

Espumas Injetadas de Polipropileno: Efeitos do Teor do Agente de Expansão e dos Parâmetros de Processamento

Carlos M. R. A. Souto¹, Marcelo S. Rabello^{1*}

¹ Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Av. Aprígio Veloso 882, Bodocongó, 58429-900, Campina Grande, PB.

(Recebido em 09/01/2020; revisado em 20/01/2020; aceito em 05/02/2020)
(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

Resumo:

O polipropileno (PP) é um dos principais polímeros industriais, podendo ser produzido também na forma expandida por injeção convencional utilizando-se um agente químico de expansão, como o azodicarbonamida. A expansão ocorre durante o ciclo de injeção e é dependente de diversos fatores, como o tipo de agente, sua concentração, as características da ferramenta e os parâmetros de injeção. Neste trabalho foram produzidos corpos de provas de PP expandido utilizando duas diferentes concentrações de azodicarbonamida, duas espessuras de cavidade de molde, além de variações nos parâmetros de injeção, como pressão e temperatura do molde. Os resultados mostraram que, nas condições empregadas, o PP expande facilmente durante a injeção, obtendo-se produtos com menor densidade e com estrutura do tipo *skin-core*. Das variáveis investigadas, a espessura do molde mostrou-se a mais significativa para definir a expansão do produto.

Palavras chave: espuma de polipropileno; azodicarbonamida; parâmetros de injeção.

Abstract:

Polypropylene (PP) is one of the main industrial polymers and it can be produced also in an expanded form using conventional injection moulding when a chemical blowing agent, like azodicarbonamide, is added. The expansion takes place during the injection moulding cycle and it is dependent on various parameters like the type and content of the blowing agent, the tool characteristics and the processing variables. In the current work, sample bars were produced using two different contents of azodicarbonamide, two mould cavity thicknesses, and several injection conditions, like injection pressure and mould temperature. The results showed that, under the conditions studied, PP expands easily during injection moulding, producing samples with lower density and with a skin-core structure. Among the parameters investigated, the mould thickness was shown to be the most significant to define the product expansion.

Keywords: polypropylene foam; azodicarbonamide; injection moulding parameters.

1. Introdução

Espumas produzidas a partir de termoplásticos têm recebido grande atenção industrial devido às suas características diferenciadas, como leveza, capacidade para isolar térmica e acusticamente, rigidez específica e boa absorção de energia, associadas à baixo custo [1-3]. Espumas são consideradas como materiais heterogêneos, compostos por uma fase sólida (polímero) e outra fase gasosa, que é introduzida no material durante o processamento. As células de gás conferem ao material propriedades únicas, de grande interesse para a engenharia. Embora qualquer polímero possa ser obtido sob a forma expandida, o polipropileno (PP) se destaca como um dos mais importantes na fabricação de espumas, por associar baixo custo e facilidade de fabricação a boas propriedades do polímero base como, por exemplo, estabilidade dimensional, ductilidade, elevada resistência química e boa reciclabilidade [3-5].

Do ponto de vista industrial, a fabricação de peças que sejam leves e resistentes é um atrativo especial, visto que uma forma de associar a produção de produtos plásticos com peças ainda mais leves é realizar a fabricação de peças expandidas. Além disto, é possível mitigar custos através da menor quantidade de material que é aplicado, se tornando também mais correto ambientalmente [6, 7].

Gómez-Monterde *et al.* [7] indicam alguns modos para realizar a injeção de termoplásticos expandidos, através de agentes físicos e químicos de expansão, utilizando técnicas como extrusão e injeção. Alguns polímeros, como os poliuretanos, geram voláteis durante a sua polimerização, que são utilizados na expansão do material durante o processamento. Os demais polímeros são expandidos a partir da aditivação, por exemplo, utilizando agentes químicos como o azodicarbonamida [8]. Este tipo de aditivo, ao decompor-se,

*Email: marcelo.rabello@ufcg.edu.br (M. S. Rabello)

libera gases capazes de expandir a massa fundida gerando células no produto moldado.

Segundo Hou *et al.* [8] e Maier e Calafut [9], um dos maiores problemas para realizar a expansão do PP durante a extrusão, é a dificuldade na formação de células, devido a sua baixa resistência do fundido, que causa o colapso das células, obtendo-se uma estrutura com células abertas, o que geralmente é indesejável. Além disso, podem surgir problemas com a qualidade do acabamento superficial do produto caso a expansão ocorra próximo das camadas superficiais. No processamento por injeção essa questão é minimizada, pois ocorre em uma cavidade confinada do molde e não por expansão livre, como na extrusão. Apesar disso, a injeção de espumas requer um rígido controle dos parâmetros operacionais, como a pressão de injeção e de recalque, temperatura, tempo, velocidade de injeção, etc., que afetam diretamente o processo de expansão durante a injeção [7, 9,10]. Embora a injeção do polipropileno expandido seja amplamente utilizada e de não se tratar de uma tecnologia recente, curiosamente, os estudos científicos voltados para esse tipo de processamento são muito escassos, e ainda mais raros são aqueles voltados para avaliação morfológica da espuma obtida e os efeitos do processamento.

Este trabalho tem como objetivo realizar a injeção de polipropileno expandido, aditivando o polímero com o agente de expansão do tipo azodicarbonamida e avaliar a influência do teor do agente de expansão, espessura da cavidade do molde e dos parâmetros de processamento nas características do produto.

2. Materiais e Métodos

Para confecção dos corpos de prova foi utilizado um homopolímero de polipropileno apresentando índice de fluidez de 10g/10min, fabricado pela Braskem sob o código H301.

