



INFLUÊNCIA DO TEOR DE GRAFITE E DOS CICLOS DE REPROCESSAMENTO NA MORFOLOGIA DE COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO PARA APLICAÇÕES EM MANUFATURA ADITIVA.

Oliveira, M.A.B.¹; Dias, A.R.O.²; Alves, T.S.²; Barbosa, R.^{1,2*}

^{1*} Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Piauí, Teresina- PI, Brasil.

* (marcos.de@ufpi.edu.br)

²Prog. de Pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal do Piauí, Teresina-PI, Brasil.

Resumo: Compósitos de polipropileno (PP) contendo 2,5% e 5,0% de grafite foram submetidos a 1, 5 e 10 ciclos de reprocessamento por extrusão para avaliar os efeitos na morfologia do material. As amostras foram caracterizadas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados indicaram degradação progressiva da matriz polimérica com o aumento dos ciclos, enquanto os compósitos com 2,5% de grafite apresentaram melhor dispersão e integridade estrutural.

Palavras-chave: Polímero termoplástico;; Grafite; Ciclos de extrusão;; Compósitos poliméricos; Impressão 3D.

INTRODUÇÃO

A manufatura aditiva tem se consolidado como uma tecnologia promissora para a fabricação de componentes poliméricos, permitindo elevada liberdade de projeto, redução de desperdícios e produção de peças personalizadas. Entre os materiais utilizados, o polipropileno (PP) destaca-se por sua baixa densidade, resistência química e ampla aplicabilidade industrial, embora apresente desafios relacionados à estabilidade dimensional e adesão entre camadas durante a impressão 3D (Badini et al., 2023). Nesse contexto, a incorporação de grafite à matriz polimérica surge como uma alternativa para melhorar propriedades térmicas e estruturais, além de influenciar a cristalização e o comportamento do material durante o processamento (Kiepf et al., 2023; Kiepf et al., 2024).

Paralelamente, o reprocessamento de polímeros tem recebido crescente atenção devido à necessidade de desenvolvimento de materiais mais sustentáveis e alinhados aos princípios da economia circular. Entretanto, sucessivos ciclos de processamento podem promover degradação termo-oxidativa, alterações morfológicas e modificações na dispersão da carga, afetando diretamente o desempenho dos compósitos (Main et al., 2023; Sergi et al., 2023; Soccalingame et al., 2015).

Dessa forma, este trabalho teve como objetivo avaliar a influência do teor de grafite (2,5% e 5,0%) e dos ciclos de reprocessamento (1, 5 e 10 ciclos) na morfologia de compósitos de polipropileno, por meio de análises de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), visando compreender os efeitos do reprocessamento sobre a dispersão da carga e a integridade estrutural do material.

MATERIAL E MÉTODOS

Foram utilizados como matéria-prima o polipropileno (PP) H301, fornecido pela Braskem, com índice de fluidez de 10 g/10 min (230 °C/2,16 kg) e densidade de 0,905 g/cm³, e grafite em pó da linha Grafine, fornecido pela Nacional de Grafite, com granulometria média de 130 µm, teor de carbono de 97,5% e densidade de 0,40 g/cm³. Os compósitos foram produzidos com teores de 2,5% e 5,0% de grafite em massa em relação à matriz polimérica.

O processamento foi realizado em uma extrusora monorosca Ax-Plásticos, utilizando temperaturas de 160, 170 e 180 °C e velocidade de rotação da rosca de 50 rpm. As formulações foram submetidas a 1, 5 e 10 ciclos de reprocessamento por extrusão, sendo identificadas como A1/G2,5, A5/G2,5, A10/G2,5, A1/G5, A5/G5 e A10/G5 (Tabela 1). Amostras de PP puro também foram processadas sob as mesmas condições para fins comparativos. Entre os ciclos de extrusão, os materiais foram secos em estufa a 80 °C para remoção da umidade absorvida durante o resfriamento em banho de água.

