

INFLUÊNCIA DA ESTOCAGEM E DO TIPO DE PRODUTO NA RESISTÊNCIA À DELAMINAÇÃO DE EMBALAGENS PLÁSTICAS LAMINADAS

THAISFUJIWARA¹; FÁBIO G. TEIXEIRA²; LÉA M. OLIVEIRA³

Nº 12255

RESUMO

Neste projeto estudamos a resistência à delaminação (força de adesão) entre as camadas de estruturas de embalagens plásticas laminadas utilizadas no acondicionamento de diferentes categorias de produtos, usando como referência estruturas laminadas utilizadas em maior proporção pelo mercado para o acondicionamento de alimentos e produtos de limpeza. O foco foi avaliar a influência da umidade relativa, da temperatura e do tempo de estocagem, assim como a influência do tipo de produto acondicionado na resistência à delaminação do material da embalagem.

Os filmes plásticos laminados foram adquiridos para serem utilizados como matéria-prima na confecção das embalagens que acondicionaram diferentes produtos, sendo um produto gorduroso (*pet food*), um com caráter ácido (extrato de tomate) e um com caráter básico (amaciante de roupas). As embalagens foram estocadas em diferentes condições: 23 °C / 70% U.R. ou 25 °C / 75% U.R. e 35 °C / 90% U.R., por um período de seis meses. A resistência à delaminação de cada estrutura foi determinada antes do envase e durante o condicionamento em condições controladas. A resistência à delaminação determinação ocorreu periodicamente após 15, 30, 60, 90, 120, 150 e 180 dias de estocagem nas condições estudadas.

Na maioria das amostras e das condições de estocagem observou-se que a resistência à delaminação diminuiu conforme o período de condicionamento aumentou, porém todas as amostras com produto com caráter básico acondicionado apresentaram aumento da resistência. Constatou-se que o produto com caráter ácido é agressivo às amostras estudadas por gerar queda das forças de adesão. Entretanto, o produto gorduroso não apresentou padronização das amostras estudadas quanto à variação de resistência à delaminação.

¹Bolsista CNPq: Graduação em Engenharia Química, Unicamp, Campinas-SP, thaisfujiwara@gmail.com.

²Orientador: Pesquisador, CETEA/ITAL, Campinas-SP.

³Co-orientadora: Pesquisadora, CETEA/ITAL, Campinas-SP.

ABSTRACT

In this project, we have studied the peel resistance (adhesion strength) between layers of plastic layered packaging that are most used in food industry and cleaning product industry. The main objective of this project is to determine the influence of humidity, temperature and storage time conditions and also the sort of packaged product cause in peel resistance.

We have stored plastic films without product contact and with product contact. We have used to store into the plastic packaging an oily product (pet food), an acid product (tomato sauce) and a basic one (clothes' softener).

All samples have been stored into two different conditions: 23 °C / 70% R.H. or 25°C / 75% R.H. and 35 °C / 90% R.H., for a period of six months. The tests to measure the peel resistance were carried out before packaging the products and periodically during the conditioning after 15, 30, 60, 90, 120, 150 and 180 days of storage into both conditions studied.

The peel resistance decreased as the conditioning period increased, for most samples that have been observed. But all samples packaged with product basic showed an increase in resistance. It was found that the product acid is aggressive to the samples studied for generating fall in adhesion forces. In the other hand, the samples with oily product did not show a standard between the variations of peel resistance studied.

INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, os avanços tecnológicos na área de embalagens plásticas levaram ao aparecimento de polímeros que buscam melhor performance e menor custo. Uma das tecnologias que se destacam para o atendimento destes objetivos é a laminação, um processo de conversão que consiste basicamente em promover a adesão de dois ou mais materiais através da aplicação de um adesivo. Desta forma, é possível a combinação de propriedades de diferentes tipos de materiais plásticos. A utilização deste tipo de estrutura tem sido cada vez mais explorada pelas empresas fabricantes e usuárias de embalagens plásticas flexíveis, segmento no qual se destacam as embalagens tipo *stand up pouch* (SUP). Estas embalagens possuem uma estruturação e *design* que permite uma sustentação

vertical, o que traz a estas embalagens uma vantagem econômica e mercadológica do ponto de vista de exposição nos pontos de venda.