Também foi utilizado um *Masterbach* PE EX 50012, produzido pela Cromex S/A de agente expensor de azodicarbonamida, veiculado em polietileno de baixa densidade, com teor de aditivo de 12% e granulometria entre 4 e 6µm.

Processamento por injeção

Os corpos de prova foram produzidos a partir da mistura mecânica a frio do PP com o *masterbach* contendo o agente de expansão, seguido de injeção. Utilizou-se máquina injetora, Fluidmec H3040 e variou-se diversos parâmetros de injeção e de composição, obtendo-se corpos de prova para combinações distintas de parâmetros. A temperatura aplicada na zona de compressão da injetora foi de 210°C e na zona de dosagem 220°C.

Para o molde foram utilizadas temperaturas de 20°C, 40°C e 60°C. Para cada uma dessas temperaturas de molde foram variados os outros parâmetros da máquina como a pressão de injeção (de 10, 30 e 50% da pressão máxima nominal da máquina) e o teor *masterbach* (2% e 4% em massa). Além disto, duas cavidades com espessuras diferentes

foram utilizadas, 3mm e 4,5mm, através da alteração de uma parte móvel do molde. O efeito das variáveis de processamento nas propriedades dos corpos de prova injetados se constitui no objetivo principal deste estudo.

Análise térmica

A termogravimetria (TGA) foi utilizada no *masterbach* para a determinação da faixa de temperatura em que ocorre a decomposição e liberação de gás. O ensaio foi realizado no sistema de Análise Térmica Shimadzu, modelo DTG-60, em atmosfera de ar com uma taxa de aquecimento de 10°C/min e em uma faixa de temperatura de 25 a 400°C.

Densidade

Medidas de densidade de seções dos corpos de prova injetados foram realizados segundo o método de ensaio B da ASTM D 792, que utiliza o princípio de Arquimedes (empuxo) e é indicado para polímeros sólidos com densidade inferior à da água. Para a realização deste ensaio todos os corpos de prova produzidos foram seccionados em seis partes menores, enumeradas e de mesmo comprimento, conforme ilustrado na Figura I. Para todos os corpos de prova a direção do fluxo de injeção no molde ocorre no sentido 1→6, ou seja, o fluxo ao adentrar a cavidade do molde ocorre a partir da secção 1 até o preenchimento total ao atingir a secção 6, sendo esta, assim, a parte final. Procurou-se investigar a variação na densidade longitudinalmente, conforme a distância em relação ao ponto de injeção.



Figura I. Corpo de prova seccionado e ponto de injeção.

Microscopia ótica e estereoscopia

A morfologia das espumas de PP injetadas foi avaliada por microscopia ótica em um microscópio ótico OLYMPUS BX 51 TRF. O objetivo da utilização do microscópio ótico foi visualizar a estrutura *skin-core*, morfologia e distribuição das células.

O estereoscópio é um instrumento semelhante ao microscópio ótico destinado ao exame de imagens vistas de pontos diferentes resultando em maior profundidade de campo em relação ao microscópio ótico convencional. A visão binocular possibilita a percepção da tridimensionalidade dos objetos. O equipamento utilizado foi o DP Instrumentos Científicos LTDA, modelo Q734ZT aplicando-se zoom de 1 a 4x.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A morfologia das espumas de PP injetadas também foi avaliada por MEV. Por apresentar uma melhor profundidade

de campo que o microscópio ótico, a visualização de estruturas como as células podem ser melhor observadas em um MEV. As imagens foram obtidas em equipamento MEV/SEM Hitachi – TM-1000 tendo as amostras sido recobertas com uma fina camada de ouro.

Ensaio mecânicos

Os ensaios mecânicos de tração foram realizados em amostras selecionadas utilizando um equipamento Emic DL1000 em velocidade de 50mm/min e a uma temperatura de 22°C.

3. Resultados e Discussão

A Figura II mostra a curva termogravimétrica da amostra de *masterbach* utilizada na composição dos corpos de prova. Observa-se uma perda de massa acentuada em temperatura acima de 215°C, situando-se próximo da temperatura esperada para a decomposição do azodicarbonamida [6,11]. Isso indica que, provavelmente, a composição não contém aceleradores (*kickers*), pois tal composto tem por objetivo reduzir a temperatura de decomposição do azodicarbonamida para obter o desprendimento de gases em temperaturas mais baixas [11].

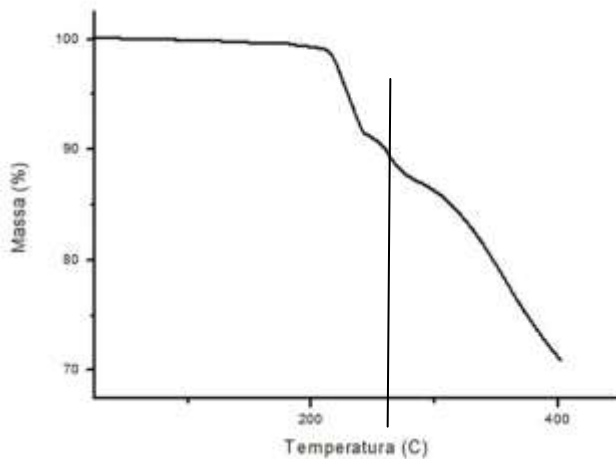


Figura II. Termogravimetria do *masterbach*.

Com base na curva termogravimétrica, escolheu-se a temperatura de injeção de 220°C na zona de dosagem da injetora, pois, um maior volume de gás é liberado em torno dessa temperatura.