Tabela 01: Formulações de PP com % de grafite.

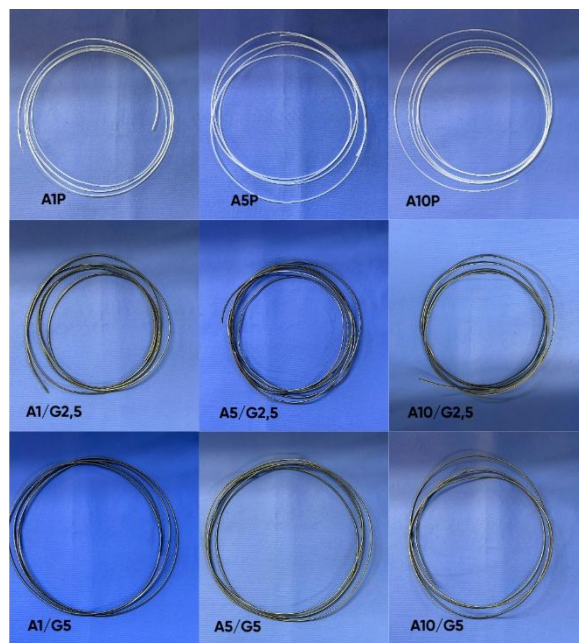
Amostras	Nº ciclos	Teor de PP (%)	Teor de Grafite (%)
A1P	1x	100	-
A5P	5x	100	-
A10P	10x	100	-
A1/G2.5	1x	97,5	2,5

A5/G2.5	5x	97,5	2,5
A10/G2,5	10x	97,5	2,5
A1/G5	1x	95,0	5,0
A5/G5	5x	95,0	5,0
A10/G5	10x	95,0	5,0

Fonte: Autoria Própria (2026).

Posteriormente, os filamentos obtidos (Figura 1) foram utilizados na produção de corpos de prova por manufatura aditiva utilizando uma impressora Creality K1 Max, seguindo a geometria da norma ASTM D638 Tipo V. A caracterização morfológica foi realizada por microscopia óptica (MO), empregando um microscópio Leica ICC50 E com aumento de 100×, e por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando um equipamento TESCAN VEGA3. As análises tiveram como objetivo avaliar a dispersão das partículas de grafite, a presença de aglomerados, a integridade da matriz polimérica e os efeitos dos diferentes ciclos de reprocessamento na morfologia dos compósitos.

Figura 1– Filamentos de PP produzidos com incorporação de grafite, submetidos à múltiplos ciclos de reprocessamento por extrusão



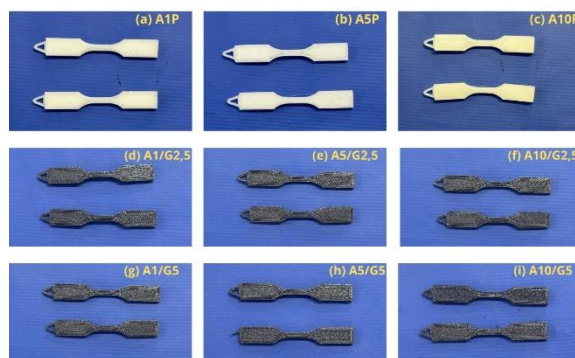
Fonte: Autoria Própria (2026).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 apresenta os corpos de prova produzidos por manufatura aditiva utilizando polipropileno puro e compósitos de PP contendo 2,5% e 5,0% de grafite,

submetidos a diferentes ciclos de reprocessamento. De modo geral, observou-se que todas as amostras puderam ser processadas por FDM, indicando que tanto o material puro quanto os compósitos apresentaram processabilidade adequada para a produção dos corpos de prova. Entretanto, diferenças visuais relacionadas à qualidade superficial e à uniformidade das peças tornaram-se evidentes com a incorporação de grafite e o aumento do número de ciclos de reprocessamento.

