



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

PRISCILLA AROUXA FIGUEIRÊDO

**ESTUDO DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO PARA REDUÇÃO DA
VARIABILIDADE DA DEPOSIÇÃO DE ALUMÍNIO EM FILME SUSCEPTOR PARA
MICRO-ONDAS**

Recife
2019

PRISCILLA AROUXA FIGUEIRÊDO

**ESTUDO DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO PARA REDUÇÃO DA
VARIABILIDADE DA DEPOSIÇÃO DE ALUMÍNIO EM FILME SUSCEPTOR PARA
MICRO-ONDAS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Área de concentração: Engenharia de Processos Químicos e Bioquímicos

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Fernanda Pimentel

Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Yêda Medeiros Bastos de Almeida

Recife
2019

Catálogo na fonte
Bibliotecária Maria Luiza de Moura Ferreira, CRB-4 / 1469

F475e Figueirêdo, Priscilla Arouxa.
Estudo das variáveis de processo para redução da variabilidade da deposição de alumínio em filme suscepto para micro-ondas / Priscilla Arouxa Figueirêdo. - 2019.
79 folhas, il., tabs., abr. e sigl.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Fernanda Pimentel.
Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Yêda Medeiros Bastos de Almeida.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, 2019.
Inclui Referências e Apêndices.

1. Engenharia Química. 2. Densidade óptica. 3. Metalização. 4. Susceptor.
5. Variabilidade. I. Pimentel, Maria Fernanda (Orientadora). II. Almeida, Yêda Medeiros Bastos de (Coorientadora). III. Título.

UFPE

660.2 CDD (22. ed.)

BCTG/2019-435

PRISCILLA AROUXA FIGUEIRÊDO

**ESTUDO DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO PARA REDUÇÃO DA
VARIABILIDADE DA DEPOSIÇÃO DE ALUMÍNIO EM FILME SUSCEPTOR PARA
MICRO-ONDAS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Engenharia Química em 29 de agosto de 2019.

Aprovada em 29/08/2019

BANCA EXAMINADORA

Prof^a. Dr^a. Marta Maria Menezes Bezerra Duarte (Examinador interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof^a. Dr^a. Marcos Gomes Ghislandi (Examinador externo)
Universidade Federal Rural de Pernambuco

Dr. Neirivaldo Cavalcante da Silva (Examinador externo)
Universidade Federal de Pernambuco

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo dom da vida e sabedoria.

A meus pais, Edvânia e Fernando, e irmão, Fillipe, por seu amor e apoio incondicional a cada passo tomado em minha vida, estendendo esse agradecimento à família.

A Eduardo, meu namorado, pela sua companhia e apoio em todo o tempo.

Às minhas orientadoras, Prof. Dra. Yeda e Prof. Dra. Fernanda, por todo o apoio, paciência e disponibilidade e contribuição ao longo da concepção desse trabalho.

Ao Prof. Dr. Luciano Costa, que é um exemplo excepcional de professor e ser humano, por ter sempre me apoiado nas minhas decisões acadêmicas e profissionais.

À toda a equipe da Empresa Terphane, pela disponibilização de recursos materiais e humanos para a realização deste trabalho. Em especial, àqueles que contribuíram diretamente neste projeto: Aércio Feitoza, que conheci na pós-graduação me apresentou à Terphane; Lucas Del Prette, que indicou esse projeto e contribuiu em todo o tempo; Samuel Seal, Roberto Cavalcanti, Priscilla Santos, Ana Lyra, Rafael da Silva, Alliny Alves, Emanuel Pereira, Gracielle Moura, Renatha Moura, Grazielle Martins e técnicos do laboratório, que fizeram parte do desenvolvimento deste projeto. Em nome de Ivaldo Silva, a todos os operadores envolvidos neste trabalho, principalmente aos da metalizadora (MET1), que contribuíram bastante com os aprendizados ao longo dos ensaios realizados.

A Mauro C, Anderson M, Demócrito S, João G, Beroaldo X, Marcelo V, Rodrigo I, Glauberth S, Maureen B, Hebert V e Gleibson S por serem tão incríveis e tornarem tão alegres os meus dias de trabalho.

A Nathália Bandeira e Diana Braga, amigas que a escola me apresentou e seguem comigo, celebrando as conquistas e dando força nas dificuldades.

A Theonas Hora, também apresentado pela escola. Nesses mais de 10 anos, esteve sempre presente a seu modo. Inclusive, ao ter oportunidade, prontificou-se de imediato a me ajudar com este trabalho.

A Emílio, Alane, Sérgio e Matheus, que foram amigos tão presentes na minha graduação e seguem sendo presentes, mesmo à distância.

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), pela bolsa concedida.

RESUMO

Susceptores são materiais que têm capacidade de absorver energia eletromagnética e convertê-la em calor. Embalagens para produção de pipoca em micro-ondas contêm um tipo de susceptor, formado por um filme de Poli (Tereftalato de Etileno) biorientado revestido por uma fina camada de alumínio. A espessura média da camada metálica, medida em termos de densidade óptica (DO), bem como a sua uniformidade são extremamente críticos para assegurar o bom desempenho do susceptor nessa aplicação. Neste trabalho, foram estudadas variáveis de processo que poderiam afetar essa uniformidade, buscando uma redução na variabilidade de DO do filme susceptor. Em análise conforme metodologia ESA (*Error Stream Analysis*) oito condições (fatores) primárias foram levantadas como possíveis fontes da alta variabilidade de DO: (1) Variação na velocidade do fio de alumínio, (2) Tempo de uso do evaporador, (3) Posição do evaporador, (4) *setup* de variação alto, (5) Medição da DO com densitômetro, (6) Tensão superficial baixa da face a ser metalizada, (7) Variação de temperatura dos evaporadores e (8) Tipo do evaporador. Após análise e aplicação de algumas contramedidas, as variáveis “tipo do evaporador” e “diâmetro do fio de alumínio” foram avaliadas em experimentos realizados conforme planejamento fatorial 2². Um novo método de coleta e análise de dados de densidade óptica e transmissão foi desenvolvido, tornando mais simples e representativa a análise comparativa dos resultados dos experimentos. Entre as condições avaliadas, obteve-se o melhor resultado com o uso de evaporadores bimetálicos e fio de alumínio com 2,0 mm de diâmetro, produzindo-se um filme com DO média de 0,42 e com apenas 0,1% de pontos de leitura de DO com desvio maior do que 10% em relação ao *setpoint*, estabelecido em 0,42. Além disso, as estratégias utilizadas para ajustes de processo garantiram uma redução de 85% na perda de filme por corte das bordas e fundo do rolo metalizado por apresentarem DO abaixo da especificação.

Palavras-chave: Densidade óptica. Metalização. Susceptor. Variabilidade.

ABSTRACT

Susceptors are materials which can absorb electromagnetic energy and turn it into heat. Popcorn microwave packaging contains a susceptor, which consists of a biaxially oriented Poly (Ethylene Terephthalate) film with a tiny aluminum layer coating. The average thickness, measured by means of optical density (OD), of the coating as well as its uniformity are extremely critical to the susceptor's performance in this application. The present work studies process variables which could affect deposition uniformity. The goal is to reduce the OD variability on the susceptor film. Using ESA (*Error Stream Analysis*) methodology, eight primary conditions (factors) were found to be possible sources of a high OD variability: (1) Varying aluminum wire velocity, (2) Time of use of evaporator boats, (3) Evaporator boat position, (5) High tolerance setup for variation, (5) Measurement of OD using a densitometer, (6) Low surface tension, (7) Temperature variation of evaporator boats and (8) Type of evaporator boat. Those conditions were all investigated. After this analysis, counter measurements were developed and then tests were run to evaluate the "type of evaporator" and "aluminum wire diameter", using a 2² factorial design. A novel methodology was developed for data collection and analysis. Comparative analysis of results from experiments became easier and more representative. Bimetallic evaporators combined with 2.0 mm aluminum wire were found to be the best conditions among the tests for susceptor production. At this condition, average OD was 0,42 and only 0,1% of the measurements deviated more than 10% from the specified OD of 0,42. Process adjustments ensured an 85% reduction in film loss from trimming the edges and bottom of the metallized roll.

Keywords: Optical density. Metallization. Susceptor. Variability.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Exemplo de matriz plana empregada na produção de filme plástico.....	15
Figura 2 -	Esquema ilustrativo de produção de filme PET biorientado a partir de modelagem por matriz plana e subsequentes processos de estiragem longitudinal e transversal.....	16
Figura 3 -	Mecanismos de aquecimento convencional e por micro-ondas.....	18
Figura 4 -	Aquecimento híbrido do alimento com material susceptor e micro-ondas.....	19
Figura 5 -	Fração de potência incidente absorvida, transmitida e refletida por susceptor versus resistência superficial com reatância nula.....	20
Figura 6 -	Construção típica de um susceptor para micro-ondas.....	20
Figura 7 -	Filmes (a) metalizado com $DO > 2,0$ e (b) susceptor com $DO < 0,3$	21
Figura 8 -	Pressão de vapor de equilíbrio de materiais selecionados como uma função da temperatura.....	22
Figura 9 -	Ilustração da localização de alguns componentes da metalizadora, incluindo evaporadores, rolos, possíveis sensores e fio de alumínio.....	24
Figura 10 -	Arranjo típico de evaporadores, com disposição alternada.....	25
Figura 11 -	Relação entre Resistividade dos evaporadores, temperatura de operação e seu tempo de vida útil.....	26
Figura 12 -	Taxa de evaporação de alumínio como função da temperatura dos evaporadores.....	26
Figura 13 -	Metalizadora a vácuo modelo TOPMET 2450, da Applied Materials.....	27
Figura 14 -	Exemplo esquemático de FTA e sua simbologia de eventos e portas.....	27
Figura 15 -	Exemplo de fluxograma representativo de um ESA.....	30

Figura 16 -	Medições de DO com densitômetro em amostras de filme susceptor com DO de 0,19 (à esquerda) e de filme metalizado com DO de 2,15 (à direita).....	31
Figura 17 -	Disposição dos carretéis de alumínio no interior da metalizadora.....	36
Figura 18 -	Evaporador em condição de alto desgaste, após decorrido o seu tempo de vida útil em uso.....	40
Figura 19 -	Monitoramento do alinhamento dos fios e da forma das peças de alumínio durante o processo de evaporação.....	42
Figura 20 -	Alinhamento do fio de alumínio sobre o evaporador.....	43
Figura 21 -	Ilustração de condição de operação da metalizadora.....	44
Figura 22 -	Possíveis falhas mecânicas no contato do evaporador com os terminais de aquecimento.....	44
Figura 23 -	Exemplos de evaporadores disponíveis no mercado.....	46
Figura 24 -	Avaliação da repetitividade e precisão intermediária do densitômetro.....	47
Figura 25 -	Representação das amostras utilizadas na avaliação da variação de DO nas bordas do filme.....	49
Figura 26 -	Medição da densidade óptica nas bordas do filme utilizando o densitômetro.....	50
Figura 27 -	Gráfico comparativo entre medições de densidade óptica feitas pela metalizadora (em cinza) e pelo densitômetro (em azul) na mesma região do filme.....	51
Figura 28 -	Variabilidade de transmitância no filme produzido no experimento 1, com evaporador bimetálico e fio com 2,0 mm de diâmetro.....	52
Figura 29 -	Variabilidade de DO em filme produzido com setpoint de 2,15 de DO e tolerância de 5% de variação. (1) produção com evaporador bimetálico e (2) produção com evaporador trimetálico.....	55
Figura 30 -	Histograma comparativo entre produções de filme com DO de 2,15 usando evaporadores bimetálicos e trimetálicos.....	57

Figura 31 -	Variabilidade de DO no filme produzido no experimento 2, com evaporador trimetálico e fio com 2,0 mm de diâmetro.	58
Figura 32 -	Histograma comparativo entre produções de filme susceptor (com DO média de 0,22) usando evaporadores bimetálicos e trimetálicos.....	60
Figura 33 -	Relatório do teste de Bonett para comparação entre os desvios padrões da transmitância nas produções com evaporadores bimetálicos e trimetálicos.....	61
Figura 34 -	Variabilidade de transmitância no filme produzido no experimento 4, com evaporador bimetálico e fio com 1,5 mm de diâmetro.....	62
Figura 35 -	Terminais de aquecimento dos evaporadores.....	63
Figura 36 -	Medição de DO na borda do filme susceptor (lado 1).....	64
Figura 37 -	Medição de DO na borda do filme susceptor (lado 2).....	65
Figura 38 -	Sumário da redução de perdas de filme por não conformidade nas bordas e no início do rolo devido a DO fora de especificação.....	65
Figura 39 -	Relatório de diagnóstico para o teste de Bonett comparando os desvios padrão de transmitância dos experimentos 1, 2 e 4.....	66
Figura 40 -	Relatório resumo para o teste de Bonett comparando os desvios padrão de transmitância dos experimentos 1, 2 e 4.....	68
Figura 41 -	Exemplo de embalagem de pipoca para micro-ondas, destacando a região onde o filme susceptor é laminado ao papel (parte cinza no interior da embalagem).....	69

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Exemplo de FMEA para um sistema de teste de vedação de caixa de lama pressurizada.....	29
Tabela 2 -	Limites de especificação da metalizadora para alguns parâmetros.....	38
Tabela 3 -	Níveis dos fatores avaliados no planejamento fatorial de experimentos.....	53
Tabela 4 -	Experimentos planejados conforme planejamento fatorial 2^2	53
Tabela 5 -	Resumo dos resultados dos experimentos realizados.....	67
Tabela 6 -	Estatísticas descritivas referentes aos resultados de transmitância para os experimentos realizados.....	68

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CSTR	<i>Continuous stirred-tank reactor</i>
D	Detecção
DO	Densidade óptica
ESA	<i>Error Stream Analysis</i>
OP	Operador
O	Ocorrência
N	Número de pontos analisados
P	Posição
FMEA	<i>Failure Mode and Effect Analysis</i>
FTA	<i>Fault Tree Analysis</i>
PET	Poli(tereftalato de etileno)
PFR	<i>Plug flow reactor</i>
RE	Repetição
RO	Resultado da medição
RPN	<i>Risk Priority Number</i>
S	Severidade
SP	<i>Setpoint</i>
T	Transmitância

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.1	PROBLEMATIZAÇÃO	13
1.2	OBJETIVOS	14
1.2.1	Objetivos específicos.....	14
2	REVISÃO DA LITERATURA	15
2.1	FILME DE POLI(TEREFTALATO DE ETILENO) BI-ORIENTADO	15
2.2	FILME SUSCEPTOR.....	17
2.2.1	Fabricação de filme susceptor	23
2.2.1.1	Deposição por evaporação a vácuo	23
2.3	MÉTODOS DE ANÁLISES DE FALHA (FMEA, FTA E ESA).....	28
2.4	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	32
3	MATERIAIS E MÉTODOS	34
3.1	IDENTIFICAÇÃO DAS VARIÁVEIS.....	34
3.2	MEDIÇÃO E OBTENÇÃO DE DADOS.....	35
3.3	PLANEJAMENTO FATORIAL DE EXPERIMENTOS	36
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	38
4.1	IDENTIFICAÇÃO DAS VARIÁVEIS.....	38
4.2	MEDIÇÃO E OBTENÇÃO DE DADOS.....	48
4.3	PLANEJAMENTO FATORIAL	53
5	CONCLUSÕES	70
	REFERÊNCIAS.....	72
	APÊNDICE A – CONDIÇÕES MOTIVADORAS DE UMA ALTA VARIABILIDADE DE DO EM FILME SUSCEPTOR E SEUS DESDOBRAMENTOS.....	77
	APÊNDICE B – REPETITIVIDADE E PRECISÃO INTERMEDIÁRIA DE UM DENSITÔMETRO 361T (X-RITE).....	78
	APÊNDICE C – ANÁLISE QUALITATIVA DA DISTRIBUIÇÃO DE DO NO FILME.....	79

1 INTRODUÇÃO

De um modo geral, pode-se afirmar que uma embalagem tradicional possui quatro funções: proteção, conveniência, informação e marketing. Entretanto, a crescente busca dos consumidores por praticidade e eficiência no preparo de alimentos têm impulsionado neste mercado a busca por embalagens que trazem funções adicionais (BIJI et al., 2015; OLIVEIRA, 2011; REITZ, 2016; RESTUCCIA et al., 2010).

Entre os materiais que agregam novas funções a embalagens alimentícias, estão os susceptores. Uma formulação convencional de filmes susceptor para micro-ondas consiste em um filme Poli (Tereftalato de Etileno) biorientado revestido por uma camada de alumínio depositado por evaporação à vácuo (CESNEK et al., 2003; OZEN; FLOROS, 2001; PERRY; LENTZ, 2009). Esta fina camada metálica é responsável por converter em calor a energia eletromagnética emitida pelo micro-ondas, alterando o fluxo de calor no sistema alimento-embalagem-ambiente. As aplicações desse material na indústria alimentícia têm foco no preparo de alimentos em micro-ondas com resultado similar àquele obtido em forno convencional, com aspecto crocante no exterior do alimento, e principalmente no preparo de pipoca (BIJI et al., 2015; PEHANICH; FUSARO, 2005; PERRY; LENTZ, 2009).

O poder de aquecimento do susceptor para micro-ondas está diretamente relacionado à espessura da camada de material ativo, sendo essa uma especificação crítica do produto. Como a espessura é muito fina, sua medição é feita de forma indireta, por medidas de transmitância, as quais são convertidas em densidade óptica (DO) através de uma expressão matemática. De um modo geral, empregam-se densidades ópticas médias de 0,22 para aplicações em micro-ondas (CESNEK et al., 2003; ERLE, 2017; PERRY; LENTZ, 2009; ROBERTSON, 2012)

1.1 PROBLEMATIZAÇÃO

Como colocado por Kumaravadivel e Natarajan (2013), a variabilidade em características fundamentais ao desempenho conferem fragilidade a processos e qualidade dos produtos. No caso do filme susceptor, uma alta variabilidade da densidade óptica inviabiliza o seu uso para o preparo de pipoca, pois uma camada

muito fina não seria capaz de aquecer o milho suficientemente, enquanto uma camada excessivamente espessa causaria a queima dos grãos e/ou pipoca.

Portanto, no presente trabalho, variáveis que afetam a uniformidade da espessura da camada metálica em filme susceptor para micro-ondas foram estudadas, buscando-se uma redução da variabilidade de densidade óptica. Para tal, foram empregadas ferramentas de análises de falha para levantamento dos fatores e técnicas de planejamento experimental.

1.2 OBJETIVOS

Minimizar a variabilidade na deposição de alumínio (densidade óptica) sobre filme PET biorientado, produzindo um filme adequado para o preparo de pipoca em micro-ondas.

1.2.1 Objetivos específicos

- a) Avaliar as variáveis que possivelmente afetam a variabilidade da deposição metálica, através de uso de uma metodologia de análises de falha;
- b) Discutir variáveis levantadas, buscando reduzir os efeitos através de contramedidas, quando possível, e selecionar algumas das variáveis para testes em experimentos;
- c) Elaborar e executar planejamento fatorial para avaliar efeito das variáveis selecionadas;

2 REVISÃO DA LITERATURA

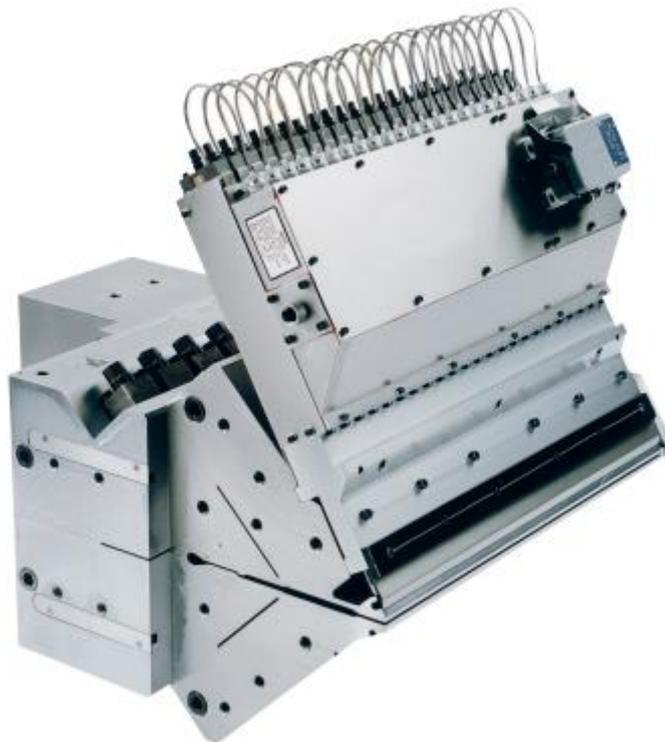
Neste capítulo, apresenta-se uma fundamentação teórica sobre filme de poli(tereftalato de etileno) bi-orientado, filme susceptor e o processo de fabricação do mesmo. Além disso, são comentados métodos de análises de falha e fundamentos de planejamento de experimentos.

2.1 FILME DE POLI(TEREFTALATO DE ETILENO) BI-ORIENTADO

Devido à alta resistência, flexibilidade e claridade do filme PET, seu uso tem se tornado bastante comum. Essas características somadas a excelentes propriedades de barreira a vapor e oxigênio e facilidade para a sua reciclagem tornam os filmes finos de PET (até 50 μm) especialmente importantes nas indústrias de embalagens flexíveis (ARVANITTOYANNIS; BOSNEA, 2004; BARBARO et al., 2015).

Filmes poliméricos podem ser formados por inúmeros processos. Uma técnica comum para a produção de filme de poli(tereftalato de etileno), ou PET, é a modelagem através de uma matriz plana. Ver exemplo na Figura 1.

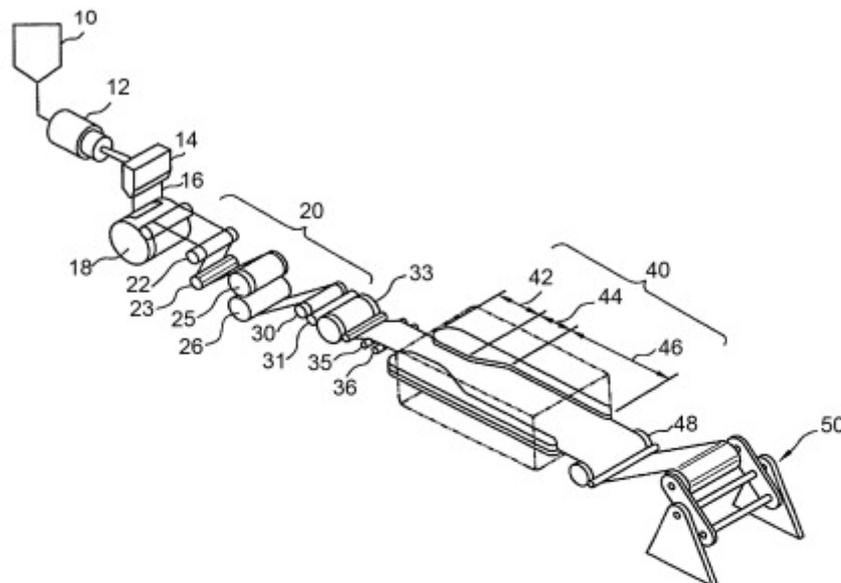
Figura 1 - Exemplo de matriz plana empregada na produção de filme plástico.



