

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Emanuel Pereira Soares

**DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL E SIMULAÇÃO DAS CURVAS DE
DISTRIBUIÇÃO DE TEMPO DE RESIDÊNCIA NO PROCESSO DE
EXTRUSÃO DE POLÍMEROS**

CAMPINA GRANDE - PB
2016

Emanuel Pereira Soares

**DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL E SIMULAÇÃO DAS CURVAS DE
DISTRIBUIÇÃO DE TEMPO DE RESIDÊNCIA NO PROCESSO DE
EXTRUSÃO DE POLÍMEROS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Orientador: Prof.Dr. Tomás Jeferson Alves de Mélo.

CAMPINA GRANDE - PB
2016

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

S676d

Soares, Emanuel Pereira.

Determinação experimental e simulação das curvas de distribuição de tempo de residência no processo de extrusão de polímeros / Emanuel Pereira Soares. – Campina Grande, 2016.

162 f. : il. color.

Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2016.

"Orientação: Prof. Dr. Tomás Jeferson Alves de Mélo".

Referências.

1. Extrusão - Polímeros. 2. Sistema Ótico. 3. Curvas de DTR.
4. Simulação Computacional. I. Mélo, Tomás Jeferson Alves de. II. Título.

CDU 678.7(043)

VITAE DO CANDIDATO

- Engenheiro Mecânico pela UFCG (2007).
- Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela UFCG (2011).

EMANUEL PEREIRA SOARES

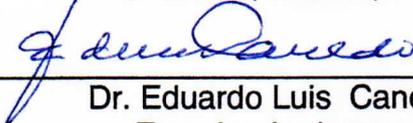
**DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL E SIMULAÇÃO DAS CURVAS DE
DISTRIBUIÇÃO DE TEMPO DE RESIDÊNCIA NO PROCESSO DE EXTRUSÃO
DE POLÍMEROS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais**.

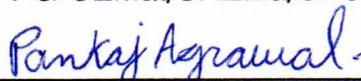
Aprovado em: 21/06/2016



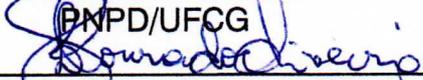
Dr. Tomás Jeferson Alves de Melo
Orientador
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr. Eduardo Luis Canedo
Examinador Interno
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr. Pankaj Agrawal
Examinador Externo
PNPD/UFCG



Dr.^a Líbia de Souza Conrado Oliveira
Examinadora Externa
UAEQ



Dr. Gustavo de Figueiredo Brito
Examinador Externo
DCEM/UFS

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a Deus por todas as maravilhas realizadas em minha vida e a minha filha Maria Elis que já é grande parte destas maravilhas.

“Nunca durma sem um sonho, nem se levante sem um motivo”.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus em primeiro lugar e acima de tudo;

A minha esposa Amanda por todo seu amor, compreensão e dedicação;

A minha filha Maria Elis; que ainda não nasceu mais já é muito amada por todos;

A toda minha família, em especial a minha mãe que sempre incentivou meus estudos;

Ao professor Tomás pela orientação, pelo conhecimento passado, pela confiança em meu trabalho e principalmente pela amizade;

Aos amigos do Laboratório de Reologia, em especial a Pankaj pelo apoio, colaboração e principalmente pela amizade;

Ao professor e amigo Moacyr pela grande ajuda no desenvolvimento deste trabalho;

A todos que fazem parte da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais, em especial aos amigos do Laboratório de Caracterização, pela amizade e apoio;

Ao Professor Dr. Eduardo Luis Canedo pela sua colaboração e orientação;

E a todos que colaboraram direta e indiretamente com a realização deste trabalho.

RESUMO

A medida da Distribuição do Tempo de Residência (DTR) em tempo real durante o processo de extrusão permite realizar uma análise global do desempenho do equipamento (extrusora), proporcionando um melhor conhecimento do comportamento do fluxo do material durante todo o processo. Neste trabalho foi desenvolvido um sistema ótico (hardware e software) para detecção de curvas DTR em tempo real durante a extrusão de polímeros. O sistema de detecção teve sua eficiência validada. Os resultados obtidos sugeriram que o sistema foi capaz de detectar as curvas de DTR com um elevado número de pontos, bem como se mostrou sensível a variação na concentração e no tipo de traçador utilizado; além disso, foi possível confirmar a boa reprodutibilidade das medições o que qualificou o sistema para o levantamento das curvas de DTR em tempo real. Posteriormente, foram avaliados os efeitos nas alterações das variáveis de processamento sobre a forma e os parâmetros das curvas de DTR. Foi possível confirmar que a variação na taxa de alimentação possui uma maior influência sobre as curvas DTR do que a velocidade da rosca, fato este corroborado com a literatura. Também constatou-se que as alterações no Índice de Fluidez do material de fluxo afetaram a dispersão (capacidade de mistura) nas curvas de DTR. A eficiência energética do processo de extrusão também foi analisada através do levantamento da energia mecânica dissipada e da energia mecânica específica, foi apresentada uma correlação destes parâmetros energéticos com o tempo de residência médio. Neste trabalho também foi utilizado uma ferramenta computacional (WinTXS™) para simular as condições de processamento experimentais; a partir daí realizou-se a comparação entre os dados medidos experimentalmente e os simulados, de modo a estabelecer um grau de concordância entre os mesmos. Os resultados obtidos permitiram comprovar que medição da DTR e a simulação computacional unidimensional são ferramentas importantes no estudo do processo de extrusão de polímeros.

Palavras-chave: *Extrusão; Sistema Ótico; Curvas de DTR; Simulação Computacional.*

ABSTRACT

The measurement of Residence Time Distribution (RTD) in real time during the extrusion process allows a comprehensive analysis of equipment performance (extruder), providing a better understanding of the material flow behavior throughout the process. This work developed an optical system (hardware and software) to detect RTD curves in real time during the extrusion of polymers. The efficiency in the detection system was validated. The results obtained suggest that the system it was able to detect the RTD curves with a large number of points, and is sensitive to variations in the concentration and type of tracer used; furthermore, it was possible to confirm the good reproducibility of the measurements which qualify the system for lifting the RTD curves in real time. Subsequently, we evaluated the effects of changes in processing variables on the form and parameters of the RTD curves. It was confirmed that the variation in feed rate has a larger influence on cornering RTD than the speed of the screw, a fact corroborated by the literature. It was also found that the change in Melt Index affect the flow of material dispersion (mixing capacity) in the RTD curves. The energy efficiency of the extrusion process was also analyzed by surveying the dissipated mechanical energy and mechanical energy specifies a correlation is presented these energy parameters with the average residence time. This work also used a computational tool (WinTXS™) to simulate the processing conditions; there after it conducted a comparison between the experimentally measured and simulated data to establish the degree of agreement there between. Results show evidence that measurement of RTD and unidimensional computer simulation is important tools in the study of polymer extrusion process.

Keywords: Extrusion; Optical System; RTD curves; Computer Simulation.

PUBLICAÇÕES

SOARES, E. P.; FREITAS, B. R.; AGRAWAL, P.; SILVA, M. P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. **Distribuição de Tempos de Residência em uma extrusora Dupla Rosca Corrotacional Modular ZSK-18 mm.** .In: 12° Congresso Brasileiro (12° CBPOL). Florianópolis-SC, 2013.

SOARES, E. P.; SILVA, M. P.; AGRAWAL, P.; MÉLO, T. J. A. **Efeito do índice de Fluides do Polipropileno nas Curvas de Distribuição de Tempos de Residência em Extrusoras Dupla Rosca Corrotacional.** In: 21° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais (21° CBECimat). Natal-RN, 2014.

SOARES, E. P.; AGRAWAL, P.; SILVA, M. P.; CANEDO, E. L.; MÉLO, T. J. A. **Estudo da Simulação Computacional da Distribuição de Tempo de Residência em uma Extrusora Dupla Rosca Corrotacional.** .In: 13° Congresso Brasileiro (13° CBPOL). Natal - RN, 2015.

SOARES, E. P.; AGRAWAL, P.; SILVA, M. P.; ARAÚJO, E. M.; CANEDO, E. L.; MÉLO, T. J. A. **Simulação computacional da distribuição de tempo de residência e dos parâmetros de energia em uma extrusora dupla rosca corrotacional.** REMAP – UFCG, 2016. (Submetido)

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Vista em corte de uma extrusora de rosca única.....	22
Figura 2 – Parâmetros geométricos da rosca de extrusão.....	23
Figura 3 – Zonas da rosca de extrusão.....	24
Figura 4 – Extrusora Dupla Rosca mostrando elementos do barril.....	26
Figura 5 – Classificação das extrusoras dupla-rosca quanto à distância entre as roscas.....	27
Figura 6 – Classificação das extrusoras dupla-rosca quanto ao sentido de rotação.....	27
Figura 7 – Dinâmica de fluxo de uma extrusora dupla- rosca.....	28
Figura 8 – Exemplo de Elementos de Rosca de Condução.....	30
Figura 9 – Exemplo de Elementos de Rosca de Malaxagem	32
Figura 10 – Elementos de Malaxagem de 30, 60 e 90°.....	33
Figura 11 – Elevação da Pressão local gerado pelo uso de um ER de passo inverso.....	35
Figura 12 – Exemplo de elemento tipo “turbina”	36
Figura 13 – Balanço de energia do processo de extrusão de polímeros....	37
Figura 14 – Consumo de energia específica em função da velocidade da rosca	39
Figura 15 – Representação de um sistema de fluxo de volume constante.	39
Figura 16 – Representação de uma curva de DTR.....	40
Figura 17 – Representação gráfica da função $E(t)$	43
Figura 18 – Representação gráfica da função $F(t)$	44
Figura 19 – Diferença entre a variância das curvas DTR	45
Figura 20 – Influencia dos parâmetros na curva acumulativa	64
Figura 21 – Dependência dos parâmetros C_i da função de Weibull em relação ao tempo de residência mínimo adimensional.....	65
Figura 22 – Tempo de retardo e tempo de residência médio na curva $E(t)$	67
Figura 23 – Diferentes áreas preenchidas ao longo da configuração da rosca.....	72
Figura 24 – Representação de uma onda eletromagnética	75
Figura 25 – Representação da interação da luz com a matéria	75
Figura 26 – Espalhamento e absorção de energia eletromagnética.....	76
Figura 27 – Projecção da área onde ocorre a extinção da luz	78

Figura 28 – Werner-Pfleiderer ZSK-18.....	80
Figura 29 – Medidas principais da extrusora Werner- Pfleiderer ZSK-18...	81
Figura 30 – Configuração de rosca utilizada para as medidas de DTR.....	82
Figura 31 – Esquema do sistema ótico utilizado para medir as curvas da DTR.....	83
Figura 32 – Projeto da Matriz de Extrusão Adaptada para Medidas de DTR.....	84
Figura 33 – Projeto do Sistema de Refrigeração.....	85
Figura 34 – Representação do sistema de medição da DTR na extrusora.	85
Figura 35 – Matriz e sistema de refrigeração do sistema de medição da DTR na extrusora.....	86
Figura 36 – Fonte de luz LED.....	86
Figura 37 – Detector LDR utilizado no dispositivo óptico.....	87
Figura 38 – Dimensões da Fotocélula em mm	87
Figura 39 – Parte da Rotina em Matlab do programa de interface do dispositivo de aquisição de dados	89
Figura 40 – Introdução do traçador no funil de alimentação da extrusora..	89
Figura 41 – Acionamento do botão de start das medições de DTR.....	90
Figura 42 – Variação da concentração de traçador ao longo do tempo.....	91
Figura 43 – Resumo do procedimento de medição das curvas de DTR....	91
Figura 44 – WinTXS™ versão 3.0 da PolyTech.....	94
Figura 45 – Configuração das características técnicas da extrusora simulada.....	94
Figura 46 – Condições operacionais do processo de extrusão simulado...	95
Figura 47 – Curvas de DTR dos traçadores suavizadas e sobrepostas.....	96
Figura 48 – Curvas de DTR variando-se o peso em massa (g) de traçador.....	98
Figura 49 – Área sob a curva em função do peso do traçador.....	99
Figura 50 – Reprodutibilidade das medidas da condição 2.....	100
Figura 51 – Curvas de TG para o traçador escolhido.....	102
Figura 52 – Curvas de DSC para o traçador escolhido.....	103
Figura 53 – Curvas DTR para as onze condições de operação estabelecidas.....	105
Figura 54 – Curvas acumulativas para as condições de operação estabelecidas.....	106
Figura 55 – Curva Normalizada da DTR da condição 1 de operação.....	108

Figura 56 – Avaliação do efeito da velocidade da rosca nas curvas de DTR.....	109
Figura 57 – Avaliação do efeito da velocidade da rosca nas curvas DTR (valor intermediário).....	110
Figura 58 – Efeito da velocidade da rosca sobre os parâmetros temporais (a) efeito da velocidade da rosca sobre a dispersão axial (b).....	111
Figura 59 – Avaliação do efeito da taxa de alimentação nas curvas de DTR.....	111
Figura 60 – Avaliação do efeito da taxa de alimentação nas curvas DTR (valor intermediário).....	112
Figura 61 – Efeito da taxa de alimentação sobre os parâmetros temporais (a) efeito da taxa de alimentação sobre a dispersão axial (b)....	113
Figura 62 – Curvas de Viscosidade aparente para os dois polímeros de fluxo e o MIX.....	116
Figura 63 – Avaliação do efeito da viscosidade nas curvas de DTR.....	117
Figura 64 – Efeito da viscosidade sobre os parâmetros temporais (a) efeito da viscosidade sobre a dispersão axial (b).....	118
Figura 65 – Avaliação do efeito da viscosidade nas curvas DTR (MIX).....	119
Figura 66 – Efeito da viscosidade da rosca sobre a energia dissipada e específica (a) efeito da taxa de alimentação sobre a energia dissipada e específica (b) e efeito da viscosidade sobre a energia dissipada e específica (c).....	122
Figura 67 – Relação de proporcionalidade entre a energia específica e o tempo médio de residência – 200rpm (a) relação de proporcionalidade entre a energia específica e o tempo médio de residência – 300rpm (b)....	124
Figura 68 – Comparação entre os modelos de Bigio e Potente e os dados medidos.....	126
Figura 69 – Comparação entre as curvas DTR medidas e simuladas.....	128
Figura 70 – Correlação entre os dados de tempo de residência simulado e experimental.....	130
Figura 71 – Correlação entre os dados de tempo inicial simulado e experimental.....	131
Figura 72 – Correlação entre os resultados simulados e experimentais para a energia mecânica específica.....	134
Figura 73 – Perfis axiais do fator de enchimento: Para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b)....	135
Figura 74 – Perfis axiais de pressão: Para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b).....	136
Figura 75 – Perfis axiais do Torque: Para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b).....	137
Figura 76 – Perfis axiais de Energia Mecânica: Para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b)....	138
Figura 77 – Perfis axiais das alterações na viscosidade: (a) Fator de enchimento (b) Energia mecânica dissipada.....	139

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Atuação dos Elementos de Condução.....	31
Tabela 2 – Taxa de cisalhamento para elementos de condução.....	32
Tabela 3 - Influência dos Elementos de Malaxagem.....	33
Tabela 4 - Influência da largura dos Elementos de Malaxagem.....	34
Tabela 5 - Características técnicas e dimensionais da Werner-Pfleiderer ZSK-18.....	81
Tabela 6 - Características técnicas da Fotocélula.....	88
Tabela 7 - Combinações das variáveis experimentais.....	93
Tabela 8 - Parâmetros temporais e geométricos das curvas de DTR para a condição 2.....	101
Tabela 9 - Parâmetros das curvas de DTR para as condições de operação.....	107
Tabela 10 - Torque fornecido e Pressão na matriz para todas as condições de operação.....	120
Tabela 11 - Torque fornecido, energia mecânica dissipada e energia mecânica específica.....	121
Tabela 12 - Parâmetros temporais (t_i e t_n) medidos e simulados.....	129
Tabela 13 - Torque fornecido as roscas, energia dissipada e energia específica simuladas.....	132
Tabela 14 - Torque fornecido as roscas, energia dissipada e energia específica simuladas.....	133

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CEE – Consumo de Energia Específica
CFD – Computational Fluid Dynamics
Cd-S – Cádmiio e Enxofre
DRR – Distribuição de Rotação de Residência
DRV – Distribuição de Volume de Residência
DSC – Calorimetria Exploratória Diferencial
DTR – Distribuição do Tempo de Residência
EDR – Extrusora Dupla Rosca
EDR-COR – Extrudora Dupla rosca co-rotacional
EDR-COTR – Extrusora Dupla rosca Contra-Rotacional
EM – Extrusora Mono Rosca
ER – Elemento de Rosca
EVA – Co-poli(etileno-acetato de vinila)
In-line – em linha (tempo real)
IF – Índice de Fluidez
KB – Kneading Block
LDR – Light Dependent Resistor
LED – Light Emitting Diode
LH – Left Handed
MIX – Mistura dos polímeros de forma proporcional
Off-line – Fora de linha (método convencional)
PP – Polipropileno
PS – Poliestireno
SE – Screw Element
TG - Termogravimetria
U. V – Ultra Violeta

LISTA DE SÍMBOLOS

- a – Distância entre Centros das Roscas
- a** – Fator de Forma para o Modelo de Bigio
- A** – Área da Região Cheia da Rosca
- B – Campo Magnético
- C(t) – Função de Concentração do traçador em t.
- C_a – Seção Transversal de Absorção
- C_aCO₃ – Carbonato de Cálcio
- C_{ext} – Seção Transversal de Extinção
- C_s – Seção Transversal de Espalhamento
- D – Diâmetro da Rosca
- d_c – Profundidade do canal da Rosca
- D_e – Diâmetro Externo da Rosca
- D_i – Diâmetro Interno da Rosca
- E – Campo Elétrico
- E(t) – Função Distribuição de Tempo de Residência
- E(θ) – Função Distribuição de Tempo de Residência Normalizada
- E_{esp} – Energia Mecânica Específica
- F(t) – Função Acumulativa de Distribuição de Tempo de Residência
- F(θ) - Função Acumulativa de Distribuição de Tempo de Residência Normalizada
- F(○) – Função da Distribuição de Weibull
- Kg/h – Quilograma por hora
- L – Comprimento da Rosca
- L_f – Comprimento das Regiões Cheias da Rosca
- mV – milivolts
- N – Velocidade de Rotação da Rosca
- P – Passo da Rosca
- Q – Taxa de Fluxo (Vazão Mássica/ Taxa de alimentação)
- rpm – Rotação por Minuto
- S_a – Vetor de Poynting para Absorção
- S_s – Vetor de Poynting para o Espalhamento

S_{ext} – Vetor de Poynting para a Extinção

t_0 – Tempo Zero

t_d – Tempo de Retardo

t_i – Tempo de Residência inicial ou de atraso

t_n – Tempo de Residência Médio

V – Volume Livre do Sistema

V_o – Voltagem

$V_{m\acute{a}x}$ – Voltagem Maxima

V_p – Volume preenchido entre a rosca e o barril

W – Energia Mecanica Dissipada

\dot{W} – Taxa de Radiaao Detectada

\dot{W}_o – Radiaao Incidente

\dot{W}_a – Radiaao Absorvida

\dot{W}_{esp} – Radiaao Espalhada

\dot{W}_{ref} – Radiaao Refletida

Z – Torque Fornecido as Roscas

$Z_{m\acute{a}x}$ – Torque Maximo Disponivel

θ – angulo da helice

θ – Tempo Normalizado

Φ – Fator de Enchimento

σ^2 - Variancia

σ_e^2 - Variancia Adimensional

ρ – Fator de Forma

Υ – taxa de Cisalhamento

SUMÁRIO

1- INTRODUÇÃO	19
2- REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1 – Processo de Extrusão	22
2.1.1 – Extrusora Dupla Rosca.....	25
2.1.2 – Elementos de Rosca.....	29
2.2 – Energia Específica no Processo de Extrusão.....	36
2.3 – Distribuição de Tempo de Residência.....	39
2.3.1– Determinação Experimental das Curvas em uma extrusora.....	41
2.3.2 – DTR no Processo de Extrusão.....	47
2.4 – Traçadores.....	61
2.5 – Modelos Matemáticos para determinação das curvas de DTR em extrusora dupla rosca corrotacional.....	62
2.5.1 – Modelo de Potente	64
2.5.2 – Modelo de Bigio.....	66
2.5.3 – Modelo de Vergnes.....	69
2.6 – Simulação Computacional do Processo de extrusão de polímeros.....	73
2.7 – Interação da luz com a matéria.....	74
3 – METODOLOGIA.....	79
3.1 – Materiais	79
3.1.1 – Matriz polimérica (material de fluxo)	79
3.1.2 –Material utilizado como traçador	79
3.2 – Método	79
3.2.1 – Caracterização Reológica.....	79
3.2.2 – Termogravimetria (TG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	80
3.2.3- Equipamentos	80
3.2.3.1 – Extrusora	80
3.2.3.2 – Sistema Ótico de Detecção	83
3.2.3.2.1 – Matriz de Extrusão e Sistema de Refrigeração	83
3.2.3.2.2 – Dispositivo Ótico e Sistema de Aquisição de Dados	86
3.2.3.2.3 – Software	88
3.2.4 – Medidas de DTR.....	89
3.2.5 – Variáveis de Processamento.....	92
3.2.6 – Simulação Computacional.....	93
4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	96
4.2 – Sensibilidade de Resposta do dispositivo Ótico Desenvolvido para medidas de DTR em tempo real	96

4.1.1 – Curvas de DTR obtidas com diferentes traçadores	96
4.1.2 – Curvas de DTR variando a concentração do traçador (Linearidade).....	98
4.1.3 – Reprodutibilidade das medições das curvas DTR	100
4.1.4 – Caracterização térmica do traçador.....	101
4.2 – Curvas de DTR para todas as condições de operação	103
4.3 – Influência das variáveis de Processamento sobre as curvas de DTR	109
4.3.1 – Influência da velocidade da Rosca e da Taxa de Alimentação sobre as Curvas de DTR.....	109
4.3.2 – Influência do Índice de Fluidez nas Curvas de DTR	115
4.4 – Relação entre Energia Específica e Energia Dissipada e as Curvas de DTR.....	120
4.5 – Simulação do Processo de Extrusão.....	125
5 – CONCLUSÕES.....	141
6 – SUGESTÕES PERA TRABALHOS FUTUROS.....	143
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	144
APÊNDICE A	153
APÊNDICE B	155
APÊNDICE C	157
APÊNDICE D	159
ANEXO	161

1 - INTRODUÇÃO

Nos últimos anos diversos estudos têm sido desenvolvidos sobre o processo de extrusão, principalmente no tocante ao processamento em extrusoras com dupla rosca por esta apresentar diversas vantagens e possibilidades de aplicação quando comparada com as extrusoras convencionais. Do ponto de vista do desenvolvimento e transformação de materiais poliméricos, o processo de extrusão com dupla rosca, é versátil, pois envolve um número significativo de variáveis que se podem alterar, tais como: uso de geometrias complexas; parâmetros operacionais (temperatura, velocidade de roscas, taxa de alimentação) e posições distintas de alimentação de materiais e remoção de gases na máquina (Rauwendaal, 2013).

Outro ponto importante que deve ser destacado é que a extrusora com dupla rosca não é só um equipamento utilizado para mistura de materiais poliméricos com aditivos, mas também em uma série de processos especiais, tais como: degradação controlada, mistura reativa, enxertia, blendas poliméricas, nanocompósitos, produção de perfis, compostos, concentrados, dentre outros. (Zloczower & Tadmor, 1994; Rauwendaal, 1991; White, 1990; Xanthos, 1992). O fato é que todos estes processos correlacionam as condições de processamento e de configuração de rosca e barril com a variável tempo. Portanto, um melhor entendimento da relação entre os parâmetros de processamento da extrusora e a variável tempo, permite desenvolver um maior controle na qualidade das propriedades dos materiais poliméricos produzidos, bem como um maior conhecimento e eficiência do processo.

O intervalo de tempo que um determinado material permanece dentro de um sistema de fluxo é chamado de tempo de residência. No processo de extrusão assim como em outros sistemas (reatores, por exemplo), o fluxo do material é descrito por meio da trajetória que os elementos do material (partículas) estão submetidos na presença de campos de velocidades não uniforme, isto faz com que estes elementos possuam diferentes tempos de residência dentro do sistema. Portanto, o tempo de residência do material não é um valor único, mas uma função de distribuição em torno de um valor médio, chamada de curva de Distribuição de Tempos de Residência (DTR) (Levenspiel, 2000).

Desta forma a curva de DTR tornou-se um dos parâmetros principais para analisar o desempenho de vários sistemas, no caso de extrusoras, desde o trabalho experimental pioneiro desenvolvido por Todd e Irving em 1969. Sua forma dá indício

do comportamento geral do fluxo presente, bem como as variações no formato da curva podem indicar alterações das condições de mistura, retenção de material em pontos mortos, reações, etc.; o que permite uma análise mais rápida e precisa das variações nas condições de processamento (Todd e Irving, 1969).

No processo de extrusão de polímeros, a determinação das curvas de DTR é fundamental para a compreensão e ajuste do processo. Entretanto, existe um conjunto de fatores envolvidos na determinação teórica das curvas DTR em uma extrusora que devem ser considerados, tais como: complexas configurações geométricas no percurso do material dentro do equipamento; características específicas do material processado (ex: alta viscosidade, fluido não-newtoniano, efeitos viscoelásticos); condição não isotérmica; campos de fluxo cisalhante e elongacional; além do fato das roscas apresentarem regiões totalmente ou parcialmente preenchidas (Wolf et al, 1986). Todos estes fatores complexos implicaram em desafios para os pesquisadores que acabaram desenvolvendo vários métodos de medição experimental das curvas de DTR. O procedimento experimental mais comum para medir as curvas de DTR em uma extrusora consiste em adicionar um traçador (molécula, pigmento, partícula metálica, polímero imiscível com o meio, etc.) na forma de um pulso, em determinado ponto da alimentação da extrusora e medir sua concentração na saída em função do tempo. O que define o traçador utilizado é a técnica escolhida para sua detecção, sendo mais difícil quando a técnica escolhida se dá em tempo real “in-line” (Chen, 1995).

Quanto ao desempenho global de qualquer sistema de processamento, é importante também levar em consideração a eficiência energética envolvida no processo. No caso do processo de extrusão, observa-se uma relação direta entre a capacidade do equipamento em promover mistura e transformar o material e a quantidade de energia utilizada para tal. Parâmetros tais como a energia mecânica dissipada e a energia específica, podem auxiliar na quantificação da relação deste desempenho com as demais variáveis envolvidas na operação, principalmente a variável tempo (Rauwendaal, 2010).

O conhecimento antecipado de todos os parâmetros que envolvem o processo de extrusão permite alterar e modificar mais rapidamente a qualidade do material processado; como também manter um maior controle das variáveis envolvidas no processo, o que de forma geral possibilita melhorar o desempenho e a eficiência do mesmo. Dentro desta ótica, a simulação computacional surge como

uma ferramenta capaz de realizar uma série de análises prévias destes parâmetros, uma vez que em alguns casos a medição experimental dos mesmos pode ser inviável. Não esquecendo que, em contrapartida, as análises experimentais são fundamentais e de extrema importância para calibrar, aferir e validar os modelos utilizados. Além disso, quando se propõe desenvolver novas tecnologias de processamento, os experimentos representam um passo indispensável na compreensão e entendimento dos mecanismos físicos que governam tais processos.

Portanto, dentro do contexto relatado anteriormente, o principal objetivo no desenvolvimento deste trabalho de pesquisa foi determinar experimentalmente a DTR em tempo real no processo de extrusão com dupla rosca, sob diferentes condições de processo e utilizando polímeros com fluidez distinta como fluxo principal. Para correlacionar e validar as curvas de DTR obtidas experimentalmente foi utilizado um software comercial que simula o processo de extrusão de polímeros e sistemas poliméricos. Para determinar as curvas de DTR experimentalmente, primeiramente foi desenvolvido e testado um sistema ótico (*hardware e software*) para o monitoramento em tempo real (*in-line*) da DTR em uma extrusora modular de dupla rosca co-rotacional com diâmetro de 18 mm e alimentação controlada. Posteriormente, foi avaliada a influência das variáveis de processamento e da fluidez dos polímeros de fluxo sobre a forma e os parâmetros das curvas de DTR; e o impacto destas sobre o desempenho energético do processo. Por fim, com o auxílio de um software foi simulada as mesmas condições de processamento experimentais, com o objetivo de confrontar os resultados obtidos por meio dos modelos teóricos existentes no software. Este trabalho também visa contribuir com a linha de pesquisa em processamento de polímeros no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPG-CEMat) da UAEMa/UFCG uma vez que esta técnica ainda não foi explorada nos trabalhos que utilizam o processo com extrusora dupla rosca.

2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - Processo de Extrusão

O processo de extrusão é possivelmente a operação unitária mais importante na área de conformação de materiais poliméricos por ser um processo contínuo e apresentar elevada produtividade. O processo de extrusão como meio para a conformação dos materiais tem sido utilizado desde o século XVIII. Entretanto, só a partir da segunda metade do século XX que o processo se tornou um método útil para a indústria da borracha e manufatura de cabos, e conseqüentemente seu potencial só foi totalmente apreciado com o advento dos materiais poliméricos termoplásticos (Fisher, 1970).

O processo de extrusão é realizado em um equipamento conhecido como extrusora. A função de uma extrusora é basicamente a de processar o polímero através da fusão, do transporte e da mistura; dando conformação final ao material de maneira ininterrupta, com ou sem a adição de outros componentes. Os principais elementos de uma extrusora são: rosca, cilindro (barril), motor, sistema de alimentação, sistema de aquecimento, sistema de resfriamento, matrizes, sistema de fixação de rosca, e sistema de degasagem (Tadmor e Gogos, 2006). A Figura 1 representa uma vista em corte de uma extrusora de rosca única.

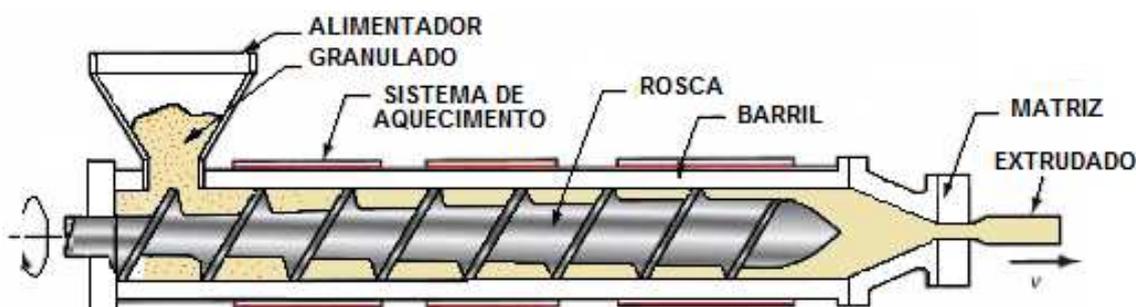


Figura 1 - Vista em corte de uma extrusora de rosca única. [Pereira, 2009].

O processo de extrusão consiste basicamente na alimentação do material polimérico, na forma de grãos ou em pó, por meio de funil conectado ao barril (cilindro) da extrusora, sendo este aquecido através de resistências elétricas. Por meio da atuação do movimento de uma rosca sem fim dentro do barril, o polímero que foi alimentado é transportado e durante este percurso ao longo da rosca, o material é progressivamente aquecido, fundido, plastificado, homogeneizado,

comprimido e finalmente é forçado a passar através de uma abertura na extremidade de saída (matriz) (Blass, 1988). Depois de sair da matriz, o material ganha uma forma definida (peça), o mesmo deve ser resfriado abaixo da temperatura de transição vítrea ou de cristalização, de modo a assegurar a estabilidade dimensional. Este resfriamento é geralmente realizado através de jato de ar ou por um sistema de arrefecimento a água (Pereira, 2009). As principais variáveis operacionais do processo de extrusão de rosca única são: a velocidade de rotação da rosca, e o perfil de temperatura ao longo do barril.

Dentre as principais partes de uma extrusora, a rosca pode ser considerada o componente mais importante, pois é através da sua extensão que o material passa pelos fenômenos térmicos e mecânicos envolvidos no processo. Os principais parâmetros geométricos de uma rosca de extrusora (Figura 2) são o número de filetes paralelos, diâmetro interno da rosca (D_i), diâmetro externo (D_e), passo da rosca (P), ângulo da hélice (θ) e a profundidade do canal (d_c) (Rauwendaal, 2013).

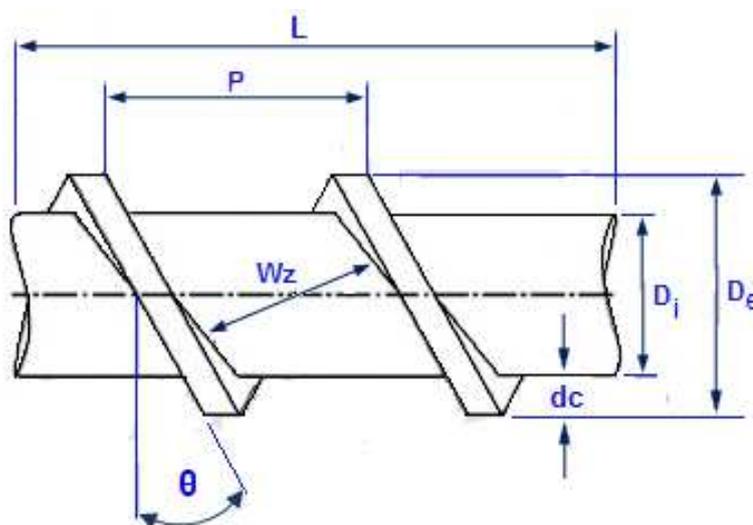


Figura 2 - Parâmetros geométricos da rosca de extrusão.

Em geral, estes parâmetros geométricos da rosca estão relacionados pelo fator de forma (ρ) que é a relação entre o diâmetro externo da rosca e o diâmetro interno, conforme equação 1 (Michaeli, 1995):

$$\rho = \frac{D_e}{D_i} \quad (1)$$

Este parâmetro relaciona as características das roscas independentemente do tamanho do equipamento utilizado. Outro parâmetro chave para classificar uma rosca é a relação entre o comprimento e o seu diâmetro maior (L/D_e), o que é conhecido como razão de comprimento.

O tipo de rosca utilizada depende do material que será processado, cada material polimérico exige uma determinada combinação de variáveis geométricas. É comum as roscas utilizadas no processo de extrusão apresentam três zonas distintas ao longo do perfil axial, conforme observa-se na Figura 3 e detalhadas a seguir (Rauwendaal, 2013):

- Zona de alimentação: Nesta parte da rosca a profundidade do canal é constante, e o material sólido move-se através do resultado do movimento relativo entre os contornos das partículas, isto é, a superfície da rosca e a do barril. O fluxo das partículas é determinado pelas forças atuantes, basicamente de fricção, compactando-se rapidamente, formando um leito sólido que se movimenta em direção à zona de compressão.
- Zona de Compressão: Nesta zona da rosca o polímero é fundido basicamente por duas maneiras: aquecimento viscoso, e pelo calor fornecido pelo aquecimento externo.
- Zona de dosagem: Nesta região o polímero fundido é homogeneizado. A profundidade do canal é constante, entretanto menor que na zona de alimentação. Dessa forma, com a alta taxa de cisalhamento garante-se que o material esteja homogeneizado, no que diz respeito à uniformidade de composição e temperatura, para então ser bombeado para o cabeçote e matriz da extrusora, onde ocorre a conformação do material.



Figura 3 - Zonas da rosca de extrusão.

A grande utilização da extrusora pela indústria de materiais poliméricos é devido a sua operação ser contínua e a configuração do cilindro e do perfil de rosca ser versátil; o que faz o processo de extrusão apresentar alta produtividade. Apesar de ser um processo de fácil operação é importante mencionar que na extrusão,

ocorrem vários fenômenos físicos de difícil compreensão, tais como: transporte de material sólido em geometrias complexas, transferência de energia (térmica, cinética, viscosa), mudança de fase, escoamento de material não-Newtoniano, etc. (White, 1990)

É comum dividir as extrusoras em duas categorias, as extrusoras de rosca simples e de roscas múltiplas. As extrusoras de rosca simples também conhecidas como extrusoras monorosca (EM) (ver Figura 1), trabalham com apenas uma rosca dentro do barril, a princípio estas foram as primeiras e mais utilizadas pela indústria de polímeros, devido a fatores tais como custo e simplicidade de operação (Vignol, 2005). No entanto, nas últimas décadas a utilização das extrusoras de múltiplas roscas, especialmente as de dupla rosca (EDR) tornaram-se mais comum devido apresentarem uma melhor capacidade de mistura e homogeneização do material, e também a possibilidade de modular o perfil das roscas e o barril conforme a necessidade de processamento (White, 1990). No contexto deste trabalho será dada mais evidência às extrusoras de dupla rosca, pois foi o principal equipamento utilizado no desenvolvimento deste trabalho.

2.1.1 - Extrusora Dupla Rosca

A extrusora dupla rosca é um equipamento que apresenta como característica principal o funcionamento simultâneo de duas roscas arquimedianas no transporte do material (Figura 4). As primeiras máquinas extrusora de dupla rosca surgiram por volta da década de 30, na Itália (Rauwendaal, 2013).

A extrusora dupla rosca é um equipamento de mistura muito versátil e que gradativamente ocupou um importante espaço no processamento de polímeros, principalmente no que se referem a processos especiais, tais como processamento reativo, processamento de materiais sensíveis, degradação controlada, entre outros. Entre as principais vantagens sobre a extrusora monorosca pode-se incluir melhor alimentação, tempos de residência mais curtos e com distribuição mais estreita, maior capacidade de mistura dos componentes, característica auto-limpante, fluxo positivo, diversas configurações de rosca e barril, melhor controle das variáveis operacional e maior área de transferência de calor (Lawal e Kalyon, 1995).

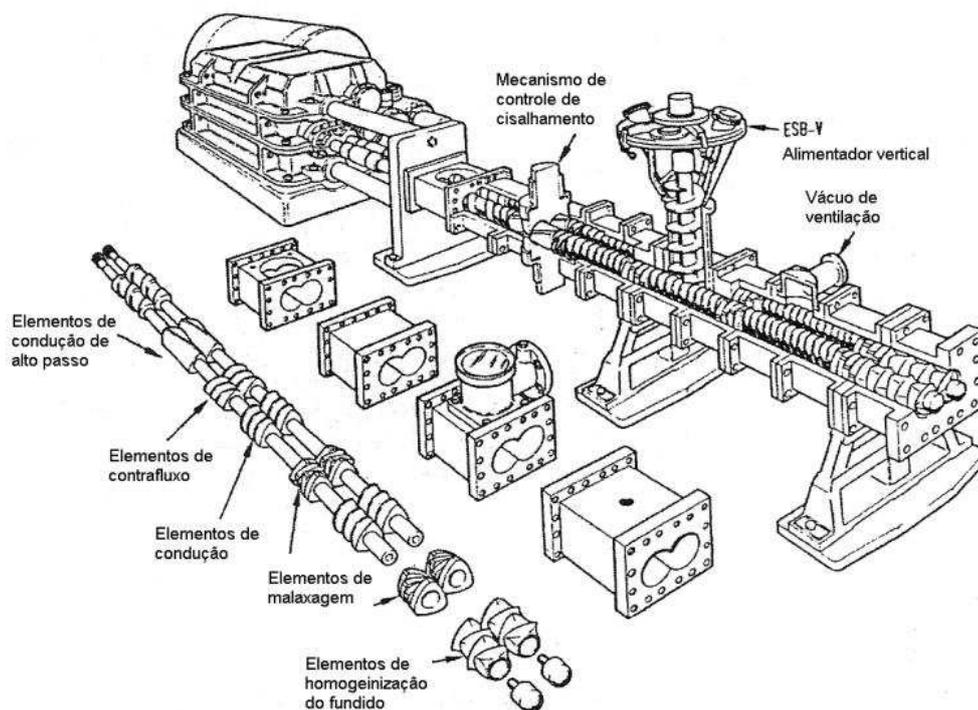


Figura 4 - Extrusora Dupla Rosca mostrando elementos do barril [Tadmor e Gogos, 2006].

Entre as principais características de uma extrusora dupla rosca, pode-se citar:

- Incorporação e homogeneização dos aditivos sem ultrapassar temperaturas de degradação;
- Promove altas tensões de cisalhamento para dispersão de aglomerados de partículas;
- Homogeneização de dois ou mais materiais com diferentes viscosidades, sem criar uma mistura final estratificada ou em camadas;
- Proporciona uma tensão de cisalhamento e uma história térmica uniforme para diferentes tipos de partículas;
- Permite um controle preciso sobre o processo de mistura.

A extrusora dupla rosca geralmente são classificadas quanto ao posicionamento entre as roscas e quanto ao sentido de rotação das mesmas (Tadmor e Gogos, 2006). Quanto ao posicionamento entre as roscas, as EDR's são distinguidas pela distância entre os centros das roscas, sendo classificadas em interpenetrantes, tangenciais e não interpenetrantes (Figura 5).

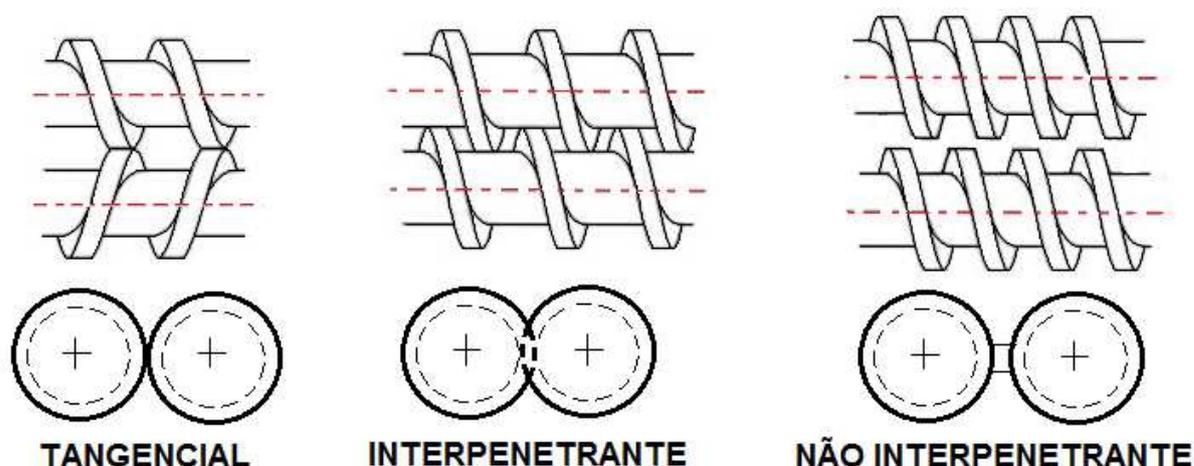


Figura 5 - Classificação das extrusoras dupla-roscas quanto à distância entre as roscas.

As extrusoras interpenetrantes são aquelas que têm distância entre os centros dos eixos das roscas menor do que a soma de seus raios; as tangenciais são aquelas cuja distância entre os centros dos eixos das roscas é igual à soma de seus raios; e as não interpenetrantes são aquelas onde a soma de seus raios é maior que a distância entre os centros de seus eixos. (referencia)

Quanto ao sentido de rotação, são classificadas em extrusoras com dupla rosca corrotativas (EDR-COR), quando ambas as roscas giram no mesmo sentido, e extrusora dupla rosca contra-rotativas (EDR-CON) quando giram em sentido oposto, conforme a Figura 6 (Rauwendaal, 2013).

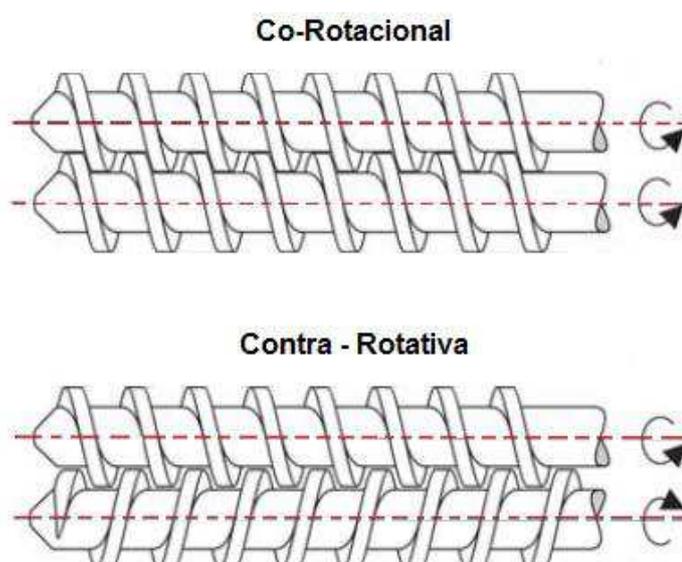


Figura 6 - Classificações das extrusoras dupla-roscas quanto ao sentido de rotação.

A forma como as roscas trabalham estabelece as características de operação e muitas vezes a aplicação das EDR. Consideramos, por exemplo, a geometria da seção transversal de uma extrusora de dupla rosca co-rotacional interpenetrante (Figura 7). Como observado, o barril é constituído por duas meias-câmaras ligadas paralelamente e com diâmetros iguais, onde as roscas interagem. A dinâmica de fluxo neste canal, que tem a forma de um oito, favorece a mistura ou reação entre os componentes processados, devido à transferência de material de uma rosca para outra a cada rotação gerando novas áreas interfaciais. Estas áreas são formadas pelos mecanismos atuantes de deformação, dobramento e reorientação do fluxo na zona entre as roscas (White, 1990).

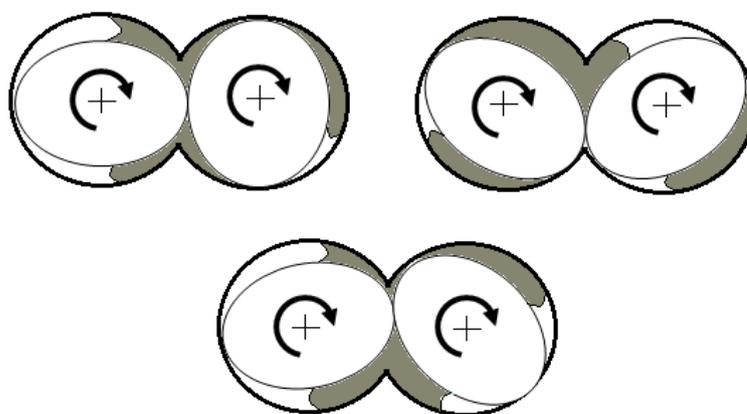


Figura 7 - Dinâmica de fluxo de uma extrusora dupla rosca.

No caso da extrusora de dupla rosca corrotacional interpenetrante, por exemplo, o transporte do material é dependente do fluxo de arraste, onde à medida que as roscas giram o material é transportado e no ponto de interpenetração se realiza a transferência completa de material de uma rosca para a outra, como se raspassem estabelecendo a característica auto-limpante ao equipamento. (Rauwendaal, 1991; Bretas, 2000).

A grande maioria das EDR's é desenvolvida para possuir um arranjo modular ao longo da rosca, onde a mesma é formada por uma combinação de seções individuais (Elementos de Rosca) que se encaixam ao longo de uma haste. Desta forma podem-se montar diferentes perfis de rosca com o intuito de proporcionar um maior controle no cisalhamento, condições de mistura (dispersiva ou distributiva), capacidade de transporte, tempo de residência adequado, ou seja, o desempenho

desse tipo de equipamento depende principalmente da configuração de rosca estabelecida. (Zloczower e Tadmor, 1994; Rauwendaal, 2013).

Desta forma, os perfis de rosca têm de ser configurados para atender características particulares de cada caso de processamento, estando diretamente relacionados com o número e a sequência dos elementos ao longo da rosca, devendo apresentar uma harmoniosa disposição. A combinação de altas temperaturas e elevadas taxas de cisalhamento durante o processamento por extrusão, pode levar à consideráveis mudanças na estrutura molecular do polímero devido à combinação de degradação termomecânica e oxidativa, deste modo afetando as propriedades físicas e mecânicas dos materiais processados. As condições utilizadas para a extrusão têm um significativo efeito nas características reológicas do polímero (White, 1990).

Em seguida serão apresentados alguns dos principais elementos utilizados na configuração de roscas em uma EDR e suas principais características.

2.1.2 - Elementos de Rosca

Como visto anteriormente, o posicionamento dos diferentes elementos ao longo da rosca é dependente de vários fatores que vão desde o local de alimentação de cada substância numa determinada mistura, a quantidade de trabalho mecânico necessário para realizar a mistura e fusão dos materiais envolvidos, do tempo de residência médio e principalmente até da DTR.

O comportamento característico do fluxo do material dentro de uma EDR é diretamente relacionado com a geometria das roscas. No caso das extrusoras modulares, existe uma enorme gama de elementos de rosca disponíveis para configurar um perfil de rosca em uma extrusora. Com o objetivo de obter um melhor controle nas condições de mistura, cisalhamento e transporte do material para um determinado processamento a ser conduzido no equipamento (Rauwendaal, 2013).

Entre os principais elementos que compõe um perfil de rosca os mais utilizados são os elementos de condução (transporte), elementos maxaladores ou de mistura e alguns outros tipos de elementos que são ocasionalmente incorporados para melhorar o desempenho das extrusoras no quesito de mistura dispersiva ou distributiva em determinado ponto do perfil. É comum encontrar estes elementos com diferentes parâmetros geométricos (passos, ângulos de hélice) que de uma

maneira geral acabam por influenciar o tempo de residência, o cisalhamento e mistura do material e na capacidade de transporte (White, 1990; Lawal e Kalyon, 1995).

Os elementos de condução são responsáveis pelo transporte efetivo do material dentro do equipamento. Estes elementos têm como principal característica a baixa capacidade de cisalhamento e elevada capacidade de transporte (Figura 8). Quanto à nomenclatura os elementos de transporte de material (SE- Screw Element) são identificados por x/y, onde x é o passo em mm e y o comprimento em mm.

