



**RENATO BRISIGUELI PEREIRA**

**EFEITO DA PRESENÇA DE ADITIVO NUCLEANTE E MODIFICADOR DE  
IMPACTO NAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS DO  
POLI (ÁCIDO LÁTICO)**

CAMPINAS

2014





**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**  
**Faculdade de Engenharia Química**

**RENATO BRISIGUELI PEREIRA**

**EFEITO DA PRESENÇA DE ADITIVO NUCLEANTE E MODIFICADOR DE  
IMPACTO NAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS DO  
POLI (ÁCIDO LÁTICO)**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Orientadora: PROFA. DRA. ANA RITA MORALES

Autor: RENATO BRISIGUELI PEREIRA

**ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA  
DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELO ALUNO RENATO BRISIGUELI  
PEREIRA E ORIENTADA PELA PROFA. DRA. ANA RITA MORALES**

Assinatura do Orientador

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Ana Rita Morales", written over a horizontal line.

CAMPINAS  
2014

Ficha catalográfica  
Universidade Estadual de Campinas  
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura  
Rose Meire da Silva - CRB 8/5974

P414e      Pereira, Renato Brisigueli, 1973-  
              Efeito da presença de aditivo nucleante e modificador de impacto nas  
propriedades térmicas e mecânicas do poli(ácido láctico) / Renato Brisigueli  
Pereira. – Campinas, SP : [s.n.], 2014.

              Orientador: Ana Rita Morales.  
              Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de  
Engenharia Química.

              1. Polímeros. 2. Polímeros - Aditivos. 3. Poli (ácido láctico). 4. Polímeros -  
Propriedades mecânicas. 5. Polímeros - Propriedades térmicas. I. Morales, Ana  
Rita, 1958-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia  
Química. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

**Título em outro idioma:** Effect of nucleating additive and impact modifier additive on thermal and mechanical properties of poly(lactic acid)

**Palavras-chave em inglês:**

Polymers

Polymers - Additives

Poly (lactic acid)

Polymers - Mechanical properties

Polymers - Thermal properties

**Área de concentração:** Engenharia Química

**Titulação:** Mestre em Engenharia Química

**Banca examinadora:**

Ana Rita Morales [Orientador]

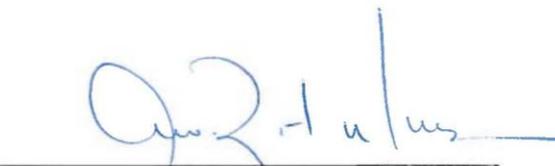
Lucilene Betega de Paiva

Leila Peres

**Data de defesa:** 30-01-2014

**Programa de Pós-Graduação:** Engenharia Química

**Dissertação de Mestrado defendida por Renato Brisigueli Pereira e aprovada em 30 de Janeiro de 2014 pela banca examinadora constituída pelos doutores:**



---

**Profa. Dra. Ana Rita Morales**



---

**Profa. Dra. Lucilene Betega de Paiva**



---

**Profa. Dra. Leila Peres**



## RESUMO

Neste trabalho foram avaliados os efeitos de aditivo modificador térmico (MT), aditivo modificador de impacto (MI) e tratamento de recozimento nas propriedades térmicas e mecânicas do poli(ácido lático), PLA. As propriedades térmicas foram avaliadas por meio de ensaios de temperatura de deflexão térmica (HDT) e ponto de amolecimento Vicat e a partir de curvas de calorimetria diferencial de varredura (DSC) de cada composição testada. As propriedades mecânicas foram avaliadas a partir de ensaios de resistência à tração. As alterações morfológicas na estrutura cristalina das amostras também foram analisadas por análise de difração de raios-X. O uso dos aditivos propostos não se mostrou viável para o aumento da temperatura de deflexão térmica (HDT) e do ponto de amolecimento Vicat do PLA estudado. Estas propriedades mostraram-se sensíveis ao aumento do grau de cristalinidade que aumentou de 3% do PLA puro para aproximadamente 12% do PLA modificado, porém não foi suficiente para promover as melhorias esperadas. O tratamento de recozimento foi mais efetivo que os aditivos promovendo aumento no grau de cristalinidade para valores de até 44% e elevou os valores de HDT em torno de 10°C e de Vicat em mais de 70°C. A temperatura de transição vítrea, T<sub>g</sub>, foi pouco alterada, sendo observados uma tendência de redução pela presença dos aditivos e um discreto aumento pelo recozimento. A cristalização a frio do PLA foi acelerada pelo aditivo nucleante e totalmente eliminada pelo tratamento de recozimento. O módulo de elasticidade apresentou aumento significativo pela adição dos aditivos testados, o que não foi observado para a resistência à tração e para o alongamento. O recozimento também foi significativo, porém, diferentemente do esperado, causou redução em todas as propriedades mecânicas. A maior cristalinidade observada deveria ter aumentado o módulo elástico, bem como a resistência à tração, o que não ocorreu por uma possível degradação causada pelas condições empregadas no tratamento térmico. As modificações no estado cristalino também foram acompanhadas pela alteração na transparência das amostras e por difração de raios-X que identificou a predominância da fase  $\alpha$ , caracterizada por uma célula unitária ortorrômbica. Para potenciais aplicações industriais os teores adequados de aditivos e uma análise detalhada do processo são necessários, incluindo-se o tempo e temperatura de resfriamento durante o processo de moldagem, para que o material final possa apresentar as propriedades desejadas.

## ABSTRACT

This work evaluated the effects of a thermal modifier additive, an impact modifier additive, and an annealing treatment over the thermal and mechanical properties of the poli(lactic acid) (PLA). The thermal properties were evaluated through heat deflection temperature (HDT) and Vicat softening point measurements and through differential scanning calorimetric (DSC) curves of each tested composition. The mechanical properties were evaluated through tensile strength measurements. Morphological changes in the crystalline structure of the samples were also analyzed through X-ray diffraction. The use of the proposed additives was not feasible to increase the heat deflection temperature (HDT), and the Vicat softening point of the studied PLA. These properties were sensitive to the degree of crystallinity that was increased from 3% of the pure to around 12% of the modified PLA, but was not sufficient to promote the expected improvements. The annealing treatment was more effective than the additives and promoted an increasing of the degree of crystallinity to values up to 44%, it also increased the HDT values in approximately 10°C and the Vicat in more than 70°C. The glass transition temperature, T<sub>g</sub>, was slightly altered, being observed a tendency of reduction by the presence of additives and a minor increase by the annealing treatment. The cold crystallization of the PLA was accelerated by the nucleating additive and completely eliminated by annealing treatment. The modulus of elasticity was significantly increased by the addition of the tested additives, but not for the tensile strength and the elongation. Annealing was also significant, however, unlike the expected, caused a reduction in all the mechanical properties. The higher crystallinity observed should have increased the elastic modulus and the tensile strength, which did not occur because of a possible sample degradation caused by annealing treatment conditions employed. Changes in the crystalline state were also accompanied by changes in the transparency of the samples and through X-ray diffraction where it was identified the prevalence of the  $\alpha$  phase, characterized by an orthorhombic unit cell. For potential industrial applications the appropriate levels of the additives and a detailed analysis of the process is required, including time and temperature of cooling during the molding process, so that the final material can offer the desired properties.

## SUMÁRIO

CAPA.....	i
PÁGINA DE ROSTO.....	iii
FICHA CATALOGRÁFICA.....	iv
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	v
RESUMO.....	vii
SUMÁRIO.....	ix
DEDICATÓRIA.....	xi
AGRADECIMENTOS.....	xiii
LISTA DE FIGURAS.....	xv
LISTA DE TABELAS.....	xvii
NOMENCLATURA.....	xix
PUBLICAÇÃO E TRABALHO APRESENTADO EM CONGRESSO.....	xxi
1 – INTRODUÇÃO.....	1
2 – REVISÃO DA LITERATURA.....	4
2.1 – O ÁCIDO LÁTICO.....	4
2.2 – O POLI(ÁCIDO LÁTICO), PLA.....	5
2.2.1 – POLIMERIZAÇÃO.....	5
2.3 – PROPRIEDADES DO PLA.....	9
2.3.1 – PROPRIEDADES MECÂNICAS E CRISTALINIDADE.....	13
2.4 – ADITIVOS.....	15
2.4.1 – AGENTES NUCLEANTES.....	15
2.4.2 – MODIFICADORES DE IMPACTO.....	16

2.5 – BIODEGRADABILIDADE .....	17
3 – MATERIAIS E MÉTODOS .....	20
3.1 – MATERIAIS .....	20
3.1.1 – POLI(ÁCIDO LÁTICO), PLA .....	20
3.1.2 – MODIFICADOR TÉRMICO (NUCLEANTE) .....	20
3.1.3 – MODIFICADOR DE IMPACTO.....	21
3.2 – MÉTODOS .....	22
3.2.1 – PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS .....	22
3.2.2 – CARACTERIZAÇÃO .....	23
3.2.3 – ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	24
4 – RESULTADOS.....	25
4.1 – CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS .....	25
4.1.1 – PLA.....	25
4.1.2 – MODIFICADOR TÉRMICO .....	26
4.1.3 – MODIFICADOR DE IMPACTO.....	27
4.2 – PROPRIEDADES TÉRMICAS.....	29
4.3 – ANÁLISES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X .....	35
4.4 – ENSAIOS MECÂNICOS .....	37
5 – CONCLUSÕES .....	41
5.1 – PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS.....	42
6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	43
APÊNDICES.....	49

*Dedico esta dissertação à  
minha filha Maitê, à minha esposa Fabiana,  
e aos meus pais José Antonio e Sonia*



## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a todas as pessoas do meu convívio que acreditaram e contribuíram, mesmo que indiretamente, para a conclusão deste trabalho.

Agradecimento especial para a minha filhinha Maitê que, mesmo inconscientemente, me incentiva diariamente com suas maravilhosas gargalhadas, abraços, sorrisos e primeiras palavras; e à minha esposa Fabiana pelo apoio e incentivo constantes.

Aos meus pais que sempre me apoiaram e torceram por mim.

À minha orientadora Profa. Dra. Ana Rita Morales pelo empenho e paciência, por acreditar em mim, por me ajudar nos momentos mais críticos, por acreditar no futuro deste trabalho.

À Fabiana, Borys e Fernanda, meus gestores nestes últimos anos, por permitirem que eu dedicasse parte do meu tempo nas aulas e na execução dos testes para completar este trabalho.

Ao meu colega de trabalho Walter que, a partir de uma conversa, trouxe uma série de necessidades de onde surgiu a ideia deste trabalho.

Ao Prof. Carvalho pela ajuda no planejamento experimental e na análise estatística dos resultados e pelo constante incentivo.

Aos colegas do SENAI que muito ajudaram para a preparação das blendas estudadas, confecção dos corpos de prova e execução dos testes.

Aos amigos de trabalho que fizeram parte desses momentos sempre me ajudando e incentivando.

Aos professores da pós-graduação pelo convívio e aprendizado.



## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Estruturas químicas da L- e D- ácido láctico .....	5
<b>Figura 2.</b> Rotas de polimerização do poli (ácido láctico) .....	6
<b>Figura 3.</b> Estruturas químicas do LL-, meso- e DD- lactídeos .....	7
<b>Figura 4.</b> Unidade constitucional do poli (ácido láctico) .....	7
<b>Figura 5.</b> Esquema de produção do PLA via pré-plímero e lactídeo .....	8
<b>Figura 6.</b> Processo sem solvente para preparação do poli (ácido láctico) .....	8
<b>Figura 7.</b> Estados metaestáveis de polilactídeos amorfos de alto peso molecular.....	12
<b>Figura 8.</b> Estados metaestáveis de polilactídeos semicristalinos de alto peso molecular.....	12
<b>Figura 9.</b> Hidrólise e diminuição do peso molecular do PLA .....	18
<b>Figura 10.</b> Curva esquemática de DSC: temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ); temperatura de cristalização à frio ( $T_c$ ); temperatura de fusão ( $T_m$ ); Entalpia de cristalização à frio ( $\Delta H_c$ ) e de fusão ( $\Delta H_m$ ).....	30
<b>Figura 11.</b> Estimativa dos efeitos sobre (a) HDT e (b) Vicat dos fatores analisados: Tratamento de recozimento (RECOZ), modificador térmico (MT) e modificador de impacto (MI) .....	31
<b>Figura 12.</b> Transparência das amostras de PLA puro e com diferentes teores de MT e MI.....	33
<b>Figura 13.</b> Transparência das amostras de PLA puro e com diferentes teores de MT e MI após tratamento de recozimento .....	34
<b>Figura 14.</b> Difratoograma do PLA puro antes e após tratamento de recozimento.....	36
<b>Figura 15.</b> Estimativa dos efeitos sobre (a) Módulo de elasticidade, (b) Resistência à tração e (c) Alongamento na força máxima dos fatores analisados: Tratamento de recozimento (RECOZ), modificador térmico (MT) e modificador de impacto (MI).....	39



## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 3.1.</b> Propriedades mecânicas típicas do poliácido lático D2002 .....	20
<b>Tabela 3.2.</b> Propriedades típicas do Biomax Thermal 300 .....	21
<b>Tabela 3.3.</b> Composição do Biomax Thermal 300.....	21
<b>Tabela 3.4.</b> Composição do Biostrength 280 .....	22
<b>Tabela 3.5.</b> Composição das blendas resultantes para o experimento fatorial de 2 níveis com ponto central (fórmulas de 1 a 5) e complementares (fórmulas de 6 a 8) .....	23
<b>Tabela 4.1.</b> Valores de Tg, Tc, Tm, $\Delta H_c$ e $\Delta H_m$ do PLA .....	25
<b>Tabela 4.2.</b> Dados de espectroscopia por infravermelho. Posição dos picos encontrados para o PLA 2002D da Cargill NatureWorks comparados com picos descritos na literatura .....	26
<b>Tabela 4.3.</b> Valores de Tc, Tm, $\Delta H_c$ e $\Delta H_m$ do Biomax Thermal 300 .....	26
<b>Tabela 4.4.</b> Dados de espectroscopia por infravermelho. Posição dos picos encontrados para o Biomax Thermal 300 .....	27
<b>Tabela 4.5.</b> Valores de Tg, Tc, Tm do Biostrength 280 .....	28
<b>Tabela 4.6.</b> Dados de espectroscopia por infravermelho. Posição dos picos encontrados para o Biostrength 280 .....	28
<b>Tabela 4.7.</b> Valores das propriedades térmicas antes e após recozimento .....	29
<b>Tabela 4.8.</b> Valores médios do Módulo de elasticidade (E), da Resistência à tração ( $\tau$ ), e do Alongamento na força máxima ( $\epsilon$ ) .....	37



## NOMENCLATURA

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM – American Society for Testing and Materials

CEN – Comité Européen de Normalisation

DRX – difração de raios-X

DSC – calorimetria diferencial exploratória

FTIR – espectrofotometria de infravermelho por transformada de Fourier

HDT – heat deflection temperature (temperatura de deflexão térmica)

MI – modificador de impacto

$\mu\text{m}$  - micrometro

Mn – peso molecular médio

MT – modificador térmico

PLA – poli(ácido láctico)

PDLA – poli(D-ácido láctico)

PLLA – poli(L-ácido láctico)

PDLLA – poli(DL-ácido láctico)

T<sub>c</sub> – temperatura de cristalização

T<sub>g</sub> – temperatura de transição vítrea

T<sub>g</sub><sup>∞</sup> – temperatura de transição vítrea para peso molecular infinito

T<sub>m</sub> – temperatura de fusão

VICAT – temperatura de amolecimento Vicat

X<sub>c</sub> – grau de cristalinidade

$\Delta H^0_m$  – variação de entalpia correspondente à fusão de PLA 100% cristalino

$\Delta H_c$  – variação de entalpia correspondente à cristalização a frio

$\Delta H_m$  – variação de entalpia correspondente à fusão

$\theta$  – ângulo de difração

$\lambda$  – comprimento de onda



## **PUBLICAÇÃO E TRABALHO APRESENTADO EM CONGRESSO**

Nesta seção estão listados os trabalhos resultantes desta dissertação

### **PUBLICAÇÃO EM PERIÓDICO**

PEREIRA, R. B.; MORALES, A. R. Estudo do Comportamento Térmico e Mecânico do PLA Modificado com Aditivo Nucleante e Modificador de Impacto, *Revista Polímeros*, aceito para publicação em 27 de junho de 2013.

### **TRABALHO APRESENTADO EM CONGRESSO**

PEREIRA, R. B.; MORALES, A. R. Estudo do Comportamento Térmico e Mecânico do PLA Modificado para Aplicação em Embalagens Termoformadas, *XIX Congresso Brasileiro de Engenharia Química*, 09 a 12 de setembro de 2012.



## 1 – INTRODUÇÃO

Há mais de 50 anos os polímeros sintéticos começaram a substituir materiais naturais em praticamente todas as áreas e hoje são parte indispensável de nossas vidas (MUELLER, 2006).

As propriedades mecânicas e térmicas destes materiais permitem variadas aplicações nas mais diversas áreas. Aproximadamente 30% dos plásticos são utilizados na indústria de embalagem para produtos alimentícios, cosméticos, farmacêuticos, detergentes e químicos. Atualmente mais de 140 milhões de toneladas de plásticos são produzidas anualmente (SHAH *et. al.*, 2008).

Os plásticos provaram ser resistentes ao ataque microbiano, já que neste curto período de existência na natureza a evolução não desenvolveu nenhuma estrutura enzimática capaz de degradar os polímeros sintéticos. O aumento acentuado na produção de plásticos nas últimas décadas em combinação com sua durabilidade geram problemas cada vez maiores em relação ao lixo e ao gerenciamento de resíduos (MUELLER, 2006).

A chamada poluição branca, proveniente dos plásticos, vem chamando a atenção da mídia e do público e os bioplásticos, ou plásticos biodegradáveis, estão preparados para desempenhar um grande papel como um substituto viável.

A produção global de plásticos continua sendo dominada pelos polímeros sintéticos baseados em petróleo. Mas, fatores ambientais e preocupações econômicas associados à eliminação de resíduos e aumento dos custos de produção do petróleo resultante da redução das reservas mais acessíveis, têm tornado os polímeros biodegradáveis economicamente atrativos (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

A degradabilidade dos plásticos depende da estrutura química do material e da constituição do material final, e não apenas da matéria-prima utilizada para sua produção. Plásticos biodegradáveis podem ser baseados em resinas naturais ou sintéticas. Plásticos biodegradáveis naturais são baseados principalmente em recursos renováveis e podem ser tanto

produzidos naturalmente quanto sintetizados. Os recursos renováveis podem ser polissacarídeos (amido, celulose, lignina, etc.), proteínas (gelatina, lã, seda, etc.), lipídeos (gorduras e óleos), poliésteres produzidos por plantas ou microorganismos, como os poli(hidroxicanoatos), poliésteres derivados de monômeros bioderivados, como o poli(ácido lático) e diversos outros polímeros como borrachas naturais, compósitos, etc. Plásticos sintéticos de fontes não-renováveis são baseados em petróleo (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

Muitos plásticos biodegradáveis naturais são misturados com polímeros sintéticos para produzir plásticos que atendam requisitos funcionais. O poli(ácido glicólico), a policaprolactona, o polihidroxibutirato e o próprio poli(ácido lático) são comercialmente disponíveis para liberação controlada de medicamentos, compósitos implantáveis, peças para fixação óssea, sistemas de liberação controlada de pesticidas e fertilizantes entre outras aplicações (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

Os poliésteres têm um papel predominante como plásticos biodegradáveis devido às suas ligações éster potencialmente hidrolisáveis (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010). O poli(ácido lático), PLA, é uma alternativa econômica e sustentável aos produtos derivados de petróleo já que os lactídeos dos quais ele é produzido podem ser produzidos em grande escala por fermentação microbológica de sub-produtos agrícolas (JOHN *et. al.*, 2006).

A produção do PLA apresenta inúmeras vantagens: pode ser obtido de fontes agrícolas renováveis, sua produção consome quantidades consideráveis de dióxido de carbono, provê significativa economia de energia, é reciclável e compostável, e é uma alternativa para ajudar a melhorar a economia nas propriedades agrícolas (AURAS *et al.*, 2004). Porém, este material puro apresenta algumas limitações importantes de aplicação e por isto são encontrados na literatura vários estudos para melhorar suas propriedades físicas e mecânicas tais como flexibilidade, resistência ao impacto e processamento (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

Embalagens termoformadas são produzidas em grande quantidade e a possibilidade em produzi-las com um polímero biodegradável seria de grande relevância do ponto de vista ambiental. Porém uma limitação para esta aplicação está na falta de estabilidade térmica do PLA

durante seu uso, e embalagens feitas com este material podem apresentar deformações mesmo quando submetidas às temperaturas de transporte.

Esta proposta de trabalho foi criada a partir de um problema real na indústria de bens de consumo e visa avaliar o poli(ácido láctico), PLA, e alguns aditivos comerciais de modo a se encontrar uma formulação com estabilidade dimensional térmica adequada para a utilização deste polímero como material de embalagem termoformada para produtos de consumo. A escolha do PLA deu-se devido à necessidade crescente da indústria em substituir os materiais plásticos convencionais por polímeros biodegradáveis evitando ou reduzindo assim a chamada poluição branca e a dependência de materiais de fontes não-renováveis.

O objetivo do trabalho foi o de estudar as alterações na temperatura de deflexão térmica (HDT) e no ponto de amolecimento Vicat (VICAT) do PLA a partir de modificações no polímero baseadas em dois tipos de aditivos e submetido a um tratamento de recozimento. Paralelamente também foram estudadas as propriedades mecânicas e a influência destes aditivos e do recozimento nas temperaturas de transição vítrea ( $T_g$ ), de cristalização ( $T_c$ ) e de fusão ( $T_m$ ) nos sistemas, pois o comportamento térmico do PLA é descrito como altamente sensível à história térmica e às condições de processamento (PANTANI *et al.*, 2010).

Considerando que a distorção sob o efeito da temperatura estaria ocorrendo em temperaturas próximas à  $T_g$  do PLA, que é descrita ocorrer tipicamente de 50°C a 80°C (AURAS *et al.*, 2004), e que o grau de cristalinidade também poderia ser um fator predominante para este efeito buscou-se no mercado um aditivo nucleante para agir como modificador térmico. Um modificador de impacto também foi considerado para atuar de maneira a flexibilizar as cadeias reduzindo o nível de tensionamento nas embalagens e com isto diminuir o efeito de distorção pelo aquecimento das embalagens em uso, além de potencialmente ajudar a manter a transparência.

## 2 – REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 – O ÁCIDO LÁTICO

O monômero do PLA, o ácido lático, ou ácido 2-hidroxi-propiónico,  $\text{CH}_3\text{-CHOHCOOH}$ , é um dos principais membros da família dos ácidos carboxílicos devido às suas aplicações na indústria de alimentos, farmacêutica, cosmética entre outras. É usado como preservante e acidulante na indústria alimentícia, como controlador de pH na produção de vinho, é utilizado na produção de queijos. Seus sais de cálcio, sódio, potássio, zinco, ferro, etc. têm aplicação na indústria farmacêutica, cosmética e alimentícia, entre outras aplicações (JOHN *et. al.*, 2006).

O ácido lático é um ácido orgânico de ocorrência natural que pode ser produzido por síntese química ou por fermentação. A síntese química pode ser realizada por diferentes processos como hidrólise da lactonitrila por ácidos fortes, degradação de açúcares catalisada por bases, oxidação de propileno glicol, reação de acetaldeído, monóxido de carbono e água em altas temperaturas e pressões, hidrólise do ácido cloro-propiónico e oxidação do propileno com ácido nítrico (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

O interesse na produção fermentativa se dá pelos aspectos ambientais e de uso de recursos renováveis ao invés de derivados de petróleo. Além disso, a produção por fermentação tem vantagens como baixo custo de substratos, baixa temperatura de produção, baixo consumo de energia e alta especificidade (JOHN *et. al.*, 2006).

Em relação à alta especificidade, o ácido lático existe em duas configurações opticamente ativas, os isômeros L-ácido lático e D-ácido lático (Figura 1). Os dois isômeros são produzidos em sistemas fermentativos bacterianos. Os mamíferos produzem o ácido lático naturalmente, porém apenas o isômero L-ácido lático. (AURAS *et. al.*, 2004) Estas configurações espaciais vão determinar a arquitetura final do polímero e influenciarão diretamente em suas propriedades.

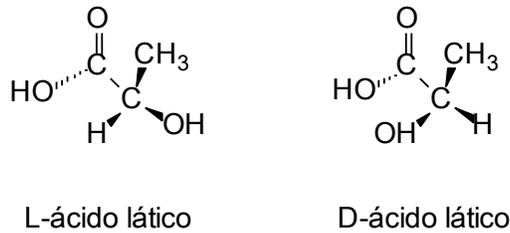


Figura 1 – Estruturas químicas do L- e D- ácido láctico.

(adaptado de AURAS *et. al.*, 2004)

A fonte de carbono para a fermentação pode ser de açúcar na sua forma pura (glucose, sucrose, lactose, etc.) ou materiais que contenham açúcar (melaços, soros, bagaço de cana de açúcar ou mandioca, amido de batata, tapioca, trigo ou cevada, etc.) (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

## 2.2 – O POLI (ÁCIDO LÁTICO), PLA

### 2.2.1– POLIMERIZAÇÃO

O PLA pode ser polimerizado pela condensação direta do ácido láctico ou pela polimerização por abertura de anel do dímero cíclico (lactídeo) (Figura 2). Como a condensação direta é uma equação de equilíbrio, a dificuldade na remoção da água nos estágios finais da polimerização é um fator limitante para a obtenção de grandes pesos moleculares.

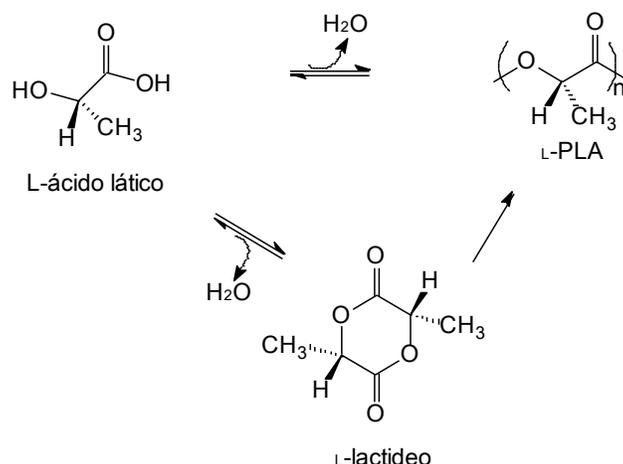


Figura 2. Rotas de polimerização do poli (ácido láctico)  
(adaptado de MOHANTY *et. al.*, 2005)

A maioria dos trabalhos tem focado na polimerização por abertura do anel do lactídeo embora outras abordagens, como destilação azeotrópica para direcionar na remoção de água no processo de condensação direta, têm sido avaliadas (MOHANTY *et. al.*, 2005).

A Cargill Dow LLC patenteou (U.S. Patent 5,142,023, 1992; U.S. Patent 5,247,058, 1992; U.S. Patent 5,247,059, 1993; U.S. Patent 5,258,488, 1993; U.S. Patent 5,274,073, 1993; U.S. Patent 5,357,035, 1994; U.S. Patent 5,484,881, 1996) um processo contínuo de baixo custo para a produção de polímeros do ácido láctico (MOHANTY *et. al.*, 2005).

A partir da fermentação da glicose, o (D)-ácido láctico ou (L)-ácido láctico ou uma mistura dos dois são pré-polimerizados para se obter um poli(ácido láctico) intermediário de baixa massa molecular, que é então, sob baixa pressão, cataliticamente convertido em uma mistura de lactídeos estéreo-isômeros. O lactídeo, o dímero cíclico do ácido láctico, é formado pela condensação de duas moléculas de ácido láctico da seguinte forma: L-lactídeo (duas moléculas de L-ácido láctico), D-lactídeo (duas moléculas de D-ácido láctico) meso-lactídeo (uma molécula de L-ácido láctico e uma molécula de D-ácido láctico) (Figura 3) (AURAS *et. al.*, 2004).



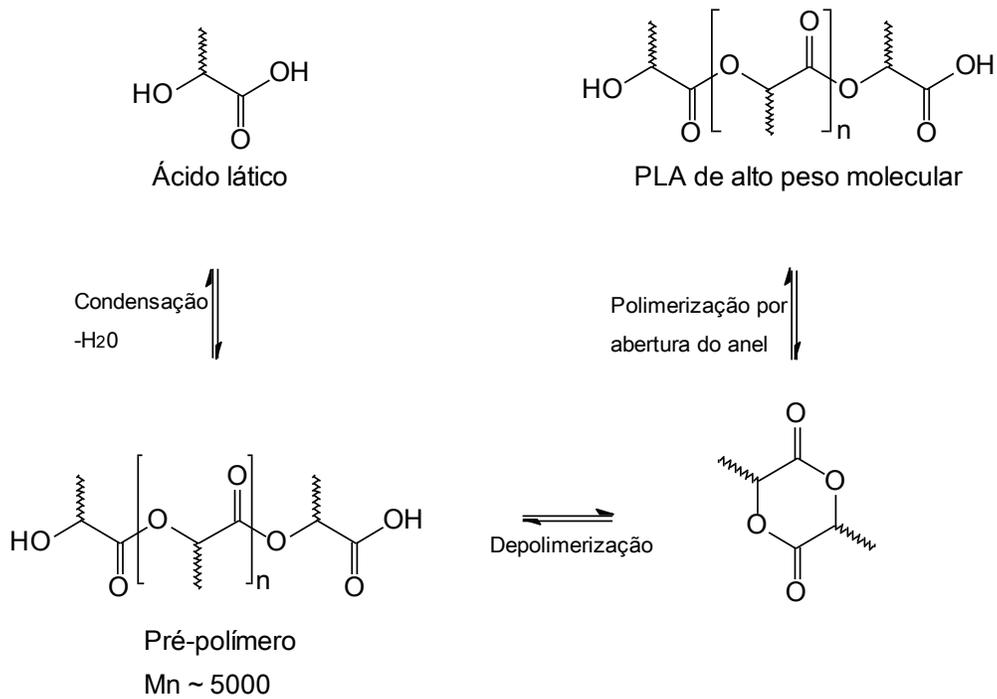


Figura 5. Esquema da produção de PLA via pré-polímero e lactídeo (adaptado de MOHANTY *et. al.*, 2005)

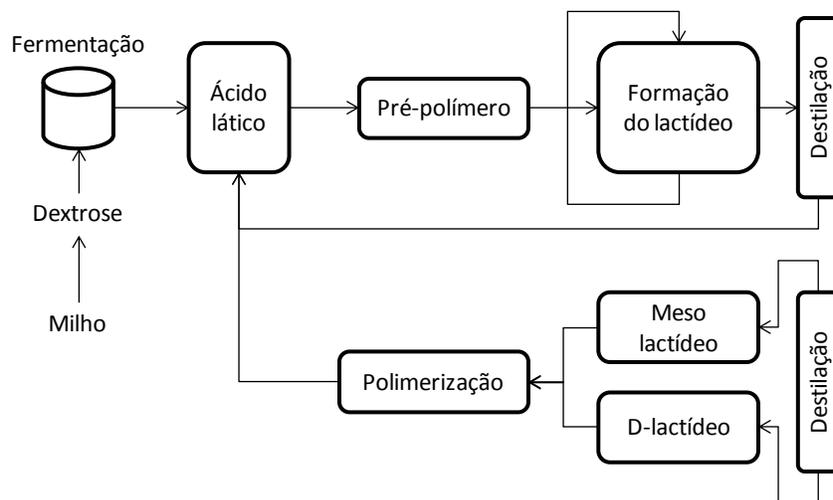


Figura 6. Processo sem solvente para preparação do poli (ácido láctico) (adaptado de MOHANTY *et. al.*, 2005)

### 2.3 – PROPRIEDADES DO PLA

O PLA se polimeriza em forma de hélice, com uma célula unitária ortorrômbica (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010). As propriedades do PLA são determinadas pela arquitetura do polímero (composição estereoquímica da cadeia polimérica) e pela massa molar, que é controlada pela adição de compostos hidroxílicos (AURAS *et. al.*, 2004).

A temperatura de transição vítrea,  $T_g$  e temperatura de fusão cristalina,  $T_m$ , são afetadas pela composição estereoquímica, estrutura primária, história térmica, e pela massa molar. E como para outros polímeros, as propriedades do PLA são dependentes das suas temperaturas de transição para propriedades comuns como massa específica, capacidade térmica, e propriedades mecânicas e reológicas (MOHANTY *et al.*, 2005).

De modo geral, a relação entre  $T_g$  e a massa molar pode ser representada pela equação de Flory-Fox (Equação 2.1):

$$T_g = \frac{T_g^\infty - K}{\bar{M}_n} \quad (\text{Equação 2.1})$$

onde  $T_g^\infty$  é a  $T_g$  para peso molecular infinito,  $K$  é a constante representando o volume livre em excesso das terminações das cadeias poliméricas e  $\bar{M}_n$  é o peso molecular numérico médio. Os valores reportados na literatura de  $T_g^\infty$  e  $K$  são aproximadamente 57-58°C e  $(5,5-7,3) \times 10^4$ , respectivamente (LIM *et. al.*, 2008; JAMSHIDI *et. al.*, 1988).

A relação entre  $T_m$  e o teor de meso-lactídeo pode ser dada de modo aproximado pela Equação 2.2:

$$T_m = 175^\circ\text{C} - 300 W_m \quad (\text{Equação 2.2})$$

onde  $W_m$  é a fração de meso-lactídeo e 175°C é a temperatura de fusão do PLA 100% L-lactídeo (LIM *et. al.*, 2008 apud WITZKE, 1997). Valores típicos de  $T_m$  para o PLA ficam na faixa de 130 a 160°C. A redução da  $T_m$  com o aumento do teor de meso-lactídeo tem implicações

importantes já que ajuda a aumentar a janela de processamento, reduzir a degradação e reduzir a formação de lactídeos.

A capacidade térmica de PLAs ( $C_{p\text{-líquido}}$ , J/K.mol) pode ser representada pela Equação 2.3:

$$C_{p\text{-líquido}} = 120,17 + 0,076.T \quad (\text{Equação 2.3})$$

onde T é a temperatura em Kelvin (K)-(LIM *et. al.*, 2008 apud PYDA *et. al.*, 2004).

Os homopolímeros D-polilactídeo ou L-polilactídeo e copolímeros com grandes percentagens de D- ou L-lactídeo apresentam estrutura muito regular e desenvolvem uma fase cristalina. De modo geral, os PLAs podem ser amorfos ou semicristalinos à temperatura ambiente, dependendo das quantidades de L-, D- e meso-lactídeos na sua estrutura. PLA pode ser produzido totalmente amorfo ou com até 40% de cristalinidade (AURAS *et. al.*, 2004).

Para os PLAs amorfos a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) determina a temperatura máxima de uso para a maioria das aplicações comerciais. Para os PLAs semicristalinos tanto a  $T_g$  (~58°C) quanto a temperatura de fusão ( $T_m$ ), 130°-230°C dependendo da estrutura, são importantes para determinar as temperaturas de uso nas várias aplicações (MOHANTY *et. al.*, 2005).

Na técnica de polimerização por abertura do anel, os lactídeos (dímeros) são formados pela utilização de iniciadores e catalisadores estéreo-seletivos, portanto as frações dos isômeros podem ser controladas. A capacidade de controlar a arquitetura polimérica permite o controle sobre a velocidade de cristalização e, portanto, o grau de cristalização, propriedades mecânicas e temperaturas de processamento do material. O comportamento de degradação também depende fortemente da cristalinidade da amostra (AURAS *et. al.*, 2004).

O PLA derivado de 93% ou mais de L-ácido lático pode ser semicristalino, enquanto o PLA derivado de 50 a 93% de L-ácido lático é estritamente amorfo. A presença de meso- e D-lactídeos provocam torções na cadeia de arquitetura regular do L-poliácido lático, e estas imperfeições moleculares são responsáveis tanto pela diminuição de velocidade quanto pelo grau de cristalinidade (AURAS *et. al.*, 2004).

O PLLA, L-poli(ácido lático), produto resultante da polimerização do L-lactídeo, tem uma cristalinidade de aproximadamente 37%, uma temperatura de transição vítrea, Tg, entre 50-80°C e temperatura de fusão, Tm, entre 173-178°C. Devido à microestrutura cristalina regular, o PLLA e o PDLA (polímero resultante da polimerização do D-lactídeo) são semicristalinos (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

Para PLA amorfo, a temperatura de transição vítrea (Tg) é um dos parâmetros mais importantes já que mudanças acentuadas na mobilidade da cadeia acontecem em temperaturas acima da Tg. Para PLA semicristalino, tanto a Tg quanto a temperatura de fusão (Tm) são parâmetros físicos importantes para prever o comportamento do polímero (AURAS *et. al.*, 2004).

Conforme mostrado na Figura 7, acima da Tg o PLA amorfo muda do estado vítreo para borrachoso e vai se comportar como um líquido viscoso sob aquecimento. Abaixo da Tg o PLA tem comportamento vítreo, podendo ser deformável até ser resfriado a sua temperatura de transição  $\beta$ , de aproximadamente - 45°C. A partir desta temperatura o PLA se comportará apenas como um polímero friável, quebradiço (MOHANTY *et. al.*, 2005).

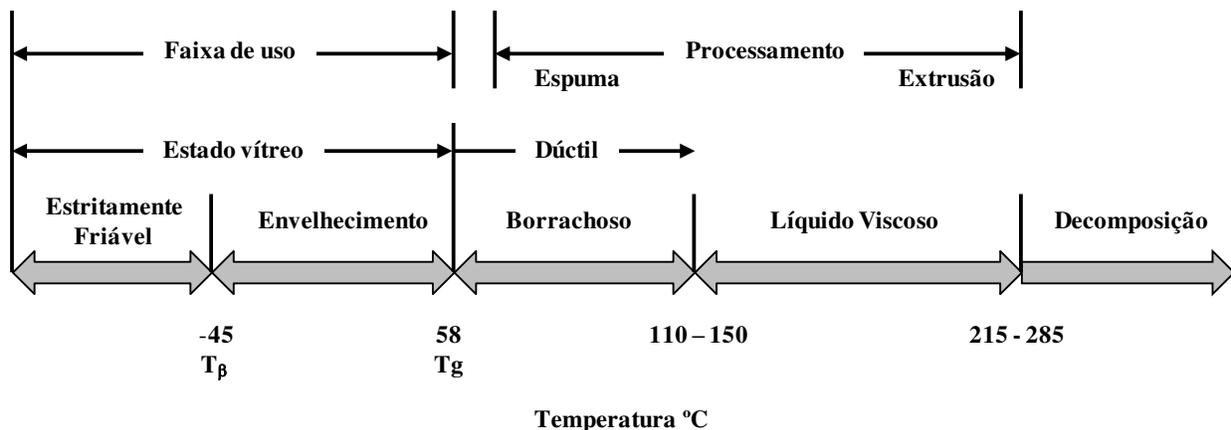


Figura 7. Estados metaestáveis de polilactídeos amorfos de alta massa molar  
(WITZKE, 1997 apud AURAS *et. al.*, 2004)

Conforme mostrado na Figura 8, acima da  $T_g$  o PLA semicristalino muda de estado frágil para outro mais resistente e dúctil. Sob aquecimento vai se comportar como um líquido viscoso. Abaixo da  $T_g$  o PLA tem comportamento friável, e deformação limitada até resfriado à sua temperatura de transição  $\beta$ , de aproximadamente  $-45^\circ\text{C}$ . A partir desta temperatura o PLA se comportará apenas como um polímero friável.

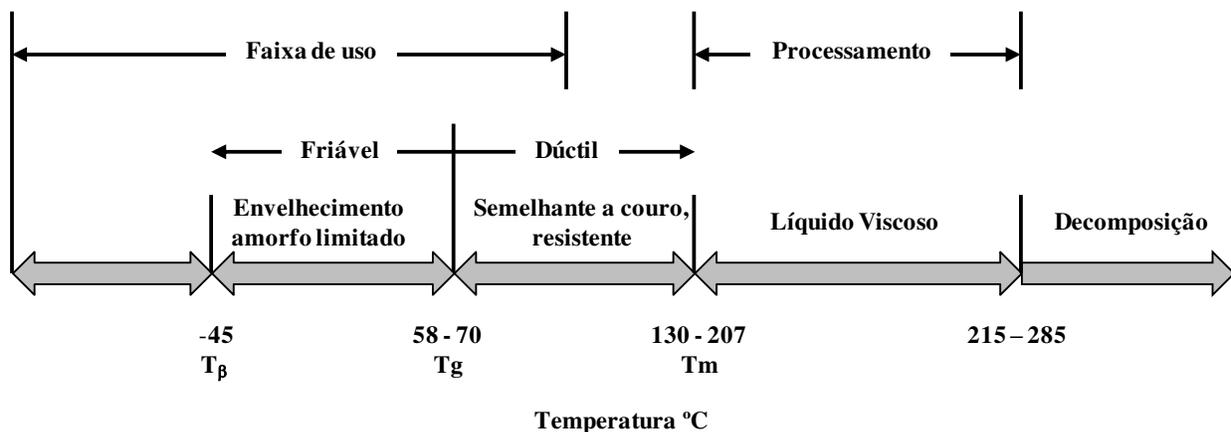


Figura 8. Estados metaestáveis de polilactídeos semicristalinos de alta massa molar  
(WITZKE, 1997 apud AURAS *et. al.*, 2004)

A temperatura de deflexão térmica (HDT, do inglês Heat Deflection Temperature) e a temperatura de amolecimento Vicat (VICAT) são temperaturas nas quais um polímero se deforma sob a força de uma determinada pressão ou carga. São fatores importantes para certas aplicações industriais e para uso como embalagens (CANEVAROLO, 2002). Neste trabalho a HDT e a Vicat são de especial interesse. A HDT é a temperatura na qual uma barra de ensaio, sob uma pressão de 1,82 MPa, se deforma em 0,25 mm. A Vicat é a temperatura na qual uma agulha de extremidade plana penetra o polímero em uma profundidade de 1.0 mm sob uma carga de 10 N. Tanto a HDT quanto a Vicat são medidas úteis para a avaliação da temperatura de serviço de um polímero.

### **2.3.1 – PROPRIEDADES MECÂNICAS E CRISTALINIDADE**

As propriedades mecânicas e a cristalinidade do PLA são dependentes da massa molar e da composição estereoquímica do polímero. A composição estereoquímica pode ser controlada através de teores de D-, L-, D,L- ou meso-lactídeo para formar copolímeros randômicos ou em bloco, enquanto a massa molar é controlado pela adição de compostos hidroxílicos (por exemplo, ácido láctico, água, álcoois) (GARLOTTA, 2001).

As propriedades mecânicas do poli(ácido láctico) têm sido estudadas por muitos pesquisadores (AURAS *et. al.*, 2004). Estudos mostram que a resistência ao impacto e a temperatura de amolecimento Vicat aumentam com a massa molar e com o grau de cristalinidade (GARLOTTA, 2001). Foram encontrados incrementos da ordem de 20% no módulo elástico de PLLA comparado com PDLA (menor estereo-regularidade e portanto menor grau de cristalinidade) e que a resistência ao impacto também foi fortemente influenciada pela cristalinidade (PEREGO *et. al.*, 1996).

Investigação entre as propriedades do poli(98% L-lactídeo) e do poli(94% L-lactídeo) mostraram que o maior teor de L-lactídeo, que resulta em uma maior estereo-regularidade e, portanto, maior grau de cristalinidade, contribui para uma maior resistência à tração, que variou entre 72 MPa e 84 MPa (AURAS *et. al.*, 2004). Neste mesmo estudo, embora o poli(98% L-

lactídeo) tenha apresentado maior alongamento no escoamento, 5% versus 3%, o poli(94% L-lactídeo) apresentou alongamento na ruptura por volta de sete vezes maior, 78% versus 11%, indicando uma maior plasticidade deste último. O poli(94% L-lactídeo) apresentou maior módulo elástico, 2,31 GPa contra 2,11 GPa do poli(98% L-lactídeo).

A orientação das cadeias quando realizada em baixas temperaturas mostrou aumento na resistência à tração do PLLA porém sem aumento significativo da cristalinidade. Já a orientação biaxial simultânea produz filmes de PLA com diferentes graus de cristalinidade com impactos significativos nas propriedades finais destes filmes (OU e CAKMAK, 2003 apud AURAS *et. al.*, 2004).

O recozimento do PLLA aumentou a resistência à tração, devido ao aumento na estereoregularidade das cadeias e aumentou a resistência ao impacto devido aos efeitos de reticulação dos domínios cristalinos. Recozimento a 105°C por 90 minutos resultou em aumento da cristalinidade do material, determinada por análise de DSC, onde uma variação de entalpia de cristalização entre 3 J/g a 13 J/g para um material sem o recozimento aumentou para uma variação de entalpia entre 42 J/g a 65 J/g para o material recozido, dependendo da massa molar do polímero utilizado. Também foi observado que pesos moleculares menores, nas mesmas condições de recozimento, resultaram em maiores taxas de cristalinidade devido à maior mobilidade das cadeias. As temperaturas de transição vítrea e de fusão não sofreram alterações significativas e nem mostraram dependência com a massa molar dos polímeros testados. Para PLLA com peso molecular de aproximadamente 70.000 g/mol, o recozimento resultou em aumento na resistência à tração e módulo de elasticidade de 59 e 3750 MPa, respectivamente, para 66 e 4150 MPa. A temperatura de deflexão térmica (HDT) aumentou de 55 °C para 66 °C e a temperatura de amolecimento Vicat de 59 °C para 165 °C (PEREGO *et. al.*, 1996).

O recozimento para induzir a cristalização do PLA geralmente produz dois picos de fusão. No estudo de Yasuniwa *et al.* (2004) a indução da cristalização de PLA amorfo por recozimento foi realizada em temperaturas entre 75°C e seu ponto de fusão, e pontos de fusão duplos foram encontrados sendo explicados pela ocorrência de efeitos competitivos de fusão e recristalização durante o processo de aquecimento.

Mais recentemente alguns produtos e estudos vêm indicando a possibilidade de aumentos ainda maiores da HDT e da Vicat em PLA. Um grau de PLA resistente ao calor foi obtido por modificação do PLA convencional por um processo de extrusão, obtendo-se uma HDT superior a 120°C para o PLA modificado a partir de aditivos patenteados (TANG *et. al.*, 2012). Novos produtos prometendo altos valores de HDT em PLA também começaram a ser oferecidos recentemente. A Corbion Purac oferece blendas de PLA com desempenho de resistência ao calor similares ao poliestireno, polipropileno e poliacrilonitrila-butadieno-estireno (ABS), com valores de HDT entre 95°C e 120°C (Ficha *CORBION PURAC High Heat PLA*, 2013). Também a Sulzer começou a oferecer PLA de alta pureza com alta resistência térmica que também pode ser trabalhado de modo a apresentar estruturas espaciais que resultam em excelente estabilidade térmica, com valores de HDT maiores que 180°C (Ficha de PLA Sulzer, 2013).

## **2.4 – ADITIVOS**

A possibilidade da utilização dos plásticos em inúmeras aplicações tais como indústria automotiva, setor de eletrônica, embalagem e produção de bens de consumos é essencialmente atribuída à incorporação de aditivos às resinas virgens ou recicladas. Os aditivos provêm maneiras de resolver problemas de processamento, limitações de desempenho e restrições de estabilidade ambiental. Na necessidade contínua de facilitar o processamento, melhorar propriedades físicas, melhorar durabilidade e atender as novas regulamentações ambientais, os aditivos continuam a evoluir e diversificar (BART, 2005).

### **2.4.1 – AGENTES NUCLEANTES**

Agentes nucleantes são compostos inorgânicos (talco, sílica, fibra de vidro, caulim, etc.), compostos orgânicos (sais de ácidos mono e policarboxílicos e certos pigmentos) ou poliméricos (copolímeros etileno/ éster acrílico, PET, etc.) utilizados para aumentar o grau de cristalinidade e diminuir o tamanho dos cristais ou esferulitos.

O aumento no grau de cristalinidade resulta em maior dureza, maior módulo de elasticidade, maior resistência à tração e maior tensão de escoamento em comparação com o material não nucleado. As concentrações a serem incorporadas dependem da quantidade total de energia superficial fornecida para que o núcleo adquira uma estabilidade energética e possa iniciar o crescimento do cristal.

Esferulitos menores resultam em melhores propriedades ópticas como transparência e translucidez. Para um mesmo grau de cristalinidade a diminuição dos esferulitos implica em um maior número de células cristalinas e maior alongamento, maior resistência ao impacto e maior resistência à tração.

O mecanismo exato de nucleação ainda não é completamente conhecido mas para que a nucleação ocorra o agente nucleante deve ter afinidade pelo polímero, sendo que maiores afinidades resultam em maiores velocidades de nucleação. O aditivo deve ser insolúvel no polímero, deve ter um ponto de fusão maior que o do polímero e ser bem disperso em partículas pequenas, geralmente de 1  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$  (RABELLO, 2000).

Estudos com compostos orgânicos que contêm grupos hidrazida, como benzoilhidrazida mostraram efeito nucleante em PLA (KAWAMOTO *et al.*, 2007). Substâncias inorgânicas, como as nanopartículas de  $\text{BaSO}_4$  e  $\text{TiO}_2$ , na concentração em torno de 0,5% aumentaram significativamente a cristalinidade do PLA (LIAO *et al.*, 2007). TSUJI *et al.* (2006) estudaram o comportamento de cristalização isotérmica e não isotérmica do PLLA tendo como agente nucleante pequenas quantidades de PDLA e observaram uma aceleração no processo de cristalização do PLLA e um aumento no número de esferulitos.