Fonte: NORDSON EXTRUSION DIES INDUSTRIES (2017)

Se, após moldado em forma de filme espesso, esse filme passa pelos processos de estiragem longitudinal e transversal, como ilustra a Figura 2, dá-se a ele o nome de filme biorientado. Filmes biorientados apresentam melhorias nas propriedades mecânicas, ópticas, térmicas e de barreira em relação aos filmes orientados em apenas um sentido, além de poderem ser mais finos (BISHOP, 2011; DUNN, 2014; TABATABAEI; AJJI, 2011). Como definido por Dunn (2014), “orientação envolve o uso preciso das energias mecânica e térmica em um nível macro para literalmente arranjar a estrutura polimérica dos filmes em um nível molecular”.

Figura 2 – Esquema ilustrativo de produção de filme PET biorientado a partir de modelagem por matriz plana e subsequentes processos de estiragem longitudinal e transversal.



Legenda para itens numerados			
10		31	Rolo de estiragem
12	Extrusora	33	Rolos de resfriamento
14	Matriz plana	40	Estiragem transversal
16	Filme espesso	42	Zona de pré-aquecimento
18	Tambor de corrida	44	Zona de estiragem
20	Estiragem longitudinal	46	Zona de relaxação
22/23	Rolos intermediários	48	Resfriamento
25/26	Rolos de pré-aquecimento	50	Bobinagem

Fonte: Adaptado de DUNN (2014)

Muitas vezes, para uma melhor adequação dos filmes poliméricos para a composição de embalagens, faz-se uso das técnicas de coextrusão, aplicação de

revestimento (*coating*) à superfície do filme. Na coextrusão, a matriz plana é alimentada por diferentes resinas poliméricas, formando um filme com múltiplas camadas. Ambas as técnicas visam alcançar melhores barreiras a vapor e oxigênio, melhor selagem, adesão, printabilidade, durabilidade ou até estética (BARBARO et al., 2015).

Uma alternativa para a modificação da superfície de filmes plásticos é a aplicação de tratamento corona. Este tratamento consiste na ionização do ar próximo à superfície do filme. A colisão de partículas aumenta a sua energia superficial, resultando em um filme com maior molhabilidade, permeabilidade e propriedades de adesão, sem provocar a perda de outras propriedades (DING; SHAO; BAI, 2014; VASSILIADI; TARANTILI, 2007)

Entre os possíveis revestimentos aplicados à superfície do filme, está a adição de uma camada metálica. Entre outros usos, alumínio pode ser depositado sobre o filme plásticos com a finalidade de melhorar a barreira a vapor, luz e/ou oxigênio, para fins estéticos ou para compor materiais susceptores, os quais serão discutidos em detalhe na próxima sessão deste trabalho (CESNEK et al., 2003; JAMIESON; WINDLE, 1983; OZEN; FLOROS, 2001; RAHMATOLLAHPUR; TOHIDI; JAMSHIDI-GHALEH, 2010; STRULLER; KELLY; COPELAND, 2014; VASSILIADI; TARANTILI, 2007).

2.2 FILME SUSCEPTOR

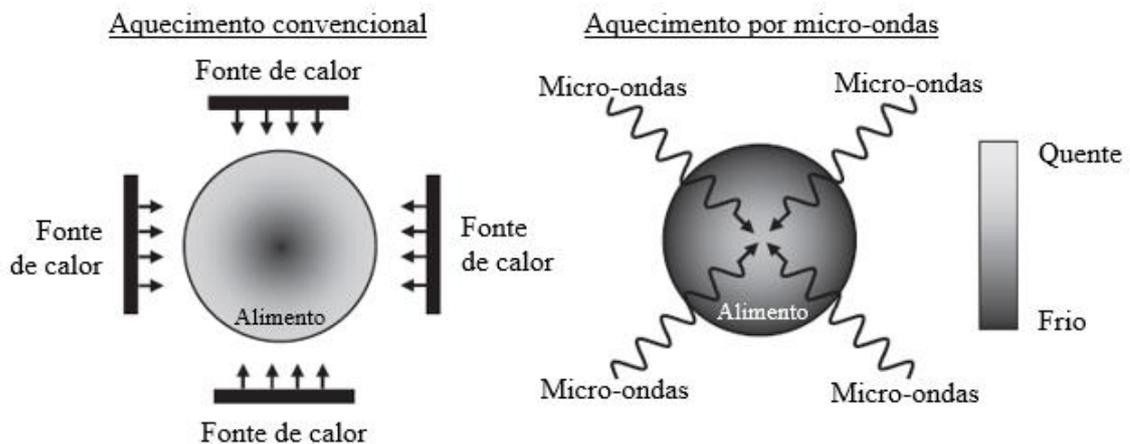
Susceptores são materiais que possuem a habilidade de absorver energia eletromagnética e convertê-la em calor. Quando aplicados em forma de uma fina camada depositada sob um substrato, materiais deste tipo possuem a capacidade de converter a energia de micro-ondas absorvida em energia térmica. Por promover um fluxo de energia no sistema alimento-embalagem-ambiente, alguns autores consideram ser este um tipo de embalagem ativa (ALBERT; SALVADOR; FISZMAN, 2012; MEHDIZADEH et al., 2015; PERRY; LENTZ, 2009; SUMNU; SAHIN, 2005).

O uso de aquecimento em micro-ondas tem sobre o forno a vantagem de proporcionar preparos alimentícios mais rápidos. Entretanto, propriedades sensoriais do alimento podem ser modificadas como resultado da alteração no mecanismo de

aquecimento entre estes dois aparelhos (MEHDIZADEH et al., 2015; PEHANICH; FUSARO, 2005).

Em fornos convencionais, o calor é transmitido do ambiente ao alimento pela sua superfície. Como a superfície do alimento aquecido em forno possui, usualmente, temperatura superior ao ponto de ebulição da água, a superfície dos alimentos tende a adquirir um aspecto mais seco e crocante em relação ao centro. No micro-ondas, por sua vez, o aquecimento se dá do centro para a superfície do alimento, através da agitação e fluxo de moléculas de água nesta direção (ver Figura 3). Por essa razão, a temperatura atingida pela superfície de alimentos aquecidos em micro-ondas não ultrapassa 100°C, usualmente, e estes alimentos tendem a apresentar superfície úmida, posto que são necessárias temperaturas maiores que 190°C para que fiquem crocantes. (PERRY; LENTZ, 2009; SCHUBERT; REGIER, 2005; SUMNU; SAHIN, 2005).

Figura 3 - Mecanismos de aquecimento convencional e por micro-ondas.

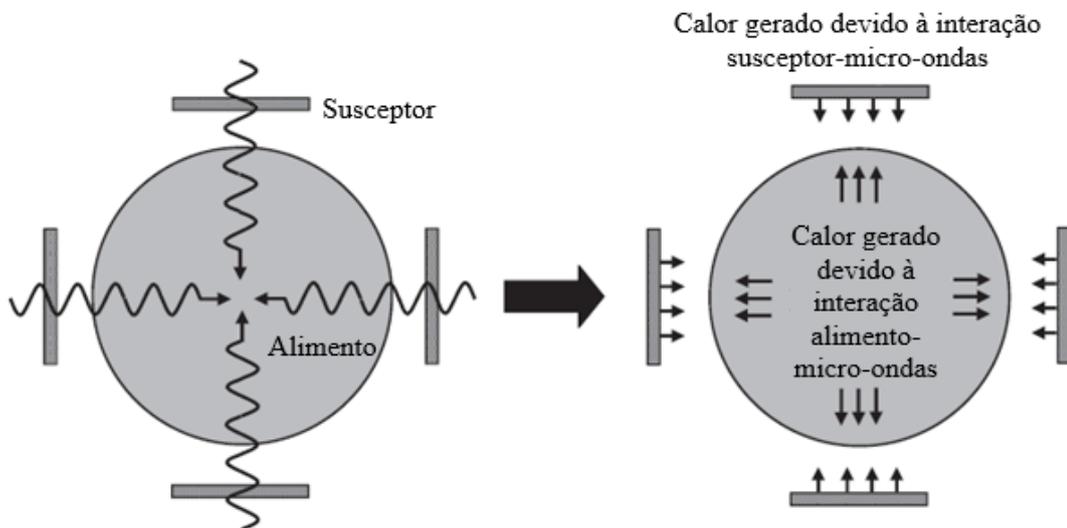


Fonte: Adaptado de Bhattacharya e Basak (2016)

Gradientes de temperatura no alimento aquecido em micro-ondas ocasionam cozimento não uniforme. Estes contrastes são ainda mais acentuados quando se considera o preparo de alimentos congelados. Neste contexto, filmes susceptores surgem com o intuito de reproduzir em micro-ondas características observadas nos alimentos preparados em forno convencional (PERRY; LENTZ, 2009; SCHUBERT; REGIER, 2005).

Através da absorção da energia eletromagnética pelo susceptor, esse material passa a atuar como uma fonte de calor para o alimento. Desta maneira, o aquecimento passa a ser híbrido, com o alimento recebendo calor pelas micro-ondas e pelo susceptor, e uniforme, conforme ilustrado na Figura 4 (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; MEHDIZADEH et al., 2015; SUMNU; SAHIN, 2005)(BHATTACHARYA E BASAK, 2016).

Figura 4 – Aquecimento híbrido do alimento com material susceptor e micro-ondas.

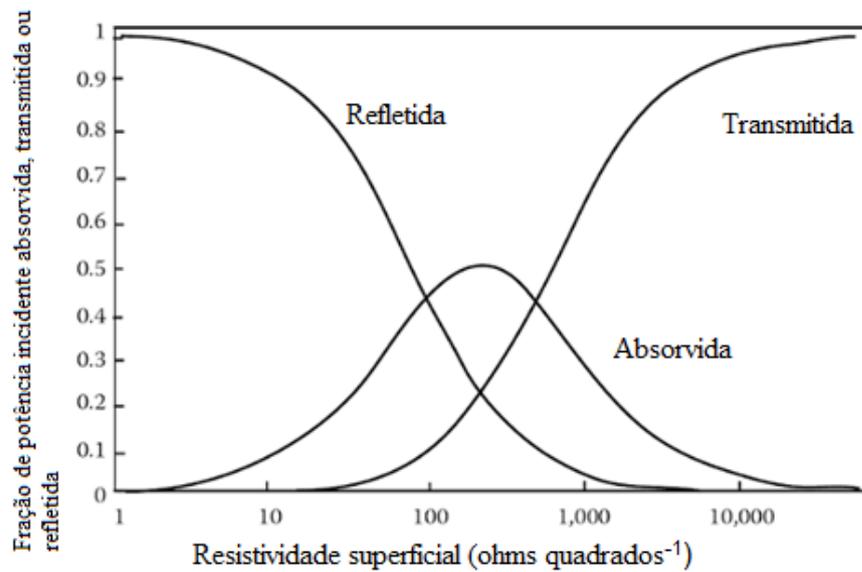


Fonte: Adaptado de Bhattacharya e Basak (2016)

Aplicações comuns de susceptor para micro-ondas incluem sacos de pipoca, bandejas de lasanhas e luvas para *Hot Pockets* (SCHUBERT; REGIER, 2005; VAN DER SMAN; BOWS, 2017; WATKINS; ANDREAS; COX, 1988).

A habilidade de um susceptor para absorver a energia emitida e transformá-la em calor é resultado da resistividade dos materiais que o constituem. Uma camada espessa de metal reflete toda a energia incidente, possuindo resistividade superficial nula. Entretanto, considerando um susceptor constituído por uma fina camada metálica, apenas parte da energia é refletida, sendo o restante absorvida ou transmitida (ERLE, 2017; ROBERTSON, 2012; ZUCKERMAN; MILTZ, 1995). A Figura 5 mostra a refletância, absorbância e transmitância de um susceptor submetido à potência incidente como função de resistência superficial.

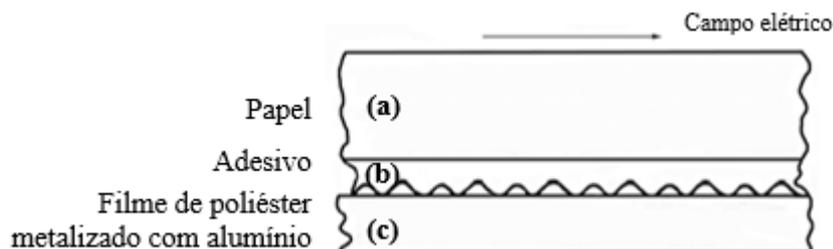
Figura 5 - Fração de potência incidente absorvida, transmitida e refletida por susceptor versus resistividade superficial com reatância nula.



Fonte: Adaptado de Perry e Lentz (2009)

Desde a sua primeira concepção, por volta de 1970, diversas configurações de susceptor têm sido formuladas para tentar corrigir a aparência de alimentos preparados em micro-ondas. Inicialmente, foram produzidos utensílios domésticos tais como pratos para micro-ondas, os quais poderiam ser reutilizados. No entanto, este tipo de utensílio era pesado e pouco prático, já que demandava um tempo de pré-aquecimento. Estes tipos de formulação caíram em desuso e apenas formulações com filme de PET metalizado por fina camada de alumínio têm sido empregadas comercialmente (CESNEK et al., 2003; PERRY; LENTZ, 2009; SCHARR; SKOLNICK, 1987). A Figura 6 ilustra uma formulação típica de susceptor para micro-ondas.

Figura 6 - Construção típica de um susceptor para micro-ondas.



Fonte: Adaptado de Schubert e Regier (2005)

Segundo Celuch, Gwarek e Soltysiak (2008), uma formulação de susceptor para micro-ondas com uma camada de alumínio de cerca de 100 nm depositada sobre

um filme de PET com espessura de aproximadamente 10 μm e laminado em papel apresenta uma resistividade entre 20 e 400 $\text{Ohms}\cdot\text{quadrado}^{-1}$, parece ser adequada ao uso para aquecimento em micro-ondas. Perry e Lentz (2009), entretanto, sugerem que a resistividade ótima para este tipo de aplicação está no intervalo entre 30 e 250 $\text{Ohms}\cdot\text{quadrado}^{-1}$, a depender do alimento. Enquanto isso, Erle (2017) sugere que susceptores com resistividades entre 70 e 100 $\text{Ohms}\cdot\text{quadrado}^{-1}$ podem atingir temperaturas acima de 450 $^{\circ}\text{C}$ quando aquecidos por micro-ondas.

A embalagem de pipoca para micro-ondas é composta através da laminação do filme susceptor com papel (ver exemplo de embalagem na Figura 41).

Figura 7 – Exemplo de embalagem de pipoca para micro-ondas, destacando a região onde o filme susceptor é laminado ao papel (parte cinza no interior da embalagem).



Fonte: A autora (2019)

O processo de composição da embalagem é geralmente feito por convertedores (intermediários). Uma vez confeccionada a embalagem, o milho é envasado e são conduzidos testes práticos em micro-ondas, avaliando-se parâmetros como: a relação de grãos milhos estourados e não estourados, a ocorrência ou não da queima de grãos e o tempo necessário para a preparação da pipoca.

Uma vez que a quantidade de metal depositado na composição de um susceptor é muito reduzida e sua distribuição ao longo do filme é não uniforme, não é prático medir a sua espessura de forma direta. Assim, usualmente, a medição desta quantidade é feita de forma indireta através do monitoramento de variáveis proporcionais a essa. Densidade óptica é a variável mais comumente empregada a nível industrial para o monitoramento e indicação da quantidade de metal depositado

e, portanto, do poder de aquecimento do susceptor (proporcional à sua resistividade) (PERRY; LENTZ, 2009; ROBERTSON, 2012).

A densidade óptica (DO), adimensional, é uma medida da opacidade do filme, sendo definida a partir da transmitância (T, em %). Ambas são expressas a partir das Equações 1 e 2. (BISHOP, 2007).

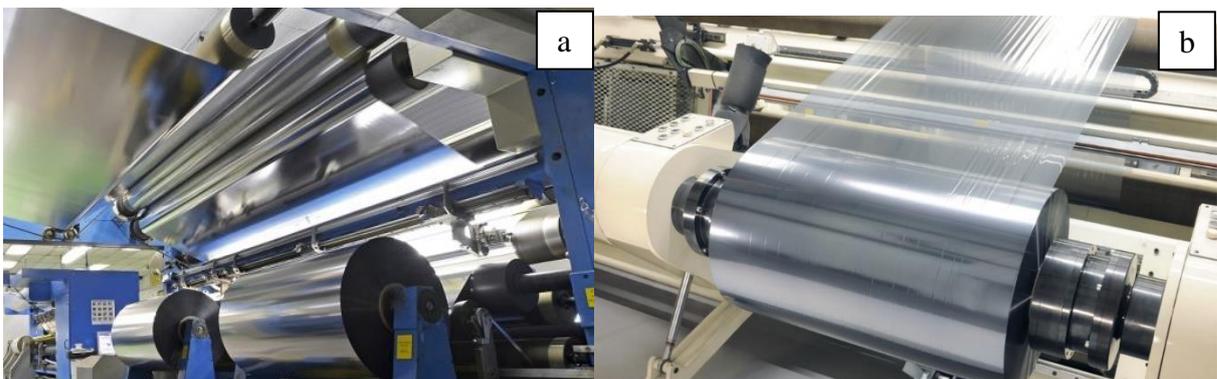
$$T = \frac{\text{luz transmitida}}{\text{luz incidente}} \times 100\% \quad (1)$$

$$DO = \log \frac{1}{T} \quad (2)$$

Em termos de densidade óptica, filmes susceptor convencionais para aplicações em micro-ondas variam de 0,18 a 0,29 (CESNEK et al., 2003; SMITH; RAMASWAMY; SIMPSON, 1990). Segundo Robertson (2005), um filme susceptor deve ter densidade óptica de 0,20 (medido em aparelho *Macbeth*), correspondendo a transmitância de 63%, para fins de aquecimento em micro-ondas. Se um susceptor transmite mais do que 70% (DO = 0,12) da energia incidente, seu aquecimento é lento demais, não sendo adequado para tais fins. Por outro lado, se a transmitância de um susceptor é inferior a 45% (DO = 0,35), a alta absorção de energia incidente pode provocar a ocorrência de arcos elétricos. E embora a proporção em relação à espessura e a grandeza dos valores sejam mantidas, os valores de DO medidos são dependentes do comprimento de onda emitido.

Os baixos valores de DO (< 0,3) de filmes susceptor conferem a este um aspecto transparente, diferente dos filmes metalizados convencionais de alta barreira, os quais possuem DO maiores que 2,0. A Figura 7 ilustra esse fenômeno.

Figura 8 – Filmes (a) metalizado com DO>2,0 e (b) susceptor com DO<0,3.



Fonte: (a) Terphane (2018) e (b) Ultimet Films (2018)

2.2.1 Fabricação de filme susceptor

Diversos materiais condutivos podem constituir a camada resistiva de um filme susceptor. O alumínio se destaca frente a outros metais (tais como cobre, prata, ouro e níquel) devido a limitações desses quanto a custo, oxidação, segurança e controle de processo, entre outras (BRASTAD; BEALL; MICHAEL, 1980).

Quanto aos substratos, PET biorientado é o mais comum, embora papel, papel cartão e poli(naftalato de etileno) também possam ser utilizados. Entre as vantagens do filme de PET estão o seu custo relativamente baixo, a variabilidade de espessuras disponíveis e sua alta resistência à temperatura. Assim, nas aplicações mais comuns, deposita-se alumínio elementar por evaporação a vácuo sobre filme PET biorientado na face oposta àquela que tem contato com o alimento (PERRY; LENTZ, 2009).

Os dois principais processos empregados para a deposição do metal (metalização) sobre o substrato são o de pulverização catódica e deposição por evaporação a vácuo. Este último é preferido por ser mais rápido, econômico e livre de componentes aquosos, sendo mais ecológico (LAMPERT, 2013).

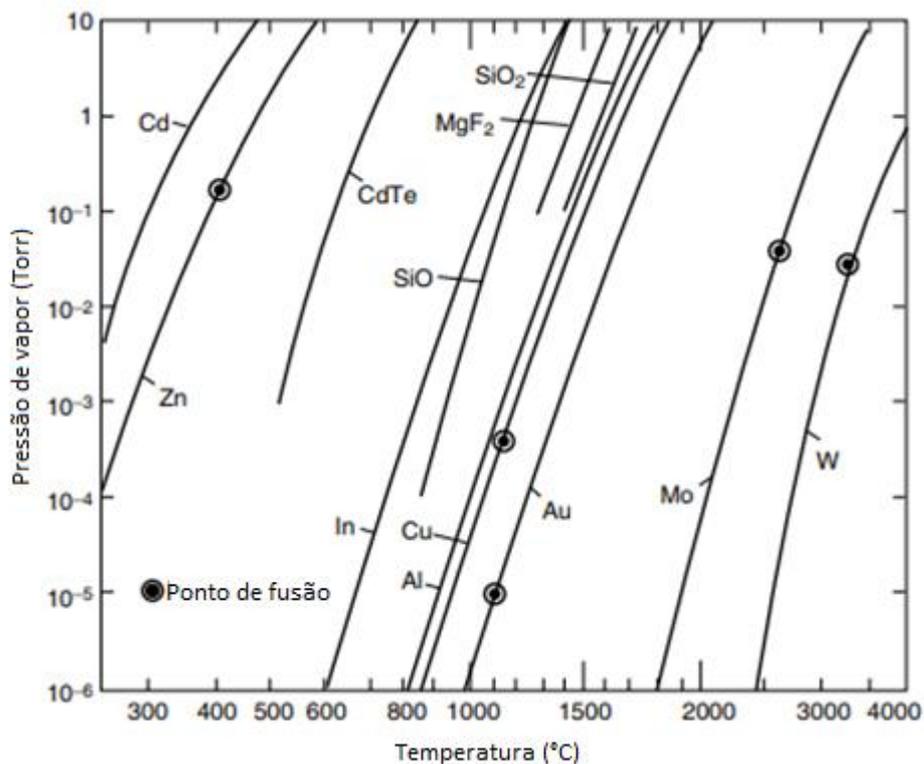
2.2.1.1 Deposição por evaporação a vácuo

Neste processo, o substrato recebe, de forma controlada e em bateladas, uma camada de revestimento metálico sobre uma de suas superfícies no interior de uma câmara a alto vácuo. As dimensões e quantidade de substrato a ser metalizado por batelada são limitadas pelo tamanho da câmara. O filme é carregado na máquina na forma de um rolo, o qual é desenrolado, metalizado e enrolado na forma de um novo rolo. (BISHOP, 2007; PERRY; LENTZ, 2009).