No primeiro semestre de 2010, o CETEA/ITAL realizou um levantamento de algumas estruturas utilizadas em *stand up pouch* constatou que todas estas embalagens utilizavam materiais plásticos laminados em sua estrutura.

Contudo, as propriedades mecânicas, de barreira, a integridade e a aparência deste tipo de embalagem e, a vida útil do produto acondicionado são comprometidos quando ocorre a delaminação, ou seja, a separação das camadas da estrutura multicamada (BICHLER *et al.*, 1998).

A resistência à delaminação, ou seja, a força necessária para separar as camadas de uma estrutura, deve-se principalmente à capacidade de adesão das duas superfícies que são laminadas (ASTM F 904-98, 2008).

Diversos fatores têm influência na resistência à delaminação de uma estrutura destacando-se: tipo, gramatura e grau de cura do adesivo; migração de aditivos para a superfície do substrato, a exemplo dos deslizantes; presença de impressão, natureza das tintas; homogeneização dos componentes do adesivo; condições de temperatura e pressão de aplicação do adesivo. No caso de estruturas metalizadas também influem na força de adesão das camadas, o grau de adesão, ancoragem do metal ao substrato e o tipo e a quantidade de tratamentos superficiais aplicados aos substratos (HERNANDEZ, *et al.*, 2000 e BIRON, M., 2008).

Alguns componentes do produto acondicionado também são agressivos ao material de embalagem, a exemplo de óleos e gorduras, ácidos e componentes do aroma, os quais permeiam a camada interna da embalagem, passando a atuar sobre o adesivo. Além disso, os esforços e as condições às quais a embalagem é submetida durante transporte, distribuição e comercialização do produto também contribuem para a delaminação do filme (OLAFSSON *et al.*, 1995).

MATERIAL E MÉTODOS

Determinação da resistência à delaminação em plásticos laminados

A resistência à delaminação entre as camadas da estrutura foi determinada em uma máquina universal de ensaios Instron, modelo 5500R, operando com célula de carga de 10 N, a uma velocidade de 280 mm/min, de acordo com metodologia adaptada da norma ASTM D 1876-08 (2008). Corpos de prova com 15 mm de largura foram inicialmente delaminados manualmente, com o auxílio de solventes apropriados.

Mediu-se a força necessária para a separação das camadas em até 50 mm do material em análise. Foi necessária aplicação de fita adesiva sobre a camada externa das amostras, a fim de minimizar o rasgamento desta camada durante o ensaio.

O ensaio foi conduzido em ambiente a $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $50 \pm 5\%$ de umidade relativa, após condicionamento dos corpos-de-prova nesse mesmo ambiente, por um período mínimo de 48 horas.

Materiais utilizados

Os produtos acondicionados nas embalagens em estudo foram:

- Produto com pH básico: amaciante.
- Produto com pH ácido: extrato de tomate.
- Produto gorduroso: *pet food*.

As estruturas utilizadas no estudo foram:

- **Amostra 1** – Filme plástico laminado não impresso, pigmentado de branco, identificado como BOPP/coexPE.
- **Amostra 2** – Filme plástico laminado impresso chapado em vermelho, pigmentado de branco, identificado como BOPP/impressão/coexPE.
- **Amostra 3** – Filme plástico laminado não impresso, metalizado, identificado como BOPP/metalização/coexPE.
- **Amostra 4** – Filme plástico laminado não impresso, pigmentado de branco, identificado como PET/coexPE.
- **Amostra 5** – Filme plástico laminado impresso chapado em vermelho, pigmentado de branco, identificado como PET/impressão/coexPE.
- **Amostra 6** – Filme plástico laminado não impresso metalizado, identificado como PET/metalização/coexPE.
- **Amostra 7** – Filme plástico laminado impresso predominantemente em amarelo e branco, identificado como PET/PE.
- **Amostra 8** – Filme plástico laminado impresso predominantemente em vinho, identificado como PET/PE.

