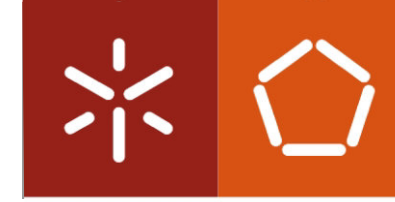


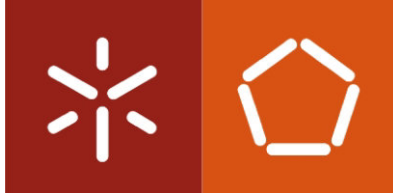


**Estudo sobre coextrusão de polímeros
fundidos**

Pedro Tiago Ferreira Alves

Universidade do Minho
Escola de Engenharia





Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Pedro Tiago Ferreira Alves

Estudo sobre coextrusão de polímeros fundidos

Dissertação de Mestrado
Ciclo de Estudos Integrados Conducentes ao
Grau de Mestre em Engenharia de Materiais

Trabalho efetuado sob a orientação do
Professor Doutor Miguel Nóbrega
e da
Professora Doutora Olga Carneiro

Declaração

Nome: Pedro Tiago Ferreira Alves

Endereço Eletrónico: alves.pedro.tiago@gmail.com

Telefone: 914011124

Número do Bilhete de Identidade: 13190385

Título da dissertação: **Estudo sobre coextrusão de polímeros fundidos**

Orientador: Professor Doutor Miguel Nóbrega

Coorientadora: Professora Doutora Olga Carneiro

Ano de conclusão: 2013

Designação do Mestrado: Mestrado Integrado em Engenharia de Materiais

Declaro sob compromisso de honra que a dissertação/trabalho de projeto agora entregue corresponde à que foi aprovada pelo júri constituído pela Universidade do Minho. Concordo que a minha dissertação/trabalho de projeto seja colocada no repositório da Universidade do Minho com o seguinte estatuto:

1. Disponibilidade imediata do trabalho para o acesso Universal.

Universidade do Minho, Guimarães;

Assinatura:

Agradecimentos

Diversas pessoas contribuíram de forma direta ou indireta para a realização deste trabalho, a todos gostaria de expressar o meu profundo agradecimento.

Aos Professores Miguel Nóbrega, Olga Carneiro e ao Dr. Gabriel Bernardo, a oportunidade de integrar este projeto, pela orientação dedicada e proactiva no apoio ao projeto realizado.

Ao Professor Carlos Tavares, ao Henrique e à Juliana o auxílio e disponibilidade na etapa de caracterização de fibras óticas.

De uma forma especial ao Paulo, Arcélia, Sérgio e Tiago, por toda a ajuda nos trabalhos experimentais.

Ao Departamento de Engenharia de Polímeros e aos seus técnicos, que sempre me prestaram o auxílio necessário.

No final desta etapa, gostaria de expressar o meu agradecimento a todos os professores do meu percurso escolar e académico, porque a eles se deve muito do meu enriquecimento científico e humano.

Aos meus amigos e colegas, que ao longo do curso mostraram o constante incentivo e companheirismo, sem esquecer as alegrias partilhadas ao longo de todo o percurso académico.

Por fim, a toda a minha família, em especial aos meus pais, ao meu irmão e à Sónia, agradeço a paciência, o carinho, e o constante apoio.

A todos muito obrigado.

Resumo

O processamento de polímeros por coextrusão permite a combinação de materiais poliméricos de forma simultânea, que combina de forma aditiva as propriedades dos materiais constituintes, o que é possível se não se promover a mistura entre os materiais processados. Este processo, quando aplicado com uma fiação/cabeça de extrusão capaz de combinar os diferentes materiais, permite a obtenção de produtos difíceis ou até impossíveis de produzir de outra forma. Quando comparado com as alternativas de processamento, regra geral, este tipo de processamento é vantajoso economicamente.

O sucesso no processamento por coextrusão de diferentes materiais, requer uma seleção cuidada das matérias-primas, caso sejam empregues combinações mal selecionadas e com propriedades reológicas distintas, podem surgir instabilidades de fluxo, que afetam a qualidade de desempenho dos produtos obtidos.

Atualmente está em voga a aplicação de POF (do inglês - *Plastic Optical Fibers*) nos mais variados setores industriais, as aplicações deste tipo de fibras estão em crescente, pois estas apresentam elevada flexibilidade e baixo custo de produção. Estas fibras são, habitualmente, constituídas por duas camadas que incorporam materiais distintos, núcleo e casca. Desta forma, poderão ser produzidas por coextrusão. Usualmente, para POF multimodo, o núcleo da fibra pode assumir dimensões compreendidas entre 100 e 600 μm , enquanto a casca pode assumir dimensões entre 300 e 1000 μm .

Este trabalho visa o desenvolvimento e implementação, nos laboratórios do Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho, da produção de POF, envolvendo a utilização de diferentes combinações de dielétricos poliméricos transparentes, nas combinações PMMA-PS, PMMA-PC e PC-PS.

Por outro lado, este trabalho visa a avaliação de instabilidades de uma estrutura coextrudida de PS e ABS, que é empregue na produção de diversos produtos de base polimérica, obtidos por coextrusão.

Instabilidades interfaciais são um processo instável, em que a geometria da interface entre as camadas coextrudidas varia localmente. As instabilidades de processamento em coextrusão podem induzir uma distribuição de espessuras das camadas coextrudidas não uniforme, podendo até, em casos extremos, promover a mistura dos materiais processados. Facto que não é desejável.

Neste projeto foi conseguido o processamento de POF com perfil de índices de refração tipo degrau - multimodo com os diâmetros característicos destas fibras para as três combinações testadas. Para as combinações de dielétricos testadas foi constatado que todas permitiram o transporte de sinais luminosos, sendo que o transporte com menor atenuação se verificou na combinação PS - PC.

No teste de instabilidades de fluxo em coextrusão, apenas foi possível apurar em alguns testes, encapsulação viscosa. As condições de estudo desta vertente do processamento por coextrusão necessitava de algumas melhorias, pelo que, foi desenvolvida uma proposta de um sistema de coextrusão.

Abstract

The processing of polymers by coextrusion allows the combination of polymeric materials simultaneously, which combine in an additionally way the properties of the materials used - this would be impossible with the mixing of those processed materials.

This process, when applied with a die capable of combine the different materials, allows to obtain materials hard or even impossible to produce with another method.

When compared with the processing alternatives, this type of process is usually economically advantageous.

The success on the coextrusion processing of different materials implies a previous and careful selection of the right raw materials because the combination of materials with different rheological properties may lead to flow instabilities which will affect the quality of the obtained products performance.

Is currently in vogue the use of POF (Acronyms of Plastic Optical Fibers) in several industrial sectors because they have high flexibility and low cost of production.

These fibers can be produced by coextrusion because they are usually made up by two layers that incorporate distinct materials, core and cladding. The core may assume dimensions between 100 and 600 μm while the cladding may present dimensions between 300 and 1000 μm .

This project aims the development and implementation, on the Labs the Polymers Engineering Department of Universidade do Minho, of the production of POF using different combinations of polymeric dielectrics on PMMA-PS, PMMA-PC and PC-PS.

This project will also allow the evaluation of instabilities of a coextruded structure of PS and ABS, which is applied on the production of diverse polymeric based products, obtained by coextrusion.

Interfacial instabilities are an instable process where the geometric of the interface between the coextruded layers differs locally. Those instabilities may lead to an uneven distribution of thickness of coextruded layers, in extreme cases may even promote the mixing of the processed materials which is not desirable.

In this project, it was possible the processing of step index POF - multimode, with the characteristic diameter of the fibers for the three combinations tested.

In the combination of the dielectric tested they all allowed the transport of light signals, but the lowest attenuation was observed in the combination PS - PC.

On the instability coextrusion flow test it was only possible to ascertain viscous encapsulation in some tests.

The study conditions of processing part by coextrusion needed some improvements, so it was developed a proposal of a coextrusion system.

Lista de Símbolos e Abreviaturas

POF - do inglês *Plastic Optical Fiber*

GOF - do inglês *Glass Optical Fiber*

FTTH - do inglês *Fiber To The Home*

LAN - do inglês *Local Area Network*

DEP - Departamento de Engenharia de Polímeros

3D - Três dimensões

PS - Polistireno

PMMA - Polimetil Metacrilato

ABS - Acrilonitrilo Butadieno Estireno

LLDPE - Polietileno de baixa densidade

PC - Policarbonato

HIPS - Poliestireno com elevada resistência ao impacto

L - comprimento

R - raio

P - Pressão

τ - Tensão de corte

$\dot{\gamma}$ - Taxa de corte

Q - Débito

K - Constante reológica

η - Viscosidade

gap - distância entre pratos

w - velocidade angular

h - altura

a_T - Fator de deslocamento

E - Energia de ativação

T - Temperatura

σ - Tensão

ε - Deformação

G' - Módulo de armazenamento

G'' - Módulo de perda

G^* - Módulo complexo

x - Distância

MM - Massa molecular

DMM - Distribuição de massa molecular

MFI - Índice de fluidez

A - Área

Re - Razão de estiramento

v - velocidade

λ - Comprimento de onda

u.a. - Unidades arbitrárias

d - Diâmetro

P - Pressão

n - Índice de refração

c - Velocidade da luz na presença de vácuo

θ - Ângulo

NA - Abertura numérica

α - Coeficiente de atenuação

P_x - Potência

LED - Díodo emissor de luz

Índice

1.	Introdução.....	1
1.1.	Estado de Arte	3
1.1.1.	Produção de Fibras Óticas Poliméricas	3
1.1.2.	Instabilidades de Fluxo em Coextrusão.....	10
1.2.	Objetivos	16
1.3.	Estrutura da Dissertação	17
2.	Materiais e Métodos	18
2.1.	Materiais a Utilizar	18
2.1.1.	Materiais para POF.....	18
2.1.2.	Materiais para Avaliação de Instabilidades.....	20
2.2.	Técnicas de Caracterização de Materiais	22
2.2.1.	Reometria Capilar.....	22
2.2.2.	Reometria de Pratos Paralelos	26
2.2.3.	MFI.....	32
2.3.	Equipamento de Processamento	32
2.3.1.	Processamento de POF	35
2.3.2.	Avaliação de Instabilidades de Fluxo em Coextrusão	40
2.4.	Técnicas de Caracterização	43
2.4.1.	Microscopia Ótica.....	43
2.4.2.	Espectrofotometria	46
3.	Apresentação e Discussão dos Resultados	50
3.1.	Caracterização Reológica	50
3.1.1.	Curvas de Fluxo e Índice de Fluidiez.....	50
3.1.2.	Reometria Oscilatória.....	55
3.2.	Fibras óticas.....	60
3.2.1.	Processamento.....	60
3.2.2.	Caracterização	63
3.2.3.	Conclusão	88
3.3.	Avaliação de instabilidades de fluxo em coextrusão	89
3.3.1.	Processamento.....	89
3.3.2.	Caracterização	91
3.3.3.	Conclusão	103
4.	Proposta de Desenvolvimento do Sistema de Coextrusão	104
5.	Conclusões e Propostas para Trabalhos Futuros	109

Bibliografia	111
Anexo I – Noções Complementares	116
Propriedades Óticas	116
Índice de Refração.....	116
Reflexão e Refração.....	117
Reflexão Interna Total.....	118
Abertura Numérica.....	120
Perdas Óticas.....	122
Anexo II – Fichas Técnicas	125
PS.....	125
ABS	127
PC.....	128
PMMA.....	131
Anexo III – Procedimento Experimental	133
Reometria Capilar.....	133
Reometria de Pratos Paralelos.....	134
Ensaio em Corte.....	134
Ensaio Oscilatórios com Varrimento em Frequência	135
MFI	135
Microscopia Ótica.....	136
Anexo IV – Resultados Obtidos	137
Curvas de Fluxo	137
Anexo V – Desenhos Técnicos do Sistema de Coextrusão	141
Módulo 1	141
Peça 1	141
Peça 2	142
Módulo 2	143
Módulo 3	144
Peça 1	144
Peça 2	145
Revestimento	146
Válvula.....	147