No início da operação, faz-se um alto vácuo, da ordem de 10^{-6} a 10^{-5} mbar, na câmara de deposição. Este vácuo é responsável pela minimização da oxidação do metal por exposição a oxigênio e vapor, naturalmente presentes no ar, e pela diminuição do número de colisões de partículas, conservando energia e favorecendo uma deposição mais ordenada. Uma vez alcançado o alto vácuo, evaporadores (comumente chamados de barcos) dispostos abaixo do filme e ao longo de sua largura são aquecidos por corrente elétrica até temperatura superior ao ponto de fusão do

metal a ser depositado. Temperaturas da ordem de 1400°C são necessárias para a evaporação do alumínio em alto vácuo, conforme mostra a Figura 8. Quando a evaporação se inicia, o vácuo passa a ser da ordem de 10^{-4} mbar, condição na qual a distância mínima para a colisão de partículas passa a ser de 50 cm ou menor (APPLIED MATERIALS, 2007; BISHOP, 2007; PERRY; LENTZ, 2009).

Figura 9 – Pressão de vapor de equilíbrio de materiais selecionados como uma função da temperatura



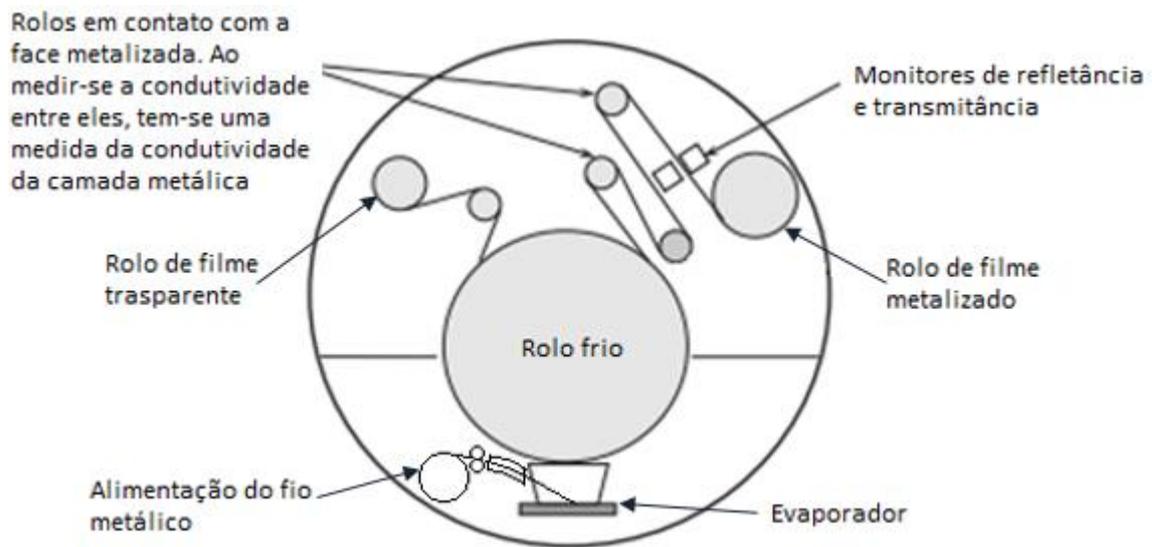
Fonte: Adaptado de Sree Harsha (2006)

Fios do metal condutor com alta pureza (no caso de alumínio, mínimo de 99%) são alimentados sobre os evaporadores, onde devem fundir e evaporar-se. O vapor metálico se expande e adere na superfície do filme que rola através de um tambor resfriado situado acima dos evaporadores. O contato do filme com o tambor resfriado recebe ainda um jato fino de ar, para melhorar a troca de calor. (APPLIED MATERIALS, 2007; BISHOP, 2007; PERRY; LENTZ, 2009).

A metalizadora TOPMET 2450 conta com vinte e seis evaporadores e, alinhados a esses, vinte e seis sensores para a medição da transmitância do filme metalizado. Cada evaporador e, portanto, cada sensor é posicionado no sentido

transversal ao desenrolar do rolo de filme, distantes 0,1 m entre si. Uma vez posto um *setpoint* para a densidade ótica ou transmitância, as variáveis controladas são a corrente de aquecimento (individual) dos evaporadores e as velocidades dos fios de alumínio que alimentam cada evaporador. A atuação automática para a correção da quantidade de alumínio depositado em uma determinada posição se dá não só na posição onde ocorre o desvio, mas também nas suas duas posições vizinhas. (APPLIED MATERIALS, 2007). A Figura 9 ilustra a disposição de alguns elementos da metalizadora no seu interior.

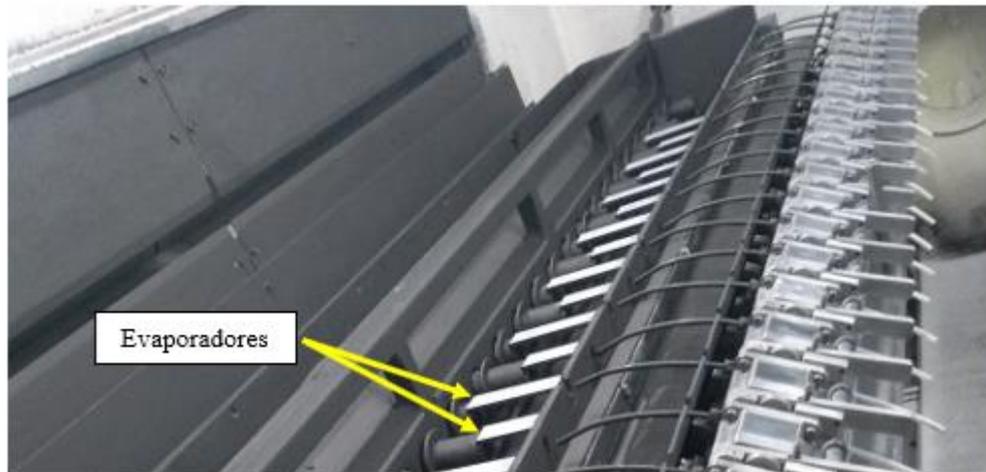
Figura 10 – Ilustração da localização de alguns componentes da metalizadora, incluindo evaporadores, rolos, possíveis sensores e fio de alumínio



Fonte: Adaptado de Bishop (2011)

Usualmente, os evaporadores são constituídos de materiais refratários de composição bi ou trimetálica. As misturas bimetálicas são compostas por nitreto de boro (baixa resistividade elétrica e alta molhabilidade para alumínio) e diboreto de titânio (alta resistividade elétrica, resistência térmica). No caso dos materiais trimetálicos, adiciona-se também nitreto de alumínio, o qual aumenta a condutividade térmica e resistividade elétrica. A Figura 10 mostra um arranjo típico de evaporadores no interior da câmara de deposição.

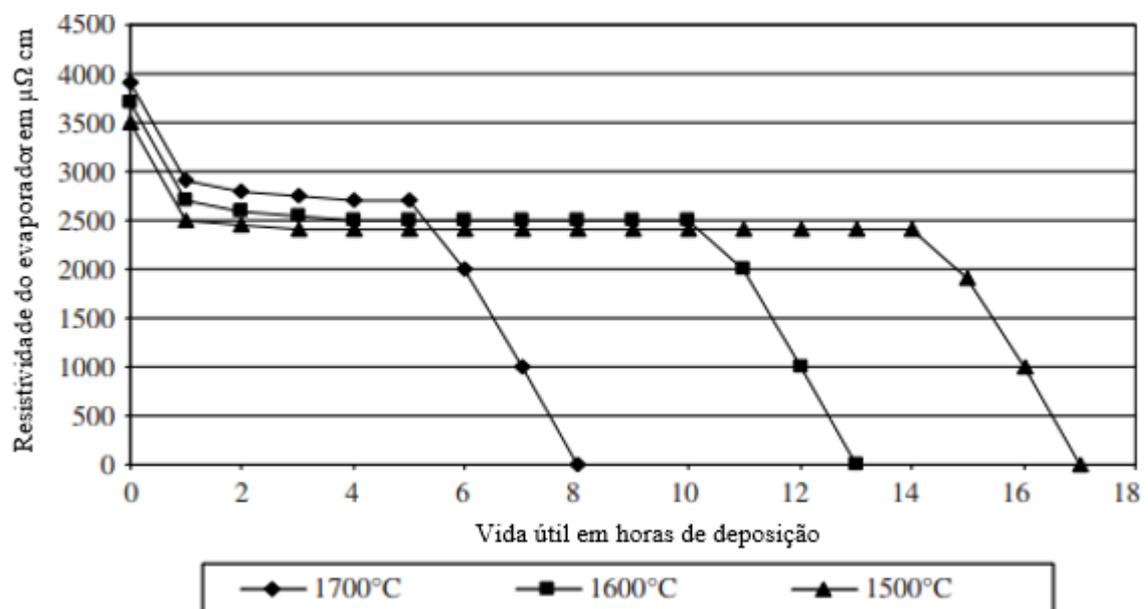
Figura 11 – Arranjo típico de evaporadores, com disposição alternada.



Fonte: A autora (2019)

Os evaporadores comumente têm um tempo de vida útil de cerca de 15 h, dado o alto poder corrosivo do alumínio fundido. Condições operacionais mais amenas e procedimentos de condicionamento de novos evaporadores e de resfriamento após operação contribuem para que este tempo seja maximizado, conforme ilustra a Figura 11 (BISHOP, 2007).

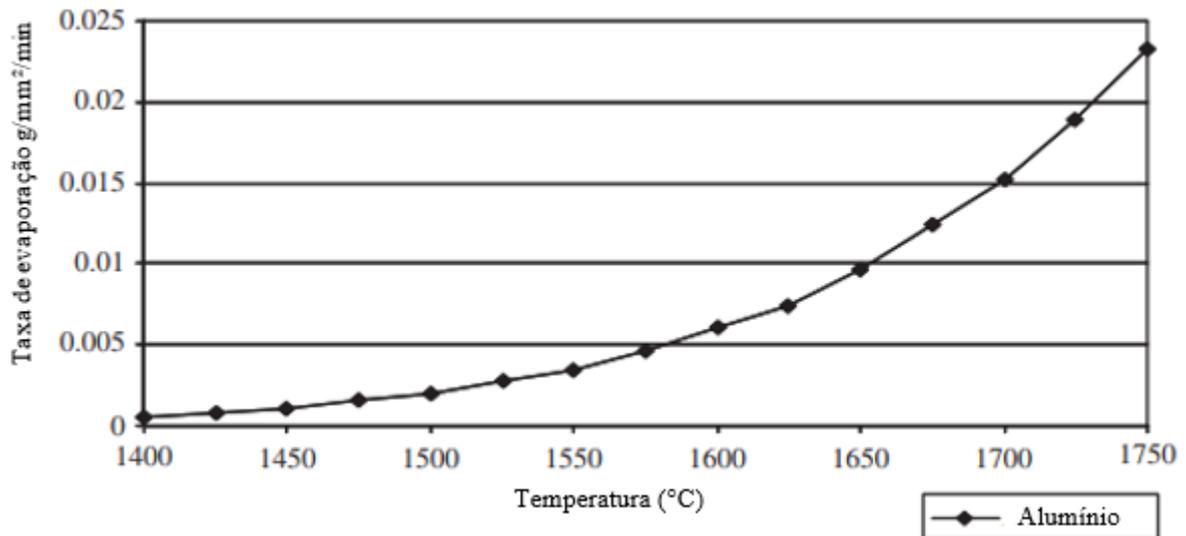
Figura 12 – Relação entre Resistividade dos evaporadores, temperatura de operação e seu tempo de vida útil.



Fonte: Adaptado de BISHOP 2011

Outro fator diretamente influenciado pela temperatura de operação é a taxa de evaporação. Um gráfico relacionando essas duas variáveis pode ser visto na Figura 12. Quanto mais aquecidos forem os evaporadores, maior será a taxa de evaporação e, portanto, a camada de alumínio depositada sobre o filme (BISHOP. 2011).

Figura 13 – Taxa de evaporação de alumínio como função da temperatura dos evaporadores.



Fonte: Adaptado de BISHOP 2011

Máquinas como a TOPMET 2450 da *Applied Materials*, Figura 13, alimentam fios de alumínio por bombas com motores a passos, com cerca de 400 posições por giro, os quais podem assegurar precisões de até $\pm 0,02\%$ no controle da velocidade. Naturalmente, mantidas constantes as velocidades do metal e do filme, a taxa de evaporação do metal e a espessura da camada depositada sobre o filme são proporcionais ao diâmetro do fio alimentado nos evaporadores (APPLIED MATERIALS, 2011).

Figura 14 – Metalizadora a vácuo modelo TOPMET 2450, da *Applied Materials*.



Fonte: Adaptado de Applied Materials (2018)

2.3 MÉTODOS DE ANÁLISES DE FALHA (FMEA, FTA E ESA)

Na busca pelo aumento da confiabilidade de processos e garantia da qualidade de produtos, é comum o emprego de ferramentas de análise de falhas. De um modo geral, aplica-se alguma metodologia que visa a identificação de riscos, o impacto dos problemas e a atribuição de soluções que os previnam. Este tipo de análise pode ser executado nas mais diversas etapas de desenvolvimento de um projeto/produto e deve ser realizada por um time de pessoas que tenham competência nas áreas de interesse (JIANG et al., 2017; LI; FANG; SONG, 2019; THIMMAIAH; PHELAN; SUMMERS, 2016). Segundo Jiang et al, (2017), a partir do conhecimento dos riscos de falha de um sistema e seus componentes, pode-se assegurar a confiabilidade e/ou possibilitar a melhoria contínua do processo.

Desenvolvida em 1949 pelo exército americano, a análise de modos de falhas e erros, ou *Failure Mode and Effect Analysis* (FMEA), é uma das ferramentas de uso mais populares entre as indústrias para a definição, identificação e eliminação de falhas em produtos, processos ou sistemas (LI; FANG; SONG, 2019; THIMMAIAH; PHELAN; SUMMERS, 2016).

O processo de FMEA começa com um levantamento de cada elemento do sistema que seja passível de falha. Para cada elemento, lista-se os possíveis modos de falha, suas causas raízes, efeitos e soluções preventivas. Por fim, cada falha é avaliada quanto à sua severidade (S), ocorrência (O) e possibilidade de detecção (D), sendo cada um desses aspectos devidamente pontuados em escala de 0 a 10. O produto dessas três pontuações é chamado de “número de prioridade de risco”, ou *Risk Priority Number* (RPN). Usualmente, os resultados de uma FMEA são apresentados em forma de tabelas, como mostra o exemplo da Tabela 1. (JIANG et al., 2017; PEETERS; BASTEN; TINGA, 2018; THIMMAIAH; PHELAN; SUMMERS, 2016; YANG et al., 2015).

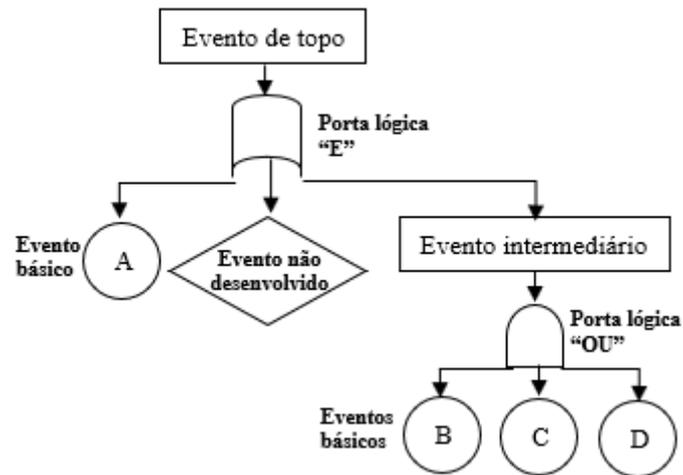
Tabela 1 – Exemplo de FMEA para um sistema de teste de vedação de caixa de lama pressurizada.

Função ou item	Falha potencial	Razão potencial para falha	Efeitos da falha potencial	Efeitos			RPN	Ação
				O	S	D		
Eixo	Quebra	Fadiga	Falha total	1	10	10	100	Superdimensionar o eixo
		Deformação	Falha total	1	10	3	30	Nenhuma
Lacre	Vazamento	Parafusos folgados	Queda de pressão	3	3	1	9	Nenhuma
...
O: chance de ocorrência; S: severidade; D: chance de detecção; RPN: número de prioridade de risco								

Fonte: Adaptado de Thimmaiah, Phelan e Summers (2016)

Outro método bastante difundido para este tipo de análise é a árvore de falhas ou *Fault Tree Analysis* (FTA), introduzido por volta de 1960. Enquanto o FMEA é um método *bottom-up*, que parte dos componentes do sistema e suas falhas (falha básica), o FTA é um método *up-down*, que busca componentes e falhas que possam provocar determinado efeito (evento de topo). A representação gráfica de um FTA se dá na forma de um fluxograma, como mostrado na Figura 14, onde símbolos indicam diferentes tipos de eventos (evento de topo, intermediário, básico, condicional ou não desenvolvido) e portas lógicas (OU, E e condicional) (PEETERS; BASTEN; TINGA, 2018; RUIJTERS; STOELINGA, 2015).

Figura 15– Exemplo esquemático de FTA e sua simbologia de eventos e portas.



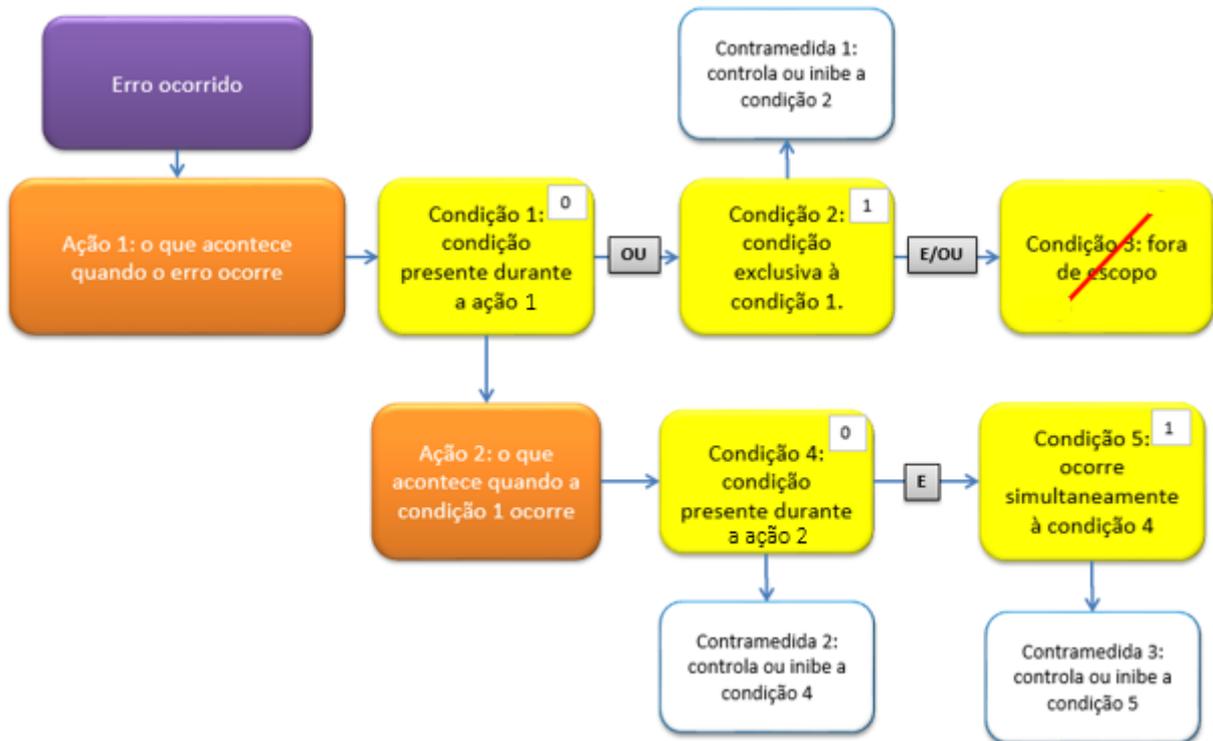
Fonte: A autora (2019)

Em geral, análises por árvore de falhas apresentam vantagens em relação à FMEA quando há pouca informação disponível sobre o sistema a ser estudado. O FTA depende menos de conhecimento prático. Além disto, seu modo de construção e apresentação gráfica facilitam a identificação de inter-relações entre os eventos (PEETERS; BASTEN; TINGA, 2018).

Diversos autores têm proposto o uso de combinações de FTA e FMEA, bem como variações destas ou mesmo novas metodologias que nelas se fundamentam (LI; FANG; SONG, 2019; LIU; LIU; LIU, 2013; PEETERS; BASTEN; TINGA, 2018; RUIJTERS; STOELINGA, 2015; YU et al., 2011).

Criada por Shane Nazwhort, a metodologia ESA (do inglês, *Error Stream Analysis*), ainda não publicada e de amplo uso no ambiente corporativo da companhia Tredegar, se baseia em ferramentas tais como FMEA e FTA. Assim como o FTA, o ESA tem a sua construção na forma *up-down*. O ESA é convocado a partir da ocorrência de um erro que gera uma ou mais ações (efeitos) mediante certas condições que, por sua vez, podem ser controladas por contramedidas. O ESA é construído de maneira similar às outras metodologias já apresentadas, por meio de discussão envolvendo um time de pessoas especializadas nas áreas interessadas. Sua apresentação se dá na forma de um fluxograma, onde cada categoria (erro, ação, condição e contramedida) é representada por uma cor, conforme ilustra a Figura 15.

Figura 16 – Exemplo de fluxograma representativo de um ESA.



Fonte: A autora (2019)

Para melhor esclarecimento acerca da metodologia, pode-se fazer uma associação entre a Figura 15 e o erro a ser estudado no presente trabalho: a alta variabilidade da densidade óptica no filme susceptior. A ação deste erro seria uma variação maior do que a especificação. Condições para este erro podem envolver qualquer entrada do processo (desde matéria-prima até condições operacionais, por exemplo) e podem ocorrer de forma associada ou exclusiva (diferenciadas por “e”, “ou” e “e/ou”). Uma vez listadas condições da ação, estas são priorizadas em níveis 2, 1 ou 0 (sendo 0 o de maior prioridade). A partir disso, as condições são investigadas uma a uma, seguindo-se as ordens de priorização. Cada condição deve demandar uma contramedida. Entretanto, se for oportuno, uma condição pode ser desdobrada em uma ação que é resultado de outras condições básicas (como ocorreu com a condição 1 no exemplo da Figura 15). A priorização das condições é subjetiva e deve partir de um consenso entre os membros do time.

As contramedidas são listadas em forma de um plano de ação e, por vezes, faz-se necessário a realização de alguns testes (experimentos) para o melhor entendimento de algumas condições. Se duas ou mais condições podem ter efeito

combinado sobre a ação/erro, é pertinente conduzir esses experimentos fazendo uso de ferramentas de análise multivariada, como o planejamento fatorial.

2.4 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Segundo Barros Neto, Scarminio e Bruns (2001), o planejamento de experimentos visa “a especificação detalhada de todas as operações experimentais que devem ser realizadas” para o alcance de um objetivo definido. Ao avaliar-se o efeito de determinados fatores sobre um certo resultado, é importante lembrar que, por vezes, tais fatores não agem de forma independente. Assim, estudar os efeitos a partir de experimentos que avaliam variações em um único parâmetro (análises univariadas) negligencia essa possível interação. Deste modo, a opção por análises multivariadas é comum e traz maiores chances de resultados satisfatórios.