Ensaio Experimentais:

As embalagens foram estocadas em duas condições ambientais distintas:

- **Amostras 1 a 6:** $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 75% U.R. e $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 90% U.R.
- **Amostras 7 e 8:** $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 70% U.R. e $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ / 90% U.R.

A resistência à delaminação dos materiais de embalagem foi avaliada periodicamente, em cada uma das condições de estocagem. A periodicidade dos ensaios foi: inicial, 15, 30, 60, 90, 120, 150 e 180 dias de estocagem.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Não foi possível determinar a resistência à delaminação inicial da **Amostra 1** que se mostrou muito elevada. Durante os seis meses de estocagem das embalagens com produto a 25 °C / 75% U.R. e a 35 °C / 90% U.R. esta resistência se manteve elevada, o que impediu a medida da força de adesão das camadas da estrutura.

A evolução da resistência à delaminação das demais amostras está representada nas Figuras 1 a 7.

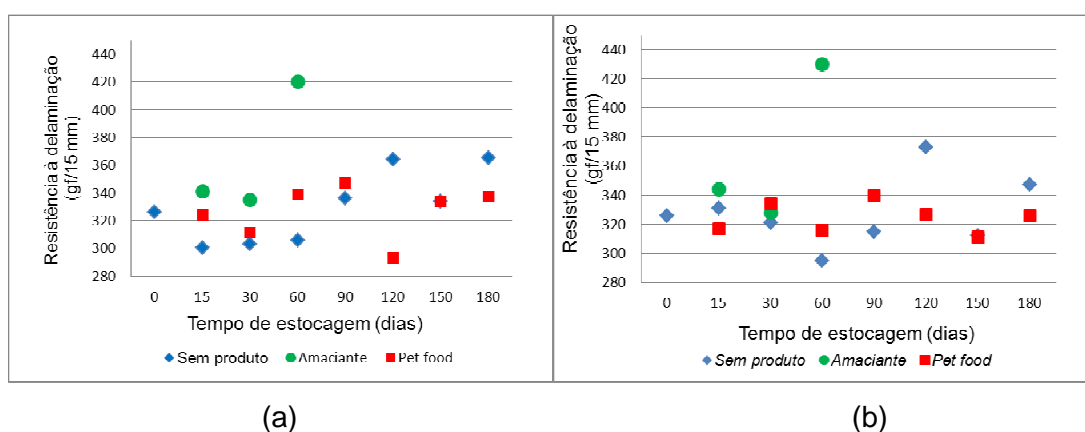


FIGURA 1. Evolução da resistência à delaminação da **Amostra 2** em função da estocagem à 25 °C / 75% U.R. (a) e 35 °C / 90% U.R. (b).