Índice de Figuras

Figura 1 Exemplos de produtos obtidos por coextrusão [1]-[5].	1
Figura 2 Diagrama esquemático de uma fibra ótica polimérica POF.	2
Figura 3 Constituição típica das POF e das GOF, e dimensões típicas (adaptado de [9]).	3
Figura 4 Tipos de fibras óticas (adaptado de[6]).	4
Figura 5 Método de construção da pré-forma para POF monomodo [10].	5
Figura 6 Método de produção de POF de índice gradual [7].	6
Figura 7 Processo de coextrusão com recurso à difusão [13].	7
Figura 8 Fieira de coextrusão aplicada por Yaoming et al [14].	8
Figura 9 Exemplos de aplicações das POF [27].	9
Figura 10 Exemplos de instabilidades presentes em produtos coextrudidos [28]-[30].	10
Figura 11 Padrões de instabilidades de fluxo/escoamento [31].	11
Figura 12 Exemplo de um filme planar com camadas intermisturadas [30].	11
Figura 13 Exemplo de encapsulação viscosa [34].	12
Figura 14 Relação entre os fluxos de entrada e de saída numa estrutura onde ocorreu um rearranjo elástico das camadas [35].	13
Figura 15 Padrão de escoamentos secundários existentes num canal tipo lágrima e num canal quadrado [31].	14
Figura 16 Exemplos de produtos que envolvem a coextrusão de PS e ABS [41], [42]. a) Perfis, b) Folha multicamada e c) Folha.	21
Figura 17 Diagrama esquemático de um Reómetro Capilar.	23
Figura 18 Ilustração do processo efetuado para calcular a queda de pressão real na fieira (correção de Bagley).	24
Figura 19 Relação entre taxa de corte aparente e taxa de corte corrigida. ..	25
Figura 20 Diagrama esquemático do funcionamento do reómetro de pratos paralelos, para realização de ensaios em corte.	26
Figura 21 Representação de uma curva de fluxo típica de um material polimérico.	28
Figura 22 Relação entre um estímulo (tensão) e a resposta (atrasada) do material relativamente ao estímulo.	31

Figura 23 Exemplo da variação dos módulos G' e G'' de um fluido viscoelástico [53].	31
Figura 24 Esquema completo de uma linha típica de coextrusão.	33
Figura 25 Representação esquemática dos componentes de uma extrusora.	33
Figura 26 Ilustração do processamento por coextrusão [56].	34
Figura 27 Linha de extrusão para produção de POF.	36
Figura 28 Desenho técnico da fieira a utilizar na produção de POF.	37
Figura 29 Ilustração do efeito de arrefecimento do material coextrudido em água. a) Inserção do filamento numa tina de água à temperatura ambiente. b) Material rígido e de impossível manuseamento nos rolos de puxo.	38
Figura 30 Ilustração simplificada do estiramento aplicado por rolos de puxo.	39
Figura 31 Ilustração simplificada do equipamento usado na extrusão, para fins de estudo das instabilidades.	41
Figura 32 Representação 3D da fieira utilizada nos testes de avaliação de instabilidades, a) Fieira completa, b) Módulos da fieira separados, c) Corte da secção transversal.	41
Figura 33 Ilustração do procedimento realizado para garantir uma relação mássica de 80 / 20 a) Produto coextrudido, b) Método de separação dos constituintes, c) Camadas coextrudidas separadas.	42
Figura 34 Imagem de microscopia ótica de reflexão obtida, quando se realizou o corte da fibra com uma lâmina.	44
Figura 35 Imagem de microscopia ótica de reflexão obtida, quando se realizou a fixação das POF em resina <i>epóxi</i> .	44
Figura 36 Imagem de microscopia ótica de transmissão obtida, quando se realizou o corte da fibra com uma lâmina sob o suporte.	45
Figura 37 Interface entre o <i>software</i> e a câmara digital, representativa da medição do diâmetro das camadas constituintes das POF.	45
Figura 38 a) Lupa utilizada na caraterização de amostras resultantes dos ensaios de avaliação de instabilidades b) Câmara digital.	46
Figura 39 Espectro de atenuação de uma POF de índice gradual com núcleo de PMMA [61].	47
Figura 40 Espectrofotómetro utilizado na caraterização de POF.	48

Figura 41 Caracterização de uma fibra ótica de vidro existente no Departamento de Física.....	49
Figura 42 Curva de fluxo do PS.	50
Figura 43 Curva de fluxo do PMMA.	52
Figura 44 Curva de Fluxo do PC.....	53
Figura 45 Curva de fluxo do ABS.	54
Figura 46 Módulos G' e G'' em função da frequência para o PS.....	56
Figura 47 Módulos G' e G'' em função da frequência para o PMMA.....	57
Figura 48 Módulos G' e G'' em função da frequência para o PC.	58
Figura 49 Módulos G' e G'' em função da frequência para o ABS.	59
Figura 50 Curvas de fluxo do PMMA e PS a 240°C (obtidas pelo modelo de Carreau - Yasuda).	65
Figura 51 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.01 até 1.05).	66
Figura 52 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.01 até 1.05).	67
Figura 53 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.01 até 1.05).	68
Figura 54 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.06 até 1.10).	71
Figura 55 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.06 até 1.10).	72
Figura 56 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.06 até 1.10).	72
Figura 57 Espectro obtido na combinação PMMA e PS (ensaio 1.10).....	73
Figura 58 Sobreposição do espectro de uma fibra ótica de vidro com o espectro da POF de PMMA e PS.	74
Figura 59 Curvas de fluxo do PMMA e PC a 260°C (obtidas pelo modelo de Carreau - Yasuda).	76
Figura 60 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PMMA - PC.	77

Figura 61 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PMMA - PC.	78
Figura 62 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PMMA - PC.	79
Figura 63 Espectro obtido na combinação PMMA e PC (ensaio 2.01).	80
Figura 64 Sobreposição do espectro de uma fibra ótica de vidro com o espectro da POF de PMMA e PC.	81
Figura 65 Curvas de fluxo do PS e PC a 250°C.	83
Figura 66 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PS - PC.	84
Figura 67 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PS - PC.....	85
Figura 68 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PS - PC.....	86
Figura 69 Espectro obtido na combinação PS e PC (ensaio 3.04).	87
Figura 70 Sobreposição do espectro de uma fibra ótica de vidro com o espectro da POF de PS e PC.	88
Figura 71 Designação dos canais empregue nos testes efetuados para o estudo da avaliação de instabilidades de fluxo.	90
Figura 72 Curvas de fluxo do PS e do ABS a 230°C.	93
Figura 73 Secção transversal do extrudido após a saída da fieira para o Teste I.a).	93
Figura 74 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste I.a).	94
Figura 75 Secção transversal do extrudido após a saída da fieira para o Teste I.b).	96
Figura 76 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste I.b).	96
Figura 77 Módulos de armazenamento' do PS e do ABS a 230°C.....	98
Figura 78 Resultado obtido após a saída da fieira.	99
Figura 79 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste II.	99

Figura 80 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste III.....	101
Figura 81 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste IV.....	102
Figura 82 Bloco de coextrusão que suporta a fieira e realiza a união das extrusoras (existente no DEP).....	104
Figura 83 Módulo 1 da fieira proposta.	105
Figura 84 Módulo 2 da fieira proposta a) Módulo completo, b) Secção transversal.	106
Figura 85 a) Modo de fixação do módulo 3 e b) Módulo 3 da fieira proposta.	106
Figura 86 Sistema de coextrusão completo.	107
Figura 87 Vista da componente que permite a remoção da fieira - a) Modo de fixação - b) Modo de remoção.	108
Figura 88 Representação esquemática dos fenómenos de reflexão e refração para um feixe de luz incidente.	117
Figura 89 Representação esquemática do raio crítico (θ_c).	118
Figura 90 Exemplo de reflexão interna total.	119
Figura 91 Reflexão interna total para uma fibra ótica.	119
Figura 92 Representação gráfica do ângulo e cone de aceitação de uma fibra ótica.	121
Figura 93 Demonstração da variação da atenuação com o comprimento de onda e apresentação das janelas de atenuação do PMMA [11].	123
Figura 94 Reómetro capilar utilizado.	133
Figura 95 Prensa utilizada na preparação de amostras.	134
Figura 96 Reómetro de pratos paralelos utilizado.	134
Figura 97 Equipamento utilizado para realização dos ensaios MFI.	136
Figura 98 Serra fio de diamante utilizada no corte de amostras.	137
Figura 99 resultados obtidos na reometria do ABS a taxa de corte constante (0,1 e 0,01 s ⁻¹).	138
Figura 100 Sobreposição dos valores de viscosidade obtidos na reometria a taxa de corte constante na curva de fluxo do ABS.....	139
Figura 101 Sobreposição dos resultados obtidos nos melhores ensaios de reometria capilar e rotacional a 320°C para o PC.....	140

Índice de Tabelas

Tabela 1 Propriedades relevantes dos materiais a utilizar para produção de POF [37], [38].	18
Tabela 2 Propriedades esperadas das diferentes combinações de materiais para produção de POF.	19
Tabela 3 Temperaturas dos ensaios de reometria capilar dos materiais a utilizar.	26
Tabela 4 Representação do modo de aplicação do ajuste de Carreau - Yasuda.	28
Tabela 5 Representação do modo de aplicação do ajuste de Carreau - Yasuda com inclusão do fator de deslocamento.	30
Tabela 6 Condições dos ensaios MFI.	32
Tabela 7 Temperaturas de processamento aplicadas para avaliação de instabilidades em coextrusão.	43
Tabela 8 Resultados do índice de fluidez.	55
Tabela 9 Perfil de temperatura utilizado na produção de POF com PMMA e PS [62].	60
Tabela 10 Perfil de temperatura utilizado na produção de POF com PMMA e PC.	61
Tabela 11 Perfil de temperatura utilizado na produção de POF com PS e PC.	61
Tabela 12 Condições de processamento utilizadas na produção de POF com PMMA e PS.	62
Tabela 13 Condições de processamento utilizadas na produção de POF com PMMA e PC.	62
Tabela 14 Condições de processamento utilizadas na produção de POF com PS e PC.	63
Tabela 15 POF PMMA - PS, resultados obtidos (Ensaio 1.01 até 1.05).	64
Tabela 16 POF PMMA - PS, resultados obtidos (Ensaio 1.06 até 1.10).	70
Tabela 17 POF PMMA - PC, resultados obtidos.	75
Tabela 18 POF PS - PC, resultados obtidos.	82
Tabela 19 Designação dos diferentes testes de avaliação de instabilidades. .	91

Tabela 20 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste I.a) - PS (cinzento) e ABS (branco).	92
Tabela 21 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste I.b) - PS (cinzento) e ABS (branco).	95
Tabela 22 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste II - PS (cinzento) e ABS (branco).	97
Tabela 23 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste III - PS (cinzento) e ABS (branco).	100
Tabela 24 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste IV - PS (cinzento) e ABS (branco).	102
Tabela 25 Demonstração dos índices de refração de diversos materiais [11], [37], [38], [65].	116
Tabela 26 Designação dos mecanismos de atenuação intrínsecos e extrínsecos [6].	124

1. Introdução

A extrusão é a técnica de processamento de polímeros mais utilizada para produção de produtos de seção transversal constante, de forma contínua. Neste tipo de processamento a forma final do produto é obtida com recurso a uma fieira ou cabeça de extrusão.

A extrusora é assim responsável pela fusão e mistura do material polimérico, que é inserido na tremonha, e pelo seu bombeamento para a fieira, que pode assumir geometrias muito complexas de acordo com o produto pretendido. Tudo isto é efetuado de forma contínua, isto é, em regime estacionário, mantendo-se a temperatura e débito estáveis ao longo do processo.

O processo de coextrusão consiste no processamento simultâneo de dois ou mais materiais, provenientes de extrusoras independentes. Desta feita, este tipo de processamento permite a produção de produtos constituídos por dois ou mais materiais, mantendo as características dos diferentes constituintes, o que pode ser conseguido se não for promovida a mistura dos materiais.

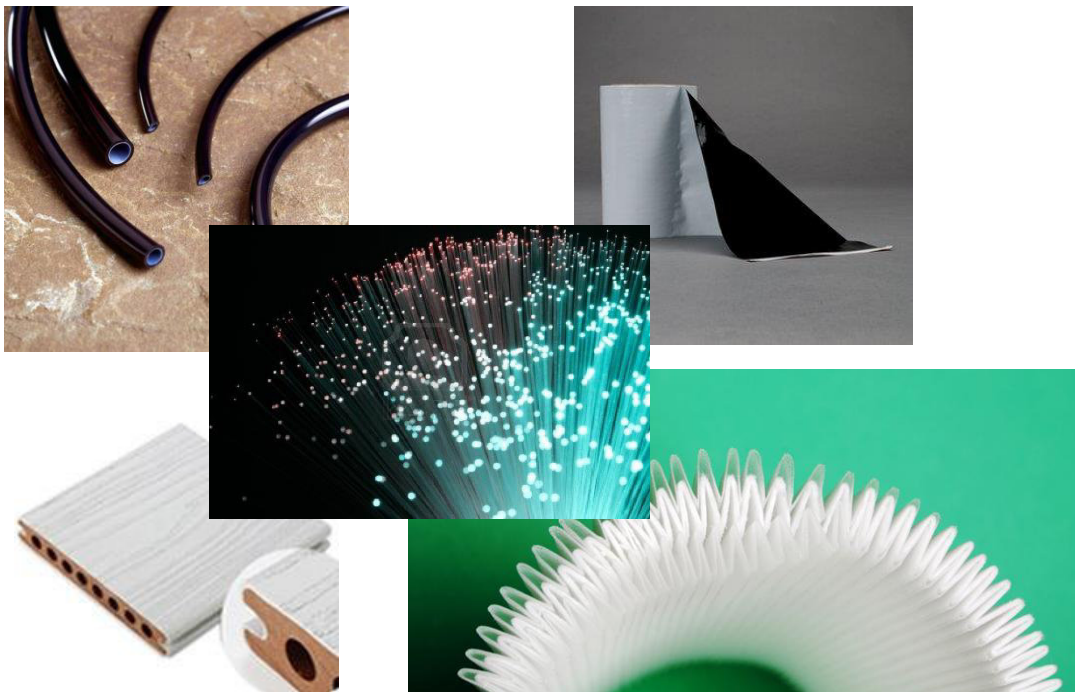


Figura 1 Exemplos de produtos obtidos por coextrusão [1]–[5].

