

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

ESCOLA DE ENGENHARIA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA

Incorporação de Sílica em Polipropileno

JUCIELE LEYTER ZILIO

**Trabalho de conclusão de curso apresentado
como requisito parcial para obtenção do
grau de Engenheiro Químico.**

Orientador: Prof. Dr. Nilo Sérgio Medeiros Cardozo

Porto Alegre, Junho de 2009.

AGRADECIMENTOS

Sempre que nos deparamos com momentos que são cruciais e que nos conduzem a uma nova etapa de vida nos lembramos de que não atingimos nossas metas sozinhos.

Portanto, em homenagem a todos aqueles que de alguma forma se tornaram colaboradores para a conclusão deste trabalho, meus sinceros agradecimentos.

Desta forma agradeço às pessoas com quem trabalhei na Braskem, pela passagem de experiência, pelo apoio e pela amizade, muito importantes para mim. A vocês, Carlos Gallacci, engenheiros Adriano do Amarante, Diogo Guimarães, Gustavo Laranja e Ricardo Brasil, meu muito obrigada.

Sou grata ao Prof. Dr. Nilo Sérgio Medeiros Cardozo pelo entusiasmo contagiante, bom humor e compartilhamento do seu conhecimento, fatores estes essenciais para a realização deste trabalho.

Agradeço também aos amigos do CT&I e do LCQ que colaboraram direta ou indiretamente na execução dos experimentos, auxiliando e dividindo seus conhecimentos comigo, de modo especial a Vitor Paulo Lermen; Fernanda Vieira da Cunha; Sílvia Rosane Santos Rodrigues; Cristiane Klafke de Azeredo; Tatiana Tamara da Rosa Tavares; Sandro Gorski; Rodrigo Brietzke; Fábio Cristiano Peterson Fell; Adriana Kuhn e Marina Selbach.

Meus agradecimentos especiais à minha família que, mesmo de longe, me deu muito apoio e força durante esta etapa da minha formação e aos meus amigos queridos.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. CONCEITOS FUNDAMENTAIS	3
2.1. SÍLICA COM AGENTE ANTIBLOQUEIO.....	3
2.2. USO DE POLIPROPILENO NA PRODUÇÃO DE FILMES.....	7
2.3. PROCESSO DE PRODUÇÃO E ADITIVAÇÃO DAS RESINAS DE POLIPROPILENO	9
2.4. PROBLEMAS TÍPICOS EM FILMES, DECORRENTES DA ETAPA DE ADITIVAÇÃO COM AGENTE ANTIBLOQUEIO.....	10
3. MATERIAIS E MÉTODOS	12
3.1. MATERIAIS.....	12
3.2. METOLOGIA ADOTADA NO ESTUDO	12
3.3. TESTES DE ADITIVAÇÃO	13
3.4. ANÁLISES REALIZADAS	14
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	20
4.1. ANÁLISE DO HISTÓRICO DE PRODUÇÃO DE <i>GRADES</i> ADITIVADOS COM SÍLICA NA PLANTA PP2	20
4.2. LEVANTAMENTO DA PRODUÇÃO DO G4 REALIZADA ENTRE FEVEREIRO DE 2007 E FEVEREIRO DE 2008	21
4.3. CARACTERIZAÇÃO DAS SILICAS.....	22
4.4. RESULTADOS DOS TESTES COM NOVAS SÍLICAS	24
5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	29
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	31

LISTA DE FIGURAS

2.1. FILME DE POLIPROPILENO (A) SEM SÍLICA E (B) COM SÍLICA	3
2.2. APLICAÇÕES DE FILMES PRODUZIDOS COM RESINAS QUE UTILIZAM A SÍLICA COMO AGENTE ANTIBLOQUEIO.....	5
2.3. FLUXOGRAMA DA SÍLICA NO PROCESSO.....	6
2.4. ESTRUTURA DA CADEIA DO POLIPROPILENO	8
2.5. DIAGRAMA DE BLOCOS DO PROCESSO PRODUTIVO SPHERIPOL.....	9
2.6. FILME APRESENTANDO NOTA DE OLHO DE PEIXE ALTA	11
3.1. EXTRUSORA UTILIZADA PARA PRODUÇÃO DOS FILMES	14
3.2. EQUIPAMENTO PARA DETERMINAÇÃO DE BLOQUEIO.....	16
3.3. EQUIPAMENTO PARA DETERMINAÇÃO DA OPACIDADE	17
3.4. EQUIPAMENTO UTILIZADO PARA DETERMINAÇÃO DE BRILHO.....	18
3.5. EQUIPAMENTO PARA A DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE FRICÇÃO.....	19
4.1. DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULA DA SÍLICA S4	25
4.2. DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULA DA SÍLICA S6	25

LISTA DE TABELAS

2.1. TIPO DE MATRIZ E CLASSIFICAÇÃO DE DIFERENTES <i>GRADES</i>	8
3.1 PROPRIEDADES DA RESINA G4	12
4.1. <i>GRADES</i> QUE UTILIZAM SÍLICA	20
4.2. PARÂMETROS DE UMA DAS CAMPANHAS ANALISADAS.....	21
4.3. RELAÇÃO SÍLICA X LOTES FORA DE ESPECIFICAÇÃO POR NOTA DE OLHO DE PEIXE	22
4.4. TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULA DAS SÍLICAS UTILIZADAS	23
4.5. TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULA DAS NOVAS SÍLICAS	24
4.6. ESPECIFICAÇÕES DO G4.....	26
4.7. RESULTADOS OBTIDOS EM LABORATÓRIO	26

RESUMO

A utilização de aditivos no processamento de plásticos é de extrema importância, seja por questões de melhoria de processabilidade ou de desempenho final dos artigos produzidos. Dentre os aditivos utilizados, as sílicas sintéticas são importantes, pois atuam como agente antibloqueio, reduzindo a aderência entre duas folhas de filme. A motivação para este trabalho surgiu da tentativa de compreender e solucionar problemas observados durante estágio, na Braskem, que envolviam bloqueio e nota alta de olho de peixe em um *grade* de polipropileno. Através de um estudo do histórico de produção entre fevereiro de 2007 e fevereiro de 2008 surgiu a necessidade de se buscar agentes antibloqueio diferentes daqueles que vinham sendo utilizados. Através da caracterização das novas sílicas e da análise dos testes realizados em laboratório com estes novos agentes antibloqueio, verificou-se a possibilidade de sua futura utilização na planta industrial.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Desde a segunda guerra mundial tem acontecido uma grande expansão das indústrias de polímeros e produtos plásticos, adotando-se novos usos e tecnologias para estes materiais em uma velocidade surpreendente [RABELLO, 2000].

No nosso cotidiano, é evidente a importância do plástico, sendo ele responsável por trazer uma série de benefícios indiscutíveis na sociedade moderna. Uma indústria que gera milhões de empregos e divisas para o nosso país e que está presente em quase todos os setores da economia. E, neste contexto, os aditivos adicionados ao plástico exercem papel fundamental, pois são eles os responsáveis por um melhor processamento e desempenho do material.

Aditivos são os materiais adicionados como componentes auxiliares dos plásticos e a sua inclusão visa uma ou mais aplicações específicas das quais se podem citar a modificação de diversas propriedades, a facilidade de processamento, a inclusão da cor e aumento da vida útil do polímero.

Os tipos e quantidades de aditivos adicionados dependem do polímero em si, do processo de transformação a ser utilizado e da aplicação a que se destina o produto. Podendo ser orgânicos ou inorgânicos, sólidos, líquidos ou elastoméricos, os aditivos são, geralmente, adicionados em pequenas quantidades ao polímero.

Dentre os aditivos mais utilizados podem-se citar plastificantes, antiestáticos, agentes nucleantes, lubrificantes, antioxidantes, auxiliares de fluxo e agentes antibloqueio. Os plastificantes são utilizados para aumentar a flexibilidade de polímeros. Os antiestáticos aceleram a dissipação de cargas elétricas estáticas na superfície do produto. Os agentes nucleantes favorecem o aumento da cristalinidade que influencia nas propriedades óticas (como a transparência). Os lubrificantes são utilizados para facilitar o processamento. Os antioxidantes inibem ou reduzem a velocidade de degradação oxidativa durante o uso ou processamento. Os auxiliares de fluxo são polímeros de fluxo mais fácil misturados com o polímero base. Os agentes antibloqueio evitam o bloqueio (ou *blocking*) que ocorre quando duas faces de filmes plásticos muito delgados entram em contato, apresentando certa

resistência para a separação.

Entre os aditivos antibloqueio, as sílicas sintéticas são muito importantes, pois agem por processo físico diminuindo a área de contato entre as superfícies e, portanto, a aderência entre os filmes, evitando, desta maneira, que duas folhas de filme liso fiquem coladas.