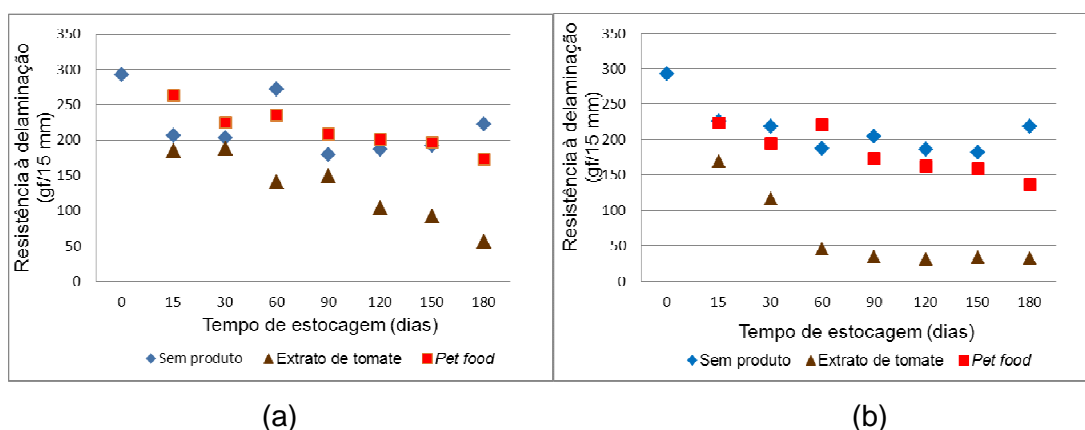


FIGURA 2. Evolução da resistência à delaminação da **Amostra 3** em função da estocagem à 25 °C / 75% U.R. (a) e 35 °C / 90% U.R. (b).

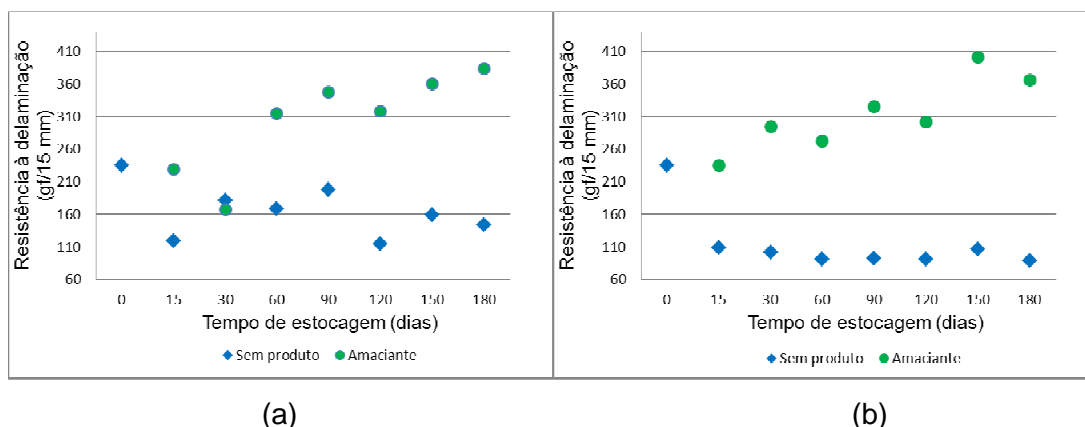


FIGURA 3. Evolução da resistência à delaminação da **Amostra 4** em função da estocagem à 25 °C / 75% U.R. (a) e 35 °C / 90% U.R. (b).

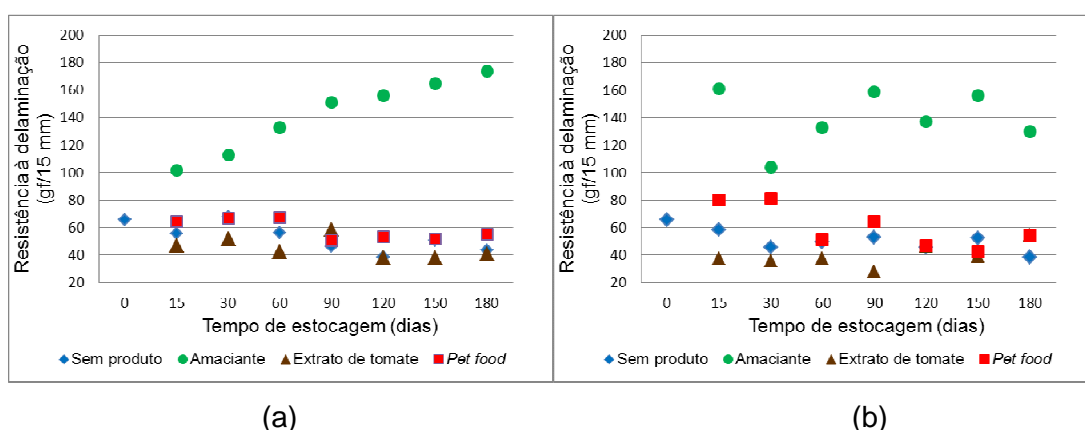


FIGURA 4. Evolução da resistência à delaminação da **Amostra 5** em função da estocagem à 25 °C / 75% U.R. (a) e 35 °C / 90% U.R. (b).