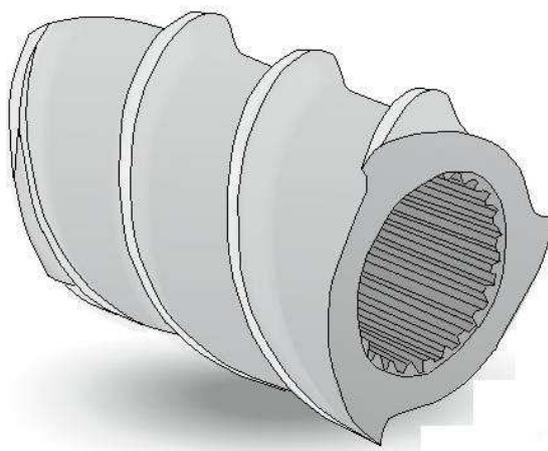


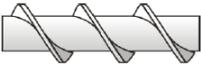
Figura 8 - Exemplos de Elementos de Rosca de Condução.

O fluxo do material neste tipo de elemento é influenciado pelo ângulo de condução, pelo passo, quantidade e largura dos filetes. O ângulo de condução ou transporte é usado para descrever o comportamento do fluxo de sólidos na rosca da extrusora e é definido como o ângulo entre o eixo da rosca e a direção de transporte do material. Determinações experimentais do ângulo de transporte em extrusoras co-rotativas indicam que o valor máximo para esse ângulo é encontrado quando o passo da rosca é igual ao diâmetro da rosca.

As extrusoras geralmente são operadas em uma condição de semi-preenchimento de canais (*starved*), de forma que o tamanho do passo é utilizado para este controle, com vazão e velocidade constantes. Um passo grande pode ser usado para gerar baixo grau de enchimento na região da abertura para alimentação de materiais ou degasagem, embora o tempo de residência seja reduzido. Já o passo pequeno é usado para gerar maior grau de enchimento, maximizando a área de contato do material com a superfície do barril, melhorando assim o processo de

transferência de calor e a capacidade de bombeamento. Os elementos de condução de passo contrário produzem fluxo de contrapressão por inverterem o sentido de condução do material e são usados para assegurar o completo preenchimento do canal da rosca ou forma uma barreira de fundido. A Tabela 1 resume como o passo dos elementos de condução influencia no processo de mistura, cisalhamento e condução do polímero (Rauwendaal, 2013).

Tabela 1 - Atuação dos Elementos de Condução.

Elemento	Característica	Condução	Mistura	Cisalhamento
	Passo Direito e Largo	Rápida	Baixa	Rápido
	Passo Direito e Curto	Lenta	Baixa	Lento
	Passo Contrário	Contra Fluxo	Média	Contra Fluxo

A taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) para estes tipos de elementos no canal é diretamente dependente dos parâmetros geométricos da rosca, tal como a equação aproximada a seguir (Wang et al, 1998):

$$\dot{\gamma}_{\text{canal}} = \frac{\pi DN}{H} \cos \theta \quad (2)$$

Onde: D - diâmetro da rosca; N – velocidade de rotação das roscas; θ – ângulo do filete e H – altura do canal ao barril.

A Tabela 2 apresenta os valores calculados para as taxas de cisalhamento para alguns elementos de condução utilizados neste trabalho, para as velocidades de 200, 250 e 300 rpm. Observa-se que são desenvolvidas taxas de cisalhamento no canal próximas para cada velocidade estabelecida, o que respeita a geometria de cada elemento.

Tabela 2 - Taxa de cisalhamento para elementos de condução.

Elemento	Ângulo (θ)°	Taxa de Cisalhamento (s^{-1})		
		200rpm	250rpm	300rpm
SE16/16	15,8	56,71	70,76	84,96
SE24/24	23,0	54,00	67,76	81,36
SE36/16	32,5	50,03	62,43	74,95

D=18 mm; H=3,2mm - Dados do Fabricante.

Os elementos de malaxagem são aqueles que proporcionam maior grau de mistura e altas taxas de cisalhamento e alongação ao material em detrimento da condução (Figura 9).

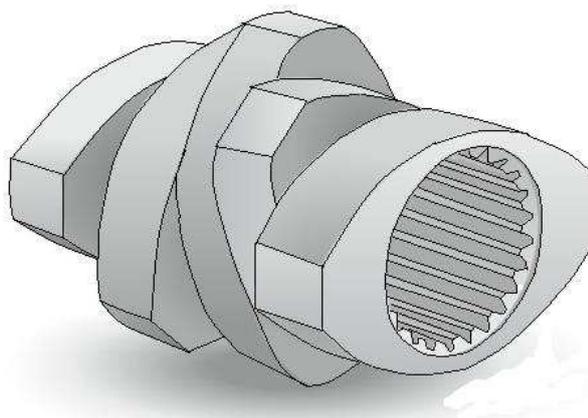


Figura 9 - Exemplos de Elementos de Rosca de Malaxagem.

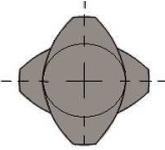
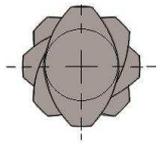
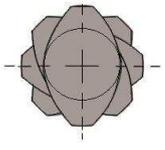
Eles são compostos por discos unidos na direção perpendicular ao eixo de rotação da rosca, onde os mesmos encontram-se defasados em diferentes ângulos, arranjados de maneira a produzir fluxos positivos (para frente), neutros e reversos (Figura 10). Os mesmos possuem seções transversais iguais aos elementos de rosca a fim de manter o perfil auto-limpante. (Zloczower e Tadmor, 1994).



Figura 10 - Elementos de Malaxagem de 30, 60 e 90°.

A Tabela 3 mostra a influência dos elementos malaxadores na mistura, condução e cisalhamento para elementos com duplo filete, cujo ângulo de defasagem entre os lóbulos são 45 e 90°. O ângulo entre os discos dos elementos de malaxagem influencia o grau de transporte e cisalhamento. O propósito deste tipo de elemento é induzir tanto mistura dispersiva quanto distributiva (White, 1990).

Tabela 3 - Influência dos Elementos de Malaxagem.

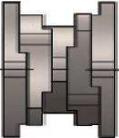
Elemento	Ângulo	Condução	Mistura	Cisalhamento
	90° (Neutro)	Baixa	Alta	Alto
	45° (Passo Direito)	Alta	Baixa	Baixo
	45° (Passo Esquerdo)	Contra Fluxo	Médio (Barreira de Fundido)	Médio

Os elementos neutros, que possuem ângulo entre os lóbulos de 90° não possuem capacidade de transporte e dependem de elementos de passo direito anterior para ultrapassar a barreira imposta por ele. Os elementos de malaxagem reversos produzem fluxo de contrapressão com conseqüente aumento no grau de preenchimento anterior. Entretanto, a diferença de pressão é menor que em um

elemento de condução de passo reverso como resultado do espaçamento formado pelo ângulo entre os lóbulos (Rauwendaal, 1991).

A largura dos módulos dos elementos malaxadores também é importante no processo. (Tabela 4).

Tabela 4 - Influência da largura dos Elementos de Malaxagem.

Elemento	Descrição	Condução	Mistura	Cisalhamento
	Disco Largo	Baixa	Baixa	Alta
	Disco Médio	Média	Média	Média
	Disco Estreito	Alta	Alta	Baixa

O comprimento dos discos dos elementos de malaxagem influencia tanto na distribuição quanto na dispersão em uma mistura. Os discos mais estreitos apresentam boas características de mistura e condução além de menor cisalhamento que os discos largos, enquanto discos mais largos promovem intenso cisalhamento. No caso de elementos com mesmo ângulo entre os discos, lóbulos mais largos obtêm melhor dispersão da mistura, pois com o aumento da largura dos lóbulos aumenta-se o cisalhamento nas regiões interpenetrantes e na região entre o lóbulo e o barril. Enquanto isso, lóbulos mais finos fornecem melhor mistura distributiva, entretanto possuem baixa capacidade de dispersão (Zloczower e Tadmor, 1994).

Os blocos de malaxagem (KB-Kneading Block) são identificados por $x/n/y$ onde x é deslocamento angular entre discos em graus, n o número de discos e y o comprimento total em mm; a indicação LH (Left Handed) corresponde à identificação dos elementos com passo reverso.

Uma propriedade importante das roscas em uma extrusora é a igualdade geométrica entre ambas, como uma rosca é basicamente um parafuso em forma helicoidal, este fato proporciona as mesmas possuir uma geometria idêntica, porém

invertida. Assim, existem duas versões diferentes de cada elemento de rosca típico, idêntico em tudo, exceto no fato de que uma versão é a imagem espelhada da outra. Assim tanto os elementos de condução como os de malaxagem podem apresentar uma versão que transporta o material na direção positiva (para frente) da máquina, ou seja, da ponta da alimentação à ponta da descarga na matriz e a outra na direção negativa ou reversa (sentido contrário) (Rauwendaal, 2013).

Esta duas versões foram convenientemente nomeadas de rosca de mão direita (RH) para aquela que arrasta o material na direção positiva (isto é, para frente) quando as roscas, vistas desde a frente da máquina (isto é, desde a ponta da descarga) giram na direção dos ponteiros do relógio. A outra versão é chamada de rosca de mão esquerda (LH) (Tadmor e Gogos, 2006).

Um elemento de condução de passo reverso (elemento de passo esquerdo ou elemento esquerdo) é aquele que devido à condução do material no sentido inverso cria um fluxo de contrapressão. Neste caso o fluxo de material tem que superar a resistência aplicada pelo elemento de passo esquerdo, o que causa uma elevação local da pressão e do grau de enchimento em até 100%, criando uma barreira de material fundido, conforme Figura 11 (Zloczower e Tadmor, 1994).

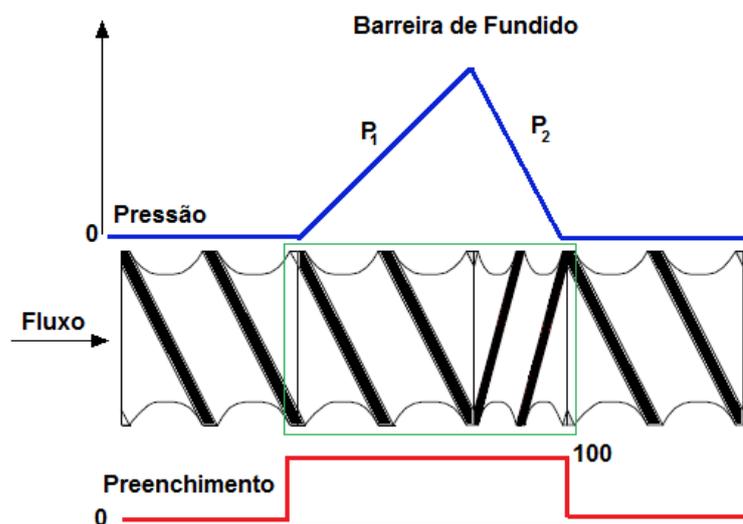


Figura 11 - Elevação da Pressão local gerado pelo uso de um ER de passo inverso.

Esse balanço de forças faz com que tanto a pressão local no barril quanto o grau de preenchimento aumentem, dando origem a uma região chamada de barreira do fundido. Estes elementos fazem com que o tempo de residência do material na

extrusora seja aumentado, e quando posicionados após elementos de malaxagem aumentam a capacidade de mistura.

Este tipo de elemento pode ser usado como uma barreira de separação entre estágios de degasagem ou para melhorar a mistura quando usado em combinação com elementos de mistura. Em geral os elementos de passo esquerdo proporcionam mais cisalhamento, causam um aumento no tempo de residência e redução na eficiência da capacidade de transporte (Rauwendaal, 2013).

Existem ainda outros tipos de elementos de mistura tipo “turbina” que são responsáveis por promovem basicamente mistura dispersiva, já que sua configuração promove um alto cisalhamento ao material polimérico em períodos de tempo muito curtos e os elementos de fluídos sofrem o mesmo nível de alta tensão, obtendo-se uma mistura uniforme (Figura 12).(Zloczower e Tadmor, 1994).

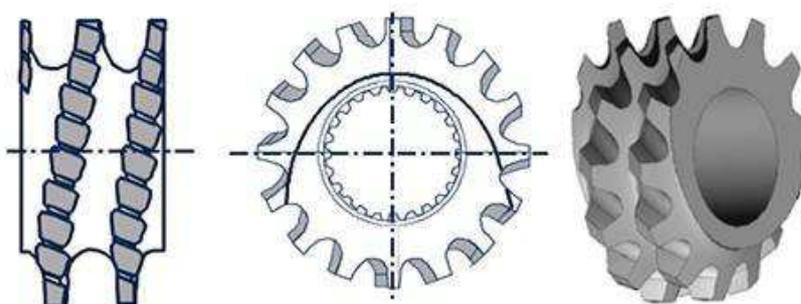


Figura 12 - Exemplo de elemento tipo “turbina”.

2.2 - Energia Específica no Processo de Extrusão

O consumo de energia e eficiência energética da extrusora são funções complexas que dependem diretamente das propriedades do material processado, do projeto da extrusora, do tipo de mecanismo de acionamento do motor e da eficiência dos sistemas de aquecimento e resfriamento. Porém, de forma simples e geral pode-se dizer que o processo de extrusão utiliza de energia térmica e mecânica para se obter um produto de modo uniforme em uma operação contínua (Figura 13) (Stevens e Covas,1995).

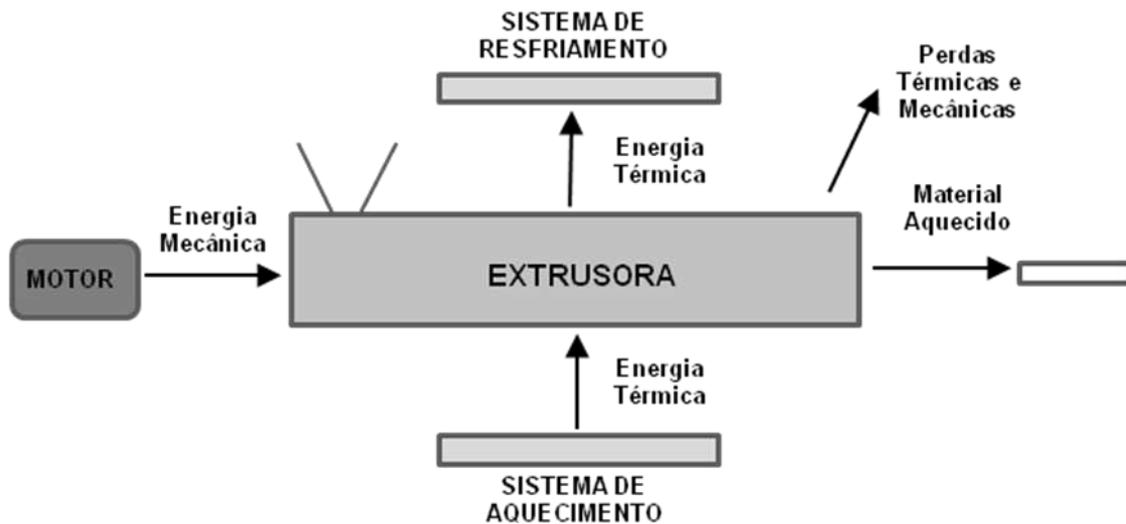


Figura 13 - Balanço de energia do processo de extrusão de polímeros. [Stevens e Covas,1995].

Quando se avalia o balanço de energia envolvido no processo de extrusão é possível observar que é um processo com boa eficiência energética, uma vez que uma parte do montante da energia mecânica fornecida pelo motor é dissipada durante o fluxo viscoso no interior dos canais da rosca da extrusora. A taxa de dissipação de energia mecânica na câmara de processamento é convenientemente relacionada ao torque transmitido e a velocidade de rotação das roscas pela equação 3, a seguir (Canedo, 2015 (a); Rauwendaal, 2013):

$$W = 4\pi NZ \quad (3)$$

Onde W é a potência em kW, Z é o torque por eixo (isto é a metade do torque total em uma extrusora de dupla rosca) expresso em Nm, e N é a velocidade de rotação (rpm). A máxima taxa de dissipação de energia mecânica é restringida pela potência fornecida pelo motor (desprezam-se as perdas na transmissão). Porém a potência do motor apropriada para cada tipo de extrusora não deve ser escolhida de maneira arbitrária, vai depender da capacidade do sistema em transmitir essa potência ao material através das roscas.

A potência mecânica dissipada torna-se uma variável acessível e importante no entendimento do balanço energético do processo, mas sendo a potência uma grandeza extensiva, é comum utilizar a energia específica (potência dissipada dividida pela vazão mássica), que representa o nível de energia por unidade que é

transferido para o material por entrada mecânica durante a extrusão, conforme a equação 4 (Canedo, 2015 (a); Rauwendaal, 2013):

$$E_{\text{esp}} = \frac{W}{Q} \quad (4)$$

Onde E_{esp} é a energia específica, W a energia mecânica dissipada e Q é a vazão mássica (taxa de alimentação). A unidade da energia específica no sistema internacional é kJ/kg, mas na prática a energia específica é expressa em kWh/kg (1kWh/kg = 3600kJ/kg) (Canedo, 2015 (a); Rauwendaal, 2013).

Em uma primeira aproximação pode-se dizer que a energia específica é uma característica do processamento imposto ao material, que permite comparar processos contínuos e descontínuos. Diferentes materiais requerem diferentes energias específicas para serem processados, ou seja, cada material possui uma quantidade própria de energia específica necessária para aquecer e fundir. Para polímeros semi-cristalinos, por exemplo, esse valor é de cerca de 0,15kWh/kg, já para os polímeros amorfos este valor é cerca de 0,10kWh/kg.

A Figura 14 apresenta o consumo de energia específica (CEE) em kWh/kg em função da velocidade de rosca. A curva do gráfico representa a combinação do aquecimento pelo atrito viscoso e pelo trabalho da rosca. Este último é muitas vezes referido como aquecimento por cisalhamento. Em baixas velocidades de rosca, o aquecimento produzido pela atuação do trabalho da rosca é baixo, ficando a carga do sistema de aquecimento da extrusora este trabalho. Em velocidades um pouco maiores da rosca, a maior parte do calor (80 a 90%) é gerado pelo trabalho da rosca, este ponto é considerado como a faixa ou intervalo preferível de eficiência (Rauwendaal, 2010).

Quando a velocidade da rosca é aumentada a ponto de cruzar a linha horizontal que indica o consumo de energia específica do polímero. Este ponto de cruzamento é chamado de ponto de extrusão autógeno. Neste ponto, todo o calor é gerado pela rosca e o sistema de aquecimento não necessita contribuir com o calor para o processamento do material. Além deste ponto de cruzamento a rosca gera mais calor do que o necessário ao processamento, tornando-se hiperativo. Quando a velocidade da rosca é aumentada para além do ponto de cruzamento, o sistema

necessita de resfriamento para remover o excesso de calor fornecido pela rosca (Rauwendaal, 2010).

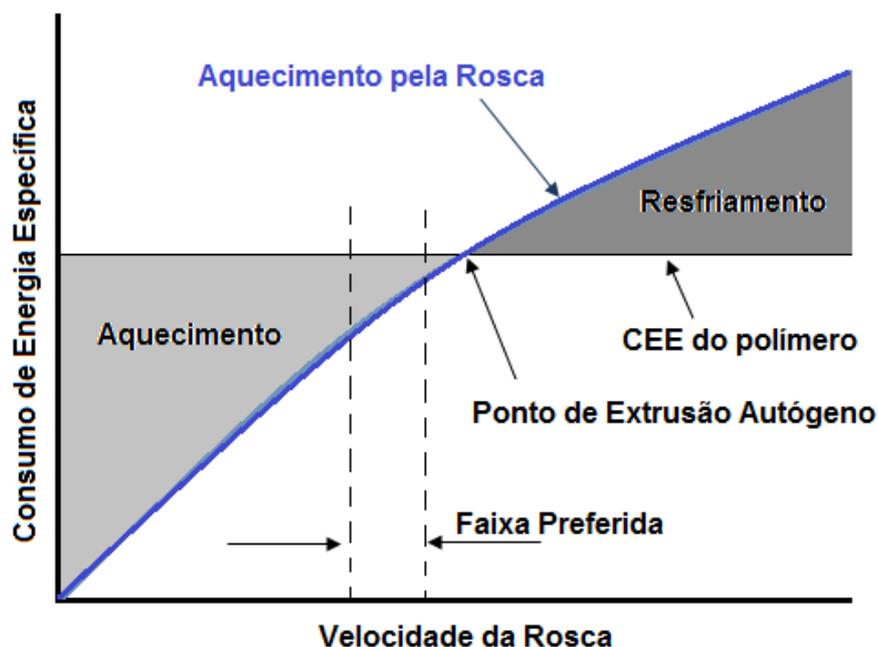


Figura 14 - Consumo de energia específica em função da velocidade da rosca. [Rauwendaal, 2010]

2.3 - Distribuição de Tempos de Residência

Tempo de residência pode ser definido como sendo a quantidade média de tempo que um elemento (ou partícula) reside em um determinado sistema. Quando consideramos um sistema de fluxo de volume constante (V) que consta de uma entrada e uma saída e onde as relações de conservação de massa estão mantidas (fluxo de entrada igual ao fluxo de saída (Q)), Figura 15 (Canedo, 2010).

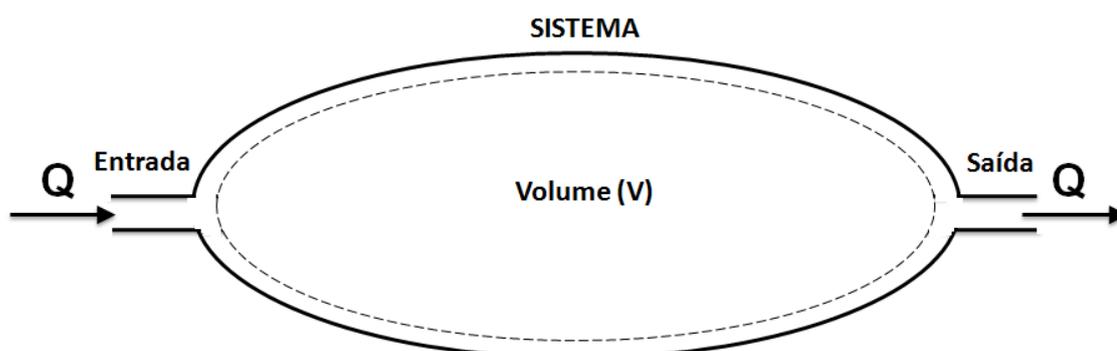


Figura 15 – Representação de um sistema de fluxo de volume constante.

Pode-se definir o tempo de residência médio como (Levenspiel, 2000):

$$t_n = \frac{V}{Q} \quad (5)$$

Onde **V** é o volume livre do sistema; **Q** é taxa de fluxo do sistema.

É possível observar que a medida de tempo de residência varia inversamente com a taxa de fluxo de material no sistema, em outras palavras, quanto maior a taxa de fluxo de material em um sistema, menor o tempo de residência. Da mesma forma se o tamanho do sistema for alterado o tempo de residência também sofrerá mudanças, por exemplo, quanto menor o sistema, menor o tempo de residência, considerando a taxa de fluxo constante. (Canedo, 2010).

É comum durante o escoamento em sistemas contínuo o material ser forçado a fluir através de geometrias complexas sob ação de forças internas e externas; o que altera a sua direção várias vezes, isto acaba induzindo a diferentes velocidades para as partes que compõem este material, isto provoca a demora ou o avanço de algumas destas partículas em relação ao todo, havendo então não somente um valor único de tempo de residência do material no sistema, mas uma distribuição em torno de um valor médio, chamado distribuição de tempo de residência (DTR) ou função de distribuição de tempo de residência (Levenspiel, 2000). A Figura 16 mostra um exemplo de uma função de distribuição no tempo.

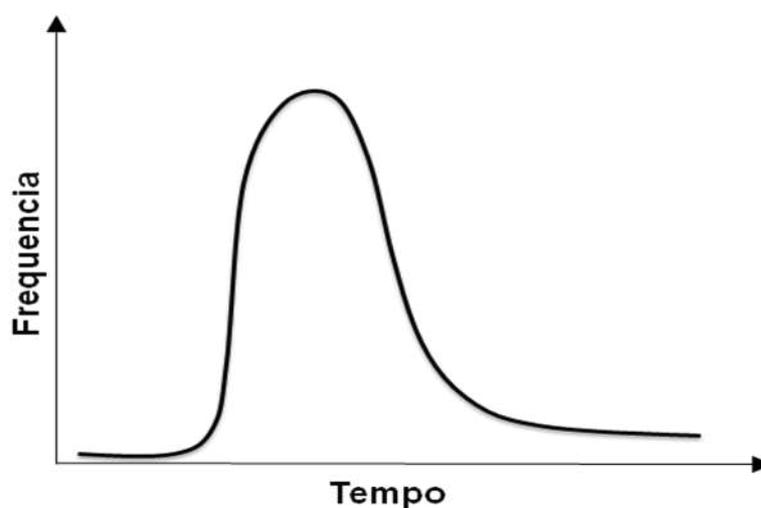


Figura 16 – Representação de uma curva de DTR.

A análise da distribuição do tempo de residência (DTR) é importante no estudo de sistemas de escoamento contínuo. Esta análise normalmente se baseia na suposição de que o escoamento acontece de forma ideal. Porém, por melhor que seja a forma de estabelecer as condições de contorno do sistema nenhuma dessas suposições correspondem ao real escoamento que ocorre na maioria dos casos. O conhecimento do verdadeiro comportamento do fluido é essencial para o dimensionamento de equipamentos, para avaliação de projetos e para um entendimento mais completo dos processos físicos envolvidos (Wolf e Resnick, 1973). Desta forma, a distribuição do tempo de residência (DTR) acaba sendo uma aproximação empírica que pode dar indícios do comportamento do escoamento em um equipamento, o que a torna uma das ferramentas mais importantes para tal objetivo. Por este motivo a DTR tornou-se muito importante para o estudo do processo de extrusão.

2.3.1 - Determinação Experimental das Curvas de DTR em Extrusoras

A determinação da DTR em extrusoras é diretamente relacionada ao perfil de velocidade do material no interior do equipamento; de tal modo que se o perfil de velocidade é conhecido, a DTR pode ser calculada (Rauwendaal, 2013). Inicialmente a determinação dos tempos de residência em reatores químicos industriais que apresentam geometria simples e que não tenham fluxos complexos, foi realizada através de derivação analítica das equações de dinâmica dos fluidos. (Chen, 1995). Mas para o caso de extrusoras, onde a geometria de fluxo e a natureza não-newtoniana de escoamento são de extrema complexidade, a derivação analítica das equações torna-se impraticável, desde modo a determinação da distribuição dos tempos de residência em extrusoras só é viável através de métodos numéricos ou por técnicas experimentais (Oberlehner et al, 1994).

Na maioria dos casos envolvendo extrusoras de dupla rosca o fluxo é bastante complexo e as mesmas apresentam zonas de trabalho cheias e parcialmente cheias de materiais, o que dificulta a obtenção das curvas DTR de maneira teórica; isto levou nos últimos anos ao desenvolvimento e uso de técnicas experimentais capazes de realizar tal medição (Potente, 1990).

Uma das maneiras de determinar experimentalmente a DTR durante o processo de extrusão é através da técnica de resposta a um estímulo pulsado, onde

um material de natureza diferente ao do material de fluxo, que é comumente chamado marcador ou traçador, após a estabilização do processo, é alimentado instantaneamente em uma determinada posição do barril e a sua concentração é medida em função do tempo, por técnicas off-line, on-line ou in-line. Na caracterização off-line as amostras do material são coletadas de forma discreta e em intervalos de tempo pré-estabelecidos na saída da matriz da extrusora e a concentração do traçador é medida através de técnicas analíticas ou espectroscópicas. Já na caracterização on-line, as medidas em tempo real, são realizadas diretamente no polímero fundido que é desviado do fluxo principal para um local próximo ao barril. As medidas in-line são realizadas pela análise direta do fluxo principal de extrusão e a concentração do traçador é detectada como função de uma determinada propriedade, tais como: radiação, magnetismo, espalhamento de luz, etc.(Mélo, 2002). É importante levar em conta que no levantamento da distribuição do tempo de residência de polímeros utilizando-se métodos on-line e in-line a coleta de dados se dá com maior quantidade, rapidez e precisão quando comparados com técnicas off-line. Entretanto, a eficiência das medidas on-line e in-line depende necessariamente da escolha sensata do tipo de traçador a ser utilizado e da propriedade que deve ser medida para sua detecção.

A distribuição dos tempos de escoamento das partículas de fluido saindo da extrusora é obtida através da função de distribuição de tempo de residência (DTR), que é representada matematicamente pela função $E(t)$, do inglês "EXIT", de acordo com a equação 6 (Danckwerts, 1953).

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t)dt} \quad (6)$$

Onde $C(t)$ representa o valor da concentração do traçador em um tempo (t) qualquer. No caso deste trabalho a função concentração $C(t)$ é representada pelos valores de tensão (milivolts), ou seja: $mV(t)$, de acordo com o trabalho de Mélo (2002).

A soma das frações de todo material que reside num tempo (t) no sistema entre $t = 0$ e $t = \infty$ é por definição, igual à unidade (equação 7) (Levenspiel, 2000).

$$\int_0^{\infty} E(t) dt = 1 \quad (7)$$

Esta função descreve quantitativamente quanto tempo diferentes porções de traçador têm passado dentro da máquina e a sua unidade é o s^{-1} . A curva da função $E(t)$ é a distribuição necessária para avaliar o escoamento não ideal e é muito influenciada pelas propriedades do material que flui, tais como a viscosidade, densidade, vazão e pelas condições do processo (Levenspiel, 2000). A Figura 17 mostra a representação gráfica da função $E(t)$ em relação ao tempo.

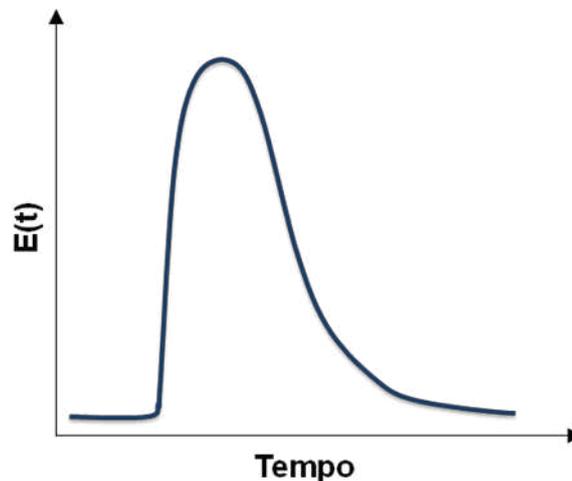


Figura 17 – Representação gráfica da função $E(t)$.

Outra maneira de apresentar a DTR é na forma acumulativa onde o valor da função em um tempo (t) qualquer, é a concentração parcial acumulada de traçador que saiu até aquele instante. Esta função é conhecida como função acumulada da distribuição do tempo de residência representada matematicamente por $F(t)$ é calculada como a integração da curva $E(t)$ no tempo (Danckwerts, 1953).

$$F(t) = \int_0^t E(t) dt = \frac{\int_0^t C(t) dt}{\int_0^{\infty} C(t) dt} \quad (8)$$

A Figura 18 mostra a representação gráfica da função $F(t)$ em função do tempo.

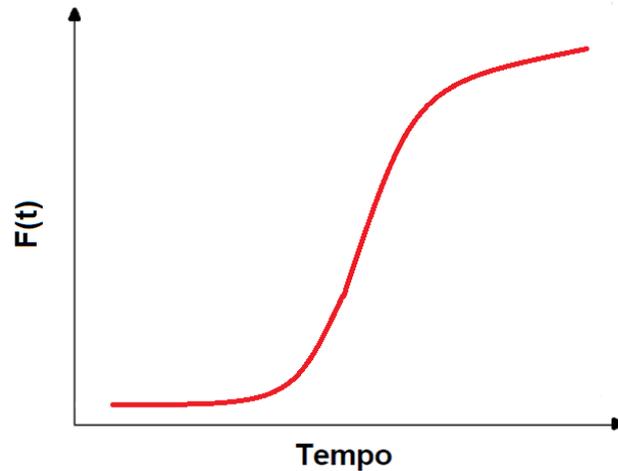


Figura 18 – Representação gráfica da função $F(t)$.

Além das condições de conservação de massa do sistema (equação 5), também é possível calcular o tempo de residência através da integração do tempo (t) em qualquer intervalo infinitesimal dt com sua respectiva concentração de traçador $C(t)dt$, isto é (Levenspiel, 2000):

$$t_n = \frac{\int_0^{\infty} tC(t)dt}{\int_0^{\infty} C(t)dt} \quad (9)$$

Quando se considera um elemento individual que compõe o perfil de rosca da extrusora, t_n pode ser calculado desconsiderando os fluxos de escape entre os filetes da rosca e o barril por (Levenspiel, 2000):

$$t_n = \frac{V_p}{Q} = \frac{V \cdot \Phi}{Q} \quad (10)$$

Os quais: V é o volume entre a rosca e o barril (ou volume livre), Φ é o fator de enchimento, $V_p=V.\Phi$ é o volume preenchido entre a rosca e o barril e Q é a taxa de fluxo (ou vazão mássica) no elemento (Danckwerts, 1953).

A variância (σ^2) ou quadrado do desvio padrão, que representa o espalhamento da distribuição em torno de um valor médio, pode ser expressa por (Levenspiel, 2000):

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t - t_n)^2 E(t).dt \quad (11)$$

A magnitude da variância σ^2 representa o quadrado do espalhamento da distribuição à medida que esta passa através da extrusora e é utilizada para fazer coincidir as curvas experimentais com uma das famílias de curvas teóricas. A variância é uma medida da “amplitude” da distribuição (a Figura 19 representa duas distribuições com o mesmo valor médio e diferente variância). Ou seja, quanto maior o valor desta variância, maior será o espalhamento da distribuição (Canedo, 2010).

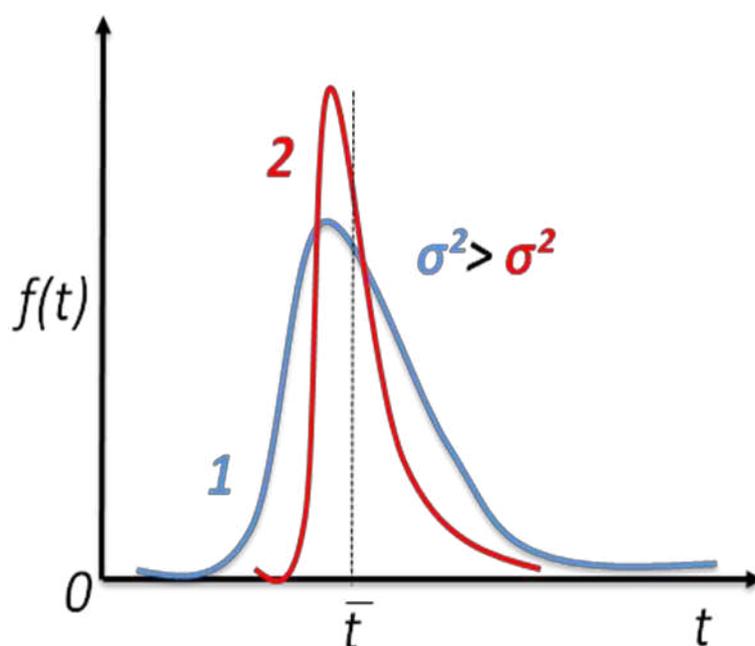


Figura 19 – Diferença entre a variância das curvas DTR.

Na forma adimensional a variância pode ser obtida por (Levenspiel, 2000):

$$\sigma_{\theta}^2 = \frac{\sigma^2}{t_n^2} \quad (12)$$

Sendo: $0 \leq \sigma_{\theta}^2 \leq 1$

$\sigma_{\theta}^2=0$, quando não ocorre mistura, fluxo do tipo “plug”.

$\sigma_{\theta}^2=1$, quando ocorre mistura completa.

Uma maneira conveniente de reduzir o número de variáveis é trabalhar com o tempo de forma normalizado. Definindo-o como a razão entre o tempo em relação ao tempo médio de residência na forma adimensional:

$$\theta = \frac{t}{t_n} \quad (13)$$

Da mesma forma, a função de distribuição do tempo de residência ($E(t)$) e a função acumulativa ($F(t)$) podem ser representadas por funções normalizadas (Danckwerts, 1953):

$$E(\theta) = t_n \cdot E(t) \quad (14)$$

$$F(\theta) = F(t) \quad (15)$$

O propósito de estabelecer estas funções normalizadas é que o comportamento do fluxo dentro dos sistemas de tamanhos diferentes pode ser comparado diretamente.

Para a engenharia é preferível analisar a DTR através de poucos parâmetros, facilitando a análise e comparação entre processos diferentes. Os parâmetros relacionados à variável tempo na DTR, os chamados parâmetros temporais mais utilizados são o tempo inicial (t_i) e o tempo de residência médio (t_n). Os parâmetros

relacionados às características da dispersão dos dados ou da geometria da curva, os mais utilizados são a variância (σ^2) e a área sob a curva.

2.3.2 - DTR no Processo de Extrusão

A utilização do conceito de distribuição de tempos de residência (DTR) já vem sendo amplamente empregado no campo da engenharia química desde a década de 50 (Danckwerts, 1953), para caracterizar padrões de fluxo, condições de mistura e tempos de retenção de fluidos; tanto em operações unitárias quanto em reatores químicos que apresentavam fluxos complexos. Porém, a aplicação deste conceito para a extrusão de polímeros só começou a ser explorado primeiramente no trabalho de Pinto e Tadmor, no início da década de 70 (Pinto e Tadmor, 1970).

O conhecimento do tempo que o material polimérico permanece dentro do equipamento durante o seu processamento é de fundamental importância, principalmente quando se considera a forma como estes materiais são afetados por uma série de fatores, tais como: degradação termo-mecânica, reatividade e mistura. O tempo de residência acaba se tornando um fator determinante na avaliação do grau de mistura, da eficiência das reações químicas (extrusão reativa) e do nível de degradação do polímero (Oberlehner et al, 1994). Portanto, o tempo que o material permanece na extrusora é determinado pelo compromisso de ser suficientemente longo para que todas as reações esperadas ocorram, bem como, mais curto possível para se evitar degradação do polímero. Estes fatores determinam, de maneira geral, que o levantamento da distribuição do tempo de residência em uma extrusora promove informações importantes sobre o processo de transporte e misturas dos polímeros, que conseqüentemente reflete nas propriedades finais do material. A determinação da DTR também pode ser utilizada como critério para determinar a configuração do melhor perfil de rosca para uma determinada condição e para um objetivo prévio, como por exemplo, quando se deseja DTR estreitas e tempos de residência curtos, etc (Coaquira, 2004).

A partir do início dos anos 70 vários estudos foram realizados com o objetivo de determinar a DTR de polímeros em extrusoras de forma teórica e experimental. Um dos primeiros trabalhos experimentais com esta finalidade foi realizado por Todd e Irving em 1970. Eles fizeram uso de uma extrusora de dupla rosca corrotativa para processar uma solução de glicose com 85% de sólidos. A DTR foi obtida com

traçadores de nitrato de sódio e potássio, através da técnica “off-line” medindo a condutividade do fluido.

No decorrer da década de 70, Todd (1975) fez uso de um traçador insolúvel (corante azul de metileno) para determinar as curvas de DTR e acumulativas de uma extrusora de dupla rosca corrotativa, à concentração dos traçadores foi medida através de técnica de colorimétricas (“off-line”). Já em 1976, Wolf e White, através de técnicas de visualização de fluxo em uma extrusora dupla rosca corrotativa W&P ZSK 30, adaptada com janelas de vidro pyrex, e uso de traçadores com características radioativas procuraram compreender melhores o processo físico da dispersão (DTR) do traçador no equipamento, por meio de técnicas (in-line e off-line). Observaram que os dados obtidos das duas formas mostraram-se aproximados. Em 1979, Janssen e colaboradores também fizeram uso de traçadores com características radioativas (MnO_2 ativado) para medir a DTR (off-line) em uma extrusora dupla rosca contra-rotacional, foi observado pequena variação entre a DTR e o tempo de residência com relação aos parâmetros operacionais.

Nos anos 80, Wolf e colaboradores (1986) determinaram através de técnicas “in-line” a DTR em uma extrusora dupla rosca contra-rotacional de uma planta industrial, onde o traçador irradiado (MnO_2) foi inserido em um fluxo de composto de PVC. A DTR foi medida em vários pontos ao longo da distância axial da extrusora, os resultados mostraram que a função $F(\theta)$ ao longo da extrusora se aproximou do fluxo tipo “plug”. Neste mesmo ano Potente e Lappe (1986) compararam a influencia de tipos diferentes de traçadores (pigmentos, solúvel e microesferas de vidro) sobre a DTR medida em tempo real numa extrusora monorosca. Foi concluído que o comportamento da DTR varia para cada tipo diferente de traçador. Neste mesmo trabalho os autores ainda apresentaram uma proposta de modelo matemático para predição da DTR em extrusoras monoroscas. Em 1988, Schule e colaboradores utilizaram partículas de ferro em pó como traçador e através de um método de medidas indutivas (alterações na resistência elétrica do detector) realizaram o levantamento das curvas de DTR em tempo real (in-line) tanto para uma extrusora monorosca quanto em uma dupla rosca e os resultados foram comparados com medidas de DTR através de métodos off-line. Os mesmos mostraram-se diferentes para as duas técnicas. Outros trabalhos utilizaram esta mesma técnica (Puaux et al, 2000). No ano seguinte, Weiss e Stamato (1989) utilizaram um traçador especial (ionômero solúvel) e traçadores solúveis (microesferas de vidro e negro de fumo)

para determinar a DTR em uma extrusora monorosca. Fizeram o uso de métodos off-line (absorção de U.V. e termogravimetria) para determinar as curvas de DTR. Foi observado que o comportamento da DTR fica aproximado para maiores velocidade de rosca, segundo os autores isto se deve a aspectos da relação de viscosidade entre o traçador e o polímero de fluxo. Também em 1989, Tzoganakis e colaboradores realizaram estudos de degradação do PP em uma extrusora monorosca a partir das curvas de DTR medidas na saída da extrusora (off-line), utilizaram traçadores ativados de MnO_2 . Modelos matemáticos já estabelecidos foram utilizados para comparar os resultados experimentais, onde se observou grande dispersão sendo justificada pela não consideração dos efeitos da viscosidade nos modelos matemáticos.

Liqin e Zaoqi (1990) realizaram o levantamento de curvas de DTR (off-line) em extrusoras monorosca e dupla rosca. Utilizaram corantes como traçador e o método de detecção a espectroscopia de absorção de U.V. Fizeram uso de um método matemático probabilístico para prever as curvas de DTR. A comparação entre os resultados experimentais e matemáticos foram considerados satisfatórios.

Potente e Ansahl (1990) apresentaram um modelo matemático baseado na função de Weibull para modelar as curvas de DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional como foi proposto anteriormente para uma extrusora monorosca (Potente, 1986). O traçador utilizado foi um corante dissolvido, o desvio entre os valores experimentais e dos modelos foram considerados pequenos.

Em 1991, Bur e Gallant desenvolveram um método de medida em tempo real da DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional, através de técnicas de fluorescência. O traçador foi do tipo coumarina 30 e material de fluxo polibutadieno com 70% em peso de carbonato de cálcio. Os dados obtidos relação direta com as alterações nas condições de processamento.

Cassagnau et al (1991) mediram a DTR em tempo real em uma extrusora dupla rosca da Leistritz através de um método convencional de espectroscopia de absorção de U.V; o traçador utilizado foi a base de antraceno e fenil e foram utilizados de forma enxertado e livre no material de fluxo. Foi observado pequenas diferenças entre o resultado da DTR para os traçadores utilizados livre e enxertados.

Em 1993, Chen et al (1993 (a)) utilizaram a técnica de absorção de U.V. para determinara a DTR (off-line) em uma extrusora monorosca e uma dupla rosca contrarrotacional. Foi utilizado 1amino-antraquinona e fluxo de PS como traçador.

Os dados obtidos foram ajustados e mostraram-se correlacionados com dados estimados por um modelo proposto por (Chen et al (b), 1993).

Em 1994, Oberlehner et al fizeram uso da mesma técnica para determinar a DTR local (off-line) em uma extrusora dupla rosca corrotacional, porém utilizou como traçador o antraceno-metanol em fluxo de EVA . Os dados experimentais foram confrontados com os modelos de tanque em série e dispersão axial, apresentando ajustes razoáveis. Também em 1994, Kim e White, através da técnica de visualização de fluxo em uma Extrusora dupla-rosca corrotativa W&P ZSK 30, adaptada com janelas de vidro pyrex, descreveram o fluxo em elementos de rosca individualmente e em conjunto com outros elementos. A DTR foi obtida com traçador de flocos de alumínio e as medidas de concentração das funções coletadas em cada tempo forma feitas através de extração da matriz de EVA (material de fluxo) com clorofórmio.

Em 1995, Chen et al (1995 (a)) mediram a DTR (off-line) em uma extrusora dupla rosca contra-rotacional através de técnica de espectroscopia U.V e traçador de 1-amino-antraquinona; o material de fluxo foi uma solução de 30% de PS em etilbenzeno. Os resultados foram ajustados com modelos estatísticos descritos no trabalho de Liqin e Zaoqi (1990). Estes ajustes mostraram-se mais aproximados com este modelo do que os comparados aos modelos de tanque em série e modelo para monorosca.

Thompson et al. (1995), determinaram em tempo real a DTR em uma extrusora contra-rotacional usando TiO_2 irradiado como traçador em fluxo de PEAD. Os modelos de dispersão, tanque em série e modelo de Wolf e Resnik foram utilizados pra ajustar os resultados obtidos, sendo por fim considerados razoáveis, uma vez que estes modelos não consideram os efeitos da viscosidade dos materiais envolvidos, o que tornou difícil o ajuste das curvas de DTR.

Chen et al (1995(b)), desenvolveram uma técnica em tempo real baseada em medidas de propriedades ópticas para determinar a DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional W&P ZSK30. O traçador utilizado foi o negro de fumo em fluxo de PP. Os resultados mostraram-se sensíveis às alterações nos parâmetros operacionais.

Polance et al (1995) mediram a DTR (off-line) em uma extrusora dupla rosca corrotacional através de técnica de colorimetria, foi utilizado um corante vermelho como traçador e dois tipos de polietileno (linear e baixa densidade) como material de

fluxo. Observou-se diferenças nas curvas de DTR para os dois tipos de materiais de fluxo, isto foi creditado aos efeitos da viscosidade cisalhante.

Scherbakoff e colaboradores (1995) determinaram a DTR em uma extrusora dupla rosca W&P ZSK-30 com fluxo de nylon 6.6. Como traçadores foram escolhidos um sal de cobre, um sal de potássio e o dióxido de titânio, preparados como másteres, devido a serem usualmente encontrados nas formulações do polímero.

Vainio et al (1995) levantaram a DTR de blendas poliméricas de PP com nylon6 em uma extrusora dupla rosca corrotacional, utilizaram a técnica de FTIR em amostras coletadas na saída do equipamento para determinar a concentração do traçador. Observou-se que o aumento de elementos de mistura no perfil de rosca desloca o tempo médio de residência para valores maiores.

Em 1996, Ward et al determinaram a DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional utilizando a espectroscopia Ramam e traçador de TiO_2 em fluxo de PEAD. Foi calculada a concentração em intervalos de tempo preestabelecidos e construídas as curvas acumulativas para cada condição. As curvas apresentaram comportamento similar.

Gendron e colaboradores (1996) propuseram uma técnica para monitorar em linha a DTR por ultra-som em tempo real. Foi utilizado como traçador “grades” de carbonato de cálcio ($CaCO_3$) e como polímero de fluxo o PP numa extrusora dupla rosca corrotativa W&P ZSK-30. A técnica mostrou que as propriedades do ultra-som apresentaram boa sensibilidade aos parâmetros de operação de processo (velocidade de rosca, taxa de alimentação). Esta mesma técnica foi utilizada por Sun e Jen (2001) com uma instrumentação modificada.

Outras técnicas de medidas da distribuição de tempos de residência em tempo real (in-line) foram desenvolvidas nos anos seguintes. No ano de 1997, Hu e Kadri desenvolveram um método de determinar a DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional W&P ZSK 30, através de uma técnica de monitoramento contínuo da concentração do traçador antraceno enxertado na cadeia do material de fluxo (PS), onde foi medida a emissão de fluorescência na saída da extrusora. No mesmo ano, Nietsch et al (a) determinaram a DTR em tempo real em uma extrusora fazendo uso da mesma técnica do trabalho de Hu e Kadri, estes resultados foram comparados com uma técnica de leitura térmica (infravermelho) para medir diferenças de energia de emissividade do traçador neste caso foi utilizado o negro de fumo como traçador. A comparação entre os resultados mostraram semelhança,

porém com limitações na temperatura de trabalho do equipamento. Poulesque et al (2001) fizeram uso da técnica de U.V em uma extrusora dupla rosca corrotacional com traçador de antraceno-metanol em fluxo de PP.

Huneaut (1997) determinou a DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional através de método em tempo real de medidas com ultra-som, foi utilizado como traçador carbonato de cálcio em fluxo de PP. Foi medido a DTR em pontos diferentes ao longo do comprimento da extrusora. Estes resultados foram comparados com os dados calculados com base na geometria do perfil de rosca e nas condições de operação, sendo considerados satisfatórios apesar da dispersão dos resultados.

Pallas et al (1997) utilizaram de uma técnica de traçador radioativo para medir em tempo real a DTR dos componente individuais de blendas poliméricas não reativas e reativas em uma extrusora dupla rosca corrotativa W&P ZSK - 40. Os resultados mostraram diferenças entre os componentes das blendas reativas e não-reativas, provavelmente devido às características reológicas de cada material.

Nietsch e colaboradores (1997(b)) fizeram uso de técnicas de medição térmicas (radiação de infravermelho) para realizar o levantamento em tempo real das curvas de DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional Leistritz LSM 30-34. Como traçador foi utilizado negro de fumo em fluxo de PE. Este método apresentou-se apropriado para determinar a DTR em pontos específicos da extrusora, devido à sensibilidade as mudanças na emissividade.

Em 1997, Wetzel et al. apresentaram um método de detecção ótico para determinar as curvas de DTR em tempo real, em uma extrusora dupla rosca corrotacional W&P ZSK-53. Utilizou como traçador TiO_2 em fluxo de polibuteno. A técnica consistiu em medir a intensidade do sinal refletido nas partículas do traçador emitido por uma fonte de luz. Os resultados mostraram sensibilidade às mudanças das variáveis operacionais. Um método similar também foi utilizado, no mesmo ano, nos trabalhos de Anderlik et al (1997) e de Potente et al (2001).

