Sistema Integrado de Bibliotecas. Diretrizes para apresentação de Dissertações e Teses da USP - Parte IV (Vancouver); 3ª edição - São Paulo: 2016. Elaborado por Vânia Martins Bueno de Oliveira Funaro, Maria Cláudia Pestana, Maria Cristina Cavarette Dziabas, Eliana Maria Garcia, Maria Fátima dos Santos, Maria Marta Nascimento, Suely Campos Cardoso.

Abreviaturas dos títulos dos periódicos de acordo com *List of Journals indexed in Index Medicus*.

SUMÁRIO

Lista de abreviaturas

Lista de ilustrações

Lista de tabelas

Resumo

Abstract

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Materiais	5
1.2 Processamento	6
1.3 Propriedades	8
1.4 Aplicações	8
2 OBJETIVOS	10
2.1 Gerais.....	10
2.2 Específicos	10
3 REFERENCIAL TEÓRICO.....	11
3.1 Manufatura Aditiva.....	11
3.2 Metalurgia do pó e sinterização	13
3.3 Processo MIM.....	14
3.4 Extração do aglutinante e sinterização	20
3.5 Impressão 3D com materiais metálicos	21
4 RECURSOS MATERIAIS	30
4.1 Catamold® 17-4PH F.....	30
4.2 Extrusora	31
4.3 Impressoras 3D	32
4.4 Fornos.....	36
4.5 Microscópio Eletrônico de Varredura.....	37
4.6 Máquina de tração.....	37
5 METODOLOGIA	38

6 DESENVOLVIMENTO	39
6.1 Processamento pela rota 1.....	39
6.2 Processamento pela rota 2.....	42
6.3 Processamento pela rota 3.....	47
7 RESULTADOS.....	49
7.1 Resultados rota 1	51
7.2 Resultados rota 2 e 3	54
7.3 DISCUSSÃO.....	60
7.4 Propostas para trabalhos futuros:.....	62
8 CONCLUSÕES	65
Referências	66
Anexo A – Certificado Nº MIB-0528-18	74
Anexo B – Certificado Nº MIB-0029-19	78

LISTA DE ABREVIATURAS

2D	Bidimensional
3D	Tridimensional
ABS	Acrilonitrila Butadieno Estireno (<i>Acrylonitrile Butadiene Styrene</i>)
AI	Inteligência Artificial (<i>artificial intelligence</i>)
AM	Manufatura Aditiva (<i>Additive Manufacturing</i>)
ASTM	<i>American Society for Testing and Material</i>
BJ	<i>Binder Jetting</i>
BMG	<i>Bulk Metallic Glass</i>
BSAA	Bomba de Sangue Ápico Aórtica
BSCI	Bomba de Sangue Centrífuga Implantável
CAD	Desenho auxiliado por computador (<i>Computer Aided Design</i>)
CDI	Cardioversores Desfibriladores Implantáveis
CDP	Corpo de Prova
CEM	<i>Composite Extrusion Modelling</i>
CEC	Circulação Extra Corpórea
CIM	Moldagem por Injeção de Cerâmicos (<i>Ceramic Injection Molding</i> Comando)
CIP	Compactação Isostática à Frio (<i>Cold Isostatic Pressing</i>)
CNC	Numérico Computadorizado
CTI	Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer
DAV	Dispositivo de Assistência Ventricular
DED	Deposição de Energia Direcionada (<i>Directed Energy Deposition</i>)
DED-EB	Deposição de Energia Direcionada - feixe de elétrons
DED-L	Deposição de Energia Direcionada – Laser
DED-PA	Deposição de Energia Direcionada – Plasma Arc
DED-GMA	Deposição de Energia Direcionada – soldagem por Arco elétrico com proteção gasosa
DMD	Deposição Direta de Metal (<i>Direct Metal Deposition</i>)
DMLS	Sinterização a Laser Direta do Metal (<i>Direct Metal Laser Sintering</i>)
DT3D	Divisão de Tecnologias Tridimensionais do “CTI Renato Archer”

EBM	Fusão por feixe de elétrons (<i>Electron Beam Melting</i>)
EBDM	Produção direta por feixe de elétrons (<i>Electron Beam Direct Manufacturing</i>)
EPMA	Associação Europeia de Metalurgia do Pó (<i>European Powder Metallurgy Association</i>)
FAJ	Fundação Adib Jatene
FDM	Modelagem por fusão e Deposição (<i>Fused Deposition Modeling</i>)
FFF	Fabricação com Filamento Fundido (<i>Fused filament fabrication</i>)
IDPC	Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia
HIP	Compactação Isostática a Quente (<i>Hot Isostatic Pressing</i>)
LC	Consolidação à Laser (<i>Laser Consolidation</i>)
LENS®	Laser Projetado para Modelagem Líquida (<i>Laser Engineered Net Shaping</i>)
LOM	Manufatura de Objeto Laminado
MIM	Moldagem de Metais por Injeção (<i>Metal Injection Molding</i>)
MPI	Moldagem de Pós por Injeção
PBF	Fusão em cama de pó
PDCA	<i>Plan/Do/Check/Action</i>
PIM	Moldagem de pós por injeção (<i>Powder Injection Molding</i>)
POM	Polioxidometileno (<i>Polyoxymethylene</i>) ou Poliacetal
PTAS	Transferência seletiva de arco de Plasma
PR	Prototipagem Rápida
RM	Ressonância Magnética (<i>Resonance Magnetic</i>)
SL	<i>Sheet lamination</i>
SLA	<i>Stereolithography Apparatus</i>
SLM	Fusão Seletiva à Laser (<i>Selective Laser Melting</i>)
SLS	Sinterização Seletiva à Laser (<i>Selective Laser Sintering</i>)
STL	<i>Standard Tessellation Language</i>
TC	Tomografia Computadorizada
TI	Tecnologia da Informação
UAM	Ultrasonic Additive Manufacturing
YAG	Ítrio-alumínio-granada (<i>yttrium aluminium garnet</i>)

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Fluxograma mostrando as rotas de produção estudadas	04
Figura 2 – Fluxograma de preparação de matéria prima - processo MIM	15
Figura 3 – Formação da peça, com três opções para expurgo do polímero	16
Figura 4 – Processo de sinterização	17
Figura 5 - Condições das peças entre as fases do processo MIM	18
Figura 6- Quadro resumo de tecnologias disponíveis para impressão em metal ..	25
Figura 7 – Catamold® 17-4PH F, como comercializado	30
Figura 8 - Extrusora	32
Figura 9 – Impressora FDM cartesiana, operando com o filamento extrudado	33
Figura 10 – Impressora FDM delta, abastecida com o filamento extrudado	34
Figura 11- Impressora 3D FDM, Fab@Home®, operando com material em pó	35
Figura 12 – Impressora 3D - HiQ 2500 - SLS, abastecida com material em pó	35
Figura 13 – Fluxograma de processamento pela rota (1)	39
Figura 14 – Desenho para impressão rota 1	40
Figura 15 – Fluxograma de processamento pela rota (2)	42
Figura 16 – Matéria prima “como recebida” e após a trituração (rota 2)	43
Figura 17 – Desenho dos CDPs para impressão rota 2	44
Figura 18 – Melhores opções de orientação para impressão FDM	45
Figura 19 – Parametrização para impressão rota 2	45
Figura 20 – Fluxograma de processamento pela rota 3	47
Figura 21 – Resumo dos ensaios realizados	50
Figura 22 – Peças construídas à verde (A e B) e após sinterização (C e D)	51
Figura 23 – Amostra impressa com 30, 80, 400 e 1200x de aumento	52
Figura 24 – Amostra impressa com filamentos em FDM (aumento 30x)	53
Figura 25 – Amostra impressa com filamentos em FDM, ampliação de 100x	54
Figura 26 – CDPs em construção e finalizados FDM (26 A e B) SLS (26 C e D) ..	55
Figura -27 – Apresenta as duas estruturas obtidos com ampliação (zoom ótico) ..	56
Figura 28 – Representação gráfica dos ensaios de tração FDM	58
Figura 29 – Representação gráfica dos ensaios de tração SLS	59
Figura 30 – Visão geral do processo CEM	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química após processamento do Catamold® 17-4 PH F.....	31
Tabela 2 – Parametrização e função para impressão rota 2.....	46
Tabela 3 –Avaliação Mecânica CDPs (3D-FDM)	57
Tabela 4 –Avaliação Mecânica CDPs (3D-SLS)	57

Resumo

Aranha EFC. Análise de viabilidade de um novo processo de manufatura aditiva por aglutinação de compósitos polímeros/metais para fabricação de implantes e dispositivos médicos [Tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia; 2019.

Novas tecnologias e equipamentos para impressão tridimensional (3D) estão sendo incorporados em ambientes de produção dando origem à área de Manufatura Aditiva (AM) permitindo a produção de peças com flexibilidade e rapidez em diversos materiais, com especial atenção à fabricação de peças em materiais metálicos, esses processos se apresentam com alta complexidade técnica e alto valor de aquisição e de produção. A disponibilização no mercado de equipamentos e materiais associados a esses novos meios de produção, com técnicas mais simples e menores custos, pode aproximar essas tecnologia do meio acadêmico e de utilizações de baixa produtividade, além de facilitar a confecção e testes de novos componentes para dispositivos médicos em biomateriais metálicos, que normalmente são obtidos por outros métodos. A originalidade do presente trabalho consiste em demonstrar a viabilidade de fabricação de peças customizadas por dois métodos de impressão 3D, Modelagem por Fusão e Deposição (FDM) e Sinterização Seletiva a Laser (SLS), utilizando como matéria prima materiais desenvolvidos para o processo de Moldagem de Metais por Injeção (MIM), permitindo a fabricação de objetos de pequeno porte com geometrias complexas, finalizados em biomateriais metálicos que possam atender exigências em projetos de dispositivos médicos. Essa viabilidade é demonstrada com o planejamento e construção de diversas peças seguindo a metodologia proposta, com ótimos resultados em relação aos métodos de produção e com valores promissores para as propriedades mecânicas analisadas e medidas.

Descritores: Manufatura Aditiva. Moldagem de Metais por Injeção. Modelagem por Fusão e Deposição. Sinterização Seletiva a Laser. Biomateriais metálicos. Moldagem por Extrusão de Compósitos.

Abstract

Aranha EFC. Feasibility analysis of a new process of additive manufacture of polymer/metal composites to produce implants and medical devices [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia; 2019.

New technologies and equipment for three-dimensional (3D) printing are being incorporated into production environments giving rise to the area of Additive Manufacturing (AM) allowing the production of parts with flexibility and speed in various materials, with special attention to the manufacture of parts in metallic materials, these processes present themselves with high technical complexity and high acquisition and production value. The availability in the market of equipment and materials associated with these new means of production, with simpler techniques and lower costs, can bring these technologies closer to the academic environment and low productivity uses, as well as facilitating the preparation and testing of new components for metal biomaterials devices, which are usually obtained by other methods. The originality of the present work consists of demonstrating the feasibility of manufacturing customized parts by two methods of 3D printing, Fusion and Deposition (FDM) and Selective Laser Sintering (SLS), using as raw material materials developed for the Molding process (MIM), allowing the manufacture of small objects with complex geometries, finalized in metal biomaterials that can meet requirements in medical device designs. This feasibility is demonstrated by the planning and construction of several pieces following the proposed methodology, with excellent results regarding to the production methods and with promising values for the mechanical properties analyzed and measured.

Descriptors: Additive Manufacturing (AM). Metal Injection Molding (MIM). Fusion and Deposition Modeling (FDM). Selective Laser Sintering (SLS). Metal Biomaterials. Composite Extrusion Modelling (CEM).

1 INTRODUÇÃO

A naturalidade com que são disseminados conceitos de Tecnologia de Informação (TI) para usuários, com interfaces intuitivas, a crescente experiência de profissionais e corporações dedicados a essa área, geram inovações em diversos setores em que estamos inseridos, é o caso da “internet das coisas”, da computação em nuvem, do processamento em *Big Data*, da inteligência artificial (AI), da “visão de máquina”, e da crescente necessidade de atualização dos sistemas de segurança de informação. Tudo isso dá suporte à maioria das atividades humanas na contemporaneidade provocando inúmeras mudanças diretas e indiretas provenientes de alterações nesse cenário, fomentando a concepção do termo “Indústria 4.0”, criado em Hannover (Alemanha em 2011), para intitular esse momento histórico.

A versatilidade e a onipresença das ferramentas de TI, os avanços em pesquisas de novos materiais e processos, o crescimento de diferentes tecnologias para impressão tridimensional (3D), a robótica, entre outras coisas, fazem parte do panorama atual que sustenta essa nova revolução industrial gerando impacto imediato em âmbito global [1].

A AM, tem apresentado inúmeras vantagens em relação a manufatura tradicional, principalmente se comparada à processos de conformação via remoção de material, como a usinagem, pois a AM teoricamente não gera resíduos e sobras de materiais, lembrando que processos de usinagem (manufatura por remoção), dependendo da situação podem gerar até 90% em peso do produto em cavaco (resíduo). Sendo que ainda a AM em comparação aos processos de injeção, fundição e metalurgia do pó, entre outros, permite maior flexibilização das geometrias das peças e dispensa o uso de moldes ou matrizes para dar forma final a peça.

A área médica e os biomateriais também estão inseridas nessa tendência, sendo que a utilização da impressão 3D permite a criação de métodos cirúrgicos mais eficientes, precisos e menos invasivos, com uso de gabaritos anatômicos e ferramentas construídos por impressão 3D. A área de biomateriais também é impulsionada com a possibilidade de produção de peças personalizadas, com o uso das técnicas de AM e geometrias muito complexas, difíceis de serem obtidas por outros métodos [1].

De acordo com a Ciência e a Tecnologia dos Materiais, a escolha de um material considera suas propriedades mecânicas, elétricas, deteriorativas, óticas, magnéticas e químicas, o seu processamento, ou modo de produção a sua estrutura macroscópica, microscópica (arranjo atômico ou molecular do material) e sobretudo o atendimento das solicitações na aplicação pretendida [2,3]

Dentro desse contexto, a aplicação de materiais em interações biológicas é de extrema necessidade nas atividades relacionadas a saúde humana e animal, impulsionando o desenvolvimento de estudos na área de “biomateriais”. Nesse sentido, pesquisas com esse objetivo são interdisciplinares e envolvem as ciências biológicas em colaboração com outras áreas, como exemplo: mecânica, elétrica, de materiais, química, mecatrônica e biomédicas.

Os Biomateriais podem ter sua origem em elementos naturais ou sintéticos e sua utilização em dispositivos médicos deve-se ao fato de poderem entrar em contato com sistemas biológicos com o mínimo possível de efeitos adversos [4]. Exemplos da utilização cotidiana dos biomateriais são perceptíveis em instrumentos e materiais cirúrgicos, órteses, próteses, dispositivos, aparelhos médico/hospitalares, equipos, aplicação de medicamentos e odontologia.

Para aplicação de um biomaterial, devem ser verificadas recomendações resultantes de pesquisas como: análise de citotoxicidade, reações alergênicas, interação entre tecidos, biocompatibilidade, estabilidade química, reações com fluidos corpóreos e sobretudo, a obrigatoriedade de observância em relação a autorização e certificação de uso pelos órgãos competentes [5,6].

Entre os biomateriais estruturais, existem grupos de polímeros, de cerâmicos ou de metais e suas ligas, demonstrando a amplitude de opções nessa área. Com vasta oferta de equipamentos para impressão 3D em materiais poliméricos e a grande necessidade de uso de materiais metálicos em protótipos, esse estudo tem foco direcionado aos metais e suas ligas que possam ser processados por impressão 3D.