A Figura 1 mostra alguns produtos obtidos por coextrusão, entre os quais podem encontrar-se as fibras óticas poliméricas (POF - do inglês *Plastic Optical Fibers*). As POF são essencialmente constituídas por dois dielétricos poliméricos - o núcleo e a casca (Figura 2).

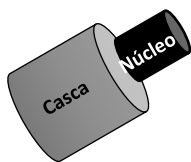


Figura 2 Diagrama esquemático de uma fibra ótica polimérica POF.

Para que uma POF transporte sinais luminosos ao longo do seu comprimento, é necessário ter em conta o valor do índice de refração dos dielétricos empregues. O índice de refração dos materiais dielétricos é um número dimensional que descreve como a luz se propaga ao longo de um dielétrico [6]. As POF realizam o transporte de luz, aproveitando o fenómeno de reflexão interna total, o qual implica que a luz seja confinada ao núcleo da fibra. Para que a reflexão interna total seja possível numa fibra ótica, é necessário que o material da casca possua um índice de refração inferior ao índice de refração do material do núcleo [6].

Um dos problemas comuns em processos de coextrusão é a ocorrência de instabilidades de escoamento durante o processamento. Estas instabilidades podem promover rearranjos na forma dos materiais, distintos dos que seriam desejáveis, comprometendo assim o desempenho dos produtos.

Em coextrusão, as instabilidades são usualmente denominadas de instabilidades interfaciais, embora também seja propício o aparecimento de algumas instabilidades típicas do processo de extrusão, como por exemplo, a pele de tubarão (normalmente originada por débitos elevados).

As instabilidades em coextrusão devem-se normalmente a,

- Projeto inadequado da fieira.
- Diferenças acentuadas nos débitos das extrusoras associadas ao processamento dos diferentes materiais.
- Gradientes elevados entre a viscosidade e / ou a elasticidade dos polímeros que têm interface comum durante o escoamento.

Este projeto visa, numa primeira fase, desenvolver a produção de POF, no Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho, usando diferentes combinações de dielétricos poliméricos. Na fase seguinte, pretende

elaborar-se um estudo das instabilidades que ocorrem na interface entre dois polímeros, com propriedades reológicas distintas, durante o seu escoamento em coextrusão.

1.1. Estado de Arte

1.1.1. Produção de Fibras Óticas Poliméricas

A primeira POF foi inventada em 1966 pela Dupont [7]. No entanto, a sua comercialização apenas se iniciou em 1975, surgindo poucos anos depois como concorrentes, as POF das empresas Asahi Chemical e Toray [8].

Analisando o produto, as POF são filamentos que possuem no mínimo duas camadas - núcleo e casca, e diâmetros externos que, por norma, não excedem 1 mm.

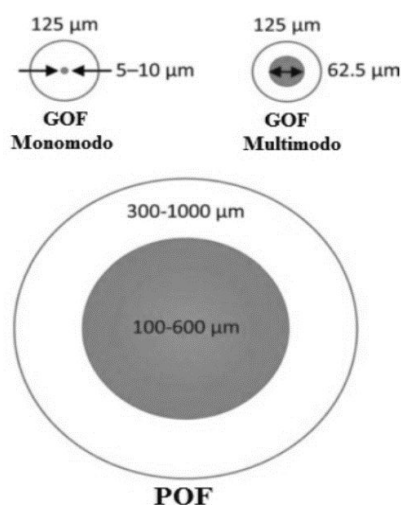


Figura 3 Constituição típica das POF e das GOF, e dimensões típicas (adaptado de [9]).

A Figura 3 ilustra os diâmetros característicos das GOF (do inglês - *Glass Optical Fibers*) e das POF, sendo que normalmente as POF apresentam um núcleo com um diâmetro entre os 100 e os 600 μm , e uma casca com um diâmetro que pode estar compreendido entre os 300 e os 1000 μm .

As fibras óticas são classificadas segundo três classes distintas, mediante o seu modo de propagação de luz: podem ser divididas em índice gradual, multimodo e monomodo [10] (Figura 4).

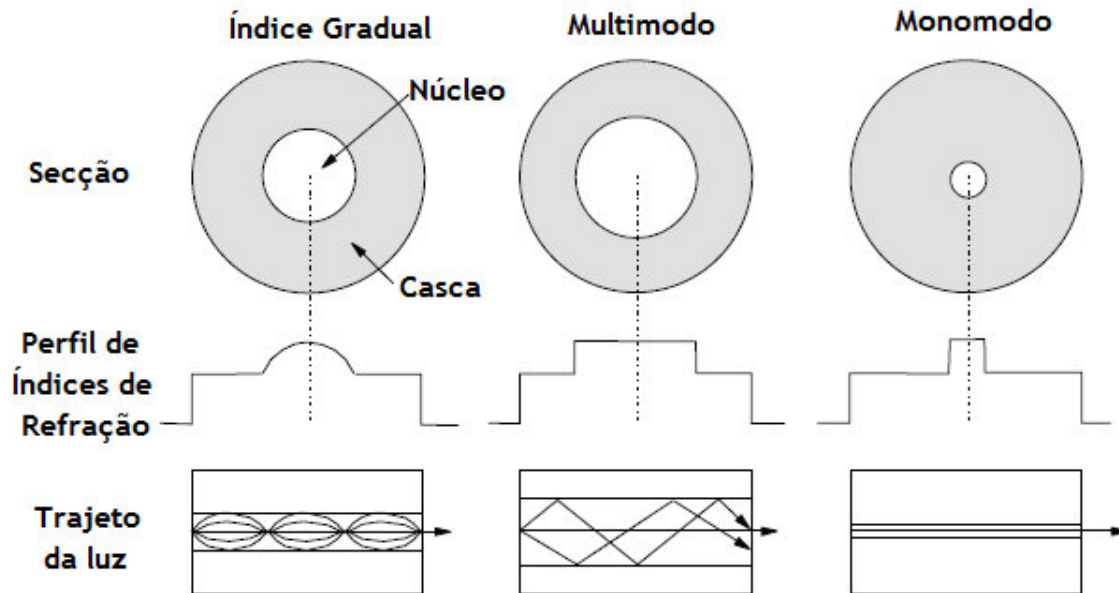


Figura 4 Tipos de fibras óticas (adaptado de[6]).

As fibras óticas **monomodo** possuem um núcleo de dimensões inferiores ao das restantes classes. Apenas realizam a transmissão de um feixe luminoso (modo) de cada vez, o que aumenta a largura de banda da fibra. No entanto, necessitam de fontes de emissão de luz mais precisas, como por exemplo díodos laser [6], [7], [11].

Por sua vez, as fibras óticas **multimodo**, permitem que vários feixes luminosos se propaguem de forma simultânea ao longo da fibra. Este fenómeno implica dispersão modal, o que limita a largura de banda. O que diferencia este tipo de fibras das fibras de índice gradual é o facto de o índice de refração do núcleo e da casca serem constantes ao longo dos mesmos [6], [7], [11].

Por fim, as fibras óticas de **índice gradual**, à semelhança das fibras multimodo, também permitem a propagação de vários feixes luminosos de forma simultânea. No entanto, a diferença entre índices de refração do núcleo

e da casca destas fibras diminui de forma gradual entre o núcleo e a casca, pelo que os feixes luminosos transportados são continuamente refletidos para o centro da fibra. Através desta diferença de funcionamento, a largura de banda é cerca de uma década superior à das fibras multimodo [6], [7], [11], [12].

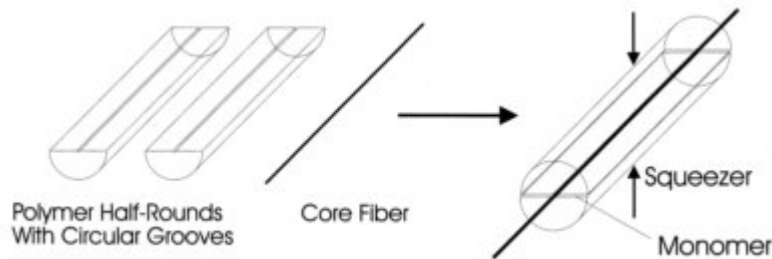


Figura 5 Método de construção da pré-forma para POF monomodo [10].

Segundo Kuzik et al [10], um dos métodos de produção de POF monomodo implica a utilização de materiais com índices de refração semelhantes. De acordo com estes autores, o método inicia-se com a produção de uma pré-forma de dimensões superiores às pretendidas (Figura 5) a qual, posteriormente é estirada, originando uma fibra com dimensões muito reduzidas. Esta operação só é possível após o aquecimento da combinação de dielétricos poliméricos a uma temperatura superior à sua temperatura de amolecimento.

Koike et al [7] foram pioneiros na produção de POF de índice gradual através de uma técnica que implica a utilização de um gel.

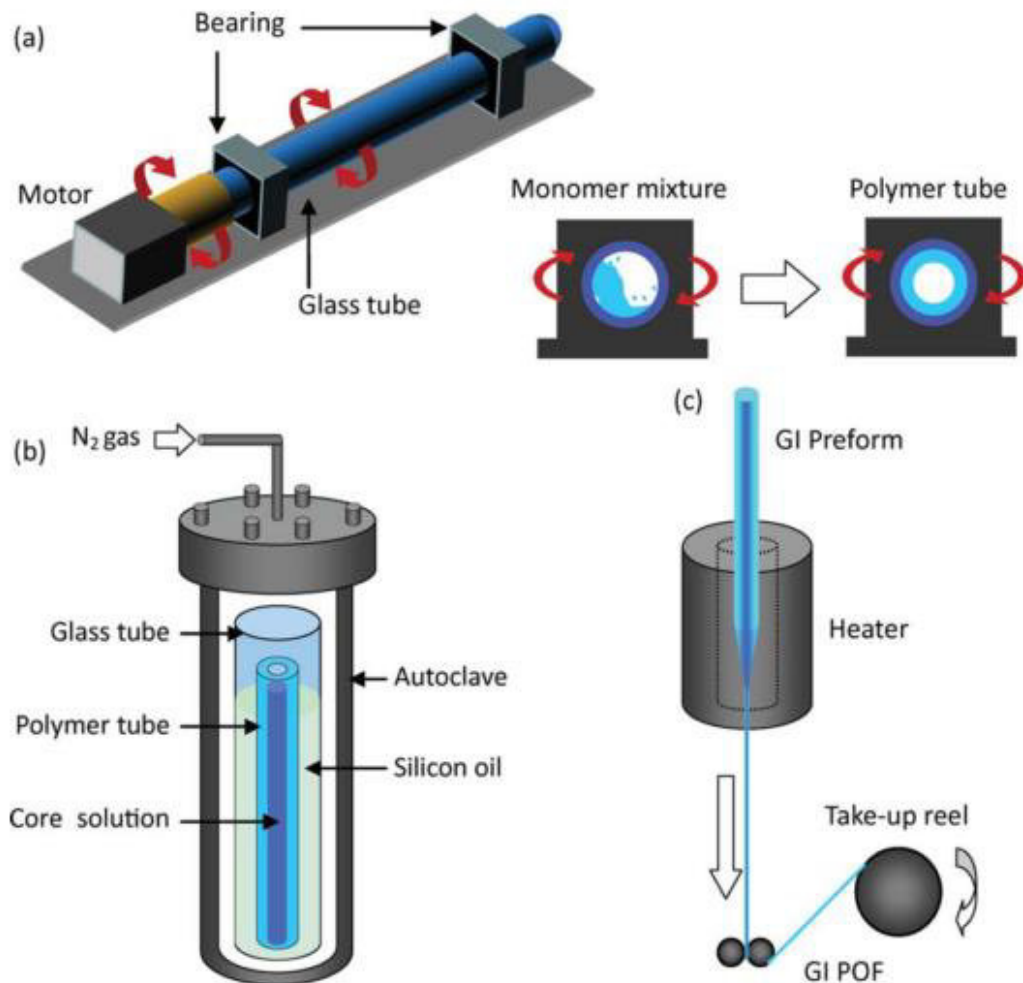


Figura 6 Método de produção de POF de índice gradual [7].

