

DETERMINAÇÃO DA FORÇA DE ADESÃO DA METALIZAÇÃO COM ALUMÍNIO EM FILMES PLÁSTICOS UTILIZADOS EM EMBALAGENS FLEXÍVEIS – DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA

PATRÍCIA A. **SUGIUTI**¹; LÉA M. **OLIVEIRA**²; FÁBIO G. **TEIXEIRA**³

Nº 0901022

Resumo

Filmes plásticos metalizados à base de polipropileno biorientado (BOPP) são muito utilizados em embalagens para alimentos, pois reúnem boas propriedades mecânicas e de barreira a gases e umidade. Contudo, estas propriedades, assim como a aparência e a integridade da embalagem são comprometidas quando ocorre a delaminação da estrutura. Um dos principais fatores que interferem na resistência à delaminação da estrutura é a força de adesão da camada de alumínio ao substrato polimérico. Esta força é função da polaridade da superfície a ser metalizada, da cristalinidade do substrato, da rugosidade interfacial, do tamanho do grão de alumínio e da espessura da camada de alumínio depositada. Este trabalho se propõe a desenvolver/otimizar e disponibilizar um método de ensaio para determinar a força de adesão da metalização com alumínio a um filme plástico.

Abstract

The use of metallized films for packaging is well spread in the food marketing because of its good barrier properties, that allows product preservation. Metallized films are used in combination with other substrates to form a multilayer package. The adhesion between these layers are determinant for maintain the package properties, such as barrier, mechanical resistance and good appearance thus affecting product quality and shelf life. This study aim the establishment of a procedure for evaluation of metal adhesion on polymeric substrates. It was proposed a new procedure for evaluation of

1. Bolsista CNPq: Graduação em Engenharia de Alimentos, FEA/UNCAMP, Campinas – SP,
✉ pati.suguiuti@gmail.com
2. Orientador: Pesquisadora Científica VI, CETEA/ITAL, Campinas – SP
3. Co-Orientador: Pesquisador Analítico-Tecnológico, CETEA/ITAL, Campinas – SP

adhesion resistance based on methods described on literature and on the study of some parameters that affect this measurement as: sealing parameters (composition of sealant film and sealing conditions), tensile angle and specimen position on equipment. New studies are necessary to investigate the effect of the kind of double adhesive tape and surface used to fix the specimen on the results.

Introdução

Filmes plásticos metalizados à base de BOPP são muito utilizados em embalagens para alimentos, pois reúnem boas propriedades mecânicas e de barreira a gases e a umidade. Estes filmes são substratos usuais para metalização devido às suas propriedades superficiais e estabilidade dimensional. Além disto, são excelentes opções para conferir propriedades de barreira a materiais laminados com espessura total reduzida, uma vez que permitem aliar as vantagens da orientação de filmes ao significativo efeito da melhoria de barreira conferido pelo revestimento por metalização, que também reduz a transmissão de luz do material. De acordo com Mueller e Weisser (2002), a metalização aumenta em 20 a 100 vezes as propriedades de barreira do material.

O grande uso da embalagem metalizada se deve principalmente às suas boas propriedades de barreira aliadas ao seu apelo mercadológico. Contudo, as propriedades de barreira, assim como a aparência e a integridade deste tipo de embalagem são comprometidas quando ocorre a delaminação da estrutura multicamada. A resistência à delaminação de um material de embalagem, ou seja, a força necessária para separar as camadas de uma estrutura, é função da capacidade de adesão das duas superfícies, um fenômeno interfacial.

A superfície da maioria dos filmes poliméricos deve ser tratada antes da metalização para aumentar o número de sítios de nucleação e com isto a adesão do metal (YIALIZIS et al., 1996). O tratamento aumenta a molhabilidade da superfície por meio do aumento da energia superficial e, quando aplicado na dosagem correta, melhora a aderência de revestimentos.

A força de adesão da metalização também afeta o desempenho da termoselagem e, conseqüentemente, o desempenho da embalagem, pois o calor aplicado nesta

operação favorece a delaminação. Além disso, a força de adesão da metalização é função da polaridade da superfície a ser metalizada, da cristalinidade do substrato, da rugosidade interfacial, do tamanho do grão de alumínio e da espessura da camada de alumínio depositada. Desta forma, é importante medir esta força de adesão.

Trabalhos desenvolvidos no CETEA/ITAL por Oliveira et al. (2005-2006), em caráter exploratório, demonstraram que o uso de fita adesiva para aumentar a resistência ao rasgamento do filme metalizado ou minimizar o alongamento do filme termosselante, e o tipo de fita afetam os resultados de medição da resistência à delaminação. Estes estudos também indicaram que a forma de fixação do corpo-de-prova no equipamento (filme metalizado ou filme termosselante na garra móvel) também pode influenciar os resultados. Além destes fatores, os parâmetros de termosselagem e o tempo decorrente entre a operação de termosselagem do corpo-de-prova e o ensaio para medir a força de adesão também podem influenciar os resultados do ensaio.