Gao et al (1999 e 2000) utilizaram o mesmo método ótico do trabalho de Wetzel para determinar a DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional W&P ZSK-30. O traçador utilizado foi o TiO_2 e dois tipos de PEAD (com índices de fluidez diferentes) como material de fluxo. Segundo os autores, não se obteve resultados significativamente diferentes para ambos os materiais de fluxo.

Shon et al (1999), através de técnicas off-line compararam a DTR entre duas diferentes extrusoras (corrotacional e contra-rotacional) e dois misturadores utilizando como traçador alumínio em flocos e PP como polímero de fluxo. Os resultados mostraram que a extrusora dupla rosca contra-rotacional apresentou os menores tempos de residência e a DTR mais estreita.

Dennis et al (2001) utilizaram a mesma técnica de Shon et al (1999) para avaliar a dispersão de uma argila (montmorilonita) em fluxo de poliamida-6 em uma extrusora monorosca e duas extrusoras dupla rosca (corrotativa e contrarrotativa). Foi observado que o aumento do tempo de residência médio melhora a delaminação e a dispersão das partículas para as extrusoras dupla rosca, não mostrando o mesmo efeito para a extrusora monorosca.

Carneiro et al (1999), utilizaram um dispositivo mecânico para coletar amostras ao longo do perfil de rosca de uma extrusora dupla rosca corrotacional Leistritz LSM 30-34, e através de técnicas off-line mediram a concentração do traçador (sílica) em fluxo de PP. Com os resultados puderam avaliar as curvas de DTR parciais em pontos diferentes e as características locais de mistura no perfil de rosca. O mesmo dispositivo foi utilizado em outro trabalho (Carneiro, 2000) para determinar o tempo de residência médio e comparar com valores calculados através de um software comercial (Ludovic[®]), os resultados mostraram-se satisfatórios (boa aproximação entre experimental e simulado).

Hu e Kadri (1999) desenvolveram um método de monitoramento em tempo real (on-line e in-line) da DTR em uma extrusora dupla rosca corrotacional W&P ZSK-30, através da detecção da emissão de fluorescência do traçador (antraceno) que é excitado por uma luz monocromática de radiação U.V. O traçador foi enxertado na molécula de polistireno (PS) e PMMA. Os resultados apresentaram boa reprodutibilidade e sensibilidade às mudanças nas variáveis operacionais.

Poulesquen e Vergnes (2003 (a) e (b)) primeiramente desenvolveram um modelo matemático para determinação das curvas de DTR; este modelo foi baseado na junção entre a teoria da mecânica dos fluidos com aproximações provenientes dos estudos de reatores da engenharia química. Posteriormente apresentaram um estudo experimental baseado em dois tipos de extrusoras dupla rosca co-rotacionais (Leistritz 30-34 e Clextral BC45), diferentes perfis de rosca estudados através de técnicas de medição off-line (técnicas de calcinação) e in-line (fluorescência de UV). Foram obtidas as curvas de DTR global, parcial e local dos perfis de rosca

estabelecidos; todas de maneira experimental e por meio de técnicas de deconvolução. Foi observada uma boa aproximação entre os resultados medidos e os estimados teoricamente.

Sun et al (2003) apresentaram um sistema de monitoramento da DTR in-line, em uma extrusora dupla-rosca co-rotacional, através de medições com ultra-som ao longo do comprimento da rosca (zonas funcionais). Como material de fluxo utilizado foi o PEBD e como traçador uma mistura de PEBD com 20% de CaCO_3 em peso. Os dados medidos por ultra-som em cada uma das zonas funcionais foram apresentados e comparados com resultados de um método de medição ótico da DTR que foi usado simultaneamente com o de ultra-som. A comparação dos resultados dos dois métodos mostrou que a técnica de medidas por ultra-sons pode ajudar a complementar a técnica de medição óptica no tocante a informações e compreensão do comportamento da DTR durante os processos de extrusão de polímeros.

Covas et al (2004) apresentaram um sistema on-line de medidas reológicas e de DTR. O sistema foi testado em uma extrusora monorosca da Periplast, o material de fluxo foi o poliestireno e como traçador foi utilizado um concentrado de 0,1g do mesmo material de fluxo e sílica como traçador. Os resultados da DTR são aproximados quando comparado com o esperado teoricamente.

Pinheiros et al (2004) estudaram o grau de degradação termo-mecânica do PEAD sob diversas condições de processamento a partir da avaliação das curvas de DTR. As curvas de DTR foram medidas de forma in-line através de um dispositivo óptico em uma extrusora dupla rosca corrotacional W&P ZSK-30; como traçador utilizaram 0,1 g de PS. A comparação das curvas de DTR e outros métodos experimentais ajudaram a estimar o grau de degradação sofrida pelas cadeias do PEAD.

Carneiro et al (2004) apresentaram um estudo de medição on-line da DTR em blocos de mistura do perfil de rosca de uma extrusora dupla rosca co-rotacional. O sistema de medição utilizada foi um detector óptico a base de fibra óptica para realizar a emissão e a captação simultânea do sinal. O sistema foi montado ao longo de três estágios, em uma extrusora co-rotacional Leistritz LSM 30-34. O material de fluxo foi o PS e um traçador fluorescente (Perilene). Os resultados obtidos on-line foram confrontados com medições off-line e os resultados apresentaram boa concordância.

Bravo et al (2004) realizaram um estudo de modelagem da DTR em tipos diferentes de blocos de malaxagem do perfil de rosca de uma extrusora dupla rosca co-rotacional. Modelos tri-dimensionais de elementos finitos foram implementados na resolução das equações conservação de massa e força para a geometria dos blocos de malaxagem. A técnica de rastreamento de partículas foi utilizada para obter a DTR e analisar mistura distributiva para as diferentes relações de comprimento e diâmetro (L/D) dos discos. Foram obtidos resultados satisfatórios e dentro do esperado teoricamente.

Cassagnau et al (2005) investigaram experimentalmente a mistura entre duas fases com diferentes viscosidades (líquidos de baixa viscosidade e polímero fundido). Primeiramente entre duas fases miscíveis (EVA/DOP) e depois com duas fases imiscíveis (EVA/EG). A DTR foi medida para diferentes perfis de rosca e diferentes condições de operações, para cada uma das fases dos sistemas propostos. O método utilizado para medição em tempo real da DTR foi o de fluorescência de UV, como traçador foi utilizado hidroximetil de antraceno. Os resultados possibilitaram o melhor entendimento da interação entre as fases e os aspectos individuais de mistura.

Lee et al (2005) apresentaram um dispositivo de medição em tempo real da DTR por meio da atenuação de ultra-som. O sistema foi acoplado na saída de uma extrusora dupla rosca co-rotacional interpenetrante da SM Platek modelo TEK-25. O material de fluxo utilizado foi o PEBD e como traçador usou-se o CaCO_3 . O sistema mostrou-se eficiente no levantamento das curvas de DTR bem como os efeitos dos parâmetros de processamento (velocidade da rosca, taxa de alimentação) sobre as mesmas.

Kumar et al (2006) utilizaram uma técnica de processamento de imagens digitais para realizar a medição da DTR em uma extrusora laboratorial (Brabender modelo CSTE-V dupla rosca co-rotacional). Como material de fluxo foi utilizado misturas a base de amido e melogel e o traçador foi preparado por mistura de 0,05 g de eritrosina (vermelho) de tinta com 5 g de amido. Os parâmetros de DTR mostraram-se semelhantes para o experimental e o teórico. Os efeitos da mudança de velocidade da rosca e da temperatura do barril da extrusora determinados pelo método de processamento das imagens digitais correlacionaram bem com os resultados previamente obtidos. Os aumentos na velocidade da rosca e temperatura

resultaram em diminuição no tempo médio de residência e aumentos no grau de mistura.

Zhang et al (2006) apresentaram um sistema de medição in-line da DTR em uma extrusora de dupla rosca co-rotacional; este sistema utiliza a detecção de luz fluorescência para realizar as medidas. Este sistema utilizou duas sondas distribuídas ao longo do comprimento do barril da extrusora, o que possibilita calcular a DTR local por meio de técnicas de deconvolução. Como material de fluxo foi utilizado o Poliestileno (PS) e antraceno como traçador. Os efeitos dos vários parâmetros do processo tais como: taxa de alimentação e velocidade da rosca sobre as DTR's foram investigados. Onde foi dado destaque no efeito do ângulo dos discos de mistura, tanto no local dos discos como em zonas jusantes. Os resultados mostraram que alterações nas variáveis de processo alteram as curvas de DTR bem como os discos de misturas com maior ângulo (90°) apresentam melhor desempenho na mistura.

Xu et al (2006) apresentaram um sistema termo-mecânico de medida em tempo real da DTR em uma extrusora dupla rosca co-rotacional, por meio da detecção de fluorescência de UV. A fibra óptica para detecção da DTR foi posicionada em quatro pontos distintos do perfil de rosca da extrusora para avaliação da DTR dos blocos de mistura do perfil. As curvas de DTR foram investigadas para várias condições de operações e obtidas com ajuda de métodos de deconvolução. Os resultados mostraram que a reprodutibilidade pode ser afetada pelo método de detecção e que os resultados obtidos por deconvolução estão de acordo com o esperado teoricamente.

Zhuang et al (2008) correlacionaram a degradação de fibras longas utilizadas como reforço de termoplásticos com os dados de DTR medida em tempo real. Usaram esferas de PET como o traçador e uma extrusora monorosca SJ-45B da Beijing Plastics Machinery Institute. Os efeitos da velocidade da rosca, parâmetros de mistura e características dos modelos de DTR, bem como os seus efeitos sobre a degradação das fibras foram investigados. O que possibilitou estimar a melhor relação entre as variáveis de processo e o comprimento e dispersão da fibra.

Pinheiros et al (2008) realizaram estudos sobre a morfologia de blendas imiscíveis (PP/PA6) durante o processo de extrusão, para tal, fez-se uso do levantamento da DTR (em tempo real). Através de um dispositivo ótico mediram a concentração das partículas dispersas de óxido de alumínio (Al_2O_3) e óxido de titânio

(TiO₂) junto as blendas. Este sistema foi instalado em uma extrusora dupla rosca co-rotacional Werner e Pfleiderer ZSK-30. Os resultados obtidos da DTR foram bem correlacionados com os dados obtidos da morfologia por técnicas de microscopia.

Zhang et al (2008) estudaram a relação entre a distribuição de tempo de residência (DTR) , a distribuição de volume de residência(DVR) e a distribuição de rotação de residência (DRR) total, parcial e local no perfil de rosca de uma extrusora dupla rosca corrotacional. A ênfase deste estudo foi colocada sobre o tipo e a geometria dos elementos de mistura. A DTR total foi medida em tempo real (in-line) a parcial e local foram calculadas utilizando técnicas de convolução e deconvolução. O sistema utilizado foi idêntico ao utilizado por Zhang et al. em 2006. A DTR local permitia comparar o desempenho de mistura dos elementos de mistura envolvidos. Também foi confirmado experimentalmente e, teoricamente, que o rendimento específico, definido como a razão entre taxa de alimentação (Q) sobre a velocidade de rosca (N), controla todos os três tipos de distribuições de residência, seja ele local, parcial ou total. Também foi confirmado que a DRR e a DRV não fornecem informações adicionais sobre um processo de extrusão do que o correspondente a DTR.

Canevarolo et al (2009) realizaram um estudo de monitoramento in-line da morfologia da mistura de polímero (PP/PA6-blenda e PP/MMT-nanocompósito), para isto utilizou um dispositivo óptico de medição de DTR (Mélo, 2002; Pinheiros, 2006), medidas da temperatura de fusão do aquecimento viscoso e dados de microscopia. As medições foram realizadas em uma extrusora dupla rosca co-rotacional da Werner e Pfleiderer ZSK-30. Os resultados apresentados possibilitaram a análise da morfologia das fases presentes em tempo real.

Zhang et al (2009) desenvolveram um trabalho de simulação por rastreamento de partícula da DTR local em uma extrusora dupla rosca co-rotacional usando dinâmica de fluido computacional (CFD). Os resultados simulados seguem razoavelmente a tendência dos resultados experimentais obtidos por medição in-line para diferentes configurações de rosca e taxas de alimentação (Zhang et al, 2006). Para analisar o desempenho da mistura distributiva e eficiência global dos diferentes discos de mistura (45°, 60° e 90°), os parâmetros de mistura foram avaliados. No geral o trabalho possibilitou averiguar experimentalmente os dados simulados e avaliar ponto a ponto as informações de DTR local, fluxo e mistura.

Baron et al (2010) estudaram extrusão reativa a partir de um modelo proposto para determina a DTR em uma extrusora dupla rosca co-rotacional interpenetrante baseado na extração de alginato. Para validar o modelo foram utilizados os dados experimentais disponíveis no trabalho de Puaux et al (2000) e todas as informações necessárias tais como, perfil de rosca, material de fluxo, etc. A validação do modelo foi considerada satisfatória quando comparado com os dados a literatura.

Villmow et al (2010) estudaram a influencia da configuração da rosca, do tempo de residência e da energia específica na extrusão de compósitos poliméricos (PCL) reforçados com nano-tubos de carbono (NTC). Utilizaram uma extrusora dupla rosca co-rotacional interpenetrante da Berstorff modelo ZE-25; como traçadores utilizaram um concentrado de PCL com 7,5% de NTC e corante. As curvas de DTR foram medidas in-line através de um dispositivo ótico. Os resultados de DTR junto com os obtidos nos cálculos de energia específica permitiram compreender melhor a relação entre as condições de operação e a morfologia de compósitos reforçados com nano-tubos de carbono.

Mélo et al (2010) estudaram o grau de influencia dos parâmetros de operação e do número de elementos de mistura no perfil de rosca sobre o tempo médio de residência. As medidas foram realizadas em uma extrusora dupla rosca co-rotacional da Werner e Pfleiderer ZSK-30, o material de fluxo foi o PP como traçador foi utilizado uma mistura de pigmento orgânico com PP. Os resultados mostraram que a taxa de alimentação é o parâmetro que tem maior influencia sobre o tempo médio de residência.

Sobhani et al (2011) utilizaram a combinação entre métodos de elementos finitos e domínio fictício para simular o perfil de pressão e a DTR, como critério de dispersão, na seção transversal de uma extrusora dupla rosca co-rotacional. Tomaram como base uma extrusora dupla rosca co-rotacional da Brabender modelo de laboratório. O material de fluxo utilizado foi o PEAD. A comparação entre os resultados experimentais e previstos pelo modelo apresentaram resultado aproximado.

Gao et al (2012) realizaram um apanhado da literatura sobre as aplicações da teoria de tempo de residência sobre os vários tipos de operações unitárias (processamento de materiais sólidos) incluindo a extrusão. Além da revisão dos recentes estudos experimentais e simulação na literatura, alguns trabalhos com modelos e traçadores com técnicas de detecção comuns aplicados em sistemas de

fluxo contínuo, também foram considerados. Foi possível esclarecer e enfatizar a influência do perfil do tempo de permanência sobre o desempenho dos processos, que é a teoria envolvida em tempo de residência é a chave no projeto e operação dos sistemas bem como a melhoria do seu desempenho. Também foi enfatizada a importância do desenvolvimento de modelos de previsão nos estudos da teoria do tempo de residência. Por fim, foi mostrado que os métodos de detecção in-line com uso de traçadores, especialmente para os sistemas sólidos, é a maneira mais promissora neste fim.

Laske et al (2013) apresentaram um método de medição in-line da DTR em uma extrusora de dupla rosca co-rotacional por meio da espectroscopia de infravermelho. A extrusora utilizada no estudo foi uma Theysohn TSK30/40D. Como material de fluxo foi usado o PP e o traçador um absorvedor de UV comercial Tinuvin 791 da BASF – AG. Os resultados apresentaram como potencial da técnica a não exigência de nenhum procedimento de calibração.

Becquart et al (2014) fizeram uso do estudo de tempo de residência para investigar o desenvolvimento de copolímeros a base de PLA e PHB enxertados em PMMA através de extrusão reativa. Neste processo foi utilizada uma extrusora dupla rosca co-rotacional da Clextral modelo BC-21 de 21 mm de diâmetro. A DTR foi medida de maneira off-line sendo retiradas amostras em intervalos constante e posteriormente analisadas por meio de processamento de imagem. O traçador utilizado foi o negro de fumo. Os resultados mostraram a importância da DTR no estudo de extrusão reativa de polímeros.

Yang et al (2014) realizaram a simulação do perfil de pressão e da DTR, através de métodos numéricos, ao longo de uma extrusora de tripla rosca de arranjo triangular. Para isto utilizaram como ferramenta de simulação o software POLYFLOW. Os dados experimentais da DTR foram obtido de maneira off-line, como material de fluxo utilizou-se o PP e como traçador o CaCO_3 . A comparação dos resultados experimentais com os medidos apresentou boa concordância entre os valores.

Zhang e colaboradores (2014) estudaram as características de mistura de diferentes traçadores na extrusão de poliestireno (PS) e polipropileno (PP). Os traçadores consistem em macromoléculas sintetizadas por rotas diferentes de copolimerização e enxerto. Os marcadores foram utilizados para obter a DTR em função do PS e do PP em uma extrusora dupla rosca co-rotacional. Os efeitos da

temperatura sobre a DTR dos diferentes marcadores também foi investigada. Foi verificado que as funções globais de DTR são independentes do tipo de traçador; já as funções parciais de DTR são dependentes dos tipos de traçadores, principalmente devido à imiscibilidade entre o PP e o PS, bem como os diferentes mecanismos de fusão. A influência da temperatura sobre a DTR não é significativa devido às forças viscosas dominantes. Por fim, a forma das curvas de DTR foi mais afetada pelos mecanismos de fusão do que pela miscibilidade dos materiais envolvidos.

No Brasil em 1999, Santos e Canevarolo realizaram medições in-line das curvas de distribuição de tempo de residência através de um dispositivo de detecção óptica simples. Este mesmo dispositivo óptico foi depois aperfeiçoado por Mélo (2002(a)) que obteve boa reprodutibilidade das curvas de DTR e resultados próximos aos obtidos com o método off-line, utilizando espectroscopia por infravermelho. Estes trabalhos deram início ao primeiro grupo de estudo de DTR em tempo real (in-line) no país realizados em extrusoras dupla rosca corrotacional.

Damiani (2005) desenvolveu um detector de espalhamento de luz laser de baixo-ângulo para utilização em tempo real na extrusora para estudo de segunda fase em blendas com ajuda das curvas de DTR. Pinheiro (2006) utilizou a DTR para estudar o monitoramento em tempo real da morfologia na extrusão de blendas poliméricas polipropileno e nylon6. Costa (2007) utilizou o mesmo detector de espalhamento de luz de baixo ângulo desenvolvido por Damiani para acompanhar a distribuição e dispersão de fases em blendas, utilizou como parâmetro os resultados de DTR para tal. Coaquira (2008) utilizou as curvas de DTR para quantificar o nível de degradação termomecânica em diversos polímeros. Bertolino (2008) utilizou os resultados de DTR para avaliar e acompanhar o comportamento da fase dispersa de nanocompósitos de PP/MMT via intercalação no estado fundido. Estes trabalhos foram à base das últimas publicações envolvendo o estudo de DTR no processo de extrusão no Brasil.

Em um contexto geral, ficou evidente a evolução do estudo da DTR no processo de extrusão de polímeros; os primeiros trabalhos (década de 70 e 80) ficavam restritos ao uso de modelos simples de extrusoras monoroscas passando a estudos avançados com uso de extrusora dupla rosca corrotacional. Também foi possível observar que os métodos de medição progrediram de técnicas simples off-line para técnicas in-line (em tempo real) cada vez mais sofisticadas e com uso de

recursos mais específicos na preparação de traçadores, bem como a busca e desenvolvimento dos melhores modelos matemáticos de predição da DTR. Apesar do vasto campo de conhecimento gerado ao longo de mais de quarenta anos de estudo, ainda é notável que a DTR no processo de extrusão de polímero apresenta uma série de pontos ainda pouco explorados, tais como: 1) O comportamento e o efeito da viscosidade do material sobre a DTR; 2) A ligação da eficiência energética do processo de extrusão sobre a DTR; 3) Uso e desenvolvimento de software para simulação da DTR no processo de extrusão, dentre outros. Neste trabalho estes pontos serão explorados de modo a melhorar e ampliar os conhecimentos que já existem na literatura e trazer um enfoque mais prático ao estudo da DTR.

2.4 - Traçadores

Um traçador pode ser definido como qualquer produto que, incorporado a uma substância, permite investigar o comportamento desta em um determinado processo físico ou químico. A principal função do traçador ao ser introduzido em um sistema é de seguir os mesmos caminhos do fluido e representar o seu comportamento quanto à dispersão axial em função do tempo. É claro que quanto mais semelhanças o traçador apresentar com o fluido, mais se aproxima do seu comportamento real em fluxo. Entretanto do ponto de vista experimental nem sempre é fácil conseguir tal aproximação. As principais características para a escolha do melhor tipo de traçador são apresentadas a seguir (Akemi, 2005):

- Comportamento fluidodinâmico idêntico ao do material que se pretende estudar;
- Possuir uma característica (propriedade) adicional que permite diferenciá-lo da substância que se pretende estudar;
- O método de detecção e de medição do traçador deve ser fácil, de alta eficiência e possível de ser realizado através de equipamento simples e de baixo custo;
- A composição química do traçador não pode ser tóxica e deve ser inerte quimicamente;
- O traçador deve estar disponível no mercado e ter baixo custo.

As medidas de DTR em tempo real estão diretamente relacionadas à escolha do tipo de traçador a ser utilizado e da técnica de medida para sua detecção. Assim o traçador deve possuir propriedades e características físicas e químicas diferentes do material de fluxo, tais como: Condutividade elétrica (Todd e Irving, 1969), radioatividade (Oberlehner et al, 1994; Tzoganakis et al, 1989; Thompson et al, 1995), fluorescência (Bur e Gallant, 1991; Hu e Kadri, 1999), absorção de UV (Chen et al, 1995 (b); Cassagnau et al, 1991; Poulesquen et al, 2001), interação magnética (Piaux et al, 2000), atenuação de ultra-som (Gendron et al, 1996; Huneault, 1997; Sun e Jen, 2001), absorção e refração da luz visível (Gao et al, 1999; Wetzel et al, 1997; Potente et al, 2001; Mélo e Canevarolo, 2002(c)), imagens digitais (Kumar, 2006), etc. Vários outros tipos de técnica de detecção podem ser desenvolvidas dependendo basicamente do tipo de traçadores (propriedade e característica) a ser utilizado.

2.5 - Modelos Matemáticos para Determinação das Curvas de DTR em Extrusora Dupla Rosca Corrotacionais

Em sistemas que não possuem fluxos complexos devido à geometria ser simples, a obtenção da DTR pode ser realizada através da derivação analítica. Por outro lado, em outros sistemas onde o campo de fluxo é bastante complexo, como é o caso das extrusoras com dupla rosca, onde se podem configurar perfis de rosca com diferentes elementos, a obtenção da DTR de maneira analítica torna-se muitas vezes impossível, necessitando principalmente de técnicas experimentais ou de métodos numéricos para a sua determinação (Chen et al, 1995 (a); Oberlehner et al, 1994). A obtenção da DTR através de técnicas experimentais necessita de um conjunto de ferramentas e aparatos que torna este método mais trabalhoso e de custo elevado. Por estes motivos, o desenvolvimento matemático de modelos para o estudo e levantamento das curvas de DTR em extrusoras dupla-rosca corrotacionais ganhou nos últimos anos um papel importante.

Os primeiros modelos matemáticos utilizados para tentar prever a DTR no processo de extrusão decorreram dos princípios analíticos e de simplificações do mecanismo do escoamento em extrusoras monoroscas. Pinto e Tadmor, (2000) derivaram a função DTR para um fluido Newtoniano em uma extrusora monorosca; que foi baseada na “placa paralela” e no fluxo fornecido por canais com curvaturas e

o tempo de residência mínimo foi encontrado para ser igual a três quartos do tempo de residência médio. E em seguida este modelo foi estendido por Bigg e Middleman (1974) para o caso dos fluidos não-Newtonianos. Posteriormente outros modelos tomaram como princípio a combinação e adaptação dos modelos já estudados pelos processos de engenharia química (Estudos de reatores), tais como: Modelo de Dispersão Axial, Modelo de tanque em série, Modelo de Wolf e Resnik, entre outros (Levenspiel, 2000). Em geral, todos estes modelos foram bem ajustados com dados experimentais obtidos e adaptados para as condições de processo em extrusoras monorosca (Chen et al, 1995(a); Tadmor e Gogos, 2006; Oberlehner et al, 1994; Bigg e Middleman, 1974).

As primeiras soluções propostas na literatura, para o caso das extrusoras de dupla rosca, partiram do trabalho de Janssen et al (1979), onde uma extrusora dupla rosca contrarotacional, totalmente interpenetrante com rosca de duplo-filete inicial foi modelada como uma série de misturadores ideais conectados em paralelo com quatro tipos de escoamento de fuga e uma série de equações diferenciais foram formuladas para as zonas totalmente preenchidas da extrusora. Só a partir da qual a distribuição de tempo de residência poder ser computada. Em 1995 Thompson et al testaram modelos empíricos de fluxo (plug-flow , distribuição axial e modelo de Wolf-resnick) com dados de resposta medidos com modelos de extrusoras dupla rosca não interpenetrante. O escoamento em plug-flow junto ao modelo de distribuição axial foram os que encontrados melhor aproximação para as medidas de distribuição.

Em 1993, Chen et al (b) , aproximaram as diferentes seções de rosca de uma extrusora dupla rosca contra-rotacionais, como sendo um conjunto em série de câmaras em forma de C, e através da função de DTR derivada dos modelo de Pinto e Tadmor. Baseado nesta teoria, Chen e colaboradores desenvolveram um modelo preditivo de DTR para uma extrusora dupla rosca contra-rotacional interpenetrante, que considera a rosca como sendo um conjunto de voltas individuais conectadas em série, com a DTR a partir de cada volta assumida para ser estatisticamente independente de cada outra. A função de DTR global pode ser expressa no domínio de Laplace como multiplicação das DTR's individuais. Esta teoria foi também usada por Chen et al (1995 (a)) no desenvolvimento de um modelo preditivo para uma extrusora dupla-rosca contra-rotacional não interpenetrante baseado em ambas na

análise de fluxo individual das zonas da rosca e do princípio da superposição estatística da DTR.

A seguir serão apresentados os principais modelos apresentados pela literatura para determinar as curvas de DTR em extrusoras dupla rosca corrotacionais.

2.5.1- Modelo de Potente

Potente e Ansahi em 1990 propuseram um modelo onde a função acumulativa da DTR para o processo de extrusão pode ser descrita através de uma distribuição dupla de Weibull:

$$F(\Theta) = \left\{ 1 - \exp \left[-c_1 \left(\frac{\Theta - \Theta_1}{1 - \Theta_1} \right)^{c_2} \right] \right\} \cdot \left\{ 1 - \exp \left[-c_3 \left(\frac{\Theta - \Theta_1}{1 - \Theta_1} \right)^{c_4} \right] \right\} \quad (16)$$

Esta função é dependente do tempo de residência mínimo adimensional ($\Theta_1 = t_0/\bar{t}$) e dos parâmetros empíricos: c_1 , c_2 , c_3 e c_4 ; onde o valor dos mesmos depende diretamente das condições de processamento estabelecidas. Na Figura 20 são mostradas as zonas de influência de cada um dos parâmetros sobre a curva de DTR, para um determinado valor de tempo de residência adimensional.

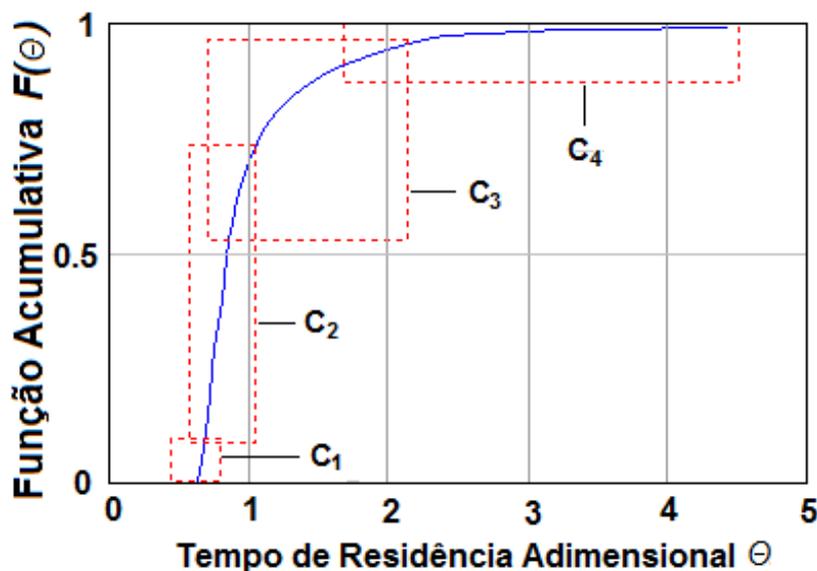


Figura 20 – Influência dos parâmetros na curva acumulativa [Canedo, 2015 (b) adaptado de Potente, 1990].

Conforme apresentados pelos autores, estes parâmetros são funções diretas do tempo de residência mínimo adimensional (Θ_1), conforme é apresentado nas seguintes expressões:

$$C_1 = -\ln\left[0.368(1 - \Theta_1)^{\frac{0.47}{e}}\right] \quad (17)$$

$$C_2 = (1 - \Theta_1)^{0.60} \quad (18)$$

$$C_3 = 3.33 + 1/\sin^{-0.90}(\Theta_1\pi) \quad (19)$$

$$C_4 = 1.65 \sin^{0.25}(\Theta_1\pi) \quad (20)$$

Somente para o intervalo de $0.1 < \Theta_1 < 0.9$, conforme a Figura 21:

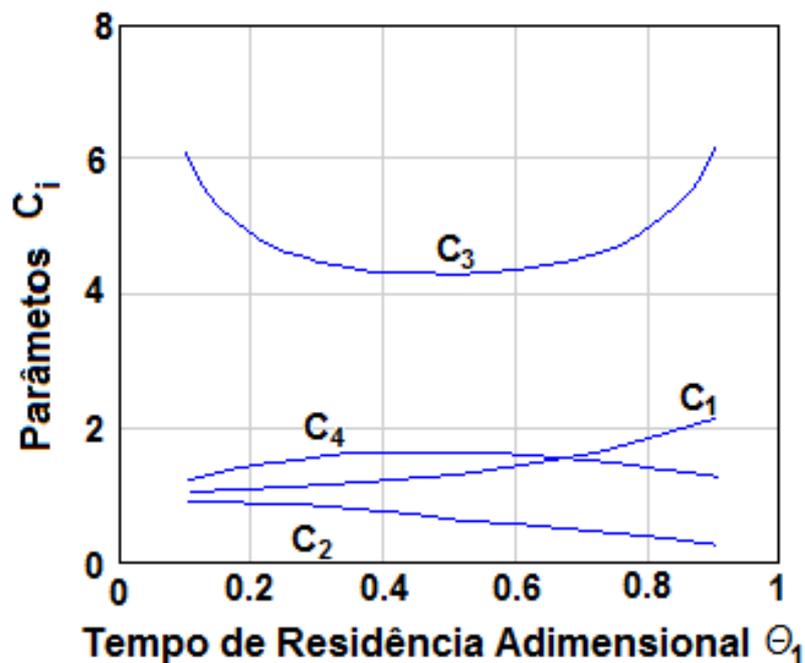


Figura 21 – Dependência dos parâmetros C_i da função de Weibull em relação ao tempo de residência mínimo adimensional. [Canedo, 2015 (b) adaptado de Potente, 1990].

A diferenciação da distribuição dupla de weibull $F(\Theta)$ dá a função densidade de probabilidade $f(\Theta)$. Da mesma maneira, a integração da função densidade de probabilidade nos limites de Θ_1 até Θ dá a distribuição dupla de weibull $F(\Theta)$:

$$F(\Theta) = \int_{\Theta_1}^{\Theta} f(\Theta) d\Theta \quad (21)$$

Onde a mesma determina a quantidade total de traçador saindo da extrusora em um momento específico. Conforme exigido pelas leis do cálculo de probabilidades, esta função é executada entre os valores de 0 e 1.

A variância da função densidade de probabilidade é dada por:

$$\sigma^2 = \int_{\Theta_1}^{\infty} (\Theta - 1)^2 f(\Theta) d\Theta \quad (22)$$

Estando como função do tempo de residência mínimo de residência adimensional Θ_1 , onde para as condições de operação estabelecidas $0,35 < \Theta_1 < 0,7$. Desta forma a variância pode ser aproximada para:

$$\sigma^2 \cong (0,8) \cdot \Theta_1 \quad (23)$$

Fica evidente a dependência do modelo de Potente a determinação prévia de um parâmetro empírico (Θ_1) que é determinado levando-se em consideração todas as condições de processamento utilizadas durante o processo de extrusão, tais como: configuração de rosca, tipo de material, perfil de temperatura, dentre outros. Além disto, também é necessário o conhecimento do tempo de residência (\hat{t}), o que torna ainda mais o modelo dependente de fatores experimentais.

2.5.2 - Modelo de Bigio

Em 1999, Gao e colaboradores apresentaram um modelo preditivo para a determinação da DTR em extrusora dupla rosca corrotacional que é descrito pela seguinte equação:

$$E(t) = \frac{a^3}{2} (t - t_d)^2 e^{(-a(t-t_d))} \quad (24)$$

Onde, t_d é o tempo de residência mínimo (tempo de retardo) que é relacionado com o tempo de residência médio (\bar{t}) por:

$$t_d = \bar{t} - \frac{3}{a} \quad (25)$$

Sendo a um fator de forma da curva de DTR que é obtido empiricamente, de acordo com o apresentado pelos autores o mesmo é diretamente proporcional à taxa de alimentação estabelecida e também dependente da configuração de rosca utilizada (Figura 22) (Elkouss e Bigio, 2006).

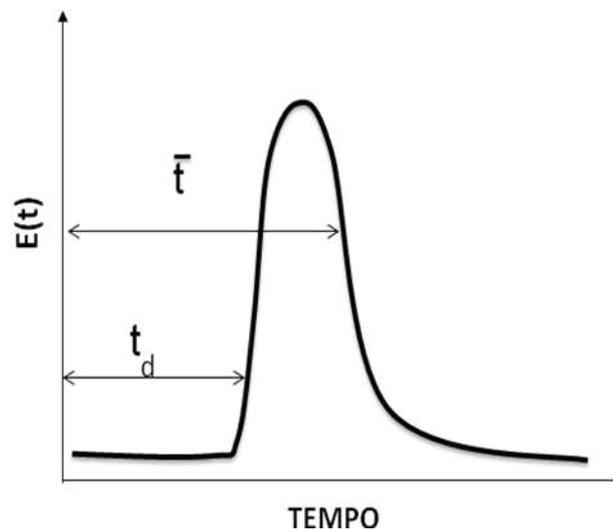


Figura 22 – Tempo de retardo e tempo de residência médio na curva E(t).

A princípio o modelo considera separadamente as regiões cheias e parcialmente cheias do perfil de rosca. As seções parcialmente cheias podem ser modeladas como contribuintes somente do tempo de residência mínimo (reator escoamento pistão), desta forma considera-se que qualquer efeito da mistura axial nas seções parcialmente cheias é insignificante quando comparado com as seções totalmente preenchidas. O modelo assume que a distribuição do traçador ao longo da extrusora é principalmente causada pela mistura axial de três regiões totalmente cheias: fusão, mistura e zona da matriz. A DTR destas três regiões cheias são modeladas pela combinação do tempo de residência mínimo e de reatores de vaso de mistura simples.

Para os casos onde o processo de mistura não depende do fator tempo a DTR pode não ser tão importante, em muitos casos é mais natural estudar o comportamento do material, em uma extrusora, em função do número de rotações da rosca ou do volume de material processado do que pela variável tempo. Para isto os autores definiram formas diferentes de normalizar o tempo de residência, o que resultou em duas novas funções de distribuição: Distribuição de rotações de residência (DRR) função $f(n)$, e a Distribuição de volume de residência (DVR) função $g(v)$. Estas duas funções são definidas pelas equações abaixo:

$$g(v) = \frac{c\left(\frac{v}{Q_v}\right)}{\int_0^{\infty} \left|c\left(\frac{v}{Q_v}\right)\right| dv} \quad (26)$$

$$f(n) = \frac{c\left(\frac{n}{N}\right)}{\int_0^{\infty} \left|c\left(\frac{n}{N}\right)\right| dn} \quad (27)$$

Onde Q_v é taxa de alimentação volumétrica e N é a velocidade de rotação da rosca. As variáveis de integração em $f(n)$ e $g(v)$ são a rotação de rosca (n) e o volume de material extrudado (v), respectivamente; ambos são relacionados com o tempo por:

$$t = \frac{n}{N} = \frac{v}{Q_v} \quad (28)$$

A DVR é uma medida direta da distribuição física do traçador no material ao longo da extrusora (axial), considerando uma entrada de impulso. Dada uma amostra do produto extrudado, a curva de DVR é o perfil de concentração do traçador ao longo do eixo da amostra, o que pode ser tomado como uma medida da “eficiência” do processo de mistura para as condições específicas de extrusão. Esta visão sobre o processo de mistura obtida a partir da DVR é limitada porque a

distribuição axial do material é apenas um dos aspectos do comportamento mistura, e muitos outros fatores, tais como a escala de tamanhos das fases, o gradiente de concentração dos componentes, e a uniformidade da distribuição não pode ser diretamente determinados a partir da DVR. Já a DRR dá uma visão sobre o comportamento de transporte da extrusora.

Os autores ainda mostraram que a taxa de alimentação específica, definida como Q/N (volume por rotação da rosca), é o fator chave para determinar as características da DRR e da DVR para uma extrusora dupla rosca, uma vez que quando comparadas a mesma taxa de alimentação específica as curvas de DRR e DVR se superpõe.

2.5.3 - Modelo de Vergnes

Em 2003, Poulesquen e Vergnes, propuseram um modelo versátil para determinação da DTR em extrusoras dupla rosca corrotacional; o mesmo não apresenta parâmetros ajustáveis e leva em consideração os aspectos individuais da configuração da rosca sobre a DTR. Em geral, o modelo consiste na divisão da extrusora em seções parcialmente cheias (“vazias”) e seções cheias. Basicamente este modelo se baseia na união de duas técnicas: Mecânica contínua e engenharia química. A idéia é usar reatores idéias, como na engenharia química; os quais são selecionados e associados conforme a descrição realística das condições de escoamento dentro da extrusora. Uma aproximação termomecânica é utilizada para definir as seções parcialmente cheias e seções cheias da extrusora; posteriormente se utiliza da associação de reatores ideais para modelar o tempo de residência em cada uma destas diferentes seções. Entretanto, a definição da associação correta entre os reatores e os elementos de rosca não é evidente e deve ser baseada em dados obtidos de trabalhos experimentais. Por fim, o cálculo da distribuição de tempo de residência global é em seguida feito pelo produto da convolução de cada seção local.

A princípio, para este modelo, é mais interessante o conhecimento do fator de enchimento local e do tempo de residência médio de cada seção. O tempo de residência médio global é fornecido pela soma de três contribuições:

- Seção de transporte de sólido: Nesta seção o sólido é transportado através do deslocamento positivo da rosca. A velocidade axial é equacionada por NB ,

onde B representa o passo do elemento de rosca e N é a velocidade de rotação da rosca, assim temos:

$$\bar{t} = \frac{L}{NB} \quad (29)$$

Onde L é o comprimento axial da seção.

- Seção parcialmente preenchida: Nesta seção, o polímero fundido é transportado pelo fluxo de arraste, fruto do movimento relativo entre a rosca e o barril. Este movimento segue uma descrição em formato de oito, passando alternativamente de uma rosca para outra. O tempo de residência médio para um comprimento axial L é expresso como:

$$\bar{t} = \frac{2L}{NB \cos^2 \varphi} \quad (30)$$

Onde φ é o ângulo do passo do elemento considerado.

- Neste caso, o tempo de residência médio é simplesmente definido como:

$$\bar{t} = \frac{\rho V_L}{Q} \quad (31)$$

Onde ρ é a densidade do fundido, V_L é o volume livre do elemento considerado e Q taxa de alimentação mássica.

A partir do conhecimento dos fatores de enchimento locais dentro da extrusora e dos tempos de residência médios fornecidos pela aproximação termomecânica, cada seção da extrusora pode ser considerada como um reator ideal. Segundo o tipo de elemento constituinte do perfil de rosca (elementos de mão esquerda e direita, blocos e discos de malaxagens), diferentes reatores podem ser escolhidos. A fim de evitar qualquer parâmetro ajustável, foram selecionados reatores ideais do qual a distribuição de tempo de residência é uma função somente do tempo de residência médio:

- Misturador ideal (MI), dado por:

$$E(t) = \frac{1}{\bar{t}} \exp\left(-\frac{t}{\bar{t}}\right) \quad (32)$$

- Cascata de n misturadores ideais (nxMI):

$$E(t) = \left(\frac{n}{\bar{t}}\right)^n t^{n-1} \frac{\exp\left(-\frac{nt}{\bar{t}}\right)}{(n-1)!} \quad (33)$$

- Reator tubular (RT), expresso pela lei da potencia dos fluidos:

$$E(t) = \frac{2m}{3m+1} \left[1 - \left(\frac{m+1}{3m+1}\right) \frac{\bar{t}}{t}\right]^{\frac{m-1}{m+1}} \frac{\bar{t}^2}{t^3} \quad \text{para } t > t_0 = \frac{m+1}{3m+1} \bar{t} \quad (34)$$

- Reator de prato, expresso pela lei da potência dos fluidos:

$$E(t) = \frac{1}{2} \frac{(2m^2 + m)}{(m+1)(2m+1)} \frac{\bar{t}}{t^2} \left[\left(1 - \frac{(m+1)\bar{t}}{(2m+1)t}\right)^{-1} - \left(1 - \frac{(m+1)\bar{t}}{(2m+1)t}\right)^{-\frac{m}{m+1}} \right] \\ \text{para } t > t_0 = \frac{m+1}{2m+1} \bar{t} \quad (35)$$

Como no modelo de Bigio (Gao et al, 1999), as seções parcialmente cheias são modeladas por um reator escoamento-pistão:

$$E(t) = \delta(t - \bar{t}) \quad (36)$$

Onde δ é a função de Dirac.

A ideia principal é usar o conceito de reator ideal para descrever cada seção, mas os mesmo são selecionados e associados baseando-se na descrição realista do fluxo contínuo no interior da extrusora. Ou seja, um reator específico seria associado para cada função específica ou seção geométrica da extrusora. Na Figura

23, é apresentada uma descrição esquemática do processo é dada. Consideram-se as seções cheias e não cheias da extrusora, com o correspondente tempo de residência local. \bar{t}_i e \bar{t}_j correspondem ao tempo de residência nas seções cheias e não-cheias respectivamente. Posteriormente, de acordo com a escolha feita para os reatores ideais, a DTR local $E_i(t)$ são calculadas. O cálculo da Distribuição de tempo de residência global é em seguida feito pelo convolução das diferentes DTR's locais.

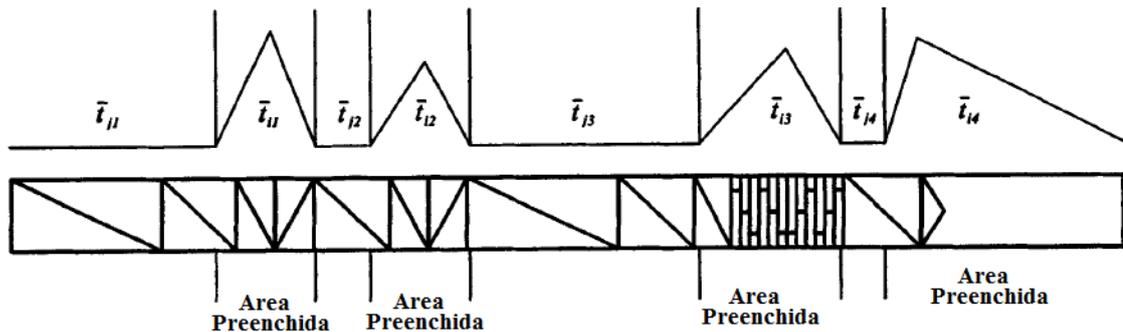


Figura 23 – Diferentes áreas preenchidas ao longo da configuração da rosca.

Para justificar este procedimento, foi assumido que a DTR de cada seção cheia é estatisticamente independente, sendo separadas por um transporte em escoamento pistão. Neste caso estes escoamentos pistões, a convolução da função de Dirac pode ser expressa por:

$$E_1(t) \otimes E_2(t) = \delta(t - \bar{t}_1) \otimes \delta(t - \bar{t}_2) = \bar{t}_1 + \bar{t}_2 \quad (37)$$

Consequentemente, o tempo de retardo das DTR's corresponde à soma dos tempos de residência média das seções não preenchidas.

Este método dá uma larga flexibilidade para escolher e usar nesta ordem para descrever diferentes elementos (elementos de rosca mão direita e esquerda, disco de blocos) constituintes do perfil de rosca.

Apesar de ser mais complexo que os modelos de Potente e Bigio, o modelo de Vergnes não emprega parâmetros que precisam ajustáveis. Também considera os efeitos da configuração da rosca na DTR de maneira detalhada levando em conta cada seção; além disso, os efeitos do cabeçote e da matriz na DTR são levados em consideração. Estes fatores permitem que este modelo possa ser utilizado no estudo

do processo de mistura em zonas específicas da extrusora, o que é importante para otimizar o projeto da rosca (Canedo, 2015 (b)).

2.6 - Simulação Computacional do Processo de Extrusão de Polímeros

Desde a metade dos anos 80 que se faz uso de programas de simulação de extrusão como ferramenta de auxílio, tanto no projeto de extrusoras quanto na otimização das condições de processamento (Rauwendaal, 2013). Estes softwares têm como objetivo a análise global do processo de extrusão tanto em extrusoras monorosca quanto em extrusora de dupla rosca, que apresentam elementos de rosca com diferentes geometrias de filetes, diferentes tipos de canais (convencionais ou do tipo barreira), diferentes elementos de mistura, etc.

Estes simuladores variam em complexidade desde aqueles que utilizam simples modelos unidimensionais, com solução analítica que apreciam os estágios iniciais e finais do processo; até aqueles que utilizam modelos em três dimensões, com soluções numéricas (diferenças finitas, elementos finitos, dentre outros). Onde fica evidente que o grau de sofisticação dos programas de simulação está diretamente ligado ao desenvolvimento de novas tecnologias computacionais e avanço nos conhecimentos do processo.

Os programas com modelagem unidimensional apresentam resultados aproximados, mas permitem simular o processo de maneira global na extrusora. Este tipo de simulação é amplamente utilizado na indústria e é geralmente disponível em pacotes de software comerciais. Dentre os pacotes computacionais mais utilizados para esta finalidade pode-se citar: Ludovic®, VEL™, ITX®, SIGMA, WinTXS™. Estes pacotes computacionais, por mais simples que sejam, fornecem uma grande quantidade de informações úteis sobre o processo de extrusão; que podem ir dos perfis de pressão e temperatura do material, tensão cisalhamentos, fluxo de calor, até os valores de tempo de residência. Tudo isto a partir dos dados fornecidos das propriedades físicas e reológicas do material a ser processado, das condições de operação do processo e geometria de rosca. Esse tipo de informação permite que se possa prever e atuar antecipadamente na minimização (ou eliminação) de fenômenos indesejáveis em todo o processo, tais como degradação do polímero, formação de gás e problemas do produto associados às características

reológicas dos mesmos além de proporcionar o entendimento dos complexos mecanismos que envolvem a extrusão de polímeros.

Softwares de simulação do processo de extrusão que possuem modelos bi e tridimensionais permitem obter resultados mais detalhados e aproximados (perfis radiais e tangenciais de velocidade e temperatura, distribuição de mistura, etc), porém estão restritos a algumas seções (partes) da extrusora onde esse tipo de modelagem pode ser desenvolvido e ainda assim respeitando limitações nas condições operacionais estabelecidas. As metodologias utilizadas neste tipo de simulação tomam como base os conceitos teóricos da mecânica de fluidos computacionais (Computational Fluid Dynamics ou CFD). Este tipo de simulação é utilizado principalmente em pesquisas científicas e em trabalhos acadêmicos específicos, são processos mais demorados e dispendiosos que os demais (Bravo et al, 2004; Zhang et al, 2009; Sobhani, 2011; Yang et al, 2014).

No caso específico do processo de extrusão os métodos de modelagem e simulação podem ajudar a ampliar o estudo e análise do processo, bem como a aumentar a compreensão da complexa interação entre a geometria da rosca, as propriedades do material, eficiência energética e variáveis de processo.

2.7 - Interações da Luz com a Matéria

Neste item serão abordados alguns fundamentos das interações da luz com a matéria visto que neste trabalho foi utilizado um sistema ótico que faz uso da radiação na faixa do visível para medidas de distribuição de tempos de residência em extrusoras, com base no método desenvolvido por Mélo e Canevarolo (2002).

A radiação eletromagnética (luz) produzida pelas lâmpadas incandescentes, fluorescentes e LED (diodo emissor de luz) pode ser tratada de dois pontos de vista: clássico (ondulatório) e quântico (fótons). Para analisar determinados fenômenos a abordagem clássica é mais conveniente e em outras situações é preferível a abordagem quântica. Do ponto de vista clássico, a radiação eletromagnética pode ser considerada como sendo ondas com dois componentes perpendiculares entre si e ambos perpendiculares à direção de propagação. Portanto, uma onda eletromagnética pode ser bem representada em um sistema cartesiano com três eixos ortogonais entre si: um eixo representa o campo elétrico (E); o outro

representa o campo magnético (B) e o terceiro eixo representa a direção de propagação (Figura 24) (Meeten, 1986).

