



FACULDADE DE TECNOLOGIA SENAI CIMATEC  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO STRICTO SENSU  
GESTÃO E TECNOLOGIA INDUSTRIAL

ROSINDO PEREIRA LOBO JUNIOR

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBONATO DE CÁLCIO NAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FITAS PLANAS DE RÁFIA  
ESTIRADAS PRODUZIDAS PELO PROCESSO DE EXTRU-  
SÃO PLANA (FLAT DIE)

Salvador

2017

ROSINDO PEREIRA LOBO JUNIOR

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBONATO DE CÁLCIO NAS PROPRIEDADES  
MECÂNICAS DE FITAS PLANAS DE RÁFIA ESTIRADAS PRODUZIDAS PELO  
PROCESSO DE EXTRUSÃO PLANA (FLAT DIE)

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu da Faculdade Tecnologia SENAI CIMA-TEC como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Gestão e Tecnologia Industrial

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Josiane Dantas Viana Barbosa

Co-orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Joyce Batista Azevedo

Salvador

2017

## Ficha catalográfica

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca da Faculdade de Tecnologia SENAI CIMATEC

L799i Lobo Júnior, Rosindo Pereira

Influência da adição de carbonato de cálcio nas propriedades mecânicas de fitas planas de rafia estiradas produzidas pelo processo de extrusão plana (Flat Die) / Rosindo Pereira Lobo Júnior. – Salvador, 2017.

94 f. : il. color.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Josiane Dantas Viana Barbosa.  
Coorientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Joyce Batista Azevedo.

Dissertação (Mestrado em Gestão e Tecnologia Industrial - GETEC) – Programa de Pós-Graduação, Faculdade de Tecnologia SENAI CIMATEC, Salvador, 2017.

Inclui referências.

1. Compósitos de polipropileno. 2. Polipropileno. 3. Carbonato de cálcio. 4. Ráfia. I. Faculdade de Tecnologia SENAI CIMATEC. II. Barbosa, Josiane Dantas Viana. III. Azevedo, Joyce Batista. IV. Título.

CDD: 620.11

**ROSINDO PEREIRA LOBO JUNIOR**

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBONATO DE CÁLCIO NAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FITAS PLANAS DE RÁFIA  
ESTIRADAS PRODUZIDAS PELO PROCESSO DE EXTRU-  
SÃO PLANA (FLAT DIE)**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu da Faculdade Tecnologia SENAI CIMATEC como requisito final para a obtenção do título de Mestre em Gestão e Tecnologia Industrial

Aprovada em 31 de julho de 2017

**Banca Examinadora**

**Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dra. Josiane Dantas Viana Barbosa**

Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Campina Grande

Faculdade de tecnologia SENAI CIMATEC

**Coorientador: Prof<sup>a</sup>. Dra. Joyce Batista Azevedo**

Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Campina Grande

Faculdade de tecnologia SENAI CIMATEC

**Membro Interno: Prof. Pós-Dr. Rodrigo Santiago Coelho**

Pós-Doutorado pelo Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialia und Energie (HZB, Berlin-Alemanha).

Faculdade de tecnologia SENAI CIMATEC

**Membro externo da UFS: Dra. Zora Ionara Gama Santos**

Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Campina Grande

Para Raquel, Pedro e Isabella ....  
Minha família querida e amada...  
Sentido e inspiração da minha vida...

## AGRADECIMENTOS

A minha esposa amada Raquel, sempre ao meu lado me motivando e me dando força espiritual, amor, carinho e dedicação.

Aos meus filhos Pedro e Isabella, que me incentivaram na jornada e entenderam os muitos finais de noite sem a presença do pai na mesa do jantar.

Aos meus pais Rosindo e Cida, exemplos de vida, amor, caráter e perseverança.

A minha orientadora e amiga Prof.<sup>a</sup>. Dra. Josiane Dantas Viana Barbosa pela força e apoio indispensáveis para a realização deste trabalho.

A minha co-orientadora e amiga Prof.<sup>a</sup>. Dra. Joyce Batista Azevedo que me incentivou e apoiou durante todo este trajeto.

Aos Professores Doutores da banca examinadora, pela sua contribuição ao meu trabalho.

Aos integrantes do Laboratório de Polímeros e do Laboratório de Microscopia do SENAI CIMATEC pelo suporte e utilização da estrutura e equipamentos.

Ao formando de Engenharia de Materiais, Luã F. Seixas e ao Técnico David Silva pelo apoio dado na execução dos testes de campo deste trabalho.

Ao SENAI – CIMATEC, Centro de excelência, prova viva e pujante, de que nós brasileiros, com educação, competência, técnica, dedicação, amor e ética, podemos sim, construir juntos, a melhor nação do mundo.

Ao GRUPO CATA, pela disponibilização dos insumos e do laboratório para realização dos ensaios de tração nas ráfias estiradas.

Aos meus amigos e colegas que me motivaram a continuar e perseverar neste desafio, muitas vezes privando-nos da convivência mútua.

“O cientista não é o homem que fornece as verdadeiras respostas;  
é quem faz as verdadeiras perguntas”.

**Claude Lévi-Strauss**

## RESUMO

Neste trabalho foram estudadas as propriedades mecânicas de compósitos de polipropileno com carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) nos teores de 3%, 7%, 10%, 15%, 17% e 20%, visando a sua utilização para a produção de ráfias estiradas e obtenção de tecidos trançados para embalagens flexíveis (sacarias de 25 e 50kg). Na primeira etapa do estudo foram obtidos compósitos em extrusora dupla rosca para avaliação de propriedades mecânicas. Em seguida, estes compósitos foram utilizados para produção de ráfias em extrusora monorosca com matriz plana. Observou-se que o  $\text{CaCO}_3$  quando incorporado na proporção de 15% obteve, na ráfia estirada, o melhor resultado referente a resistência a tração na ruptura, propriedade esta de fundamental importância no que tange às características necessárias para a produção de ráfias para embalagens flexíveis. Observou-se também que, o melhor conjunto de características (resistência, alongamento, tenacidade e índice de fluidez) foi alcançado com a aplicação de 15% do  $\text{CaCO}_3$ , mostrando assim, ser esta a mais eficaz aplicação, em relação à conjunção das características necessárias afim de se obter o menor custo de matéria prima, mantendo-se uma boa processabilidade na extrusão e boas propriedades mecânicas na ráfia estirada.

**Palavras-chave:** Compósitos. Polipropileno. Carbonato de Cálcio. Ráfia.

## ABSTRACT

*In this work the mechanical properties of polypropylene composites with calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) were studied in the contents of 3%, 7%, 10%, 15%, 17% and 20%, aiming at their use for the production of stretched raffia and obtaining woven fabrics for flexible packaging (25 and 50 kg small sacks). In the first step of the study, composites were obtained in a double screw extruder for evaluation of mechanical properties. Then, these composites were used for the production of raffia in a single screw extruder with flat die. It was observed that  $\text{CaCO}_3$  when incorporated in the proportion of 15% obtained, in the stretched raffia, the best result regarding tensile strength at rupture, which is of fundamental importance with regard to the characteristics necessary for the production of raffia for flexible packaging. It was also observed that the best set of characteristics (tensile strength, elongation, toughness and flow rate) was achieved with the application of 15%  $\text{CaCO}_3$ , thus showing the most effective application in relation to the characteristics necessary to obtain the lowest cost of raw material, maintaining good processability in extrusion and good mechanical properties in the stretched raffia.*

**Keywords:** Composites. Polypropylene. Calcium Carbonate. Raffia.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Parâmetros de controle do banho de água .....	43
Tabela 2: Propriedades de Controle Polipropileno H 503HS.....	51
Tabela 3: Características Típicas do CaCO <sub>3</sub> .....	52
Tabela 4: Condições de processo utilizadas para a preparação dos compostos em formas de pellets .....	53
Tabela 5: Condições de processo utilizadas para a moldagem dos corpos de prova .....	54
Tabela 6: Condições de temperaturas de processo utilizadas para a moldagem das ráfias na extrusora plana.....	55
Tabela 7: Condições de velocidades de processo utilizadas para a moldagem das ráfias na extrusora plana.....	56
Tabela 8: Condições de pressão de processo utilizadas para a moldagem das ráfias na extrusora plana.....	56
Tabela 9: DSC comparativo das amostras de fitas não estiradas e ráfias estiradas com 10% de CaCO <sub>3</sub> na matriz polimérica de PP .....	74

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 : Produção mundial de resinas termoplásticas (2014) .....	20
Figura 2 : Processos produtivos utilizados na produção de transformados plásticos .....	21
Figura 3 : Saving (R\$) obtido pela utilização de 10% de CaCO <sub>3</sub> .....	24
Figura 4 : Saving (R\$) acumulado projetado até 2020 pela utilização de 10% de CaCO <sub>3</sub> .....	25
Figura 5 : Fórmula estrutural e representações gráficas do propeno .....	26
Figura 6 : Esquema de uma extrusora de parafuso .....	32
Figura 7 : Exemplo de extrusora monorosca ( <i>single screw</i> ) para rafia.....	33
Figura 8 : Zonas de processamento da rosca .....	35
Figura 9 : Sistema de aquecimento da rosca .....	35
Figura 10 : Exemplo de rosca com desgaste .....	36
Figura 11 : Extrusora com bomba de engrenagens e misturador estático .....	37
Figura 12 : Sistema de filtragem contínua .....	37
Figura 13 : Bomba de engrenagem .....	38
Figura 14 : Matriz automática ( <i>die</i> ) .....	40
Figura 15 : Medidor de espessura beta .....	41
Figura 16 : Banheira de água gelada .....	41
Figura 17 : Formação de esferulitos x tempo de resfriamento .....	42
Figura 18 : Formação do “ <i>neck in</i> ” após saída do “ <i>die</i> ” .....	44
Figura 19 : Barra de lâminas .....	44
Figura 20 : Representação de fita plana (rafia) .....	45
Figura 21 : Processo de estiragem de rafia .....	46
Figura 22a: Orientação uniaxial, gerando mono orientação longitudinal .....	47

Figura 22b: Modelo de estrutura <i>Shish-Kebab</i> .....	48
Figura 23 : Estufa de ar quente .....	49
Figura 24 : Processo de relaxamento (fixação) da estiragem .....	50
Figura 25 : Corpos de prova (injetados) .....	58
Figura 26a: Amostras de fitas planas (ráfias) .....	59
Figura 26b: Ensaio de tração em rafia estirada (dinamômetro) .....	60
Figura 27 : Mapa de abordagem metodológica da pesquisa .....	60
Figura 28a: Ensaio de índice de fluidez (g/10min) nas amostras injetadas .....	61
Figura 28b: MEV (400 X) de amostra injetada, com 10% de CaCO <sub>3</sub> , indicando boa dispersão da carga pela matriz polimérica .....	62
Figura 28c: MEV (200x) de amostra injetada, com 7% de CaCO <sub>3</sub> , mostrando boa dispersão das partículas de CaCO <sub>3</sub> pela matriz polimérica ...	63
Figura 29 : Resistência ao impacto izod com entalhe de 2mm .....	64
Figura 30 : Modulo de Elasticidade sob Tração das amostras injetadas .....	65
Figura 31a: Tensão máxima sob tração das amostras injetadas .....	66
Figura 31b: – MEV (x1500) de amostra estirada de rafia com 20% de CaCO <sub>3</sub> mostrando exemplo de quebra de interface .....	67
Figura 32a: Resistência à tração das ráfias estiradas .....	68
Figura 32b: Desenho esquemático do fenômeno de descolamento (Debonding) .....	69
Figura 32c: MEV da amostra estirada de rafia com 10%de CaCO <sub>3</sub> mostrando delaminação (debonding) ocorrido durante o processo de estiragem da rafia (x3500) .....	70
Figura 32d: MEV da amostra do filme não estirado de rafia com 10% de CaCO <sub>3</sub> mostrando boa dispersão e distribuição da carga na matriz polimérica (x300) .....	71
Figura 32e: MEV da amostra do filme não estirado de rafia com 15% de CaCO <sub>3</sub> mostrando boa dispersão e distribuição da carga na matriz polimérica (x300) .....	71
Figura 33a: Alongamento % das ráfias estiradas .....	72

Figura 33b: DSC da amostra do filme não estirado de r�fia com 10% de CaCO <sub>3</sub> .....	73
Figura 33c: DSC da amostra da r�fia estirada com 10% de CaCO <sub>3</sub> .....	73
Figura 34 : Tenacidade (gf/Denier) das r�fias estiradas .....	75

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM - American society for testing and materials

CaCO<sub>3</sub> - Carbonato de cálcio

CGC - Grinding calcium carbonate

CIS - *Commonwealth of independente states*

CP - Corpo de prova

Denier - Unidade de medida têxtil (massa em gramas por 9.000 metros de fibra)

Dtex - Unidade de medida têxtil (massa em gramas por 10.000 metros de fibra)

Flat Die - Matriz plana

Filler - Carga mineral

g/10s - Gramas por 10 Segundos

g/cm<sup>3</sup> - Gramas por centímetros cúbicos

IHM - Interface human machinery

ISO 9001- International organization for standardization – quality

Kg - Quilograma

MFI - (*Melt Flow Index*) índice de fluidez ou IF

MPa - Megapascal

NBR - Norma brasileira regulamentadora

pH - Potencial hidrogeniônico

PCC - *Pricipitated calcium carbonate*

PP - Polipropileno

PVC - policloreto de vinila

Tg - Temperatura de transição vítrea

## SUMÁRIO

---

1	INTRODUÇÃO .....	17
1.1	Definições do problema .....	19
1.2	Objetivo .....	19
1.2.1	Objetivo geral .....	19
1.2.2	Objetivos específicos .....	19
2	REVISÃO DA LITERATURA .....	20
2.1	Polipropileno, carbonato de cálcio e processo de produção de ráfias estiradas .....	20
2.1.1	Aspectos gerais .....	20
2.1.2	Considerações sobre o polipropileno .....	25
2.1.3	Considerações sobre o carbonato de cálcio .....	28
2.1.4	Tratamento superficial de carga mineral .....	30
2.2	Considerações sobre o processo de extrusão .....	31
2.2.1	Aspectos Gerais .....	31
2.3	Caracterização do processo de extrusão de ráfias.....	33
2.3.1	Aspectos gerais .....	33
2.4	Caracterização do processo de produção de ráfias estiradas planas..	39
2.4.1	Aspectos gerais .....	39
2.4.2	Formação do filme plano .....	40
2.4.3	Processo de estiragem da rafia .....	46
2.4.4	Processo de fixação da estiragem .....	49
3	MATERIAIS E MÉTODOS .....	51
3.1	Materiais .....	51
3.2	Métodos .....	53
3.2.1	Obtenção dos compósitos de PP/CaCO <sub>3</sub> .....	53
3.2.2	Obtenção dos corpos de prova injetados .....	54
3.2.3	Obtenção dos corpos de prova de ráfias estiradas .....	54
3.3	Índice de fluidez (IF) .....	56

3.4	Estudo das propriedades morfológicas .....	57
3.5	Estudo das propriedades térmicas .....	57
3.6	Caracterização mecânica .....	58
3.6.1	Corpos de prova de injetados .....	58
3.6.2	Fitas planas estiradas .....	59
3.7	Abordagem metodológica e etapas de investigação .....	60
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	61
4.1	Amostras injetadas .....	61
4.2	Amostras estiradas .....	68
5	CONCLUSÕES .....	76
6	SUGESTÕES DE PESQUISAS FUTURAS .....	78
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	79
8	ANEXOS .....	86
8.1	Gráficos dos ensaios em ráfias estiradas .....	86
8.2	Tratamento estatístico dos dados .....	93
8.2.1	Amostras injetadas .....	93
8.2	Amostras estiradas .....	94

## 1 INTRODUÇÃO

Até meados dos anos 80, as sacarias trançadas de algodão ou juta (fibras naturais), eram as soluções mais difundidas na indústria brasileira para a embalagem de grãos, açúcar, sementes e muitos outros produtos da economia do país. Com o surgimento das fibras sintéticas, as sacarias passaram a utilizar este tipo de fibra e o mercado viu surgir uma opção que se mostrava economicamente mais atrativa e com características de resistência, durabilidade e reuso, muito melhor, se comparadas a outras embalagens de fibras naturais à época utilizadas.

Segundo BUDDE et al. (1988), a origem do nome “Ráfia” nasceu de um tipo de palmeira encontrada na África, Ásia e América, (*Raphia*) cujas fibras, da mesma denominação, além de muito resistentes, tem inúmeras aplicações tais como: fabricação de cordas, tecidos, trabalhos manuais, etc. Sendo esta a origem do verbo rafiar, que significa “tecer fibras ou fios”. Desta forma, no setor de plásticos ou sintéticos, por analogia, convencionou-se denominar de “ráfia” as fitas planas produzidas a partir do processo de extrusão, para o mesmo fim, ou seja, cordoaria, tecidos, entre outros.

As primeiras tecelagens de ráfia foram abertas no final da década de 60 com teares de baixa produção, cerca de 350 rpm, para ter seu *boom* na década de 90, com teares chegando a velocidades de 620 a 720 rpm e em 2017, teares como os FX6 da empresa Starlinger, possuem tecnologia de última geração embarcada e já atingem a velocidade de 1200 rpm. Atualmente as embalagens produzidas com ráfia são utilizadas para transporte e armazenagem, para uma infinidade de produtos da economia, com destaque para: fertilizantes, açúcar, farinha, farelo, grãos e sal. A indústria da ráfia pertence a terceira geração da cadeia produtiva do setor petroquímico, e utiliza como matéria prima principal o polipropileno (PP).

As embalagens de ráfia são constituídas por diversas fitas estiradas de 2 a 6 mm de largura e seu processo de manufatura começa com o processo de extrusão de *pellets* de PP em extrusora monorosca de matriz plana, o qual após extrudado é cortado e transformado em fios (fitas planas), recebendo neste momento a denominação de “ráfia”.

Estas fitas planas ou ráfias, ainda durante o processo de extrusão, são orientadas, tracionadas, estiradas e enroladas / bobinadas em tubetes, para depois serem

transferidas para os teares, onde serão trançadas e tecidas formando os diversos tipos de tecidos de rafia. Estes tecidos, produzidos em teares tubulares ou planos, seguirão em bobinas de tecidos, para os setores de acabamentos, onde poderão ser, laminados, impressos, costurados ou soldados, montados (caso dos *big bags*) e enfiados, podendo desta forma, ser direcionados para os clientes finais para serem utilizados.

A produção de rafia é um tema pouco abordado cientificamente, existe uma lacuna e inúmeras possibilidades de estudos na etapa de processamento e obtenção das rafia assim como da matéria prima utilizada que possam melhorar a produção e as propriedades mecânicas da fita.

LOBO (2012) mostrou que a utilização de compósitos com PP e Carbonato de Cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) para obtenção de rafia contribui para melhoria das propriedades físicas das fitas assim como nas condições reológicas da matriz durante a extrusão. Além dos aspectos tecnológicos de melhoria de processo e produto, a utilização de  $\text{CaCO}_3$  significou um *saving* de 4,6 milhões de reais até o final de 2015 para a empresa ao qual esta pesquisa foi realizada. Com o intuito de se aprofundar nesta área, este trabalho avaliou a influência da concentração de  $\text{CaCO}_3$  nas propriedades mecânicas de compósitos injetados e rafia estiradas obtidos a partir de PP.

## 1.1 Definições do problema

Considerando que o custo do  $\text{CaCO}_3$  é em média 20% menor que a matéria prima virgem aplicada na produção da rafia, e que sua aplicação, pode até influenciar na melhora de algumas propriedades mecânicas das fitas, este estudo poderá contribuir para a criação de um novo patamar na utilização do  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com PP na produção de rafia estiradas no Brasil, com o propósito de diminuição dos custos de produção (melhor relação custo x benefício).

## 1.2 Objetivo

### 1.2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho foi o estudo da influência da adição de  $\text{CaCO}_3$  precipitado e encapsulado nas propriedades mecânicas das fitas planas estiradas, para a produção de tecidos para embalagens flexíveis de rafia de polipropileno, produzidas pelo processo de extrusão em matriz plana (*flat die*).

### 1.2.2 Objetivos Específicos

Para que isso fosse viabilizado o trabalho tem os seguintes objetivos específicos:

- Avaliar o efeito, nas propriedades mecânicas, de diferentes concentrações de  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com PP, injetados em laboratório;
- Utilizar parâmetros laboratoriais em escala industrial, para produção de rafia com diferentes concentrações de  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com PP;
- Avaliar propriedades mecânicas de rafia estiradas obtidas com diferentes concentrações de  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com PP em escala industrial;
- Descrever o processo de extrusão para obtenção de rafia e assim contribuir academicamente sobre o tema com uma revisão bibliográfica;
- Verificar a viabilidade técnica e econômica de rafia obtidas com diferentes concentrações de  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com PP.

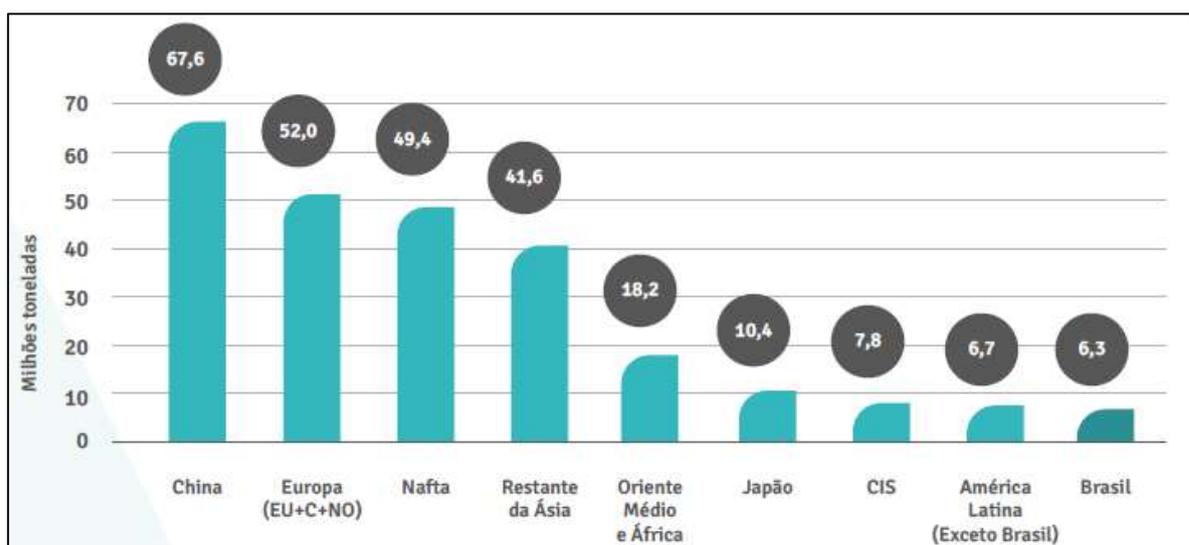
## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Polipropileno, carbonato de cálcio e processo de produção de ráficas estiradas

#### 2.1.1 Aspectos Gerais

Segundo a ABIPLAST (2016), a produção total de resinas termoplásticas no mundo, em 2014, foi de aproximadamente 260 milhões de toneladas. A China, sozinha, representou 26% deste total, liderando a produção mundial, posição de destaque conquistada a partir da adoção de uma estratégia de industrialização com enfoque exportador. Tal liderança em termos de volume de produção foi seguida de perto pela Europa (União Europeia, Suíça e Noruega), com 20% de toda a produção mundial e o bloco econômico NAFTA (composto por EUA, Canadá e México), com 19%. No contexto global, a participação brasileira na produção mundial de resinas termoplásticas (Figura 1), de 6,3 milhões de toneladas, representava à época 2,4% da produção mundial, sendo a mais significativa da América Latina. O consumo per capita brasileiro de plástico gira em torno de 35 kg/hab., bem abaixo dos índices observados em países desenvolvidos, que têm consumo per capita próximo a 100kg/hab.

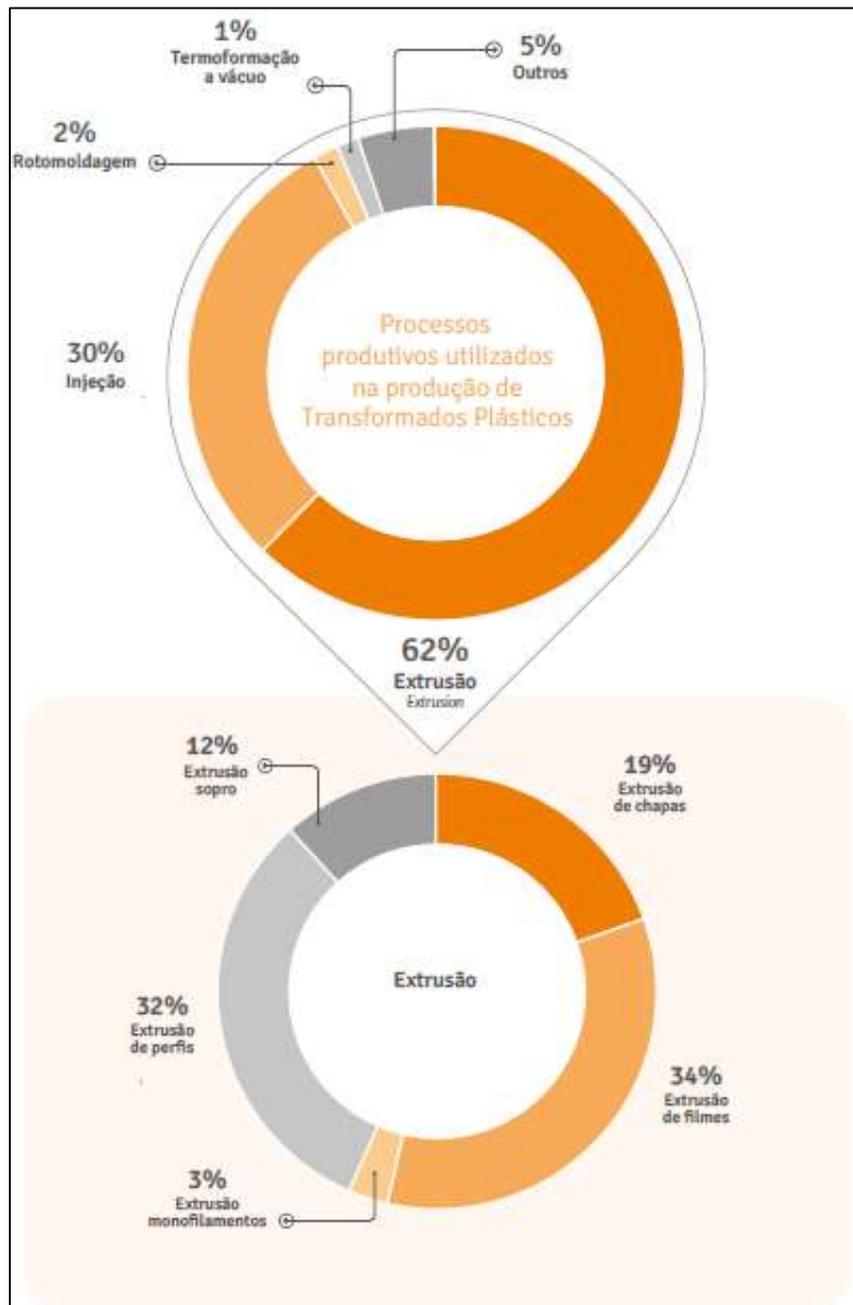
**Figura 1:** Produção mundial de resinas termoplásticas (2014)



Fonte: ABIPLAST, 2016

Ainda segundo a ABIPLAST (2016), a técnica mais utilizada para a moldagem de materiais plásticos continua sendo a extrusão, com 62% da participação sobre o total (Figura 2).

