

## 5

### Visualização da Zona de Escoamento da Cortina

Neste capítulo apresenta-se o estudo experimental da zona de escoamento da cortina efetuada nos laboratórios da PUC-Rio.

Uma das mais importantes limitações deste processo é a estabilidade da cortina de líquido, quebra da cortina, que define a espessura mínima do revestimento, vazão mínima, para um dado valor de velocidade de substrato.

O objetivo principal da visualização desta zona é a análise do efeito das propriedades reológicas do líquido de revestimento na vazão crítica na que acontece a quebra da cortina.

#### 5.1

##### Bancada Experimental

Para a realização deste experimento foi construída uma bancada experimental, composta de três seções: seção de alimentação, seção de teste e seção de visualização. A descrição em detalhe dos componentes de cada uma das seções é descrita a seguir. Um esquema da bancada experimental com as três seções e indicando os principais componentes destas seções é mostrada na Fig. (5.1).

##### 5.1.1

###### Seção de Alimentação

Esta seção é formada por um reservatório fechado, uma bomba para alimentação do líquido, um acumulador e um medidor de vazão.

O líquido usado nos experimentos é armazenado no reservatório fechado, para evitar contato com o meio ambiente e minimizar riscos de contaminação. Com uma bomba de engrenagens da marca COLE-PALMER modelo 75211-60, o líquido é transportado a uma vazão constante imposta. Um acumulador é usado para amortizar as oscilações de pressão, causadas pela pulsação da bomba, assim como para eliminar as bolhas existentes no líquido. A vazão imposta é controlada pela velocidade de rotação do motor da bomba e monitorada por um medidor de vazão tipo coriolis da marca MICRO MOTION modelo CMF025 que apresenta uma margem de erro 0.5% da medida. O líquido escoava num tubo de plástico de 6,35 mm de diâmetro, desde o reservatório fechado até o aplicador.

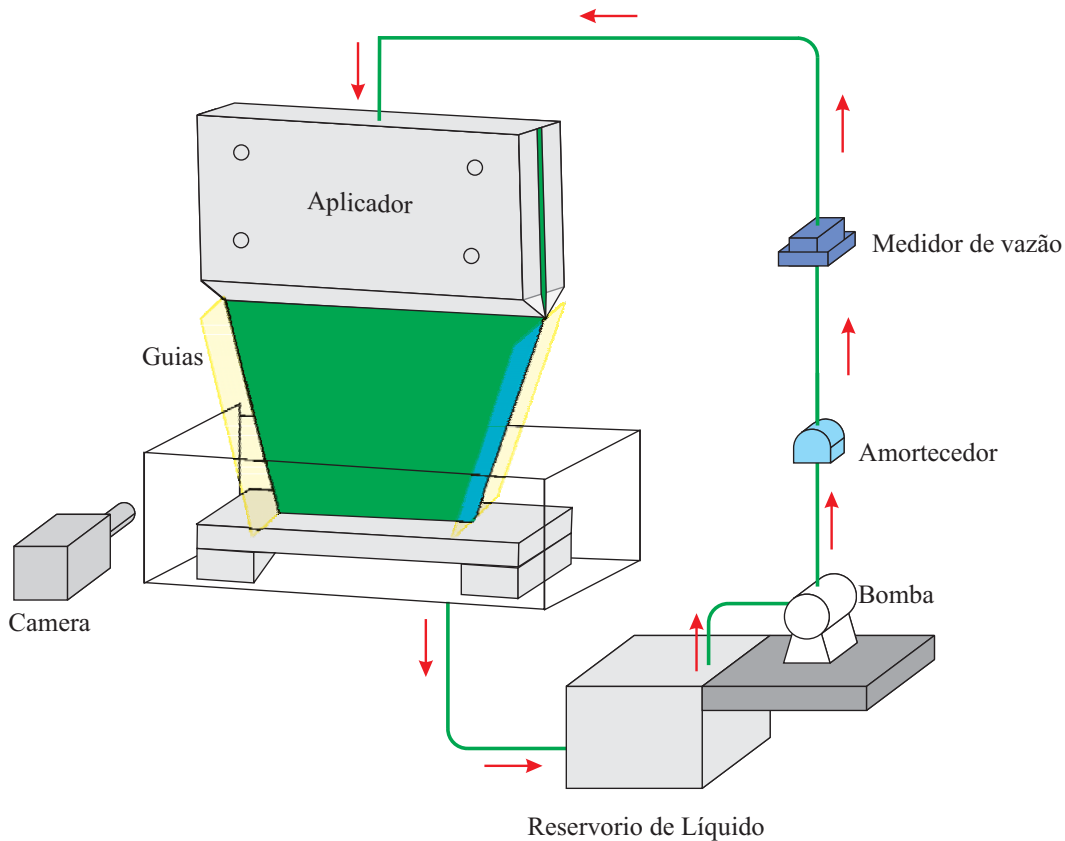


Figura 5.1: Esquema simplificado da bancada experimental para visualização da zona de escoamento.

### 5.1.2 Seção de Teste

Os componentes da seção são:

**O aplicador.** O aplicador é composto por duas placas de aço inoxidável, montadas e separadas por uma lâmina de espessura de  $100\ \mu\text{m}$ , que outorga a abertura da fenda. O aplicador usado nos experimentos descritos neste capítulo é tipo fenda, configuração diferente ao aplicador utilizado para os experimentos apresentados no capítulo anterior. O aplicador tem uma largura de 132 mm e a fenda, por onde o líquido sai do aplicador, tem uma largura de 106 mm. O aplicador encontra-se a uma altura de 100 mm respeito a base da da cortina.

