UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

GIORGIO SCOLARI

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FILMES RESPIRÁVEIS DE PELBD

LONDRINA 2023 **GIORGIO SCOLARI**

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FILMES RESPIRÁVEIS DE PELBD

MECHANICAL PROPERTIES OF BREATHABLE LLPDE FILMS

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) Orientador: Prof. Dr. Fabiano Moreno Peres Coorientador: Prof. Dr. Francisco Rosario

LONDRINA 2023



Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

GIORGIO SCOLARI

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FILMES RESPIRÁVEIS DE PELBD

Trabalho de conclusão de curso de graduação apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 21 de junho de 2023

Fabiano Moreno Peres Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Joice Erica Motezuki Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Delia do Carmo Vieira Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais Universidade Tecnológica Federal do Paraná

> LONDRINA 2023

AGR0ADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, sem Ele eu nada faria;

Meu pai Jorge e minha mãe Maria (in memoriam): por me ensinarem o caminho que eu deveria andar;

Meus irmãos Lis, Lara, Irú e Priscila: pois nunca deixaram de me dar todo o suporte necessário, independente da natureza dele;

Amigos de longa data: Jonas e Rafael, amigos de infância que nunca deixaram de estar presentes; Klebão e família, minha segunda família;

Amigos da república: Fabio, José Eduardo, Gustavo e Rodolfo, pois nunca faltou companheirismo para todos os momentos em que estivemos juntos;

Amigos de trabalho: Vera Lúcia da Berry Plastics, pelo apoio e fornecimento das amostras; Erich Kulitz, pela amizade que a profissão trouxe e ficou para a vida toda;

Em especial ao **Prof. Dr. Fabiano Moreno Peres**, pela extrema paciência e dedicação, sem medir palavras, acreditou em mim até o final desta jornada;

Ao Prof. Dr. Francisco Rosario por toda o apoio extra concedido; ao Técnico Filippe de Carvalho Bernardino (UTFPR), por ajudar nos ensaios e amostras, desprendendo seu tempo;

Ao Prof. Dr. Marcelo Aparecido Chinelato (EESS – Escola de Engenharia de São Carlos, Setor de Engenharia de Materiais) e ao Técnico Ricardo Gomes Pereira, por proporcionar a oportunidade de produzir as amostras no laboratório de polímeros.

"O começo de todas as coisas é pequeno"

(Marcus Tullius Cicero)

RESUMO

SCOLARI, Giorgio. **Propriedades mecânicas de filmes respiráveis de PELBD**. 38f. Trabalho de Conclusão de Curso 2 – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2023.

Os filmes respiráveis apresentam uma expressiva relevância tecnológica, pois são amplamente utilizados desde a aplicação em fraldas descartáveis a componentes agrícolas. Eles são predominantemente produzidos através das resinas de polietileno (PE) juntamente com a adição de carga mineral contendo carbonato de cálcio (CaCO₃), o qual confere porosidade ao filme quando submetido a estiramento. Em geral, utiliza-se de 40-50 % de carbonato de cálcio em matriz polimérica para se obter filmes finos em alta taxa de velocidade de bobinamento. Através deste trabalho foi possível observar que o PELBD puro é mais resistente que o material acoplado, tanto em valores tensão média quanto nos parâmetros de EWF abordados. O material acoplado apresenta um fenômeno de desemanharamento das fibras poliméricas, diminuído a resistência mecânica pontualmente.

Palavras-chave: Polietileno. Filmes respiráveis. Propriedades mecânicas. Trabalho Essencial de Fratura (EWF).

ABSTRACT

SCOLARI, Giorgio. **Mechanical properties of breathable LLPDE films**. 38p. Course completion work (Bachelor in Materials Engineering) - Academic Department of Materials Engineering. Federal University of Technology Paraná. Londrina, 2023.

Breathable films have an expressive technological relevance, as they are widely used from application in disposable diapers to agricultural components. They are predominantly produced through polyethylene (PE) resins along with the addition of mineral load containing calcium carbonate (CaCO₃), which confers porosity to the film when subjected to stretching. In general, 40-50 % calcium carbonate is used in polymer matrix to obtain thin films at high coiling speed rate. This work proposes to compare the tensile, tearing and essential fracture work (EWF) tests in order to determine the mechanical properties of breathable film. Through this work it was possible to observe that the pure PELBD is more resistant than the coupled material, both in mean stress values and in the EWF parameters approached. The coupled material presents a phenomenon of disentanglement of the polymeric fibers, diminishing the mechanical resistance punctually.

Keywords: Polyethylene. Breathable films. Mechanical properties. Essential Work of Fracture.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Resultados de EWF	para material acoplado	31
Tabela 2. Resultados de EWF	para material PELBD	32