Planejamentos fatoriais do tipo 2^k consistem na especificação de 2^k ensaios multivariados que avaliam 2 níveis para cada “k” fator que afeta o resultado. Quando muitos fatores são considerados e o número de experimentos torna-se proibitivo, é comum recorrer-se aos chamados planejamentos fatoriais fracionários para uma triagem de variáveis. Neste caso, um total de 2^{k-p} ensaio é especificado, onde $\frac{1}{2}^p$ corresponde à fração do fatorial completo. Entretanto, a opção por planejamentos fracionários traz consigo o ônus dos padrões de confundimento, os quais somam efeitos de interações entre fatores aos efeitos principais (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001; BENREDOUANE; BERRAMA; DOUFENE, 2016; BOJNOURD; PAKIZEH, 2018). O planejamento fatorial de experimentos tem sido aplicado com sucesso para a identificação de efeitos e, então, otimização de processos.

Bojnourd e Pakizeh (2018), por sua vez, aplicaram um planejamento fatorial fracionário 2^{8-4}_{IV} para o estudo do efeito de oito fatores da preparação de membranas de compósito de filme fino de Poli(álcool vinílico) sobre a performance dessa membrana quanto a dois resultados (permeabilidade e remoção de sal). Com apenas dezenove ensaios (triplicata no pronto central), foi possível identificar dois fatores de maior efeito e proceder com a otimização do processo.

Pontes et al. (2011) estudaram a viabilidade da aplicação de planejamento experimental à análise e otimização do processo contínuo de polimerização em

tanques agitados (CSTR) e reatores tubulares (PFR) através de experimentos simulados com 9 fatores e 7 respostas. Um planejamento fatorial fracionário de 17 ensaios permitiu a identificação das variáveis de maior efeito, selecionando os fatores para prosseguir com um planejamento fatorial completo. Por fim, fatoriais 2^5 e 2^7 foram planejados e executados para os reatores CSTR e PFR, respectivamente. Assim, o uso do planejamento fatorial para triagem dos fatores reduziu o número de experimentos requeridos de 1024 a 177.

Oliveira et al. (2011) utilizaram planejamento de experimentos para a elaboração e validação de uma metodologia para a determinação de força de adesão de alumínio em filmes plásticos metalizados para embalagens flexíveis. Embora não haja um método normalizado para a quantificação da força de adesão, métodos comumente empregados envolvem a termoselagem de um filme plástico ao filme metalizado. Neste estudo, seis fatores foram estudados em 41 experimentos para avaliação do seu efeito sobre a medição da força de adesão. Para tanto, selecionou-se duas amostras de filme poli(propileno) biorientado, com DO de 2,5 e 1,9, como variáveis de blocagem. Como fatores variáveis, foram considerados o filme selante, o ângulo de delaminação, a utilização de fita para ancoragem, a temperatura de termoselagem e o tempo de termoselagem. Dentre as variáveis testadas, a temperatura não apresentou efeito significativo.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, apresenta-se os materiais e métodos empregados no desenvolvimento deste trabalho.

3.1 IDENTIFICAÇÃO DAS VARIÁVEIS

Com o objetivo de reduzir a variabilidade da deposição do alumínio sobre o filme PET biorientado, foi necessário inicialmente entender quais fatores poderiam provocar ou intensificar tal variabilidade. Com a finalidade de identificar esses fatores, foram feitas discussões segundo a metodologia ESA. Assim, um grupo de cinco técnicos especializados e com características multidisciplinares se reuniu em três encontros para o levantamento das variáveis que podem impactar sobre a variabilidade da densidade óptica do filme metalizado. Neste grupo, estavam presentes engenheiros de pesquisa e desenvolvimento, técnico responsável pela metalização dos filmes e engenheiro da área técnica. Entre estes, havia engenheiros químicos, mecânico e de materiais.

No primeiro encontro do grupo, foi discutido o problema (ou erro) da alta variabilidade da densidade óptica do filme do filme suscepto, deixando claro a sua consequência (ou ação), a qual era a variação maior do que os 5% especificados. Após isso, foram apontados quais fatores (ou 'condições') estão presentes quando a consequência é vista e, portanto, podem ser causas do problema inicial. Após listadas as condições, foi feita uma priorização.

No segundo encontro, iniciou-se o tratamento das condições por ordem de priorização. Logo, cada condição de prioridade "0" passou a ser tratada como um erro que é resultante de outras condições. Essas condições, por sua vez, foram tratadas através de contramedidas.

Ao final deste processo e após um terceiro encontro do grupo, muitas das condições foram contornadas e restou apenas um número reduzido de fatores a serem estudados para a redução da variabilidade da deposição de alumínio no filme. Após alguns experimentos e testes preliminares, dois desses fatores foram selecionados para serem explorados através de um planejamento fatorial.

3.2 MEDIÇÃO E OBTENÇÃO DE DADOS

Como substrato para a produção do susceptor foi utilizado filme PET biorientado com espessura de 12 μm e tratamento corona em uma das faces, produzido e fornecido pela empresa Terphane, situada no estado de Pernambuco.

Todos os experimentos foram realizados em uma mesma metalizadora, uma TOPMET 2450, da *Applied Materials*. Esta máquina aplica o alumínio sobre a superfície do filme através do processo de deposição à vácuo.

Para a avaliação da deposição de alumínio sobre o filme, utilizou-se medidas de transmitância e densidade óptica, as quais são proporcionais à espessura da camada metálica aplicada. Para a obtenção dessa medição, havia dois métodos à disposição: medição *online* pela metalizadora e medição *offline* por um densitômetro.

Como já mencionado, a metalizadora tinha 26 sensores para a medição de transmitância ao longo da largura do filme. Tais sensores emitem luz com comprimento de onda de 880 nm e as medições são feitas de maneira discreta, em intervalos de 2 ou mais segundos. Neste estudo, este intervalo foi configurado para 15 segundos. Dado que o filme estava sendo desenrolado a $660 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$, este intervalo corresponde a medições a cada 165 m no sentido longitudinal e a cada 0,1 m no sentido transversal do filme. Uma planilha foi gerada automaticamente ao final de cada corrida, contendo as medições de densidade óptica ou transmitância (a depender do controle configurado), além de outros parâmetros da máquina.

Após a conclusão do processo de metalização, uma amostra do final do rolo metalizado poderia ser coletada para análise e medição de densidade óptica em laboratório, com uso de um densitômetro 361T, da X-rite, o qual emite luz com comprimento de onda de 530 nm. Neste caso, a densidade óptica era medida em pontos que eram marcados a cada 0,1 m na largura do filme (sentido transversal). A Figura 16 demonstra a medição de DO em filme susceptor e filme metalizado com propriedade de barreira.

Figura 17 – Medições de DO com densitômetro em amostras de filme susceptor com DO de 0,19 (à esquerda) e de filme metalizado com DO de 2,15 (à direita).



Fonte: A autora (2019)

Usando o densitômetro, medições no sentido longitudinal só seriam possíveis em ensaios destrutivos, onde o rolo do filme seria desenrolado para a coleta de amostras. Um teste como esse foi feito para avaliação da correspondência entre as medições feitas pela metalizadora e pelo densitômetro. Neste teste, foram comparadas medições feitas pelos dois métodos em um mesmo comprimento do filme.

A Repetitividade e precisão intermediária das medições feitas pelo densitômetro também foram avaliadas.

3.3 PLANEJAMENTO FATORIAL DE EXPERIMENTOS

Os efeitos dos fatores “diâmetro do fio de alumínio” e “tipo do evaporador” foram estudados através de um planejamento de experimentos do tipo fatorial 2^2 . Para tanto, um total de quatro ensaios foi planejado para execução em ordem aleatória. Nestes ensaios, foram testados fios de alumínio com diâmetros de 1,5 mm e 2,0 mm e

evaporadores bimetálico e trimetálico. Todas as outras condições (fatores) controláveis foram contornadas por contramedidas ou mantidas constantes a fim de evitar a sua interferência sobre a resposta.

A Terphane possui quatro linhas de produção de filmes e consome bateladas de polímero de produção própria. Para evitar a inserção de efeitos de outros fatores, foi utilizado nestes ensaios um único rolo de filme (ou lote) de uma linha de produção específica. Sendo este um rolo com 36000 m de comprimento, planejou-se metalizar 9000 m a cada ensaio.

Os fios de alumínio, bem como os evaporadores, eram de fornecedores diferentes. A condição padrão de operação era a metalização dos filmes com o evaporador bimetálico e o fio de alumínio de 2,0 mm.

Não sendo ainda padrão na Terphane a operação para a produção de filme com baixa densidade ótica (média de 0,22), alguns ajustes foram feitos na receita da máquina tomando como base a receita de um filme com DO média de 2,15. |As velocidades do filme e do fio de alumínio foram reduzidas, assim como a potência aplicada aos evaporadores. O controle do processo, comumente feito pela densidade ótica, foi modificado para o controle por transmitância.

Neste ponto, é importante destacar que o valor medido para a DO é dependente do comprimento de onda emitido pelo sensor. Além disso, há também a influência das condições em que a medição é feita pois, ao entrar em contato com o ar atmosférico após o final do processo de metalização, uma fina camada do metal aplicado ao filme se oxida. Em produções passadas do filme suscepto na empresa, foi identificado que um *setpoint* de 0,42 de DO na metalizadora utilizada (leitura feita em condição de vácuo e com emissor de 880 nm) corresponde a uma DO de 0,22 no densitômetro (leitura feita após exposição à atmosfera e com emissor de 530 nm). Portanto, esses 0,42 de DO seriam equivalentes a 38% em termos de transmitância na leitura feita pela metalizadora.

As planilhas de dados geradas pela metalizadora foram tratadas nos *softwares* *Microsoft Excel* e em *Minitab* (versão 17) para melhor avaliação qualitativa e quantitativa, respectivamente, da uniformidade da deposição.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, discute-se os resultados encontrados ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

4.1 IDENTIFICAÇÃO DAS VARIÁVEIS

Após análise do problema da alta variabilidade na deposição do alumínio em filme susceptor através de um ESA, foi possível identificar uma série de causas prováveis e seus desdobramentos. O fluxograma completo gerado nesta análise pode ser visto no APÊNDICE A. Embora a metodologia do ESA sugira uma tratativa dos itens por ordem de priorização somente até a solução do problema, todos os fatores levantados foram analisados nesse trabalho. Na Tabela 2, estão listadas algumas das especificações da metalizadora modelo TOPMET 2450 que são relevantes para a discussão deste trabalho.

Tabela 2 – Limites de especificação da metalizadora para alguns parâmetros

Parâmetro	Limites de especificação
Espessura do filme PET	8 – 50 μm
Número de evaporadores	26
Largura do rolo de filme	520 – 2470 mm
Velocidade do filme	60 – 840 $\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$
Pureza do alumínio	99,7% ou melhor
Diâmetro do fio de alumínio	1,5 – 1,8 mm
Espessura da camada de alumínio aplicada	0,5 – 3 (densidade óptica)
Uniformidade da aplicação do alumínio	$\pm 5\%$

Fonte: Adaptado de Applied Materials (2007)

Embora a especificação de DO do filme susceptor para a produção de pipoca em micro-ondas seja de 0,22, vale lembrar que a DO aplicada em condição de vácuo é de 0,42. Desta maneira, é importante entender que produzir filme susceptor nesta máquina implica em operá-la fora da sua condição de projeto, onde uma variabilidade de DO de até 5% é garantida. Além disso, um fio de alumínio com 2 mm de diâmetro

também excede os limites de especificação para esse material (APPLIED MATERIALS, 2007).

A partir do ESA, oito condições (fatores) principais foram avaliadas, sendo elas:

- (1) Variação na velocidade do fio de alumínio;
- (2) Tempo de uso do evaporador;
- (3) Posição do evaporador;
- (4) *Setup* de variação alto;
- (5) Medição da DO com densitômetro;
- (6) Tensão superficial baixa da face a ser realizada;
- (7) Variação de temperatura dos evaporadores;
- (8) Tipo do evaporador.

Como já comentado, filmes susceptor contém um baixo teor de alumínio depositado sobre a sua superfície em relação aos filmes metalizados convencionais, com finalidade de barreira a vapor e água. Para o alcance desta redução na deposição, alguns ajustes de processo podem ser feitos. No entanto, essa alteração pode ter algumas implicações que tornem o processo de metalização mais instável e, portanto, resultem em maior variabilidade.

Um dos caminhos para a redução na taxa de evaporação consiste na diminuição da quantidade (vazão) de alumínio alimentado em cada evaporador. Na metalizadora onde foram conduzidos os testes desse trabalho, cada evaporador é alimentado individualmente por um carretel de fio de alumínio, conforme ilustra a Figura 17. Assim, há dois caminhos para a redução da vazão de alumínio: diminuir a velocidade com que o carretel é desenrolado e/ou diminuir o diâmetro do fio.

Figura 18 – Disposição dos carretéis de alumínio no interior da metalizadora.



Fonte: A autora (2019)

Nos primeiros testes para a produção de filme susceptor ($DO = 0,22$), foi utilizado o mesmo fio de alumínio que é empregado na produção de filmes com DO de 2,15, um fio com 2,0 mm de diâmetro. Portanto, para atingir-se uma redução na taxa de evaporação, foi feita uma redução significativa e proporcional (cerca de 85%) na velocidade do fio de alumínio.

Embora exista uma especificação para os limites de velocidade do filme admitidos nesta máquina, não há definição de limites de velocidade para o fio de alumínio. Por isso, discutiu-se o fator variação da velocidade do fio de alumínio (1), condição '1' apontada no ESA. No desdobramento dessa condição, partiu-se da premissa de que variações na velocidade do fio de alumínio provocam variações na taxa de evaporação e, portanto, na deposição. As condições para a ocorrência desta variação de velocidade, por sua vez poderiam incluir:

(1.1) falta de precisão do motor de passo;

- (1.2) folga na transmitância do motor;
- (1.3) folga na engrenagem de contato com o alumínio;
- (1.4) sensor de %T/DO descalibrado;
- (1.5) controlador não ajustado para baixa DO;
- (1.6) resolução do sensor de %T/DO insuficiente;
- (1.7) Variação de diâmetro do fio de alumínio.

As condições 1.1, 1.2, 1.3, 1.4 e 1.5, tendo caráter mecânico e elétrico, foram avaliadas na máquina pela equipe de manutenção. O motor (1.1) foi julgado capaz de atender à velocidade baixa e nenhuma folga foi observada na transmitância (1.2) do motor ou na engrenagem de contato com o alumínio (1.3). A equipe da elétrica avaliou a calibração dos sensores de %T (1.4) e não encontrou nenhuma leitura fora do esperado, afirmando que as calibrações preventivas são feitas conforme cronograma proposto pela *Applied Materials*. O controlador (1.5) não permite ajuste de parâmetros pelos usuários da máquina, portanto, não é possível agir sobre esse item.

A resolução dos sensores de %T/DO (1.6) foi consultada no manual da metalizadora, sendo essa de 0,1% para transmitância e 0,01 para DO, com acurácia maior que 0,5%. Um *setpoint* de 0,42 de DO na metalizadora, considerando uma uniformidade de 5%, implica em uma faixa de DO de 0,40 a 0,44. Com a resolução dos sensores de 0,01, tem-se cinco possíveis leituras dentro desta faixa. Para a transmitância, por sua vez, esse *setpoint* corresponde a uma faixa de 36,1% a 39,9%, tendo trinta e nove possíveis leituras. Por este motivo, optou-se por usar o controle por transmitância na produção do filme susceptor.

A variação de diâmetro do fio de alumínio (1.7) especificada na ficha de qualidade para o fio de alumínio de 2,0 mm é de até 2%. Para um fio de 1,50 mm, essa variação era de 0,13%. Neste trabalho, optou-se pela realização de testes com fio de 1,50 mm de diâmetro. Além de trabalhar a uma maior velocidade (o que reduziria o efeito das condições 1.1, 1.2 e 1.3), sua menor variação de diâmetro também deveria garantir uma taxa de evaporação mais uniforme. Além disto, o fio de 2,0 mm tinha

especificação de pureza mínima de 99,50%, enquanto o fio de 1,5 mm tinha pureza de 99,90%.

Outra condição discutida pelo grupo foi o tempo de uso dos evaporadores (2) e a consequente alteração no seu desempenho. A partir da experiência da equipe, entendia-se que as primeiras operações com um jogo novo de evaporadores resultavam em um filme com maior variabilidade de DO. Embora alguns fornecedores ofereçam evaporadores que proporcionem uma maior estabilidade nas horas iniciais de operação, é certo que todos eles terão um tempo gasto até a sua condição ótima. Por fim, ao final do seu tempo de vida, um declínio é observado no desempenho desses evaporadores, chegando até a falha em certo ponto. Embora essa curva de desempenho dos evaporadores seja natural, algumas condições podem potencializar esse efeito.

Cada evaporador possui uma rampa de aquecimento (2.1) e uma potência de trabalho (2.2) ideais indicadas pelo fornecedor, a depender das suas dimensões, tipo e material constitutivo. O descumprimento desta rampa ou a aplicação de potência incorreta (excessiva ou insuficiente) podem encurtar o tempo de vida dos evaporadores ou mesmo levá-los à falha imediata. Além disso, os evaporadores sofrem uma queda na sua resistividade elétrica devido à corrosão dos mesmos pelo alumínio fundido, ver imagem ilustrativa apresentada na Figura 18. Portanto, a potência aplicada para o seu aquecimento deve ser reduzida ao longo da sua vida útil (BISHOP, 2011).

Figura 19– Evaporador em condição de alto desgaste, após decorrido o seu tempo de vida útil em uso.



Fonte: A autora (2019)

O desempenho dos evaporadores ao longo do tempo também pode ser afetado pela exposição à umidade (2.3). Embora a máquina opere a vácuo, as produções são feitas em bateladas e os evaporadores são expostos ao ambiente ao final de cada uma delas. Evaporadores novos podem conter resíduos de compostos voláteis e umidade. Portanto, seguir a rampa de aquecimento inicial é crucial para evitar que um aquecimento demasiadamente rápido provoque expansão desses resíduos e consequentes danos aos evaporados. Nas operações seguintes, deve-se evitar o mínimo de exposição dos evaporadores à atmosfera e uma rampa de aquecimento deve sempre ser seguida.

Outro fator que afeta a primeira operação com novos evaporadores é o mau alinhamento dos fios de alumínio sobre eles, como ilustra a Figura 19. Ao trocar um jogo de evaporadores, precisa-se deslocar os fios e fazer um realinhamento (trabalho este que é feito manualmente). Embora sejam feitos todos os ajustes possíveis antes de iniciar cada operação, é normal que algum desalinhamento seja persistente, sendo observado somente durante as operações. Além da troca de evaporadores, a própria troca de um carretel de alumínio demanda um realinhamento do fio em uma dada posição.

Figura 20 – Monitoramento do alinhamento dos fios e da forma das poças de alumínio durante o processo de evaporação.



Fonte: A autora (2019)

Somente com o alinhamento correto dos fios pode-se assegurar que a deposição será uniforme. Fios mal alinhados podem provocar desde a descentralização da nuvem de vapor de alumínio até derramamentos do metal fundido (ver Figura 20). Se esse desalinhamento desloca a nuvem, pode-se ter uma leitura de uma menor DO pelo sensor desta posição. Como resultado, o controle da máquina tenderá a aumentar a velocidade do fio de alumínio nessa posição e nas suas vizinhanças. Se esse deslocamento se direciona para uma das laterais do evaporador

(i.e. para uma extremidade mais próxima a outro evaporador), essa atuação certamente resultará em uma faixa de largura do filme com deposição de uma camada mais espessa de alumínio.

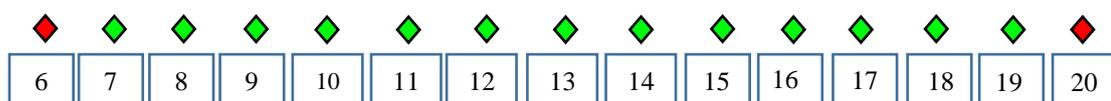
Figura 21 – Alinhamento do fio de alumínio sobre o evaporador.



Fonte: Adaptado de 3M (2015)

A discussão sobre o efeito da posição do evaporador (condição 3) sobre a uniformidade da deposição envolve o modo de atuação do controlador. Como esse controle atua na posição do desvio e nos seus dois vizinhos, é natural esperar que as posições de borda não pudessem ser propriamente controladas, já que essas possuem apenas uma vizinhança. Por isto, quando a máquina é carregada com um rolo de 1,4 m de comprimento, por exemplo, apenas 15 evaporadores centrais e 13 sensores estarão em uso, pois a máquina desabilita de maneira automática os dois sensores de borda (Figura 21).

Figura 22 – Ilustração de condição de operação da metalizadora.



Fonte: A autora (2019)

A Figura 21 ilustra um exemplo em que um rolo de filme de 1,4 m de largura é processado na máquina. Os retângulos numerados representam os evaporadores em uso, enquanto os prismas coloridos representam os sensores habilitados (verde) e desabilitados (vermelho). Uma vez que as posições 6 e 20 ficam com os sensores desativados, a taxa de evaporação nessas posições será controlada somente em função de assegurar o atingimento do *setpoint* nas posições 6 e 19. De um modo geral, observou-se que essa condição implica em bordas com um menor teor de alumínio, podendo se estender por até 100 mm em relação à cada uma das bordas.

Em outros filmes com densidades ópticas mais altas, esta largura com filme fora de especificação nas bordas é tão pequena quanto 15 mm.

Como contramedida para a condição 3, testou-se a ativação de um evaporador (e um sensor) adicional em cada uma das bordas, de modo que toda a largura do filme (exceto pelos 10-15 mm protegidos pela máscara) estivesse coberta pela nuvem de alumínio vaporizado e tivesse disponível as duas vizinhanças para a ação do controlador.

Um dos parâmetros configuráveis da metalizadora é a tolerância de variabilidade da densidade óptica, a qual pode ser reduzida até um mínimo de 5%. Em produções do filme suscepto anteriores a esse trabalho, foram admitidas tolerâncias de até 10%. Entretanto, ao buscar pela redução da variabilidade de DO, passou-se a utilizar tolerância de 5%. Essa foi a contramedida adotada para a condição 4 apontada no ESA.

Uma vez que estavam disponíveis dois métodos para a medição de densidade óptica/transmitância, era prudente avaliar qual seria o mais adequado para avaliação da uniformidade da deposição. Portanto, a condição 5 ('medição de DO no densitômetro') questionava o efeito dos fatores resolução do equipamento (5.1), operador (5.2), tempo decorrido entre a produção do filme e a análise sobre a sua repetitividade e reprodutibilidade.

Ao consultar o manual desse densitômetro, foi notado que este equipamento tinha um erro ($\pm 0,02$) muito próximo à variação admitida pelos limites de especificação do filme ($0,22 \pm 0,03$). Diante disto, foi feito um teste para avaliar a sua repetitividade e reprodutibilidade, o qual será discutido na sessão 4.2 deste trabalho.

Uma outra condição considerada no ESA foi uma baixa tensão superficial do filme base a ser metalizado (condição 6). Uma baixa tensão superficial pode implicar em baixa molhabilidade e a adesão do metal ao filme (VASSILADI e TARANTILI, 2007). Entretanto, não sendo de interesse estudar variações do filme base (substrato da metalização) nesse momento, essa condição foi considerada como fora de escopo.