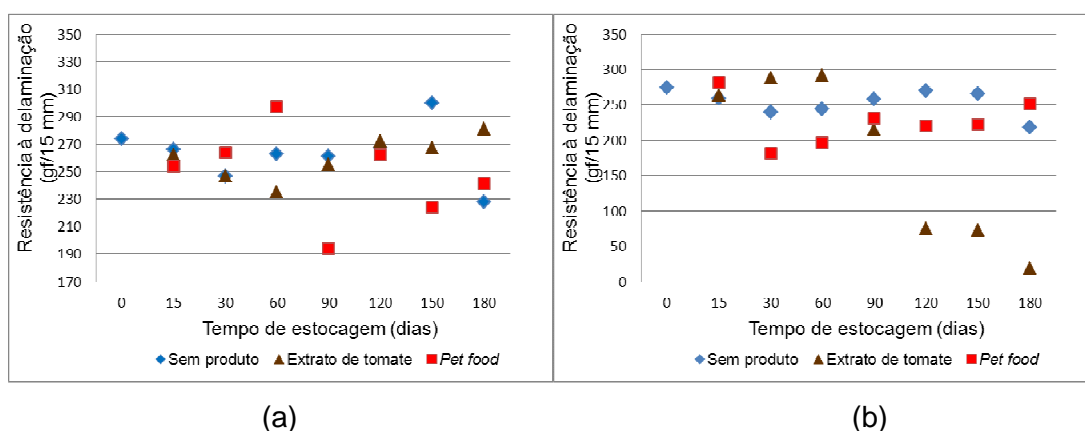


FIGURA 5. Evolução da resistência à delaminação da **Amostra 6** em função da estocagem à 25 °C / 75% U.R. (a) e 35 °C / 90% U.R. (b).

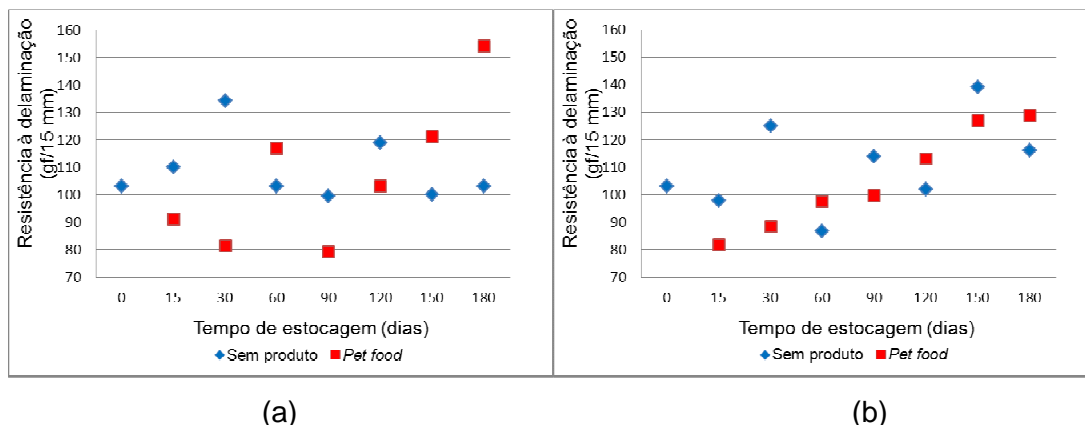


FIGURA 6. Evolução da resistência à delaminação da **Amostra 7** em função da estocagem à 23 °C / 70% U.R. (a) e 35 °C / 90% U.R. (b).