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Processo de formação do filme respirável	14
Figura 2. Desenho esquemático de uma fralda infantil	15
Figura 3. Formação dos microporos após estiramento do filme	16
Figura 4. Modelo de corpo de prova utilizado no método EWF	18
Figura 5. Esquema da zona de processo (a) em polímero vítreo (b) em polímero	o dúctil
	19
Figura 6. Representação gráfica da relação linear entre Wf e l	20
Figura 7. Curva tensão-deformação para polímeros (a) frágeis, (b) termoplástic elastômeros	cos, (c) 21
Figura 8. (a) Amostra EWF do material acoplado, com a demarcação do ligar	mento;
(b) Introdução das pré-trincas	23
Figura 9. Chapas (a), Prensa (b) e placa de PELBD	24
Figura 10. (a) Demarcação da região do ligamento e (b) profundidade correspor	ndente
ao limite do ligamento	25
Figura 11. Imagens da medição de ligamento	26
Figura 12. Curvas de carga versus deslocamento	28
Figura 13. (a) amostra do material laminado na fase terminal do ensaio e (b) amp	oliação
da região da zona de processo de fratura	30
Figura 14. Regiões de transição	30
Figura 15. Regressão linear para material acoplado	33
Figura 16. Regressão linear para material PELBD	33

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	.10
1.1	OBJETIVOS	.12
1.1.1	Objetivo geral	12
1.1.2	Objetivos específicos	.12
2	REFERENCIAL TEÓRICO	.13
2.1	FILMES RESPIRÁVEIS	.13
2.2	CARGA MINERAL	.15
2.3	MÉTODO WVTR	.16
2.4	CRITÉRIOS PARA FILMES POROSOS	.17
2.5	TRABALHO ESSENCIAL DE FRATURA	.17
2.6	ENSAIO DE TRAÇÃO	.20
3	MATERIAIS E MÉTODOS	.22
3.1	MATERIAL	.22
3.2	EQUIPAMENTOS	.22
3.3	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	.23
3.3.1	Material composto	23
3.3.2	PELBD puro	.23
3.4	MEDIÇÃO DO LIGAMENTO	.25
3.5	ENSAIOS	.26
3.6	TRATAMENTO DOS DADOS	.26
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	.28
5	CONCLUSÕES	.35
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	.36

1 INTRODUÇÃO

Os filmes respiráveis ganham cada vez mais destaque entre os materiais poliméricos devido à ampla versatilidade. Fraldas descartáveis (infantis e geriátricas), produtos de higiene feminina, vestimentas médicas e de proteção industrial, revestimento para construções, são exemplos de mercados que a indústria dos filmes respiráveis tem conquistado e aceitado o desafio de prosseguir em contínua inovação e garantia da qualidade dos seus produtos (ÖZEN, ILHAM; SIMSEK SÜLEYMAN, 2015).

Em meados da década de 30, as fraldas infantis eram embasadas no conceito da reutilidade. Diversos materiais eram utilizados para deter as incontinências dos bebês, desde vegetais (folhas) até celulose vegetal e por fim, panos de algodão. Desde o início, os usuários reconheceram as limitações das fraldas de pano (vazamentos, desconforto, limpeza). Assim, empreendedores propuseram-se a romper estas limitações, sugerindo a utilização de fraldas que eram à prova de umidade, absorventes, higiênicas e descartáveis (EDANA, 2005).

Essa mudança se prolongou até a década de 90, quando os filmes respiráveis passaram a ser utilizados em grande escala, substituindo o antigo material da celulose (algodão) para um material, tipo-manta, a base de polipropileno na forma de fibras (tecido-não tecido). O uso de cargas minerais na fabricação de filmes respiráveis permitiu um considerável desenvolvimento desses tipos de filmes, especialmente para filmes higiênicos, cujo o carbonato de cálcio, é um dos principais agentes de carga.

Ao final da década de 90, o grupo Omya, líder mundial de carbonatos, tem desenvolvido produtos especiais à base de carbonato, por exemplo, o OMYAFILM, um excepcional filme respirável. Há mais de 1 século, a Omya tem produzido CaCO₃ para papel, tintas, esmaltes e indústria dos plásticos. Paralelamente, empresa Imerys, através do aprimoramento da carga mineral utilizada contendo carbonato de cálcio (CaCO₃), expandiu as oportunidades de mercado dos filmes. (Hercules Incorporated, 1990; Imerys Minerals Limited, 2003; OMYA, 2000).

A maneira mais comum de se produzir um filme microporoso é utilizar 43-52% CaCO₃ por peso de composto poliolefínico e produzir um filme estirado que apresentará microporos na estrutura. O maquinário empregado é conhecido ao nivel global pelo fabricante austríaco Lenzing Maschinen Stretching, SML (SML, 2010). Os grãos de CaCO₃ atuam como agentes de formação de vazios durante o processamento. No filme microporoso o vapor de água migra através do filme seguindo um conduto formado graças ao arranjo geométrico das partículas de CaCO₃, bem como o filme fornecendo uma barreira para líquidos (OMYA, 2000).

Para testar a respirabilidade do filme, emprega-se o conceito de taxa de transmissão de vapor de água, conhecido como WVTR (Water Vapour Transmission Ratio), a qual será melhorada de através da espessura do filme, ou de acordo com a composição dos polímeros (OMYA, 2000).

Para prevenir soluções de continuidade no processamento e garantir o cumprimento efetivo de suas funções, o filme respirável deve apresentar resistência à fratura compatível com as solicitações mecânicas em serviço. As características de fratura integram o elenco de propriedades mecânicas do material.