**Figura 2** - Processos produtivos utilizados na produção de transformados plásticos



Fonte: ABIPLAST, 2016

O processo de extrusão pode ser subdividido em: “extrusão de filmes”, onde se produz filmes mono e multicamadas que serão utilizados para posterior confecção de embalagens e representa 34% de tudo o que é produzido a partir desse processo; “extrusão de perfis” que representa 32% desse processo, e fabrica tubos, fios e cabos revestidos, mangueiras e perfis para a construção civil e aplicações em geral; “extrusão de chapas”, processo pelo qual se fabricam as chapas e lâminas que serão utilizadas para a produção de acessórios de linha branca e embalagens termoformadas, respondendo por 19%; “extrusão de sopro”, processo produtivo utilizado na fabricação de garrafas, garrafões, frascos para alimentos, cosméticos e limpeza e bombonas plásticas, que representa 12% e “extrusão de monofilamentos” com 3%.

Segundo a AFIPOL (2017), o Brasil produziu em 2016, 238.570 toneladas de produtos em rafia. Em 2015, a indústria brasileira de fibras poliolefinicas fechou o ano com a produção de 1,038 bilhão de unidades de sacaria, ou seja, 10,5% a mais que o volume produzido em 2009 (940 milhões de unidades). Já a produção de contentores flexíveis (big bags), fechou 2015 com a produção recorde de 32,9 milhões de unidades, um aumento de 101,8% se comparando com a produção do ano de 2008, onde se alcançou a marca de 16,3 milhões de unidades.

Atualmente o parque fabril correspondente a este produto possui mais de 19 empresas de médio e grande porte (AFIPOL, 2017) e um potencial de crescimento enorme, pois o Brasil é um país onde o agronegócio, nos últimos 20 anos, teve um incremento produtivo em mais de 176% e somente a área plantada em grãos, cresceu 37%. Somente este setor, gerou para o país em 2015, um superávit de R\$ 263,6 bilhões de reais e foi responsável por 23% do PIB (produto interno bruto) nacional, respondendo por mais de 40% do saldo positivo da balança comercial e representou 37% dos empregos gerados no país, ou seja, entre 25 e 30 milhões de pessoas trabalham direta ou indiretamente com o agronegócio (BRASKEM, 2015). Segundo a CNA (2015), na próxima década, a produção em grãos deve alcançar 248 milhões de toneladas, um incremento de 30% em relação a 2015.

Este crescimento da demanda por embalagens produzidas em tecidos de rafia é uma tendência mundial, uma vez que os tecidos trançados de fitas planas conjugam as características técnicas de resistência à tração sem perda de alongamento para

absorção da energia do impacto da queda, com a leveza do material e a versatilidade de produção e aplicação em diversos setores produtivos.

Como consequência deste crescimento e da busca cada vez maior pelo aumento da qualidade com diminuição dos custos de fabricação, urge a necessidade do desenvolvimento de novas tecnologias que venham ao encontro destes objetivos.

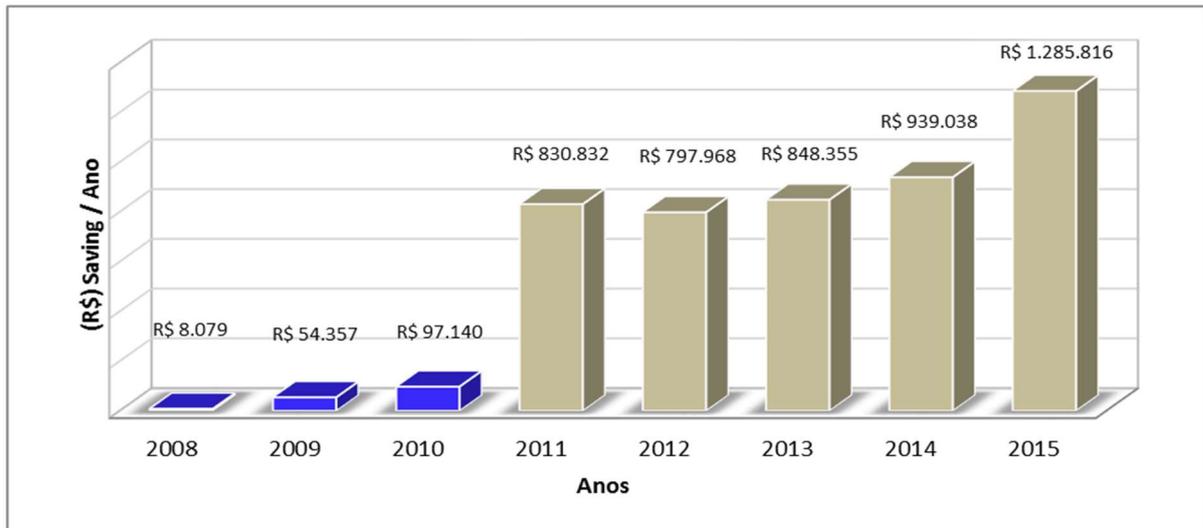
O processo de produção da rafia em extrusoras planas tem como uma das suas principais características, a obtenção da largura final da rafia e melhoria das propriedades mecânicas, através da estiragem das mesmas (orientação por meio de estiramento no estado sólido). Esta estiragem é dada através de diferenças de velocidades periféricas entre grupos de cilindros colocados em sequência e que assim, promovem a distensão da rafia, tendo como consequência a diminuição de sua largura. Este processo é necessário, não apenas para a definição da largura final calculada, mas também para o atingimento de propriedades físicas necessárias ao bom desempenho do produto final a que se destina. As principais propriedades físicas desejadas para a rafia são a resistência à tração e o alongamento das mesmas, os quais podem variar em decorrência do grau de estiragem a que ela é submetida, durante o processo de extrusão.

Entretanto, por ser a estiragem um processo físico e não reológico, o mesmo possui limitações na quantidade de distensão aplicada, sob pena de, se aplicada em demasia ou fora de alguns padrões de trabalho pré-existentes utilizados na indústria, poder vir a afetar negativamente as propriedades mecânicas ao invés de melhorá-las.

Sob o ponto de vista do custo de produção da rafia, quanto maior for o percentual de utilização  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com polipropileno na produção das mesmas, obviamente sem a perda da qualidade de suas propriedades físicas, maior será o *saving* alcançado.

Neste contexto o uso da carga mineral para a produção de rafias em extrusoras planas (*flat die*) tem crescido muito nos últimos anos. Como exemplo, citamos os ganhos alcançados em empresa do ramo, como resultado de pesquisa realizada e aplicada anteriormente (LOBO, 2012), sobre o uso de 10% deste *filler* na produção de rafia para tecidos de embalagens flexíveis.

Antes da pesquisa, a empresa analisada, utilizava no máximo a quantidade de 1,5% de carga mineral na mistura principal com o PP homopolímero, e após iniciado o desenvolvimento do trabalho, passou-se a utilizar até 10%, o que gerou um *saving* de mais de 4,6 milhões de reais até o final de 2015 (Figura 3) e, considerando uma projeção de ganhos até 2020, obter-se-á um *saving* acumulado no período (2011/2020) de até 12,6 milhões de reais (Figura 4). **Figura 3** - Saving (R\$) obtido pela utilização de 10% de  $\text{CaCO}_3$

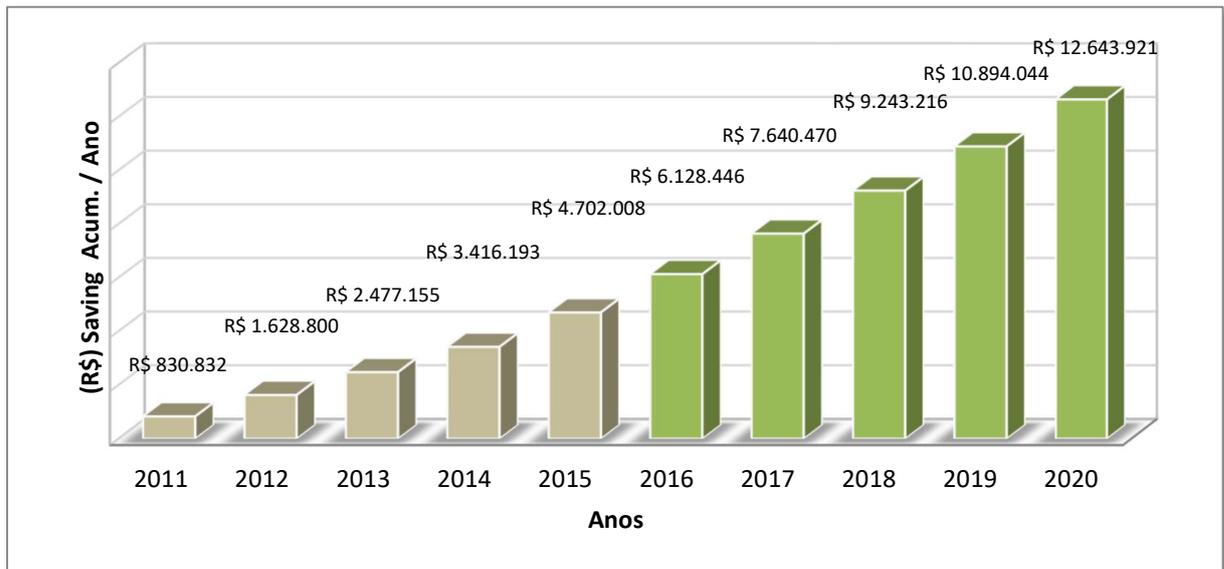


Fonte: AUTOR

Diante dos resultados obtidos na pesquisa anterior, propõe-se neste estudo avaliar os resultados e ampliar as aplicações do  $\text{CaCO}_3$  em compósito com o PP para produção de ráfias. Sendo assim, serão estudados o efeito de diferentes concentrações de  $\text{CaCO}_3$  na rafia “estirada” e não somente sobre corpos de prova injetados, uma vez que estes últimos, não passaram pelo processo de estiragem relatado em parágrafos anteriores.

Desta forma, espera-se contribuir, mais uma vez, para a melhoria do processo de extrusão de ráfias no Brasil, uma vez que diversas empresas produtoras de *masterbatch*, já estão, hoje em dia, fazendo uso dos resultados do estudo anterior.

**Figura 4** - Saving (R\$) acumulado projetado até 2020 pela utilização de 10% de  $\text{CaCO}_3$



Fonte: AUTOR

### 2.1.2 Considerações sobre o polipropileno

O PP ( $\text{C}_3\text{H}_6$ )<sub>n</sub> é um polímero termoplástico, com baixa higroscopicidade, boa processabilidade e baixo custo. Em seu estado natural é uma resina semitranslúcida e leitosa e de fácil coloração. Apresenta baixa densidade, o que oferece um bom equilíbrio de propriedades térmicas, químicas e elétricas, acompanhadas de resistência moderada. Conforme ALBUQUERQUE (2000), as propriedades elétricas dos polipropilenos podem ser afetadas de acordo com o grau de temperatura de serviço. Quando aumentada a temperatura a constante dielétrica permanece constante, mas a resistência ou o poder dielétrico aumenta, enquanto diminui a resistividade volumétrica. Em geral os polipropilenos apresentam uma resistência limitada ao calor. A maioria dos agentes químicos de natureza orgânica não ataca os polipropilenos, porém são atacados por compostos: halogenados, ácido nítrico fumegante, agentes oxidantes ativos, hidrocarbonetos aromáticos e cloretos, em alta temperatura.

O processo para a obtenção do PP é feito por meio de polimerização do propileno (propeno), um produto gasoso extraído do refinamento do petróleo. As primeiras tentativas de polimerização do polipropileno foram fracassadas, apenas tiveram como produto, substâncias líquidas oleosas ou sólidas flexíveis, que comercialmente não

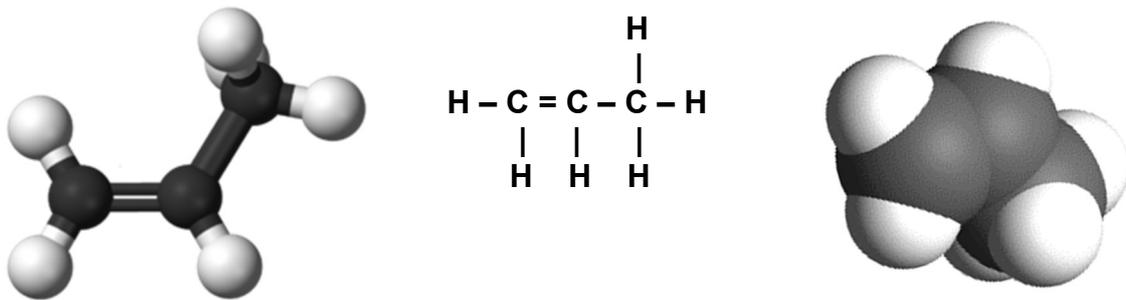
tinham valor. Depois de muitos estudos, em 1955, o Italiano Natta, descobriu que utilizando o sistema de catalisador estereoespecífico de Ziegler, era possível a obtenção do polipropileno com propriedades de interesse comercial (FREITAS, 2013).

De acordo com FREITAS (2013), a nafta é um composto que resulta do petróleo. Este composto é utilizado como matéria-prima nas indústrias, para a fabricação de eteno e propeno, incluindo ainda outros compostos. Segundo TROMBINI (2009), a forma de transformação do PP é através da polimerização do monômero propileno juntamente com um sistema catalítico estereoespecífico (tipo Ziegler-Natta).

Este tipo de polimerização estereoespecífica tem poder de coordenação única, ou seja, controla de forma a orientar as cadeias poliméricas. A coordenação deste fragmento (que pode ser considerado como um contra-íon do centro propagante), tanto com a extremidade da cadeia propagante como com o monômero atacante, ocorre de modo a orientar o monômero em relação à extremidade em crescimento e produzir uma adição estereoespecífica (COUTINHO, 2006).

A Figura 5 ilustra a estrutura do propeno.

**Figura 5** - Fórmula estrutural e representações gráficas do propeno



Fonte: ADAPTAÇÃO DO AUTOR

O PP produzido industrialmente é um polímero cuja estrutura consiste simplesmente de cadeias de hidrocarbonetos saturados. A cada dois átomos de carbono da cadeia principal encontra-se ramificado um grupo metila (-CH<sub>3</sub>).

Existem vários os tipos de polipropileno, os quais podem ser classificados:

- **PP homopolímero:** em sua cadeia molecular apresenta somente um propeno, sua estrutura é mais simples. Além de suas propriedades terem uma faixa mais estreita. O polipropileno homopolímero é responsável por criar diferentes tipos de taticidade. Sua cadeia carbônica é linear com o radical metila (- CH<sub>3</sub>) alterando sua posição. Por apresentar boas características quanto ao brilho e sua rigidez, este tipo de PP é o que melhor se adapta à produção da ráfia.
- **PP copolímero:** é um polímero formado por diferentes monômeros. Em baixas temperaturas tem uma excelente resistência mecânica. É mais resistente e flexível que o PP homopolímero. Porém sua resistência química é menor que a do PP homopolímero.
- **PP copolímero randômico:** Na cadeia molecular apresenta tanto propeno quanto eteno, distribuídas aleatoriamente ao longo da cadeia. Apresenta boa resistência a altas temperaturas de fusão e condições de pressão, tem uma alta resistência e período de vida elevado, sua cristalinidade é inferior ao do PP homopolímero.

### 2.1.3 Considerações sobre o carbonato de cálcio

Segundo CHONG & SHEIKHOESLAMI (2001) e XIANG et al. (2002), na natureza, o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) é encontrado em três morfologias:

- Calcita romboédrica;
- Aragonita na forma de agulha;
- Vaterita esférica.

A calcita é a forma mais estável do carbonato de cálcio. A aragonita polimórfica se transforma irreversivelmente em calcita quando aquecida a cerca de  $400^\circ\text{C}$  e a vaterita é metaestável e menos prevalente e se transforma em calcita e aragonita sob condições geológicas.

Segundo GUIMARÃES (1990), o carbonato de cálcio natural pode dar origem a uma série de outros produtos, que variam de acordo com a composição química da matéria-prima e do seu processamento. Dentre eles, destacam-se:

- Cal Virgem, que é obtida através da calcinação do carbonato de cálcio à temperatura entre  $900$  e  $1.200^\circ\text{C}$ ;
- Cal Hidratada, que resulta da combinação da cal virgem com água;
- Carbonato de Cálcio Precipitado (PCC)

O  $\text{CaCO}_3$  precipitado (*PCC – Precipitated Calcium Carbonate*), que, segundo WEN et al. (2003) pode ser produzido tanto pela adição de  $\text{CO}_2$  a uma polpa de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , quanto pela reação de um composto de carbonato solúvel com uma solução que contenha cálcio.

Para que o  $\text{CaCO}_3$  seja aplicado como carga mineral, deverão ser considerados um grande número de parâmetros, tais como, área superficial específica, morfologia, tamanho e distribuição de tamanhos, estrutura cristalina, pureza, pureza química, brilho, adsorção de óleos, entre outras (WEN et al., 2003 e VUCAT et al., 1997).

Segundo RABELO (2000) e SCHLUMPF (1993), em termos gerais, as principais características a serem consideradas no desempenho de uma carga mineral para a produção de um compósito são:

- Propriedades mineralógicas
  - Estrutura cristalina (importante na formação do hábito);
  - Propriedades físico-químicas da superfície (afetam o tipo de interação superficial que pode se estabelecer entre a carga mineral e o polímero);
  - Propriedades óticas (índice de refração);
  - Brilho;
  - Pureza;
  - Pureza química;
  - Absorção de óleos;
  - Densidade;
  - Clivagem (planos preferenciais de quebra da partícula mineral);
  - Dureza (resistência à abrasão);
  - Morfologia ou hábito (forma do grão mineral);
  - Cor.
  
- Granulometria
- Área de superfície específica (área da partícula que interage com o polímero – quanto menor o tamanho das partículas, maior é a área de superfície específica e de interface gerada entre o polímero e a carga mineral) e
- Relação de aspecto ou “*aspect ratio*” (razão entre o maior e menor diâmetro de uma partícula).

Nesta pesquisa, uma característica importante a ser considerada, é a distribuição granulométrica e a quantidade relativa de partículas pequenas. Segundo SUET-SUGU et al. (2005), com o decréscimo do tamanho da partícula do  $\text{CaCO}_3$ , aumenta-se a tendência à agregação da carga com consequente perda de homogeneidade, rigidez e menor resistência à compressão do compósito. De acordo com SVEHLOVA & POULOUCEK (1987), as partículas de carga agregadas agem como iniciadores de rupturas pontuais quando o compósito sofre impacto.

A dureza da carga, o tamanho e forma das partículas, a composição química, viscosidade e velocidade do processo, segundo SCHLUMPF e BILOGAN (1981), também exercem um papel importante sobre a abrasão sofrida pelos maquinários.

#### **2.1.4 Tratamento superficial de carga mineral**

O tratamento superficial é necessário porque a partícula de carga mineral costuma ter a sua força de tensão superficial superior à força de tensão superficial do polímero. Caso não exista o devido tratamento superficial, ela pode se aglomerar e não se dispersar porque a força de interação partícula-partícula é grande e pode ser maior do que a força partícula-polímero (ZUIDERDUIN et al., 2002).

A carga inorgânica, aplicada neste estudo, recebeu tratamento com ácido esteárico para aumentar o seu grau de hidrofobicidade, uma vez que, em sua forma original, o  $\text{CaCO}_3$  apresenta superfície polar e, aliado a um elevado valor de superfície específica (granulometria muito baixa, 50% da amostra com  $2\mu\text{m}$  e até 98% da amostra com no máximo partículas de até  $12\mu\text{m}$ ), tenderia a incompatibilizar a mistura com o PP, que apresenta superfície apolar, prejudicando a dispersão da mesma. Vários são os estudos já realizados que comprovam que, quando a carga mineral é tratada superficialmente por compostos como ácidos graxos, silanos ou poliméricos, há uma melhora na compatibilidade entre as fases devido ao tratamento, minimizando a natureza polar da carga mineral (ARAÚJO et al, 2004; DIAZ, 1999).

Segundo LIAW et al. (1998), ácidos graxos em particular, são muito eficientes no que tange a facilitar a dispersão de cargas minerais polares em polímeros não polares em estado de fusão. Sob a ótica da termodinâmica, este tratamento tem o propósito de adequar e compatibilizar as tensões superficiais dos elementos, uma vez que a do polímero é baixa e a da carga mineral alta. Com isso, a carga adsorve o polímero mais completamente e mais rapidamente porque o tratamento superficial da carga reduz a tensão superficial. Isto também possibilita uma diminuição da viscosidade e um aumento da dispersão da carga, o que é fundamental para o processo de interação carga/polímero.

## 2.2 Considerações sobre o processo de extrusão

### 2.2.1 Aspectos gerais

A palavra “extrusão” vem do grego e significa: empurrar para fora. Segundo RAUWENDAAL (2010), é um método muito comum que faz parte do processo produtivo não só de plásticos, mas, de chapas, barras e peças de metal e até mesmo de alimentos.

A extrusão é um processo contínuo de conformação onde a força predominante é a compressão indireta e consiste basicamente em forçar a passagem, de forma controlada, do material granulado por dentro de um cilindro aquecido, por meio de uma ou mais roscas “sem fim”, que transportam, misturam, compactam e permitem a retirada de gases liberados no processo.

Na saída do cilindro, ele é forçado através de uma abertura chamada “matriz”, ferramenta ou “*die*”. Quando o material flui através da matriz, ele adquire o formato do canal de fluxo da matriz.

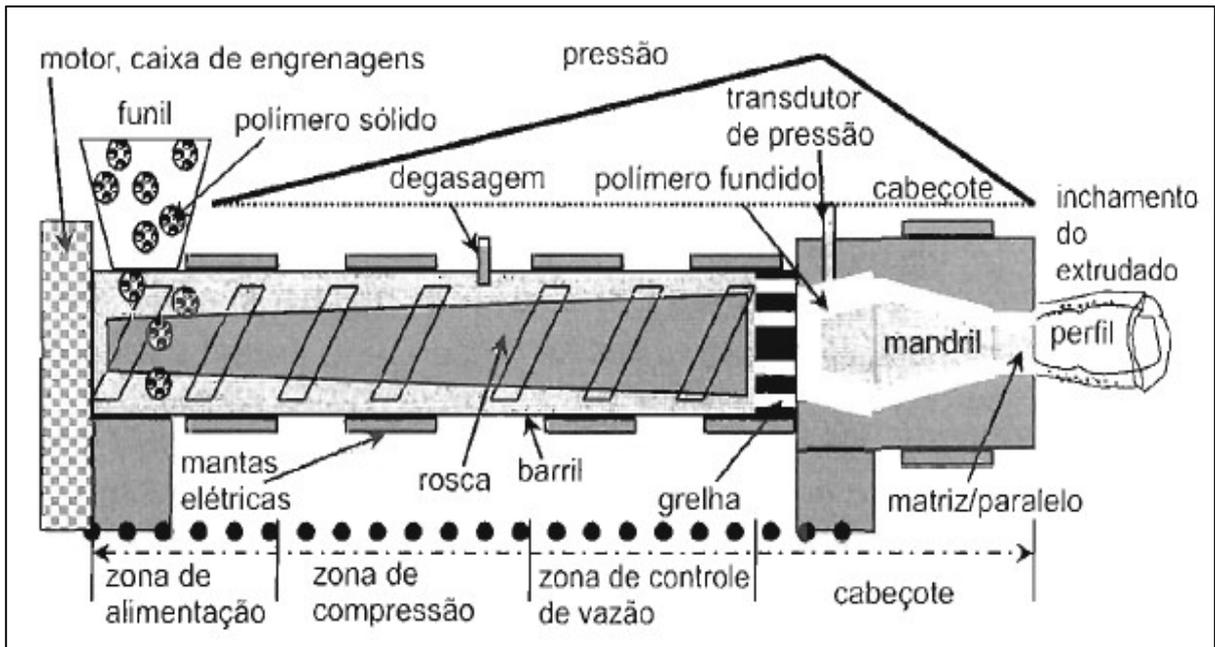
Os componentes básicos de uma extrusora são: motor elétrico principal (acionamento), conjunto de engrenagens redutoras (transferência de torque do motor para a rosca), cilindro (também conhecido como “canhão”), rosca ou parafuso, matriz ou “*die*”, carcaça, painel de comando ou “IHM”, resistências de aquecimento, ventiladores de resfriamento, bomba de massa, filtro de massa, misturadores estáticos, entre outros. Ainda de acordo com RAUWENDAAL (2010), a principal função de uma extrusora é desenvolver suficiente pressão no material forçando-o a passar através do *die*. A pressão necessária para forçar a passagem do material através da matriz depende da geometria da mesma, das propriedades do fluxo do material e da taxa de cisalhamento do fluxo.

Basicamente, uma extrusora é uma máquina capaz de desenvolver pressão, ou seja, é uma bomba que envia material continuamente para uma matriz ou molde, que dá forma ou para outro processo de moldagem subsequente.