#### **2.4.2 – MODIFICADORES DE IMPACTO**

Um polímero vítreo ou semi-cristalino apresenta baixa resistência ao impacto devido à baixa mobilidade molecular, dificultando os mecanismos de deformação, que são os

responsáveis pela dissipação de energia aplicada durante uma sollicitação mecânica. A presença de falhas internas, como vazios, concentram a tensão aplicada e as trincas se propagam rapidamente até a ruptura. Com a adição de modificadores de impacto criam-se mecanismos de deformação capazes de dissipar a energia aplicada que seria, de outra forma, utilizada para estender falhas ou trincas existentes (LUTZ e GROSSMAN, 2001).

Modificadores de impacto são compostos borrachosos com baixa miscibilidade na matriz polimérica a ser modificada que podem ser incorporados através de mistura mecânica ou por enxertia com a finalidade de aumentar a resistência ao impacto e a tenacidade do polímero.

Devido à baixa miscibilidade, o aspecto geral da matriz polimérica é de uma matriz vítrea com partículas dispersas de elastômero. O comportamento mecânico do polímero tenacificado está diretamente relacionado com esta morfologia. Aspectos como tamanho de partícula, concentração e grau de adesão entre as fases definem a eficiência do aditivo.

Para se obter uma mistura com alta resistência ao impacto, a temperatura de transição vítrea do componente elastomérico deve ser bem abaixo da temperatura ambiente, a borracha deve formar uma segunda fase, dispersa na matriz vítrea e deve haver uma boa adesão entre as fases (RABELLO, 2000).

Africat e Matana (2010) estudaram o efeito do copolímero etileno/acrilato nas propriedades mecânicas do PLA e observaram grande eficiência na tenacificação do PLA, demonstrada pelo aumento na resistência ao impacto e da ductibilidade e pouca alteração no módulo elástico.

## **2.5 - BIODEGRADABILIDADE**

O PLA degrada principalmente por hidrólise, sob exposição à umidade. A degradação ocorre em duas fases. Primeiro, a cisão não-enzimática aleatória da cadeia nos grupos éster conduz a uma fragilização do polímero com a redução da massa molar. Esta etapa é

impulsionada pela hidrólise e quebra das ligações éster na cadeia polimérica, que é autocatalítica devido à presença de grupos finais de ácidos carboxílicos. O processo segue uma cinética de primeira ordem, pode ser acelerada por ácidos ou bases e é afetada tanto pelos níveis de temperatura quanto de umidade. Em seguida, o PLA de baixa massa molar pode difundir para fora da massa do polímero, a massa molar é reduzida até que o ácido láctico e os oligômeros de sejam naturalmente metabolizados pelos microrganismos para produzir dióxido de carbono, água e húmus (AURAS *et. al.*, 2004).

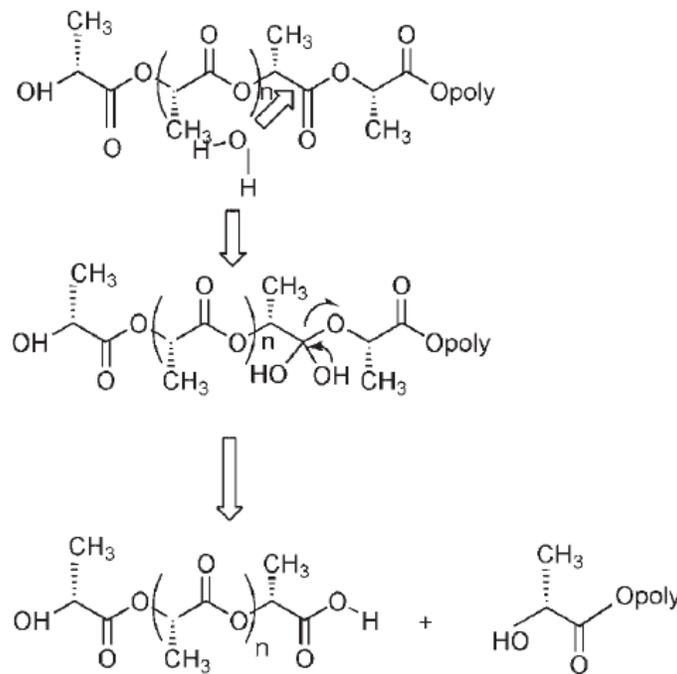


Figura 9. Hidrólise e diminuição da massa molar do PLA  
(AURAS *et. al.*, 2004)

Embora o processo de degradação em PLA seja uma simples hidrólise, a taxa de degradação pode ser afetada por muitos fatores devido à complexidade do sistema de reação sólido-líquido. A taxa de degradação de polímero é determinada por fatores ambientais que têm influência na população microbiana e na atividade de diferentes microrganismos. Umidade, temperatura, pH, salinidade, presença ou ausência de oxigênio e disponibilidade de diferentes

nutrientes têm efeitos importantes na degradação microbiana de polímeros. A degradação também é dependente das características químicas e físicas do polímero, que incluem difusividade, porosidade, morfologia, grau de reticulação, pureza, reatividade química, resistência mecânica e tolerância térmica (NAMPOOTHIRI *et. al.*, 2010).

A degradação do PLA é descrita como dependente de fatores como massa molar, cristalinidade, pureza, temperatura, pH, presença de grupos terminais carboxílicos ou hidroxílicos, permeabilidade à água, e aditivos atuando cataliticamente, que podem incluir enzimas, bactérias ou cargas inorgânicas. (PARK e XANTHOS, 2009).

Embora o PLA possua biodegradabilidade certificada segundo as normas ASTM D-6400 e EN-13432, essas diretrizes apenas avaliam sua degradação em até seis meses em condições de compostagem.

De acordo com a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) NBR 13591, compostagem é o processo de decomposição biológica da fração orgânica biodegradável dos resíduos, efetuado por uma população diversificada de organismos, em condições controladas de aerobiose e demais parâmetros, desenvolvido em duas etapas distintas: uma de degradação ativa e outra de maturação, que é o processo bioquímico de umificação do extrato orgânico.

Em lixões a céu aberto, destino mais provável de uma embalagem no Brasil, o material não se degradaria rapidamente. Em aterros pode ocorrer degradação anaeróbica, que, ao invés de gerar gás carbônico produz metano (CH<sub>4</sub>), cuja contribuição para o efeito estufa é muito mais intensa.

De forma geral, apesar de seu custo ainda maior que o dos plásticos sintéticos, o uso do PLA como material de embalagem é uma alternativa tecnicamente viável de fonte renovável ao petróleo. Porém, com as atuais condições de gerenciamento de resíduos no Brasil, o uso do PLA ainda não é uma alternativa para o problema de resíduos sólidos.

### 3 – MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 – MATERIAIS

##### 3.1.1 – POLI(ÁCIDO LÁTICO) – PLA

O PLA usado neste trabalho é o Ingeo 2002D da Cargill Dow, fabricado pela Natureworks. O Ingeo 2002D é uma resina termoplástica produzida a partir de recursos renováveis anualmente e foi desenvolvida para aplicações que envolvem extrusão e termoformagem. Apresenta massa específica de 1,24 g/cm<sup>3</sup>, índice de fluidez de 5 a 7 g/10 min a 210°C/ 2,16 kg, teor de D-lactídeo de 4-5% e massa molar de 205.000 g/mol. As propriedades mecânicas do material serão apresentadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1- Propriedades mecânicas típicas do poliácido lático D2002 (Ficha técnica: NatureWorks PLA Polymer 2002D – APÊNDICE 1)

Propriedades mecânicas		
Resistência à Tração @ quebra, psi (MPa)	7700 (53)	ASTM D882
Resistência à Tração Rendimento, psi (MPa)	8700 (60)	ASTM D882
Módulo de tração, kpsi (GPa)	500 (3,5)	ASTM D882
Alongamento, %	6,0	ASTM D882
Resistência ao Impacto IZOD, ft-lb/in (J/m)	0,24 (12,81)	ASTM D256

##### 3.1.2 – MODIFICADOR TÉRMICO (NUCLEANTE)

O modificador térmico (MT) foi o Biomax Thermal 300 da DuPont cujos componentes descritos pelo fornecedor são: um copolímero de etileno/acrilato (>40%), n-butil/acrilato (<0,1%) e cera inerte (<60%), com massa específica de 0,94g/cm<sup>3</sup> e ponto de fusão de 113°C. Foi desenvolvido para modificação do poli (ácido lático) para melhorias nas propriedades térmicas e de resistência para aplicações em embalagens e outras aplicações industriais. Suas propriedades típicas e composição são mostradas nas Tabelas 3.2 e 3.3.

Tabela 3.2- Propriedades típicas do Biomax Thermal 300 (Ficha técnica: DuPont Biomax Thermal 300 – APÊNDICE 2)

Físicas	Valores nominais	Método(s) de teste	
Massa específica	0,94 g/cm <sup>3</sup>	ASTM D792	ISO 1183
Índice de fluidez (190°C/ 2,16kg)	1200 g/10 min	ASTM D1238	ISO 1133
Térmicas			
Ponto de fusão (DSC)	113°C (235°F)	ASTM D3418	ISO 3146

Tabela 3.3- Composição do Biomax Thermal 300 (Folha de segurança (MSDS – Material Safety Data Sheet): DuPont Biomax Thermal 300 – APÊNDICE 3)

Material	Número CAS	%
Cera não regulamentada	- - -	< 60
Copolímero Etileno Acrilato	- - -	> 40
n-Butil Acrilato	141-32-2	< 0,1

### 3.1.3 – MODIFICADOR DE IMPACTO

O modificador de impacto (MI) foi o Biostrength 280 da Arkema que é um material com núcleo acrílico desenvolvido para aumentar a resistência do PLA mantendo a transparência. O aditivo é composto por uma mistura de ácidos e ésteres orgânicos (Ficha técnica Arkema Biostrength 280 – APÊNDICE 4). Para este estudo o modificador de impacto foi fornecido como um concentrado incorporado a 1:1 em PLA.

O material foi incorporado pela própria Arkema no PLA descrito em 3.1.1. A composição do modificador de impacto é mostrada na Tabela 3.4.

Tabela 3.4- Composição do Biostrength 280 (Folha de segurança (MSDS – Material Safety Data Sheet): Arkema Biostrength 280 – APÊNDICE 5)

Material	Número CAS	%
Ácido 2-propenóico, 2-metil, metil-éster, polímero com Butil 2-propenoato	25852-37-3	95 - 99%
Ácido sulfúrico, ésteres de alquila mono-C10-16, sais de sódio	68585-47-7	1 - 5%

## 3.2 – MÉTODOS

### 3.2.1 – PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Neste trabalho foram avaliadas combinações de aditivo modificador térmico (MT) e aditivo modificador de impacto (MI) em matriz de PLA.

A incorporação dos aditivos na matriz polimérica de PLA foi feita diretamente no processo de injeção dos corpos de prova. O PLA foi submetido à secagem prévia a 100°C por 90 minutos para evitar degradação durante o processamento. Os corpos de prova foram injetados em um equipamento Romi 100TGR a uma temperatura de 150°C na zona de alimentação, com gradiente de temperatura entre 160°C e 190°C entre a zona 2 da injetora até o bico, com a temperatura do molde de 110°C, conforme recomendado pelo fabricante da resina, com uma pressão de 30% de 120Kgf e pressão de recalque de 20% de 120Kgf com tempo de resfriamento de 20s em porcentagens pré-determinadas de acordo com um experimento fatorial de 2 níveis com ponto central e 2 fatores (MT e MI) e complementada com formulações com aditivos (MT) aplicados isoladamente, resultando nas formulações descritas na Tabela 3.5. As concentrações mínimas e máximas utilizadas de cada aditivo seguiram a recomendação do fabricante. Um tratamento de recozimento também foi incluído como uma variável na análise. Neste tratamento os corpos de prova foram submetidos a aquecimento em estufa a 105°C por 90 minutos, conforme descrito na literatura (KOLSTAD, 1996).

Tabela 3.5. Composição das blendas resultantes para o experimento fatorial de 2 níveis com ponto central (fórmulas de 1 a 5) e complementares (fórmulas de 6 a 8)

Fórmula	Amostra	%		
		PLA	MT	MI
1	PLA0005	99,5	0	0,5
2	PLA0015	98,5	0	1,5
3	PLA4005	95,5	4	0,5
4	PLA4015	94,5	4	1,5
5	PLA2010	97	2	1
6	PLA0000	100	0	0
7	PLA2000	98	2	0
8	PLA4000	96	4	0

### 3.2.2 – CARACTERIZAÇÃO

Os ensaios de temperatura de deflexão térmica (HDT) e Ponto de amolecimento Vicat (Vicat) foram realizados no Laboratório de Ensaios Físicos e Químicos em Polímeros do Núcleo de Tecnologia de Plásticos da Escola SENAI Mario Amato em São Bernardo do Campo conforme os procedimentos das normas ASTM D648-07 e ASTM D1525-09, respectivamente, para um mínimo de 3 espécimes em um equipamento CEAST de 3 estações. Os ensaios de resistência à tração foram realizados no mesmo laboratório conforme o procedimento da norma ASTM D638-10, com velocidade de deformação de 50mm/min em um equipamento EMIC Modelo DL3000.

As amostras para o DSC, retiradas dos corpos de prova injetados, foram submetidas a um aquecimento de 10°C/min, de -10 °C até 220°C (1º aquecimento), resfriadas até -10°C e submetidas à um segundo aquecimento até 220°C. Neste estudo, foram usados somente valores obtidos no 1º aquecimento com o objetivo de avaliar a cristalinidade do corpo de prova. A

temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), Temperatura de fusão ( $T_m$ ), Temperatura de cristalização a frio ( $T_c$ ), e as variações de entalpias de fusão ( $\Delta H_m$ ) e cristalização a frio ( $\Delta H_c$ ) foram determinadas utilizando-se um DSC Modelo 2920 TA Instruments com fluxo de nitrogênio no Laboratório de Pesquisa Analítica da Johnson & Johnson.

Para verificar alterações morfológicas na estrutura cristalina as amostras foram analisadas no LRAC (Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração) da Faculdade de Engenharia Química da Unicamp por Difração de Raios-X utilizando-se um Difrátômetro Philips X'Pert, varredura de 5 a 50° ( $2\theta$ ), radiação de  $K\alpha$  do Cu ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ), tensão de 40 kV e corrente de 40 mA.

Os ensaios de HDT, Vicat e mecânicos, assim como as análises de DSC e difração de raios-X foram realizadas com os corpos de prova injetados sem recozimento e após tratamento de recozimento.

### **3.2.3 – ANÁLISE ESTATÍSTICA**

As análises estatísticas foram realizadas através de modelos de regressão utilizando-se o software JMP versão 10, desta forma os dados estão apresentados em inglês na forma original do programa. Para cada resposta avaliada um teste global de significância do modelo proposto foi realizado, assim como a avaliação da significância fator a fator através da resposta das estimativas no mesmo modelo.

## 4 – RESULTADOS

### 4.1 – Caracterização das matérias primas

#### 4.1.1 – PLA

A caracterização do PLA2002D da Cargill NatureWorks por análise de calorimetria diferencial exploratória, DSC, e por microscopia de infravermelho por transformada de Fourier, FTIR, mostrou resultados coerentes com os descritos na literatura, conforme mostrados nas Tabelas 4.1 e 4.2. As curvas obtidas estão apresentadas no APÊNDICE 6.

Tabela 4.1. Valores de Tg, Tc, Tm,  $\Delta H_c$  e  $\Delta H_m$  do PLA

	Tg (°C)	Tc (°C)	Tm (°C)	$\Delta H_c$ (J/g)	$\Delta H_m$ (J/g)
<b>PLA 2002D</b>	57	121	153	28	22

Tabela 4.2. Dados de FTIR. Posição dos picos encontrados para o PLA 2002D da Cargill NatureWorks comparados com picos descritos na literatura (AURAS *et. al.*, 2004)

Atribuição	Posição do pico (cm <sup>-1</sup> )	
	Literatura	PLA Cargill NatureWorks2002D
Estiramento –CH–	2997 (assimétrico), 2946 (simétrico), 2877	2995, 2945
Estiramento de carbonila –C=O	1748	1748
Flexão –CH <sub>3</sub>	1456	1452
Deformação –CH– (inclui flexão simétrica e assimétrica)	1382, 1365	1382, 1360
Flexão –C=O	1225	1266
Estiramento –CH–	1194, 1130, 1093	1181, 1128, 1081
Flexão –OH	1047	1043
Modos de oscilação –CH <sub>3</sub>	956, 921	956
Estiramento –C–C–	926, 868	868

#### 4.1.2 – MODIFICADOR TÉRMICO

A caracterização do modificador térmico (MT), Biomax Thermal 300 da DuPont, por DSC apresentou os valores de T<sub>c</sub>, T<sub>m</sub>, ΔH<sub>c</sub> e ΔH<sub>m</sub> relacionados na Tabela 4.3, e por FTIR os picos relacionados na Tabela 4.4. As curvas obtidas estão apresentadas no APÊNDICE 7.

Tabela 4.3. Valores de T<sub>c</sub>, T<sub>m</sub>, ΔH<sub>c</sub> e ΔH<sub>m</sub> do Biomax Thermal 300 (2º aquecimento)

	T <sub>c</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	ΔH <sub>c</sub> (J/g)	ΔH <sub>m</sub> (J/g)
<b>Biomax</b>	106	111	100	141

Tabela 4.4. Dados de FTIR. Posição dos picos encontrados para o Biomax Thermal 300 da DuPont

Atribuição	Posição do pico (cm <sup>-1</sup> )
	Biomax Thermal
Estiramento O-H (3200 – 3600)	3393, 3188
Estiramento C-H (2850 – 3000)	2916, 2849
Estiramento C=O (1670 – 1820)	1732
Estiramento C=C (1620 – 1680)	1644
Flexão C-H (1350 – 1480)	1420, 1470
Estiramento C-O (1000 – 1300)	1169
Flexão =C-H (675 – 1000)	810, 719

#### 4.1.3 – MODIFICADOR DE IMPACTO

A caracterização do modificador de impacto (MI), Biostrenght 280 da Arkema, por DSC apresentou os valores de T<sub>g</sub>, T<sub>c</sub>, T<sub>m</sub> relacionados na Tabela 4.5, e por FTIR os picos relacionados na Tabela 4.6. As curvas obtidas estão apresentadas no APÊNDICE 8.

Nota-se que no 1<sup>o</sup> aquecimento os picos de T<sub>g</sub>, T<sub>c</sub> e T<sub>m</sub> são os picos do PLA, já que o aditivo foi incorporado na proporção 1:1 no PLA. No 2<sup>o</sup> aquecimento, os picos de T<sub>c</sub> e T<sub>m</sub> não aparecem, mostrando que, o modificador de impacto, nesta concentração, atua de modo a reduzir a cristalinidade do material.

Tabela 4.5. Valores de Tg, Tc, Tm, do Biostrenght 280

<b>Biostrenght</b>	Tg (°C)	Tc (°C)	Tm (°C)
1º aquecimento	57	108	155
2º aquecimento	53	---	---

Tabela 4.6. Dados de FTIR. Posição dos picos encontrados para o Biostrenght 280 da Arkema

<b>Atribuição</b>	<b>Posição do pico (cm<sup>-1</sup>)</b>
	<b>Biostrenght 280 da Arkema, incorporado em poli(ácido láctico) 2002D na proporção 1:1</b>
Estiramento O-H	banda larga e discreta entre 3200-3600
Estiramento –CH–	2951, 2949
Estiramento de carbonila –C=O	1732
Flexão –CH <sub>3</sub>	1455
Deformação –CH– (inclui flexão simétrica e assimétrica)	1376
Estiramento –CH–	1181, 1128, 1084

Observa-se que os picos evidentes na análise apresentam os valores de picos similares ao PLA, exceto pela banda entre 3200-3600 cm<sup>-1</sup>. Como o aditivo utilizado foi fornecido já incorporado ao PLA 2002D, possivelmente os picos de absorções relacionadas ao estiramento C=O (1670-1820 cm<sup>-1</sup>) e ao estiramento C-O (1000-1300 cm<sup>-1</sup>) dos ácidos e ésteres orgânicos estejam ocultados em picos de absorções do próprio PLA. A única diferença encontrada está na banda larga de absorção entre 3200-3600 cm<sup>-1</sup>, possivelmente relacionado ao estiramento O-H dos ácidos orgânicos.

## 4.2 – PROPRIEDADES TÉRMICAS

Após incorporação dos aditivos na matriz polimérica de PLA, conforme formulações mostradas na Tabela 3.5, e injeção dos corpos de prova, os materiais foram analisados quanto às propriedades térmicas.

Na Tabela 4.7 são mostrados os valores médios de HDT e Vicat bem como as propriedades térmicas para as amostras antes e após o tratamento de recozimento. A Figura 10 mostra, esquematicamente, como foram definidas as temperaturas obtidas na curva de DSC, como também a variação de entalpia de cristalização a frio e a variação de entalpia de fusão que foram utilizadas para o cálculo de cristalinidade. As curvas obtidas para cada amostra são apresentadas no APÊNDICE 9 e as análises originais de HDT e Vicat são apresentadas no APÊNDICE 10.

Tabela 4.7. Valores das propriedades térmicas antes e após recozimento

	Antes do recozimento						Após recozimento					
	HDT (°C)	Vicat (°C)	T <sub>g</sub> (°C)	T <sub>c</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	X <sub>c</sub> (%)	HDT (°C)	Vicat (°C)	T <sub>g</sub> (°C)	T <sub>c</sub> (°C) <sup>2</sup>	T <sub>m</sub> (°C)	X <sub>c</sub> (%)
<b>PLA0000</b>	50,2 ± 0,3	60,2 ± 0,9	60	117	151/157	3	59,6 ± 0,9	138,0 ± 1,0	65	---	152/158	43
<b>PLA0005</b>	47,2 ± 0,6	59,3 ± 1,0	60	113	153/159	0	59,6 ± 0,5	134,5 ± 0,2	57	---	151/158	41
<b>PLA0015</b>	47,4 ± 0,8	58,4 ± 0,0	57	111	151/158	0	59,7 ± 0,5	133,4 ± 1,6	63	---	151/159	41
<b>PLA2000</b>	48,7 ± 0,8	57,7 ± 1,4	59	98	157	8	59,2 ± 0,8	129,2 ± 0,6	58	---	158	44
<b>PLA4000</b>	49,0 ± 0,4	56,6 ± 1,2	60	94	156	12	59,7 ± 0,3	132,3 ± 1,3	60	---	156	32
<b>PLA2010</b>	45,0 ± 0,5	55,1 ± 0,5	57	96	158	0	59,7 ± 0,6	132,1 ± 0,5	59	---	157	31
<b>PLA4005</b>	45,8 ± 0,4	56,5 ± 0,6	60	93/112 <sup>1</sup>	156	10	57,6 ± 0,0	131,7 ± 0,6	59	---	156	31
<b>PLA4015</b>	44,4 ± 0,5	55,1 ± 0,6	56	94/111 <sup>1</sup>	156	9	60,1 ± 0,6	131,2 ± 1,1	59	---	157	30

<sup>1</sup> Surgimento de um primeiro pico pronunciado, seguido por um segundo pico pequeno

<sup>2</sup> Nenhuma amostra apresentou temperatura de cristalização a frio

A T<sub>g</sub> medida para o PLA puro (PLA0000) foi de 60 e 65°C, antes e após o tratamento de recozimento, respectivamente, e a T<sub>m</sub> entre 150 e 160°C, valores dentro das faixas típicas relatadas para o PLA de T<sub>g</sub>, entre 50 e 80°C, e de T<sub>m</sub>, entre 130 a 180°C (AURAS *et al.*, 2004).

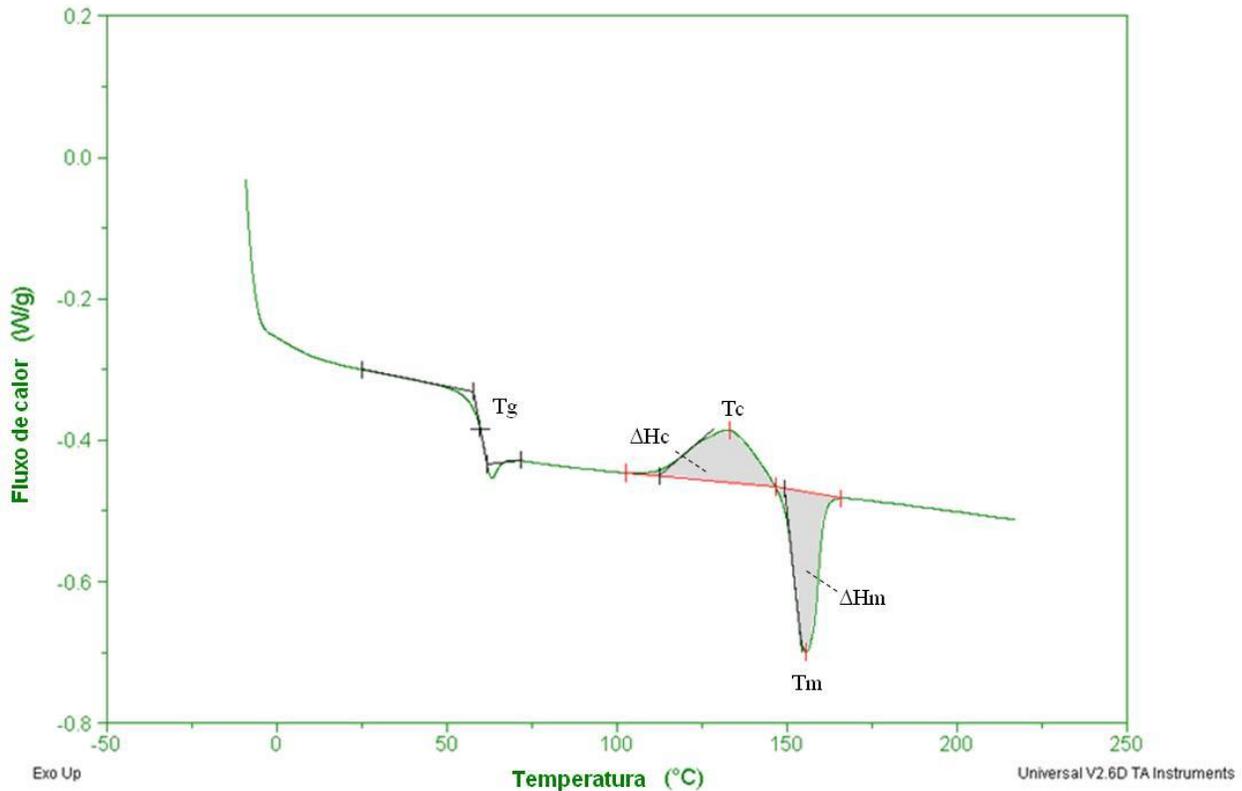


Figura 10. Curva esquemática do DSC: Temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ); Temperatura de cristalização a frio ( $T_c$ ); Temperatura de fusão ( $T_m$ ); variação de Entalpia de cristalização a frio ( $\Delta H_c$ ) e de fusão ( $\Delta H_m$ ).

Destaca-se, primeiramente, o comportamento das amostras antes do tratamento térmico. A análise estatística dos resultados para os quais houve a incorporação dos aditivos indicou que os aditivos isolados não causaram alteração significativa nos valores de Vicat, e o MI, apesar de causar alteração estatisticamente significativa nos valores de HDT, a redução da resposta em função da presença do MI é desprezível, se comparada à significância do fator recozimento. A Figura 11 mostra a estimativa dos efeitos calculados de cada fator e suas interações frente à resposta de (a) HDT e (b) Vicat. Deste modo, na prática, somente o fator recozimento apresentou alterações significantes nas respostas de HDT e Vicat. A análise estatística completa dos experimentos é apresentada no APÊNDICE 11.

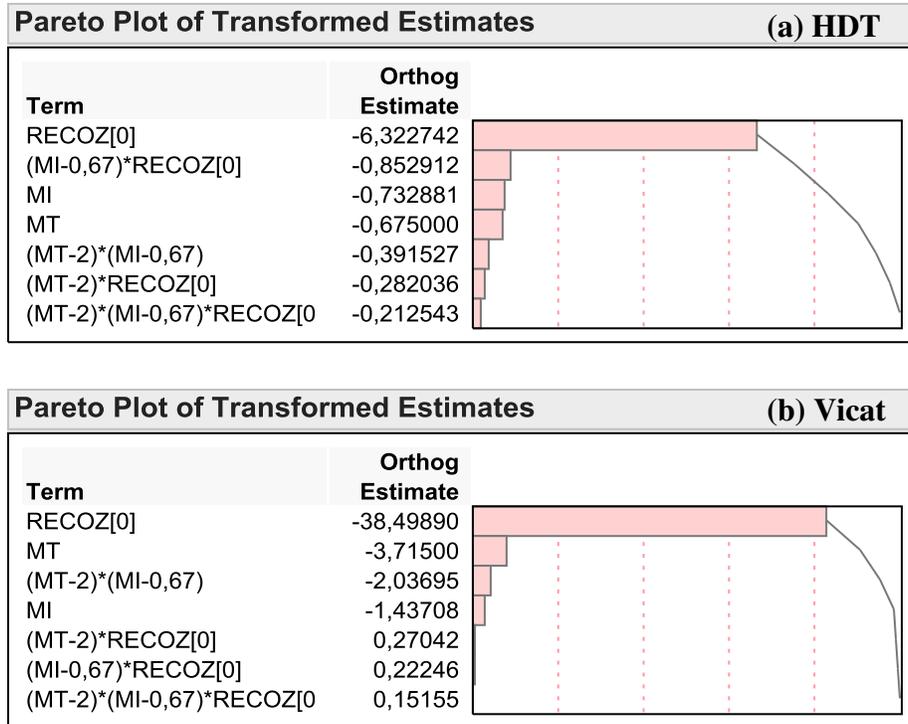


Figura 11. Estimativa dos efeitos sobre (a) HDT e (b) Vicat dos fatores analisados: Tratamento de recozimento (RECOZ), modificador térmico (MT) e modificador de impacto (MI)

A associação dos dois aditivos indicou uma tendência de redução nestas propriedades térmicas em torno de 5°C. Os valores de T<sub>g</sub> não apresentaram variação significativa em nenhum caso. Nota-se que os valores de HDT e Vicat são encontrados muito próximos da faixa de T<sub>g</sub>, como esperado, porém não existe uma correlação entre os valores encontrados. Estes resultados sugerem que as diferenças devem-se às diferentes solicitações que o material sofre para cada método de medição. Para HDT e Vicat, além do aquecimento existe uma solicitação mecânica, enquanto no DSC são detectáveis apenas as alterações no sinal de fluxo de calor. Na literatura são relatados valores de HDT entre 60-66°C e Vicat entre 59-60°C para o PLA semicristalino sendo que a Vicat é mais fortemente influenciado pelo grau de cristalinidade do material (PEREGO & CELLA, 2010).

O comportamento da cristalização a frio revela a ação nucleante do MT, pois se observa o deslocamento de T<sub>c</sub> para temperaturas mais baixas, indicando o favorecimento do processo de nucleação. O MI não interferiu nesta característica. A associação dos aditivos promove a ocorrência de dois picos de T<sub>c</sub> o que sugere a existência de frações do material com diferentes velocidades de cristalização.

Com o objetivo de determinar-se o grau de cristalinidade das amostras injetadas foi necessário descontar a fração que cristalizou durante o aquecimento no DSC. Portanto para o cálculo do grau de cristalinidade (X<sub>c</sub>) utilizou-se a Equação 4.1:

$$X_c (\%) = \frac{\Delta H_m - \Delta H_c}{\Delta H_m^\infty} \times 100 \quad (\text{equação 4.1})$$

Onde: ΔH<sub>m</sub> é a entalpia endotérmica de fusão, ΔH<sub>c</sub> é a entalpia exotérmica associada aos cristais durante o aquecimento, ou seja, a entalpia da cristalização a frio do PLA e ΔH<sub>m</sub><sup>∞</sup> é a entalpia teórica do PLA 100% cristalino que é assumida ser 93 J/g (HARRIS & LEE, 2008).

O grau de cristalinidade foi significativamente modificado pelos aditivos. Como esperado o agente nucleante aumentou o grau de cristalinidade de 3% para o PLA puro para 8 e 12% com teores de MT de 2 e 4%, respectivamente. O aditivo modificador de impacto parece restringir a cristalinidade sendo que, pelo método utilizado, as amostras injetadas apenas com aditivo modificador de impacto se apresentaram completamente amorfas. Mesmo quando associado a 2% do aditivo nucleante o modificador de impacto parece dificultar a cristalização.

Estas diferenças foram também observadas através da transparência das amostras. A Figura 12 mostra as amostras em escala decrescente de cristalinidade, exceto pelo PLA puro (PLA0000) que apresentou em torno de 3% de cristalinidade e foi o material mais opaco observado. Isto ocorreu, muito provavelmente, por ter poucos cristais porém de maiores dimensões capazes de maior espalhamento da luz.

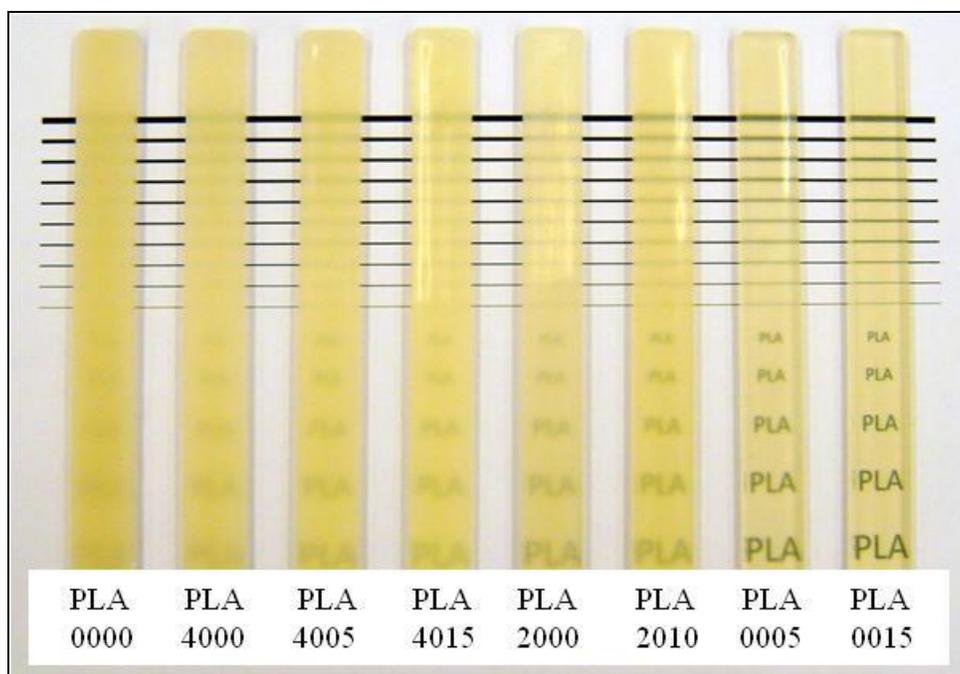


Figura 12. Transparência antes do tratamento de recozimento das amostras de PLA puro e com diferentes teores de MT e MI

Os resultados são significativamente alterados após o tratamento de recozimento, sendo este o fator que apresentou maior importância no aumento de todas as propriedades térmicas estudadas. Independentemente da presença de um ou outro aditivo, as amostras recozidas apresentaram valores de HDT entre 58 e 60°C e Vicat entre 129 e 138°C. A melhoria nas propriedades térmicas pode ser atribuída ao aumento da cristalinidade, como é verificado nos valores de  $X_c$ . Além disto, pode estar relacionado também com crescimento dos cristais que o processo de recozimento tipicamente confere ao PLA (PEREGO & CELLA, 2010).

O PLA moldado por injeção pode apresentar-se quase totalmente amorfo devido à lenta cinética de cristalização deste material, o que resulta em peças frágeis e com baixa tenacidade. Estudos anteriores indicam  $T_g$  de 64°C,  $T_m$  de 168°C e  $X_c$  de 2,7% para peças injetadas e após recozimento,  $T_g$  de 66°C,  $T_m$  de 169°C e  $X_c$  de 45% até 70% dependendo da massa molar do polímero (PEREGO & CELLA, 2010).

Os resultados deste estudo estão em concordância com estes relatos, pois verificou-se pequeno aumento em Tg e significativo aumento em Xc, além de indicar maior sensibilidade do Vicat ao aumento da cristalinidade do PLA, comparativamente à HDT. Após o recozimento observam-se os seguintes efeitos associados aos aditivos: (a) o MT não demonstra uma tendência clara, indicando que o recozimento é mais determinante quanto ao processo de cristalização do que o efeito nucleante do aditivo; (b) o MI tem uma tendência a reduzir Tg e Xc e (c) a associação dos dois aditivos causa redução em Xc limitando os valores próximos a 30%.

A análise visual para as amostras tratadas termicamente mostra que todas tornaram-se opacas, resultado da maior cristalinidade, como é observado na Figura 13.

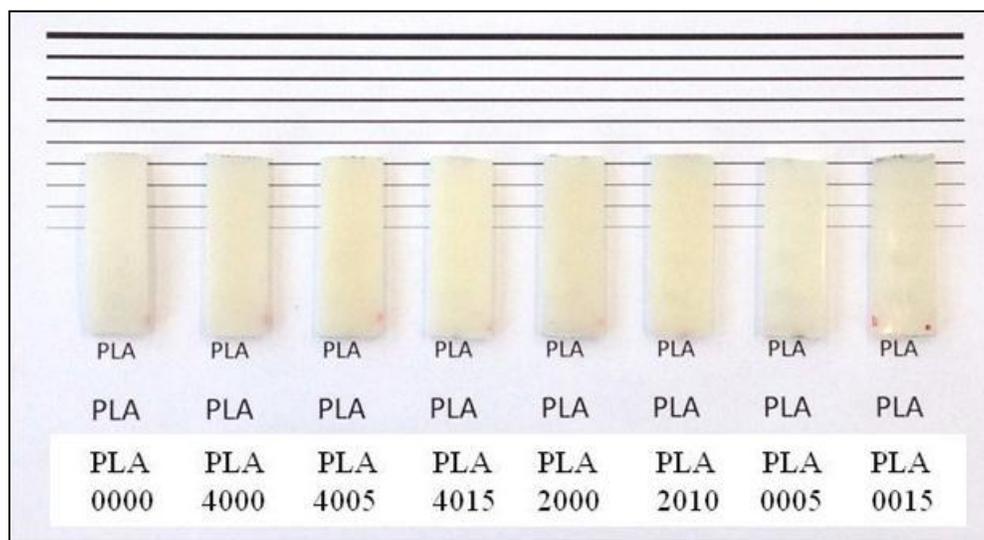


Figura 13. Transparência das amostras de PLA puro e com diferentes teores de MT e MI após tratamento de recozimento

As amostras de PLA puro e com a presença do aditivo MI apresentaram pontos de fusão duplos. Isto foi observado em outros estudos sendo fortemente dependentes da taxa de aquecimento (YASUNIWA et al., 2004), sendo explicados pela ocorrência de efeitos competitivos de fusão e recristalização durante o processo de aquecimento. Cristais imperfeitos e pequenos mudam sucessivamente para cristais mais estáveis através deste mecanismo de fusão-

recristalização. O pico endotérmico ficaria evidenciado quando a taxa de fusão ultrapassa a de recristalização e um sinal exotérmico quando a taxa de recristalização é maior que a da fusão. Como cada processo tem uma cinética diferente, dependendo das condições de aquecimento um ou outro será mais favorecido (YASUNIWA et al., 2004).

Neste trabalho somente a taxa de 10°C/min foi utilizada, e nestas condições este efeito esteve presente. Como os pontos de fusão duplos não ocorreram para todas as amostras pode ser considerado que a presença do aditivo nucleante pode ter alterado a cinética do processo de recristalização ou mesmo proporcionado uma maior homogeneidade no tamanho e perfeição dos cristais originais.

Outros autores associaram a presença de dois picos à formação da fase  $\beta$  coexistindo com a fase  $\alpha$  (FAMBRI and MIGLIARESI, 2010; HOOGSTEEEN et al., 1990), ou mesmo à formação de uma fase desordenada da fase  $\alpha$  denominada  $\alpha'$  (DI LORENZO et al., 2011). A análise de difração de raios-X foi realizada para as amostras antes e após o recozimento, e não foi possível confirmar a coexistência de diferentes fases cristalinas, reforçando a hipótese de que de que o mecanismo fusão-recristalização estivesse atuando. Os resultados da Difração de raios-X são apresentados e discutidos no item 4.3.

#### **4.3 – ANÁLISES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X**

Os difratogramas de Raios-X são apresentados no APÊNDICE 12. A Figura 14 mostra de forma representativa a diferença entre os gráficos antes e após tratamento de recozimento para o PLA puro. Sem o tratamento térmico, quaisquer formulações resultaram em uma mesma absorção basal. Após o tratamento térmico, para todas as amostras, pode ser observado um pico bem definido em  $2\theta = 16,04^\circ$  devido à difração dos planos [200] e/ou [110] e picos menores a  $2\theta = 14,38^\circ$  do plano [010],  $2\theta = 18,08^\circ$  do plano [203] e  $2\theta = 21,86^\circ$  do plano [015]. Estes são os picos característicos da fase  $\alpha$  (DI LORENZO et al., 2011; MANO et al., 2004)

As amostras modificadas apresentaram o mesmo padrão de curva para antes e após recozimento e por isto não estão mostrados os dados para todas as amostras. A partir destas análises pode-se concluir que a utilização dos aditivos MT e MI não proporcionou alterações na estrutura cristalina do PLA testado onde somente a fase  $\alpha$  está presente.

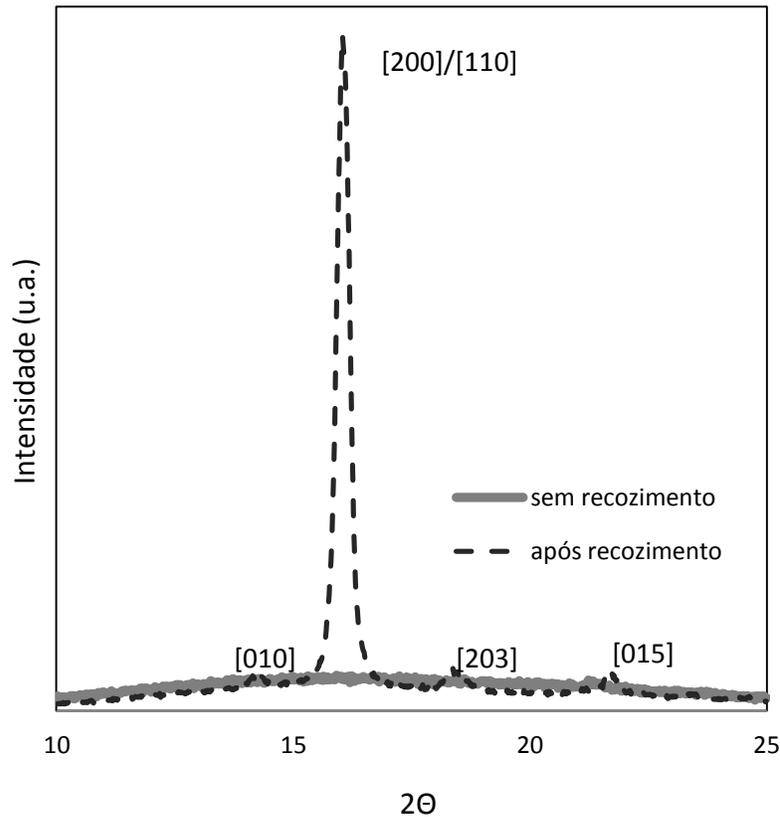


Figura 14. Difratograma do PLA puro antes e após tratamento de recozimento

Similar a outros poliésteres, o PLA apresenta polimorfismo com três formas cristalinas principais que dependem das condições de cristalização. A partir do fundido, da cristalização a frio e da solução origina-se a fase  $\alpha$ , com célula cristalina ortorrômbica com parâmetros  $a = 1,066\text{nm}$ ,  $b = 0,616\text{nm}$  e  $c = 2,888\text{nm}$ . Sob diferentes temperaturas de cristalização, uma desordem na fase  $\alpha$  também já foi detectada para o PLA, chamada de fase  $\alpha'$ . A fase  $\beta$  foi detectada na fabricação de fibras, sob condições de alto estiramento e a fase  $\gamma$  em condições de cristalização em substrato de hexametilbenzeno (DI LORENZO et al., 2011).

#### 4.4 – ENSAIOS MECÂNICOS

A Tabela 4.8 apresenta os valores médios do Módulo de elasticidade (E), da Resistência à tração ( $\tau$ ) e Alongamento na força máxima ( $\epsilon$ ) antes e após o tratamento de recozimento. As curvas originais são apresentadas no APÊNDICE 10.

Tabela 4.8. Valores médios do Módulo de elasticidade (E), da Resistência a tração ( $\tau$ ), e do Alongamento na força máxima ( $\epsilon$ )

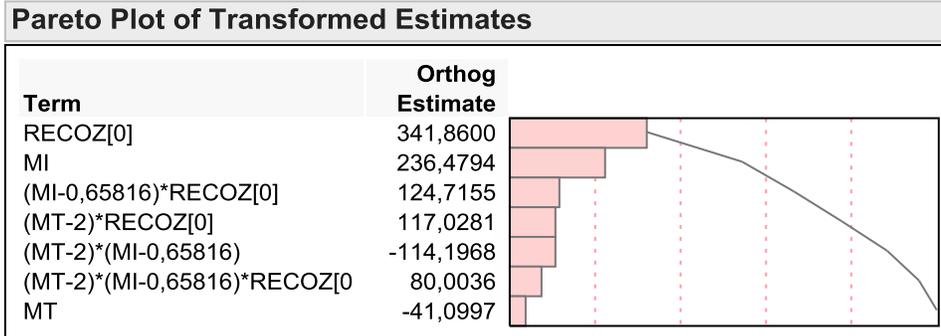
	Antes do recozimento			Após recozimento		
	E (MPa)	$\tau$ (MPa)	$\epsilon$ (%)	E (MPa)	$\tau$ (MPa)	$\epsilon$ (%)
<b>PLA0000</b>	1673 $\pm$ 85	60 $\pm$ 2	4,0 $\pm$ 0,2	1227 $\pm$ 146	57 $\pm$ 5	3,3 $\pm$ 0,5
<b>PLA0005</b>	2589 $\pm$ 46	65 $\pm$ 1	4,2 $\pm$ 0,2	2032 $\pm$ 710	40 $\pm$ 15	2,0 $\pm$ 0,6
<b>PLA0015</b>	2551 $\pm$ 59	64 $\pm$ 1	4,4 $\pm$ 0,2	2105 $\pm$ 1020	41 $\pm$ 3	1,9 $\pm$ 0,2
<b>PLA2000</b>	1440 $\pm$ 153	54 $\pm$ 1	4,1 $\pm$ 0,3	1246 $\pm$ 1066	29 $\pm$ 3	1,7 $\pm$ 0,3
<b>PLA4000</b>	2004 $\pm$ 173	53 $\pm$ 2	3,9 $\pm$ 0,3	1646 $\pm$ 746	50 $\pm$ 4	2,7 $\pm$ 0,3
<b>PLA2010</b>	2464 $\pm$ 32	55 $\pm$ 1	3,4 $\pm$ 0,0	1085 $\pm$ 410	48 $\pm$ 1	3,1 $\pm$ 0,1
<b>PLA4005</b>	2526 $\pm$ 65	58 $\pm$ 2	3,6 $\pm$ 0,2	1111 $\pm$ 174	47 $\pm$ 0	2,8 $\pm$ 0,1
<b>PLA4015</b>	2445 $\pm$ 63	55 $\pm$ 1	3,5 $\pm$ 0,1	902 $\pm$ 128	43 $\pm$ 4	2,9 $\pm$ 0,1

A análise estatística dos resultados indicou que, de acordo com a análise estatística global do experimento, todos os fatores foram significantes na resposta Módulo de Elasticidade. O fator isolado mais significativo, impactando no aumento da resposta, foi o MI. O fator isolado mais significativo, impactando na redução da resposta, foi o RECOZ. O fator MT também impacta reduzindo a resposta Módulo de Elasticidade. Para facilitar a análise, isolando-se o fator RECOZ que é o mais significativo, o que se nota é que sem o recozimento o MT não tem influência nenhuma na resposta e o MI influencia de modo a aumentar o Módulo de Elasticidade. Já com recozimento, o MT age de modo a reduzir a resposta e o MI perde sua influência.

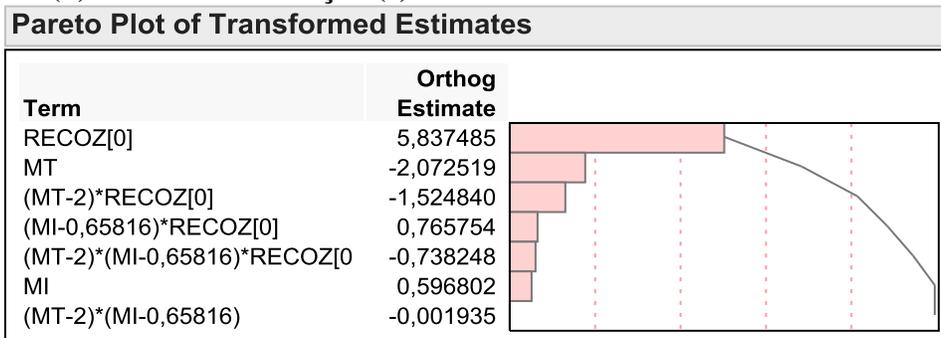
Os fatores significantes na resposta Resistência a Tração, de acordo com a análise estatística, foram RECOZ, MT e a interação entre Recozimento e Modificador Térmico (MT\*RECOZ), sendo que o fator Recozimento apresenta influência aproximadamente 3 vezes maior que o fator Modificador Térmico isolado. E para a resposta Alongamento na Força Máxima, foram significantes os fatores RECOZ e as interações entre Recozimento e MT (MT\*RECOZ), além da interação (RECOZ\*MT\*MI), sendo que o fator Recozimento apresenta influência pelo menos aproximadamente 3 vezes maior que os outros fatores ou interações.