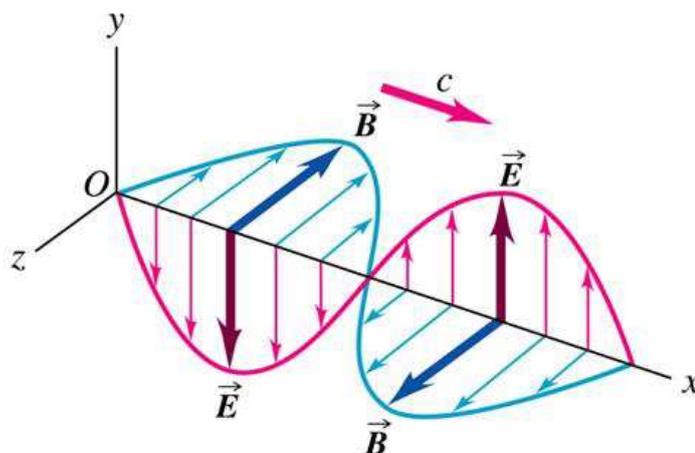


Figura 24 – Representação de uma onda eletromagnética.

A luz visível ocupa uma região muito estreita do espectro de radiações eletromagnéticas, com comprimento de onda que vai de $0,4\mu\text{m}$ até $0,7\mu\text{m}$.

Quando a superfície de um meio (que pode ser um único elétron, átomo ou molécula, uma partícula sólida ou líquida) é atingida por uma onda eletromagnética (\dot{W}_o) (radiação incidente), uma pequena fração desta radiação é refletida (\dot{W}_{ref}) pelo meio enquanto que o resto é transmitido para dentro do material. Da parcela da radiação transmitida através da superfície, uma fração desta é absorvida (\dot{W}_a) na forma de calor e outra é transmitida na forma de luz espalhada (\dot{W}_{esp}) (Figura 25) (Bohren e Huffman, 1983).

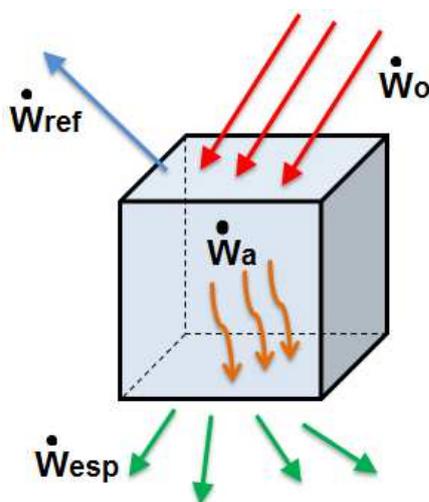


Figura 25 – Representação da interação da luz com a matéria.

Estas intensidades estão relacionadas pela equação 38, (Bohren e Huffman, 1983):

$$\dot{W}_o = \dot{W}_{ref} + \dot{W}_a + \dot{W}_{esp} \quad (\text{em } W/m^2) \quad (38)$$

No caso do espalhamento, como a matéria é composta por cargas elétricas distintas: elétrons e prótons. Quando o meio (obstáculo) é iluminado pela onda eletromagnética as cargas elétricas são jogadas neste obstáculo em movimento oscilatório pelo campo elétrico da onda incidente. As cargas elétricas quando aceleradas irradiam energia eletromagnética em todas as direções; esta é a radiação secundária que é chamada de radiação espalhada pelo meio (Bohren e Huffman, 1983). Se esta radiação espalhada possuir a mesma frequência da radiação incidente no meio é dito espalhamento elástico também chamado espalhamento coerente. Do contrário, quando a radiação incidente e secundária possuírem diferentes frequências, tem-se espalhamento inelástico ou incoerente.

Considerando que uma ou mais partículas são colocadas em um feixe de radiação eletromagnética, conforme a Figura 26.

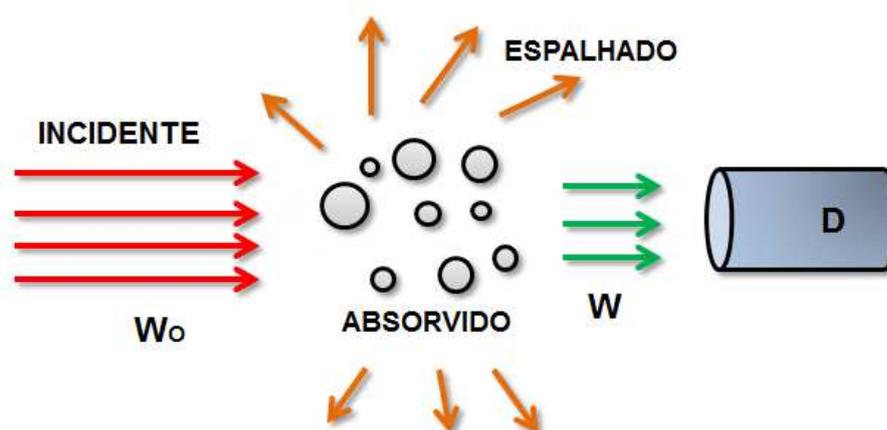


Figura 26 – Espalhamento e absorção de energia eletromagnética.

A taxa com que a energia eletromagnética é recebida pelo detector (D) é determinada por \dot{W} . Se as partículas são retiradas do meio, a energia recebida pelo detector seria \dot{W}_o , onde $\dot{W}_o > \dot{W}$. Afirma-se que a presença das partículas resulta em extinção ou atenuação da intensidade do feixe incidente. Essa diferença entre \dot{W}_o e \dot{W} é devido à absorção (transformação da energia eletromagnética em outra forma

de energia) e espalhamento pelas partículas. A extinção depende da composição química das partículas, de sua forma, tamanho, orientação, vizinhança e concentração, e do estado de polarização e frequência do feixe incidente. Neste caso desprezam-se os efeitos de reflexão por parte das partículas (Meeten, 1986).

A taxa de energia eletromagnética \dot{W}_a que é absorvida por uma determinada área dA deste conjunto de partículas é igual a (Van Hulst, 1957):

$$\dot{W}_a = -\int_A \mathbf{S}_a \cdot \hat{\mathbf{n}}_r dA \quad (39)$$

Onde S_a é um vetor de Poynting para absorção e $\hat{\mathbf{n}}_r$ é um vetor direção de absorção. Da mesma forma, pode-se definir a energia espalhada pela área dA e a energia extinguida (Meeten, 1986):

$$\dot{W}_s = -\int_A \mathbf{S}_s \cdot \hat{\mathbf{n}}_r dA \quad (40) \quad \dot{W}_{\text{ext}} = -\int_A \mathbf{S}_{\text{ext}} \cdot \hat{\mathbf{n}}_r dA \quad (41)$$

Onde S_s e S_{ext} são vetores de espalhamento e extinção respectivamente. A relação existente entre essas equações é (Meeten, 1986):

$$\dot{W}_{\text{ext}} = \dot{W}_a + \dot{W}_s \quad (42)$$

A magnitude do vetor S pode ser denotada por I , que é chamada irradiância ou intensidade, e que possui dimensões de energia por unidade de área e tempo (no SI, J/s.t)

A seção transversal, que é dada pela razão entre \dot{W} e I , corresponde à área efetiva onde ocorre a extinção da luz.

$$C_{\text{ext}} = \frac{\dot{W}_{\text{ext}}}{I} \quad (43) \quad C_s = \frac{\dot{W}_s}{I} \quad (44) \quad C_a = \frac{\dot{W}_a}{I} \quad (45)$$

Onde C_{ext} , C_s e C_a são respectivamente as seções transversais de extinção, espalhamento e absorção. Como mostra a Figura 17, ela corresponde à projeção da

área onde ocorre a extinção da luz em um plano paralelo a essa área e normal ao feixe de luz incidente.

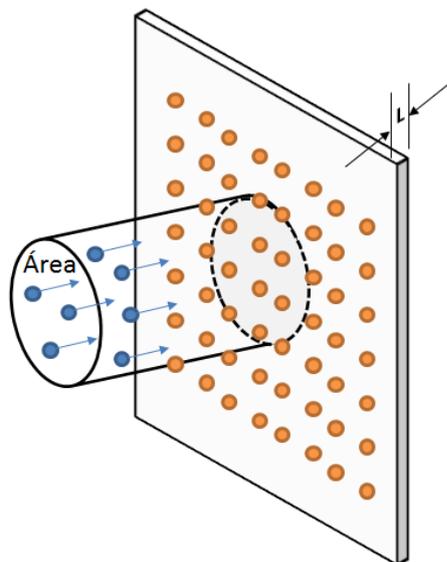


Figura 27 – Projeção da área onde ocorre a extinção da luz.

As seções transversais de extinção, espalhamento e absorção dependem da geometria, do tamanho e da orientação da partícula, da irradiância e do grau de polarização do feixe incidente e do vetor de extinção. Os fatores de eficiência, Q , são dados pela razão entre a seção C , e a área do conjunto de partículas projetadas em um plano perpendicular ao feixe incidente A (Meeten, 1986):

$$Q_{\text{ext}} = \frac{C_{\text{ext}}}{A} \quad (46)$$

$$Q_s = \frac{C_s}{A} \quad (47)$$

$$Q_a = \frac{C_a}{A} \quad (48)$$

Esses valores indicam quanto de luz que é extinta, espalhada ou absorvida por uma determinada área. Estas medidas de extinção ajudam a entender o funcionamento dos mecanismos que envolvem o sistema óptico de detecção desenvolvido neste trabalho.

3 – METODOLOGIA

3.1 - Materiais

Neste item serão informados todos os materiais utilizados nesta pesquisa com suas características técnicas, nomes de fabricantes e fornecedores.

3.1.1 - Matriz Polimérica (material de fluxo)

Como material de fluxo para as medidas de DTR realizadas na extrusora dupla-roscas foram utilizados dois tipos de polipropileno com índices de fluidez diferentes:

- Polipropileno (PP): Código H103, em grânulos. Com IF = 40g/10 min (2,16 Kg/230°C) – ASTM D-1238-L fabricado pela empresa BRASKEM.
- Polipropileno (PP): Código H503, em grânulos. Com IF = 3,5g/10 min (2,16 Kg/230°C) – ASTM D-1238-L fabricado pela empresa BRASKEM.

A ficha técnica dos materiais de fluxo encontra-se no ANEXO.

3.1.2 - Material Utilizado como Traçador

Os materiais utilizados como traçador foram:

- Concentrados de pigmento (amarelo, azul, branco, laranja, preto – negro de fumo); fornecidos pela empresa Replastil Ltda, Campina Grande-PB.
- Traçador polimérico: Poliestireno Cristal (GPPS). Com densidade relativa de 1,04g/cm³ fabricado pela Innova S.A.

3.2 - Métodos

3.2.1 - Caracterização Reológica

Foram medidas as propriedades reológicas (viscosidade cisalhante) dos polímeros utilizados como material de fluxo. As medidas foram realizadas em dois reômetros, um reômetro de placas paralelas de marca Anton Paar, modelo Physica - MCR 301 e um reômetro capilar marca CEAST (Instron), modelo SM-20; onde foram levantadas as curvas de viscosidade dos polímeros em função de baixas e altas taxa de cisalhamento (0,01 – 10000s⁻¹), respectivamente. As análises

reológicas foram conduzidas na temperatura de 200°C. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Reologia da UAEMa – UFCG.

3.2.2 - Termogravimetria (TG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A TG e o DSC foram realizados para avaliar a estabilidade térmica do material utilizado como traçador nas medidas de DTR.

O ensaio de TG foi realizado em um equipamento da TA Instruments, modelo SDT Q600. Com taxa de aquecimento de 12,5 °C por minuto e as temperaturas foram de 25°C até 800°C sob atmosfera de nitrogênio.

O ensaio de DSC foi conduzido em um equipamento da TA Instruments, modelo DSC Q20, com varredura da temperatura de 20°C até 300°C, a uma taxa de 10°C por minuto, com atmosfera controlada com nitrogênio. A taxa de fluxo do nitrogênio foi de 50 mL/min. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Análise Térmica da UAEMa – UFCG.

3.2.3 – Equipamentos

3.2.3.1 – Extrusora

As medidas de distribuição de tempos de residência (DTR) foram realizadas em uma extrusora modular com dupla rosca co-rotacional com filetes duplos totalmente interpenetrantes e autolimpantes, da Coperiorn (W&P), modelo ZSK-18, conforme Figura 28.



Figura 28 – Extrusora dupla rosca co-rotacional Werner-Pfleiderer ZSK-18.

Este equipamento possui um sistema de alimentação com controle gravimétrico automático fabricado pela Ktron. As principais características técnicas e dimensionais da extrusora estão apresentadas na Figura 29 e na Tabela 5.

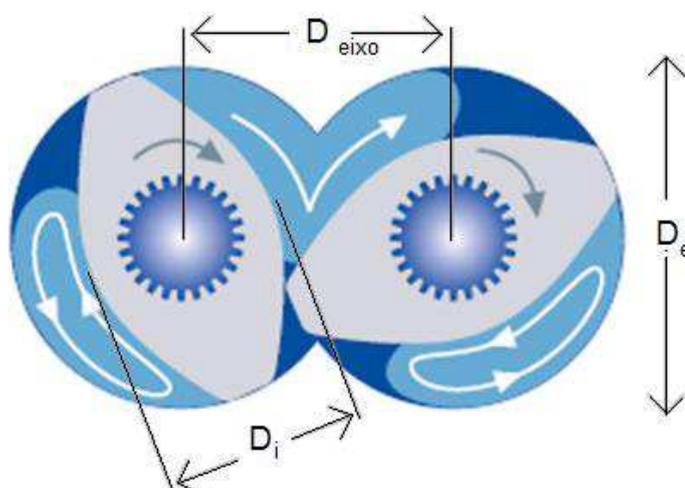


Figura 29 – Medidas principais da extrusora Werner-Pfleiderer ZSK-18.

Tabela 5 - Características técnicas e dimensionais da Werner-Pfleiderer ZSK-18.

Dados técnicos	Dimensões
Distância entre centros (D_{eixo}) [mm]	15
D_e/D_i (Fator de forma)	1.55
Diâmetro externo da Rosca (D_e) [mm]	18
Comprimento do Módulo do Barril [mm]	72
Altura do canal da rosca [mm]	1.10
Torque específico [Nm/cm^3]	11.3
Torque Máximo por eixo [Nm]	38
Rotação máxima de acionamento [rpm]	1200
Rendimento do motor [kW]	11.7
Capacidade de aquecimento/ barril [W]	800
Dimensões principais (L x W x H) [mm]	1660 x 600 x 1850

Dados do Fabricante.

O perfil de rosca utilizado para as medidas de DTR foi montado com elementos de mistura dispersivos e distributivos adequados para misturas de sistemas heterofásicos (exemplos: compósitos, nanocompósitos, blendas

poliméricas, compostos e concentrados), conforme Figura 30. O critério estipulado para a escolha do tipo de configuração de rosca é fundamentado nas características de cisalhamento, mistura, transporte e tempo de residência inerente a cada elemento da rosca. A ZSK-18 possui elementos de rosca intercambiáveis, que permite produzir um número variado de configurações, a princípio foi utilizada somente uma configuração de rosca, uma vez que de início pretende-se avaliar a sensibilidade do sistema a um único perfil de rosca.

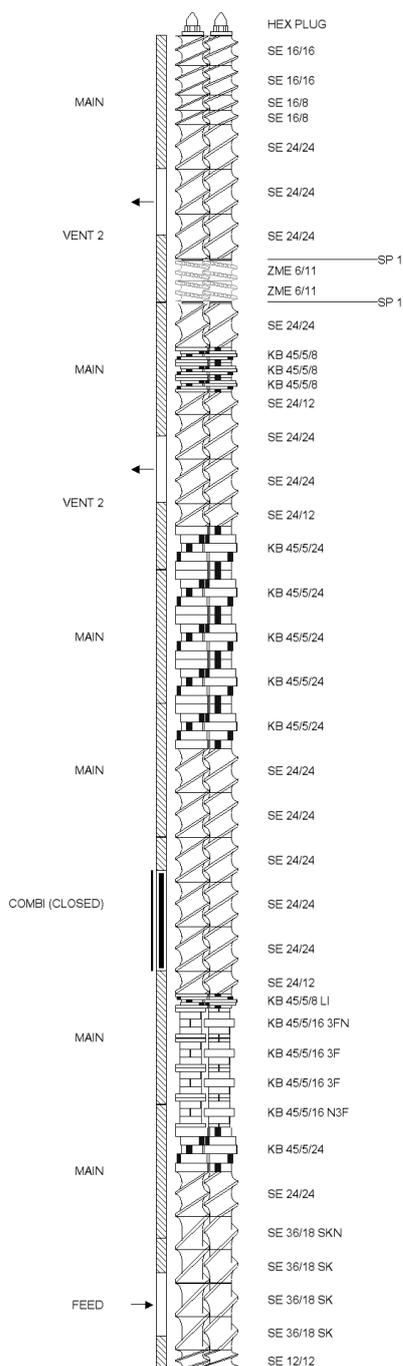


Figura 30 - Configuração de rosca utilizada para as medidas de DTR.

3.2.3.2 – Sistema Ótico de Detecção

O Sistema ótico que foi utilizado neste trabalho para medir as curvas DTR em tempo real durante o processo de extrusão foi projetado tomando-se como base o dispositivo desenvolvido por Mélo e Canevarolo, 1999. O sistema de detecção possui um dispositivo ótico que é composto por uma fonte de emissão de luz (LED) que emite na faixa do visível e por um detector do tipo LDR (“*light dependent resistor*”), ambos de baixo custo. O sistema possui ainda um dispositivo de aquisição de dados, responsável por fazer a interface do sinal analógico para digital e que envia estes dados para um computador, além de controlar o acionamento do início das medições conforme o esquema na Figura 31 .

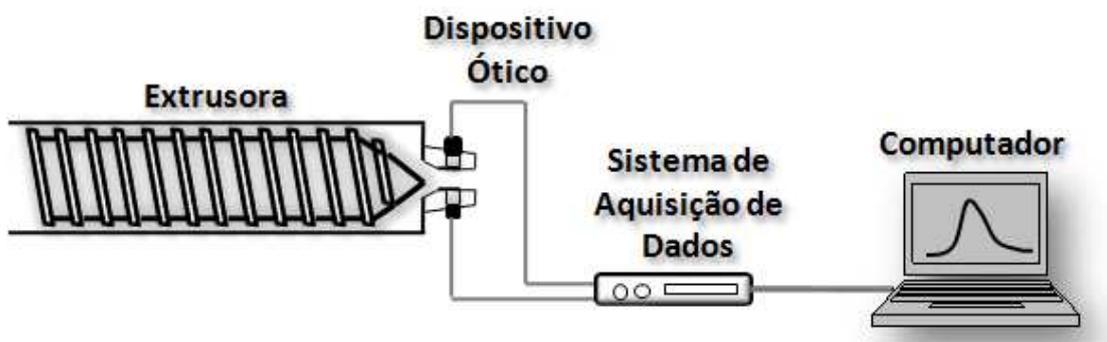


Figura 31 – Esquema do sistema ótico utilizado para medir as curvas da DTR.

Para a construção e entendimento de um sistema deste porte é de vital importância o conhecimento de cada componente bem como seu princípio de funcionamento, por este motivo nos próximos itens será descritos brevemente as características mais relevantes de cada parte do sistema.

3.2.3.2.1 – Matriz de Extrusão e Sistema de Refrigeração

Para o desenvolvimento e adaptação dos dispositivos no sistema, foi necessária a construção de uma matriz de extrusão especial apropriada às necessidades do projeto. A matriz de extrusão desenvolvida neste trabalho para medidas de DTR é do tipo fenda (slit), a mesma foi usinada em peça única apresentando na parte superior e inferior, orifícios destinados a instalação de janelas cilíndricas de vidro de borossilicato que atravessam a matriz no sentido vertical. Estas janelas são fixadas à matriz através de uma bucha de latão por processo de

justaposição por tolerância e são protegidas por uma peça que é travada por parafusos, o que evita o vazamento do material fundido para o meio exterior. Estas janelas possibilitam que o feixe de luz atravesse o fluxo de polímero fundido e o espalhamento é captado pelo detector óptico posicionado no lado oposto. As dimensões e detalhes do projeto da matriz desenvolvida estão apresentados na Figura 32.

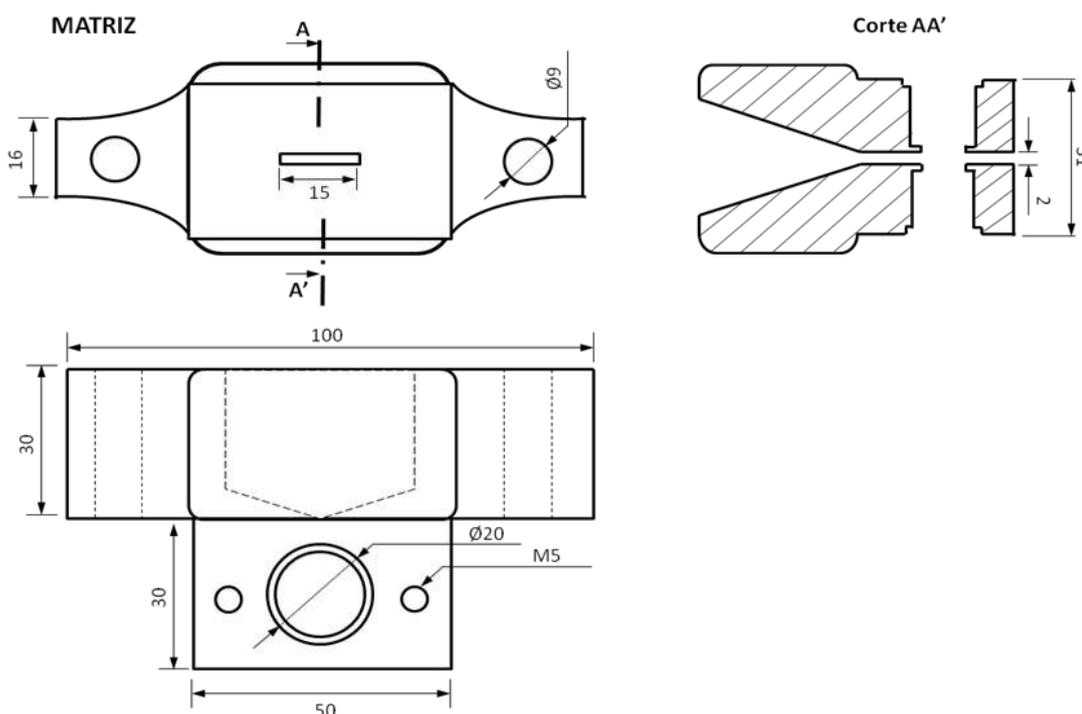


Figura 32 – Projeto da Matriz de Extrusão Adaptada para Medidas de DTR.

Para evitar interferências nas medidas de DTR, foi construído um sistema de refrigeração para abrigar a célula fotoelétrica e a fonte de luz, protegendo-as da exposição a altas temperaturas e de radiações externas, isto garante uma maior vida útil aos componentes do sistema e estabilidade nas medidas, respectivamente. As peças do sistema de refrigeração foram confeccionadas com latão com o objetivo de facilitar a troca térmica. No interior das peças passa um canal onde circula água corrente que garante uma temperatura interna ao sistema de aproximadamente 25°C, uma vez que o equipamento (extrusora) trabalha com temperatura na ordem de 240°C. A Figura 33 mostra as dimensões e detalhes do sistema de refrigeração.

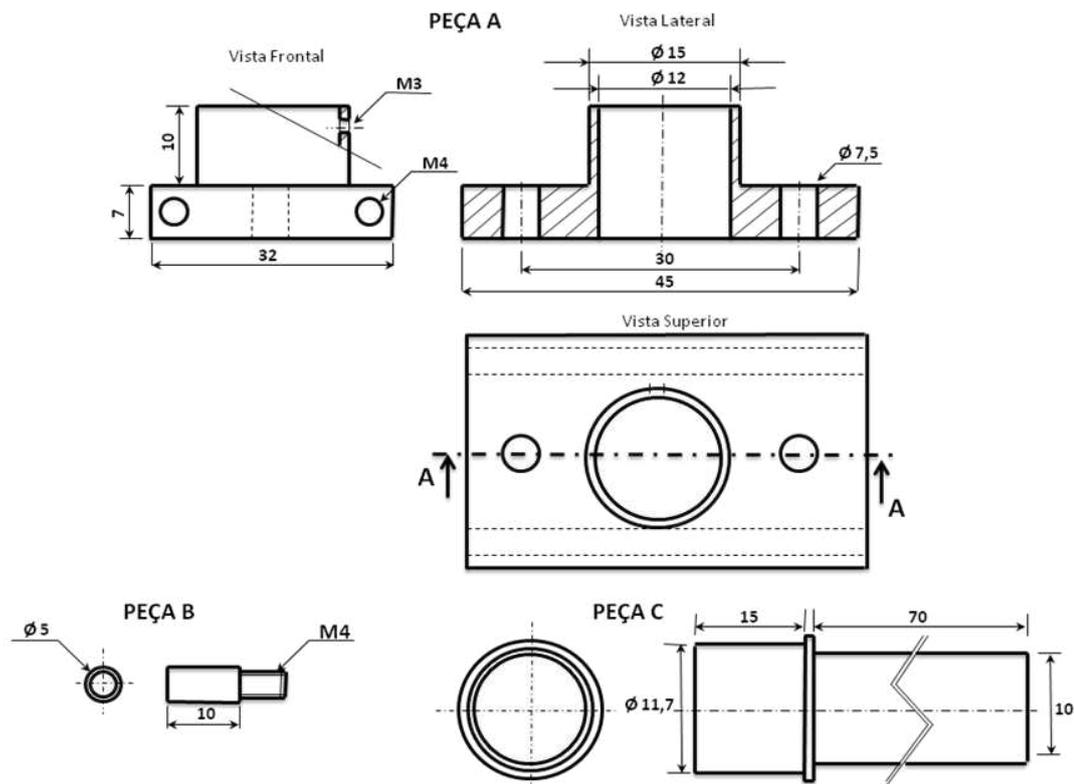


Figura 33 – Projeto do Sistema de Refrigeração.

Na Figura 34 está representado o esquema de montagem de todo o sistema de medidas de DTR com as descrições dos detalhes envolvidos no projeto. Na Figura 35 mostra-se a imagem do sistema montado na extrusora dupla rosca corrotacional ZSK-18.

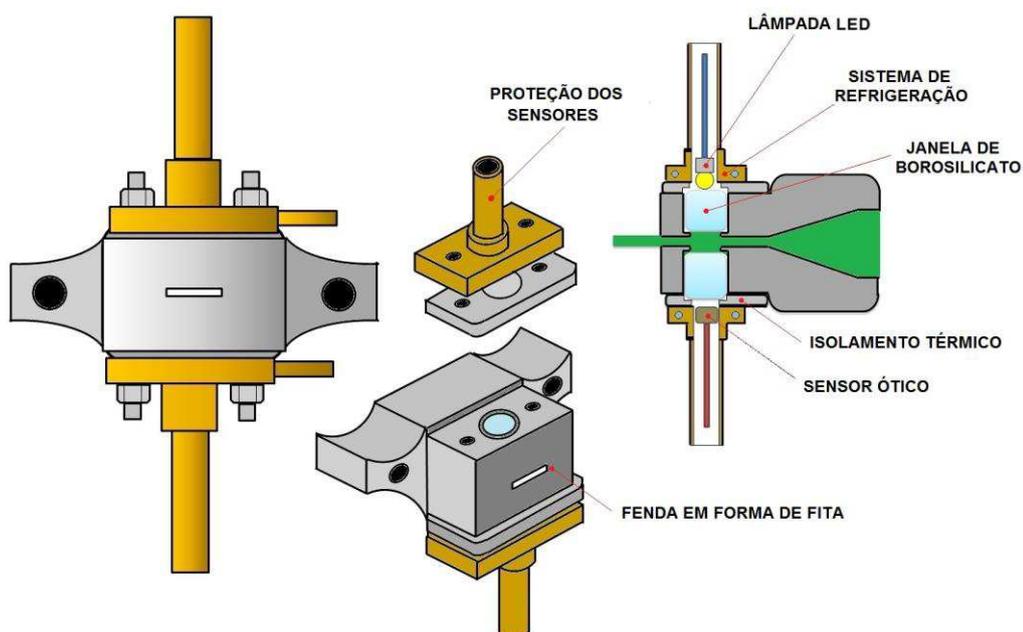


Figura 34 – Representação do sistema de medição da DTR na extrusora.

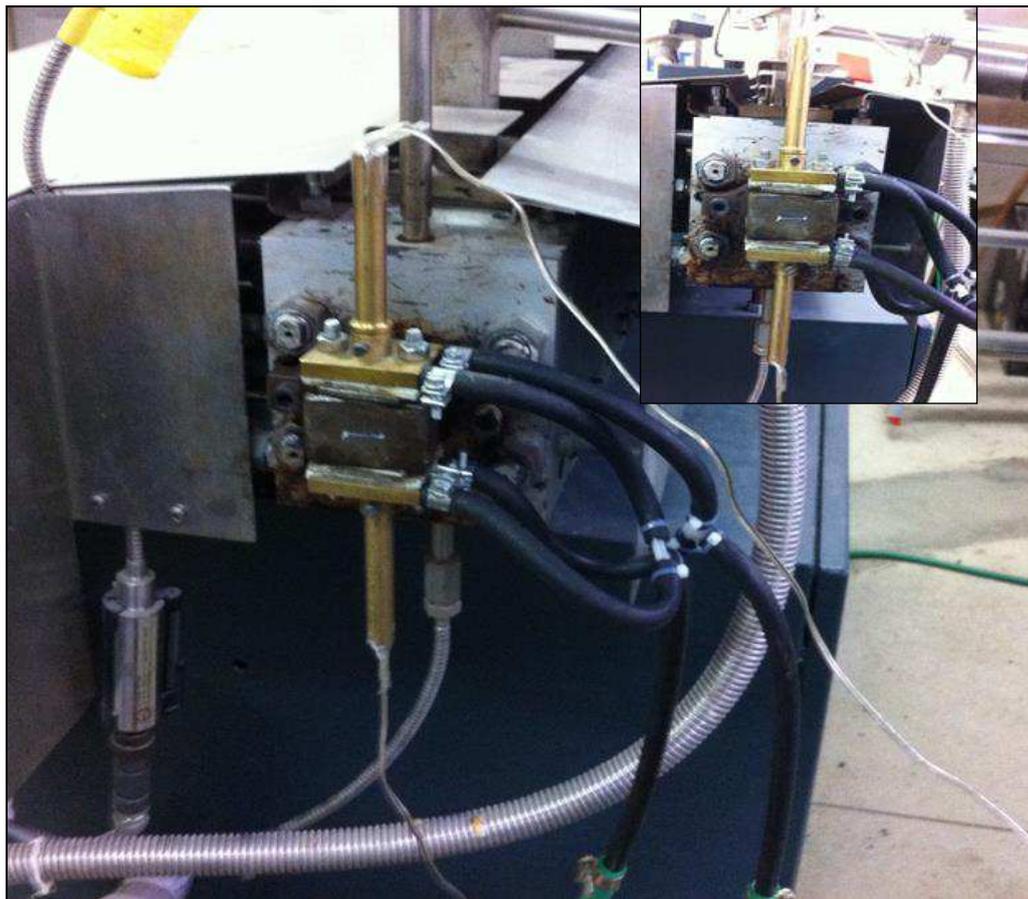


Figura 35 – Matriz e sistema de refrigeração do sistema de medição da DTR na extrusora.

3.2.3.2.2 – Dispositivo Óptico e Sistema de Aquisição de Dados

O dispositivo óptico utilizado para realizar as medidas de DTR é composto por uma fonte de luz de LED que emite na faixa do visível, operando com tensão de 5v e corrente de 20mA (Figura 36).



Figura 36 – Fonte de Luz LED.

O detector utilizado foi uma fotocélula de Cd-S (cádmio e enxofre) do tipo LDR (*“light dependent resistor”*) fabricado pela TOKEN, o mesmo possui alto coeficiente de absorção negativo e positivo (elétrons e lacunas) e tempo de recombinação baixo (Figura 37) (TOKEN - Catálogo).

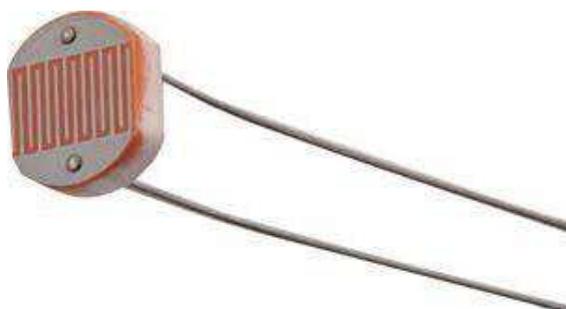


Figura 37 – Detector LDR utilizado no dispositivo óptico.

O LDR é formado por uma placa pequena de um material semiconductor intrínseco, ou com uma dopagem muito pequena, apresentando em suas extremidades dois eletrodos externos para aplicação de uma diferença de potencial elétrico externa. No caso apresentado, o dispositivo é formado por uma pastilha de material isolante, com diâmetro variável, sobre a qual é depositada uma camada do semiconductor que apresenta a propriedade de foto-sensibilidade e sobre esta camada uma película metálica para formar os eletrodos (TOKEN - Catálogo). As características dimensionais e técnicas da fotocélula estão apresentadas na Figura 38 e na Tabela 6.

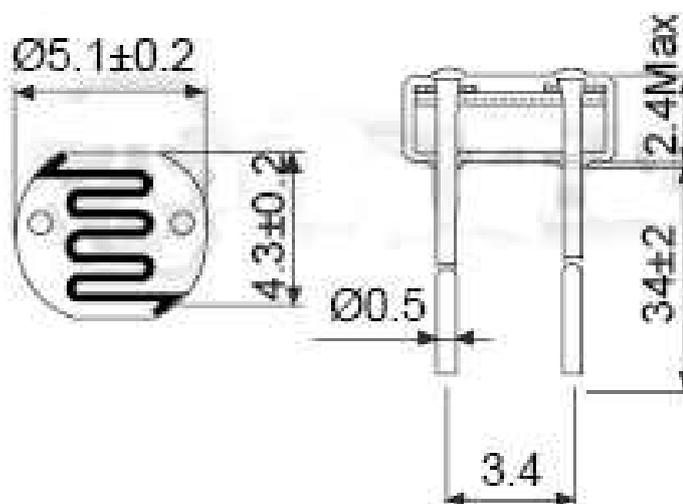


Figura 38 – Dimensões da Fotocélula em mm.

Tabela 6 - Características técnicas da Fotocélula.

Característica Técnica	Valor
Resistência a Luz em 10LUX(em 25°C)	8~20KΩ
Resistência ao escuro em 0 LUX	1.0 MΩ
Valor Gama em 100 -10 Lux	0.7
Dissipação de energia (em 25°C)	100 mW
Tensão máxima (em 25°C)	150V
Pico de resposta espectral (em 25°C)	540nm
Faixa de temperatura	-30±70°C

Dados do Fabricante.

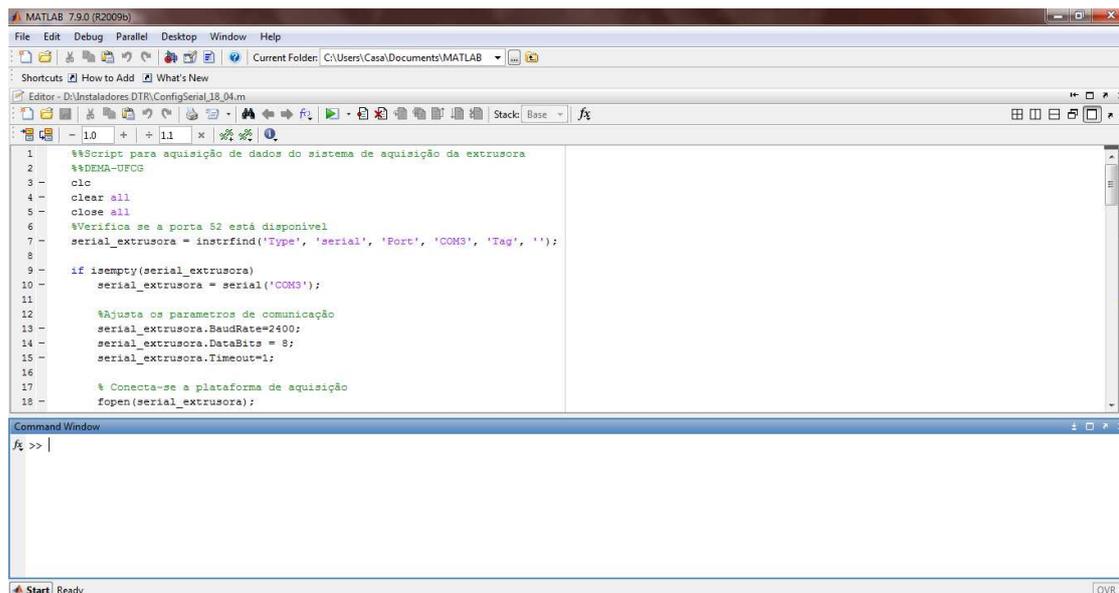
O comprimento de onda de absorção, que leva a um aumento da condutividade, encontra-se na faixa de 515nm em média, estando, portanto dentro da região do visível do espectro eletromagnético.

Quando o LDR está em um ambiente escuro a resistência é elevada, pois o número de portadores de carga é pequeno. Ao contrário, em ambientes com luz a quantidade de portadores aumenta consideravelmente, de forma que a resistência diminui para um valor baixo em relação ao inicial, levando a um aumento da corrente entre os eletrodos, ou seja, a resistência da fotocélula varia de forma inversamente proporcional com a atenuação causada pelo meio (TOKEN - Catálogo).

O sistema possui um dispositivo de aquisição de dados, responsável por fazer a interface do sinal analógico para digital, de modo a enviar estes dados para um computador. O dispositivo ainda possui um controle com potenciômetro para o ajuste do zero ou linha de base e o mesmo também realizam o acionamento do início da leitura das medições de DTR.

3.2.3.2.3 – Software

O programa computacional foi especialmente criado para fazer a interface entre o dispositivo de aquisição de dados e o operador, o mesmo foi desenvolvido em uma rotina no Programa MatLab®, versão 7.9.0.529 (R2009b). O programa possibilita a visualização das curvas DTR instantaneamente, do controle dos parâmetros e armazenamento dos dados (Figura 39).



```

1 %%Script para aquisição de dados do sistema de aquisição da extrusora
2 %%EMA-UFCG
3
4 clear all
5 close all
6
7 %Verifica se a porta S2 está disponível
8 serial_extrusora = instrfind('Type', 'serial', 'Port', 'COM3', 'Tag', '');
9
10 if isempty(serial_extrusora)
11     serial_extrusora = serial('COM3');
12
13     %Ajusta os parametros de comunicação
14     serial_extrusora.BaudRate=2400;
15     serial_extrusora.DataBits = 8;
16     serial_extrusora.Timeout=1;
17
18     % Conecta-se a plataforma de aquisição
19     fopen(serial_extrusora);

```

Figura 39 – Parte da Rotina em Matlab do programa de interface do dispositivo de aquisição de dados.

3.2.4 - Medidas de DTR

O método desenvolvido para realizar as medidas de DTR consistiu em colocar manualmente uma quantidade preestabelecida (peso) de traçador na forma de grânulos (com tamanho próximo do material de fluxo) no funil de alimentação da extrusora (Figura 40). Os grânulos do traçador são envoltos em um filme polimérico fino com o objetivo de evitar o espalhamento destes grânulos nos filetes das roscas e que alguma porção deste material fique retida em alguma parte aquecida do barril. Todo este procedimento ocorre de maneira contínua sem a interrupção do processo de extrusão do material de fluxo.



Figura 40 – Introdução do traçador no funil de alimentação da extrusora.

No momento que todos os parâmetros operacionais do processo de extrusão (taxa de alimentação, velocidade da rosca, pressão, temperatura, torque, etc.) encontram-se estáveis, ou seja, em regime estacionário; o traçador é inserido no fluxo no mesmo momento em que a aquisição de dados das DTR é acionada através de um botão (Figura 41) que marca o início das medidas, ou seja, o tempo inicial (t_0).



Figura 41 – Acionamento do botão de start das medições de DTR.

Após o início das medições, a linha de base (V_0) é mantida constante desde o instante em que o botão manual é acionado até a primeira porção de traçador começar a passar entre o detector e a fonte de luz. O instante que a primeira porção de traçador passa entre o detector e a luz é conhecido como tempo de residência inicial (ou mínimo) ou tempo de retardo (t_i). A partir deste ponto toda a dispersão axial de traçador, sua concentração no tempo ($C(t)$) que ocorre dentro da extrusora é monitorada durante a sua passagem entre a fonte de luz e o detector através das variações no sinal, em volts que é registrado na tela em tempo real. Este processo pode ser observado como a alteração na mudança gradativa da cor do material de fluxo como efeito da dispersão do traçador. Esta mudança pode ser observada na Figura 42 com o traçador do tipo pigmento na cor amarelo (tempo t_i marcado na figura superior esquerda).

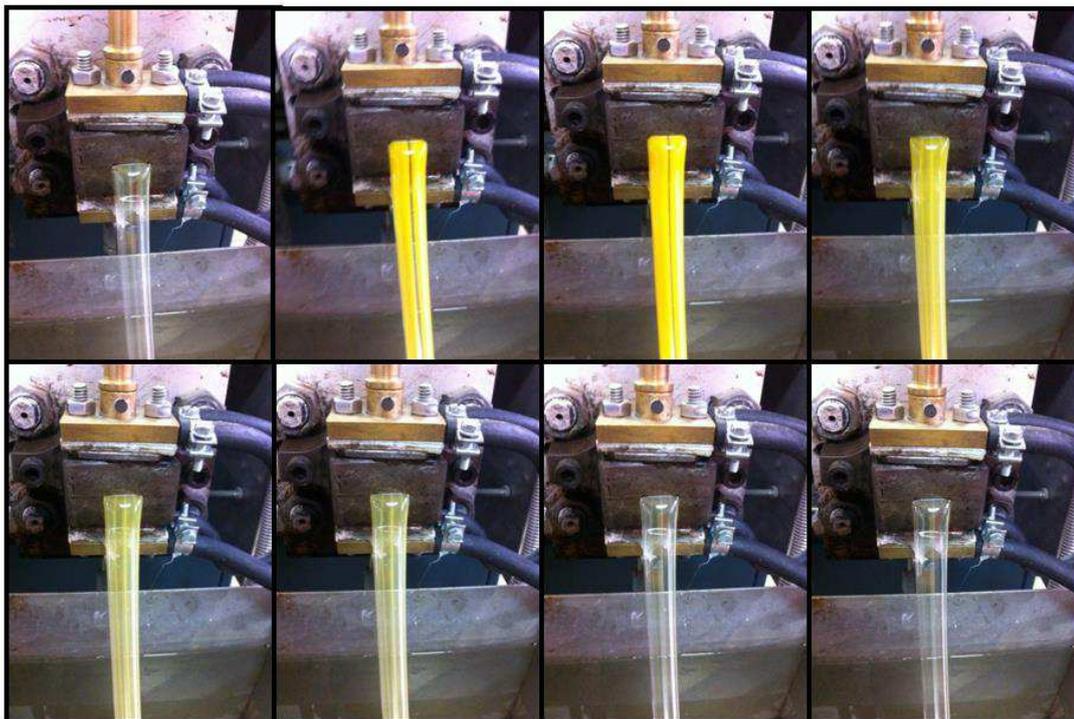


Figura 42 – Variação da concentração de traçador ao longo do tempo.

Após a passagem de todo o traçador detectado, a linha de base (V_0) é retomada e os dados das curvas são gravados para análises e cálculos posteriores dos parâmetros da curva DTR. Ainda tem-se o tempo de residência médio (t_n) que é o período de tempo médio que o traçador permanece na extrusora e $V_{máx}$ é a voltagem máxima, correspondente à máxima concentração de traçador detectado. A Figura 43 resume todo o procedimento.

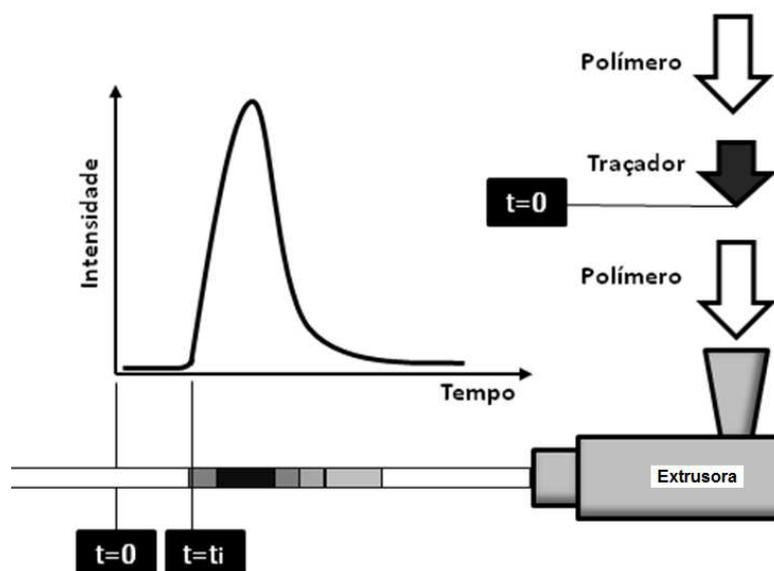


Figura 43 – Resumo do procedimento de medição das curvas de DTR.

3.2.5 - Variáveis de Processamento

Em todas as medidas de DTR, o perfil de temperatura no cilindro da máquina extrusora foi mantido constante a 200°C para todas as zonas de aquecimento (em todos os barris). Tal perfil de temperatura foi escolhido para permitir a comparação entre os resultados de DTR dos dois polímeros de fluxo com índices de fluidez distintos e garantir o escoamento dos mesmos.

No primeiro instante buscou-se avaliar a sensibilidade de resposta do dispositivo óptico e o grau de precisão das medições, para isto foram realizadas duas séries de experimentos. Na primeira série de experimentos foram utilizados tipos e cores diferentes de traçadores (com peso mantido constante) para realizar as medições das DTR's. Este experimento visa estabelecer o comportamento do sistema a tipos de traçadores de naturezas diferentes e principalmente definir o melhor traçador para ser utilizado nos demais experimentos. Na segunda série de experimentos foi realizada uma sequência de medidas, variando-se o peso do traçador, com o intuito de verificar a influência de resposta do sistema a variação de massa do traçador (linearidade de resposta) e estabelecer a melhor quantidade de traçador que será utilizado. É importante informar que nestas duas primeiras séries de experimentos as variáveis operacionais foram mantidas todas constantes.

Depois destas primeiras séries de experimentos, partiu-se para avaliar o efeito das variáveis operacionais do processo de extrusão sobre as curvas de DTR, para isto foram modificados a taxa de alimentação, a velocidade de rotação da rosca e o índice de fluidez (através da mudança do material de fluxo). Desta forma, foram estabelecidas onze combinações de variáveis (condição operacional) para as medidas de DTR, as mesmas encontram-se na Tabela 7. Para averiguar a reprodutibilidade dos resultados foram realizadas no mínimo três repetições para cada condição estabelecida, outro ponto importante a ser considerado é que para toda esta sequência de medidas o tipo e o peso do traçador foram mantidos constantes.

As medidas de pressão do cabeçote e percentual de torque exercido pelo sistema foram levantadas para todas as condições estabelecidas.

Tabela 7 - Combinações das variáveis experimentais.

Condição Operacional	Polímero de Fluxo/ IF (g/10min)	Taxa de Alimentação (Kg/h)	Rotação (rpm)
1°	PPH103 / 40	4	200
2°			300
3°		6	200
4°			300
5°	PPH503 / 3,5	4	200
6°			300
7°		6	200
8°			300
9°	PPH103 / 40	4	250
10°	PPH 103 / 40	5	200
11°	MIX*	4	200

*MIX: Mistura do PPH103 e do PPH503 na proporção de 50% em peso de cada.

Por fim, após as medições todos os parâmetros temporais (tempo inicial, tempo médio) e parâmetros geométricos (variância e área sob a curva) das curvas de DTR foram levantados com o objetivo de auxiliar na comparação e avaliação dos resultados.

3.2.6 - Simulação Computacional

Para realizar as simulações computacionais foi usado o programa de simulação unidimensional de extrusão WinTXS™ versão 3.0 da PolyTech (Figura 44).



Figura 44 – WinTXS™ versão 3.0 da PolyTech.

A princípio, o programa WinTXS precisa que as características técnicas e geométricas da extrusora (razão de comprimento, dimensões, perfil de rosca, etc.), que será simulada, sejam configuradas ao programa (Figura 45); no caso deste trabalho, todos estes dados fornecidos ao programa seguiram a rigor as informações estabelecidas pelo fabricante do equipamento. De forma opcional ainda o programa permite configurar o cabeçote da máquina, filtros e matriz.

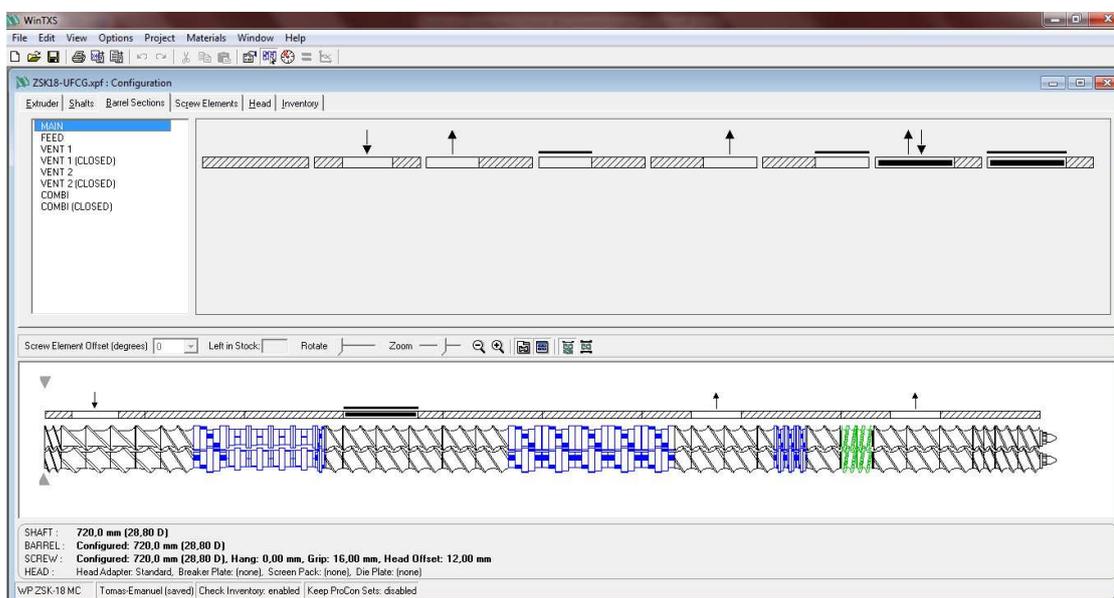


Figura 45 – Configuração das características técnicas da extrusora simulada.