Esta técnica apresentada na Figura 6, exemplifica as etapas a seguir na produção de POF de índice gradual, de acordo com a sequência:

- Preparação do tubo polimérico;
- Polimerização do núcleo;
- Aquecimento e estiramento da pré-forma.

No final é obtida uma fibra com diferentes propriedades, isto é, com um índice de refração que varia de forma radial, devido à reação de polimerização do gel.

Sohn et al [13], em 2001, apresentaram um processo de *coextrusão com recurso à difusão* para produção de POF de índice gradual. Neste processo, dois ou mais materiais poliméricos com aditivos para modificação dos índices de

refração são inseridos em extrusoras diferentes. Na zona da fieira, ocorre a difusão dos aditivos, gerando uma distribuição de concentrações não homogênea, como ilustrado na Figura 7.

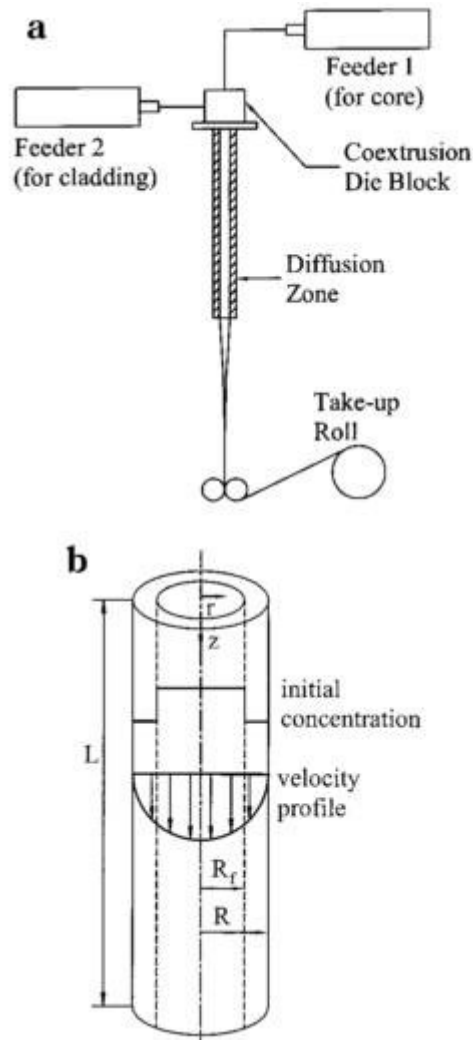


Figura 7 Processo de coextrusão com recurso à difusão [13].

O perfil obtido para os índices de refração é similar ao perfil de velocidades desenvolvido (parabólico), obtendo-se assim fibras óticas de índice gradual (ver Figura 4). Para uma melhor indução do perfil de índices de refração, os autores adotam uma estrutura multicamada.

Finalmente, no que diz respeito ao processamento de POF multimodo, a maioria dos produtores utiliza a coextrusão.

De acordo com Yaoming et al [14], o método de coextrusão para produção de POF multimodo foi desenvolvido pela Mitshubishi Rayon. Por seu lado, os

referidos autores desenvolveram o sistema de coextrusão com uma fieira de múltiplos orifícios (Figura 8).

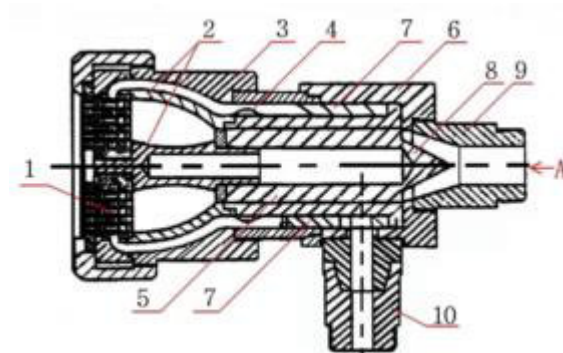


Figura 8 Fieira de coextrusão aplicada por Yaoming et al [14].

De acordo com o trabalho realizado [14], os autores classificaram este processo como sendo o mais rentável para produção de POF, dada a elevada eficiência e adaptabilidade, o que é importante para a elevada demanda do mercado atual.

O primeiro livro sobre POF, *POF - Polymer Optical Fibers for Data Communication* [15], surge no ano de 2001. Este livro forneceu uma visão geral sobre a tecnologia associada às fibras óticas poliméricas. No entanto, devido aos rápidos avanços proporcionados pela comunidade científica, os mesmos autores, seis anos mais tarde, publicaram o livro *POF Handbook* [11], que se destina a ajudar os utilizadores e produtores de POF a obter informações sobre este tipo de fibras. Nesta obra é possível encontrar uma série de resultados experimentais, bem como as novas tendências para aplicação de POF.

O conceito FTTH (do inglês - *Fiber To The Home* [16], [17]) atingiu um forte impacto no presente século devido às vantagens oferecidas pelas POF, quando comparadas com as GOF: apesar de possuírem valores de perdas mais elevados, podendo até perder a capacidade de transporte de luz após um quilómetro de comprimento, oferecem vantagens quanto à flexibilidade e custos. Assim sendo, estas fibras reúnem todos os requisitos para se enquadrarem no conceito FTTH, uma mais-valia para este tipo de aplicações [8].

Atualmente existe uma grande diversidade de produtos e aplicações para as POF, existindo mesmo um *website* alemão [18], criado em parceria com a

Universidade de Ciências Aplicadas de Nuremberga, onde diversos investigadores vão divulgando as suas descobertas e trabalhos acerca deste tipo de fibras óticas.

De entre as diversas aplicações das POF (ver Figura 9), podem referir-se: utilização nas redes informáticas domésticas (LAN - do inglês - *Local Area Network*) [19], [20]; na engenharia civil, como sensores da integridade da estrutura de edifícios [21]; na indústria têxtil tanto em aplicações de estética (em *displays* e acessórios), como em sensores incorporados em tecidos [22]-[24]; na indústria automóvel, também apresentam já inúmeras aplicações, tanto em sistemas de iluminação como em sensores [25], [26].



Figura 9 Exemplos de aplicações das POF [27].

Através da descrição até agora realizada, facilmente se pode deduzir que as POF são essenciais no apoio às mais variadas indústrias, tanto pelas suas propriedades como pelo seu custo de processamento reduzido.

1.1.2. Instabilidades de Fluxo em Coextrusão

Como foi já referido, o processo de coextrusão pode ser definido como um processamento simultâneo de polímeros, que permite a criação de produtos multicamada.

Este processo permite a combinação de diferentes materiais com propriedades muito distintas, de modo que no final, é possível obter produtos com propriedades interessantes, mediante a combinação de produtos com propriedades distintas/opostas, como realizando combinações vantajosas do ponto de vista económico.

Um dos requisitos para um produto ótimo, obtido por coextrusão, envolve uma distribuição controlada dos diferentes constituintes ao longo da secção transversal do produto.

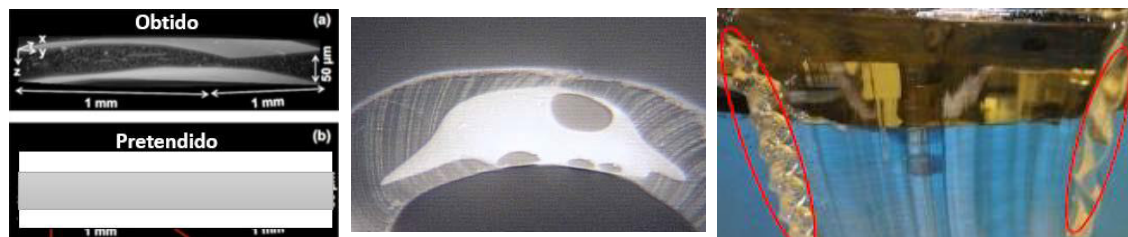


Figura 10 Exemplos de instabilidades presentes em produtos coextrudidos [28]–[30].

De acordo com o demonstrado na Figura 10, é possível concluir que uma distribuição não uniforme (não controlada) das camadas coextrudidas, normalmente provocada por instabilidades no fluxo de materiais, pode comprometer a produção e/ou afetar a qualidade dos produtos obtidos.

Neste tipo de processamento é importante que não ocorra a formação de um novo material, mas sim uma combinação entre materiais, pelo que é sempre necessário que os materiais coextrudidos não se misturem, de forma que seja possível manter, de forma integral, as propriedades singulares de cada material.

Para evitar a mistura entre materiais, é necessário que não se combinem materiais miscíveis. Por outro lado, a combinação de materiais imiscíveis também não é vantajosa, dado que nesse caso não existiria adesão entre as diferentes camadas. O sucesso na seleção de materiais em coextrusão implica a utilização de materiais compatíveis. Adicionalmente as gamas de temperaturas de processamento dos materiais a utilizar não devem ser muito diferentes, visto que os materiais terão de se escoar na mesma fieira.

Joseph Dooley [31], desenvolveu um trabalho focado onde se efetuou um estudo muito detalhado dos defeitos passíveis de ocorrerem em coextrusão, estudando a evolução da interface de materiais coextrudidos em situações distintas.

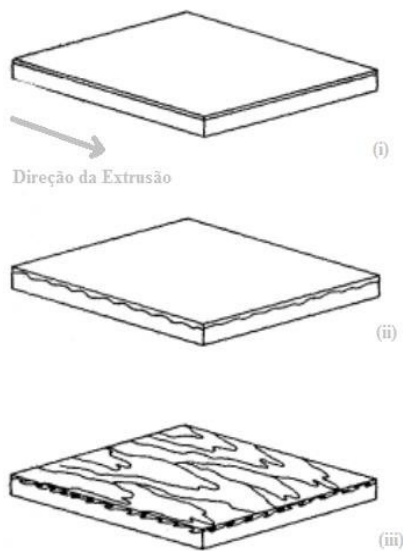


Figura 11 Padrões de instabilidades de fluxo/escoamento [31].

No processo de coextrusão de produtos multicamada, é fundamental definir de forma correta as taxas de fluxo de materiais. Caso contrário, podem surgir padrões de instabilidades em forma de “onda” ou “zig - zag”, denominadas instabilidades de fluxo/escoamento [32].

Este tipo de instabilidades apresentadas na Figura 11 resultam em interfaces irregulares, típicas do processo de extrusão de filme, podendo originar produtos com camadas intermisturadas (Figura 12).



Figura 12 Exemplo de um filme planar com camadas intermisturadas [30].

Nos estudos realizados por Dooley [31], foi detetado que quando são impostas baixas velocidades de escoamento, é obtido um produto com uma distribuição uniforme e estável das camadas, o que normalmente resulta num produto com características adequadas (Figura 11 - (i)). Quando são aplicadas velocidades moderadas ao escoamento, surge uma estrutura ondulatória (Figura 11 - (ii)), habitualmente designada por “ondas”, que na maior parte dos casos não é perceptível a olho nu, e pode não interferir com as características/desempenho do produto coextrudido. Por fim, se aplicadas velocidades de escoamento elevadas, as instabilidades adquirem uma dimensão superior (Figura 11 - (iii)) com uma forma designada de “zig-zag”, que na maior parte dos casos origina consequências nefastas para o produto final.

Concluindo, para minimizar a possibilidade de ocorrência dos efeitos apresentados [31], poderia recorrer-se a alteração dos débitos relativos das extrusoras (alterando a razão de constituintes), aumentar a espessura das zonas de circulação de material no canal de fluxo da fieira e/ou diminuir as regiões que implicam taxas de corte elevadas no projeto da fieira.

A viscosidade dos materiais empregues no processamento não deve ser muito diferente, de modo a evitar a geração de defeitos na interface quando fluem numa interface comum. As propriedades reológicas dos materiais são um fator determinante e que deve sempre ser levado em consideração na seleção de materiais a processar por coextrusão [33].

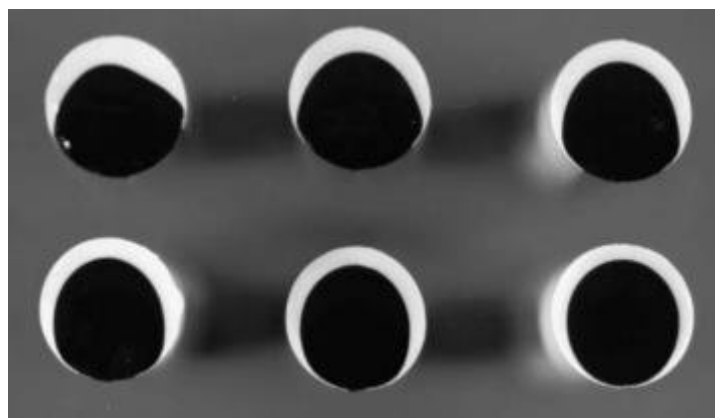


Figura 13 Exemplo de encapsulação viscosa [34].