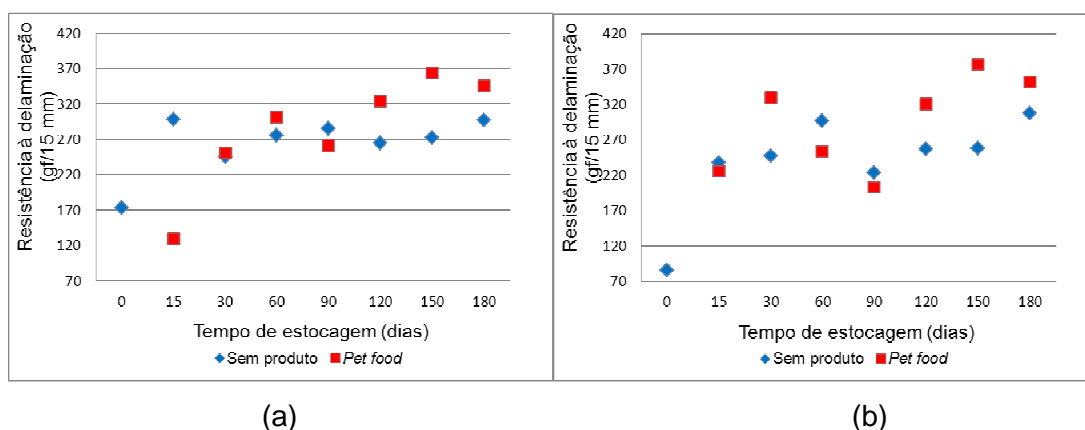


FIGURA 7. Evolução da resistência à delaminação da **Amostra 8** em função da estocagem à 23 °C / 70% U.R. (a) e 35 °C / 90% U.R. (b).

Durante os seis meses de estocagem da embalagem sem uso se verificou uma predominância de queda na resistência à delaminação independente da condição de estocagem. Dentre as sete estruturas analisadas, quatro apresentaram este comportamento (**Amostras 3, 4, 5 e 6**). Entretanto, nas **Amostras 2, 7 e 8** houve um aumento na resistência à delaminação.

Verificou-se nas embalagens contendo amaciante, **Amostras 2, 4 e 5**, um aumento na resistência à delaminação da estrutura. No caso das amostras impressas se observou também que durante a estocagem, ao ser promovida a separação das camadas da estrutura, a impressão ficava aderida à camada externa, ao contrário do que ocorria na embalagem sem uso. Particularmente, a resistência à delaminação da

Amostra 2 a partir de 90 dias de estocagem se apresentou tão elevada que impossibilitou a sua quantificação.

O extrato de tomate se mostrou agressivo em todas as estrutura na qual foi acondicionado, reduzindo a força de adesão entre as camadas da estrutura das **Amostras 3 e 5**, independente da condição de estocagem e da **Amostra 6** mantida a 35 °C / 90% U.R..Tal fato pode ser explicado pela capacidade que os ácidos do produto têm de permear os polietilenos (camada interna de todas as estruturas) e atacar os adesivos de laminação. Acredita-se que no caso da **Amostra 6** estocada a 25 °C / 75% U.R., uma condição ambiental mais branda que 35 °C / 90% U.R., a queda na força de adesão deverá ocorrer com o prolongamento da estocagem. Ainda com relação à **Amostra 6** se observou que quando a metalização da embalagem condicionada a 35 °C / 90% U.R. permanecia aderida ao PET, a resistência à delaminação diminuía, uma confirmação da ação de agentes agressivos sobre o adesivo de laminação utilizado nestes filmes plásticos.