Figura 2 – Corpos de prova produzidos por manufatura aditiva (FDM) utilizando polipropileno (PP) puro e compósitos PP/grafite em diferentes concentrações e ciclos de reprocessamento: (a) A1P; (b) A5P; (c) A10P; (d) A1/G2,5; (e) A5/G2,5; (f) A10/G2,5; (g) A1/G5; (h) A5/G5; (i) A10/G5.

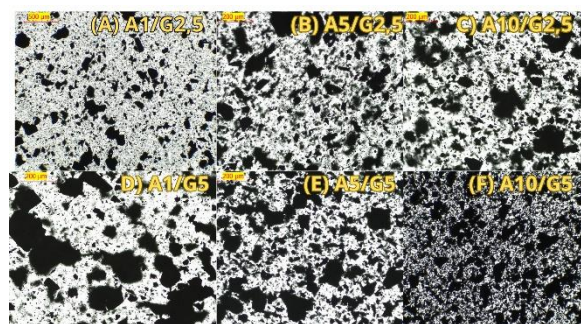


Fonte: Autoria Própria (2026).

As amostras produzidas com PP puro (A1P, A5P e A10P) apresentaram superfícies mais homogêneas e melhor acabamento visual. Em contrapartida, os compósitos contendo grafite exibiram superfícies mais rugosas e coloração mais heterogênea, especialmente nas formulações contendo 5,0% de carga. Esse comportamento pode estar associado à presença de partículas de grafite parcialmente aglomeradas e às alterações reológicas provocadas pela incorporação da carga. Segundo Badini et al. (2023), cargas carbonosas podem modificar significativamente o fluxo do material fundido durante a impressão, afetando a qualidade superficial e a coalescência entre os filamentos depositados.

Os resultados da microscopia óptica (Figura 3) permitiram avaliar a dispersão do grafite na matriz polimérica. Observou-se que as amostras submetidas a apenas um ciclo de processamento (A1/G2,5 e A1/G5) apresentaram maior quantidade de regiões escuras de maiores dimensões, indicando a presença de aglomerados de grafite dispersos na matriz. Esse comportamento sugere que o processamento inicial não foi suficiente para promover a completa desaglomeração das partículas.

Figura 3 – Micrografias obtidas por microscopia óptica dos compósitos de polipropileno (PP) com grafite, evidenciando a dispersão e distribuição das partículas na matriz polimérica em função do teor de carga e do número de ciclos de reproprocessamento: (a) A1/G2,5; (b) A5/G2,5; (c) A10/G2,5; (d) A1/G5; (e) A5/G5; (f) A10/G5.



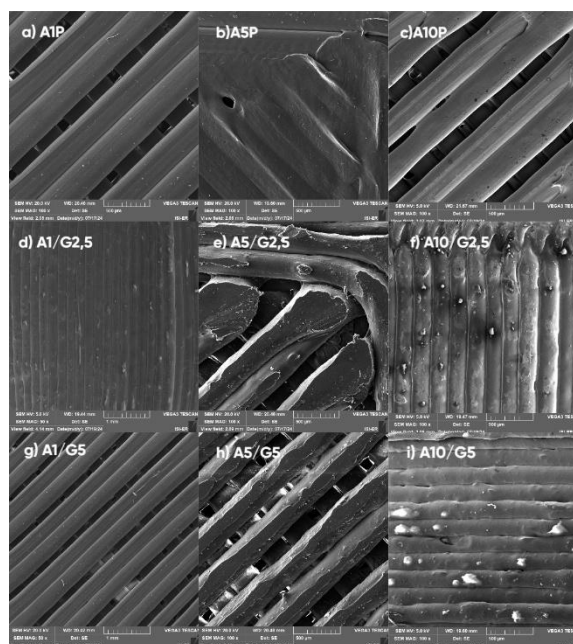
Fonte: Autoria Própria (2026).