A instabilidade apresentada na Figura 13 é designada de encapsulação viscosa, este fenómeno ocorre quando os materiais possuem diferenças de viscosidade elevadas. Verifica-se que o material de menor viscosidade tende a envolver o material de maior viscosidade [34], de modo a minimizar o esforço requerido para promover o escoamento. A situação apresentada no caso descrito verificou-se para uma fieira com uma forma circular; para este tipo de geometria o fenómeno ocorre mais facilmente que para qualquer outro [31]. A encapsulação viscosa é um fenómeno muito frequente no processamento por coextrusão, pelo que uma seleção inadequada de materiais pode conduzir a uma grave distorção entre camadas [31].

As propriedades viscoelásticas dos materiais são outro fator relevante na seleção de materiais, mesmo que os materiais possuam viscosidades semelhantes, podem ocorrer instabilidades se apresentarem propriedades elásticas distintas.

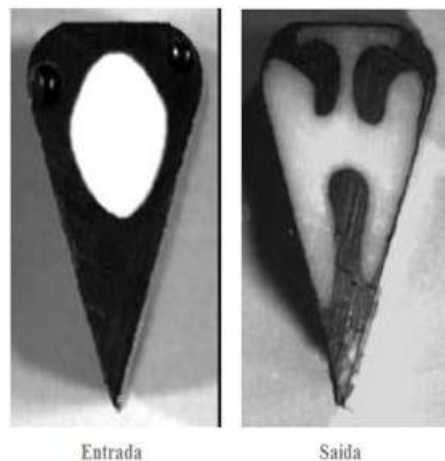


Figura 14 Relação entre os fluxos de entrada e de saída numa estrutura onde ocorreu um rearranjo elástico das camadas [35].

A Figura 14 ilustra a relação entre a forma da interface dos materiais à entrada e à saída da fieira para um canal em forma de “lágrima”, onde o material do núcleo apresenta uma forma elíptica e o revestimento envolve completamente o material do núcleo [35]. À entrada da fieira é visível uma distribuição compacta das camadas, onde a geometria se define pelo modo como são fornecidos os materiais na cabeça de extrusão. À saída da fieira, pode constatar-se que o material mais claro fluiu do centro do canal em direção à

periferia do canal de fluxo, embora não chegue a entrar em contacto com as paredes do canal, de seguida propaga-se numa direção paralela às paredes da fieira. O tipo de instabilidade presente neste caso é resultado do gradiente entre as forças elásticas dos materiais fundidos, que produzem escoamentos secundários. Estes escoamentos estão presentes no fluxo de material ao longo do comprimento da fieira, numa direção perpendicular à direção do escoamento, conduzidos segundo diferenças de tensões normais [31].

Existem já alguns padrões de escoamentos secundários, desenvolvidos por modelação numérica, típicos do processamento por coextrusão que mostram as zonas de recirculação de material em diferentes geometrias, de forma a entender a natureza das instabilidades presentes num produto coextrudido.

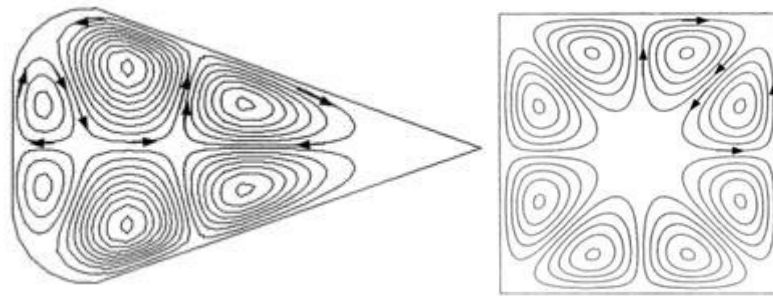


Figura 15 Padrão de escoamentos secundários existentes num canal tipo lágrima e num canal quadrado [31].

Comparando o resultado apresentado à saída da fieira (Figura 14), com o padrão das zonas de recirculação ilustrado na Figura 15, é possível compreender a geometria resultante para o escoamento, isto é, a definição da nova interface entre materiais, devida às diferenças existentes nas propriedades elásticas dos materiais.

Comparando as distorções interfaciais de encapsulação viscosa e rearranjo elástico, observou-se que no fenómeno de encapsulação viscosa, à medida que o material de menor viscosidade envolve o de maior viscosidade, aquele tende a perder velocidade à medida que a encapsulação progride ao longo do canal de escoamento. No caso de um rearranjo elástico de camadas o fenómeno continua ao longo do canal da fieira [36].

Nos estudos realizados por Dooley [31], concluiu-se que mesmo combinando materiais com viscosidades semelhantes não foi possível evitar a deformação da interface, originada pelas diferenças entre a elasticidade dos materiais. Este tipo de instabilidade é muito frequente a nível industrial, nomeadamente na produção de folha onde se utilizam fieiras de comprimento elevado [34].

1.2. Objetivos

O projeto a desenvolver insere-se na Tese de Mestrado do curso Mestrado Integrado em Engenharia de Materiais, será realizado no Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho, e centra-se no estudo da avaliação de polímeros fundidos processados por coextrusão.

Pelo que, os objetivos do trabalho passam pelo estudo do processo de coextrusão em duas vertentes distintas, sendo estas.

- Desenvolver a capacidade de produção de POF, índice de degrau (multimodo).
- Realizar testes de coextrusão, a fim de conseguir avaliar a formação de instabilidades de fluxo, na interface entre dois materiais coextrudidos com propriedades reológicas distintas.

Para o efeito, foi necessário realizar a caracterização reológica dos materiais a utilizar, assim como selecionar, com base na literatura, combinações adequadas de materiais para o núcleo/casca para a produção de POF.

1.3. Estrutura da Dissertação

O próximo capítulo (Capítulo 2) consiste na apresentação dos materiais selecionados para a realização das diferentes etapas do projeto. No qual se fará também menção das propriedades relevantes através dos materiais selecionados e empregues no trabalho experimental. Será também neste capítulo onde serão apresentadas as técnicas de caracterização de materiais, de fibras óticas e de análise de um produto multicamada coextrudido. No mesmo também se descreverão os procedimentos experimentais, nomeadamente, os referentes à coextrusão.

No Capítulo 3 - Apresentação e Discussão dos Resultados, serão apresentados e discutidos os resultados obtidos, relativos à caracterização de materiais e processamento.

No Capítulo 4 será apresentado um sistema de coextrusão para avaliação de instabilidades com algumas adaptações e melhorias face ao sistema existente.

Por fim, o Capítulo 5 - Conclusões e Propostas para Trabalhos Futuros, serão apresentadas as conclusões obtidas com a realização do projeto, assim como uma série de propostas para a continuidade dos estudos realizados.

2. Materiais e Métodos

Neste capítulo serão apresentados os materiais utilizados nas diferentes vertentes do processo de coextrusão, abordar-se-ão as técnicas de caracterização de materiais e de fibras óticas e apresentar-se-á o equipamento de processamento utilizado nas diferentes etapas do projeto.

2.1. Materiais a Utilizar

2.1.1. Materiais para POF

Para a produção de POF, uma vez que os objetivos apenas remetiam para uma produção bem sucedida de fibras óticas poliméricas, a seleção de materiais baseou-se nos materiais poliméricos dielétricos transparentes existentes no Departamento de Engenharia de Polímeros, levando em consideração apenas o custo, valores de índice de refração dos materiais encontrados na literatura e, como não poderia deixar de ser, as temperaturas de processamento dos materiais selecionados.

Para produção de POF foram sugeridas três combinações de materiais para as camadas do núcleo e da casca, apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 Propriedades relevantes dos materiais a utilizar para produção de POF [37], [38].

Material	Temperatura de Processamento (°C)	Índice de Refração	Tensão de Cedência (MPa)	Módulo de Flexão (GPa)
PMMA	220 - 260	1,49	38 - 70	2,5 - 3,5
PS	180 - 230	1,55 - 1,59	35 - 60	2,5 - 3,5
PC	230 - 260	1,58 - 1,59	58,6 - 70	2,1 - 2,5

Os materiais utilizados foram, PS Polystirol 158k do fabricante BASF, PC Lexan Resin EX1332T do fabricante Sabic e PMMA 7H do fabricante Plaxiglas. As fichas técnicas dos materiais podem ser encontradas no Anexo II. Na Tabela 1 podem

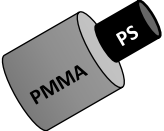
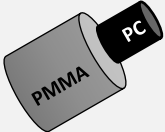
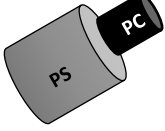
encontrar-se as principais propriedades relativas ao processamento, propriedades mecânicas e óticas típicas desses materiais.

Será importante realçar que, o PMMA e o PC são polímeros higroscópicos, isto é, com tendência a absorver humidade. O que significa que estes materiais devem ser devidamente secos antes da realização de qualquer operação que envolva a fusão do material. O PS, não se trata de um material higroscópico, no entanto, para aplicações com elevada transparência e alto brilho (que é o caso das POF), deve passar por uma secagem prévia. Segundo a literatura [37], [39], as condições de secagem destes materiais são as seguintes:

- PMMA, entre 70 a 100°C durante oito horas;
- PC, 120°C durante três a cinco horas;
- PS, 80°C durante duas horas.

Realizando a análise comparativa dos materiais, face às suas combinações núcleo e casca da fibra ótica, é possível realizar o balanço de propriedades a apresentar de seguida.

Tabela 2 Propriedades esperadas das diferentes combinações de materiais para produção de POF.

Combinação	Processamento	Atenuação	Raio máximo de dobragem	Propriedades Mecânicas
				
				
				
				
	Piores Propriedades	Propriedades Intermediárias	Melhores Propriedades	

Com base na Tabela 2, onde se apresentam as combinações de materiais, e analisando as propriedades que se pretendem quantificar no decorrer do

projeto, é esperado que o processamento seja mais fácil nas situações em que existe uma ampla gama de temperaturas de processamento em comum.

Os níveis de atenuação estão previstos de acordo com o gradiente de índices de refração das fibras óticas, isto é, espera-se que quanto menor for a diferença entre índices de refração do conjunto núcleo e casca, menores sejam os níveis de perdas por atenuação [40]. A explicação para este facto pode ser encontrada no Anexo I - Noções Complementares. De uma forma geral, para uma fibra ótica que apresente uma combinação de índices de refração reduzida, espera-se que um feixe de luz realize menos reflexões por unidade de comprimento, o que reduz a atenuação.

Relativamente ao raio máximo de dobragem, ocorre uma situação inversa à situação anterior, ou seja, espera-se que quanto maior for o gradiente de índices de refração da combinação, menor seja o raio máximo de dobragem. A informação complementar sobre estes fenómenos pode ser analisada mais detalhadamente no Anexo I - Noções Complementares. O fenómeno físico que suporta tal previsão é o ângulo crítico de uma fibra ótica: quanto maior o ângulo crítico de uma fibra ótica, maior o raio máximo de dobragem [11].

As propriedades mecânicas foram previstas de acordo com a combinação das propriedades mecânicas dos constituintes individuais, apresentados na Tabela 1. Realizando uma análise comparativa entre a tensão de cedência e módulo de flexão típicos dos materiais selecionados.

2.1.2. Materiais para Avaliação de Instabilidades

A seleção dos materiais para realização da avaliação de instabilidades de uma estrutura coextrudida entre dois materiais envolveu a procura de produtos coextrudidos, de forma a garantir que os estudos seriam de interesse industrial.

Por conseguinte, foram encontrados produtos como perfis e folha multicamada que envolviam a coextrusão de PS e ABS.

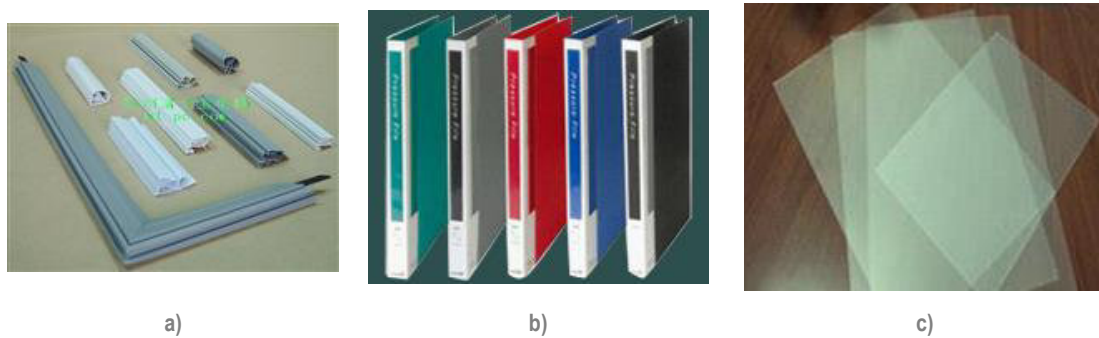


Figura 16 Exemplos de produtos que envolvem a coextrusão de PS e ABS [41], [42]. a) Perfis, b) Folha multicamada e c) Folha.