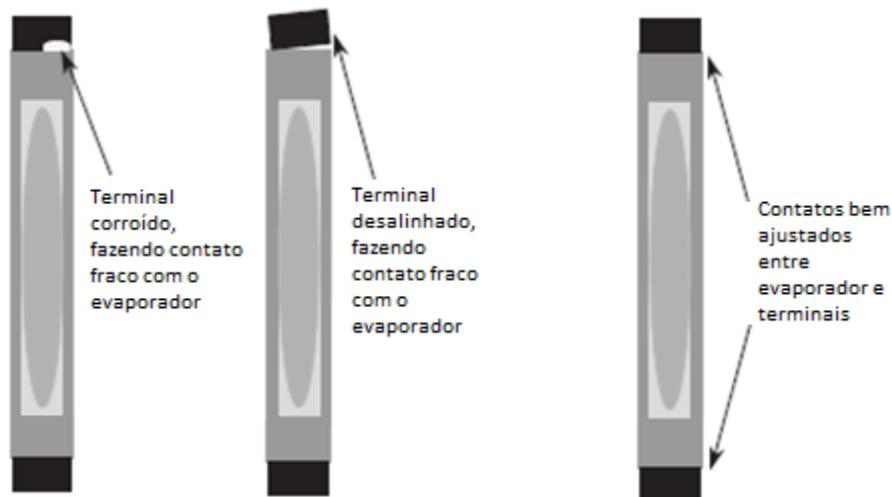
Como a taxa de evaporação e, portanto, de deposição é diretamente proporcional à temperatura dos evaporadores, foi pontuada no ESA uma condição (7)

quanto a variações de temperaturas entre os evaporadores. Entre as possíveis causas para essa variação, estaria a aplicação de uma potência excessivamente baixa ou alta (7.1), uma atuação do controle automático ou do operador excessiva ou insuficiente (7.2) e um mau contato entre os evaporadores e os terminais de aquecimento (7.3).

Não se tem ação sobre a agressividade do controlador automático (7.2), já que este não tem parâmetros configuráveis. Entretanto, foi avaliada nos demais testes a atuação do operador, preferindo tomar um curso de menor interferência humana, aguardando a ação do controle automático.

No tocante ao mau contato com os terminais de aquecimento (7.3), foi notado que alguns deles estavam bastante desgastados, reduzindo a área de contato entre esses e os evaporadores. Um desenho esquemático (Figura 22) ilustra alguns modos de falha mecânica deste contato que podem interferir diretamente sobre o aquecimento dos evaporadores e, como consequência sobre o seu desempenho e vida útil. Portanto, como contramedida, foi providenciada a troca desses terminais mais avariados por outros novos.

Figura 23 – Possíveis falhas mecânicas no contato do evaporador com os terminais de aquecimento.



Fonte: Adaptado de (BISHOP, 2011)

Embora o evaporador bimetálico tivesse performance satisfatória para a metalização de filmes com DO moderada (~2,15), não era certeza se esse seria o melhor para a produção de filmes com baixa DO (~0,22). Esta foi a motivação da

indicação da condição 8. Alguns evaporadores são projetados especialmente para trabalhar com baixas taxas de evaporação. Entre as vantagens apontadas pelos fornecedores desses tipos de evaporadores estão uma maior durabilidade em operação e a manutenção de uma poça mais uniforme (i.e. taxa de evaporação constante).

Fatores como o formato (8.1) material constitutivo (8.2) e dimensões do evaporador (8.3) podem ser importantes para garantir uma aplicação uniforme do metal sobre o substrato. A Figura 23 mostra alguns tipos de evaporadores disponíveis no mercado.

Figura 24 – Exemplos de evaporadores disponíveis no mercado.



Fonte: Adaptado de 3M (s.d.) e Kennametal (s.d.)

Neste trabalho, foi avaliado o efeito de dois tipos diferentes de evaporadores. Portanto, seria utilizado um evaporador bimetálico, de uso comum nas produções de filme metalizado com DO padrão e optou-se por testar um evaporador trimetálico, o qual seria mais adequado para operação com baixas taxas de evaporação. Além disto, o fornecedor indicava que este evaporador trimetálico teria maior molhabilidade e, portanto, manteria uma poça de alumínio mais uniforme e estável.

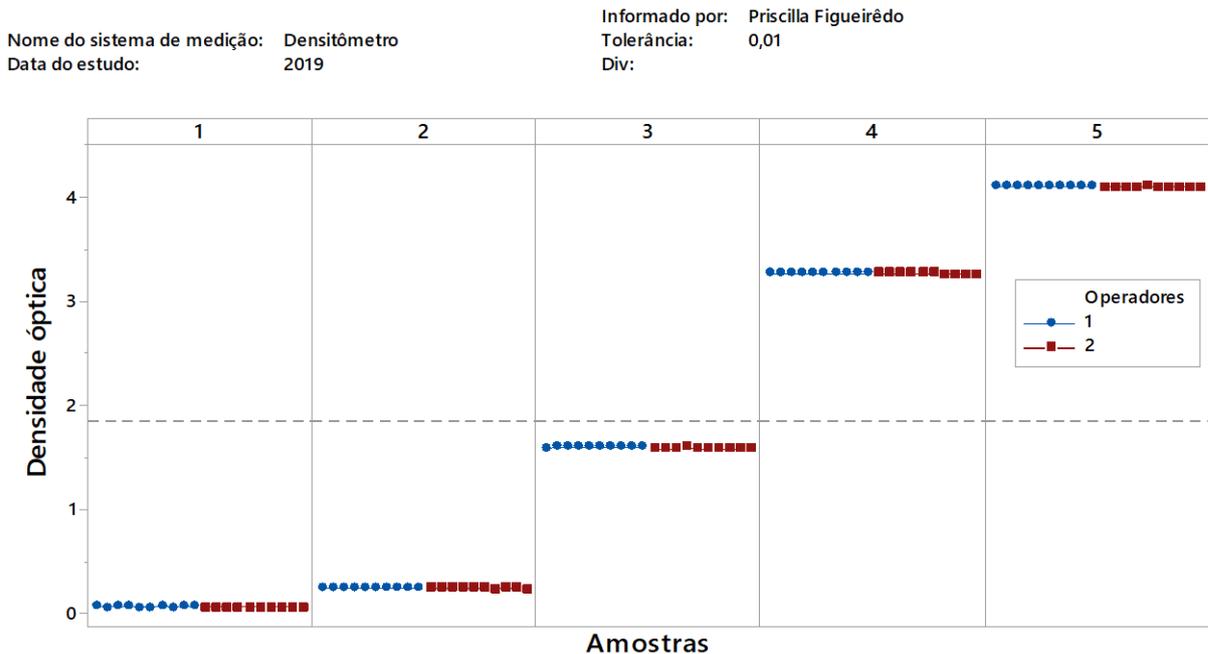
4.2 MEDIÇÃO E OBTENÇÃO DE DADOS

Embora já tivessem sido produzidos alguns rolos de filme susceptor com a metalizadora, apenas um relatório resumido sobre a deposição era conhecido pela equipe técnica. Neste relatório, para cada um dos 26 evaporadores, informava-se quais haviam sido os valores mínimos, máximos e médios medidos ao longo de toda a produção do rolo. Esses valores eram poluídos por leituras feitas na aceleração e desaceleração da máquina (filme e fio de alumínio), quando a evaporação ainda é instável. Portanto, nas produções anteriores a esse trabalho, apenas o acompanhamento a partir da análise de amostras com o densitômetro havia sido feito e foi a partir dessas medições que foi observada uma alta variabilidade de densidade ótica no filme susceptor.

Ainda na preparação para este trabalho, na fase do ESA, foi descoberta a possibilidade de extrair um relatório mais completo, em forma de planilha, trazendo todas as leituras feitas pelos sensores ao longo da produção. Ou seja, ter-se-ia uma matriz de dados onde as colunas representariam os vinte e seis evaporadores/sensores e as linhas seriam o tempo decorrido (ou metragem de filme desenrolado). Além disso, essa planilha indicava os valores atuais para metragem e velocidade do filme e *setpoint* da velocidade do fio de alumínio no momento de cada medição.

A partir deste ponto, todas as produções de filme susceptor tiveram a uniformidade da deposição avaliada pelos dois métodos: *online*, durante a produção, e *offline*, através da análise de amostra de filme retirada do final do rolo.

O densitômetro foi avaliado quanto à sua repetibilidade e precisão intermediária nas medições de densidade ótica de filme metalizado. Para isso, dois operadores fizeram dez medições de DO em cinco amostras padrão com densidades óticas de 0,07, 0,25, 1,26, 3,28 e 4,1. A Figura 24 mostra os resultados das leituras feitas por amostra (colunas numeradas) e por operador (conforme legenda de cores).

Figura 25 - Avaliação da repetitividade e precisão intermediária do densitômetro

Fonte:- A autora (2019)

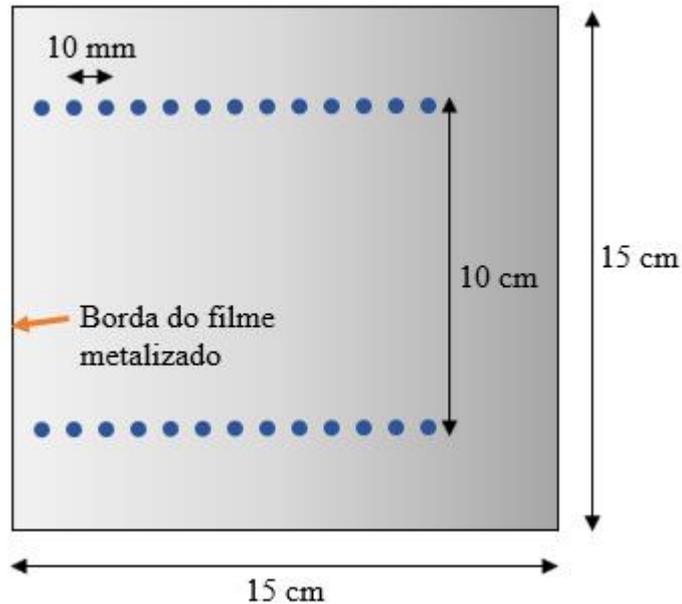
Uma tabela contendo os valores medidos pode ser vista no APÊNDICE B. Após análise dos dados, viu-se que nenhuma das leituras, independentemente do valor padrão da amostra ou do operador, divergiu mais do que 0,01 em relação ao valor padrão. Ou seja, foi confirmada a concordância do equipamento com a sua especificação de repetitividade de $\pm 0,01$. Além disso, a precisão intermediária observada foi também de $\pm 0,01$. Esses resultados associados à especificação de acurácia do densitômetro ($\pm 0,02$) e à variabilidade admitida pela especificação do filme susceptível ($\pm 0,03$) indicam que esse equipamento não era adequado para avaliar a uniformidade da deposição do alumínio em um rolo filme com baixa densidade óptica.

Entretanto, a observação e estudo do efeito da DO reduzida na borda do filme só era possível com o densitômetro, já que os sensores de bordas ficam desligados e a leitura de cada um deles representa uma região de até 100 mm de largura (equivalente à largura da região onde esse efeito era observado).

Para avaliar a capacidade do densitômetro de avaliar a DO nas bordas do filme, foi feito outro teste, no qual uma amostra da borda de um filme com DO maior que 2

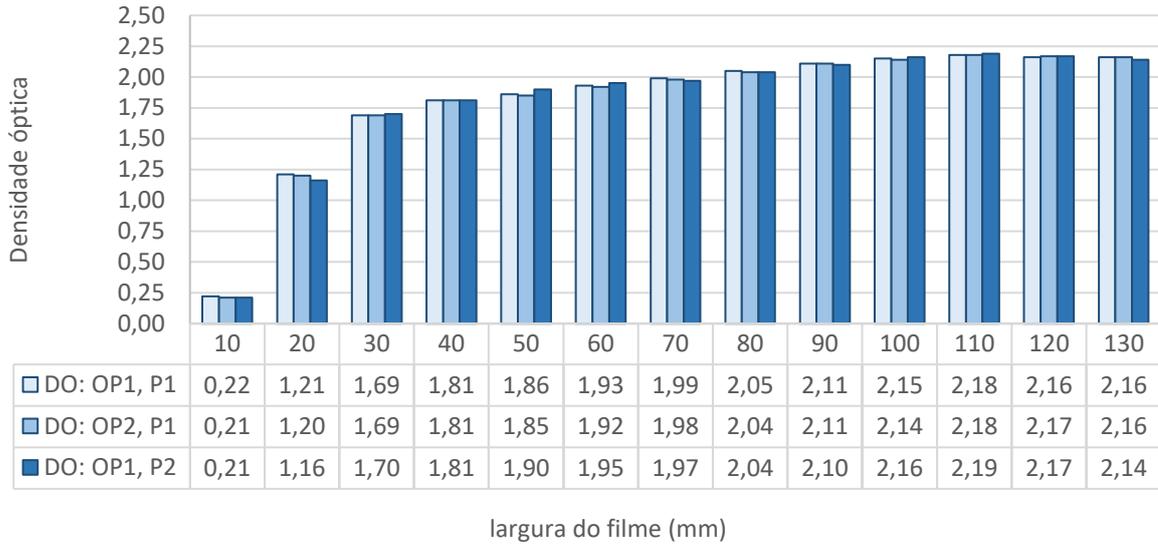
medindo 15 cm x 15 cm foi utilizada. A Figura 25 ilustra a localização dos pontos amostrados.

Figura 26 – Representação das amostras utilizadas na avaliação da variação de DO nas bordas do filme.



Fonte: A autora (2019)

A cada 10 mm no sentido da largura do filme, foi realizada uma medida, totalizando em treze pontos de medição (OP1, P1). Outro operador repetiu essas treze medições (OP2, P1). Depois, a 10 cm no sentido longitudinal desses pontos, o operador 1 fez novas medidas (OP1, P2). O gráfico da Figura 26 mostra os resultados dessas medições.

Figura 27 – Medição da densidade óptica nas bordas do filme utilizando o densitômetro.

Fonte: A autora (2019)

Entre operadores, manteve-se o erro máximo de $\pm 0,01$, reafirmando a precisão intermediária determinada no ensaio das medições de amostras padrão. Entre posições longitudinais, no entanto, uma variação de até 0,05 foi observada (aos 20 mm de largura). Tanta variabilidade em uma amostra tão pequena reforça o quanto a análise de uma única amostra do filme (do final do rolo) não seria representativa para a variabilidade presente em todo o rolo. Entretanto, de um modo geral, vê-se que o perfil de variação de DO observado nas bordas do filme foi bastante similar para as três leituras. Portanto, as análises com o densitômetro serão utilizadas nesse trabalho para a discussão da variabilidade de DO nas bordas do filme suscepto, enquanto o relatório da metalizadora será utilizado para discutir a variabilidade no rolo de filme.

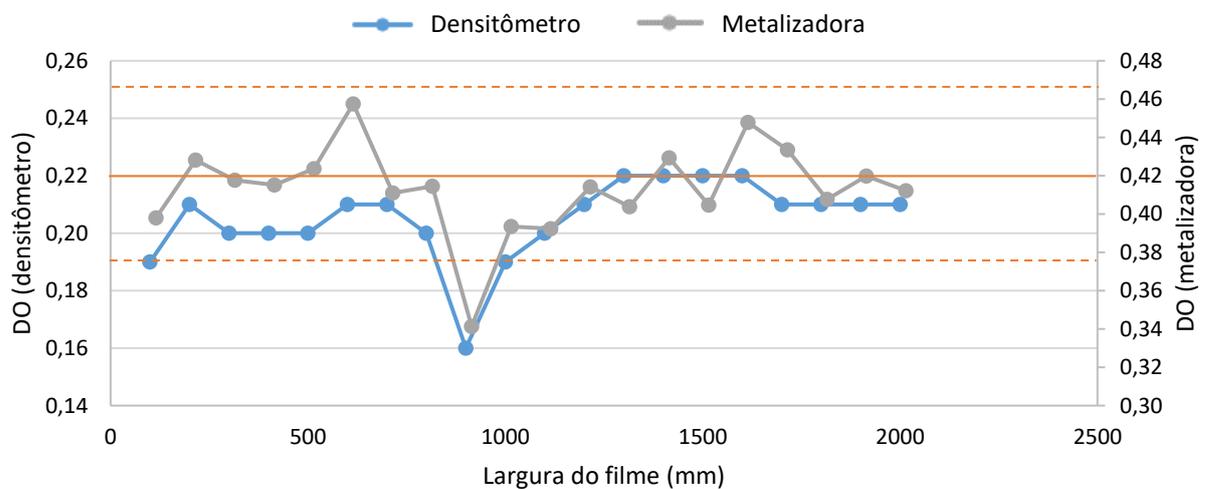
No início do desenvolvimento do suscepto cuja produção é discutida nesse trabalho, a especificação de densidade óptica desse filme foi definida a partir de leituras com o densitômetro, sendo especificada a faixa de DO de $0,22 \pm 0,03$. Um outro modo de enxergar essa especificação é dizer que um desvio de até 13,64% em relação ao valor nominal de especificação produziria um filme conforme.

Era sabido que dois fatores causariam uma divergência entre os valores de DO lidos pelo densitômetro e pela metalizadora, sendo estes:

- Diferentes comprimentos de onda emitidos pelos sensores, sendo 530 nm para o densitômetro e 880 nm para a metalizadora;
- Exposição à atmosfera após fim da operação de metalização à vácuo, com oxidação de parte da camada metálica.

Para um melhor entendimento da correspondência entre as medições desses equipamentos, fez-se um teste comparativo. Retirou-se uma amostra de uma determinada região de um rolo de filme susceptor produzido na metalizadora. Nesta amostra, foram feitas medições de DO ao longo de toda a largura e em pontos equivalentes ao posicionamento dos evaporadores/sensores que estavam ativos na metalização deste rolo. O gráfico a seguir, Figura 27, traz um comparativo entre a DO medida no densitômetro e a DO calculada a partir dos dados de transmitância registrados no relatório da metalizadora para a mesma metragem do filme.

Figura 28 – Gráfico comparativo entre medições de densidade óptica feitas pela metalizadora (em cinza) e pelo densitômetro (em azul) na mesma região do filme.



Fonte: A autora (2019)

Embora não haja uma correspondência exata entre as medições, é notável uma similaridade no perfil de DO ao longo da largura. Em média, a diferença medida entre os dois métodos foi de 0,21 de DO. A partir desses resultados e das observações de produções anteriores do filme susceptor na empresa, assumiu-se que, para alcançar-se o 0,22 de DO na leitura do densitômetro, deveria ter-se um *setpoint* de 0,42 de DO (ou 38% de transmitância) na metalizadora. Levando-se em conta também a baixa precisão ($\pm 0,02$) da medição de DO com o densitômetro, assumiu-se também que um

filme com desvios de até 10% em relação ao *setpoint* de 38% de transmitância medido na metalizadora seria um filme conforme quanto a especificações de DO. Essa variação corresponderia a uma faixa de transmitância de 34,20% a 41,80% (ou DO de 0,38 a 0,47). Apesar disso, entendia-se que era desejável que esses desvios não superassem 5%, quando a faixa admitida de transmitância seria de 36,10% a 39,39% (ou DO de 0,40 a 0,44).

4.3 PLANEJAMENTO FATORIAL

Para a avaliação dos efeitos dos fatores ‘diâmetro do fio de alumínio’ e ‘tipo do evaporador’, foi elaborado um plano de quatro ensaios conforme um planejamento fatorial 2². Os fatores avaliados e seus respectivos níveis são mostrados na Tabela 3.

Tabela 3 – Níveis dos fatores avaliados no planejamento fatorial de experimentos.

Fator	Nível (+)	Nível (-)
Diâmetro do fio de alumínio	2,0 mm	1,5 mm
Tipo do evaporador	Trimetálico	Bimetálico

Fonte: A autora (2019)

Os experimentos, por sua vez, foram planejados para execução conforme mostra a Tabela 4.

Tabela 4 – Experimentos planejados conforme planejamento fatorial 2².

Experimento	Tipo de evaporador	Diâmetro do fio de alumínio
1	Bimetálico	2,0 mm
2	Trimetálico	2,0 mm
3	Trimetálico	1,5 mm
4	Bimetálico	1,5 mm

Fonte: A autora (2019)

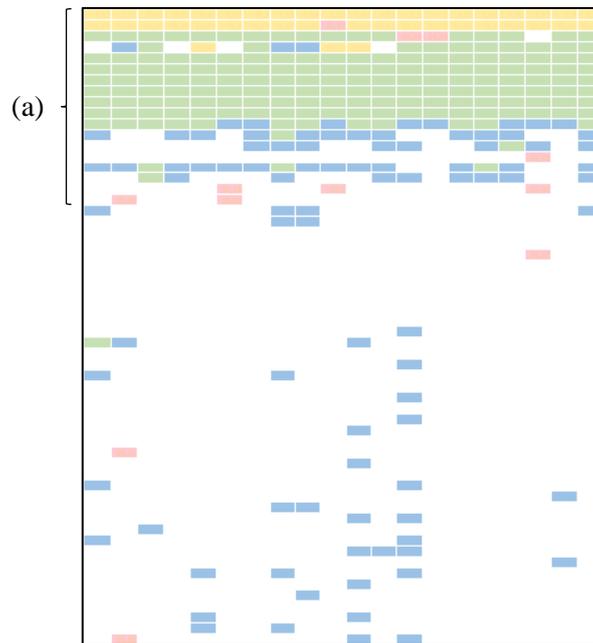
Por indicação dos técnicos e operadores da metalizadora, antes de realizar os experimentos de produção de susceptor, trocava-se o jogo de evaporadores que estava em uso na máquina por outro novo e metalizava-se um rolo de filme padrão, com DO de 2,15. O objetivo era condicionar os evaporadores, os quais, segundo a experiência da equipe, são mais instáveis nas primeiras horas de operação. Cada

operação padrão (36000 m de filme a $680 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$) duraria 53 min, enquanto uma operação susceptor (9000 m de filme a $660 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$) duraria 14 min.

O experimento 1 correspondia às condições padrões para a produção de filme susceptor na empresa (evaporador bimetálico e fio de alumínio de 2,0 mm). Neste caso, era importante fazer-se esse experimento para coletar a planilha de dados sobre a deposição e, assim, ter um melhor entendimento da variabilidade na deposição do alumínio sobre o filme nesta condição. Conforme planejado, os evaporadores foram condicionados com uma operação com DO de 2,15 e seguiu-se com a produção de um rolo de 9000 m susceptor. Neste experimento, utilizou-se um rolo de filme com 2110 mm de largura. Logo, estavam em uso 22 evaporadores e 20 sensores.

De um modo geral, os resultados do experimento 1 foram bastantes satisfatórios quanto à uniformidade da deposição. Após tratamento dos dados obtidos pela metalizadora para essa produção, desenvolveu-se um código de cores relacionado ao atendimento de determinados limites. Na apresentação desses resultados em forma de imagens, os sentidos da largura e comprimento da imagem estão correlacionais à largura e ao comprimento, respectivamente, do filme metalizado. Para o experimento 1, gerou-se a imagem vista na Figura 28.