A motivação para este trabalho surgiu da tentativa de compreender e solucionar alguns problemas observados durante estágio na unidade PP2 da Braskem. Este problema surgiu na produção de um *grade* de polipropileno homopolímero aditivado com sílica e teve sua origem devido às várias reclamações de clientes com relação aos problemas de bloqueio. Na tentativa de solucionar tais problemas foi utilizado um teor mais alto de sílica, o que acabou gerando grande quantidade de lotes fora de especificação por nota alta de olho de peixe. Olhos de peixe, também conhecidos como géis, são partículas de polipropileno mal fundidas que, em grandes quantidades e tamanhos, reduzem a transparência, a resistência à tração e alongamento do filme, comprometendo a sua aplicabilidade em processos de alto estiramento.

Desta maneira, decidiu-se efetuar um estudo mais detalhado da influência da sílica sobre as propriedades do polipropileno aditivado, visando conhecer melhor as características que diferenciam alguns dos tipos de sílica disponíveis no mercado para uso como aditivo antibloqueio e a sua influência nas características finais de *grades* PP.

Os dados levantados neste estudo não são encontrados em literatura. Logo, não foi possível ser feita uma revisão bibliográfica. O trabalho está dividido da seguinte maneira:

No Capítulo 2 são apresentadas algumas características e propriedades do polipropileno, bem como as principais características da resina em estudo. Além disto, será descrita a função que a sílica exerce na aditivação dos polímeros e será dada uma visão geral da tecnologia que é utilizada na produção do polipropileno que será estudado.

No Capítulo 3 são apresentadas as características da resina utilizada e a metodologia usada neste trabalho.

O Capítulo 4 apresenta os resultados obtidos e o Capítulo 5 as conclusões.

CAPÍTULO 2

CONCEITOS FUNDAMENTAIS

2.1 SÍLICA COMO AGENTE ANTIBLOQUEIO

Na produção de filmes termoplásticos observa-se, em alguns casos, a ocorrência de bloqueio entre as superfícies destes filmes, tanto durante sua fabricação como no período de estocagem, prejudicando a aplicação final destes produtos. A técnica mais eficaz para evitar a ocorrência de bloqueio em filmes é o uso de aditivos antibloqueantes que deixam a superfície do polímero mais rugosa, diminuindo o contato entre as duas faces do filme. Um dos antibloqueantes mais utilizados é a sílica sintética, que é fabricada a partir de vários processos diferentes para se obter alta pureza e propriedades específicas. A carga elétrica causa o bloqueio e a sílica faz a dispersão desta carga. A microrrugosidade que causa o efeito antibloqueante da sílica é apresentada na Figura 2.1.

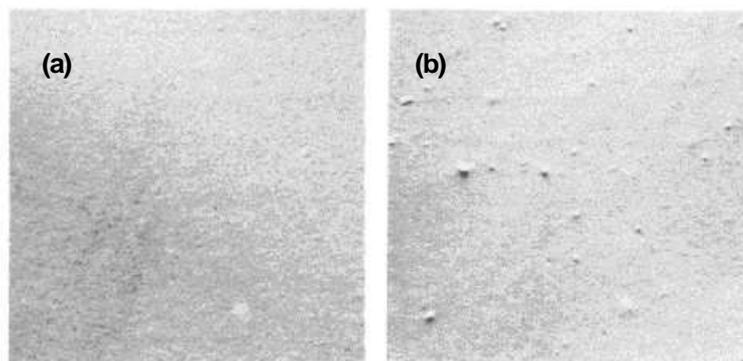


Figura 2.1: Filme de polipropileno (a) sem sílica e (b) com sílica

A principal diferença entre a sílica sintética e a natural é que a primeira é porosa e amorfa, possuindo uma grande área superficial que se mantém mesmo após a moagem. Esses atributos são a base da alta dispersibilidade e alta eficiência do uso de sílica sintética como agente antibloqueante.

As sílicas sintéticas apresentam uma estrutura porosa e não-cristalina, em forma de um favo de mel e a sua natureza inorgânica e a ausência de odor e toxicidade possibilitam a produção de *grades* para uso em embalagens para a indústria alimentícia. O volume de seus poros confere duas características importantes: o número de partículas por unidade de peso e a resistência da partícula. Quanto maior a porosidade, mais leve é a partícula; assim, em uma mesma unidade de peso, a sílica porosa apresenta maior número de partículas do que a sílica não porosa. Porém, quanto maior o volume de poros de uma partícula, mais frágil ela se torna, podendo algumas vezes sofrer uma quebra (*overgrind effect* – efeito de sobre moagem) que reduz o tamanho da partícula, prejudicando seu efeito antibloqueante. Em geral, sílicas de alta porosidade apresentam baixa sedimentação, densidade aparente e abrasão [GRACE, 2009].

Há certos tipos de sílica que são tratadas superficialmente com um ácido orgânico (ácido cítrico – $C_6H_8O_7$) e por isso são também conhecidas por sílica ácida.

A redução do bloqueio é mais eficiente quanto maiores forem as partículas de sílica utilizadas como aditivo, porém existe um tamanho ideal para cada aplicação. De um modo geral, são indicadas sílicas com tamanho médio de 2-4 μm para filmes de polipropileno e de 4-6 μm para filmes de polietileno. O uso de partículas com tamanhos inadequados para a espessura do filme pode prejudicar outras propriedades importantes do produto final, como o aparecimento de géis [INEOS, 2009].

A seleção do tipo ótimo de sílica dependerá da magnitude do problema de bloqueio, do tipo da resina básica, e da espessura e processo de fabricação do filme.

A sílica sintética possui outras propriedades importantes [FUJI, 2009]:

- Baixa abrasividade, o que evita o desgaste do equipamento de processamento do polímero.
- Alta pureza, que resulta em menor interferência nas propriedades óticas do filme.
- Inerte, a qual se torna não prejudicial ao organismo humano.

Além do efeito sobre as propriedades de bloqueio, o uso de antibloqueantes também tem efeito sobre as características de deslizamento dos filmes, sendo que este efeito depende da concentração deste aditivo utilizada. Para pequenas concentrações, o efeito principal das microrrugosidades introduzidas pelas partículas de antibloqueante é a diminuição da área de contato quando um filme está sobre o outro, o que reduz seu coeficiente de fricção. Por outro lado, o uso de alta concentração de antibloqueante ou de produtos com tamanho de partículas maiores gera uma rugosidade suficiente para que as partículas da superfície dos filmes se “encaixem”, evitando o deslizamento, o que caracteriza o efeito “*anti-slip*” da sílica sintética

em filmes [BRASKEM, 2009]. A Figura 2.2 mostra duas aplicações de filmes produzidos com resinas que utilizam a sílica como agente antibloqueio.

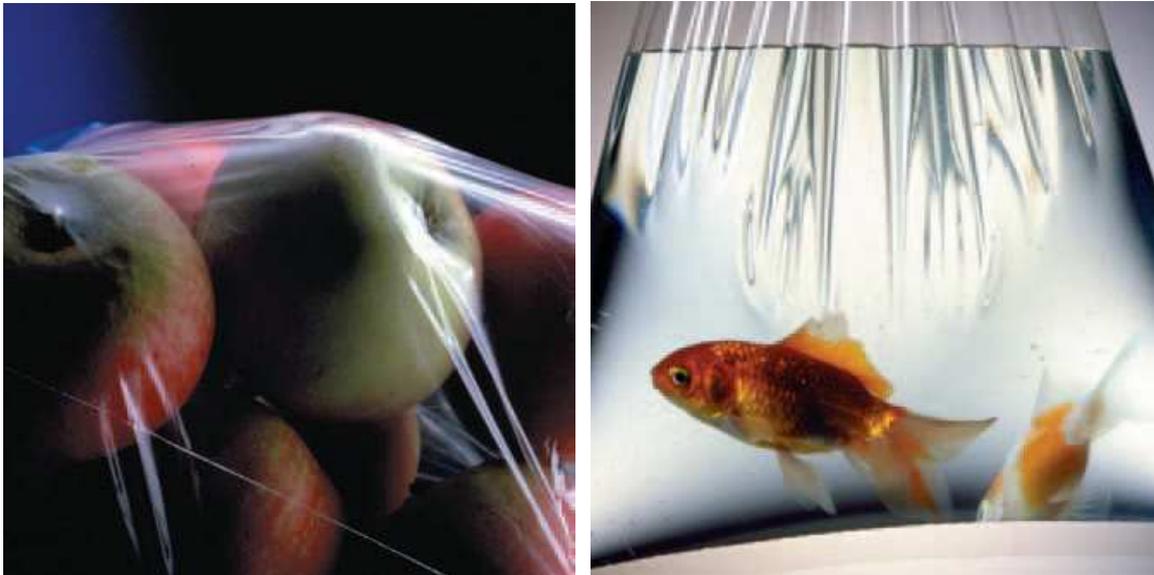


Figura 2.2: Aplicações de filmes produzidos com resinas que utilizam a sílica como agente antibloqueio

Conforme mencionado anteriormente, a adição da sílica ou qualquer outro agente antibloqueio é feita durante a etapa de extrusão. Assim, desde o recebimento do fornecedor até a mistura com a resina, a sílica passa por uma série de etapas das quais a primeira é o descarregamento da sílica em uma moega, caindo por gravidade ao vaso de alimentação. Em seguida, a sílica é dosada, através de uma balança dosadora, ao misturador onde se junta aos demais aditivos para a homogeneização no polímero. A seguir, a mistura de aditivos e polímero segue para a extrusora e posteriormente para o ensaque. A Figura 2.3 mostra o fluxograma da sílica.