As tabelas I e II apresentam os valores de densidades obtidos para peças produzidas a partir de polímero puro não modificado, em moldes com espessuras 3mm e 4,5mm e nas 3 temperaturas utilizadas. Os dados mostram que para o polímero puro, em todas as situações, a densidade média dos corpos de prova se aproxima de 0,9g/cm³. A partir das médias dos dados pode ser observado que existe uma pequena variação de acordo com a temperatura do molde, que pode ser explicado pela diferença no tempo do resfriamento da massa fundida, influenciando no grau de cristalinidade.

Tabela I- Densidade das peças injetadas com polímero puro em molde de 3,0mm

Secção	20°C	40°C	60°C
6	0,8925	0,8970	0,8991
5	0,9009	0,8921	0,9022
4	0,9016	0,9012	0,9016
3	0,9086	0,9014	0,9063
2	0,8818	0,9043	0,8984
1	0,8921	0,8982	0,8953
Média	0,8962	0,8990	0,9004

Tabela II- Densidade das peças injetadas com polímero puro em molde de 4,5mm.

Secção	20°C	40°C	60°C
6	0,8962	0,8949	0,8880
5	0,9023	0,8952	0,8995
4	0,8961	0,8985	0,9016
3	0,9008	0,9004	0,8986
2	0,8864	0,9015	0,8924
1	0,8947	0,8982	0,8968
Média	0,8960	0,8981	0,8961

As Tabelas de III a V mostram os resultados de medidas da densidade para as temperaturas do molde de 20, 40 e 60°C, respectivamente. Para cada uma destas temperaturas foram determinadas as densidades das peças moldadas em diferentes condições de pressão de injeção, espessura do molde e percentual de aditivo. Além disso, foram analisadas as seis secções de cada corpo de prova conforme apresentado anteriormente na Figura I. É esperado que os dados dos corpos de prova expandidos apresentem diferenças nos valores entre as secções dos corpos de prova, podendo ser atribuídas a diversos fatores, incluindo: (i) diferença de temperatura durante o preenchimento do molde uma vez que o fluxo de melt resfria ao longo do percurso devido à troca de calor com a cavidade; (ii) diferença de pressão ao longo do percurso, devido à perdas de atrito e variações geométricas; (iii) efeitos do maquinário como a oscilação de pressão e volume injetado.

Como esperado, os dados das tabelas III a V corroboram a ideia de que a densidade varia ao longo do corpo de prova em relação à distância do ponto de injeção. Efeitos de variação de pressão e temperatura ao longo da cavidade também devem ser levados em consideração, dada a complexa geometria do mesmo, com regiões de convergência e divergência, representando variações de largura longitudinalmente. As variações observadas com os diversos parâmetros investigados não são perfeitamente sistemáticas e

consistentes. Acredita-se que a complexidade de fatores envolvidos no processo de injeção e suas diversas influências tenham contribuído para essas observações. Entretanto, algumas tendências gerais são observadas e serão discutidas a seguir.

De modo geral, ao realizar-se uma análise referente à influência da temperatura do molde em relação à densidade observa-se, por exemplo, que para temperatura de 60°C foram obtidos valores ligeiramente inferiores de densidade em relação ao observado para as demais temperaturas. Tal comportamento pode ser atribuído ao maior tempo de solidificação do polímero quando a temperatura do molde é mais alta. Assim, haverá uma condição mais propícia para que aconteça expansão do material e, conseqüentemente, maior formação de células, resultando em menores valores de densidade.

Na análise geral dos dados mostrados na Tabela V, observa-se que para a pressão de injeção de 50%, todas as 6 seções analisadas apresentam maior valor de densidade em corpos de prova produzidos com menor percentual de aditivo

(2%) e menor espessura do molde (3 mm). Este comportamento pode ser explicado pelo fato de, ao entrar em contato com a superfície do molde, o polímero tem sua expansão inibida pela solidificação nas bordas da cavidade. Assim, no caso do molde menos espesso há uma limitação de espaço para o polímero expandir, o que acarreta os maiores valores de densidade apresentados em relação aos corpos de prova que foram obtidos em moldes de 4,5mm. Em relação ao percentual de aditivo, o comportamento apresentado condiz com o esperado, pois em maiores concentrações haverá um maior volume de gás liberado, sendo obtidos menores valores de densidade. Este comportamento fica mais evidenciado no molde de 4,5 mm, em que se observa que os valores de densidade para todas as pressões de injeção analisadas foram inferiores nos corpos de prova que apresentavam 4% de aditivo em sua composição, confirmando a efetiva ação deste aditivo na formação das células. Essas observações também foram observadas quando outras temperaturas de molde foram utilizadas (tabelas III e IV).

Tabela III- Densidade das peças injetadas à temperatura do molde de 20°C.

Espessura do molde	3 mm				4,5 mm			
	2%		4%		2%		4%	
Pressão de injeção								
50%	6	0,6230	6	0,8122	6	0,6298	6	0,5853
	5	0,7787	5	0,8249	5	0,7781	5	0,6437
	4	0,8569	4	0,8555	4	0,7979	4	0,6886
	3	0,8124	3	0,8452	3	0,7978	3	0,7485
	2	0,8011	2	0,8408	2	0,7978	2	0,7360
	1	0,8347	1	0,8387	1	0,7978	1	0,7248
	Média	0,7845	0,8362	0,7665	0,6878			
30%	6	0,6308	6	0,8064	6	0,7359	6	0,7098
	5	0,7567	5	0,8215	5	0,7664	5	0,7599
	4	0,8286	4	0,8317	4	0,7808	4	0,7352
	3	0,8386	3	0,8402	3	0,7957	3	0,6931
	2	0,8360	2	0,7151	2	0,7775	2	0,6846
	1	0,8306	1	0,8312	1	0,7789	1	0,6555
	Média	0,7869	0,8077	0,7725	0,7064			
10%	6	0,6258	6	0,8026	6	0,7135	6	0,5374
	5	0,7303	5	0,8136	5	0,7829	5	0,6991
	4	0,8302	4	0,81356	4	0,8048	4	0,7336
	3	0,8401	3	0,8137	3	0,7965	3	0,7569
	2	0,83845	2	0,8196	2	0,7898	2	0,7489
	1	0,8295	1	0,8153	1	0,7906	1	0,7313
	Média	0,7824	0,8131	0,7797	0,7012			

Tabela IV- Densidade das peças injetadas à temperatura do molde de 40°C.