As opções mais estudadas em metais biocompatíveis estão relacionadas aos aços inoxidáveis (AISI 316L, ASTM F138, ABNT NBR ISO 5832-9), as ligas de Co-Cr-Mo (ASTM F75, F799), Co-Ni-Cr-Mo (ASTM F562), titânio e suas ligas [5], Zr-Mo, que servem a produção de inúmeros dispositivos médicos, destinados à: recuperação de tecidos duros na ortopedia; implantes do tipo endoprótese

expansível (stent) e válvulas cardíacas na cardiologia além de aplicações em odontologia e outras especialidades [5, 7].

As técnicas de produção tradicionais para construção de peças em materiais metálicos envolvem processos de conformação, usinagem ou fundição, todos com suas complexidades devido a necessidade de moldes, com uma certa periculosidade devido ao manuseio de máquinas ferramentas ou das elevadas temperaturas envolvidas, resultando em menor disponibilidade e excesso de tempo para sua produção na área acadêmica.

Tendo em consideração os detalhes supracitados, a presente tese tem natureza aplicada com abordagem quantitativa utilizando-se de pesquisas experimentais, consistindo em estudar um novo método para produção de peças em biomateriais metálicos, especificamente envolvendo o processo de impressão 3D, a partir de matéria prima que possa ser trabalhada em pequenas quantidades, livre dos altos custos (horas de usinagem, fabricação de moldes ou matrizes) e de elementos perigosos (altas temperaturas de fusão, vapores e resíduos), estudando seu processamento e viabilidade para que possam, em um futuro próximo, serem essas técnicas e materiais destinados a produção implantes e próteses.

A originalidade dessa pesquisa é o uso de um novo componente de entrada desenvolvido para o processo de Moldagem de Metais por Injeção (MIM), formado pela mistura de um veículo polimérico com pó metálico para suprimento de impressoras 3D.

Uma vez que o uso de impressão 3D em biomateriais apresenta facilidades no processamento para materiais poliméricos, com o novo processo espera-se criar peças em metais por duas rotas distintas, a Modelagem por Fusão e Deposição (FDM) e a Sinterização Seletiva à Laser (SLS), com algumas facilidades inerentes ao processamento de polímeros (baixo ponto de fusão, fluidez, moldabilidade etc.)

Nesta tese, foram utilizadas matérias primas compostas de micropartículas de aço inoxidável comercial para aplicações biomédicas, misturados a materiais poliméricos como aglutinante. Essa matéria prima é específica para o processo MIM, sendo desenvolvida, produzida e comercializada pela BASF, Ludwigshafen, Alemanha. A classe “CATAMOLD®” oferece uma extensa linha de produtos e para esse trabalho foi feita a opção pela utilização do material CATAMOLD® 17-4PH F [8, 9, 10].

Utilizando a matéria prima selecionada, foram produzidos filamentos para alimentação de impressoras 3D do tipo FDM, originando uma sequência de produção aqui denominada de “rota 1”. Em outra fase dessa pesquisa o mesmo material granulado foi triturado para alimentar outra impressora FDM (construída para aceitar alimentação de material na forma de pó), dando origem a “rota 2”. Uma terceira etapa do presente estudo com a mesma matéria prima também na condição de pó (triturada), foi realizada com a utilização de um equipamento com tecnologia SLS “rota 3” Figura 1.

Figura 1 – Fluxograma mostrando as rotas de produção estudadas.

Fonte: próprio autor.

As peças construídas por impressão 3D, por quaisquer das rotas aqui propostas, após a deposição (impressão) são consideradas “à verde” e seguem para um processo de remoção do aglutinante (debinder), gerando a peça na condição de “marrom”, em processo posterior é realizada a consolidação das estruturas formadas com a sinterização das partículas aglutinadas. Isso é realizado em fornos microprocessados de atmosfera controlada, evitando efeitos nocivos relacionados a oxidação.

Ao viabilizar a impressão 3D (processamento), com esse material (disponível no mercado) evita-se o uso de moldes ou matrizes, tornando o processo mais ágil e menos oneroso.

1.1 Materiais

Nesse estudo, foram consideradas somente as situações que requerem a necessidade de utilização de biomateriais metálicos, sua disponibilidade, seu processamento e, para efeitos de comparação com materiais obtidos por processos convencionais, as principais propriedades mecânicas verificadas foram medidas por ensaios de tração, apesar de algumas amostras terem sido submetidas a ensaios de dureza.

Dentro deste contexto, foi considerado a utilização e adaptação de matérias primas disponíveis comercialmente, inicialmente desenvolvidas para suprir processos de fabricação em MIM, com as características descritas (mistura de micropartículas metal/polímero) que permitam a observação de sua viabilidade em processo de impressão 3D. Tal procedimento, permitiu postergar o desenvolvimento e aprimoramentos de matéria prima específica (com características similares) e mais adaptada aos processos de impressão 3D para que tenham seu estudo em trabalhos futuros

O pó metálico micronizado de partida, é o SAE 630 ou “aço inoxidável 17-4 PH” (UNS S17400 – DIN 1.4542 -endurecível por precipitação com microestrutura martensítica), utilizado como matéria prima para alguns implantes e também em instrumentos e ferramentas cirúrgicas e odontológicas. Como veículo polimérico aglutinante nessa matéria prima (CATAMOLD® 17-4PH F[®]), é utilizado uma mistura polimérica, que tem como base o Polióxidometileno (POM), esse composto

(metal/polímero) é desenvolvido, patenteado e comercializado pela BASF exclusivamente para uso em processos MIM [8,9,10].

O uso de matérias prima já consolidadas, especificamente o CATAMOLD® 17-4 PHF, amplamente utilizado em processos industriais de MIM, possibilitou utilização de recursos e parâmetros pré-estabelecidos como: oferecimento de proteção atmosférica ao metal (pelo envolvimento das micropartículas de metal pelo material polimérico), construção de peças à verde em temperaturas baixas (não mais que 200°C), estabilidade de forma mesmo após o expurgo polimérico (maior desafio), resultando em peças à marrom para posterior sinterização metálica.

Parte da matéria prima supracitada (aproximadamente 1kg) foi aquecida e extrudada para obtenção de filamentos e outra parte (aproximadamente 2kg), foi triturada a frio para redução a pó com objetivo de obtenção desses dois tipos de estruturas para abastecimento de equipamentos de impressão 3D:

- a) Filamentos para FDM;
- b) Pó para FDM e para SLS.

1.2 Processamento

A norma ASTM F2792-10, descreve a fabricação aditiva como "processo de unir materiais para fazer objetos a partir de dados de um modelo 3D, geralmente camada após camada, ao contrário de metodologias de fabricação subtrativas, como a usinagem" [11].

Por outro lado, a Associação Europeia de Metalurgia do Pó (EPMA), admite que as tecnologias de Manufatura Aditiva para metais são numerosas, permitindo uma variedade de termos e acrônimos, mas prefere utilizar a denominação Manufatura Aditiva (*Additive Manufacturing*) sigla "AM", para os processos industriais, portanto reservando a designação "impressão 3D" para aplicações do mercado consumidor.

Entre tecnologias de impressão 3D mais acessíveis, destacam-se as que estão relacionadas ao processamento de materiais poliméricos, principalmente a FDM, desenvolvida e patenteada pela empresa "Stratasys Inc., Austin-TX, USA" [12,13,14], ou Fabricação com Filamento Fundido (FFF). Com o período de proteção pelo registro do nome FDM, por parte do fabricante citado, outras empresas formularam denominação diferente para o mesmo processo, criando a sigla FFF [15].

O atual estágio de desenvolvimento da AM, com a tecnologia FDM para produção de peças em materiais poliméricos apresenta algumas facilidades de produção, relacionado ao baixo ponto de fusão para processamento desses materiais e boa disponibilidade no mercado de matérias primas padronizadas como exemplo os filamentos com 1,75 mm de diâmetro fabricados em polilático (PLA) ou acrilonitrila butadieno estireno (ABS) e disponibilizados na forma de bobinas.

Em contrapartida, materiais para AM em metais, apresentam limitações de aquisição devido à baixa disponibilidade, e necessitam ainda de recipientes ou equipamentos de apoio especiais, a fim de garantir suas propriedades. Alguns modelos dessas máquinas são providos de sofisticado sistema de armazenamento e recuperação de matéria prima, proporcionando ambientes com pressão positiva de gás inerte no envelope de produção, evitando a contaminação do produto por reações com o oxigênio, outros equipamentos operam com envelope de trabalho em vácuo. Compostos de material metálico na forma de arame (bobinas ou varetas), também estão sendo utilizados como consumíveis para formação de peças, em equipamentos de impressão 3D [16].

O desenvolvimento da AM está aumentando sobremaneira a oferta de equipamentos para processamento de biomateriais metálicos, com flexibilidade, boa velocidade de processamento, porém a custos elevados (centenas de milhares de dólares) e com propriedades mecânicas incertas (em grande parte dos casos). Dentro deste contexto, não somente em relação às matérias primas, existe ampla lacuna de desenvolvimento para processamentos alternativos, mais eficientes e menos dispendiosos, carecendo da junção das tecnologias de produção, dos materiais e respectivos tratamentos.

Uma vez obtidas peças por impressão tridimensional (3D) em Modelagem por fusão e Deposição (FDM) e por Sinterização Seletiva à Laser (SLS), foram realizadas análises em duas vertentes:

- Características do processo (viável, não viável);
- Características do produto (atendimento as possíveis aplicações).

1.3 Propriedades

Características importantes dos biomateriais metálicos como estabilidade química, boa resistência mecânica, devem ser preservadas após o processamento do material, sendo que deve se dar atenção ao alto limite de resistência à tração ou compressão, módulo de elasticidade aceitável, dureza, densidade, isotropia, rugosidade superficial, capacidade de polimento/lapidação e viabilidade técnica de produção pode eleger biomateriais metálicos como melhor opção em algumas aplicações, mas seu processamento pode alterar significativamente alguma dessas propriedades [16].

Entre as diversas propriedades que podem ser alteradas pelo processo de produção, esse trabalho traz considerações sobre limites de tensão que foram determinados por ensaios de tração (ASTM E8/E8M-16) [18] e micro dureza superficial (ASTM E384-17) [19], além de analisar a porosidade e vazios decorrentes dos processos utilizados para construção das peças.

As tecnologias atualmente disponíveis para impressão 3D em metais envolvem equipamentos com base tecnológica sofisticada, caracterizados pelo alto custo de aquisição e operacionalização [16,17].

Uma grande quantidade de ensaios normalizados está disponível para testes de diferentes propriedades em materiais metálicos, considerando que a opção na utilização de metais em construção mecânica as características relacionadas a resistência a tração e dureza são bem estudadas, esses ensaios servem de análise preliminar para consideração de viabilidade dos processos executados nesse trabalho.

Norma utilizada para o ensaio de tração ASTM E8/E8M-16 [18];

Norma utilizada para o ensaio de microdureza ASTM E384-17 [19].

1.4 Aplicações

Cada aplicação em que uma peça obtida pelo processo proposto poderá ser submetida, também deverá passar por uma criteriosa análise sob aspectos relevantes das características resultantes, estruturas e propriedades antes e após o processamento com ajustes de variáveis de sua construção.

Com foco nas aplicações pretendidas (pesquisas), foram definidos os materiais (biomateriais metálicos), as técnicas de processamento (impressão 3D) e as propriedades básicas para análise (resistência a tração e consolidação).

Para o Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia (IDPC), e para a Fundação Adib Jatene (FAJ), o uso dessas técnicas de processamento pode oferecer mais velocidade e autonomia em diversos projetos futuros, dentre os quais podemos destacar alguns desenvolvimentos possíveis na área cardiológica que envolvam a produção de:

- a) Ferramentas especiais de auxílio cirúrgico;
- b) Carcaças e/ou partes de válvulas cardíacas;
- c) Peças para Dispositivos de Assistência Ventricular (DAV);
- d) Peças para equipamentos de Circulação Extracorpórea (CEC);
- e) Peças para o projeto de Bombas de Sangue Ápico Aórtica (BSAA);
- f) Peças para Cardioversores Desfibriladores Implantáveis (CDI);
- g) Projeto e desenvolvimento e endoprótese implantável (*Stent*).

Diante disso, foi verificada a viabilidade de produção de peças em materiais metálicos com o uso do Catamold® 17-4 PHF, utilizando-se a impressão 3D por FDM e por SLS verificando a possibilidade de utilização em projetos futuros na área de Bioengenharia do IDPC.

2 OBJETIVOS

2.1 Gerais

Testar a viabilidade de novos processos de impressão 3D, por FDM e SLS para construção de peças em biomateriais metálicos, com o intuito de viabilizar essa produção sem o uso de moldes ou matrizes, utilizando matéria prima já disponível para o processo MIM.

Analisar as rotas e etapas idealizadas e definidas para esse processo, verificando sua viabilidade e possíveis mudança nos atuais paradigmas de produção, entre os quais destacamos:

- Produção customizada de peças metálicas;
- Sinterização de peças sem o uso de moldes para compactação;
- Produção unitária rápida e acessível de peças em metais;
- Disponibilização de matéria prima em filamento, barras ou pós, visando a produção de peças de diversas ligas metálicas¹.

2.2 Específicos

Produzir corpos de prova para ensaios de tração, em materiais metálicos utilizando o material Catamold® 17-4PH F, para abastecimento de impressoras 3D FDM e SLS, com posterior expurgo do polímero e sinterização do metal. Ensaiar e analisar as peças produzidas por esses caminhos de produção.

¹ Apesar dos testes ficarem restritos ao CATAMOLD® 17-4PHF, é possível afirmar que o mesmo processo pode ser abastecido com qualquer outro material desse grupo de fornecimento (316L, PANACEA, outros metálicos e cerâmicos desenvolvidos pela BASF)

3 REFERENCIAL TEÓRICO

Visando organizar o estudo e permitir a compreensão de técnicas distintas, necessárias à realização desse trabalho, esta seção foi subdividida em itens que tratam essas técnicas de maneira independente, permitindo o entendimento das possíveis combinações propostas com fragmentações e recombinações desses processos.

3.1 Manufatura Aditiva

Protótipos, confeccionados por qualquer técnica, são ferramentas para auxílio a “tomadas de decisão”, permitindo a verificação de características de projeto como: design, funcionalidade, ergonomia, dimensional, estética, dificuldades de fabricação e a tantos outros inúmeros atributos e quesitos associados a um determinado produto, fornecendo elemento tangível para análise de projeto de um produto [20].

Com a criação do primeiro equipamento de impressão 3D por SLA em 1986 [21] e a expansão de pesquisas nessa área, ocorreram inúmeros pedidos de patentes para a impressão 3D, entre os quais se destacam o pedido da Stratasys, Inc. de 1992 [12,22]. Esses equipamentos até cerca de dez anos atrás, serviam ao objetivo exclusivo de fabricação de protótipos, sempre estando relacionados a agilidade na produção de protótipos, impulsionando a área que recebia o nome de Prototipagem Rápida (RP) [23].

A impressão 3D como um método de AM possui capacidades ímpares para produção ou fabricação de peças com formas complexas pela transformação de uma geometria 3D em sequência organizada num plano cartesiano “2D”, de espessura controlada que, ao serem empilhadas (sobrepostas), formam as camadas ou “fatias” para processamento individual, simplificando o processo e permitindo a construção do modelo tridimensional, nesse caso, “peça”.