A Figura 15 mostra a estimativa dos efeitos calculados de cada fator e suas interações frente à resposta de (a) Módulo de elasticidade, (b) Resistência à tração e (c) Alongamento na força máxima. O fator recozimento foi o mais significativo para as três respostas, sempre no sentido de reduzir o valor da resposta. Além do fator recozimento, na prática, isoladamente, apenas o fator MI apresentou impacto significativo no aumento do Módulo de Elasticidade. Para as outras respostas a presença dos aditivos não apresentaram influência significativa ou apresentaram influência muito menor que o fator recozimento, sendo desprezível, comparativamente. As análises estatísticas foram realizadas através de modelos de regressão utilizando-se o software JMP versão 10, desta forma os dados estão apresentados em inglês na forma original do programa. A análise estatística completa dos experimentos é apresentada no APÊNDICE 11.

**(a) Módulo de elasticidade (E)**



**(b) Resistência à tração ( $\tau$ )**



**(c) Alongamento na força máxima ( $\epsilon$ )**

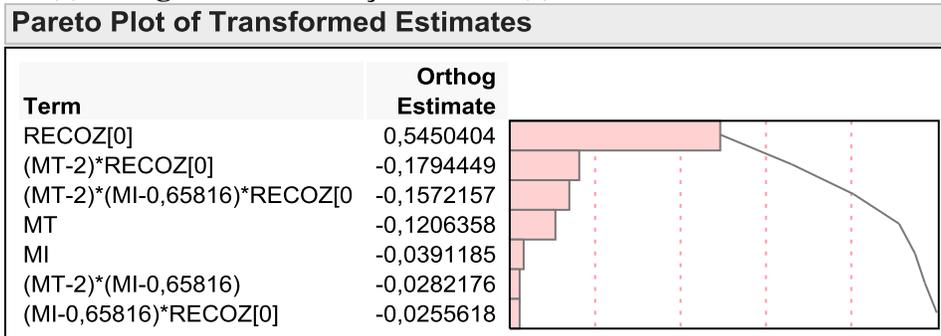


Figura 15. Estimativa dos efeitos sobre (a) Módulo de elasticidade, (b) Resistência à tração e (c) Alongamento na força máxima dos fatores analisados: Tratamento de recozimento (RECOZ), modificador térmico (MT) e modificador de impacto (MI)

O Módulo de elasticidade foi afetado significativamente pela adição de MI e MT. O aditivo modificador de impacto, MI, apresentou um comportamento diferente do esperado aumentando em torno de 50% o valor do Módulo elástico do material.

Baixa concentração do agente nucleante reduziu o Módulo elástico que mostrou um aumento quando esta concentração foi aumentada para 4%. Os nucleantes no PLA podem apresentar efeitos bastante distintos tendo sido observados aumentos no Módulo elástico de flexão para PLA nucleado com talco e uma manutenção dos valores quando o nucleante foi o elileno bis-esteramida (EBS) (HARRIS & LEE, 2008).

A associação dos dois aditivos teve um efeito muito positivo com aumento de 50% no valor de E. A adição de MT e MI mostra pequena influência sobre a Resistência à tração e sobre o Alongamento dos corpos de prova testados.

O fator recozimento, diferentemente do esperado, causou redução em todas as propriedades. A maior cristalinidade observada deveria ter aumentado o Módulo elástico, bem como a Resistência à tração (HARRIS & LEE, 2008), o que não ocorreu. Isto poderia ser explicado por uma possível degradação, com conseqüente queda da massa molar do polímero, causada pelas condições empregadas no tratamento térmico e/ou processamento.

## 5 – CONCLUSÕES

O uso dos aditivos propostos não se mostrou viável para o aumento da temperatura de deflexão térmica (HDT) e do ponto de amolecimento Vicat do PLA estudado. Estas propriedades mostraram-se sensíveis ao aumento do grau de cristalinidade, que foi significativamente modificado pelos aditivos, porém o aumento de 3% do PLA puro para algo em torno de 12% do PLA modificado não foi suficiente para promover as melhorias esperadas.

O recozimento foi mais efetivo promovendo aumento no grau de cristalinidade para valores de até 44% e elevou os valores de HDT em torno de 10°C e de Vicat em mais de 70°C.

As modificações no estado cristalino também foram acompanhadas pela alteração na transparência das amostras e por Difração de Raios-X que identificou a predominância fase  $\alpha$ , caracterizada por uma célula unitária ortorrômbica.

A Tg foi pouco alterada, sendo observados uma tendência de redução pela presença dos aditivos e um discreto aumento pelo recozimento. A cristalização a frio do PLA foi acelerada pelo aditivo nucleante e totalmente eliminada pelo tratamento de recozimento.

O Módulo de elasticidade apresentou aumento significativo pela adição dos aditivos testados, o que não foi observado para a Resistência à tração e para o Alongamento. O recozimento também foi significativo, porém, diferentemente do esperado, causou redução em todas as propriedades mecânicas. A maior cristalinidade observada deveria ter aumentado o Módulo elástico, bem como a Resistência à tração, o que não ocorreu por uma possível degradação causada pelas condições empregadas no tratamento térmico.

Para potenciais aplicações industriais os teores adequados de aditivos e uma análise detalhada do processo ainda são necessários, incluindo-se o tempo e temperatura de resfriamento durante o processo de moldagem, para que o material final possa apresentar as propriedades desejadas.

## **5.1 – SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS**

O estudo da cinética de cristalização em diferentes condições de recozimento, variando tempo e temperatura de recozimento, assim como as concentrações dos aditivos propostos seria de especial interesse para avaliar a influência no aumento do HDT e Vicat, assim como na melhoria das propriedades mecânicas do PLA.

Mais recentemente, alguns estudos com diferentes aditivos também mostraram bons resultados de aumento de HDT e Vicat, especialmente o etileno-bis-estereamida (EBS). Também como sugestão de trabalhos futuros a comparação entre os aditivos propostos e os novos aditivos aparecendo no mercado seria de interesse.

## 6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas NBR 13591 – “Compostagem – Terminologia”, 1996

ASTM – AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS D6400 – “Standard Specification for Labeling of Plastics Designed to be Aerobically Composted in Municipal or Industrial Facilities”, 2012

ASTM – AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS D648 – “Standard Test Method for Deflection Temperature of Plastics Under Flexural Load in the Edgewise Position”, 2007

ASTM – AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS D638 – “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics”, 2010

ASTM – AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS D1525 – “Standard Test Method for Vicat Softening Temperature of Plastics”, 2009

AFRIFAH, K. A.; MATUANA, L. M. - Impact Modification of Polylactide with a Biodegradable Ethylene/Acrylate Copolymer. *Macromolecular Materials and Engineering*, v.295, p. 802-811, 2010

AURAS, R., HARTE, B., SELKE, S. An overview of polylactides as packaging materials. *Macromolecular Bioscience*, v. 4, p. 835–864, 2004

BART, JAN C. J. Additives in Polymers. Industrial Analysis and Applications. John Wiley and Sons, 2005

CANEVAROLO, S. V. Ciência dos polímeros – um texto básico para tecnólogos e engenheiros. São Paulo, SP, *Artliber Editora*, 2002.

CEN – Comité Européen de Normalisation EN 13432 – “Packaging - Requirements for packaging recoverable through composting and biodegradation - Test scheme and evaluation criteria for the final acceptance of packaging, 2000

CORBION PURAC. Ficha técnica do PLA Purac resistente à temperatura (*CORBION PURAC High Heat PLA*). Disponível em: <http://www.purac.com/EN/Bioplastics/PLA-applications/High-heat-packaging.aspx>. Acesso em: 06 de dez. 2013.

DI LORENZO, M. L.; COCCA, M.; MALINCONICO, M. “Crystal polymorphism of poly(l-lactic acid) and its influence on thermal properties”, *Thermochimica Acta*, v. 522, p. 110-117, 2011

FAMBRI, L.; MIGLIARESI, C. “Poly(lactic acid): Synthesis, Structures, Properties, Processing, and Applications”, John Wiley & Sons, 2010

GARLOTTA, D. A Literature Review of Poly(Lactic Acid). *Journal of Polymers and the Environment*. v. 9, no. 2, p. 63-84, 2001

HARRIS, A. M.; LEE, E. C. “Improving Mechanical Performance of Injection Molded PLA by Controlling Crystallinity”, *Journal of Applied Polymer Science*, v. 107, p. 2246-2255, 2008

HENTON, D. E.; GRUBER, P.; LUNT, J.; RANDALL, J. Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites. Chapter 16, p. 550-552. CRC Press 2005, Print ISBN: 978-0-8493-1741-5, Edited by Mohanty, A. K.; Misra, M.; Drzal, L. T.

HOOGSTEN, W.; POSTEMA, A. R.; PENNING, A. J.; BRINKE, G. “Crystal Structure, Conformation, and Morphology of Solution-Spun Poly(L-lactide) Fibers”, *Macromolecules*, v. 23, p.634-642, 1990

JAMSHIDI, K.; HYONA, S.-H.; IKADAA, Y. Thermal characterization of polylactides. *Polymer*, v. 29, p. 2229-2234, 1988

JOHN, R. P., NAMPOOTHIRI, K. M., PANDEY, A. Solid-state fermentation for L-lactic acid production from agro wastes using *Lactobacillus delbrueckii*. *Process Biochemistry*, v. 41, p. 759-763, 2006

KAWAMOTO, N.; SAKAI, A.; HORIKOSHI, T.; URUSHIHARA, T.; E. TOBITA, E. Nucleating agent for poly(L-lactic acid)—An optimization of chemical structure of hydrazide compound for advanced nucleation ability. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 103, (1), p. 198–203, 2007

KOLSTAD, J. J. Crystallization Kinetics of Poly(i-lactide-co-meso-lactide). *Journal of Applied Polymer Science*, v. 62, p. 1079-1091, 1996

LIAO, R.; YANG, B.; YU, W.; ZHOU, C. Isothermal cold crystallization kinetics of polylactide/nucleating agents. *Journal of Applied Polymer Science*, v.104 (1), p. 310–317, 2007

LIM, L.-T.; AURAS, R.; RUBINO, M. Processing technologies for poly(lactic acid). *Progress in Polymer Science*, v. 33, p. 820–852, 2008

LUTZ, J. T. JR.; GROSSMAN, R. F. Polymer Modifiers and Additives. New York, Marcel Dekker, 2001

MANO, J. F.; WANG, Y.; VIANA, J. C.; DENCHEV, Z.; OLIVEIRA, M. J. “Cold Crystallization of PLLA Studied by Simultaneous SAXS and WAXS”, *Macromolecular Materials and Engineering*. v. 289, p. 910-915, 2004

MOHANTY, A. K., MISRA, M., DRZAL, L. T. Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites. CRC Press 2005, Print ISBN: 978-0-8493-1741-5, eBook ISBN: 978-0-203-50820-6, DOI: 10.1201/9780203508206.ch16

MUELLER, R.-J. Biological degradation of synthetic polyesters-Enzymes as potential catalysts for polyester recycling. *Process Biochemistry*, v. 41, p. 2124-2128, 2006

NAMPOOTHIRI, K. M., NAIR, N. R., JOHN, R. P. An overview of the recent developments in polylactide (PLA) research. *Bioresource Technology*, v. 101, p. 8493-8501, 2010

PANTANI, R.; DE SANTIS, F.; SORRENTINO, A.; DE MAIO, F.; TITOMANLIO G. Crystallization kinetics of virgin and processed poly(lactic acid). *Polymer Degradation and Stability*, v. 95, p. 1148-1159, 2010

PARK, K.I.; XANTHOS, M. A study on the degradation of polylactic acid in the presence of phosphonium ionic liquids. *Polymer Degradation and Stability*, v.94, p. 834–844, 2009

PEREGO, G. ; CELLA, G. D.; BASTIOLI, C. Effect of Molecular Weight and Crystallinity on Poly(lactic acid) Mechanical Properties. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 59, p. 37-43, 1996

PEREGO, G.; CELLA, G.D. “Poly(lactic acid): Synthesis, Structures, Properties, Processing, and Applications”, John Wiley & Sons, 2010

M.; BOPP, R. C.; WUNDERLICH, B. Heat capacity of poly(lactic acid). *Journal of Chemical Thermodynamics*, v. 36, p. 731-742, 2004

RABELLO, M. Aditivaco de polmeros. So Paulo, Artiber Editora, 2000

SHAH, A. A., HASAN, F., HAMEED, A., AHMED, S. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnology Advances*, v. 26, p. 246-265, 2008

SULZER CHEMTECH. Ficha de PLAs Sulzer (Sulzer Polylactides (PLA)). Disponvel em: <http://www.sulzer.com/en/Products-and-Services/Process-Technology/Polymer-Production-Technology/PLA-Samples-Order-Form>. Acesso em: 26 de nov. 2013.

TANG, Z.; ZHANG, C.; ZHU, J. ; GAO, L. PLA resistente ao calor tem boas caractersticas de claridade e alta resistncia ao impacto, *Plstico Industrial*, Jan. 2012, p.86, 2012

TSUJI, H.; TAKAI, H.; SAHA, S. K. Isothermal and non-isothermal crystallization behavior of poly(L-lactic acid):Effects of stereocomplex as nucleating agent. *Polymer* v.47, p. 3826–3837, 2006

WITZKE, D. R., PhD. Thesis, Michigan State University, East Lansing, MI 1997, p. 389

YASUNIWA, M.; TSUBAKIHARA, S.; SUGIMOTO, Y.; NAKAFUKU, C. "Thermal Analysis of the Double-Melting Behavior of Poly(L-lactic acid)", *Journal of Applied Polymer Science, Part B: Polym. Phys.* v. 42, p. 25-32, 2004



## **APÊNDICES**



# APÊNDICE 1

## Ficha técnica: NatureWorks PLA Polymer 2002D



### NatureWorks® PLA Polymer 2002D

#### Extrusion/Thermoforming

NatureWorks® PLA polymer 2002D, a NatureWorks LLC product, is a thermoplastic resin derived from annually renewable resources and is specifically designed for extrusion/thermoforming applications. PLA polymer 2002D is a clear extrusion sheet grade and processes easily on conventional extrusion and thermoforming equipment. See table at right for properties.

#### Applications

Potential applications for PLA polymer 2002D include:

- Dairy containers
- Food serviceware
- Transparent food containers
- Blister packaging
- Cold drink cups

#### Processing Information

PLA polymer 2002D is easily processed on conventional extrusion equipment. The material is stable in the molten state, provided that the drying procedures are followed. More detailed recommendations and processing requirements are found in the NatureWorks® PLA sheet extrusion processing guide, the purging technical data sheet, and the drying and crystallizing processing guide; all of which can be found at [www.natureworksilc.com](http://www.natureworksilc.com).

#### Machine Configuration

PLA polymer 2002D will process on conventional extrusion machinery with the following equipment: General purpose screw with L/D ratios from 24:1 to 32:1 and compression ratio of 2.5:1 to 3:1. Smooth barrels are recommended.

Typical Material & Application Properties <sup>(1)</sup>		
Physical Properties	PLA Polymer 2002D	ASTM Method
Specific Gravity	1.24	D792
Melt Index, g/10 min (210°C/2.16kg)	5-7	D1238
Clarity	Transparent	
Mechanical Properties		
Tensile Strength @ Break, psi (MPa)	7,700 (53)	D882
Tensile Yield Strength, psi (MPa)	8,700 (60)	D882
Tensile Modulus, kpsi (GPa)	500 (3.5)	D882
Tensile Elongation, %	6.0	D882
Notched Izod Impact, ft-lb/in (J/m)	0.24 (12.81)	D256
Shrinkage is similar to PET <sup>(2)</sup>		

(1) Typical properties; not to be construed as specifications.  
 (2) Refer to NatureWorks® PLA Sheet Extrusion Processing Guide

#### Process Details

##### Startup and Shutdown

PLA polymer 2002D is not compatible with a wide variety of commodity resins, and special purging sequences should be followed:

1. Clean extruder and bring temperatures to steady state with low-viscosity, general-purpose polystyrene or polypropylene.
2. Vacuum out hopper system to avoid contamination.
3. Introduce PLA polymer into the extruder at the operating conditions used in Step 1.
4. Once PLA polymer has purged, reduce barrel temperatures to desired set points.
5. At shutdown, purge machine with high-viscosity polystyrene or polypropylene.

##### Drying

In-line drying may be required. A moisture content of less than 0.025% (250 ppm) is recommended to prevent viscosity degradation. Typical drying conditions for crystallized granules are 2 hours at 195°F (90°C) or to a dew point of -40°F (-40°C), airflow rate of greater than 0.5 cfm/lbs per hour of resin throughput. The resin should not be

exposed to atmospheric conditions after drying. Keep the package sealed until ready to use and promptly reseal any unused material.

Pellets that have been exposed to the atmosphere for extended time periods will require additional drying time. Amorphous regrind must be crystallized prior to drying, to assure efficient and effective drying.

Processing Temperature Profile <sup>(1)</sup>		
Melt Temperature	410°F	210°C
Feed Throat	113°F	45°C
Feed Temperature	355°F	180°C
Compression Section	375°F	190°C
Metering Section	390°F	200°C
Adapter	390°F	200°C
Die	375°F	190°C
Screw Speed	20-100 rpm	

## NatureWorks® PLA Polymer 2002D

### Compostability

Composting is a method of waste disposal that allows organic materials to be recycled into a product that can be used as a valuable soil amendment. PLA is made of polylactic acid, a repeating chain of lactic acid, which undergoes a 2-step degradation process. First, the moisture and heat in the compost pile attack the PLA polymer chains and split them apart, creating smaller polymers, and finally, lactic acid. Microorganisms in compost and soil consume the smaller polymer fragments and lactic acid as nutrients. Since lactic acid is widely found in nature, a large number of organisms metabolize lactic acid. At a minimum, fungi and bacteria are involved in PLA degradation. The end result of the process is carbon dioxide, water and also humus, a soil nutrient. This degradation process is temperature and humidity dependent. Regulatory guidelines and standards for composting revolve around four basic criteria: Material Characteristics, Biodegradation, Disintegration, and Ecotoxicity. Description of the requirements of these testing can be found in the appropriate geographical area: DIN V 54900-1 (Germany), EN 13432 (EU), ASTM D 6400 (USA), GreenPla (Japan). This grade of Natureworks® PLA meets the requirements of these four standards with limitation of maximum layer thickness of 1650 µm and for coating layers up to 37 µm thick.

### FDA Status

#### U.S. Status-

This is to advise you that on January 3, 2002 FCN 000178 submitted by NatureWorks LLC to FDA became effective. This effective notification is part of list currently maintained on FDA's website at

<http://www.cfsan.fda.gov/~dms/opa-fcn.html>. This grade of NatureWorks® PLA may therefore be used in food packaging materials and, as such, is a permitted component of such materials pursuant to section 201(s) of the Federal, Drug, and Cosmetic Act, and Parts 182, 184, and 186 of the Food Additive Regulations. All additives and adjuncts contained in the referenced NatureWorks® PLA formulation meet the applicable sections of the Federal Food, Drug, and Cosmetic Act. The finished polymer is approved for all food types and B-H use conditions. We urge all of our customers to perform GMP (Good Manufacturing Procedures) when constructing a package so that it is suitable for the end use. Again, for any application, should you need further clarification, please do not hesitate to contact NatureWorks LLC.

#### European Status

This grade of NatureWorks® PLA complies with Commission Directive 2002/72/EC as amended by 2004/19/EC. No SML's for the above referenced grade exist in Commission Directive 2002/72/EC or as amended by 2004/19/EC. NatureWorks LLC would like to draw your attention to the fact that the EU-Directive 2002/72/EC, which applies to all EU-Member States, includes a limit of 10 mg/dm<sup>2</sup> of the overall migration from finished plastic articles into food. In accordance with EU-Directive 2002/72/EC the migration should be measured on finished articles placed into contact with the foodstuff or appropriate food simulants for a period and at a temperature which are chosen by reference to the contact conditions in actual use, according to the rules laid down in EU-Directives 93/8/EEC (amending 82/711/EEC) and 85/572/EEC

Please note that it is the responsibility of both the manufacturers of finished food contact articles as well as the industrial food packers to make sure that these articles in their actual use are in compliance with the imposed specific and overall migration requirements. This grade as supplied meets European Parliament and Council Directive 94/62/EC of 20 December 1994 on packaging and packaging waste heavy metal content as described in Article 11. It is recoverable in the form of material recycling, energy recovery, composting, and biodegradable per Annex II point 3, subject to the standards of the local community. Again, for any application, should you need further clarification, please do not hesitate to contact NatureWorks LLC.

#### Bulk Storage Recommendations

The resin silos recommended and used by NatureWorks LLC are designed to maintain dry air in the silo and to be isolated from the outside air. This design would be in contrast to an open, vented to atmosphere system that we understand to be a typical polystyrene resin silo. Key features that are added to a typical (example: polystyrene) resin silo to achieve this objective include a cyclone and rotary valve loading system and some pressure vessel relief valves. The dry air put to the system is sized to the resin flow rate out of the silo. Not too much dry air would be needed and there may be excess instrument air (-30°F dew point) available in the plant to meet the needs for dry air. Our estimate is 10 scfm for a 20,000 lb/hr rate resin usage. Typically, resin manufacturers specify aluminum or stainless steel silos for their own use and avoid epoxy-lined steel.

## NatureWorks® PLA Polymer 2002D

### Safety and Handling Considerations

Material Safety Data (MSD) sheets for PLA polymers are available from NatureWorks LLC. MSD sheets are provided to help customers satisfy their own handling, safety, and disposal needs, and those that may be required by locally applicable health and safety regulations, such as OSHA (U.S.A.), MAK (Germany), or WHMIS (Canada). MSD sheets are updated regularly; therefore, please request and review the most current MSD sheets before handling or using any product.

The following comments apply only to PLA polymers; additives and processing aids used in fabrication and other materials used in finishing steps have their own safe-use profile and must be investigated separately.

### Hazards and Handling Precautions

PLA polymers have a very low degree of toxicity and, under normal conditions of use, should pose no unusual problems from incidental ingestion, or eye and skin contact. However, caution is advised when handling, storing, using, or disposing of these resins, and good housekeeping and controlling of dusts are necessary for safe handling of product. Workers should be protected from the possibility of contact with molten resin during fabrication. Handling and fabrication of resins can result in the generation of vapors and dusts that may cause irritation to eyes and the upper respiratory tract. In dusty atmospheres, use an approved dust respirator. Pellets or beads may present a slipping hazard. Good general ventilation of the polymer processing area is recommended. At temperatures exceeding the polymer melt temperature (typically 170°C), polymer can release fumes, which may contain fragments of the polymer, creating a potential to irritate eyes and mucous membranes. Good general ventilation should be sufficient

for most conditions. Local exhaust ventilation is recommended for melt operations. Use safety glasses if there is a potential for exposure to particles which could cause mechanical injury to the eye. If vapor exposure causes eye discomfort, use a full-face respirator. No other precautions other than clean, body-covering clothing should be needed for handling PLA polymers. Use gloves with insulation for thermal protection when exposure to the melt is localized.

### Combustibility

PLA polymers will burn. Clear to white smoke is produced when product burns. Toxic fumes are released under conditions of incomplete combustion. Do not permit dust to accumulate. Dust layers can be ignited by spontaneous combustion or other ignition sources. When suspended in air, dust can pose an explosion hazard. Firefighters should wear positive-pressure, self-contained breathing apparatuses and full protective equipment. Water or water fog is the preferred extinguishing medium. Foam, alcohol-resistant foam, carbon dioxide or dry chemicals may also be used. Soak thoroughly with water to cool and prevent re-ignition.

### Disposal

**DO NOT DUMP INTO ANY SEWERS, ON THE GROUND, OR INTO ANY BODY OF WATER.** For unused or uncontaminated material, the preferred options include recycling into the process or sending to an industrial composting facility, if available; otherwise, send to an incinerator or other thermal destruction device. For used or contaminated material, the disposal options remain the same, although additional evaluation is required. (For example, in the U.S.A., see 40 CFR, Part 261, "Identification and Listing of Hazardous Waste.") All disposal methods must be in compliance with Federal, State/Provincial, and local laws and regulations.

### Environmental Concerns

Generally speaking, lost pellets are not a problem in the environment except under unusual circumstances when they enter the marine environment. They are benign in terms of their physical environmental impact, but if ingested by waterfowl or aquatic life, they may mechanically cause adverse effects. Spills should be minimized, and they should be cleaned up when they happen. Plastics should not be discarded into the ocean or any other body of water.

### Product Stewardship

NatureWorks LLC has a fundamental duty to all those that make and use our products, and for the environment in which we live. This duty is the basis for our Product Stewardship philosophy, by which we assess the health and environmental information on our products and their intended use, then take appropriate steps to protect the environment and the health of our employees and the public.

### Customer Notice

NatureWorks LLC encourages its customers and potential users of its products to review their applications for such products from the standpoint of human health and environmental quality. To help ensure our products are not used in ways for which they were not intended or tested, our personnel will assist customers in dealing with ecological and product safety considerations. Your sales representative can arrange the proper contacts. NatureWorks LLC literature, including Material Safety Data sheets, should be consulted prior to the use of the company's products. These are available from your NatureWorks LLC representative.

**NOTICE:** No freedom from any patent owned by NatureWorks LLC or others is to be inferred. Because use conditions and applicable laws may differ from one location to another and may change with time, Customer is responsible for determining whether products and the information in this document are appropriate for Customer's use and for ensuring that Customer's workplace and disposal practices are in compliance with applicable laws and other governmental enactments. NatureWorks LLC assumes no obligation or liability for the information in this document. **NO WARRANTIES ARE GIVEN; ALL IMPLIED WARRANTIES OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR USE ARE EXPRESSLY EXCLUDED.**

**NOTICE REGARDING PROHIBITED USE RESTRICTIONS:** NatureWorks LLC does not recommend any of its products, including samples, for use as: Components of, or packaging for, tobacco products; Components of products where the end product is intended for human or animal consumption; In any application that is intended for any internal contact with human body fluids or body tissues; As a critical component in any medical device that supports or sustains human life; In any product that is designed specifically for ingestion or internal use by pregnant women; and in any application designed specifically to promote or interfere with human reproduction.

For additional information in the U.S. and Canada,  
call toll-free 1-877-423-7659  
In Europe, call 31-(0)35-699-1344  
In Japan, call 81-33-285-0824

 NatureWorks®  
15305 Minnetonka Blvd., Minnetonka, MN 55345

NatureWorks and the NatureWorks logo are trademarks of NatureWorks LLC  
Copyright © 2006 NatureWorks LLC



## APÊNDICE 2

### Ficha técnica: DuPont Biomax Thermal 300

DuPont Packaging & Industrial Polymers



#### DuPont™ Biomax® Thermal 300

#### Biomax® Thermal Resins Product Data Sheet

##### Description

###### Product Description

Biomax® Thermal 300 is an ethylene copolymer with a nucleating agent designed to modify Polylactic Acid (PLA) for improved thermal and toughness properties in packaging and industrial applications. Some of the attributes of Biomax® Thermal 300 in PLA include:

- Reduced distortion and shrinkage of thermoformed articles at temperatures up to 90 C;
- Allows for short cycle time two-stage molding
- Engineered for PLA providing rapid melt-dispersion, even with single screw extruders, and reducing extruder power requirements;
- Pelletized, efficient extruder feeding; separately or as a pellet-bend with PLA;

Blends with PLA will typically comprise 5% or less of Biomax® Thermal 300. At these levels, contact clarity is still maintained.

In addition of improving the thermal stability of thermoformed articles, Biomax® Thermal 300 provides some of the processing and toughness advantages of Biomax® Strong 120 to PLA.

##### Restrictions

###### Material Status

- Developmental: Active

###### Availability

- Globally

##### Typical Characteristics

###### Uses

- Plastics Modification

###### Characteristics / Benefits

###### Thermal Stability of Thermoformed Articles

Thermoformed articles made from amorphous PLA typically deform when exposed to temperatures above the glass transition temperature of around 55 C. Adding 2 to 4% Biomax® Thermal 300 to Natureworks Ingeo™ PLA resins raises the end-use temperature threshold to 90 C or higher, substantially reducing shrinkage and improving dimensional stability while only minimally increasing haze. Biomax® Thermal 300 works best in a two-stage (hot and cold mold) thermoforming process.

Biomax® Thermal 300 modifier addition is valid for PLA manufactured and marketed by Natureworks LLC. Please consult your DuPont sales representative before using Biomax® Thermal in applications using PLA supplied by other manufacturers.

###### Impact Strength / Toughness

Impact strength of BIOMAX® Thermal 300 modified PLA is significantly improved even at 2 wt% addition level.

###### Brittleness

Biomax® Thermal 300 greatly improves the cutting & trimming of PLA. While unmodified PLA exhibits breakage at the edge of the sheet, blends with 2 to 5 wt. % of Biomax® Thermal 300 show no breakage. There is also a marked improvement of "pinning". While unmodified PLA breaks at the edge of the sheet, there is no breakage once BIOMAX® Thermal 300 is added.

#### Extruder Torque and Processing Stability

Addition of 1-2% Biomax® Thermal 300 to PLA in the feedhopper of the extruder significantly reduces the power per output required to extrude PLA. Addition of Biomax® Thermal 300 also helps maintain the viscosity and molecular weight of PLA during processing.

Applications Poly(lactic Acid (PLA) Modification

### Typical Properties

Physical	Nominal Values	Test Method(s)	
Density (g/cm <sup>3</sup> )	0.94 g/cm <sup>3</sup>	ASTM D792	ISO 1183
Melt Flow Rate (190°C/2.16kg)	1200 g/10 min	ASTM D1238	ISO 1133
Thermal	Nominal Values	Test Method(s)	
Melting Point (DSC)	113°C (235°F)	ASTM D3418	ISO 3146

### Processing Information

#### General

Maximum Processing Temperature 280°C (536°F)  
 General Processing Information Handling & Storage

Biomax® Thermal 300 is supplied in polyethylene bag lined boxes or bags. The product does not require drying but the material should be handled in a way that minimizes moisture pick-up. For example reseal bags or box liners when partial bags or boxes are not being used.

#### Processing of blends of Biomax® Thermal 300 and PLA

Blends of Biomax® Thermal 300 and PLA can be processed in the same equipment and under the same processing conditions recommended for PLA

The melting point of Biomax® Thermal 300 is 72C (162F) so a split feed extruder hopper will be required in cases where the PLA resin is dried on line and temperature of the hot dried PLA exceeds the melting point of the modifier.

#### Melt Viscosity and Melt Thermal Stability

Under typical processing conditions melt viscosity of PLA melt blends with Biomax® Thermal 300 is not significantly different from that of unmodified PLA. Melt stability of PLA is improved by adding Biomax® Thermal.

#### Thermoforming sheet of PLA and Biomax® Thermal 300

Add 2% to 4% Biomax® Thermal 300 to modify PLA via a second feeder. Process the blend into cast sheet under conditions typical of PLA. The highest additive levels might require cooler quench drums to avoid excessive sheet crystallinity which can limit thermoformability. Pre-heat the sheet at conditions typical for PLA. The highest additive levels might require limiting the time in the heater to avoid excessive sheet crystallinity. The thermoforming equipment should use a hot mold (for developing crystallinity) followed by a cool mold (to harden the article enough for handling). The hot mold should be heated to 110-120 C and the residence time in the mold optimized according to the article design, and end-use thermal requirements. The cool mold should be set below about 40C to obtain the best cycle time. The grade of PLA will also effect the ultimate amount of crystallinity which in turn effects the mechanical strength of the semifinished article.

**FDA Status Information**

DuPont™ BIOMAX® Thermal 300 Resin Modifier complies with Food and Drug Administration Regulation 21 CFR 175.105 -- Adhesives. This Regulation describes adhesives that may be used as components of articles intended for use in packaging, transporting, or holding food, subject to the limitations and requirements therein.

DuPont™ BIOMAX® Thermal 300 Resin Modifier may be used at up to a level of 10 percent in polylactic acid (PLA) resin for direct food contact. The PLA resin containing DuPont™ BIOMAX® Thermal 300 Resin Modifier is intended for contact with all food types under temperature conditions C through G, as described in Table 2 of 21 CFR 176.170(c). Such use may be properly said to comply fully with the Federal Food, Drug, and Cosmetic Act and all applicable food additive regulations.

**Regulatory Information**

For information on the compliance of Biomax® Thermal 300 with food contact regulations outside the U.S., please consult your local DuPont representative.

**Safety & Handling**

Refer to the MSDS for Biomax® Thermal 300.

**Read and Understand the Material Safety Data Sheet (MSDS) before using this product****Regional Centres**

DuPont operates in more than 70 countries. For help finding a local representative, please contact one of the following regional customer contact centers:

**Americas**

DuPont Company, BMP26-2215  
Lancaster Pike & Route 141  
Wilmington, DE 19805 U.S.A.  
Telephone +1 302-774-1161  
Toll-free (USA) 800-628-6208, ext. 6  
Fax +1 302-355-4056

**Asia Pacific**

DuPont China Holding Co., Ltd.  
Shanghai Branch  
399 Keyuan Road, Bldg. 11  
Zhangjiang Hi-Tech Park  
Pudong New District, Shanghai  
P.R. China (Postcode: 201203)  
Telephone +86 21 3862 2888  
Fax +86-21-3862-2889

**Europe / Middle East / Africa**

DuPont de Nemours Int'l. S.A.  
2, Chemin du Pavillon Box 50  
CH-1218 Le Grand Saconnex  
Geneva, Switzerland  
Telephone +41 22 717 51 11  
Fax +41 22 717 55 00

DuPont do Brasil, S.A.  
Alameda Itapecuru, 506  
06454-080 Barueri, SP Brasil  
Telephone +55 11 4166 8000  
Fax +55 11 4166 8736

<http://biomax.dupont.com>

*The data listed here fall within the normal range of properties, but they should not be used to establish specification limits nor used alone as the basis of design. The DuPont Company assumes no obligations or liability for any advice furnished or for any results obtained with respect to this information. All such advice is given and accepted at the buyer's risk. The disclosure of information herein is not a licence to operate under, or a recommendation to infringe, any patent of DuPont or others. Since DuPont cannot anticipate all variations in actual end-use conditions, DuPont makes no warranties and assumes no liability in connection with any use of this information.*

**CAUTION:** Do not use DuPont materials in medical applications involving implantations in the human body or contact with internal body fluids or tissues unless the material has been provided from DuPont under a written contract that is consistent with DuPont policy regarding medical applications and expressly acknowledges the contemplated use. For further information, please contact your DuPont representative. You may also request a copy of DuPont POLICY Regarding Medical Applications H-50103-3 and DuPont CAUTION Regarding Medical Applications H-50102-3.

Copyright © 2009 DuPont. The DuPont Oval Logo, DuPont™, The miracles of science™, and trademarks designated with "®" are registered trademarks or trademarks of E.I. du Pont de Nemours and Company or its affiliates. All rights reserved.

*This data sheet is effective as of 01/12/2010 12:40PM and supersedes all previous versions.*

01/12/2010 12:40PM Copyright E.I. du Pont de Nemours and Company, Inc.

3 of 4



# APÊNDICE 3

Folha de segurança (MSDS – Material Safety Data Sheet): DuPont Biomax Thermal 300



## Du Pont Material Safety Data Sheet

Page 1

-----  
"BIOMAX" RESINS ALL IN SYNONYM LIST BIOS011  
BIOS011 Revised 24-JUL-2008  
-----

Substance ID :130000043939  
-----

### CHEMICAL PRODUCT/COMPANY IDENTIFICATION

-----

#### Material Identification

"BIOMAX" is a registered trademark of DuPont.

#### Tradenames and Synonyms

"DUPONT" "BIOMAX" THERMAL 300

#### Company Identification

##### MANUFACTURER/DISTRIBUTOR

DuPont Packaging & Industrial Polymers  
1007 Market Street  
Wilmington, DE 19898

##### PHONE NUMBERS

Product Information : 1-(800)-441-7515  
Transport Emergency : 1-(800)-424-9300  
Medical Emergency : 1-(800)-441-3637

### COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

-----

#### Components

Material	CAS Number	%
NON-REGULATED WAX		<60
ETHYLENE ACRYLATE COPOLYMER		>40
N-BUTYL ACRYLATE	141-32-2	<0.1

#### Components (Remarks)

Material is not known to contain Toxic Chemicals under Section 313 of Title III of the Superfund Amendments and Reauthorization Act of 1986 and 40 CFR part 372.

### HAZARDS IDENTIFICATION

-----

#### Potential Health Effects

##### ADDITIONAL HEALTH EFFECTS

ACUTE OR IMMEDIATE EFFECTS - ROUTES OF ENTRY AND SYMPTOMS

INGESTION There is no information on the ingestion toxicity

Printed on 10/31/2008

Print Date: 4 - 16 - 2009

**Du Pont  
Material Safety Data Sheet**

of these resins. Ingestion is not a probable route of exposure.

SKIN Prolonged or repeated skin contact may cause skin irritation including redness, itching and in extreme cases blisters. Molten polymer contacting the skin will cause thermal burns.

EYE Mechanical irritation only.

INHALATION At processing temperatures above 280 C (536 F), fumes irritating to the eyes, nose and throat may be produced. This exposure may result in redness, tearing and itching of the eyes and soreness in the nose and throat together with coughing.

MEDICAL CONDITIONS AGGRAVATED BY EXPOSURE None known.

Carcinogenicity Information

None of the components present in this material at concentrations equal to or greater than 0.1% are listed by IARC, NTP, OSHA or ACGIH as a carcinogen.

-----  
FIRST AID MEASURES  
-----

First Aid

INHALATION

If exposed to fumes from overheating or combustion, move to fresh air. Consult a physician if symptoms persist.

SKIN CONTACT

In case of contact, immediately wash skin with soap and water. Wash contaminated clothing before reuse. If molten material gets on skin, cool rapidly with cold water. Do not attempt to remove material from skin. Obtain medical treatment for thermal burn.

INGESTION

Not a probable route. However, in case of accidental ingestion, call a physician.

EYE CONTACT

In case of contact, immediately flush eyes with plenty of water for at least 15 minutes. Call a physician.

-----  
FIRE FIGHTING MEASURES  
-----

Printed on 10/31/2008

Print Date: 4 - 16 - 2009

**Du Pont**  
**Material Safety Data Sheet**

-----  
Flammable Properties

Flash Point : 430 C (806 F) Setchkin  
Method : Apparatus

Fire and Explosion Hazards:

UNUSUAL FIRE, EXPLOSION HAZARDS The solid polymer can be combusted only with difficulty. An electrostatic charge can potentially build up when pouring pellets. Grounding of equipment is recommended.

HAZARDOUS COMBUSTION PRODUCTS Complete combustion gives carbon dioxide and water. Incomplete combustion gives, in addition, carbon monoxide and hydrocarbon oxidation products including organic acids, aldehydes, alcohols, amines and oxides of nitrogen.

Extinguishing Media

Water, Foam, Dry Chemical, CO2.

Fire Fighting Instructions

Keep personnel removed and upwind of fire. Wear self-contained breathing apparatus (SCBA) and full protective equipment.

-----  
ACCIDENTAL RELEASE MEASURES  
-----

Safeguards (Personnel)

NOTE: Review FIRE FIGHTING MEASURES and HANDLING (PERSONNEL) sections before proceeding with clean-up. Use appropriate PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT during clean-up.

Spill Clean Up

Sweep up to avoid slipping hazard.

-----  
HANDLING AND STORAGE  
-----

Handling (Personnel)

See FIRST AID and PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT SECTIONS.

Storage

Store in a cool, dry place. Keep containers tightly closed to prevent moisture absorption and contamination.

-----

EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION  
-----

Engineering Controls

VENTILATION When hot processing this material, use local and/or general exhaust ventilation to control the concentration of vapors and fumes below exposure limits.

In cutting or grinding operations with this material, use local exhaust to control the concentration of dust below exposure limits.

Local ventilation is required over processing equipment to keep the concentration of gases which are irritating to the eyes and upper respiratory system below recommended values.

Personal Protective Equipment

EYE/FACE PROTECTION

Wear safety glasses. Wear coverall chemical splash goggles and face shield when possibility exists for eye and face contact due to splashing or spraying of molten material. A full face mask respirator provides protection from eye irritation.

RESPIRATORS

A NIOSH/MSHA approved air purifying respirator with an organic vapor cartridge with a dust/mist filter may be permissible under certain circumstances where airborne concentrations are expected to exceed exposure limits. Protection provided by air purifying respirators is limited. Use a positive pressure air supplied respirator if there is any potential for an uncontrolled release, exposure levels are not known, or any other circumstances where air purifying respirators may not provide adequate protection.

PROTECTIVE CLOTHING

If there is potential contact with hot/molten material, wear heat resistant clothing and footwear.

Exposure Guidelines

Exposure Limits

"BIOMAX" RESINS ALL IN SYNONYM LIST BIOS011

PEL (OSHA)	:	Particulates (Not Otherwise Regulated)
		15 mg/m <sup>3</sup> , 8 Hr. TWA, total dust
		5 mg/m <sup>3</sup> , 8 Hr. TWA, respirable dust

Other Applicable Exposure Limits

N-BUTYL ACRYLATE

PEL (OSHA)	:	None Established
TLV (ACGIH)	:	2 ppm, 8 Hr. TWA, A4, SEN

AEL * (DuPont)	:	2 ppm, 8 & 12 Hr. TWA, Skin
----------------	---	-----------------------------

Printed on 10/31/2008

Print Date: 4 - 16 - 2009

**Du Pont**  
**Material Safety Data Sheet**

\* AEL is DuPont's Acceptable Exposure Limit. Where governmentally imposed occupational exposure limits which are lower than the AEL are in effect, such limits shall take precedence.

-----  
PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES  
-----

Physical Data

% Volatiles	: Negligible
Solubility in Water	: Negligible
Odor	: Mild acrylate-like
Form	: Solid
Color	: Beige
Specific Gravity	: 0.9
Melting Point	: 100 C (212 F)

-----  
STABILITY AND REACTIVITY  
-----

Chemical Stability

Stable at normal temperatures and storage conditions.

Conditions to Avoid

Temperatures above 280 C (536 F) .

Incompatibility with Other Materials

Strong oxidizing agents.

Decomposition

Decomposes with heat.

Decomposition temperature - For the resin as shipped, greater than 280 C (536 F) as defined by TGA weight loss of less than 1 percent in air. Decomposition behavior may be affected through customer use of stabilizers or other ingredients.

HAZARDOUS DECOMPOSITION PRODUCTS Carbon monoxide and hydrocarbon oxidation products including organic acids, aldehydes, alcohols, amines, and oxides of nitrogen.

Polymerization

Polymerization will not occur.

-----  
ECOLOGICAL INFORMATION  
-----

Ecotoxicological Information

Printed on 10/31/2008

Print Date: 4 - 16 - 2009

Du Pont  
Material Safety Data Sheet

AQUATIC TOXICITY:

No information is available. Do not discharge to streams, ponds, lakes or sewers.

N-BUTYL ACRYLATE

AQUATIC TOXICITY:

Moderately toxic.

96 hour LC50 - Rainbow trout: 5.2 mg/L

-----  
DISPOSAL CONSIDERATIONS  
-----

Waste Disposal

Preferred options for disposal are (1) recycling, (2) incineration with energy recovery, and (3) landfill. The high fuel value of this product makes option 2 very desirable for material that cannot be recycled. Treatment, storage, transportation, and disposal must be in accordance with applicable federal, state/provincial, and local regulations.

-----  
TRANSPORTATION INFORMATION  
-----

Shipping Information

DOT/IMO/IATA  
Not Regulated.

-----  
REGULATORY INFORMATION  
-----

U.S. Federal Regulations

TSCA Inventory Status : In compliance with TSCA Inventory requirements for commercial purposes.

State Regulations (U.S.)

STATE RIGHT-TO-KNOW LAWS

No substances on the state hazardous substances list, for the states indicated below, are used in the manufacture of products on this Material Safety Data Sheet.

SUBSTANCES ON THE PENNSYLVANIA HAZARDOUS SUBSTANCES LIST PRESENT AT A CONCENTRATION OF 1% OR MORE (0.01% FOR SPECIAL HAZARDOUS SUBSTANCES): None known.

WARNING: SUBSTANCES KNOWN TO THE STATE OF CALIFORNIA TO CAUSE CANCER, BIRTH DEFECTS OR OTHER REPRODUCTIVE HARM: None known.

Printed on 10/31/2008

Print Date: 4 - 16 - 2009

**Du Pont**  
**Material Safety Data Sheet**

SUBSTANCES ON THE NEW JERSEY WORKPLACE HAZARDOUS SUBSTANCE LIST  
PRESENT AT A CONCENTRATION OF 1 % OR MORE (0.1% FOR SUBSTANCES  
IDENTIFIED AS CARCINOGENS, MUTAGENS OR TERATOGENS): None known.

-----  
OTHER INFORMATION  
-----

Additional Information

MEDICAL USE: CAUTION: Do not use in medical applications  
involving permanent implantation in the human body. For other  
medical applications see DuPont CAUTION Bulletin No. H-50102.

-----  
The data in this Material Safety Data Sheet relates only to the  
specific material designated herein and does not relate to use in  
combination with any other material or in any process.

Responsibility for MSDS : S. C. FEINBERG  
DUPONT PACKAGING & INDUSTRIAL POLYMERS  
Address : CHESTNUT RUN PLAZA 713  
WILMINGTON, DE 19880-0713  
Telephone : 302-999-4124

Printed on 10/31/2008

Print Date: 4 - 16 - 2009



## APÊNDICE 4

### Ficha técnica Arkema Biostrength 280



## Biostrength® 280

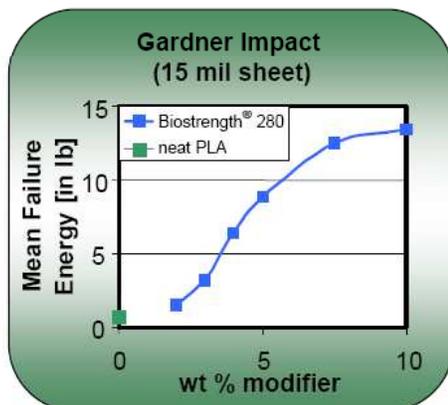
Impact Modifier

### Product Description

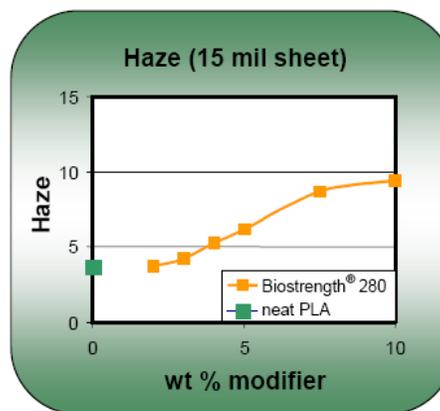
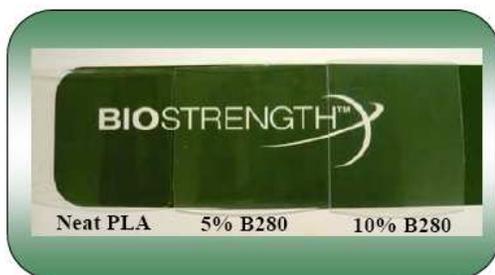
Biostrength® 280 is an acrylic core shell impact modifier designed to increase toughness of polylactic acid (PLA) while maintaining clarity.

### Product Benefits

**Impact Improvement:** Biostrength® 280 impact modifier increases impact strength of PLA extruded, calendered, blow molded and thermoformed articles.



**Optical Properties:** Biostrength® 280 impact modifier maintains low haze in PLA at recommended use levels.



### Suggestions for Use

Biostrength® 280 impact modifier is recommended for use in PLA applications that require toughness and high transparency. Typical use levels range from 2% to 6% by weight. Blends of Biostrength® 280 impact modifier with PLA can be processed in the same equipment and under the same processing conditions recommended for PLA. Prospective clients should evaluate Biostrength® 280 impact modifier in their own laboratories to establish optimum conditions for use in their processes and applications. Arkema's technical services department is available to discuss your application requirements.

### Packaging

Biostrength® 280 impact modifier is packaged in 40 lb (20 kg) bags and 1,000 lb (450 kg) super sacks.

### Masterbatch Information

Biostrength® 280 impact modifier can be supplied as a masterbatch in PLA. Contact your Arkema account manager for more information.





### Environmental & Safety Information

BEFORE HANDLING THIS MATERIAL, READ AND UNDERSTAND THE MSDS (MATERIAL SAFETY DATA SHEET) FOR ADDITIONAL INFORMATION ON PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT AND FOR SAFETY, HEALTH AND ENVIRONMENTAL INFORMATION.

For Environmental, Safety & Toxicology information, contact our Customer Service Department at (800) 446-2800 to request a Material Safety Data Sheet. Arkema believes strongly in Responsible Care® as a public commitment.

### Visit us at our Website

[www.additives-arkema.com](http://www.additives-arkema.com)

Biostrength® 280 impact modifier is patent pending.

### For Order Information Contact

Arkema Inc.  
Additives Customer Service  
2000 Market Street, Philadelphia, PA 19103-3222  
(800) 446-2800 (phone)  
(215) 419-7875 (fax)  
[arkema.usph-additives-cs@arkema.com](mailto:arkema.usph-additives-cs@arkema.com) (e-mail)

[info.additives@arkema.com](mailto:info.additives@arkema.com) (e-mail)

### For Technical Information Contact

Arkema Inc.  
Functional Additives Technical Service  
900 First Avenue, King of Prussia, PA 19406  
(610) 878-6658 (phone)  
(610) 878-6260 (fax)  
[www.additives-arkema.com](http://www.additives-arkema.com) (website)

### More Technical Information Available

Ask your account manager for more information about Arkema's complete product line for PLA.