Na indústria do plástico, existem três tipos principais de extrusoras: as extrusoras de parafuso (Figura 6), as quais são as mais comuns; as extrusoras de êmbolo (*ram extruders*), onde um pistão força o material para a frente e através da matriz,

sendo este tipo de equipamento, não muito utilizado para plásticos normais, e as extrusoras a disco ou tambor, sendo estas a menos comum, utilizadas normalmente para a produção de adesivos, silicone, graxas e materiais de alta viscosidade (RAUWEN-DAAL, 2010).

**Figura 6:** Esquema de uma extrusora de parafuso



Fonte: MANRICH, 2005

A extrusora de rosca ou parafuso, pode ter uma rosca (monorosca ou *single screw extruder*) ou mais de uma rosca (multi roscas ou *multi-screw extruder*), sendo as máquinas com monorosca, as mais utilizadas na indústria de processamento de ráfias.

## 2.3 Caracterização do processo de extrusão de ráfias

### 2.3.1 Aspectos gerais

A extrusora utilizada para a produção de rafia é a extrusora monorosca ou *single screw extruder*, com matriz plana (Figura 7).

**Figura 7** - Exemplo de extrusora monorosca (*single screw*) para rafia



Fonte: STARLINGER, 2017

Para uma melhor relação custo x benefício na escolha do melhor equipamento, devem ser observadas as seguintes características:

- a) A extrusora deve operar com fluxo contínuo de volume de massa fundida, sem bolhas de ar, homogênea e uniforme, extrusando o polímero e seus aditivos de forma a garantir um produto final com qualidade e propriedades mecânicas desejadas.
- b) Devem ser avaliados os custos relativos à manutenção e ao consumo de energia (as máquinas atuais possuem sistema de recuperação de energia embarcada) em relação ao custo total de transformação / extrusão.

- c) A extrusora deve apresentar interface operacional amigável e moderna, facilitando a operação e auxiliando a manutenção na identificação de possíveis problemas ou no planejamento das manutenções preditivas / preventivas e/ou corretivas.

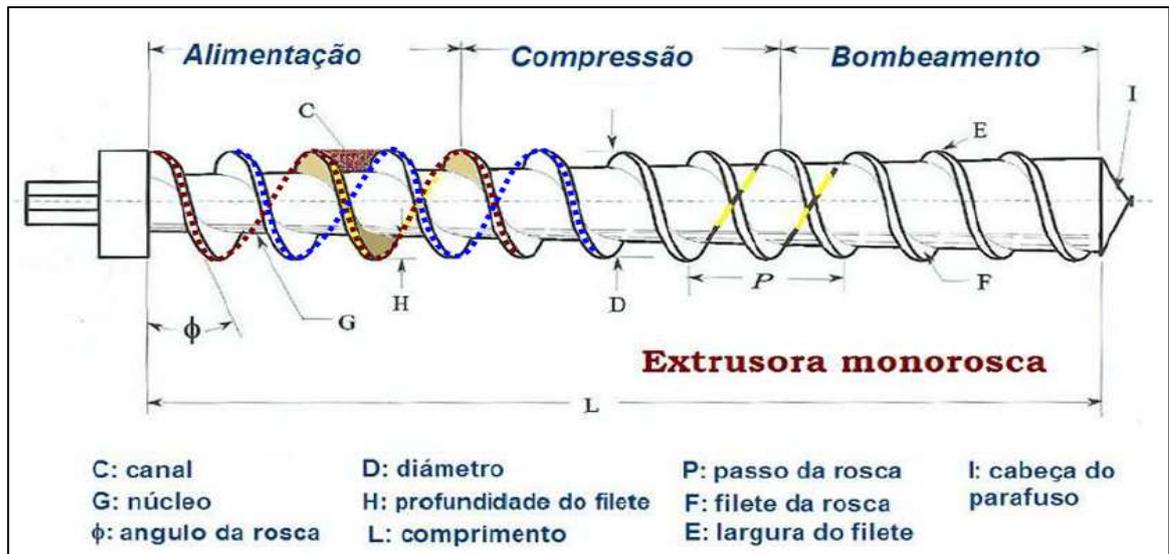
O tipo de extrusora a ser escolhido, dependerá também do tipo de produto final que se deseja produzir; sejam ráfias para produção de tecidos leves, por exemplo: sacarias de 25 e 50 quilos, ou ráfias para tecidos pesados, a exemplo de tecidos para produção de big bags e/ou tecidos técnicos de engenharia ou para agricultura; estes últimos, com alta gramatura por metro quadrado e normalmente produzidos em teares planos (tipo Sulzer).

A partir daí deverá ser configurada a extrusora, definindo-se os parâmetros adequados para a finalidade desejada, tais como: definição da capacidade nominal de plastificação (atualmente já são oferecidas no mercado, extrusoras com capacidade de plastificação de 720 kg/h para produção de ráfias), seleção do diâmetro e geometria de rosca (adiabática, convencional sem barreira, com barreira, duplo filete, etc.), tipo de filtro, tipo de bomba de fluxo, largura da matriz, tamanho e profundidade do banho de água, altura da torre, tamanho da estufa, número de cilindros (*godets*) que deverão compor o sistema de estiros, diâmetro dos cilindros, etc.

A rosca ou parafuso é o coração da extrusora e é configurado por um longo cilindro com um filete em forma de hélice simples ou composta, presa em sua superfície (Figura 8).

De acordo com MANRICH (2005), a rosca dentre todos os componentes de uma extrusora, é um dos mais importantes, pelo fato de transportar, fundir ou amolecer, homogeneizar e plastificar o polímero. A tarefa mais importante na construção das extrusoras é a determinação de geometria da rosca. A estabilidade do processo e a qualidade final da rafia produzida, depende do desenho da rosca. A geometria da rosca é caracterizada principalmente por profundidades e comprimentos das zonas de processamento. Ainda segundo MANRICH (2005), 80% da energia térmica e mecânica necessária para transformar os polímeros é gerada no processo de extrusão, como consequência do cisalhamento gerado sobre o material na movimentação da rosca.

**Figura 8** - Zonas de processamento da rosca



Fonte: SENAI – CIMATEC, 2012

Seja qual for a zona observa-se um fluxo de volume determinado por volume físico disponível nos canais e não em fluxo de massa. É na região de compressão que ocorre a plastificação (fusão + homogeneização) que transforma o polímero (grãos sólidos) em uma pasta plástica, moldável e homogênea, devido a redução do canal da rosca, pelo calor gerado pelo atrito e pelo calor que vem das resistências elétricas (Figura 9).

**Figura 9** - Sistema de aquecimento da rosca



Fonte: FOTO DO AUTOR

Da mesma forma, a escolha do aço da rosca e do cilindro, são extremamente importantes. A combinação aço nitretado/bimetal ou aços especiais/bimetal são favoráveis contra desgaste. Em situação de desgaste adiantado de rosca (Figura 10), esta deve ser trocada.

**Figura 10** - Exemplo de rosca com desgaste



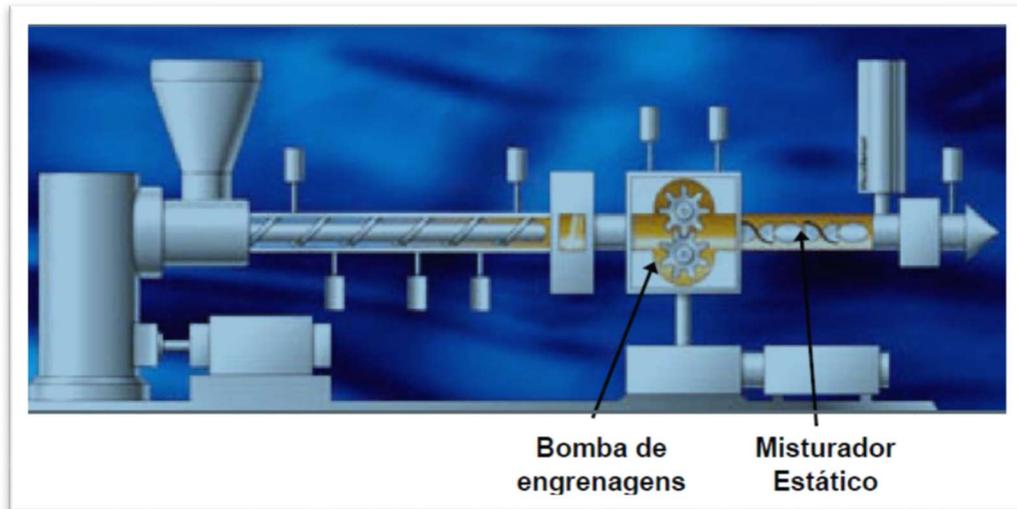
Fonte: FOTO DO AUTOR

Na presença de materiais que têm altos índices de minerais pulverizados ( $TiO_2$  e  $CaCO_3$ ), como no caso deste estudo, pode-se esperar desgastes mais sensíveis. Nas extrusoras convencionais aumenta, no tempo de trabalho, a folga entre rosca e cilindro. Os cilindros na maioria dos casos são fabricados em uma única peça em que a camisa é feita de aço carbono de alta tenacidade e a bucha de desgaste em aço nitretado ou se usa uma camisa bimetalica de uma peça somente.

Por experiência de campo e como resultado observado na aplicação do aumento do percentual de  $CaCO_3$  em pesquisa realizada anteriormente (LOBO, 2012) no processo de extrusão de rãfias, mesmo tendo uma granulometria baixa ( $D_{50} < 3\mu m$ ) e sendo precipitado e encapsulado, o compósito de carbonato de cálcio com o polipropileno, continua sendo um agente abrasivo no sistema canhão/rosca; portanto recomendamos a utilização do tratamento bimetalico tanto no cilindro (canhão), quanto na rosca, pois isto aumentará sobremaneira o tempo de vida útil do conjunto, promovendo melhor qualidade da rãfia e produção, por um período maior que o conjunto em aço nitretado.

O cilindro termina em um flange que serve de fixação para o porta-telas (filtro), seguida da bomba de engrenagens, misturador estático e matriz (Figura 11).

**Figura 11** - Extrusora com bomba de engrenagens e misturador estático



Fonte: SENAI – CIMATEC, 2012

O sistema de filtragem (Figura 12), consiste em um dispositivo por onde são introduzidas várias telas (filtros). As telas servem para retirar impurezas e partículas eventualmente não fundidas. Sistemas de filtros devem ser construídos de tal maneira que eles suportem diferenças de pressão de até 150 bares. Os filtros necessitam longos períodos de troca para evitar constantes trabalhos de manutenção.

**Figura 12** - Sistema de filtragem contínua

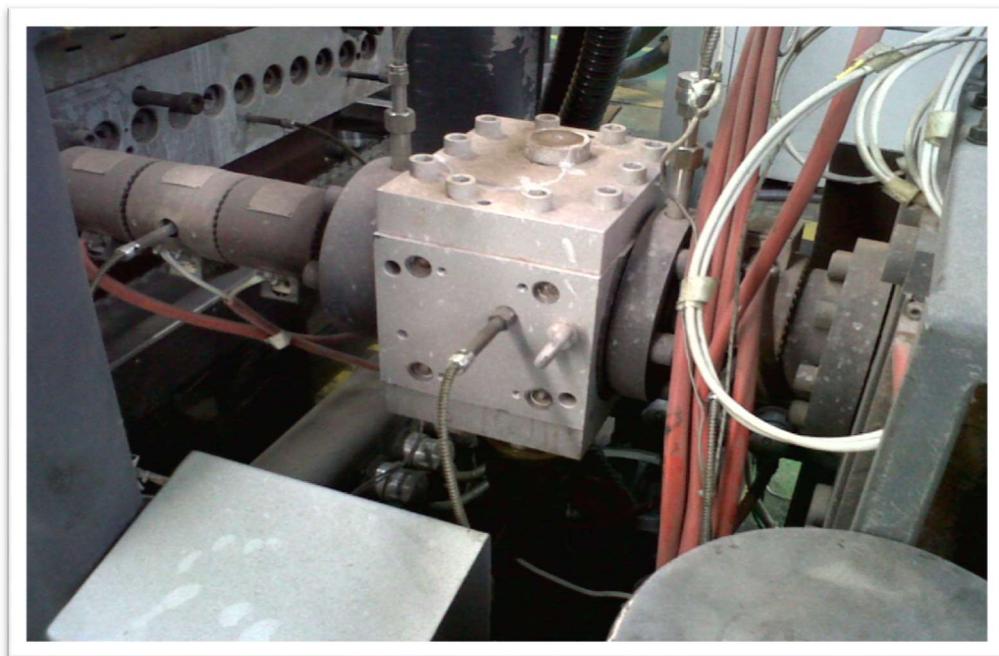


Fonte: FOTO DO AUTOR

Após a passagem pelo sistema de filtragem, o fundido segue para a bomba de engrenagens ou bomba de fluxo (Figura 13), que é responsável por entregar um volume constante de material para a matriz.

Quando presente, a bomba de fluxo permite a correção de pequenas variações de índice de fluidez da matéria prima, uma vez que através de um sistema de sensores de pressão (transdutores), ela promoverá o aumento ou diminuição da velocidade de entrega da rosca, para normalizar a quantidade de material dentro do corpo da matriz, uniformizando a massa fundida e contribuindo para o maior controle de espessura do filme final produzido.

**Figura 13** - Bomba de engrenagens



Fonte: FOTO DO AUTOR

## 2.4 Caracterização do processo de produção de ráfias estiradas planas

### 2.4.1 Aspectos gerais

Ráfias produzidas com PP, PE e outros poliolefínicos, como já comentado antes, apresentam grandes vantagens em relação aos fios naturais como juta, algodão e sisal. Não apodrecem, são quimicamente resistentes, leves, resistentes a água, fáceis de manusear e com baixo custo de fabricação.

Para acompanhar ou atender estas solicitações utilizam-se diversos graus de estiragem, materiais e medidas. Em geral a fabricação compreende os seguintes processos:

- Extrusar uma folha plana (filme);
- Cortar a folha plana em fitas (ráfias);
- Estirar as fitas daí provenientes;
- Fixar;
- Enrolar as fitas e
- Processamento do tecido.

A escolha do comprimento da rosca, dependerá da produção requerida e largura do filme desejado. Extrusoras com roscas de diâmetros 60, 90, 105, 120 e 130 mm e relação L/D até 33:1, que é a relação entre comprimento “L” da rosca e o diâmetro interno “D” do canhão (MANRICH, 2005), poderão ser normalmente utilizadas para o processamento da rafia. Quando se pretende processar na mesma instalação PP e PEAD deve ser especificada uma rosca para cada material. Isto é necessário, devido aos diferentes materiais e quando são exigidas as mesmas características de produção. Existem soluções onde se procura balancear as características da rosca, porém, não se pode atender a 100% as exigências de nenhum dos dois materiais e podem surgir dificuldades no processo. Isto pode-se entender, quando analisados os fatores e variáveis que interferem na escolha da geometria da rosca. No caso em análise, estaremos tratando da produção de ráfias, utilizando como matéria prima base o polipropileno homopolímero isotático.

### 2.4.2 Formação do filme plano

Também chamada de ferramenta (Figura 14), a matriz (ou *die*) é a parte da extrusora que confere a forma ao produto, ou seja, é nela que se produz o filme plano original, que será, nos processos seguintes, transformado em rafia.

Sob pressões que podem variar de 50 a 300 kgf/cm<sup>2</sup>, na ferramenta plana para rafia, a massa fundida é transformada em forma de folha / filme, em que deve ser observada como tolerância de espessura  $\pm 5\%$ . As ferramentas têm duas partes que são facilmente desmontáveis para limpeza.

**Figura 14** - Matriz Automática (*Die*)



Fonte: FOTO DO AUTOR

Um dos lábios possui parafusos ajustáveis que através de regulagens, permitem o ajuste da espessura do filme. Atualmente, este ajuste pode ser feito de forma automática (*automatic die*) através de medidores de espessura (Figura 15), que leem a espessura do filme e enviam os desvios para a matriz, que ajusta automaticamente

as espessuras de acordo com o programado pela receita da r fia a ser produzida,



sem necessidade de interfer ncia da opera o. **Figura 15** - Medidor de espessura beta

Fonte: FOTO DO AUTOR

O sistema de resfriamento do filme (super-resfriamento)   feito atrav s da banheira de  gua gelada ou banho de  gua (Figura 16), onde a massa quente e fluida (acima da temperatura de fus o cristalina –  $T_m$ ), sai atrav s do l bio da matriz em forma de l mina e entra em contato com a  gua refrigerada do banho.

**Figura 16** - Banheira de  gua gelada



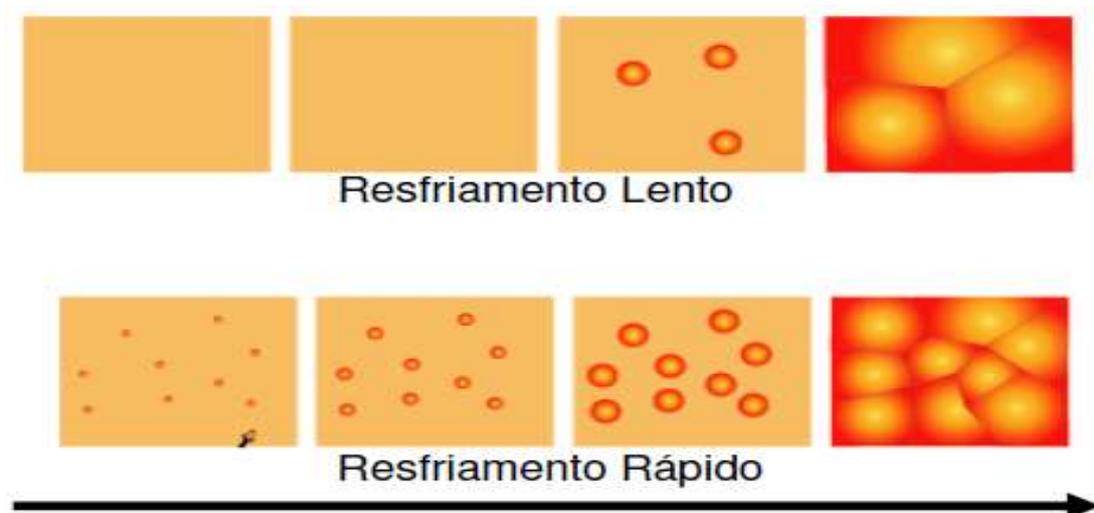
Fonte: FOTO DO AUTOR

A efici ncia do resfriamento se d  pelo aumento da capacidade de refrigera o (bilateral), utilizando-se na maioria das vezes, sistemas de refrigera o aut nomos

que conferem maior poder de troca térmica aos banhos, permitindo desta forma o aumento da velocidade de produção.

É nesta fase que se dá o fenômeno da cristalização do polímero. Segundo CANEVAROLO (2010), o polipropileno homopolímero isotático (no caso o PP H503 HS utilizado neste estudo), tem da ordem de 50~80% de cristalinidade, com excelentes propriedades físico-químicas e, quando um polímero cristalizável fundido é resfriado, inicia-se o processo de cristalização em núcleos individuais, dando origem aos esferulitos, cujas estruturas podem possuir diferentes tamanhos e graus de perfeição e sua morfologia interfere diretamente nas propriedades finais do material. No caso em estudo, a distância entre a superfície do banho de água resfriada até o lábio da matriz, operacionalmente chamada de “altura da matriz”, assim como, a temperatura da água do banho, irão interferir diretamente no processo de cristalização do polímero, definindo o tamanho e a quantidade de esferulitos a serem formados no processo e interferindo diretamente nas propriedades mecânicas da rafia produzida (resistência à tração e alongamento), ou seja: resfriamento rápido (água mais fria e/ou distância entre lábio e água menor), impede o crescimento dos cristais, o que ocasionará formação de esferulitos menores e em maior quantidade, aumentando a resistência à tração e diminuindo o alongamento da fita; resfriamento mais lento (água menos fria, e/ou maior distância entre lábio da matriz e banho de água), ocasionará formação de esferulitos maiores e em menor quantidade, aumentando o alongamento e diminuindo a resistência à tração da rafia (Figura 17).

**Figura 17** - Formação dos esferulitos x tempo de resfriamento



No que se refere ao processamento de r fia, existe ainda, muito pouco material acad mico publicado, entretanto atrav s do conhecimento t cito adquirido e acumulado em mais de 30 anos de experi ncia e contatos com diversas consultorias da  rea, colocamos na Tabela 1, alguns crit rios b sicos que podem ser seguidos, de forma geral, no que se refere aos par metros a serem aplicados ao processo de resfriamento da massa fundida no banho de  gua, para a obten o do melhor resultado das propriedades mec nicas desejadas.

**Tabela 1 - Par metros de controle do banho de  gua**

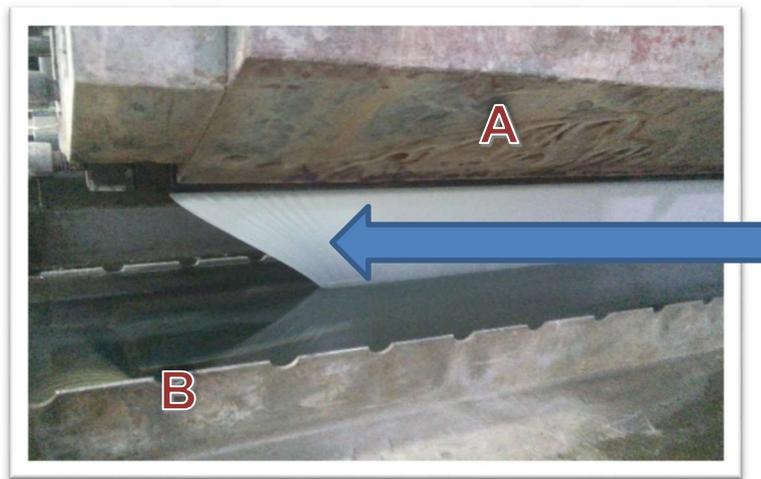
Propriedade	Efeito
Temperatura de banho entre 30 - 40 �C	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Trabalho em geral</li> </ul>
Temperatura de banho maior 45 �C	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Desenvolvimento de vapor</li> </ul>
Para r�fias finas (exemplo: 3mm, 770 Dtex)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Acima de 40 �C</li> </ul>
Para r�fias com peso m�dio (exemplo: 3mm, 1000 Dtex)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Entre 35 - 40 �C</li> </ul>
Para r�fias pesadas	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Entre 25 - 35 �C</li> </ul>
Temperatura da �gua baixa	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Resist�ncia a tra�o alta</li> <li>• Problemas no estiramento (muitas quebras na estufa)</li> <li>• Dobras no filme depois do banho</li> <li>• Problemas na barra de corte</li> <li>• Falta de alongamento</li> </ul>
Temperatura da �gua alta	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Desenvolvimento de vapor no filme</li> <li>• Filme em contato com a �gua deixa a �gua cozinhar</li> <li>• Aparecimento de bolhas de vapor no filme</li> </ul>
Resfriamento r�pido do filme	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Normalmente cria cristais pequenos, o que dificulta a estiragem</li> <li>• Esfor�o de estiragem maior</li> <li>• A dist�ncia reduzida da matriz para a �gua cria fibrillamento maior</li> </ul>
Resfriamento lento do filme	<ul style="list-style-type: none"> <li>• A dist�ncia maior entre matriz e �gua aumenta o tamanho dos cristais</li> <li>• Reduz o esfor�o de estiragem</li> </ul>
Dist�ncia m�nima matriz - �gua	<ul style="list-style-type: none"> <li>• N�o deve ser menor de 25mm (fitas para Big Bags)</li> <li>• �gua n�o pode respingar na matriz (abertura de buracos)</li> </ul>
Dist�ncia m�xima matriz - �gua	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 50mm (somente para fitas finas)</li> </ul>
Dist�ncia pequena matriz - �gua	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Maior resist�ncia (maior volume de esferulitos)</li> <li>• Mais esfor�o para estirar na estufa</li> <li>• Mais quebras na estufa</li> </ul>
Dist�ncia maior matriz - �gua	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Resist�ncia menor (Esferulitos maiores)</li> <li>• Melhor comportamento na estufa</li> </ul>

Fonte: AUTOR

Nesta fase, tamb m se observa a forma o do “*neck in*” do filme (Figura 18), logo ap s sua sa da atrav s do l bio da matriz.

O *neck in*, é um estreitamento que ocorre na largura do filme, como consequência do tracionamento do mesmo, pelo sistema de rolos da torre da extrusão, que tendem a puxá-lo, forçando um primeiro estiramento e consequente alinhamento longitudinal das cadeias cristalizadas, ainda que em menor escala que no processo de estiragem posterior. Esta perda de largura do filme pelo *neck in* é significativa e pode girar em torno de 10~17%, dependendo do tipo de material a ser processado e/ou produto final desejado.

**Figura 18** - Formação do “*neck in*” após saída do “*die*”



**Neck In**

Encolhimento na largura do filme, ao sair da matriz (A) e entrar no banho de água (B), causado pelo tracionamento dado pelos cilindros da torre da extrusora.

Fonte: AUTOR

O filme, antes da estiragem, é cortado em fitas (ráfias). Para esta operação é utilizado um cilindro de corte equipado com lâminas especiais de corte e distanciadores onde o filme tensionado é submetido ao corte (Figura 19).

**Figura 19** - Barra de lâminas



Fonte: FOTO DO AUTOR

Segundo BUDDE (1988) utiliza-se a equação 1 para calcular a largura de corte (LC). Este parâmetro, pode ser calculado a partir da largura final da fita desejada e o grau de estiragem.

$$LC = \text{Largura final (mm)} \times \sqrt{\text{Estiragem}} \quad \text{Equação (1)}$$

A largura dos distanciadores (calços) é dada pela Equação 2:

$$\text{Largura do calço} = \text{Larg. do corte (mm)} - \text{espessura da lâmina (mm)} \quad \text{Equação (2)}$$

Ainda de acordo com BUDDE (1988), a unidade padrão escolhida para representar a relação entre largura, comprimento, peso e espessura da fita plana, é o Título.