Por outro lado, deve se levar em consideração a dificuldade de estabelecer uma sistemática de amostragem de processo por controle estatístico (na impressão 3D pode-se considerar a produção unitária), e a necessidade de estabelecer algumas garantias de produção impulsionaram o desenvolvimento de softwares e

hardwares (câmeras de alta velocidade com a sobreposição de imagens comparativas para processo “sob controle”) com objetivo de acompanhar os processos de impressão, visando a detecção e possível correção de defeitos em tempo real (durante a produção de cada peça em particular) [24].

As máquinas mais sofisticadas para uso em AM estão sendo equipadas, com sistemas que gravam quadro a quadro uma sequência de imagens, “livres” de defeitos de construção da peça, linha ou camada impressa, e comparam com as imagens do processo corrente, corrigindo ou interrompendo a fabricação da peça, no instante em que for detectada qualquer anomalia [24].

Atualmente, existe uma oferta imensa de novas tecnologias e materiais para a impressão 3D, cada uma com suas particularidades, como exemplo: nos sistemas com fonte de laser, a superfície de trabalho fica desobstruída, permitindo um bom acompanhamento do trabalho por sistemas automatizados de detecção de defeitos por análise de imagem digitalizada, mas em sistemas de impressão por FDM essa superfície de trabalho é constantemente obstruída pelo cabeçote de impressão, alterando o ângulo de captura de imagem. [25].

A vantagem de manter livre a superfície de trabalho em equipamentos operados com fonte de laser e feixe de elétrons reside justamente na facilidade de acompanhamento do trabalho por sistemas automáticos de captação e comparação de imagens digitais. [26,27].

Foi distinguida nesse trabalho a AM da impressão 3D por uma questão relacionada a controle de processo, as impressões 3D que não forem construídas com acompanhamento de um sistema de controle automatizado de produção não possuem confiabilidade para algumas aplicações.

Os ensaios e testes que podem ser aplicados após o processamento são limitados, não se pode, por exemplo, aplicar um ensaio destrutivo numa peça produzida por AM com a garantia de que uma outra peça construída por essa técnica terá propriedades semelhantes, isso demonstra a tendência atual de desenvolvimento de sistemas de monitoramento online para cada elemento das etapas de produção [27].

Um controle de produção unitário em impressão 3D pode ser conseguido com a criação de uma réplica digital do processo, em sistemas conhecidos como “*digital twins*”, onde uma troca de informações continua (fornecimento e recepção de

dados) interage com os sistemas de controle e com dados estatísticos de impressão 3D, associando ferramentas de aprendizado de máquina e big data, reduzindo defeitos e diminuindo o tempo entre projeto e produção e oferecendo controle de processo [28].

3.2 Metalurgia do pó e sinterização

Metalurgia do Pó (conhecido também como sinterização e também por M/P) pode ser definida como uma tecnologia na qual, um pó ou uma mistura dos pós metálicos se transformam em peças sólidas sem a necessidade do processo de fusão, mas apenas pelo uso de pressão e calor baseado em um processo conhecido como sinterização (um “tratamento térmico” onde as partículas metálicas são aglutinadas e consolidadas por processos de difusão sem que ocorra a fusão do material).

Na classificação primária desse processo, são distinguidas a sinterização de estado sólido ou com a presença de uma fase líquida. Nos processos de estado sólido, o aglomerado em pó é aquecido em temperaturas (geralmente $\frac{3}{4}$ da temperatura de fusão do material) que não ultrapassam o limite de fusão de nenhum dos componentes da liga, permitindo a consolidação da microestrutura final exclusivamente por difusão via fase sólida. Já no processo de sinterização via fase líquida, ocorre com ao menos um dos seus componentes se liquefazer e preencher os poros e vazios por capilaridade permitindo sinterização em temperaturas menores se comparadas à sólida, porém possui como resultado maior deformação e retração após a sinterização [29].

A obtenção de peças metálicas pelo processo de metalurgia do pó tem como característica básica, utilização de pós secos com a ausência parcial ou completa de líquidos. O pó é vertido sobre um molde e uma punção aplica a força, permitindo a aglutinação do pó formando o compacto verde que então é encaminhado para o processo de sinterização. Estas etapas descritas anteriormente são conhecidas como compactação (formação da peça) e sinterização (aquecimento para aquisição de resistência mecânica) [29].

Etapas de calibração dimensional, usinagem, tratamento térmico, termoquímico, cobertura de superfície podem ser acrescidas ao processo, dependente de suas características e estudos prévios que as justifiquem.

Equações que tratam os processos de compactação, consideram propriedades mecânicas e reológicas, associados à geometria, tamanho de partículas, pressões, recuperação elástica e plástica do compactado, possibilitando entendimento sobre alguns fenômenos que envolvem a densificação do pó quando compactado [30].

Nesse trabalho, o material não sofreu compactação para adquirir o formato da peça, ou seja, as conformações se deram por duas rotas, a primeira pela deposição de uma mistura de pó metálico com veículo polimérico utilizando-se de uma impressora 3D tipo FDM e a segunda utilizando o mesmo material em uma impressora a laser, portanto para o presente trabalho, todas as caracterizações e resultados atribuídos aos processos de compactação não foram aplicadas.

3.3 Processo MIM

O processo de Moldagem de Pós por Injeção (MPI ou PIM) refere-se às técnicas, materiais e equipamentos destinados a produção de peças que passam por moldagem em máquina injetora, extração de ligante e sinterização em forno, a MPI refere-se ao processo em geral, que resulta em aglomerados de pós metálicos, compósitos ou cerâmicos para posterior sinterização [31].

A moldagem de metais por injeção (MIM), tem exatamente as mesmas etapas e características do MPI, ficando restrito as situações de obtenção de peças exclusivamente metálicas. Para o processo MIM, a matéria prima granulada (*pellets*) é feita a partir da mistura de materiais poliméricos que servem de veículo/aglutinante (*binder*), com os pós metálicos que constituirão a peça. Após ser removida do molde, a peça passa por extração do polímero/aglutinante para então ganhar resistência mecânica em um processo de sinterização [31].

As partículas de metal podem ter diferentes aspectos morfológicos, dependente do processo em que forem produzidas, isso interfere substancialmente no resultado do processo, a esfericidade da partícula atribui ao material distribuição homogênea e com boa cobertura de aglomerante [32].

Na a etapa inicial do MIM, os pós de um material metálico específico (obtidos por atomização controlada) são misturados e homogeneizados com aglutinantes (partículas poliméricas compostas), e passam por extrusão e peletização (Figura 2), para serem utilizados como matéria prima em máquinas de injeção plástica.

Figura 2 – Fluxo de preparação de matéria prima – processo MIM.

Fonte: Próprio autor.

O material devidamente homogeneizado passa por uma extrusora que o fluidiza e granula, produzindo pellets desse material que são comercializados para os processos PIM (Moldagem por Injeção de Cerâmicos - CIM e metais - MIM), dependendo do caso.

Numa fase seguinte, as indústrias que adquirem essa matéria prima, utilizam-na para abastecer máquinas injetoras de material plástico (sem adaptações) onde as peças são injetadas em moldes, permitindo a obtenção de seu formato, considerando a variação volumétrica de cada etapa do processo, que resulta numa contração total em torno de 15% a 20 % (dependendo da proporção da mistura) [31].

A primeira contração é decorrente do resfriamento após desmoldagem da matéria prima na saída do processo de injeção (aglutinante + metal), uma segunda

contração de volume (pouco significativa) ocorre pelo expurgo do material polimérico aglutinante (figura 3), isso pode ser realizado por método térmico, térmico químico ou por imersão em solvente líquido, uma terceira contração (a mais significativa) acontece como consequência do processo de sinterização do material metálico (Figura 4) [33].

Figura 3 – Formação da peça, com três opções para expurgo do polímero.

Fonte: Próprio autor.

O uso das técnicas MIM, permitem reprodutibilidade, precisão dimensional (considerando uma contração volumétrica proporcional) e alto volume de produção, mas deve-se prever os recursos técnicos para o expurgo polimérico, e para a sinterização e considerar a baixa estabilidade de forma para a peça nas fases à verde e à marrom.

A peça é considerada “à verde”, quando sai da injetora, conforme ilustra a Figura 3, nesse estágio deve ser manipulada com cuidado, pois somente o aglutinante está garantindo a coesão ao agregado, tem pouca resistência mecânica, após essa fase, a peça passa pela extração quase total do aglutinante, e é chamada

“à marrom”, continuando muito frágil, seguindo para a sinterização (Figuras 4 e 5), o ideal é sua permanência no mesmo forno, evitando seu manuseio em função da fragilidade mencionada.

A complexidade desse processo pode ser melhor entendida, quando suas quatro etapas (obtenção dos peletes, moldagem por injeção, expurgo e sinterização) são analisadas isoladamente e, com uma exploração mais profunda, verifica-se a interferência delas entre si [34,35].

Figura 4 – Processo de sinterização.

Fonte: Próprio autor.

Alguns autores determinam que o processo PIM fica restrito a peças com no máximo 6 mm de espessura e com massa inferior a 100 g, entre as justificativas para essas limitações destacam-se a viabilidade de extração do polímero, as altas contrações volumétricas e manutenção do formato da peça, sem distorções [36].

Figura 5 - Condições das peças entre as fases do processo MIM.

Fonte: Adaptado de Xiangji Kong (2011, p.17) [40].

Em função de condições técnicas (contrações, defeitos de microestrutura) e custos inerentes ao processamento MIM (investimento inicial, custos de produção etc.), a equipe comercial da BASF orienta seus clientes a optarem por esse processo quando atendidas todas as seguintes condições: [37]

- Demanda mínima em torno de 10.000 peças/ano;
- Peças de geometria complexa;
- Peças cujo volume máximo caberia em uma bola de golf (ideal);
- Peças que caberiam em uma bola de tênis (possível).
- Material das peças, aços inoxidáveis e titânio;

A caracterização do tamanho médio de partícula de pós metálicos utilizados nos processos MIM não pode ser realizada por ensaios de peneiramento, densidade aparente ou escoabilidade, devendo ser realizada uma análise granulométrica por difração de laser ou Raio X [38,39].

Na matéria prima para o processo MIM as misturas entre pó metálico e aglutinante polimérico (binder) variam em proporções, próximas de 60% de pó de

metal com 40% de aglutinante polimérico em volume, em uma preparação de inox 316L, por exemplo, 60% poderia ser pó de metal e, 40% aglutinante (polipropileno 16%, parafina 22% e ácido esteárico 2%) em volume, gerando uma relação de massa, próximo de 93% de metal e 7% de aglutinante. Cada matéria prima preparada para o processo MIM apresenta uma proporção exclusiva, que não é a citada no exemplo, essa informação é somente para dar noção da ordem de grandeza dos preparados [40,41].

A complexidade de formatos, precisão dimensional, facilidade em assumir os contornos da matriz, variedade de materiais que possam ser combinados e o alto volume de produção são vantagens da tecnologia de processos MIM, que podem ser melhoradas com a utilização de pós mais finos, como um micro pó, as proporções de pó metálico e aglutinante para os processos MIM ou μ MIM, são da mesma ordem de grandeza (aproximadamente 60% metal / 40% aglutinante), com pequenas variações isso permite inclusive a possibilidade de fabricação de micropeças com excelente acabamento [42].

No projeto da mistura polímero/metal, a definição da proporção adequada, passa por testes e análises reológicas, menores quantidades de polímero deixam as partículas de metal sem um completo envolvimento de aglutinante, dificultando o processo de injeção, e o excesso de aglomerante diminui de viscosidade da mistura causando espaços na formação metálica com consequentes defeitos de descontinuidade [41,43].

Quantidades baixas de metal nessa formulação, também pode causar problemas nas etapas de expurgo e de sinterização, provocando alta taxa de contração volumétrica, associada a uma não uniformidade dessa contração, provocando vários tipos de defeitos, como distorções dimensionais que podem, inclusive, colapsar a peça durante o processo [41].

3.4 Extração do aglutinante e sinterização

O processo de extração do aglutinante, conhecido também como “*debinding*”, é uma etapa crítica para o processo MIM, pois o polímero foi adicionado ao pó metálico para garantir a plasticidade ao material e proporcionar fluidez suficiente para que ocorra o preenchimento e cópia do molde durante o processo de injeção, além de manter a coesão da forma para o início da sinterização, contudo esse polímero é indesejável ao produto, devendo ser eliminado ao final do processo.

Recomenda-se que o veículo polimérico adicionado, possua características como boa capacidade de escoamento e viscosidade adequada a fim de preencher o molde sem falhas quando aquecido, permitir atuar como um ligante a fim de manter as partículas metálicas unidas sem que haja segregação com aplicação de pressão e ser de fácil extração sem a formação de resíduos de decomposição ou cinzas a fim de evitar formação de inclusões ou poros e vazios indesejados após a sinterização. Tais características permitem o entendimento da complexidade dessa formulação química [44].

A remoção pode ser realizada por processos térmicos, termoquímicos ou por solvente, o uso de pressão ou vácuo para aceleração é considerado também como variante dessas técnicas, sempre visando garantir que a peça final seja composta apenas pelas fases metálicas de interesse [45].

No caso da matéria prima peletizada (*feedstock*) com nomenclatura CATAMOLD® 17-4PH F da BASF, trata-se de aglomerados (metal/polímero) desenvolvidos e patenteados pela empresa com aglutinante a base de Polioxidometileno (POM) (IUPAC: Polyoxymethylene) com objetivo de utilização de sua capacidade de degradação catalítica (realizada através da peça numa taxa de reação de 1 ou 2 mm por hora), para decomposição desse aglutinante. O processo catalítico acelera em até dez vezes a extração em comparação as tecnologias convencionais [46,47].

No processo catalítico, os subprodutos extraídos da carga de Catamold® 17-4PH F requerem o uso de fornos desenvolvidos para essa finalidade, providos de sistema de automação e controle com monitoramento e ação sobre parâmetros como: temperatura de câmara, tempos de processo, taxa de aquecimento, alimentação do ácido nítrico, fluxo de nitrogênio e queimador de exaustão [47].

O metal em pó que é utilizado nos preparados do processo MIM, pode conter partículas da ordem de 45 μm , mas o tamanho ideal de partícula para a maioria das ligas está abaixo de 22 μm de diâmetro. Partículas pequenas aumentam a densidade, proporcionando também um melhor acabamento superficial, além de serem menos abrasivas ao equipamento de injeção [48].

Em um lote do preparado para o MIM, as partículas de pó não apresentam exatamente o mesmo tamanho, o espectro da variação é apresentado em função de sua distribuição gaussiana, onde os valores D_{10} , D_{50} e D_{90} representam respectivamente que: apenas 10% das partículas de um pó estão abaixo daquele diâmetro (por exemplo $D_{10}=5,2 \mu\text{m}$), D_{50} descreve que 50% das partículas estão abaixo deste tamanho (por exemplo $D_{50}=16 \mu\text{m}$) e o valor D_{90} demonstra o tamanho médio que representa 90% das partículas, ou seja, 10% das partículas neste lote de pó irá medir acima deste tamanho (por exemplo, $D_{90}=22 \mu\text{m}$) [48].

Após a extração do aglutinante, realiza-se a sinterização, onde a microestrutura final é consolidada em fornos com atmosfera controlada, em temperaturas da ordem de 1.300°C (dependente do metal utilizado), podendo a seguir passar por operações de acabamento, quando necessário.

3.5 Impressão 3D com materiais metálicos

Desde a primeira patente de uma máquina impressora 3D em 1984, ocorreram uma série de iniciativas para diversificação do conceito e desenvolvimento de novas tecnologias e propostas nessa área, um marco nesse processo foi a introdução do conceito de “máquinas livres” com o projeto “Replication Rapid-Prototyper” ou “RepRap” em 2006, iniciado por Adrian Bowyer, da Universidade de Bath (Reino Unido), cujo objetivo inicial tinha foco na redução de custos em equipamentos de construção 3D por depósito de filamento fundido, incrementando como capacidade inerente para esses equipamentos, a possibilidade de reprodução de suas próprias peças (replicação) [49].