As propriedades de fratura são estudadas no âmbito da mecânica da fratura. Entretanto, o comportamento dúctil do polietileno prejudica a adoção das técnicas da mecânica da fratura elástica linear. Dessa forma, tornam-se mais apropriados os métodos da mecânica da fratura elastoplástica, sendo que neste campo emerge o método do Trabalho Essencial de Fratura (*EWF - Essential Work of Fracture*) como o mais apropriado para este estudo. O método EWF se baseia no princípio da separação da energia empregada para romper o material em uma componente essencial, intrínseca ao processo de fratura, e outra não essencial. O método EWF oferece uma propriedade de fratura do material dúctil e tem se mostrado particularmente útil em estados planos de tensão, como o que ocorre normalmente em filmes planos (PERES, 2005).

Neste trabalho serão investigadas as propriedades de tração, rasgamento e fratura - estas últimas pelo método EWF - dos filmes respiráveis de Polietileno Linear de Baixa Densidade (PELBD).

JUSTIFICATIVA

Os filmes respiráveis têm sido aplicados em diversos segmentos de mercado, cujos requisitos de desempenho do material incluem adequada resistência mecânica

e à fratura. Entretanto, há carência de estudos publicados sobre as propriedades mecânicas dos filmes respiráveis de PELBD.

Além de balizar o desempenho mecânico em serviço, o conhecimento das propriedades mecânicas dos filmes podem orientar os estudos de melhoria do processamento e da qualidade do produto.

Por estas razões propõe-se a realização do estudo comparativo do comportamento dos filmes respiráveis de PELBD nos ensaios tradicionais de tração e de rasgamento e no método EWF.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Verificar a aplicabilidade do método EWF ao filme respirável de PELBD.

1.1.2 Objetivos específicos

- Obter um filme ou chapa plana de PELBD virgem e um filme respirável com a resina contendo carbonato;
- Realizar ensaios de tração e ensaio EWF de amostras dos filmes ou chapas de resina virgem e resina com carbonato e de amostras do filme respirável comercial;
- Analisar as amostras em microscópio ótico;
- Comparar e correlacionar os resultados das análises de microscopia ótica e dos ensaios mecânicos.

2 **REFERENCIAL TEÓRICO**

2.1 FILMES RESPIRÁVEIS

Os filmes respiráveis - *breathable films* - são produzidos pela combinação de cargas minerais tais como carbonato de cálcio e polímeros, que produzem uma estrutura microporosa que permite apenas a passagem de vapor de água sem passar água. Arkema define como filmes respiráveis aqueles que são impermeáveis para líquidos (água) e permeáveis para gases (vapor de água). Ou seja, são filmes finos produzidos a partir da combinação de polímeros e cargas minerais que apresentam uma estrutura microporosa que permite a passagem de vapor.

De uma forma geral, os polímeros utilizados na fabricação dos filmes respiráveis são: politetrafluoretileno (PTFE), poliuretanos termoplásticos (TPU), elastômeros termoplásticos (TPE) e poliolefinas, tais como, polietileno (PE) e polipropileno (PP), via mistura polimérica (OZEN; SINSEK, 2016).

Analisando historicamente, estes filmes microporosos foram produzidos pela primeira vez em 1983, no Japão, atendendo ao mercado de produtos higiênicos, tais como fraldas descartáveis. Após uma década, os filmes foram rapidamente desenvolvidos nos Estados Unidos e Europa, destacando-se na linha de produtos infantis e de saúde adulta. Atualmente, nota-se um avanço significativo no número de patentes registradas neste segmento de filmes, bem como uma vasta gama de aplicações, tais como (OMYA, 2000):

- Produtos de higiene feminina
- Vestimentas de proteção industrial
- Revestimentos imobiliários
- Roupas cirúrgicas
- Incontinência geriátrica
- Embalagens alimentícias

Basicamente, o filme respirável é produzido através da combinação extrusãoestiramento. Primeiramente, é realizada a extrusão das resinas de interesse, devidamente carregadas com os percentuais de carga mineral. Consequentemente, a matriz plana acoplada à saída do canhão da extrusora, permite o escoamento da massa fundida sobre um cilindro de grande dimensão, uma espécie de rolo. Este rolo realiza um movimento giratório, adequando a massa fundida para que seja transportada a outros cilindros giratórios, que irão por fim, realizar um estiramento, uniaxial ou biaxial, através de rolos que se movem em diferentes taxas, formando o filme microporoso. Este processo pode ser chamado de laminação, patenteado pela empresa austríaca SML, de acordo com a Figura 1 (SML, 2010).



Figura 1. Processo de formação do filme respirável

Fonte: SML (2010)

A Figura 2 ilustra a aplicação de filme respirável para fraldas descartáveis infantis. A Berry Plastics é uma empresa multinacional, de presença global, fornecedora de matéria-prima para tecidos nãotecidos (TNT), filmes respiráveis e laminados, a qual possui uma unidade fabril no Brasil, na cidade de São José Dos Pinhais, Paraná.



Figura 2. Desenho esquemático de uma fralda infantil

Fonte: Pampers (2023)

2.2 CARGA MINERAL

A carga mineral mais utilizada na produção de filmes respiráveis é o carbonato de cálcio (CaCO₃). De acordo com a Patente da Imerys Metals, o carbonato de cálcio deve ser obtido via fonte natural (mármore, giz ou calcário), com uma pureza desejável de 95 à 99% em peso, pois pode ocorrer a adição de outros minerais, tais como bauxita, dolomita, talco ou mica (IMERYS, 2001).