O Título é dado pela Equação 3:

$$d = \frac{m}{v};$$

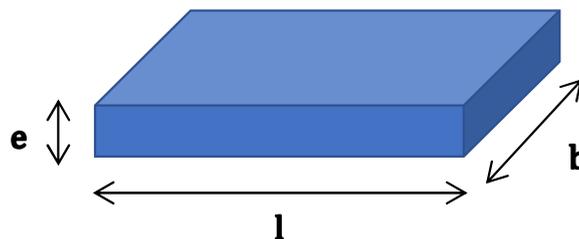
$$d = \frac{m}{(e.l.b)};$$

$$\text{Se, } l = 1000 \text{ m; } m = \text{Tex, } \Leftrightarrow \text{Título TEX} = 1000.d.e.b \quad \text{Equação (3)}$$

$$\text{Se, } l = 10000 \text{ m; } m = \text{DTex, } \Leftrightarrow \text{Título DTEX} = 10000.d.e.b ;$$

$$\text{Se, } l = 9000 \text{ m; } m = \text{Denier, } \Leftrightarrow \text{Título DENIER} = 9000.d.e.b ;$$

**Figura 20** - Representação de fita plana (ráfia)



Fonte: Adaptado pelo Autor

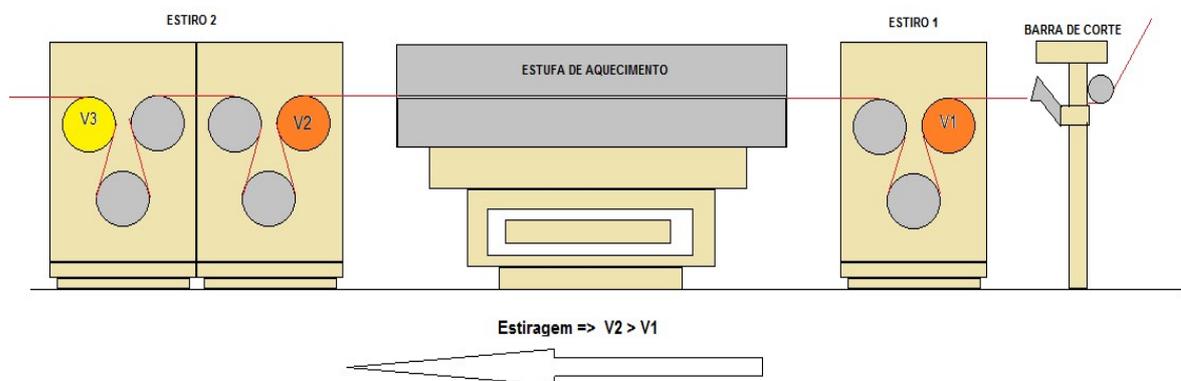
Neste estudo, estaremos utilizando ráfias com o título de 1100 Dtex, com largura de 4,9 mm e espessura final de 27,1 micras.

### 2.4.3 Processo de estiragem da r fia

A resist ncia, o alongamento e a contra c o da fita, s o influenciados pela orienta c o das cadeias de mol culas resultante da estiragem da mesma.

O processo de estiragem no estado s lido da r fia   mec nico, e se d  atrav s da diferen a de velocidade perif rica entre cilindros que est o em contato com a r fia. Dois estiros, V1 e V2 (Figura 21), nos quais o segundo define por diferen a de velocidade em rela c o ao primeiro o grau de estiragem, s o considerados como uma unidade de estiragem.

**Figura 21** - Processo de estiragem da r fia



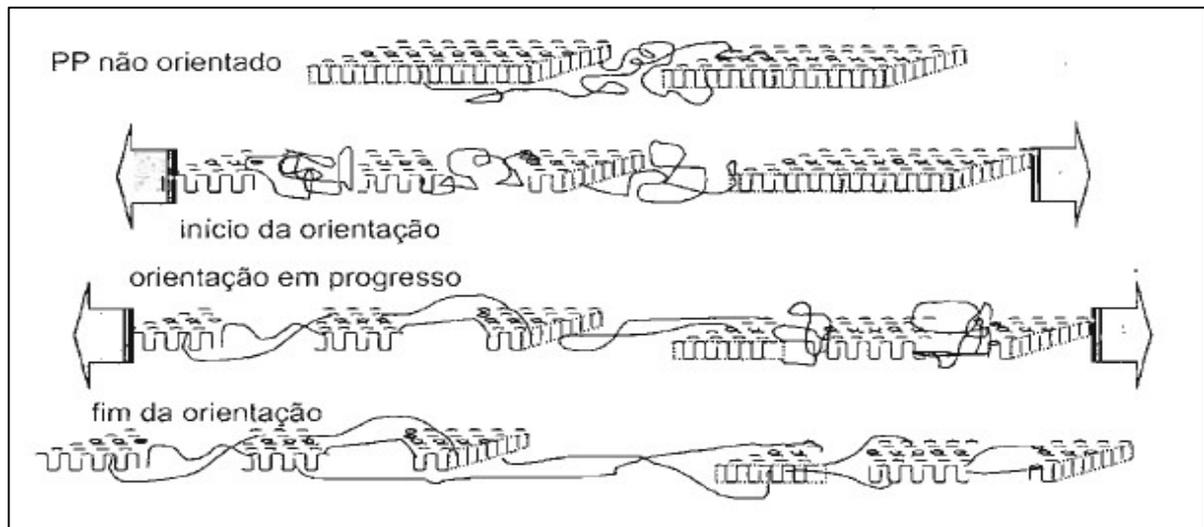
Fonte: AUTOR

O primeiro estiro (V1) atua como freio, enquanto o segundo (V2) atua como unidade de for a para a estiragem. A pot ncia instalada dos estiros   adequada para a alta velocidade linear dos cilindros e   fornecida por motores interligados. Com isto torna-se poss vel variar a velocidade da instala c o sem alterar a taxa de estiragem.

Segundo MANRICH (2005), no processo de estiramento do estado s lido do PP,   necess rio aquecimento externo para viabiliza c o da orienta c o uniaxial das cadeias (Figura 22a), sem que haja a quebra das mesmas. O m todo mais comum de orienta c o do PP   atrav s do reaquecimento do extrudado, n o orientado, at  uma temperatura na qual os cristais est o parcialmente fundidos, o que ocorre normalmente entre temperaturas de 120 C e 160  C. Ainda segundo MANRICH (2005), durante o processo de estiramento, pelo fato das mol culas da regi o amorfa se alinharem e desta forma ficarem muito pr ximas umas das outras, ocorre a cristaliza c o induzida por estiramento (ver resultados DSC, item 4.2 a frente), isto  , h  a forma c o

de locais ordenados de grupos de moléculas, onde a energia superficial é semelhante à energia de um núcleo de cristal, e, a partir daí o cristal cresce.

**Figura 22a** - Orientação uniaxial, gerando mono orientação longitudinal



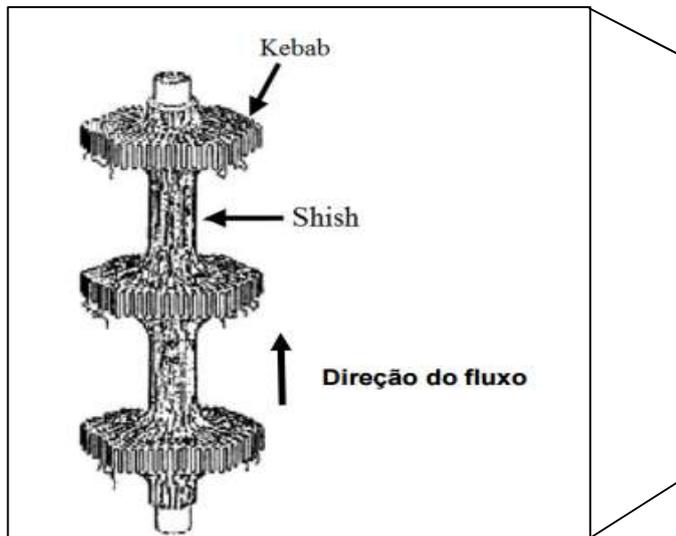
Fonte: MANRICH, 2005

Lembrando que o PP H503 HS é um polímero semicristalino e que nele a fase cristalina está envolta por uma fase amorfa, este aquecimento deverá ser o suficiente para permitir que as cadeias poliméricas da fase amorfa adquiram possibilidade de mudanças na conformação (alinhamento longitudinal) e não tão alto (acima de  $T_m$  - temperatura de fusão cristalina), que venha a provocar a fusão da rede cristalina (CANEVAROLO, 2010).

Quando bem trabalhado, o processo de estiragem na extrusão, cria uma deformação plástica forçando a movimentação das cadeias da fase amorfa, bem como a reorientação dos cristais da fase cristalina, aumentando a resistência devido à alta orientação das estruturas; entretanto, sem perder a propriedade de alongamento, tão necessária quanto a resistência a tração, para o bom desempenho da rafia quando de sua utilização para a produção dos tecidos para embalagens.

De acordo com CANEVAROLO (2010), a estrutura normalmente esferulítica, é realinhada para uma estrutura do tipo *Shish-Kebab* (Figura 22b), onde consta um cilindro central formado por cadeias estendidas, tendo em alguns pontos crescimentos laterais de lamelas.

**Figura 22b** - Modelo de estrutura *Shish-Kebab*



Fonte: SOMANI et al. (2005); AKCELRUD (2007)

Importante também observar que a água que adere ao filme no processo de resfriamento na banheira, deve ser eliminada no arraste, através de cilindros de pressão, e a umidade residual deve ser eliminada por meio de tubos de sucção. O filme deve chegar na zona de estiragem o mais seco possível para evitar que o calor, necessário para a estiragem, seja utilizado erradamente para vaporizar a água do filme.

O aquecimento externo tratado acima, é realizado pela estufa de ar quente (Figura 23) ou através de cilindros aquecidos. A estufa é construída com circuito de aquecimento de canal duplo com ar circulante para temperaturas de ar de até 180° C e velocidade de ar de 10 ~ 30 m/seg. Através da tecnologia da construção da estufa a variação da temperatura é menor ou igual a  $\pm 1^\circ$  C em toda sua área, e a velocidade de ar  $\pm 0,5$  m/seg. Segundo MANRICH (2005), nesta faixa de temperatura os cristais estão parcialmente fundidos e o PP é estirado para atingir a geometria desejada, e então sofrer resfriamento enquanto ainda está sob o estiramento para que finalize toda a cristalização, travando as moléculas orientadas da região amorfa nas posições em que foram estruturadas durante o estiramento aplicado. Ainda segundo MANRICH (2005), o resfriamento após o estiramento preserva a orientação congelada das moléculas.

**Figura 23** - Estufa de ar quente

Fonte: FOTO DO AUTOR

#### **2.4.4 Processo de fixação da estiragem**

Este processo ocorre também de forma mecânica na extrusora (Figura 24), sendo que, desta vez, haverá um processo inverso ao de estiragem, ou seja: relaxação ou relaxamento.

Neste caso, o cilindro V2 atua “entregando” as ráfias com velocidade periférica maior que a velocidade periférica do cilindro V3 resfriado, que atua como freio, criando uma zona de relaxamento das ráfias entre os mesmos.

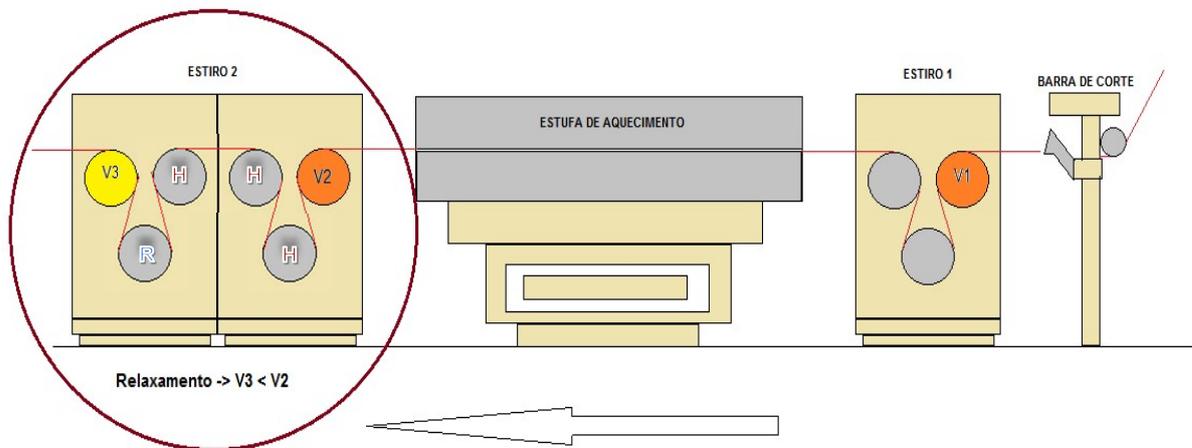
Segundo MANRICH (2005), após o resfriamento, a região amorfa orientada mantém a memória da deformação elástica adquirida no processo de estiramento. Ao longo do tempo uma parte desta deformação é recuperada gerando encolhimento da fita estirada (ráfia), podendo causar danos ao produto final.

Para evitar este encolhimento durante o uso do produto e dos diversos processos a que a ráfia vai ser exposta (tecelagem, laminação, tratamento corona, impressão flexográfica, processos de soldagem, etc.), o que acarretaria diversos problemas, tais como: má formação das bobinas de ráfia no processo de bobinagem das fitas; perda

de bobinas de r fia; aumento do res duo no processo; rompimento de embalagens; diminui o da capacidade de carga nominal das embalagens; problemas de armazenamento do cliente final; etc., faz-se necess rio aplicar um tratamento t rmico no filme orientado, neste caso a r fia j  estirada.

Assim sendo, o PP orientado (r fia) passa por um processo de aquecimento (cilindros "H" - Figura 24) que est  em linha com o sistema de orienta o, onde a temperatura, em torno de 110 C e 120  C,   inferior   temperatura utilizada no processo de estiramento, para que ocorra uma relaxa o parcial da fita orientada, gerando um encolhimento que, geralmente varia de 5% a 10%, a depender da aplica o. Com isso, a r fia orientada n o apresenta problemas de encolhimento relevante em uso ou em processos posteriores.

**Figura 24** - Processo de relaxamento (fixa o) da estiragem



Fonte: AUTOR

De acordo com MANRICH (2005), o grau de orienta o, devido a esse procedimento diminui, mas os benef cios resultantes s o superiores aos preju zos causados pela perda de parte da orienta o m xima poss vel, quando em uso.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Abaixo encontram-se descritos os materiais e a metodologia utilizada nesta pesquisa.

#### 3.1 Materiais

Neste trabalho foi utilizado como matriz o polipropileno H503 HS, uma resina homopolimérica de baixo índice de fluidez (4,0 g/10min), aditivada para uso geral e indicada para produção de rafia para aplicação em sacarias industriais, big bags e tecidos técnicos.

Fornecida pela Braskem, apresenta excelente processabilidade, alta velocidade de produção com boa estabilidade do fundido além de um bom balanço entre rigidez e resistência ao impacto e baixa transferência de odor e sabor (Tabela 2).

**Tabela 2** – Propriedades de controle polipropileno H503HS

Propriedades	Método ASTM	Unidades	Valores
Índice de Fluidez	D 1238	g/10 min	4
Densidade	D 792	(g/cm <sup>3</sup> )	0,905
Res. Impacto Izod	D 256	(J/m a 23°C)	35
Módulo de Flexão	D 790	Mpa	1300
Dureza (Rockwell - escala R)	D 785	-	103

Fonte: BRASKEM, 2015

O CaCO<sub>3</sub> foi utilizado na forma de *masterbatch*, com carga de 80% de Carbonato de Cálcio, com granulometria variando de 2,2 µm até 12µm e com 20% de PP como veículo.

O CaCO<sub>3</sub> utilizado no experimento é uma calcita natural moída muito fina, com ótima alvura, baixa absorção de plastificantes e tratada com ácido esteárico, o que a

torna uma carga perfeita para aplicações em um grande número de formulações de materiais plásticos.

Devido ao tratamento de superfície, quando comparada com produtos de mesma granulometria, oferece maior facilidade de incorporação nas misturas resultando melhor acabamento, melhores propriedades mecânicas e melhor resistividade elétrica.

A Tabela 3 abaixo mostra as características típicas do  $\text{CaCO}_3$  escolhido para o estudo.

**Tabela 3 - Características Típicas do  $\text{CaCO}_3$**

<b>Características Físicas</b>	<b>Unidades</b>	<b>Valores</b>
Tamanho Mediano d50%	microns	Máx. 2,2
Corte Superior d98%	microns	Máx. 12,0
PH	(1g/100 g H <sub>2</sub> O)	9
Índice Absorção (DOP)	g/100g	31
Cor	-	Branca
Alvura (DIN 53163)	%	94
Dureza	Mohs	3
<b>Características Químicas</b>	<b>Unidades</b>	<b>Valores</b>
$\text{CaCO}_3$	%	Mín. 98,5
$\text{MgCO}_3$	%	Máx. 1,5
Insolúveis em HCL	%	≤ 0,2
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	%	≤ 0,03
Tratamento Superficial (fatty acid)	%	Máx. ≤ 2
Umidade	%	Máx. ≤ 0,3
$\text{SiO}_2$	%	sem dados

Fonte: PT. CHEMTECH, 2013

## 3.2 Métodos

### 3.2.1 Obtenção dos compósitos PP/CaCO<sub>3</sub>

Os compostos foram preparados através do processo de extrusão, variando os valores do percentual de carbonato de cálcio (em *masterbatch*) para o processamento. Foram processados, PP base (H503 HS) puro, PP base (H503 HS) + 3,0 %, 7%, 10%, 15%, 17% e 20 % de CaCO<sub>3</sub> (*masterbatch*). Estes percentuais foram escolhidos com base na experiência prática de utilização deste aditivo no mercado de Ráfia e em pesquisa realizada anteriormente (LOBO, 2012). Os compósitos foram processados no Laboratório de Transformação de Plásticos do SENAI CIMATEC, para tanto utilizou-se uma extrusora dupla rosca modular corrotacional, fabricada pela Imacom, modelo DRC 30:40 IF com diâmetro de rosca de 30 mm e razão L/D = 40.

A tabela 4 mostra as condições de processo utilizadas para confecção dos compostos. **Tabela 4** – Condições de processo utilizadas para preparação dos compostos em forma de pellets.

Parâmetros	% de CaCO <sub>3</sub>						
	0%	3%	7%	10%	15%	17%	20%
Temp. zona 1 (°C)	159	159	159	159	159	159	159
Temp. zona 2 (°C)	177	163	153	151	155	153	153
Temp. zona 3 (°C)	178	163	157	147	169	156	152
Temp. zona 4 (°C)	180	179	164	174	166	174	173
Temp. zona 5 (°C)	190	192	175	180	190	187	184
Temp. zona 6 (°C)	196	193	190	191	196	192	192
Temp. zona 7 (°C)	204	201	193	192	201	197	199
Temp. zona 8 (°C)	206	206	200	200	206	200	206
Temp. zona 9 (°C)	208	206	206	207	208	207	208
Temp. zona 10 (°C)	208	207	208	208	206	208	208
Temp. zona 11 (°C)	51	56	64	66	67	68	57
Corrente motor (A)	24	23	24	25	24	24	25
Pressão massa	0,02	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
RPM	106	106	106	106	106	106	106
Temperatura da massa (°C)	198	194	177	175	175	175	175

Fonte: AUTOR

### 3.2.2 Obtenção dos corpos de prova injetados

Após a extrusão, os corpos de prova foram preparados pelo processo de injeção, segundo a norma ISO 527 para ensaio de tração e norma ISO 180 para ensaio de impacto. Para esta etapa utilizou-se uma injetora do Laboratório de Transformação de Plásticos do SENAI CIMATEC, com capacidade de 100 t de força de fechamento, fabricada pela ROMI modelo Primax. Um resumo dos parâmetros utilizados na injeção são apresentados na Tabela 5 abaixo.

**Tabela 5:** condições de processo utilizadas para a moldagem dos corpos de prova.

Parâmetros	% de CaCO <sub>3</sub>						
	0%	3%	7%	10%	15%	17%	20%
<b>Pressão injeção</b>	400	400	400	400	400	400	400
<b>VELOCIDADE 1</b>	188	188	188	188	188	188	188
<b>VELOCIDADE 2</b>	188	188	188	188	188	188	188
<b>VELOCIDADE 3</b>	188	188	188	188	188	188	188
<b>VELOCIDADE 4</b>	188	188	188	188	188	188	188
<b>VELOCIDADE 5</b>	188	188	188	188	188	188	188
<b>Tempo de Resfriamento</b>	25	25	25	25	25	25	25
<b>RPM Rosca</b>	300	300	300	300	300	300	300
<b>Temp. zona 1 °C</b>	240	240	240	240	240	240	240
<b>Temp. zona 2 °C</b>	220	220	220	220	220	220	220
<b>Temp. zona 3 °C</b>	210	210	210	210	210	210	210
<b>Temp. Bico °C</b>	180	180	180	180	180	180	180
<b>Tempo de Injeção (s)</b>	2,2	2,2	2,2	1,9	1,9	2,5	2,5
<b>Tempo Total de ciclo (s)</b>	33,8	33,8	33,8	33,6	33,6	34,2	34,2

Fonte: AUTOR

### 3.2.3 Obtenção dos corpos de prova de ráfias estiradas

Foram preparados através do processo de extrusão plana, 6 amostras de ráfias com o título de 1100 Dtex, com largura de 4,9 mm, taxa de estiragem de 5,6x e es-

peSSura final de 27,1 micras, variando os valores do percentual de carbonato (*masterbatch*) para o processamento em: PP base (H503 HS) + 3,0 %, 7%, 10%, 15%, 17% e 20 % de CaCO<sub>3</sub> (*masterbach*).

Neste caso não foi possível fazer a amostra de 100% de PP, devido ao auto fibrilamento da r fia, durante seu processamento, quando da n o utiliza o do CaCO<sub>3</sub> como antifibrilante.

Para a confec o das amostras de r fias, o material j  na forma de pellet, foi processado em uma extrusora StarEx 1600 (2012) com capacidade de 650 kg/h e velocidade final de bobinagem de at  550 m/min (Tabelas 6, 7 e 8).

**Tabela 6** - Condi es de temperaturas de processo utilizadas para a moldagem das r fias na extrusora plana (par metros de trabalho)

Par�metros Temperatura (�C)	% de CaCO <sub>3</sub>					
	3%	7%	10%	15%	17%	20%
<b>Zona de Alimenta�o</b>	55	55	55	55	55	55
<b>Canh�o Zona 1</b>	245	245	245	245	245	245
<b>Canh�o Zona 2</b>	255	255	255	255	255	255
<b>Canh�o Zona 3</b>	265	265	265	265	265	265
<b>Canh�o Zona 4</b>	270	270	270	270	270	270
<b>Canh�o Zona 5</b>	270	270	270	270	270	270
<b>Canh�o Zona 6</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Canh�o Zona 7</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Canh�o Zona 8</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Filtro</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Bomba</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Adaptador</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Matriz Zona 1</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Matriz Zona 2</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Matriz Zona 3</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Matriz Zona 4</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Matriz Zona 5</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Matriz Zona 6</b>	275	275	275	275	275	275
<b>Estufa Estiragem</b>	180	180	180	180	180	180
<b>�gua de Banho</b>	35	35	35	35	35	35
<b>Aquec. �leo dos Cilindros</b>	Ligado	Ligado	Ligado	Ligado	Ligado	Ligado

**Tabela 7** - Condições de velocidades de processo utilizadas para a moldagem das ráfi as na extrusora plana (parâmetros de trabalho)

Parâmetros Velocidade	Unidades	% de CaCO <sub>3</sub>					
		3%	7%	10%	15%	17%	20%
Rotação da Rosca	RPM	67	67	67	67	67	67
Rotação da Bomba	m/min	44	44	44	44	44	44
Arraste	m/min	102	102	102	102	102	102
Torre	m/min	102	102	102	102	102	102
1º Estiro	m/min	107	107	107	107	107	107
2º Estiro	m/min	513	513	513	513	513	513
3º Estiro	m/min	500	500	500	500	500	500
4º Estiro	m/min	485	485	485	485	485	485
5º Estiro		475	475	475	475	475	475

Fonte: AUTOR

**Tabela 8** - Condições de pressão de processo utilizadas para a moldagem das ráfi as na extrusora plana (parâmetros de trabalho)

Parâmetros de Pressão	Unidades	% de CaCO <sub>3</sub>					
		3%	7%	10%	15%	17%	20%
Cilindro da torre	Bar	4,0 à 5,0	4,0 à 5,0	4,0 à 5,0	4,0 à 5,0	4,0 à 5,0	4,0 à 5,0
Pressão no filtro	Bar	90 à 150	90 à 150	90 à 150	90 à 150	90 à 150	90 à 150
Pressão Bomba	Bar	50 à 55	50 à 55	50 à 55	50 à 55	50 à 55	50 à 55
Pressão pós Bomba	Bar	80 - 100	80 - 100	80 - 100	80 - 100	80 - 100	80 - 100

Fonte: AUTOR

### 3.3. Índice de fluidez (IF)

A fim de se avaliar a influência das diferentes concentrações de cargas no índice de fluidez do compósito com matriz de PP, foram determinados os valores de índice de fluidez para as diferentes misturas. As análises do IF (índice de fluidez) foram realizadas em plastômetro da DSM MI-1, no laboratório de ensaios do SENAI - CIMATEC, segundo norma ASTM D-1238 com temperatura de 230°C e carga de 2160 gramas,

tempo de espera entre as amostras de 20s, tempo de estabilização do material de 100s. As amostras foram secas por 3 horas à 100°C em estufa, antes do ensaio.

### **3.4 Estudo das propriedades morfológicas**

Foi executada uma análise morfológica, dos corpos de provas dos compósitos e das amostras na forma injetada e de rafia, no Laboratório de Microscopia do SENAI CIMATEC. Nas amostras injetadas, as imagens foram obtidas na superfície de fratura de corpos de prova. Todas as amostras, injetadas e rafia, passaram por um processo de deposição de carbono na superfície para que fosse possível executar a análise no MEV. Este procedimento foi executado no equipamento da marca Denton Vacuum modelo Desk V com o equipamento auxiliar Carbon Yarn Accessor, também da Denton Vacuum. Já a microscopia eletrônica de varredura foi realizada no MEV marca Jeol e modelo JSM-6510 LV.