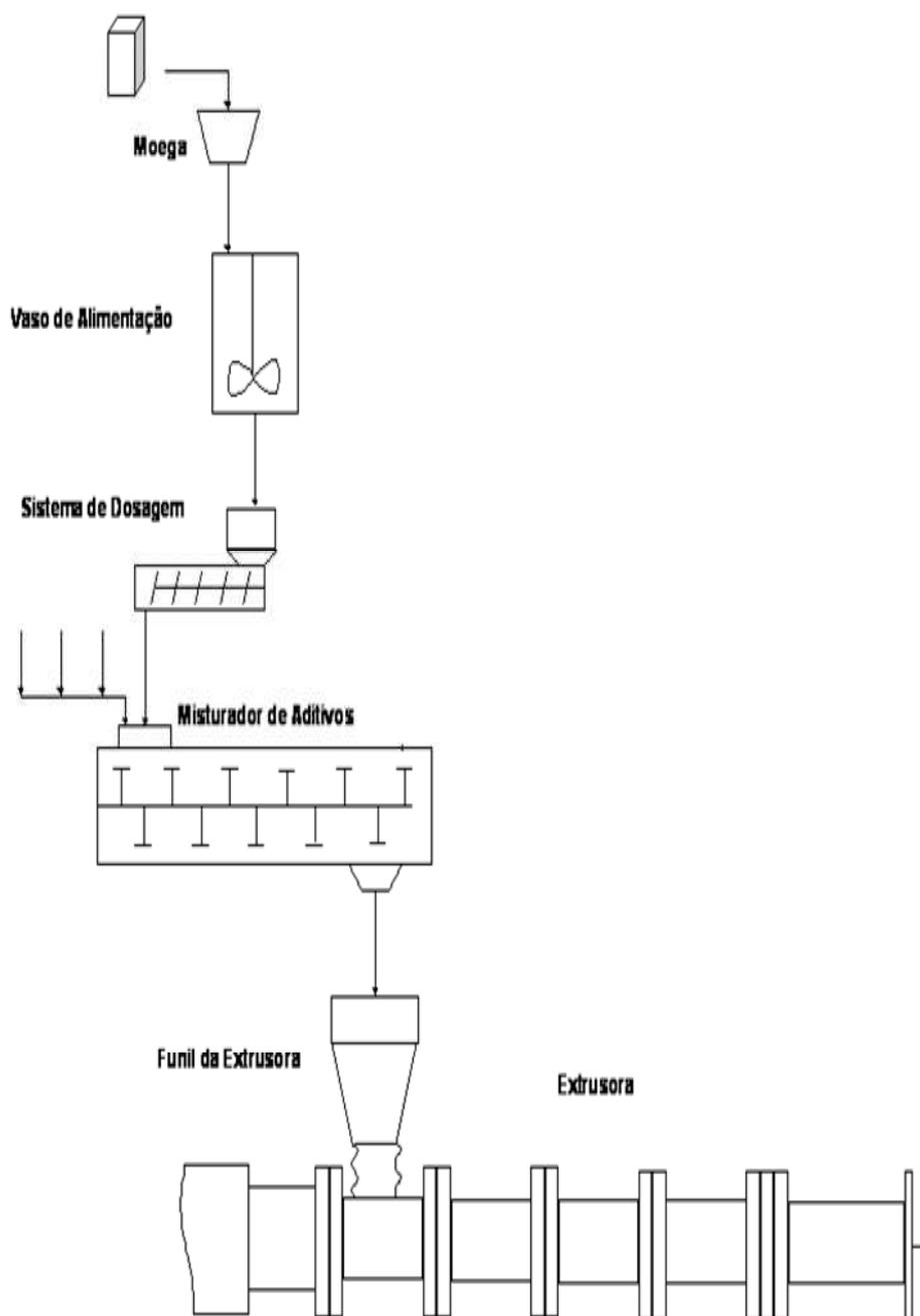


Figura 2.3: Fluxograma da sílica no processo

2.2 USO DE POLIPROPILENO NA PRODUÇÃO DE FILMES

As propriedades e características do polipropileno mudam conforme a classificação e a aditivação. Por este motivo, uma grande variedade de aplicações é conferida ao polipropileno. Algumas características do polipropileno fazem com que esta resina seja uma das mais utilizadas na produção de diferentes tipos de filmes, dentre as quais podem-se citar a boa estabilidade térmica, densidade baixa se comparada a outros plásticos comercializados, boa resistência ao impacto à temperatura ambiente, excelente transparência e elevada resistência química e a solventes, não sendo atacado pela maioria dos produtos químicos à temperatura ambiente.

Quanto ao tipo, os filmes de polipropileno podem ser produzidos pelos processos *Tenter*, de *Sopro* e *Cast*. O processo *Tenter* é utilizado para produção de filmes com elevado controle no grau de biorientação. O processo de *Sopro*, no qual o filme é extrusado em forma tubular, é o mais comum, sendo também utilizado para produção de filmes biorientados e tendo como vantagem importante sobre o de matriz plana a facilidade de biorientação. Os filmes biorientados apresentam melhores características físicas e mecânicas na direção transversal. A extrusão plana tipo *Cast*, por outro lado, é utilizada para produzir filmes com baixo grau de orientação e proporciona maior velocidade de produção e melhor controle de espessura com relação ao processo tubular, o que é uma vantagem na produção de filmes mais finos. No Brasil, a extrusão plana tipo *Cast* é muito utilizada na produção de filmes para laminação ou revestimento de substratos e na produção de embalagens flexíveis.

A estrutura básica do polipropileno é composta pelo monômero propeno ($H_2C = CHCH_3$) e ele pode ser classificado de três formas distintas em relação à presença ou não de comonômero: Polipropileno Homopolímero, Polipropileno Copolímero Heterofásico e Polipropileno Copolímero Randômico. A Figura 2.4 mostra a estrutura da cadeia do polipropileno.

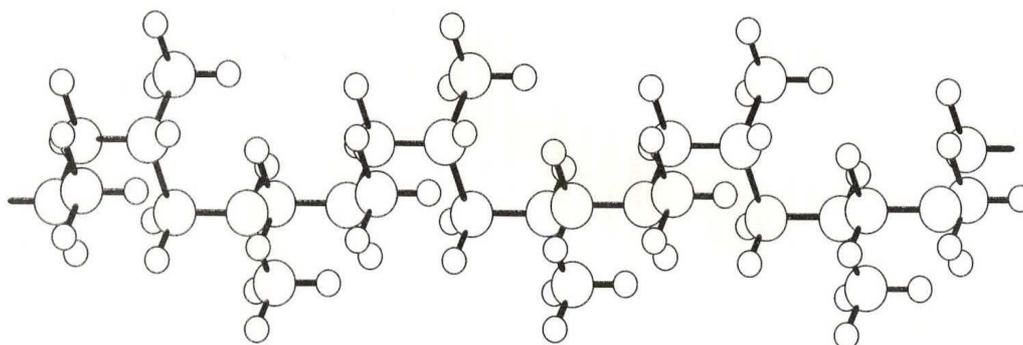


Figura 2.4: Estrutura da cadeia do polipropileno

Os Homopolímeros são produzidos pela polimerização única do propeno e apresentam elevada cristalinidade, alta rigidez, dureza e resistência ao calor.

Os Copolímeros Randômicos são obtidos quando, no reator, se adiciona ao propeno um segundo monômero (normalmente eteno). As moléculas de eteno são inseridas aleatoriamente, o que reduz a cristalinidade do material. Por este motivo, os copolímeros randômicos apresentam maior transparência, menor temperatura de fusão e são mais resistentes ao impacto à temperatura ambiente do que os homopolímeros.

Os Copolímeros Heterofásicos (muitas vezes também chamados de Copolímeros de Impacto ou de Bloco) são produzidos em duas etapas, sendo que na primeira se polimeriza somente o propeno e na segunda, uma fase elastomérica composta de propeno e eteno. Por apresentar estas duas fases, os copolímeros heterofásicos perdem transparência, porém apresentam elevada resistência ao impacto tanto à temperatura ambiente como a baixas temperaturas.