Com o aumento do número de ciclos de reproprocessamento, verificou-se uma redução gradual do tamanho dos aglomerados e uma distribuição mais homogênea da carga, principalmente para as amostras A5/G2,5 e A10/G2,5. Esse resultado pode ser atribuído à ação repetida do cisalhamento durante a extrusão, que favorece a quebra de aglomerados e melhora a dispersão das partículas na matriz polimérica. Santos et al. (2016) relatam comportamento semelhante em compósitos poliméricos reproprocessados, nos quais os sucessivos ciclos de extrusão contribuíram para uma melhor distribuição das partículas de reforço.

Entretanto, nas amostras contendo 5,0% de grafite, mesmo após dez ciclos de reproprocessamento, ainda foi possível identificar regiões de concentração de partículas. Esse comportamento indica que o aumento da fração mássica de grafite favorece as interações entre partículas, dificultando sua completa dispersão. Segundo Tariq et al. (2023), concentrações mais elevadas de cargas carbonosas tendem a promover a formação de aglomerados devido à elevada energia superficial dessas partículas.

A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV), apresentada na Figura 4, permitiu avaliar a morfologia superficial das peças impressas e a qualidade da adesão entre as camadas depositadas. As amostras de PP puro apresentaram superfícies relativamente contínuas e homogêneas, com boa definição dos filamentos e adequada coalescência entre as camadas.

Figura 4 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies dos corpos de prova produzidos por FDM: (a) A1P; (b) A5P; (c) A10P; (d) A1/G2,5; (e) A5/G2,5; (f) A10/G2,5; (g) A1/G5; (h) A5/G5; (i) A10/G5.



Fonte: Autoria Própria (2026).

Nos compósitos contendo 2,5% de grafite, observou-se que a morfologia permaneceu relativamente uniforme, embora pequenas irregularidades superficiais tenham surgido após os ciclos de reproprocessamento. Esse comportamento sugere que a incorporação da carga não comprometeu significativamente a integridade estrutural do material nessa concentração.

Por outro lado, as amostras contendo 5,0% de grafite apresentaram maior rugosidade superficial, presença de partículas expostas e regiões com descontinuidades entre os filamentos depositados. Tais características indicam possíveis limitações na adesão interfacial entre a matriz polimérica e a carga, bem como dificuldades de molhamento das partículas durante o processamento. Pan et al. (2017) destacam que a eficiência do reforço promovido pelo grafite depende diretamente da qualidade da interface carga-matriz, sendo a presença de aglomerados um fator que favorece a concentração de tensões e a formação de defeitos microestruturais.

Além disso, os defeitos observados nas amostras submetidas a maiores números de ciclos podem estar relacionados à degradação termo-oxidativa do polipropileno durante os sucessivos reproprocessamentos. De acordo com Esmizadeh, Tzoganakis e Mekonnen (2020), a repetida exposição do polímero a temperaturas elevadas e esforços de cisalhamento promove a cisão das cadeias macromoleculares, reduzindo o peso molecular e alterando as características reológicas do material. Essas modificações podem comprometer a adesão



entre filamentos durante a impressão e favorecer o aparecimento de defeitos superficiais.

De modo geral, os resultados obtidos indicam que os ciclos de reprocessamento contribuíram para melhorar a dispersão do grafite na matriz polimérica, principalmente nas formulações contendo 2,5% de carga. Entretanto, o aumento do teor de grafite para 5,0% favoreceu a formação de aglomerados e o surgimento de irregularidades morfológicas, mesmo após múltiplos ciclos de processamento. Assim, a formulação contendo 2,5% de grafite apresentou o melhor equilíbrio entre dispersão da carga, integridade estrutural e qualidade superficial das peças produzidas por manufatura aditiva.