Sobre os perfis apresentados na Figura 16, segundo os seus fabricantes, estes possuem elevada flexibilidade, resistência ao calor e ao frio e apresentam ainda elevada resistência ao desgaste. Este tipo de perfis é aplicado na indústria automóvel e em eletrodomésticos [42]. Os produtos tipo folha multicamada ilustrados na Figura 16, podem ser usados na produção de copos descartáveis e material escolar [41]. Posto isto, foi elaborada uma análise na literatura, procurando perceber se estes materiais seriam propensos a criar instabilidades durante o seu processamento.

Kamol Hongsrisuwan et al [43] realizaram um estudo onde avaliaram o inchamento de uma estrutura coextrudada de PS/ABS e outra de LLDPE/PS. Para a estrutura de PS/ABS, os autores fizeram variar as dimensões do núcleo (2,5 e 5 mm) e alteraram as temperaturas da fiação. Neste estudo, os autores concluíram que o inchamento da camada de PS, aumentou com o aumento da temperatura e da espessura do núcleo.

Schrenk et al [44] foram autores de um estudo avaliativo das instabilidades presentes no processamento por coextrusão de filme e folha multicamada de uma estrutura composta por ABS/HIPS/ABS.

Foi concluído que esta combinação é passível de formar instabilidades de fluxo, já abordadas na Secção 1.1.2. - Instabilidades de Fluxo em Coextrusão. As variáveis responsáveis pela ocorrência de instabilidades neste conjunto de materiais foram a viscosidade da camada de revestimento, a razão de espessuras das camadas e os débitos relativos do conjunto [44].

Em suma, atendendo ao que foi descrito até ao momento, conclui-se que são comercializados produtos que envolvem a coextrusão de PS e ABS e que para esta combinação de materiais podem ocorrer instabilidades de fluxo. Assim sendo, o estudo das instabilidades presentes na interface de uma estrutura coextrudida de PS e ABS é de grande relevância.

Os materiais utilizados para realização desta etapa foram o PS Polystirol 158k do fabricante BASF (aplicado também na produção de POF) e o ABS TRE39 natural do fabricante Ronfalin, as fichas técnicas destes materiais podem ser encontradas no Anexo II - Fichas Técnicas.

O ABS também se trata de um material higroscópico, pelo que, antes das operações que envolvam a fusão do mesmo, é necessário realizar uma secagem de quatro horas a 80°C [39].

2.2. Técnicas de Caracterização de Materiais

2.2.1. Reometria Capilar

A reometria capilar baseia-se em técnicas experimentais que têm como objetivo a medição das propriedades reológicas dos polímeros fundidos, entre outros, a relação entre tensão e taxa de corte. A geometria dos reómetros deve ser selecionada de acordo com a taxa de corte que se pretende impor ao material.

O reómetro capilar é o mais utilizado na caracterização de escoamentos de pressão. Tradicionalmente, os reómetros capilares são utilizados para medir a viscosidade de corte e a elasticidade de materiais viscosos a elevadas taxas de corte, similares às taxas de corte a que o polímero fundido estará sujeito durante o processamento. Sendo por tal relevante para conseguir antever o comportamento do fundido durante o seu processamento, por exemplo nos processos de extrusão e de injeção, entre outros. Este equipamento permite caracterizar propriedades reológicas numa gama de taxas de corte muito alargada [45].

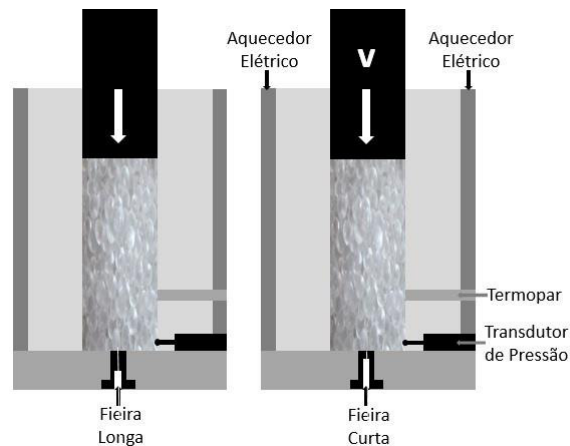


Figura 17 Diagrama esquemático de um Reômetro Capilar.

O equipamento possui os seguintes componentes, em concordância com a Figura 17:

- **Pistão**, ao qual se impõe uma velocidade linear pré-estabelecida, que comprime o material e o força a passar através da fieira.
- **Reservatório**, local onde se insere e funde o material.
- **Fieira**, orifício pelo qual o material fundido é expulso do reservatório.
- **Sistema de aquecimento elétrico**, para controlar a temperatura do ensaio, a qual deve permitir fundir o polímero no reservatório.
- **Termopar**, para medir a temperatura do fundido.
- **Transdutor de pressão**, que permite medir a pressão a que o polímero fundido está sujeito [46].

Para realização de um ensaio de reometria capilar é necessário definir a temperatura do mesmo e colocar o material nos reservatórios. Posto isto, o equipamento impõe aos pistões diferentes estágios de velocidade, que submetem o material a taxas de corte que aumentam progressivamente de estágio para estágio, monitorizando a viscosidade do material ao longo dos ensaios.

Para estudar/estimar o comportamento dos materiais no decorrer dos ensaios, surge, no âmbito da reometria capilar, a necessidade de efetuar as seguintes correções:

- **Correção de Bagley** - correção do valor da pressão.
- **Correção de Rabinowitsch** - correção da taxa de corte aparente.

A correção de Bagley é realizada de modo obter o valor da queda de pressão na fieira, isto porque os transdutores de pressão não se encontram exatamente na entrada da fieira. Para efetuar esta correção utilizam-se duas fieiras de diferentes razões L/R e raio R, constante [47]. Posteriormente é elaborado um gráfico como o apresentado na Figura 18, onde P_0 corresponde ao valor da

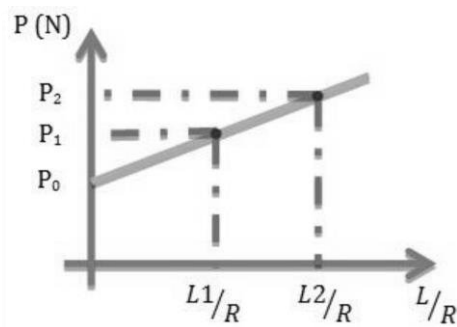


Figura 18 Ilustração do processo efetuado para calcular a queda de pressão real na fieira (correção de Bagley).

pressão numa fieira de L nulo, pelo que, deve ser subtraído aos valores de pressão registados com a fieira longa.

Após a obtenção da pressão corrigida, obtém-se a tensão de corte verdadeira, que é dada pela Equação 1 [47].

$$\tau_{verdadeira} = \frac{(P - P_0)R}{2L} \quad (1)$$

Em reometria capilar, há necessidade de corrigir a taxa de corte uma vez que os polímeros fundidos são fluidos não-Newtonianos. A correção de Rabinowitsch permite corrigir a taxa de corte aparente, calculada para fluidos Newtonianos de acordo com a Equação 2 [47]

$$\dot{\gamma}_{aparente} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (2)$$

onde Q representa o débito de extrusão e R o raio da fieira.

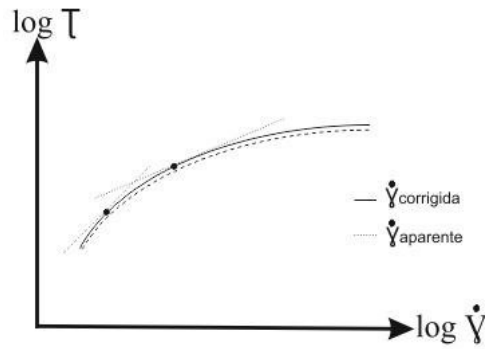


Figura 19 Relação entre taxa de corte aparente e taxa de corte corrigida.

Para corrigir a taxa de corte é necessário ajustar a equação de acordo com o comportamento do polímero fundido (pseudoplástico ou reofluidificante). Na Figura 19 pode ver-se a diferença entre a taxa de corte aparente e a taxa de corte corrigida, que é calculada através da Equação 3 [47]

$$\dot{\gamma}_{corrigida} = \frac{4Q}{\pi R^3} \left(\frac{3n+1}{4n} \right) \quad (3)$$

onde n é o declive da reta tangente em cada ponto determinado, o que se ilustra em dois pontos da Figura 19. Para fluidos pseudoplásticos n é inferior a 1, pelo que a taxa de corte corrigida é sempre superior à aparente.

Sabendo que a tensão de corte é dada pela lei de potência (Equação 4),

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad (4)$$

e n pode ser calculado pela Equação 5 [46],

$$\log \tau = \log K + n \log \dot{\gamma} \quad (5)$$

em que $\log K$ é o valor da ordenada na origem e n é o declive da reta tangente. Esta equação permite, portanto, determinar n para posterior aplicação da correção de Rabinowitsch.

Por fim, a viscosidade verdadeira pode ser calculada pela Equação 6 [47]

$$\eta_{verdadeira} = \frac{\tau_{verdadeira}}{\dot{\gamma}_{corrigida}} \quad (6)$$

Em concordância com a gama de temperaturas típicas de processamento dos materiais utilizados expostas anteriormente, as temperaturas usadas nestes testes encontram-se apresentadas na Tabela 3.

Tabela 3 Temperaturas dos ensaios de reometria capilar dos materiais a utilizar.

Material	Temperaturas (°C)
PS	210 - 230 - 250
PC	280 - 300 - 320
PMMA	215 - 230 - 250
ABS	210 - 230 - 250

O equipamento utilizado e restante procedimento experimental encontram-se descritos no Anexo III - Procedimento Experimental.

2.2.2. Reometria de Pratos Paralelos

Neste tipo de reometria é possível efetuar ensaios em corte, em regime de fluxo para obtermos assim informação complementar para a curva de fluxo do material, ou em regime oscilatório de modo a obter propriedades viscoelásticas dos materiais a caracterizar.

2.2.2.1. Ensaios em Corte

Este tipo de ensaios são muito utilizados para a caracterização da viscosidade a baixas taxas de corte, ao contrário dos ensaios de reometria capilar que permitem a caracterização da viscosidade a elevadas taxas de corte.



Figura 20 Diagrama esquemático do funcionamento do reómetro de pratos paralelos, para realização de ensaios em corte.

O escoamento é originado por um dos pratos que gira com uma determinada velocidade angular pré-determinada, para que isso aconteça será necessário realizar um determinado binário no eixo do mesmo prato, como representado na Figura 20.

Neste ensaio, a taxa de corte é dada pela Equação 7 [48]

$$\dot{\gamma} = \frac{Rw}{h} \quad (7)$$

em que:

- **R** é o raio do prato
- **w** a velocidade angular
- **h** é o hiato, isto é, a distância entre pratos

Devido à geometria utilizada, a taxa de corte é nula no centro do prato e tem um valor máximo na zona limite (periferia) do mesmo. É com o valor máximo da taxa de corte que é calculada a viscosidade, através da Equação 8 [47],

$$\eta = \frac{9}{8} \frac{Mh}{\pi R^4 w} \quad (8)$$

onde M representa o momento linear do prato e η a viscosidade.

Na secção seguinte, serão abordados os resultados típicos dos ensaios de reometria capilar e de pratos paralelos (em regime de fluxo), bem como os modelos de ajuste das curvas de fluxo.

Nestes ensaios, as temperaturas usadas para cada material, foram as mesmas que se aplicaram nos ensaios de reometria capilar (ver Tabela 3).

Mais detalhes sobre o procedimento experimental podem ser encontrados no Anexo III - Procedimento Experimental.

2.2.2.2. Curva de Fluxo

A curva de fluxo obtida permitirá identificar a variação da viscosidade de corte em função da taxa de corte, conforme ilustrado na Figura 21.

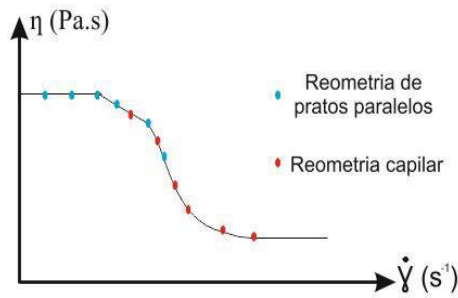


Figura 21 Representação de uma curva de fluxo típica de um material polimérico.

Normalmente, o gráfico representativo da curva de fluxo é apresentado em escala logarítmica.

Os pontos experimentais obtidos nos ensaios de reometria de pratos paralelos devem juntar-se aos obtidos por reometria capilar, de modo a obter uma curva de fluxo que abranja uma gama alargada de taxas de

corte.