Por meio de uma planilha de contra tipos dos *grades* produzidos em diferentes empresas (PREMIX, 2009), foram identificados o tipo de matriz de extrusão, a faixa de índice de fluidez e a classificação de diferentes *grades* usados na fabricação de filmes. Estes dados são apresentados na Tabela 2.1.

Tabela 2.1: Tipo de matriz e classificação de diferentes *grades*

MATRIZ	FAIXA DE ÍNDICE DE FLUIDEZ	CLASSIFICAÇÃO
Matriz tubular	6,5 - 10,0	Homopolímero
Matriz Plana <i>Cast</i>	7,5 - 8,0	Homopolímero
Matriz Plana <i>Cast</i> / Tubular	5,5 - 8,5	Randômico

O uso de agente antibloqueio está mais difundido nos filmes usados para embalagens de massas, ovos de páscoa, vestuário e embalagens para verduras.

2.3 PROCESSO DE PRODUÇÃO E ADITIVAÇÃO DAS RESINAS DE POLIPROPILENO

A produção de Polipropileno utiliza a tecnologia Spheripol da Basell. Esta é uma tecnologia conhecida como limpa, pois não gera resíduo de catalisador em função do elevado rendimento catalítico e também pelo fato de que o catalisador fica agregado ao produto final. A Figura 2.5 apresenta o diagrama de blocos simplificado do processo.

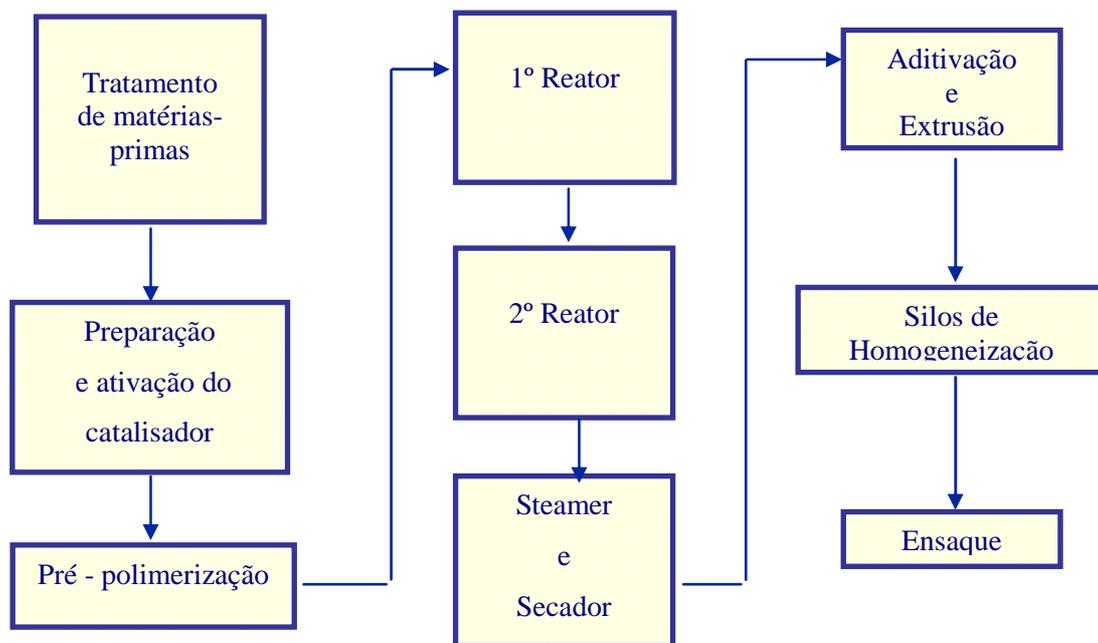


Figura 2.5: Diagrama de Blocos do Processo Produtivo Spheripol

O processo Spheripol consiste em um processo híbrido, pois utiliza a reação em suspensão em propeno líquido para a obtenção do homopolímero e copolímero randômico e a reação em fase gasosa para a produção de copolímero heterofásico. Baseia-se em um reator em “loop”, onde se realiza a polimerização do propeno para a produção do homopolímero ou a copolimerização para a produção do copolímero randômico.

A etapa do processo em foco neste trabalho é a etapa de aditivação e extrusão, pois é

neste estágio que é adicionada a sílica que é o objeto de estudo deste trabalho.

Após passar pelo secador, o polímero é transportado para os silos intermediários por transporte pneumático de nitrogênio em circuito fechado e, em seguida, para o vaso pulmão de polímero que fica no topo do prédio da extrusão. Deste vaso pulmão o polímero é alimentado para os misturadores.

O polímero é alimentado para o misturador horizontal através de uma balança alimentadora que controla a vazão mássica de polímero para a extrusão.

Para se conseguir uma mistura homogênea entre polímero e aditivos, estes passam por uma extrusora, onde o polímero é fundido junto com os aditivos. As quantidades e a presença de aditivos como agentes deslizantes, agentes antibloqueio, estabilizantes e neutralizantes, variam de acordo com a aplicação final e com o tipo de polímero (homopolímero, copolímero randômico ou copolímero heterofásico). A mistura fundida passa por uma matriz onde um granulador (cortador) corta a massa em pequenos grãos chamados *pellets*. No granulador há uma corrente de água ascendente que tem como função transportar e resfriar os grãos de polímero aditivado.

A qualidade do produto final é altamente influenciada pelas condições de operação da extrusão e a isso se deve a importância do acompanhamento de todas as variáveis, como temperaturas e pressões ao longo da extrusora, vazões de aditivos, potência dos equipamentos e índice de fluidez do polímero. A análise de uma situação específica exige a verificação conjunta do comportamento destas variáveis devido ao fato de que estes parâmetros são fortemente correlacionados.

2.4 PROBLEMAS TÍPICOS EM FILMES, DECORRENTES DA ETAPA DE ADITIVAÇÃO COM AGENTE ANTIBLOQUEIO

Os principais problemas, decorrentes da etapa de aditivação com agente antibloqueio, associados ao filme de polipropileno são o olho de peixe, o excesso de bloqueio, a falta de brilho e a opacidade fora da faixa de especificação.

Olho de peixe é um nódulo de material polimérico que não se homogeneiza com a massa polimérica fundida nas condições de processamento do produto e são classificados pelo tamanho. Nota de olho de peixe alta é extremamente indesejável na produção, pois ela resulta

em filmes com uma superfície áspera, gerando lotes fora de especificação. A Figura 2.6 apresenta uma foto de um filme que apresentava nota de olho de peixe alta. O filme é transparente, mas na foto, o fundo foi escurecido para que fosse possível enxergar os géis.

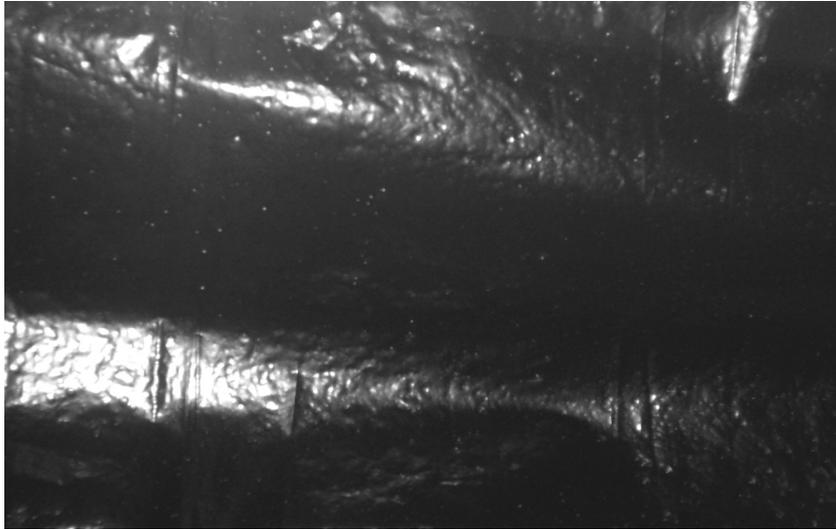


Figura 2.6: Filme apresentando nota de olho de peixe alta

O bloqueio é uma adesão indesejada, entre as camadas de filme de poliolefinas. Este problema aparece com certa frequência e é causado principalmente por superfícies lisas e delgadas, pressão e temperaturas elevadas ou devido à presença de oligômeros, que são polímeros de baixa massa molar, na superfície dos filmes.

A opacidade é uma propriedade óptica da matéria, que apresenta diversos graus e características. Popularmente, um material é considerado "opaco" quando não permite a passagem da luz em proporções apreciáveis. Em laboratório, a opacidade é obtida através da medição da porcentagem de luz que, passando através de um corpo de prova, desvia da direção do raio de incidência em um ângulo maior que $2,5^\circ$.

O brilho de um filme de polipropileno é determinado através da fração de luminosidade que é refletida, por um corpo de prova, sob um ângulo de 45° .