Com tantos acrônimos concebidos para cada mínima variação de tecnologia, o comitê da ASTM 2792 resolveu criar uma estrutura para agrupamento e classificação de equipamentos em AM, com semelhantes técnicas de processamento, dessa forma, a norma citada identificou as seguintes classes [11]:

- Aspersão de aglutinante – BJ (*Binder Jetting*), processo no qual um ligante líquido é depositado seletivamente para agregar materiais em pó.
- Deposição de Energia Dirigida - DED (*Directed Energy Deposition*), processo em que a energia térmica é concentrada (ex.: laser, feixe de elétrons ou arco de plasma) e usada para fundir materiais enquanto estão sendo depositados.
- Extrusão de Material (*Material Extrusion*), o material de construção da peça é dispensado seletivamente através de um bico.
- Jateamento de material (*material jetting*), processo em que gotículas do material de construção (ex.: fotopolímero e cera) são seletivamente depositadas.
- Fusão em cama de pó - PBF (*powder bed fusion*), energia térmica seletivamente funde regiões superficiais de uma cama de pó.
- Laminação de folhas - SL (*Sheet lamination*), folhas do material de construção são coladas para formar um objeto.
- Fotopolimerização em cuba (*Vat photopolymerization*), um fotopolímero líquido num tanque é seletivamente curado por polimerização ativada por luz.

Alguns trabalhos apontam como características principais dos processos de AM em metal, a forma da matéria-prima utilizada (pó ou arame) e as fontes de energia do processo (laser ou feixe de elétrons), e ressaltam também que as duas principais categorias estão relacionadas às técnicas que incorporam a PBF e a DED, excluindo iniciativas isoladas e sem tanta difusão [50].

Entre as sete classes descritas pela referida norma [11], BJ, DED, PBF e SL são consideradas como tecnologias desenvolvidas também na impressão 3D de metais. Em razão da sofisticação de equipamentos com tecnologias de Fusão Seletiva a Laser (SLM) e Fusão por Feixe de Elétrons (EBM), esses são os equipamentos mais estudados para AM em metais [51,52].

O processo de impressão por FDM, até recentemente não era considerado viável para produção de peças metálicas, exceto por iniciativas isoladas, como o recente lançamento pela BASF de um filamento específico para esse tipo de

máquina, (BASF Ultrafuse 316LX), utilizando esse material, pode-se realizar a impressão de uma peça, submetê-la a expurgo polimérico e sinterização, tal qual se recomenda nos processos MIM e, em alinhamento com uma das rotas propostas nesse trabalho [53].

Outra iniciativa em FDM que não figura em “revisões” sobre AM em metais, por se tratar de caso bem especial, diz respeito ao Bulk Metallic Glass (BMG), esse termo tem origem na produção de metais amorfos, que só eram conseguidos com altíssimas taxas de resfriamento e em pequenas quantidades e espessuras muito finas (ordem de grandeza em torno de 10 μm), com o aprimoramento de processos, esses metais puderam ser conseguidos em maior volume dando origem aos vidros metálicos de grandes volumes BMGs [54].

Atualmente, ligas metálicas (principalmente as ternárias), com diferenças da ordem de 15 % entre as dimensões de seus raios atômicos, sob resfriamento rápido, podem se manter em temperatura ambiente sem arranjo cristalino definido, gerando um metal “amorfo”, diferente dos metais cristalinos. Os BMGs, apresentam comportamento semelhante aos termoplásticos, permitindo sua fluidização e utilização como matéria prima em equipamentos de impressão 3D por FDM, para extrusão em temperaturas próximas a 450°C, podendo essa extrusão ser realizada com baixa força de recalque e sem necessidade de se recorrer a temperaturas de fusão e seus inconvenientes [55].

O desenvolvimento de metais amorfos, vidros metálicos (ligas amorfas) e, mais recentemente, “vidros metálicos de grandes volumes” (BMGs), somado a estudos de biocompatibilidade, está impulsionando muitas pesquisas em impressão 3D com os BMGs em várias áreas, empresas de tecnologia depositaram patentes sobre técnicas e dispositivos para impressão metálica com BMGs, com destaque nessa área para a Apple Inc. que incorpora isso em processos de fabricação de moldes para carcaças de seus aparelhos [56].

Outros estudos específicos que não são agrupados à AM em metais apontam desenvolvimentos de processos com tinta metálica flexível, tecnologia baseada no uso de materiais de baixo ponto de fusão, especialmente o Gálio, que em diversas proporções de liga com outros metais (exemplos: índio, ouro, bismuto, prata, zinco e estanho) formam ligas que se fundem em baixas temperaturas, este

tipo de impressão 3D está mais relacionada a tecnologias para fabricação de dispositivos eletrônicos flexíveis e tem se desenvolvido nessa área [57].

Entre as fontes de energia para impressão 3D em metais, existem tecnologias à base de laser, feixe de elétrons, aquecimento por resistência, indução e ultrassom, que provocam, entre outras possibilidades, a microfusão ou a sinterização das partículas metálicas que formarão as peças. O que divide esses processos em diretos (DED) ou indiretos é a obtenção da peça em uma única etapa de aplicação de energia, ou se de alguma maneira o material é aglomerado (aglutinante, adesivo), para em uma segunda etapa ser consolidado (na maioria dos casos por sinterização) [38,50,51,59,60].

Os processos indiretos, como no caso do uso da BJ, o uso de calor uniforme para a sinterização metálica em uma segunda etapa, favorece a granulação fina do material (em teoria), não provoca concentrações de tensão por efeito de calor localizado e diminui os efeitos deletérios de exposições e reações com o oxigênio, evitando a necessidade do uso de equipamentos com atmosfera controlada no ambiente de impressão [58]. Para o processo de Fotopolimerização em cuba, não foram encontradas ocorrências de desenvolvimento que permita sua aplicação para impressão em metais.

Com base nas observações provenientes da bibliografia pesquisada, foi construído e adaptado um quadro resumo com as principais variáveis dos processos de Manufatura Aditiva ou impressão 3D (figura 6), com suas principais denominações e respectivos acrônimos, destacando em setas vermelhas as duas rotas analisadas e propostas de alterações foram feitas, a primeira refere-se ao processo SLS que normalmente é um DED, mas nessa tese foi feita a sinterização polimérica na primeira etapa e a consolidação metálica em uma segunda etapa (sinterização), tornando-o indireto. Na segunda rota foi incluído o processo FDM, como alternativa para construção de peças metálicas, processo em desenvolvimento por algumas empresas, que foi reproduzido com os parâmetros, conhecimentos e equipamentos comuns aos processos MIM, valendo ressaltar que ainda não deve ser tratado como AM e sim como impressão 3D (conceito já desenvolvido na introdução – página 1).

Figura 6 – Quadro resumo de tecnologias disponíveis para impressão 3D em metal.

Diante das rotas de produção consagradas para possíveis construção de peças metálicas, estão apresentadas em destaque (linhas vermelhas), os caminhos de construção que demonstram as rotas utilizadas para obtenção de todas as peças e CDPs apresentados nessa tese.

Ao mesmo tempo em que ocorreu a popularização de equipamentos de impressão 3D com o conceito FDM, muito explorados na área de polímeros em função da energia para aquecimento da matéria prima se fazer por resistência elétrica, em temperaturas razoavelmente baixas, cerca de 300°C, com softwares abertos e de fácil operação, pôde-se notar o surgimento de outras propostas, mais apropriadas para fabricação em metal, utilizando tecnologias de deposição por solda, sobreposição de chapas finas, sinterização ou fusão de arames ou partículas de pó, que utilizam várias fontes de energia como lasers, feixes de elétrons, indução ou oxigás [11,15,38,50,51,59,61].

Ambientes a vácuo proporcionam ausência de umidade e protegem o ambiente de geração do feixe de elétrons, garantindo também uma atmosfera protegida de reações com o oxigênio do ar. Em casos de uso de energia por laser, são utilizados mais comumente gases inertes, especialmente argônio ou nitrogênio com objetivo de mitigar os efeitos de oxidação [50,51,59,60].

Com foco em impressão 3D em material metálico, foram encontrados vários outros casos específicos, cujo objetivo não é a obtenção de peça com rigidez e características puramente metálicas, mas sim a utilização do metal em combinação com outros materiais, como compósitos de “materiais macios ativados”, para uso como sensores magnéticos passivos ou atuadores flexíveis, por poderem reagir a campos eletromagnéticos, cujo objetivo seria obter peças com comportamento de “plástico com carga” (comum em processos de injeção plástica), com a vantagem da aplicação da carga metálica poder ser realizada de maneira seletiva [62].

Em similaridade ao caso descrito no parágrafo anterior, existem propostas de impressão 3D híbrida, unindo características de material polimérico fino de características elásticas como substrato, adição de partículas metálicas (condutivas) e materiais dielétricos, com a adição também (ou construção) de componentes microeletrônicos para fabricação de sensores e display na área de medicina e cuidados com a saúde, aproveitando propriedades dielétricas de um componente, ferromagnéticas de outros em matriz polimérica flexível [63].

Uma produção experimental de filamento para impressora FDM, constituído de mistura de pó metálico de aço inoxidável 17-4PH com pó do polímero ABS, similar ao propósito de nosso trabalho, foi realizada e utilizada para impressão de corpos de prova e verificação da resistência em um trabalho que, diferente do nosso que tinha o objetivo de obtenção de um polímero com carga, utilizando as propriedades flexíveis do polímero, dessa forma os corpos de prova não foram submetidos a expurgo polimérico e nem a sinterização metálica, pois a peça seria utilizada na condição em que foi impressa [62].

Conforme mencionado anteriormente, o Ultrafuse 316LX, foi lançado pela BASF, em filamento para FDM, com duas versões de diâmetro (1,75 mm e 2,85 mm), com objetivo de suprir projetos de fabricação metálica em impressoras FDM, para passarem por expurgo do polímero e sinterização da peça em metal. As variáveis, incerteza de uso e parâmetros de impressão são fatores determinantes para o fabricante declarar que os dados apresentados na ficha do produto são passíveis de serem revistos pelos clientes, pois as variáveis do processo não permitem garantir as propriedades e nem algumas aplicações para o produto [53].

Em suma, esse material, recém lançado pela BASF, propõe uma utilização exatamente com o mesmo conceito e etapas de processamento empregados na parte experimental deste trabalho, dedicado à impressão por FDM, obviamente por terem realizado o desenvolvimento exclusivo para essa finalidade (filamento para FDM), o fizeram com a adição de um polímero mais flexível permitindo seu bobinamento sem a inconveniente fragilidade demonstrada pelo Catamold® 17-4PH F tal qual observado na fase preliminar deste estudo.

Outra proposta semelhante à que está sendo analisada, para o caso da impressão por SLS, é oferecida pela Stratasys Inc., que utiliza uma mistura de pó metálico com polímero, disponibilizando os produtos “*LaserForm ST 200 metal*” e “*LaserForm A6 metal*” para fabricação rápida de insertos de moldes de injeção, mas, devido à alta porosidade resultante desse processo específico (com a mistura dos materiais), a empresa adiciona uma etapa de infiltração da peça com metal de menor ponto de fusão que o aço (no caso, cobre e suas ligas), para a finalização do produto. Dessa forma, após a sinterização do metal, é efetuada uma etapa adicional para esse processo de infiltração com objetivo de obtenção de peça “totalmente densa”, e com propriedades semelhantes ao aço inoxidável P20 [64].

Normalmente, os processos SLS se destacam por apresentarem baixa porosidade e alta densidade [65], entretanto, no caso da aplicação com mistura (polímero/metall), deve-se cuidar para que o volume de polímero (principalmente sua aeração), não provoque o efeito contrário (aumento de porosidade).

Motivados por tornar a impressão 3D em metal acessível para equipes de engenharia em geral, em outubro de 2015, um grupo de pesquisadores fundou a empresa **Desktop Metal**, Inc., Burlington, Massachusetts, EUA, essa empresa criou um sistema para depositar materiais metálicos (inclusive o inox 17-4 PH), misturados a aglutinantes que servem a produção de peças por um processo indireto (construção da peça, expurgo polimérico e sinterização).

Os primeiros produtos da *Desktop Metal*, focavam a tecnologia FDM e, para disponibilizar essa tecnologia aos seus clientes, projetaram um conjunto de produtos com o nome de *Studio System™*, composto de uma impressora tipo FDM [66], com matéria prima em varetas encartuchadas (metal e aglutinante polimérico), uma cuba para extração de aglutinante por solvente FDM [67] e um forno para sinterização FDM [68].

A *Desktop Metal* lançou recentemente equipamentos com tecnologia BJ, com foco em sistemas de AM para produção personalizada em escala, inclusive destacando como uma das vantagens desse processo a possibilidade de construção de uma quantidade grande de peças (cada uma com seu número de série e/ou particularidades), dispensando operações posteriores para esse fim.

O caso de sucesso em escala global da *Desktop Metal* deve-se, entre outras coisas, ao fato do corpo técnico da empresa ter lastreado seus projetos em tecnologias de sistemas de impressão indireta (formação da peça, expurgo e sinterização) que, ao serem seguidos criteriosamente, podem trazer excelentes propriedades mecânicas aos produtos [65].

A tecnologia de manufatura aditiva (AM), cujo processo permite a deposição tridimensional baseada na construção de objetos por deposição de materiais camada por camada ou gota a gota sob um sistema controlado por computador, está alavancando o setor industrial com várias quebras de paradigmas de produção [69].

O MIM é outro processo de fabricação capaz de produzir peças complexas na maioria dos sistemas de engenharia, incluindo fabricação de dispositivos médicos, com a vantagem de produzir geometrias complexas em pequenas

dimensões e boa tolerância dimensional em uma única etapa, com a desvantagem da necessidade moldes [70].

Dispositivos médicos (implantes ortopédicos, fixadores ósseos, articulações artificiais, etc.) e odontológicos (restaurações, fios ortodônticos e implantes dentários) são geralmente concebidos em metais, devido a sua superioridade em relação às cerâmicas e polímeros, por sua alta, tenacidade à fratura, boa elasticidade e rigidez combinadas e condutividade elétrica [71].

Os metais implantados em tecidos (de humanos ou animais), não podem causar toxicidade, assim materiais resistentes à corrosão são empregados em áreas médicas, veterinárias e odontológicas, como o aço inoxidável e ligas de Ag, Au, Co-Cr-Mo e Ti [71,72].

A tecnologia MIM combina as vantagens da moldagem por injeção de plástico e a metalurgia do pó convencional, um processo MIM consiste em quatro etapas: mistura (uma pequena quantidade de um polímero com pó de metal forma uma matéria-prima que pode ser moldada), moldagem por injeção (moldagem), debinding (o sistema aglutinante polimérico é extraído) e sinterização (adensamento dos pós muitas vezes a densidades quase teóricas) [73].

4 RECURSOS MATERIAIS

4.1 Catamold® 17-4PH F

Especialmente desenvolvido pela BASF para atender as necessidades do processo MIM, o material Catamold® 17-4 PH F (figura 7) é um composto formado pela aglomeração de micropartículas de pó metálico de aço inox, com POM (aglutinante polimérico), sua composição química após a remoção do aglutinante, está descrita na tabela 1.

Figura 7 – Catamold® 17-4 PH F, como comercializado.

Fonte: próprio autor.