Existem vários modelos de ajuste das curvas de fluxo, utilizados para caracterizar o comportamento não-Newtoniano de fluídos. O modelo de ajuste selecionado foi o modelo de Carreau - Yasuda. Este modelo possui cinco parâmetros, de acordo com a Equação 9 [49],

$$\eta = \eta_0 [1 + (\lambda \dot{\gamma})^2]^{\frac{n-1}{2}} \quad (9)$$

onde η_0 representa o valor a viscosidade para $\dot{\gamma} = 0$, λ é um tempo característico, e n o coeficiente da lei de potência, que é calculado de forma a minimizar o erro quadrático médio do ajuste, o que reduz a discordância entre os pontos medidos experimentalmente e a curva do ajuste [50].

Experimentalmente, para cada material serão realizados ensaios a três temperaturas. Aos resultados obtidos à temperatura intermédia será aplicado o ajuste de Carreau - Yasuda (Equação 9).

Tabela 4 Representação do modo de aplicação do ajuste de Carreau - Yasuda.

Taxa de corte (s ⁻¹)	Viscosidade (Pa.s)	Viscosidade (Pa.s) [Carreau - Yasuda]	Erro quadrático
0,03	15900	15499	160542
20		4292	
76	1650	1640	104
Erro Médio			80323

A Tabela 4 ilustra o modo de aplicação do ajuste de Carreau - Yasuda para os resultados obtidos experimentalmente, onde o ponto obtido com a taxa de corte $0,03 \text{ s}^{-1}$, representa uma gama de pontos obtidos experimentalmente nos ensaios de reometria de pratos paralelos, quando $\dot{\gamma} = 20 \text{ s}^{-1}$ representa-se um conjunto de pontos intermédios onde não foi conseguida uma caracterização experimental. Finalmente, quando $\dot{\gamma} = 76 \text{ s}^{-1}$ representam os pontos obtidos nos ensaios de reometria capilar.

Substituindo os parâmetros do material na Equação 9, é possível calcular a viscosidade pelo modelo de Carreau - Yasuda. Como referido anteriormente, será utilizado o valor de n que induzir o menor erro quadrático médio.

Por outro lado, o fator de deslocamento (a_T) permite incluir o efeito da temperatura na viscosidade. Este pode ser calculado com a Equação 10,

$$a_T = e^{\frac{E}{R} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)} \quad (10)$$

em que R é a constante dos gases perfeitos ($\approx 8,31 \text{ J/molK}$), T_1 a temperatura de referência, T_2 uma temperatura arbitrária à qual corresponde o fator de deslocamento e E representa o valor da energia de ativação [37].

Para a obtenção de um bom ajuste das curvas de fluxo, é necessário que seja respeitada a dependência da viscosidade com a taxa de corte e com a temperatura. Assim sendo, o fator de deslocamento a_T aplica-se da seguinte forma ao modelo de Carreau - Yasuda (Equação 11) [46], [47]:

$$\eta_{T_2} = \frac{\eta_0 a_T}{(1 + (\lambda a_T \dot{\gamma})^2)^{\frac{1-n}{2}}} \quad (11)$$

Após o cálculo do a_T para a temperatura à qual se pretende realizar o ajuste (Equação 10), procede-se ao ajuste de Carreau - Yasuda com inclusão do fator de deslocamento (Equação 11).

Tabela 5 Representação do modo de aplicação do ajuste de Carreau - Yasuda com inclusão do fator de deslocamento.

Taxa de corte (s ⁻¹)	Viscosidade (Pa.s)	Viscosidade (Pa.s) [Carreau - Yasuda]	Erro quadrático
0,03	4050	4283	54449
20		2712	
215	526	540	209
Erro Médio			27329

De acordo com a Tabela 5, os pontos $\dot{\gamma} = 0,03$, $\dot{\gamma} = 20$ e $\dot{\gamma} = 215$ representam os pontos obtidos através de reometria de pratos paralelos, valores intermédios aos experimentais e pontos obtidos por reometria capilar, respetivamente. O erro quadrático médio calculado através da diferença entre o valor da viscosidade medido experimentalmente, e o valor da mesma calculado através do modelo de Carreau - Yasuda (Equação 11). O valor da energia de ativação (Equação 10) a utilizar, será o que induz o menor erro quadrático médio.

Como foi já referido, existem na literatura mais modelos de ajuste da viscosidade em função da taxa de corte e da temperatura, podendo incluir outros parâmetros [51]. Na Secção 3.1.1., serão apresentadas as curvas de fluxo obtidas experimentalmente e ajustadas com o modelo de Carreau - Yasuda.

2.2.2.3. Ensaios Oscilatórios com Varrimento em Frequência

Para medir as propriedades viscoelásticas no reómetro de pratos paralelos são utilizadas as técnicas oscilatórias. Este método permite a imposição de um deslocamento, de forma semelhante a uma função seno. A resposta apresentada pelo material também irá variar seguindo uma função seno como apresentado na Figura 22, medindo ao longo do ensaio o binário necessário [48].

Os módulos de armazenamento (G') e de perda (G'') quantificam a energia armazenada que caracteriza a componente elástica do material, e a energia dissipada sob a forma de calor (dissipação viscosa), que se denomina

de componente viscosa. G' e G'' são definidos pelas Equações 12 e 13 respetivamente [47].

$$G' = \sigma_0 / \varepsilon_0 \cos \delta \quad (12)$$

$$G'' = \sigma_0 / \varepsilon_0 \sin \delta \quad (13)$$

Em ensaios oscilatórios a tensão e a deformação variam no tempo, mas é possível analisar qualquer par de valores instantâneos para obter o valor do módulo G (viscoelástico), ou módulo complexo G^* que é obtido através da razão entre a amplitude da tensão e a amplitude da deformação. Este módulo relaciona-se com a componente elástica (G') e a componente viscosa (G'') de acordo com a Equação 14 [52].

$$G^* = G' + iG'' \quad (14)$$

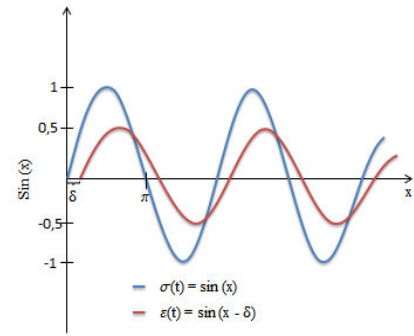


Figura 22 Relação entre um estímulo (tensão) e a resposta (atrasada) do material relativamente ao estímulo.

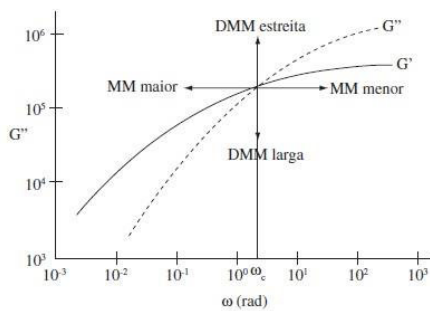


Figura 23 Exemplo da variação dos módulos G' e G'' de um fluido viscoelástico [53].

Os resultados obtidos neste tipo de ensaios serão as curvas representativas dos módulos G' e G'' durante o varrimento de frequência que é imposto na realização do ensaio, como demonstrado na Figura 23, um caso típico da variação com a frequência dos diferentes módulos para um material polimérico. Para baixas frequências, G' é menor que G'' , sendo este o comportamento típico de um líquido; a frequências mais elevadas verifica-se o contrário, que é o comportamento típico de um material sólido. A interceção das curvas representa a passagem do comportamento predominantemente viscoso para predominantemente elástico [53].

Os ensaios oscilatórios com varrimento em frequência foram realizados às mesmas temperaturas expressas na Tabela 3 (ver Secção 2.2.1. - Reometria Capilar). Os detalhes sobre o procedimento experimental adotado podem ser encontrados no Anexo III - Procedimento Experimental.

2.2.3. MFI

O índice de fluidez (MFI - do inglês *melt flow index*) é uma propriedade importante na seleção de materiais poliméricos. É um teste de realização muito simples que permite comparar materiais poliméricos, ou apenas para entender, de uma forma geral, a aptidão que o material fundido possui para escoar. Não fornece informações quantitativas acerca da viscosidade dos materiais, mas permite ter uma ideia da sua ordem de grandeza, e é expresso em unidades de massa por 10 minutos [47], [54].

As temperaturas e diferentes pesos aplicados na realização destes testes encontram-se na Tabela 4 e foram selecionados de acordo com a informação das fichas técnicas de cada material empregue (ver Anexo II - Fichas Técnicas).

Tabela 6 Condições dos ensaios MFI.

Material	Temperatura (°C)	Peso (kg)
PS	200	5
PC	300	1,2
PMMA	230	3,8
ABS	220	10

Mais detalhes sobre o procedimento experimental adotado nesta técnica podem ser encontrados no Anexo III - Procedimento Experimental.

2.3. Equipamento de Processamento

Na Figura 24 encontra-se ilustrado o exemplo de uma linha completa de processamento por coextrusão.



Figura 24 Esquema completo de uma linha típica de coextrusão.

Como foi já referido, o processamento por coextrusão envolve o processamento simultâneo de dois ou mais materiais em outras tantas extrusoras, após a saída do material pela fiação, é necessário conferir ao mesmo um arrefecimento que terá consequências no acabamento do produto final. Após conferir o arrefecimento ao produto coextrudido, de acordo com os requisitos e tipo de produto, poderá ser necessário estirar, enrolar ou cortar o mesmo, entre outras opções. O exemplo ilustrado na Figura 24 representa o equipamento adjacente de puxo ou estiramento do produto.

De forma a entender o processamento por coextrusão, são necessários alguns conhecimentos sobre o processo de extrusão, visto que o processo é em parte similar. Na Figura 25 temos uma ilustração esquemática dos diferentes componentes do equipamento de extrusão.

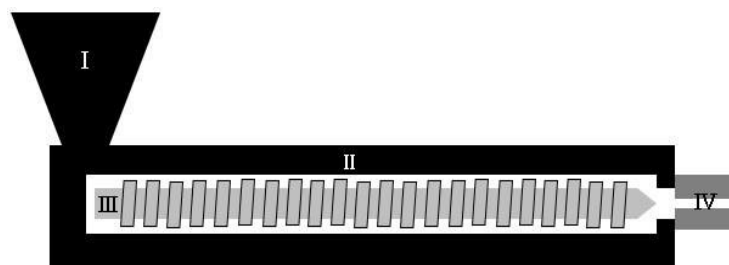


Figura 25 Representação esquemática dos componentes de uma extrusora.

Em coerência com a Figura 25, os principais componentes de uma extrusora são os seguintes:

- **I - Tremonha** - é o local onde é introduzida a matéria-prima, geralmente sob a forma de grânulos. Esta alimenta o material, por ação da gravidade para o cilindro.
- **II - Cilindro** - é o responsável pela transferência de calor necessária à fusão do polímero.
- **III - Parafuso** - é através deste que o material progride ao longo do cilindro.
- **IV - Fieira** - geometria que ditará a forma final do produto [55].

A extrusora é assim responsável pela fusão e mistura do material polimérico que é inserido na tremonha, assegurando o seu bombeamento para a fieira, que pode assumir formas muito complexas de acordo com o produto pretendido. Alcançando o estado estacionário, a extrusora é capaz de manter a temperatura e débito estáveis durante todo o processamento.

A Figura 26 mostra uma combinação de extrusoras para a realização do processamento por coextrusão. O processamento consiste essencialmente em combinar os fluxos de saída de material de duas ou mais extrusoras numa única fieira.

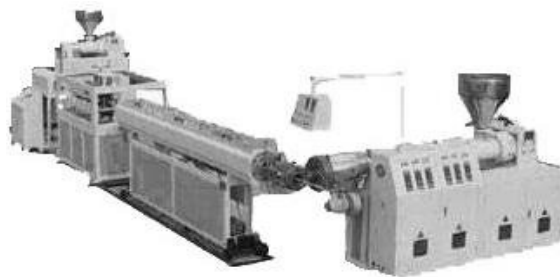


Figura 26 Ilustração do processamento por coextrusão [56].

Um dos objetivos deste tipo de processamento é a não promoção de mistura entre materiais, uma vez que assegura o processamento de diferentes materiais de forma independente [50]. Esta característica torna a coextrusão um tipo de processamento amplamente utilizado no setor industrial dos plásticos, permitindo combinar de forma interessante materiais com

propriedades diferentes, realizar combinações de forma a minimizar o preço do produto final, etc...

Durante o processo de coextrusão é necessário controlar diversos parâmetros, que terão influência na qualidade do produto final coextrudido, entre eles [57]:

- Velocidades de rotação dos parafusos
- Temperaturas nas diferentes zonas das extrusoras
- O sistema de arrefecimento
- Velocidade dos rolos de puxo (para produção de POF) e no caso da etapa de avaliação de instabilidades não é necessário equipamento adjacente, sendo no entanto necessário controlar os restantes parâmetros.

Seguidamente, será apresentada a constituição da linha de extrusão utilizada na produção de POF.