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

A resina de polipropileno utilizada neste trabalho foi um homopolímero, monomodal, com médio índice de fluidez, aditivada com agente deslizante e antibloqueio, indicada para filmes técnicos e embalagens. A Tabela 3.1 apresenta as principais propriedades da resina utilizada. Este *grade* será designado, neste trabalho, como **G4**.

Tabela 3.1: Propriedades da resina G4

PROPRIEDADE	VALOR
Índice de Fluidez [g/10 min]	8,00
Módulo de Flexão Secante 1 % [GPa]	1,37 (a)
Resistência à tração no escoamento [%]	9,20 (a)
Resistência ao Impacto - IZOD a 23 °C [J/m]	45,00 (a)
Opacidade [%]	2,40 (b)

(a) Ensaios em placa moldada por injeção de acordo com a classificação ASTM D-4101

(b) Filme de 50 µm de espessura, obtido em extrusora matriz plana com diâmetro de rosca de 30 mm e largura de matriz de 150 mm

Com relação às sílicas, foram utilizados 8 tipos de sílicas, denominadas aqui como S1, S2, S3, S4, S5, S6, S7 e S8. Todas estas sílicas são produtos comerciais destinados ao uso em aditivação de polímeros. As sílicas S1-S5 são aquelas que já tinham sido utilizadas anteriormente na produção industrial, enquanto as sílicas S6-S8 foram disponibilizadas especificamente para a realização de testes neste trabalho.

3.2 METODOLOGIA ADOTADA NO ESTUDO

Foi definido como ponto de partida do trabalho a análise do histórico de produção de *grades* aditivados com sílica na planta PP2, a fim de se verificar se, além do G4, algum outro *grade* também estaria apresentando nota alta de olho de peixe com frequência.

A seguir, foi feito um levantamento da produção do G4 realizada entre fevereiro de

2007 e fevereiro de 2008 para identificar as campanhas nas quais ocorreram problemas de olho de peixe e, um estudo de cada campanha que apresentou pelo menos um lote fora de especificação, comparando-se as condições operacionais dos lotes especificados e não especificados, para que se pudesse identificar se a causa do problema era operacional ou não.

O próximo passo foi o estudo do agente antibloqueio usado nos lotes produzidos entre fevereiro de 2007 e fevereiro de 2008. Este estudo consistiu de um levantamento do tipo de sílica comercial utilizado em cada lote, seguido pela sua caracterização em termos de granulometria e características superficiais.

Nos ensaios com os novos tipos de sílica, inicialmente foi realizada a determinação do tamanho médio de partícula de cada uma das sílicas e decidido quais sílicas poderiam ser testadas em laboratório e, posteriormente, na planta industrial.

3.3 TESTES DE ADITIVAÇÃO

Os testes de aditivação foram feitos em duas etapas, sendo a primeira a aditivação propriamente dita e a segunda a produção de filmes com as amostras aditivadas.

A aditivação foi feita na extrusora de rosca simples Oryzon, que possui 5 zonas de aquecimento com o seguinte perfil de temperatura: 150/190/201/201/220 °C. A matriz opera a 16,4 bar, 218 °C e possui 3 furos. A produtividade é de 10,8 kg/h e a velocidade de rotação é de 100 rpm.

A preparação dos filmes foi feita na extrusora de filme plano do Laboratório de Controle de Qualidade (LCQ), marca Leonard EMF30FO, a qual possui abertura regulável, rosca de 30 mm de diâmetro e matriz de 230 mm de largura (Figura 3.1). O tempo de extrusão é de, aproximadamente, 45 minutos. No funil da extrusora foi colocado cerca de 3 kg de produto. O perfil de temperatura utilizado nas sete zonas de aquecimento da extrusora foi o seguinte: 200/ 210/ 220/ 230/ 240/ 250/250 °C.



Figura 3.1: Extrusora utilizada para produção dos filmes

3.4 ANÁLISES REALIZADAS

Os filmes produzidos foram analisados com relação à nota de olho de peixe, bloqueio, opacidade, brilho e coeficiente de fricção (COF). Os equipamentos e procedimentos que foram utilizados são descritos a seguir.

NOTA DE OLHO DE PEIXE

A primeira análise feita após a extrusão do filme foi a nota de olho de peixe. O número de géis presentes por unidade de área pode ser quantificado por um sistema automático de leitura óptica (OCS) ou pela leitura visual. O sistema automático consiste em “contar” os géis com o auxílio de instrumento específico para isto e classificar os géis em “gel 1, 2 ou 3” de acordo com o tamanho que eles tiverem. Este sistema automático começou a ser utilizado na

unidade da PP2 em 2009 e, de modo a seguir o mesmo padrão que foi utilizado no levantamento inicial, feito entre 2007 e 2008, neste trabalho a nota de olho de peixe será determinada pela leitura visual.

O método visual consiste em cortar um segmento de filme com, aproximadamente, 2 metros de comprimento e 7,5 centímetros de largura e comparar, sob a luminária fluorescente, a quantidade de géis presentes no filme com padrões de nota pré-definidos. Neste método, são considerados os géis totais e não há distinção de géis pelo seu tamanho. Para o *grade* em estudo, a nota de olho de peixe varia de 1 a 8, sendo que 1 é o filme de melhor qualidade e 8 é o pior caso.

BLOQUEIO

Este método está baseado na norma ASTM D 03354-04.

O equipamento de medição possui duas placas de alumínio, sendo uma destas placas fixa e, a outra, móvel. O corpo de prova consiste em duas películas de poliolefinas cujas superfícies se encontram em contato e, cada uma destas películas, é fixada a uma das placas de alumínio. Após a fixação do corpo de prova, a placa é afastada lentamente da placa fixa e o equipamento determina automaticamente a força necessária para separar as duas películas. O bloqueio é expresso como a carga (em gramas) necessária para separar as distintas camadas dos corpos de prova com área de contato de 100 cm².

O equipamento utilizado, mostrado na Figura 3.2, foi o aparelho de bloqueio Kayeness, modelo D9046. O padrão de separação das placas é de 1,905 cm. Antes do teste, os corpos de prova foram acondicionados em estufa, a 60°C, de 12 a 20 horas. A seguir, permaneceram acondicionados por 16 horas a uma temperatura de 23 +/- 2 °C e 50 +/- 5 % de umidade relativa e submetidos a uma pressão de 0,07 kg/cm². Para cada condição foi feita a média entre os valores obtidos dentre 5 corpos de prova de 15 X 15 centímetros.



Figura 3.2: Equipamento para determinação de bloqueio

OPACIDADE

Este método está baseado na norma ASTM D 1003-00. O equipamento utilizado para a determinação da opacidade foi uma unidade fotométrica Haze-Gard Plus, BYK Gardner, mostrada na Figura 3.3.



Figura 3.3: Equipamento para determinação da opacidade

A opacidade da amostra é determinada pela média da opacidade entre 6 corpos de prova. Para filmes planos o corpo de prova é obtido cortando-se a parte central da amostra a uma distância de, aproximadamente, 50 centímetros cada um. Para se efetuar a medição, o corpo de prova é fixado em um suporte. A porcentagem de opacidade é obtida pela Equação 3.1.

$$\% \text{ Opacidade} = \frac{\text{transmitância dispersa}}{\text{transmitância total}} * 100 \quad (3.1)$$

BRILHO

Este método está baseado na norma ASTM D 2457-03. O equipamento utilizado foi um brilhômetro BYK Gardner Microgloss 45°, e está mostrado na Figura 3.4.



Figura 3.4: Equipamento utilizado para determinação de brilho

O corpo de prova foi colocado no suporte e, por se tratar de um filme, foi utilizado vácuo para esticá-lo. O valor é obtido pela leitura direta no *display* do instrumento. Foram analisados 3 corpos de prova no sentido transversal e 3 no sentido de extrusão da máquina e foi feita uma média dos 6 valores.

COEFICIENTE DE FRICÇÃO DINÂMICO

O objetivo deste ensaio é a determinação do coeficiente de fricção de deslizamento (dinâmico) de filmes de poliolefinas. Este ensaio é importante porque, após ser incorporada no filme, a sílica migra para a superfície. Este método está baseado na norma ASTM D 1894-01.

A determinação do coeficiente de fricção é realizada através da ação de deslizamento de 2 corpos de prova, um sobre o outro, e está relacionado com a força necessária para manter o deslizamento. O aparelho utilizado para a medição foi o ATS FAAR e está representado na Figura 3.5.