### **3.5 Estudo das propriedades térmicas**

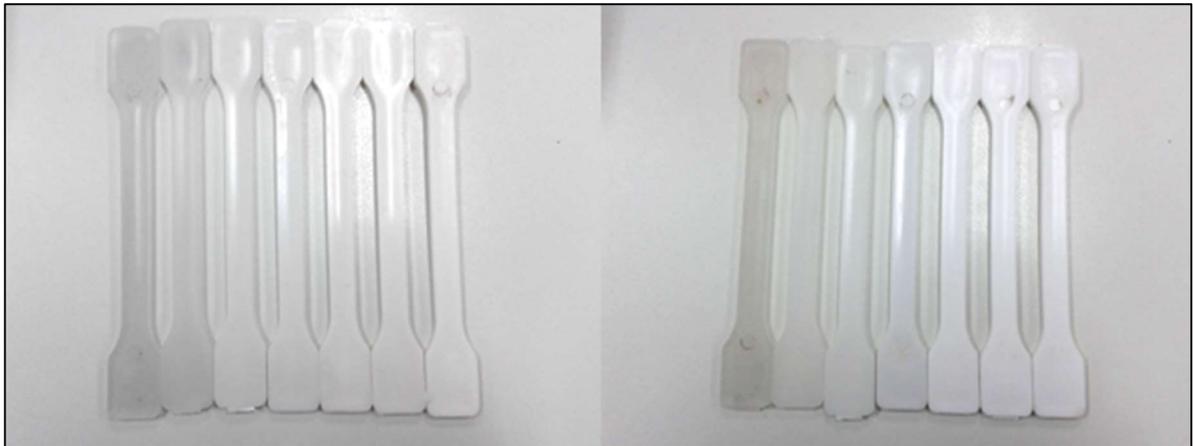
Calorimetria diferencial por varredura (DSC). A avaliação do DSC foi realizada no aparelho Q100 Universal V4.3A da TA Instruments no Centro de Tecnologia e Inovação da Braskem em Triunfo / RS, conforme as seguintes normas: ASTM D 3418; ASTM E 793; ASTM E 794 e ASTM E 968. O ensaio foi realizado em amostra de filme plano (Rafia) de PP com 10% de CaCO<sub>3</sub>, antes e depois do processo de estiramento, na faixa de temperatura de -20°C a 200 °C (10 °C/min) padrão, para avaliação da taxa de cristalização X<sub>c</sub> (%).

### 3.6 Caracterização mecânica

#### 3.6.1 Corpos de prova injetados

Os corpos de prova obtidos com  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com PP, foram caracterizados através de ensaios mecânicos e determinação da resistência ao impacto. A avaliação do módulo de elasticidade e tensão máxima sob tração dos compósitos analisados, foram realizadas através do ensaio de tração na máquina universal Emic modelo DL200, no laboratório de ensaios do SENAI - CIMATEC, conforme a norma ISO 527, utilizando-se a distância entre garras de 115 mm e a aquisição e tratamentos de dados foram realizados pelo Software – da EMIC. O ensaio foi realizado em 5 corpos de prova para os ensaios de flexão e 6 corpos de prova para os ensaios de tração (Figura 25), para cada composição, acondicionados no ambiente em que foram realizados os ensaios a uma temperatura de 25°C e umidade relativa de 55%. Os ensaios ocorreram em uma velocidade constante de 50 mm/mim.

**Figura 25** - Corpos de prova (injetados)



Fonte: FOTO DO AUTOR

Para definição da resistência ao Impacto Izod, os ensaios foram realizados na máquina EMIC – AIC, no laboratório de ensaios do CIMATEC, conforme a norma ISO 180, utilizando-se o martelo de 2,7J e entalhe de 2 mm nos corpos de prova.

O ensaio foi realizado em 5 corpos, para cada composição, acondicionados no ambiente em que foram realizados os ensaios a uma temperatura de 25°C e umidade relativa de 55%. Os dados obtidos nos ensaios acima, foram tratados estatisticamente e estão disponíveis para consulta nos anexos.

### 3.6.2 Fitas planas estiradas

A avaliação da resistência a tração, alongamento e tenacidade das ráfias estiradas (Figura 26a), foram realizadas através do ensaio de tração na máquina universal Emic modelo DL3000, no laboratório de ensaios do Grupo CATA (Figura 26b), conforme a norma BS 1932-1, utilizando-se a distância entre garras de 250 mm e a aquisição e tratamentos de dados foram realizados pelo Software – da EMIC.

**Figura 26a** - Amostras de fitas planas (Ráfias)



Fonte: FOTO DO AUTOR

O ensaio foi realizado em 6 amostras, com 10 ensaios para cada composição, (amostra com 7% com 5 ensaios), acondicionados no ambiente em que foram realizados os ensaios a uma temperatura de 25°C e umidade relativa de 55% e uma velocidade constante de 250 mm/mim.

**Figura 26b** - Ensaio de tração em rafia estirada (dinamômetro)

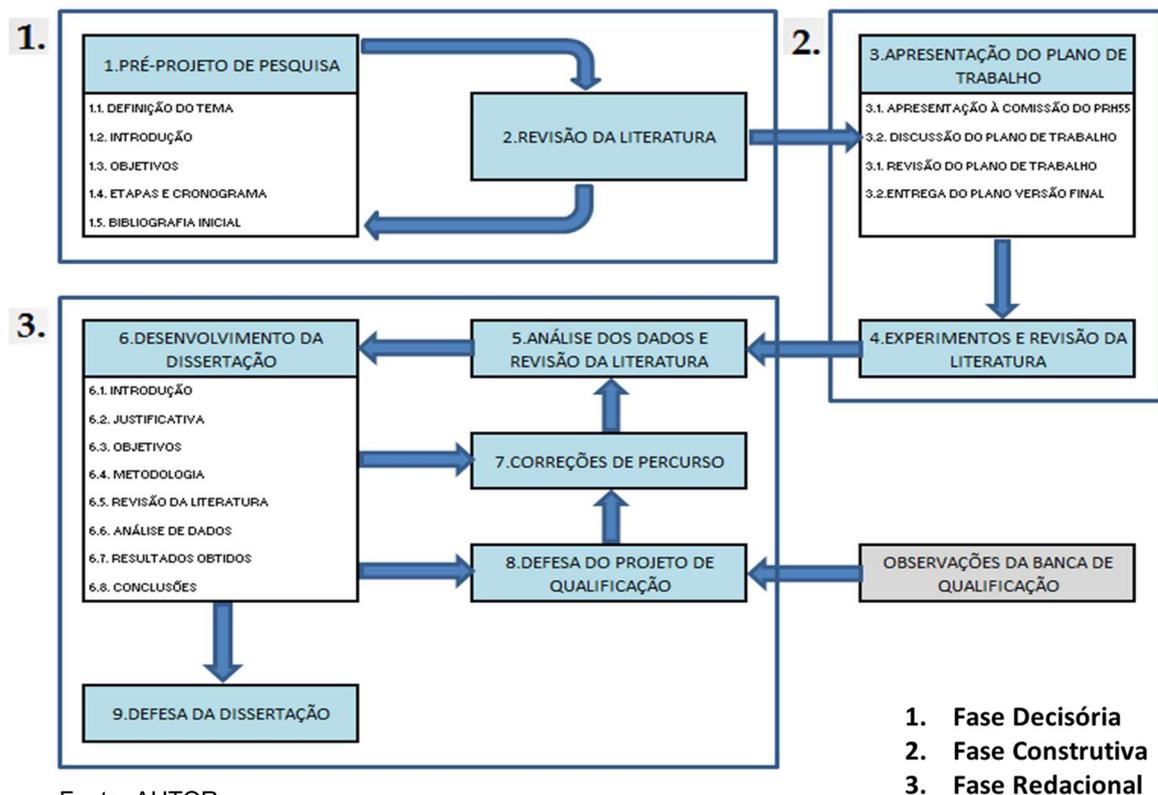


Fonte: FOTO DO AUTOR

### 3.7 Abordagem metodológica e etapas de investigação

Abaixo (Figura 27) encontra-se um resumo metodológico das etapas planejadas para a execução desta pesquisa.

**Figura 27** - Mapa de abordagem metodológica da pesquisa



Fonte: AUTOR

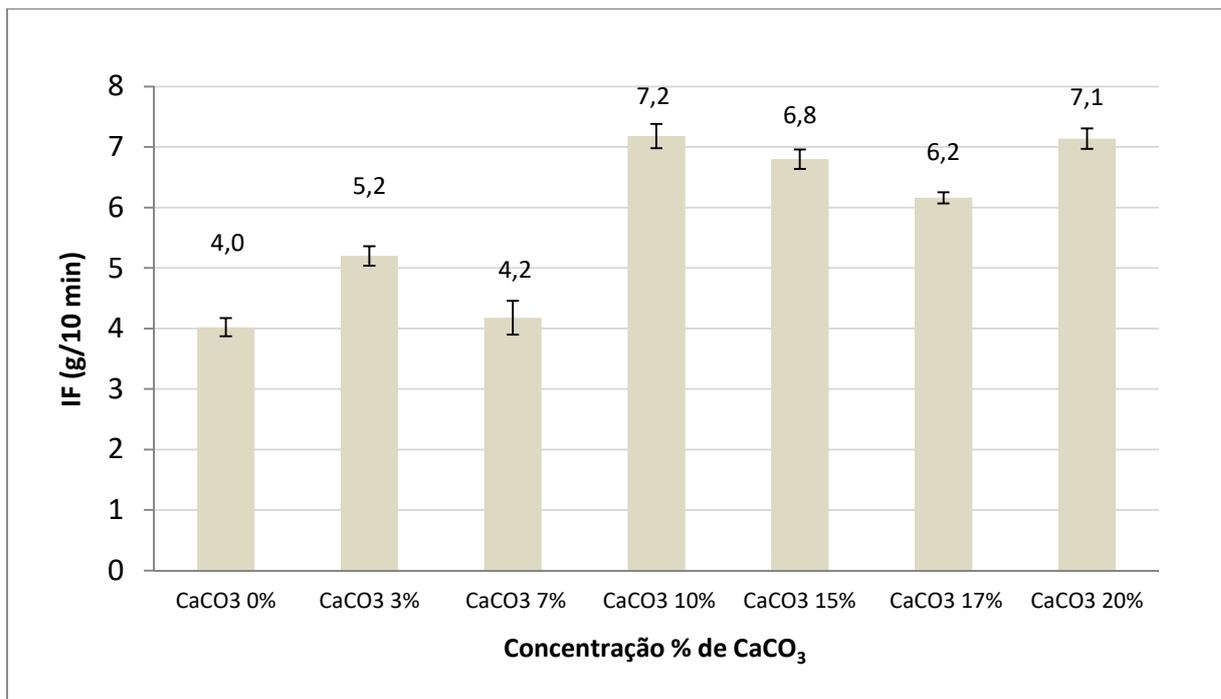
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Amostras injetadas

Conforme citamos no item 2.1.4 deste estudo, a aplicação de agentes dispersivos nas cargas inorgânicas, melhora a interação entre as fases, minimizando a natureza polar do  $\text{CaCO}_3$ , possibilitando como resultado, uma diminuição da viscosidade do polímero fundido (BRETTAS, 2001).

Analisando os resultados obtidos na Figura 28a do ensaio de Índice de Fluidez, é possível verificar que houve variação nos valores do índice de fluidez, sendo os maiores valores obtidos a partir da aplicação de 10% de carga em comparação ao PP puro.

**Figura 28a** – Ensaio de índice fluidez (g/10min) nas amostras injetadas

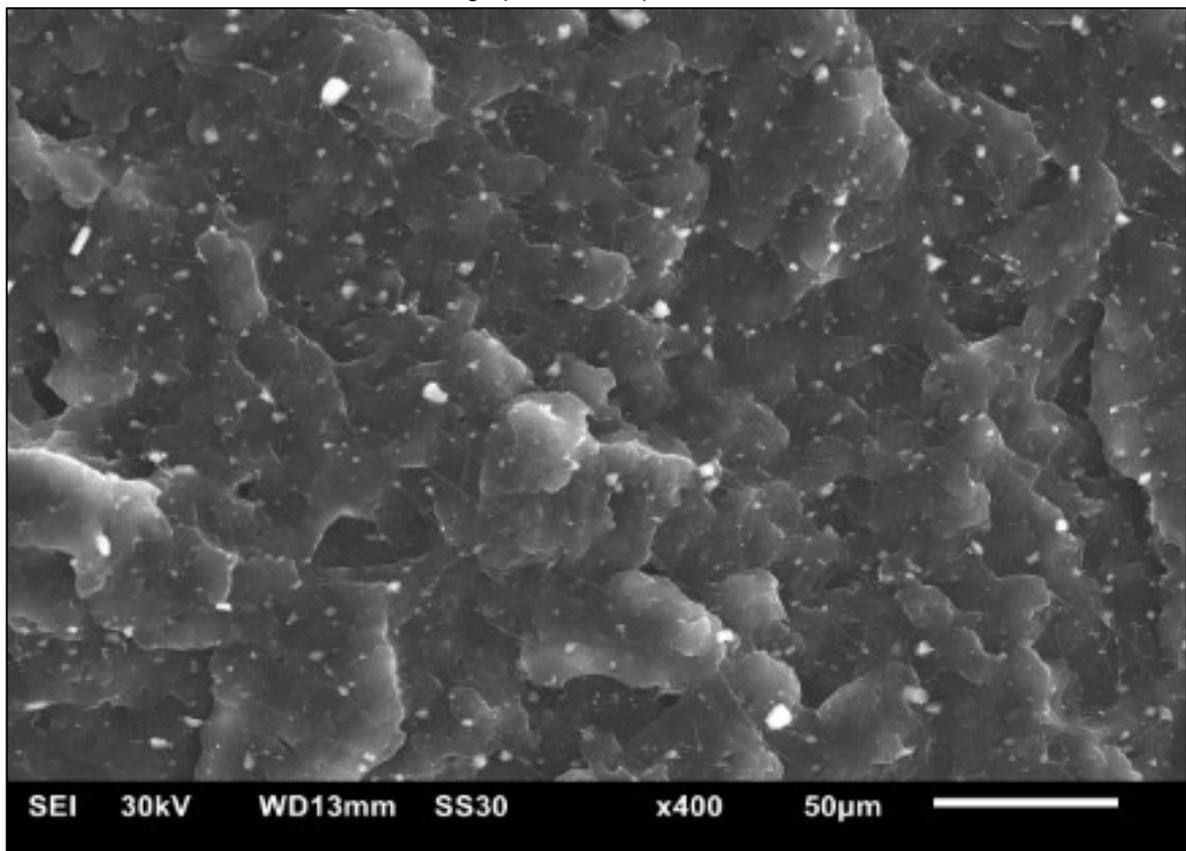


Fonte: AUTOR

Ainda segundo BRETTAS (2001), esse aumento no índice de fluidez ocorre devido às cargas minerais funcionarem como uma espécie de lubrificante para o polímero fundido, facilitando o seu deslizamento e diminuindo a sua viscosidade.

Nas Figuras 28b e 28c, encontram-se apresentadas as micrografias obtidas por MEV. Segundo GUILLET (2003), a redução da viscosidade também ocorre, uma vez que, após tratada, a carga adsorve o polímero mais completamente e rapidamente (Figuras 28b e 28c), devido a diminuição da tensão superficial, aumentando sua dispersão e reduzindo a viscosidade.

**Figura 28b** – MEV (400 X) de amostra injetada, com 10% de  $\text{CaCO}_3$ , indicando boa dispersão da carga pela matriz polimérica

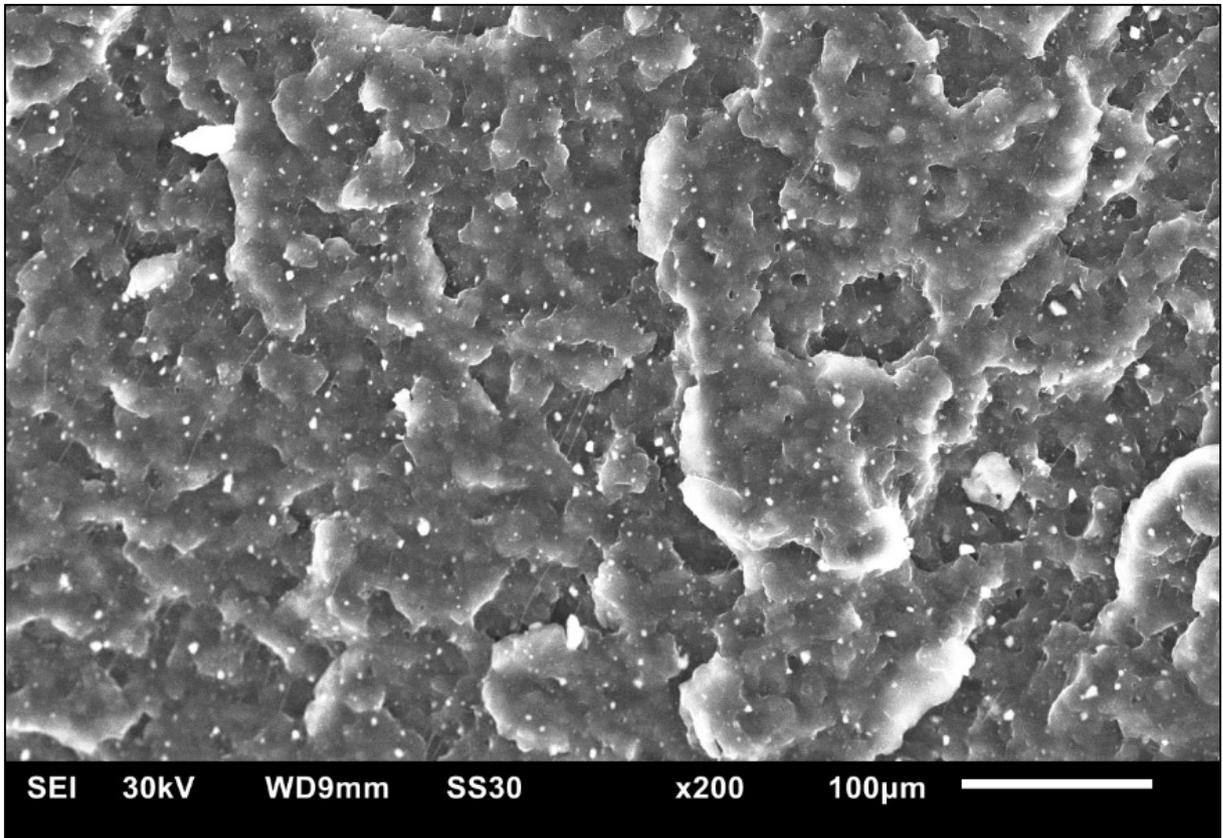


Fonte: AUTOR / CIMATEC

PUKANSZKY et al. (2001), mostraram que compósitos contendo cargas com tamanho de partícula mais baixo, apresentam uma maior dispersão da carga sobre a matriz plástica.

No caso em análise, isto pode ser atribuído à utilização de um *filler* (carga mineral –  $\text{CaCO}_3$ ) com granulometria baixa (entre  $2\mu\text{m}$  ~  $12\mu\text{m}$ ) e tratamento superficial adequado, visto que, a utilização de partículas pequenas e a equalização da tensão superficial da carga proporcionada pelo tratamento superficial, pode ter contribuído para uma melhor dispersão (diminuição de aglomerados) e o aumento da interação polímero-partícula com consequente aumento do índice de fluidez.

**Figura 28c** – MEV (200x) de amostra injetada, com 7% de  $\text{CaCO}_3$ , mostrando boa dispersão das partículas de  $\text{CaCO}_3$  pela matriz polimérica

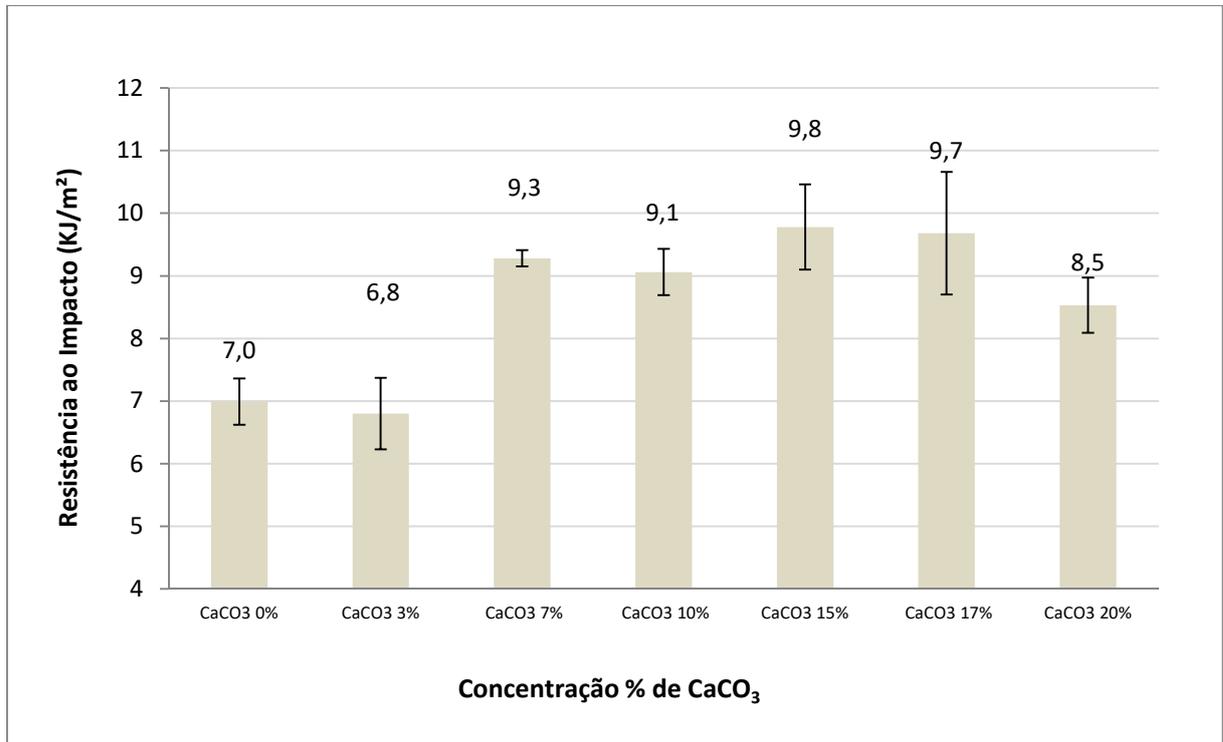


Fonte: AUTOR / CIMATEC

Na Figura 29, encontra-se apresentado os resultados de resistência ao impacto. Pode ser observado um valor mínimo de 6,8  $\text{KJ/m}^2$  para a composição de 3% de  $\text{CaCO}_3$  e um valor máximo de 9,8  $\text{KJ/m}^2$  para a composição de 15%.

No estudo de polímeros é sabido que adição de reforços convencionais pode contribuir para o aumento da rigidez do material, e ao mesmo tempo, reduzir a resistência ao impacto. Segundo ZUIDERDUIN et al. (2003) e COUTINHO et al. (2005), alguns autores relatam incremento na resistência ao impacto quando da utilização de cargas rígidas (PUKÁNSZKY, et Al., 1995; BAKER, et al., 1987; THIO e ARGON, 2002; CHAN, C. et al., 2002).

**Figura 29** – Resistência ao impacto izod com entalhe de 2mm.



Fonte: AUTOR

Entretanto, devido as partículas de CaCO<sub>3</sub> terem a força de tensão superficial muito superior à do polímero, elas tendem a formar grandes aglomerados de cargas na matriz polimérica, resultando geralmente em baixa dispersão e distribuição do filler, além de problemas de processamento e disparando assim microfissuras, o que poderia vir a provocar a fratura do polímero (SVEHLOVA E POULOUCEK, 1987; ZUIDERDUIN et al., 2002).

Também é sabido que a incorporação de cargas particuladas em polímeros provoca um aumento na rigidez do material, elevando seu módulo de elasticidade e reduzindo a sua resistência ao impacto.

Porém, neste estudo, observamos um crescimento no valor desta propriedade. Conforme podemos observar, a boa dispersão da carga na matriz polimérica, apresentada nas Figuras 28a e 28b anteriores, indica que, a utilização do ácido esteárico (tratamento superficial) atuou na diminuição da força partícula-partícula permitindo desta forma que a carga obtivesse melhor dispersão na matriz do polímero, causando assim um efeito positivo na resistência ao impacto.

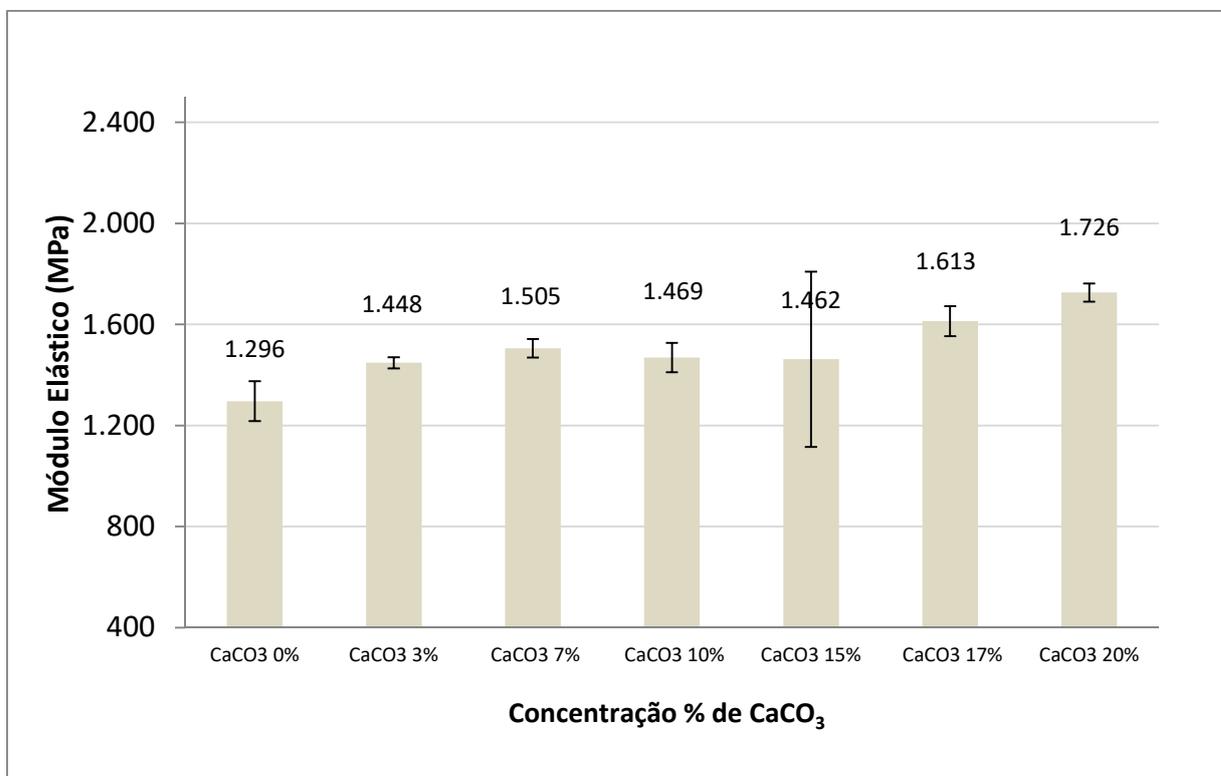
Esta melhor interação na matriz/carga, pode atuar como dificultador para a propagação de trincas, tornando assim necessário, uma maior energia para a ruptura dos respectivos corpos de prova sob impacto.