Material e Métodos

Na Tabela 1 são apresentados os filmes plásticos metalizados e os filmes selantes utilizados na execução dos ensaios.

TABELA 1. Filmes plásticos metalizados e filmes selantes

BOPP metalizado 1	Copolímero de BOPP metalizado submetido a tratamento corona + plasma
BOPP metalizado 2	Copolímero de BOPP metalizado submetido a tratamento corona + plasma
EAA 25 µm	Filme monocamada de EAA, copolímero de etileno e ácido acrílico (resina Integral E100), espessura nominal de 25 µm, submetido a tratamento corona em uma face, fornecido pela Dow Brasil
PET/EAA	Filme laminado, sem tratamento superficial, com espessura nominal de EAA de 21 µm (PRIMACOR 3440, com 9,7% de ácido acrílico) fornecido pela Inapel Embalagens Ltda

Na Tabela 2 são apresentados os fatores que foram mantidos fixos no experimento e aqueles cuja influência e interação foram analisadas.

TABELA 2. Fatores fixos e variáveis do método de ensaio para determinação da força de adesão do metal ao substrato polimérico

Fatores fixos	Fatores variáveis
Fita dupla face Scotch®, código 4274	Amostra
Fita para ancoragem (tipo): BOPP Tartan®, código 5899	Filme selante
Termosseladora: Brugger, 2 barras aquecidas, com perfil plano, 20 mm de largura, revestidas com teflon	Ângulo de delaminação

Termosselagem transversal à direção de fabricação do material	Utilização da fita para ancoragem
Pressão de termosselagem: 20 psi	Temperatura de termosselagem
Condicionamento: 23 °C ± 2 °C e (50±5)% UR	Tempo de termosselagem
Ambiente de termosselagem: 23 °C ± 2 °C	-
Ambiente de ensaio: 23 °C ± 2 °C e (50±5)% UR	-
Velocidade de ensaio: 305 mm/mim	
Filme metalizado na garra fixa na máquina universal de ensaios	
Analista	
Sequência/método de preparo do corpo-de-prova	

O delineamento do experimento foi feito com base na literatura, nos experimentos iniciais e na discussão com a equipe de trabalho o que levantou pelo menos 15 variáveis que podem influenciar nos resultados da medida da força de adesão do alumínio ao filme polimérico. Frente ao elevado número de fatores com potencial para influenciar nos resultados e, conseqüentemente, o número excessivamente grande de medidas exigidas de modo a obter resultados estaticamente significativos, alguns parâmetros foram fixados e ainda restaram seis variáveis, cada uma com dois níveis. Sendo assim, foi definido que seriam utilizadas as técnicas de blocagem, fracionamento e hierarquização.

Foram realizadas duas réplicas do experimento, o que diminui o erro de medição, o erro experimental e permitiu a estimativa mais precisa do efeito de um fator nos resultados. Na primeira réplica foram feitas três repetições de cada tratamento e, na segunda, 5 repetições. Na tabela 3 são apresentados os dois níveis definidos para cada uma das variáveis estudadas. Os níveis de cada fator foram definidos com base nos ensaios preliminares, com exceção das amostras. Neste caso foram selecionadas as amostras **BOPP metalizado 1** e **BOPP metalizado 3** que apresentaram a maior e a menor quantidade de alumínio depositado, respectivamente.

TABELA 3. Combinações de filmes metalizados e selantes e condições experimentais utilizadas – termosselagem no CETEA/ITAL

Filme metalizado	Nível
Amostra	BOPP metalizado 1 (Bloco 1)
	BOPP metalizado 3 (Bloco 2)
Ângulo	90°
	180°
Temperatura de termosselagem	100 °C
	180 °C
Tempo de termosselagem	5 s
	15 s
Filme selante	EAA
	PET/EAA

Fita para ancoragem do filme selante	Sim
	Não

Resultados e discussão

A análise estatística dos resultados foi feita por meio do EstatcampExcel_Plus. Como o objetivo deste trabalho é definir um método de ensaio que possa ser utilizado por diferentes filmes metalizados, foi dada ênfase na variância dos resultados. Neste caso, não há interesse em avaliar se os valores obtidos indicam uma boa adesão do metal ao filme plástico.