Figura 29 – Variabilidade de transmitância no filme produzido no experimento 1, com evaporador bimetálico e fio com 2,0 mm de diâmetro.



Setpoint: Transmitância = 38% ± 5%

Legenda para cores:

Laranja: valores que excedem um desvio de +10% (maiores que 41,80%)

Azul: valores que excedem um desvio de +5% (maiores que 39,90%)

Branco: valores que possuem desvio de até ±5% (entre 36,10% e 39,90%)

Vermelho: valores que excedem um desvio de -5% (menores que 36,10%)

Verde: valores que excedem um desvio de -10% (menores que 34,20%)

Fonte: A autora (2019)

Ao analisar-se essa produção a partir da Figura 28, notou-se que havia uma necessidade de uma mudança no procedimento de lançamento da operação. Ter uma rampa de aceleração de 4 minutos, iniciando com a velocidade do filme em $150\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$, resultava em produzir-se cerca de 2500 metros de filme fora de especificação (região '(a)' demarcada na Figura 28). A partir disto, decidiu-se acelerar essa rampa no próximo ensaio (produção de filme susceptor), com a velocidade do filme sendo de $400\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ na partida da máquina.

Excluindo-se as leituras de transmitância referentes aos 2500 metros iniciais da produção, restaram 800 medições de transmitância para a análise da uniformidade da deposição. A partir desses dados, viu-se que apenas 5,5% das medições resultaram em valores fora da faixa de tolerância de $\pm 5\%$ de variação, porém ainda

dentro da faixa de $\pm 10\%$. Somente um ponto de leitura foi registrado fora da faixa de $\pm 10\%$ de variação, tendo uma transmitância de 42,91% (ou DO de 0,37). O ponto mínimo de transmitância foi de 35,75% (ou DO de 0,45)

Na preparação para o experimento 2, além de condicionar os evaporadores, fazer uma produção padrão com o evaporador trimetálico antes de produzir o suscepter ajudaria a visualizar que ajustes seriam necessários no processo. Nessa produção e nas demais a serem discutidas a seguir, incluindo os próximos ensaios do planejamento fatorial, havia 26 evaporadores e, portanto, 24 sensores em uso.

A partir das informações dimensionais dos evaporadores, foi feito o cálculo da potência a ser fornecida para o seu aquecimento, conforme a Equação 3.

$$P = 2 \times (h + w) \times l \times d \quad (3)$$

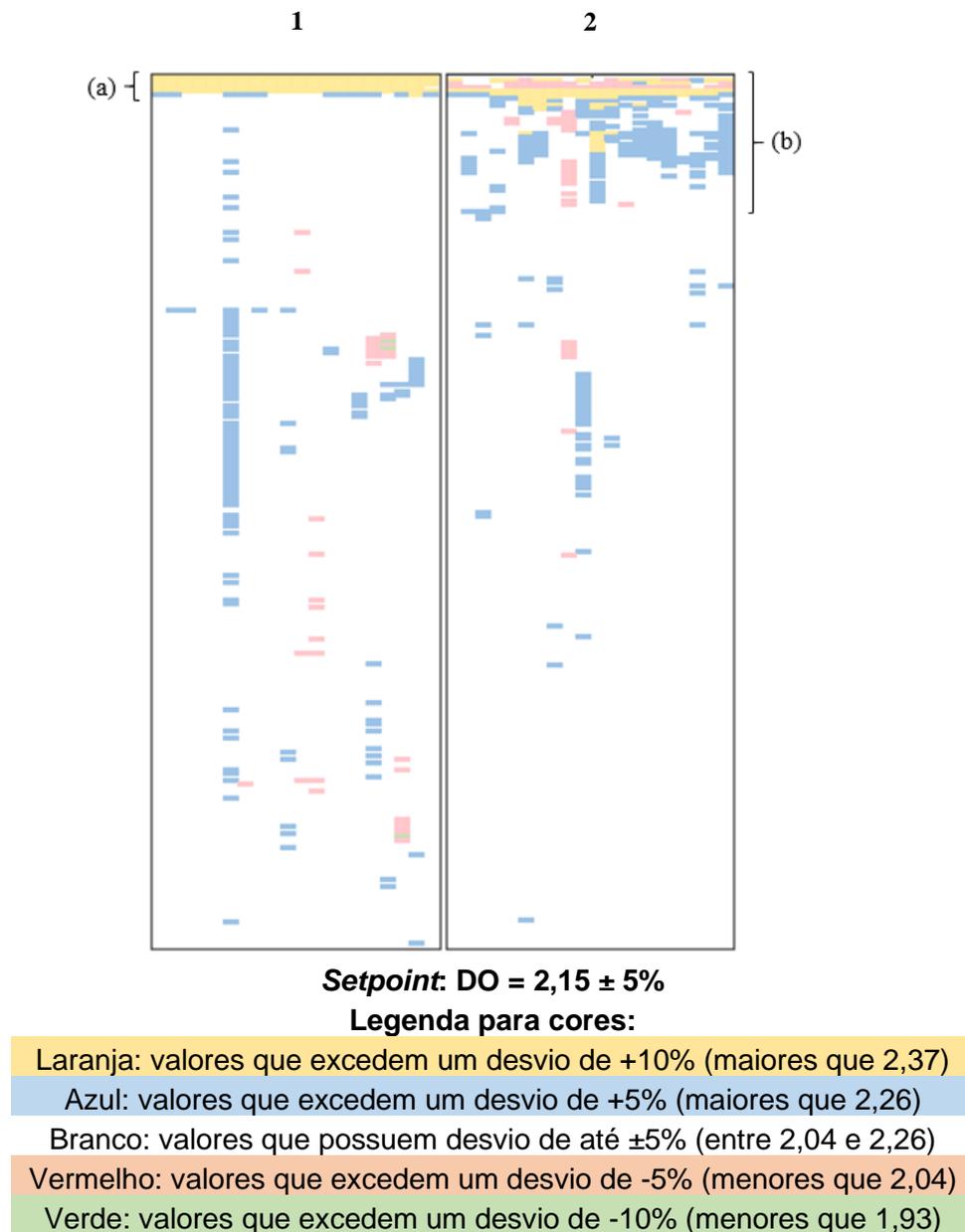
Em que, 'P' é a potência, em Watts
 'h' é a altura do evaporador em centímetros
 'w' é a largura do evaporador em centímetros
 'l' é o comprimento do evaporador em centímetros
 'd' é a densidade de potência do evaporador em W/cm²

A partir dos cálculos, observou-se que o evaporador trimetálico precisaria de uma redução de 10% na potência em relação àquela aplicada para o evaporador bimetálico. Entretanto, no início da primeira produção usando o evaporador trimetálico (filme com DO de 2,15), percebeu-se que a potência calculada ainda era excessiva. Notava-se uma boa molhabilidade dos evaporadores, mas as poças eram muito estreitas e a deposição não era uniforme. Após redução dessa potência, poças mais largas foram observadas e a deposição respondeu melhor ao controle do processo. Todo o restante do rolo foi produzido nesta mesma condição de potência e velocidades conforme padrão para a produção desse filme. Ao final da metalização deste rolo, uma amostra do filme produzido foi submetida a testes em laboratório e atendeu a todas as especificações para o produto.

A planilha de dados gerada pela metalizadora para esse rolo foi coletada e analisada em conjunto com o resultado obtido em uma produção de um rolo desse

mesmo tipo de filme com evaporadores bimetálicos. As imagens geradas após tratamento dos dados dessas produções podem ser vistas na Figura 29.

Figura 30 – Variabilidade de DO em filme produzido com *setpoint* de 2,15 de DO e tolerância de 5% de variação. (1) produção com evaporador bimetálico e (2) produção com evaporador trimetálico.



Fonte: A autora (2019)

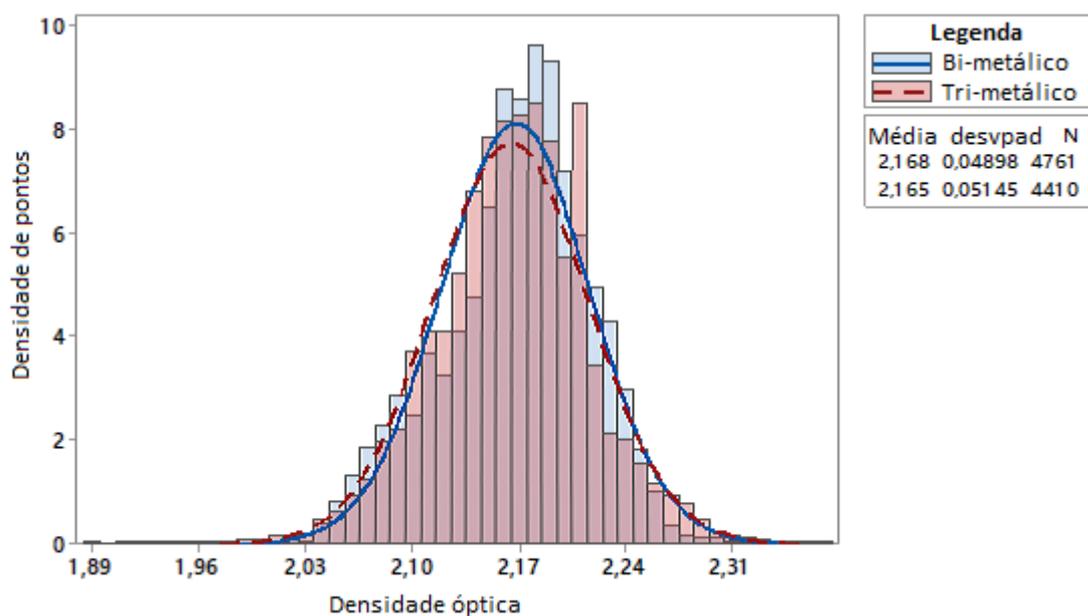
Na Figura 29, vê-se que apenas uma estreita faixa de filme (região ‘a’), equivalente a cerca de 400 m de filme) teve a uniformidade da deposição afetada pelo lançamento da máquina. Como essa imagem foi resultante da produção de um filme padrão feito sob condições padronizadas, uma rampa de aceleração já bem desenvolvida foi aplicada. Além disso, é importante salientar que a especificação

desse filme para DO tem apenas limite mínimo. Portanto, a rampa de aceleração é feita de modo a depositar uma camada de alumínio igual ou ligeiramente maior ao mínimo especificado, de modo que nenhuma metragem de filme seja perdida por não conformidade quanto a essa propriedade. Após concluída da rampa, a deposição apresentou alguns pontos com variação de DO na faixa entre $\pm 5\%$ e $\pm 10\%$ em relação ao *setpoint* de 2,15.

Analisando a produção com o evaporador trimetálico (Figura 29, à direita), vê-se um comportamento diferente no lançamento da máquina. Nesse caso, há uma faixa mais extensa com alta variabilidade de DO no começo da produção, cerca de 3200 m de filme (região '(b)' na Figura 29), correspondendo às reduções da potência de aquecimento dos evaporadores feitas no início da operação. No entanto, uma vez que se identificou um bom ajuste, foi notada uma aparente menor variabilidade na deposição em relação ao resultado da produção com o evaporador bimetálico.

Construindo-se um histograma com os dados dessas duas produções (Figura 30), observou-se que a variabilidade resultante da deposição com o evaporador trimetálico é similar à resultante com o bimetálico (condição padrão). Os valores médios obtidos para a densidade óptica nas duas condições, por sua vez, também foram bastante similares.

Figura 31 – Histograma comparativo entre produções de filme com DO de 2,15 usando evaporadores bimetálicos e trimetálicos.

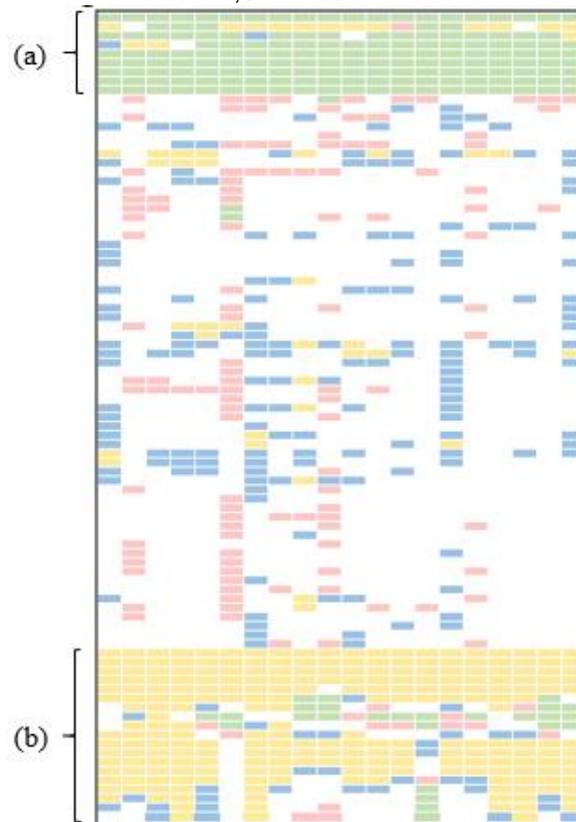


Tendo operado com menor potência de aquecimento, há um potencial para que os evaporadores trimetálicos tenham uma maior durabilidade em uso (BISHOP, 2011). Além disso, os evaporadores trimetálicos tinham um custo menor do que os evaporadores bimetálicos. Não estando no escopo deste trabalho essa análise, foi feita uma recomendação à área técnica para seguir avaliando o uso desses evaporadores na produção de filmes com finalidade de barreira (DO moderada). A seguir, partiu-se para a produção de filme susceptor.

Nas produções anteriores de filme susceptor, empregava-se uma potência reduzida em 50% em relação àquela usada para filmes com DO de 2,15. Portanto, a operação do ensaio 2 (com o evaporador trimetálico e fio de 2,00 mm) foi iniciada nessa condição, partindo com 50% o valor calculado. Conforme esperado, percebeu-se que havia um excesso de potência. Entretanto, ao serem feitas reduções graduais nesta potência, nenhuma melhora foi observada. Ao fazer-se uma redução mais brusca, os evaporadores foram resfriados de maneira excessiva, provocando uma parada no processo de deposição. Os evaporadores voltaram a ser aquecidos, mas não foi possível encontrar condições que estabilizassem o processo de evaporação.

Embora estivesse prevista a metalização de 9000 m de filme nesse ensaio, seguiu-se com as tentativas até os 14000 m, quando a produção foi abortada. A imagem gerada a partir do tratamento dos dados coletados pela metalizadora nesse ensaio pode ser vista na Figura 31.

Figura 32 – Variabilidade de DO no filme produzido no experimento 2, com evaporador trimetálico e fio com 2,0 mm de diâmetro.



Setpoint: Transmitância = 38% ± 5%

Legenda para cores:

Laranja: valores que excedem um desvio de +10% (maiores que 41,80%)

Azul: valores que excedem um desvio de +5% (maiores que 39,90%)

Branco: valores que possuem desvio de até ±5% (entre 36,10% e 39,90%)

Vermelho: valores que excedem um desvio de -5% (menores que 36,10%)

Verde: valores que excedem um desvio de -10% (menores que 34,20%)

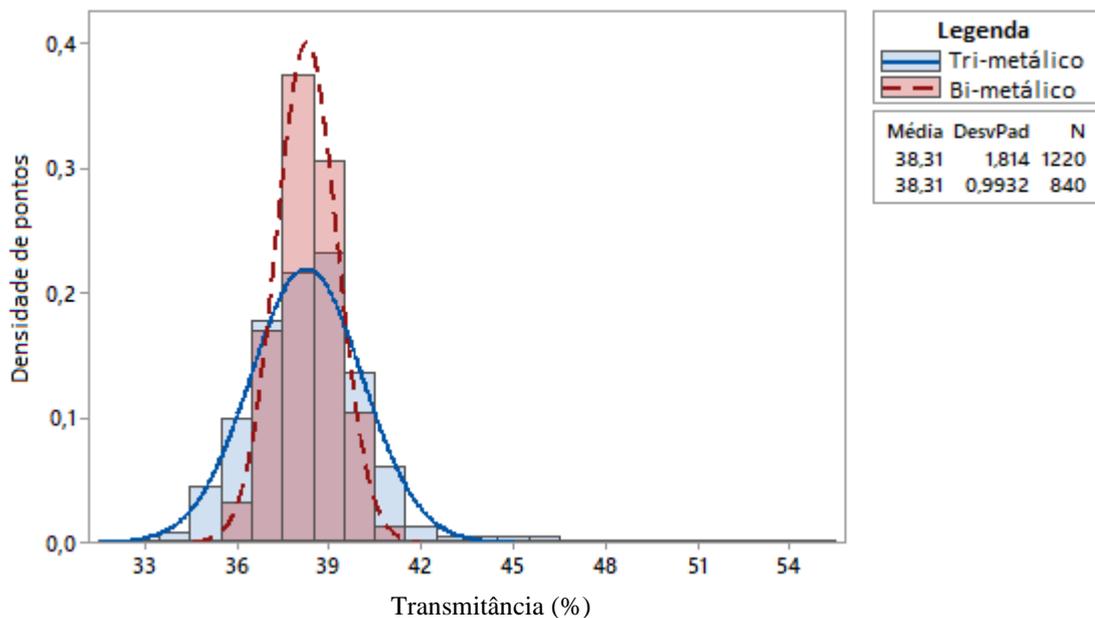
Fonte: A autora (2019)

Com o aceleração da rampa de velocidade para o lançamento da máquina, a perda de filme até a estabilização do controle do processo foi reduzida de 2500 m para 1000 m, região '(a)' da Figura 31. Entretanto, foi visto que ainda havia oportunidade para redução dessa perda pois notou-se que o controle era estabelecido rapidamente quando as velocidades do fio de alumínio e do filme atingiam os seus valores finais. Portanto, no experimento seguinte, foi testado o lançamento da máquina sem uma rampa de aceleração, iniciando o processo já com os valores finais para as velocidades do filme e do fio de alumínio.

Para análise da uniformidade da deposição nesse experimento, foram considerados os pontos de leitura entre 1000 m e 11000 m (correspondente a 1220 pontos), quando a deposição não foi afetada pelo efeito da aceleração da máquina ou de mudanças bruscas na potência de aquecimento dos evaporadores. Nesta região do filme, 22% dos pontos de leitura ficaram na faixa entre 5% e 10% de variação em relação ao *setpoint* de transmitância (pontos azuis e vermelhos na Figura 31), enquanto 3% dos pontos superaram o desvio de 10% (Pontos em amarelo e verde na Figura 31), com ponto máximo de 54,81% (DO de 0,26) e ponto mínimo de 32,46% (DO de 0,49).

Uma análise do efeito do tipo do evaporador sobre a uniformidade da deposição de alumínio sobre filme suscepto pode ser feita a partir do histograma mostrado na Figura 32.

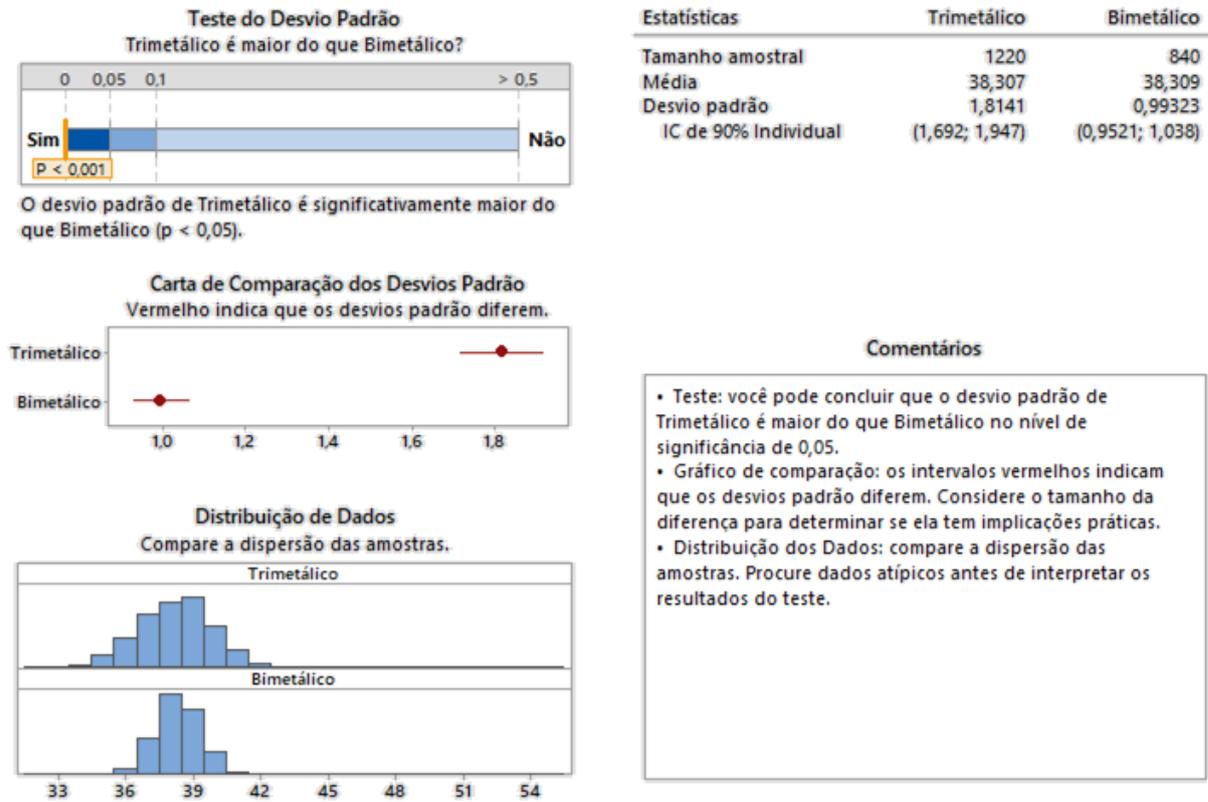
Figura 33 – Histograma comparativo entre produções de filme suscepto (com DO média de 0,22) usando evaporadores bimetálicos (experimento 1) e trimetálicos (experimento 2).



Fonte: A autora (2019)

Ao comparar-se os resultados dos experimentos 1 e 2, vê-se que, embora a média de transmitância seja a mesma, os resultados dos dois experimentos diferiram muito quanto ao desvio padrão das leituras. Para um melhor entendimento dessa diferença, fez-se um teste de Bonett para comparação entres os desvios padrões das duas produções, com evaporadores bimetálicos e trimetálicos. Os resultados podem ser vistos na Figura 33.

Figura 34 – Relatório do teste de Bonett para comparação entre os desvios padrões da transmitância nas produções com evaporadores bimetálicos e trimetálicos.