Pressão de injeção	Espessura do molde							
	3 mm		4,5 mm					
	2%	4%	2%	4%				
50%	6	0,5968	6	0,7804	6	0,7563	6	0,5776
	5	0,7805	5	0,8123	5	0,7730	5	0,6317
	4	0,8424	4	0,7987	4	0,7979	4	0,6871
	3	0,8401	3	0,8228	3	0,7790	3	0,6930
	2	0,8348	2	0,8110	2	0,7675	2	0,6776
	1	0,8477	1	0,8064	1	0,7773	1	0,6796
	Média	0,7904	0,8053	0,7752	0,6578			
30%	6	0,6434	6	0,8099	6	0,6818	6	0,6280
	5	0,8020	5	0,8275	5	0,6766	5	0,6678
	4	0,8386	4	0,8252	4	0,7808	4	0,7180
	3	0,8323	3	0,8465	3	0,7937	3	0,7071
	2	0,8271	2	0,8352	2	0,7645	2	0,6729
	1	0,8301	1	0,8322	1	0,7396	1	0,6474
	Média	0,7956	0,8294	0,7395	0,6735			
10%	6	0,8255	6	0,7719	6	0,6777	6	0,6733
	5	0,8319	5	0,7828	5	0,7385	5	0,7056
	4	0,8505	4	0,8094	4	0,8048	4	0,7193
	3	0,8488	3	0,8086	3	0,8059	3	0,7112
	2	0,8390	2	0,8145	2	0,8132	2	0,7075
	1	0,8465	1	0,7871	1	0,8037	1	0,6707
	Média	0,8404	0,7957	0,7740	0,6979			

Tabela V- Densidade das peças injetadas à temperatura do molde de 60°C.

Pressão de injeção	Espessura do molde							
	3 mm		4,5 mm					
	2%	4%	2%	4%				
50%	6	0,8098	6	0,8083	6	0,6295	6	0,5492
	5	0,8244	5	0,8461	5	0,6130	5	0,5977
	4	0,8033	4	0,8151	4	0,7477	4	0,6476
	3	0,8411	3	0,8356	3	0,7422	3	0,6380
	2	0,8210	2	0,8359	2	0,6967	2	0,6184
	1	0,8225	1	0,8345	1	0,6950	1	0,6118
	Média	0,8204	0,8293	0,6874	0,6105			
30%	6	0,7831	6	0,6242	6	0,5313	6	0,5093
	5	0,8081	5	0,6992	5	0,6172	5	0,5745
	4	0,8213	4	0,7668	4	0,7331	4	0,6537
	3	0,8288	3	0,7702	3	0,7299	3	0,6421
	2	0,8232	2	0,7820	2	0,6785	2	0,5982
	1	0,8147	1	0,7764	1	0,6883	1	0,5935
	Média	0,8132	0,7365	0,6631	0,5952			
10%	6	0,6662	6	0,7374	6	0,6035	6	0,5853
	5	0,8101	5	0,7760	5	0,6441	5	0,6212
	4	0,8207	4	0,7966	4	0,7162	4	0,6795
	3	0,8259	3	0,8067	3	0,7208	3	0,6624
	2	0,8046	2	0,7798	2	0,7071	2	0,6328
	1	0,7610	1	0,7523	1	0,7131	1	0,6138
	Média	0,7814	0,7748	0,6841	0,6325			

O comportamento geral discutido acima pode ser claramente observado na Figura III, que mostra os valores de densidade das amostras injetadas com 4% de aditivo em moldes de 4,5mm e um mesmo valor de pressão de injeção (50%). Os dados indicam que há redução nos valores de densidade em relação ao aumento da temperatura do molde, ou seja, maiores valores de densidade foram obtidos para a temperatura do molde de 20°C, corroborando que a maior diferença de temperatura entre a mistura de aditivo e polímero injetado e a temperatura do molde influencia na expansão. Desse modo, pode-se considerar que a maior temperatura do molde favorece a obtenção de peças expandidas.

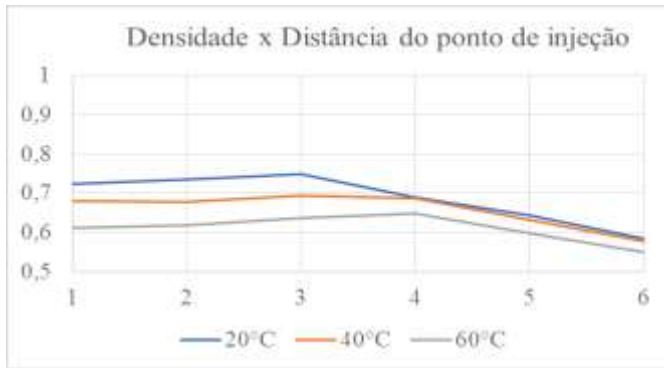


Figura III- Densidade X distância do ponto de injeção, das peças injetadas com 4% de aditivo e 4,5mm de espessura do molde.