Tabela 1 – Composição química após processamento do Catamold® 17-4 PH F

Composição	Aço inoxidável 17-4 PH F
C	$\leq 0,07 \%$
Cr	entre 15-17,5 %
Ni	entre 3-5 %
Cu	entre 3-5 %
Nb	entre 0,15-0,45%
Mn	$\leq 1 \%$
Si	$\leq 1\%$
Fósforo	max.=0.040
Enxofre	max.= 0.030

Fonte: BASF [10].

Destino do material: 1,0 kg de Catamol®17-4 PHF foi utilizado para produzir filamentos de 1,75 mm de diâmetro (extrusora) e 2,0 kg foi triturado em um liquidificador industrial profissional 2 Litros 800w 220v alta rotação (Vitalex, Catanduva SP, Brasil), modelo Li-02/220 copo inox, após a trituração em seguida peneirado (ABNT 35, Tyler 32, com abertura de 0,5 mm - Granutest®, Brasil) para abastecimento das máquinas com material em pó.

4.2 Extrusora

Para a etapa de extrusão de filamento, foi utilizada uma máquina extrusora monorosca, marca AX PLÁSTICOS, modelo LAB – 16, Diadema, Brasil - (disponibilizada pela PUC/SP – Campus Sorocaba), sendo necessária a confecção e adaptação de uma peça para redução do diâmetro de extrusão para o valor normalizado (1,75mm), essa dimensão foi utilizada para atender às especificações de alimentação dos modelos mais comuns de impressoras tipo FDM. A confecção do bico de diâmetro apropriado e sua adaptação para o canhão da extrusora foi realizada pelo setor de bioengenharia do IDPC.

Parâmetros de processo: temperaturas de 190°C, 195°C e 215°C, foram ajustadas para as zonas 1, 2 e 3 do canhão de extrusão, respectivamente, as rotações adequadas ao processamento ficaram em torno de 50 rotações por minuto (RPM) e o torque utilizado foi de 7,2 Nm.

Figura 8 – Extrusora monorosca, AX Plásticos, modelo LAB – 16.

Fonte: próprio autor

4.3 Impressoras 3D

Três modelos de impressoras 3D para o processo FDM e um tipo de impressora SLS, foram utilizadas neste estudo:

- Wietech®, tipo cartesiana, modelo HadronMax, 12 L de capacidade (20X20X30 cm), 400 mm / s de velocidade, abastecimento com filamento de 1,75 mm de diâmetro e deposição com bico de 0,4 mm; figura 9.
- FLSUN®, Delta Kossel, 30X40X68 cm, abastecimento com 1,75 mm de diâmetro de filamento e deposição com bico de 0,4 mm, em camadas de 0,1 a 0,4 mm de espessura, figura 10.
- Fab@Home®, fabricada pelo Centro de Tecnologia da Informação (Campinas, SP, Brasil), com 7 L de capacidade (14X20X25 cm), 15 mm / s de velocidade, figura 11.
- SLS, HiQ 2500 - 3D Systems, Inc., (Carolina do Sul, EUA) Figura 12.

Figura 9 – Impressora FDM cartesiana, abastecida com o filamento extrudado Bico de extrusão (A), filamento (B), mesa de trabalho (C).

Fonte: próprio autor

Figura 10 – Impressora FDM Delta, operando com o filamento extrudado. Bico de extrusão (A), filamento (B), mesa de trabalho (C).

Fonte: próprio autor

Figura 11- Impressora 3D FDM, Fab@Home®, abastecida com material em pó. Bico de extrusão (A), silo de abastecimento de material em pó (B), mesa de trabalho (C).

Fonte: próprio autor

Figura 12 – Impressora 3D - HiQ 2500 - SLS

Fonte: próprio autor

4.4 Fornos

Após a impressão, todas as peças passaram pelo processo de extração do ligante (debinding), em um procedimento que ocorreu pelo método termoquímico (catalítico), utilizando forno com atmosfera de nitrogênio e ácido nítrico, e temperaturas de 110°C a 140°C, o tempo foi ajustado para uma perda mínima de massa da ordem de 7,24% (Heaney, 2012, pp. 134, 139-140, 453).

A combinação do ácido nítrico e temperatura despolimerizam o ligante pela quebra da cadeia polimérica e o formaldeído (resíduo) é retirado do forno e queimado, evitando sua liberação no ambiente, o nitrogênio gasoso foi utilizado para proporcionar atmosfera positiva no forno evitando a entrada de ar e consequente contato com agente comburente (oxigênio). (German & Bose, 1997, pp. 197, 205).

Todo o procedimento de extração do ligante foi realizado em forno desenvolvido para esse processo, equipado com controle computadorizado de atmosfera, seguindo as recomendações dos fabricantes do material [9].

Características do forno:

- Tamanho da zona de trabalho: 36 "x 36" x 48 "
- Capacidade de carga: 3.000 lbs.
- Temperatura máxima de operação: 2.650 ° F
- Uniformidade de temperatura +/- 10 ° F
- Nível de vácuo final <50 microns
- Pressão parcial de nitrogênio, hidrogênio e argônio até 10 Torr
- Refrigeração interna a nitrogênio ou argônio até 2 bar.

No mesmo forno, todos os corpos de prova (CDP) impressos foram sinterizados com o seguinte ciclo de aquecimento:

- Aquecimento desde a temperatura ambiente, a uma taxa de 5°C/min, até 600°C, essa temperatura foi mantida por uma hora e novamente elevada a taxa de 5°C/min até 1.300°C, mantida por 3 horas com resfriamento dentro do forno.

O tratamento térmico de solubilização foi realizado somente em três unidades de CDPs, em um forno tipo mufla marca EDG, modelo 1800 (EDCCON1P) em temperatura de 1040°C por 30 min, sem controle de atmosfera. A falta de um forno com controle de atmosfera e a pequena variação de propriedades mecânicas em função do tratamento térmico, motivaram a exclusão dos tratamentos térmicos neste trabalho.

4.5 Microscópio Eletrônico de Varredura

As amostras foram cortadas em sentido longitudinal, embutidas em resina de poliéster, lixadas, polidas e analisadas utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), do Laboratório de Biomassa e Bioenergia da Universidade Federal de São Carlos – UFSCar – Campus de Sorocaba, utilizando um MEV de bancada Hitachi com potência de 15 kV. As imagens foram geradas através de sinal retroespalhado.

4.6 Máquina de tração

Os CDPs foram ensaiados em uma máquina Instron 2382 (100 kN capacidade), controle de deslocamento, 6,0 mm/min até a fratura, de acordo com norma ASTM E8/E8M-16.

5 METODOLOGIA

Para a construção das peças, conforme o fluxograma (figura 1), com a utilização do material descrito, buscaram-se metodologias adequadas ao projeto inicial, com base em premissas de qualidade relacionadas aos limites de tensão para as amostras isoladas e comparação com produtos similares, obtidos por outras rotas de processamento (CDP de mesmo material, construído por forjamento).

Entre as ferramentas de auxílio às etapas de desenvolvimento do projeto, destaca-se o uso do ciclo *Plan/Do/Check/Action* (PDCA). Trata-se de um procedimento de gestão da qualidade total que inclui:

- Plan (planejamento), identificação dos parâmetros de qualidade importantes para o projeto e como buscá-los;
- Do (execução), executa o que foi planejado;
- Check (controle, verificação), avalia os resultados;
- Act ou Adjust (ação), padronização e ação adicional (implementação).

Esse sistema cíclico com suas quatro etapas é amplamente utilizado em sistemas de gestão da produção industrial e, também foi proposto como modo de gestão dos projetos de pesquisas científicas [74].

Semelhante às etapas do ciclo PDCA, Hollister et. al. [75], apresentam uma metodologia linear de cinco etapas que inclui na última etapa a validação para testes “*in vivo*” e adequa o método para projetos na área de biomateriais e respectivos ensaios específicos.

Esta tese foi desenvolvida com base nas quatro primeiras, das cinco etapas propostas por Hollister et al., [75].

- 1 Entrada de projeto;
- 2 Saída de projeto;
- 3 Implementação de projeto;
- 4 Verificação de projeto;
- 5 Validação de projeto (para testar modelos pré-clínicos e implantes em humanos da peça final).

6 DESENVOLVIMENTO

6.1 Processamento pela rota 1.

Utilizando o material compósito Catamold® 17-4PH F, e impressoras 3D tipo FDM de configuração cartesiana e delta, foram produzidas peças usando filamentos pela rota 1, figura 13.

Figura 13 – Fluxograma de processamento pela rota 1

Fonte: próprio autor

- a) **Entrada do projeto rota 1** : A Produção de filamentos com o material Catamold® 17-4PH F foi realizada com sucesso; o projeto de discos (figura 14) foi desenvolvido para análise preliminar das contrações volumétricas da peça na passagem por todas as etapas do processo e consideração das dimensões do desenho (testes preliminares), em seguida os arquivos eletrônicos das peças em forma de discos foram transformados para extensão STL e, submetidos a impressão 3D FDM;

Figura 14 – Desenho de peças para impressão (rota1).

Fonte: próprio autor

- b) **Saída de projeto rota 1**: as amostras foram obtidas com êxito (ajustes foram testados durante a construção), após passarem por expurgo polimérico e sinterização;

Observação – 1 (válida para as três rotas propostas): Após a construção, as peças, foram submetidas a operações de remoção do aglutinante orgânico POM, esta etapa é conhecida como “*debinding*”, onde a peça crua moldada (nesse caso, depositada) foi aquecida em forno a uma temperatura de 110°C, com agente catalisador ($\text{HNO}_3 > 98\%$). Na sequência foi realizada a sinterização das peças através de

reaquecimento em forno de sinterização durante um período de 6 horas e 20 minutos com patamar de 1 hora a 600°C (*debinding* secundário) e depois outra parada à 1300°C (sinterização), totalizando um tempo de 8h e 20min. Essas fases (*debinding* e sinterização), são etapas muito bem desenvolvidas para uso nos processos MIM e foram realizadas seguindo estritamente as instruções do fabricante [9], não sendo questionadas nesse trabalho.

- c) **Implementação de projeto rota 1:** Os filamentos apresentaram-se quebradiços e difíceis de serem manipulados ou tracionados pelas impressoras nessa operação. A dificuldade técnica de tracionamento desse material filamentado para abastecimento dos equipamentos de construção utilizados nessa rota (impressoras 3D), impossibilitou a produção de CDPs;
- d) **Verificação de projeto rota 1:** As amostras obtidas foram analisadas macroscopicamente e por microscopia eletrônica de varredura (MEV), para temperaturas, velocidades e condições de preenchimento e estão apresentadas no capítulo de “resultados”.

6.2 Processamento pela rota 2.

Utilizando o material compósito Catamold® 17-4PH F, e a impressoras 3D FDM (FAB@HOME CTI), foram produzidas peças usando o material triturado (em pó), pela rota 2, figura 15.

Figura 15 – fluxograma de processamento pela rota 2

- a) **Entrada do projeto rota 2** : Trituração e peneiramento do material Catamold® 17-4PH F - figura 16, alteração do desenho de discos utilizados na rota 1, para condição de CDPs (Figura 17) na rota 2. Análises preliminares das contrações volumétricas das peças da rota 1 ao passarem por todas as etapas do processo permitiram a avaliação das dimensões necessárias à padronização dos CDPs que estão representados na figura 17, seguindo da transformação dos arquivos eletrônicos para extensão STL e, subsequente impressão 3D FDM com o material em pó (figura 16),

Figura 16 – Matéria prima “como recebida” e após a trituração (rota 2).

Fonte: próprio autor

- b) **Saída de projeto rota 2:** Com a utilização da matéria prima triturada e o uso da impressora 3D FDM (FAB@HOME CTI) foi possível a construção de corpos de prova (CDPs) padrão para ensaios de tração figura 15 (CDP – FDM)

Observação – 1 (a mesma descrita no item “b” da “rota 1”)

Figura 17 – Desenho dos CDPs para impressão rota 2;

Fonte: próprio autor

- c) **Implementação do projeto rota 2:** A construção dos CDPs ocorreu conforme a configuração de “impressão no plano” figura 18 e a parametrização do equipamento de impressão de acordo com a figura 19 e tabela 2. Dessa forma, para compação absoluta com materiais forjados ou produzidos por outros processos haverá um pequeno prejuízo [76], mas para comparação entre os produtos obtidos e estudados nessa tese, isso não afetará pois todos os CDPs foram construídos na mesma posição. A impressão FDM agrega ao material características anisotrópicas e, dependendo da posição de impressão (figura 18), pode-se obter uma condição de melhor resistência ao ensaio de tração, nesse caso a melhor opção é a impressão de lado, mas devido a dificuldades técnicas (descolamento da mesa por pouca superfície de aderência), optou-se pela utilização da impressão no plano que apresenta uma pequena queda de resistência.

Figura 18 – Melhores opções de orientação para impressão FDM

Fonte: extraído e modificado de Barner (2015, p.20) [76].

Figura 19 – Parametrização para impressão rota 2.

Fonte: Captura da tela do software - DT3D CTI

Tabela 2 – Parametrização e função para impressão rota 2.

Parâmetros	Função
DESCRIPTION	Descrição do material utilizado
TIPDIAM	Diâmetro do bico
PATHWIDTH	Espessura do material depositado
PATHHEIGHT	Altura da camada
PUSHOUT	Tempo de avanço do material antes de iniciar o movimento XY
SUCKBACK	Tempo de retroação do material antes de finalizar o movimento XY
JOGSPEED	Frequência de movimentação de deslocamento do material
SUCKBACKDELAY	Tempo para retardo do suckback após o final do caminho
DEPOSITIONRATE	Razão de deposição do material durante o trajeto da camada
CLEARANCE	Deslocamento da mesa, movimento do cabeçote sem deposição
PATHSPEED	Velocidade de trajetória durante a impressão
PAUSEPATHS	Pausa forçada durante um ciclo definido

Fonte: DT3D CTI

- d) **Verificação de projeto rota 2:** foram obtidos cinco (5) corpos de prova por essa rota de produção, possibilitando os ensaios de tração e cujos resultados são apresentadas no capítulo de “resultados”. Nessa etapa estava previsto a realização de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento para os materiais obtidos mas, devido a dificuldades técnicas (fornos sem controle de atmosfera), e ainda em razão da percepção de que os valores não tinham variação substancial para os ensaios propostos (foram feitos 3 corpos de prova com esses tratamentos), a etapa de tratamento térmico foi descartada para os demais corpos de prova.

6.3 Processamento pela rota 3.

Figura 20 – Fluxograma de processamento pela rota 3

Fonte: próprio autor

- a) **Entrada do projeto rota 3** : Nessa etapa foram utilizados o material na condição de pó e o equipamento de impressão por tecnologia de sinterização à laser, o desenho para construção dos CDPs permaneceu o mesmo da rota 2 (Figura 17);
- b) **Saída de projeto rota 3**: Com a utilização da materia prima triturada e o uso da impressora 3D SLS (HiQ 2500 - CTI) foi possível a construção de amostras padrão para ensaios de tração figura 19 (CDP – SLS);

Observação – 1 (a mesma descrita no item “b” da “rota 1”);

- c) **Implementação do projeto rota 3** : A construção dos CDPs ocorreu com a utilização dos seguintes parametros de construção para o equipamento de impressão: Laser Power = LP 50W; Out Line = OL 40W; Espaço de Digitalização = SS 0,08 mm; Espessura de Camada = LT 0,25 mm; Temperatura do leito de peça = PBT 125 ° C;
- d) **Verificação de projeto rota 3**: foram obtidos seis (6) corpos de prova por essa rota de produção que foram submetidos a ensaios de tração e cujos resultados são apresentados no capítulo 7. Os ensaios de dureza que estavam previstos e foram realizados nos CDPs da rota 2, não puderam ser realizados nos materiais construídos pela rota 3 em função da porosidade não permitir superfície continua que possibilitasse essa verificação.