Outras cargas inorgânicas podem ser empregadas para tal finalidade: sulfato de bário sulfato de cálcio, carbonato de bário, hidróxido de magnésio, hidróxido de alumínio, óxido de zinco, óxido de cálcio, sílica e talco.

Para produzir um filme respirável, é necessário propiciar a formação de microporos na estrutura. Além do estiramento controlado, é necessário a utilização de um percentual de carbonato, que poderá variar, de acordo com a necessidade. De um

modo geral, será na faixa de 43-52% por peso do composto poliolefínico (OMYA, 2000).

2.3 MÉTODO WVTR

A respirabilidade dos filmes poliméricos é medida através do método – Water Vapour Transmission Ratio – a qual representa a taxa de transmissão de vapor de água.

Uma característica dos filmes respiráveis é que eles apresentam uma grande quantidade de microporos interconectados, conforme ilustrado na Figura 3. Os poros são menores do que uma gota de água, a qual não pode penetrar por dentro dos poros, a não ser por intermédio de uma pressão externa (WU, et al., 2015).



Figura 3. Formação dos microporos após estiramento do filme Antes do estiramento

Fonte: WU (2015)

2.4 CRITÉRIOS PARA FILMES POROSOS

Os filmes microporosos podem ser manufaturados por extrusão ou sopro, seguido por estiramento (*online* ou *offline*).

Há 3 critérios importantes para desempenhar um papel importante na produção do filme:

- Composição
- Extrusão
- Estiramento

Para o critério de composição, leva-se em consideração a necessidade de:

(1) Dispersar uniformemente de 50-70% de CaCO₃ em matriz poliolefínica

- (2) Produzir um lote com baixo teor de umidade
- (3) Não danificar o CaCO₃ (superfície tratada) e as cadeias poliolefínicas

Para o critério de extrusão deve-se considerar a produção de um filme sem "olho de peixe" (carbonato não disperso). E para o critério de estiramento, considerase:

(1) Produzir um filme fino (25 µm ou abaixo) à alta taxa de velocidade

(2) Estirar um filme em 1 ou 2 direções para criar microporos uniformes na superfície

(3) Criar uma boa distribuição e tamanho de poro adequado.

2.5 TRABALHO ESSENCIAL DE FRATURA

O Trabalho Essencial de Fratura (EWF) é um método da mecânica da fratura elastoplástica, proposto inicialmente por Broberg (1971). Segundo os princípios do método, quando um sólido dúctil contendo uma trinca ou defeito assemelhado está sendo solicitado, o processo de fratura e a deformação plástica generalizada se desenvolvem em duas regiões diferentes: zona de processo de fratura (FPZ) e zona plástica externa à FPZ (YAMAKAWA, 2000).

Quando pensamos em caracterizar filmes finos ou chapas (Figura 4), por exemplo, indústria de embalagens, o método EWF é atrativo, pois permite caracterizar o comportamento em fratura destes materiais (PERES, 2005).



Figura 4. Modelo de corpo de prova utilizado no método EWF

Fonte: PERES (2005)

A idéia de Broberg está embasada no conceito de energia relacionada à fratura de um material elasto-plástico, que pode ser dividida em duas componentes: uma parte essencial, representada pelo trabalho essencial de fratura (W_e), e uma parte não essencial de fratura (βW_p). A primeira parte é específica do processo de fratura do material e se desenvolve na região em torno da ponta da trinca, que Broberg chamou de "end region". A outra parte da energia é relacionada à deformação plástica generalizada e difusa que ocorre numa região externa à ponta da trinca, chamada de "outer region", controlada pelo comprimento do segmento não fraturado do corpo de prova e dependente da geometria (PERES, 2005; COTTERELL, 1977).

Assim sendo, o trabalho de fratura total W_f é dado pela Equação 1:

$$W_f = W_e + W_p \tag{1}$$

Em termos físicos, W_e é o trabalho necessário para criar duas novas superfícies e é consumido no processo de fratura envolvido. Em fratura frágil de polímeros vítreos, W_e é usado para estirar e, em seguida, quebrar as fibrilas da fissura na zona de fissura na extremidade da trinca, como mostrado na Figura 5:



Figura 5. Esquema da zona de processo (a) em polímero vítreo (b) em polímero dúctil

Fonte: YAMAKAWA (2005)

O W_e é essencialmente uma energia superficial, e para uma dada espessura, este é proporcional ao comprimento de ligamento, I, e W_p é uma energia volumétrica e proporcional a l^2 . Portanto o trabalho de fratura total (Equação 1) pode ser reescrito como:

$$W_f = W_e t l + \beta W_p t l^2 \tag{2}$$

Dividindo a equação 2 por tl, obtem-se o trabalho de fratura total específico (W_f) :

$$W_f = \frac{W_f}{tl} = W_e + \beta W_p l \tag{3}$$

Onde:

 W_e e βW_p são o trabalho essencial específico de fratura e o trabalho não essencial específico de fratura, respectivamente:

β é um fator de forma da zona plástica;

t é a espessura do corpo de prova;

Assume-se que W_e seja uma constante do material e que W_p e β são independentes de l. A função W_f (l) (equação (3) é uma função linear, cuja representação gráfica é uma reta. Assim sendo, para aplicação do método EWF, amostras do material com diferentes comprimentos de ligamento são submetidas a testes de tração, medindo-se o trabalho total aplicado para romper o material. Após o tratamento, os resultados são lançados em um gráfico W_f vs l, procedendo-se uma análise de regressão linear para se determinar os parâmetros de fratura do material. Este procedimento será detalhado no capítulo Materiais e Métodos.