Com relação à pressão de injeção, não ficou evidente que a variação deste parâmetro alterou significativamente as densidades das peças. Isso leva a crer que este parâmetro não tenha tanta importância para a obtenção de produtos expandidos injetados, ficando em segundo plano em relação a outros parâmetros como a espessura do molde e quantidade de aditivo aplicado.

Também pode ser observado que em peças de 3 mm de espessura, nem sempre o percentual maior (4%) de aditivo ou maior temperatura de molde foram capazes de produzir peças mais expandidas. Deduz-se deste comportamento que em peças de menor espessura uma maior concentração de aditivo expander não é capaz de surtir o efeito esperado. Assim, fica evidente que a dimensão da peça tem um efeito mais significativo que a quantidade de aditivo aplicado, o que pode ser explicado pelo efeito do resfriamento mais rápido em peças de menor espessura, ocasionando a inibição da expansão. Essa observação tem grande efeito prático no projeto de peças e moldes para polímeros expandidos.

A partir dos dados de densidade apresentados nas tabelas III, IV e V a fração de vazios dos corpos de prova, pode ser calculada utilizando da regra das misturas:

$$\rho = \rho_{pol} \cdot V_{pol} + \rho_{ar} \cdot V_{ar}$$

Onde: ρ : densidade do corpo de prova

ρ_{pol} : densidade do polímero

V_{pol} : volume do polímero

ρ_{ar} : densidade do ar

V_{ar} : volume do ar (ou de vazios)

Tabela VI- Fração de vazios nos corpos de prova a temperatura do molde de 20°C.

Espessura do molde	3 mm		4,5 mm					
	2%	4%	2%	4%				
50%	6	0,3082	6	0,0978	6	0,3006	6	0,3501
	5	0,1350	5	0,0837	5	0,1356	5	0,2852
	4	0,0480	4	0,0496	4	0,1136	4	0,2352
	3	0,0975	3	0,0610	3	0,1137	3	0,1686
	2	0,1100	2	0,0659	2	0,1137	2	0,1825
	1	0,0727	1	0,0683	1	0,1137	1	0,1949
30%	6	0,2995	6	0,1043	6	0,1826	6	0,2116
	5	0,1594	5	0,0874	5	0,1486	5	0,1559
	4	0,0794	4	0,0761	4	0,1326	4	0,1834
	3	0,0683	3	0,0666	3	0,1160	3	0,2302
	2	0,0712	2	0,2060	2	0,1363	2	0,2397
	1	0,0772	1	0,0766	1	0,1347	1	0,2720
10%	6	0,3051	6	0,1085	6	0,2075	6	0,4034
	5	0,1888	5	0,0962	5	0,1303	5	0,2235
	4	0,0777	4	0,0963	4	0,1059	4	0,1851
	3	0,0666	3	0,0961	3	0,1152	3	0,1592
	2	0,0685	2	0,0896	2	0,1226	2	0,1681
	1	0,0784	1	0,0943	1	0,1217	1	0,1877

Tabela VII- Fração de vazios nos corpos de prova a temperatura do molde de 40°C.

Espessura do molde		3 mm				4,5 mm			
Pressão de injeção		2%		4%		2%		4%	
		50%	6	0,3373	6	0,1331	6	0,1599	6
5	0,1330		5	0,0976	5	0,1413	5	0,2985	
4	0,0641		4	0,1127	4	0,1136	4	0,2369	
3	0,0666		3	0,0859	3	0,1346	3	0,2303	
2	0,0725		2	0,0990	2	0,1474	2	0,2474	
1	0,0582		1	0,1041	1	0,1365	1	0,2452	
30%	6	0,2855	6	0,1002	6	0,2428	6	0,3026	
	5	0,1090	5	0,0807	5	0,2486	5	0,2584	
	4	0,0683	4	0,0832	4	0,1326	4	0,2025	
	3	0,0753	3	0,0595	3	0,1183	3	0,2146	
	2	0,0811	2	0,0721	2	0,1508	2	0,2527	
	1	0,0778	1	0,0754	1	0,1785	1	0,2810	
10%	6	0,0829	6	0,1425	6	0,2473	6	0,2522	
	5	0,0758	5	0,1304	5	0,1797	5	0,2163	
	4	0,0551	4	0,1008	4	0,1059	4	0,2011	
	3	0,0570	3	0,1017	3	0,1047	3	0,2101	
	2	0,0679	2	0,0951	2	0,0966	2	0,2142	
	1	0,0595	1	0,1256	1	0,1071	1	0,2551	

Tabela VIII- Fração de vazios nos corpos de prova a temperatura do molde de 60°C.

Espessura do molde		3 mm				4,5 mm			
Pressão de injeção		2%		4%		2%		4%	
		50%	6	0,1004	6	0,1020	6	0,3010	6
5	0,0841		5	0,0600	5	0,3193	5	0,3363	
4	0,1076		4	0,0945	4	0,1695	4	0,2808	
3	0,0655		3	0,0717	3	0,1756	3	0,2915	
2	0,0879		2	0,0713	2	0,2262	2	0,3133	
1	0,0862		1	0,0729	1	0,2281	1	0,3207	
30%	6	0,1301	6	0,3069	6	0,4102	6	0,4347	
	5	0,1023	5	0,2234	5	0,3147	5	0,3622	
	4	0,0876	4	0,1482	4	0,1857	4	0,2740	
	3	0,0792	3	0,1444	3	0,1893	3	0,2869	
	2	0,0854	2	0,1313	2	0,2464	2	0,3358	
	1	0,0949	1	0,1375	1	0,2355	1	0,3410	
10%	6	0,2601	6	0,1809	6	0,3299	6	0,3501	
	5	0,1000	5	0,1380	5	0,2847	5	0,3102	
	4	0,0882	4	0,1150	4	0,2045	4	0,2453	
	3	0,0824	3	0,1038	3	0,1994	3	0,2644	
	2	0,1061	2	0,1337	2	0,2146	2	0,2973	
	1	0,1547	1	0,1643	1	0,2079	1	0,3184	