7 RESULTADOS

Neste estudo, o material especificamente desenvolvido para o processo *Metal Injection Molding* (MIM) (peças de até 25 mm), Catamold® 17-4PH F ®, foi depositado em impressoras 3D via FDM (*Fused Deposition Modeling*) e SLS (*Selective Laser Sintering*), seguido por *debinding* e sinterização para produzir amostras e corpos de prova metálicos, gerando amostras e corpos de prova.

As amostras foram obtidas usando filamentos em dois tipos de impressoras 3D (Wietech® e FLSUN®), cujos resultados não foram diferentes entre si. No entanto, os filamentos usados para abastecimento eram quebradiços e pouco flexíveis, dificultando a construção de peças de maior volume que as amostras construídas na rota1.

Condições elementares de integridade estrutural do material foram analisadas com o enfoque primário de solidez e preenchimento de material e sua distribuição nas amostras construídas. Para essa análise foram utilizados recursos óticos de ordem macro e microscópicos, observação de porosidade e vazios de preenchimento (rota 1) e estão demonstrados em item 7.1.

Os CDPs padronizados para testes de tração foram projetados com ajustes de medida para compensação das contrações volumétricas de todas as fases do processo [8] seguido da finalização do processo (expurgo e sinterização) para testes e análises de acordo com especificações de norma [18], utilizando um software de modelamento digital (Autodesk Inventor Professional 2018), foi efetuada a conversão dos arquivos para extensão STL, com o envio desses arquivos para o software de gerenciamento de impressão, sendo gerada uma lista de Comando Numérico Computadorizado (CNC), seguido das operações de impressão tridimensional (rotas 2 e 3). A figura 21 representa o resumo dos ensaios realizados e os resultados dos produtos obtidos pelas rotas 1 e 2 estão no item 7.2.

CDPs resultantes das técnicas de FDM e SLS foram ensaiados pelo Instituto de Materiais Tecnológicos do Brasil (São Carlos, Brasil), via ensaios de tração (Instron 2382, capacidade de 100 kN, controle de deslocamento, 6,0 mm/min até ruptura) e ensaios de microdureza (Vickers, 1000 gf, penetrador de pirâmide), de acordo com exigências da norma ASTM E384-17, realizados ao ar, em temperatura

ambiente. Os certificados N° MIB-0528-18 (ANEXO A) e N° MIB-0029-19 (ANEXO B) foram gerados.

Figura 21 – Resumo dos ensaios realizados

Fonte: próprio autor

7.1 Resultados rota 1

A imagem macroscópica (Figura 22) mostra as peças à verde e após a sinterização, com as respectivas variações dimensionais que ocorreram, conforme previsto, revelando a eficácia do processo. Entretanto, análises microscópicas (por MEV) (Figura 23) mostraram falta de coesão entre alguns filamentos, por dificuldade de adesão na mesa de construção. As partículas metálicas também apresentaram algumas falhas no preenchimento (defeitos comuns em processos FDM), entretanto, revelaram ótima continuidade (exceto pelos vazios entre filamentos).

Figura 22 – Peças construídas à verde (A e B) e após sinterização (C e D)

Fonte: próprio autor

Na Figura 23 é apresentada a foto-micrografia de amostra obtida e sua aparência geral com ampliação de 30x(A). A parte central da peça formando um vazio pela dificuldade preenchimento característico da geometria (circular) é apresentada com ampliação de 80x(B). A diferença entre a porosidade por falha de preenchimento e micro porosidade do material, ampliados em 400x (C). Uma expansão desta área revela a distribuição dessa micro porosidade com aumento de 1200x (D).

Figura 23 – Amostra impressa com 30, 80, 400 e 1200x de aumento.

Fonte: próprio autor

Pode-se observar na figura 24 a amostra impressa e finalizada com a sinterização, após embutida e lixada, com aumento de 30x, onde fica evidente a linha

do vazio central (24 A), em função do tipo de preeenchimento utilizado nessa região da peça (circular), os contornos primários dos filamentos (24 B) uma região de grande vazio (24 C), incorporada a base da peça devido a dificuldade de adesão do material à mesa de construção. Também percebe-se as deformações que o filamento à quente sofreu durante o processo de construção (24 D), para facilitar a análise, foi deixada a mesma imagem, sem destaques ao lado esquerdo, buscando facilitar a visualização dos defeitos e problemas relacionados a etapa de impressão.

Figura 24 – Amostra impressa com filamentos em FDM (aumento 30x)

Fonte; próprio autor

Na análise das imagens da figura 25, verifica-se a tendência da formação de vazios entre os filamentos depositados (25 A), fenômeno bem estudado por Volpato [1], em raros casos verificou-se a migração do vazio para interior do filamento (B), sendo perceptível ainda que, nos locais onde ocorreu uma boa fusão do material compósito (antes da extração do polímero e sinterização) formou-se uma região com boa densificação do metal (C).

Figura 25 – Amostra impressa com filamentos em FDM, ampliação de 100x

Fonte: próprio autor

7.2 Resultados rota 2 e 3

A figura 26 mostra os CDPs de tração em construção e finalizados com matéria prima em pó, por impressão 3D via FDM (A e B) e via SLS (C e D).

Figura 26 – CDPs em construção e finalizados FDM (26 A e B) SLS (26 C e D)

Fonte: próprio autor

A figura 27 mostra a aparência final das peças construídas pelos processos 3D FDM e 3D SLS em ampliação macroscópica.

O material foi depositado em ângulos de 45° em relação ao sentido da força aplicada, e é demonstrado pelas linhas e sequência de deposição de camadas pela impressora 3D FDM, primeiro um contorno da forma geométrica foi delimitado em cada camada (27 A) e após foi realizada a deposição do preenchimento, as direções de preenchimento foram alternadas em 90 graus entre si (27 B); O CDP em SLS é mostrado com sua organização espacial da estrutura consolidada na impressão a laser (27 C).

Figura -27 – Apresenta as duas estruturas obtidos com ampliação (zoom ótico).

Fonte: próprio autor

A Tabela 3 expressa os resultados da avaliação mecânica dos CDPs produzidos por 3D-FDM, de acordo com o Certificado N° MIB-0528-18. As amostras foram identificadas como 01 e 02 (depositadas e sinterizadas) e amostras 03, 04 e 05 que após a deposição e sinterização passaram por tratamento térmico de solubilização à 1050°C por trinta minutos.

Tabela 3 - Avaliação Mecânica CDPs (3D-FDM)

Cliente ID	Identificação	A (%)	S _r (MPa)
Depositado e sinterizado	01 FDM	4,0	521,6
	02 FDM	5,0	327,4
Depositado, sinterizado e solubilizado à 1040°C	03 FDM	4,8	489,0
	04 FDM	5,5	264,9
	05 FDM	4,0	208,6

Legenda: S_r = limite de resistência à tração

Fonte : Adaptado do Laudo técnico produzido pelo MIB (Anexo A).

Na tabela 4, encontram-se os resultados da avaliação mecânica de CDPs (3D-SLS), de acordo com o Certificado Nº MIB-0029-19. As amostras foram identificadas como 01 SLS, 02 SLS, 03 SLS, 04 SLS, 05 SLS e 06 SLS, e não foram submetidas a tratamentos térmicos, devido a falta de forno com atmosfera controlada, o que poderia provocar reações com o oxigênio ambiente com efeito danoso ao material, causando alterações nos limites de resistência das peças testadas.

Tabela 4. Avaliação Mecânica CDPs (3D-SLS)

Identificação	A (%)	S _r (MPa)
01 SLS	4,3	136,3
02 SLS	3,6	113,8
03 SLS	4,4	127,8
04 SLS	1,4	62,4
05 SLS	3,9	88,6
06 SLS	4,7	103,6

Legenda: S_r = limite de resistência à tração

Fonte : Adaptado do Laudo técnico produzido pelo MIB (Anexo B).

A Figura 28 mostra graficamente os ensaios de tração realizados com CDPs oriundos do processo 3D-FDM em complemento da Tabela 3, e a Figura 29 apresenta os resultados dos testes de tração dos CDPs obtidos por 3D-SLS complementando a Tabela 4, para comparação.

Ainda em relação a figura 28, pode-se observar graficamente que a amplitude entre os valores máximos e mínimos obtidos neste teste se manteve independente do tratamento térmico aplicado a três CDPs e que os valores médios estão no mesmo intervalo de dados, com um desvio pequeno e não significativo neste momento, fato que permitiu dispensar a continuidade da análise do material sob tratamento térmico (motivado também pela falta de forno com atmosfera controlada para esse procedimento).

Figura 28 – Representação gráfica dos ensaios de tração FDM.

Fonte : Adaptado do Laudo técnico produzido pelo MIB (Anexo A)

Nos ensaios de tração realizados com CDPs normalizados, produzidos por 3D-SLS podemos observar graficamente que a média de valores obtidos com as essas amostras (Figura 29) ficou muito abaixo do resultado médio apurado com as amostras de FDM.

Figura 29 – Representação gráfica dos ensaios de tração SLS.

Fonte : Adaptado do Laudo técnico produzido pelo MIB (Anexo B).

Com os dados obtidos pôde-se conhecer as médias dos limites de tração para os CDPs impressos e ensaiados, em FDM (362 MPa) e em SLS (105 MPa) e assim podemos comparar esses valores, com referencias para amostras similares, de mesmo material e provenientes de processos tradicionais.

Para os processos MIM (17-4 PH) os valores podem variar entre 750 MPa e 1050 MPa, segundo Machaka [77], para peças em 17-4 PH obtidas por processos de produção 3D por sinterização direta de metal à laser (DMLS), esses valores giram em torno de 900 MPa e como produto forjado a referência é de 1100 MPa [78].

Nos ensaios de tração das amostras da rota 2, pode-se observar em média, valores até 3 vezes menores para as médias padrão dos limites de resistência para o mesmo aço, obtido pelo processo MIM (de 750MPa a 1050MPa). As amostras obtidas pela rota 3 ficaram entre sete a dez vezes menores que esses valores de referência, conclui-se também que o uso de tratamento térmico não representou significância para essas análises, os testes de microdureza revelaram valores dentro dos limites de referência esperados para o processo MIM (ressaltando que essa propriedade só foi avaliada nos processos FDM, devido à falta de superfície contínua para medição nas amostras obtidas por SLS).

7.3 DISCUSSÃO

As amostras obtidas por FDM possuem características anisotrópicas intrínsecas [79], e mostraram fragilidade em razão de concentrações de tensão causada por descontinuidade de preenchimento, devido a pelo menos três razões observadas macroscopicamente: má adesão entre os filamentos e subsequente delaminação da camada; junção inadequada entre os filamentos causada pelas mudanças de direção do bico da extrusora; alinhamento nas sobreposições de filetes em cada camada. Esses fatores foram amplamente descritos em outros trabalhos [80,81] com o objetivo de minimizar os vazios indesejados que podem criar pontos de falha [82,83,84]

Observou-se nesse estudo que os CDPs obtidos por 3D-FDM atingiram cerca de 35 a 50% dos valores máximos de referência para os limites de resistência à tração descritos para este material provenientes de processos MIM [77] e em torno de 10 a 14% da referência nos CDPs obtidos por 3D-SLS.

Entre os vários fatores que podem afetar a resistência do material produzido por SLS, destaca-se a baixa densidade em função da porosidade no material sinterizado e que sua origem pode estar associada a diversos fatores tais como: granulometria do pó, espaçamento da varredura do laser, comportamentos diferentes entre o metal e o polímero, tendo assim a possibilidade de melhor investigação em trabalhos futuros.

Outro fator que necessita de melhor conhecimento deve-se ao fato da densidade dos materiais sinterizados terem dependência da pressão de

compactação aplicada [85] e nesse processo o material não é compactado e sim depositado.

A rugosidade superficial nos processos FDM foi muito estudada [86,87,88], uma vez que o aspecto final do acabamento superficial também é uma característica desejável [89, 90], nessa tese, a condição de rugosidade, não foi explorada o suficiente para melhoria das propriedades de resistência a tração dessas amostras.

Por outro lado, apesar das características isotrópicas do processo [91] SLS, as amostras de tração construídas por essa via, apresentaram fragilidade por excesso de vazios [79] o que ainda merece maiores estudos.

A moagem dos grânulos do Catamold®17-4 PH F usando um liquidificador industrial (processo utilizado), pode exigir a redução da temperatura da mistura, abaixo da transição vítrea para melhorar a quebra do polímero, pois isso também pode ter afetado de alguma forma a densidade do pó (essa hipótese não foi avaliada nesse momento).

Os CDPs provenientes do processo SLS não puderam ser verificados em relação a dureza devido à falta de superfície contínua para o ensaio de microdureza (em FDM ocorreu a recompactação por refusão provendo superfície para esse ensaio), os valores resultantes do ensaio de dureza nas amostras de FDM foram considerados dentro da faixa de normalidade para esses aços.

Do ponto de vista dos limites de resistência dos materiais poliméricos, os corpos de prova obtidos por Catamold®17-4 PH F em FDM e SLS apresentaram valores muito superiores e promissores, dependente da aplicação; mas a partir da comparação com o próprio aço inoxidável 17-4 PH forjado ou obtido pelo processo MIM, os valores ainda estão aquém do desejado.

Ainda existem várias possibilidades a serem implementadas em novos estudos, incluindo otimizações de processo, como granulometria mais fina das partículas de Catamold®17-4 PH F, que poderia proporcionar melhores resultados, assim como ajustes na varredura do laser em processos SLS, defasagem na deposição dos filamentos para as construções por FDM, visando um melhor preenchimento, além de outros parâmetros de processo que podem ser estudados e certamente aprimorados.

Os resultados dos ensaios demonstraram a viabilidade de ambas rotas de construção (FDM e SLS), carecendo de ajustes para elevar os valores de limite de

resistência das peças (por não constituírem estrutura maciça, apresentam diminuição nessa propriedade).

As condições de construção geraram peças de características anisotrópicas para FDM e isotrópicas para SLS, devendo ser analisado sob esse aspecto para, além de balisamento para aumento dos limites de resistência, especial atenção em possível aproveitamento dessas características em aplicações específicas.

7.4 Propostas para trabalhos futuros:

Com os procedimentos adotados nesse trabalho, pôde-se observar sua viabilidade como processo, entretanto a muito que ser desenvolvido como a possível produção de matéria prima apropriada, exclusiva para impressão 3D em SLS e também o mesmo para FDM, pois acredita-se ser possível elaborar uma mistura com menor quantidade de polímero ou com mistura mais flexível, devido à ausência da etapa de injeção, obtendo-se filamento para ser bobinado, a BASF desenvolveu o *Ultrafuse 316LX* [53] com essa finalidade, menos quebradiço.

Outra possibilidade é utilizar o material acondicionado em forma de segmentos ou barras em um dispositivo de alimentação apropriado para isso, a *Desktop Metal®* [66], usou esse recurso, o uso de outros materiais metálicos e/ou cerâmicos para a formação da peça, bem como outros aglutinantes possíveis certamente serão estudados.

Outro recurso a ser explorado é a possibilidade de utilizar tecnologias disponíveis que integram os sistemas de aquisição de imagens da área médica com os softwares CAD. Essa opção para obtenção de peças sob medida em situações futuras pode ser suportada com a utilização do software *InVesalius*, desenvolvido no Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (CTI), em Campinas – SP. Esse software de processamento de imagem é dedicado a interagir com arquivos provenientes de exames de tomografia computadorizada (TC) ou ressonância magnética (RM), em ambientes de desenho auxiliado por computador (CAD) respeitando a morfologia anatômica do paciente.