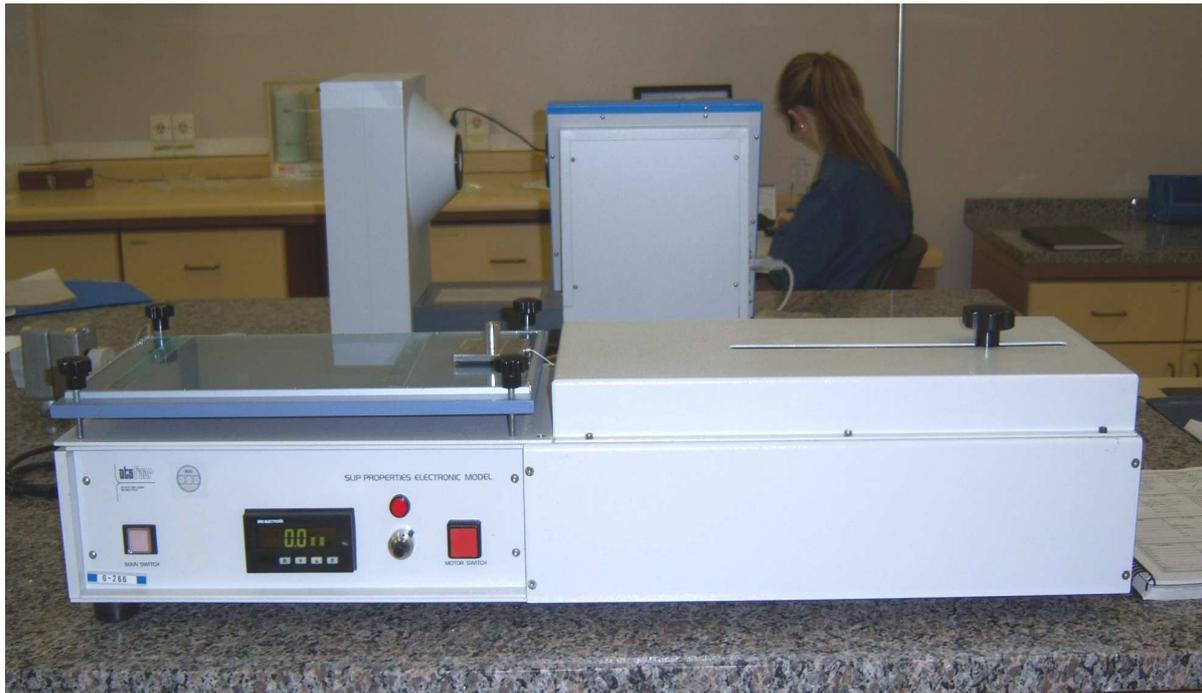


Figura 3.5: Equipamento para a determinação do coeficiente de fricção

O movimento se dá por um “carrinho” de 200 gramas. É feita uma média entre a medição do coeficiente de fricção de 5 corpos-de-prova. O coeficiente de fricção dinâmico é obtido pela Equação 3.2.

$$\mu_k = \frac{\text{med}}{200} \quad (3.2)$$

Onde: med = média entre a maior e a menor carga durante o movimento do carrinho
200 = massa do carrinho (em gramas)

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE DO HISTÓRICO DE PRODUÇÃO DE *GRADES* ADITIVADOS COM SÍLICA NA PLANTA PP2

A partir da análise da aditivação de cada *grade* produzido na PP2, feita por meio da revisão das folhas de Especificação de Produto Final, foram identificados 5 *grades*, além do G4, que utilizavam sílica como aditivo. A Tabela 4.1 mostra estes *grades* de polipropileno, bem como sua classificação, índice de fluidez e a aplicação de cada um destes *grades*.

Tabela 4.1: *Grades* que utilizam sílica

GRADE	CLASSIFICAÇÃO	IF (META)	APLICAÇÃO
G1	Homopolímero-Monomodal	7,5	extrusão de filme plano
G2	Homopolímero-Monomodal	7,0	extrusão de filme soprado
G3	Homopolímero-Monomodal	8,0	extrusão de filme soprado
G4	Homopolímero-Monomodal	8,0	extrusão de filme soprado
G5	Copolímero Randômico-Monomodal	8,5	extrusão de filme plano e soprado
G6	Copolímero Randômico-Monomodal	9,0	extrusão de filme plano e soprado

Em seguida foram revisadas as Folhas de Controle de Lote correspondentes à produção destes cinco *grades* no período entre fevereiro de 2007 e fevereiro de 2008. Estas folhas apresentam todas as informações referentes à produção, incluindo os problemas verificados no produto final. Este estudo indicou que nenhum dos cinco *grades* apresentou notas altas de olho de peixe com tanta frequência quanto o *grade* G4. Sendo assim, partiu-se para um levantamento específico da produção deste *grade* no mesmo período de produção mencionado acima.

4.2 LEVANTAMENTO DA PRODUÇÃO DO G4 REALIZADA ENTRE FEVEREIRO DE 2007 E FEVEREIRO DE 2008

O levantamento da produção do G4 realizada entre fevereiro de 2007 e fevereiro de 2008 mostrou que das 23 campanhas feitas, 12 campanhas apresentaram pelo menos 1 lote fora de especificação no item nota de olho de peixe do filme, o que representa 52,1 % das campanhas.

Em seguida, para cada uma das campanhas que apresentaram pelo menos um lote fora de especificação, foram comparadas as condições operacionais dos lotes especificados e não especificados, buscando-se identificar se a causa do problema era operacional ou não. A Tabela 4.2 mostra, a título de exemplo, uma das campanhas para a qual foi feita a análise e os parâmetros que foram analisados, sendo que o mesmo procedimento foi adotado para todas as campanhas que apresentaram problema de olho de peixe.

Tabela 4.2: Parâmetros de uma das campanhas analisadas

LOTE	NOTA DE OLHO DE PEIXE	CATALISADOR	TELA	SLOT (mm)	CARGA DA EXTRUSORA (kg/h)	ENERGIA ESPECÍFICA (kWh/kg)
1	3	C1	T1	V1	12.219	0,159
2	5	C1	T1	V2	18.336	0,163
3	5	C1	T1	V3	17.322	0,168
4	2	C1	T1	V3	15.277	0,169
5	2	C1	T1	V3	15.271	0,176
6	5	C1	T1	V3	15.284	0,174
7	2	C1	T1	V3	15.275	0,169
8	3	C1	T1	V3	15.274	0,170
9	4	C1	T2	V3	15.286	0,170
10	6	C1	T2	V3	13.240	0,174
11	3	C1	T2	V4	14.265	0,170

T1 é 25 % menor que T2

V4 é 15 % menor que V1, V2 é 42 % menor que V1 e V3 é 52 % menor que V1

A especificação para este *grade* é nota de olho de peixe menor ou igual a 4, ou seja, nesta campanha os lotes 2, 3, 6 e 10 estavam fora de especificação.

Após ser feito o estudo acima para cada uma das 23 campanhas, concluiu-se que não era nenhuma causa operacional que estava originando as notas altas, pois analisando-se a Tabela 4.2 e as outras 22 tabelas geradas não foi constatada nenhuma relação direta entre o

aumento/redução de quaisquer dos parâmetros com o respectivo aumento/redução da nota. Passou-se então a analisar o tipo de sílica que foi utilizada em cada lote.

4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS SILICAS

O estudo do agente antibloqueio usado nos lotes produzidos entre fevereiro de 2007 e fevereiro de 2008 mostrou que foram utilizadas, neste período, 5 sílicas diferentes, denominadas de S1, S2, S3, S4 e S5. A Tabela 4.3 mostra as sílicas que foram utilizadas em cada uma das campanhas que tinham pelo menos 1 lote fora de especificação e a quantidade total de lotes que utilizaram cada uma destas sílicas, bem como o número de lotes fora de especificação gerados.

Tabela 4.3: Relação sílica X lotes fora de especificação por nota de olho de peixe

SÍLICA	Nº LOTES QUE A UTILIZARAM	Nº LOTES FORA DE ESPECIFICAÇÃO
S1	61	4
S2	32	12
S3	5	3
S4	2	0
S5	1	1

A etapa seguinte foi a determinação do tamanho médio de partícula de cada uma das sílicas utilizadas no levantamento inicial. Avaliou-se a largura da distribuição de tamanhos das partículas, que é representada por meio de um número adimensional mensurado na análise por *laser*, através do equipamento *Malvern*, e identificado como “*Span*”, sendo que, quanto maior o *Span*, mais larga será a curva de distribuição. Isto significa que um *Span* menor indica uma distribuição do tamanho de partículas mais estreita resultando em menor quantidade de frações de partícula com pequeno ou grande tamanho, o que favorece maior desempenho da sílica na redução do bloqueio. O tamanho médio de partícula das sílicas S1, S2 e S4 foi medido no *Malvern*. Para a sílica S3, por não haver mais amostra disponível na unidade, foi considerado o valor do catálogo e para S5 o fabricante não disponibilizou o catálogo e não havia amostra disponível na unidade. A Tabela 4.4 mostra os valores obtidos, bem como se a sílica recebeu tratamento superficial com ácido cítrico. O tratamento com

ácido tem por objetivo minimizar possíveis problemas de cor da resina e muito provavelmente não influencia no bloqueio.