Os valores obtidos podem ser observados nas tabelas VI, VII e VIII. Os resultados indicam que, dependendo da condição utilizada, o percentual de vazios pode chegar próximo de 40%, com grande influência em propriedades como isolamento acústico e térmico, que são de grande interesse em muitas aplicações.

Algumas amostras, de acordo com resultados obtidos, foram selecionadas para a análise microscópica para ilustrar as suas morfologias, tipicamente observadas em produtos expandidos injetados. A figura IV foi captada pelo estereoscópio, podendo-se visualizar a totalidade da área de

seção transversal de um corpo de prova de 4,5mm de espessura com 4% de aditivo, injetado em molde à 20°C. Nesta imagem fica evidente a estrutura do tipo pele e núcleo (*skin-core*). A parte mais externa da amostra, que toca o molde, apresenta aspecto mais liso e uniforme, característico de um polímero sólido, enquanto seu núcleo aparenta a porosidade típica de uma estrutura expandida. Essa mesma característica morfológica é observada na Figura V, obtida a partir da microscopia ótica.



Figura IV. Estereoscopia de seção de corpo de prova com 4,5 mm de espessura, 4% de aditivo e molde a 20°C.

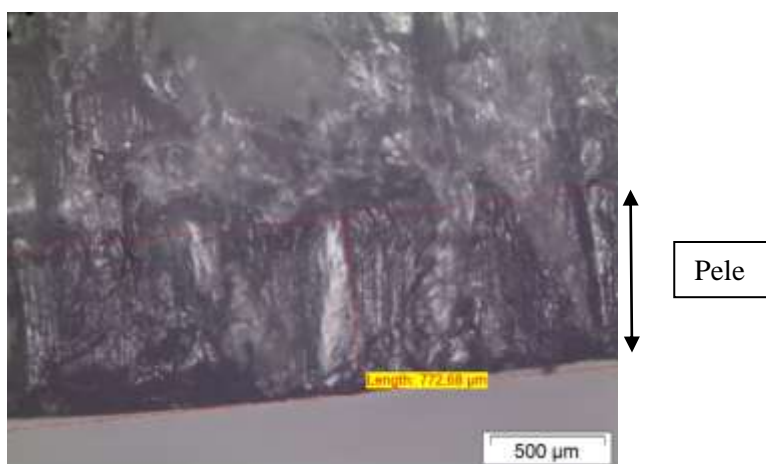


Figura V. Análise de MO de seção de corpo de prova com 4,5 mm de espessura, 4% de aditivo e molde a 20°C com visualização parcial da estrutura de pele.

Quando um molde menos espesso é utilizado, a expansão é significativamente menor (observado por dados de densidade), como se constata comparando-se a Figura IV com as Figuras VI e VII. Nestas últimas, a estrutura *skin-core* não aparece, ou não é tão evidente quanto na Figura IV. Nas Figuras VI e VII, pode-se observar a presença de poucas células e que estas se dispõem de modo bastante espaçado estando concentradas na parte central.



Figura VI. Estereoscopia de seção de corpo de prova com 3 mm de espessura, 2% de aditivo e molde a 20°C.

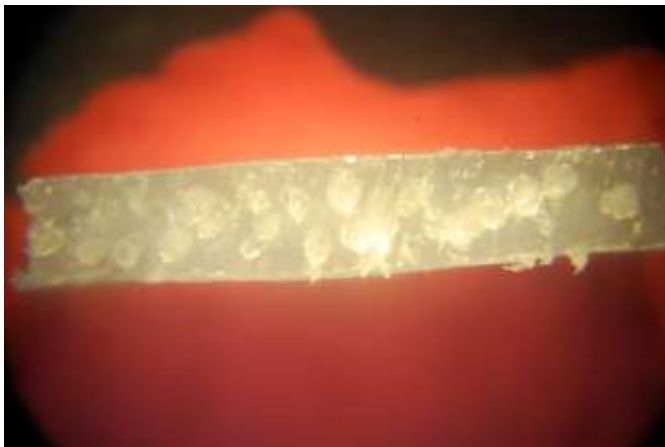


Figura VII. Estereoscopia de seção de corpo de prova com 3 mm de espessura, 4% de aditivo e molde a 20°C.

As imagens obtidas por MEV (figuras VIII, IX, e X) apresentam uma melhor definição da estrutura celular, com percepção mais nítida das paredes e distribuição de tamanho das células presentes. As figuras (a) são peças moldadas a 20°C e as figuras (b) foram moldadas a 60°C. A figura VIII representa a parte mais próxima ao ponto de injeção (secção 1), a figura IX representa a parte central da amostra com relação à distância do ponto de injeção (secção 3) e a figura X a parte mais distante (secção 6). Em todas as imagens apresentadas observa-se uma grande variação no tamanho das células, com a presença de algumas bastante grandes em coexistência com outras de tamanho reduzido. Isso indica uma variação nos tempos em que as células iniciam a sua formação, supostamente aleatórios, o que explica os resultados não sistemáticos apresentados para as medidas de densidade.