Na Figura 30 encontra-se apresentado os resultados de módulo de elasticidade sob tração para PP puro e mistura de PP reforçado com diferentes teores de  $\text{CaCO}_3$ .

É possível observar um pequeno crescimento nos valores destas propriedades sendo o menor valor de 1296 MPa para o PP puro até 1726 MPa para a composição com 20% de  $\text{CaCO}_3$ .

Este resultado pode ser atribuído ao fato de, a depender das concentrações utilizadas, a incorporação em matrizes poliméricas de cargas inertes como o  $\text{CaCO}_3$ , restringirem a mobilidade das cadeias reduzindo desta forma, a tenacidade e aumentando o módulo elástico de um polímero dúctil como o PP (ZERBARJAD ET AL., 2004; COUTINHO, 2006 e RABELLO, 2000).

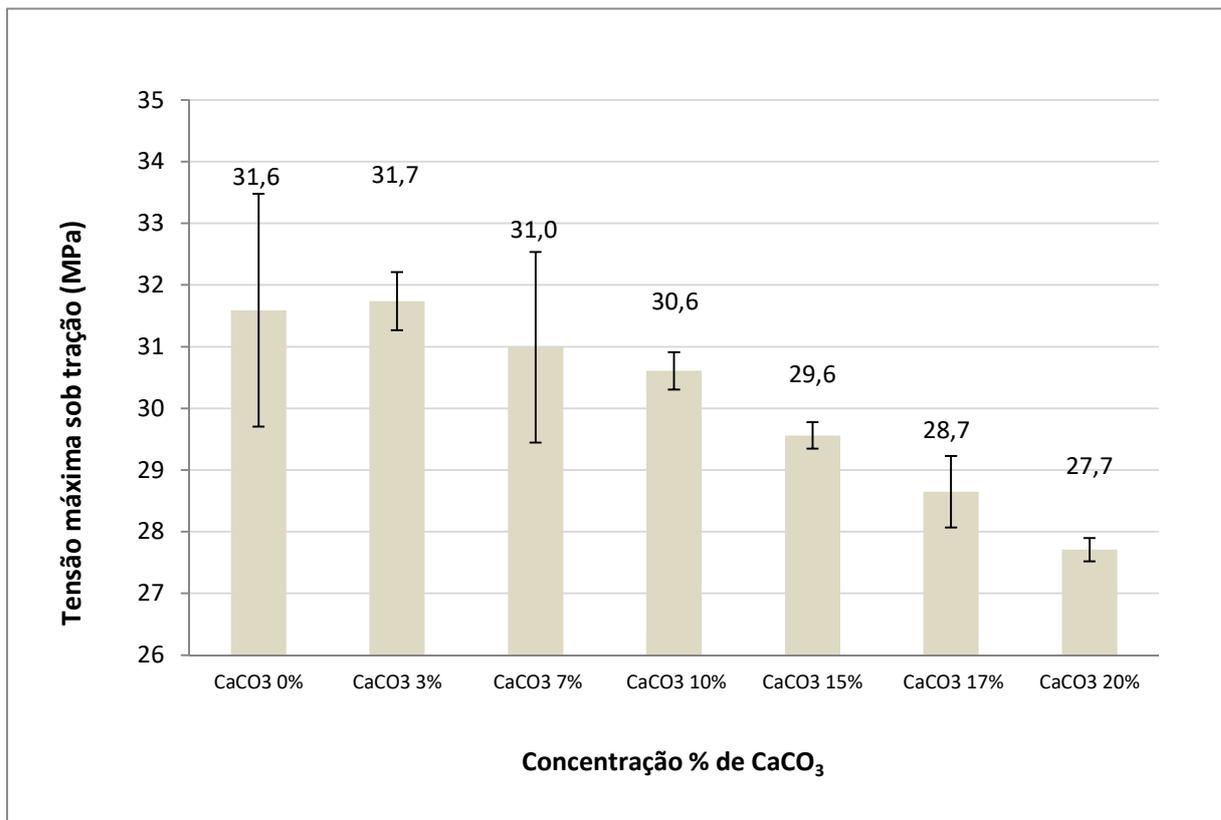
**Figura 30** – Módulo de Elasticidade sob Tração das amostras injetadas



Fonte: AUTOR

A Figura 31a apresenta o resultado de tensão máxima sob tração para o PP puro e mistura de PP aditivado com diferentes teores de  $\text{CaCO}_3$ . Após análise, verificou-se que a partir de 3% da aplicação de carga, houve uma queda contínua nos valores de resistência a tração, até se atingir o valor mínimo de 27,71 MPa na amostra com 20% de disperso, ou seja, uma perda total de 12,3% em relação ao PP puro.

**Figura 31a** – Tensão máxima sob tração das amostras injetadas



Fonte: AUTOR

Como visto acima, a análise dos resultados da curva de tensão máxima na ruptura do material testado, mostra que a adição do  $\text{CaCO}_3$  reduz a tendência do material em se estender, sendo no PP puro o estrangulamento (*neck*), no sentido do comprimento, ter sido diminuído a medida em que se incrementa a quantidade de  $\text{CaCO}_3$  no compósito.

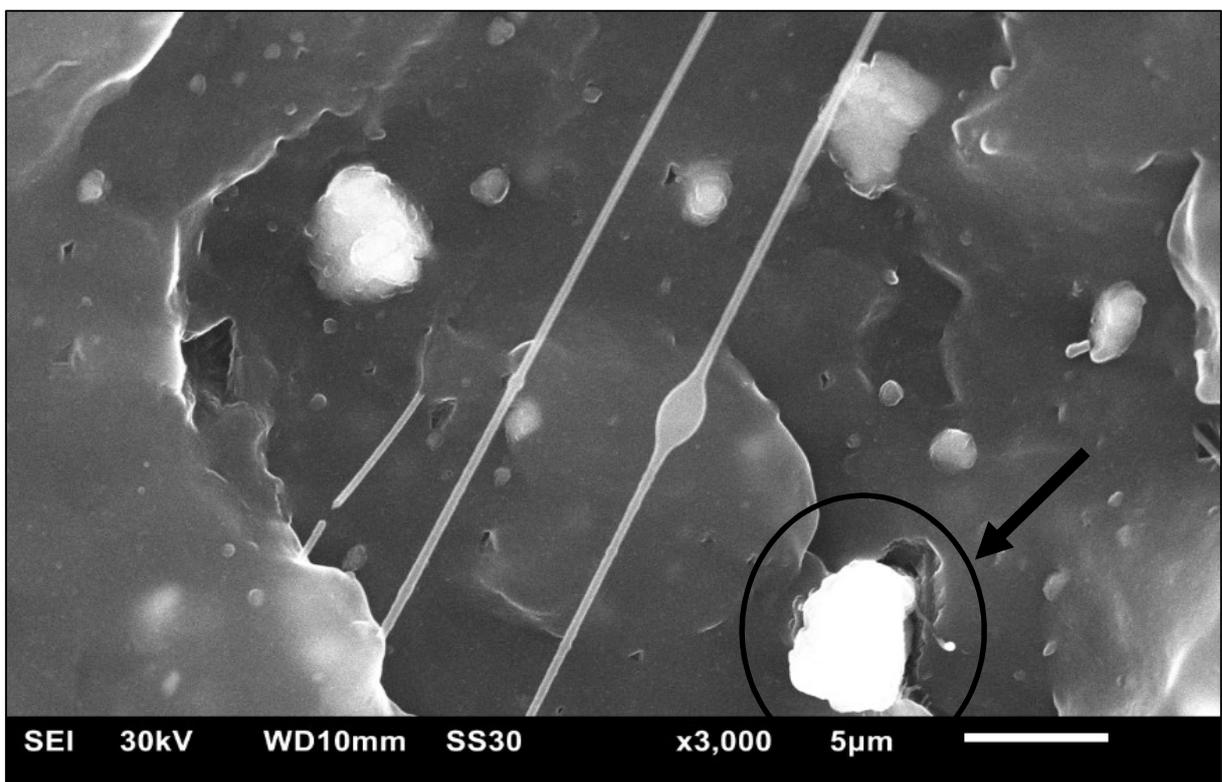
Segundo ZEBARJAD et al. (2004), um aumento no teor de carga adicionado à matriz polimérica promove uma redução nos valores da resistência de ruptura e um aumento do módulo de elasticidade. O grau de adesão em um compósito moldado,

pode ser avaliado pela resistência à tensão e caso esta propriedade seja superior à do polímero puro, significa que a matriz polimérica transferiu parte das tensões para a fase dispersa, sendo esta transferência resultado de deformação elástica longitudinal entre a carga e a matriz e do contato por fricção entre os componentes.

Ainda segundo ZEBARJAD et al. (2004), durante o teste de tração, a grande diferença entre as tendências de deformação da matriz polimérica e do *filler* ( $\text{CaCO}_3$ ), poderá gerar delaminações, tendo como consequência a diminuição da resistência à tração, devido à força aplicada ter sido consumida pela delaminação ao invés do cisalhamento da matriz polimérica.

De acordo com RABELLO (2000), esta adesão está relacionada com as propriedades químicas das cargas, bem como com as conformações moleculares e constituição química da matriz e, normalmente, a fratura do material ocorre devido à quebra da interface e não devido à quebra de um dos componentes conforme podemos observar na Figura 31b (quebra de interface) abaixo.

**Figura 31b** – MEV (x1500) de amostra estirada de rafia com 20% de  $\text{CaCO}_3$  mostrando exemplo de quebra de interface

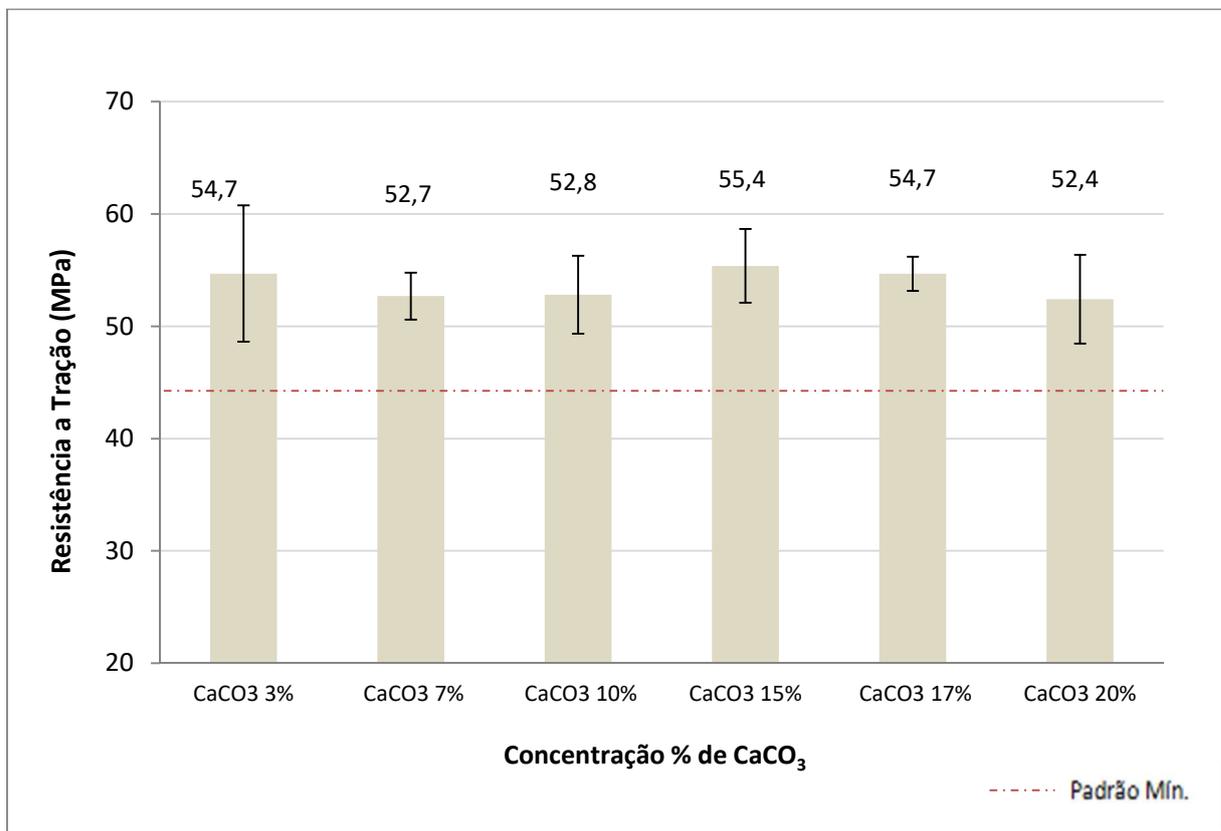


## 4.2 Amostras estiradas

A Figura 32a apresenta o resultado dos ensaios de resistência a tração realizados nos corpos de prova estirados (ráfias estiradas), produzidas em extrusora plana de rosca simples.

Analisando os resultados dos ensaios de resistência a tração realizados nas ráfias estiradas, verificou-se que todos os valores se encontram dentro do limite utilizado pela indústria de rafia, como padrão mínimo de processamento para o produto analisado ( $> 44$  MPa), não havendo alterações significativas desta propriedade após a adição do  $\text{CaCO}_3$ .

Figura 32a – Resistência à tração das ráfias estiradas



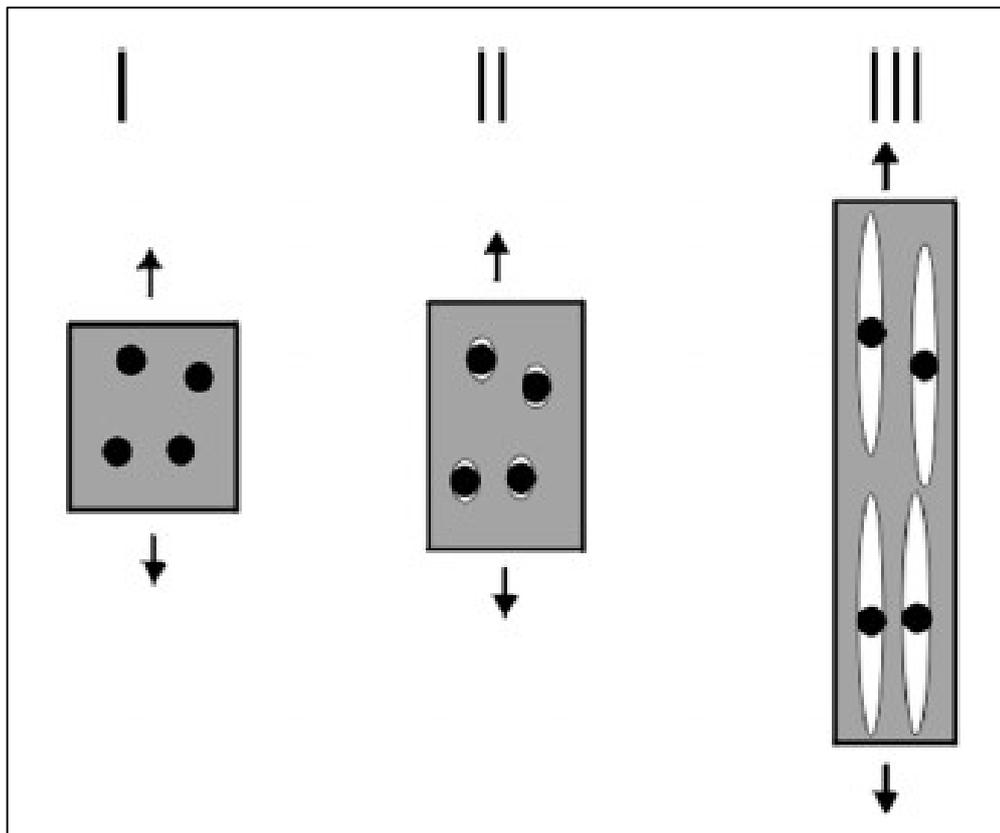
Fonte: AUTOR

Segundo MANRICH (2005), durante o processo de estiragem, entre temperaturas de  $120^\circ\text{C}$  e  $160^\circ\text{C}$ , em meio aos cristais instáveis, existe a região amorfa, que são moléculas aleatoriamente distribuídas, e que por estarem emaranhadas podem participar de um ou outro cristal, ou até mesmo de vários cristais ao mesmo tempo.

Estas moléculas orientadas que pertencem a mais de um cristal, formam uma rede tridimensional entre estes, ou seja, formam pontes fixas interligando os cristais, ancorando um no outro, permitindo desta forma a uniformidade do escoamento das cadeias moleculares durante o processo de estiragem, gerando um filme de espessura uniforme.

Segundo ZUIDERDUIN (2003), o fenômeno da delaminação (*debonding*), se dá durante o processo de estiragem e alinhamento das cadeias poliméricas (Figura 32b), devido ao acúmulo de estresse triaxial gerada ao redor da partícula do filler, que durante o escoamento, cria um descolamento da interface polímero-partícula.

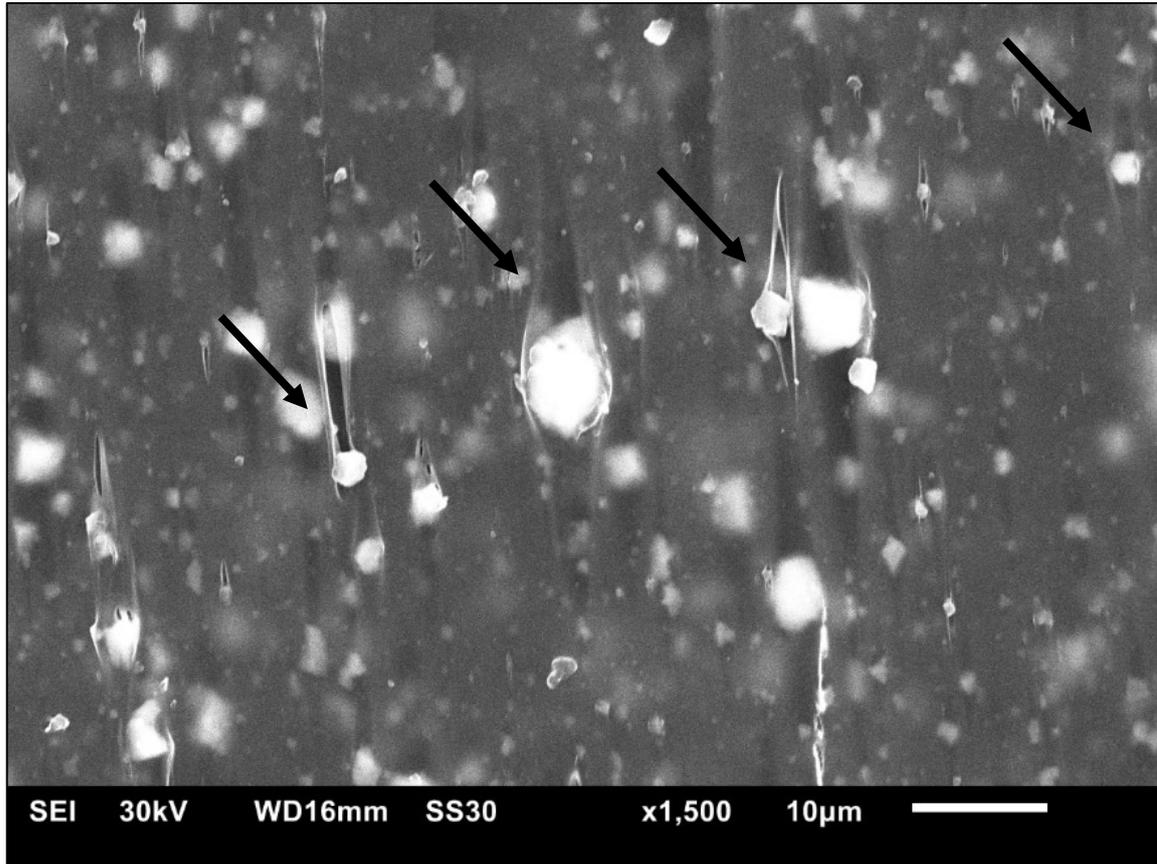
**Figura 32b** – Desenho esquemático do fenômeno de descolamento (*Debonding*)



Fonte: ZUIDERDUIN et al., 2003

Ao que tudo indica, este processo descrito por ZUIDERDUIN (2003), e mostrado na Figura 32c abaixo, não foi forte o suficiente para deteriorar o ancoramento molecular descrito acima por MANRICH (2005).

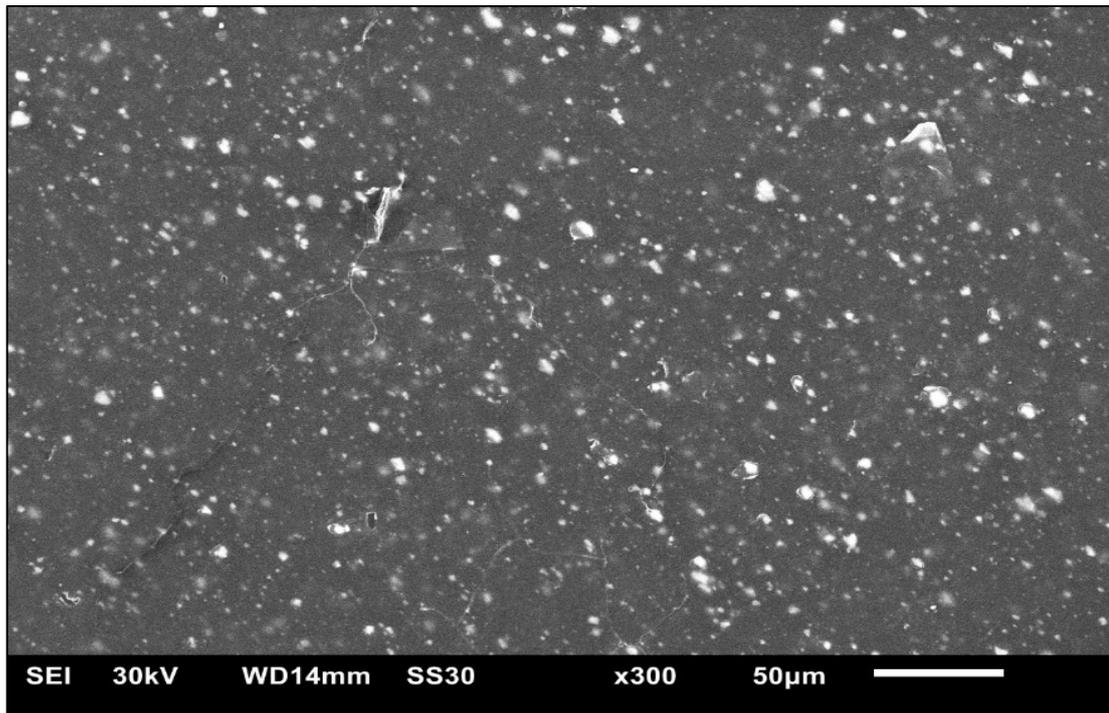
**Figura 32c** – MEV da amostra estirada de r fia com 10%de CaCO<sub>3</sub> mostrando delamina o (*debonding*) ocorrido durante o processo de estiragem da r fia (x3500)



Fonte: AUTOR / CIMATEC

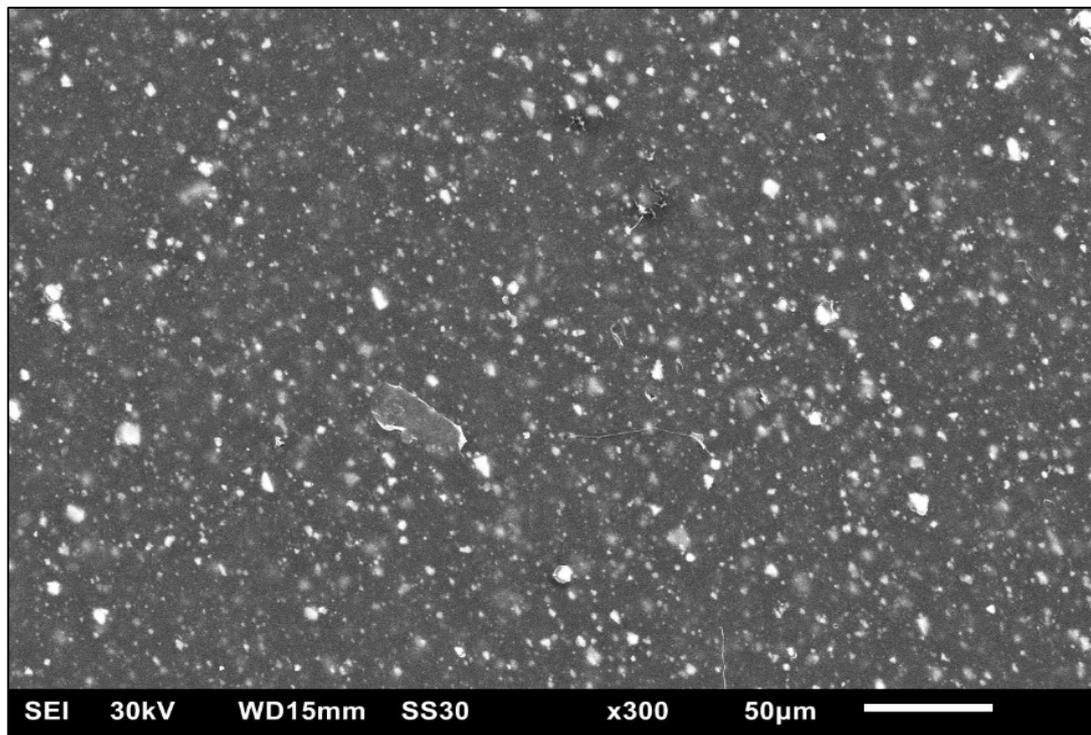
Analisando as Figuras 32d e 32e, resultantes das imagens geradas por microscopia eletr nica de varredura dos filmes extrudados e analisados antes do processo de estiragem, que o tratamento superficial aplicado ao CaCO<sub>3</sub>, foi efetivo ao permitir uma dispers o adequada e uma melhor intera o part cula-matriz, n o afetando os resultados de resist ncia   tra o mostrado no gr fico da Figura 32a, de forma significativa.