CONCLUSÃO

Os resultados obtidos demonstraram que a incorporação de grafite e os sucessivos ciclos de reprocessamento influenciam diretamente a morfologia e a qualidade dos compósitos de polipropileno produzidos por manufatura aditiva. A inspeção visual evidenciou que todas as formulações apresentaram processabilidade adequada para impressão 3D, permitindo a obtenção de corpos de prova com geometria definida. Entretanto, observou-se aumento da rugosidade superficial e da heterogeneidade das peças com o aumento do teor de grafite, especialmente nas amostras contendo 5,0% de carga.

As análises por microscopia óptica mostraram que os ciclos de reprocessamento contribuíram para uma melhor dispersão das partículas de grafite na matriz polimérica, esse efeito foi mais evidente nas formulações contendo 2,5% de grafite.

microscopia eletrônica de varredura revelaram que o aumento do número de ciclos de reprocessamento e da concentração de grafite favoreceu o surgimento de irregularidades superficiais, partículas expostas e defeitos associados à adesão entre camadas.

De modo geral, os resultados indicam que a formulação contendo 2,5% de grafite apresentou o melhor equilíbrio entre dispersão da carga, integridade estrutural e qualidade superficial das peças produzidas. Além disso, verificou-se que os ciclos de reprocessamento podem atuar positivamente na homogeneização da carga, embora o excesso de reprocessamentos possa intensificar mecanismos de degradação da matriz polimérica.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Piauí (FAPEPI) pelo apoio financeiro concedido ao desenvolvimento desta pesquisa. Agradecem também ao Laboratório de Polímeros e Materiais Conjugados (LAPCON) da Universidade Federal do Piauí pelo suporte técnico,

infraestrutura e auxílio na realização dos experimentos e análises.

REFERÊNCIAS

BADINI, C. et al. Additive manufacturing and recycling strategies for polypropylene-based composites. **Polymers**, Basel, v. 15, n. 8, 2023.

ESMIZADEH, E.; TZOGANAKIS, C.; MEKONNEN, T. H. Thermo-oxidative degradation of recycled polypropylene: effect on morphology and properties. **Polymer Degradation and Stability**, Amsterdam, v. 179, 2020.

KIEPFER, J. et al. Thermally conductive polypropylene composites: influence of carbon-based fillers on crystallization and thermal transport. **Composites Part B: Engineering**, Oxford, v. 267, 2023.

KIEPFER, J. et al. Crystallization behavior and thermal conductivity of polypropylene composites reinforced with conductive fillers. **Polymer Composites**, Hoboken, v. 45, n. 3, 2024.

MAIN, N. et al. Influence of multiple recycling cycles on polypropylene properties and processability. **Polymers**, Basel, v. 15, n. 4, 2023.

MARTÍN-ALFONSO, J. E.; FRANCO, J. M. Rheological behavior of recycled polypropylene materials. **Polymer Engineering and Science**, Hoboken, v. 55, n. 5, p. 1120-1128, 2015.

ONU, P.; AYELERU, O.; OLUBAMBI, P. Sustainable recycling routes for polypropylene and advanced engineering applications. **Materials Today Sustainability**, Amsterdam, v. 25, 2024.

PAN, Y. et al. Morphological and electrical properties of graphite/polypropylene composites. **Materials Chemistry and Physics**, Amsterdam, v. 196, p. 95-103, 2017.

SANTOS, R. M. et al. Influence of reprocessing on filler dispersion in thermoplastic composites. **Materials Research**, São Carlos, v. 19, n. 4, p. 835-842, 2016.

SERGI, C. et al. Effects of reprocessing on morphology and performance of polymer composites. **Polymers**, Basel, v. 15, n. 12, 2023.

SOCCALINGAME, L. et al. Mechanical recycling of polypropylene composites: influence on morphology



and properties. **Polymer Degradation and Stability**, Amsterdam, v. 118, p. 84-95, 2015.

TARIQ, A. et al. Processing and performance of carbon-filled polypropylene composites. **Journal of Composite Materials**, Thousand Oaks, v. 57, n. 12, p. 1825-1840, 2023.