O software permite a seleção das condições operacionais (tipo de material, velocidade de rotação da rosca, taxa de alimentação, perfil de temperatura) e dos modelos de processos alternativos que serão utilizados na simulação (por exemplo,

o modelo de correção da viscosidade), ver Figura 46. As onze condições experimentais estabelecidas neste trabalho (Tabela 7) foram incorporadas ao software para simulação.

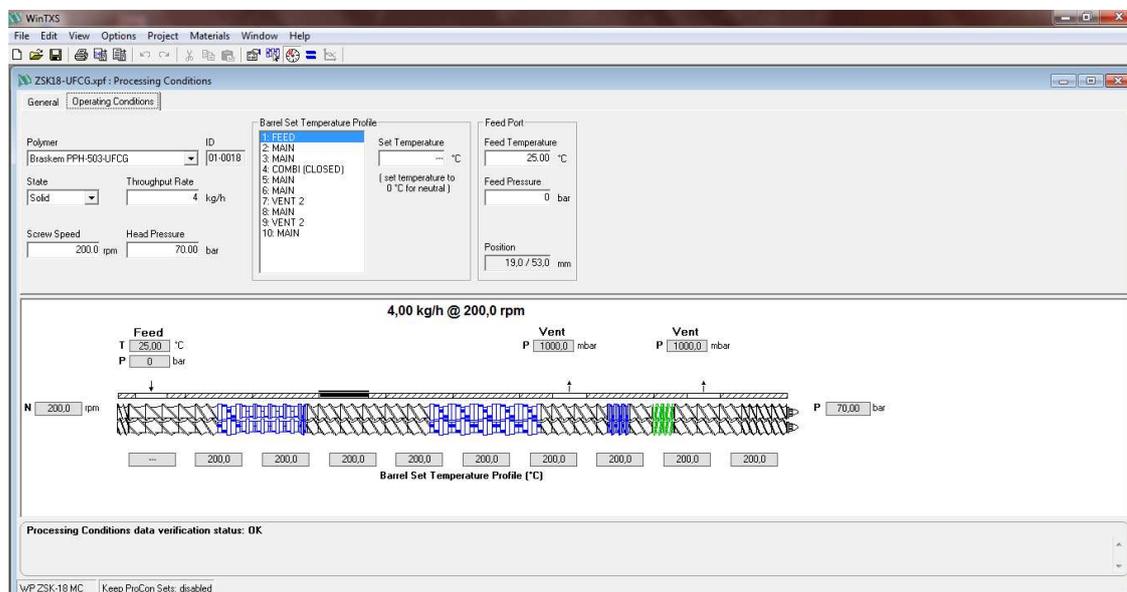


Figura 46 – Condições operacionais do processo de extrusão simulado.

Além disso, o programa necessita das informações completas das propriedades físicas e parâmetros dos materiais a serem simulados, tanto no estado sólido quanto no estado fundido. No presente caso, foram criados arquivos separados para os dois tipos de polipropilenos (PP) utilizados como material de fluxo, os dados fornecidos ao programa correspondem a informações cedidas pelo fabricante e dados extraídos da literatura. No caso do MIX (mistura dos dois polímeros) utilizado, os dados inseridos no programa foram estimados a partir de uma média dos demais.

Uma vez concluída a simulação, os resultados são apresentados em forma de tabelas e gráficos. O WinTXS fornece estimativa dos principais parâmetros de mistura, da distribuição de tempo de residência na extrusora (modelos diferentes), valores de eficiência energética e os perfis axiais de pressão, temperatura, entre outros resultados, para cada condição de processo e geometria de rosca utilizado.

4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 - Sensibilidade de Resposta do Dispositivo Óptico Desenvolvido para medidas de DTR em tempo real

A sensibilidade de resposta do dispositivo óptico desenvolvido para este trabalho foi avaliada através de três procedimentos: i) teste e avaliação com diferentes tipos de traçadores; ii) linearidade entre o sinal obtido no dispositivo e a concentração de traçador e iii) a reprodutibilidade das medidas de DTR. Para os três procedimentos foi utilizado o polipropileno H103 como polímero de fluxo.

4.1.1 - Curvas de DTR Obtidas com Diferentes Traçadores

Na Figura 47 estão apresentadas as curvas de distribuição de tempos de residência (DTR) na forma suavizada (*smoothing*) e sobrepostas, em milivolts (mV) em função do tempo (t), obtidas com o sistema óptico desenvolvido e utilizando traçadores à base de concentrados com diferentes pigmentos nas cores: amarela, azul, branco, laranja, preto e com traçador polimérico a base de poliestireno (PS).

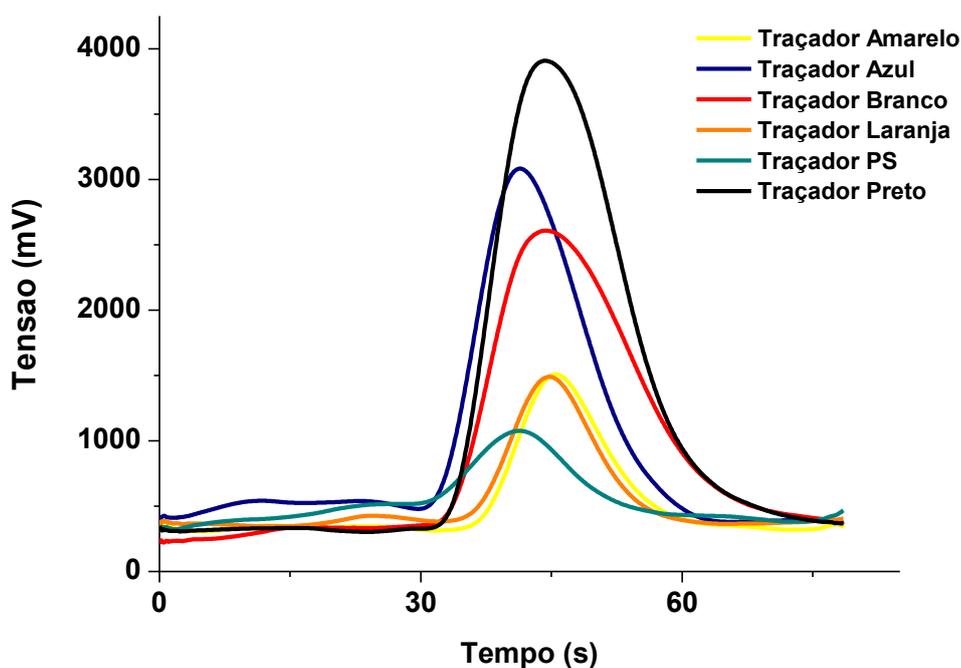


Figura 47 – Curvas de DTR dos traçadores suavizadas e sobrepostas.

É possível observar na Figura 47 que ocorreu variação da intensidade do sinal medido em mV e deslocamento das curvas na escala de tempo para cada tipo de traçador utilizado. Para a variação na intensidade de sinal, os pigmentos azul, branco e preto foram os que apresentaram maiores valores e o amarelo e o laranja, menores, porém com valores aproximados. A variação na resposta dos traçadores a base de pigmentos, pode estar relacionada à concentração, tamanho médio e distribuição de tamanhos de partículas de cada pigmento. Portanto, pode-se inferir que a variação na intensidade do sinal dá indícios que o poder de “cobertura” do pigmento influencia diretamente na passagem de luz através do polímero de fluxo até atingir a célula fotoelétrica.

O traçador polimérico a base de PS, foi o que apresentou a menor intensidade entre todos, provavelmente devido aos seguintes fatores: 1) o PS no estado fundido pode ter o índice de refração próximo ou na mesma ordem de grandeza do PP H103 utilizado como polímero de fluxo; 2) o PS pode apresentar tamanho médio de partículas dispersas no fluxo de PP próximo ou inferior ao comprimento de onda da luz visível, facilitando a passagem da luz até o detector; ou 3) limitações do detector LDR.

Já para o deslocamento no tempo das curvas de DTR, provavelmente pode estar relacionado às variações que ocorreram durante a introdução do traçador no funil de alimentação da extrusora que é feita manualmente ou à variação na quantidade utilizada de traçador. De forma geral verifica-se que todas as curvas apresentaram o comportamento assimétrico de uma curva típica de DTR, o que indica que as medidas realizadas com o dispositivo ótico, considerando as variações na intensidade e deslocamento no tempo, independem do tipo de traçador utilizado.

Além do mais, pode-se ressaltar que a princípio o sistema ótico foi capaz de detectar as curvas de DTR com um elevado número de pontos para todos os tipos de traçadores (com diferentes cores e tipos de pigmentos) e do tipo polimérico (PS). Este mesmo comportamento foi observado por Mélo (2002 (b)). Para evitar problemas com baixa intensidade na captação do sinal pelo detector LDR ou problemas de saturação do mesmo, convenientemente optou-se pela utilização de um traçador que oferecesse uma resposta intermediária; conforme os resultados apresentados foi escolhido o traçador amarelo.

4.1.2 - Curvas de DTR Variando a Concentração do Traçador (Linearidade)

A linearidade entre o sinal obtido no dispositivo ótico e a concentração de traçador foi realizada com o intuito de se verificar a influência do peso do traçador na resposta das curvas de distribuição de tempo de residência (DTR). Na Figura 48 são apresentadas as curvas de DTR com o peso do traçador variando de 0,05 até 0,30g em massa. As concentrações escolhidas obedeceram a critérios experimentais de quantidade e volume máximo e mínimo de traçador que poderia ser adicionado de uma única vez na alimentação da extrusora.

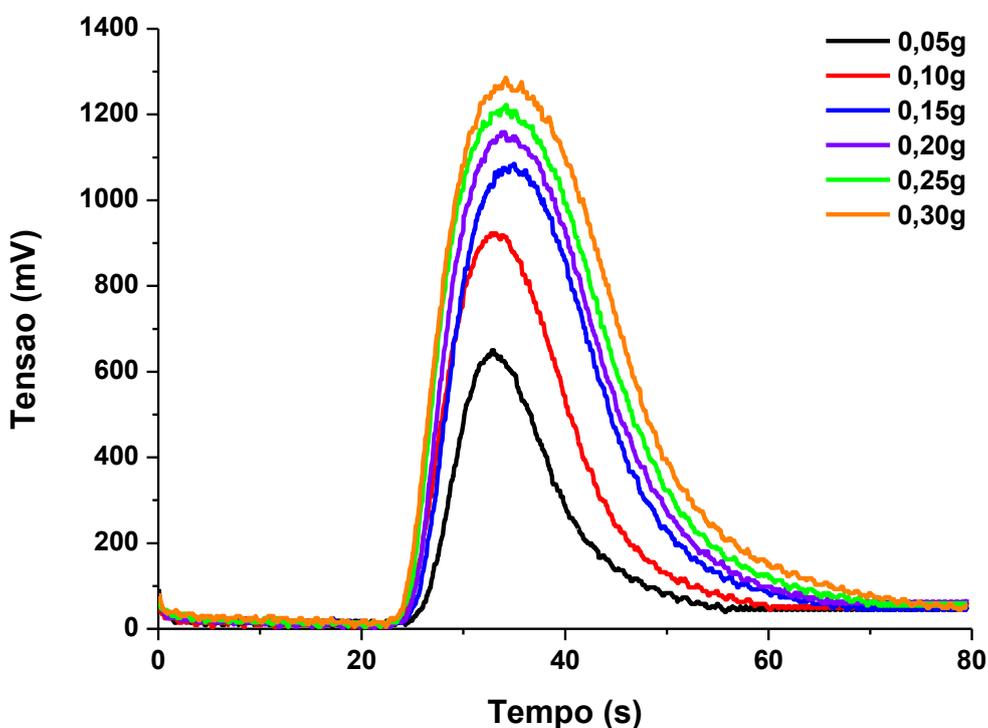


Figura 48 – Curvas de DTR variando-se o peso em massa (g) de traçador.

É possível observar na Figura 48 a relação direta entre a intensidade do sinal obtido e o peso em gramas de traçador. O aumento do peso de traçador para uma mesma condição de operação tendeu a deslocar a curva de DTR para valores maiores de intensidade. Provavelmente o aumento na resposta do sinal está relacionado ao aumento da concentração de partículas de pigmento que promovem espalhamento da luz impedindo de atingir o detector LDR. Já para os parâmetros

temporais da curva DTR, o tempo de residência inicial (t_i) e o médio (t_n) mantêm-se os mesmos.

Estes resultados possibilitaram a escolha adequada da quantidade padrão de traçador a ser utilizada nos experimentos. Para evitar problemas com baixa intensidade de sinal captado ou saturação do mesmo, optou-se por uma quantidade intermediária de 0,15g para todos os demais ensaios de DTR realizados no trabalho.

A Figura 49 ilustra o gráfico das áreas sob a curva em função do peso de traçador calculado a partir das curvas da Figura 48. Observa-se que a relação de proporcionalidade entre a quantidade de traçador adicionado e a área sob a curva, tende a ser linear. O que mostra o bom grau de sensibilidade do detector à variação de peso e/ou concentração de traçador.

Esta linearidade na resposta do dispositivo ótico ($r^2=0,9619$), permite estabelecer os parâmetros que auxiliam na calibração do sistema nas medições de DTR. Resultados com esta mesma tendência de linearidade do sinal à concentração do traçador foram obtidos no trabalho de Mélo (2002 (a)) que utilizou sistema de medição similar.

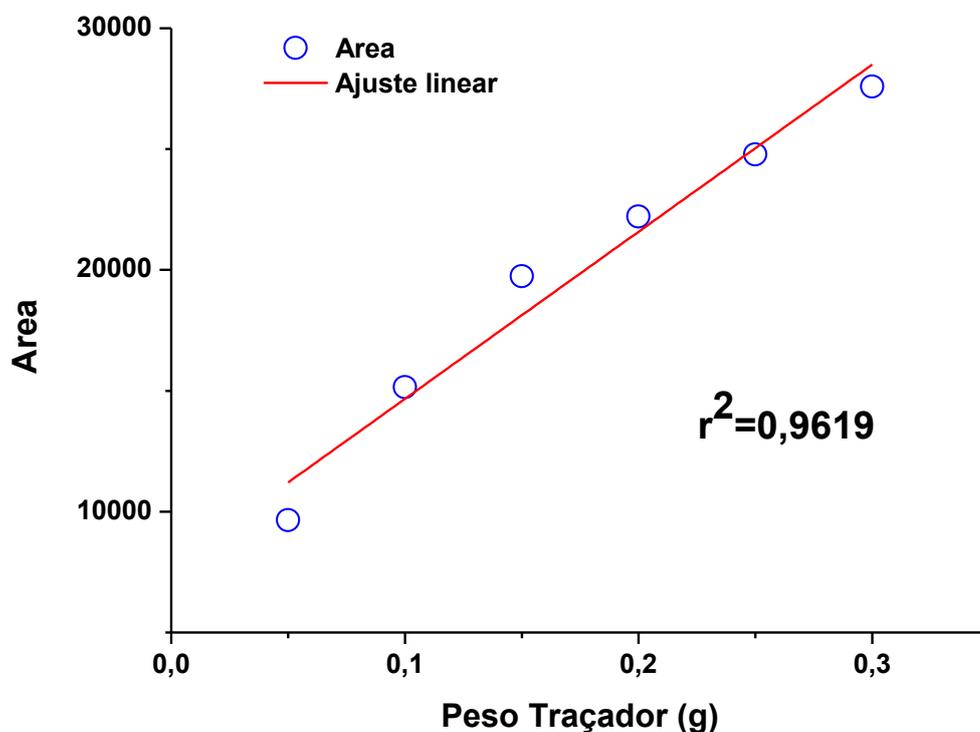


Figura 49 – Área sob a curva em função do peso do traçador.

4.1.3 – Reprodutibilidade das Medições das Curvas DTR

Para cada condição de operação estabelecida foram realizadas três repetições das medições de curva de DTR. Como exemplo, a Figura 50 apresenta as curvas de DTR medidas para uma das condições de operação (Condição 2) (Tabela 7). Para este exemplo, observa-se que as curvas praticamente se sobrepõem o que já evidencia uma boa reprodutibilidade nas medições, sugerindo que o sistema apresenta boa estabilidade na captação dos resultados.

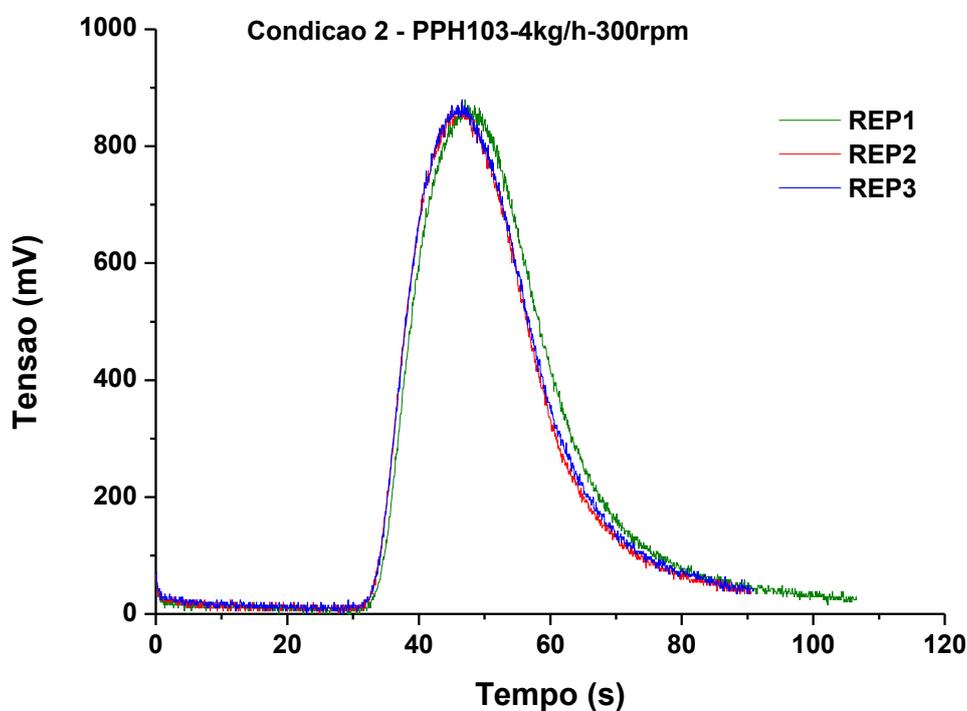


Figura 50 – Reprodutibilidade das medidas da condição 2.

A Tabela 8 apresenta os parâmetros temporais (tempo inicial- t_i e tempo de residência médio- t_n) e geométricos (variância- σ^2 e área sob a curva) obtidos nas três curvas da condição 2. Constata-se que houve uma pequena variação entre os valores e esta variação inferior a 3% para mais ou menos, considerando a média e o desvio padrão, isto torna aceitável a reprodutibilidade das medições experimentais de DTR. Este comportamento da reprodutibilidade das medidas de DTR se estendeu para todas as condições estabelecidas.

Tabela 8 - Parâmetros temporais e geométricos das curvas de DTR para a condição 2.

Repetição	t_i (s)	t_n (s)	σ^2	Área
1	33,3	47,0	733,8	21689
2	31,9	45,0	684,8	20211
3	32,1	46,6	688,4	20711
Média	32,5±0,8	46,2±1	702,3±27,0	20870±752

Estes resultados comprovam que o sistema óptico de detecção desenvolvido especificamente para o trabalho na extrusora ZSK-18, é capaz de realizar as medições das curvas de DTR com qualidade e precisão aceitáveis aos padrões científicos. Outros trabalhos que utilizaram sistema para medidas de DTR em tempo real e in-line em extrusoras com o mesmo princípio de detecção (Santos e Canevarolo, 1999; Mélo e Canevarolo, 1999) tiveram respostas aproximadas na validação do sistema. Trabalhos que utilizaram sistemas de medidas em tempo real e in-line com princípios de detecção diferentes (Bur e Gallant, 1991; Cassagnau, 1991; Sun e Jen, 2001; Kumar e Ganjyal, 2006; etc) também apresentam um padrão semelhante no comportamento e no processo de validação do sistema. As curvas de reprodutibilidade das demais condições e os dados dos parâmetros temporais e geométrico medidas neste trabalho encontram-se no APÊNDICE A.

4.1.4 - Caracterização térmica do traçador

Após a escolha do tipo de traçador para as medições da curvas de DTR, foi realizada a caracterização do mesmo por meio de análise termogravimétrica (TG) com o objetivo de avaliar a estabilidade térmica, pois o traçador é um concentrado de pigmento disperso em um veículo polimérico a base de poliolefinas. A Figura 51 apresenta a curva de TG para o traçador, medida da temperatura ambiente até 800°C.

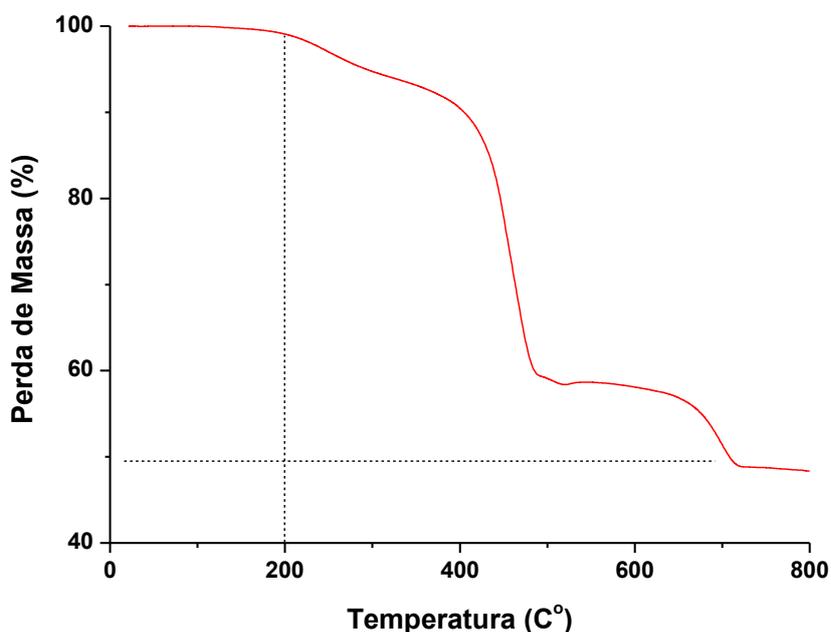


Figura 51 – Curva de TG para o traçador escolhido.

É possível observar que não houve perda de massa significativa até a temperatura de 200°C, o que demonstra que a estabilidade térmica do traçador é mantida na temperatura escolhida para as medidas de DTR no processo de extrusão. De 200 até 800°C, ocorreram perdas de massa em três eventos, entre 200 a 400°C aproximadamente em torno de 10%, entre 400 a 500°C de 30% e entre 650 e 700°C de 10%, totalizando 50%. Todas estas perdas devem está relacionadas ao polímero veículo, ao pigmento e provavelmente aos demais aditivos utilizados no concentrado. Ao final do processo de decomposição o material apresentou um resíduo aproximadamente de 50%.

A Figura 52 ilustra a curva de análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC) para o traçador. Observa-se um pico endotérmico em torno de 105°C referente à temperatura de fusão cristalina (T_m) do polímero veículo do traçador. Esta temperatura é característica do polietileno de baixa densidade (PEBD) que geralmente é uma das poliolefinas mais utilizadas como polímero veículo em concentrados de pigmentos. Na Figura 52, observa-se também que de 165 até 200°C ocorre um evento exotérmico, possivelmente referente à ocorrência de alguma reação química exotérmica de algum dos constituintes do traçador. Na análise anterior de TG foi observada uma discreta perda de massa neste intervalo de temperatura que pode está corroborando com o evento observado por DSC.

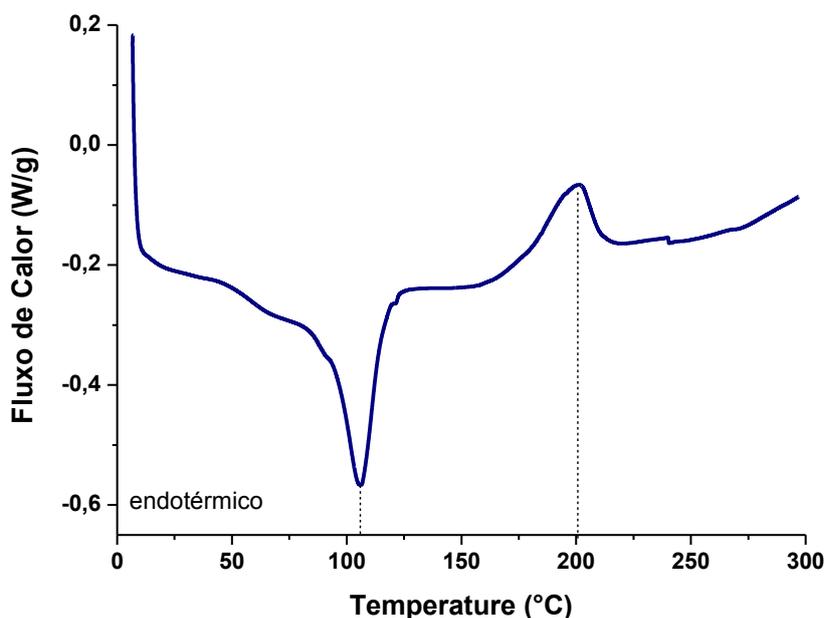
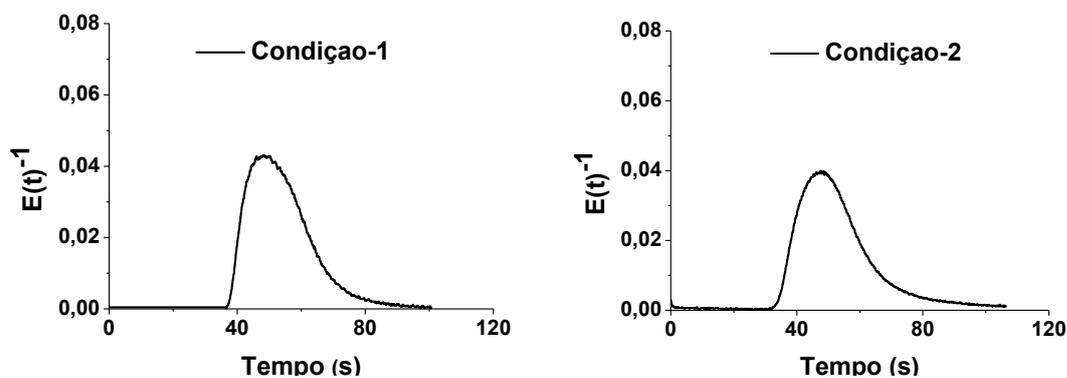
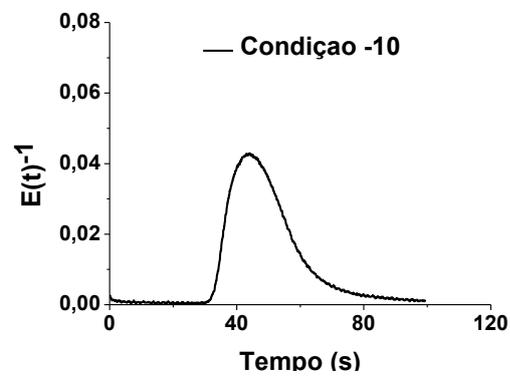
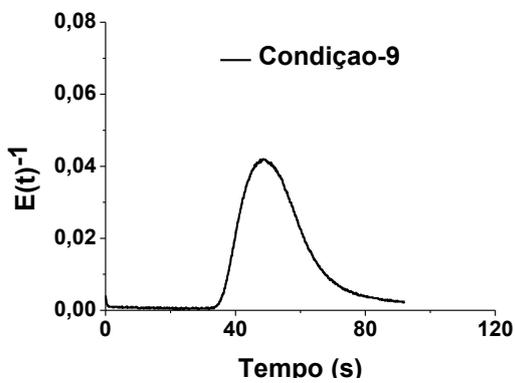
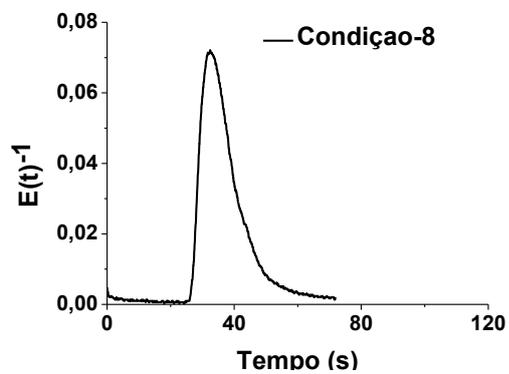
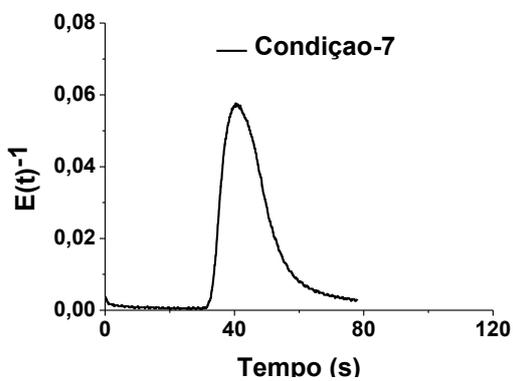
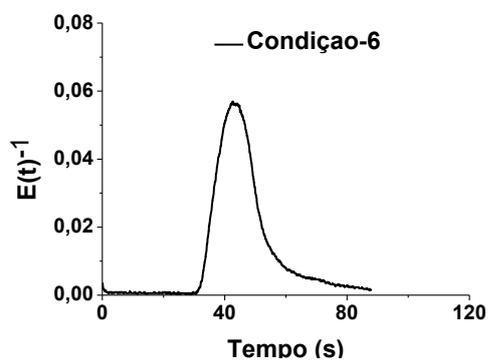
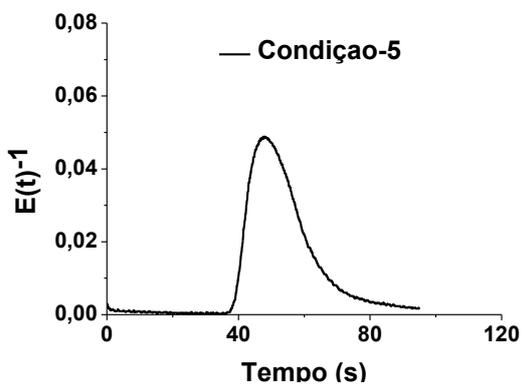
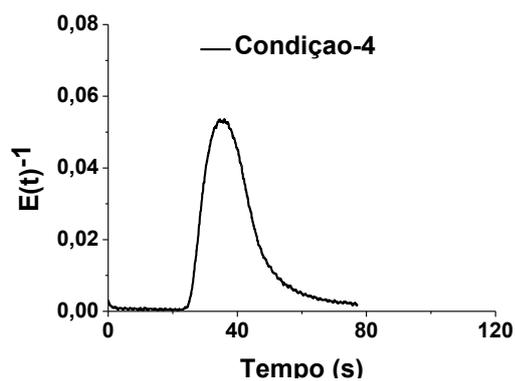
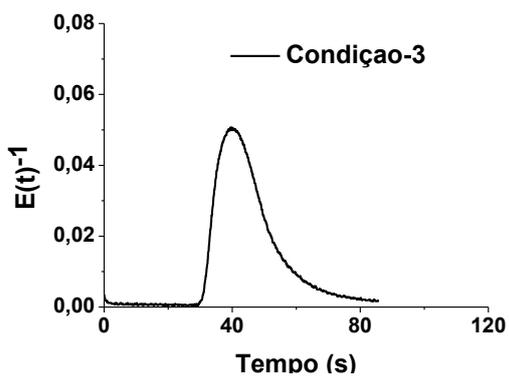


Figura 52 - Curva de DSC para o traçador escolhido.

4.2 - Curvas de DTR para Todas as Condições de Operação

Na Figura 53 estão apresentadas as curvas da função distribuição de tempos de residência $E(t)$ representativas para cada uma das onze condições de operação (ver Tabela 7). As curvas foram obtidas de acordo com a equação 6 e Figura 17, onde o valor de $C(t)$ na equação é substituído por milivolts ($mV(t)$). Com a aplicação da função $E(t)$, equação 6, os valores das intensidades foram mais aproximados uma vez que é feita a relação entre a variação da concentração de traçador no tempo pela área sob curva de DTR.





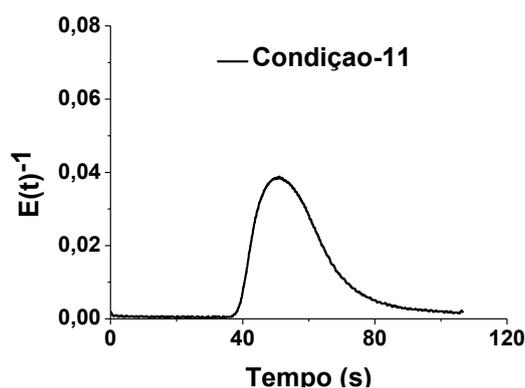
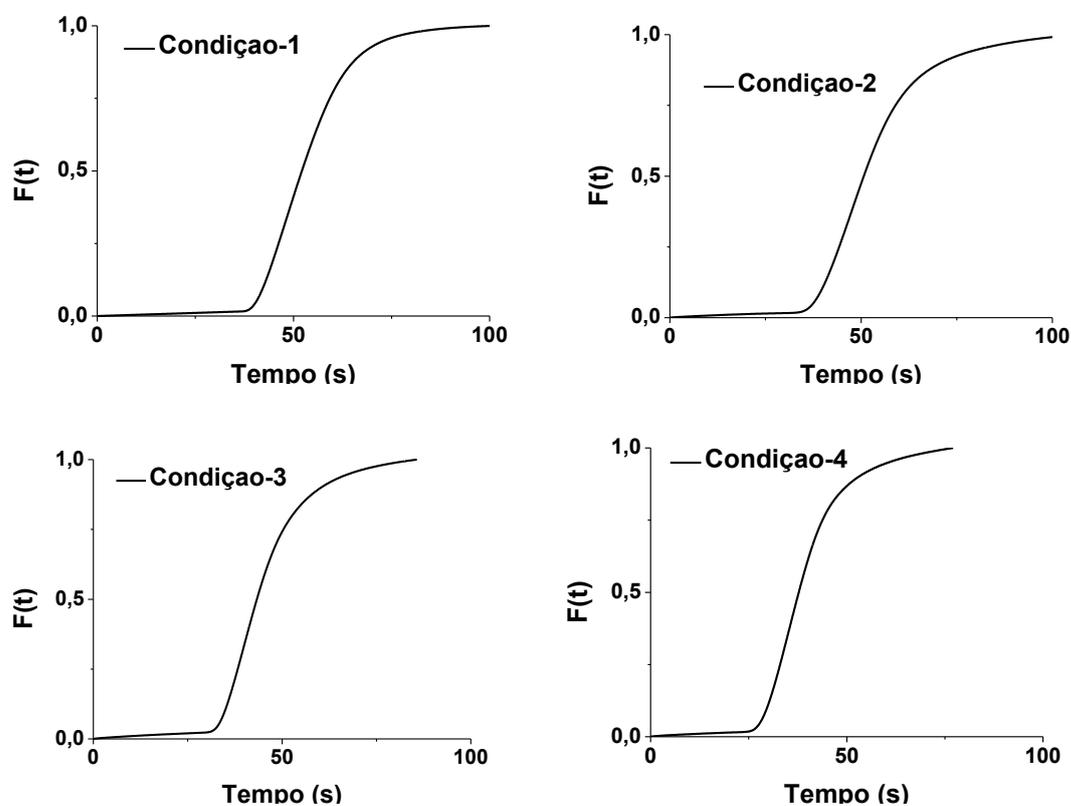


Figura 53 – Curvas DTR para as onze condições de operação estabelecidas.

Apesar das mudanças das variáveis operacionais, observa-se que todas as curvas $E(t)$ apresentaram comportamento e assimetria características de uma curva típica de DTR. As variações observadas nas curvas estão dentro das expectativas para cada condição estabelecida.

Em seguida, na Figura 54 são apresentadas as curvas acumulativas $F(t)$ das onze condições estabelecidas de acordo com a equação 8 e Figura 18.



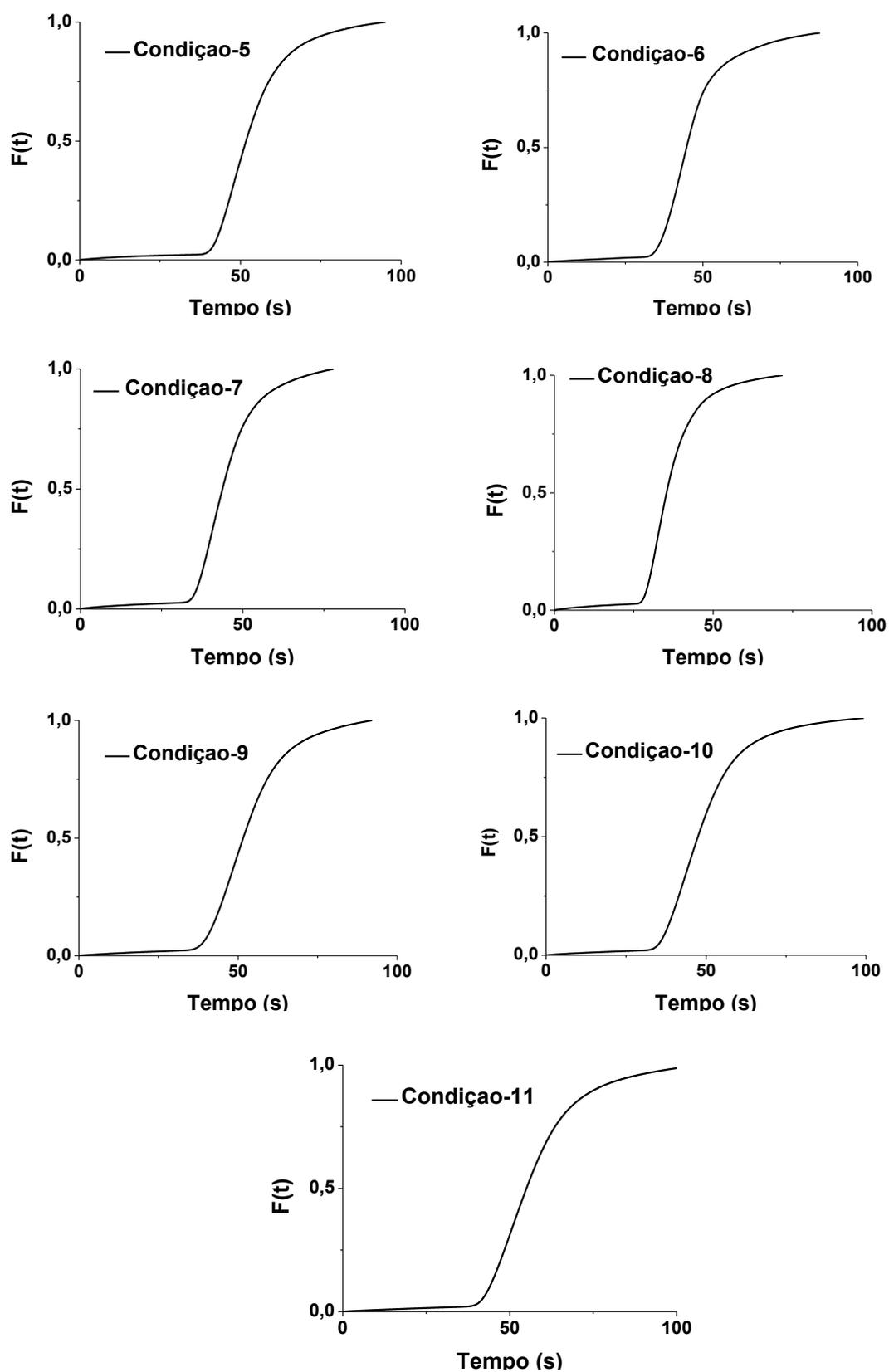


Figura 54 – Curvas acumulativas para as condições de operação estabelecidas.

As curvas acumulativas $F(t)$, calculadas pela equação 8, apresentam inclinação suave o que condiz com a dispersão axial do traçador dentro da máquina para as características das condições operacionais estabelecidas. No caso de não haver dispersão axial a inclinação seria zero, o que significaria que todas as “partículas” do traçador teriam o mesmo tempo de residência durante a operação da máquina (Levenspiel, 2000). Através das curvas acumulativas é possível estimar em porcentagem a quantidade de traçador que passou pelo sistema em função do tempo.

Na Tabela 9 são apresentados os dados dos parâmetros temporais (tempo de residência inicial (t_i) e o tempo de residência médio (t_n), calculado de acordo com a equação 9 e dos parâmetros geométricos (variância (σ^2) calculada de acordo com a equação 11, e os valores da área sob a curva) das curvas de $E(t)$ para as onze condições estabelecidas.

Tabela 9 - Parâmetros das curvas de DTR para as condições de operação.

Condição	t_i (s)	t_n (s)	σ^2	Área
1 ^a	35,50±1,2	46,6±1,5	824,4±21,9	20359±496
2 ^a	32,4±0,8	46,2±1,1	702,3±27,3	20870±752
3 ^a	31,1±1,2	41,0±1,4	591,8±25,0	20358±851
4 ^a	24,4±0,1	33,6±1,7	466,4±32,2	18492±1691
5 ^a	37,0±0,4	46,8±0,9	689,2±56,6	20922±460
6 ^a	29,9±2,2	39,8±3,2	555,3±81,9	16889±643
7 ^a	32,9±1,6	40,9±0,8	543,5±51,0	16510±865
8 ^a	25,0±1,0	31,9±0,4	418,9±17,5	14614±397
9 ^a	35,9±1,0	48,0±0,5	727,5±22,9	19148±1397
10 ^a	32,5±1,0	44,0±0,7	745,9±66,6	22132±2018
11 ^a	37,3±0,7	53,2±3,5	767,7±74,6	29220±1145

Observa-se que o valor de tempo inicial (t_i) variou entre o valor mínimo de 24,4s e o máximo de 37,3s; já para o valor do tempo médio (t_n) a variação foi de 31,9s a 53,2s. Estes valores são fortemente dependentes do tempo exato que é introduzido o traçador na extrusora, como esta operação foi feita manualmente e as diferenças para as repetições de uma mesma condição, considerando o valor médio e o desvio padrão, foi inferior a 3% em algumas condições e superiores em outras, pode-se considerar que os efeitos dos procedimentos utilizados na medição foram mínimos. Para a variância (σ^2) o desvio entre as condições foi menor, apesar do termo quadrático dentro da somatória da equação 9 ser mais sensível as pequenas variações, ou diferenças numéricas na escala de tempo. Como a área sob a curva está relacionada com a intensidade do sinal, desta forma, as variações apresentadas entre as condições estabelecidas estão de acordo com as respostas obtidas no sistema.

Também foram calculadas as curvas de DTR normalizadas ($E(\theta)$) para todas as condições de operação, como exemplo é apresentada a curva normalizada para a condição 1 (Figura 55) as demais curvas se encontram no APÊNDICE B.

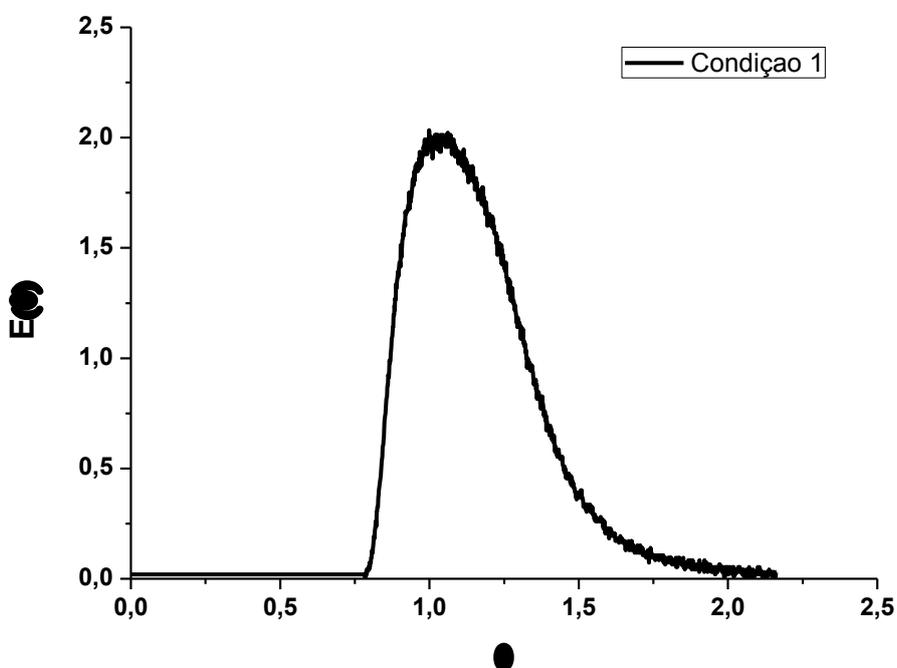


Figura 55 – Curvas Normalizada da DTR da condição 1 de operação.

Apesar de ser muito útil na comparação entre sistemas diferentes e até mesmo servir como critério de avaliação com outros resultados estabelecidos na

literatura, as curvas normalizadas de DTR não apresentam detalhes mais consistentes das características do fluxo do processo (Levenspiel, 2000).

4.3 - Influência das Variáveis de Processamento Sobre as Curvas de DTR

4.3.1- Influência da Velocidade da Rosca e da Taxa de Alimentação Sobre as Curvas de DTR

Na Figura 56 são apresentadas as curvas de DTR para avaliação do efeito da velocidade da rosca (mesmo polímero de fluxo e taxa de alimentação), conforme estabelecido na Tabela 7.

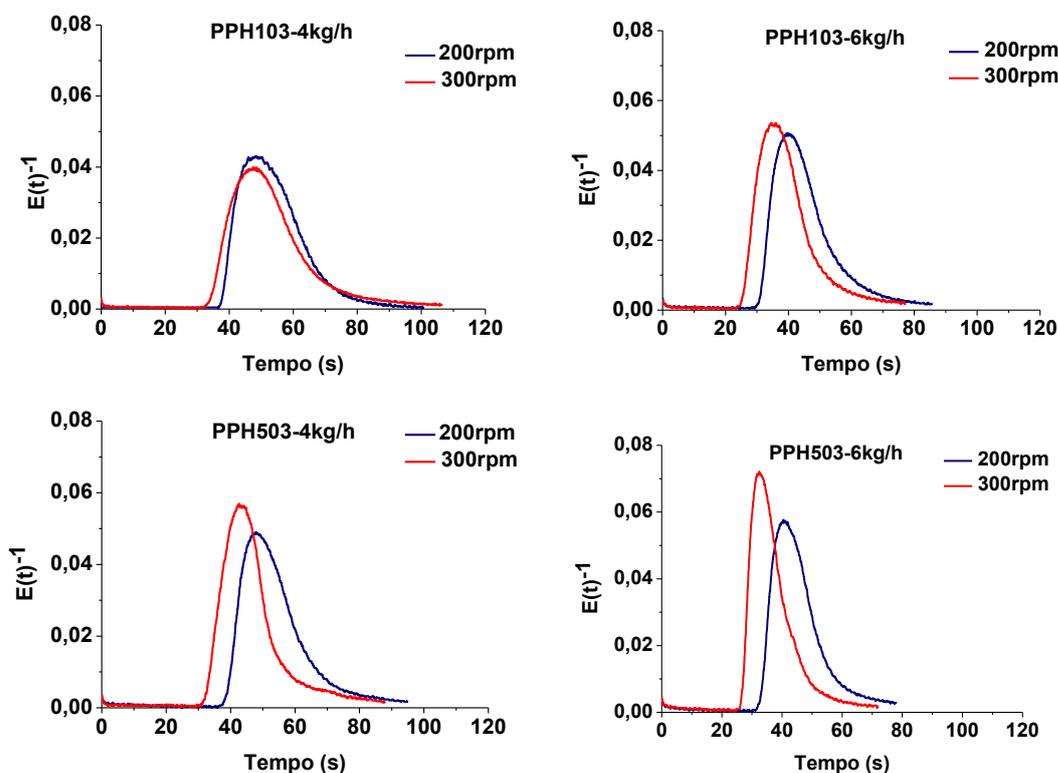


Figura 56 – Avaliação do efeito da velocidade da rosca nas curvas de DTR.

Conforme pode ser observado, o aumento na velocidade de rotação da rosca desloca as curvas de DTR para tempos menores (t_i e t_n), como também, tendem a estreitar as curvas, o que significa uma diminuição da dispersão axial do material (menor σ^2) ao longo do comprimento do equipamento. Como deve ser esperado um valor intermediário para os valores de velocidades deve proporcionar também um

efeito intermediário neste deslocamento. A Figura 57 apresenta uma curva de avaliação do efeito da velocidade da rosca com valor intermediário.