**As guias.** Para manter a cortina com a mesma largura da fenda do aplicador é necessário o uso de guias. As guias utilizadas neste experimento foram duas placas planas de acrílico. Estas guias são colocadas levemente convergentes, formando um ângulo de aproximadamente  $10^\circ$  com a vertical. A maneira como foram colocadas as guias evita o início da quebra da cortina perto das guias.

O estudo feito com os três tipos de guias, na bancada experimental descrita no capítulo 4, melhorou o escoamento nas guias mas não evitou a quebra perto delas, motivo pelo qual o estudo da estabilidade da cortina nessa bancada não foi satisfatória.

**Suporte e bandeja.** A cortina de líquido cai sobre um pequeno suporte, este suporte evita o contato direto da cortina com o líquido retido na bandeja. A superfície do suporte encontra-se a 25 mm da base da bandeja. A bandeja é feita de acrílico com dimensões de 20 mm×20 mm×10 mm. O líquido, sob ação da gravidade, retorna ao depósito de armazenamento, fechando o circuito.

### 5.1.3

#### Seção de Visualização

A visualização do escoamento da cortina foi feita com uma câmara fotográfica digital, da marca, Sony modelo DSC-W80, resolução 7.2 pixels e zoom óptico de 3×. A câmara encontra-se alinhada perpendicularmente com o plano formado pela cortina de líquido.

## 5.2

### Líquidos de Revestimento

A maioria dos líquidos utilizados em processo de revestimento apresentam um comportamento não-Newtoniano. Nos experimentos descritos neste capítulo, são utilizadas soluções poliméricas diluídas de alto peso molecular com o objetivo de determinar o efeito das propriedades viscoelásticas do líquido no processo. Fluidos não-Newtonianos apresentam viscosidade dependente da taxa de cisalhamento e da taxa de extensão, além de diferenças de tensões normais em escoamentos de cisalhamento e comportamento dependente do tempo.

Os líquidos usados são soluções de polietileno glicol (PEG), de peso molecular igual a  $6 \times 10^3$  g/mol, e óxido de polietileno (PEO), de peso molecular igual a  $8 \times 10^6$  g/mol.

**O polietileno glicol (PEG)** é higroscópico para baixos pesos moleculares, isto é, suas propriedades podem variar com a concentração da água. Mas esta característica decresce com o incremento do peso molecular, então PEG's com elevado peso molecular devem ser utilizados.

**O óxido de polietileno (PEO)** apresenta degradação (oxidação), o que significa que a viscosidade e o módulo elástico da solução podem variar

com períodos maiores do que 30 dias. A degradação pode acontecer por efeitos mecânicos também para pesos moleculares acima de 1 milhão g/mol, por tanto altas taxas de cisalhamento devem ser evitados durante a preparação da solução

Estas soluções poliméricas aquosas são propostas por Dontula[37] como líquidos modelo para o estudo do efeito da elasticidade em escoamentos de processos de revestimento e em outros escoamentos com superfícies livres. Estas soluções são transparentes e têm comportamento de líquidos de Boger. A solução, de baixo peso molecular, PEG em água foi usada como solvente para todos os líquidos testados. Por causa do baixo peso molecular a solução de PEG em água tem comportamento Newtoniano. As propriedades reológicas deste tipo de solução dependem da concentração de polímero na solução. Para a realização dos experimentos a concentração de PEG foi fixada em 20% em peso, que tem uma viscosidade de aproximadamente 10 cP.

Para reduzir a tensão superficial foi adicionado surfactante, Dodecil sulfato de sodio (SDS), na solução. A concentração usada foi 2.77 mM, essa concentração é menor que a concentração crítica de agregação (*critical aggregation concentration*, CAC) na qual o surfactante começa agregar-se ou aglutinar-se com o polímero (PEO) como foi explicado por Ergunor[38].

A adição de pequenas quantidades de polímero de alto peso molecular, PEO, torna a solução elástica. A concentração de PEO utilizada nas soluções varia desde 0 até 0.3% em peso.

A preparação destas soluções é feita com muito cuidado, primeiro dissolve-se o PEG em água, adicionando este em quantidades pequenas na água e é misturado por um agitador por aproximadamente 3 horas. Logo é adicionado o PEO, a adição deve-se fazer com extremo cuidado e em pequenas quantidades pois este polímero forma, com facilidade, aglomerados de cadeias de PEO na solução podendo alterar a concentração e a homogeneidade da solução. É necessário um tempo muito maior de agitação, aproximadamente 12 horas, para dissolver completamente o PEO na solução aquosa de PEG. Repouso é necessário para eliminar as bolhas originadas da agitação.

Foram preparadas 4 soluções poliméricas. Nestas soluções a concentração de PEO foi variada para modificar suas propriedades elásticas.

### 5.2.1

#### Caracterização dos líquidos

Foram determinadas as propriedades físicas e reológicas dos líquidos usados, esta caracterização foi feita no Laboratório de Caracterização de

Fluidos da PUC-Rio. A seguir apresenta-se uma descrição da caracterização dos líquidos.

**Densidade:** Para a medição da densidade dos líquidos foi utilizado um picnômetro de 10 ml de volume e uma balança, mostrados na Fig. (5.2).