Então, quando W_f é posto em um gráfico em função de I, de acordo com a equação 3, surge uma relação linear entre W_f e I. Pela extrapolação desta reta para comprimento de ligamento igual a zero, W_e pode ser determinado da intersecção no eixo Y, e a inclinação desta reta fornece βW_p (Figura 6). Porém, se β muda com a geometria da zona de processo e o comprimento inicial da trinca, uma relação linear entre W_f e I somente poderá ser obtida se a similaridade geométrica for mantida para todos os comprimentos de ligamentos (YAMAKAWA, 2005).



Figura 6. Representação gráfica da relação linear entre W_f e I

Fonte: YAMAKAWA (2005)

2.6 ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração é fundamental para levantamento de informações específicas sobre um determinado material. O ensaio de tração consiste em submeter

um corpo de prova de geometria definida a um esforço crescente na direção axial que tende a alongá-lo até a ruptura.

As especificações quanto à forma e dimensões de corpo de prova, velocidade de estiramento, por exemplo, são regidas pelas normas NBR 6152 ou ASTM D 638-08 (Ensaio de tração para materiais poliméricos), a qual será utilizada neste trabalho.

A partir das medidas das cargas e os respectivos alongamentos, é possível traçar uma curva tensão – deformação, conforme a Figura 7.

Figura 7. Curva tensão-deformação para polímeros (a) frágeis, (b) termoplásticos, (c) elastômeros



Fonte: YAMAKAWA (2005)

A partir da análise deste gráfico é possível determinar diversas variáveis e propriedades, tais como, módulo de elasticidade, limite de resistência ao escoamento, limite de resistência à tração e tensão de ruptura.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

As metodologias e os procedimentos experimentais que foram utilizados neste trabalho são descritos a seguir.

3.1 MATERIAL

Resina PELBD LF-1020/21AF composto de polietileno, cor natural, lote RSAC57, produzido pela empresa Braskem. Adequada para o processo de extrusão de filmes tubulares. Conforme a norma ASTM D-1238, apresenta índice de fluidez (190 °C/ 2,60 Kg; 10 g min⁻¹) igual a 1,0 e densidade 0,919 g cm⁻³, segundo a norma ASTM D-792 (BRASKEM, 2015).

Material acoplado: filme de PELBD contendo certa proporção de carbonato, acoplado a lâmina de não-tecido (manta branca com gramatura de 10 g.m⁻² acoplado a uma apara de filme laminado com máster branco 70% de PEBDL). O material foi fornecido pela empresa Berry Plastics.

3.2 EQUIPAMENTOS

- Prensa hidráulica
- Máquina de ensaios

 Estereoscópio equipado com sistema digital de aquisição e manipulação de imagens

- Micrômetro
- Ferramentas e utensílios de laboratório

3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

3.3.1 Material composto

As amostras para os ensaios de EWF do material composto foram cortadas nas dimensões 32 mm x 60 mm, por meio de tesoura comum. Em cada amostra foi feito um traço na região central, perpendicular ao eixo principal da amostra, no qual foi demarcada a região do ligamento (Figura 8), posicionada a igual distância das bordas. O comprimento do ligamento variou entre 6 mm e 20 mm, com incrementos de aproximadamente 0,5 mm a cada amostra. Foram preparadas 33 amostras. Em cada amostra foram introduzidas as duas pré-trincas, por meio de uma tesoura comum afiada (Figura 8).

Figura 8. (a) Amostra EWF do material acoplado, com a demarcação do ligamento; (b) Introdução das pré-trincas.



Fonte: O autor (2023)

3.3.2 PELBD puro

Para a preparação das placas foi utilizado um molde composto de duas placas de aço inoxidável e uma moldura de aço. Para prevenir a adesão do polímero às

superfícies do molde, as chapas de aço e a moldura foram revestidas com papel manteiga. As dimensões do molde são: 269 mm x 260 mm x 1,5 mm. Foram pesados 300 g de PELBD granulado. Em seguida, o material foi disposto na região central da placa inferior do molde e o conjunto foi pré-aquecido durante uma hora em estufa, a 130°C. Em seguida a placa de aço superior do molde foi posicionada e o conjunto foi prensado em prensa de placas paralelas, aquecidas a 205 °C (Figura 9). A pressão aplicada foi de 6 toneladas, havendo necessidade de compensar periodicamente o alívio da pressão provocada pelo escoamento do material no interior da cavidade e do excesso de material para fora da cavidade. O tempo total de prensagem foi de 15 minutos. Após este período as placas da prensa foram resfriadas com circulação forçada de água. Foram preparadas duas placas. A Figura 9 mostra uma das placas obtidas.



Figura 9. Chapas (a), Prensa (b) e placa de PELBD

Fonte: O autor (2023)

As amostras EWF do LLDPE puro foram cortadas em serra de fita a partir das placas moldadas e lixadas para uniformizar o acabamento das bordas. As dimensões nominais finais das amostras foram 32 mm x 60 mm. Em cada amostra foi feito um traço na região central, perpendicular ao eixo principal da amostra, no qual foi demarcada a região do ligamento (Figura 10), posicionada a igual distância das bordas. O comprimento do ligamento variou entre 6 mm e 20 mm, com incrementos

de aproximadamente 0,5 mm a cada amostra. Foram preparadas 30 amostras. Em cada amostra foram introduzidas as duas pré-trincas, pungindo-se as bordas com uma lâmina de estilete, até a profundidade correspondente ao limite do ligamento (Figura 10). Foram preparadas 31 amostras.