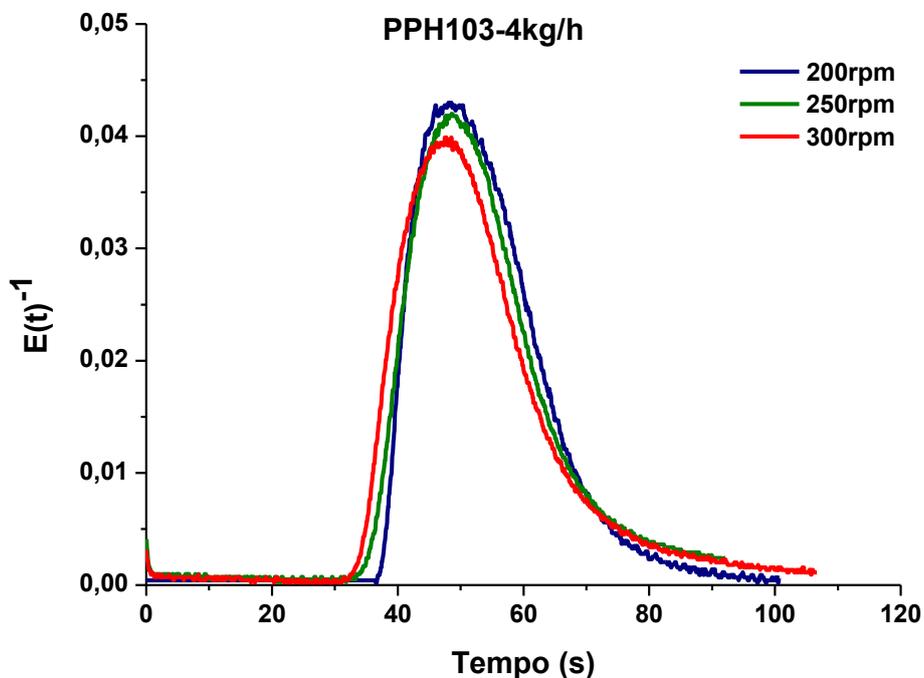
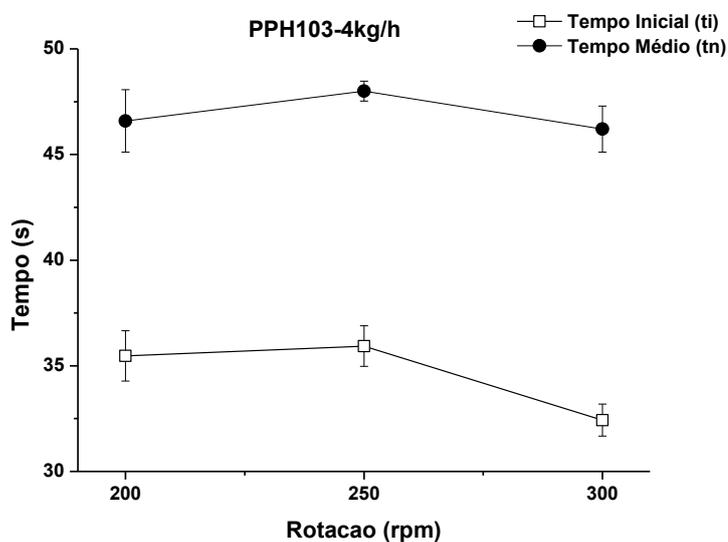
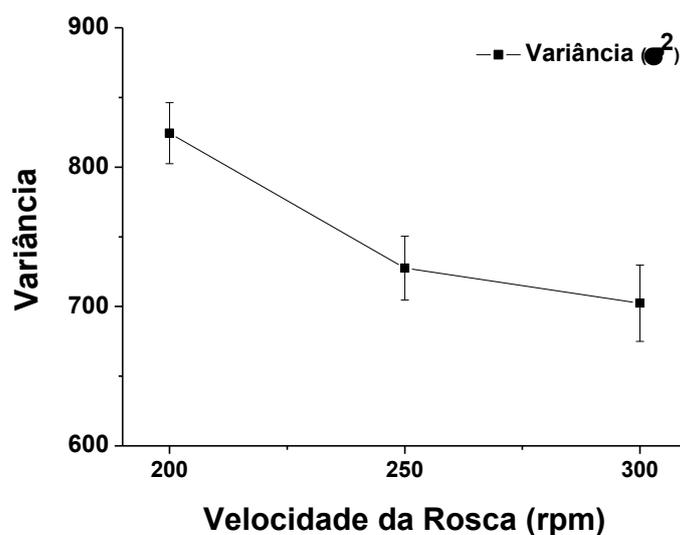


Figura 57 – Avaliação do efeito da velocidade da rosca nas curvas DTR (valor intermediário).

O efeito da velocidade de rotação sobre a curva de DTR fica evidenciada com a comparação dos valores dos parâmetros temporais (t_i e t_n) e geométrico (σ^2) das curvas com valor intermediário (Figura 58).



(a)



(b)

Figura 58 – Efeito da velocidade da rosca sobre os parâmetros temporais (a) efeito da velocidade da rosca sobre a dispersão axial (b).

A Figura 59 apresenta as curvas de DTR para avaliação do efeito da taxa de alimentação (mesmas condições de viscosidade e velocidade de rotação da rosca), conforme estabelecido na Tabela 7.

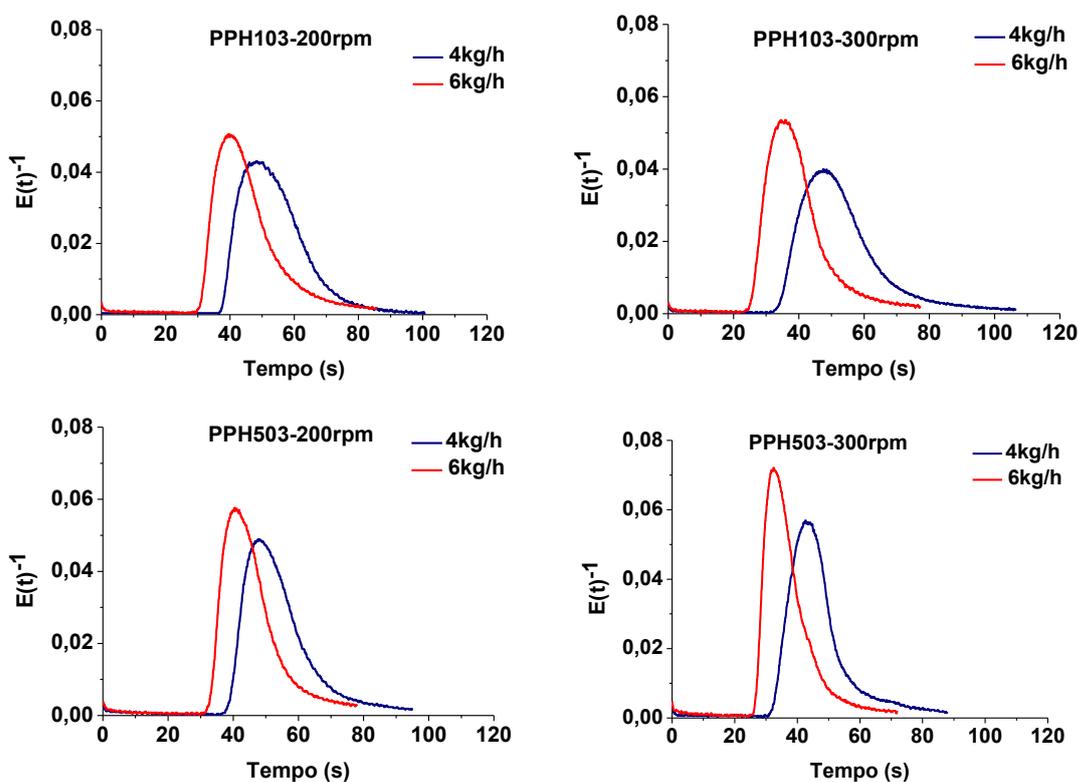


Figura 59 – Avaliação do efeito da taxa de alimentação nas curvas de DTR.

Conforme pode ser verificado, da mesma maneira que ocorre com o aumento da velocidade da rosca, o aumento na taxa de alimentação desloca as curvas de DTR para tempos menores (t_i e t_n) e leva a um “estreitamento” das curvas, sendo que para este caso observa-se um efeito mais acentuado do que a velocidade de rosca. Este efeito fica ainda mais evidente quando se observa um valor intermediário para a taxa de alimentação. A Figura 60 apresenta uma curva de avaliação do efeito da taxa de alimentação com valor intermediário.

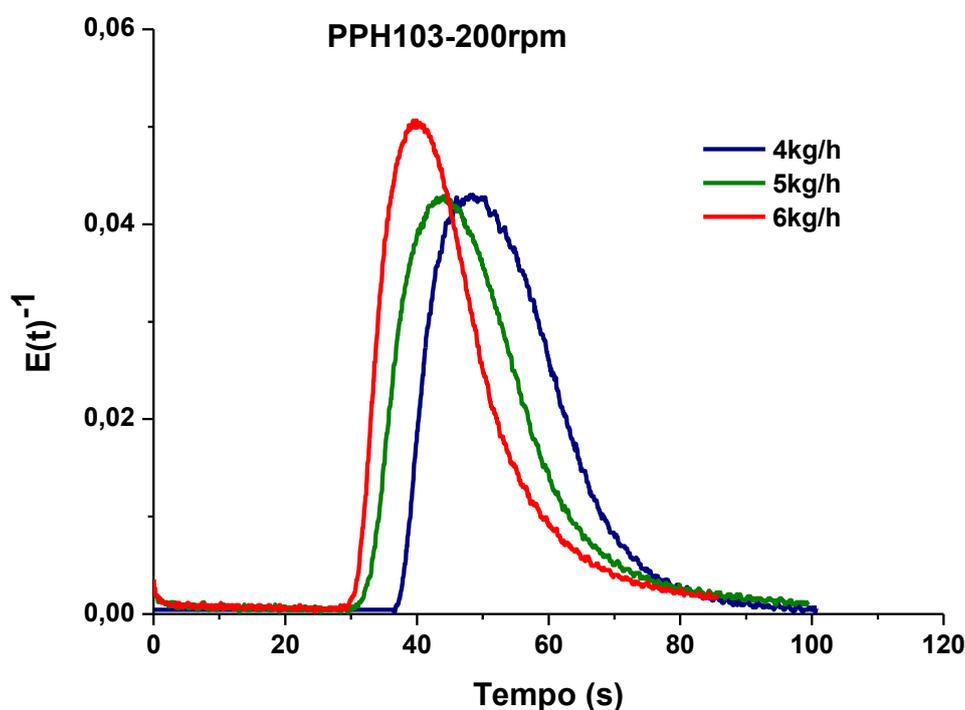
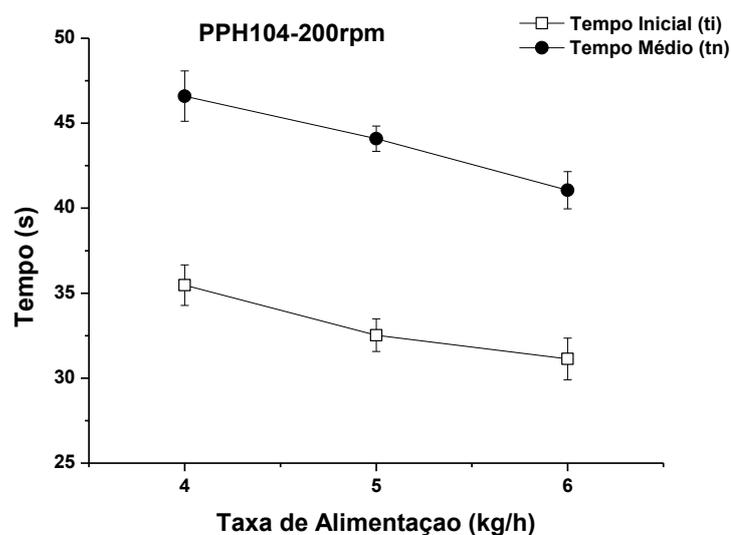
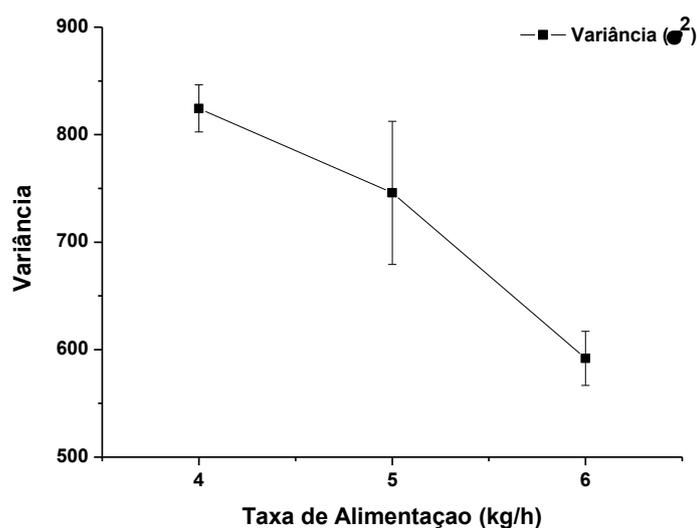


Figura 60 – Avaliação do efeito da taxa de alimentação nas curvas DTR (valor intermediário).

Quando se avalia as alterações nos valores dos parâmetros temporais (t_i e t_n) e geométrico (σ^2) das curvas com valor intermediário fica claro que a taxa de alimentação interfere de maneira mais expressiva nas curvas DTR do que a velocidade de rotação da rosca (Figura 61).



(a)



(b)

Figura 61 – Efeito da taxa de alimentação sobre os parâmetros temporais (a) efeito da taxa de alimentação sobre a dispersão axial (b).

Nestas condições de operação as roscas da máquina de extrusão não trabalharam completamente preenchidas (“starved”) em todas as seções, desta forma, a vazão de trabalho do equipamento é diretamente dependente da taxa de alimentação. Assim, pode-se considerar tanto a taxa de alimentação como a velocidade da rosca como variáveis operacionais independentes.

De acordo com a equação 10 do item 2.3.1, para o tempo de residência médio, tem-se:

$$t_n = \frac{V \cdot \Phi}{Q} = \frac{V_p}{Q}$$

Onde, V é o volume entre a rosca e o barril (ou volume livre), Φ é o fator de enchimento, V_p é o volume preenchido e Q é a taxa de alimentação. Esta mesma equação pode ser representada da seguinte forma (Kim e White, 1994):

$$t_n = \frac{L_c A + \Phi(L - L_c)A}{Q} \quad (49)$$

Sendo L o comprimento da zona de extrusão, L_c o comprimento das seções cheias e A é área da seção transversal da região completamente cheia.

Como ressaltado anteriormente, as roscas apresentam seções parcialmente e completamente cheias com o material (Zhu e Jaluria, 2001). A partir da relação estabelecida na equação 10, quando Q aumenta a uma velocidade de rosca constante o valor de V_p também aumenta na mesma proporção. Porém, nas seções cheias o volume, que pode ser representado por $V_c = L_c \cdot A = t_n \cdot Q$, onde $\Phi = 1$, muda de acordo com a variação de Q , assim nesta seção o tempo de residência médio (t_n) é mantido praticamente o mesmo. Enquanto o comprimento da seção cheia aumenta, o da parcialmente cheia diminui ($L_p = L - L_c$), isto é melhor compreendido pela análise da segunda equação. Como a velocidade de rosca é mantida constante, a velocidade axial do material na seção parcialmente cheia não muda, apenas diminui o comprimento da seção. Desta forma o t_n decresce nesta seção e contribui para a redução no tempo de residência total da máquina, ou seja, é o somatório deste efeito ao longo de todo o comprimento da rosca que diminui expressivamente o valor de t_n .

Já quando se mantém a taxa de alimentação (Q) constante e aumenta-se a velocidade de rosca, ocorre um comportamento inverso; o comprimento da seção cheia diminui e o da seção parcialmente cheia aumenta, mas como o material é conduzido mais rápido em direção a saída, o que reduz o tempo de permanência do material (t_n); levando a uma alteração moderada dos parâmetros temporais das curvas de DTR.

Como a dispersão axial (variância) está diretamente relacionada com as alterações nas escalas de tempo, as alterações mais expressivas de t_i e t_n para as mudanças na taxa de alimentação também são observadas através do estreitamento das curvas. Isto deixa evidente que as curvas de DTR são mais sensíveis as mudanças na taxa de alimentação do que na velocidade de rotação da rosca.

Resumindo, pode-se dizer que V_p é mais afetado pela alteração da taxa de alimentação (Q) do que com a velocidade de rosca. O V_p total e Φ podem ser estimado pela equação acima, conhecendo-se os valores de t_n e V (Shon et al, 1999).

Diversos trabalhos consultados na literatura (Potente e Ansahl, 1990; Kim e White, 1994; Gendron et al, 1996; Puaux et al, 2000; Poulesquen et al, 2001; Dennis et al, 2001; Poulesquen e Vergnes, 2003 (b); dentre outros) também evidenciaram o mesmo comportamento quanto a resposta dos efeitos da taxa de alimentação e da velocidade da rosca sobre as curvas de DTR. Os trabalhos de Santos e Canevarolo (1999) e Mélo (2002 (a, b e c)), que utilizaram dispositivo óptico similar de detecção de curvas DTR em extrusora dupla-rosca, também observaram resultados semelhantes, quanto a estas respostas.

Entender os resultados da influência dos parâmetros de operação sobre o comportamento da DTR é importante nos processos onde as variáveis temporais são significantes como nos que ocorrem reações químicas, misturas, etc. Estes resultados também podem ajudar a quantificar o processo de extrusão, como também podem ser usados para ajustar as condições de processamento, além de auxiliar no projeto do perfil da rosca para mistura e operações de extrusão reativa.

4.3.2 - Influência do Índice de Fluidéz nas Curvas de DTR

Antes de avaliar a influência do índice de fluidéz (I.F) nas curvas de DTR foi feita uma caracterização reológica dos polímeros de fluxo PPH103 e PPH503 e de sua mistura (MIX), cujo objetivo foi de observar o comportamento da viscosidade aparente (η_a) em função de uma ampla faixa de taxas de cisalhamento, incluindo taxas desenvolvidas no processo de extrusão, de modo a correlacionar com o comportamento das curvas de DTR sob várias condições de processo.

As curvas de viscosidade aparente (η_a) em função da taxa de cisalhamento para os dois polipropilenos utilizados estão apresentadas na Figura 62.

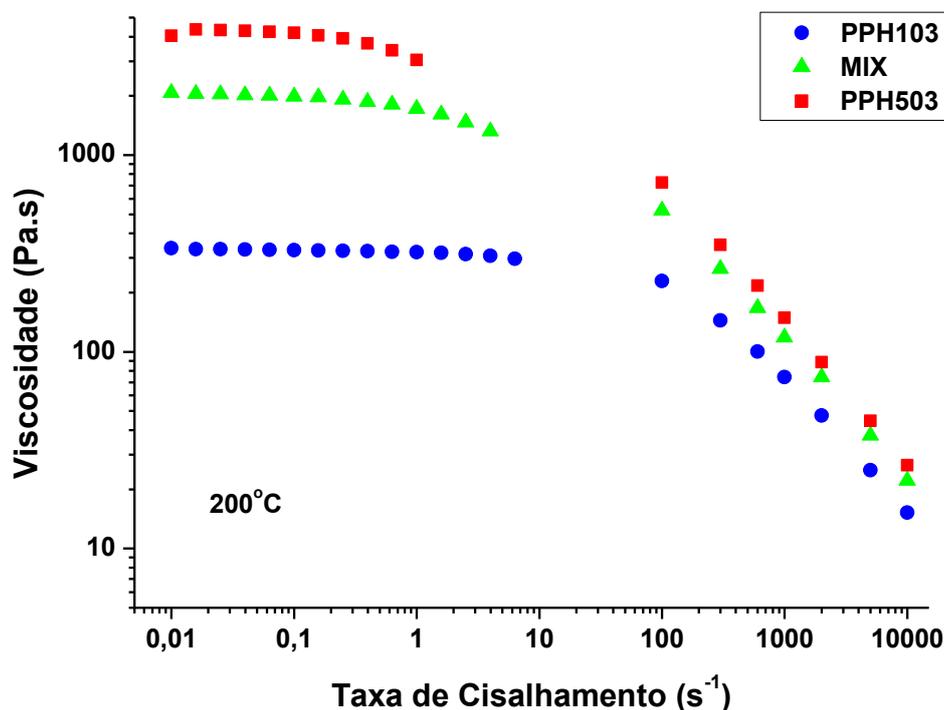


Figura 62 – Curvas de viscosidade aparente para os dois polímeros de fluxo e o MIX.

Conforme observado nas curvas reológicas obtidas em baixas taxas de cisalhamento, a viscosidade aparente dos dois polímeros H103 e H503 e do MIX (mistura de 50% em peso dos dois polímeros) apresentaram valores médio de viscosidade no platô newtoniano (η_0) de aproximadamente 350, 2000 e 4000 Pa.s no intervalo de 0,01 a 0,1 s⁻¹. Estes valores estão de acordo com os índices de fluidez (I.F em g/10min) dos dois polímeros que são de 40 para o PPH103 e 3,5 para o PPH503. Embora o I.F. do MIX não foi medido, a viscosidade aparente no platô newtoniano apresentou valor intermediário, o que sugere que o I.F do MIX apresentará a mesma tendência da viscosidade. Com o aumento da taxa de cisalhamento, a viscosidade aparente dos polipropilenos e do MIX diminuiu caracterizando o comportamento pseudoplástico com a mesma tendência. As viscosidades se aproximaram em taxas mais elevadas, onde o efeito da dissipação viscosa é provavelmente mais intenso, ou seja, há maior transformação de energia mecânica dissipada na forma de calor em velocidades maiores de processo. Este comportamento reológico destes materiais é importante para o entendimento dos aspectos das curvas de DTR dos dois polipropilenos e do MIX, principalmente por não ocorrer cruzamento entre as curvas em toda a faixa de cisalhamento estudada,

o que sugere que o polímero com maior IF (PPH503) vai apresentar viscosidade superior em todo o espectro de cisalhamento desenvolvido durante o processamento por extrusão. Neste caso, considerando a mesma temperatura e a mesma faixa de taxas de cisalhamento para os dois polímeros e o MIX, avaliados por reometria neste trabalho. Segundo a literatura (Tadmor e Gogos, 2006) as taxas de cisalhamento desenvolvidas nos processos de extrusão estão entre 100 e 1000 s^{-1} .

A Figura 63 apresenta as curvas de DTR para avaliação do efeito do índice de fluidez e, por conseguinte da viscosidade aparente sob as mesmas condições de taxa de alimentação, temperatura, configuração de rosca e velocidade de rotação da rosca, conforme estabelecido na metodologia e na Tabela 7.

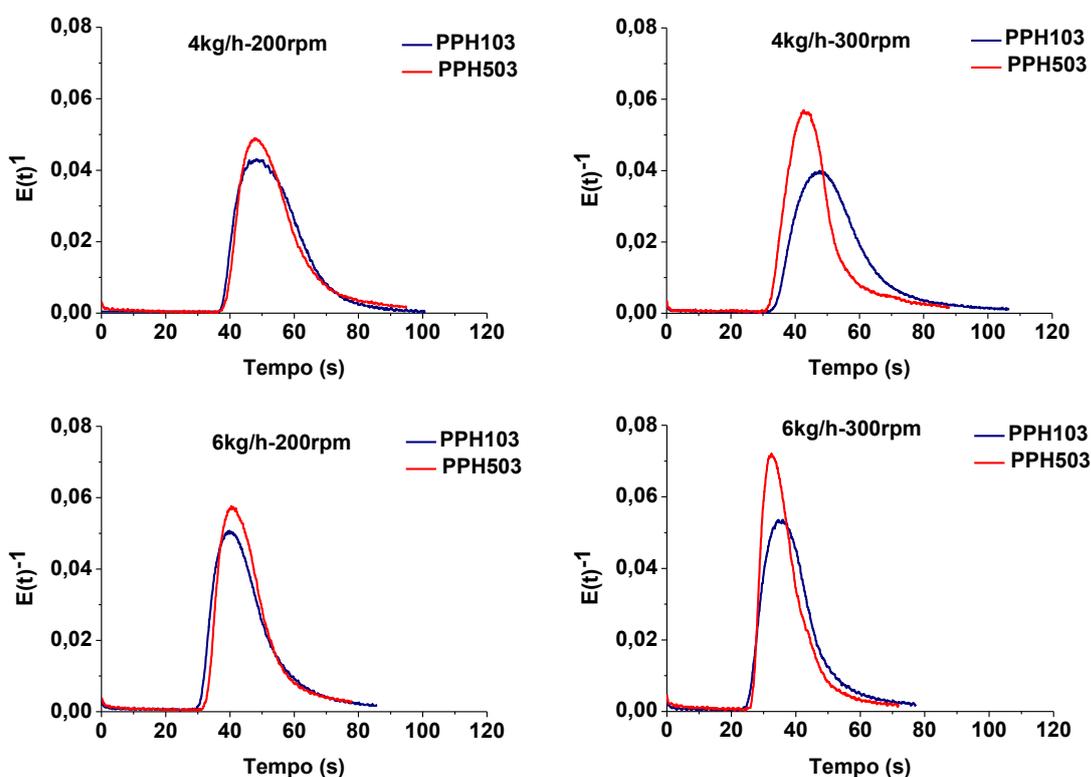


Figura 63 – Avaliação do efeito da viscosidade nas curvas de DTR.

Conforme observado na Figura 63, variações no índice de fluidez ou da viscosidade aparente do material de fluxo não alteraram expressivamente os valores de tempo de residência inicial e médio das curvas de DTR, porém alterações perceptíveis são observadas na dispersão axial, sendo as curvas mais estreitas para o polímero PP H503 de maior viscosidade e menor índice de fluidez. Na Figura 64

são apresentados os valores para os parâmetros temporais e variância para a condição 1(Tabela 9).

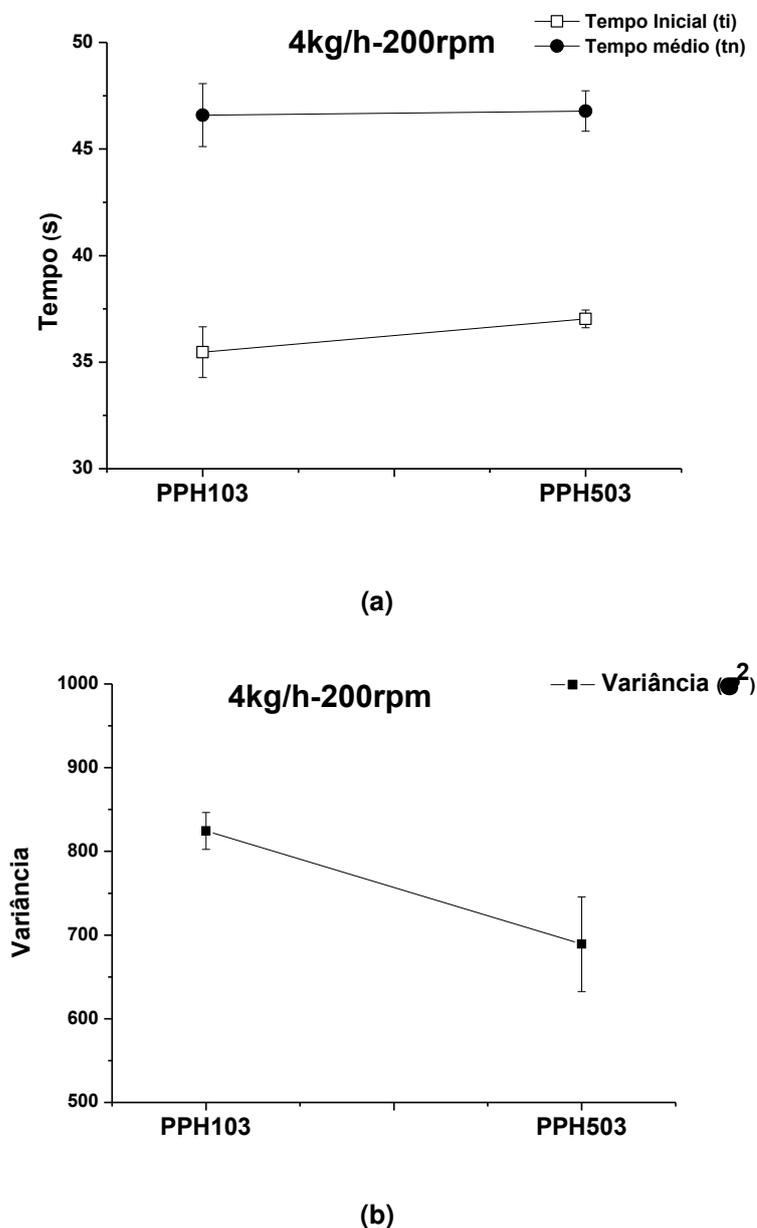


Figura 64 – Efeito da viscosidade sobre os parâmetros temporais (a) e sobre a dispersão axial (b).

As mudanças na viscosidade provavelmente não alteraram significativamente as relações de preenchimento das seções ao longo da rosca indicando que não houve interferência nos parâmetros temporais. Já o efeito da viscosidade na dispersão axial pode estar associado a uma relação complexa entre as características estruturais do material, como peso molecular médio e distribuição de peso molecular, com o comportamento viscoelástico em campos de deformação sob

cisalhamento e elongacional presentes no equipamento, além de características de adesão nas superfícies do mesmo.

Esta ligação entre a dispersão axial e o comportamento reológico dos materiais fica mais evidente quando se utiliza um MIX (mistura dos dois materiais com proporções iguais) para comparar os efeitos da viscosidade (Figura 65).

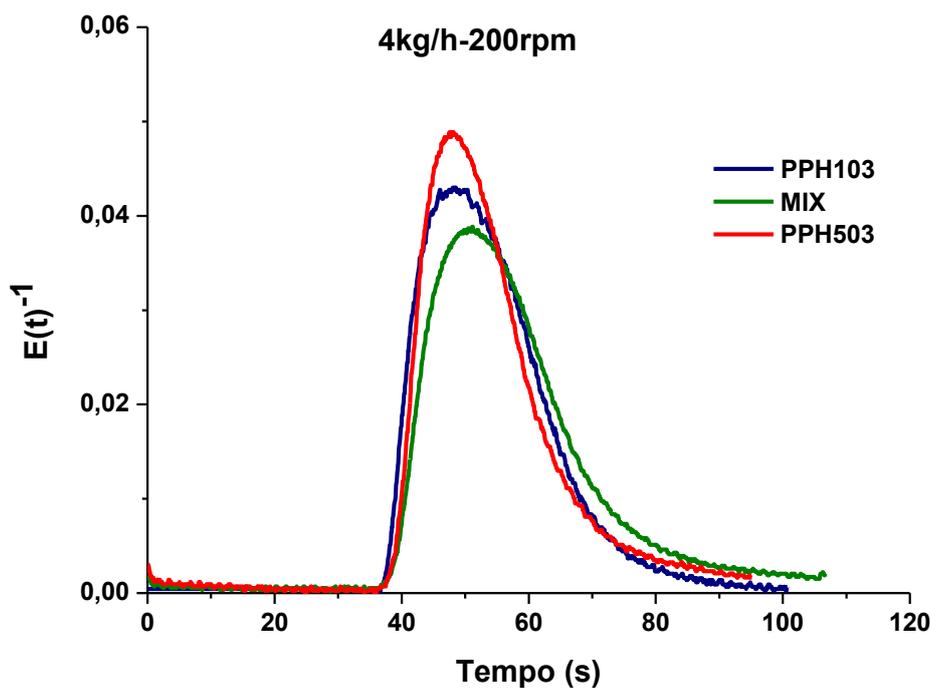


Figura 65 – Avaliação do efeito da viscosidade nas curvas DTR (MIX).

Observa-se que os parâmetros temporais (t_i e t_n) não apresentaram alterações, porém a dispersão axial se mostra diferente do esperado para o MIX, uma vez que as relações reológicas de cada material presente interferem de maneira diversa no comportamento reológico do mesmo, sendo bem diferente de valores intermediários esperados.

Até então a influência da viscosidade do material na DTR não foi claramente explicada na literatura, alguns trabalhos como os de Chen et al (1990), Cassagnau et al (1991) e Elkouss e Bigio (2006) tiveram resultados tendendo ao que foi observado para este trabalho, já outros trabalhos como os de Gao et al (2000) e o de Poulesquen et al (2003), não apresentam alterações significativas na DTR para material de fluxo com viscosidades diferentes. Estas observações sugerem que o estudo da influência da viscosidade nas curvas de DTR foi pouco investigado e deve ser mais bem explorado.

4.4 – Relação entre a Energia Especifica e a Energia Dissipada com as Curvas de DTR

Na Tabela 10 são apresentadas as medições realizadas na extrusora para a faixa de trabalho do torque fornecido para roscas e da faixa de pressão na saída da matriz, bem como os valores médios dos mesmos para todas as condições operacionais estabelecidas. Os valores mínimos e máximos das faixas estabelecidas de torque e pressão foram registrados durante cada condição de operação na extrusora e a média calculada dos valores extremos da faixa.

Tabela 10 – Torque fornecido e Pressão na matriz para todas as condições de operação.

Condição	Faixa de Torque $Z/Z_{máx}$ (%)	Torque Médio $Z/Z_{máx}$ (%)	Faixa de Pressão na Matriz (bar)	Pressão Média na Matriz (bar)
1 ^a	40-50	45,0	18-20	19,0
2 ^a	30-45	37,5	15-20	17,5
3 ^a	55-75	65,0	20-25	22,5
4 ^a	40-50	45,0	20-22	21,0
5 ^a	50-75	62,5	42-44	43,0
6 ^a	45-65	55,0	37-43	40,0
7 ^a	70-95	82,5	47-51	49,0
8 ^a	50-65	57,5	44-47	45,5
9 ^a	35-40	37,5	17-20	18,5
10 ^a	45-75	60,0	19-23	21,0
11 ^a	40-55	47,5	25-28	26,5

A Tabela 11 apresenta os valores de torque fornecido às roscas, de energia mecânica dissipada e energia mecânica específica para as condições operacionais estabelecidas. O torque fornecido as roscas é estimado a partir do torque máximo ($Z_{máx}$) disponível do equipamento, que neste caso é de 38 Nm (Ver Tabela 5). A

energia mecânica dissipada e energia mecânica específica foram calculadas pelas equações 3 e 4 respectivamente.

Tabela 11 – Torque fornecido, energia mecânica dissipada e energia mecânica específica.

Condição	Z (N.m)	W (kW)	E (kWh/Kg)
1 ^a – PPH103 - 4kg/h - 200rpm	17,10	0,358	0,0895
2 ^a – PPH103 - 4kg/h - 300rpm	14,25	0,447	0,1117
3 ^a – PPH103 - 6kg/h - 200rpm	24,70	0,517	0,0862
4 ^a – PPH103 - 6kg/h - 300rpm	17,10	0,537	0,0895
5 ^a – PPH503 - 4kg/h - 200rpm	23,75	0,497	0,1240
6 ^a – PPH503 - 4kg/h - 300rpm	20,9	0,656	0,1640
7 ^a – PPH503 - 6kg/h - 200rpm	31,35	0,656	0,1090
8 ^a – PPH503 - 6kg/h - 300rpm	21,85	0,686	0,1143
9 ^a – PPH103 - 4kg/h - 250rpm	14,25	0,373	0,0932
10 ^a – PPH103 - 5kg/h - 200rpm	22,80	0,477	0,0954
11 ^a – MIX - 4kg/h - 200rpm	18,05	0,378	0,0945

Z: Torque; W: Energia Mecânica Dissipada e E: Energia Mecânica Específica.

Na prática da indústria de processamento de polímeros a energia mecânica específica é utilizada como uma medida da “magnitude” do processamento (Todd, 1975). É importante comentar que a energia específica é um parâmetro ligado ao desempenho energético do equipamento e neste caso ele não leva em consideração alguns efeitos internos de processamento, tais como as taxas de deformação, tensões e gradientes de temperaturas, etc (Rauwendaal, 2010).

Na Figura 66 são apresentados os efeitos das variáveis de processamento sobre a energia mecânica dissipada e energia mecânica específica para uma das condições estabelecida.

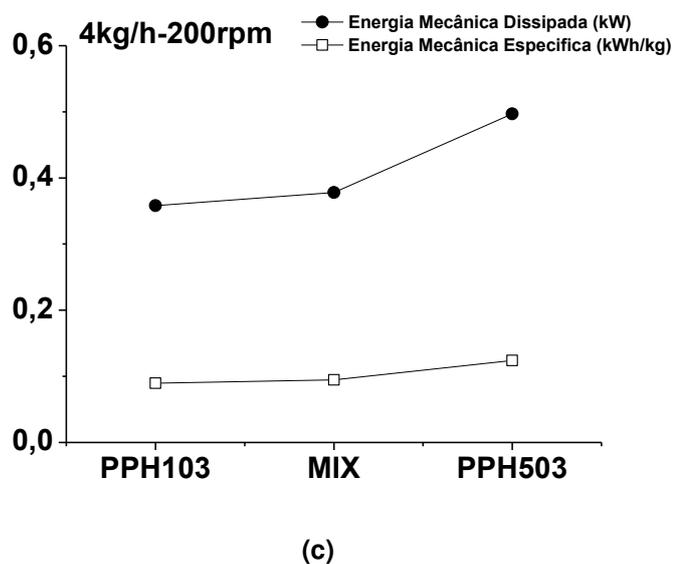
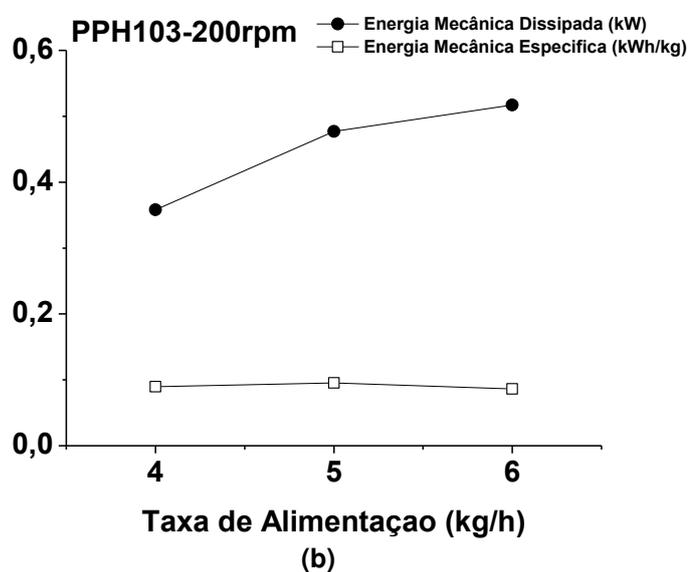
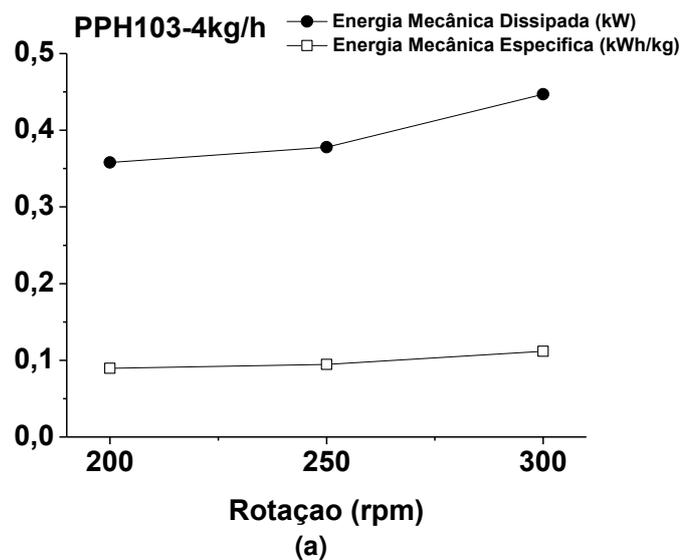


Figura 66 – Efeito da velocidade da rosca sobre a energia dissipada e específica (a) efeito da taxa de alimentação sobre a energia dissipada e específica (b) e efeito da viscosidade sobre a energia dissipada e específica (c).

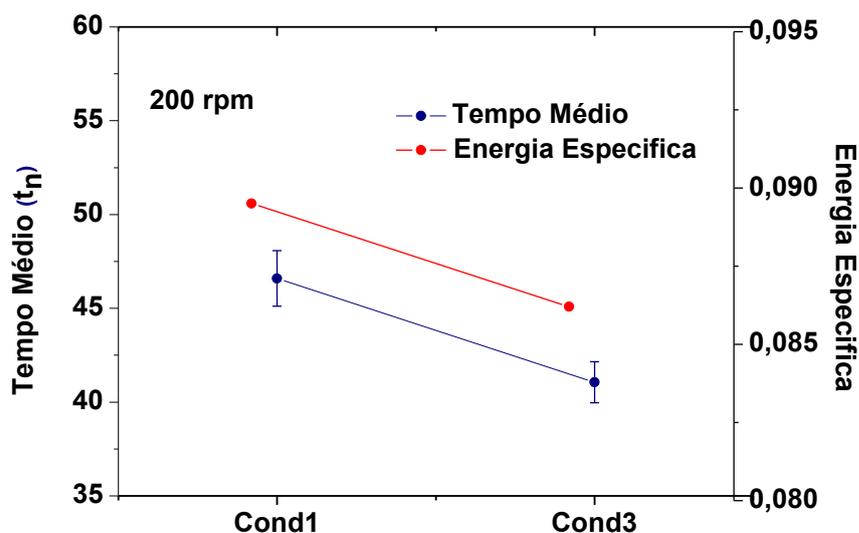
É possível observar que a energia mecânica dissipada sofre mais influência das variáveis de processamento do que a energia mecânica específica. Isto se deve ao fato de que a energia mecânica dissipada tem relação direta com características geométricas do equipamento, com taxa de cisalhamento desenvolvida, perfil de pressão, etc. Enquanto a energia mecânica específica está relacionada com a eficiência energética global de processamento (Canedo, 2015 (a)). Vergnes e colaboradores (2010) apresentaram resultados similares para o efeito da taxa de alimentação e da velocidade de rotação da rosca sobre o comportamento da energia mecânica específica.

Como já mencionado anteriormente as curvas de DTR tornaram-se um parâmetro importante na avaliação do desempenho de uma extrusora (White, 1990; Zloczower e Tadmor, 1994; Giles et al, 2013) no que diz respeito à capacidade de mistura. Uma vez que esta capacidade de mistura pode estar relacionada à eficiência do equipamento transmitir energia (mecânica, térmica, etc.) ao material, isto sugere que é possível estabelecer relações entre o desempenho energético e de mistura no processo de extrusão. Por exemplo, quando se substitui a equação 4 (item 2.2) na equação 10 (item 2.3.1), pode-se estabelecer:

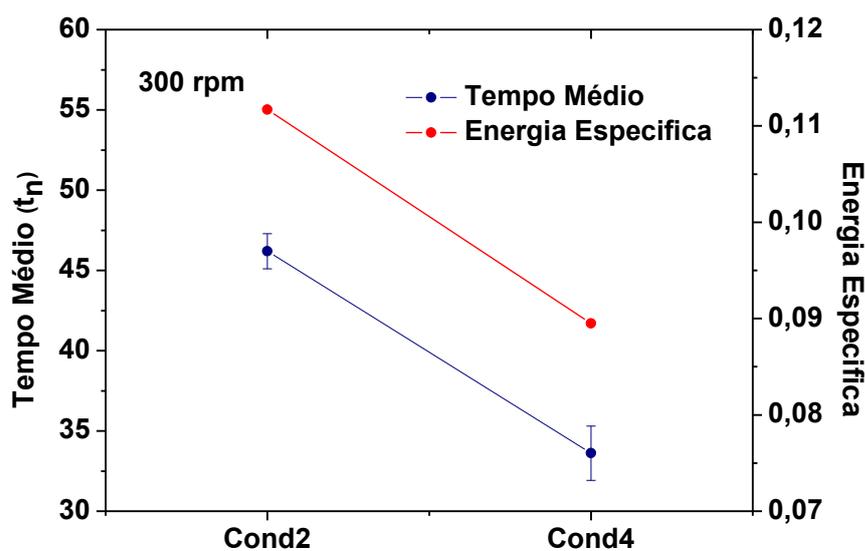
$$E_{\text{esp}} = \frac{4\pi ZN}{Q} \rightarrow E_{\text{esp}} = \frac{4\pi ZNt_n}{V_p} \rightarrow E_{\text{esp}} \propto t_n$$

Assim, quando se considera o mesmo tipo de material e a mesma velocidade de rotação da rosca, observa-se uma relação de proporcionalidade entre a energia mecânica específica e o tempo de residência médio.

A Figura 67 apresenta a relação entre o tempo de residência médio e a energia mecânica específica para um mesmo tipo de material e velocidade de rotação da rosca.



(a)



(b)

Figura 67 – Relação de proporcionalidade entre a energia específica e o tempo médio de residência -200rpm (a) relação de proporcionalidade entre a energia específica e o tempo médio de residência -300rpm (b).

Fica evidente que há uma relação de proporcionalidade entre a energia específica e o tempo de residência para um mesmo material e uma mesma rotação. Este comportamento pode vir a auxiliar na escolha das melhores condições de processamento visando melhor desempenho energético em processos que levam em consideração a importância do tempo de residência.

Até então poucos trabalhos buscaram correlacionar tempo de residência, desempenho de mistura e desempenho energético do processo de extrusão. Gogoi e Yam (1994) foram um dos primeiros a relacionar a distribuição de tempo de residência e os efeitos das variáveis de processo sobre as alterações na energia específica; mostrando que o aumento da taxa de alimentação e na velocidade de rosca reduzia simultaneamente o tempo de residência médio e a energia mecânica específica em uma mesma proporção; o primeiro mais que o segundo. Neste caso um aumento da taxa de alimentação em 354% reduz o tempo de residência em 67,7%.

Villmov et al (2010) mostrou uma relação direta entre a energia mecânica específica e distribuição do tempo de residência sobre a eficiência de mistura de nanocompósitos de tubo de carbono; seus resultados indicam que a redução do tempo de residência médio causado pelas alterações tanto na taxa de alimentação quanto na velocidade da rosca também reduzem a energia mecânica específica. Por exemplo, um aumento na taxa de alimentação de 5 para 15kg/h reduziu o t_n em 50% , bem como uma redução no tamanho dos aglomerados de tubos de carbono em 50 μ m.

Domenech et al, (2013) demonstrou como a energia mecânica específica pode ser usada para descrever a influência dos parâmetros de extrusão sobre a dispersão de uma argila orgânica em uma matriz de polipropileno para obtenção de um nanocompósito. Foi possível observar a evolução da morfologia da argila no nanocompósito ao longo do perfil de rosca da extrusora, o que permitiu estabelecer uma correlação entre a energia mecânica específica empregada (parâmetro operacional), o tempo de residência médio e o grau de dispersão e esfoliação das partículas no nanocompósito.

4.5 – Simulação do Processo de Extrusão

Neste item foram realizadas simulações do processo de extrusão sob várias condições de processamento utilizando o programa de simulação unidimensional de extrusão WinTXS™ versão 3.0 da PolyTech, conforme descrito no item 3.2.6.

Na Figura 68 é apresentado um exemplo da comparação entre a correlação da curva de DTR obtida dos modelos teóricos (Bigio e Potente) presentes no

software e descritos nos item 2.5 com a curva de DTR para uma das condições medidas experimentalmente.

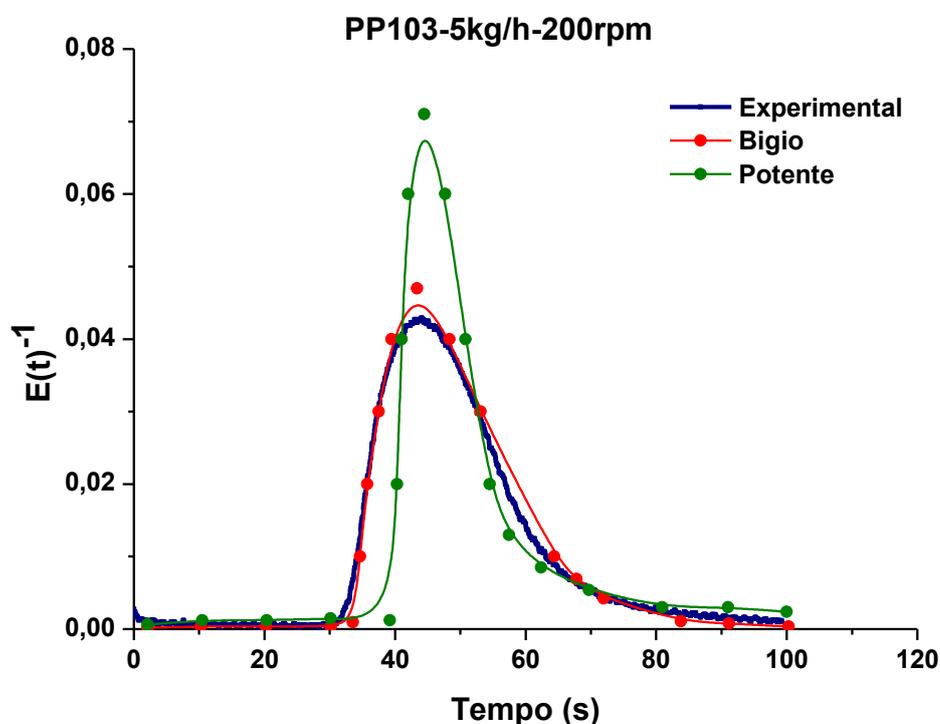
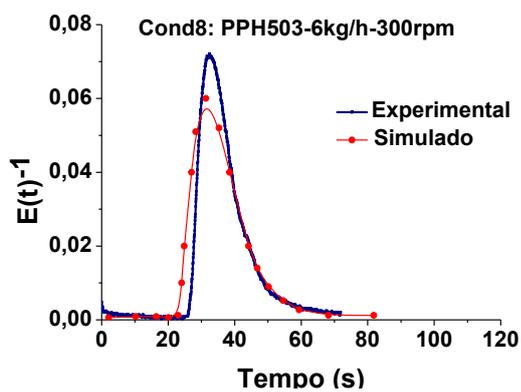
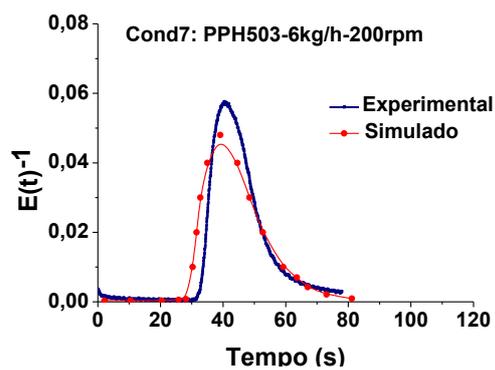
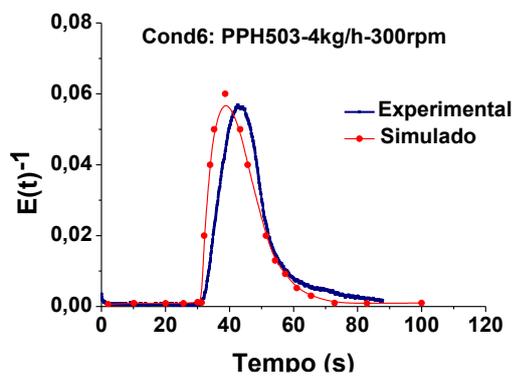
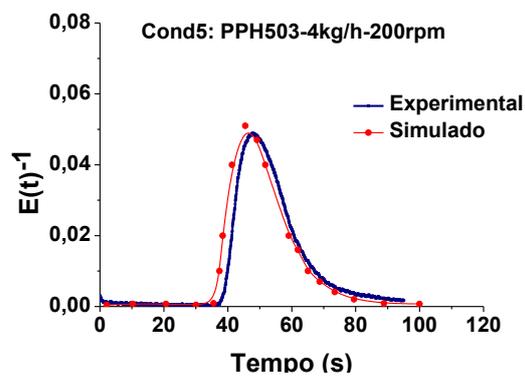
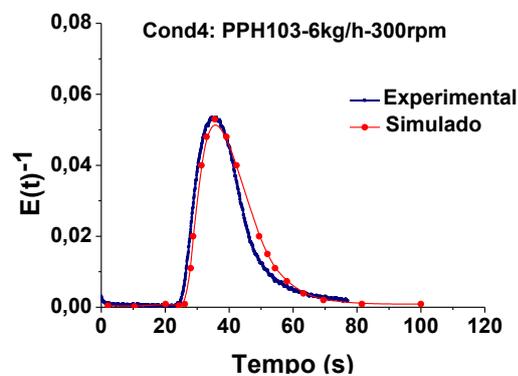
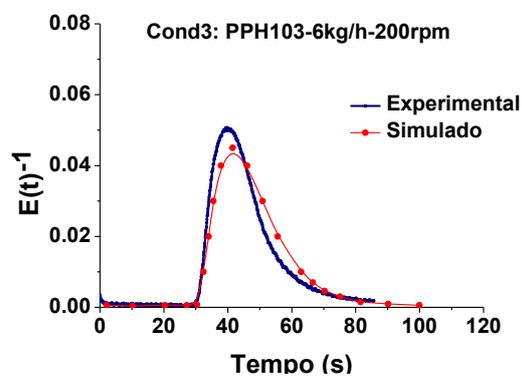
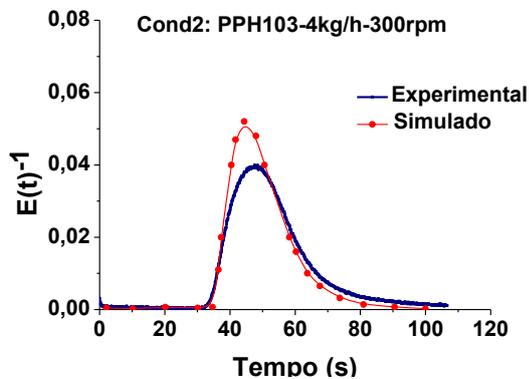
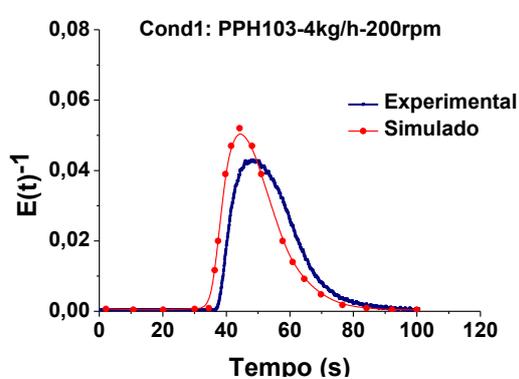


Figura 68 – Comparação entre os modelos de Bigio e Potente e os dados medidos.