Figura 5.2: Picnômetro e balança utilizada para a medição de densidade. Foto tomada do trabalho de Del Aguila [2](2008)

**Tensão superficial:** A tensão superficial foi medida usando um tensiômetro, da marca LAUDA (modelo VO2001). O tensiômetro utiliza o método do anel. O anel é submerso na superfície de um líquido e a força requerida para separar o anel da superfície é medida durante o processo. No ponto em que a superfície se quebra, a divisão da força pela circunferência do anel, corrigida por um fator geométrico, é o valor da tensão superficial na temperatura experimental. O tensiômetro utilizado é mostrado na Fig. (5.3).

**Teste em cisalhamento:** A determinação da viscosidade, de cada uma das soluções, em função da taxa de cisalhamento foi realizada com o reômetro rotacional da marca ANTON PAAR PHYSICA modelo MCR301, utilizando a geometria tipo Couette. Para o cálculo da viscosidade inerente das soluções, foi medida a viscosidade num viscosímetro Cannon-Fenske. Na Fig. (5.4) mostra-se o reômetro rotacional e o viscosímetro Cannon-Fenske.

A viscosidade de cisalhamento, das soluções testadas, é independente da taxa de cisalhamento como é mostrado na Fig. (5.5), indicando que a este nível de concentração de PEO, as soluções estão em regime diluído, com a exceção da solução com maior concentração (0.3% PEO) que apresenta um comportamento levemente pseudo-plástico.



Figura 5.3: Tensiômetro usado para medição de tensão superficial. Foto tomada do trabalho de Del Aguila [2](2008)

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0510827/CA



a)



b)

Figura 5.4: a) Reômetro rotacional b) Viscosímetro Cannon-Fenske.

Na Tab. (5.1) apresenta-se as propriedades das soluções. A variação da viscosidade inerente, definida como  $(\eta_o - \eta_s)/\eta_s$ , com a concentração de PEO é apresentada na Fig. (5.6). A viscosidade inerente varia linearmente com a concentração do polímero de alto peso molecular (PEO). A solução número 4, de maior concentração, sai deste comportamento

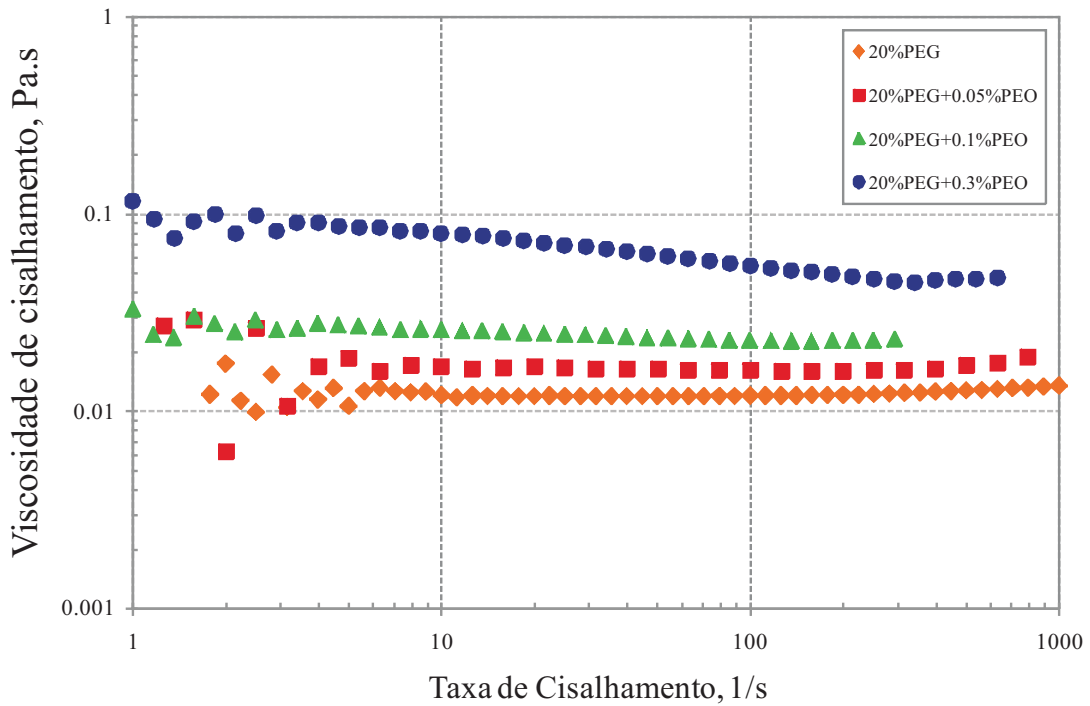


Figura 5.5: Viscosidade em função da taxa de cisalhamento.

PEG (%wt)	PEO (%wt)	$\sigma$ (mN/m)	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	$c$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\eta_o(1)$ (Pa.s)	$\eta_o(2)$ (Pa.s)	$\eta_s$ (Pa.s)
20	0	34,2	1031,8	0	0,0122	0,0125	0,0125
	0,05	36,3	1032,2	0,5161	0,0177	0,0165	0,0125
	0.1	33,3	1032,7	1,0327	0,0255	0,0217	0,0125
	0.3	36,1	1033.5	3,1005	0,0684	0,0572	0,0125

Tabela 5.1: Propriedades das soluções para diferentes concentrações de PEO: (1) Viscosidade medida no reometro, geometria Couette, (2) Viscosidade medida no viscosímetro Cannon-Feske.

linear. A viscosidade intrínseca, isto é, o coeficiente angular da reta, é aproximadamente  $[\eta] \approx 0,7m^3/kg$ . Em equilíbrio as cadeias do polímero começam sobrepor-se quando a concentração reduzida, definida como  $c^* = c \times [\eta]$ , é aproximadamente  $c^* = 1$ , como foi explicado por Macosko[39]. A concentração máxima reduzida das soluções testadas estão por debaixo de este limite e conseqüentemente todos os líquidos testados estão em regime diluído, com exceção da solução número 4 de maior concentração.