Fonte: A autora (2019)

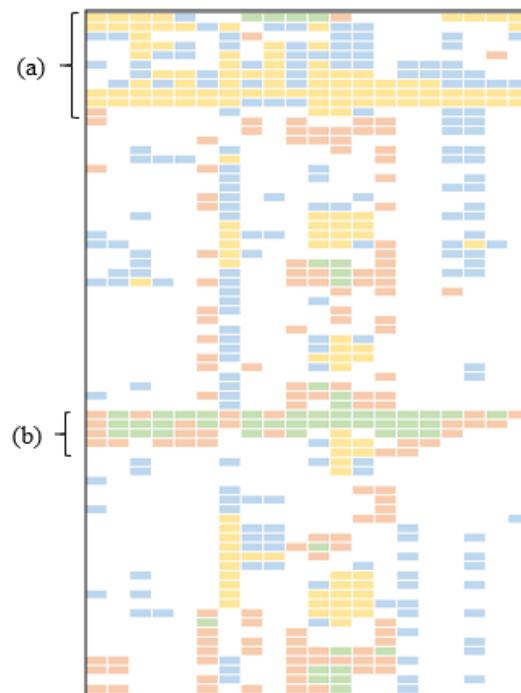
Comparando-se os resultados dos experimentos 1 e 2, vê-se que, embora a média de transmitância seja semelhante, o desvio padrão das produções diferiram. Em um nível de significância de 5%, conclui-se que a produção do filme com o evaporador trimetálico apresentou um desvio padrão maior do que com o bimetálico.

Devido ao resfriamento dos evaporadores durante o experimento 2, observada na região '(b)' da Figura 31, eles tornaram-se inaptos para reuso. Como só havia um jogo de evaporadores trimetálicos disponível para teste, isso impossibilitou a realização do experimento 3, previsto no planejamento fatorial.

No experimento 4, avaliou-se a produção de filme susceptor com evaporadores bimetálicos e fio de alumínio com 1,50 mm de diâmetro. Devido à redução do diâmetro do fio de alumínio, foram feitos cálculos para um aumento proporcional na velocidade do fio, visando manter-se a taxa de evaporação. Visando a redução da perda de filme no lançamento da máquina, foi recomendado para esse ensaio fazer o lançamento já com as velocidades finais do filme e do fio. Entretanto, ao iniciar-se o processo com a

velocidade calculada, foi observado que era necessário fazer ajustes, pois a transmitância média estava elevada (DO baixa). Assim, a velocidade do fio foi aumentada até encontrar-se um valor para o qual o controle se estabelece com média em torno do *setpoint* de 38% de transmitância. Até o ajuste ser alcançado, 2000 m de filme foram perdidos, como pode ser observado na região '(a)' da Figura 34.

Figura 35– Variabilidade de transmitância no filme produzido no experimento 4, com evaporador bimetálico e fio com 1,5 mm de diâmetro.



Setpoint: Transmitância = 38% ± 5%

Legenda para cores:

Laranja: valores que excedem um desvio de +10% (maiores que 41,80%)

Azul: valores que excedem um desvio de +5% (maiores que 39,90%)

Branco: valores que possuem desvio de até ±5% (entre 36,10% e 39,90%)

Vermelho: valores que excedem um desvio de -5% (menores que 36,10%)

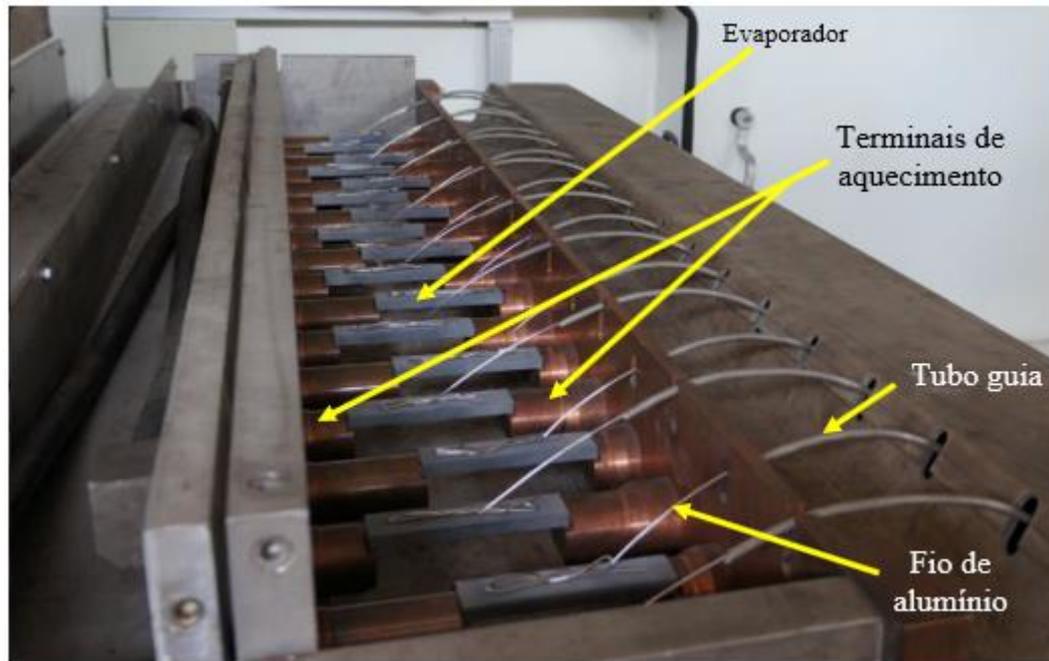
Verde: valores que excedem um desvio de -10% (menores que 34,20%)

Fonte: A autora (2019)

Mesmo após ajuste da transmitância média em torno do *setpoint*, uma grande variabilidade foi observada na região entre '(a)' e '(b)' da Figura 34. Checando as poças de alumínio, observou-se que muitos fios estavam desalinhados na aterrissagem sobre os evaporadores. Embora tivesse sido feito um esforço para alinhá-los antes do lançamento da máquina, o menor diâmetro do fio é acompanhado por uma menor rigidez, a qual muda a forma como o fio se conforma na saída do tubo guia. A Figura

35 mostra em detalhe os tubos guias e fios de alumínio direcionados a cada um dos evaporadores.

Figura 36 – Terminais de aquecimento dos evaporadores.



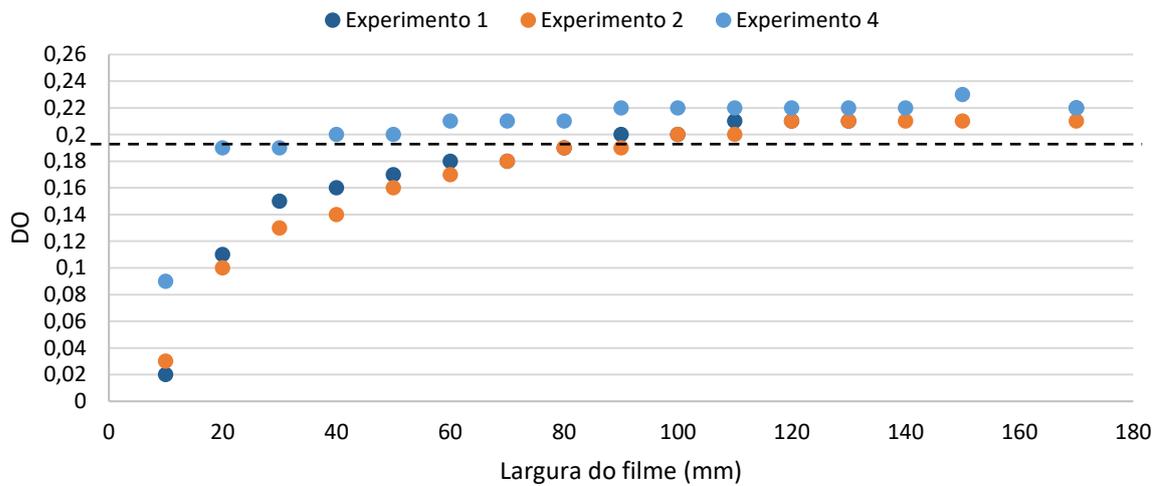
Fonte: Adaptado de Fartek (2015)

Devido a esse desalinhamento dos fios, entre 2000 m e 7200 m, região entre ‘(a)’ e ‘(b)’ da Figura 34, 22,5% das leituras tiveram variação entre 5 e 10% em relação ao *setpoint* de transmitância, enquanto 5,2% tiveram variação superior a 10% entre as 640 leituras de transmitância registradas. Aos 7200 m, foi decidido interromper a operação para realinhar os fios.

No relançamento da máquina, região ‘(b)’ da Figura 34, a produção já foi iniciada com as velocidades finais para o filme e para o fio, tendo essa última sido determinada no primeiro lançamento. Desta vez, apenas 660 m foram perdidos até a estabilização da evaporação. Entretanto, checando as poças, viu-se que ainda persistia algum desalinhamento na aterrissagem dos fios. A metalização foi continuada até os 12700 m, mas o controlador não foi capaz de corrigir os desvios provocados pelo desalinhamento. Na análise das 540 leituras feitas entre os 8500 m e os 12700 m, região do filme posterior à região ‘(b)’ da Figura 34, havia 20,6% das leituras com variação entre 5 e 10% em relação ao *setpoint* de transmitância e 7,6% com desvio superior a 10%.

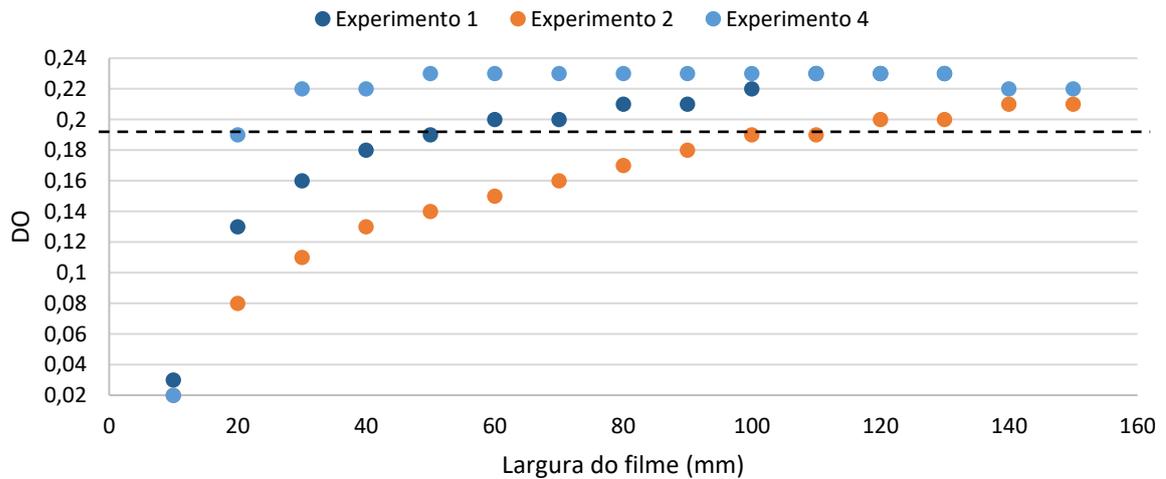
Além do teste de feito para a redução da perda de filme no lançamento da máquina, também foi feito no experimento 4 um teste para a redução da perda de filme devido à baixa DO nas bordas. Nos experimentos 1 e 2, foram observadas perdas de 80 mm em uma borda (lado 1) e de até 100 mm na outra (lado 2). Adicionando evaporadores extras no experimento 4, esse efeito foi bastante amenizado, conforme mostram as Figuras 36 e 37.

Figura 37 – Medição de DO na borda do filme susceptor (lado 1).



Fonte: A autora (2019)

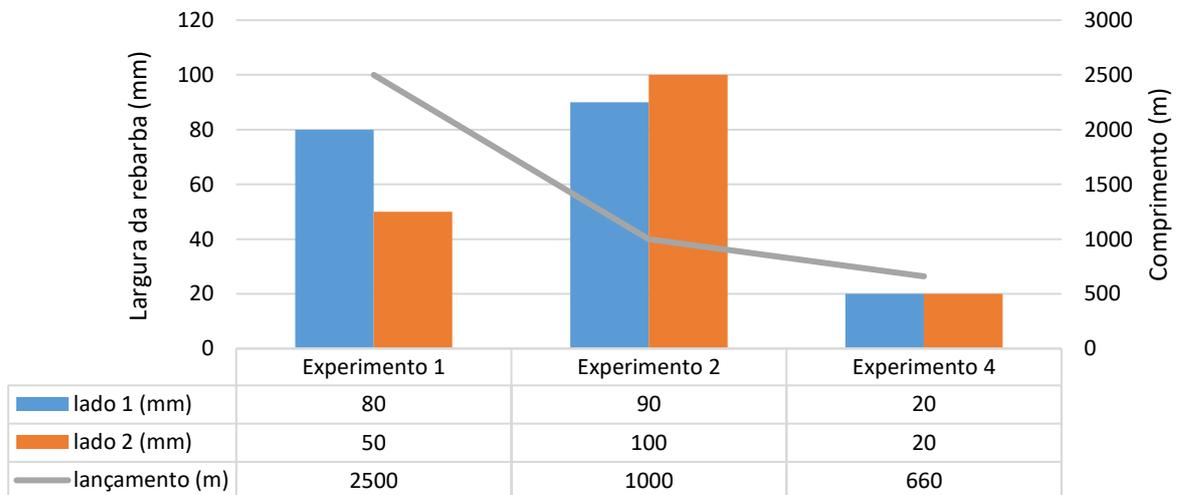
Figura 38 – Medição de DO na borda do filme susceptor (lado 2).



Fonte: A autora (2019)

A Figura 38 resume as reduções de perdas que foram alcançadas através dos ajustes feitos ao longo deste trabalho. As perdas de filme nas bordas passaram de até 100 mm para 20 mm em cada lado. A perda de filme no lançamento da máquina, por sua vez, foi reduzida de 2500 m para 660 m. Ou seja, considerando-se a metalização de um rolo de 36.500 m de comprimento e 2450 mm de largura (produção padrão), a perda percentual de filme nas bordas e no lançamento foi reduzida de 15,9% para 2,6%.

Figura 39 – Sumário da redução de perdas de filme por não conformidade nas bordas e no início do rolo devido a DO fora de especificação.



Fonte: A autora (2019)

Um resumo da análise dos dados extraídos da planilha de leituras de transmitância da metalizadora pode ser visto na Tabela 5. Informações sobre o número de pontos analisados ('N') e o número (e percentual) de pontos com desvio entre 5 e 10% ou com desvio superior a 10% em relação ao *setpoint* de transmitância são mostrados. Além disso, pode-se ver nesta tabela também os valores máximo, mínimo e médio de transmitância e DO para cada experimento realizado. Em experimentos, os itens 4.1 e 4.2 refletem a análise dos dados do experimento 4 antes e após a parada da máquina para realinhamento dos fios, respectivamente.

Tabela 5 – Resumo dos resultados dos experimentos realizados.

Experimento	N	Pontos com desvio de 5% a 10% em relação ao SP / % em relação a N	Pontos com desvio maior do que 10% em relação ao SP / % em relação a N	%transmitância máxima / DO mínima	%transmitância mínima / DO máxima	média de %T / média de DO
1	840	49 / 5,9%	1 / 0,1%	42,91% / 0,37	35,47% / 0,45	38,31% / 0,42
2	1220	263 / 21,6%	36 / 3,0%	54,81% / 0,26	32,46% / 0,49	38,31% / 0,42
3	-	-	-	-	-	-
4.1	640	144 / 22,5%	33 / 5,2%	59,94% / 0,22	32,79% / 0,48	38,47% / 0,41
4.2	540	111 / 20,6%	41 / 7,6%	59,15 % / 0,23	32,81 % / 0,48	38,58% / 0,41

N – número de pontos analisados
 SP - *Setpoint*

Fonte: A autora (2019)

Os experimentos 1 e 2 tiveram DO média igual ao valor alvo de 0,42, correspondendo à especificação de 0,22 na leitura do densitômetro. O experimento 4, por sua vez, teve DO média ligeiramente menor do que os demais, com valor de 0,41. No entanto, analisando-se os percentuais referentes aos desvios das leituras em relação ao *setpoint*, fica claro que o experimento 1 teve desempenho muito satisfatório, com apenas um ponto de leitura com desvio maior que 10%, correspondendo a uma DO de 0,37.

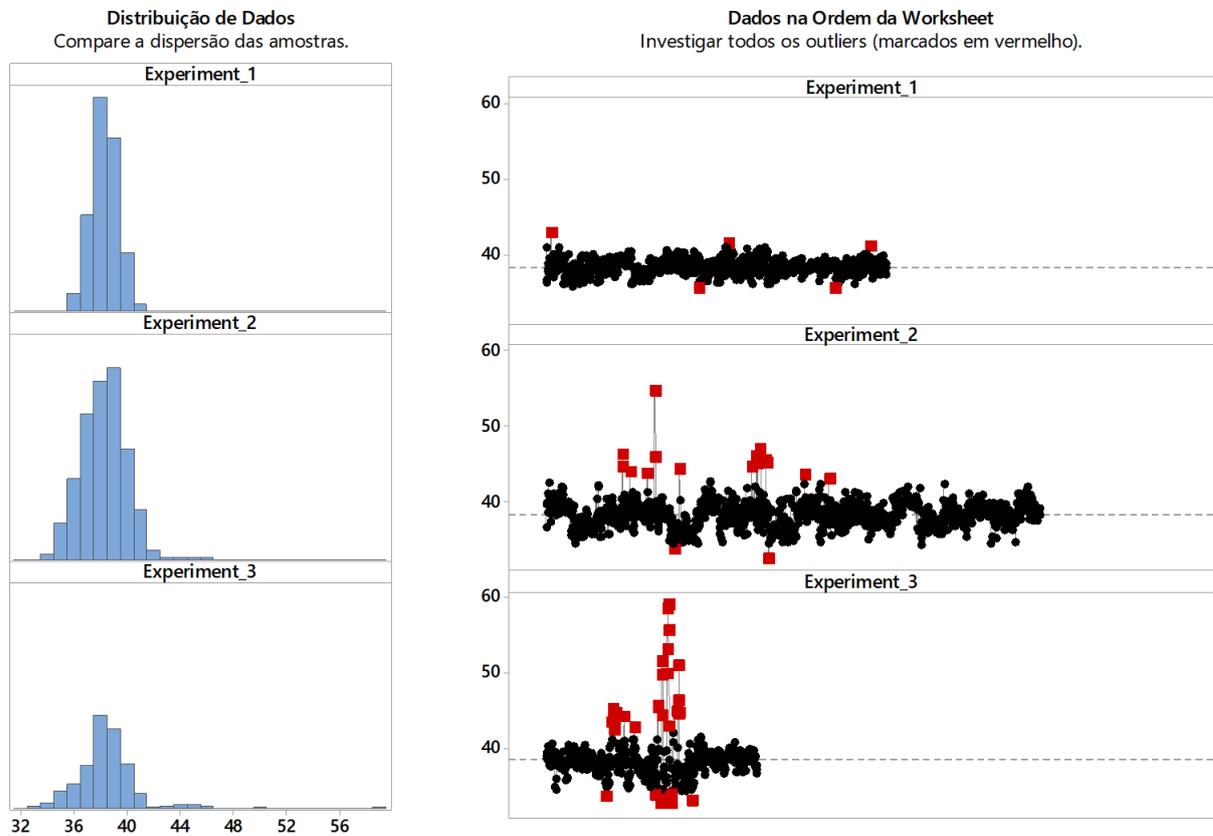
A fim de comprovar-se estatisticamente a distinção entre os desvios padrão dos experimentos e, conseqüentemente, entre a performance das produções do susceptor nas diferentes condições testadas, fez-se um teste de Bonett. Os resultados desse teste podem ser vistos na Tabela 6 e nas Figuras 39 e 40. Adicionalmente, uma comparação visual das variabilidades observadas nos experimentos pode ser vista no APÊNDICE C.

Tabela 6 – Estatísticas descritivas referentes aos resultados de transmitância para os experimentos realizados.

Amostra	Tamanho da amostra	Média	Desvio padrão
Experimento 1	840	38,309	0,99
Experimento 2	1220	38,307	1,8
Experimento 4	520	38,606	2,8

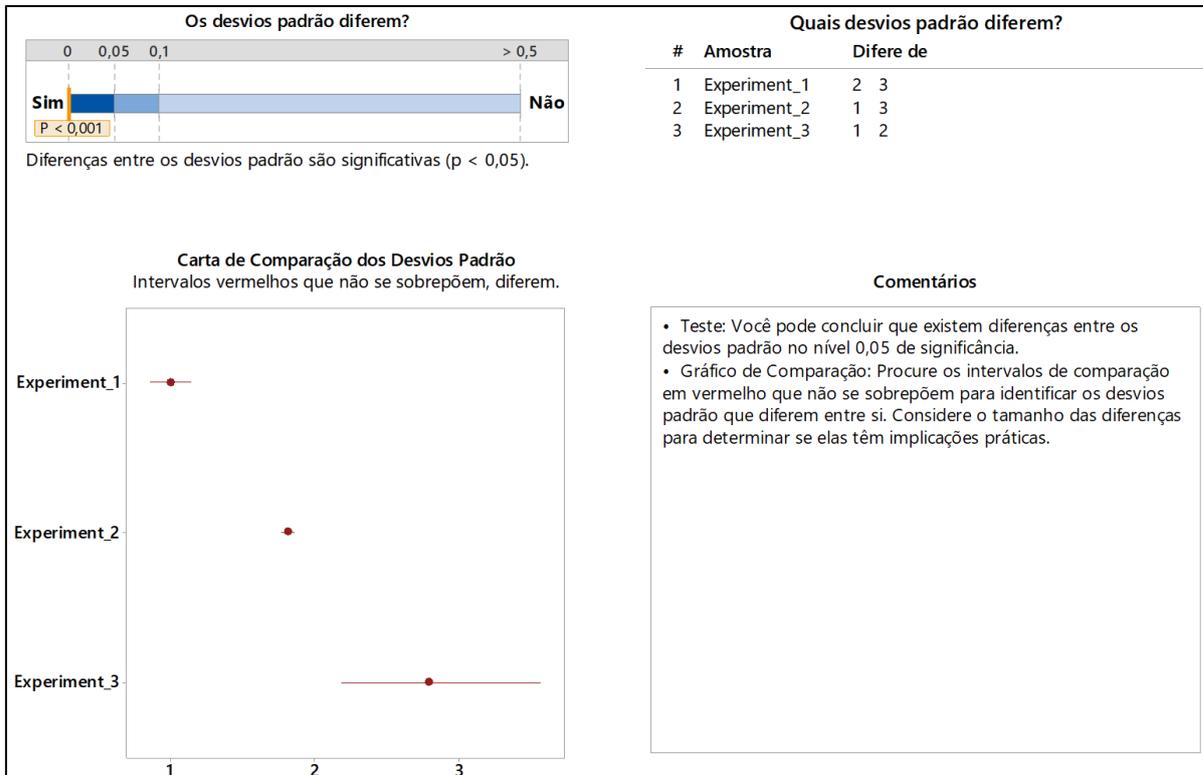
Fonte: A autora (2019)

Figura 40 – Relatório de diagnóstico para o teste de Bonett comparando os desvios padrão de transmitância dos experimentos 1, 2 e 4.



Fonte: A autora (2019)

Figura 41 – Relatório resumo para o teste de Bonett comparando os desvios padrão de transmitância dos experimentos 1, 2 e 4.