Analisando as estruturas presentes, é possível visualizar que a injeção realizada com o molde a 60°C resultou em morfologias mais expandidas em comparação com as de 20°C, o que está consistente com os resultados anteriores de densidade e fração de vazios. Ainda é possível observar que existem células de tamanhos mais variados em peças de 60°C, principalmente, na parte mais externa da amostra, próximo à borda. Este comportamento já foi abordado anteriormente e é devido à diferença de temperatura em que as peças foram moldadas. Devido à menor temperatura utilizada no molde a 20°C, o polímero congela mais rapidamente que as peças de molde em temperatura mais alta, resultando em menor tempo para a liberação do gás solubilizado na massa fundida, com conseqüente menor expansão e formação de células.

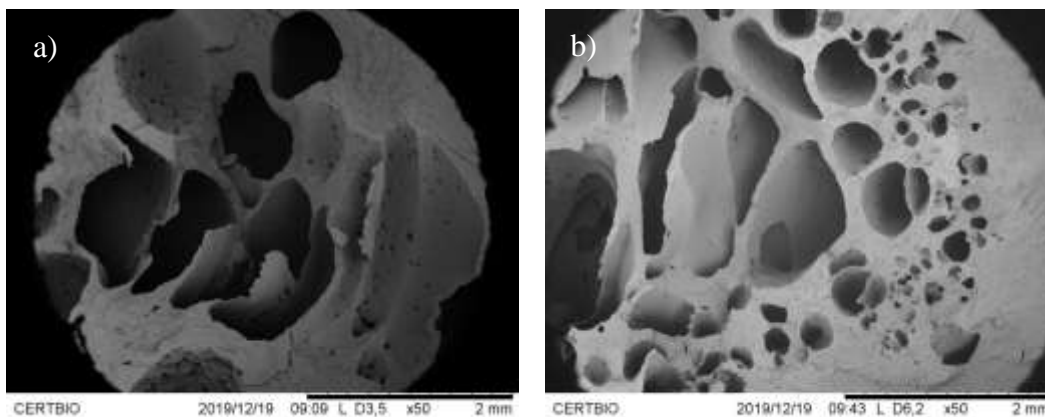


Figura VIII. MEV de secção (1) de corpo de prova com 4,5mm de espessura, 4% de aditivo e molde a: (a) 20°C e (b) 60°C.

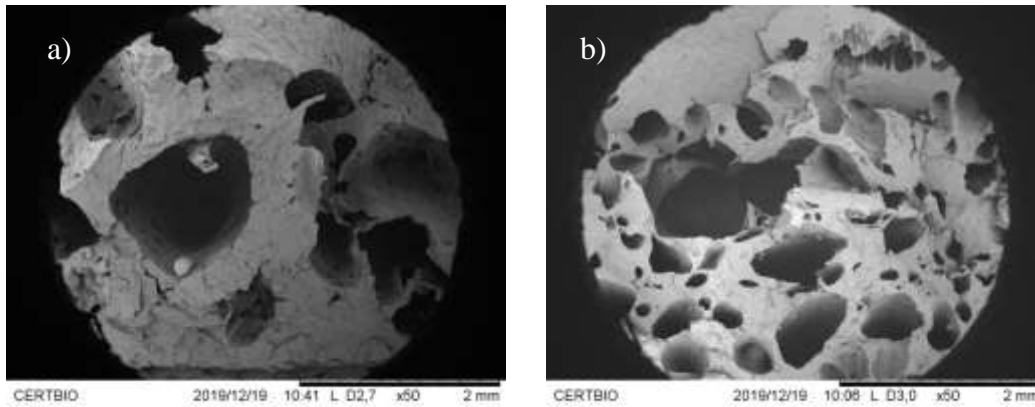


Figura IX. MEV de secção (3) de corpo de prova com 4,5mm de espessura, 4% de aditivo e molde a: (a) 20°C e (b) 60°C.

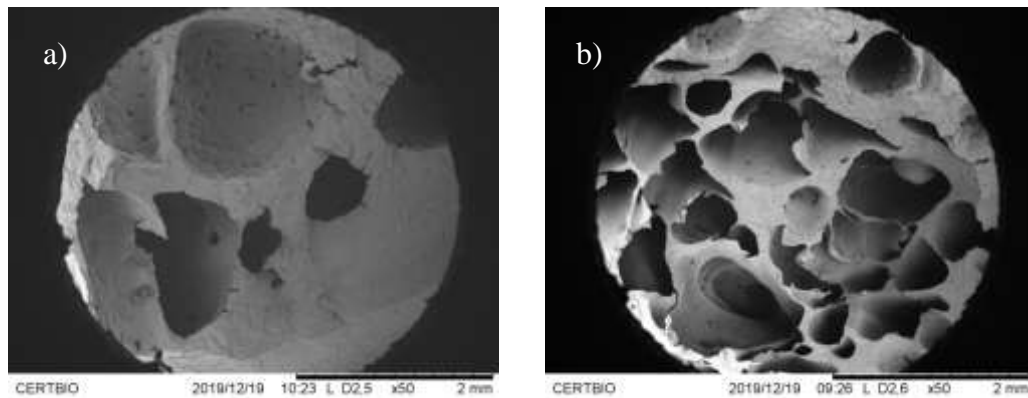


Figura X. MEV de secção (6) de corpo de prova com 4,5mm de espessura, 4% de aditivo e molde a: (a) 20°C e (b) 60°C.