Tabela 4.4: Tamanho médio de partícula das sílicas utilizadas

SÍLICA	TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULA MEDIDO [μm]	DISTRIBUIÇÃO (SPAN)	TRATAMENTO SUPERFICIAL COM ÁCIDO CÍTRICO
S1	7,2	1,2	NÃO
S2	5,1	1,0	SIM
S3	4,9	1,1	NÃO
S4	5,4	1,0	SIM
S5	ND	ND	NÃO

Para definir em quais sílicas seria concentrado o estudo, analisou-se também o histórico das 5 sílicas da Tabela 4.4 no período considerado.

A S5 foi uma sílica aprovada em testes de laboratório mas que, quando testada na planta industrial, não apresentou bons resultados, provavelmente em função da dificuldade em promover boa dispersão desta sílica quando dosada em teor mais elevado. Portanto, esta sílica foi reprovada para uso em escala industrial.

Os lotes que utilizaram a S2 apresentaram elevada nota de olho de peixe com muita frequência, o que fez com que a mesma não fosse aprovada para uso nesta resina.

S1 teve poucos lotes fora de especificação, porém apresentou bloqueio em filmes de polipropileno se comparada à sílica concorrente S2, sendo necessário aumentar o teor de S1 para atingir desempenho similar. O fabricante da S1 informou que isso pode ser em função da sua sílica apresentar maior tamanho de partícula e maior área superficial. O fabricante da S1 ofereceu, então, a sílica S3 indicada como antibloqueante em filmes finos de PP e que apresenta menor tamanho de partícula e menor área superficial do que a S1.

Analisando-se o histórico relatado, constatou-se que as únicas duas sílicas com potencial real de aplicação seriam a S3 e a S4. Porém, Tabela 4.4 mostrou que mais da metade dos lotes produzidos com a S3 foram fora de especificação quanto à nota de olho de peixe. A sílica S4, portanto, passou a ser a única sílica aprovada para a produção do G4.

A partir deste cenário surgiu a necessidade de se testar novas sílicas como alternativas, tendo-se em vista que não é saudável que uma empresa tenha apenas uma possibilidade de aditivo pois, caso o fabricante deixe de fornecê-la, a empresa terá que parar de produzir os

grades que utilizam este aditivo.

4.4 RESULTADOS DOS TESTES COM NOVAS SÍLICAS

Diante do surgimento da necessidade de se buscar novas sílicas, o primeiro passo foi buscar, junto aos fornecedores, alternativas de sílicas que pudessem ser utilizadas no G4. Surgiram 3 novas sílicas, S6, S7 e S8. A partir daí foi feita, através do equipamento *Malvern*, a determinação do tamanho de partícula de cada uma a fim de se verificar se realmente elas poderiam ser utilizadas na planta industrial. A Tabela 4.5 mostra os valores obtidos.

Tabela 4.5: Tamanho médio de partícula das novas sílicas

SÍLICA	TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULA MEDIDO [μm]	DISTRIBUIÇÃO (SPAN)	TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULA CATÁLOGO [μm]	TRATAMENTO SUPERFICIAL COM ÁCIDO CÍTRICO
S6	5,9	1,1	3,5 – 4,5	NÃO
S7	7,2	0,9	4,5 – 6,0	NÃO
S8	9,5	1,2	7,0 - 9,0	SIM

Analisando-se os valores da Tabela 4.5, foi descartada a possibilidade da utilização das sílicas S7 e S8, devido ao seu tamanho de partícula elevado. Sílicas com tamanho de partícula elevado geram filmes com problemas de bloqueio. Diante deste fato, a única sílica nova que foi testada em laboratório foi a S6. Além da S6 foram feitos ensaios de laboratório com a S4, utilizada como padrão de referência.

As Figuras 4.1 e 4.2 mostram a curva de distribuição do tamanho de partículas, respectivamente, das sílicas S4 e S6.

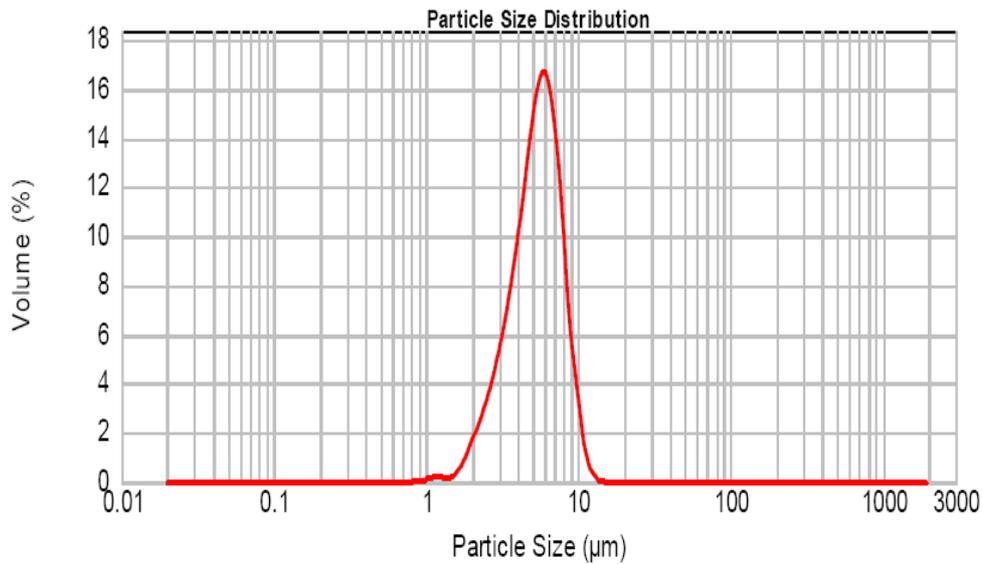


Figura 4.1: Distribuição do tamanho de partícula da sílica S4

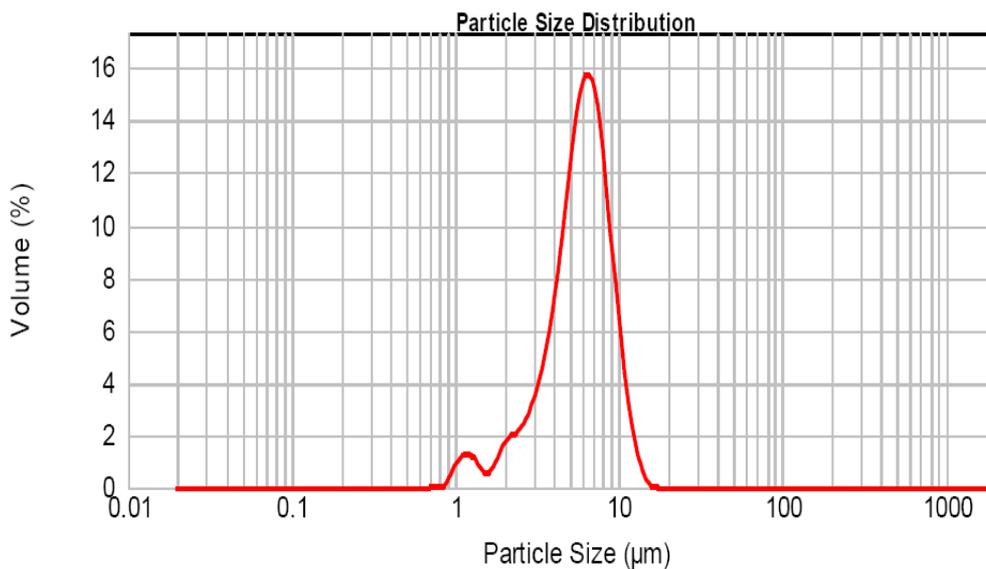


Figura 4.2: Distribuição do tamanho de partícula da sílica S6

Analisando-se Figuras 4.1 e 4.2 observa-se que a sílica S6 apresenta uma curva de distribuição mais larga, ou seja, existe uma quantidade maior de partículas com tamanho menor ou maior do que o tamanho médio de partícula. Diante deste fato, espera-se um pior desempenho da sílica S6 na redução do bloqueio, porque será mais difícil a homogeneização

da sílica S6 se comparada com a sílica S4.

O passo seguinte foi a realização dos testes nos filmes produzidos em laboratório. A Tabela 4.6 mostra as especificações do G4 quanto aos parâmetros analisados e a Tabela 4.7 os resultados obtidos nos testes de laboratório.