Fonte: A autora (2019)

Na Figura 39, pode-se visualizar que o experimento 1, correspondente à produção do filme susceptor com evaporadores bimetálicos e fio de alumínio com 2,0 mm apresentou o menor número de pontos com grande desvio em relação à média (e *setpoint*) de 38% de transmitância. A Figura 40 indica que, com um nível de 95% de confiança, pode-se dizer que existem diferenças entre os desvios padrão das três amostras, sendo o desvio padrão do experimento 1 o menor deles.

O rolo produzido no experimento 1 foi cortado em outros menores, os quais foram distribuídos para testes em potenciais clientes. Dois feedbacks foram recebidos sobre o desempenho do filme, sendo ambos positivos sobre desempenho do filme para a aplicação avaliada.

5 CONCLUSÕES

Empregando-se a metodologia ESA, oito fatores foram elencados para discussão e duas variáveis foram selecionadas para avaliação em experimentos conforme planejamento fatorial 2^2 , sendo estes o diâmetro do fio de alumínio e o tipo de evaporador. Por ter baixa precisão intermediária e repetitividade, a medição de DO com o densitômetro foi restrita à avaliação do efeito da variação de DO nas bordas do filme. Para análise da variabilidade de DO/Transmitância em toda a superfície do filme, foram coletados os dados gerados pela metalizadora, que foram tratados gerando uma imagem com código de cores de acordo com o atendimento a limites estabelecidos.

- Um novo método de coleta e análise de dados foi desenvolvido, tornando possível medir e entender melhor o problema da variabilidade de DO. Com esse desenvolvimento, o estudo dos filmes produzidos deixou de ser restrito a poucas amostras destrutivas retiradas para análise em laboratório;
- A condição que produziu filme com a menor variabilidade na espessura da camada de alumínio foi a do experimento com fio de alumínio de 2,0 mm e evaporador bimetálico, condição padrão para a produção desse filme na empresa;
- A comprovação da capacidade de produzir o filme susceptor com qualidade a partir da condição padrão foi favorável para a empresa por tornar dispensável a aquisição e manejo de matérias-primas especiais para um único tipo de filme metalizado;
- O novo método de coleta e análise de dados apresentado nesse trabalho pode ser útil a estudos posteriores realizados em metalizadora de mesmo modelo;
- Embora o fornecedor dos evaporadores trimetálicos avaliados neste trabalho anunciasse uma melhor performance para a operação a baixas taxas de evaporação, observou-se um bom desempenho desses evaporadores na produção de filme com DO média especificada de 2,15 (equivalente ao desempenho com evaporador bimetálico) e um desempenho insatisfatório dos mesmos na produção de filme susceptor (experimento 2);
- Apesar de o fio de alumínio com 1,50 mm de diâmetro demandar uma velocidade de alimentação mais amena e ter uma maior pureza em relação ao fio de 2,0 mm, houve uma maior dificuldade no alinhamento da aterrissagem

desse fio sobre os evaporadores. Isto refletiu diretamente na alta variabilidade de DO (transmitância) observada na produção do filme susceptor com evaporador bimetálico e o fio de 1,50 mm (experimento 4);

- Uma redução de 85% nas perdas de filme foi possível através da eliminação da rampa de velocidades no lançamento da máquina (iniciando a produção já nas velocidades finais) e da adição de um evaporador extra em cada borda;
- O filme produzido no experimento 1 foi testado em clientes prospectos e tiveram a sua performance aprovada para a produção de pipoca em micro-ondas;
- Os evaporadores trimetálicos podem ter o seu uso explorado para a produção de filmes com propriedade de barreira à oxigênio e vapor.

REFERÊNCIAS

- 3M. **3M™ Evaporation Boats for Metallizing Applications | 3M United States.** Disponível em: <https://www.3m.com/3M/en_US/company-us/all-3m-products/~/All-3M-Products/Advanced-Materials/Evaporation-Boats/?N=5002385+8711017+8721023+8745513+3294857497&rt=r3>. Acesso em: 20 jul. 2019.
- 3M. **Operating Guidelines 3M™ Evaporation Boats.** [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<http://www.3M.com/advancedmaterials>>. Acesso em: 30 jun. 2019.
- ALBERT, A.; SALVADOR, A.; FISZMAN, S. M. A film of alginate plus salt as an edible susceptor in microwaveable food. **Food hydrocolloids**, [S.l.]. v. 27, p. 421–426, 2012.
- APPLIED MATERIALS. **TopMet 2450 Operating Instructions.** [S.l.]: Applied materials, 2007.
- ARVANITTOYANNIS, I. S.; BOSNEA, L. Migration of Substances from Food Packaging Mterials to Foods. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition.** [S.l.]: v. 44, n. 2, p. 63–76, mar. 2004.
- BARBARO, G. et al. Effect of BOPET film surface treatments on adhesion performance of biodegradable coatings for packaging applications. **European Polymer Journal.** [S.l.]: v. 68, p. 80–89, 2015.
- BARROS NETO, B. DE; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos.** 2a. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2001.
- BENREDOUANE, S.; BERRAMA, T.; DOUFENE, N. Strategy of screening and optimization of process parameters using experimental design: application to amoxicillin elimination by adsorption on activated carbon. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems.** [S.l.]: v. 155, p. 128–137, 15 jul. 2016.
- BHATTACHARYA, M.; BASAK, T. A review on the susceptor assisted microwave processing of materials. **Energy**[S.l.]: v. 97, p. 306–338, 2016.
- BIJI, K. B. et al. Smart packaging systems for food applications: a review. **Journal of Food Science and Technology.** [S.l.]: v. 52, n. 10, p. 6125–6135, 17 out. 2015.
- BISHOP, C. **Vacuum Deposition onto Webs, Films, and Foils (Materials Science and Process Technology).** [S.l.]: 1st. ed. Norwich: Elsevier Inc., 2007.
- BISHOP, C. **Vacuum Deposition onto Webs, Films and Foils.** [S.l.]: 2a ed ed. Waltham: Elsevier Inc., 2011.
- BOJNOURD, F. M.; PAKIZEH, M. The effect of preparation parameters on performance of polyvinyl alcohol thin-film composite membrane: Experimental study, modeling, and optimization. **Polymers for Advanced Technologies.** [S.l.]: v. 29, n. 3, p. 1150–1160, mar. 2018.

- BRASTAD, W. A.; BEALL, N. J.; MICHAEL, S. **Method and material for prepackaging food to achieve microwave browning**. [S.l.]: 1980. Disponível em: <<https://patentimages.storage.googleapis.com/b1/85/44/18e35f1acaf21e/US4230924.pdf>>. Acesso em: 17 fev. 2018
- CELUCH, M.; GWAREK, W.; SOLTYSIAK, M. **Effective modeling of microwave heating scenarios including susceptors**. [S.l.]: 2008 International Conference of Recent Advances in Microwave Theory and Applications, MICROWAVE 2008.
- CESNEK, J. et al. Properties of Thin Metallic Films for Microwave Susceptors. **Czech J. Food Sci.** [S.l.]: v. 21, n. 1, p. 34–40, 2003.
- DING, L.; SHAO, L.; BAI, Y. Deciphering the mechanism of corona discharge treatment of BOPET film. **RSC Advances**. [S.l.]: v. 4, n. 42, p. 21782–21787, 2014.
- DUNN, T. **Manufacturing flexible packaging : materials, machinery, and techniques**. . [S.l.]: 1a ed ed. Elsevier, 2014.
- ERLE, U. J. **High temperature microwave susceptor**. United States, 2017. Disponível em: <<https://patentimages.storage.googleapis.com/f4/ca/e5/bb6777b7ef8232/US20170150555A1.pdf>>. Acesso em: 17 fev. 2018
- JAMIESON, E. H. H.; WINDLE, A. H. Structure and oxygen-barrier properties of metallized polymer film. **Journal of Materials Science**. [S.l.]: v. 18, n. 1, p. 64–80, jan. 1983.
- JIANG, W. et al. Failure mode and effects analysis based on a novel fuzzy evidential method. **Applied Soft Computing**. [S.l.]: v. 57, p. 672–683, ago. 2017.
- KENNAMETAL. **Evaporator Boats**. [S.l.]: Disponível em: <<https://www.kennametal.com/en/products/ceramics/advanced-ceramics/evaporator-boats.html>>. Acesso em: 20 jul. 2019.
- KUMARAVADIVEL, A.; NATARAJAN, U. Application of Six-Sigma DMAIC methodology to sand-casting process with response surface methodology. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**. [S.l.]: v. 69, n. 5–8, p. 1403–1420, 20 nov. 2013.
- LAMPERT, C. **Vacuum Deposition and Coating Options**. [S.l.]: Disponível em: <<https://www.pfonline.com/articles/vacuum-deposition-and-coating-options>>. Acesso em: 18 fev. 2018.
- LI, J.; FANG, H.; SONG, W. Modified failure mode and effects analysis under uncertainty : A rough cloud theory-based approach. **Applied Soft Computing Journal**. [S.l.]: v. 78, p. 195–208, 2019.
- LIU, H.-C.; LIU, L.; LIU, N. Risk evaluation approaches in failure mode and effects analysis: A literature review. **Expert Systems with Applications**. [S.l.]: v. 40, n. 2, p. 828–838, fev. 2013.
- MEHDIZADEH, M. et al. **Microwave Browning of Foods : Recent Advancements**

in Improving Uniformity with a Novel Susceptor System. San Diego. IMPI'S 49th MICROWAVE POWER SYMPOSIUM, 2015.

NORDSON EXTRUSION DIES INDUSTRIES. **Solutions for Biaxially Oriented Film** Chippewa Falls, WI, 2017. Disponível em: <<https://azcscxpprodcdn.azureedge.net/-/media/Files/Nordson/polymer-processing-systems/Products/Dies/Solutions-for-Biaxially-Oriented-Film.pdf?la=en&rev=001bcf5f654547d3a2e2fb1fccee71ed>> Acesso em: 10 jul. 2019.

OLIVEIRA, F. **A importância das embalagens na Logística.** [S.l.]: Disponível em: <<https://administradores.com.br/artigos/a-importancia-das-embalagens-na-logistica>>. Acesso em: 24 fev. 2018.

OLIVEIRA, L. M. et al. Determinação da força de adesão da metalização com alumínio em filmes plásticos utilizados em embalagens flexíveis. **Polímeros.** [S.l.]: v. 21, n. 3, p. 233–239, 17 jun. 2011.

OZEN, B. F.; FLOROS, J. D. Effects of emerging food processing techniques on the packaging materials. **Food Science & Technology.** [S.l.]: v. 12, p. 60–67, 2001.

PEETERS, J. F. W.; BASTEN, R. J. I.; TINGA, T. Improving failure analysis efficiency by combining FTA and FMEA in a recursive manner. **Reliability Engineering & System Safety.** [S.l.]: v. 172, p. 36–44, abr. 2018.

PEHANICH, M.; FUSARO, D. **Susceptors Enable New Generation of Microwave Foods.** [S.l.]: Disponível em: <<https://www.foodprocessing.com/articles/2005/234/>>. Acesso em: 17 fev. 2018.

PERRY, M. R.; LENTZ, R. R. Susceptors in microwave packaging, **Development of Packaging and Products for Use in Microwave Ovens.** Woodhead Publishing Ltd, CRC press, Boca Raton, FL, 207 - 235 (2009).

PONTES, K. V. et al. Process analysis and optimization mapping through design of experiments and its application to a polymerization process. **Brazilian Journal of Chemical Engineering.** [S.l.]: v. 28, n. 1, p. 137–150, mar. 2011.

RAHMATOLLAHPUR, S.; TOHIDI, T.; JAMSHIDI-GHALEH, K. Investigation of aluminium thin layer microstructure on BOPP polymer substrate. **Journal of Materials Science.** [S.l.]: v. 45, n. 7, p. 1937–1941, 12 abr. 2010.

REITZ, G. **A importância das embalagens na experiência de compra.** [S.l.]: Disponível em: <<https://www.ecommercebrasil.com.br/artigos/lista-de-2016-apresenta-as-empresas-publicas-de-63-paises-que-juntas-respondem-por-us-35-trilhoes-de-dolares-em-receita/>>. Acesso em: 24 fev. 2018.

RESTUCCIA, D. et al. New EU regulation aspects and global market of active and intelligent packaging for food industry applications. **Food Control.** [S.l.]: v. 21, n. 11, p. 1425–1435, 1 nov. 2010.

ROBERTSON, G. L. **Food packaging : principles and practice.** [S.l.]: 2a. ed. Taylor & Francis/CRC Press, 2005.

ROBERTSON, G. L. **Food Packaging : Principles and Practice, Third Edition.** [S.I.]: 3a. ed. Taylor & Francis/CRC Press, 2012.

RUIJTERS, E.; STOELINGA, M. Fault tree analysis: A survey of the state-of-the-art in modeling, analysis and tools. **Computer Science Review.** [S.I.]: v. 15–16, p. 29–62, fev. 2015.

SCHARR, J. M.; SKOLNICK, B. **Mtehod of making microwave heating material.** Estados Unidos, 1987.

SCHUBERT, H.; REGIER, M. **The Microwave Processing of Foods.** [S.I.]: 1a ed ed. Woodhead Publishing, 2005.

SMITH, J. P.; RAMASWAMY, H. S.; SIMPSON, B. K. Developments in food packaging technology. Part I: Processing/cooking considerations. **Trends in Food Science & Technology.** [S.I.]: v. 1, p. 107–110, 1 jul. 1990.

SREEHARSHA, K. S. **Principles of physical vapor deposition of thin films.** [S.I.]: 1ª ed ed. Elsevier, 2006.

STRULLER, C. F.; KELLY, P. J.; COPELAND, N. J. Surface & Coatings Technology Aluminum oxide barrier coatings on polymer fi lms for food packaging applications ☆. **Surface & Coatings Technology.** [S.I.]: v. 241, p. 130–137, 2014.

SUMNU, G.; SAHIN, S. Recent Developments in Microwave Heating. In: **Emerging Technologies for Food Processing.** [S.I.]: Elsevier, 2005. p. 419–444.

TABATABAEI, S. H.; AJJI, A. Applications of biaxial stretched films. **Biaxial Stretching of Film: Principles and Applications.** [S.I.]: p. 231–239, 2011.

TERPHANE. **Terphane | Filmes de Poliéster.** [S.I.]: Disponível em: <<https://www.terphane.com/tecnologias-servicos>>. Acesso em: 27 fev. 2018.

THIMMAIAH, S.; PHELAN, K.; SUMMERS, J. D. An Experimental Study on the Influence That Failure Number, Specialization, and Controls Have on Confidence in Predicting System Failures ¹. **Journal of Mechanical Design.** [S.I.]: v. 139, n. 1, p. 011102, 11 nov. 2016.

ULTIMET FILMS. **Susceptor film.** [S.I.]: Disponível em: <<http://www.ultimetfilms.com/products/susceptors/>>. Acesso em: 27 fev. 2018.

VAN DER SMAN, R. G. M.; BOWS, J. R. Critical factors in microwave expansion of starchy snacks. **Journal of Food Engineering.** [S.I.]: v. 211, p. 69–84, out. 2017.

VASSILIADI, E.; TARANTILI, P. A. Characterization of metallized biaxially oriented polypropylene film. **Journal of Applied Polymer Science.** [S.I.]: v. 105, n. 4, p. 1713–1722, 15 ago. 2007.

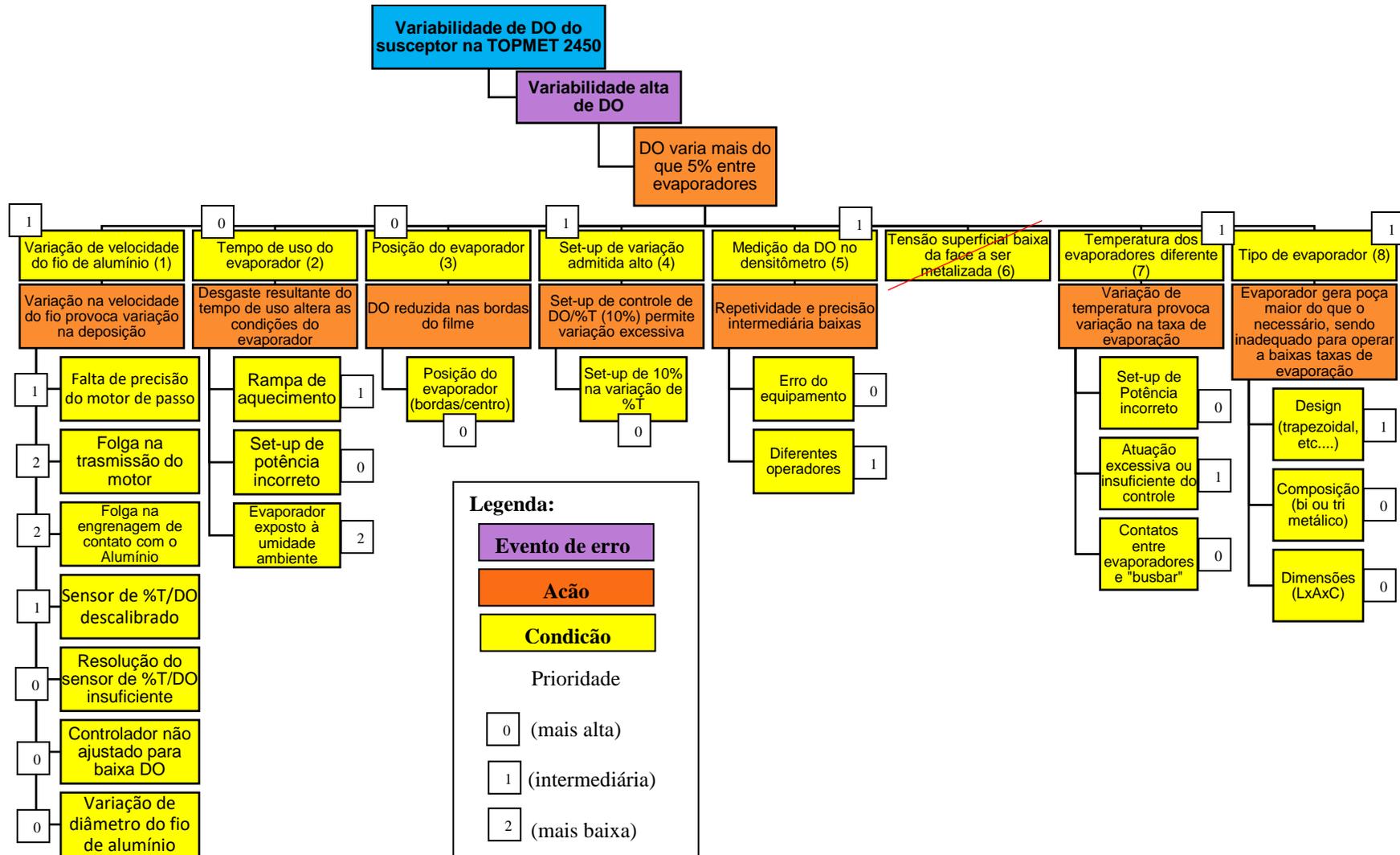
WATKINS, J. D.; ANDREAS, D. W.; COX, D. H. **Flexible packaging sheets.** [S.I.]: 1988. Disponível em: <<https://patentimages.storage.googleapis.com/b8/a8/f2/0e8ab6279c79a2/US4735513.pdf>>. Acesso em: 18 fev. 2018

YANG, C. et al. Data mining-based methods for fault isolation with validated FMEA model ranking. **Applied Intelligence**. [S.l.]: v. 43, n. 4, p. 913–923, 4 dez. 2015.

YU, S. et al. **A comparison of FMEA, AFMEA and FTA**. [S.l.]: 9th International Conference on Reliability, Maintainability and Safety, 2011.

ZUCKERMAN, H.; MILTZ, J. Temperature Profiles at Susceptor/Product Interface. **Journal of Food Processing and Preservation**. [S.l.]: v. 19, p. 385–398, 1995.

APÊNDICE A – CONDIÇÕES MOTIVADORAS DE UMA ALTA VARIABILIDADE DE DO EM FILME SUSCEPTOR E SEUS DESDOBRAMENTOS.



APÊNDICE B – REPETITIVIDADE E PRECISÃO INTERMEDIÁRIA DE UM DENSITÔMETRO 361T (X-RITE)

Padrão com DO de 0,07			Padrão com DO de 0,25			Padrão com DO de 1,60			Padrão com DO de 3,27			Padrão com DO de 4,10		
OP	RE	RO												
1	1	0,08	1	1	0,25	1	1	1,59	1	1	3,27	1	1	4,10
1	2	0,07	1	2	0,25	1	2	1,60	1	2	3,27	1	2	4,10
1	3	0,08	1	3	0,25	1	3	1,60	1	3	3,27	1	3	4,10
1	4	0,08	1	4	0,25	1	4	1,60	1	4	3,27	1	4	4,10
1	5	0,07	1	5	0,25	1	5	1,60	1	5	3,27	1	5	4,10
1	6	0,07	1	6	0,25	1	6	1,60	1	6	3,27	1	6	4,10
1	7	0,08	1	7	0,25	1	7	1,60	1	7	3,27	1	7	4,10
1	8	0,07	1	8	0,25	1	8	1,60	1	8	3,27	1	8	4,10
1	9	0,08	1	9	0,25	1	9	1,60	1	9	3,27	1	9	4,10
1	10	0,08	1	10	0,25	1	10	1,60	1	10	3,27	1	10	4,10
2	1	0,07	2	1	0,25	2	1	1,59	2	1	3,27	2	1	4,09
2	2	0,07	2	2	0,25	2	2	1,59	2	2	3,27	2	2	4,09
2	3	0,07	2	3	0,25	2	3	1,59	2	3	3,27	2	3	4,09
2	4	0,07	2	4	0,25	2	4	1,60	2	4	3,27	2	4	4,09
2	5	0,07	2	5	0,25	2	5	1,59	2	5	3,27	2	5	4,10
2	6	0,07	2	6	0,25	2	6	1,59	2	6	3,27	2	6	4,09
2	7	0,07	2	7	0,24	2	7	1,59	2	7	3,26	2	7	4,09
2	8	0,07	2	8	0,25	2	8	1,59	2	8	3,26	2	8	4,09
2	9	0,07	2	9	0,25	2	9	1,59	2	9	3,26	2	9	4,09

OP – Operador
 RE – Repetição
 DO – Resultado da medição

Fonte: A autora (2019)

APÊNDICE C – ANÁLISE QUALITATIVA DA DISTRIBUIÇÃO DE DO NO FILME



Setpoint: Transmitância = 38% ± 5%

Legenda para cores:

Laranja: valores que excedem um desvio de +10% (maiores que 41,80%)

Azul: valores que excedem um desvio de +5% (maiores que 39,90%)

Branco: valores que possuem desvio de até ±5% (entre 36,10% e 39,90%)

Vermelho: valores que excedem um desvio de -5% (menores que 36,10%)

Verde: valores que excedem um desvio de -10% (menores que 34,20%)

Fonte: A autora (2019)

À direita, produção com evaporador bimetálico e fio com 2,0 mm de diâmetro (experimento 1), ao centro, produção com evaporador trimetálico e fio com 2,0 mm de diâmetro (experimento 2) e, à esquerda, produção com evaporador bimetálico e fio com 1,5mm de diâmetro (experimento 4).