No caso das embalagens com *pet food*, **Amostras 2, 3, 5, 6, 7 e 8** os resultados foram controversos, sendo que em alguns casos houve diminuição da resistência, em outros, a mesma se manteve praticamente estável e, em outros, houve aumento na força de adesão, indicando que a estrutura foi pouco agredida.

As **Amostras 5, 7 e 8**, de PET, impressão e PE, apresentaram variações quanto a grandeza do valor da resistência à delaminação e quanto ao comportamento observado no decorrer da estocagem. Sendo que a primeira amostra apresentou queda de resistência e em média valores menores que 100 gf / 15 mm, enquanto as demais apresentaram aumento e valores acima de 100 gf / 15 mm.

Dentre todas as amostras analisadas, a **Amostra 3** foi a que apresentou uma redução na resistência à delaminação mais expressiva. Após 180 dias de estocagem a 23 °C / 75% U.R. e 60 dias a 35 °C / 90% U.R. a embalagem contendo extrato de tomate já apresentava uma resistência à delaminação da ordem de 50 gf / 15 mm, valor considerado baixo. No caso da embalagem com *pet food*, a queda na resistência à delaminação foi significativa, da ordem de 50%, mas menos acentuada que naquela com extrato de tomate (queda na ordem de 80%).

CONCLUSÃO

De modo geral, o extrato de tomate foi o produto mais agressivo às estruturas analisadas, seguido do *pet food*. Por outro lado, o amaciante não apresentou um

efeito prejudicial à laminação. Como a delaminação de uma estrutura compromete a aparência da embalagem, prejudica seu desempenho mecânico e suas propriedades de barreira a gases e, conseqüentemente, pode reduzir a vida útil do produto, deve-se atentar para a resistência à delaminação do material durante a especificação de uma embalagem para produtos gordurosos como o *pet food* e, principalmente, para produtos ácidos como os derivados de tomate. Como, de modo geral, pode haver uma queda na força de adesão entre as camadas de uma estrutura flexível laminada, deve-se estar atento para evitar o emprego de materiais com baixa resistência à delaminação conforme o produto acondicionado na embalagem.

A presença da metalização contribuiu negativamente para a manutenção da resistência à delaminação das estruturas compostas por BOPP e coextrusado de PE, visto que houve queda na força de adesão entre as camadas da amostra metalizada, o que não foi observado nas demais amostras com a mesma estrutura de materiais plásticos. Entretanto, a relação inversa foi observada para as amostras compostas por PET e coextrusado de PE, ou seja, a estrutura metalizada apresentou maiores valores de resistência à delaminação em relação à estrutura apenas impressa em todo o decorrer da estocagem.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq – PIBITI, pela bolsa concedida.

Ao CETEA – ITAL, pela oportunidade de estágio.

REFERÊNCIAS

ASTM INTERNATIONAL.**D 1876-08**: Standard test method for peel resistance of adhesives. Philadelphia, 2008, 3p.

ASTM INTERNATIONAL.**F 904-98**: standard test method for comparison of bond strength or ply adhesion of similar laminates made from flexible materials. Philadelphia, 2008.

BICHLER, C.; MAYER, K.; LANGOWSKI, H. C. & MOOSHEIMER, U. - **"Influence of Polymer Film Surfaces on Adhesion and Permeation Properties of Vacuum Web Coated High Barrier Films and Laminates: Results of a Cooperative Research Project"**, in: Proceedings of 41st Annual Technical Conference, p. 349. Philadelphia (1998).



BIRON, M. **Enhancing polymer adhesion thanks to functionalized materials and surface treatments.** Polymer additives & colors, 2008. Disponível em: <http://www.specialchem4.polymers.com>.

HERNANDEZ, R., SELK, S.E.M. & CULTER, J.H.D. - **“Plastics Packaging - Properties, Processing, Applications and Regulations”**, Munich, Hanser, 2000.

OLAFSSON, G. & HILDINGSSON, I. - **J. Agric. Food Chem.**, **43**, p. 306, 1995.