Figura 10. (a) Demarcação da região do ligamento e (b) profundidade correspondente ao limite do ligamento

Fonte: O autor (2023)

3.4 MEDIÇÃO DO LIGAMENTO

O comprimento de cada ligamento foi determinado com auxílio de um estereoscópio ótico e uma câmera fotográfica digital acoplada. A medição do ligamento foi realizada diretamente sobre a imagem obtida, por meio de manipulação no programa de aquisição de imagens da câmera, conforme exemplificado na Figura 11.a (PELBD puro) e na Figura 11.b (material acoplado).



Figura 11. Imagens da medição de ligamento

Fonte: O autor (2023)

A espessura do material na região do ligamento foi feita com um micrômetro.

3.5 ENSAIOS

Os ensaios foram realizados em tração, em temperatura ambiente (23°C) e velocidade da travessa móvel de 20 mm/min.

3.6 TRATAMENTO DOS DADOS

Para cada corpo de prova, em cada série, foram obtidos o trabalho total aplicado até a ruptura do ligamento e a carga máxima registrada durante o ensaio. O trabalho aplicado para romper o ligamento (W_f) foi calculado a partir da área sob a curva carga-deslocamento, empregando-se o algoritmo do trapézio (CHAPRA;

CANALE, 2015). Os resultados de W_f foram normalizados pela área da seção no ligamento (comprimento do ligamento x espessura do corpo de prova), obtendo-se os valores de trabalho específico (W_f). A tensão máxima em cada corpo de prova foi determinada dividindo-se a carga máxima observada pela área da seção do ligamento. Para cada série calculou-se a média das tensões máximas (σ m). Sobre os dados restantes aplicou-se a análise de regressão linear, cujos valores dos coeficientes linear e angular correspondem, respectivamente, à média estimada dos parâmetros W_e e βW_p do método do trabalho essencial de fratura. Determinou-se também o valor do coeficiente de determinação (r^2), sendo r o coeficiente de correlação linear de Pearson, uma medida do grau de relacionamento linear entre as variáveis, no caso, entre W_f e I. Valores de r próximos da unidade indicam que a reta de regressão é bem determinada pela correlação entre os pontos experimentais.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 12 estão representados os diferentes comportamentos das curvas



Figura 12. Curvas de carga versus deslocamento

Fonte: O autor (2023)

carga-deslocamento observados nos ensaios, os quais refletem as diferentes naturezas dos materiais estudados, com destaque para o comportamento flutuante da carga no material acoplado.

O material acoplado contém uma camada de não-tecido, que se caracteriza por uma estrutura de fibras (frequentemente de polipropileno ou polietileno tereftalato) dispostas aleatoriamente, as quais são unidas mecânica ou quimicamente (KARTHIK et al, 2016). Esta estrutura apresenta maior capacidade de deformação que os tecidos convencionais, podendo ser esticada com relativa facilidade, uma vez que as fibras possuem grande mobilidade umas em relação às outras. Dessa forma, tipicamente, apresentam menor resistência à tração. Quando acoplado ao PELBD para formar um laminado, o comportamento mecânico passa a ser regido pelo desempenho mecânico combinado das diferentes fases. Em um material compósito há um sinergismo entre os materiais componentes, havendo uma forte interação química e física entre eles. Dessa forma, as diferentes fases trabalham junto para constituir um material resultante que possui propriedades superiores às de seus componentes individuais, com vista a satisfazer as exigências de determinada aplicação pretendida, ainda que cada fase presente mantenha sua identidade individual. Entretanto, no material acoplado testado, as diferentes camadas parecem funcionar mais com um senso de complementaridade do que apresentando a simbiose entre as fases característica dos materiais compósitos.

Uma possível explicação para o comportamento flutuante da tensão observado é que, quando tracionada, a estrutura do material acoplado responde inicialmente com a resistência à deformação proporcionada pelo PELBD, provavelmente mais forte que a estrutura do não tecido. Eventualmente, ocorre a ruptura local de uma região de PELBD, provavelmente favorecida pela presença de partículas de carbonato, entretanto, o não tecido previne a propagação da fratura, as fibras temporariamente sustentando a tensão e tendendo a se orientarem paralelamente ao eixo da tensão. Dessa forma a resistência local aumenta. Como não há um vínculo mecânico efetivo entre as fibras, estas sofrem um processo sucessivo de disentanglement e pull out, levando à redução da magnitude da força de tração. O processo se desenvolve repetidamente durante o processo de fratura do ligamento da amostra. A Figura 13 (a) apresenta uma amostra do material acoplado na fase terminal do ensaio, podendo-se observar as últimas fibras desemaranhadas do não tecido, enquanto que a Figura 13(b) apresenta a ampliação da região da zona de processo de fratura, na qual se observam em detalhes as fibras desemaranhas e as falhas da matriz de PELBD.



Figura 13. (a) amostra do material laminado na fase terminal do ensaio e (b) ampliação da região da zona de processo de fratura.