O tempo de relaxação das soluções é estimado por  $\lambda \equiv \eta_p/G$ , onde  $\eta_p$  é a viscosidade proveniente da contribuição do polímero ( $\eta_p =$

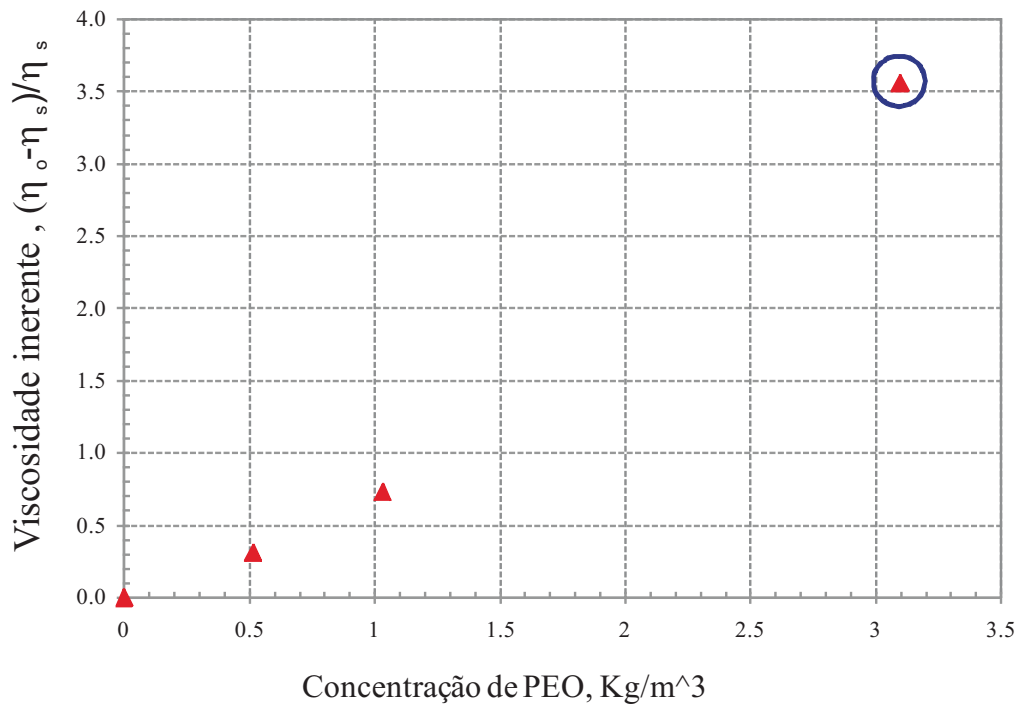


Figura 5.6: Viscosidade inerente em função da concentração de PEO na solução.

PEG	PEO (%wt)	$\eta_o(2)$ (%wt)	$\eta_s$ (Pa.s)	$\eta_p$ (Pa.s)	$\eta_p = (\eta_p - \eta_s)/\eta_s$ (Pa.s)	$G$ (Pa)	$\lambda$ (s)
20	0	0,0125	0,0125	0	0	0	0
	0,05	0,0165	0,0125	0,0039	0,3118	0,213	0,0183
	0,1	0,0217	0,0125	0,0092	0,7315	0,426	0,0215
	0,3	0,0572	0,0125	0,0446	3,5572	1,280	0,0348

Tabela 5.2: Tempo de relaxação estimado da solução, diferentes concentrações de PEO.

$\eta_o - \eta_s$ ) e  $G$  é o modulo elástico da solução. O modulo elástico esta em função da concentração do polímero  $c$  e do peso molecular dele  $M_w$  ( $G \equiv (c/M_w)RT$ ). O tempo de relaxação estimado de cada solução é apresentado na Tab. (5.2). Como esperado, em regime diluído, o tempo de relaxação é independente da concentração de PEO. O tempo de relaxação estimado foi  $\lambda \approx 0,02$  para as soluções em 20% em peso de PEG.

**Teste de elasticidade:** A viscosidade extensional aparente foi medido usando um reômetro do tipo "capillary thinning extensional device" (CABER) da marca THERMO FISHER SCIENTIFIC, mostrado