#### **Biostrength® 700 Melt Strength Enhancer**

Biostrength® 700 is an acrylic copolymer that improves the melt strength and enhances processability of PLA for use in sheet extrusion, calendering, blow molding, coating and thermoforming applications.

#### **Biostrength® 150 Impact Modifier**

Biostrength® 150 is a high efficiency modifier that increases impact strength of PLA in applications that do not require transparency.

#### **Biostrength® 900 Metal Release Agent**

Biostrength® 900 is an acrylic copolymer that improves metal release and enhances processability of polylactic acid (PLA).

IMPORTANT: The statements, technical information and recommendations contained herein are believed to be accurate as of the date hereof. Since the conditions and methods of use of the product and of the information referred to herein are beyond our control, Arkema expressly disclaims any and all liability as to any results obtained or arising from any use of the product or reliance on such information; NO WARRANTY OF FITNESS FOR ANY PARTICULAR PURPOSE, WARRANTY OF MERCHANTABILITY OR ANY OTHER WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, IS MADE CONCERNING THE GOODS DESCRIBED OR THE INFORMATION PROVIDED HEREIN. The information provided herein relates only to the specific product designated and may not be applicable when such product is used in combination with other materials or in any process. The user should thoroughly test any application before commercialization. Nothing contained herein constitutes a license to practice under any patent and it should not be construed as an inducement to infringe any patent and the user is advised to take appropriate steps to be sure that any proposed use of the product will not result in patent infringement.

Before handling this material, read and understand the MSDS (Material Safety Data Sheet) for additional information on personal protective equipment and for safety, health and environmental information.

For environmental, safety and toxicological information, contact our Customer Service Department at 1-800-331-7654 to request a Material Safety Data Sheet or visit our website at [www.biostrength.com](http://www.biostrength.com)

© 2010 Arkema Inc. All rights reserved.  
Biostrength® is a registered trademark of Arkema Inc.  
Responsible Care® is a registered trademark of the American Chemistry Council Inc.



Arkema Inc.  
2000 Market Street  
Philadelphia, PA 19103  
215-419-7000  
<http://www.arkema-inc.com>



## APÊNDICE 5

Folha de segurança (MSDS – Material Safety Data Sheet): Arkema Biostrength 280



Material Safety Data Sheet

**BIOSTRENGTH® 280**

### 1. PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION

#### Company

Arkema Inc.  
2000 Market Street  
Philadelphia, Pennsylvania 19103

#### Functional Additives

**Customer Service Telephone Number:** (800) 331-7654  
(Monday through Friday, 8:30 AM to 5:30 PM EST)

#### Emergency Information

**Transportation:** CHEMTREC: (800) 424-9300  
(24 hrs., 7 days a week)  
**Medical:** Rocky Mountain Poison Center: (303) 623-5716  
(24 hrs., 7 days a week)

#### Product Information

**Product name:** BIOSTRENGTH® 280  
**Synonyms:** Not available  
**Molecular formula:** Complex mixture  
**Chemical family:** acrylic polymer  
**Product use:** Impact modifier

### 2. HAZARDS IDENTIFICATION

#### Emergency Overview

**Color:** white  
**Physical state:** solid  
**Form:** powder  
**Odor:** None.

#### **WARNING!**

**MAY FORM COMBUSTIBLE DUST AIR MIXTURES.**  
**MAY CAUSE EYE IRRITATION.**  
**MAY CAUSE ALLERGIC SKIN REACTION.**  
**PROCESSING MAY RELEASE VAPORS AND/OR FUMES WHICH CAUSE EYE, SKIN AND RESPIRATORY TRACT IRRITATION.**

#### Potential Health Effects

**Primary routes of exposure:**  
Inhalation and skin contact.

#### **Signs and symptoms of acute exposure:**

Dust: May cause eye irritation. Prolonged or repeated skin contact may cause: Allergic skin reaction: redness, rash.  
Effects due to processing releases: Irritating to eyes, respiratory system and skin. May also cause: nausea, headache, drowsiness, weakness. (severity of effects depends on extent of exposure) .

**Eyes:**

Product code: VMO04

Version 1.0

Issued on: 10/06/2009

Page: 1 / 10



Material Safety Data Sheet  
**BIOSTRENGTH® 280**

May cause eye irritation. (based on components)

**Remarks:**

This product may release fume and/or vapor of variable composition depending on processing time and temperature.

**3. COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS**

Chemical Name	CAS-No.	Wt/Wt	OSHA Hazardous
2-Propenoic acid, 2-methyl-, methyl ester, polymer with butyl 2-propenoate	25852-37-3	>= 95 - <= 99 %	N
Sulfuric acid, mono-C10-16-alkyl esters, sodium salts	68585-47-7	>= 1 - < 5 %	Y

The substance(s) marked with a "Y" in the Hazard column above, are those identified as hazardous chemicals under the criteria of the OSHA Hazard Communication Standard (29 CFR 1910.1200).

This material is classified as hazardous under Federal OSHA regulation.

**4. FIRST AID MEASURES**

**Inhalation:**

If inhaled, remove victim to fresh air.

**Skin:**

In case of contact, immediately flush skin with soap and plenty of water. Remove contaminated clothing and shoes. Get medical attention. Wash clothing before reuse. Thoroughly clean shoes before reuse.

**Eyes:**

Immediately flush eye(s) with plenty of water. Get medical attention immediately if irritation persists.

**Ingestion:**

If swallowed, DO NOT induce vomiting. Get medical attention. Never give anything by mouth to an unconscious person.

**5. FIRE-FIGHTING MEASURES**

**Flash point** no data available

**Auto-ignition temperature:** no data available

**Lower flammable limit (LFL):** no data available

**Upper flammable limit (UFL):** no data available

**Extinguishing media (suitable):**

Water spray, Carbon dioxide (CO<sub>2</sub>), Foam, Dry chemical

**Protective equipment:**

Product code: VMO04

Version 1.0

Issued on: 10/06/2009

Page: 2 / 10



Fire fighters and others who may be exposed to products of combustion should wear full fire fighting turn out gear (full Bunker Gear) and self-contained breathing apparatus (pressure demand / NIOSH approved or equivalent).

**Further firefighting advice:**

Do not use a solid stream of water.

A solid stream of water can cause a dust explosion.

Fire fighting equipment should be thoroughly decontaminated after use.

**Fire and explosion hazards:**

Dust clouds generated during handling and/or storage can form explosive mixtures with air. Dust explosion characteristics vary with the particle size, particle shape, moisture content, contaminants, and other variables.

Note: Check that all equipment is properly grounded and installed to satisfy electrical classification requirements. As with any dry material, pouring this material or allowing it to free-fall or to be conveyed through chutes or pipes can accumulate and generate electrostatic sparks, potentially causing ignition of the material itself, or of any flammable materials which may come into contact with the material or its container.

When burned, the following hazardous products of combustion can occur:

Acrylates

Methacrylates

Carbon oxides

## 6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

**In case of spill or leak:**

Prevent further leakage or spillage if you can do so without risk. Evacuate area of all unnecessary personnel.

Ventilate the area. Eliminate all ignition sources. Avoid dust formation and dispersal of dust in the air. Wet down (dampen) the spilled material with water. Sweep or scoop up using non-sparking tools and place into suitable properly labeled containers for prompt disposal. The sweepings should be wetted down further with water. Avoid dispersal of spilled material and runoff and contact with soil, waterways, drains and sewers. Implement workplace practices such that dusts are not allowed to accumulate on surfaces, as these may form an explosive mixture if they are released into the atmosphere in sufficient concentration. Consult a regulatory specialist to determine appropriate state or local reporting requirements, for assistance in waste characterization and/or hazardous waste disposal and other requirements listed in pertinent environmental permits.



## 7. HANDLING AND STORAGE

### Handling

#### **General information on handling:**

Keep away from heat, sparks and flames.  
Avoid contact with eyes.  
Avoid prolonged or repeated contact with skin.  
Avoid breathing processing fumes or vapors.  
Avoid breathing dust.  
Avoid creating dust in handling, transfer or clean up.  
Prevent dust accumulation.  
Check that all equipment is properly grounded and installed to satisfy electrical classification requirements.  
Wash thoroughly after handling.  
Keep container closed.  
Container hazardous when empty.  
Emptied container retains product residue.  
Follow label warnings even after container is emptied.  
RESIDUAL DUSTS MAY EXPLODE ON IGNITION.  
DO NOT CUT, DRILL, GRIND, OR WELD ON OR NEAR THIS CONTAINER.  
Improper disposal or reuse of this container may be dangerous and/or illegal.

### Storage

#### **General information on storage conditions:**

Keep in a dry place. Store in closed containers, in a secure area to prevent container damage and subsequent spillage. Store in well ventilated area away from heat and sources of ignition such as flame, sparks and static electricity. Ensure that all storage and handling equipment is properly grounded and installed to satisfy electrical classification requirements. Static electricity may accumulate when transferring material. All storage containers, including drums, cylinders and IBCs, must be bonded and grounded during filling and emptying operations.

#### **Storage stability – Remarks:**

Stable under recommended storage conditions.

#### **Storage incompatibility – General:**

Keep away from heat, sparks and flames. Do NOT store near strong bases. Keep away from reducing agents.

## 8. EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

### Airborne Exposure Guidelines:

#### **Particles Not Otherwise Specified / Nuisance Dust**

US. ACGIH Threshold Limit Values

Form:	Inhalable particles.
Time Weighted Average (TWA):	10 mg/m <sup>3</sup>
Form:	Respirable particles.
Time Weighted Average (TWA):	3 mg/m <sup>3</sup>

US. OSHA Table Z-1 Limits for Air Contaminants (29 CFR 1910.1000)

Form:	Respirable fraction.
PEL:	5 mg/m <sup>3</sup>



Material Safety Data Sheet

BIOSTRENGTH® 280

Remarks: All inert or nuisance dusts, whether mineral, inorganic, or organic, not listed specifically by substance name are covered by the Particulates Not Otherwise Regulated (PNOR) limit which is the same as the inert or nuisance dust limit of Table Z-3.

Form: Total dust.  
PEL: 15 mg/m3

Remarks: All inert or nuisance dusts, whether mineral, inorganic, or organic, not listed specifically by substance name are covered by the Particulates Not Otherwise Regulated (PNOR) limit which is the same as the inert or nuisance dust limit of Table Z-3.

Only those components with exposure limits are printed in this section. Limits with skin contact designation above have skin contact effect. Air sampling alone is insufficient to accurately quantitate exposure. Measures to prevent significant cutaneous absorption may be required. Limits with a sensitizer designation above mean that exposure to this material may cause allergic reactions.

**Engineering controls:**

Investigate engineering techniques to reduce exposures below airborne exposure limits or to otherwise reduce exposures. Provide ventilation if necessary to minimize exposures or to control exposure levels to below airborne exposure limits (if applicable see above). If practical, use local mechanical exhaust ventilation at sources of air contamination such as open process equipment. Consult ACGIH ventilation manual or NFPA Standard 91 for design of exhaust systems.

**Respiratory protection:**

Avoid breathing processing fumes or vapors. Avoid breathing dust. Where airborne exposure is likely or airborne exposure limits are exceeded (if applicable, see above), use NIOSH approved respiratory protection equipment appropriate to the material and/or its components (full facepiece recommended). Consult respirator manufacturer to determine appropriate type equipment for a given application. Observe respirator use limitations specified by NIOSH or the manufacturer. For emergency and other conditions where there may be a potential for significant exposure or where exposure limit may be significantly exceeded, use an approved full face positive-pressure, self-contained breathing apparatus or positive-pressure airline with auxiliary self-contained air supply. Respiratory protection programs must comply with 29 CFR § 1910.134.

**Skin protection:**

Wear appropriate chemical resistant protective clothing and chemical resistant gloves to prevent skin contact. Consult glove manufacturer to determine appropriate type glove material for given application. Rinse immediately if skin is contaminated. Wash contaminated clothing and clean protective equipment before reuse. Wash thoroughly after handling.

**Eye protection:**

Where eye contact may be likely, wear chemical goggles and have eye flushing equipment available.

**9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES**



<b>Color:</b>	white
<b>Physical state:</b>	solid
<b>Form:</b>	powder
<b>Odor:</b>	None.
<b>pH:</b>	Not applicable
<b>Density:</b>	no data available
<b>Specific Gravity (Relative density):</b>	no data available
<b>Vapor pressure:</b>	no data available
<b>Vapor density:</b>	no data available
<b>Boiling point/boiling range:</b>	no data available
<b>Freezing point:</b>	no data available
<b>Melting point:</b>	no data available
<b>Solubility in water:</b>	no data available

#### 10. STABILITY AND REACTIVITY

**Stability:**

The product is stable under normal handling and storage conditions.

**Hazardous reactions:**

Hazardous polymerization does not occur.

**Materials to avoid:**

Strong bases.  
Reducing agents

**Conditions / hazards to avoid:**

Sparks, flames, ignition points and static electricity.

**Hazardous decomposition products:**

Thermal decomposition giving flammable and toxic products  
Acrylates  
Methacrylates  
Carbon oxides

## 11. TOXICOLOGICAL INFORMATION

Data on this material and/or its components are summarized below.

### Data for Sulfuric acid, mono-C10-16-alkyl esters, sodium salts (68585-47-7)

#### Acute toxicity

##### **Oral:**

Slightly toxic. (rat) LD50 = 800 - 2,700 mg/kg.

##### **Dermal:**

Slightly to moderately toxic. (rabbit) LD50 between 580 - 4,000 mg/kg.

##### **Inhalation:**

Slightly toxic. (rat) 4 h ALC = 0.78 mg/l.

##### **Skin Irritation:**

Moderately to severely irritating. (rabbit) 4.5 - 6 / 8.0. (24 h)

##### **Eye Irritation:**

Moderately to severely irritating. (rabbit) Irritation Index: 26 - 35.6/110.

#### Repeated dose toxicity

Repeated oral administration to rat, mouse, dog, guinea pig / No adverse systemic effects reported.

Repeated dermal administration to guinea pig / affected organ(s): liver

Repeated drinking water administration to rat / affected organ(s): liver, GI tract / signs: irritation, changes in organ structure or function, decreased growth rate, decreased survival

#### Genotoxicity

##### **Assessment in Vitro:**

Generally, no genetic changes were observed in laboratory studies using: bacteria

Both positive and negative responses for genetic changes were observed in laboratory tests using: animal cells

#### Genotoxicity

##### **Assessment in Vivo:**

Generally, no genetic changes were observed in laboratory studies using: animals

#### Developmental toxicity

Exposure during pregnancy. oral (mouse, rabbit) / No birth defects were observed. (delays in development)

#### Human experience

##### **Skin contact:**

Skin: Skin allergy was observed.



## 12. ECOLOGICAL INFORMATION

### Chemical Fate and Pathway

Data on this material and/or its components are summarized below.

#### **Data for Sulfuric acid, mono-C10-16-alkyl esters, sodium salts (68585-47-7)**

##### **Biodegradation:**

Biodegradable. (1 - 28 d) biodegradation 95 - 100 %  
Biodegradable. (< 1 d) biodegradation 45 - 95 %

### Ecotoxicology

Data on this material and/or its components are summarized below.

#### **Data for Sulfuric acid, mono-C10-16-alkyl esters, sodium salts (68585-47-7)**

##### **Aquatic toxicity data:**

Slightly toxic. *Oryzias latipes* (medaka) 48 h LC50 = 46.0 mg/l  
Moderately toxic. *Pimephales promelas* (fathead minnow) 96 h LC50 = 6.6 mg/l

##### **Aquatic invertebrates:**

Highly toxic. Oyster larvae 48 h EC50 = 0.37 mg/l  
Highly toxic. Marine clams 48 h EC50 = 0.47 mg/l  
Slightly to highly toxic. Brine shrimp 48 h EC50 between 0.94 - 21.1 mg/l  
Slightly toxic to moderately toxic. *Daphnia magna* (Water flea) 48 h EC50 between 1.8 - 15.0 mg/l  
Slightly toxic. Juvenile mussels 48 h EC50 = 19.04 mg/l  
No more than slightly toxic. *Palaemonetes pugio* (grass shrimp) 48 h EC50 between 70 - 162 mg/l

##### **Chronic toxicity to aquatic invertebrates:**

*Daphnia magna* (Water flea) 21 d EC50 < 3 mg/l

## 13. DISPOSAL CONSIDERATIONS

### **Waste disposal:**

Where possible recycling is preferred to disposal or incineration. If recycling is not an option, incinerate or dispose of in accordance with federal, state, and local regulations. Pigmented, filled and/or solvent laden product may require special disposal practices in accordance with federal, state and local regulations. Consult a regulatory specialist to determine appropriate state or local reporting requirements, for assistance in waste characterization and/or hazardous waste disposal and other requirements listed in pertinent environmental permits. Note: Chemical additions to, processing of, or otherwise altering this material may make this waste management information incomplete, inaccurate, or otherwise inappropriate. Furthermore, state and local waste disposal requirements may be more restrictive or otherwise different from federal laws and regulations.

## 14. TRANSPORT INFORMATION

**US Department of Transportation (DOT):** not regulated

**International Maritime Dangerous Goods Code (IMDG):** not regulated



**15. REGULATORY INFORMATION**

**Chemical Inventory Status**

EU. EINECS	EINECS	Conforms to
US. Toxic Substances Control Act	TSCA	The components of this product are all on the TSCA Inventory.
Australia. Industrial Chemical (Notification and Assessment) Act	AICS	Conforms to
Canada. Canadian Environmental Protection Act (CEPA), Domestic Substances List (DSL). (Can. Gaz. Part II, Vol. 133)	DSL	All components of this product are on the Canadian DSL list.
Japan. Kashin-Hou Law List	ENCS (JP)	Does not conform
Korea. Toxic Chemical Control Law (TCCL) List	KECI (KR)	Conforms to
Philippines. The Toxic Substances and Hazardous and Nuclear Waste Control Act	PICCS (PH)	Conforms to
China. Inventory of Existing Chemical Substances	IECSC (CN)	Conforms to
New Zealand. Inventory of Chemicals (NZIoC), as published by ERMA New Zealand	NZIOC	Conforms to

**United States – Federal Regulations**

**SARA Title III – Section 302 Extremely Hazardous Chemicals:**

The components in this product are either not SARA Section 302 regulated or regulated but present in negligible concentrations.

**SARA Title III - Section 311/312 Hazard Categories:**

Fire Hazard, Acute Health Hazard

**SARA Title III – Section 313 Toxic Chemicals:**

SARA 313: This material does not contain any chemical components with known CAS numbers that exceed the threshold (De Minimis) reporting levels established by SARA Title III, Section 313.

**Comprehensive Environmental Response, Compensation, and Liability Act (CERCLA) - Reportable Quantity (RQ):**

The components in this product are either not CERCLA regulated, regulated but present in negligible concentrations, or regulated with no assigned reportable quantity.

**OSHA Regulated Carcinogens (NTP, IARC, OSHA Listed):**

**NTP:**

No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as a known or anticipated carcinogen by NTP.



**IARC:**

No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as probable, possible or confirmed human carcinogen by IARC.

**OSHA:**

No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as a carcinogen or potential carcinogen by OSHA.

**United States – State Regulations**

**Massachusetts Right to Know**

No components are subject to the Massachusetts Right to Know Act.

**New Jersey Right to Know**

No components are subject to the New Jersey Right to Know Act.

**Pennsylvania Right to Know**

<u>Chemical Name</u>	<u>CAS-No.</u>
2-Propenoic acid, 2-methyl-, methyl ester, polymer with butyl 2-propenoate	25852-37-3

**California Prop. 65**

This product does not contain any chemicals known to the State of California to cause cancer, birth defects, or any other reproductive defects.

**16. OTHER INFORMATION**

**Latest Revision(s):**

Reference number:	000000063009
Date of Revision:	10/06/2009
Date Printed:	10/06/2009

BIOSTRENGTH® is a registered trademark of Arkema Inc.

Arkema Inc. believes that the information and recommendations contained herein (including data and statements) are accurate as of the date hereof. NO WARRANTY OF FITNESS FOR ANY PARTICULAR PURPOSE, WARRANTY OF MERCHANTABILITY, OR ANY OTHER WARRANTY, EXPRESSED OR IMPLIED, IS MADE CONCERNING THE INFORMATION PROVIDED HEREIN. The information provided herein relates only to the specific product designated and may not be valid where such product is used in combination with any other materials or in any process. Further, since the conditions and methods of use are beyond the control of Arkema Inc., Arkema Inc. expressly disclaims any and all liability as to any results obtained or arising from any use of the product or reliance on such information.

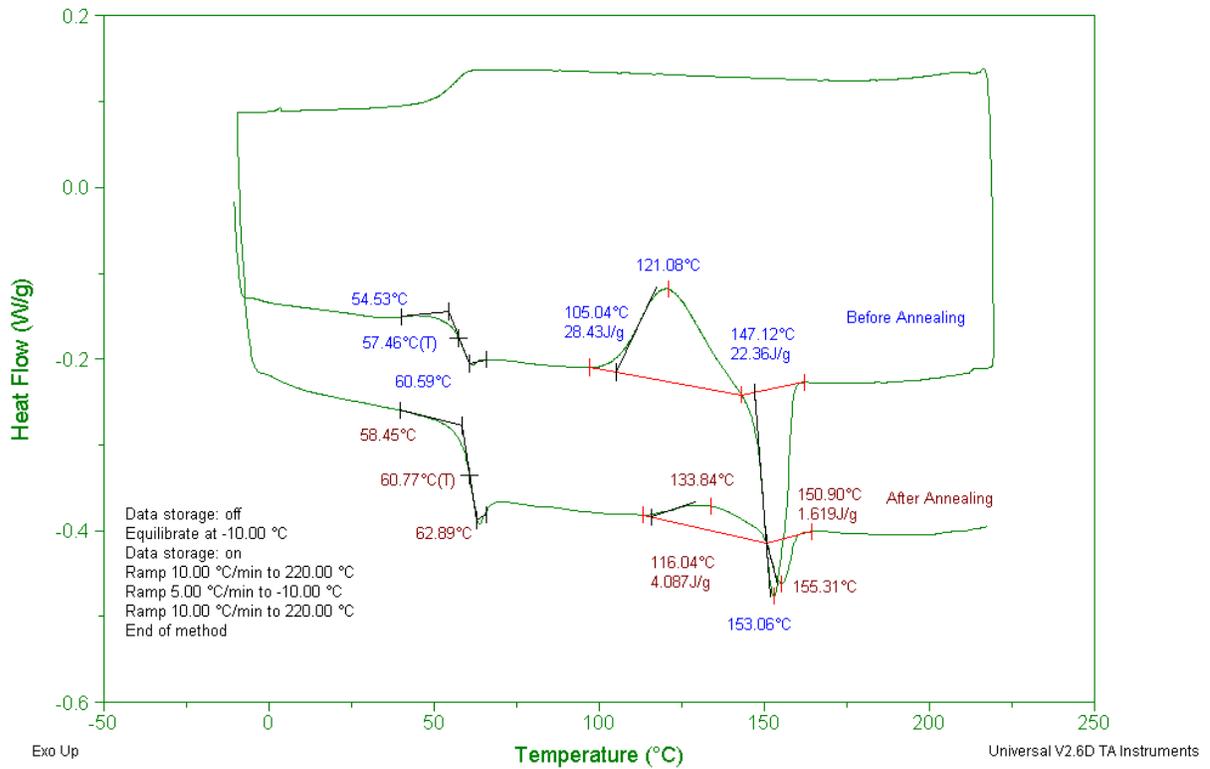
## APÊNDICE 6

### Calorimetria exploratória diferencial (DSC) do poliácido lático D2002 da Cargill NatureWorks

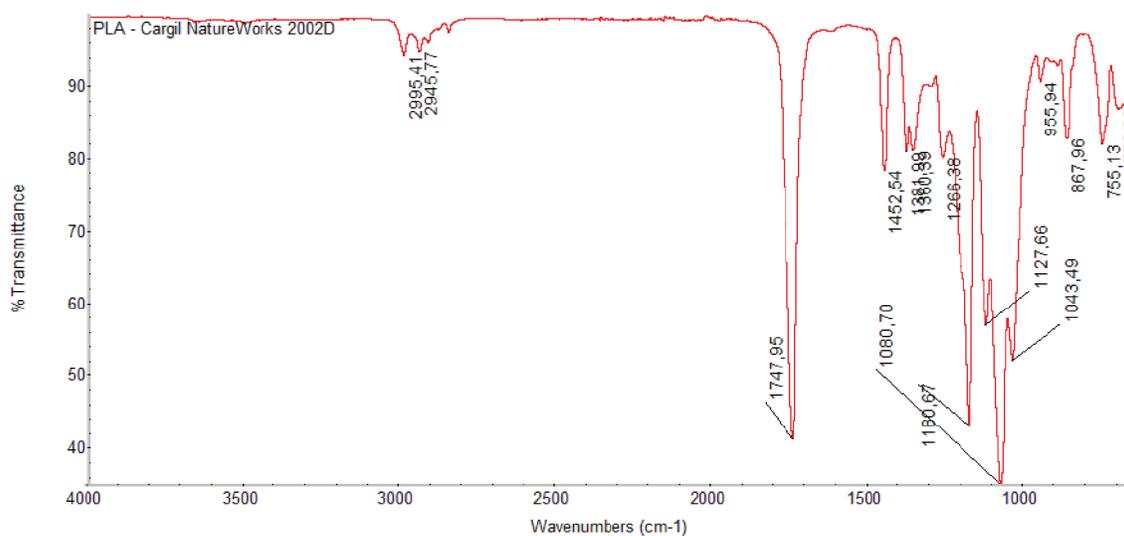
Sample: PLA\_Cargil NatureWorks 2002D  
Size: 12.8000 mg  
Method: PLA  
Comment: PLA\_Cargil NatureWorks 2002D

DSC

File: PLA\_Cargil NatureWorks 2...  
Operator: Alan Passero  
Run Date: 6-May-11 16:50



Análise de Infravermelho (FTIR) por refletância total atenuada (ATR) do poliácido lático D2002 da Cargill NatureWorks



Atribuição	Posição do pico (cm <sup>-1</sup> )	
	Literatura (7)	Amostra Cargill 2002D
Estiramento –CH–	2997 (assimétrico), 2946 (simétrico), 2877	2995, 2945
Estiramento de carbonila –C=O	1748	1748
Flexão –CH <sub>3</sub>	1456	1452
Deformação –CH– (inclui flexão simétrica e assimétrica)	1382, 1365	1382, 1360
Flexão –C=O	1225	1266
Estiramento –CH–	1194, 1130, 1093	1181, 1128, 1081
Flexão –OH	1047	1043
Modos de oscilação –CH <sub>3</sub>	956, 921	956
Estiramento –C–C–	926, 868	868

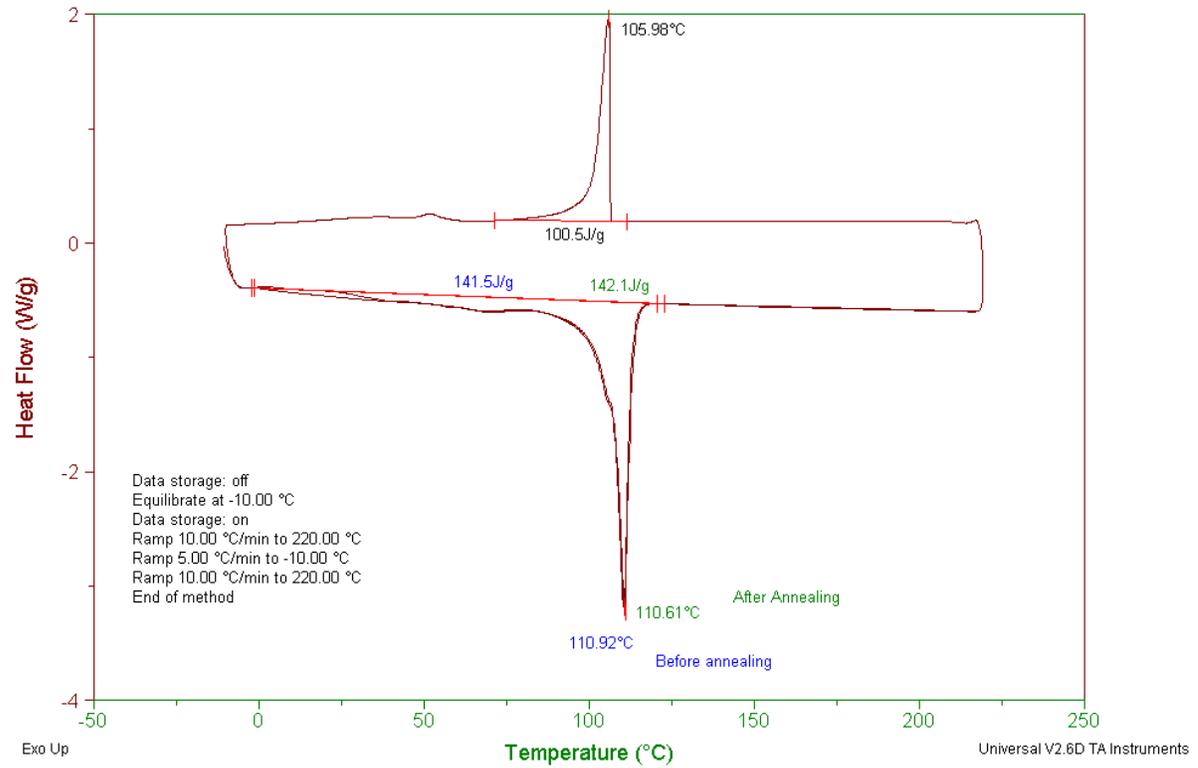
## APÊNDICE 7

### Calorimetria exploratória diferencial (DSC) do modificador térmico (MT) Biomax Thermal 300 da DuPont

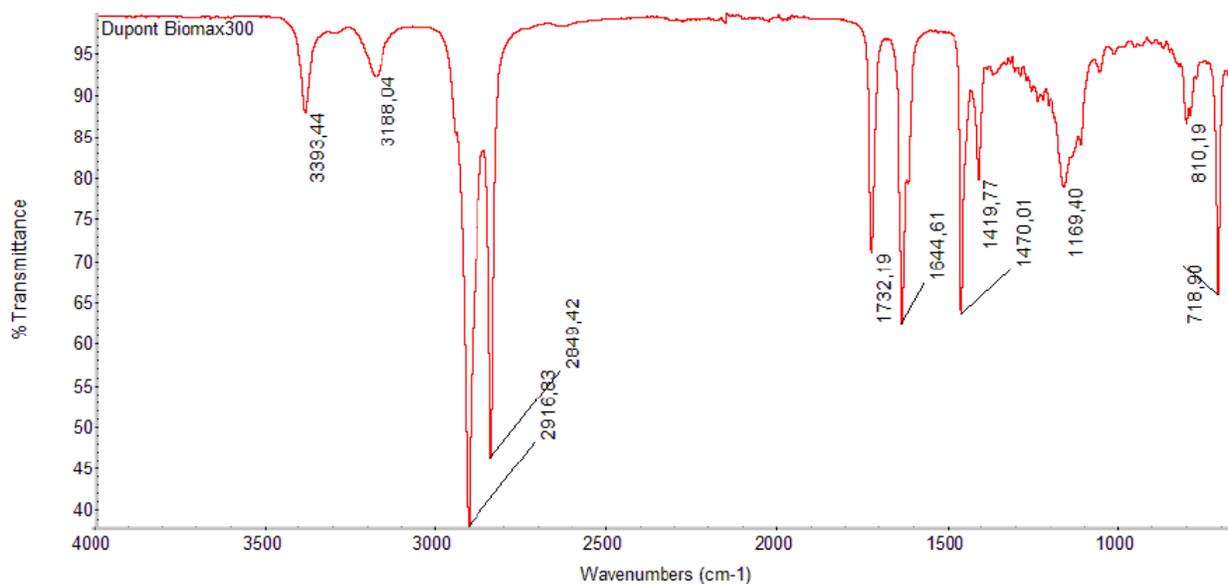
Sample: Dupont\_Biomax300  
Size: 5.7000 mg  
Method: PLA\_SCREENINHG  
Comment: Dupont\_Biomax300

DSC

File: C:\...\Dupont\_Biomax300.001  
Operator: Alan Passero  
Run Date: 10-May-11 12:52



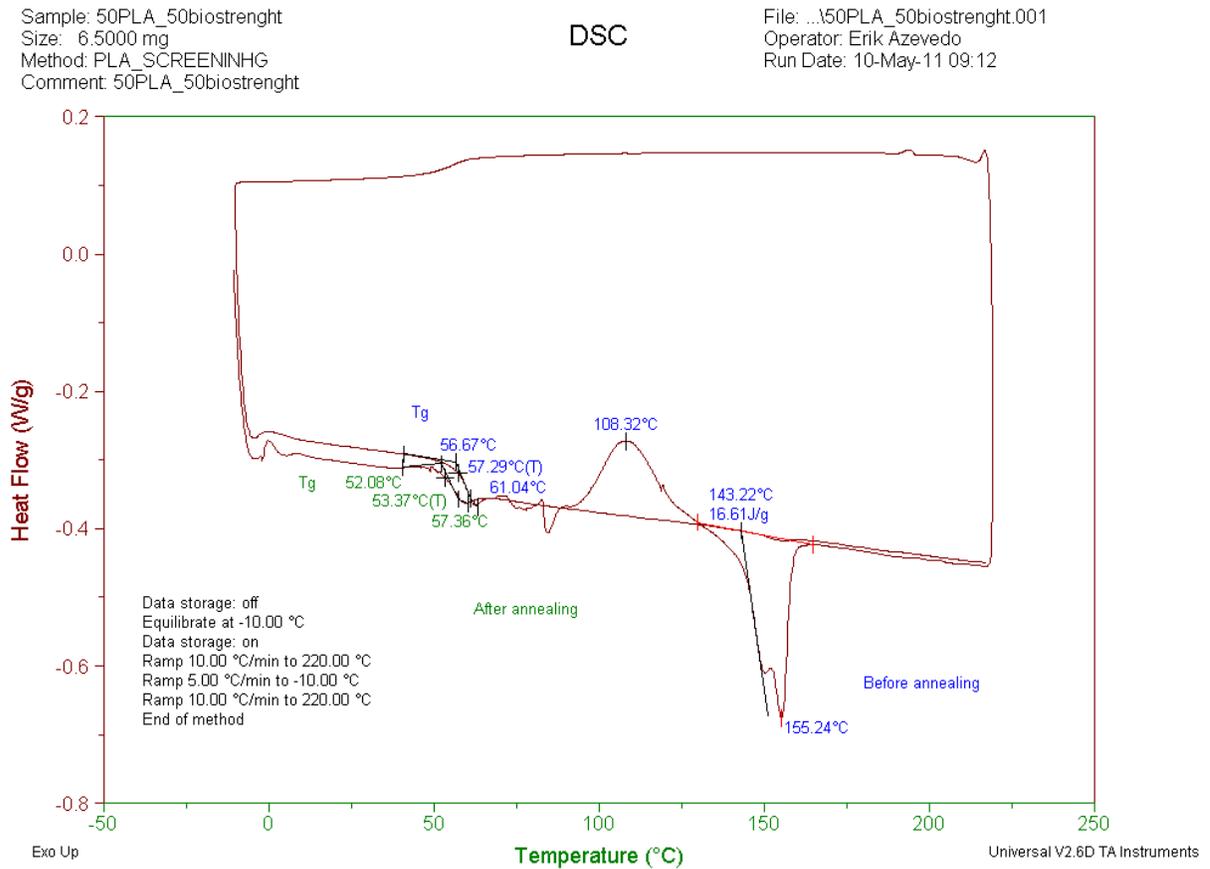
Análise de Infravermelho (FTIR) por refletância total atenuada (ATR) do modificador térmico (MT) Biomax Thermal 300 da DuPont



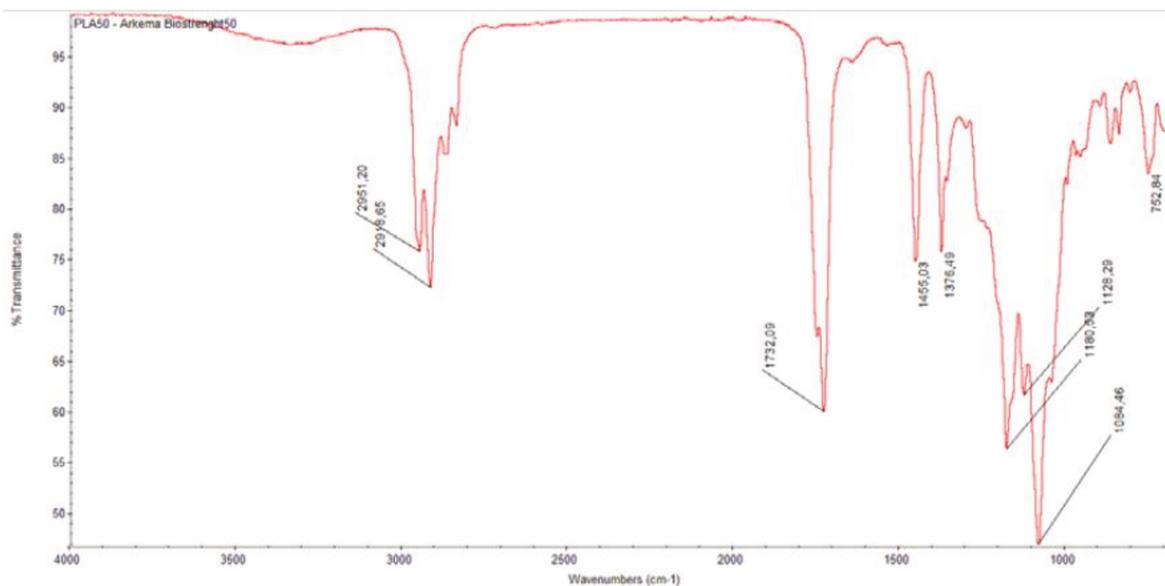
Atribuição	Posição do pico (cm <sup>-1</sup> )
	Biomax Thermal
Estiramento O-H (3200 – 3600)	3393, 3188
Estiramento C-H (2850 – 3000)	2916, 2849
Estiramento C=O (1670 – 1820)	1732
Estiramento C=C (1620 – 1680)	1644
Flexão C-H (1350 – 1480)	1420, 1470
Estiramento C-O (1000 – 1300)	1169
Flexão =C-H (675 – 1000)	810, 719

## APÊNDICE 8

Calorimetria exploratória diferencial (DSC) do modificador de impacto (MI) Biostrength 280 da Arkema, incorporado em poli(ácido lático) 2002D na proporção 1:1



Análise de Infravermelho (FTIR) por refletância total atenuada (ATR) do modificador de impacto (MI) Biostrength 280 da Arkema, incorporado em poli(ácido lático) 2002D na proporção 1:1



Atribuição	Posição do pico (cm <sup>-1</sup> )
	Biostrength 280 da Arkema, incorporado em poli(ácido lático) 2002D na proporção 1:1
Estiramento –CH–	2951, 2949
Estiramento de carbonila –C=O	1732
Flexão –CH <sub>3</sub>	1455
Deformação –CH– (inclui flexão simétrica e assimétrica)	1376
Estiramento –CH–	1181, 1128, 1084

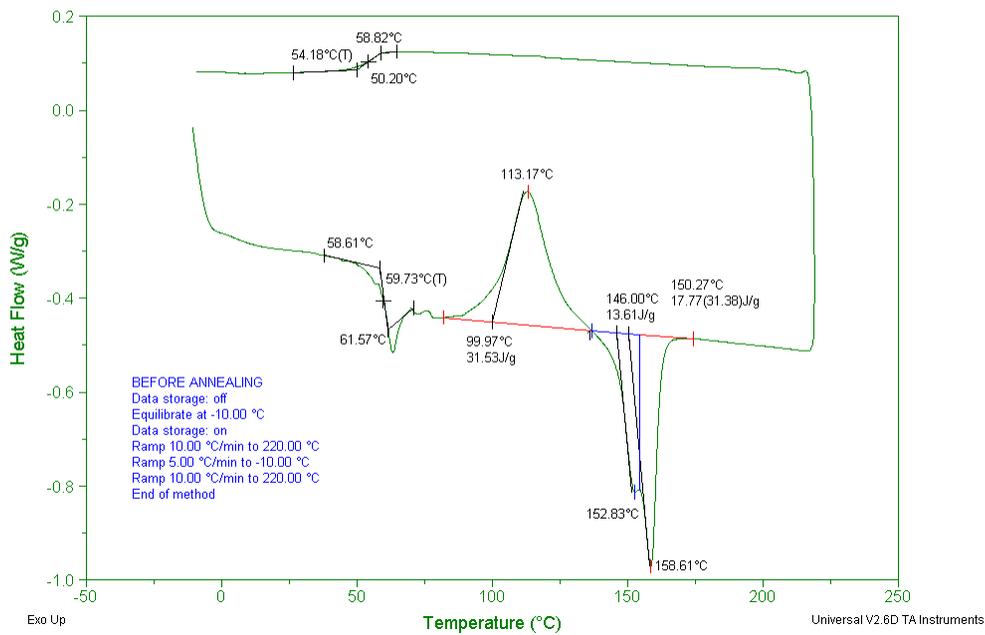
# APÊNDICE 9

## Curvas de DSC – Amostra 1

Sample: PLA\_0.5%BS  
Size: 4.6000 mg  
Method: PLA\_SCREENINHG  
Comment: PLA\_0.5%BS

DSC

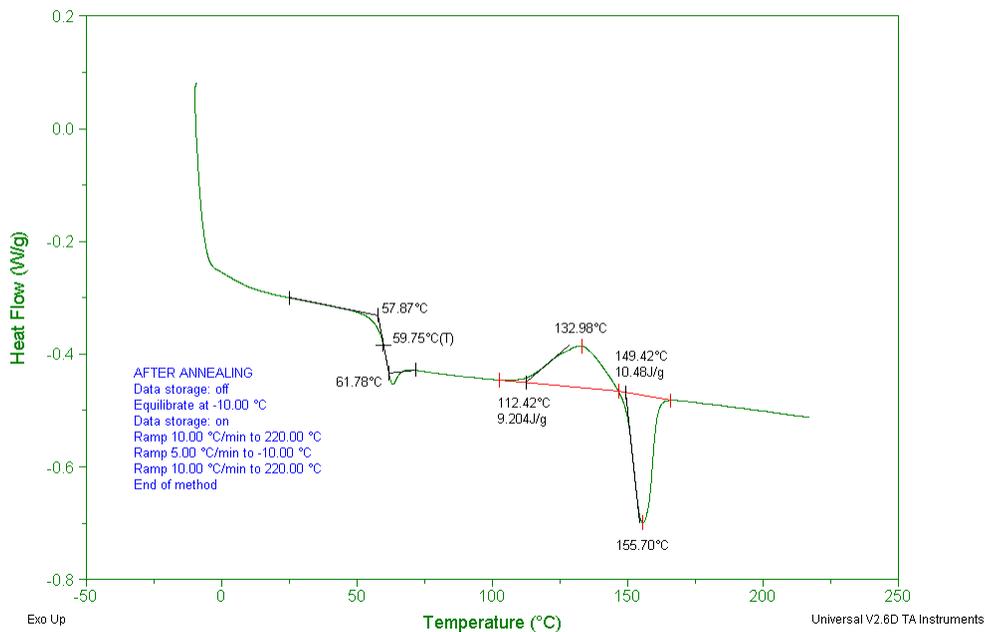
File: C:\...PLA\_am-1.001  
Operator: Renato Pereira  
Run Date: 20-Dec-11 18:59



Sample: PLA\_0.5%BS  
Size: 4.6000 mg  
Method: PLA\_SCREENINHG  
Comment: PLA\_0.5%BS

DSC

File: C:\...PLA\_am-1.001  
Operator: Renato Pereira  
Run Date: 20-Dec-11 18:59

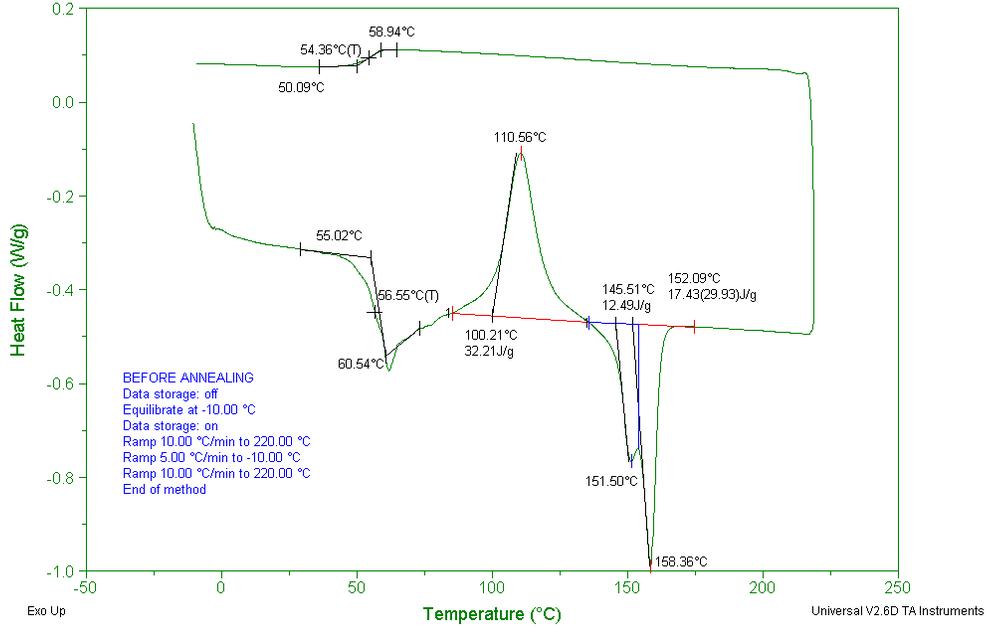


## Curvas de DSC – Amostra 2

Sample: PLA\_AM-2  
 Size: 4.5000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-2

DSC

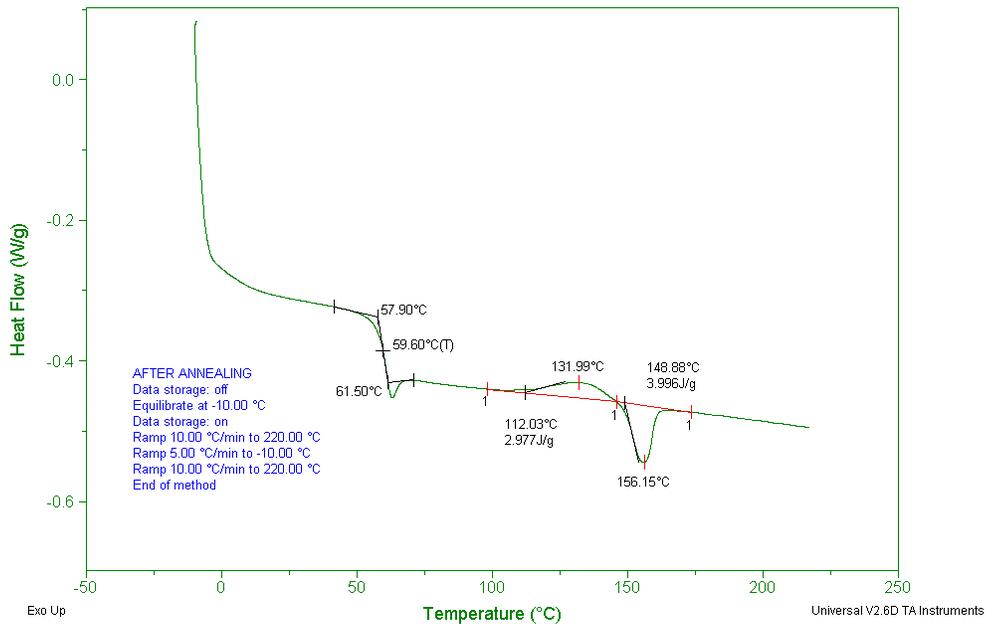
File: C:\...PLA\_am-2.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 21-Dec-11 11:37



Sample: PLA\_AM-2  
 Size: 4.5000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-2

DSC

File: C:\...PLA\_am-2.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 21-Dec-11 11:37

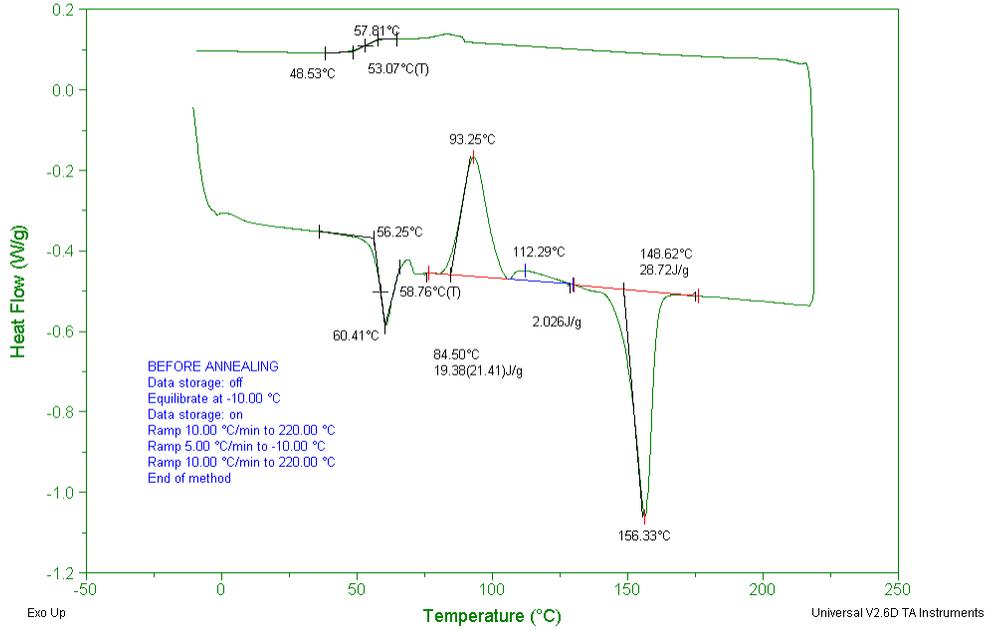


# Curvas de DSC – Amostra 3

Sample: PLA\_AM-3  
 Size: 4.4000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-3