Fonte: O autor (2023)

Por outro lado, o filme de PELBD apresenta um comportamento diferente, próprio de um material polimérico dúctil maciço e monolítico, em que a tensão sobe continuamente até um valor máximo, que corresponde ao início do escoamento do material. Em seguida, o escoamento se propaga por todo o ligamento, seguido da ruptura. Para fins de comparação, a Figura 14 apresenta a região da fratura de uma amostra do PELBD, podendo-se observar a transição entre a matriz extensamente deformada próximo da zona de processo de fratura e a transição para o material do ligamento que sofreu o estiramento a frio *-cold drawing-* no processo de escoamento e fratura.





Fonte: O autor (2023)

Tabela 1. Resultados de EWF para material acoplado Material acoplado				
Ligamento [m]	[J] W	W _f [J.m ⁻²]	Carga [N]	Tensão [MPa]
0,01	0,04	40203,00	4,40	5,01
0,01	0,03	53055,00	4,00	8,22
0,01	0,10	105854,00	7,60	8,85
0,01	0,04	85522,00	4,80	9,32
0,01	0,03	42741,00	4,00	5,37
0,01	0,05	99511,00	5,20	12,26
0,01	0,02	33667,00	4,00	8,26
0,01	0,03	64417,00	4,40	10,42
0,01	0,06	81962,00	7,20	8,94
0,01	0,07	96094,00	6,40	7,35
0,01	0,04	64494,00	5,20	6,23
0,01	0,01	19021,00	3,20	6,22
0,01	0,08	91929,00	6,40	6,62
0,02	0,06	61710,00	6,40	7,65
0,02	0,09	86862,00	8,00	7,33
0,02	0,09	85772,00	8,00	7,34
0,02	0,13	126534,00	9,20	8,67
0,02	0,10	82393,00	7,60	6,03
0,02	0,12	111216,00	8,00	6,68
0,02	0,11	94109,00	8,80	7,32
0,01	0,06	86094,00	6,40	8,64
0,01	0,07	72934,00	6,40	7,22
0,01	0,04	97857,00	6,00	11,37
0,01	0,06	69474,00	6,40	8,04
0,01	0,09	104221,00	6,80	7,28
0,01	0,11	127016,00	9,60	11,49
0,01	0,07	80221,00	8,40	9,30
0,01	0,08	101190,00	7,20	8,20
0,01	0,05	78347,00	6,00	8,53
0,01	0,05	57019,00	5,60	7,39

As Tabela 1 e Tabela 2, respectivamente, os dados das amostras e os resultados dos ensaios de EWF do material acoplado e do PELBD puro.

Fonte: O autor (2023)

Material PELBD						
Ligamento [m]	[1] M	W _f [J.m ⁻²]	Carga [N]	Tensão [MPa]		
0,01	1,70	100302,27	240,00	14,18		
0,01	2,10	119622,79	260,00	14,83		
0,01	1,54	84216,94	220,00	12,03		
0,01	2,63	137520,97	280,00	14,62		
0,01	2,97	138917,57	300,00	14,02		
0,01	2,51	172295,63	280,00	19,20		
0,01	1,81	95049,84	220,00	11,52		
0,01	2,20	121061,14	260,00	14,33		
0,02	6,80	210058,40	460,00	14,21		
0,02	5,87	161181,28	480,00	13,18		
0,01	4,09	193061,87	360,00	16,98		
0,02	6,84	229429,21	480,00	16,10		
0,02	6,20	194843,79	440,00	13,83		
0,02	8,64	219503,81	560,00	14,23		
0,02	6,80	167708,82	480,00	11,84		
0,02	6,55	193917,17	460,00	13,62		
0,02	8,00	207609,80	560,00	14,53		
0,01	4,84	186047,49	400,00	15,39		
0,01	4,73	184935,76	380,00	14,86		
0,01	5,25	188311,42	420,00	15,06		
0,01	5,86	191432,71	440,00	14,39		
0,02	9,14	211828,12	560,00	12,97		
0,01	4,11	156375,11	360,00	13,68		
0,01	4,52	158521,34	640,00	22,45		
0,01	3,52	170613,96	380,00	18,44		
0,01	4,65	172828,16	400,00	14,86		
0,02	5,08	192804,23	360,00	13,67		
0,01	1,36	127755,99	220,00	20,65		

Tabela 2. Resultados de EWF para material PELBD

Fonte: O autor (2023)

As Figura 15 e Figura 16 apresentam, respectivamente as curvas de regressão dos dados experimentais do material acoplado e do PELBD puro.



Fonte: O autor (2023)



Figura 16. Regressão linear para material PELBD

Fonte: O autor (2023)

Como se pode perceber, há grande dispersão nos resultados dos testes de EWF. Especialmente no caso do material laminado, os pontos da curva não se explicam por um modelo linear. O método EWF é particularmente sensível à qualidade das pré-trincas (PERES et al, 2005), sendo que no caso do material laminado ainda deve-se considerar o particular mecanismo de fratura do material. Os valores obtidos do trabalho essencial de fratura (W_e), que representa o trabalho intrínseco de fratura, foram 61,4 kJ/m2 para o PELBD e 48 kJ/m2 para o material acoplado. O fator βW_p , relacionado com a deformação plástica generalizada por volume do material fora da zona de processo de fratura, foi de 7,76 MJ/m3 para o PELBD e 2,62 MJ/m3 para o material laminado. Os resultados sugerem que o PELBD puro é mais resistente à fratura do que o material acoplado, e desprende mais trabalho com a deformação plástica generalizada. Entretanto, considerando a dispersão dos resultados, esta diferença parece não ter significância estatística. A tensão máxima do material puro (15 MPa) é mais elevada que do material laminado (8,1 MPa), mas, se levarmos em conta que o polietileno do material acoplado recebe certa carga de carbonato, que tende a fragilizar o PELBD, os resultados sugerem que, na prática, o desempenho mecânico dos materiais, em termos de resistência, é parecido.