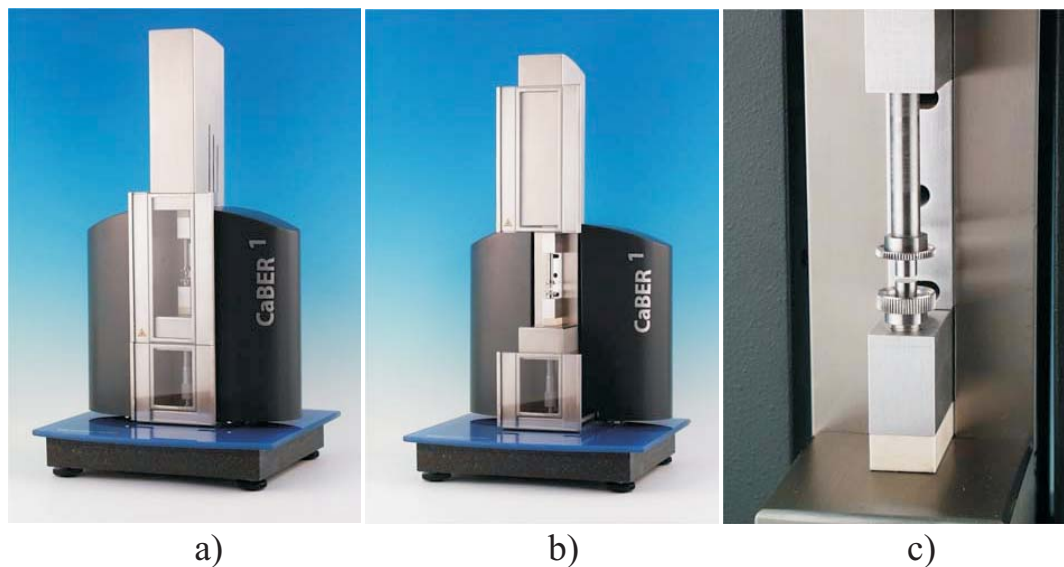


Figura 5.7: Fotografia do reômetro extensional CABER: a) fechado b) aberto c) detalhe .

na Fig. (5.7). Nesta técnica, aplica-se a teoria de afinamento capilar dos líquidos.

Entre duas barras de alumínio, alinhadas verticalmente, tendo uma barra fixa (inferior) e uma móvel (superior), uma pequena quantidade de líquido é colocado preenchendo o espaço entre elas (aprox. 4 mm), logo é imposto um degrau de deformação axial na amostra (a barra superior é afastada rapidamente na direção vertical) de magnitude prescrita pela velocidade de barra para formar um filamento de líquido entre as barras. O diâmetro deste filamento afina sob ação das forças capilares. Este reômetro usa um micrômetro de laser, no plano médio do filamento, para monitorar a variação do diâmetro. Observando-se a forma geométrica deste filamento e o tempo que leva em quebrar, pode-se ver a influência da elasticidade no escoamento. Um esquema do funcionamento, descrito, do CABER é mostrado na Fig. (5.8).

A evolução do diâmetro, para os três líquidos não-Newtonianos, com o tempo é apresentado na Fig. (5.9). Como esperado, a solução com maior concentração de PEO (mais elástico) tem maior tempo de quebra do filamento. O tempo de quebra para o líquido Newtoniano é muito pequeno o que dificulta, ao instrumento, obter dados suficientes para este caso.

A comparação do comportamento das soluções feita na Fig. (5.9) mostra que depois de uma rápida fase inicial dominada pelas forças viscosas,

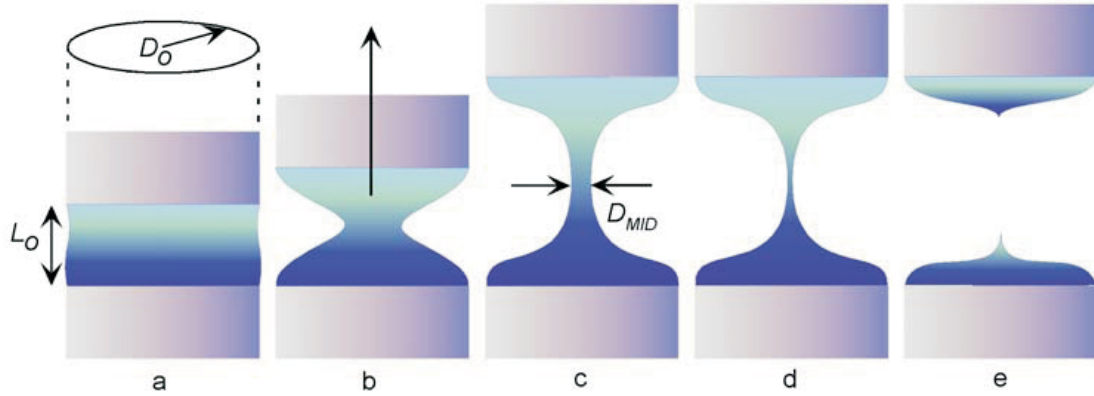


Figura 5.8: Fotografia do reômetro extensional CABER: a) barras antes do afastamento b) durante o afastamento c) imediatamente depois do esticamento de líquido d) durante a ação das forças capilares no filamento e) quebra do filamento.

existe um tempo intermediário onde a dinâmica da deformação do filamento é governada por um balanço entre as forças de tensão superficial e as forças elásticas. Neste regime, o radio do filamento decresce exponencialmente, representado pela Eq. (5-1), onde  $\lambda$  é o tempo de relaxação, que governa a quebra por capilaridade do filamento,  $G$  é o modulo de elasticidade e  $D_o$  é o dimâmetro inicial do filamento.

$$D_m(t) = D_o \left[ \frac{GD_o}{\sigma} \right]^{\frac{1}{3}} e^{\frac{-t}{3\lambda}}. \quad (5-1)$$