A análise estatística demonstrou que as variáveis que mais influenciam na variabilidade dos resultados ao nível de erro de 5%, são o ângulo, o selante, a fita e o tempo. A temperatura não apresentou influência significativa. A variabilidade resultante da interação entre os fatores com maior influência na medida foi analisada duas a duas de forma a facilitar a interpretação dos resultados, os quais são apresentados na Tabela 4. A partir destes resultados foram definidas as combinações que resultaram em menor variabilidade: **EAA /sem fita, sem fita / 5 s, 90° / EAA, 90° / sem fita, 90° / 5 s e 5 s / EAA**

Sendo assim, tem-se que, estatisticamente, a configuração com menor variabilidade ao nível de 5% de significância é: 90° / EAA / sem fita / 5s, podendo ser utilizadas as temperaturas de 100 °C ou 105 °C.

TABELA 4. Intervalo de confiança para o desvio padrão ao nível de 5%.

Intervalos de Confiança para o Desvio-padrão			
Fatores	Limite Inferior	Desvio Padrão	Limite Superior
Selante /Fita			
EAA / sem fita	13,73	16,92	21,83
PET/EAA / com fita	22,81	28,10	36,26
PET/EAA / sem fita	32,03	39,46	50,92
EAA / com fita	34,84	43,00	55,60

Fita / Tempo			
Sem fita / 5s	13,73	16,92	21,83
Com fita / 5s	22,81	28,10	36,27
Sem fita / 15s	32,03	39,46	50,92
Com fita / 15s	34,84	43,00	55,61
Ângulo / Selante			
90° / EAA	21,91	27,00	34,83
90° / PET/EAA	36,29	44,71	57,69
180° / EAA	30,73	37,87	48,86
180° / PET/EAA	25,38	31,32	40,51
Ângulo / Fita			
90° / sem fita	21,91	27,00	34,83
90° / com fita	36,29	44,71	57,69
180° / sem fita	30,73	37,87	48,86
180° / com fita	25,38	31,32	40,51
Ângulo / Tempo			
90° / 5s	18,31	22,56	29,11
90° / 15s	39,02	48,07	62,03
180° / 5s	21,72	26,80	34,66
180° / 15s	25,57	31,51	40,66
Tempo / Selante			
5s / EAA	13,73	16,92	21,83
5s / PET/EAA	22,03	27,19	35,16
15s / PET/EAA	32,31	39,81	51,37
15s / EAA	34,64	42,68	55,08

A avaliação visual do grau de destacamento variou entre 4 (30 a 60% de destacamento) e 5 (mais que 60%), indicando que em todas as determinações realmente houve remoção do alumínio e, portanto, o valor medido representa a força de adesão da metalização ao substrato.

Considerando que:

- não foi detectado durante os 2 anos de experimentos fatores de ordem técnica que impeçam a adoção dos parâmetros de ensaio definidos pela análise estatística e
- dentre as duas temperaturas de termosselagem avaliadas, 100 °C e 105 °C, a menor delas é a mais adequada para o filme de EAA uma vez que facilita a operação, reduz o retrabalho e o gasto com insumos e agiliza a geração de resultados,

Os parâmetros do método para determinação da força de adesão da metalização a filmes de BOPP recomendados são:

Ângulo de ensaio: 90°

Fita: sem fita para ancoragem do filme selante.

Filme selante: EAA 25 µm

Tempo de termosselagem: 5 segundos

Temperatura de termosselagem: 100 °C.

A robustez do método está sendo avaliada por meio do acompanhamento da sua estabilidade ao longo do tempo, variando, dentre outros: amostra, operador, período do dia, temperatura do ambiente de termosselagem.

Conclusão

No término deste trabalho estabeleceu-se um método de ensaio para medir a força de adesão da metalização a diferentes filmes de BOPP, ferramenta essencial para dar início a uma discussão sobre padrões de referência para a força de adesão da metalização e, posteriormente, estabelecer a resistência mínima à delaminação de uma estrutura, a fim de que atenda os requisitos de transporte e distribuição do produto final. Ou seja, a partir desta etapa inicial, será possível explorar na sua plenitude o potencial das embalagens metalizadas, uma alternativa à folha de alumínio em muitas aplicações, com vantagens expressivas de custo e gasto energético

Referências Bibliográficas

MUELLER, K.; WEISSER, H. Numerical simulation of permeation through vacuum – coated laminated films. **Packaging Technology and Science**. West Sussex, v. 15, p. 29 – 36, 2002.

YIALIZIS, A.; ELLWANGER, R.; BOUFELFEL, A. Superior polymer webs via in situ surface functionalization. In: ANNUAL TECHNICAL CONFERENCE, 39., 1996, [s.L.]. **Proceedings...** Tucson: Society of Vacuum Coaters, 1996. p. 384-391.

OLIVEIRA, L. M.; SARANTÓPOULOS, C.I.G.L; TEIXEIRA, F. G. Levantamento de subsídios para determinação da força de adesão da metalização com alumínio em filmes de BOPP. Campinas: CETEA/ITAL, (projeto interno – 2005-2006).