Tabela 4.6: Especificações do G4

TESTE	ESPECIFICAÇÃO
Opacidade (%)	2,1 +/- 0,5
Brilho	85 +/- 5
Coefficiente de fricção	<= 0,25
Nota de olho de peixe	<=4
Bloqueio (g)	<=25

Tabela 4.7: Resultados obtidos em laboratório

NÚMERO DO TESTE	1	2	3	4	5	6
SÍLICA	S4	S4	S4	S6	S6	S6
DOSAGEM (PPM)	2000	3000	4000	2000	3000	4000
NOTA DE OLHO DE PEIXE	7	7	8	3	4	3
OPACIDADE (%)	2,73	4,24	5,92	1,65	2,53	3,08
BRILHO	85,7	81,9	77,8	89,4	88,2	86,8
BLOQUEIO (g)	25,11	11,88	8,68	60,80	40,18	24,76
COEFICIENTE DE FRICÇÃO	0,076	0,1	0,137	0,104	0,198	0,199

NOTA DE OLHO DE PEIXE

Quanto à análise de nota de olho de peixe, os resultados obtidos em laboratório se mostraram incoerentes com os resultados obtidos, geralmente, na planta industrial, na qual utiliza-se a S4 como sílica oficial do G4 e, raramente, são gerados lotes fora de especificação quanto à nota alta de olho de peixe. Esta incoerência ocorreu, provavelmente, em função das diferenças entre as extrusoras industriais e as de laboratório. Na planta industrial são utilizadas extrusoras grandes e, em laboratório, extrusoras pequenas que apresentam uma zona de homogeneização pequena se comparada às primeiras. Esta zona pequena de homogeneização faz com que a sílica não tenha tempo suficiente para se dispersar

eficientemente na mistura gerando imperfeições, conhecidas como olho de peixe, no filme de polipropileno. No entanto, este resultado não invalida os testes feitos, já que a S4 foi utilizada como padrão de referência em todas as condições testadas para a sílica S6, permitindo determinar se o desempenho da S6 é equivalente ou não ao da S4.

A sílica S6 apresentou-se dentro da especificação na nota de olho de peixe em todos os testes realizados. Logo, comparando-se qualitativamente as sílicas S4 e S6, conclui-se que quanto à nota de olho de peixe seria mais vantajosa a utilização da sílica S6 na planta industrial pois, como a dispersão da sílica S6 foi mais eficiente do que a S4 na extrusora de laboratório, é bem provável que esta eficiência se repita em possíveis utilizações na planta industrial.

OPACIDADE

Observando-se os resultados do teste de opacidade, também se percebe uma incoerência com o que se verifica na planta industrial, tendo-se em vista que este teste não é mais realizado nos lotes produzidos de G4 pois, no último período em que ele era obrigatório, 100 % dos lotes apresentavam-se dentro da especificação na análise de opacidade. Os resultados obtidos com a sílica S4 em laboratório não representam a realidade observada na planta industrial provavelmente em função de que, devido à zona de homogeneização da extrusora ser pequena e não promover uma dispersão eficiente da sílica, no filme surgirão regiões nas quais existirá uma concentração maior de sílica e nas quais será mais difícil a passagem da luz em proporções apreciáveis, gerando um material opaco.

A sílica S6 apresentou-se dentro da especificação na opacidade nos testes 4 e 5. Logo, comparando-se qualitativamente as sílicas S4 e S6, conclui-se que quanto à opacidade seria mais vantajosa a utilização da sílica S6 na planta industrial pois, como a dispersão da sílica S6 foi mais eficiente do que a S4 na extrusora de laboratório, é bem provável que esta eficiência se repita em possíveis utilizações na planta industrial.

BRILHO

Quanto ao brilho, a sílica S4 só não apresentou-se dentro da especificação no teste número 3, que é o teste que recebeu a maior das três dosagens de sílica. Isso pode ser explicado pelo fato de que, adicionando-se uma quantidade maior de sílica, esta sílica não

ficará distribuída de uma maneira tão homogênea no filme. Isso fará com que uma menor fração de luminosidade seja refletida. Assim como a opacidade, o teste de brilho também não é mais realizado nos lotes produzidos de G4 pois, no último período em que ele era obrigatório, 100 % dos lotes ficavam especificados na análise de brilho.

Em relação à sílica S6, todos os ensaios apresentaram-se dentro da especificação. Vale lembrar que, como o G4 é muito utilizado em embalagens de alimento, brilho e pouca opacidade são qualidades extremamente desejáveis no filme, pois é necessário que o cliente possa apreciar as características do alimento. Além disso, embora exista um limite de especificação máximo para brilho, não existem razões para reclamações por excesso de brilho.

BLOQUEIO

Analisando-se o bloqueio, verifica-se que, para a sílica S4, os resultados obtidos em laboratório são coerentes com os da planta industrial, na qual a sílica S4 se mostra excelente na redução do bloqueio. No teste número 1, a dosagem de 2000 ppm de sílica não é suficiente para impedir o bloqueio, ao passo que, aumentando-se o teor de agente antibloqueio, consegue-se obter um filme dentro da especificação.

Quanto à sílica S6, nenhuma das dosagens utilizadas de sílica foi suficiente para impedir o bloqueio. Isso decorre, provavelmente, do fato de que sendo o tamanho médio de partícula da sílica S6 maior do que o da S4, o número de partículas de sílica presentes, considerando a mesma concentração de sílica na aditivação, será menor na sílica S6 sendo necessária uma quantidade muito maior de agente antibloqueio para se chegar a um efeito semelhante de uma quantidade menor da sílica S4.

COEFICIENTE DE FRICÇÃO DINÂMICO

Observando-se o coeficiente de fricção dinâmico, todos os testes, independente da sílica utilizada, ficaram dentro da especificação. Através dos valores obtidos em laboratório, verificou-se que, quanto menor o teor de sílica utilizado, mais fácil é o deslizamento de um filme sobre o outro.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Este trabalho visou buscar soluções para problemas referentes a bloqueio e nota alta de olho de peixe observados, durante estágio na unidade PP2 da Braskem, na produção de um *grade* de polipropileno homopolímero aditivado com sílica.

O diagnóstico inicial apontou que as notas altas de olho de peixe que ocorriam com frequência na produção do G4 não eram provenientes de causa operacional, pois não havia nenhuma relação direta entre o aumento/redução de quaisquer dos parâmetros analisados em cada uma das campanhas com o respectivo aumento/redução da nota.

O estudo mais detalhado da influência da sílica sobre as propriedades do polipropileno aditivado mostrou que, além do bloqueio, ela impacta diretamente na nota de olho de peixe, brilho e opacidade do filme e, diante do fato de que restou apenas uma sílica possível de ser usada na produção do G4, buscaram-se novas alternativas de agente antibloqueio, surgindo três novas sílicas. A análise do tamanho médio de partícula excluiu a possibilidade de utilização de duas delas, restando apenas a sílica S6 para ser testada em laboratório.

Quanto aos testes efetuados com as sílicas S4 e S6, em laboratório, foi possível concluir que teores elevados de sílica geram lotes com nota de olho de peixe acima do especificado. Por outro lado, sílicas com tamanho médio de partícula elevado levam à produção de filmes com alto bloqueio, sendo necessária uma quantidade muito maior de agente antibloqueio para que se tenha um desempenho similar em relação ao uso de sílicas com tamanho de partícula menor.

Verificou-se, também, que o brilho diminui com o aumento da concentração de sílica e a opacidade aumenta com o aumento do teor de sílica. Opacidade elevada e pouco brilho são extremamente indesejados na produção do G4 em função deste *grade* ser muito utilizado em embalagens.

As diferenças entre os resultados dos testes de laboratório foram grandes com relação ao que se obtém na planta industrial, devido às diferenças dos equipamentos utilizados em cada caso, porém o fato de realizar testes de referência com a sílica S4 permitiu uma análise

adequada do desempenho da sílica S6, testada como alternativa para o processo. A sílica mostrou-se adequada desde o ponto de vista das variáveis relacionadas à aparência do filme (brilho, opacidade e olho de peixe), porém, nas dosagens utilizadas, não apresentou resultados satisfatórios em termos de desempenho mecânico, apresentando valores elevados de bloqueio. Provavelmente se fossem testadas novas dosagens de sílica até se obter a concentração ótima de sílica necessária para este *grade*, a S6 poderia ser utilizada com sucesso na planta industrial.

Assim, para a continuidade do trabalho, sugere-se a realização de novos testes utilizando-se concentrações diferentes da sílica S6.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

RABELLO, Marcelo, *Aditivação de Polímeros*, 1 ed., São Paulo, 2000, Editora Artliber, p. 17-24, 102-103.

BRASKEM, Documentos internos, consultados em abril de 2009.

FUJI. Disponível em: <<http://www.fuji-silysia.co.jp/english/index.html>> Acesso em: abril. 2009.

INEOS. Disponível em: <<http://www.ineossilicas.com/>> Acesso em: abril. 2009.

GRACE. Disponível em: <<http://www.gracedavison.com.br>> Acesso em: abril. 2009.

PREMIX. Disponível em:

<<http://www.premixbrasil.com.br/main.php?exec=swpage.php&id=11>> Acesso em: maio. 2009.