Esta evolução é induzida pela pressão capilar e a tensão elástica do líquido outorga a resistência à evolução. As medidas podem ser representadas em termos da viscosidade extensional aparente, que é definida pela Eq. (5-2):

$$\eta_{app}(\varepsilon) = \frac{\frac{2\sigma}{D_m(t)}}{\left[ \frac{-2}{D_m} \frac{dD_m}{dt} \right]} = \frac{\sigma}{\frac{dD_m}{dt}} \quad (5-2)$$

e a deformação de Hencky é definido pela Eq. (5-3):

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{D_m(t)}{D_o}\right) = -\frac{2}{D_m} \frac{dD_m}{dt} \quad (5-3)$$

Logo os dados podem ser reportados em forma da viscosidade extensional como é mostrado na Fig. (5.10)

Para solução sem PEO, líquido Newtoniano, a viscosidade extensional aparente é independente da taxa de deformação. É importante lembrar

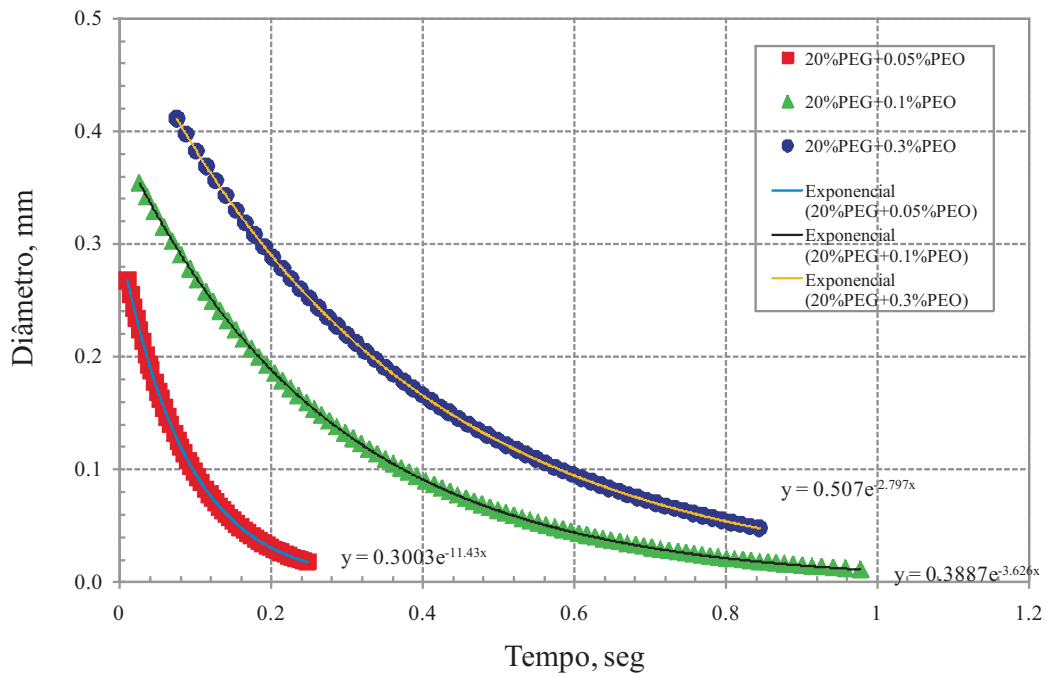


Figura 5.9: Evolução do diâmetro do filamento, formado pelas soluções no CABER, em função do tempo.

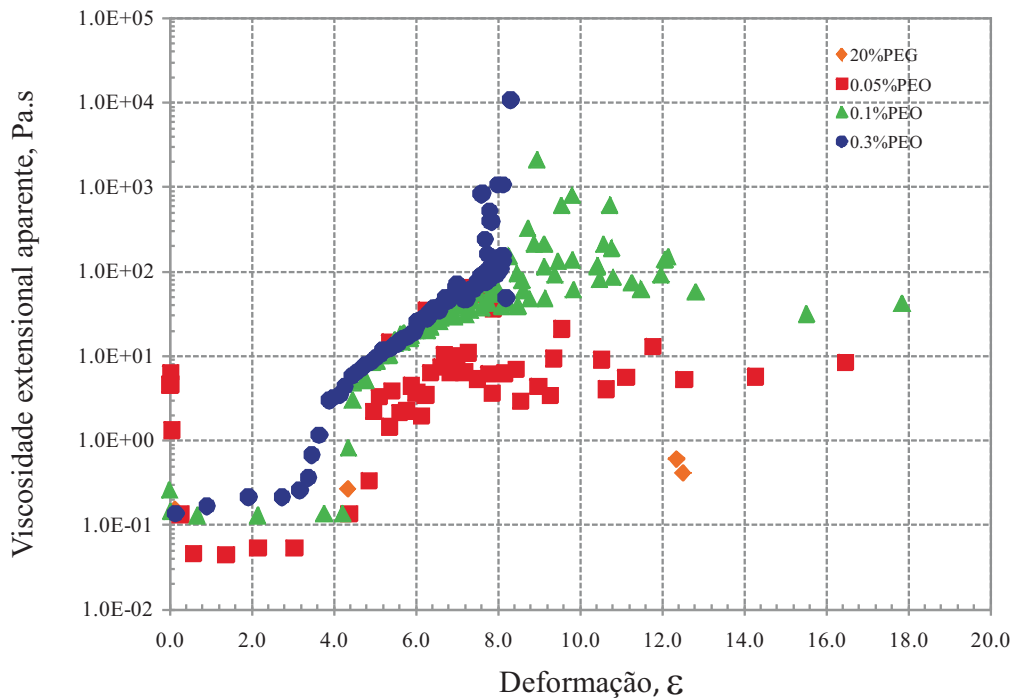


Figura 5.10: Viscosidade extensional aparente em função da deformação.

que o número de dados obtidos para o líquido Newtoniano é pequeno porque o filamento quebra num tempo extremadamente curto.