DSC

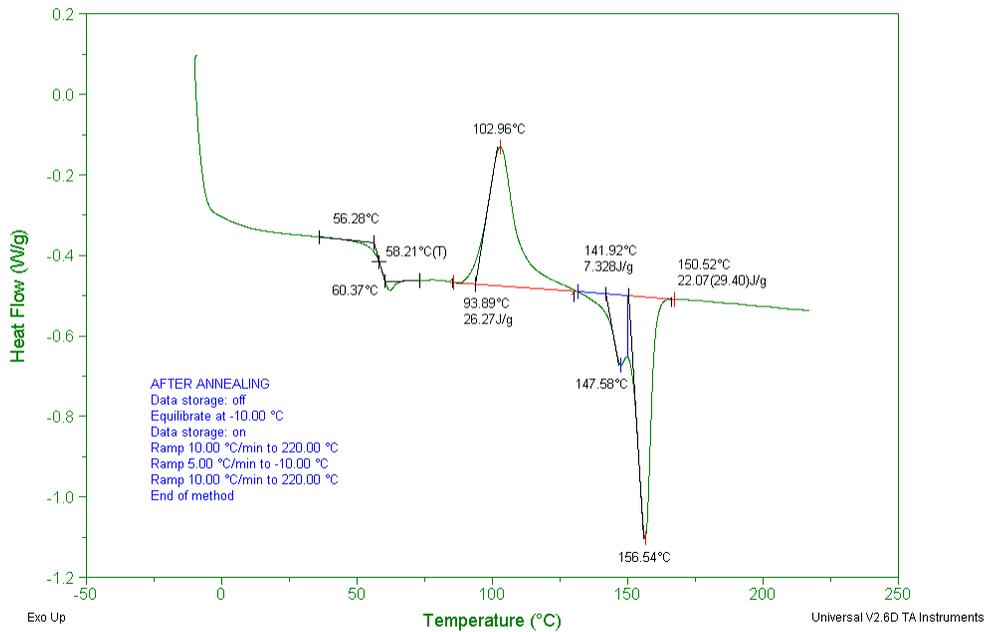
File: C:\...PLA\_am-3.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 21-Dec-11 17:02



Sample: PLA\_AM-3  
 Size: 4.4000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-3

DSC

File: C:\...PLA\_am-3.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 21-Dec-11 17:02

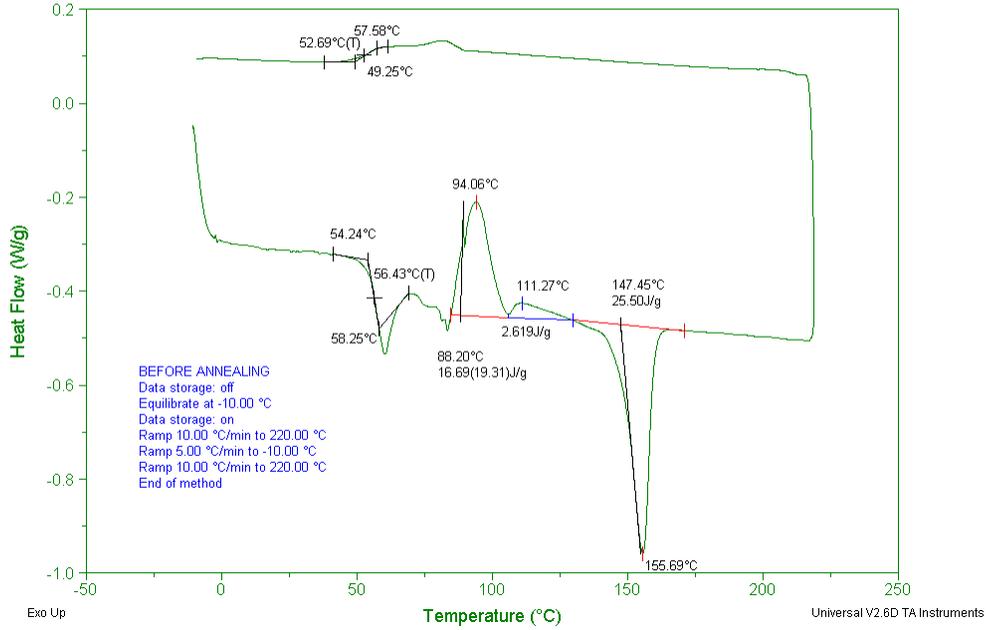


# Curvas de DSC – Amostra 4

Sample: PLA\_AM-4  
 Size: 4.6000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-4

DSC

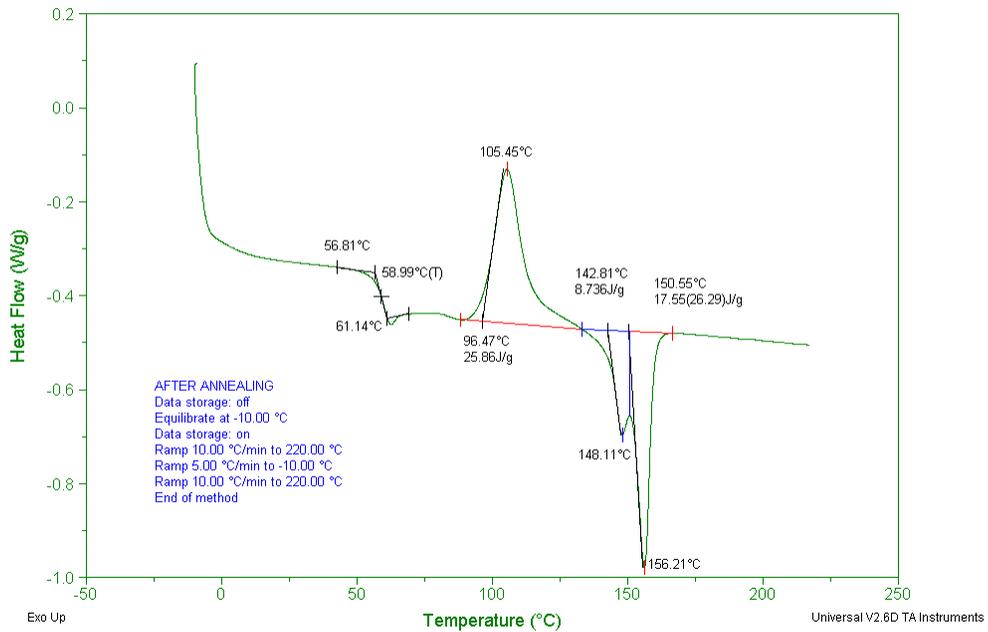
File: C:\...PLA\_am-4.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 21-Dec-11 19:24



Sample: PLA\_AM-4  
 Size: 4.6000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-4

DSC

File: C:\...PLA\_am-4.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 21-Dec-11 19:24

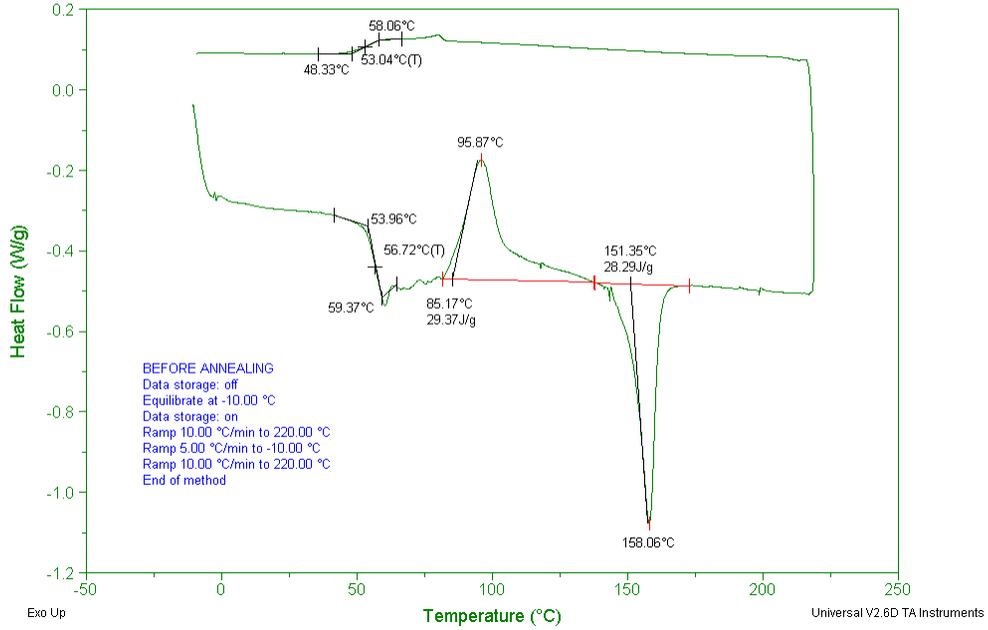


# Curvas de DSC – Amostra 5

Sample: PLA\_AM-5  
 Size: 4.5000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-5

DSC

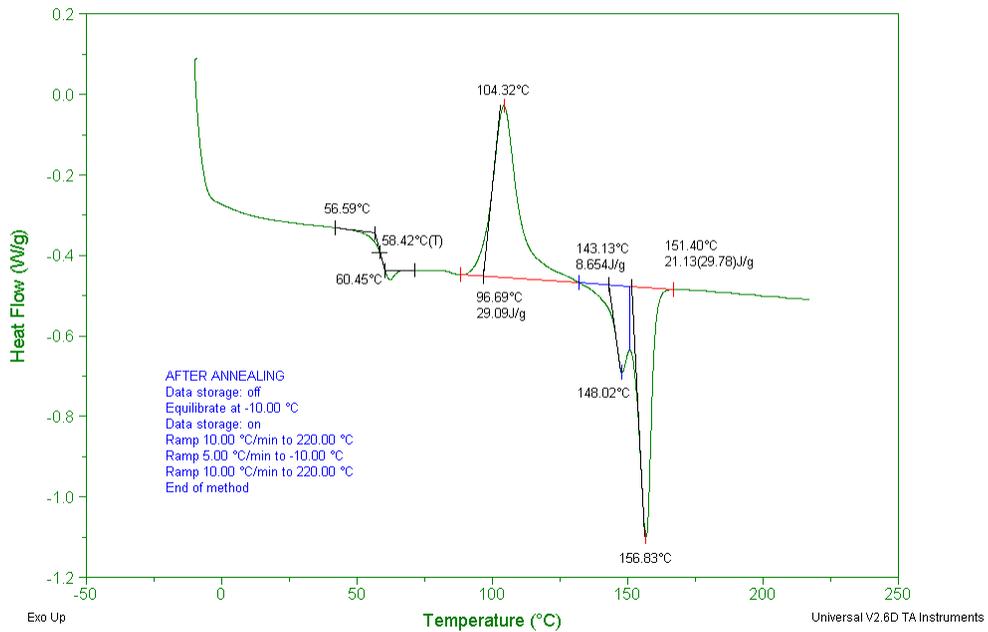
File: C:\...PLA\_am-5.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 22-Dec-11 13:17



Sample: PLA\_AM-5  
 Size: 4.5000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-5

DSC

File: C:\...PLA\_am-5.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 22-Dec-11 13:17

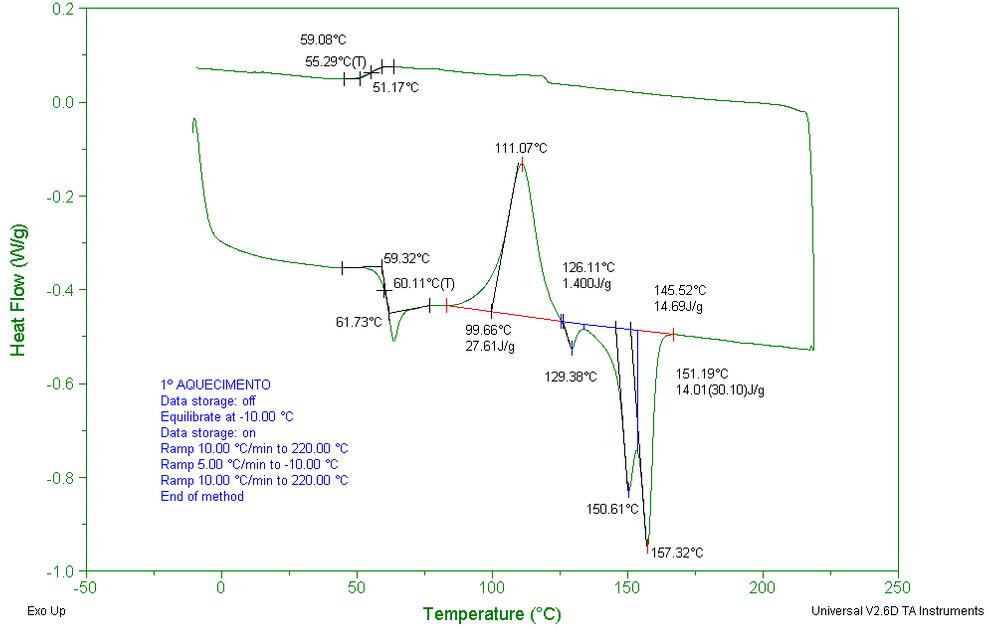


# Curvas de DSC – Amostra 6

Sample: PLA Teste #6SR  
 Size: 2.8000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #6SR

DSC

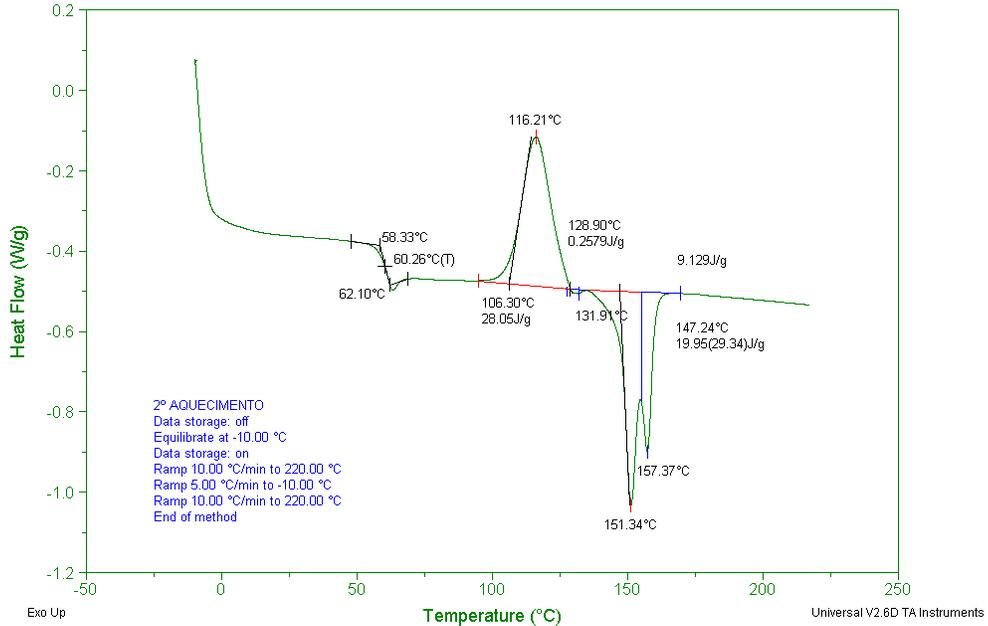
File: C:\...PLA Teste #6SR.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 27-Jan-12 16:40



Sample: PLA Teste #6SR  
 Size: 2.8000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #6SR

DSC

File: C:\...PLA Teste #6SR.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 27-Jan-12 16:40

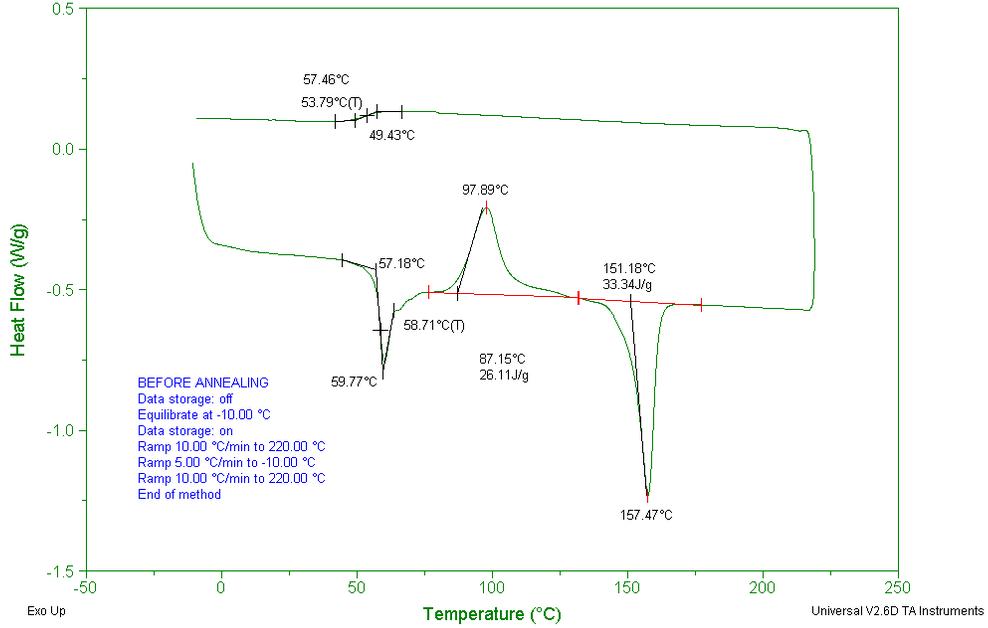


## Curvas de DSC – Amostra 7

Sample: PLA\_AM-7  
 Size: 4.4000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-7

DSC

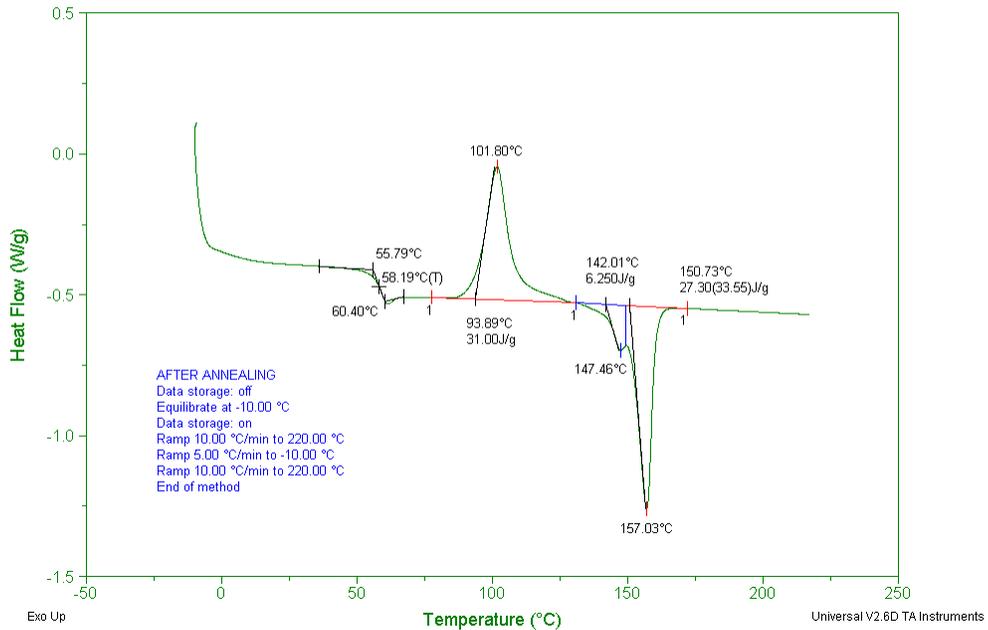
File: C:\...PLA\_am-7.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 6-Jan-12 16:43



Sample: PLA\_AM-7  
 Size: 4.4000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-7

DSC

File: C:\...PLA\_am-7.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 6-Jan-12 16:43

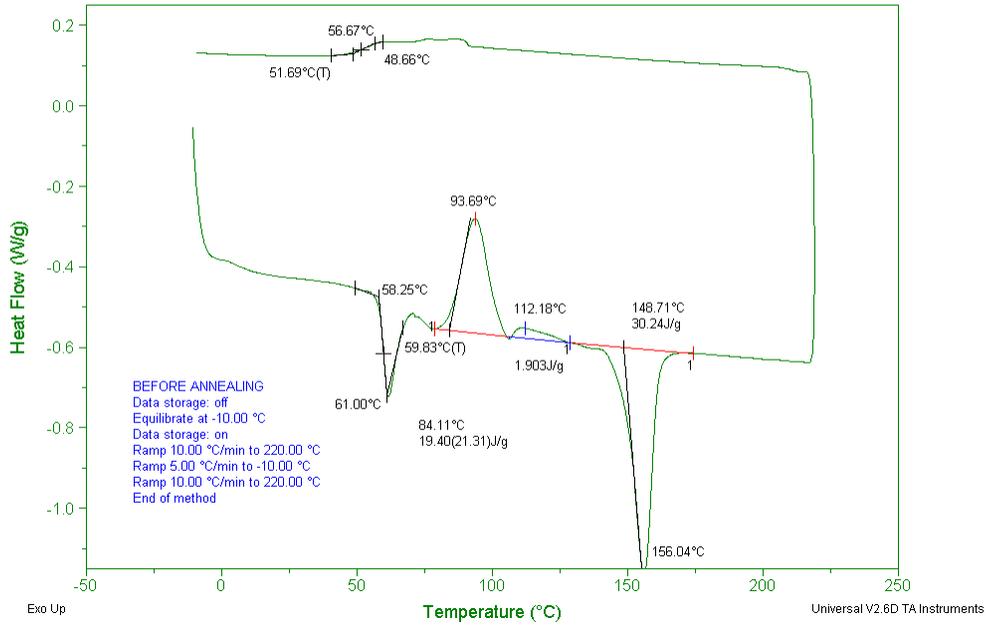


## Curvas de DSC – Amostra 8

Sample: PLA\_AM-8  
 Size: 4.6000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-8

DSC

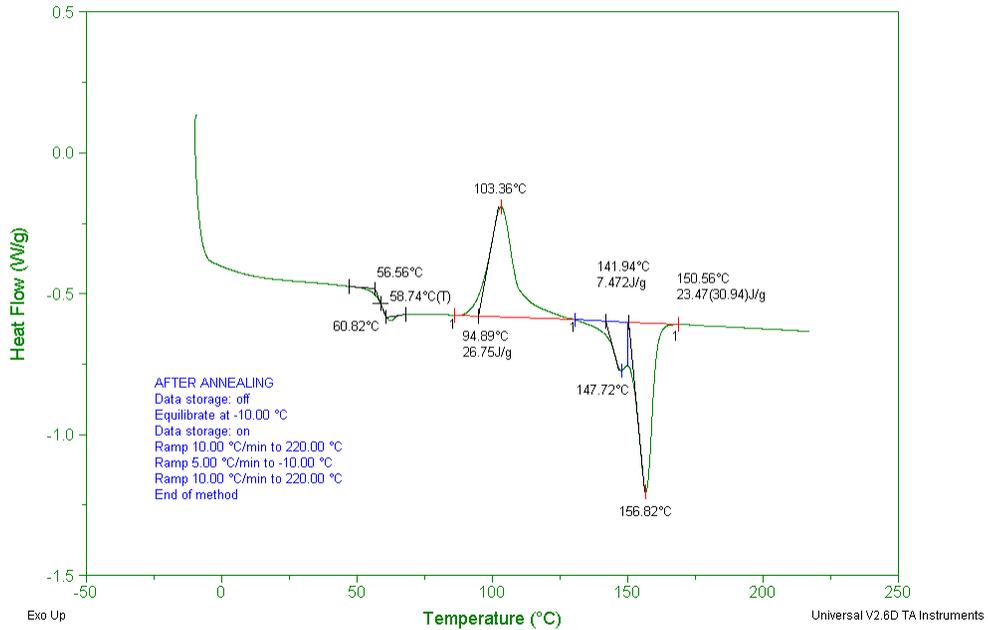
File: C:\...PLA\_am-8.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 6-Jan-12 19:02



Sample: PLA\_AM-8  
 Size: 4.6000 mg  
 Method: PLA\_SCREENINHG  
 Comment: PLA\_AM-8

DSC

File: C:\...PLA\_am-8.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 6-Jan-12 19:02

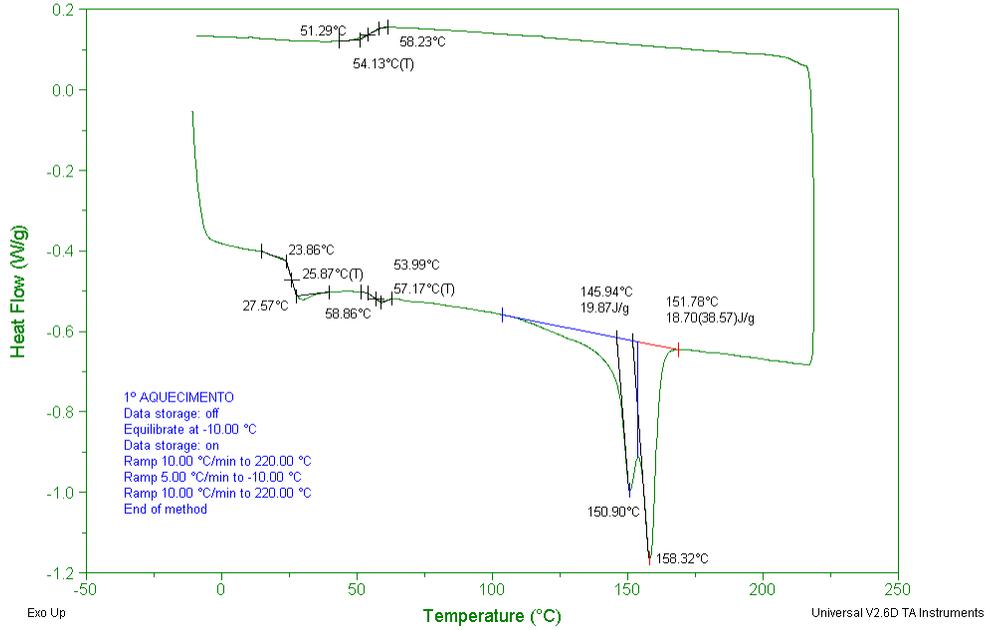


## Curvas de DSC – Amostra 1 após tratamento de recozimento

Sample: PLA Teste #1  
 Size: 4.7000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #1

DSC

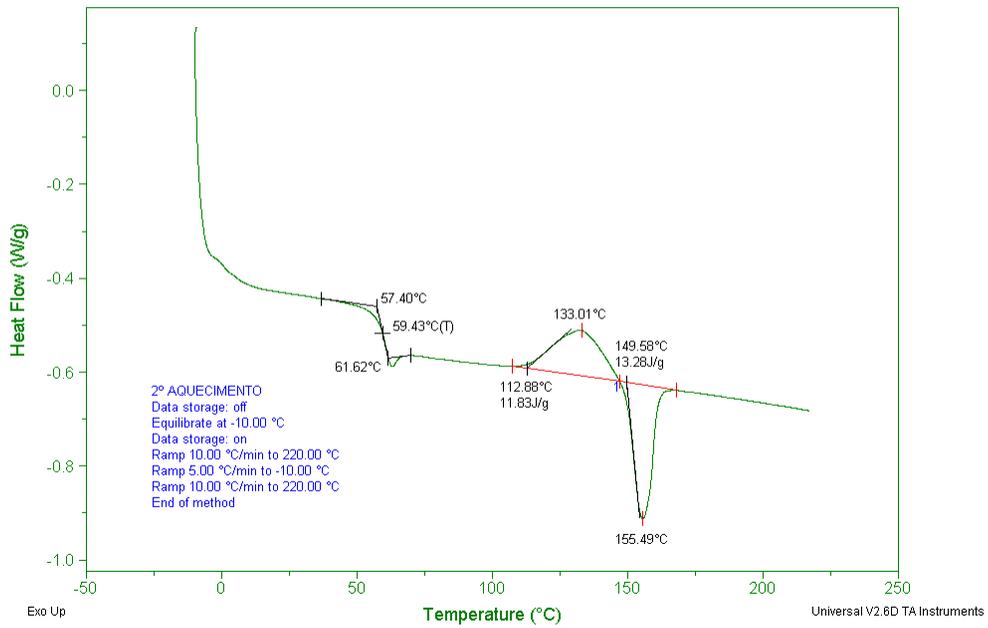
File: C:\...PLA Teste #1.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 24-Jan-12 12:06



Sample: PLA Teste #1  
 Size: 4.7000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #1

DSC

File: C:\...PLA Teste #1.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 24-Jan-12 12:06

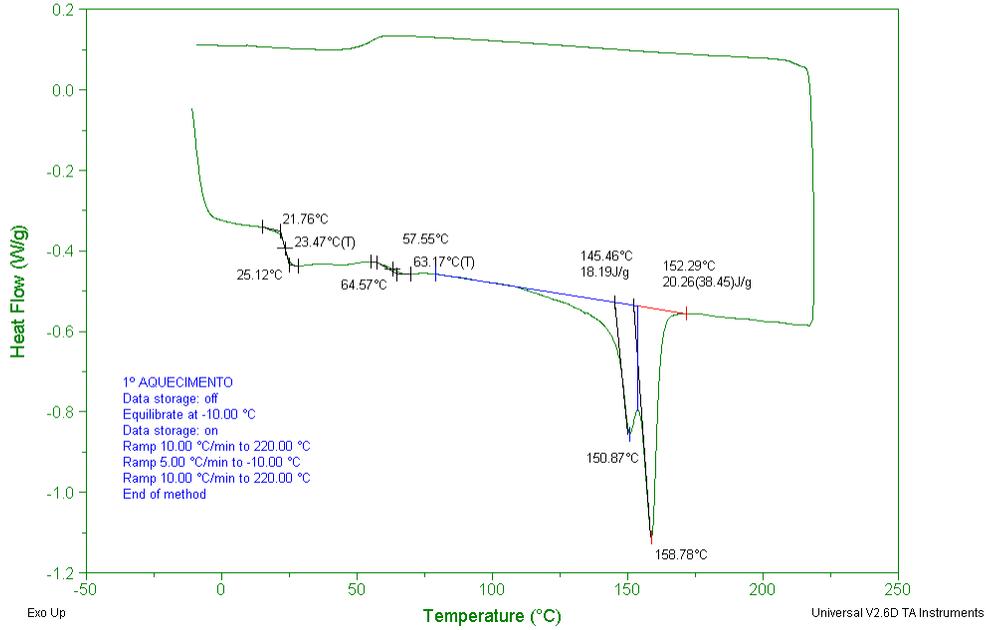


## Curvas de DSC – Amostra 2 após tratamento de recozimento

Sample: PLA Teste #2  
 Size: 4.9000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #2

DSC

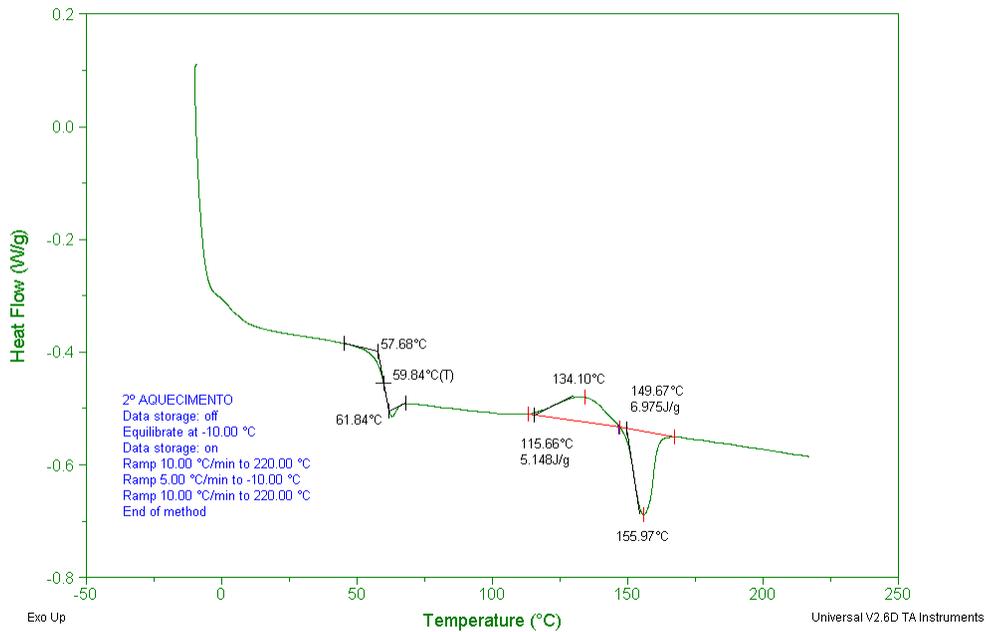
File: C:\...PLA Teste #2.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 25-Jan-12 11:23



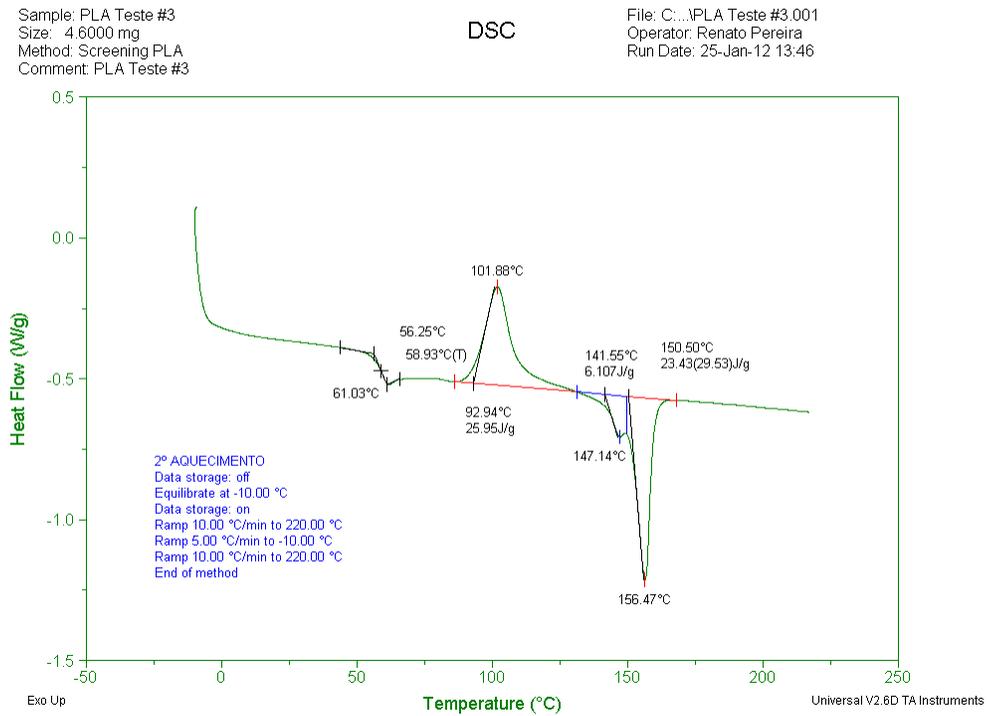
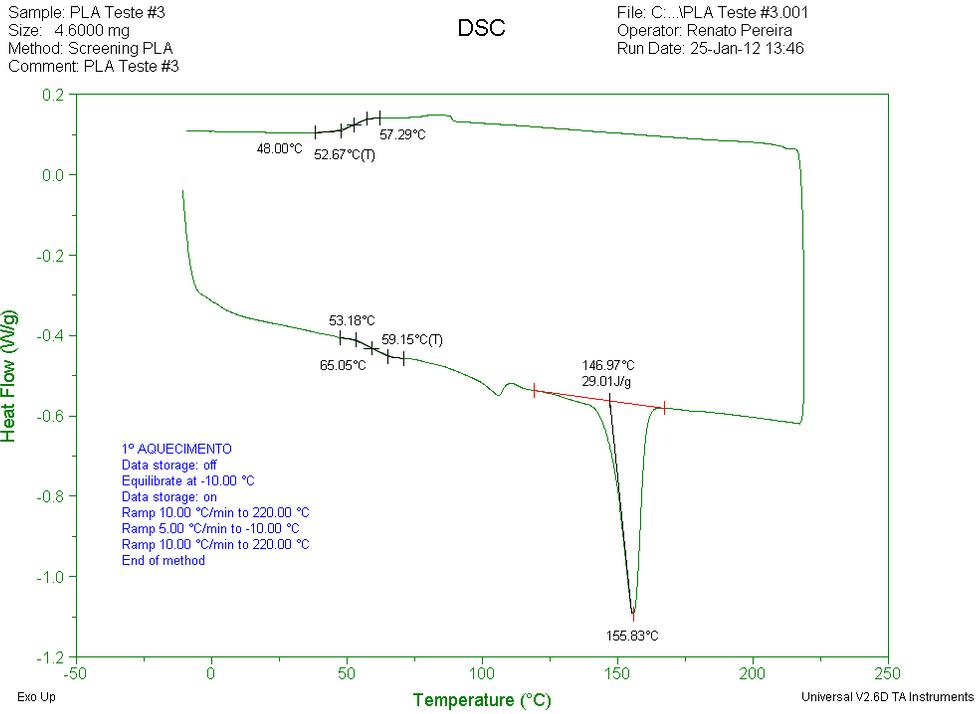
Sample: PLA Teste #2  
 Size: 4.9000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #2

DSC

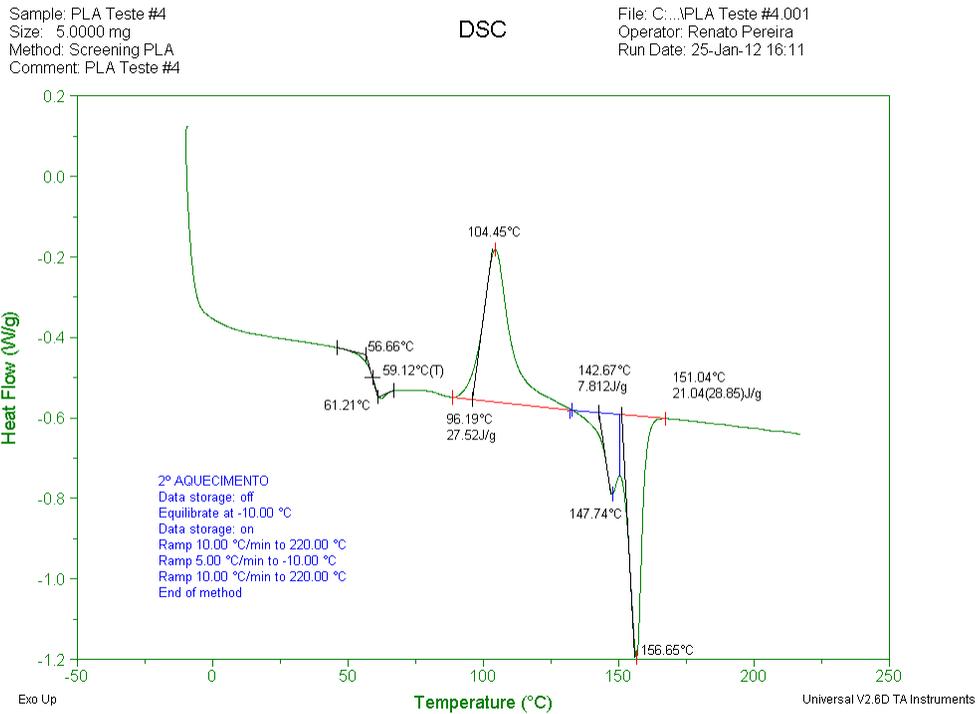
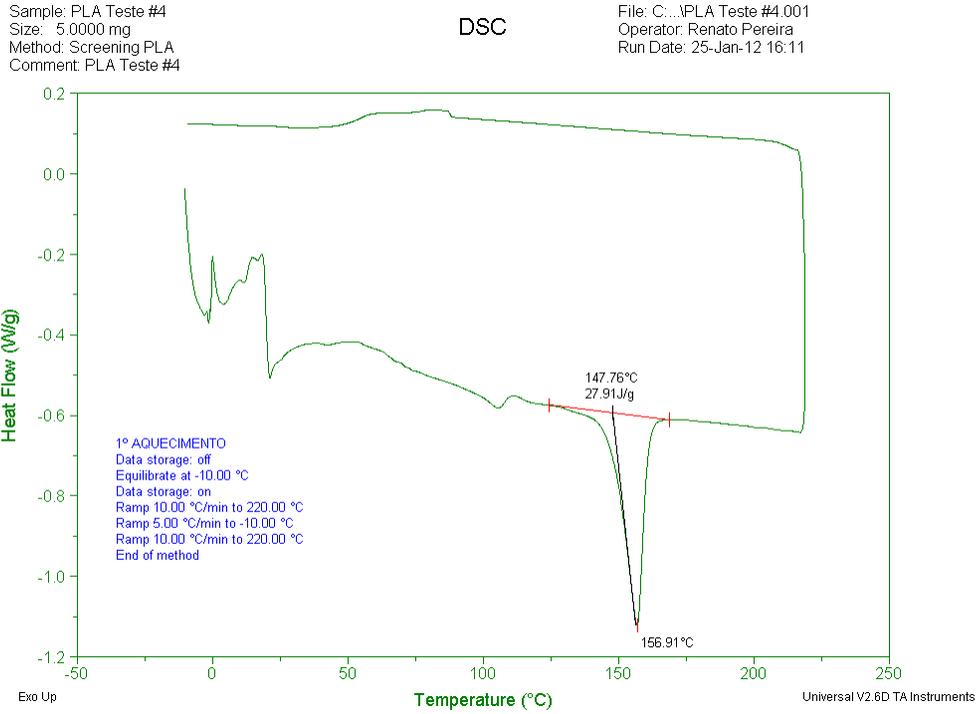
File: C:\...PLA Teste #2.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 25-Jan-12 11:23



## Curvas de DSC – Amostra 3 após tratamento de recozimento



## Curvas de DSC – Amostra 4 após tratamento de recozimento

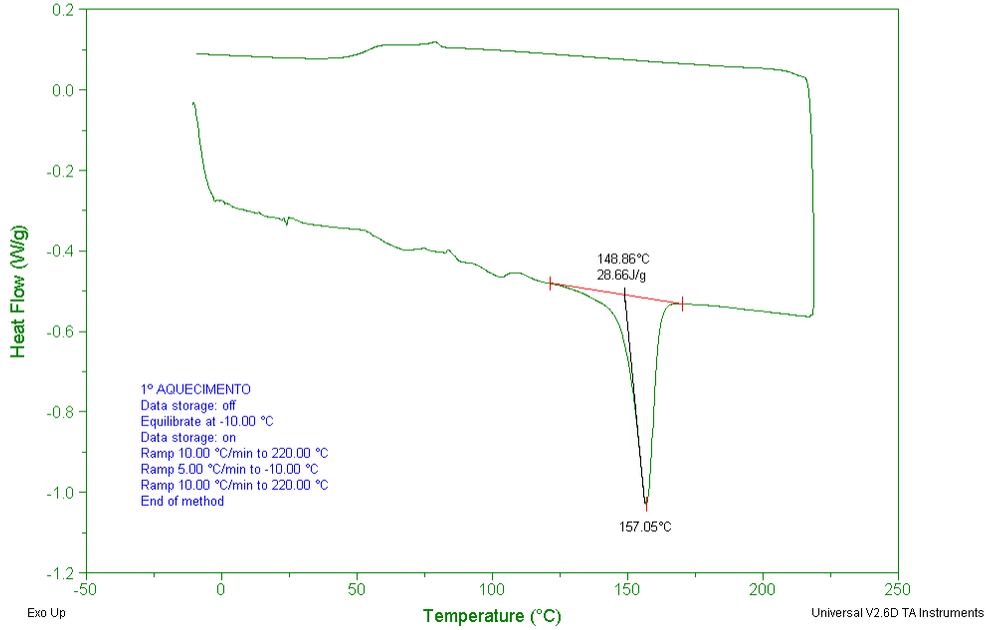


## Curvas de DSC – Amostra 5 após tratamento de recozimento

Sample: PLA Teste #5  
 Size: 4.7000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #5

DSC

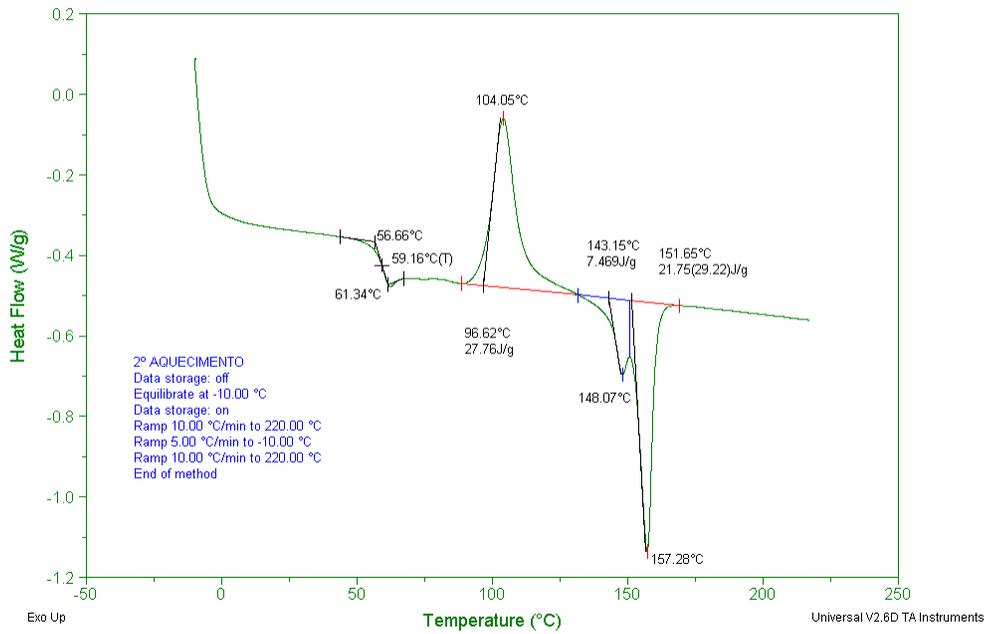
File: C:\...PLA Teste #5.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 26-Jan-12 11:33



Sample: PLA Teste #5  
 Size: 4.7000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #5

DSC

File: C:\...PLA Teste #5.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 26-Jan-12 11:33

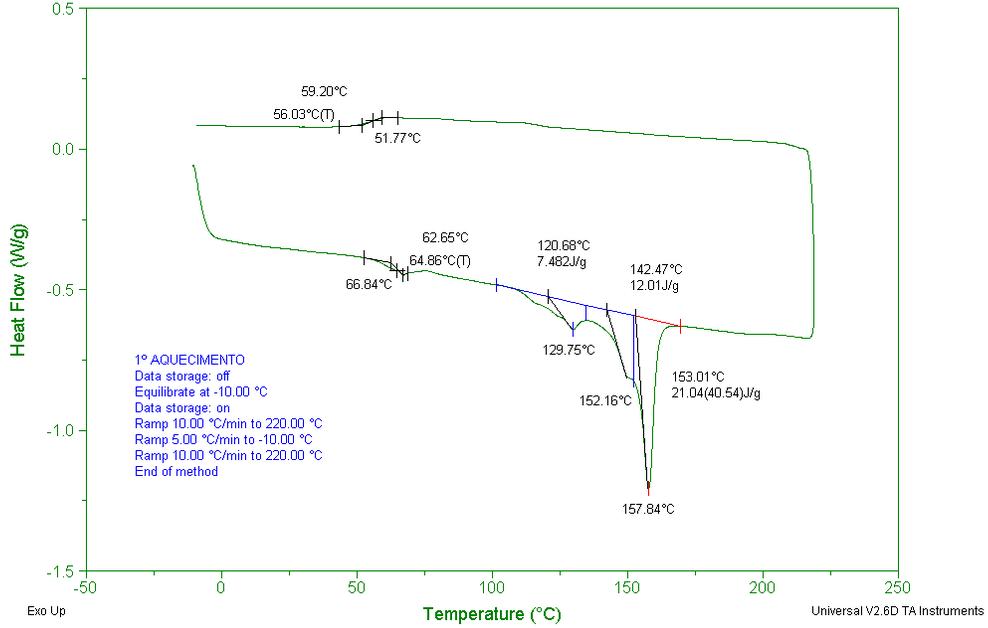


## Curvas de DSC – Amostra 6 após tratamento de recozimento

Sample: PLA Teste #6b  
 Size: 3.3000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #6b