**Figura 32d** – MEV da amostra do filme não estirado de r fia com 10% de  $\text{CaCO}_3$  mostrando Boa dispers o e distribui o da carga na matriz polim rica (x300)



Fonte: AUTOR / CIMATEC

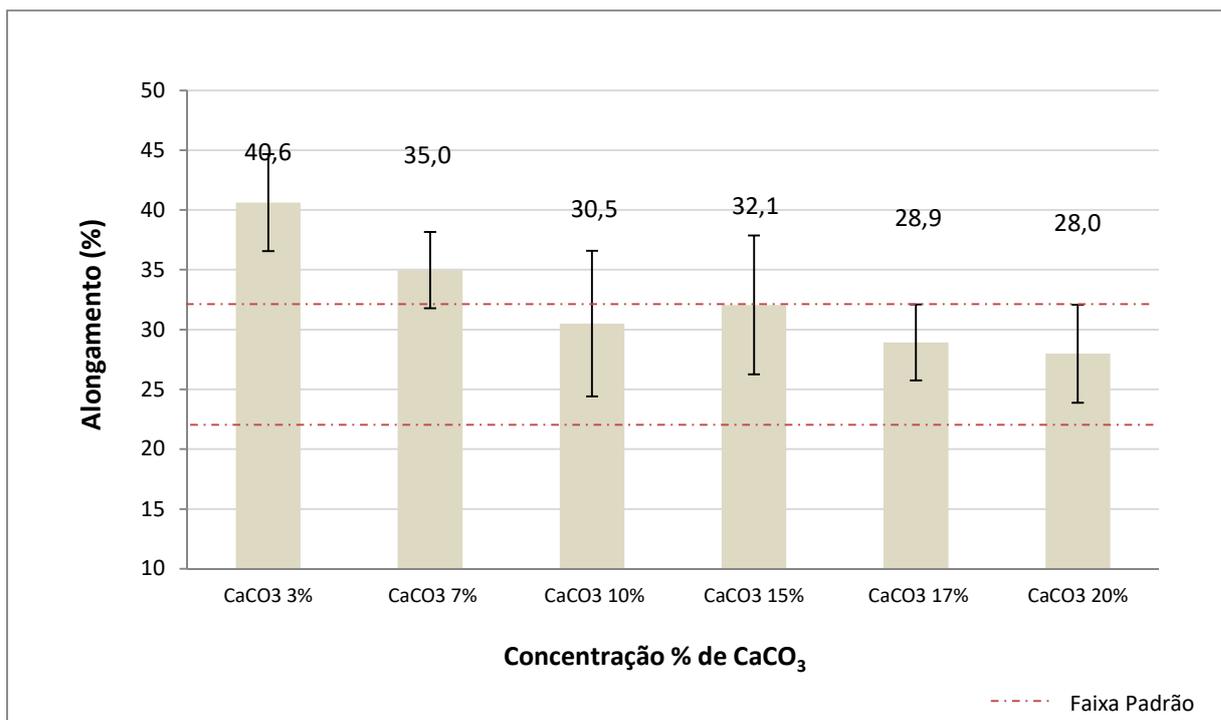
**Figura 32e** – MEV da amostra do filme não estirado de r fia com 15% de  $\text{CaCO}_3$  mostrando Boa dispers o e distribui o da carga na matriz polim rica (x300)



Fonte: AUTOR / CIMATEC

A variação encontrada nos resultados obtidos, na prática não tem significativa relevância para o processo de produção de rafia e tecidos propriamente ditos, entretanto é bom destacar que, um dos objetivos específicos deste trabalho, é verificar a viabilidade técnica e econômica de ráfias obtidas com diferentes concentrações de  $\text{CaCO}_3$  em compósitos com PP, e a maior utilização de volume destes compósitos na produção de ráfias sem perda significativa de propriedades mecânicas, tem como consequência principal, a diminuição de custos no processamento e respectivo ganho econômico no processo de fabricação. A Figura 33a apresenta os resultados de alongamento das amostras de ráfias estiradas. É possível observar variações de 28,0% para a amostra com 20% de  $\text{CaCO}_3$  até 40,6% para a amostra com 3% de  $\text{CaCO}_3$ .

**Figura 33a** – Alongamento % das ráfias estiradas.

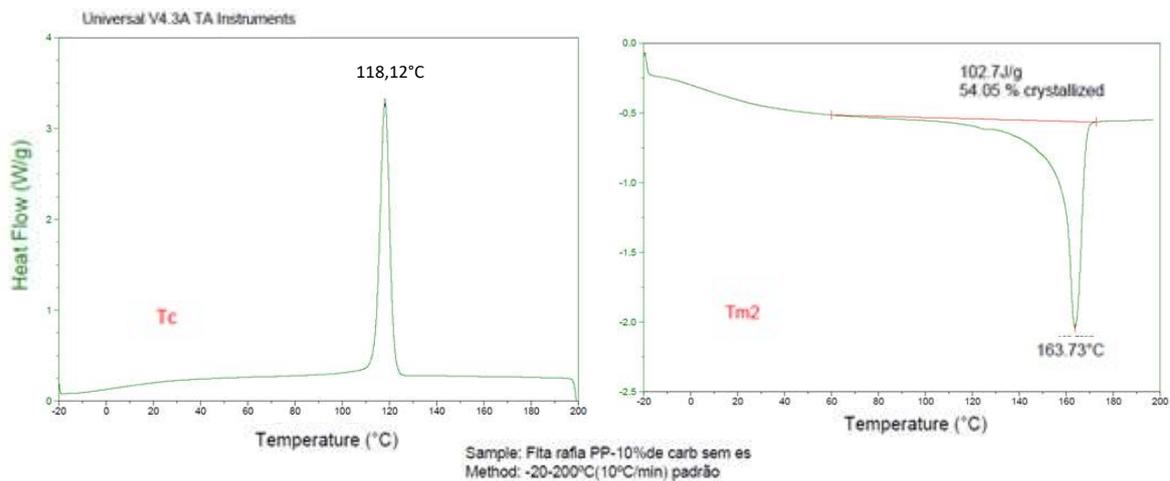


Fonte: AUTOR

Conforme observamos acima, a perda do alongamento pode estar ligada ao fato de que, uma maior quantidade de  $\text{CaCO}_3$ , pode promover um incremento na quantidade de aglomerados e/ou no fenômeno de *debonding* descrito por ZUIDERDUIN (2003), causando desta forma um aumento nos pontos de fratura, reduzindo assim a capacidade de alongamento das ráfias.

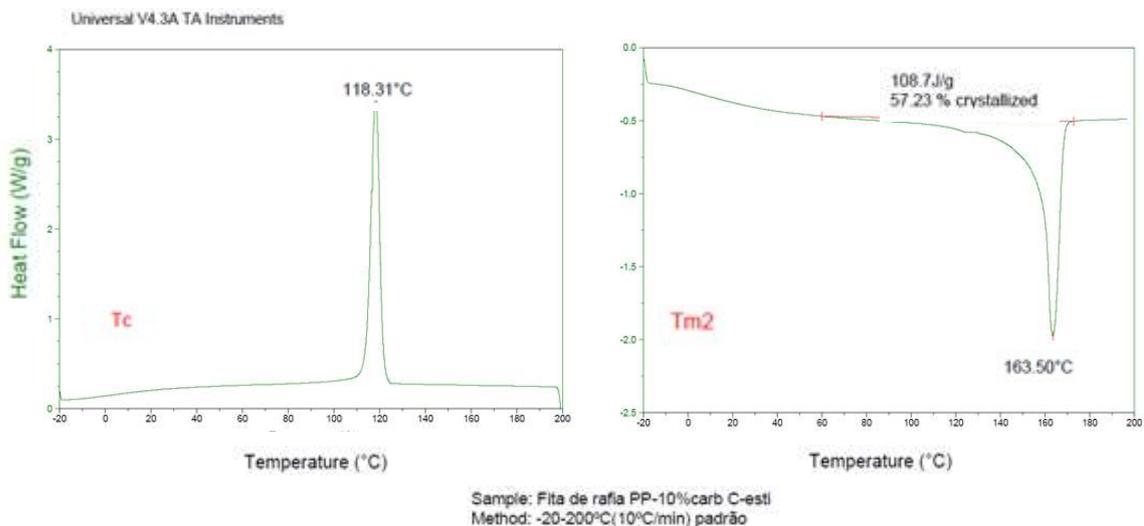
Segundo MANRICH (2005), durante o processo de estiragem, as moléculas da região amorfa ao se alinharem, ficam muito próximas umas das outras, o que pode gerar o fenômeno de cristalização induzida por estiramento. Ou seja, formam-se locais ordenados de grupos de moléculas, onde a energia superficial é semelhante à energia de um núcleo de cristal, logo um filme estirado / orientado adquire maior grau de cristalinidade ao final do processo de orientação. Tal fato pode ser confirmado analisando-se as Figuras 33b e 33c e a Tabela 9, que mostram um crescimento de 5,56% na taxa de cristalização ( $X_c$  (%) – TM2) quando comparadas as fitas não estiradas em relação as ráfias estiradas correspondentes (amostra do compósito com 10% de  $\text{CaCO}_3$ ).

**Figura 33b** – DSC da amostra do filme não estirado de rafia com 10% de  $\text{CaCO}_3$



Fonte: AUTOR / BRASKEM

**Figura 33c** – DSC da amostra da rafia estirada com 10% de  $\text{CaCO}_3$



Fonte: AUTOR / BRASKEM

**Tabela 9** – DSC comparativo das amostras de fitas não estiradas e ráfias estiradas com 10% de CaCO<sub>3</sub> na matriz polimérica de PP

Amostra	T <sub>c</sub> (°C)	T <sub>m2</sub> (°C)	X <sub>c</sub> (%)
Fita de Ráfia PP - 10% de CaCO <sub>3</sub> sem Estiro	118	164	57
Fita de Ráfia PP - 10% de CaCO <sub>3</sub> com Estiro	118	164	54

Fonte: AUTOR / BRASKEM

O efeito prático disto é que, ao se manter controlado o processo de estiragem da ráfia (deformação elástica), também conseguimos controlar o grau de alinhamento longitudinal das cadeias e por consequência o grau de cristalização desejado, para que o material final (ráfia) possa garantir as características de resistência à tração desejadas, sem perda do alongamento projetado.

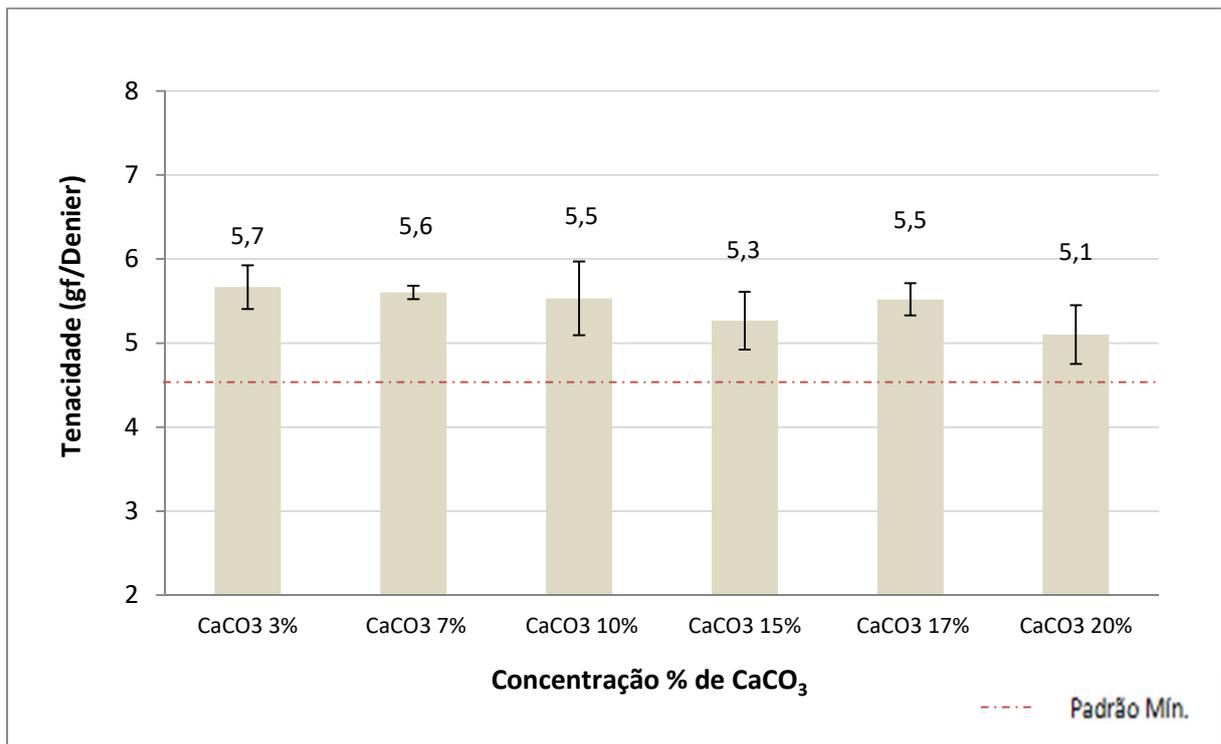
Isto se dá, controlando as temperaturas do banho de água e da estufa, proporcionando desta forma, um controle sobre a cristalização forçada por resfriamento (cristalização em núcleos individuais) e/ou pelo controle da taxa de estiramento, forçando a cristalização induzida por estiramento.

Ambas podem ser controladas e trabalhadas individualmente e/ou em conjunto, durante o processo de extrusão, a fim de se criar sistemas com cristais e/ou esferulitos dos tamanhos adequados a cada finalidade desejada, ou seja, como exemplo: para maior resistência à tração, definimos temperaturas mais baixas na banheira (Item 2.4.2), o que promoverá um resfriamento mais rápido diminuindo o tamanho dos esferulitos o que tornará o produto mais dúctil e resistente ao tracionamento, entretanto perderá alongamento.

Sobre este aspecto, faz-se necessário analisar a relação entre a curva de tensão e o alongamento, uma vez que a mesma nos dá uma importante informação sobre a resistência ao impacto do material e, portanto, sobre sua tenacidade. Ou seja, um material com alta resistência à tração, mas com baixa deformação, tenderá a se romper fragilmente durante o uso.

Na Figura 34 abaixo, podemos constatar que os resultados de tenacidade obtidos nas amostras analisadas, não apresentaram variações significativas, entretanto foram superiores ao padrão mínimo de 4,5 gf/Denier utilizado pela indústria de rafia para este tipo de produto.

**Figura 34** – Tenacidade (gf/Denier) das rafias estiradas.



Fonte: AUTOR

## 5 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, foi possível concluir que, nas amostras injetadas, a partir de 10% de  $\text{CaCO}_3$ , obteve-se um aumento do índice de fluidez, cujo resultado foi atribuído ao efeito lubrificante que o *filler* utilizado pode proporcionar nas formulações devido ao tratamento superficial a ele incorporado. Também pudemos observar que, devido a boa dispersão demonstrada nestas formulações, conforme evidenciado nas imagens obtidas no MEV, houveram incrementos na resistência ao impacto a partir da aplicação de 7% de  $\text{CaCO}_3$ . Observou-se também um pequeno incremento no módulo elástico a partir de 3%, com queda contínua da tensão máxima sob tração a partir de 7% de  $\text{CaCO}_3$ , o que foi atribuído ao fato de que incorporações de cargas inertes, como as aplicadas neste estudo, restringem a mobilidade das cadeias.

Para as amostras estiradas, a adição de diferentes concentrações de carga na matriz polimérica, obtidas em regime de produção industrial, não apresentou significativo incremento na resistência a tração, e pode ser observada uma perda contínua no alongamento percentual, já a partir da aplicação de 7% da carga. Esta perda pode estar ligada ao fato de que, o aumento das concentrações do  $\text{CaCO}_3$  na matriz polimérica, pode estar gerando o aumento de aglomerados e/ou aumentando a ocorrência da delaminação (*debonding*) do *filler*, gerando desta forma um aumento de pontos de fratura influenciando desta forma a perda de alongamento. Vale ressaltar que, durante o processamento industrial das amostras, pudemos observar um incremento na geração de pó gerado durante a estiragem, na medida em que aumentamos a concentração do  $\text{CaCO}_3$ , principalmente nas concentrações acima de 15%, indicando que em altas concentrações o fenômeno de delaminação gerou perda de carga.

Como relatado anteriormente, a produção de rafia é pouco abordada cientificamente. Neste estudo descrevemos o processo de extrusão para a obtenção de rafia e desta forma esperamos estar contribuindo sobre o tema, para que possa ser usada em abordagens acadêmicas posteriores, como revisão bibliográfica.

Sob o ponto de vista econômico, a adição da carga mineral à matriz polimérica, mesmo não trazendo vantagens significativas em termos de melhoramento das propriedades mecânicas das rafia, diminui os custos de processamento. Desta forma,

conclui-se que, em relação às amostras injetadas, 15% de carga adicionada à matriz polimérica produziu materiais com bom índice de fluidez, resistência ao impacto e módulo de Young, ainda que, com baixa tensão máxima de tração. Para as amostras estiradas, e levando-se em consideração o balanço entre as propriedades de resistência a tração, alongamento percentual, tenacidade, geração de pó na extrusão da rafia e a relação custo-benefício da utilização da carga na diminuição do custo de processamento, o teor de 15% também se destaca, na medida que reuniu o melhor conjunto de resultados para a produção de rafia estirada, como sendo: resistência a tração de 55,4 Mpa; 32,1% de alongamento e 5,3 gf/Denier de tenacidade, todos acima das especificações mínimas de processo estabelecidas (parâmetros de fabricação operacional).

Cabe ressaltar que, o aumento do percentual de utilização do *filler* sugerido na conclusão desta pesquisa, teve como base os resultados obtidos pela análise do comportamento do compósito, utilizando o polipropileno H503 HS da Braskem como base.

Portanto, deve-se observar que, alterações de resultados poderão ocorrer, caso sejam utilizados outros *grades* de polipropileno existentes no mercado, para a produção de rafia.

Observamos ainda que devido às suas características abrasivas, o incremento de filler no processo de extrusão de rafia, poderá ensejar um incremento na frequência de manutenções preventivas de alguns equipamentos (extrusoras, bobinadeiras, teares, etc.), ficando a cargo de cada empresa, definir esta frequência em detrimento de suas próprias experiências.

## 6 SUGESTÕES DE PESQUISAS FUTURAS

Como tratamos neste trabalho, é de fundamental importância para a indústria de rafia no Brasil e no mundo, a busca contínua por soluções que possam ao mesmo tempo, baratear o custo da matéria prima, que equivale em média, a 65% de todo o custo de transformação, sem perdas significativas das propriedades mecânicas dos produtos finais. Esta busca não deve se limitar apenas aos processos já estabelecidos e consolidados, como por exemplo a aditivação com  $\text{CaCO}_3$ , tratado nesta dissertação.

Acredito que novas possibilidades poderão vir a ser exploradas para a produção de compósitos para utilização na extrusão de rafias estiradas, principalmente no campo dos compósitos formados com nanopartículas de argila, a exemplo da montmorilonita - MMT.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

**ABIEF**; Associação Brasileira da Indústria de Embalagens Plásticas Flexíveis; <http://www.abief.com.com.br/noticias.php>, Acesso jan 2017.

**ABIPLAST**; Associação Brasileira da Indústria do Plástico; Relatório Anual : Perfil do Plástico, [http://file.abiplast.org.br/download/2016/perfil\\_2015.pdf](http://file.abiplast.org.br/download/2016/perfil_2015.pdf), Acesso dez 2016.

**AFIPOL**, Associação Brasileira dos Produtores de Fibras Poliolefinicas; <http://www.afipol.org.br/>, Acesso fev. 2017.

**AKCELRUD, L.:** Fundamentos da ciência dos polímeros, Barueri, SP, 1ª. edição: Editora Manole Ltda, 2007.

**ALBUQUERQUE**, Jorge Artur Cavalcanti. Planeta Plástico: Tudo o que você precisa saber sobre plásticos, Porto Alegre, RS: Editora Sagra Luzzatto, 2000.

**ANDRADE, S.;** Industrialização e aplicação de carbonato de cálcio na indústria papelera. 2006, 92 f. Monografia (Pós-graduação em tecnologia de celulose e papel) Universidade Federal de Viçosa, Belo Horizonte, 2006.

**ARAÚJO, S.S.; PAIVA, G.P.; CARVALHO, L.H.; SILVA, S.M.L. I,** Influência do tipo de argila organofílica na estabilidade térmica dos nanocompósitos a base de PP. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 16., 2004, Porto Alegre. CBECIMAT. Porto Alegre: UFRGS-PUCRS, 2004. 1 CD-ROM. uma abordagem de planejamento de experimentos. Instituto Politécnico, Nova Friburgo August 30th - September 3rd, 2004.

**A.R.S. in: HORA, JULIANA, D.:** Polipropileno aditivado com talco para melhoria de propriedades mecânicas. 2009, p. 16.

**ASTM D 3418:** (Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers by Differential Scanning Calorimetry).

**ASTM E 793:** (Standard Test Method for Enthalpies of Fusion and Crystallization by Differential Scanning Calorimetry).

**ASTM E 794:** (Standard Test Method for Melting and Crystallization Temperatures by Thermal Analysis).

**ASTM E 968:** (Standard Practice for Heat Flow Calibration of Differential Scanning Calorimeters).

**BAKER R.A., KOLLER L.I., KUMMER P.E.:** Handbook of fillers for plastics, 2nd ed. New York: Van Nostrand Reinhold; 1987.

**BLASS, A.:** Processamento de polímeros, 2ª edição, Florianópolis, SC: Editora da UFSC, 1988.

**BRASKEM,** – Folha de dados (Polipropileno H 503 HS), Revisão 6, abril 2015.

**BRASKEM,** Um panorama do agronegócio no Brasil; Manual soluções em plástico para o agronegócio (2017), <https://www.braskem.com.br/catalogo-de-produtos>, <https://www.braskem.com.br/cms/Principal/Catalogo/Download?CodigoCatalogo=47>; Acesso jan. 2017.

**BRETTAS, R. E. S.; DÁVILA, M. A. –** Reologia de polímeros fundidos. São Carlos: EDUFSCAR, 2000.

**BUDDE, H.O.; KLAUS, R.:** Simpósio sobre Ráfia, São Leopoldo, 1988.

**CALLISTER, W. D.:** Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais –Uma abordagem Integrada. 2ª edição, 2006.

**CNA;** Confederação da Agricultura e Pecuária do Brasil (CNA), [www.cnabrazil.org.br/](http://www.cnabrazil.org.br/), Acesso jan. 2017.

**CANEVAROLO JR., S. V.:** Ciência dos polímeros, Artliber Editora Ltda; 3a. Edição Revisada, pp 256, 2010.

**CARVALHO, L. B.:** Produção de polipropileno bi-orientado (BOPP): tecnologia e aplicações. 2007, p.05.

**CHAN, C.; WU, J.; LI, J.; CHEUNG, Y.:** Polymer Science, Maio 2002, Vol. 43. Issue 10, pp. 2981-2992.

**CHANG, D. H.:** Rheology and Processing of Polymeric Materials, Volume 1, Department of Polymer Engineering the University of Akron, Oxford University Press, 2007

**CHÁVEZ, M.A.,** Curso de Extrusão de Termoplásticos, SENAI CIMATEC, Curso de Especialização em Polímeros, 2013

**CHONG, T. H., SHEIKHOLESAMI, R.:** Thermodynamics and kinetics for mixed calcium carbonate and calcium sulfate precipitation. Chemical Engineering Science, v. 56, n. 18, p. 5391-5400, set. 2001.

**CLIFFORD, Y., CHEN, F. B.:** Polymorphism of CaCO<sub>3</sub> precipitated in a composition environment. AIChE Journal, v. 44, n. 8, 1782-1790 p., 1998.

**COUTINHO, F. M. B. et al.:** Analysis of the Mechanical and Rheological Behavior of mixtures of Polypropylene and Calcium Carbonate; 8º Congresso Brasileiro de Polímeros, UNICAMP, SP, 2005

**COUTINHO, F. M., OLIVEIRA, C. M. F.:** Reações de Polimerização em Cadeia: Mecanismo e cinética. 1ª edição, São Paulo, Editora: Interciência, 2006.

**CRISTIANA, D.:** A situação atual da indústria de polipropileno, São Paulo, 1996, p.08.BNDES.

**DALLAROSA, A. Z.:** Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia de Produção – Universidade Tecnológica do Paraná; PR/ 2011

**DE MUYNCK, W; VERBEKEN, K.; DE BELIE, N.; VERSTRAETE, W.:** Influence of urea and calcium dosage on the effectiveness of bacterially induced carbonate precipitation on limestone. Ecological Engineering, 13 p., 2009.

**DIAZ, F.R.V.,** Obtenção de argilas organofílicas partindo-se de argilas esmectíticas e do sal quaternário de amônio. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 43., 1999, Florianópolis. Anais. [S.1. ]: Associação Brasileira de Cerâmica, 1999. 1 CD-ROM

**DIAS, R M.T.C.; SILVA, A. H. M.F.T.; SANT'ANNA, D. J.; ROCHA, M. C.G.:** Misturas de polipropileno e carbonato de cálcio: uma abordagem de planejamento de experimentos. Instituto Politécnico, Nova Friburgo August 30th - September 3rd, 2004.

**FREITAS, E.:** [Brasilescola.com/geografia/naftacombustivel.htm](http://Brasilescola.com/geografia/naftacombustivel.htm), 2013

**GONÇÁLVES, L.:** “O barco joga mas não afunda”, PLÁSTICOS EM REVISTA - ESPECIAL - São Paulo - SP - MAR/2016 - Nº 623 - Pág. 1,4,32 a 34, maio 2016.