Foi possível observar que o modelo empírico de Bigio (Equação 24, item 2.5.2) utilizado pelo software para simular as curvas de DTR apresentou uma melhor concordância com os dados experimentais medidos em tempo real comparado com o de Potente. Apesar de o programa possibilitar a utilização do modelo de Potente (Equação 16, item 2.5.1), fica evidente a evolução entre um modelo e outro quanto à predição das curvas de DTR para extrusoras dupla rosca co-rotacional. Apesar de não ter sido possível a utilização do modelo de Vergnes (item 2.5.3) na simulação das curvas de DTR, seria esperado resultados ainda mais aproximados para as predições, uma vez que este modelo leva em consideração as características individuais de cada elemento do perfil de rosca e não necessita de parâmetros empíricos para sua determinação (Poulesquen e Vergnes, 2003(b)).

Desta forma, na Figura 69 são apresentadas as curvas de DTR medidas experimentalmente e as simuladas pelo modelo de Bigio para as onze condições

operacionais estabelecidas. As curvas simuladas com o modelo de Potente para as onze condições estabelecidas encontram-se no APÊNDICE C.



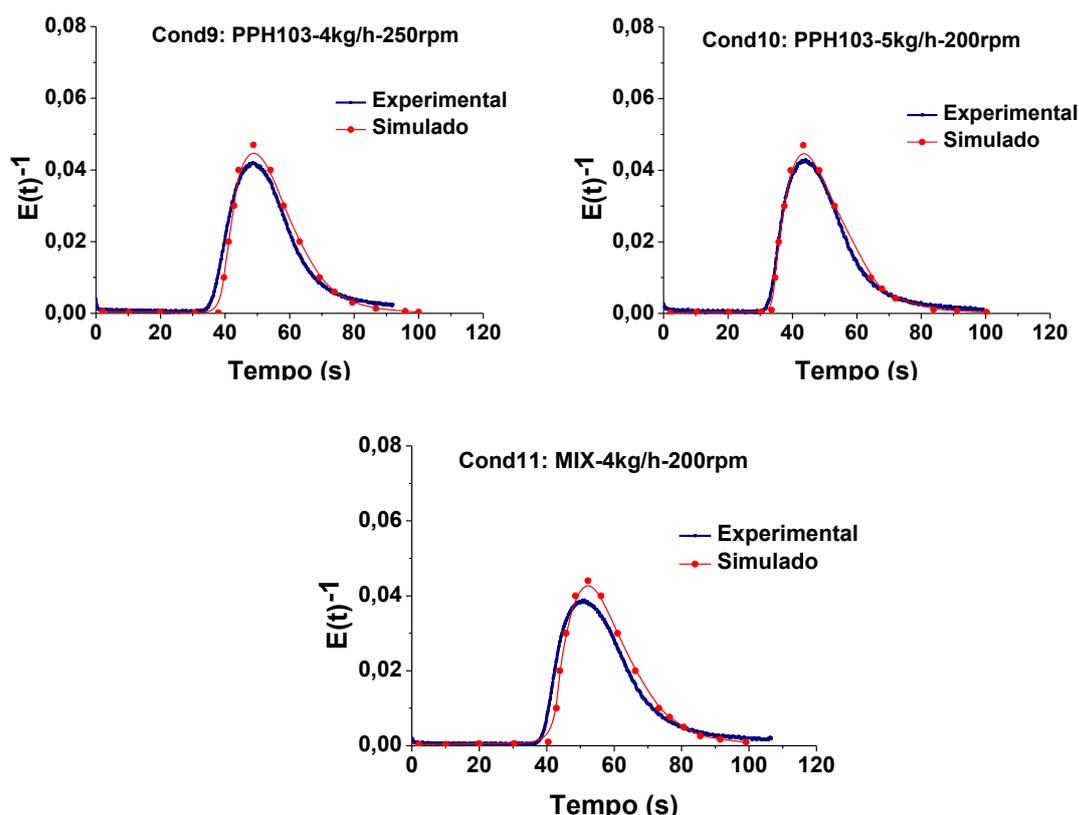


Figura 69 – Comparação entre as curvas DTR medidas e simuladas.

Pode-se observar que as curvas $E(t)$ medidas e simuladas apresentaram um comportamento muito aproximado quanto às características de forma e distribuição axial. Com relação ao fator deslocamento no tempo, percebe-se que na maioria das condições esta diferença é pequena. Portanto, o software utilizado nas simulações foi satisfatório nas predições das curvas DTR utilizando o modelo de Bigio. As curvas acumulativas $F(t)$ medidas e simuladas para as onze condições estipuladas encontram-se no APÊNDICE D, e seguem a mesma tendência.

Na Tabela 12 estão apresentados os dados obtidos das curvas $E(t)$, medidas e simuladas, dos tempos de residência inicial (t_i) e tempo de residência médio (t_n) para cada condição estabelecida. Fica ainda mais evidente a aproximação das curvas DTR experimentais e simuladas quando são comparados os parâmetros temporais em valores reais.

Tabela 12 – Parâmetros temporais (t_i e t_n) medidos e simulados.

Condição	Tempo Inicial (t_i)		Tempo Médio (t_n)	
	Experimental	Simulado	Experimental	Simulado
1 ^a	35,5±1,2	33,1±8,9	46,6±1,48	48,7±8,9
2 ^a	32,4±0,8	33,4±9,0	46,2±1,1	49,0±9,0
3 ^a	31,1±1,2	28,8±10,5	41,0±1,4	46,8±10,5
4 ^a	24,4±0,1	24,5±8,8	33,6±1,7	39,8±8,8
5 ^a	37,0±0,4	33,9±9,2	46,8±0,9	49,8±9,2
6 ^a	29,9±2,2	28,5±7,7	39,8±3,3	41,9±7,7
7 ^a	32,9±1,6	26,9±9,7	40,9±0,8	43,7±9,7
8 ^a	25,0±1,0	21,4±7,3	31,9±0,4	34,8±7,3
9 ^a	35,9±1,0	36,2±9,8	48,0±0,5	53,2±9,8
10 ^a	32,5±1,0	31,3±10,0	44,1±0,7	48,7±10,0
11 ^a	37,3±0,7	39,0±10,5	53,3±3,5	57,2±10,5

Observa-se na tabela que os valores de tempo inicial (t_i) e tempo médio (t_n) medidos, encontram-se dentro das faixas de erro estabelecidas, ou melhor, a diferença entre os resultados está bem abaixo de um valor de 10%, o que pode ser considerado um resultado satisfatório, já que os valores medidos experimentalmente podem acumular erros provenientes de procedimentos manuais e os dados cedidos ao programa em parte são baseados em estimativas e podem necessitar de melhor aprimoramento. Sendo assim, as variações ainda poderiam ser reduzidas com alguns ajustes operacionais no método de medição e nos dados inseridos no programa.

Também cabe assinalar que na avaliação da distribuição de tempos de residência e, por conseguinte, nos cálculos dos tempos de residência inicial e médio,

o software de simulação considera a câmara de processamento entre o extremo posterior a alimentação e o extremo do último elemento de rosca configurado, sem incluir o cone de entrada da matriz retangular (slit) do cabeçote, que não coincide exatamente com o segmento utilizado nas determinações experimentais (desde a porta de alimentação até o cabeçote de medição). A discrepância é pequena, mas pode ser levado em consideração, caso o volume ocupado entre o último elemento de rosca e o cabeçote não seja desprezível.

Apesar destes fatores, a correlação entre os resultados simulados e experimentais observados é satisfatória, como exemplo a Figura 70 apresenta a correlação entre os resultados do tempo de residência médio (t_n) simulado e experimental, com uma concordância em torno de 94%.

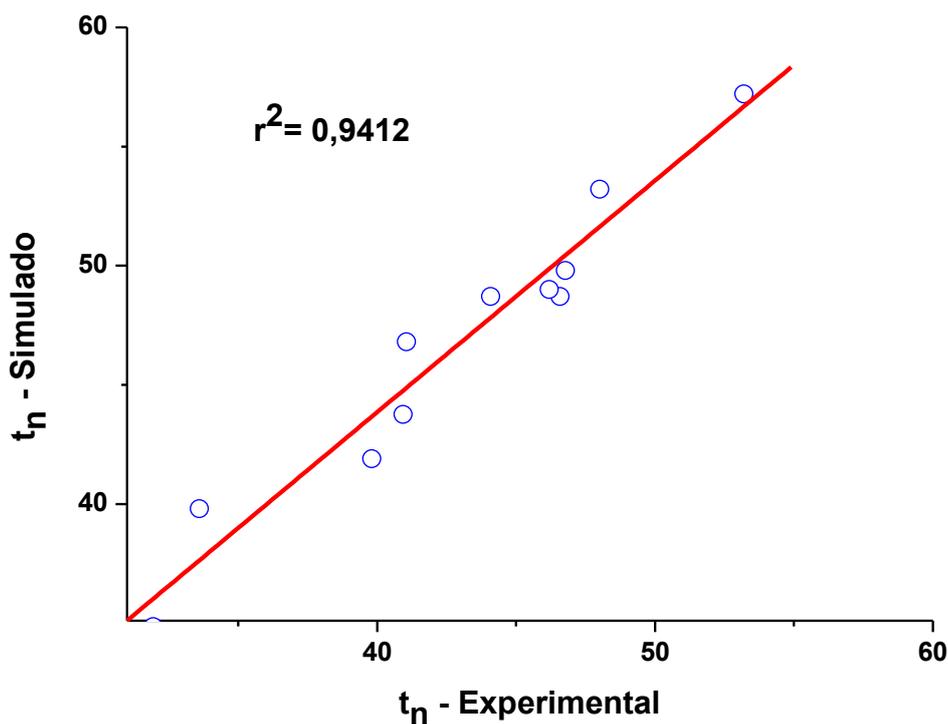


Figura 70 – Correlação entre os dados de tempo de residência simulado e experimental.

Porém, apesar desta boa concordância para o tempo de residência médio, a concordância para o tempo inicial (Figura 71) mostra-se muito inferior ao esperado, com poucos pontos tendendo a linearidade.

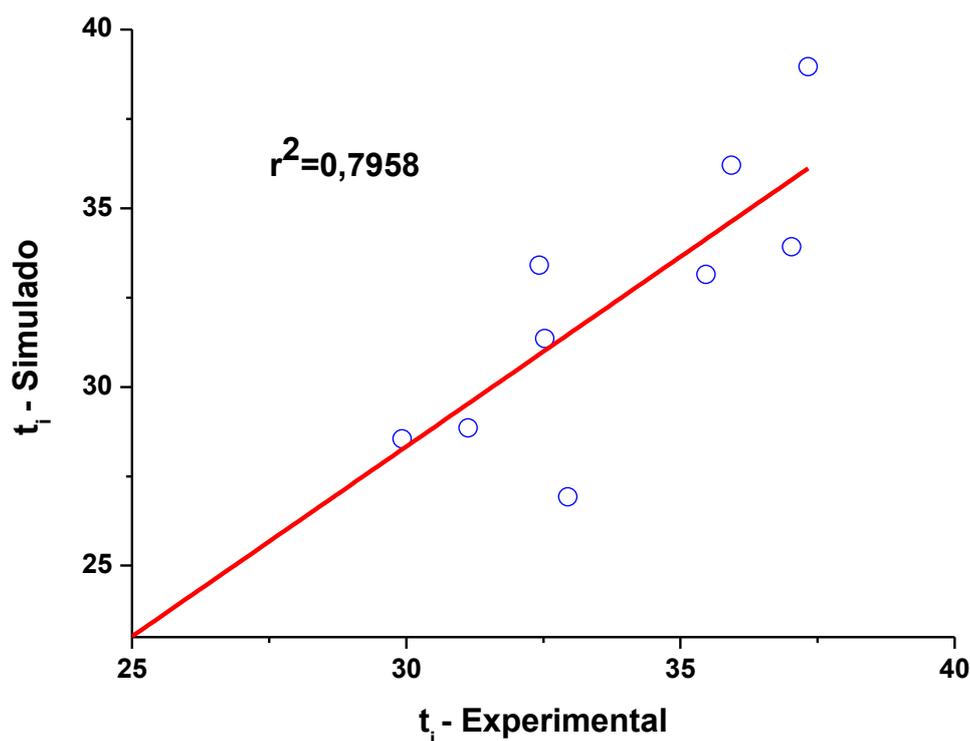


Figura 71 – Correlação entre os dados de tempo inicial simulado e experimental

Entre os diversos resultados fornecidos pelo programa também foram extraídos dados simulados para o torque fornecido as rosca, a energia mecânica dissipada e a energia mecânica específica para as onze condições operacionais estabelecidas (Tabela 13).

Tabela 13 – Torque fornecido as roscas, energia dissipada e energia específica simuladas.

Condição	Z (N.m)	W (kW)	E (kWh/Kg)
1 ^a – PPH103 - 4kg/h - 200rpm	16,00	0,34	0, 084
2 ^a – PPH103 - 4kg/h - 300rpm	12,00	0,37	0, 094
3 ^a – PPH103 - 6kg/h - 200rpm	25,00	0,52	0, 087
4 ^a – PPH103 - 6kg/h - 300rpm	16,60	0,52	0, 087
5 ^a – PPH503 - 4kg/h - 200rpm	25,20	0,53	0, 132
6 ^a – PPH503 - 4kg/h - 300rpm	24,60	0,77	0, 194
7 ^a – PPH503 - 6kg/h - 200rpm	27,40	0,57	0, 095
8 ^a – PPH503 - 6kg/h - 300rpm	26,40	0,83	0, 139
9 ^a – PPH103 - 4kg/h - 250rpm	12,40	0,33	0, 081
10 ^a – PPH103 - 5kg/h - 200rpm	20,60	0,43	0, 086
11 ^a – MIX - 4kg/h - 200rpm	17,20	0,36	0, 090

Z: Torque; W: Energia Mecânica Dissipada e E: Energia Mecânica Específica.

A Tabela 14 apresenta a comparação entre os resultados experimental e simulado da energia mecânica dissipada e energia mecânica específica.

Tabela 14 – Torque fornecido as roscas, energia dissipada e energia específica simuladas.

Condição	Energia Dissipada (kW)		Energia Específica (kWh/kg)	
	Experimental	Simulado	Experimental	Simulado
1 ^a	0,358	0,340	0,0895	0,0840
2 ^a	0,447	0,370	0,1117	0,0940
3 ^a	0,517	0,520	0,0862	0,0870
4 ^a	0,537	0,520	0,0895	0,0870
5 ^a	0,497	0,530	0,1240	0,1320
6 ^a	0,656	0,770	0,1640	0,1940
7 ^a	0,656	0,570	0,1090	0,0950
8 ^a	0,686	0,830	0,1140	0,1390
9 ^a	0,373	0,330	0,0932	0,0810
10 ^a	0,477	0,430	0,0954	0,0860
11 ^a	0,378	0,360	0,0945	0,0900

Os valores experimentais e simulados para as energias mecânicas dissipadas e energias mecânicas específicas são muito aproximados, o próprio software estima como valores aceitáveis aqueles que apresentam diferenças na ordem de $\pm 10\%$. A Figura 72 apresenta a correlação entre os resultados simulados e experimentais para a energia mecânica específica.

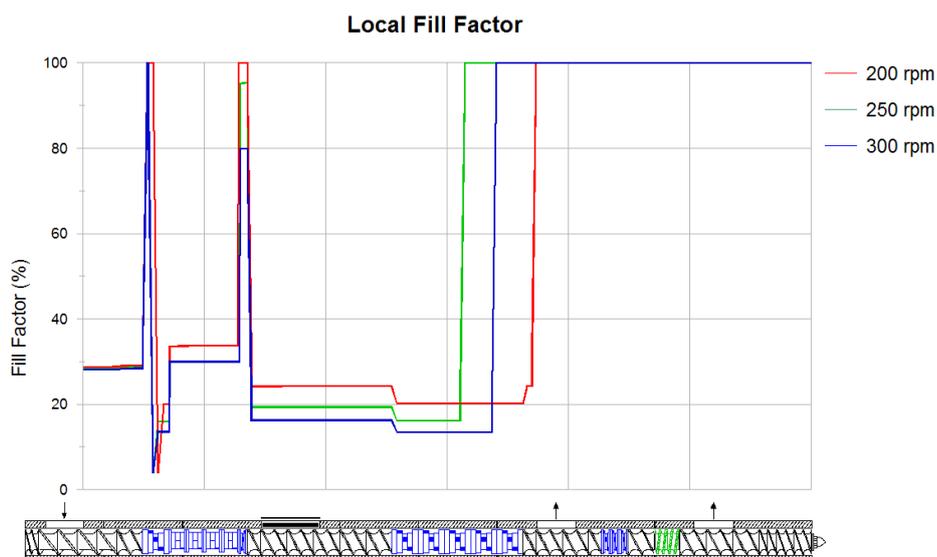
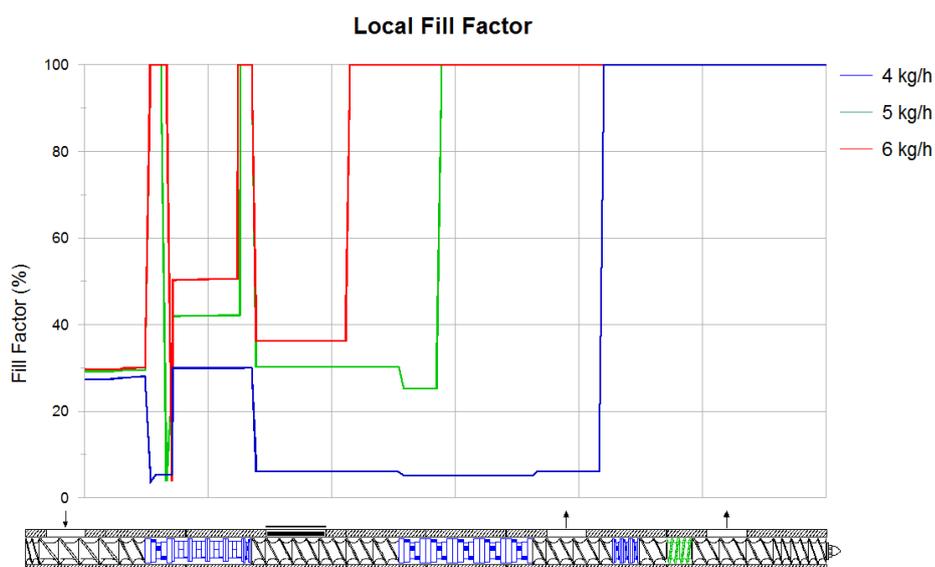


Figura 73 – Perfis axiais do fator de enchimento: para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b).

Cada gráfico permite revelar características diferentes dos processos ao longo do perfil de rosca. Os gráficos de perfil axial do fator de enchimento corroboram com os resultados obtidos e analisados no item 4.4.1 deste trabalho, onde os efeitos causados pela variação na taxa de alimentação sobre o tempo de residência são mais pronunciados do que os efeitos causados pela variação na velocidade de rotação das roscas, uma vez que interferem nas regiões cheias e parcialmente cheias ao longo da rosca (fator de enchimento). Este recurso também

permite observar a relação entre o comportamento das variáveis e as características estabelecidas para o perfil de rosca.

Nas Figuras 74 a 76 são apresentados os perfis axiais para a pressão, torque e energia mecânica dissipada, respectivamente, para a variação da taxa de alimentação e para a variação da velocidade de rosca.

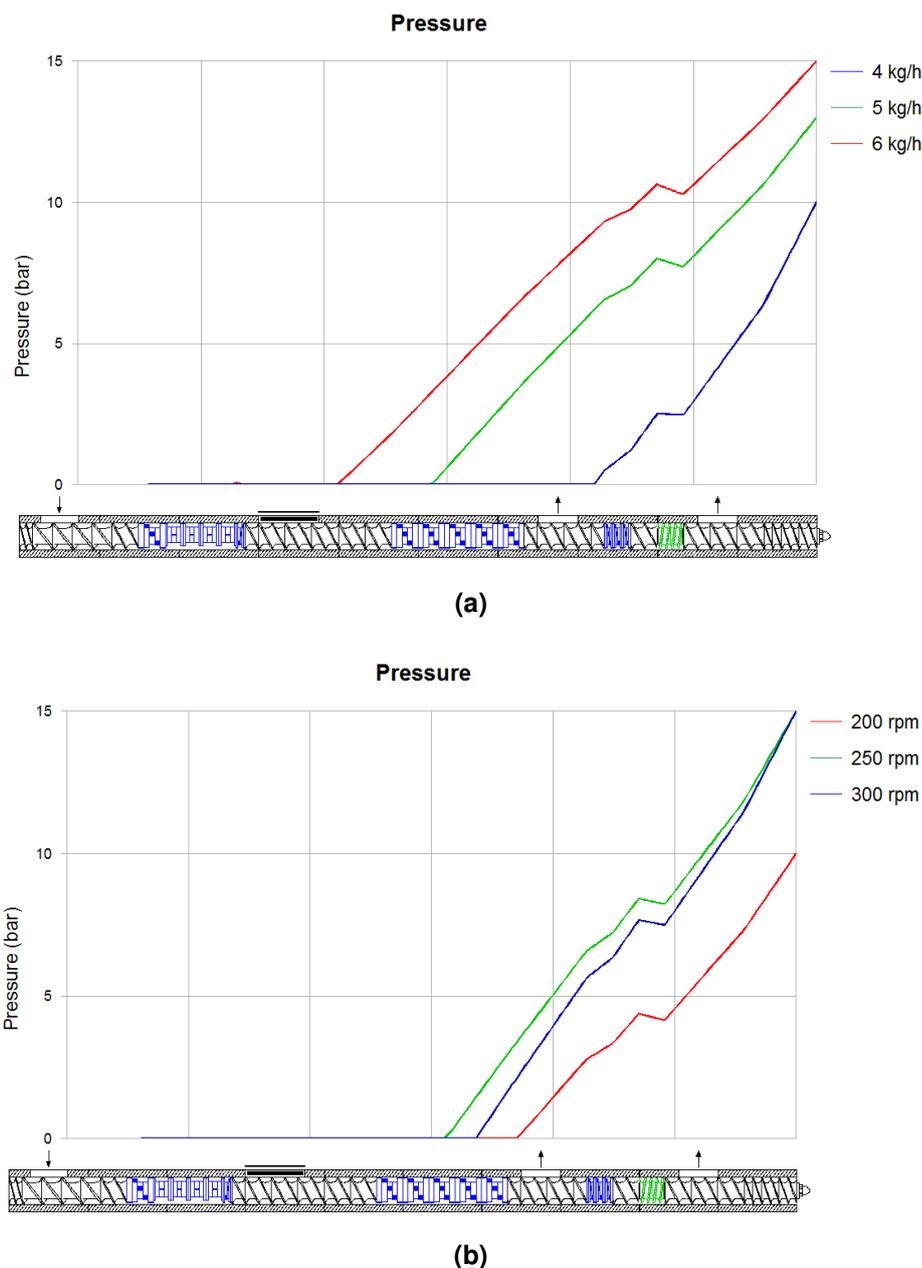
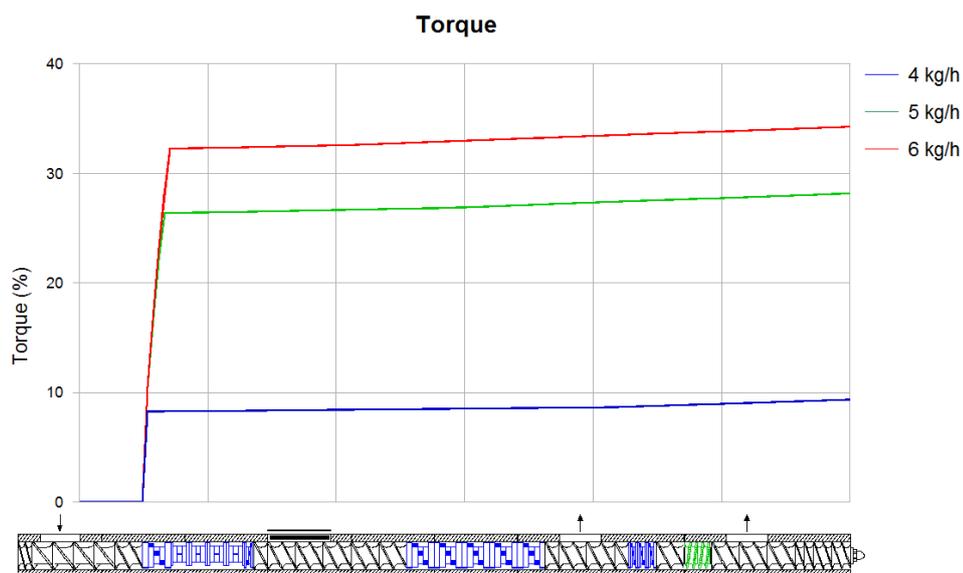


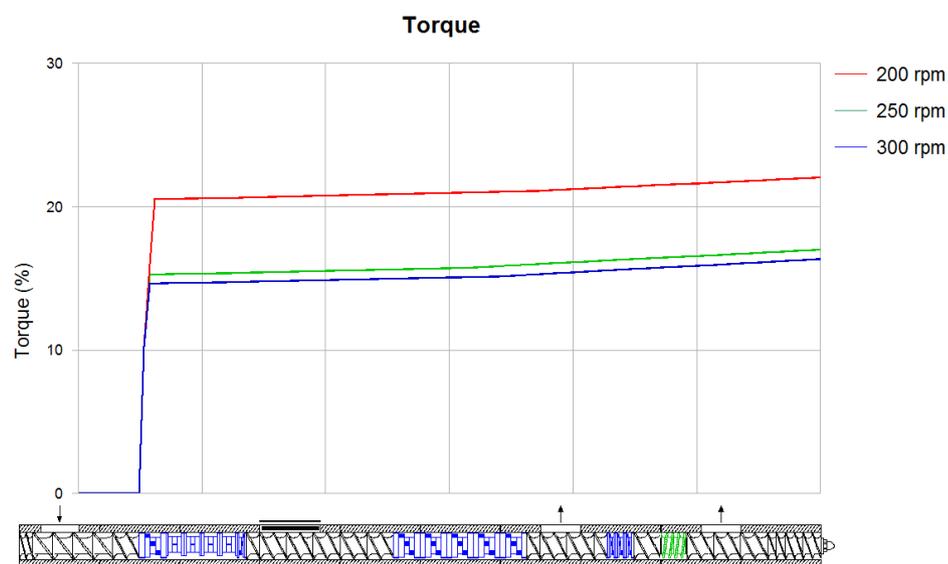
Figura 74 – Perfis axiais de pressão: para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b).

Apesar do valor de pressão durante o processo de extrusão não ser um valor único, mas uma medida instantânea. Através da comparação dos perfis, é possível

observar que a pressão ao longo da rosca sofre uma maior influência da alteração das taxas de alimentação do que as alterações da velocidade da rosca. Os resultados obtidos pela simulação para os perfis de pressão estão de acordo com a faixa de valores medidos na matriz da extrusora durante o processamento, conforme observado na Tabela 10.

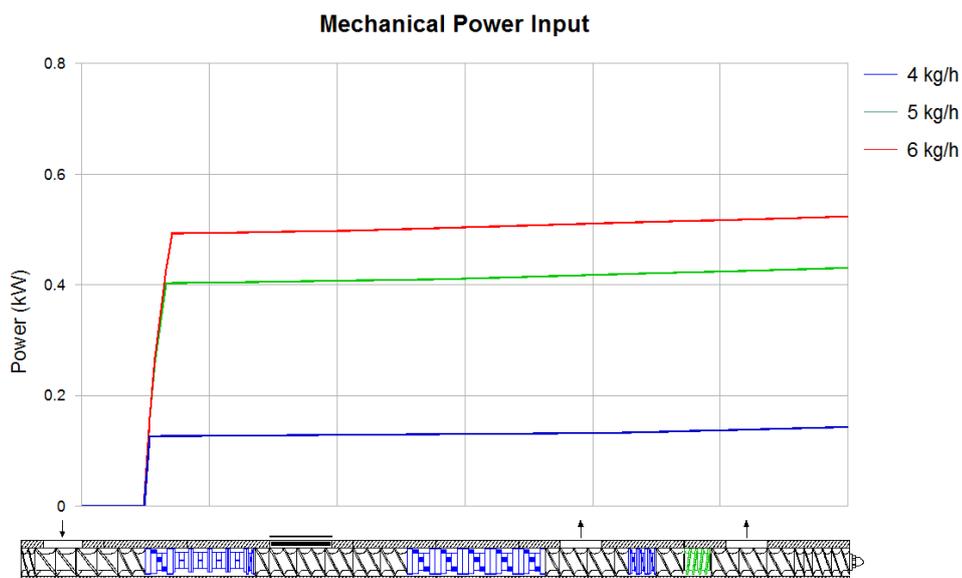


(a)

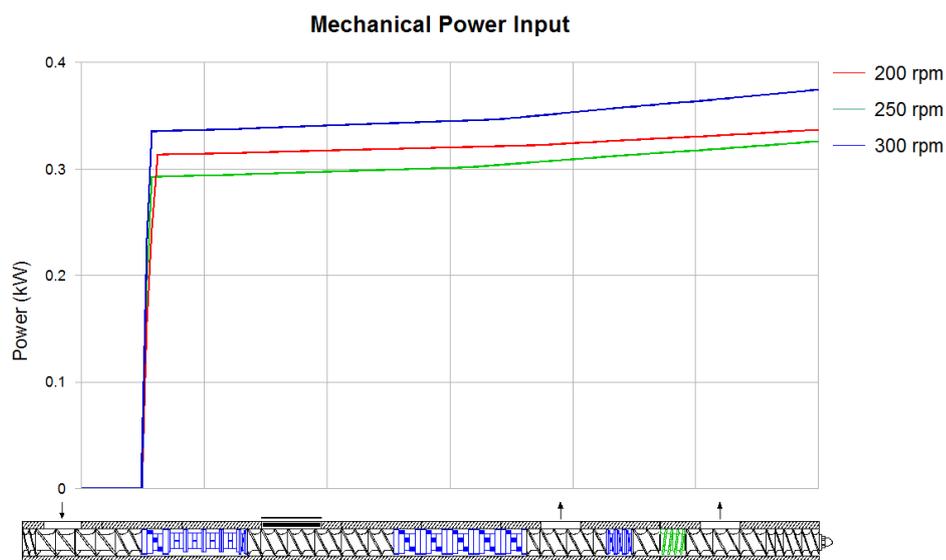


(b)

Figura 75 - Perfis axiais do Torque: para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b).



(a)



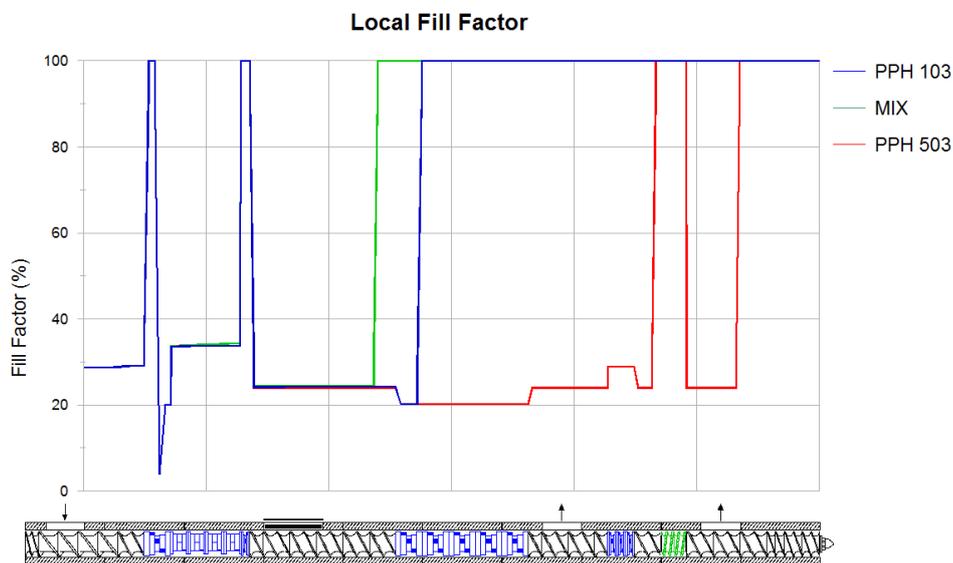
(b)

Figura 76 – Perfis axiais da Energia Mecânica Dissipada: para as alterações na taxa de alimentação (a) para as alterações na velocidade de rosca (b).

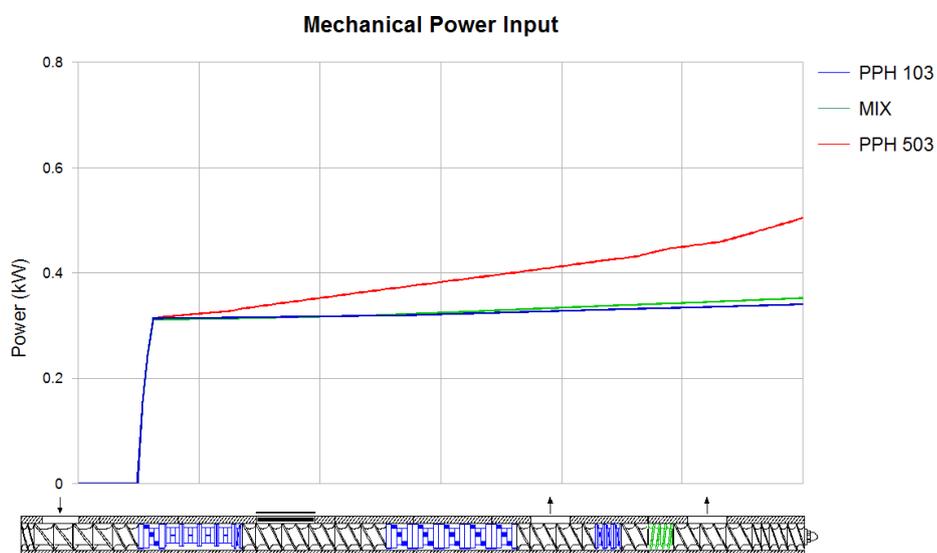
Os resultados dos perfis axiais para torque e energia mecânica dissipada também seguem a mesma tendência apresentada pelos resultados medidos para as faixas e valores calculados (Tabela 10 e Tabela 11).

Ainda foi possível avaliar os efeitos das alterações na viscosidade do material sobre o perfil axial do fator de enchimento e energia mecânica dissipada. A Figura

77 apresenta os perfis do o fator de enchimento e energia mecânica dissipada para as mudanças na viscosidade do material.



(a)



(b)

Figura 77 – Perfil axial das alterações na viscosidade: (a) Fator de enchimento (b) Energia mecânica dissipada.

Os perfis do fator de enchimento mostram como a viscosidade influencia no preenchimento do material ao longo da rosca, ficando evidente o comportamento adverso do MIX utilizado, também é nítido a maneira como a viscosidade dos materiais se comporta (características reológicas) frente às diferentes configurações

de elementos de rosca. Os perfis de energia mecânica dissipada estão de acordo com os resultados calculados na Tabelas 10; como esperado o material com maior viscosidade exigiria uma maior quantidade de energia para ser processado.

Além do que já foi explorado neste trabalho, o WinTXS™ é um programa que permite analisar outros aspectos do processo simulado, tais como: avaliação de tensões e taxa de deformação, simular o escoamento em cabeçote e em matriz de extrusão, etc. Estas funções vão além dos objetivos deste trabalho, porém é importante registrar toda a capacidade de análise do mesmo.

Desta forma, a simulação unidimensional (WinTXS™) da extrusão mostrou-se como uma boa ferramenta preditiva capaz de calcular e analisar a evolução dos parâmetros e variáveis operacionais. Além do mais, os resultados simulados apresentaram boa correlação com dados experimentais. Ela ainda pode ser utilizada para extrapolar valores e dados que não podem ser obtidos experimentalmente, o que reduziria o trabalho experimental significativamente.

5- CONCLUSÕES

O sistema ótico de detecção da DTR desenvolvido neste trabalho foi capaz de realizar medidas em tempo real (in-line) com um número elevado de pontos para diferentes condições de operações em uma extrusora duplas rosca corrotacional. Foi possível constatar que o sistema desenvolvido apresenta sensibilidade a diferentes tipos de traçadores (pigmentos e PS), bem como a variação da concentração em peso dos mesmos. Também foi verificado que o sistema apresenta boa reprodutibilidade nas medições, as curvas medidas de DTR do sistema para uma mesma condição de operação apresentaram uma variação inferior a 10 % dos parâmetros temporais (t_n e t_i) e dos parâmetros geométricos (σ^2 e Área) das curvas.

Os resultados obtidos para as curvas de DTR bem como os parâmetros relacionados às curvas para todas as condições de operação apresentaram comportamento condizente com o esperado teoricamente. Os resultados indicaram que os efeitos causados pela alteração da taxa de alimentação são mais expressivos do que os efeitos causados pela variação da velocidade de rosca, o que vem de encontro com o apresentado na literatura. Na avaliação dos efeitos causados pela variação da viscosidade do material de fluxo sobre as curvas de DTR, a viscosidade influenciou na dispersão das curvas (σ^2) porém, não foi possível identificar influência da viscosidade sobre os tempos inicial e médio de residência.

Os resultados para a quantificação do desempenho energético durante o processo de extrusão mostraram que a energia mecânica dissipada sofre mais influência das variáveis de processamento do que a energia mecânica específica. Também foi possível observar que para um mesmo tipo de material e velocidade de rotação de rosca é observado uma relação de proporcionalidade entre a energia específica e o tempo médio de residência.

As curvas $E(t)$ simuladas pelo programa com o modelo empírico de Bigio quando comparadas com as curvas medidas experimentalmente apresentaram um comportamento aproximado quanto às características de forma e distribuição axial. Os parâmetros temporais das curvas (t_i e t_n) simuladas e medidas encontraram-se dentro das faixas de erro estabelecidas, ficando bem abaixo de 10%. Os valores experimentais e simulados para as energias mecânicas dissipadas e específicas são muito aproximados ficando em sua maioria dentro de uma margem aceitável. Os

gráficos de perfil axial da pressão, torque e energia mecânica dissipada para as variações na taxa de alimentação, velocidade de rosca e mudança de viscosidade do material, também vão de encontro com os resultados obtidos e discutido experimentalmente.

No geral é possível concluir que a utilização de um dispositivo de medição da DTR em tempo real durante o processo de extrusão permite que se possa obter uma quantidade considerável de informações referentes ao fluxo do material polimérico no processo de extrusão. E a simulação computacional do processo de extrusão pode fornecer resultados que apresentam boa correlação e aproximação com os resultados medidos experimentalmente. Estes fatos colocam a medição da DTR em tempo real e a simulação computacional como grandes ferramentas para o desenvolvimento e avanço dos estudos que envolvem o processo de extrusão de material polimérico.

6- SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar estudo similar utilizando novos perfis de rosca para estabelecer o papel da configuração e posicionamento dos elementos de rosca sobre a DTR;
- Fazer o levantamento da DTR iniciando em outros pontos ao longo da rosca da extrusora, para avaliar a DTR em determinadas porções do perfil de rosca;
- Avaliar o grau de dispersão do traçador para diferentes materiais de fluxo e correlacionar com parâmetros de dados reológicos;
- Observar a influência dos parâmetros de processamento e do tempo de residência sobre a morfologia de blendas reativas e não reativas;
- Estudar o comportamento da DTR em polímeros submetidos a um processo de degradação controlada;
- Avaliar o grau de dispersão em argilas na obtenção de nanocompósitos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AKEMI, S.R. **Distribuição do tempo de Residência em sistemas de alimentação com vazão variável**. 2005.64f. Dissertação (Mestrado). Pós-Graduação em Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, Rio de Janeiro-Rio de Janeiro.

ANDERLIK, R.; HOFMANN, J.; RAEDLE, M. Twin-screw extrusion looking at details with modern sensors. In: PPS. Sweden, 1997.

BARON, R.; VAUCHEL, P.; KASS, R.; ARHALIASS, A.; LEGRAND, J. Dynamical modeling of a reactive extrusion process: Focus on residence time distribution in a fully intermeshing co-rotating twin-screw extruder and application to an alginate extraction process. **Chemical Engineering Science**, v.65, p.3313-3321, 2010.

BECQUART, F.; TOUHTOUH, S.; TAHA, M. Graft Copolymers of Poly(Methylmethacrylate) and Poly(Lactic Acid) or Poly(3-Hydroxybutyrate): Synthesis by Reactive Extrusion and Characterization. **Macromolecular Reaction Engineering**, v.8, p.149-159, 2014.

BERTOLINO, M. K. **Monitoramento in-line da formação de nanocompósitos PP/MMT via intercalação no estado fundido**. 2008. 105f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de materiais, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar. São Carlos – SP.

BIGG, D.; MIDDLEMAN, S. Mixing in a Screw Extruder: a model for residence time distribution and strain. **Industrial Engineering Chemical Fundamentals**. V.13, p. 66-71, 1974.

BLASS, A.; **Processamento de Polímeros**, Universidade Federal de Santa Catarina, Editora da UFSC, 1988.

BOHREN, C. F.; HUFFMAN, D. R. **Absorption and scattering of light by small particles**. John Wiley & Sons, 1983.

BRAVO, V. L.; HRYMAK, A.N.; WRIGHT, J. D. Study of Particle Trajectories, Residence Times and Flow Behavior in Kneading Discs of Intermeshing Co-Rotating Twin-Screw Extruders. **Polymer Engineering and Science**, v.44, p. 779-793, 2004.

BRETAS, R. E.; D'ávila, M. A. **Reologia de Polímeros Fundidos**. EDUFSCAR, 2000.

BUR, A. J.; GALLANT, F. M. Fluorescence monitoring of twin screw extrusion. **Polymer Engineering and Science**, v. 31, p.1365-1371, 1991.

CANEDO, E. L.; ALVES. T. S. In: Processamento na Extrusora de Dupla-Rosca. **Unidade 1: Introdução**. Notas de Aula ©, 2015. p.1-48. (a)

CANEDO, E. L.; ALVES, T. S. In: *Processamento na Extrusora de Dupla-Rosca. Suplemento: Tempo de Residência*. Notas de Aula ©, 2015. P.1-12. (b)

CANEDO, E. L.; **Fenômeno de Transporte**. LTC Editora, Rio de Janeiro, 2010.

CANEVAROLO, S. V.; BERTOLINO, M. K.; PINHEIROS, L. A.; PALERMO, V. PICCAROLO, S. The Use of In-line Quantitative Analysis to Follow Polymer Processing. **Macromol Symp**. V.279, p.191-200, 2009.

CARNEIRO, O. S.; CALDEIRA, G.; COVAS, J. A. Flow patterns in twinscrew extruders. **Materials Processing Technology**, v.92-93, p. 309 - 315, 1999.

CARNEIRO, O. S.; COVAS, J. A.; VERGNES, B. Experimental and theoretical study of twin-screw extrusion of polypropylene. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 78, p. 1419 - 1430, 2000.

CARNEIRO, O. S.; COVAS, J. A.; FERREIRA, J. A.; CERQUEIRA, M. F. On-line monitoring of the residence time distribution along a kneading block of a twin-screw extruder. **Polymer Testing**, v. 23, p.925-937, 2004.

CASSAGNAU, P.; MIJANGOS, C.; MICHEL, A. An ultraviolet method for the determination of the residence time distribution in a twin screw extruder. **Polymer Engineering and Science**, v. 31, p. 772 – 778, 1991.

CASSAGNAU, P.; COURMONT, M.; MELIS, F.; PUAUX, J.P. Study of Mixing of Liquid/Polymer in Twin Screw Extruder by Residence Time Distribution. **Polymer Engineering and Science**, v. 45, p.926-934, 2005.

CHEN, L.; PAN, Z.; HU, G.H. Residence time distribution in a screw extruders. **Journal of Chemical Industry and Engineering (China)**, v. 5, p.153 - 159, 1990.

CHEN, L.; PAN, Z.; HU, G.H. Residence time distribution in screw extruders. **AIChE Journal**, v. 39, p.1455 - 1464, 1993. (a)

CHEN, L.; HU, G.H. Applications of a statistical theory in residence time distributions. **AIChE Journal**, v. 39, n.9, p. 1558 –1562, 1993. (b)

CHEN, L.; HU, G.H.; LINDT, J. T. Residence time distribution in nonintermeshing counter-rotating twin-screw extruders. **Polymer Engineering and Science**, v.35, 599 – 603, 1995. (a)

CHEN, T.; PATTERSON, W.I.; DEALY, J.M. On-line measurement of residence time distribution in a twin-screw extruder. **International Polymer Processing**, v.10, p. 3-9, 1995.(b)

COAQUIRA, C. A. C. **Grau de cisão de cadeia na degradação termomecânica de polímeros sob múltiplas extrusões**. 2004. 117f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de São Carlos- UFSCar, São Carlos-SP.

COAQUIRA, C. A. C. **Nível de Degradação Termomecânica e Coleta de Compostos Orgânicos Voláteis Durante a extrusão de Polímeros**. 2008. 153f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de São Carlos-UFSCar, São Carlos-SP.

COPERION. **ZSK** – Catálogo.

COSTA, L. C. **Uso de LALLS in-line na extrusão de sistemas poliméricos bifásicos**. 2007. 141f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de São Carlos- UFSCar, São Carlos-SP.

COVAS, J. A.; CARNEIRO, O. S.; COSTA, P.; MACHADO, A. V.; MAIA, J. M. Online Monitoring techniques for studying evolution of physical, rheological and chemical effects along the extruder. **Plastics, Rubbers and Composites**, v.33, p.55 – 61, 2004.

DAMIANI, J. C. **Desenvolvimento de um Detector de Espalhamento de luz laser de baixo ângulo – LALLS operando em tempo real na extrusão**. 2005. 90f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de São Carlos- UFSCar, São Carlos-SP.

DANCKWERTS, P. W. Continuous flow systems: Distribution of residence times. **Chemical Engineering Science**, v.2, p.1-13, 1953.

DENNIS, H.R.; HUNTER,D.L.;CHANG,D. et al. Effect of melt processing conditions on the extent of exfoliation in organoclay-based nanocomposites. **Polymer Engineering and Science**, v. 42, p.9513-9522, 2001.

DOMENECH, T.; DISDIER, E. P.; VERGNES, B. The importance of specific mechanical energy during twin screw extrusion of organoclay based polypropylene nanocompósitos. **Composites Science and Technology**, v.75, p. 7-14, 2013.

ELKOUSS, P.; BIGIO, D. I. et al. Influence of Polymer Viscoelasticity on the Residence Distributions of Extruders. **AIChE Journal**, v.52, p. 1451-1459, 2006.

FISHER, E. G. **Extrusion of plastics**. Liffe Books LTD, 1970. Tradução: Carlos Velaco Loredo, Monsanto Mexicana S.A.