Ensaio mecânicos

A tabela IX apresenta os dados dos ensaios mecânicos de tração realizado em corpos de prova selecionados, com 3mm de espessura, em temperaturas de molde de 20, 40 e 60°C. Comparando-se os valores obtidos, nota-se que houve clara perda de propriedades mecânicas em todas as situações do polímero expandido, com valores inferiores para o módulo elástico, resistência tênsil e também com menor alongamento. Esse comportamento já era esperado, visto que a presença de

células funciona como um concentrador de tensão e propagador de trincas, induzindo mecanismos de falha. A pouca variação das propriedades com a concentração e temperatura de molde está, de certa forma, consistente com os dados de densidade, que não alteraram sistematicamente com essas variações. Além disso, a ocorrência de grandes variações no tamanho das células (Figuras VIII-X) indica que as células maiores exercem uma influência mais significativa na definição das propriedades mecânicas, por efeito de maior concentração de tensões.

Tabela IX- Propriedades mecânicas de amostras com espessura de 3mm produzidos em diferentes temperaturas de molde.

	PP puro	2% 20°C	4% 20°C	2% 40°C	4% 40°C	2% 60°C	4% 60°C
Modulo elástico (MPa)	582,2	462,9	472,9	486,2	436,3	534,8	462,2
Resist. Tração (MPa)	33,8	24,8	24,5	24,9	24,2	26,5	24,2
Alongamento (%)	55,0	18,1	17,1	16,9	16,7	14,9	14,3

Conclusões

Com o objetivo de avaliar a influência das condições de injeção para obtenção do polipropileno expandido com azodicarbonamida, realizou-se ensaios de densidade, microscopia ótica e eletrônica, além de ensaios mecânicos. Os resultados obtidos indicaram a viabilidade da produção desse tipo de espuma utilizando injetora convencional com produtos apresentando uma morfologia do tipo *skin-core*, composta de um núcleo expandido e uma pele sólida. Além da variação ao longo da profundidade, os produtos apresentam também variação de densidade ao longo da distância em relação ao ponto de injeção. Nas várias condições empregadas nesse estudo, observou-se que não ocorre uma sistematização de causa e efeito em relação aos parâmetros de injeção e as propriedades dos produtos finais. Isso representa uma grande importância prática para o controle de qualidade e uniformização na produção de artefatos utilizando esse tipo de sistema. A partir dos dados apresentados aqui, não se espera que a produção industrial de espumas de PP através da injeção convencional possa gerar produtos com propriedades reproduzíveis e uniformes. Isso pode ser alcançado, possivelmente, com tecnologias mais avançadas e maquinário apropriado, como na injeção assistida por gás, por exemplo.

Observe-se que, dos resultados mostrados no presente estudo, a espessura do molde é a variável mais importante para obtenção de espumas com baixa densidade uma vez que permite a expansão mais livre durante o preenchimento do molde antes da solidificação do polímero. Isso foi um pouco mais evidente quando temperaturas de molde mais elevadas foram empregadas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Capes pelo apoio financeiro durante a realização deste trabalho, ao CertBio/UFCG e ao Laboratório de Microscopia da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica/UFCG pela sessão de equipamentos de caracterização.

Referências

- [1] Alpire-Chavez, M; Azevedo, J. B; Freitas, R. F; Rabello, M. S., Heterogeneities and physical properties of ethylene-vinyl acetate foams containing calcium carbonates. *Journal of Cellular Plastics*, 50, 163-177, 2014.
- [2] Wang, L.; Hikima, Y.; Ishihara, S.; Ohshima, M. Fabrication of lightweight microcellular foams in injection-molded polypropylene using the synergy of long-chain branches and crystal nucleating agents. *Polymer*, 128, 119-127, 2017a.
- [3] Wang, J.; Chen, D. Flexural properties and morphology of microcellular-insert injection molded all-polypropylene composite foams. *Composite Structures*, 187, 403-410, 2018.
- [4] Demori, R., Azeredo, A. P.; Liberman, S. Mauler, R. S. Avaliação morfológica da expansão do PP utilizando microcarga e nanocarga. 12º Congresso Brasileiro de Polímeros (12º CBPol), 22 a 26 de setembro de 2013, Florianópolis, 2013.
- [5] Wang, L.; Hikima, Y.; Ohshima, M.; Yusa, A.; Yamamoto, S.; Goto, H. Development of a Simplified Foam Injection Molding Technique and Its Application to the Production of High Void Fraction Polypropylene Foams. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 56 (46), 13734-13742, 2017b.
- [6] Rabello, M.; de Paoli, M. Aditivação de Termoplásticos. São Paulo. ARTLIBER, 2013.
- [7] Gómez-Monterde, J.; Sánchez-Soto, M.; Maspoch, M. L., Influence of injection molding parameters on the morphology, mechanical and surface properties of ABS foams. *Advances. Polymer Technology*, 37 (38), 2707-2720, 2018.
- [8] Hou, J.; Zhao, G.; Zhang, L.; Dong, G.; Wang, G. Foaming Mechanism of Polypropylene. Gas-Assisted Microcellular Injection Molding. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 57 (13), 4710-4720, 2018.
- [9] Maier, C.; Calafut, T. Polypropylene: The Definitive User's Guide and Databook. New York. Plastics Design Library, 1998.
- [10] Zhao, J.; Zhao, Q.; Wang, G.; Wang, C.; Park, C. B., Injection Molded Strong Polypropylene Composite Foam Reinforced with Rubber and Talc. *Macromolecular. Materials Engineering*, 1900630, 1-10, 2019.
- [11] Stehr, J, Chemical blowing agents in the rubber industry. Past, present, and future?, *International Polymer Science and Technology*, 43, (5), 1- 10, 2016.