Para as soluções viscoelásticas, a viscosidade extensional aparente varia com a deformação extensional, como esperado. Para baixas deformações a viscosidade extensional é aproximadamente igual à solução Newtoniana. A viscosidade extensional eleva-se nitidamente para o valor em alta deformação na faixa  $3 > \varepsilon > 5$ . Para a concentração de 0,05% PEO, a razão de *Trouton* para altos valores de deformação é aproximadamente  $\eta_e/\eta_s \approx 500$ . A viscosidade extensional aparente, para altas deformações, cresce com a concentração de polímero de maior peso molecular.

### 5.3

#### Procedimento Experimental

Para realizar análise do efeito das propriedades reológicas do líquido de revestimento na vazão crítica na que acontece a quebra da cortina, utilizou-se o procedimento a seguir:

1. Preparar as soluções.
2. Limpar a bancada experimental.
3. Ligar a bomba, escolhe-se uma velocidade da bomba na qual obtém-se uma vazão suficiente para formar uma cortina de líquido estável.
4. Esperar uns minutos para estabilizar o escoamento.
5. Logo inicia-se a diminuição da velocidade da bomba em pequenos intervalos.
6. Esperar aproximadamente 1 min, para o escoamento estabilizar-se, em cada diminuição.
7. Diminuir a velocidade da bomba até a cortina de líquido quebrar.

Este procedimento foi realizado aproximadamente 10 vezes para cada solução testada, e assim poder garantir a repetibilidade do experimento.

## 5.4 Resultados Experimentais

Os experimentos realizados oferecem uma visão geral da resposta da cortina às propriedades reológicas das soluções utilizadas. Na Fig. (5.11) mostra-se que a quebra da cortina resulta da amplificação de um local e transiente furo na cortina. O furo aparece na parte inferior da cortina (Fig. (5.11)-2) começa a escalar e finalmente invade a cortina totalmente. A cortina é desintegrada em pequenas colunas de líquido, como foi descrito por Roche[11]. A forma de quebra da cortina é independente das propriedades reológicas das soluções. O valor do número de Weber crítico,  $We^* = \rho q^* V / \sigma$ , foi calculado com a vazão mínima ( $q^*$ ) e é apresentado no gráfico da Fig. (5.12) como função da concentração de PEO na solução.

O número de Weber crítico diminui quando a concentração de PEO aumenta, isto é, a elasticidade da solução estabiliza a cortina de líquido. Este resultado claramente mostra que as propriedades elásticas dos líquidos de revestimento podem reduzir a vazão mínima, onde acontece a quebra da cortina, por mais do 50%

Sünderhauf[40] foi um dos primeiros a estudar a influência da viscosidade na estabilidade da cortina de líquido. Ele concluiu que as forças viscosas resistem à propagação da extremidade de um furo formado na cortina. Assim o número de Weber crítico é inversamente proporcional à viscosidade da solução, em outras palavras quanto mais alta a viscosidade menor é o número de Weber crítico. Com essa base podemos presumir que em nosso caso, quando aumentamos a concentração de PEO realmente estamos estabilizando a cortina de líquido pelo aumento da viscosidade extensional da solução, como mostra a Fig. (5.13).