DSC

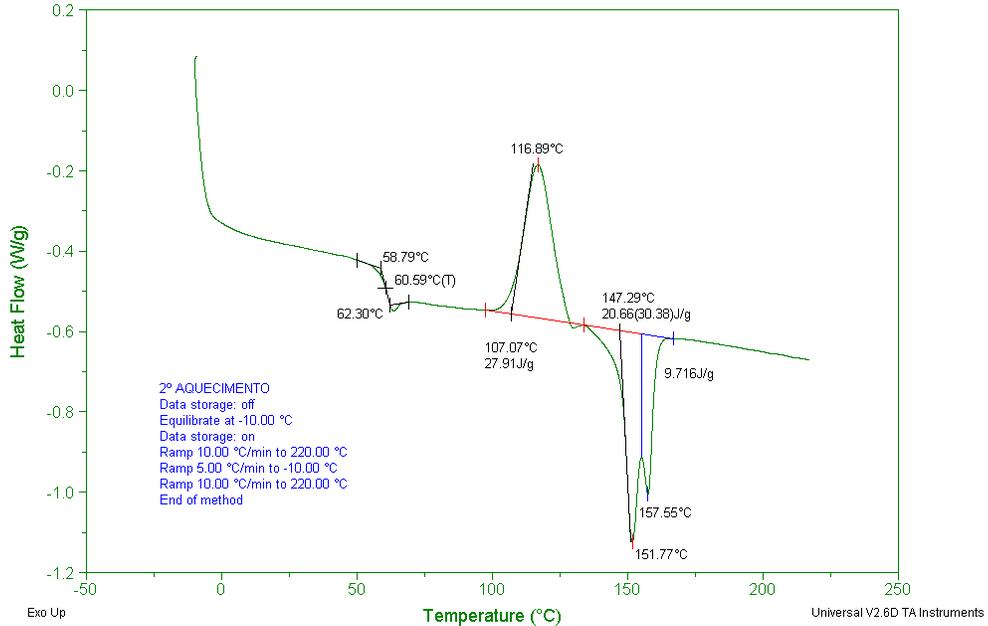
File: C:\...PLA Teste #6b.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 26-Jan-12 17:34



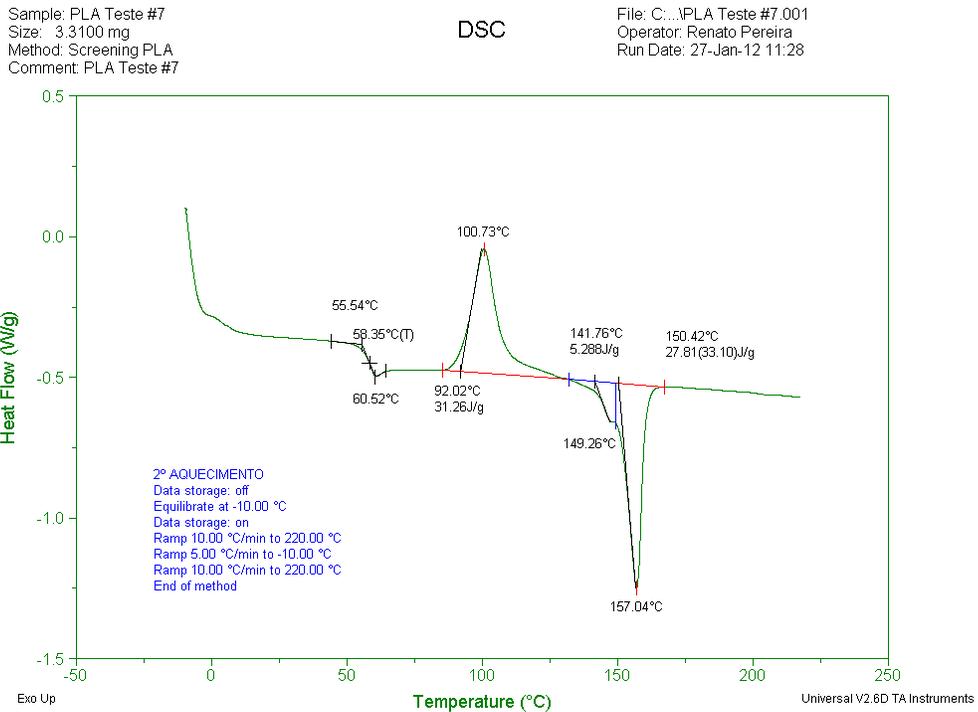
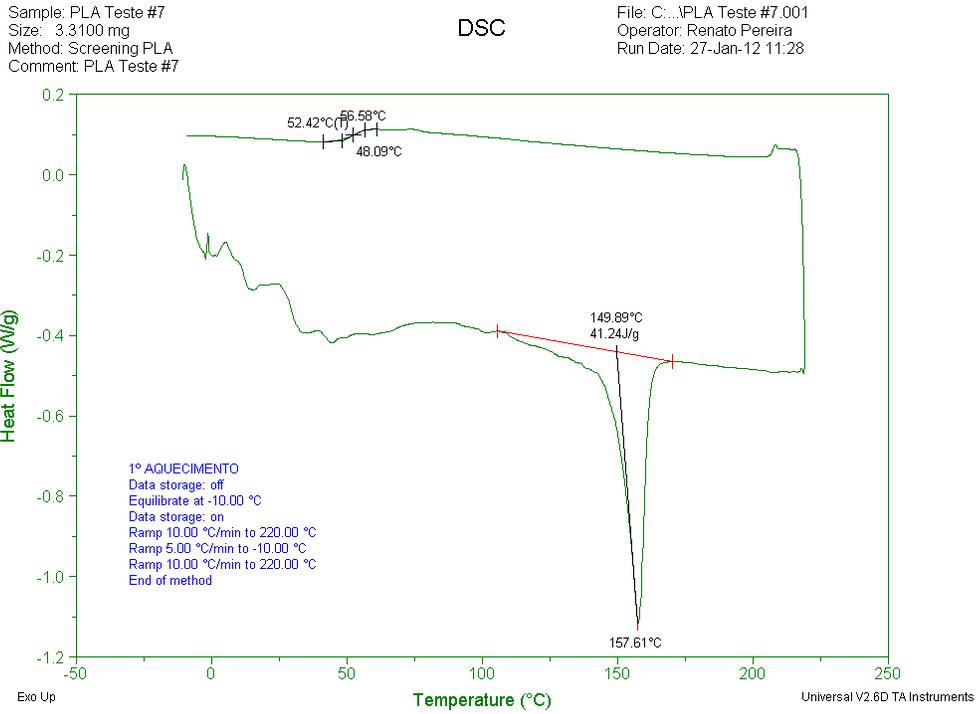
Sample: PLA Teste #6  
 Size: 3.3000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #6

DSC

File: C:\...PLA Teste #6b.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 26-Jan-12 17:34



## Curvas de DSC – Amostra 7 após tratamento de recozimento

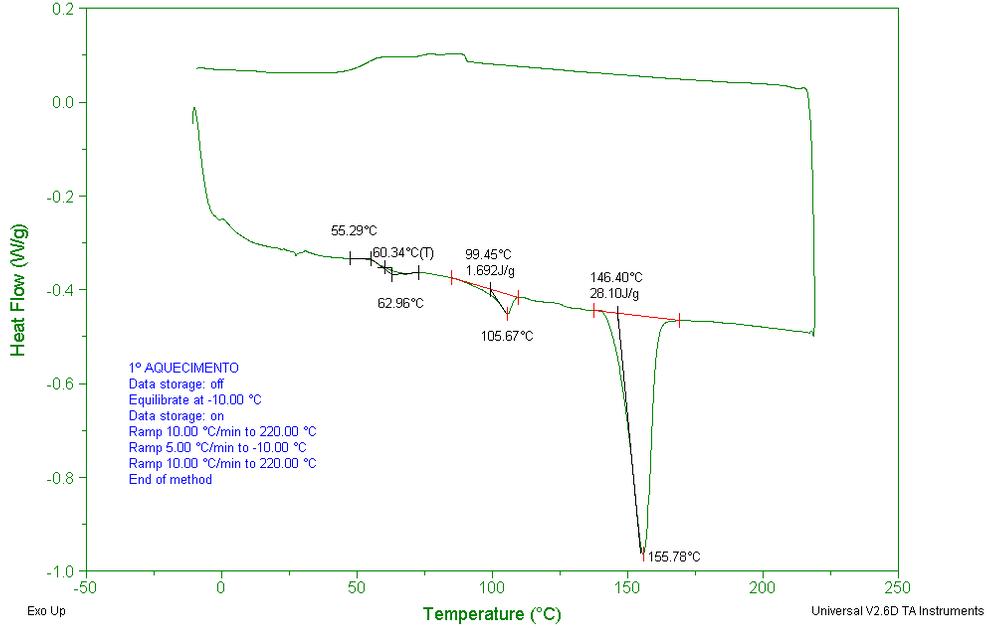


## Curvas de DSC – Amostra 8 após tratamento de recozimento

Sample: PLA Teste #8  
 Size: 3.7000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #8

DSC

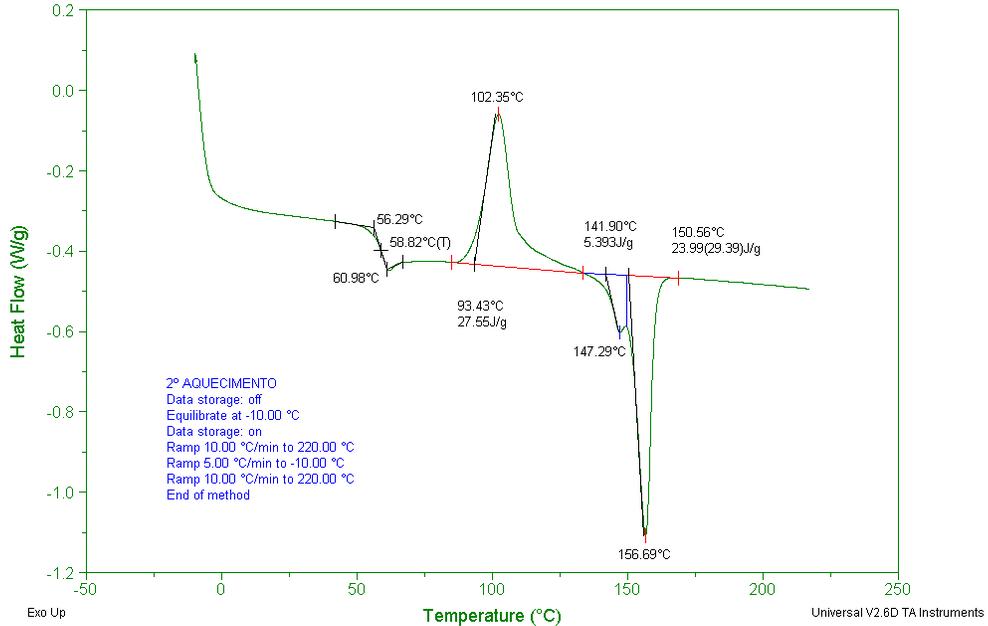
File: C:\...PLA Teste #8.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 27-Jan-12 13:26



Sample: PLA Teste #8  
 Size: 3.7000 mg  
 Method: Screening PLA  
 Comment: PLA Teste #8

DSC

File: C:\...PLA Teste #8.001  
 Operator: Renato Pereira  
 Run Date: 27-Jan-12 13:26



## APÊNDICE 10

Análises originais de HDT, Vicat e curvas originais do Módulo de elasticidade (E), da Resistência à tração ( $\tau$ ) e Alongamento na força máxima ( $\epsilon$ ) antes do tratamento de recozimento



**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 1 - PLA + 100 g Aditivo Biostrenght  
**SEQUENCIAL** 1077/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1077-002/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 13/06/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 21/06/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	15/06/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx. = 65,33 ± 0,4370 Def. Esp. F. Máx. = 4,169 ± 0,2461 Mód.Elast= 2589 ± 46,38
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	16/06/11	°C	47,2 ± 0,6 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	15/06/11	°C	59,3 ± 1,0 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos - Anexo 04 (Tração), Anexo 05 (HDT) e Anexo 06 (Vicat).

  
Kleber Augusto Zotovici

Coordenador do Laboratório

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

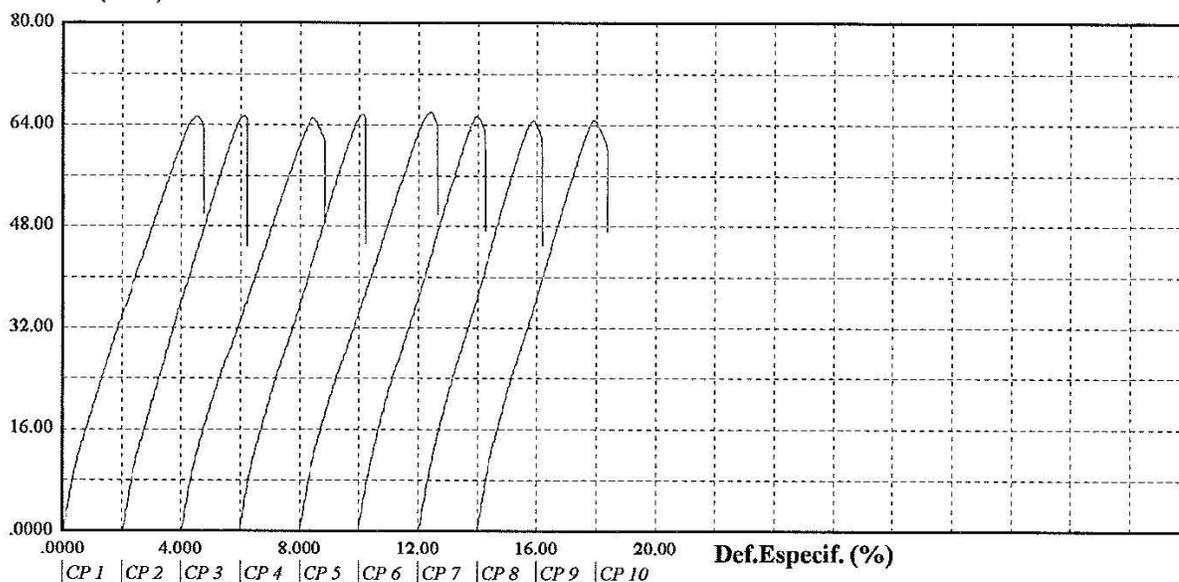
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **15/06/11**    Hora: **11:26:38**    Trabalho n° **2749**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: > Sequencial: **1077/11 (1077-002/11)**    Material: **Fórmula 1- PLA + 100g Aditivo Biostrenght**    Código: -----

Parâmetro >> Evento >> Unidade >>	Tensão Força Max. (MPa)	Tensão Ruptura (MPa)	Def.Especif. Força Max. (%)	Def.Especif. Ruptura (%)	Mod.Elástico. (MPa)
CP 1	65.37	63.98	4.515	4.746	2581
CP 2	65.49	65.03	4.092	4.208	2545
CP 3	65.07	62.26	4.419	4.803	2576
CP 4	65.66	65.11	4.112	4.227	2635
CP 5	66.08	63.94	4.419	4.650	2508
CP 6	65.41	63.27	3.958	4.227	2611
CP 7	64.74	62.14	3.900	4.169	2607
CP 8	64.86	60.88	3.939	4.361	2648
Número CPs	8	8	8	8	8
Média	65.33	63.33	4.169	4.424	2589
Mediana	65.39	63.61	4.102	4.294	2594
Desv.Padrão	.4370	1.484	.2461	.2650	46.38
Coef.Var.(%)	.6689	2.344	5.901	5.990	1.791
Mínimo	64.74	60.88	3.900	4.169	2508
Máximo	66.08	65.11	4.515	4.803	2648

**Tensão (MPa)**



**Observação: Velocidade de ensaio 50mm/min. □ □**

Anexo <b>04</b>	N° Sequencial <b>1077/11</b>	Aprovado	Data <b>21.06.11</b>
-----------------	------------------------------	----------	----------------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-002/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	FORM.1	FORM.1	FORM.1
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.270	13.270	13.270
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	708	708	708
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	46.6	47.8	47.2
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Thu 16/06/2011 10:20 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 05	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

⌘

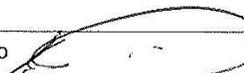
TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 250.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-002/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	FORM.1	FORM.1	FORM.1
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	58.3	59.4	60.3
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

⌘Wed 15/06/2011 10:37 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 06	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 2 - PLA + 300 g Aditivo Biostrenght  
**SEQUENCIAL** 1077/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1077-003/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Indústrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 13/06/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 21/06/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	15/06/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx. = 64,40 ± 1,225 Def. Esp. F. Máx. = 4,412 ± 0,2280 Mód. Elast = 2551 ± 59,26
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	16/06/11	°C	47,4 ± 0,8 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	15/06/11	°C	58,4 ± 0,0 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos - Anexo 07 (Tração), Anexo 08 (HDT) e Anexo 09 (Vicat).

  
Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

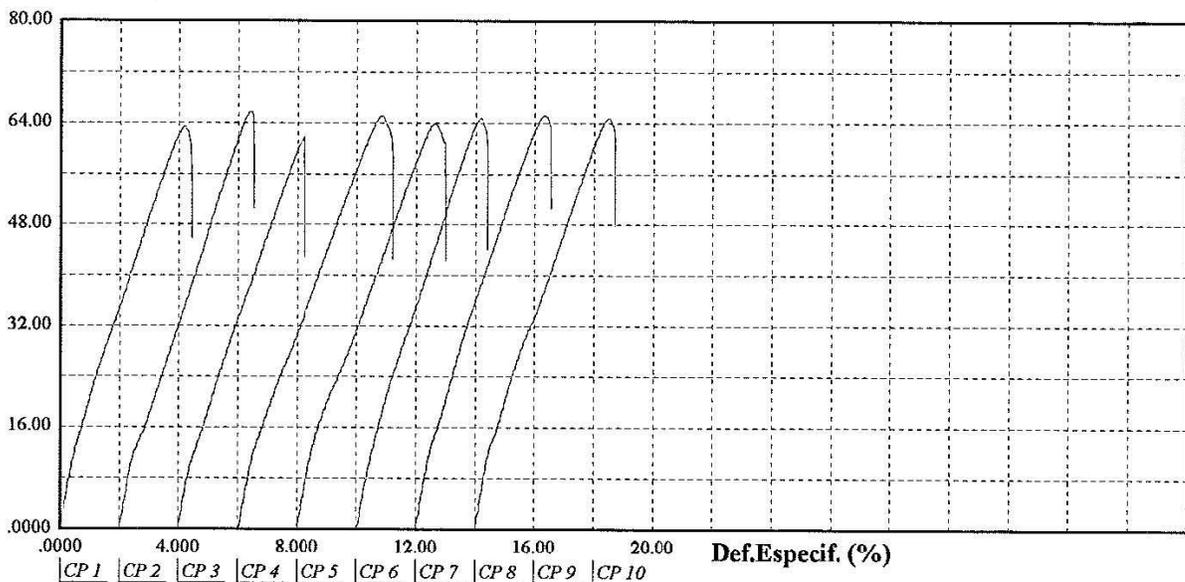
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **15/06/11**    Hora: **14:45:36**    Trabalho n° **2750**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: > Sequencial: **1077/11 (1077-003/11)**    Material: **Fórmula 1- PLA + 300g Aditivo Biostrenght**    Código: -----

Parâmetro >>	Tensão	Tensão	Def.Especif.	Def.Especif.	Mod.Elástico.
Evento >>	Força Max.	Ruptura	Força Max.	Ruptura	
Unidade >>	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP 1	63.48	60.97	4.189	4.400	2663
CP 2	65.78	65.28	4.438	4.515	2502
CP 3	61.97	61.97	4.227	4.227	2537
CP 4	65.16	61.64	4.823	5.188	2515
CP 5	63.94	60.92	4.611	4.957	2505
CP 6	64.82	62.35	4.169	4.400	2502
CP 7	65.24	63.98	4.342	4.515	2590
CP 8	64.82	63.23	4.496	4.688	2596
Número CPs	8	8	8	8	8
Média	64.40	62.54	4.412	4.611	2551
Mediana	64.82	62.16	4.390	4.515	2526
Desv.Padrão	1.225	1.528	.2280	.3192	59.26
Coef.Var.(%)	1.902	2.443	5.168	6.922	2.323
Mínimo	61.97	60.92	4.169	4.227	2502
Máximo	65.78	65.28	4.823	5.188	2663

**Tensão (MPa)**



**Observação: Velocidade de ensaio 50mm/min.**

Anexo 07	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado	Data 21.06.11
----------	-----------------------	----------	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE .....[C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE .....[C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE .....[C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-003/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	FORM.2	FORM.2	FORM.2
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.270	13.270	13.270
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	708	708	708
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.53	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	46.8	<del>73.9</del> <i>cancelado</i> 16/06/11	47.9
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Thu 16/06/2011 11:45 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 08	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

⚡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

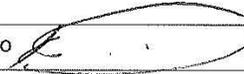
TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.5  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 250.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-003/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	FORM.2	FORM.2	FORM.2
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	58.4	58.4	62.7
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

*Cancelado*  
*15/06/11*

⚡Wed 15/06/2011 15:35 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 09	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 3 - PLA + 100 g Aditivo Biostrenght + 400 g Aditivo BIOMAX  
**SEQUENCIAL** 1077/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1077-004/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

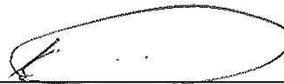
**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 13/06/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 21/06/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	16/06/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx. = 58,35 ± 1,581 Def. Esp. F. Máx. = 3,555 ± 0,1740 Mód.Elast = 2526 ± 65,40
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	16/06/11	°C	45,8 ± 0,4 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	16/06/11	°C	56,5 ± 0,6 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos - Anexo 10 (Tração), Anexo 11 (HDT) e Anexo 12 (Vicat).

  
Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

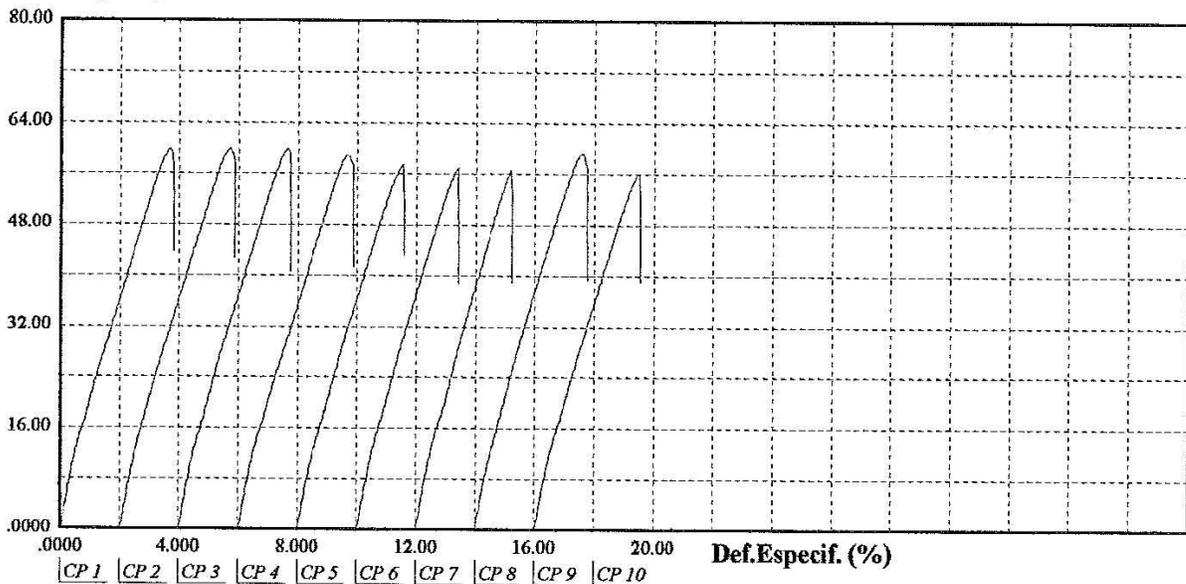
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000** Célula: **Trd 27** Extensômetro: - Data: **16/06/11** Hora: **10:41:01** Trabalho n° **2751**  
 Programa: **MTest versão 2.02** Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: > Sequencial: **1077/11 (1077-004/11)** Material: **Fórmula 3 PLA+100g Biostrengt+400g Biomax** Código: \_\_\_\_\_

Parâmetro >> Evento >> Unidade >>	Tensão Força Max. (MPa)	Tensão Ruptura (MPa)	Def.Especif. Força Max. (%)	Def.Especif. Ruptura (%)	Mod.Elástico. (MPa)
CP 1	59.87	59.11	3.692	3.788	2620
CP 2	59.96	57.93	3.731	3.865	2487
CP 3	60.00	58.57	3.634	3.750	2584
CP 4	58.95	56.50	3.711	3.884	2567
CP 5	57.47	57.47	3.558	3.558	2435
CP 6	56.88	56.88	3.404	3.404	2509
CP 7	56.63	56.63	3.192	3.192	2589
CP 8	59.33	56.80	3.596	3.769	2461
CP 9	56.08	56.08	3.481	3.519	2481
Número CPs	9	9	9	9	9
Média	58.35	57.33	3.555	3.637	2526
Mediana	58.95	56.88	3.596	3.750	2509
Desv.Padrão	1.581	1.021	.1740	.2342	65.40
Coef.Var.(%)	2.710	1.780	4.894	6.441	2.589
Mínimo	56.08	56.08	3.192	3.192	2435
Máximo	60.00	59.11	3.731	3.884	2620

Tensão (MPa)



Observação: Velocidade de ensaio 50mm/min. □□

Anexo 10	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado	Data 21.06.11
----------	-----------------------	----------	---------------

⌘

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-004/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	FORM.3	FORM.3	FORM.3
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.270	13.270	13.270
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	708	708	708
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	45.4	45.8	46.1
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

⌘Thu 16/06/2011 13:58 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 11	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 24.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-004/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	FORM.3	FORM.3	FORM.3
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	55.8	56.9	56.8
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Thu 16/06/2011 08:47 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 12	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 4 - PLA + 300g Aditivo Biostrenght + 400 g Aditivo BIOMAX  
**SEQUENCIAL** 1077/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1077-005/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

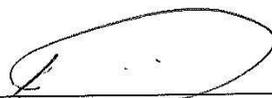
**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 16/06/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 21/06/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	20/06/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx. = 55,31 ± 0,7212 Def. Esp. F. Máx. = 3,487 ± 0,08382 Mód. Elast = 2445 ± 63,19
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/06/11	°C	44,4 ± 0,5 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	20/06/11	°C	55,1 ± 0,6 (Método 10 N - 50°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos - Anexo 13 (Tração), Anexo 14 (HDT) e Anexo 15 (Vicat).

  
 Kleber Augusto Zotovici  
 Coordenador do Laboratório

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

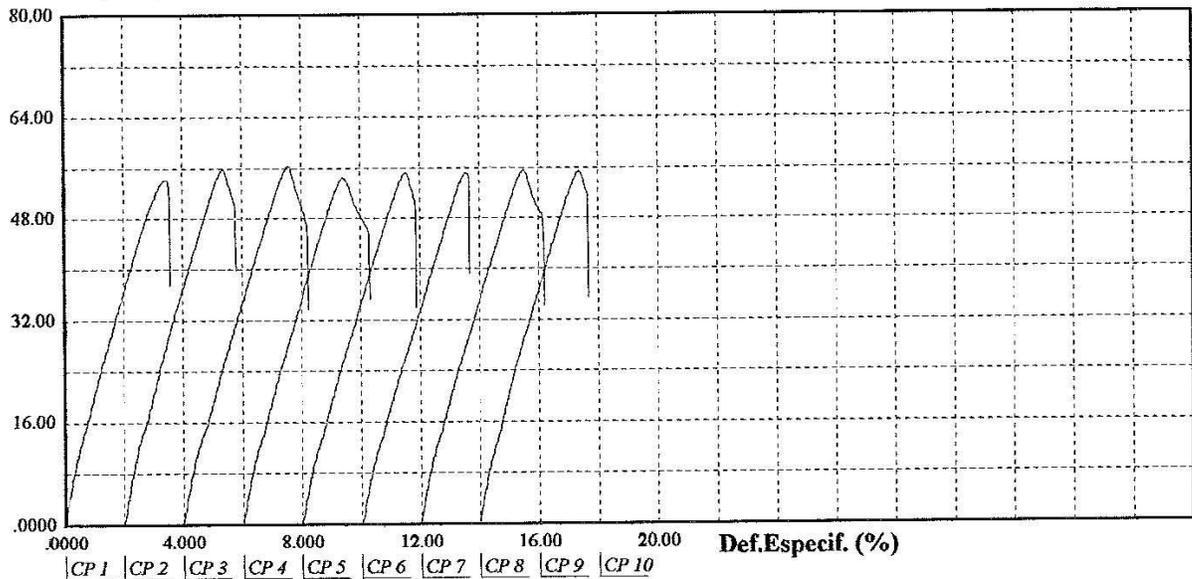
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **20/06/11**    Hora: **11:33:01**    Trabalho nº **2752**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: > Sequencial: **1077/11** (1077-00) Material: **Fórmula 4- PLA+300g Adit.Biostrenght+400g Adit.Bio** Código: \_\_\_\_\_

Parâmetro >>	Tensão	Tensão	Def.Especif.	Def.Especif.	Mod.Elástico.
Evento >>	Força Max.	Ruptura	Força Max.	Ruptura	
Unidade >>	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP 1	54.14	53.88	3.468	3.544	2391
CP 2	55.85	50.09	3.372	3.774	2551
CP 3	56.36	46.30	3.583	4.215	2486
CP 4	54.47	45.83	3.429	4.311	2434
CP 5	55.27	50.44	3.525	3.851	2366
CP 6	55.23	54.64	3.583	3.659	2385
CP 7	55.65	47.11	3.544	4.177	2453
CP 8	55.52	50.98	3.391	3.678	2490
Número CPs	8	8	8	8	8
Média	55.31	49.91	3.487	3.901	2445
Mediana	55.40	50.27	3.496	3.813	2444
Desv.Padrão	.7212	3.319	.08382	.2918	63.19
Coef.Var.(%)	1.304	6.650	2.404	7.480	2.585
Mínimo	54.14	45.83	3.372	3.544	2366
Máximo	56.36	54.64	3.583	4.311	2551

**Tensão (MPa)**



Observação: Velocidade de ensaio 50mm/min. □□

Anexo <b>13</b>	Nº Sequencial <b>1077/11</b>	Aprovado	Data <b>21.06.11</b>
-----------------	------------------------------	----------	----------------------

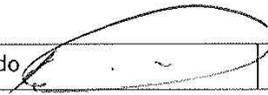
TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
HDT TEST  
TEST NAME ..... HDT  
HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
COMMENT 1077-005/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	FORM.4	FORM.4	FORM.4
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.280	13.280	13.280
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	709	709	709
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	44.3	44.9	43.9
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

†Fri 17/06/2011 13:13 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 14	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 50.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-005/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	FORM.4	FORM.4	FORM.4
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	54.5	55.2	55.6
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

‡Mon 20/06/2011 09:52 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 15	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 5 - PLA + 200 g Aditivo Biostrenght + 200 g Aditivo BIOMAX  
**SEQUENCIAL** 1077/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1077-006/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 16/06/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 21/06/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	20/06/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx.= 55,33 ± 0,5871 Def. Esp. F. Máx.= 3,406 ± 0,03685 Mód.Elast= 2464 ± 32,30
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	20/06/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx.= 55,37 ± 0,2962 Def. Esp. F. Máx. = 3,433 ± 0,06553 Mód.Elast= 2425 ± 30,11
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	20/06/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx.= 55,25 ± 0,8638 Def. Esp. F. Máx. = 3,468 ± 0,1044 Mód.Elast = 2399 ± 72,27
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/06/11	°C	44,9 ± 0,6 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos - Anexo 16 (Tração), Anexo 17 (Tração), Anexo 18 (Tração), Anexo 19 (HDT), Anexo 20 (HDT), Anexo 21 (HDT), Anexo 22 (Vicat), Anexo 23 (Vicat) e Anexo 24 (Vicat).

Os ensaios foram realizados 03 (três) vezes conforme solicitação do cliente.



Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório



## RELATÓRIO DE ENSAIO

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 5 - PLA + 200 g Aditivo Biostrenght + 200 g Aditivo BIOMAX  
**SEQUENCIAL** 1077/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1077-006/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 16/06/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 21/06/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/06/11	°C	45,1 ± 0,5 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/06/11	°C	45,1 ± 0,5 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	20/06/11	°C	55,0 ± 0,5 (Método 10 N - 50°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	20/06/11	°C	55,2 ± 0,5 (Método 10 N - 50°C/h)

### CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos - Anexo 16 (Tração), Anexo 17 (Tração), Anexo 18 (Tração), Anexo 19 (HDT), Anexo 20 (HDT), Anexo 21 (HDT), Anexo 22 (Vicat), Anexo 23 (Vicat) e Anexo 24 (Vicat).

Os ensaios foram realizados 03 (três) vezes conforme solicitação do cliente.

Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório



## RELATÓRIO DE ENSAIO

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 5 - PLA + 200 g Aditivo Biostrenght + 200 g Aditivo BIOMAX  
**SEQUENCIAL** 1077/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1077-006/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 16/06/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 21/06/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	20/06/11	°C	55,1 ± 0,6 (Método 10 N - 50°C/h)

### CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos - Anexo 16 (Tração), Anexo 17 (Tração), Anexo 18 (Tração), Anexo 19 (HDT), Anexo 20 (HDT), Anexo 21 (HDT), Anexo 22 (Vicat), Anexo 23 (Vicat) e Anexo 24 (Vicat).

Os ensaios foram realizados 03 (três) vezes conforme solicitação do cliente.

Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

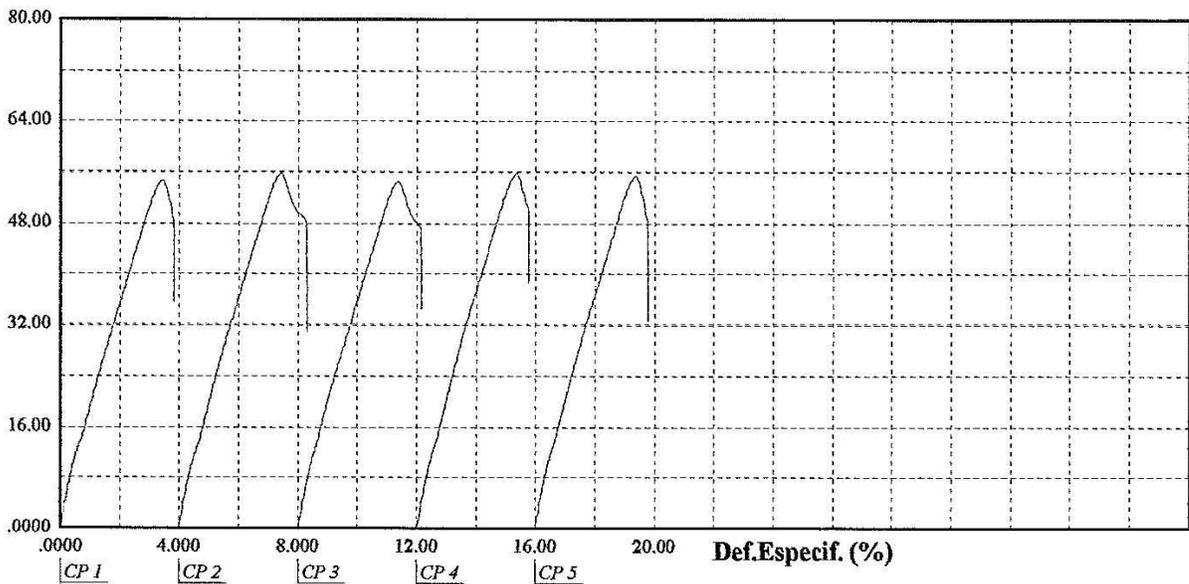
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **20/06/11**    Hora: **14:13:42**    Trabalho nº **2753**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: > Sequencial: **1077/11 (1077-00)** Material: **Fórmula 5- PLA+200g Adit.Biostrenght+200g Adit.Bio** Código: -----

Parâmetro >>	Tensão	Tensão	Def.Especif.	Def.Especif.	Mod.Elástico.
Evento >>	Força Max.	Ruptura	Força Max.	Ruptura	
Unidade >>	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP 1	54.76	48.68	3.468	3.813	2488
CP 2	55.86	47.58	3.410	4.291	2467
CP 3	54.64	47.39	3.391	4.138	2420
CP 4	55.82	50.02	3.372	3.774	2501
CP 5	55.57	47.92	3.391	3.755	2446
Número CPs	5	5	5	5	5
Média	55.33	48.32	3.406	3.954	2464
Mediana	55.57	47.92	3.391	3.813	2467
Desv.Padrão	.5871	1.071	.03685	.2448	32.30
Coef.Var.(%)	1.061	2.216	1.082	6.191	1.311
Mínimo	54.64	47.39	3.372	3.755	2420
Máximo	55.86	50.02	3.468	4.291	2501

**Tensão (MPa)**



**Observação: Velocidade de ensaio 50mm/min. □ □**

Anexo <b>16</b>	Nº Sequencial <b>1077/11</b>	Aprovado	Data <b>21.06.11</b>
-----------------	------------------------------	----------	----------------------

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

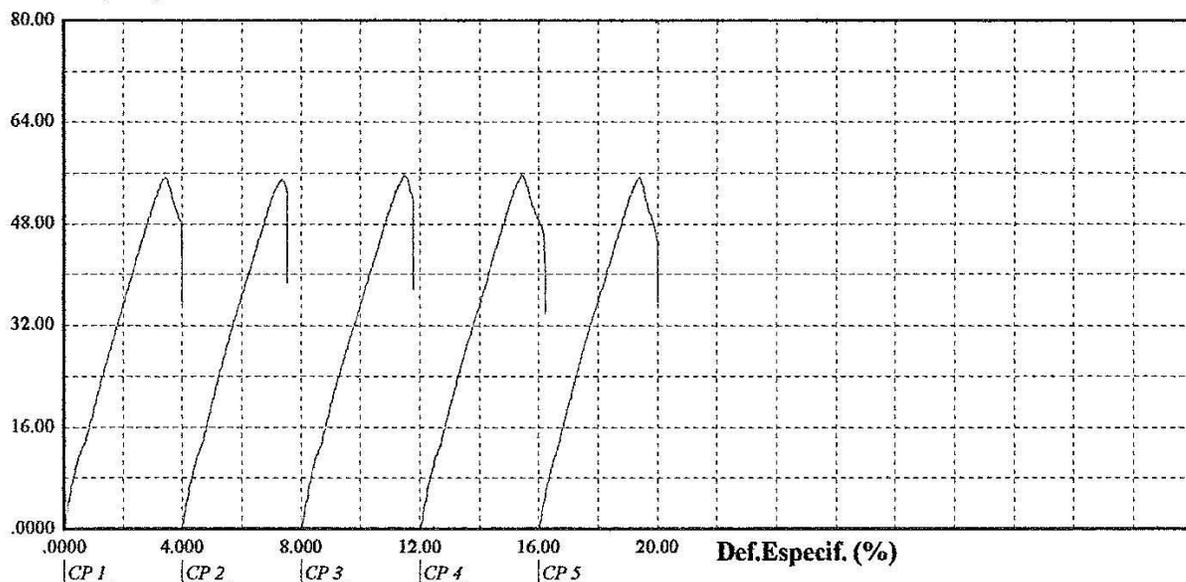
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **20/06/11**    Hora: **14:45:21**    Trabalho nº **2754**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: > Sequencial: **1077/11 (1077-00)** Material: **Fórmula 5- PLA+200g Adit.Biostrenght+200g Adit.Bi** Código: **2º Teste**

Parâmetro >>	Tensão	Tensão	Def.Especif.	Def.Especif.	Mod.Elástico.
Evento >>	Força Max.	Ruptura	Força Max.	Ruptura	
Unidade >>	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP 1	55.27	48.00	3.429	3.985	2458
CP 2	54.97	53.29	3.372	3.525	2392
CP 3	55.64	51.87	3.525	3.774	2429
CP 4	55.69	45.76	3.468	4.215	2448
CP 5	55.27	46.15	3.372	3.966	2395
Número CPs	5	5	5	5	5
Média	55.37	49.01	3.433	3.893	2425
Mediana	55.27	48.00	3.429	3.966	2429
Desv.Padrão	.2962	3.402	.06553	.2582	30.11
Coef.Var.(%)	.5349	6.941	1.909	6.634	1.242
Mínimo	54.97	45.76	3.372	3.525	2392
Máximo	55.69	53.29	3.525	4.215	2458

**Tensão (MPa)**



**Observação:** Velocidade de ensaio 50mm/min. □ □

Anexo <i>17</i>	Nº Sequencial <i>1077/11</i>	Aprovado <i>[assinatura]</i>	Data <i>21.06.11</i>
-----------------	------------------------------	------------------------------	----------------------

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

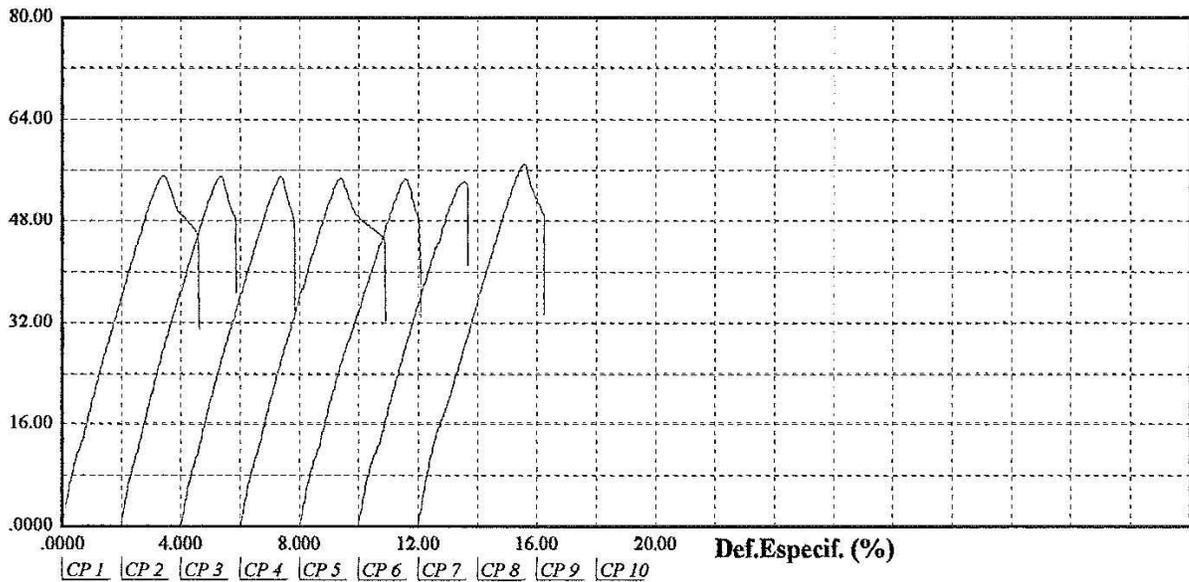
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **20/06/11**    Hora: **15:28:24**    Trabalho n° **2755**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: > Sequencial: **1077/11 (1077-0)** Material: **Fórmula 5- PLA+200g Adit.Biostrength+200g Adit.Bi** Código: **3º Teste**

Parâmetro >>	Tensão	Tensão	Def.Especif.	Def.Especif.	Mod.Elástico.
Evento >>	Força Max.	Ruptura	Força Max.	Ruptura	
Unidade >>	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP 1	55.27	45.17	3.410	4.579	2458
CP 2	55.23	48.61	3.353	3.832	2408
CP 3	55.14	48.10	3.391	3.813	2353
CP 4	54.93	45.09	3.391	4.885	2348
CP 5	54.76	47.77	3.602	4.042	2340
CP 6	54.35	53.80	3.544	3.659	2357
CP 7	57.07	48.56	3.583	4.253	2532
Número CPs	7	7	7	7	7
Média	55.25	48.16	3.468	4.152	2399
Mediana	55.14	48.10	3.410	4.042	2357
Desv.Padrão	.8638	2.908	.1044	.4478	72.27
Coef.Var.(%)	1.563	6.038	3.009	10.78	3.012
Mínimo	54.35	45.09	3.353	3.659	2340
Máximo	57.07	53.80	3.602	4.885	2532

**Tensão (MPa)**



**Observação: Velocidade de ensaio 50mm/min. □□**

Anexo 18	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado	Data 21.06.11
----------	-----------------------	----------	---------------

⌘

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-006/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	FORM.5	FORM.5	FORM.5
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.280	13.280	13.280
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	709	709	709
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	44.3	44.9	45.4
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

*44.9*

⌘Fri 17/06/2011 13:54 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 19	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

⚡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-006/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	FORM.5	FORM.5	FORM.5
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.280	13.280	13.280
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	709	709	709
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	44.6	45.3	45.5
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

*Σ = 45.1*

⚡Fri 17/06/2011 14:53 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 20	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

⊕

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-006/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	FORM.5	FORM.5	FORM.5
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.280	13.280	13.280
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	709	709	709
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	44.5	45.2	45.5
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

$\bar{x} = 45,1$

⊕Fri 17/06/2011 16:04 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 21	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 50.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-006/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	FORM.5	FORM.5	FORM.5
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	54.5	55.1	55.4

*7 = 55,0*

COMMENT STATION 1  
 COMMENT STATION 2  
 COMMENT STATION 3

†Mon 20/06/2011 11:22 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 22	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado <i>[Signature]</i>	Data 21.06.11
----------	-----------------------	-----------------------------	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 50.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-006/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	FORM.5	FORM.5	FORM.5
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	54.7	55.3	55.7
$\bar{T} = 55,2$			
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Mon 20/06/2011 13:53 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 23	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 50.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1077-006/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	FORM.5	FORM.5	FORM.5
ORDER NO. ....			
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	54.6	54.9	55.7
$\bar{x} = 55,1$			
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

Mon 20/06/2011 16:00 OPERATOR SOLYMAR

Anexo 24	Nº Sequencial 1077/11	Aprovado 	Data 21.06.11
----------	-----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** PLA + 0% Biomax (Fórmula 6)  
**SEQUENCIAL** 1834/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1834-001/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 23/11/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 30/11/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	28/11/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 59,93 ± 1,782 Def. Esp. F. Máx = 3,974 ± 0,1660 Mód.Elast = 1673 ± 84,75
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	28/11/11	°C	60,2 ± 0,9 (Método 10 N - 120°C/h)
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	29/11/11	°C	50,2 ± 0,3 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexo 01 (Tração), Anexo 02 (Vicat), Anexo 03 (HDT).

  
Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório

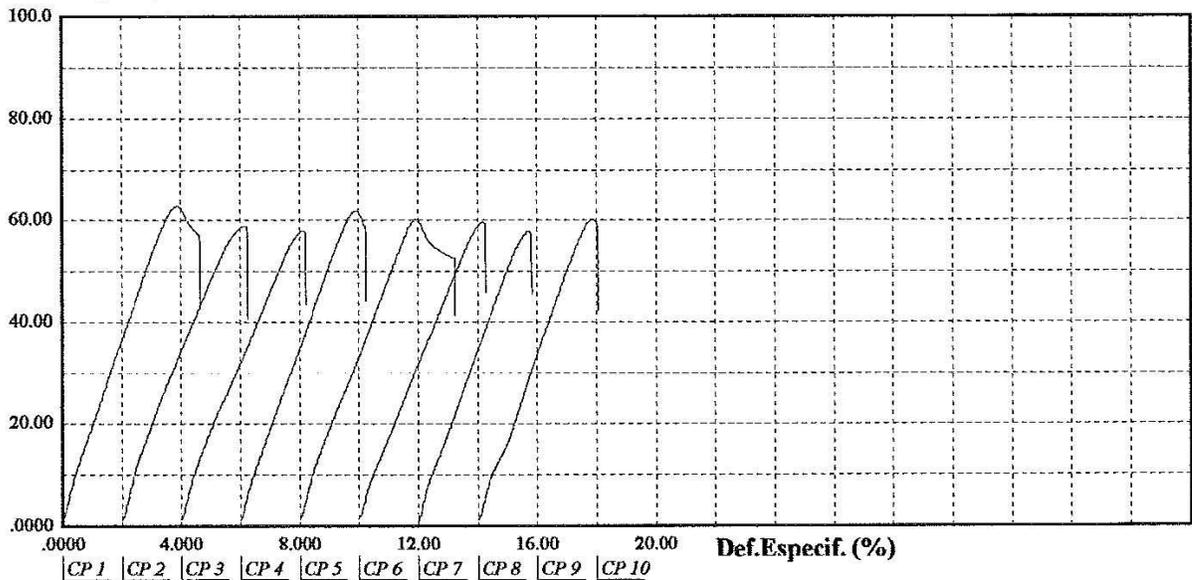
**NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO**  
**LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS**

**Relatório de Ensaio de Tração**

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **28/11/11**    Hora: **14:33:19**    Trabalho n° **2899**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: >>>>>>>>>> Sequencial: **1834/11 (1834-001/11)**    Material: **PLA + 0% BIOMAX Fórmula 6**    Código: —

Parâmetro >>	Tensão	Tensão	Def.Especif.	Def.Especif.	Mod.Elástico.
Evento >>	Força Max.	Ruptura	Força Max.	Ruptura	
Unidade >>	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP 1	62.83	57.01	3.869	4.635	1780
CP 2	58.76	58.67	4.156	4.233	1692
CP 3	58.00	57.71	4.118	4.195	1598
CP 4	61.94	58.76	3.907	4.233	1737
CP 5	60.25	52.66	3.946	5.191	1683
CP 6	59.66	59.19	4.195	4.271	1613
CP 7	57.82	57.73	3.716	3.792	1749
CP 8	60.18	58.75	3.888	4.061	1534
Número CPs	8	8	8	8	8
Média	59.93	57.56	3.974	4.326	1673
Mediana	59.92	58.20	3.926	4.233	1687
Desv.Padrão	1.782	2.108	1.660	4.202	84.75
Coef.Var.(%)	2.974	3.662	4.178	9.712	5.065
Mínimo	57.82	52.66	3.716	3.792	1534
Máximo	62.83	59.19	4.195	5.191	1780

**Tensão (MPa)**



**Observação: Velocidade de ensaio 50mm/min. □ □**

Anexo <i>0/</i>	Nº Sequencial <i>1834/11</i>	Aprovado <i>[Signature]</i>	Data <i>30.11.11</i>
-----------------	------------------------------	-----------------------------	----------------------

⌘

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 24.5  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 250.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1834-001/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	PLA	PLA	PLA
ORDER NO. ....	0./ .BIOM	0./ .BIOM	0./ .BIOM
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.02
SOFTENING TEMPERATURE [C]	59.2	60.5	60.9
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

⌘ Mon 28/11/2011 08:20 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 02	Nº Sequencial 1834/11	Aprovado 	Data 30.11.11
----------	-----------------------	---	---------------

¢

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 25.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1834-001/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	PLA	PLA	PLA
ORDER NO. ....	0./ .BIOM	0./ .BIOM	0./ .BIOM
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.220	13.220	13.220
WIDTH [mm]	3.260	3.260	3.260
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	705	705	705
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	50.0	50.4	<del>47.5</del> <i>0.25</i>
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

*Cancelado  
29.11.11*

¢Tue 29/11/2011 09:09 OPERATOR SOLYMAR

Anexo 03	Nº Sequencial 1834/11	Aprovado <i>[Signature]</i>	Data 30.11.11
----------	-----------------------	-----------------------------	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** PLA + 2% Biomax ( Fórmula 7 )  
**SEQUENCIAL** 1834/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1834-002/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 23/11/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 30/11/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	29/11/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 53,94 ± 1,210 Def. Esp. F. Máx = 4,082 ± 0,2687 Mód.Elast = 1440 ± 153,2
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	28/11/11	°C	57,7 ± 1,4 (Método 10 N - 120°C/h)
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	28/11/11	°C	48,7 ± 0,8 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexo 04 (Tração), Anexo 05 (Vicat), Anexo 06 (HDT).



Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório

# NÚCLEO DE TECNOLOGIA DO PLÁSTICO

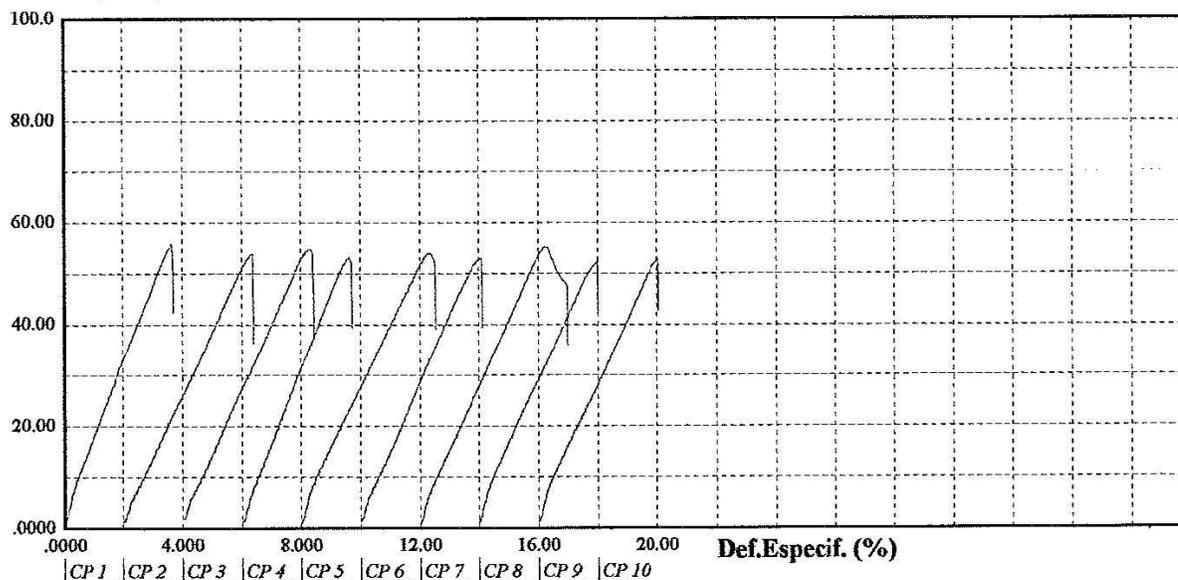
## LABORATÓRIO DE ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS EM POLÍMEROS

### Relatório de Ensaio de Tração

Máquina: **Emic DL3000**    Célula: **Trd 27**    Extensômetro: -    Data: **29/11/11**    Hora: **09:09:31**    Trabalho nº **2900**  
 Programa: **MTest versão 2.02**    Método de Ensaio: **Tração**  
 Ident. Amostra: >>>>>>>>> Sequencial: **1834/11 (1834-002/11)**    Material: **PLA + 2% BIOMAX - Fórmula 7**    Código: —

Parâmetro >>	Tensão	Tensão	Def.Especif.	Def.Especif.	Mod.Elástico.
Evento >>	Força Max.	Ruptura	Força Max.	Ruptura	
Unidade >>	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP 1	55.93	55.93	3.658	3.658	1615
CP 2	53.97	53.97	4.367	4.367	1279
CP 3	54.82	53.97	4.290	4.424	1225
CP 4	53.17	53.17	3.677	3.677	1419
CP 5	54.09	51.78	4.348	4.520	1659
CP 6	52.98	52.98	4.099	4.099	1289
CP 7	55.29	47.51	4.252	4.980	1557
CP 8	52.38	52.12	3.984	3.946	1452
CP 9	52.85	52.77	4.061	4.022	1463
Número CPs	9	9	9	9	9
Média	53.94	52.69	4.082	4.188	1440
Mediana	53.97	52.98	4.099	4.099	1452
Desv.Padrão	1.210	2.295	.2687	.4273	153.2
Coef.Var.(%)	2.242	4.355	6.584	10.20	10.64
Mínimo	52.38	47.51	3.658	3.658	1225
Máximo	55.93	55.93	4.367	4.980	1659

**Tensão (MPa)**



**Observação:** Velocidade de ensaio 50mm/min. □ □

Anexo <i>04</i>	Nº Sequencial <i>1834/11</i>	Aprovado <i>[Assinatura]</i>	Data <i>30.11.11</i>
-----------------	------------------------------	------------------------------	----------------------

⌘

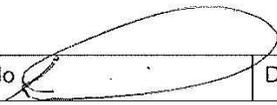
TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 24.5  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 250.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1834-002/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	PLA	PLA	PLA
ORDER NO. ....	2./ .BIOM	2./ .BIOM	2./ .BIOM
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.20	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	56.7	65.8	58.7
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

*cancelado 28.11.11*

\*Mon 28/11/2011 12:32 OPERATOR SOLYMAR

Anexo 0.5	Nº Sequencial 1834/11	Aprovado 	Data 30.11.11
-----------	-----------------------	---	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
HDT TEST  
TEST NAME ..... HDT  
HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
START TEMPERATURE ..... [C] 25.0  
MAX. TEMPERATURE ..... [C] 250.0  
COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
COMMENT 1834-002/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	PLA	PLA	PLA
ORDER NO. ....	2./ .BIOM	2./ .BIOM	2./ .BIOM
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.200	13.200	13.200
WIDTH [mm]	3.300	3.300	3.300
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	711	711	711
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	48.0	48.7	49.5
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

‡Mon 28/11/2011 14:30 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 06	Nº Sequencial 1834/11	Aprovado 	Data 30.11.11
----------	-----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** PLA + 4% Biomax ( Fórmula 8 )  
**SEQUENCIAL** 1834/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1834-003/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Grânulo **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 23/11/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 30/11/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	17/11/11	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 53,42 ± 1,887 Def. Esp. F. Máx = 3,864 ± 0,2853 Mód.Elast = 2004 ± 173,4
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	17/11/11	°C	56,6 ± 1,2 (Método 10 N - 120°C/h)
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/11/11	°C	49,0 ± 0,4 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexo 07 (Tração), Anexo 08 (Vicat), Anexo 09 (HDT).

  
Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório



§

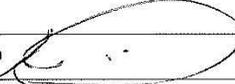
TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 23.5  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 250.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1834-003/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD152	ASTMD152	ASTMD152
MATERIAL CODE .....	PLA	PLA	PLA
ORDER NO. ....	FORM.8	FORM.8	FORM.8
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	55.4	56.6	57.7
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

†Thu 17/11/2011 10:45 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 08	Nº Sequencial 1834/11	Aprovado 	Data 30.11.11
----------	-----------------------	---	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 25.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 1834-003/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	PLA	PLA	PLA
ORDER NO. ....	FORM.8	FORM.8	FORM.8
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.250	13.250	13.250
WIDTH [mm]	3.300	3.300	3.300
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	717	717	717
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	48.6	49.3	49.0
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

‡Thu 17/11/2011 14:14 OPERATOR SOLYMAR

.....

Anexo 09	Nº Sequencial 1834/11	Aprovado 	Data 30.11.11
----------	-----------------------	---	---------------



## RELATÓRIO DE ENSAIO

**NOME DA AMOSTRA** Fórmula 3 - PLA + 100 g Aditivo Biostrenght + 400 g Aditivo BIOMAX  
**SEQUENCIAL** 1834/11 **REGISTRO DE AMOSTRA** 1834-004/11  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** NTP **DATA DE RECEBIMENTO** 23/11/11  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 30/11/11

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	30/11/11	°C	50,1 ± 0,8 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)

### CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexo 10 (HDT)

Conforme solicitado pelo cliente, foi realizado novamente o ensaio de Temperatura de Deflexão Térmica na Fórmula 3 do Relatório de Ensaio 1077/2011 - Registro de Amostra: 1077-004/11 (Processo anterior da referida empresa).



Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
HDT TEST  
TEST NAME ..... HDT  
HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
START TEMPERATURE ..... [C] 25.0  
MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
COMMENT 1077-004/11

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTMD648	ASTMD648	ASTMD648
MATERIAL CODE .....	PLA	PLA	PLA
ORDER NO. ....	FORM.3	FORM.3	FORM.3
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.270	13.270	13.270
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	708	708	708
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	49.5	50.7	<del>50.5</del> <i>30/11/11</i>
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

Wed 30/11/2011 07:31 OPERATOR SOLYMAR

Observação: Este anexo 10, refere-se a repetibilidade do referido ensaio da amostra Fórmula 3 do Registro de Amostra: 1077-004/11

Anexo 10	Nº Sequencial 1834/11	Aprovado 	Data 30.11.11
----------	-----------------------	---	---------------

Análises originais de HDT, Vicat e curvas originais do Módulo de elasticidade (E), da Resistência à tração ( $\tau$ ) e Alongamento na força máxima ( $\varepsilon$ ) após tratamento de recozimento



**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 1  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-001/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	16/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 39,84 ± 14,52 Def. Esp. F. Máx = 2,036 ± 0,5707 Mód.Elast = 2032 ± 710,8
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	16/02/12	°C	59,6 ± 0,5 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	23/02/12	°C	134,5 ± 0,2 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 01 (Tração), 02 (HDT) e 03 (Vicat).



Kleber Augusto Zotovici  
 Coordenador do Laboratório



↓

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
HDT TEST  
TEST NAME ..... HDT  
HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
START TEMPERATURE ..... [C] 27.0  
MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
COMMENT 176-001/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	1	1	1
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.330	13.440	13.450
WIDTH [mm]	3.190	3.280	3.260
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	701	733	730
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	59.3	60.2	59.3
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

↓Thu 16/02/2012 13:06 OPERATOR RS

Anexo 02	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

⚡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 28.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-001/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	1	1	1
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.05	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	134.6	134.3	134.6
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

⚡Thu 23/02/2012 13:19 OPERATOR RS

Anexo 03	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 2  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-002/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

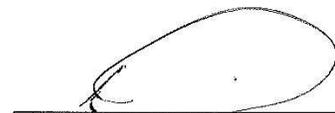
**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	16/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 40,67 ± 3,061 Def. Esp. F. Máx = 1,914 ± 0,1845 Mód.Elast = 2105 ± 1020
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/02/12	°C	59,7 ± 0,5 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	24/02/12	°C	133,4 ± 1,6 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 04 (Tração), 05 (HDT) e 06 (Vicat).



Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório



‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-002/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	2	2	2
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.250	13.250	13.250
WIDTH [mm]	3.230	3.270	3.280
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	702	710	712
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	59.1	59.9	60.0
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Fri 17/02/2012 07:39 OPERATOR RS

Anexo 05	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

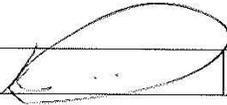
‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 25.8  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-002/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	2	2	2
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	<del>1.35</del>	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	<del>150.0</del>	132.2	134.5
<i>cancelado</i>			
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Fri 24/02/2012 08:48 OPERATOR RS

Anexo 06	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 3  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-003/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Indústrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	16/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 47,41 ± 0,2469 Def. Esp. F. Máx = 2,842 ± 0,0837 Mód.Elast = 1111 ± 173,6
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/02/12	°C	57,6 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	24/02/12	°C	131,7 ± 0,6 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 07 (Tração), 08 (HDT) e 09 (Vicat).



Kleber Augusto Zotovici  
 Coordenador do Laboratório



‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.5  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-003/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	3	3	3
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.300	13.300	13.300
WIDTH [mm]	3.230	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	707	711	711
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	<del>0.27</del>	<del>0.27</del>
DISTORSION TEMPERATURE [C]	57.6	<del>102.0</del>	<del>101.4</del>
COMMENT STATION 1		<i>cancelado</i>	<i>cancelado</i>
COMMENT STATION 2		<i>Process</i>	<i>Process</i>
COMMENT STATION 3			

‡Fri 17/02/2012 09:54 OPERATOR RS

Anexo 08	Nº Sequencial 176/12	Aprovado <i>[Signature]</i>	Data 29.02.12
----------	----------------------	-----------------------------	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-003/122

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	3	3	3
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	131.1	131.9	132.2
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Fri 24/02/2012 13:05 OPERATOR RS

.....

Anexo 09	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 4  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-004/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

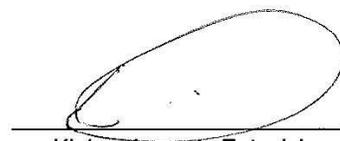
**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	16/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 43,09 ± 3,899 Def. Esp. F. Máx = 2,894 ± 0,1307 Mód.Elast = 901,8 ± 127,5
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/02/12	°C	60,1 ± 0,6 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	24/02/12	°C	131,2 ± 1,1 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 10 (Tração), 11 (HDT) e 12 (Vicat).



Kleber Augusto Zotovici  
 Coordenador do Laboratório



‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-004/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	4	4	4
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.200	13.200	13.200
WIDTH [mm]	3.260	3.250	3.240
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	703	701	698
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	59.5	60.6	60.1
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

‡Fri 17/02/2012 12:29 OPERATOR RS

.....

Anexo 11	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 28.2  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-004/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	4	4	4
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	130.1	131.3	132.2
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Fri 24/02/2012 15:13 OPERATOR RS

.....

Anexo 12	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 5  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-005/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	16/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 47,88 ± 0,3486 Def. Esp. F. Máx = 3,060 ± 0,1158 Mód. Elast = 1085 ± 41,00
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	17/02/12	°C	59,7 ± 0,6 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	27/02/12	°C	132,1 ± 0,5 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 13 (Tração), 14 (HDT) e 15 (Vicat).



Kleber Augusto Zotovici  
 Coordenador do Laboratório



‡

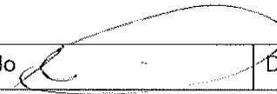
TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 28.0  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-005/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	5	5	5
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.250	13.250	13.250
WIDTH [mm]	3.250	3.250	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	706	706	706
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	59.1	60.3	59.8
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

‡Fri 17/02/2012 13:45 OPERATOR RS

.....

Anexo 14	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.2  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-005/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	5	5	5
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	131.6	132.0	132.6
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

‡Mon 27/02/2012 10:51 OPERATOR RS

.....

Anexo 15	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 6  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-006/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	17/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 56,50 ± 4,915 Def. Esp. F. Máx = 3,261 ± 0,5157 Mód.Elast = 1227 ± 145,8
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	22/02/12	°C	59,6 ± 0,9 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	27/02/12	°C	138,0 ± 1,0 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 16 (Tração), 17 (HDT) e 18 (Vicat).



Kleber Augusto Zotovici  
Coordenador do Laboratório



⌘

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 26.7  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-006/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	6	6	6
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.150	13.150	13.380
WIDTH [mm]	3.300	3.360	3.250
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	706	719	720
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.26
DISTORSION TEMPERATURE [C]	58.9	60.2	79.0
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

*0.26  
79.0  
cancelado  
Ribeiro*

⌘Wed 22/02/2012 09:06 OPERATOR RS

.....

Anexo 17	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

‡

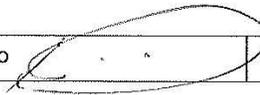
TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 29.5  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-006/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	6	6	6
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	137.4	137.4	139.1
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Mon 27/02/2012 16:23 OPERATOR RS

.....

Anexo 18	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 7  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-007/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

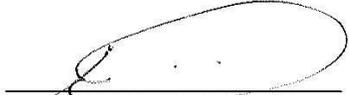
**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	17/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 29,37 ± 2,895 Def. Esp. F. Máx = 1,694 ± 0,3538 Mód.Elast = 1246 ± 1066
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	22/02/12	°C	59,2 ± 0,8 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	28/02/12	°C	129,2 ± 0,6 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 19 (Tração), 20 (HDT) e 21 (Vicat).

  
 Kleber Augusto Zotovici  
 Coordenador do Laboratório



‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.5  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-007/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	7	7	7
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.220	13.220	13.500
WIDTH [mm]	3.350	3.280	3.300
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	724	709	744
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	58.8	60.1	58.6
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

‡Wed 22/02/2012 12:35 OPERATOR RS

.....

Anexo 20	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 28.8  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-007/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	7	7	7
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.05	1.21	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	128.7	178.3	129.6
COMMENT STATION 1			
COMMENT STATION 2			
COMMENT STATION 3			

*1.21*  
~~178.3~~  
*cancelado*  
*De Mexico*

‡Tue 28/02/2012 10:28 OPERATOR RS

Anexo 21	Nº Secuencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

**RELATÓRIO DE ENSAIO**

**NOME DA AMOSTRA** Amostra 8  
**SEQUENCIAL** 176/12 **REGISTRO DE AMOSTRA** 176-008/12  
**CLIENTE** Johnson & Johnson do Brasil Ind. e Com. Prod. para Saúde Ltda.  
**ENDEREÇO** Rua Manoel Bosco Ribeiro, 1020 - Jd. das Industrias - São José dos Campos - SP  
**CONTATO** Renato B. Pereira **CARGO** R&D

**FORMA DA AMOSTRA** Corpo de Provas **CONDIÇÃO DE RECEBIMENTO** Conforme  
**FABRICAÇÃO CORPO DE PROVA** Cliente **DATA DE RECEBIMENTO** 13/02/12  
**DATA DE EMISSÃO DO RELATÓRIO** 29/02/12

Ensaio Contratado	Norma	Data realização	Unidade	Resultado
Resistência à Tração	ASTM D 638-10	17/02/12	MPa % MPa	Tensão Força Máx = 49,55 ± 3,790 Def. Esp. F. Máx = 2,743 ± 0,3192 Mód. Elast = 1646 ± 745,6
Temperatura de Deflexão Térmica - (HDT)	ASTM D 648-07	22/02/12	°C	59,7 ± 0,3 (Método 1,82 MPa - 120°C/h)
Temperatura de Amolecimento Vicat	ASTM D 1525-09	28/02/12	°C	132,3 ± 1,3 (Método 10 N - 120°C/h)

**CLÁUSULAS DE RESPONSABILIDADE**

- Os resultados obtidos somente se referem ao material submetido ao ensaio.
- A identificação do material analisado é responsabilidade do solicitante.
- Não se admite qualquer responsabilidade referente à exatidão da amostragem, a menos que esta tenha sido efetuada mediante nossa própria supervisão. Salvo menção expressa, as amostras foram livremente selecionadas pelo solicitante.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros não se torna responsável pela divulgação ou o uso que o solicitante, outra pessoa ou entidade venham a fazer dos resultados do presente relatório.
- O Laboratório de Ensaio Físicos e Químicos em Polímeros garante a confidencialidade dos resultados contidos no presente relatório de ensaios.
- Qualquer parecer expresso neste relatório, não faz parte do escopo de acreditação.
- Este relatório só deve ser reproduzido por inteiro. Reprodução de partes requer aprovação por escrita do laboratório. O Laboratório não se torna responsável em nenhum caso de interpretação ou uso indevido que se possa fazer deste documento.

**OBSERVAÇÕES:** Anexos 22 (Tração), 23 (HDT) e 24 (Vicat).



Kleber Augusto Zotovici

Coordenador do Laboratório



‡

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 HDT TEST  
 TEST NAME ..... HDT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.7  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 150.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-008/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	8	8	8
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
SPECIMEN DIMENSION			
DEPTH [mm]	13.250	13.250	13.500
WIDTH [mm]	3.300	3.300	3.320
SPAN [mm]	100.00	100.00	100.00
STRESS [kPa]	1820	1820	1820
APPLIED LOAD .. [g]	717	717	749
TEST END [mm]	0.25	0.25	0.25
FINAL DEFLECTION [mm]	0.25	0.25	0.25
DISTORSION TEMPERATURE [C]	59.3	59.8	59.9
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

‡Wed 22/02/2012 14:32 OPERATOR RS

.....

Anexo 23	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

↓

TEST EQUIPMENT C E A S T HDT - VICAT

TESTING LABORATORY ..... PLA  
 VICAT TEST  
 TEST NAME ..... VICAT  
 HEAT TRANSFER FLUID..... SILICONE  
 TEMPERATURE RATE ..... [C/h] 120.0  
 START TEMPERATURE ..... [C] 27.7  
 MAX. TEMPERATURE ..... [C] 200.0  
 COOLING TEMPERATURE ..... [C] 23.0  
 COMMENT 176-008/12

	STATION 1	STATION 2	STATION 3
STANDARD .....	ASTM	ASTM	ASTM
MATERIAL CODE .....	AMOSTRA	AMOSTRA	AMOSTRA
ORDER NO. ....	8	8	8
SPECIMEN PREPARATION .....			
SPECIMEN ANNEALING .....			
SPECIMEN CONDITIONING			
TEMPERATURE ..... [C]	23	23	23
HUMIDITY ..... [%]	50	50	50
LENGTH .....			
APPLIED LOAD .. [N]	10.00	10.00	10.00
TEST END [mm]	1.00	1.00	1.00
FINAL DEFLECTION [mm]	1.00	1.00	1.00
SOFTENING TEMPERATURE [C]	131.0	132.4	133.5
COMMENT STATION	1		
COMMENT STATION	2		
COMMENT STATION	3		

↓Tue 28/02/2012 13:29 OPERATOR RS

.....

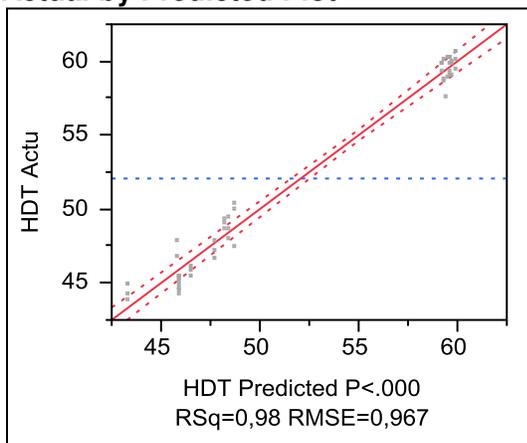
Anexo 24	Nº Sequencial 176/12	Aprovado 	Data 29.02.12
----------	----------------------	---	---------------

## APÊNDICE 11

As análises estatísticas descritas abaixo foram realizadas através de modelos de regressão para cada resposta avaliada utilizando-se o software JMP versão 10, desta forma os dados estão apresentados em inglês na forma original do programa.

**A) Estudo dos efeitos dos fatores Modificador de Impacto (MI), Modificador Térmico (MT) e Recozimento (RECOZ) na resposta Temperatura de Deflexão Térmica (HDT) através de um modelo de regressão.**

### Whole Model Actual by Predicted Plot



### Summary of Fit

RSquare	0,981624	← Proporção da variância explicada pelo modelo de regressão
RSquare Adj	0,978561	
Root Mean Square Error	0,967184	
Mean of Response	52,066	
Observations (or Sum Wgts)	50	

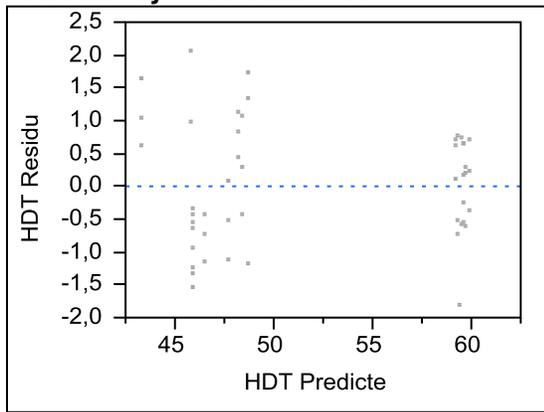
### Analysis of Variance

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F	
Model	7	2098,7635	299,823	320,5143		
Error	42	39,2887	0,935			
C. Total	49	2138,0522			<.0001*	← Teste global de significancia do modelo

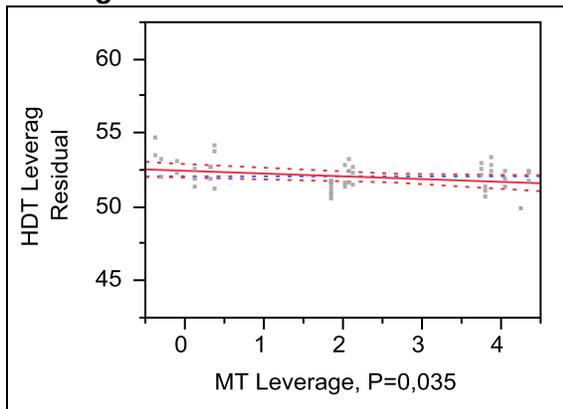
### Parameter Estimates

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	54,25975	0,269632	201,24	<.0001*
MT	-0,18761	0,086285	-2,17	0,0354*
MI	-1,136157	0,237128	-4,79	<.0001*
(MT-2)*(MI-0,67)	-0,132238	0,136342	-0,97	0,3377
RECOZ[0]	-6,421166	0,138901	-46,23	<.0001*
(MT-2)*RECOZ[0]	-0,16745	0,086285	-1,94	0,0590
(MI-0,67)*RECOZ[0]	-1,445273	0,237128	-6,09	<.0001*
(MT-2)*(MI-0,67)*RECOZ[0]	-0,211862	0,136342	-1,55	0,1277

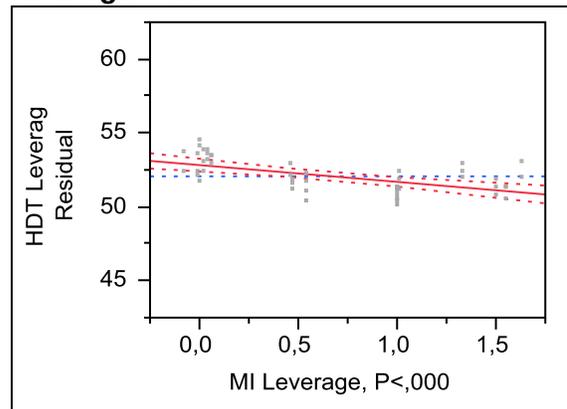
**Residual by Predicted Plot**



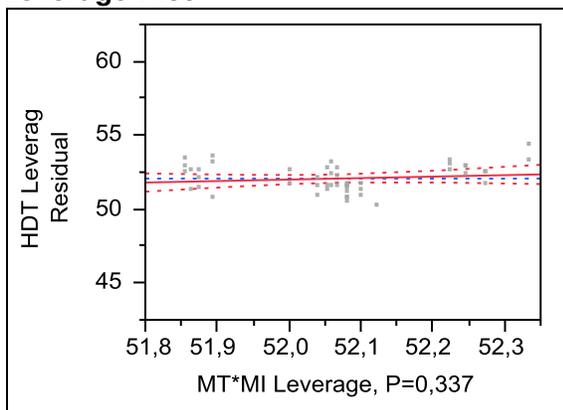
**MT  
Leverage Plot**



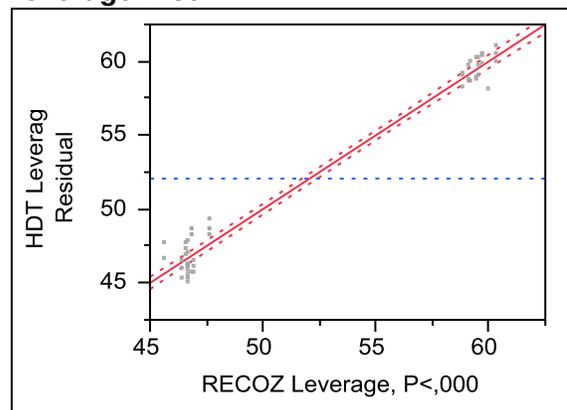
**MI  
Leverage Plot**



**MT\*MI  
Leverage Plot**



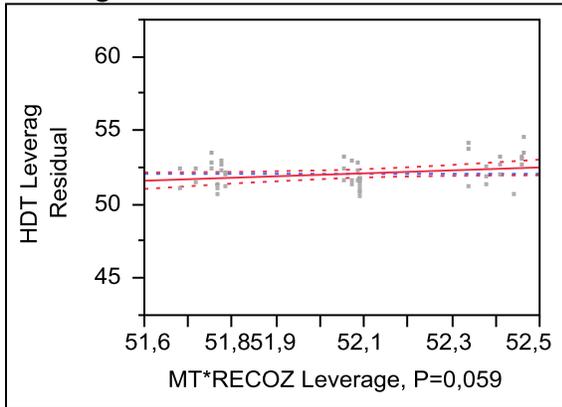
**RECOZ  
Leverage Plot**



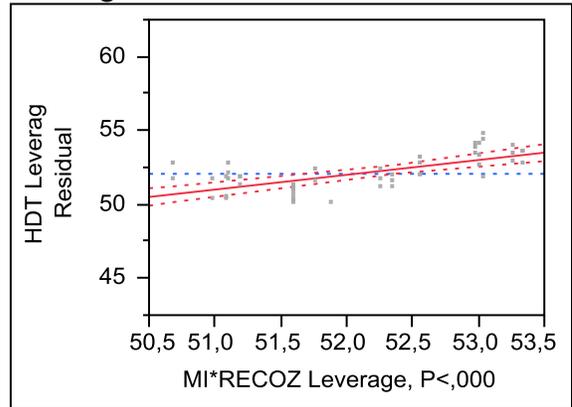
**Least Squares Means Table**

Level	Least Sq Mean	Std Error	Mean
0	46,702139	0,18017366	46,6517
1	59,544470	0,21145193	59,5429

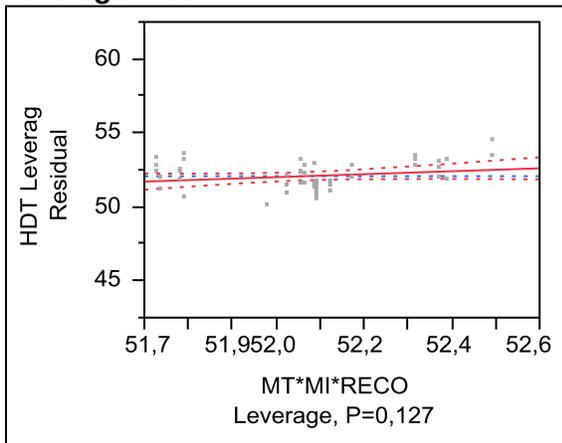
**MT\*RECOZ  
Leverage Plot**



**MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



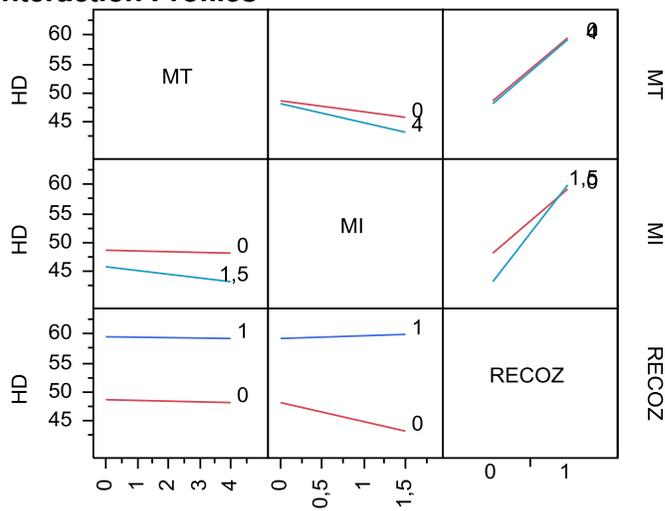
**MT\*MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



Os Leverage Plots mostram que o fator RECOZ é o

mais importante na resposta HDT

**Interaction Profiles**



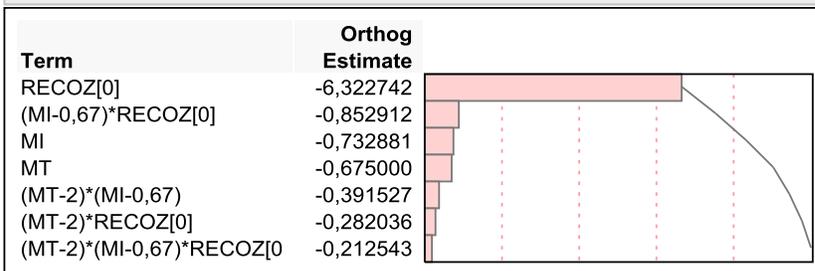
## Scaled Estimates

Nominal factors expanded to all levels

Continuous factors centered by mean, scaled by range/2

Term	Scaled Plot Estimate Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	53,123304	0,138901	382,45	<,0001*
RECOZ[1]	6,4211656	0,138901	46,23	<,0001*
(MI-0,67)*RECOZ[1]	1,0839549	0,177846	6,09	<,0001*
(MT-2)*RECOZ[1]	0,3349	0,172569	1,94	0,0590
(MT-2)*(MI-0,67)*RECOZ[1]	0,3177934	0,204514	1,55	0,1277
(MT-2)*(MI-0,67)	-0,198357	0,204514	-0,97	0,3377
(MT-2)*(MI-0,67)*RECOZ[0]	-0,317793	0,204514	-1,55	0,1277
(MT-2)*RECOZ[0]	-0,3349	0,172569	-1,94	0,0590
MT	-0,375221	0,172569	-2,17	0,0354*
MI	-0,852117	0,177846	-4,79	<,0001*
(MI-0,67)*RECOZ[0]	-1,083955	0,177846	-6,09	<,0001*
RECOZ[0]	-6,421166	0,138901	-46,23	<,0001*

Pareto Plot of Transformed Estimates



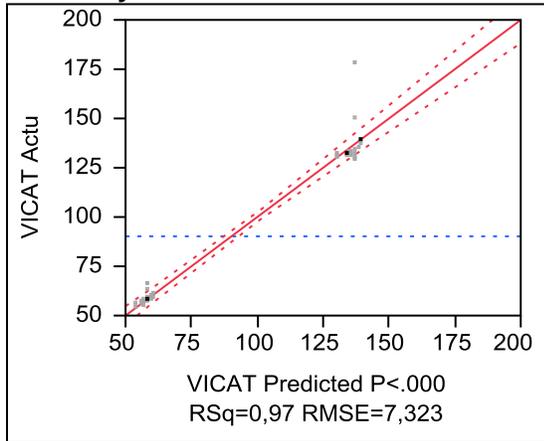
Os fatores significantes na resposta HDT, de acordo com a análise estatística global do experimento foram Recozimento (RECOZ), Modificador de Impacto (MI) e a interação entre Recozimento e Modificador de Impacto (MI\*RECOZ).

Na prática o único fator significativo na resposta HDT é o Recozimento (RECOZ), a interação tem influência no resultado aproximadamente 7 vezes menor que o fator Recozimento e o fator MI isolado tem influência no resultado aproximadamente 8,5 vezes menor que o fator recozimento.

B) Estudo dos efeitos dos fatores Modificador de Impacto (MI), Modificador Térmico (MT) e Recozimento (RECOZ) na resposta Temperatura de Amolecimento Vicat (VICAT) através de um modelo de regressão.

**Whole Model**

**Actual by Predicted Plot**



**Summary of Fit**

RSquare	0,970884
RSquare Adj	0,966032
Root Mean Square Error	7,323566
Mean of Response	90,214
Observations (or Sum Wgts)	50

← Proporção da variância explicada pelo modelo de regressão

**Analysis of Variance**

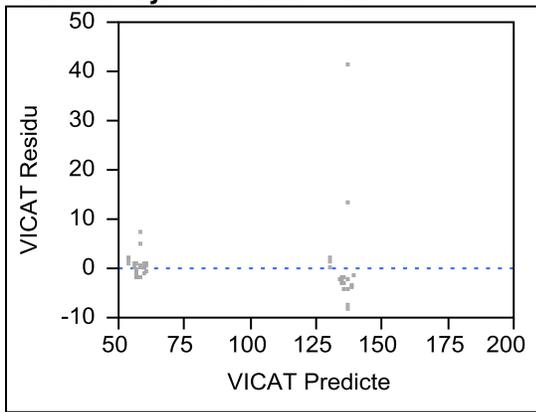
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	7	75116,306	10730,9	200,0742
Error	42	2252,654	53,6	<b>Prob &gt; F</b>
C. Total	49	77368,960		<b>&lt;,0001*</b>

← Teste global de significancia do modelo

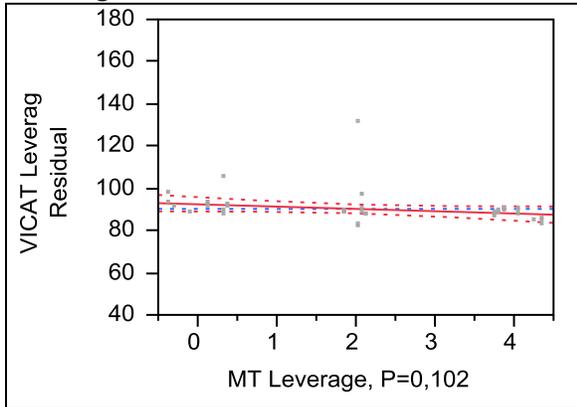
**Parameter Estimates**

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	100,1221	2,041671	49,04	<,0001*
MT	-1,090774	0,653352	-1,67	0,1025
MI	-2,219262	1,795547	-1,24	0,2233
(MT-2)*(MI-0,67)	-0,352663	1,032392	-0,34	0,7344
RECOZ[0]	-39,08777	1,051769	-37,16	<,0001*
(MT-2)*RECOZ[0]	0,1676913	0,653352	0,26	0,7987
(MI-0,67)*RECOZ[0]	0,3639301	1,795547	0,20	0,8404
(MT-2)*(MI-0,67)*RECOZ[0]	0,1510691	1,032392	0,15	0,8844

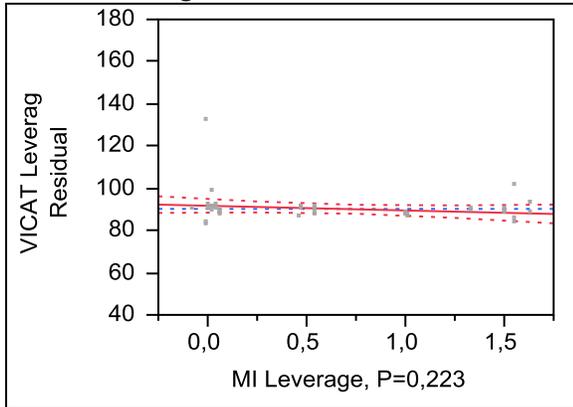
**Residual by Predicted Plot**



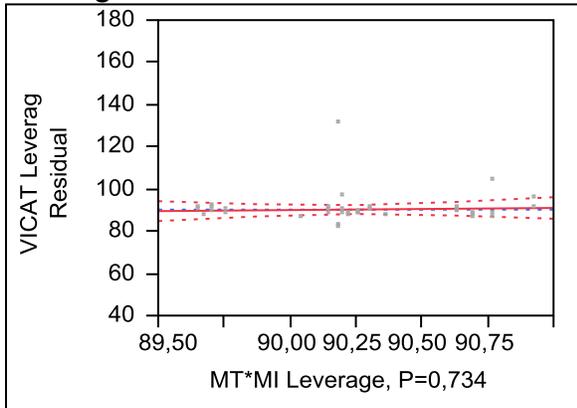
**MT  
Leverage Plot**



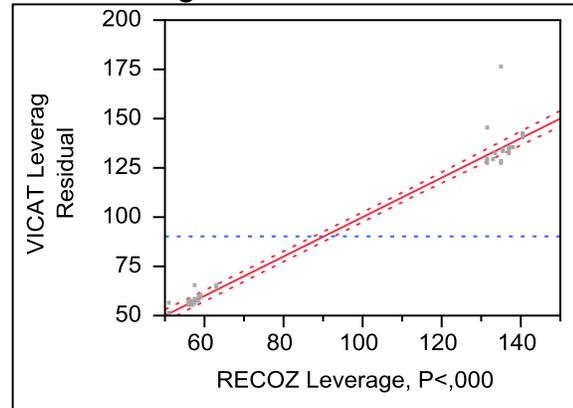
**MI  
Leverage Plot**



**MT\*MI  
Leverage Plot**



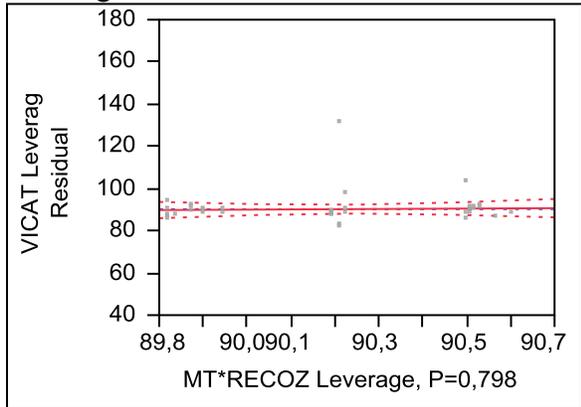
**RECOZ  
Leverage Plot**



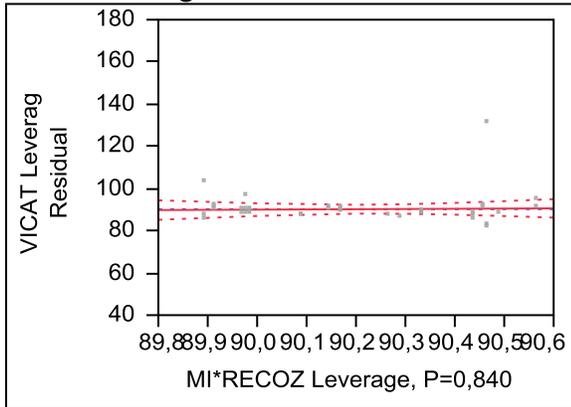
**Least Squares Means Table**

Level	Least Sq Mean	Std Error	Mean
0	57,36589	1,3642844	57,286
1	135,54142	1,6011251	135,686

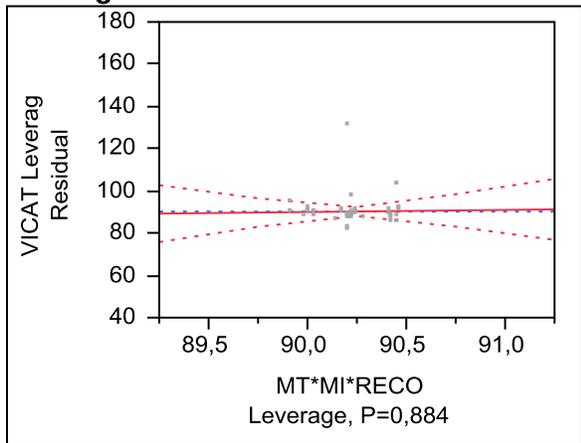
**MT\*RECOZ  
Leverage Plot**



**MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



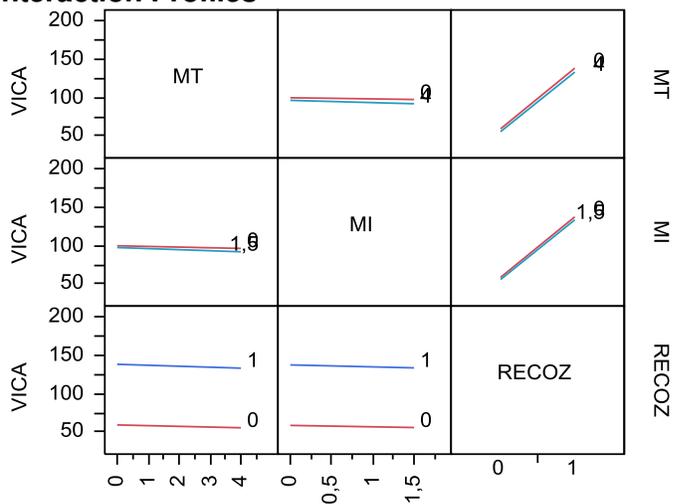
**MT\*MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



Os Leverage Plots mostram que o fator RECOZ é

o mais importante na resposta VICAT

**Interaction Profiles**



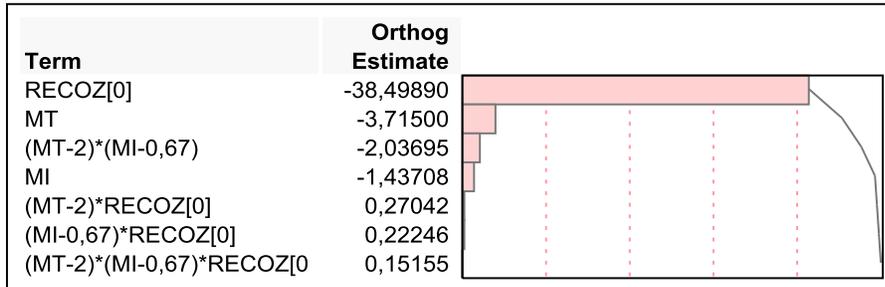
## Scaled Estimates

Nominal factors expanded to all levels

Continuous factors centered by mean, scaled by range/2

Term	Scaled Estimate	Plot Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	96,453652		1,051769	91,71	<,0001*
<b>RECOZ[1]</b>	<b>39,087766</b>		<b>1,051769</b>	<b>37,16</b>	<b>&lt;,0001*</b>
(MT-2)*RECOZ[0]	0,3353826		1,306704	0,26	0,7987
(MI-0,67)*RECOZ[0]	0,2729475		1,34666	0,20	0,8404
(MT-2)*(MI-0,67)*RECOZ[0]	0,2266036		1,548588	0,15	0,8844
(MT-2)*(MI-0,67)*RECOZ[1]	-0,226604		1,548588	-0,15	0,8844
(MI-0,67)*RECOZ[1]	-0,272948		1,34666	-0,20	0,8404
(MT-2)*RECOZ[1]	-0,335383		1,306704	-0,26	0,7987
(MT-2)*(MI-0,67)	-0,528994		1,548588	-0,34	0,7344
MI	-1,664446		1,34666	-1,24	0,2233
MT	-2,181547		1,306704	-1,67	0,1025
<b>RECOZ[0]</b>	<b>-39,08777</b>		<b>1,051769</b>	<b>-37,16</b>	<b>&lt;,0001*</b>

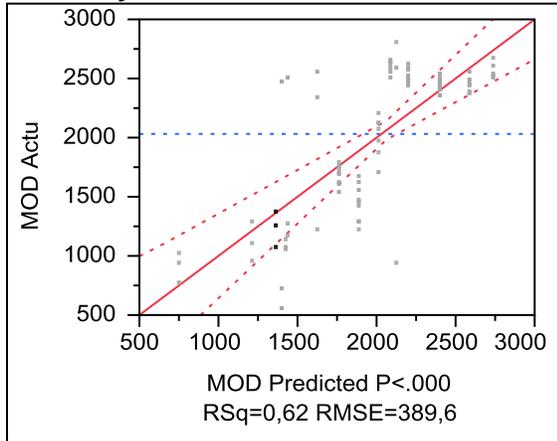
## Pareto Plot of Transformed Estimates



Os fatores significantes na resposta VICAT, de acordo com a análise estatística global do experimento foi o Recozimento (RECOZ), com influência no resultado no mínimo 10 vezes maior que qualquer outro fator ou interação.

C) Estudo dos efeitos dos fatores Modificador de Impacto (MI), Modificador Térmico (MT) e Recozimento (RECOZ) na resposta Módulo de Elasticidade (E) através de um modelo de regressão.