GAO, J.; WALSH, G. C.; BIGIO, D. BRIBER, R. M.; WETZEL, M. D. Residence time distribution model for twin-screw extruders. **AIChE Journal**, v.45, p. 2541-2549, 1999.

GAO, J.; WALSH, G. C.; BIGIO, D. Mean residence time analysis for twin screw extruders. **Polymer Engineering and Science**, v.40, p. 227- 237, 2000.

GAO, Y.; MUZZIO, F. J.; IERAPETRITOU, M. G. A review of the Residence Time Distribution (RTD) applications in solid unit operations. **Powder Technology**. V. 228, p. 416-423, 2012.

GENDRON, R.; DAIGNEAULT, L. E.; TATIBOUET, T. J. Residence time distribution in extruders determined by in-line ultrasonic measurements. **Advanced Polymer Technology**, v.15, p.111 - 125, 1996.

GILES, H. F.; WAGNER, J.R.; ELDRIDGE, M. Jr. **Extrusion: The Definitive Processing Guide and Handbook**. Mount William Andrew, 2013.

GOGOI, B. K.; YAM. K. L.; Relationships between Residence Time and Process Variables in a Corotating twin-screw extruder. **Journal of Food Engineering**. v.50, p.177-196, 1994.

HU, G. H.; KADRI, I. A novel on-line technique for measuring the residence time distribution in screw extruders. In: PPS., Gothenburg, 1997.

HU, G. H.; KADRI, I. On-line measurement of the residence time distribution in screw extruders. **Polymer Engineering and Science**, v. 39, p.930-939,1999.

HUNEAULT, M. A. Residence time distribution, mixing and pumping in co-rotating twin-screw extruders. In: Polyblends SPE RETEC. Boucherville, 1997.

ITX®. < Disponível em http://www.rauwendaal.com/training_itx.html>.

KIM, P. J.; WHITE, J. L. Flow visualization and residence time distributions in a modular co-rotating twin screw extruder. **International Polymer processing**, v.9, p.108 – 118, 1994.

KUMAR, A.; GANJYAL, G. M.; JONES, D.D.; HANNA, M.A. Digital image processing for measurement of residence time distribution in a laboratory extruder. **Journal of Food Engineering**, v.75, p.237-244, 2006.

JANSSEN, L.P.B.M.; HOLLANDER, R.W.; SPOOR, M.W. et al. Residence time distributions in a plasticating twin screw extruder. **AIChE Journal**, v. 25, p. 345 – 351, 1979.

LASKE, S.; WITSCHNIGG, A.; SELVASANKAR, R. K.; HOLZER, C. Measuring the Residence Time Distribution in a Twin Screw Extruder with the Use of NIR-Spectroscopy. **Journal of Applied Polymer Science**, v.131, p.1-5, 2013.

LAWAL, A.; KALYON, D.M. Mechanisms of mixing in single an co-rotating twin screw extruders. **Polymer Engineering and Science**, v. 35, p. 1325-1338, 1995.

LEE, S.M.; PARK, J.C.; LEE,S.M.; AHN,Y.J.;LEE,J.W. In-line measurement of residence time distribution in twin-screw extruder using non-destructive ultrasound. **Korea-Australia Rheology Journal**, v.7, p.87-95, 2005.

LEVENSPIEL, O. **Engenharia das reações químicas**. São Paulo: Edgard Blucher, 2000.

LIQIN, C.; ZAOQI, P. Residence time distribution in a screw extruder. **Journal Chemical Industrial Engineering**, v.5, p.153 – 158, 1990.

Ludovic®. 2015 <Disponível em <https://www4.inra.fr/cepia-eng/You-are-looking-for/Platforms-and-tools/Softwares/Ludovic>>.

MEETEN, G. H. **Optical Properties of polymers**. Elsevier Applied Science – London, 1986.

MÉLO, T.J.A. **Determinação por transmissão de luz da distribuição de tempos de residência em tempo real na extrusão**. 2002. 165f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos - UFSCar; São Carlos-SP. (a)

MÉLO, T. J. A., CANEVAROLO, S. V. Desempenho de uma extrusora com dupla rosca através de medidas de distribuição de tempos de residência. In: Congresso Brasileiro de Ciências e Engenharia de Materiais (CBECIMAT). Natal – RN, 2002. (b)

MÉLO, T. J. A.; CANEVAROLO, S. V. An optical device to measure in-line residence time distribution curves during extrusion. **Polymer Engineering and Science**, v.42, p.170 –181, 2002. (c)

MÉLO, T. J. A., CANEVAROLO, S. V. Determinação da Distribuição de Tempos de Residência em Tempos Real no Processamento Reativo de Blendas Poliméricas. **Polímero: Ciência e Tecnologia**, v.12, p.255-264, 1999.

MÉLO, T. J. A.; PINHEIRO, L. A.; CANEVAROLO, S. V. Factorial Design to Quantify the Influence of Extrusion Parameters in the Mean Residence Time. **Polímeros**, v.20, p.322-326, 2010.

MICHAELI, W. **Plastics Processing: An introduction**. Hanser Publishers Munich, 1995.

NIETSCH, T.; CASSAGNAU, P.; MICHEL, A. On-line UV and IR spectroscopie for residence time distribution in extruders. In: PPS. Secaucus, 1997. (a)

NIETSCH, T.; CASSAGNAU, P.; MICHEL, A. Melt temperatures and residence times in a extruder by infrared spectroscopy. **International Polymer Processing**, v.12, p. 307-315, 1997. (b)

OBERLEHNER, J.; CASSAGNAU, P.; MICHEL, A. Local Residence Time Distribution in a Twin Screw Extruder. **Chemical Engineering Science**, v. 49, p. 3897-3907, 1994.

PALLAS, R.; BATZ, H.; FRANZHEIN, O. et al. Different flow (RTD) of separate radionuclide labeled blend components during reactive melt mixing on a TSE ZSK 40. In: PPS. Secaucus, 1997.

PEREIRA, F. S. G. **Polímeros Fundamentos Científicos e Tecnológicos**. Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia. Recife – PE, 2009.

PINHEIROS, L. A.; CHINELATTO, M. A.; CANEVAROLO, S. V. The role of chain scission and chain branching in high density polyethylene during thermo-mechanical degradation. **Polymer Degradation and Stability**, v. 86, p.445-453, 2004.

PINHEIRO, L. A. **Monitoramento em Tempo Real da Morfologia na Extrusão da Blenda Polimérica Polipropileno/Nylon6**. 2006.171f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar. São Carlos – SP.

PINHEIROS, L. A.; HU, G. H.; PESSAN, L. A.; CANEVAROLO, S. V. In-line Measurements of the Morphological parameters of PP/PA6 blends during extrusion in the transient mode. **Polymer engineering and science**, v. 48, p.806-814, 2008.

PINTO, G.; TADMOR, Z. Mixing and residence time distribution in melt extruders. **Polymer Engineering and Science**. v.10, p. 279-288, 1970.

POLANCE, R.; JAYARAMAN, K. Mixing in reactive extrusion of low-density polyethylene melts: linear vs. branched. **Polymer Engineering and Science**, v.35, p. 1535 –1545, 1995.

POTENTE, H.; LAPPE, H. Analysis of the residence time distribution in conventional plasticising extruders. **Plastics and Rubber and Processing and Applications**, v.6, p.135 – 140, 1986.

POTENTE, H., ANSAHL. J., Verweilzeitcharakteristik von dichtkammenden Gleichrall-Doppelschnecken extrudern. [Residence time characteristics of tightly intermeshing co-rotating twin screw extruders]. **Kunststoffe German Plastics**, v.80, p.926-932, 1990.

POTENTE, H.; KRETSCHMER, K.; HOFMANN, J. et al. Investigation of the process behavior of special mixing elements in twin-screw extruders. In:PPS. Montreal, 2001.

POULESQUEN, A; VERGNES. B.; CASSAGNAU, P.,et al. Modelling of residence time distribution in a co-rotating twin screw extruder. In: PPS. Montreal, 2001.

POULESQUEN, A.; VERGNES, B. A Study of Residence Time Distribution in Co-Rotating Twin-Screw Extrudes. Part1: Theoretical Modeling. **Polymer Engineering and Science**, v.43, p.1841-1848, 2003. (a)

POULESQUEN, A.; VERGNES, B. A Study of Residence Time Distribution in Co-Rotating Twin-Screw Extrudes. Part2: Experimental Validation. **Polymer Engineering and Science**, v.43, p.1849-1862, 2003. (b)

PUAUX, J. P.; BOZGA, G.; AINSER, A. Residence time distribution in a corotating twin-screw extruder. **Chemical Engineering Science**, v.55, p.1641-1651, 2000.

RAUWENDAAL, C. **Mixing in polymer processing**. Marcel Dekker, Inc., 1991.

RAUWENDAAL, C. **Polymer Extrusion**. Hanser Publishers 5th edition, Munich, 2013.

RAUWEMDAAL, C. How to Get Peak Performance e Efficiency Out of Your Extrusion Line, Part1. **Plastics Technology**. 2010. < Disponível em <http://www.ptonline.com/articles/how-to-get-peak-performance-efficiency-out-of-your-extrusion-line---part-i> >.

SANTOS, D. M., CANEVAROLO Jr, S. V. Sistema Portátil para Medida On-line da Distribuição de Tempo de Residência na Extrusão. **Polímero: Ciência e Tecnologia**, v.9, p.60-69, 1999.

SCHERBAKOFF, N.; SHIMIZU, R. A.; GIUDICI, R. **Distribuição de tempos de residência de nylon-6,6 em uma extrusora de dupla rosca**. In: 3º Congresso Brasileiro de Polímeros (CBPOL 2015), Rio de Janeiro (Brsail),1995.

SCHULE, H.; MEDER,S.; STUTTGART, C. M. Determining the residence time behaviour in extruders. **Kunststoffe German Plastics**, v.78, p.26 -28, 1988.

SHON, K.; CHANG, D.; WHITE, J.L. A comparative study of residence time distribution in a kneader, continuous mixer, and modular intermeshing corotating and counter-rotating twin screw extruders. **International Polymer Processing**, v.14, p.44 - 50, 1999.

SIGMA. 2015 <Disponível em <http://www.dem-solutions.com/company/sales-contacts/sigma-solutions-co-ltd/>>.

SOBHANI, H.; GHOREISHY, H.R.; NOURI, M. R.; ANDERSON, P.D.; MEIJER, H. H. E. Modelling of polymer fluid flow and residence time distribution in twin screw extruder using fictitious domain method. **Plastics, Rubber and Composites**, v.40, p.387-396, 2011.

STEVENS, M. J.; COVAS, J.A.Extruder Principles and Operation. Chapman e Hall, Sccond Edition, 1995.

SUN, Z.; JEN, C. K. Ultrasonic monitoring of polymer residence time distribution inside extruder barrel. In:PPS. Montreal, 2001.

SUN, Z.; JEN, C. K.; SHIH, C. K.; DENELSBECK, D. A. Application of Ultrasound in the Determination of Fundamental Extrusion Performance: Residence Time Distribution Measurement. **Polymer Engineering and Science**, v. 43, p.102- 111, 2003.

TADMOR, Z.; GOGOS, C. G. **Principles of Polymer processing**. Wiley, 2nd, 2006.

THOMPSON, M.; PUAUX, J. P.; HRYMAK, A. N. et al. Modelling the residence time distribution of a non-intermeshing twin screw extruder. **International Polymer Processing**, v.10, p.111-119,1995.

TODD, D. B. Residence time distribution in twin-screw extruders. **Polymer Engineering and Science**, v. 15, p. 437- 443, 1975.

TODD, D. B.; IRVING, H.F. Axial mixing in a self-wiping reactor. **Chemical Engineering Progress**, v. 65, p.84 – 89, 1969.

TOKEN. Catálogo - 2015. <Disponível em www.token.com.tw/pdf/resistor/cds-resistor-pgm.pdf>.

TZOGANAKIS, C.; TANG, Y.; VLACHOPOULOS, J. et al. Measurements of residence time distribution for the peroxide degradation of polypropylene in a single-screw plasticating extruder. **Journal of Applied Polymer Science**, v.37, p.681-693, 1989.

VAINIO, T.; HARLIN, A.; SEPPALA, J. V. Screw optimization of a corotating twin-screw extruder for a binary immiscible blend. **Polymer Engineering and Science**, v. 35, p. 225 –225, 1995.

VAN HULST, H. C. **Light Scattering by Small Particles**. John Wiley & Sons, 1957.

VEL™. 2015. < Disponível em <http://www.compuplast.com/product>>.

VERGNES, B. et al. Importance of coupling between specific energy and viscosity in the modelling of twin screw extrusion of starchy products. **Polymer Engineering and Science**, v.50, p. 1758-1766, 2010.

VIGNOL, L. A. **Desenvolvimento de Modelos Simplificados para o Estudo da Extrusão de Polímeros**. 2005. f129.Tese (Doutorado em Engenharia Química). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre – RS.

VILLMOW, T.; KRETZSCHMAR, B.; POTSCHEKE, P. Influence of screw configuration, residence time, and specific mechanical energy in twin-screw extrusion of polycaprolactone/ multi-walled carbon nanotube composites. **Composites Science and Technology**, v.70, p.2045-2055, 2010.

WANG, N.H.; SAKAI, T.; HASHIMOTO, N. Pumping characteristics of an intermeshing co-rotating twin-screw extruder. **International Polymer Processing**, v.13, p. 27 – 32, 1998.

WARD, N.J.; EDWARDS, H.G.M.; JOHNSON, A. F. et al. Application of raman spectroscopy for determining residence time distribution in extruder reactors. **Applied Spectroscopy**, v. 50, p. 812 –815, 1996.

WEISS, R. A.; STAMATO, H. Development of an ionomer tracer for extruder residence time distribution experiments. **Polymer Engineering and Science**, v. 29, p.134 –139, 1989.

WETZEL, M. D.; SHIH C. K.; SUNDARARAJ, U. Determination of residence time distribution during twin screw extrusion of model fluids. In: ANTEC, 1997.

WinTXS™. 2015. < Disponível em <http://www.b4uextrude.com/wintxssimulation.html>>.

WHITE, J. L. **Twin screw extrusion: technology and principles**. Hanser, 1990.

WOLF, D.; RESNICK, W. Residence Time Distribution in Real Systems. **I&EC Fundamentals**, v.2, p. 287-293, 1973.

WOLF, D.; WHITE, D. H. Experimental study of the residence time distribution in plasticating screw extruders. **AIChE Journal**, v. 22, p.122 – 131, 1976.

WOLF, D.; HOLIN, N.; WHITE, D. H. Residence time distribution in a commercial twin-screw extruder. **Polymer Engineering and Science**, v.26, p. 640 – 646, 1986.

YANG, K. et al. Numerical simulation and Experimental study of Pressure and Residence Time Distribution of Triple-screw Extruder. **Polymer Engineering and Science**, v.54, p.1-7, 2014.

XANTHOS, M. **Reactive extrusion: principles and practice**. Oxford University Press, 1992.

XU, Z. B.; FENG, L.F.; HU, G. H.; SONG, X. B.; ZHANG, X. M.; LI, G. Z.; GU, X. P. LI, B.G. Improved apparatus for inline measurement of residence time distribution of thermomechanically complex systems. **Plastics, Rubber and Composites**, v.35, p. 439 - 446, 2006.

ZHANG, X.M.; XU, Z.B.; FENG, L. F.; SONG, X.B. HU, G.H. Assessing local Residence Time Distributions in Screw Extruders Through A New In-line Measurement Instrument. **Polymer Engineering and Science**, v.45, p. 510 -519, 2006.

ZHANG, X. M.; FENG, L.F.; HOPPE, S.; HU, G. H. Local Residence Time, Residence Revolution and Residence Volume Distributions in Twin-Screw Extruders. **Polymer Engineering and Science**, v.48, p.19-28, 2008.

ZHANG, X. M. et al. Numerical simulation and Experimental Validation of Mixing Performance of Kneading Discs in a twin screw extruder. **Polymer Engineering and Science**, v.49, p.1772-1783, 2009.

ZHANG, X. M.; ZHU, S. Y.; ZHANG, C. L.; FENG, L.F.; CHEN, W. X. Mixing Characteristics of Different Tracers in Extrusion of Polystyrene and Polypropylene. **Polymer Engineering and Science**, v.54, p.310-316, 2014.

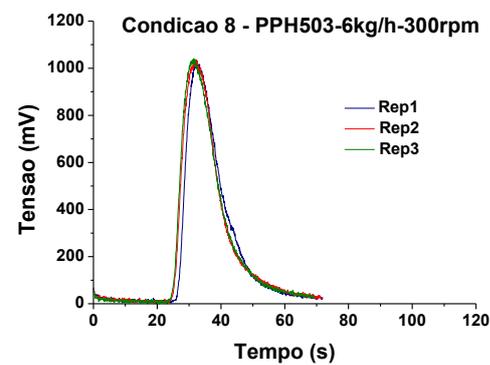
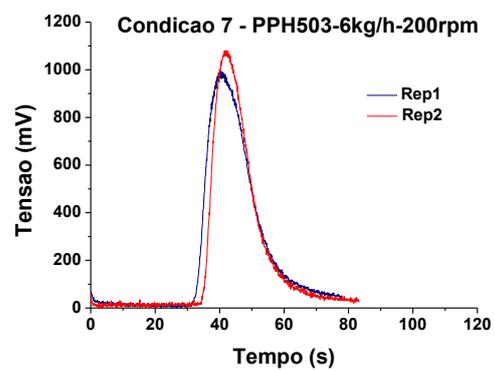
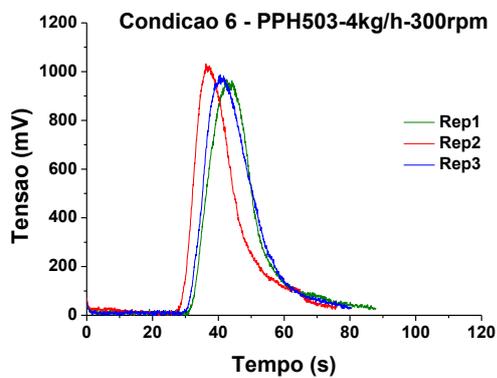
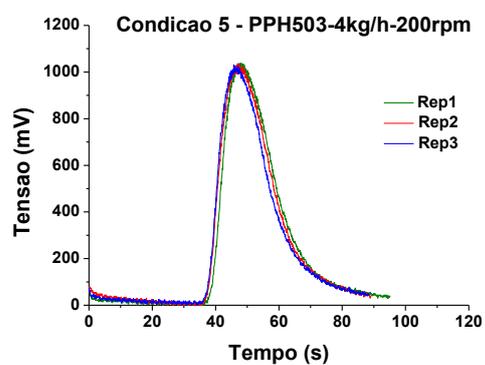
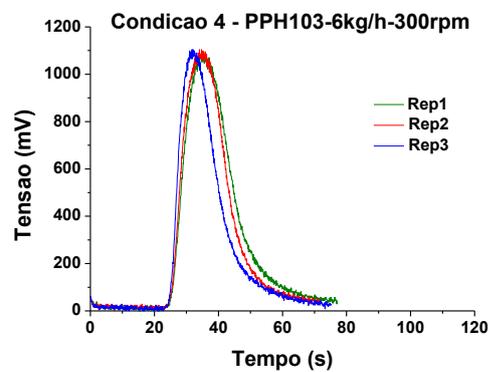
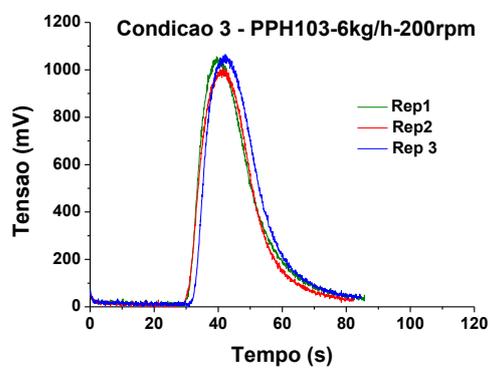
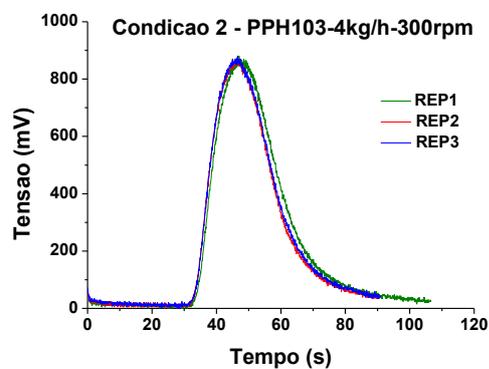
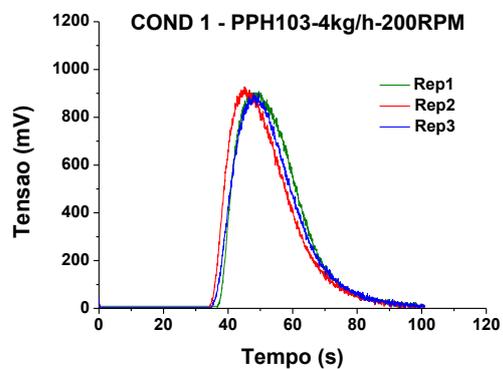
ZHU, W.; JALURIA, Y. Residence time and conversion in the extrusion of chemically reactive materials. **Polymer Engineering and Science**, v.41, p.1280 – 1291, 2001.

ZHUANG, H.; REN, P.; ZONG, Y.; DAI, G. C. Relationship between fiber degradation and residence time distribution in the processing of long fiber reinforced thermoplastics. **Express Polymer Letters**. v.2, p.560-568, 2008.

ZLOCZOWER, I. M.; TADMOR, Z. **Mixing and compounding of polymers: theory and practice**. Hanser, 1994.

APÊNDICE A

Curvas E(t) de Todas as Condições de Operação Estabelecidas



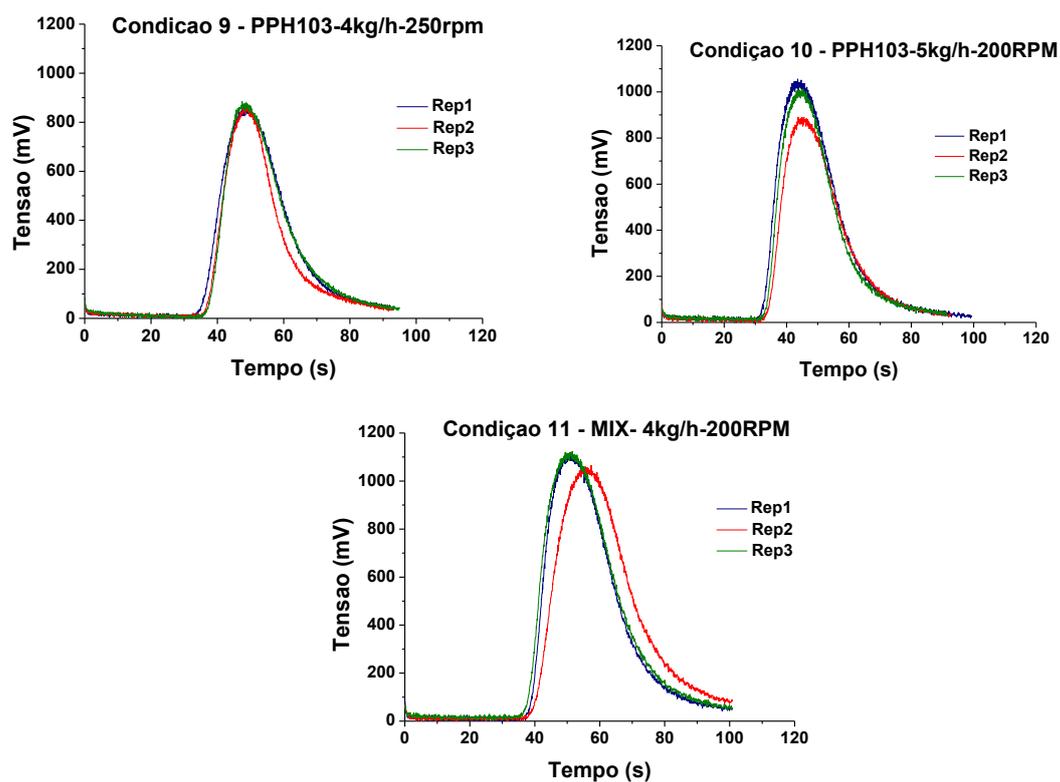
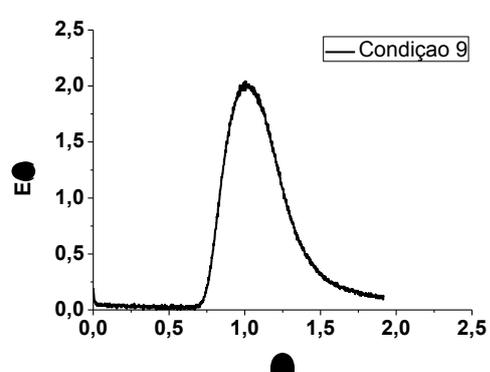
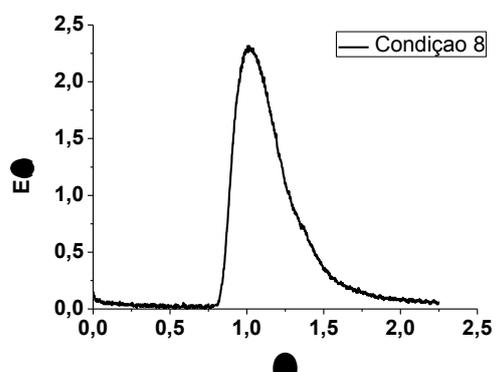
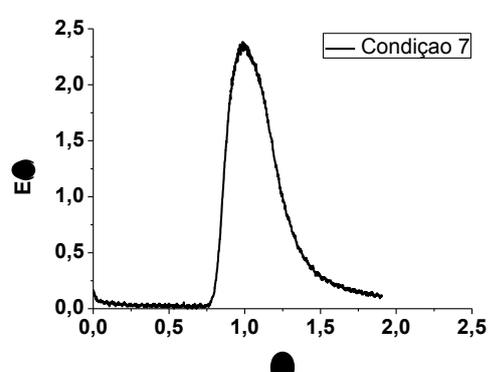
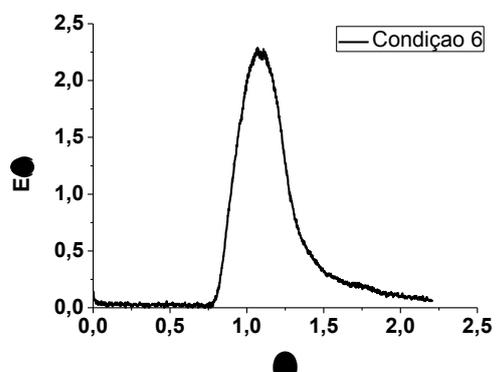
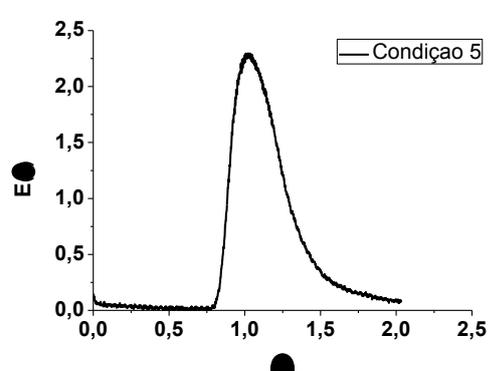
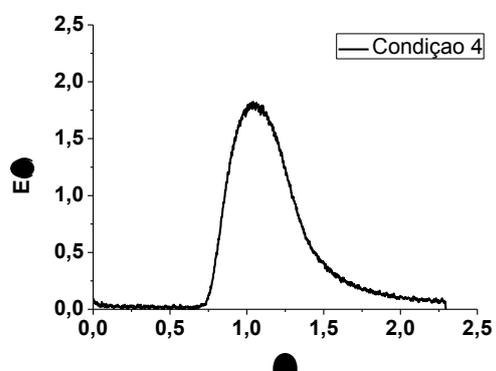
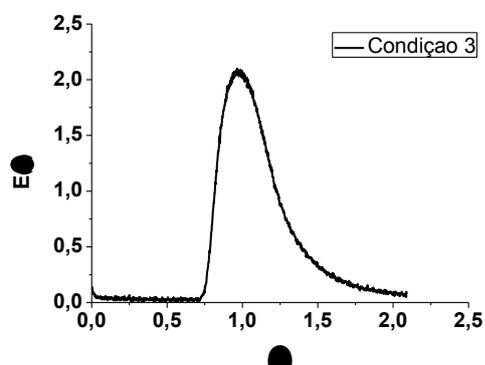
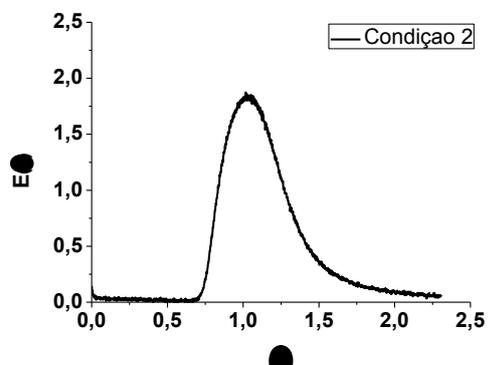
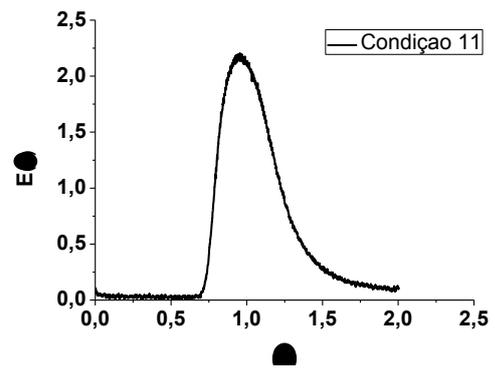
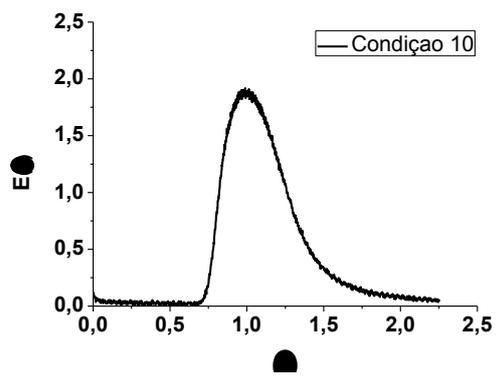


Tabela dos Parâmetros Temporais e Geométricos para Todas as Curvas E(t)

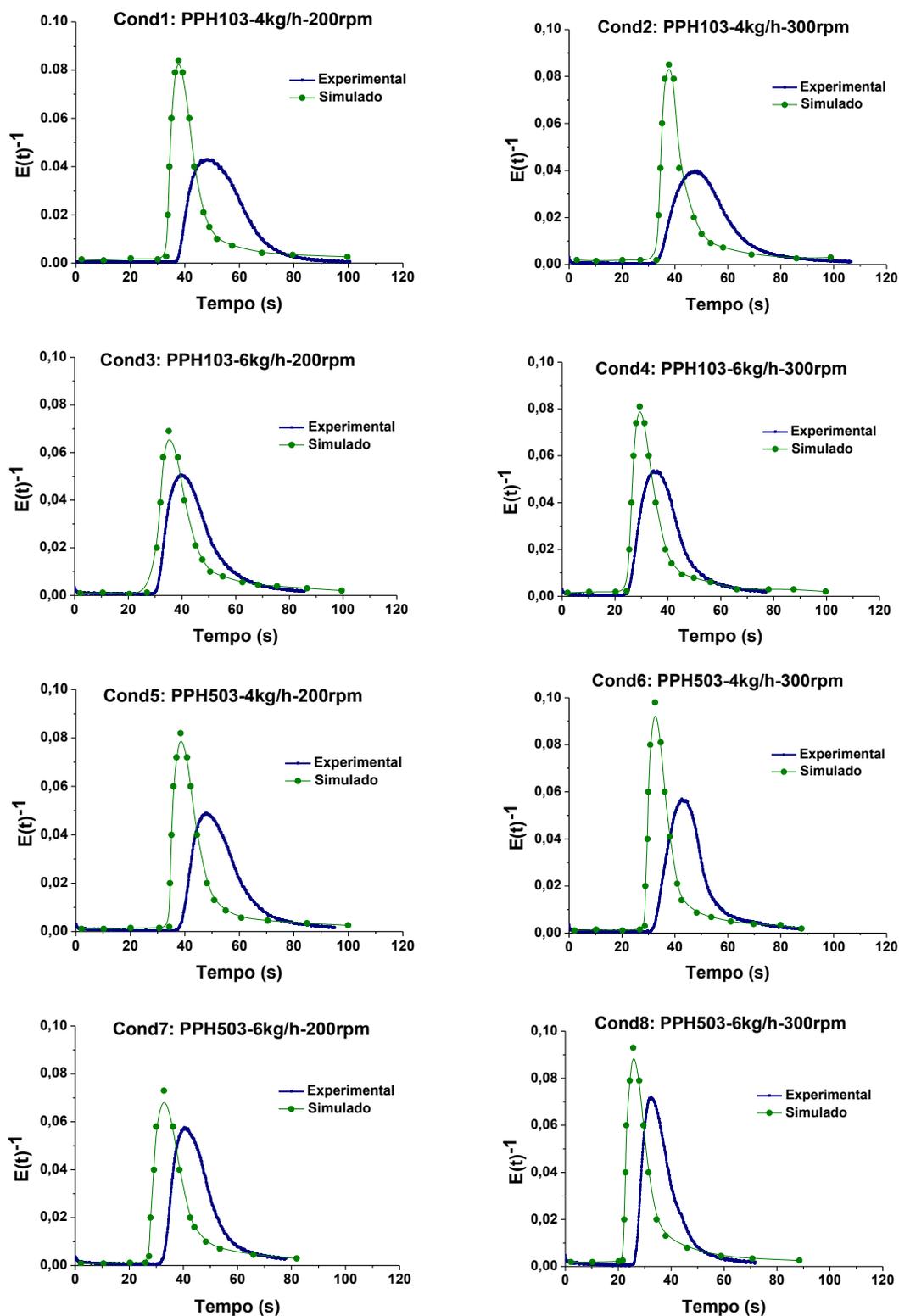
	ti			tn			σ^2			AREA		
	Rep1	Rep2	Rep3	Rep1	Rep2	Rep3	Rep1	Rep2	Rep3	Rep1	Rep2	Rep3
Condição-1	36,8	34,5	35,1	46,67	45,07	48,02	822,15	803,7	847,39	20911	20216	19950
Condição-2	33,3	31,9	32,1	47,02	44,96	46,61	733,82	684,8	688,4	21689	20211	20711
Condição-3	30,8	30,1	32,5	39,53	41,42	42,24	612,84	564,1	598,6	20652	19399	21023
Condição-4	24,3	24,4	24,5	35,05	34,04	31,75	495,91	432,11	471,2	20071	18698	16707
Condição-5	37,5	36,7	36,9	47,08	47,55	45,72	754,26	661,85	651,38	21131	21240	20394
Condição-6	31,7	27,5	30,6	42,6	36,23	40,59	643,58	481,6	540,88	16831	17560	16277
Condição-7	31,8	34,1	x	40,35	41,53	x	507,35	579,58	x	17122	15898	x
Condição-8	26,1	24,3	24,5	32,15	32,21	31,5	430,7	427,17	398,79	14158	14806	14879
Condição-9	34,9	36,1	36,8	48,08	48,44	47,5	707,3	722,78	752,4	20235	17573	19637
Condição-10	31,5	33,4	32,7	43,6	43,72	44,96	822,14	716,39	699,17	24263	20250	21882
Condição-11	37,3	38,1	36,6	50,97	57,3	51,5	755,19	847,73	700,1	27904	29776	29981

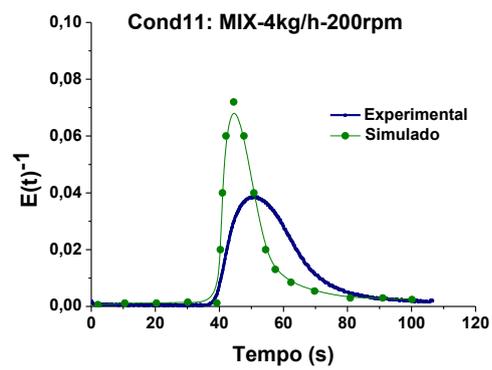
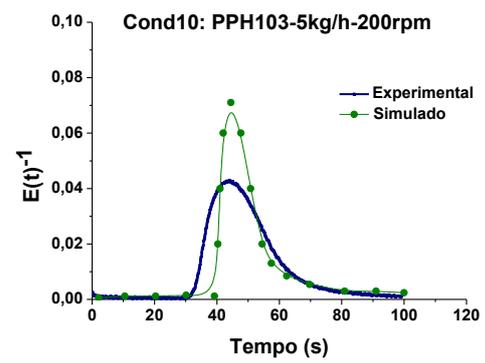
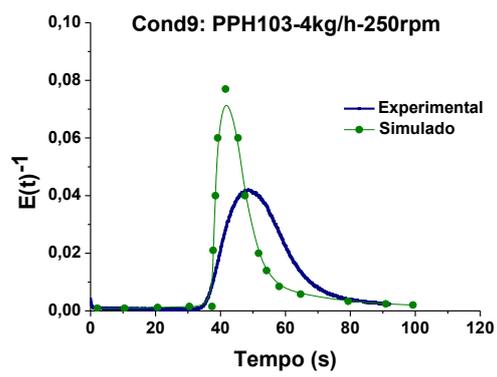
APÊNDICE B

Curvas Normalizadas $E(\theta)$ de Todas as Condições de Operação

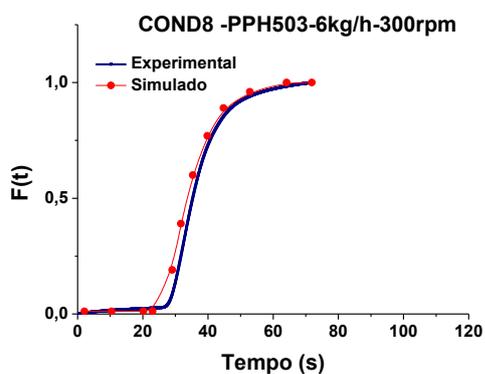
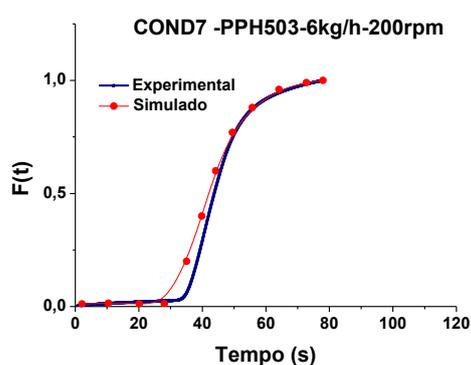
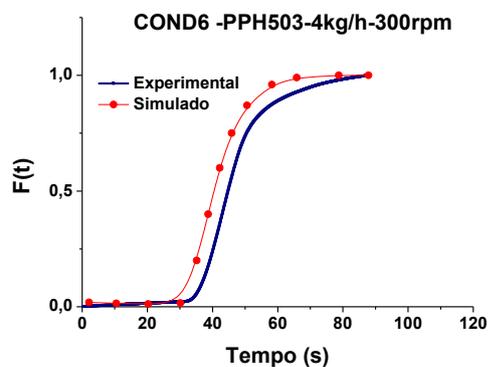
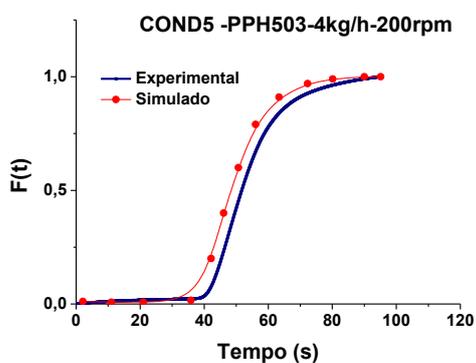
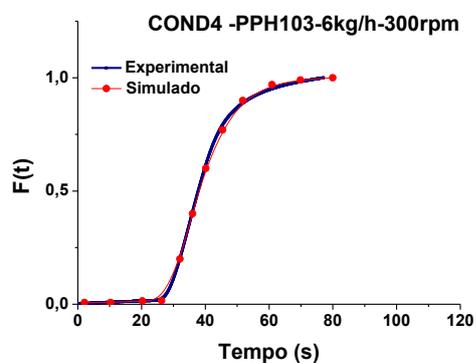
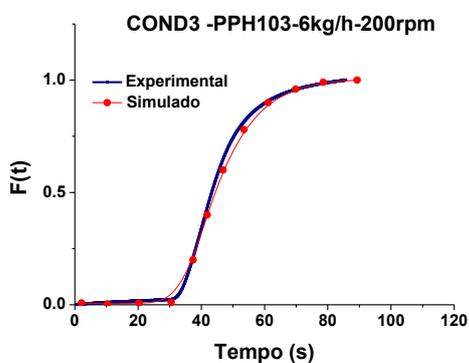
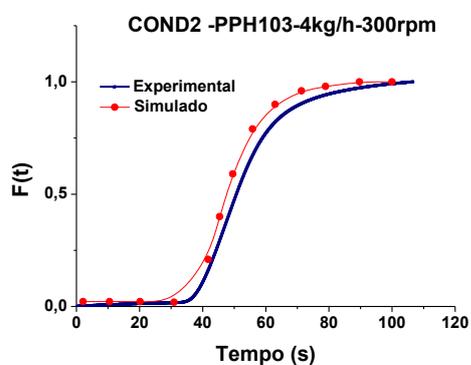
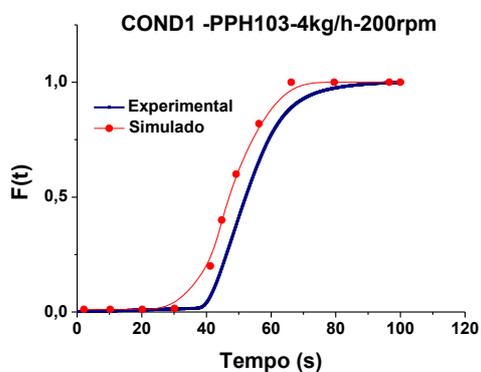


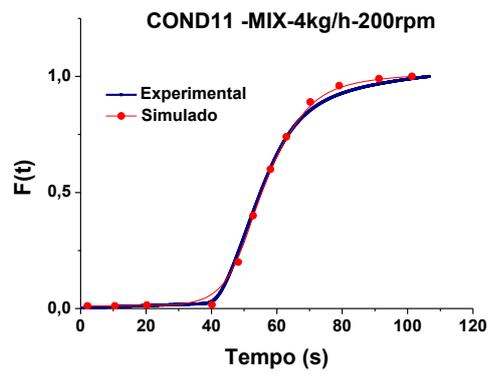
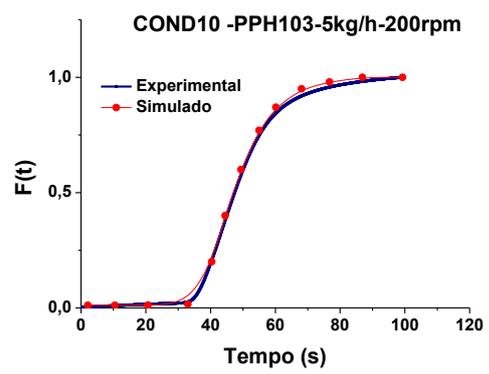
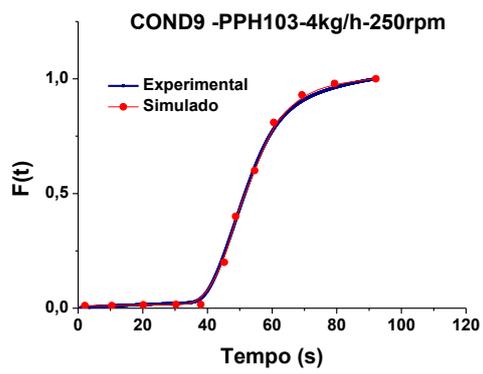
APÊNDICE C

Comparação da Curvas $E(t)$ Experimental e Simulada pelo Modelo de Potente de Todas as Condições de Operação



APÊNDICE D

Comparação das Curvas $F(t)$ Experimental e Simulada pelo Modelo de Bigio de Todas as Condições de Operação



ANEXO



Folha de Dados
Revisão 11 (Novembro/12)

Polipropileno H 103

Subfamília:
Homopolímero

Descrição:
H 103 é uma resina de polipropileno de alto índice de fluidez, aditivada para uso geral. Indicada para moldagem por injeção. Este produto apresenta excelente processabilidade e bom balanço rigidez/impacto.

Aplicações:
Embalagens de parede fina para alimentos e cosméticos; Brinquedos e eletrodomésticos; Tampas com lacre; Compostos; Impermeabilização de sacaria de rafia ou *big bag*.

Processo:
Moldagem por Injeção
Recobrimento por Extrusão

Propriedades de Controle:

	Método ASTM	Unidades	Valores
Índice de Fluidez (230°C/2,16 kg)	D 1238	g/10 min	40

Propriedades Típicas^a:

	Método ASTM	Unidades	Valores
Densidade	D 792	g/cm ³	0,905
Módulo de Flexão Secante a 1%	D 790	MPa	1200
Resistência à Tração no Escoamento	D 638	MPa	34
Alongamento no Escoamento	D 638	%	12
Dureza Rockwell (Escala R)	D 785	-	101
Resistência ao Impacto Izod a 23°C	D 256	J/m	20
Temperatura de Deflexão Térmica a 0,455 MPa	D 648	°C	98
Temperatura de Deflexão Térmica a 1,820 MPa	D 648	°C	55
Temperatura de Amolecimento Vicat a 10 N	D 1525	°C	156

a) Ensaios em corpo de prova moldado por injeção conforme ASTM D 4101.

Observações Finais:

- Esta resina atende à regulamentação FDA (*Food and Drug Administration*) para polímeros plásticos do CFR 21 seção 177.1520, vigente na data de publicação desta especificação. Os aditivos presentes são sancionados por regulamentação apropriada do FDA.
- As informações aqui contidas são dadas de boa fé, indicando valores típicos obtidos em nossos laboratórios, não devendo ser consideradas como absolutas ou como garantia. Apenas as propriedades e os valores que constam do certificado de qualidade devem ser considerados como garantia do produto.
- Em algumas aplicações a Braskem tem desenvolvido resinas *tailor-made* para alcançar características específicas.
- Em caso de dúvida na utilização ou para discutir outras aplicações, entre em contato com a Área de Serviços Técnicos.
- Para informações de segurança, manuseio, proteção individual, primeiros socorros e disposição de resíduos, consultar a FISPQ – Folha de Informações de Segurança de Produtos Químicos, Número de registro no CAS: 9003-07-0.
- Os valores constantes nesse documento poderão sofrer alterações sem comunicação prévia da Braskem.
- A Braskem não recomenda o uso desse produto para fabricação de embalagem, peças ou qualquer outro tipo de produto, que será utilizado para o armazenamento ou contato com soluções parenterais ou que terá qualquer tipo de contato interno com o corpo humano.
- Esta resina não contém a substância Bisfenol A (BPA, CAS#80-05-7) em sua composição.


Polipropileno H 503
Subfamília:

Homopolímero

Descrição:

O H 503 é uma resina de Polipropileno de baixo índice de fluidez, aditivada para uso geral. Indicada para moldagem por injeção, rafia, filmes biorientados e extrusão geral. O H 503 apresenta excelente processabilidade com boa estabilidade do fundido, bom balanço rigidez/impacto e baixa transferência de odor e sabor.

Aplicações:

Tampas *flip-top* e com dobradiças integradas; Peças de parede espessa; Eletrodomésticos; Compostos, Monofilamento para cordas, cabos de amarração, redes de pesca, cerdas para escovas e vassouras; sacarias industriais; cortinas e coberturas para aviário e agricultura.

Processo:

Moldagem por Injeção

Extrusão de Fibras

Extrusão de Rafia

Propriedades de Controle:

	Método ASTM	Unidades	Valores
Índice de Fluidez (230°C/2,16 kg)	D 1238	g/10 min	3,5

Propriedades Típicas^{a)}:

	Método ASTM	Unidades	Valores
Densidade	D 792	g/cm ³	0,905
Módulo de Flexão Secante a 1%	D 790	MPa	1400
Resistência à Tração no Escoamento	D 638	MPa	35
Alongamento no Escoamento	D 638	%	11
Dureza Rockwell (Escala R)	D 785	-	99
Resistência ao Impacto Izod a 23°C	D 256	J/m	40
Temperatura de Deflexão Térmica a 0,455 MPa	D 648	°C	98
Temperatura de Deflexão Térmica a 1,820 MPa	D 648	°C	55
Temperatura de Amolecimento Vicat a 10 N	D 1525	°C	155

a) Ensaios em corpo de prova moldado por injeção conforme ASTM D 4101

Observações Finais:

- Esta resina atende à regulamentação FDA (Food and Drug Administration) para polímeros plásticos do CFR 21 seção 177.1520, vigente na data de publicação desta especificação. Os aditivos presentes são sancionados por regulamentação apropriada do FDA.
- As informações aqui contidas são dadas de boa fé, indicando valores típicos obtidos em nossos laboratórios, não devendo ser consideradas como absolutas ou como garantia. Apenas as propriedades e os valores que constam do certificado de qualidade devem ser considerados como garantia do produto.
- Em algumas aplicações a Braskem tem desenvolvido resinas *tailor-made* para alcançar características específicas.
- Em caso de dúvida na utilização ou para discutir outras aplicações, entre em contato com a Área de Serviços Técnicos.
- Para informações de segurança, manuseio, proteção individual, primeiros socorros e disposição de resíduos, consultar a FISPQ – Folha de Informações de Segurança de Produtos Químicos. Número de registro no CAS: 9003-07-0.
- Os valores constantes nesse documento poderão sofrer alterações sem comunicação prévia da Braskem.
- A Braskem não recomenda o uso desse produto para fabricação de embalagens, peças ou qualquer outro tipo de produto, que será utilizado para o armazenamento ou contato com soluções parenterais ou que terá qualquer tipo de contato interno com o corpo humano.
- Esta resina não contém a substância Bisfenol A (BPA, CAS#80-05-7) em sua composição.