5 CONCLUSÕES

Através deste trabalho foi possível comparar dois materiais de extrema importância no âmbito tecnológico, uma vez que uma das amostras é matéria-prima de um produto comercialmente disponível na indústria do não-tecido.

Os valores de tensão média para as amostras em comparação foram possíveis de serem determinados mesmo os materiais apresentando comportamento mecânicos diferentes ao se verificar as perturbações nas curvas tensão deformação.

Mesmo as propriedades de EWF não sendo tratadas de forma absoluta para seus valores de trabalho intrínseco de fratura e fator βwp, foi possível concluir que o PELBD apresenta maior resistência à fratura que o material laminado, embora ambos apresentem valores de tensão de escoamento médio parecidos, levando em consideração a inserção de carbonato ao material acoplado.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

• Obter filmes soprados da resina virgem comparados na mesma espessura;

• Realizar ensaio de rasgamento para amostras com a mesma eresina e teores de carbonato similares.

REFERÊNCIAS

ALIBABA. **Global trade starts** here. https://www.alibaba.com/product-detail/new-design-quick-surface-high-quality_409221500.html . Acesso em: 03 out. 2018.

ASTM INTERNATIONAL D 1004 - 03: Standard Test Method for Tear Resistance (Graves Tear) of Plastic Film and Sheeting. West Conshohocken, 2003, 1p.

BRASKEM. **Polietileno de baixa densidade linear**. Folha de Dados. Revisão 3 (abril/2015).

BROBERG;,K. B., J. Mech. Phys. Solids. 19, 407 (1971)

BURDEN, Richard L.; FAIRES, J. Douglas. **Análise numérica**. São Paulo, SP: Cengage Learning, c2008. xiii, 721 p. ISBN 8522106010.

CHAPRA, S.C.; CANALE, R.P. **Métodos Numéricos para Engenharia**. 7a ed. Porto Alegre: AMGH, 2016.

CLUTTON, E. Essential Work of Fracture in: Fracture mechanics testing methods in polymers, adhesives and composites. Elsevier, Amsterdam, 2011.

COTTERELL, B.; REDDEL, J.K. The essential work of plane stress ductile fracture. International Journal of Fracture, v. 13, n. 3, p. 267-277, 1977.

DYER, D. Seven decades of disposable diapers. A record of continuous innovation and expanding benefit. EDANA, August 2005.

IMERYS MINERALS LIMITED. **Breathable Film**. World Intellectual Property Organization. International Publication Number: WO 03/050167 A1. 12 December 2001. Geneva, Switzerland.INTERTEK - **Plastics Technology Laboratories**. Disponível em: http://www.ptli.com/testlopedia/subs/tear_die.asp Acesso em: 29 ago. 2019.

MOCON, Inc North America. ASTM E96 VS. F1249 Wich provides more accurate test results? WP.PPS.3000 1.0.Minneapolis, MN 55428. USA. 2017.

MOREIRA, GIL. **Calcium carbonates for microporous breathable films** Market and product requirements. Omya AG. 2001.

ÖZEN, ILHAM; SIMSEK SÜLEYMAN. Changing Breathability of Polyethylene Composite Films with Different Porous Structures Depending on Stretching Processes. Advances in Polymer Technology, v .36, No.2. p. 1 - 8, 2015.

PAMPERS. Disponível em :< <u>Quais são os materiais utilizados nas fraldas</u> <u>Pampers®</u>> Consulta em 20/06/2023

PERES, F. M. Desenvolvimento de métodos alternativos para a avaliação da resistência à fratura por fluência de resinas de polietileno utilizadas para a extrusão de tubos de água. 2005. 191f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

PERES, F. M; TARPANI, J. R; SCHON, C. L. An assessment of essential work of fracture testing methodapplied to medium density polyethylene (MDPE). Engineering Fracture Mechanics 105 (2013) 136–151.

RUCKMAN, J.E. Water vapour transfer in waterproof breathable fabrics: Part 1: under steady-state conditions", International Journal of Clothing Science and Technology, Vol. 9 Issue: 1, pp.10-22. 1997.

SML – CAST FILMS LINES. Breathable films/laminates. Technical informations about the machine sets. 2010.

WILLIAMS, J. G., **Fracture Mechanics of Polymers**, Ellis Horwood Limited, Chichester, England (1984).

WU, P.C; GREG, JONES; SHELLEY, CHRIS; WOELFLI, BERT. **Novel microporous films and their composites.** Coplay Plastic Products Co, Mason, Ohio, USA. Journal of Engineered Fibers and Fabrics. Volume 2, Issue 1. p.50. 2015.

YAMAKAWA, R.S. Dissertação de Mestrado. PPG-CEM/UFSCar, 2000.