A utilização do InVesalius, permite que as imagens geradas em TC ou RM, como exemplos a caixa torácica, ossos ou até vasos sanguíneos de um indivíduo sejam transformados em arquivos de desenho de modelamento 3D, permitindo a mensuração e projeto sobre o “modelo” obtido digitalmente.

Com o “modelo anatômico virtual” pode ser projetada uma órtese, prótese ou peças de um dispositivo adequadas àquele indivíduo, após o tratamento das imagens e a conversão do arquivo eletrônico para a extensão STL, pode-se fazer a “impressão” de peças metálicas (principal objetivo desse trabalho), específicas para atendimento particularizado na área médica.

Outra opção para pesquisas futuras é a utilização da matéria prima do processo CIM que poderá ser testada em impressão 3D, sob condições de processamento análogas às discutidas nesse trabalho: impressão de pó cerâmico com aglutinante, extração do aglutinante e sinterização.

Considerando que no processo MIM há uma compactação dos pós metálicos pela pressão de injeção e nesse trabalho somente a sobreposição de camadas, a possibilidade de uma baixa densidade final da peça após a fase de impressão pode dificultar sua utilização em aplicações que exijam resistência mecânica comparável às das peças obtidas em processos tradicionais, nesse caso pode ser necessária a inserção de uma etapa adicional ao processo como a compactação isostática da peça.

Os processos de Compactação Isostática podem ser utilizados para aumentar a densidade da peça formada, a frio (*Cold Isostatic Pressing* - CIP) ou a quente (*Hot Isostatic Pressing* - HIP), atingindo densidades de 98% do valor teórico do material.

Em relação ao desenvolvimento de aglutinante próprio para FDM e para SLS, alguns fatores importantes a serem ponderados:

- a) A quantidade de aglutinante, não precisa ser igual a que tem no preparado do material CATAMOLD® 17-4PH F, muitos estudos foram publicados com novas proporções que visam o processo MIM, novos estudos devem ser feitos a partir da viabilidade de formação pela deposição em FDM;
- b) Idem ao item a, com foco para o processo SLS;

- c) Da mesma maneira que se pode variar a proporção da mistura, mantendo a mesma base do metal, também pode-se variar os tipos e proporções de aglutinantes e surfactantes, visando a extração e sinterização.

Ressaltando que os procedimentos e técnicas, tal qual propostos nessa tese foram elaborados desde o ingresso no programa de doutorado do IDPC (2014/2015), vale mencionar que essas rotas de produção estão sendo estudadas em paralelo, em diversas instituições, gerando recentemente a expressão de Moldagem por Extrusão de Compósitos ou em inglês *Composite Extrusion Modelling* (CEM) [92, 93, 94, 95]. Esse processo também pode ser exemplificado na figura 30 [94].

Figura 30 – Visão geral do processo CEM

Fonte : Lieberwirth et. al [94].

8 CONCLUSÕES

Por definição, o termo Manufatura Aditiva designa os processos de fabricação por impressão 3D, devido a reunião de duas características singulares, a produção pela adição direta de material (na maioria dos casos pela sobreposição de camadas), e pela dispensa de moldes e matrizes, permitindo que objetos e peças funcionais ou não, sejam fabricados diretamente de um desenho inserido em uma plataforma computacional [1]. Preservando esse conceito e com base na revisão bibliográfica propomos a seguinte distinção entre impressão 3D e AM:

- **Impressão 3D**, trabalho isolado ou não, sem controle automático de processo, com variação de características e ajustes de parâmetros dependente da casualidade e da habilidade do operador, sem um controle eficaz sobre o processo e sem assegurar qualidade ao produto final;
- **Manufatura Aditiva (AM)**, construção de peças por impressão 3D, considerando processos automáticos com supervisão e controle que garantam alguma qualidade ao produto, dentro de determinados limites de tolerância, previamente previstos.

Ambos processos (FDM e SLS) foram viáveis para produção de peças metálicas usando os compostos propostos. Melhorias podem ser adicionadas aos processos, outras análises devem ser propostas em trabalhos futuros,

Devem ser estudadas técnicas de incorporação de sistemas óticos de monitoramento de construção para garantia de alguns quesitos de qualidade durante a impressão 3D, elevando o processo ao patamar adequado à área de Manufatura Aditiva.

O uso deste processo, tal qual demonstrado (em desenvolvimento) para a produção de protótipos de dispositivos médicos, já pode ser considerado como alternativa viável para ensaios “in vitro” (dependendo de análise preliminar).

REFERÊNCIAS

1. Volpato N, organizador. Manufatura aditiva: tecnologias e aplicações da impressão 3D. Rio de Janeiro, Edgar Blücher, 2017.
2. Askeland, Donald R., Phulé, P.P.; Ciência e Engenharia dos Materiais, 1ª ed., Ed. Cengage Learning, 2008.
3. Callister Jr. W. D.; Ciência e Engenharia de materiais uma introdução. 7ª ed. São Paulo: LTC; 2008.
4. Ratner BD, Hoffman AS, Schoen FJ, Lemons JE. Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine. Elsevier Academic Press. 2004. 137-152 p.
5. Landuci MC. Caracterização das propriedades mecânicas de biomateriais metálicos [dissertação]. Bauru: Unesp; 2016, 1–90.
6. Oliveira, JAGP. Traumatologia Bucomaxilofacial e Reabilitação Morfofuncional. 1ª Ed. Santos Gen, 2011.
7. Cremasco A. Deformação Plástica a frio, Transformações de Fases e Propriedades Mecânicas de Ligas Ti- Nb-Sn para Uso Biomédico [tese]. Campinas: FEM/UNICAMP; 2012, 276p.
8. BASF A. (2003) Catamold Feedstock for Metal Injection Molding: Processing - Properties - Applications. Tech Inf Catamold®, BASF Aktiengesellschaft. Available at: http://www.catamold.de/cm/internet/en/function/conversions:/publish/content/Microsite/Catamold/Technische_Informationen_/Verfahrens anweisungen/GeneralProcessingInstructions_Catamold_MIM.pdf. Acessado em 10/02/2019.
9. BASF, (2008). Instructions Processing. Catamold ® 17-4PHA. http://www.catamold.de/cm/internet/en/function/conversions:/publish/content/Microsite/Catamold/Technische_Informationen_/Verfahrens anweisungen/PI_Catamold_17-4PH.pdf. Acessado em 10/02/2019.
10. BASF, (2008). Data Sheet. Catamold ® 17-4PH. http://www.catamold.de/cm/internet/en/function/conversions:/publish/content/Microsite/Catamold/Technische_Informationen_/Produktdatenblaetter/DataSheet_Catamold_17-4PH.pdf. Acessado em 10/02/2019.
11. ASTM F2792-12a, Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012.
12. Comb JW, Priedeman WR, Leavit PJ, Skubic RL, Batchelder JS. High precision modeling filament. United States patent US6866807B2. 2005 Sept 21.

13. Santana L. Avaliação de uma impressora 3d baseada em projeto de código aberto na fabricação de peças em PLA [Dissertação]. Florianópolis: UFSC; 2015, 166p.
14. Bryll K, Piesowicz E, Szymański P, Ślęczka W, Pijanowski M. Polymer Composite Manufacturing by FDM 3D Printing Technology. Published online: MATEC Web of Conferences. 26 November 2018. DOI: 10.1051/matecconf/201823702006.
15. Foggiatto JA. Utilização do processo de modelagem por fusão e deposição (FDM) na fabricação rápida de insertos para injeção de termoplásticos [tese]. Florianópolis: UFSC; 2005, 182p.
16. Leung CLA, et al. Laser-matter interactions in additive manufacturing of stainless steel SS316L and 13-93 bioactive glass revealed by in situ X-ray imaging, Additive Manufacturing, Volume 24, 2018.
17. Dudek P. FDM 3D printing technology in manufacturing composite elements. Arch Metall Mater. 2013; 58(4):1415–8.
18. ASTM, E8/8M - 16. Standard Test Methods for notched bar impact testing of metallic materials, ASTM international. West Conshohocken, PA, 2016.
19. ASTM E384 - 17 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, ASTM international. West Conshohocken, PA, 2017.
20. Magalhães LC, Volpato N, Luersen MA. A Influência dos Parâmetros Construtivos no Comportamento Mecânico de Peças Fabricadas Pela Técnica de Modelagem por Fusão e Deposição (FDM), In.: Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, Campina Grande, Paraíba. [S.l.: s.n.], 2010.
21. Hull C, inventor; UVP Inc., assignee. Apparatus for Production of Three-Dimensional Object by Stereolithography. United States Patent 4575330. 1986 Mar 11.
22. Crump SS, Inventor; Stratasys Inc., assignee. Apparatus and Method for Creating Three-Dimensional Objects. United States patent 5121329. 1992 Jun 9.
23. Lira V. Desenvolvimento de processo de prototipagem rápida via modelagem por deposição de formas livres sob temperatura ambiente de materiais alternativos [tese]. São Paulo: Escola Politécnica da USP; 2008, 199p.
24. Tatsuaki Furumoto, Takashi Ueda, Mohd Rizal Alkahari, Akira Hosokawa, Investigation of laser consolidation process for metal powder by two-color pyrometer and high-speed video camera, CIRP Annals, Volume 62, Issue 1, 2013, Pages 223-226, ISSN 0007-8506.

25. Tim Phillips, Scott Fish, Joseph Beaman. Development of an automated laser control system for improving temperature uniformity and controlling component strength in selective laser sintering, *Additive Manufacturing*, Volume 24, 2018, Pages 316-322, ISSN 2214-8604.
26. Sarah K Everton, et al. Review of in-situ process monitoring and in-situ metrology for metal additive manufacturing, *Materials & Design*, Volume 95, 2016, Pages 431-445, ISSN 0264-1275, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.099>.
27. Scott Fish, et.al. Design and subsystem development of a high temperature selective laser sintering machine for enhanced process monitoring and control, *Additive Manufacturing*, Volume 5, 2015, Pages 60-67, ISSN 2214-8604.
28. Mukherjee Tuhin & Debroy Tarasankar. A digital twin for rapid qualification of 3D printed metallic components. *Applied Materials Today*. 14. 10.1016/j.apmt.2018.11.003; 2018.
29. KANG Suk-Joong L. Sintering: densification, grain growth, and microstructure. 1st ed. Burlington: Elsevier Butterworth-Heinemann, xii, 265 s. ISBN 0-7506-6385-5; 2005.
30. Tatiana Borges Skaf, Sinterização e comportamento dinâmico do aluminato de magnésio aditivado com LiF e CaO [tese]. Rio de Janeiro: IME; 2012.
31. German, RM & Bose, A. Injection Molding of Metals and Ceramics. New Jersey: Metal Powder Industries Federation. 1997.
32. Gonçalves, AC. Metallic powder injection molding using low pressure. *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.118, No.1-3, (December 2001) pp.193-198, ISSN 0924-0136.
33. Tandon, R. Metal injection moulding. In *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Buschow, KHJ, Cahn, RW, Flemings M.C., Ilscher, B, Kramer EJ, Mahajan S & Veyssiere P. (Ed.), Elsevier Science Ltd, ISBN 9780080431529, Amsterdam, The Netherlands; 2008, pp.5439-5442.
34. Tay, BY, Loh, NH, Tor, SB, Ng, FL, Fu, G. & Lu, XH. Characterisation of micro gears produced by micro powder injection moulding. *Powder Technol.*188, 179-182; 2009.
35. Gonzalez-Gutierrez, J, Stringari GB and Emri,I. "Powder injection moulding of metal and ceramic parts," in *Some Critical Issues for Injection Moulding*, Rijeka, InTech, 2012, pp. 65-88.
36. Gonzalez-Gutierrez, J, Oblak, P, von Bernstorff, BS and Emri, I. Improving powder injection moulding by modifying binder viscosity through different molecular weight variations. In Seliger G. (Ed), *Proceedings of the 11th*

Global Conference on Sustainable Manufacturing-Innovative Solutions. Universitätsverlag der TU Berlin, Berlin, Germany, 2013, p. 393-397.

37. Metal injection molding: Catamold® 17-4PH F ® A proven technology for complex steel automotive Components, William Thorne, Market Development Specialist, BASF. (2011), Disponível em: https://www.ukintpressconferences.com/conf/11exna_conf/day1.php?n=conf. Acessado em 15.01.2019.
38. European Powder Metallurgy Association. Introduction to Metal Injection Moulding Technology: A manufacturing Process for Precision Engineering Components 4th edition. 2017, 36p.
39. Kerstner K, Schaeffer L, De Lorenzi SM, Mergutti MD, Rosado CC. 5. Aspectos reológicos do feedstock para utilização no processo MIM: revisão. 2011.
40. Xiangji Kong. Development and characterization of polymer- metallic powder feedstocks for microinjection molding. [tese]. Besançon: Université de Franche-Comté; 2011.
41. Seerane M, Ndlangamandla P, Machaka R. The influence of particle size distribution on the properties of metal-injection-moulded 17-4 PH stainless steel. J. South. Alean Inst. Min. Metall. 116 935 40; 2016.
42. Attia, Usama & Alcock, Jeffrey. A review of micro-powder injection moulding as a microfabrication technique. Journal of Micromechanics and Microengineering. 21. 10.1088/0960-1317/21/4/043001. 2011.
43. Ewart, PD. The Formulation of Titanium - based Metal Feedstocks and the Fabrication of Parts using the Powder Injection Moulding Process [thesis]. Hamilton: University of Waikato, New Zealand; 2015.
44. Muhammad Hussain Ismail, Nor Hafiez Mohd Nor, Junaidah Jai. Characterization of Homogeneous Feedstock For Metal Injection Molding Process, Short term research report, University Technology MARA; 2005.
45. Parucker ML, Klein AN, Binder R. Desenvolvimento de liga sinterizada de níquel por moldagem de pós por injeção. Rev Mater. 2014; 19(3):218–27.
46. Krueger DC, Inventor; BASF corporation, assignee. Process for improving the debinding rate of ceramic and metal injection molded products. United States patent US 5531958. 1996 Jul 2.
47. Pottie L, et. Al, Inventors; BASF SE, assignee. Thermoplastic POM composition. United States patent US 2013/0203921 A1. 2013 Aug 8.
48. Heaney, DF, “Handbook of Metal Injection Moulding,” Woodhead Publishing, Cambridge, UK, 2012.

49. Inforçatti Neto, PI. Estudo da viabilidade técnica e projeto de um minicabeçote de extrusão com rosca para impressoras tridimensionais portáteis [dissertação]. São Carlos: EESC – USP; 2013, 105p.
50. Bhavar V, Kattire P, Patil V, Khot S, Gujar K, Singh R. A review on powder bed fusion technology of metal additive manufacturing. Pune: Kalyani Centre for Technology and Innovation (KCTI), (2014).
51. Zhang J, et al. Additive Manufacturing of Metallic Materials: A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 1-13. (2017). 10.1007/s11665-017-2747-y.
52. DebRoy T., Wei H.L., Zuback J.S., et. al. (2018). Additive manufacturing of metallic components – process, structure and properties *Prog. Mater. Sci.*, 92 (2018), pp. 112-224.
53. BASF, (2017). Technical Data Sheet. Ultrafuse 316 LX, https://www.basf.com/global/en/who-we-are/organization/locations/europe/german-companies/BASF_New-Business-GmbH/our-solutions/3d-printing/publications.html. Acessado em 16.02.2019.
54. CASTRO, W. B.; LUCIANO, B. A. “Vidros Metálicos: uma nova classe de materiais”. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, ISSN 1809-8797, vol.4.2, 2009, pp. 20-25.
55. Schroers J, et al. 3D printing metals like thermoplastics:Fused filament fabrication of metallic glasses. *Materials Today*. Volume 21, Number 7. September 2018.
56. Prest et al, inventor; Apple Inc. assignee. LAYER-BY-LAYER CONSTRUCTION WITH BULK METALLC GLASSES. United States Patent Application Publication Pub. No.: US 2013/0309121 A1 US 2013 0309121A1. 2013, Nov 21.
57. Xuelin Wang and Jing Liu. 2016. Recent Advancements in Liquid Metal Flexible Printed Electronics: Properties, Technologies, and Applications. *Micromachines* 7, 12 (2016). DOI:<http://dx.doi.org/10.3390/mi7120206>
58. Do, Truong & Kwon, Patrick & Shin, Chang Seop. (2017). Process Development Toward Full-Density Stainless Steel Parts with Binder Jetting Printing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 10.1016/j.ijmachtools.2017.04.006.
59. W. E. Frazier, Metal additive manufacturing: A review, *J. Mater. Eng. Perform*, v. 23, 1917–1928 (2014).
60. Murr L E, Gaytan S M, Ramirez D A, et al. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *Journal of Materials Science and Technology*, 2012, 28(1): 1–14.