**GONZÁLES, J.; ALBANO, C.; REYES, J.; ICHAZOS, M.; BRITO, M.; MORONTA, D.;** Polymer Degradation and Stability, volumen 76, Issue 2, 2002, pp 191-203

**GUILLET, A.:** Treatment of fillers with organofunctional silanes, technology and applications. Macromolecular symposia, Weinheim, v. 194, n. 1, p. 63-74, 2003.

**GUIMARÃES, J. E. P.:** A indústria da cal no Brasil: panorama do setor no início da década de 80. 2ª Ed. São Paulo: Associação Brasileira dos Produtores de Cal, 1990. 43 p.

**GUIMARÃES, J. E. P.:** Utilidades da cal no meio rural. 2ª Ed. São Paulo: Associação Brasileira dos Produtores de Cal, 1996. 51 p.

**GUTOWSKY, W.:** Effect of fibre-matrix adhesion on mechanical properties of composites. In: Controlled Interphases in Composite Materials. 2. Ed. New York: Elsevier, 1990. P. 505 – 520..

**HAN, C. D.:** Multiphase flow in polymer processing. Part 1. Academic Press. New York. 1981.

**JANCAR, J.:** Polymer Engineering Science, Junho 1990, Vol 30 no 12.

**JORNAL DE PLÁSTICOS:** Maio,2000.

**KUN Y., QI Y., GUANGXIAN L., YAJIE S., DECAI F.:** Morphology and mechanical properties of polypropylene/calcium carbonate nanocomposites; College of polymer science and engineering, the state key laboratory for polymer material engineering, Sichuan University, Chengdu 610065, PR China, 2005.

**LIAW, C. M.; ROTHON, R. N.; HURST, S. J.; LEES, G. C.:** Effects of various fillers on the sliding wear of polymer composites. Composite Interfaces, Zeist, v.5, n.9, p. 503-512, 1998.

**LIMA, P. F.:** Dissertação do Curso de Tecnólogo de Produção em Plásticos – Faculdade de Tecnologia Zona Leste; SP/ 2011

**LOBO, R. P.:** Influência da adição de carbonato de cálcio nas propriedades mecânicas de compósitos de polipropileno para a produção de ráfias, Monografia (Especialização em Polímeros) – Faculdade de Tecnologia Senai – CIMATEC, Salvador, 2012

**MANRICH, S.:** Processamento de termoplásticos, rosca única, extrusão e matrizes, injeção e moldes; São Paulo: Artiliber Editora, 2005

**MANNHEIMER, W. A.:** Microscopia dos Materiais Uma Introdução. Edição Sociedade Brasileira de Microscopia e Micro Análise; ISBN 85-87922-54-8 | 1a Ed. 2002 | Editora E-papers.

**MOLNÁR, S.;; PUKANSZKY, B.; HAMMER, C.: Maurer, F.H.J.:** Polymer, 41,1529 (2000)

**NEWELL, J. A.:** Ciencia de materiales aplicaciones em ingeniería, Rowan University, Alfa ômega grupo editor, S.A. de C.V., México, 2012.

**OSMAN, M. A.; A ATHALLAH; U.V. SUTER.:** Influence of excessive filler coating on the tensile properties of LDPE – calcium carbonate composites., Polymer, 2004 - Elsevier

**PAOLI, M.A.:** Principais tipos de aditivos para termoplásticos e suas Funções, 2010.S.I., S.d.

**PT. CHEMTECH PERKASA RAYA.:** Certificate of analyses, chemical analysis of raw material (Omyacarb2 – GD), Serang, 2013.

**PUKÁNSZKY, B.** In: Polypropylene: structure, blends and composites. Edited by J. Karger-Kocsis. London: Chapman & Hall; 1995, Chapter 1. P. 1- 69.

**PUKÁNSZKY, B.; VOROS, G.:** Effect of a soft interlayer with changing properties on the stress distribution around inclusions and yielding of composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. V. 32, n. 3-4, p. 343-352, 2001.

**RABELO, M. S.:** Aditivação de Polímeros, São Paulo – SP, Ar: Artliber Editora Ltda; 2000.

**RAUNWENDAAL, C.,** Understanding Extrusion, 2nd edition, Hanser Publications, Cincinnati, 2010.

**ROSSINI, E. L.:** Obtenção da blenda Polimérica PET/PP/EVA a partir de “garrafas PET” e estudo das modificações provocadas pela radiação ionizante. São Paulo, 2005, p.46.

**RUDIN, A.; CHOI, P.:** Ciência e engenharia de polímeros; The elements of Polymer Science and engineering, terceira edição, Elsevier editora Ltda., SP, 2015.

**SAKAHARA, R.M.**, Estudo da formação da fase cristalina beta nos compósitos de polipropileno contendo anidrido maléico e carbonato de cálcio. In: Dissertação apresentada à escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de mestre em Eng. De materiais, USP, São Paulo, 2012.

**SARANTÓPOULOS, et. al.:** Embalagens Plásticas Flexíveis, CETEA/ITAL, 2002, p.267.

**SATYAM POLYPLAST**, Certificate of analyses, technical data sheet of filler MB (ST polywhite stiff SPL), product code: ST 10B004 S, base Omyacarb 2T, India, março, 2014.

**SENAI CIMATEC:** Curso de especialização em polímeros, CIMATEC, 2012.

**SCHLUMPF, H. P.; BILOGAN, W.:** Natural calcium carbonates as a filler for polyolefins. Kunststoffe, München, v. 71, n.11, p. 820-823, 1981.

**SCHLUMPF, H. P.:** Fillers and Reinforcements. In: Gächter, R. & Müller, H. (Eds) Plastics Additives Handbook. 4<sup>th</sup> edition, Hanser, Munich, 1993.

**SOMANI, R.H.; YANG, L.; ZHU, L.; HSIAO, B.** Flow-induced shish-kebab precursor structures in entangled polymer melts. Polymer v. 46, p. 8587–8623, 2005.

**SOUZA, J.A.; CINTRA, J.S.:** Curso de Aperfeiçoamento em tecnologia de Plásticos, UFSC, 2001.

**STARLINGER**, Site: Starlinger.com; <http://www.starlinger.com/en/packaging/extrusion-winding/starex-800/>; Acesso Jan. 2017.

**SUETSUGU, Y.; KIKUTANI, T.; KYU, T.; WHITE, J. L.:** An experimental technique for characterizing dispersion in compounds of particulates in thermoplastics using small-angle light scattering. Colloid and Polymer Science, Darmstadt, v. 268, n.2, p. 118-131, 2005.

**SVEHLOVA, V.; POLOUCEK, E.:** About the influence of filler particle size on toughness of filled polypropylene. Die Angewandte Makromolekulare Chemie, Weinheim, v. 153, n. 1, p. 197-200, 1987.

**THIO Y.S., ARGON A. S. COHEN R.E.:** Weinberg M. Polymer 2002; 43:3661.

**TROMBINI, R.C.:** Juliane Dias da. Polipropileno aditivado com talco para Melhoria de propriedades mecânicas. 2009, p.15.

**VUCAK, M., PERIC, J., KRSTULOVIC, R.:** Precipitation of calcium carbonate in a calcium nitrate and monoethanolamine solution. *Powder Technology*, v. 91, n. 1, p. 69-74, abr. 1997.

**WEN, Y., XIANG, L., JIN, Y.:** Synthesis of plate-like calcium carbonate via carbonation route. *Materials Letters*, v. 57, n. 16-17, p. 2565-2571, mai. 2003.

**WU, S.:** *Polymer interface and adhesion*. New York: Marcel Dekker, 1982.

**XANTHOS, M.; DAGLI, S. S.:** Compatibilization of polymer blends by reative processing. *Polymer Engineering and Science*, Easton, v.31, n. 13, p. 929-935, 1991.

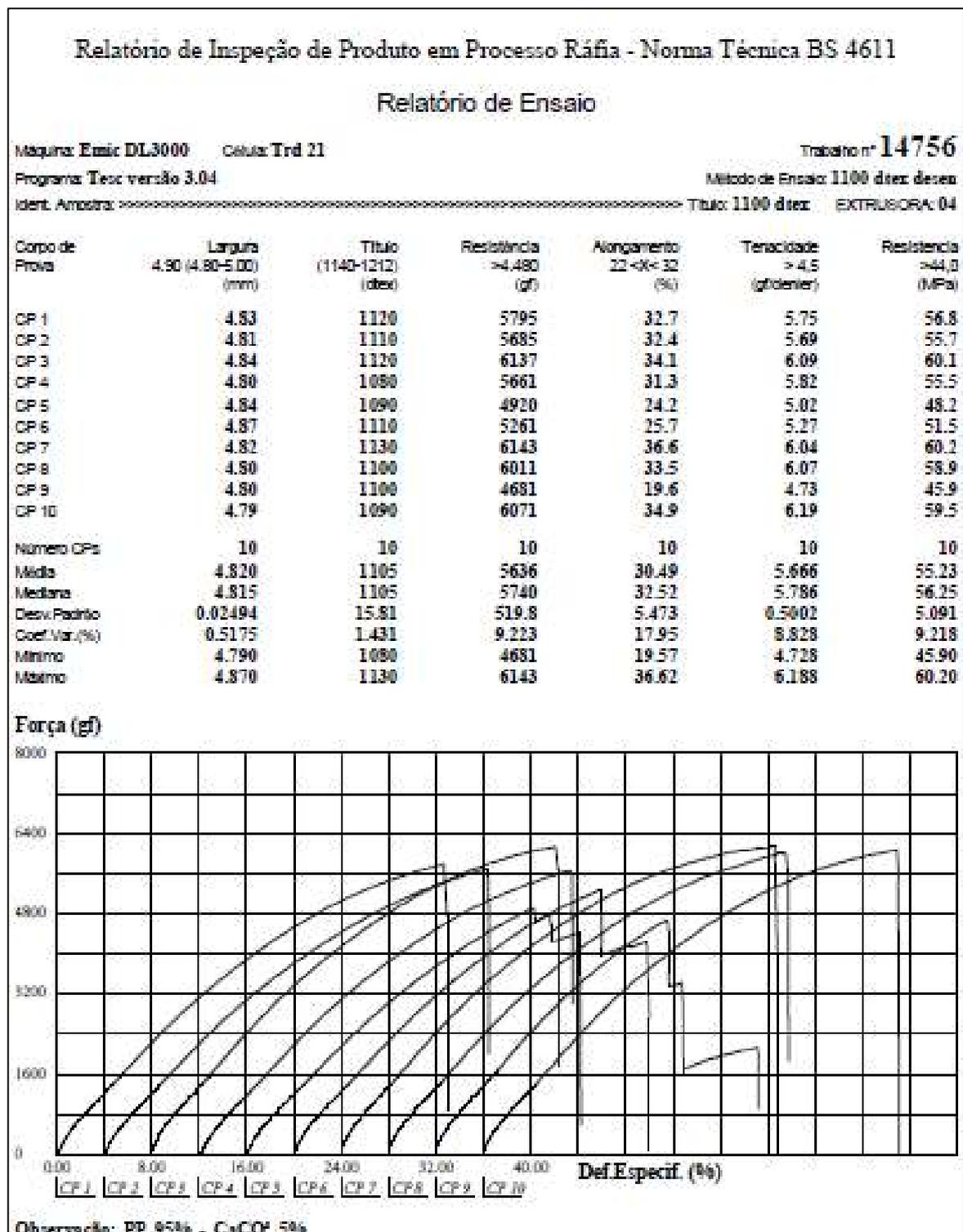
**XIANG, L., XIANG, Y., WANG, Z. G., JIN, Y.** Influence of chemical additives on the formation of super-fine calcium carbonate. *Powder Technology*, v. 126, n. 2, p. 129-133, Jul. 2002.

**ZHANG, L.; Li, C.; HUANG, R.;** *Polym. Sci. B Polym. Phys.* (2004)

**ZEBARJAD, S. M.; TAHANI, M.; SAJJADI, S. A.:** *Journal of Materials Processing Technology*, November 2004, Vol 155-156, pp 1459-1464.

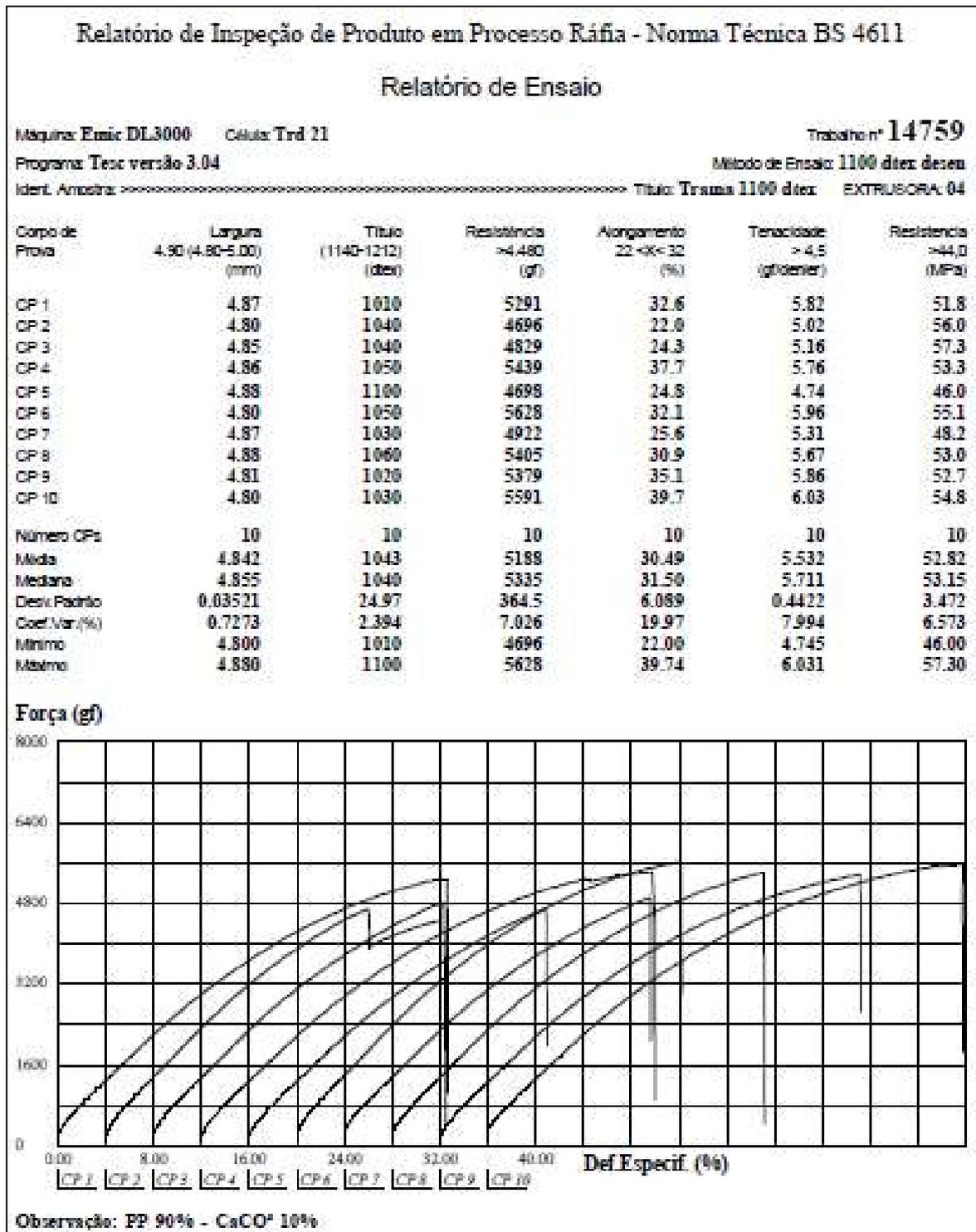
**ZUIDERDUIN, W.C.J.; WESTZAAN, C.; HUÉTINK, R. J.; GAYMANS.:** Toughening of polypropylene with calcium carbonate particles, Department of Chemical Technology, University of Twente, P.O. box 217, 7500 AE Enschede, The Netherlands, *Polymer* 44 (2003) 261-275.



b) 5% de CaCO<sub>3</sub>

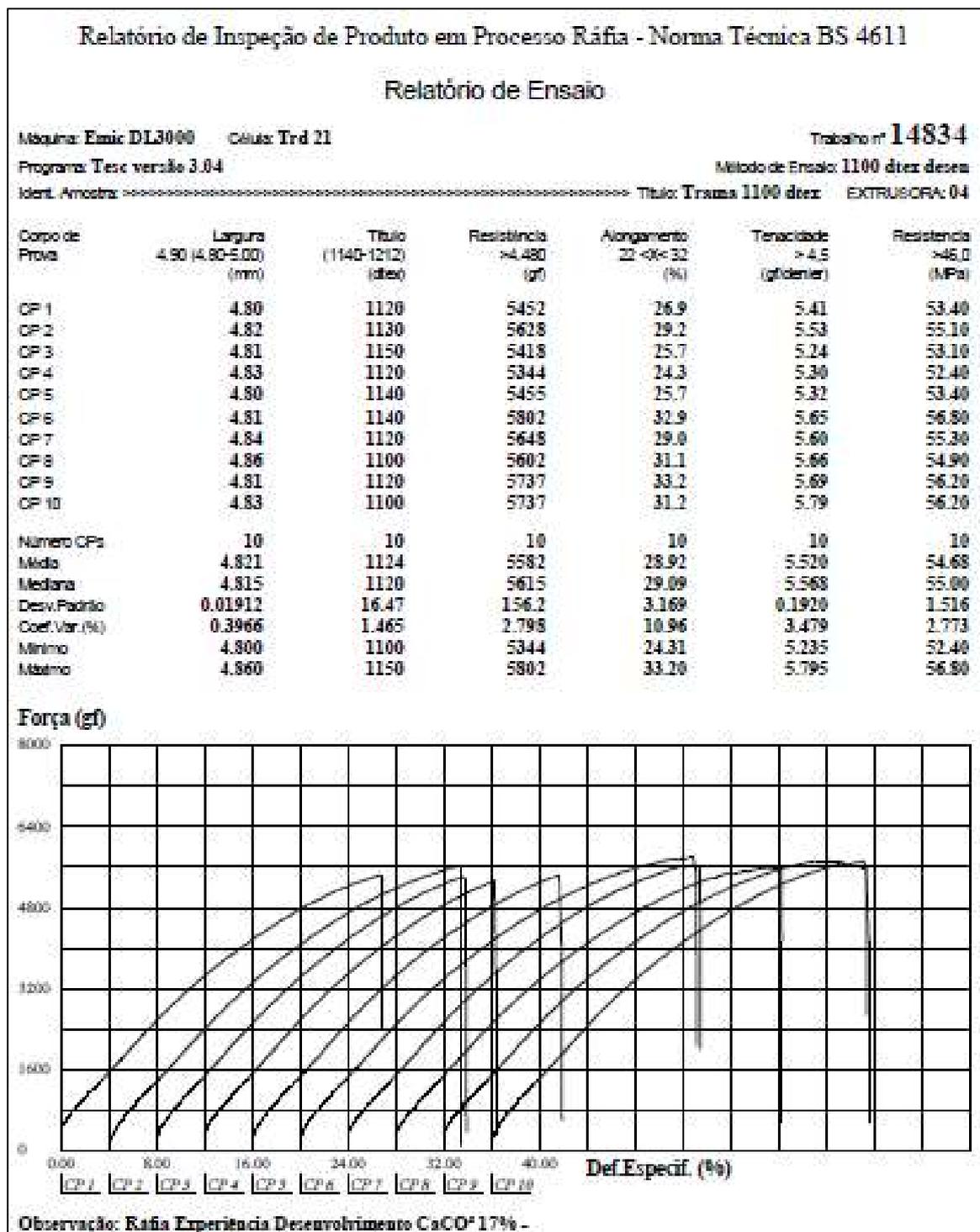
Fonte: Autor



d) 10% de CaCO<sub>3</sub>

Fonte: Autor



f) 17% de CaCO<sub>3</sub>

Fonte: Autor



## 8.2 Tratamento estatístico dos dados

### 8.2.1 Amostras injetadas

#### a) Índice de fluidez (g/10min)

Descrição	CaCO <sub>3</sub> 0%	CaCO <sub>3</sub> 3%	CaCO <sub>3</sub> 7%	CaCO <sub>3</sub> 10%	CaCO <sub>3</sub> 15%	CaCO <sub>3</sub> 17%	CaCO <sub>3</sub> 20%	Média	Correlação
IF	4,0	5,2	4,2	7,2	6,8	6,2	7,1	6,3	1,00
IF Máx.	4,2	5,4	4,6	7,4	7,0	6,3	7,4	6,5	
IF Mín.	3,8	5,0	3,9	7,0	6,6	6,1	7,0	6,1	
IF Médiana	4,0	5,2	4,1	7,1	6,8	6,1	7,1	6,2	
Desv. Pad. IF	0,15	0,16	0,28	0,20	0,16	0,09	0,17	0,18	

#### b) Resistência ao impacto IZOD (KJ/m<sup>2</sup>)

Descrição	CaCO <sub>3</sub> 0%	CaCO <sub>3</sub> 3%	CaCO <sub>3</sub> 7%	CaCO <sub>3</sub> 10%	CaCO <sub>3</sub> 15%	CaCO <sub>3</sub> 17%	CaCO <sub>3</sub> 20%	Média	Correlação
Impacto	7,0	6,8	9,3	9,1	9,8	9,7	8,5	9,3	0,84
Impacto Máx.	7,6	7,6	9,4	9,6	10,5	10,7	8,9	9,8	
Impacto Mín.	6,6	6,1	9,1	8,6	8,7	8,3	7,8	8,5	
Impacto Médiana	7,1	6,7	9,2	9,1	9,8	9,8	8,8	9,3	
Desv. Pad. Impacto	0,37	0,57	0,13	0,37	0,68	0,98	0,44	0,52	

#### c) Módulo elástico na tração

Descrição	CaCO <sub>3</sub> 0%	CaCO <sub>3</sub> 3%	CaCO <sub>3</sub> 7%	CaCO <sub>3</sub> 10%	CaCO <sub>3</sub> 15%	CaCO <sub>3</sub> 17%	CaCO <sub>3</sub> 20%	Média	Correlação
Mód. Elast.	1296,0	1448,0	1505,0	1469,0	1462,0	1613,0	1726,0	1555,0	0,84
Mód. Elast Máx.	1381,0	1468,0	1544,0	1547,0	1644,0	1696,0	1771,0	1640,4	
Mód. Elast Mín.	1170,0	1471,0	1440,0	1408,0	758,7	1537,0	1662,0	1361,1	
Mód. Elast Médiana	1275,5	1469,5	1492,0	1477,5	1201,4	1616,5	1716,5	1500,8	
Mód. Elast Desv. Pad. Flexão	78,83	21,59	36,59	57,88	346,30	59,08	36,02	107,17	

#### d) Tensão máxima sob tração

Descrição	CaCO <sub>3</sub> 0%	CaCO <sub>3</sub> 3%	CaCO <sub>3</sub> 7%	CaCO <sub>3</sub> 10%	CaCO <sub>3</sub> 15%	CaCO <sub>3</sub> 17%	CaCO <sub>3</sub> 20%	Média	Correlação
Tração	31,6	31,7	31,0	30,6	29,6	28,7	27,7	29,5	0,96
Tração Máx.	32,5	32,3	31,6	31,0	29,9	29,4	27,9	29,9	
Tração Mín.	31,0	31,2	30,2	30,1	29,3	27,8	27,4	29,0	
Tração Médiana	31,7	31,7	30,9	30,5	29,6	28,6	27,6	29,4	
Desv. Pad. Tração	1,89	0,47	1,55	0,30	0,22	0,58	0,19	0,57	

## 8.2.2 Amostras Estiradas

### a) Resistência a tração (MPa)

Descrição	CaCO <sub>3</sub> 3%	CaCO <sub>3</sub> 7%	CaCO <sub>3</sub> 10%	CaCO <sub>3</sub> 15%	CaCO <sub>3</sub> 17%	CaCO <sub>3</sub> 20%	Média	Correlação
Resistência (MPa)	54,7	52,7	52,8	55,4	54,7	52,4	53,6	0,9
Resistência (MPa) Máx.	64,0	56,2	57,3	60,1	56,8	56,7	57,4	
Resistência (MPa) Mín.	45,0	50,0	46,0	47,7	52,4	46,0	48,4	
Resistência (MPa) Médiana	54,2	52,1	53,2	56,4	55,0	53,3	54,0	
Desv. Pad. Resistência	6,07	2,09	3,47	3,28	1,52	3,96	2,86	

### b) Alongamento (%)

	CaCO <sub>3</sub> 3%	CaCO <sub>3</sub> 7%	CaCO <sub>3</sub> 10%	CaCO <sub>3</sub> 15%	CaCO <sub>3</sub> 17%	CaCO <sub>3</sub> 20%	Média	Correlação
Alongamento (%)	40,6	35,0	30,5	32,1	28,9	28,0	30,9	1,0
Alongamento (%) Máx.	49,2	38,6	39,7	38,2	33,2	34,6	36,9	
Alongamento (%) Mín.	36,8	31,4	22,0	21,8	24,3	21,3	24,2	
Alongamento (%) Médiana	39,8	34,7	31,5	33,6	29,1	28,7	31,5	
Desv. Pad. Alongamento (%)	4,06	3,19	6,09	5,81	3,17	4,11	4,47	

### c) Tenacidade (gf/Denier)

Descrição	CaCO <sub>3</sub> 3%	CaCO <sub>3</sub> 7%	CaCO <sub>3</sub> 10%	CaCO <sub>3</sub> 15%	CaCO <sub>3</sub> 17%	CaCO <sub>3</sub> 20%	Média	Correlação
Tenacidade	5,7	5,6	5,5	5,3	5,5	5,1	5,4	1,0
Tenacidade Máx.	5,9	5,7	6,0	5,8	5,8	5,6	5,8	
Tenacidade Mín.	5,1	5,5	4,7	4,5	5,2	4,6	4,9	
Tenacidade Médiana	5,8	5,6	5,7	5,3	5,6	5,1	5,5	
Desv. Pad. Tenacidade	0,26	0,08	0,44	0,34	0,19	0,35	0,28	