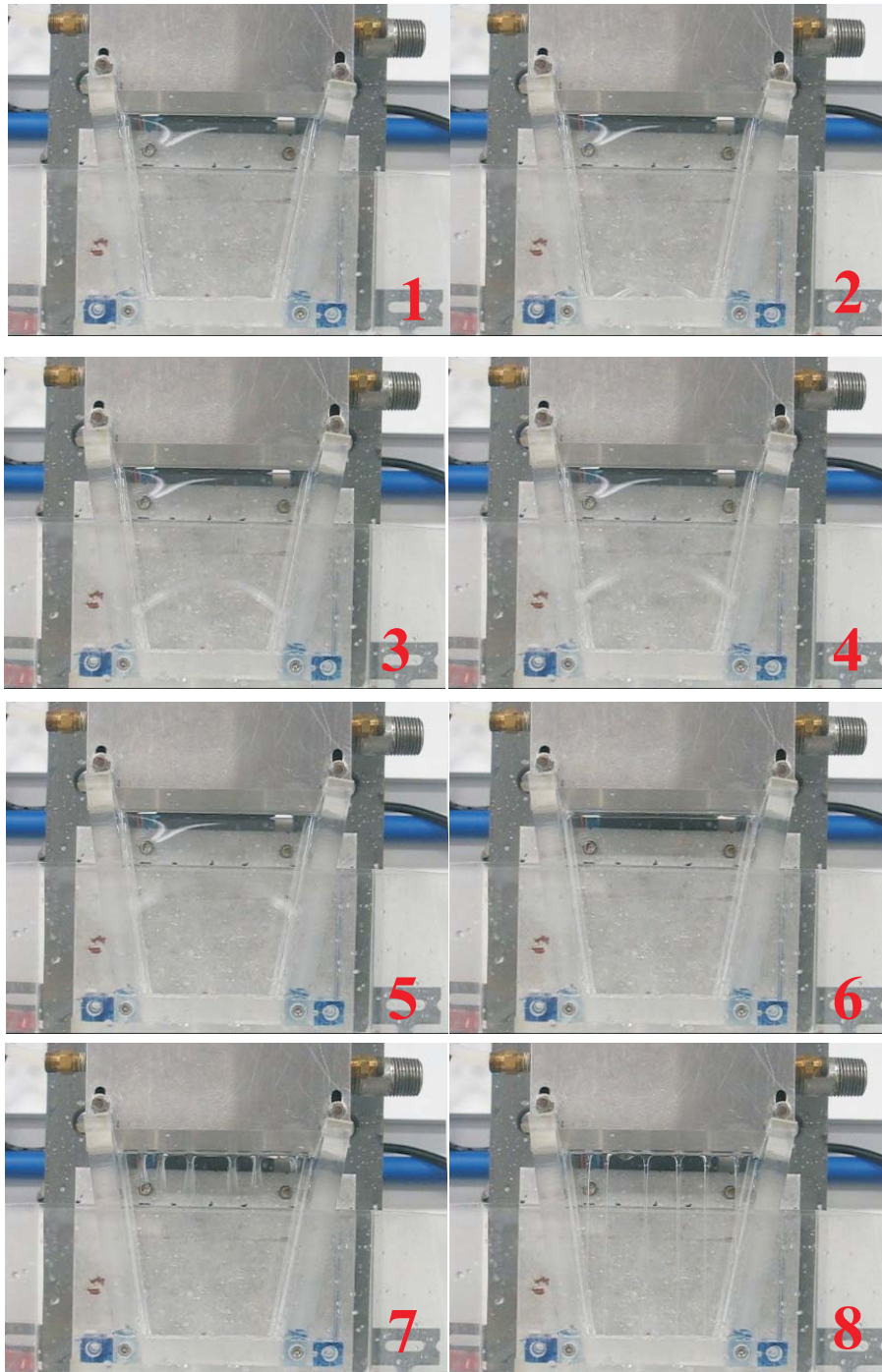


Figura 5.11: Sequência da evolução da quebra da cortina.

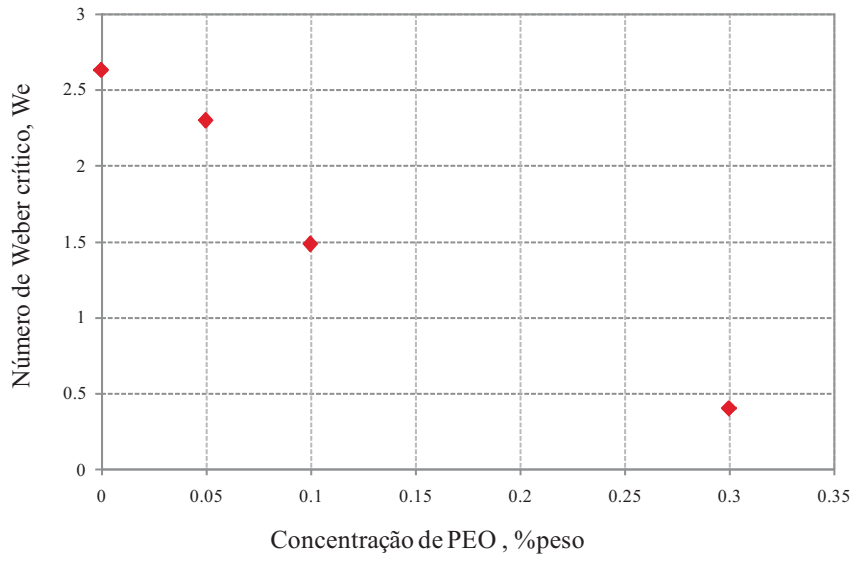


Figura 5.12: Número de Weber Crítico em função da concentração de PEO.

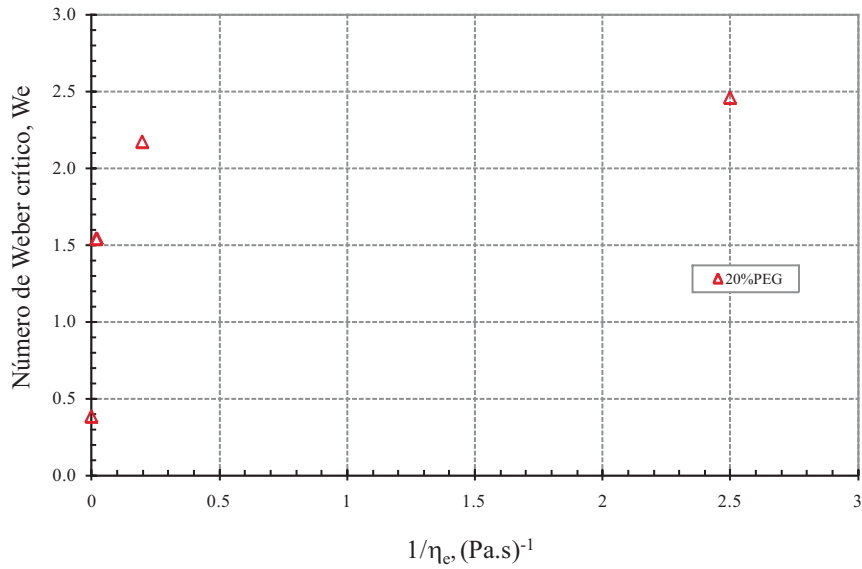


Figura 5.13: Número de Weber Crítico em função da inversa da viscosidade extensional.