61. H. Attar, M. Calin, L.C. Zhang, S. Scudino, J. Eckert. Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of commercially pure titanium Mater. Sci. Eng. A, 593 (2014), pp. 170-177.
62. Valentine, A.D.; Busbee, T.A.; Boley, J.W.; Raney, J.R.; Chortos, A.; Kotikian, A.; Berrigan, J.D.; Durstock, M.F.; Lewis, J.A. Hybrid 3D printing of soft electronics. Adv. Mater. 2017, 29.
63. Khatri B, Lappe K, Nötzel D, Pursche K, Hanemann T. (2018). A 3D-Printable Polymer-Metal Soft-Magnetic Functional Composite—Development and Characterization. Materials. 11. 189. 10.3390/ma11020189.
64. 3D SYSTEMS, (2001) LASERFORM™ ST-100, Material Typical Properties for the SLS systems.http://www.psgtifac.co.in/Material_Properties_all/SLS/LaserForm_Metal_Material_Specification.pdf. Acesso em 27.12.2018.
65. Niu X, Singh S, Garg A et. al. (2018). Review of materials used in laser-aided additive manufacturing processes to produce metallic products. Frontiers of Mechanical Engineering. 10.1007/s11465-019-0526-1.
66. Desktop Metal™, (2018) Printer specifications, DM-0003 v4 Sept 2018. <https://s3.amazonaws.com/desktopmetal/DM-0003-Studio-System-Printer-Spec-Sheet-v4.2-1.pdf>. Acesso em 12.02.2019.
67. Desktop Metal™, (2018) Debinder specifications, DM-0006 v4 Sept 2018. <https://s3.amazonaws.com/desktopmetal/DM-0006-Studio-System-Debinder-Spec-Sheet-v3.pdf>. Acesso em 12.02.2019.
68. Desktop Metal™, (2018) Furnace specifications, DM-0005 v4 Sept 2018. <https://s3.amazonaws.com/desktopmetal/DM-0005-Studio-System-Furnace-Spec-Sheet-v4.pdf>. Acesso em 12.02.2019.
69. Kim, H., Lin, Y., Tseng, T-L. B. (2018). A review on quality control in additive manufacturing. Rapid Prototyping Journal, v. 24, n. 3, p. 645-69. <https://doi.org/10.1108/RPJ-03-2017-0048>.
70. Sago, J.A., Broadley, M.W., Eckert, J.K. (2012). Metal injection molding of alloys for implantable medical devices. International Journal of Powder Metallurgy, v. 48, n. 2, p.41-9.
71. Hanawa, T. (2012). Research and development of metals for medical devices based on clinical needs. Sci Technol Adv Mater, v. 13, n. 6, 064102,15p.
72. Liu, X., Chen, S., Tsoi, J.K.H., Matinlinna, J.P. (2017). Binary titanium alloys as dental implant materials—a review. Regenerative Biomaterials, v. 4, n. 5, p. 315–323.

73. Miura, H., Park, S.J. (2015-2016). Special Issue Editors. Special Issue Information. Metal Injection Moulding. Metal, v. 5-6, special issue. Available at: https://www.mdpi.com/journal/metals/special_issues/Metal_Injection_Moulding?view=compact&listby=date. Acesso em 19/01/2019.
74. Cao, Ming. Management Mode of Scientific Research Projects Based on PDCA. 2016 International Conference on Management Science and Management Innovation, issn=2352-5428, isbn=978-94-6252-236-7, <https://doi.org/10.2991/msmi-16.2016.29>, Atlantis Press.
75. Hollister, S.J., Flanagan, C.L., Zopf, D.A., Morrison, R.J., Nasser, H., Patel, J.J., Ebrahimzadeh, E., San Giorgio, S.N., Wheeler, M.B. and Green, G.E. (2015). Design control for clinical translation of 3D printed modular scaffolds. Annals of Biomedical Engineering, v. 43, n. 3. p. 774-86.
76. Barner, S. (2015). Mechanical properties of additive manufactured honeycomb structures [Master of Science in Mechanical Engineering]. Fachhochschule Kärnten, Villach, Österreich, 93p.
77. Machaka, R. (2018). Metal injection moulding of a 17-4 PH stainless steel: a comparative study of mechanical properties. Journal Conference Series: Materials Science and Engineering. Available at: <https://doi.org/10.1088/1757-899x/430/1/012033>.
78. Mower T.M., Long M.J. (2016). Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials, Materials Science and Engineering: A, Volume 651, Pages 198-213, ISSN 0921-5093.
79. Somireddy M., Czekanski A. (2017). Mechanical characterization of additively manufactured parts by FE modeling of mesostructure J. Manuf. Mater. Process., 1 (2), p. 18.
80. Li, L., Sun, Q., Bellehumeur, C., and Gu, P. (2002). Composite Modeling and Analysis for Fabrication of FDM Prototypes with Locally Controlled Properties. Journal of Manufacturing Processes. v. 4, n. 2, p. 129-141.
81. Bellini, A., Güçeri, S. (2003). Mechanical characterization of parts fabricated using fused deposition modeling. Rapid Prototyping Journal. v. 9, n. 4, p. 252–264.
82. Eiliat, H., Urbanic, R.J. (2018). Minimizing voids for a material extrusion-based process. Rapid Prototyping Journal, v. 24, n. 2, p. 485-500.
83. Turner B.N., Strong R., Gold S.A. (2014). A review of melt extrusion additive manufacturing processes: I. Process design and modeling, Rapid Prototyp. J. 20 (3) 192–204.
84. Joseph R. Kubalak Alfred L. Wicks, Christopher B. Williams, (2018) "Exploring multi-axis material extrusion additive manufacturing for improving

- mechanical properties of printed parts", *Rapid Prototyping Journal*, <https://doi.org/10.1108/RPJ-02-2018-0035>.
85. Debecka, H., Hebda, M. (2019). Influence of powder particles shape and size on the sintered austenitic stainless steel. *International Journal of Material and Product Technology*, v. 58, n. 1, p. 8 -101.
 86. Campbell, R.I., Martorelli, M., Lee, H.S. (2002). Surface roughness visualisation for rapid prototyping models. *Comput. Aided Des. Appl.*, v. 34, n.10, p. 717–725.
 87. Akande, S.O. (2015). Dimensional Accuracy and Surface Finish Optimization of Fused Deposition Modelling Parts using Desirability Function Analysis. *Int. J. Eng. Res. Appl.*, v. 4, n. 4, p. 196-202.
 88. Pérez, M., Medina-Sánchez, G, García-Collado, A., Gupta, M., Carou, D. (2018). Surface Quality Enhancement of Fused Deposition Modeling (FDM) Printed Samples Based on the Selection of Critical Printing Parameters. *Materials*, 11(8): 1382; doi:10.3390/ma11081382.
 89. Meier, C., Weissbach R., Weinberg J., Wall W.A., Hart A.J. (2018) Critical Influences of Particle Size and Adhesion on the Powder Layer Uniformity in Metal Additive Manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 266, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2018.10.037.
 90. Altan, M., Eryildiz, M., Gumus, B., Kahraman, Y. (2018). Effects of process parameters on the quality of PLA products fabricated by fused deposition modeling (FDM): Surface roughness and tensile strength. *Materials Test.*, v. 60, n. 5, p. 471–477.
 91. Ahn, S.-H. et al. (2002). Anisotropic material properties of fused deposition modeling ABS. *Rapid Prototyping Journal*. v. 8, n. 4, p. 248–257.
 92. C.Burkhardt, P.Freigassner, O.Weber, P.Imgrund, S.Hampel, Fused filament fabrication (FFF) of 316L Green Parts for the MIM process, *Proc. World PM(2016)*
 93. C.Lieberwirth, A.Harder, H.Seitz, Additive manufacturing with metal injection molding granules, *Rapid. Tech.-Intl. Trade Show & Conf. for Additive Manufacturing (2016)*
 94. Lieberwirth, C.; Sarhan, M.; Seitz, H. Mechanical Properties of Stainless-Steel Structures Fabricated by Composite Extrusion Modelling. *Metals* 2018, 8, 84.
 95. Abel, J., Scheithauer, U., Janics, T., Hampel, S., Cano, S., Müller-Köhn, A., Günther, A., Kukla, C., Moritz, T. Fused Filament Fabrication(FFF) of Metal-Ceramic Components. *J. Vis. Exp.* (143), e57693, doi:10.3791/57693 (2019)

ANEXO A – CERTIFICADO N° MIB-0528-18

CERTIFICADO

Nº MIB-0528-18

CONTATO: Sr. Elvio F. De C. Aranha
ORÇAMENTO: Cortesia
DATA DE RECEBIMENTO AMOSTRA(s): 14 /11/ 18
DATA DA REALIZAÇÃO ENSAIO/ANÁLISE: 15 /11/ 18

ENSAIO DE TRAÇÃO e MICRODUREZA

1 OBJETIVOS

Efetuar caracterização de material consistindo de ensaio de tração e microdureza.

2 IDENTIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS

Tabela 1: Identificação das amostras.

Identificação Cliente	Identificação MIB
CDPs Depositado e sinterizado	MIB-18-0862
CDPs Depositado, sinterizado e solubilizado	MIB-18-0863

FIGURA 1: AMOSTRAS RECEBIDAS PARA ANÁLISE.

Nota: A amostragem relativa a este certificado é de responsabilidade do cliente. As amostras serão armazenadas no MIB pelo período de 2 meses quando serão descartadas ou devolvidas ao cliente se solicitado pelo mesmo. Os documentos dos resultados gerados na execução do serviço ficarão armazenados no MIB pelo período de cinco anos a partir desta data.

CERTIFICADO

Nº MIB-0528-18

3 METODOLOGIA

Tabela 2: Metodologia empregada.

Análise	Descrição
Tração ✓	Máquina Instron 2382 (100 kN capacidade), controle de deslocamento, 6,0mm/min até a fratura, de acordo com norma ASTM E8/E8M-16.
Microdureza ➤	Vickers, carga de 1000 gf, penetrador piramidal. Ensaio de acordo com ASTM E384-17, executado ao ar e à temperatura ambiente.

4 . RESULTADOS

4.1 Ensaio de tração

Tabela 3: Resultados do ensaio de tração .

Identificação Cliente	Identificação MIB	A (%)	Sr (MPa)
CDPs Depositado e sinterizado	MIB-18-0862-01	4,0	521,6
	MIB-18-0862-02	5,0	327,4
CDPs Depositado, sinterizado e solubilizado	MIB-18-0863-01	4,8	489,0
	MIB-18-0863-02	5,5	264,9
	MIB-18-0863-03	4,0	208,6

Legenda: Sr = limite de resistência à tração

Ensaio de tração

Figura 2: Curvas obtidas nos ensaios de tração.

CERTIFICADO

Nº MIB-0528-18

Figura 3: Aspecto dos CDPs após ensaio de tração.

4.2 Análise de microdureza

Tabela 4: Análise de microdureza.

Amostra	Tipo	Medidas (HV)					Média (HV)
MIB-18-0862	HV	300,9	331,9	321,1	274,1	264,4	298,5
MIB-18-0863		173,1	279,2	293,4	203,3	267,6	243,3

Marcelo Tadeu Milan

São Carlos, 15 de novembro de 2018

Marcelo Tadeu Milan

Responsável técnico, Crea: 5060714396, CRQ:04361901

Os resultados desta análise são aplicáveis somente às amostras analisadas e não devem ser estendidos a outras amostras ou situações fora do contexto do mesmo. Este certificado somente poderá ser reproduzido na íntegra. A reprodução parcial requer aprovação formal deste laboratório. O MIB não é responsável pelo uso ou interpretação indevidos que se possam fazer deste documento. O relatório enviado por meio eletrônico é válido somente para informação.

-----FIM DO CERTIFICADO-----

ANEXO B – CERTIFICADO N° MIB-0029-19

CERTIFICADO

Nº MIB-0029-19

CONTATO: Sr. Elvio F. De C. Aranha
ORÇAMENTO: Cortesia
DATA DE RECEBIMENTO AMOSTRA(s): 21 /01/ 19 **DATA DA REALIZAÇÃO**
ENSAIO/ANÁLISE: 21 /01/ 19

ENSAIO DE TRAÇÃO

1 OBJETIVOS

Efetuar caracterização de material consistindo de ensaio de tração.

2 IDENTIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS

Tabela 1: Identificação das amostras.

Identificação Cliente	Identificação MIB
CDPs Sinterizados	MIB-19-0042

Figura 1: Amostras recebidas para análise.

Nota: A amostragem relativa a este certificado é de responsabilidade do cliente. As amostras serão armazenadas no MIB pelo período de 2 meses quando serão descartadas ou devolvidas ao cliente se solicitado pelo mesmo. Os documentos dos resultados gerados na execução do serviço ficarão armazenados no MIB pelo período de cinco anos a partir desta data

CERTIFICADO

Nº MIB-0029-19

3 METODOLOGIA

Tabela 2: Metodologia empregada.

Análise	Descrição
Tração	✓ Máquina Instron 2382 (100 kN capacidade), controle de deslocamento, 6,0mm/min até a fratura, de acordo com norma ASTM E8/E8M-16.

4 . RESULTADOS

4.1 Ensaio de tração

Tabela 3: Resultados do ensaio de tração.

Identificação MIB	A (%)	Sr (MPa)
MIB-19-0042-01	4,3	136,3
MIB-19-0042-02	3,6	113,8
MIB-19-0042-03	4,4	127,8
MIB-19-0042-04	1,4	62 , 4
MIB-19-0042-05	3,9	88 , 6
MIB-19-0042-06	4,7	103,6
Média	3,7	126,5

Legenda: Sr = limite de resistência à tração

Figura 2: Curvas obtidas nos ensaios de tração.

CERTIFICADO
Nº MIB-0029-19

Figura 3: Aspecto dos CDPs após ensaio de tração.

São Carlos, 21 de janeiro de 2019

Marcelo Tadeu Milan

Responsável técnico, Crea: 5060714396, CRQ:04361901

Os resultados desta análise são aplicáveis somente às amostras analisadas e não devem ser estendidos a outras amostras ou situações fora do contexto do mesmo. Este certificado somente poderá ser reproduzido na íntegra. A reprodução parcial requer aprovação formal deste laboratório. O MIB não é responsável pelo uso ou interpretação indevidos que se possam fazer deste documento. O relatório enviado por meio eletrônico é válido somente para informação.

-----**FIM DO CERTIFICADO**-----