**Whole Model  
Actual by Predicted Plot**



**Summary of Fit**

RSquare	<b>0,615467</b>	← Proporção da variância explicada pelo modelo de regressão
RSquare Adj	0,585559	
Root Mean Square Error	389,65	
Mean of Response	2031,44	
Observations (or Sum Wgts)	98	

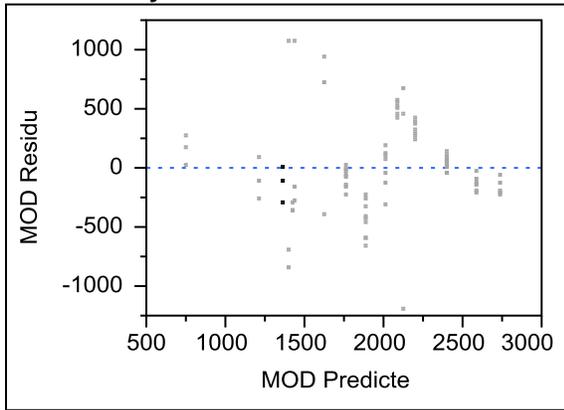
**Analysis of Variance**

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F	
Model	7	21870753	3124393	20,5786		
Error	90	13664440	151827			
C. Total	97	35535193			<b>&lt;.0001*</b>	← Teste global de significancia do modelo

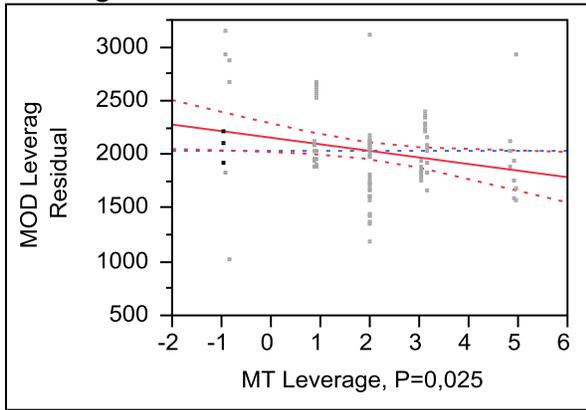
**Parameter Estimates**

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	1767,4653	85,99647	20,55	<.0001*
MT	-61,30754	26,92953	-2,28	0,0252*
MI	270,16866	77,29309	3,50	0,0007*
(MT-2)*(MI-0,65816)	-153,5915	43,31295	-3,55	0,0006*
RECOZ[0]	402,68495	45,82122	8,79	<.0001*
(MT-2)*RECOZ[0]	78,704463	26,92953	2,92	0,0044*
(MI-0,65816)*RECOZ[0]	245,75852	77,29309	3,18	0,0020*
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[0]	88,037046	43,31295	2,03	0,0450*

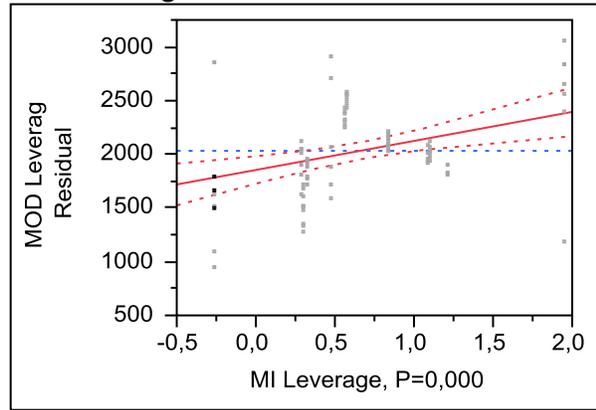
### Residual by Predicted Plot



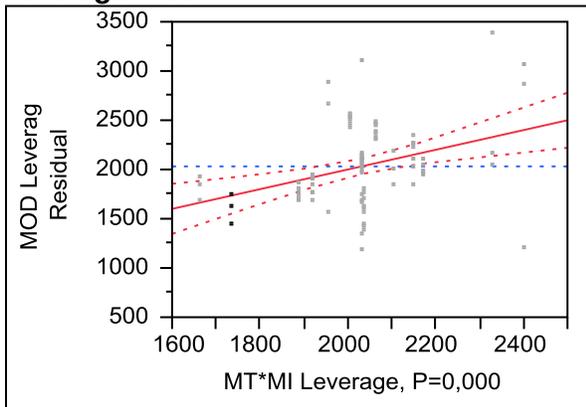
### MT Leverage Plot



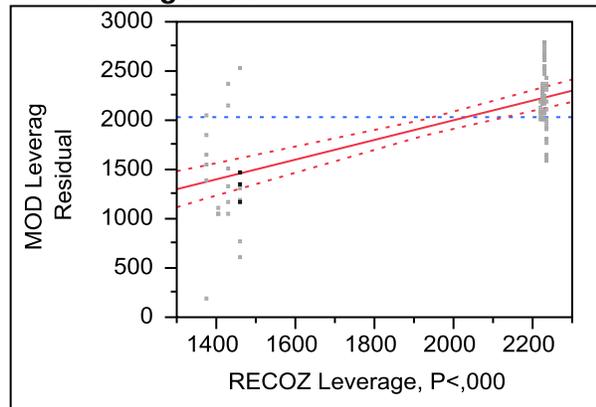
### MI Leverage Plot



### MT\*MI Leverage Plot



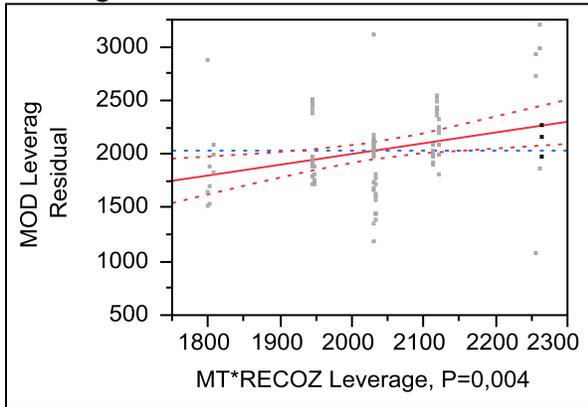
### RECOZ Leverage Plot



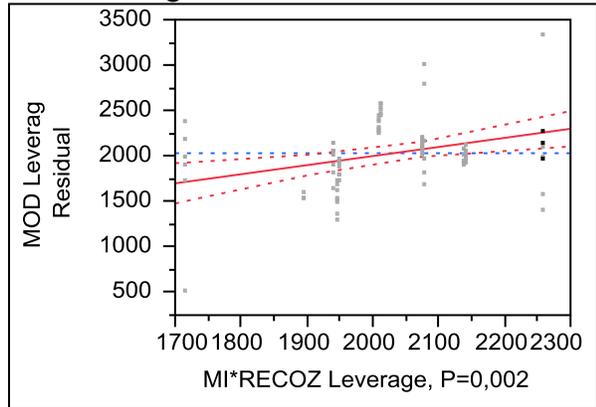
### Least Squares Means Table

Level	Least Sq Mean	Std Error	Mean
0	2225,3503	45,308357	2230,01
1	1419,9804	79,658582	1419,17

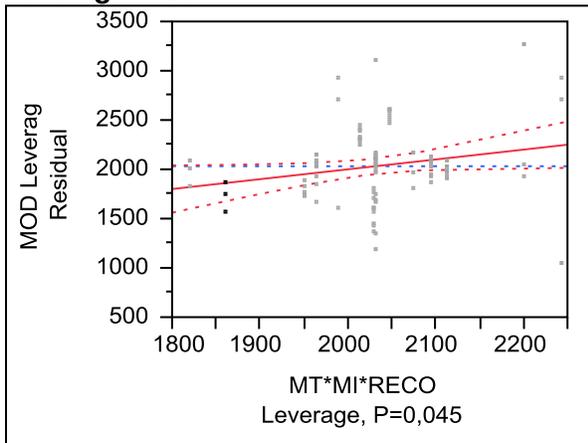
**MT\*RECOZ  
Leverage Plot**



**MI\*RECOZ  
Leverage Plot**

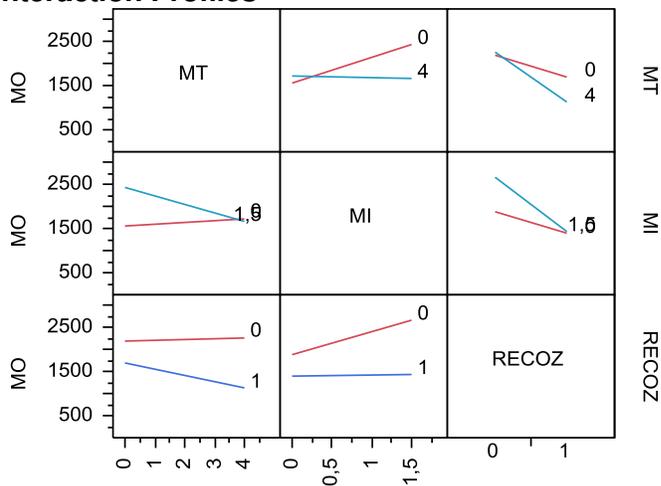


**MT\*MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



Os Leverage Plots mostram que todos os fatores e interações impactam de alguma maneira, negativa ou positivamente, na resposta Módulo de Elasticidade

**Interaction Profiles**



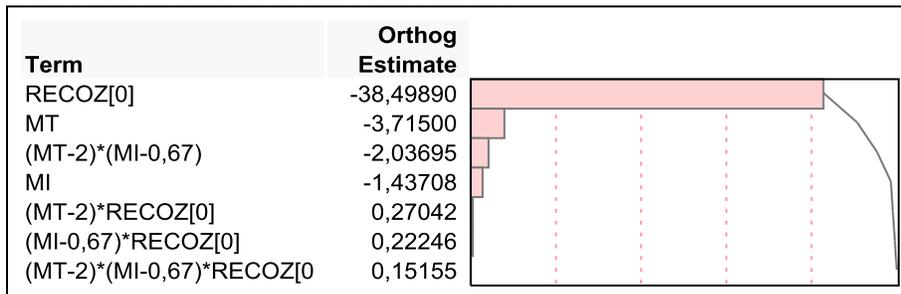
## Scaled Estimates

Nominal factors expanded to all levels

Continuous factors centered by mean, scaled by range/2

Term	Scaled Estimate	Plot Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	1822,6653		45,82122	39,78	<,0001*
RECOZ[0]	402,68495		45,82122	8,79	<,0001*
MI	202,6265		57,96982	3,50	0,0007*
(MI-0,65816)*RECOZ[0]	184,31889		57,96982	3,18	0,0020*
(MT-2)*RECOZ[0]	157,40893		53,85906	2,92	0,0044*
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[0]	132,05557		64,96942	2,03	0,0450*
MT	-122,6151		53,85906	-2,28	0,0252*
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[1]	-132,0556		64,96942	-2,03	0,0450*
(MT-2)*RECOZ[1]	-157,4089		53,85906	-2,92	0,0044*
(MI-0,65816)*RECOZ[1]	-184,3189		57,96982	-3,18	0,0020*
(MT-2)*(MI-0,65816)	-230,3873		64,96942	-3,55	0,0006*
RECOZ[1]	-402,6849		45,82122	-8,79	<,0001*

## Pareto Plot of Transformed Estimates



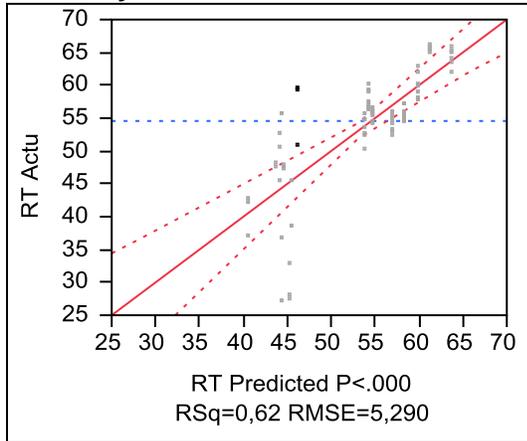
Todos os fatores foram significantes na resposta Módulo Elástico, de acordo com a análise estatística global do experimento. O fator isolado mais significante, impactando no aumento da resposta, foi o MI. O fator isolado mais significante, impactando na redução da resposta, foi o RECOZ. O fator MT também impacta reduzindo a resposta Módulo de Elasticidade.

Para facilitar a análise, isolando-se o fator RECOZ que é o mais significante, o que se nota é que sem o recozimento o MT não tem influência nenhuma na resposta e o MI influencia de modo a aumentar o Módulo de Elasticidade. Já com recozimento, o MT age de modo a reduzir a resposta e o MI perde sua influência.

D) Estudo dos efeitos dos fatores Modificador de Impacto (MI), Modificador Térmico (MT) e Recozimento (RECOZ) na resposta Resistência à Tração ( $\tau$ ) através de um modelo de regressão.

**Whole Model**

**Actual by Predicted Plot**



**Summary of Fit**

RSquare	<b>0,621367</b>
RSquare Adj	0,591918
Root Mean Square Error	5,290564
Mean of Response	54,56673
Observations (or Sum Wgts)	98

← Proporção da variância explicada pelo modelo de regressão

**Analysis of Variance**

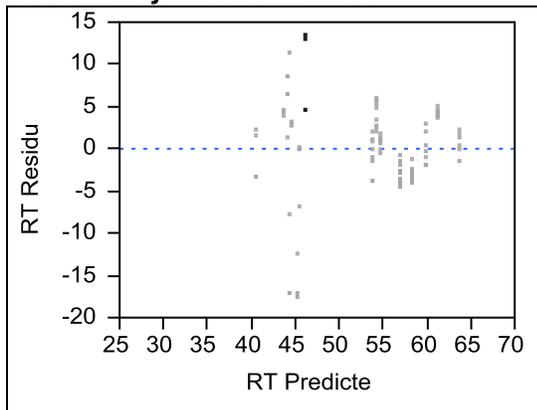
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F
Model	7	4134,0584	590,580	21,0996	
Error	90	2519,1057	27,990		
C. Total	97	6653,1642			<b>&lt;,0001*</b>

← Teste global de significancia do modelo

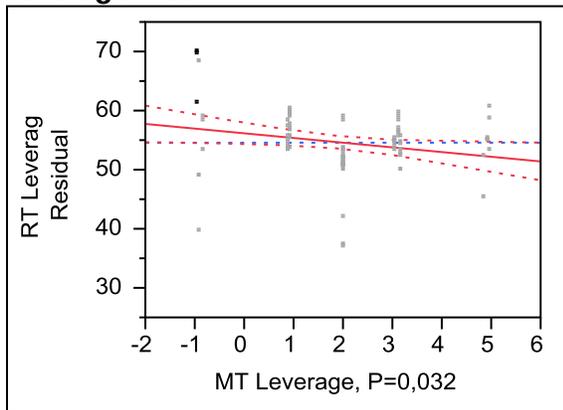
**Parameter Estimates**

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	52,652541	1,167637	45,09	<,0001*
MT	-0,793746	0,365642	-2,17	0,0326*
MI	-0,000863	1,049465	-0,00	0,9993
(MT-2)*(MI-0,65816)	0,3421452	0,588092	0,58	0,5622
RECOZ[0]	6,8261993	0,622148	10,97	<,0001*
(MT-2)*RECOZ[0]	-1,035873	0,365642	-2,83	0,0057*
(MI-0,65816)*RECOZ[0]	1,4958033	1,049465	1,43	0,1575
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[0]	-0,812379	0,588092	-1,38	0,1706

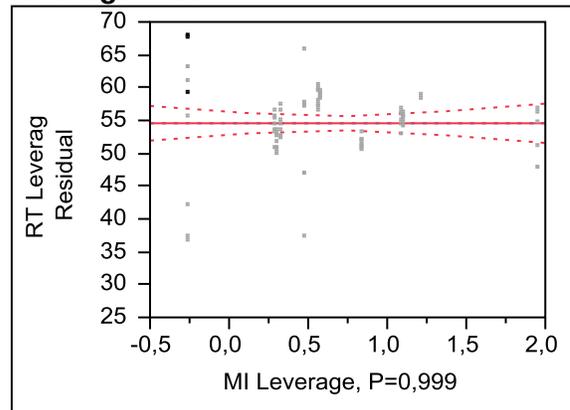
**Residual by Predicted Plot**



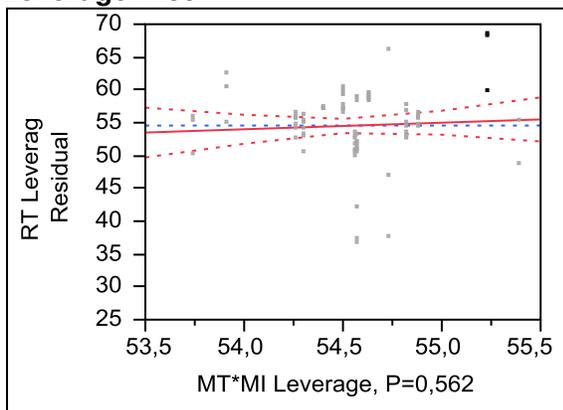
**MT  
Leverage Plot**



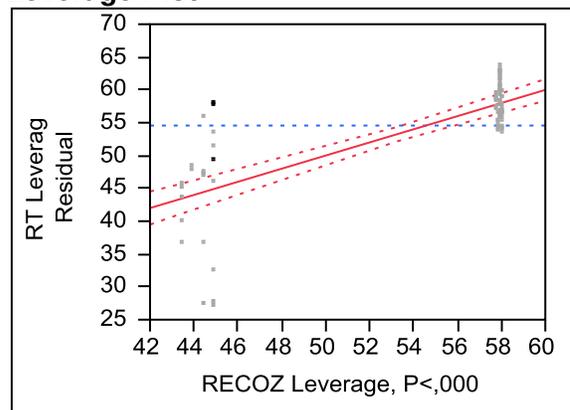
**MI  
Leverage Plot**



**MT\*MI  
Leverage Plot**



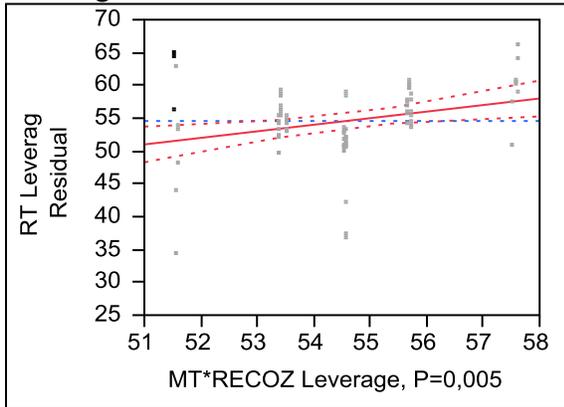
**RECOZ  
Leverage Plot**



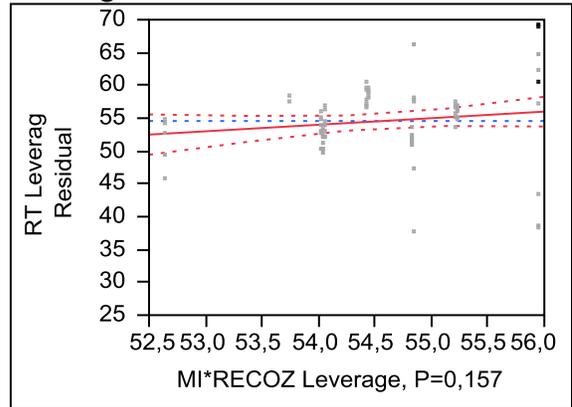
**Least Squares Means Table**

Level	Least Sq Mean	Std Error	Mean
0	57,890681	0,6151848	57,9004
1	44,238282	1,0815830	44,2879

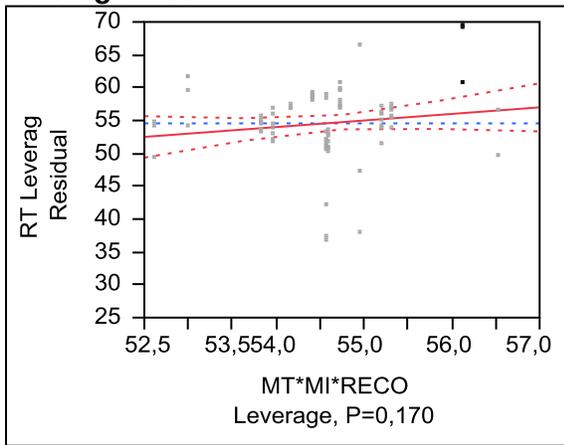
**MT\*RECOZ  
Leverage Plot**



**MI\*RECOZ  
Leverage Plot**

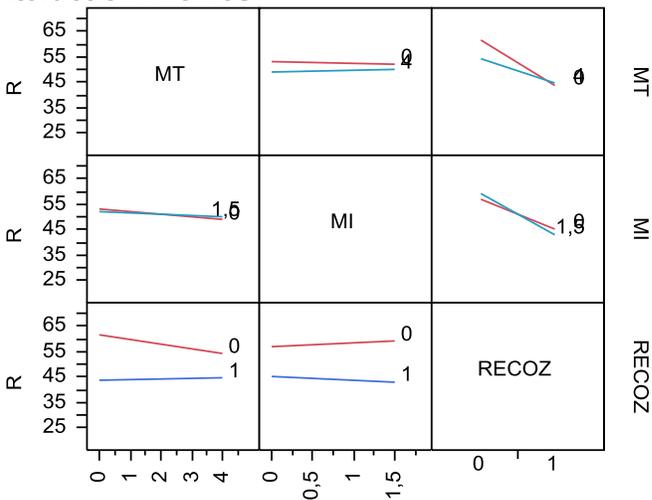


**MT\*MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



Os Leverage Plots mostram que o fator RECOZ e MT são os mais importante na resposta Resistência à Tração.

**Interaction Profiles**



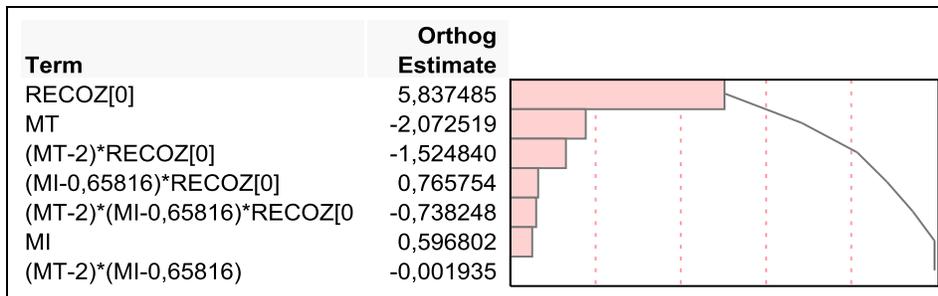
## Scaled Estimates

Nominal factors expanded to all levels

Continuous factors centered by mean, scaled by range/2

Term	Scaled Plot Estimate Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	51,064482	0,622148	82,08	<,0001*
RECOZ[0]	6,8261993	0,622148	10,97	<,0001*
(MT-2)*RECOZ[1]	2,0717455	0,731284	2,83	0,0057*
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[1]	1,2185679	0,882137	1,38	0,1706
(MI-0,65816)*RECOZ[0]	1,1218525	0,787099	1,43	0,1575
(MT-2)*(MI-0,65816)	0,5132178	0,882137	0,58	0,5622
MI	-0,000648	0,787099	-0,00	0,9993
(MI-0,65816)*RECOZ[1]	-1,121852	0,787099	-1,43	0,1575
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[0]	-1,218568	0,882137	-1,38	0,1706
MT	-1,587491	0,731284	-2,17	0,0326*
(MT-2)*RECOZ[0]	-2,071746	0,731284	-2,83	0,0057*
RECOZ[1]	-6,826199	0,622148	-10,97	<,0001*

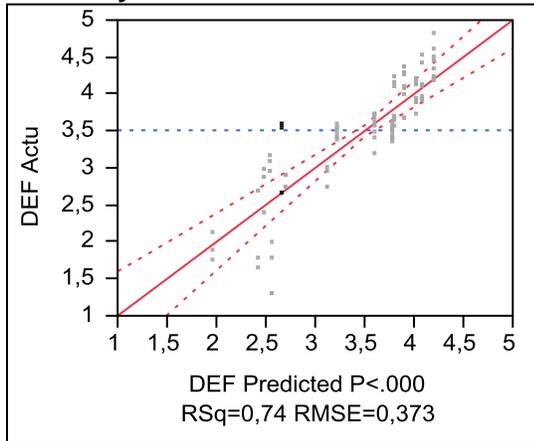
## Pareto Plot of Transformed Estimates



Os fatores significantes na resposta Resistência a Tração, de acordo com a análise estatística global do experimento foram Recozimento (RECOZ), Modificador Térmico (MT) e a interação entre Recozimento e Modificador Térmico (MT\*RECOZ), sendo que o fator Recozimento apresenta influência aproximadamente 3 vezes maior que o fator Modificador Térmico isolado.

E) Estudo dos efeitos dos fatores Modificador de Impacto (MI), Modificador Térmico (MT) e Recozimento (RECOZ) na resposta Alongamento na Força Máxima ( $\epsilon$ ) através de um modelo de regressão.

**Whole Model  
Actual by Predicted Plot**



**Summary of Fit**

RSquare	<b>0,743916</b>	← Proporção da variância explicada pelo modelo de regressão
RSquare Adj	0,723999	
Root Mean Square Error	0,373174	
Mean of Response	3,509398	
Observations (or Sum Wgts)	98	

**Analysis of Variance**

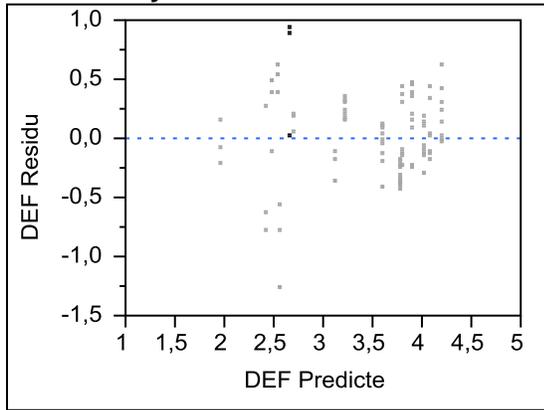
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F	
Model	7	36,408886	5,20127	37,3496		
Error	90	12,533302	0,13926			
C. Total	97	48,942187				

**<.0001\*** ← Teste global de significancia do modelo

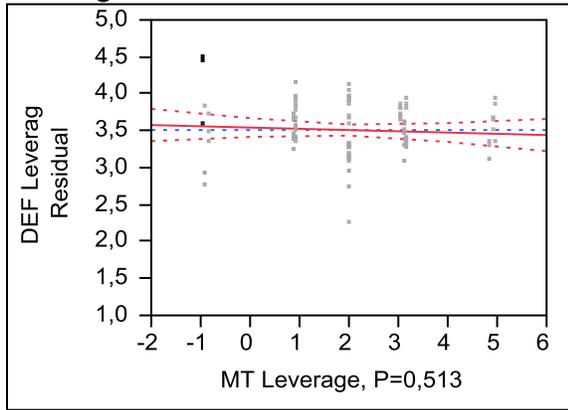
**Parameter Estimates**

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	3,2715078	0,08236	39,72	<,0001*
MT	-0,016932	0,025791	-0,66	0,5132
MI	-0,075037	0,074025	-1,01	0,3135
(MT-2)*(MI-0,65816)	0,0470096	0,041482	1,13	0,2601
RECOZ[0]	0,6336082	0,043884	14,44	<,0001*
(MT-2)*RECOZ[0]	-0,1207	0,025791	-4,68	<,0001*
(MI-0,65816)*RECOZ[0]	-0,051878	0,074025	-0,70	0,4852
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[0]	-0,173002	0,041482	-4,17	<,0001*

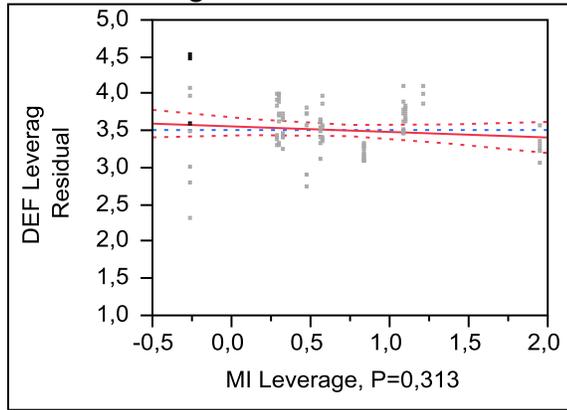
### Residual by Predicted Plot



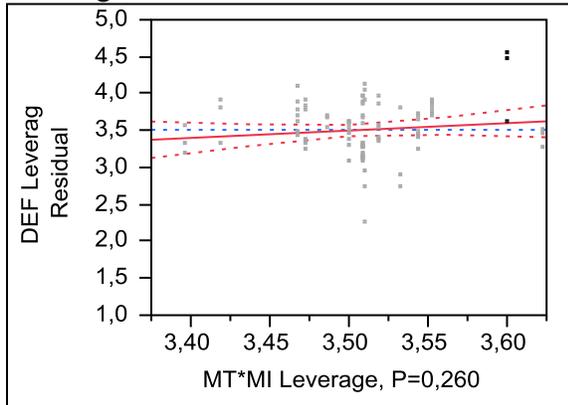
### MT Leverage Plot



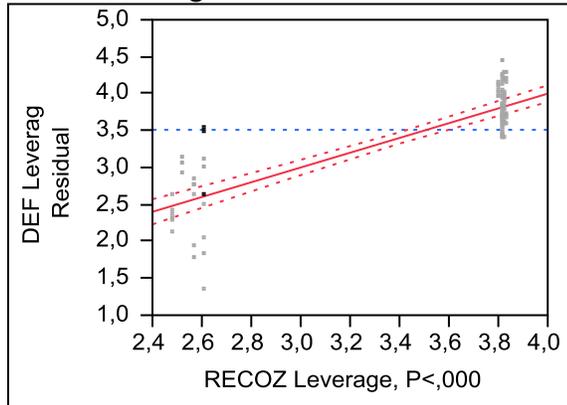
### MI Leverage Plot



### MT\*MI Leverage Plot



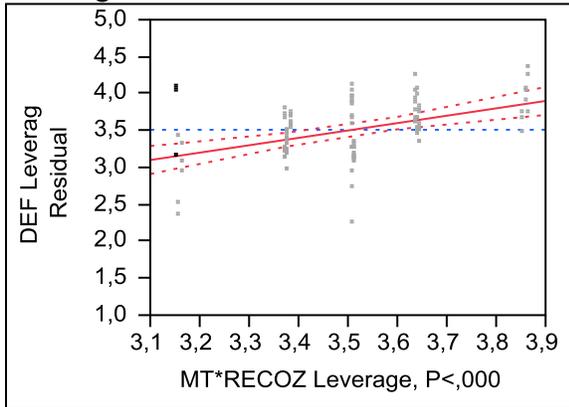
### RECOZ Leverage Plot



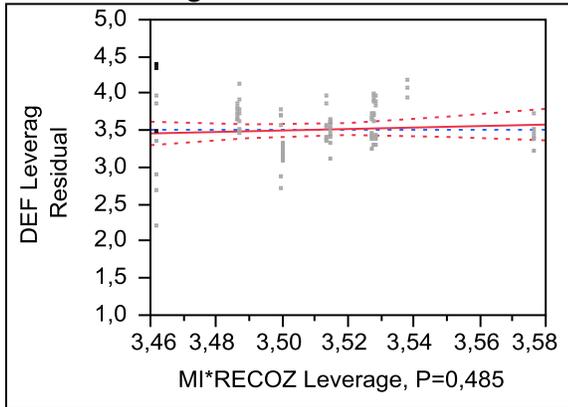
### Least Squares Means Table

Level	Least Sq Mean	Std Error	Mean
0	3,8218650	0,04339255	3,81880
1	2,5546486	0,07629031	2,55542

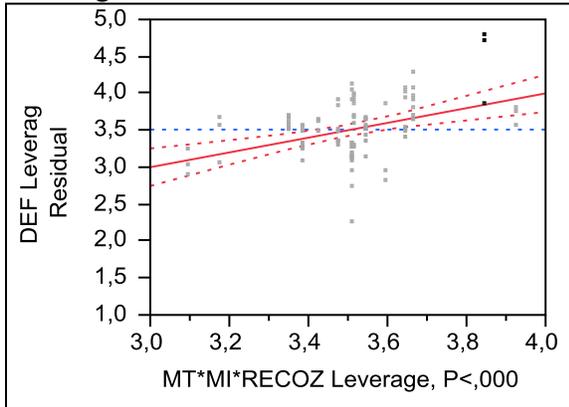
**MT\*RECOZ  
Leverage Plot**



**MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



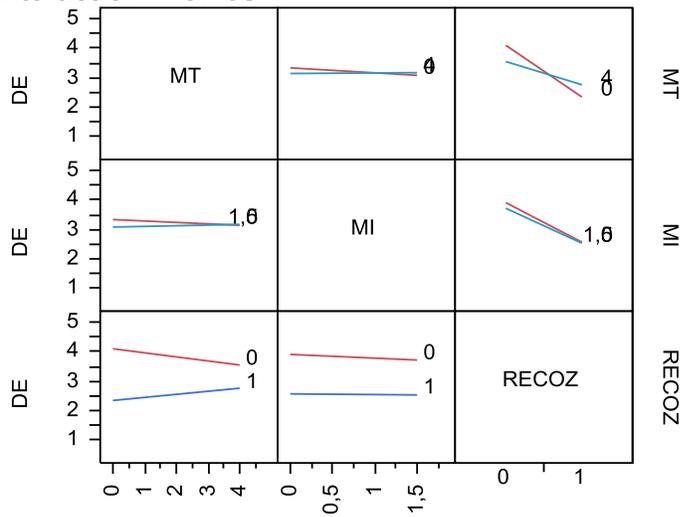
**MT\*MI\*RECOZ  
Leverage Plot**



Os Leverage Plots mostram que o fator RECOZ é

os mais importante na resposta Alongamento.

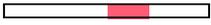
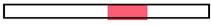
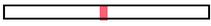
**Interaction Profiles**



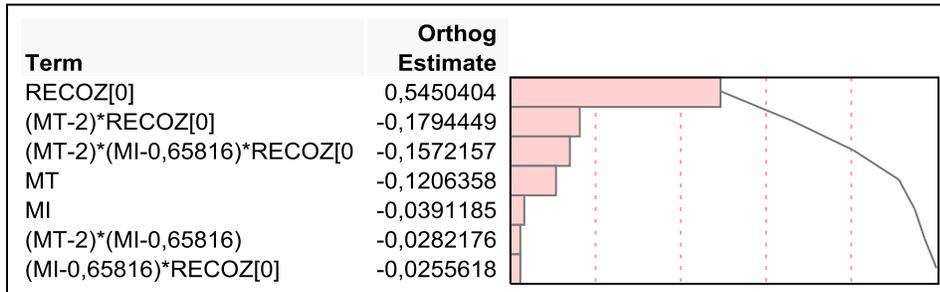
## Scaled Estimates

Nominal factors expanded to all levels

Continuous factors centered by mean, scaled by range/2

Term	Scaled Estimate	Plot Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	3,1882568		0,043884	72,65	<,0001*
RECOZ[0]	0,6336082		0,043884	14,44	<,0001*
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[1]	0,2595035		0,062222	4,17	<,0001*
(MT-2)*RECOZ[1]	0,2414003		0,051582	4,68	<,0001*
(MT-2)*(MI-0,65816)	0,0705143		0,062222	1,13	0,2601
(MI-0,65816)*RECOZ[1]	0,0389084		0,055519	0,70	0,4852
MT	-0,033864		0,051582	-0,66	0,5132
(MI-0,65816)*RECOZ[0]	-0,038908		0,055519	-0,70	0,4852
MI	-0,056278		0,055519	-1,01	0,3135
(MT-2)*RECOZ[0]	-0,2414		0,051582	-4,68	<,0001*
(MT-2)*(MI-0,65816)*RECOZ[0]	-0,259504		0,062222	-4,17	<,0001*
RECOZ[1]	-0,633608		0,043884	-14,44	<,0001*

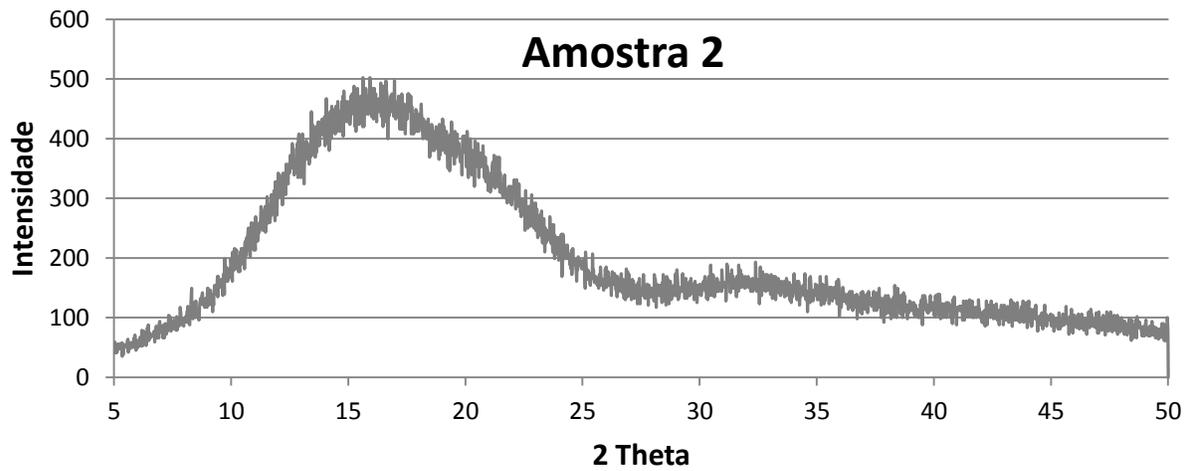
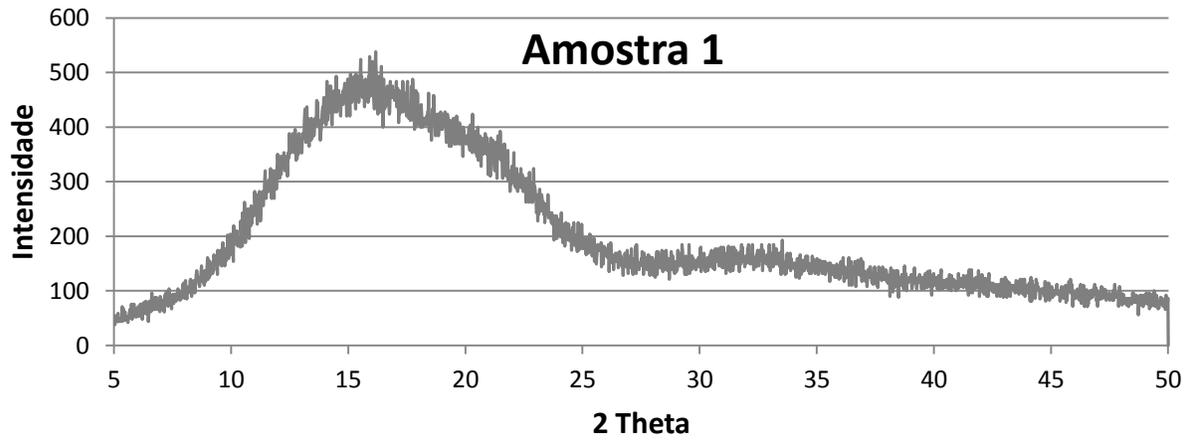
## Pareto Plot of Transformed Estimates

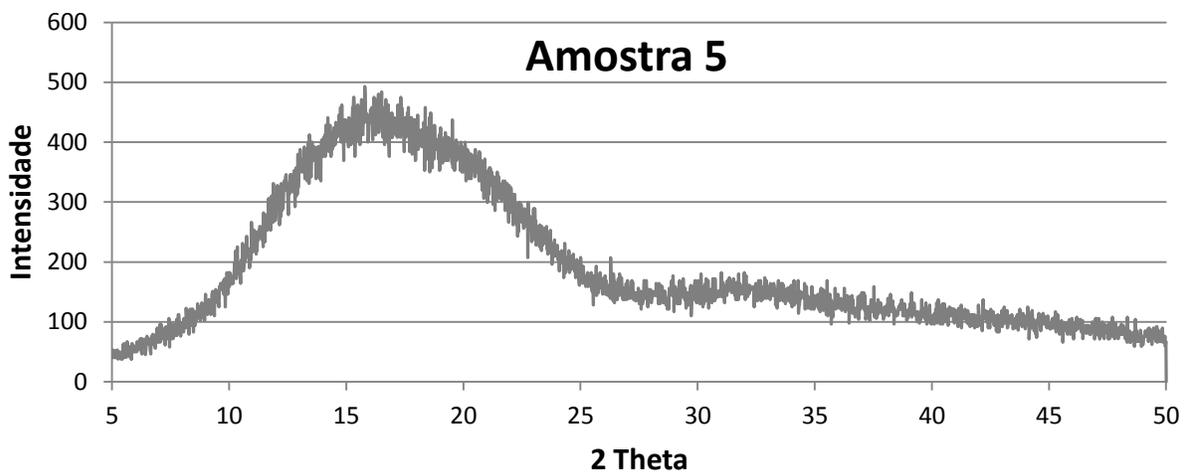
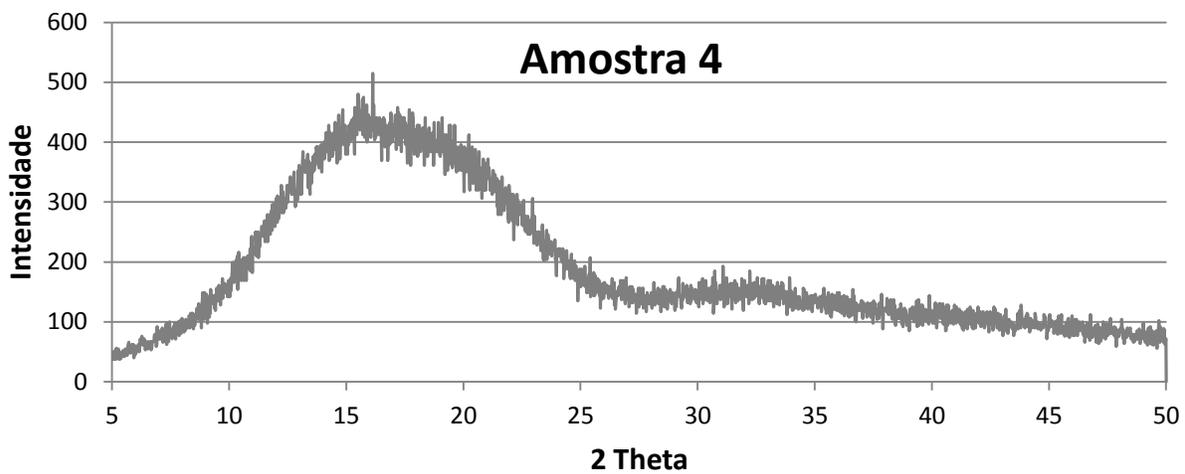
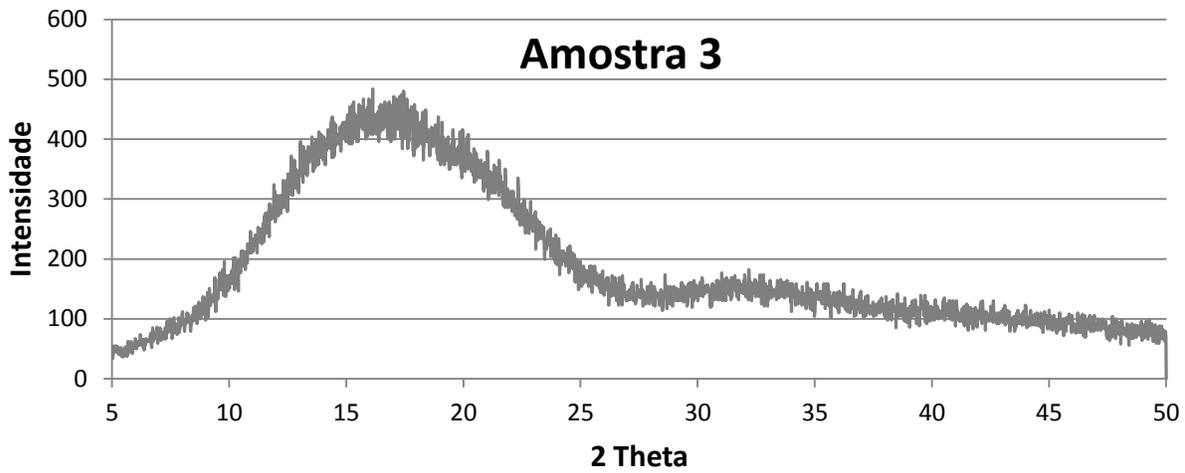


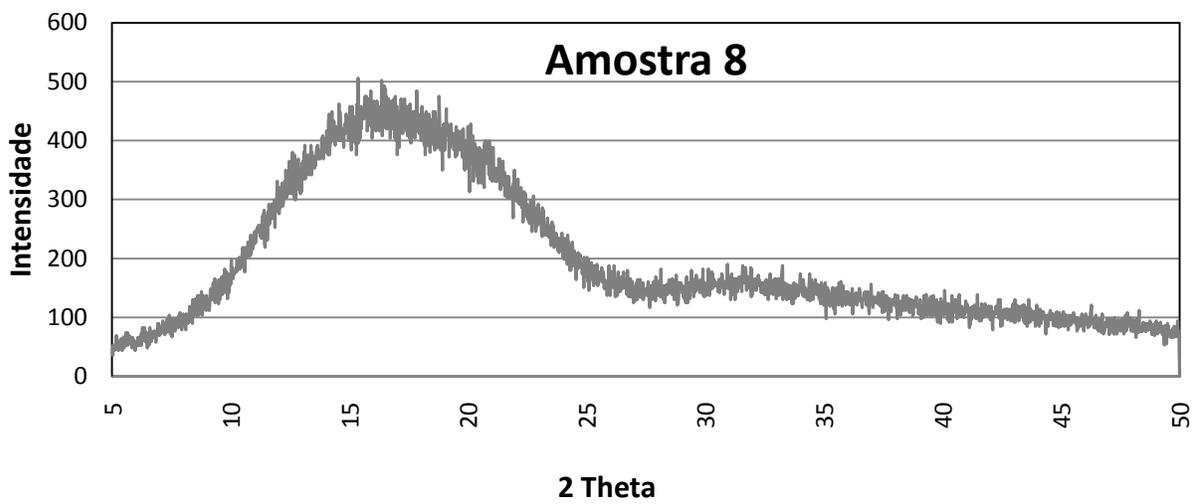
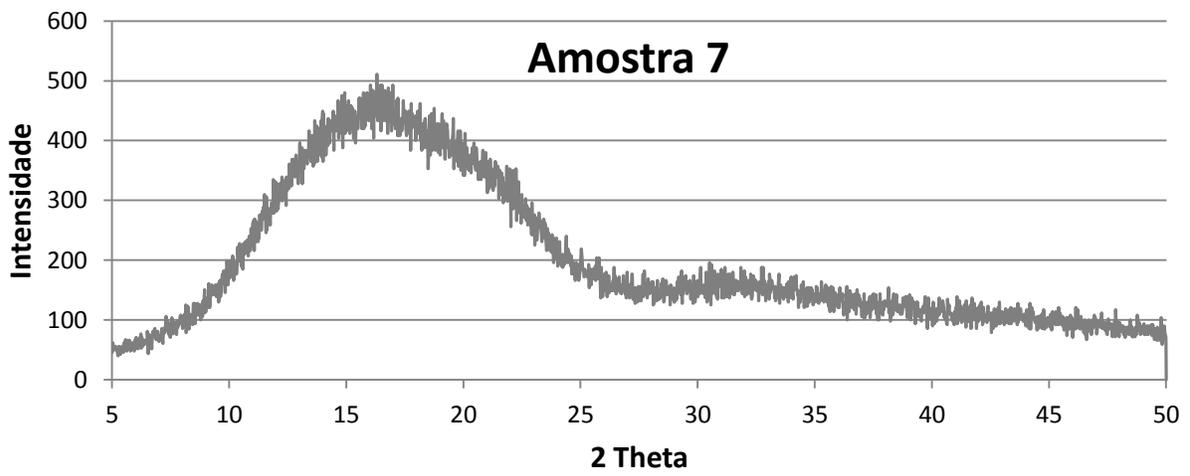
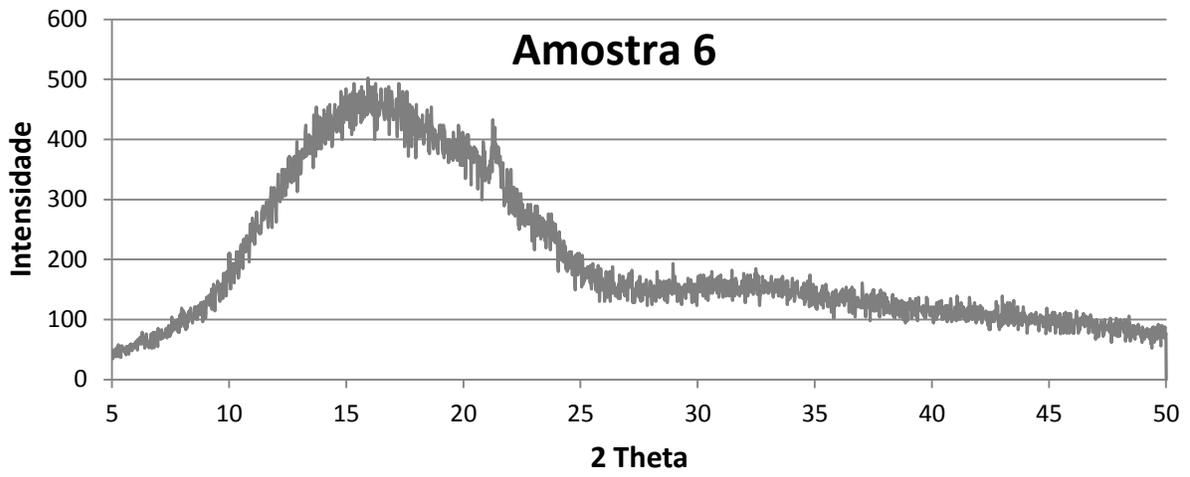
Os fatores significantes na resposta Alongamento na Força Máxima, de acordo com a análise estatística global do experimento foram Recozimento (RECOZ) e as interações entre Recozimento e MT (MT\*RECOZ), além da interação (RECOZ\*MT\*MI), sendo que o fator Recozimento apresenta influência pelo menos 3 vezes maior que os outros fatores ou interações.

## APÊNDICE 12

Difratogramas de Raios-X – antes do tratamento de recozimento







Difratogramas de Raios-X – após tratamento de recozimento