2.3.1. Processamento de POF

A Figura 27 ilustra a linha de coextrusão utilizada para o processamento de POF. A linha a apresentar, foi utilizada no processamento das diferentes combinações de dielétricos transparentes testadas sem alterar nenhum dos constituintes ou equipamento auxiliar.

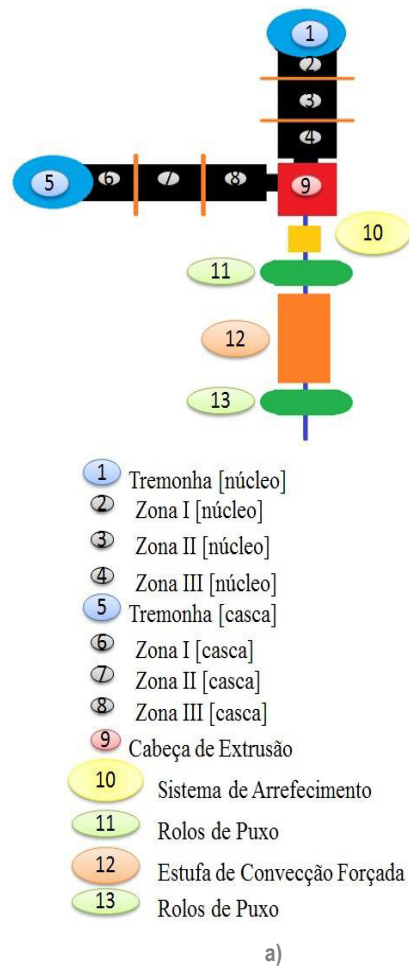


Figura 27 Linha de extrusão para produção de POF.

a) Representação esquemática da linha. b) Extrusoras e sistema de arrefecimento. c) Rolos de puxo e sistema de aquecimento.

Como ilustrado na Figura 27 - b), na cabeça de extrusão coexistiam dois transdutores de pressão, colocados à saída de cada extrusora. Estes transdutores monitorizaram as pressões registadas durante o processamento. Embora não seja completamente perceptível coexistiam na cabeça de extrusão dois termopares que registaram a temperatura da cabeça de extrusão ao longo de todo o processamento.

A fieira utilizada na produção de POF foi concebida para permitir a combinação dos materiais da forma pretendida.

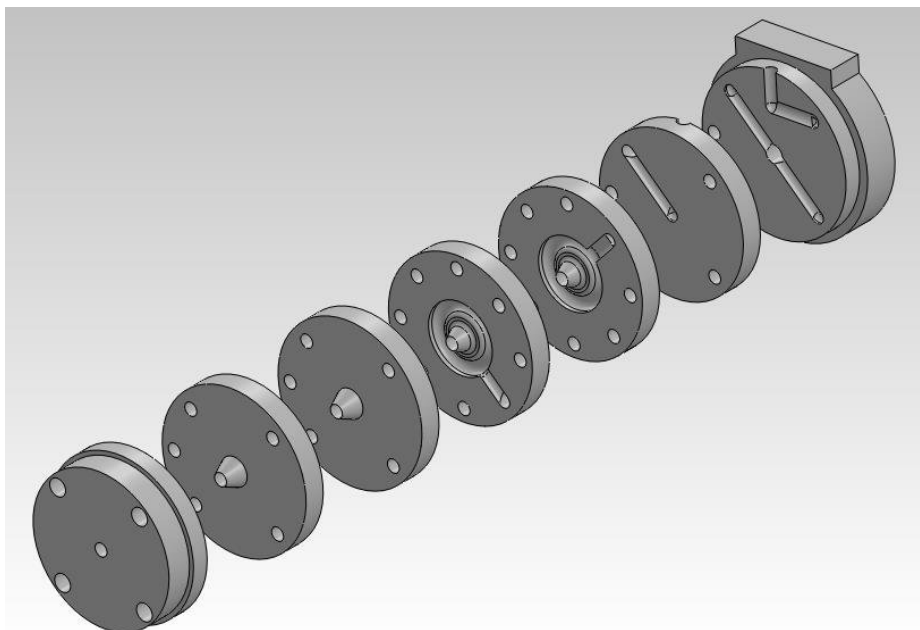


Figura 28 Desenho técnico da fieira a utilizar na produção de POF.

Na Figura 28 encontra-se ilustrada a fieira utilizada para produção de POF, esta fieira já existia no Departamento de Engenharia de Polímeros quando o projeto foi realizado, no entanto, nunca havia sido aplicada na produção de fibras óticas.

À saída da fieira, como ilustrado na Figura 26 - b), o material é submetido a um arrefecimento. O grau de arrefecimento que se impõe a um produto coextrudido influenciará a forma final e acabamento do produto processado.

Na produção de POF foi testado o arrefecimento do produto numa tina de água, no entanto, foi necessário descartar este tipo de arrefecimento. Quando aplicado o arrefecimento em água ao produto coextrudido, foi constatado que o mesmo atingiu a temperatura de solidificação rapidamente. As propriedades do produto solidificado impediram o seu manuseamento nos rolos de puxo, uma vez que o mesmo solidificava com uma determinada curvatura associada, e quando inserido nos rolos de puxo o produto quebrava (Figura 29).

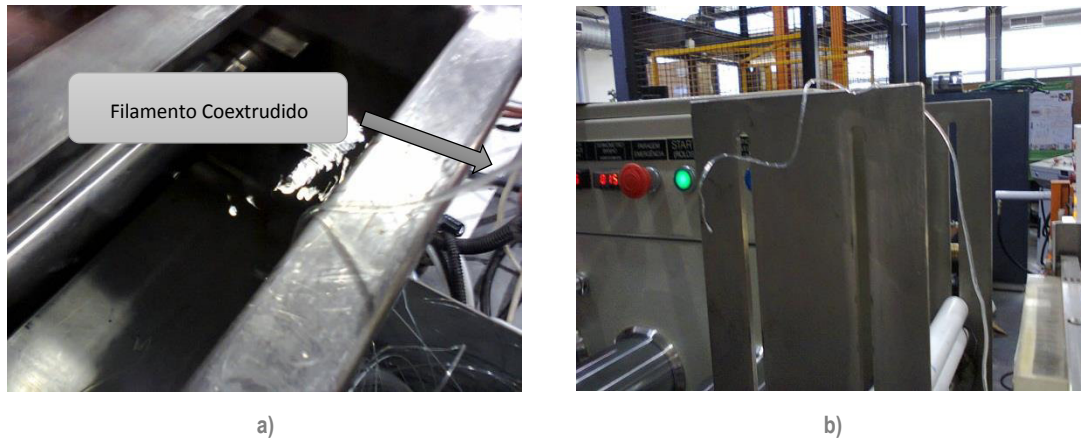


Figura 29 Ilustração do efeito de arrefecimento do material coextrudido em água. a) Inserção do filamento numa tina de água à temperatura ambiente. b) Material rígido e de impossível manuseamento nos rolos de puxo.

A Figura 29 ilustra a rápida solidificação do filamento quando se usa o arrefecimento em água. Como é visível na Figura 29 - b), a forma repleta de curvas impede o seu manuseamento pelos rolos de puxo.

Para produção de POF foi aplicado o arrefecimento por convecção forçada, ilustrado na Figura 27 - b). Neste tipo de arrefecimento, após o material fluir pela fieira, é inserido numa câmara, onde circula ar bombeado por um sistema adequado, o que arrefece o material. Visto que este arrefecimento não é tão célere como o anterior, permitiu o manuseamento do material ao longo dos rolos de puxo sem que ocorresse a quebra do produto coextrudido.

Monofilamentos são fios normalmente estirados após extrusão, com diâmetros entre 0,1 e 5 mm [58]. O produto pretendido insere-se neste tipo de designação. Usualmente, na produção de monofilamentos após o arrefecimento do produto, o mesmo é inserido nos rolos de puxo que realizam o estiramento do produto, como ilustrado na Figura 30.

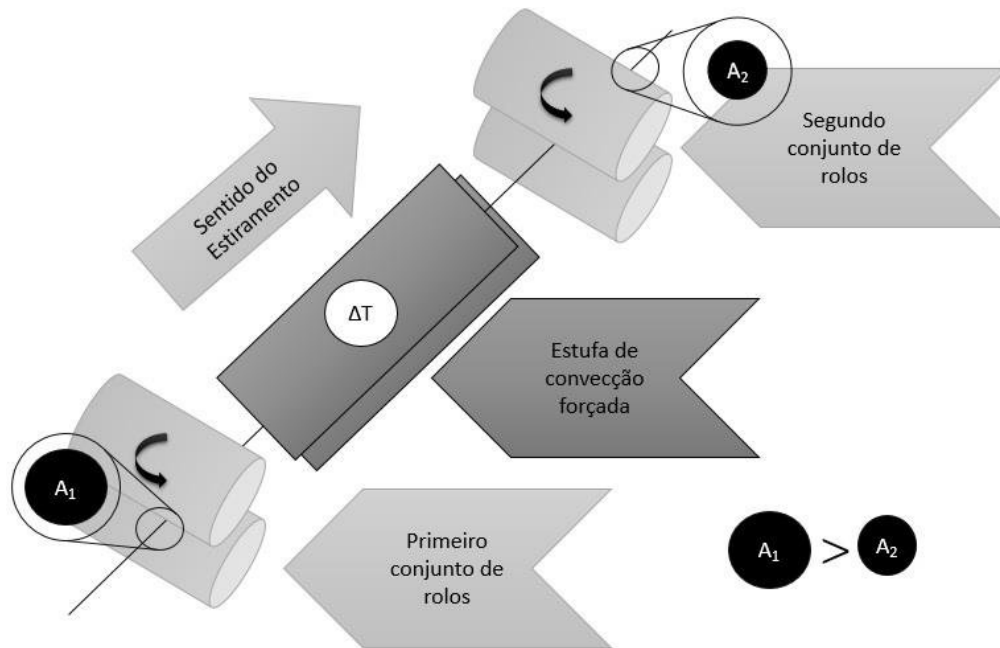


Figura 30 Ilustração simplificada do estiramento aplicado por rolos de puxo.

Após a passagem por um primeiro conjunto de rolos, os filamentos podem ser reaquecidos a uma temperatura pouco superior à temperatura de transição vítrea (visto que todos os materiais a utilizar são amorfos), numa estufa de convecção forçada (é neste local, entre os rolos de puxo, onde ocorre o estiramento). Posto isto, passam por um segundo conjunto de rolos, este com velocidade superior à do primeiro conjunto, como ilustra a Figura 30. A razão de estiramento é determinada pelo rácio entre as velocidades dos rolos de puxo (Equação 15) [55].

$$R_e = \frac{v_{\text{últimos rolos}}}{v_{\text{primeiros rolos}}} \quad (15)$$

No cálculo da razão de estiramento, a unidade controladora dos rolos de puxo e da estufa de convecção forçada era capaz de manter a velocidade de rotação dos rolos constante. No entanto, o mostrador das velocidades dos rolos de puxo, não identificava de forma correta a velocidade dos mesmos. Sendo que, foi necessário recorrer a um tacómetro para caracterizar a velocidade real dos rolos de puxo.

O processo de extrusão por si só, confere aos produtos algum grau de orientação molecular, mas os produtos submetidos a este tipo de estiramento possuirão uma orientação molecular muito superior [59].

Usualmente, a estufa de convecção forçada, ilustrada na Figura 27 - c), é utilizada para realização de um reaquecimento do produto. Na produção de POF, após a passagem do material pelos jatos de ar, este ainda não se encontrava completamente solidificado, desta forma, a estufa de convecção forçada foi programada para fazer circular ar à temperatura ambiente (de forma a realizar o arrefecimento total, e ao mesmo tempo, o estiramento do produto final).

A razão de estiramento (R_e) e velocidade de rotação dos parafusos foram sucessivamente alterados ao longo dos ensaios. Uma vez que estes parâmetros podem alterar os diâmetros específicos das POF.

Para que os resultados obtidos sejam considerados aceitáveis, é necessário que o processamento seja realizado em condições de estado estacionário, de modo a assegurar o mesmo, após a definição das condições de processamento e o subsequente início do processamento aguardou-se sempre 20 minutos.

Na Secção 1.1.1. foi referido que as POF multimodo, por norma, possuem um núcleo com dimensões compreendidas entre 100 e 600 μm e uma casca com dimensões entre 300 e 1000 μm . Todo o processamento realizado procurou a obtenção de um produto com dimensões desta ordem.

A caracterização do diâmetro do núcleo e da casca das POF produzidas foi realizada por microscopia ótica (ver Secção 2.4.1.).

2.3.2. Avaliação de Instabilidades de Fluxo em Coextrusão

A análise a instabilidades de fluxo em coextrusão, implica a avaliação da interface entre materiais coextrudidos desde a primeira zona de contacto entre estes, até à saída de material pela fieira, como pode ser observado na Figura 31.

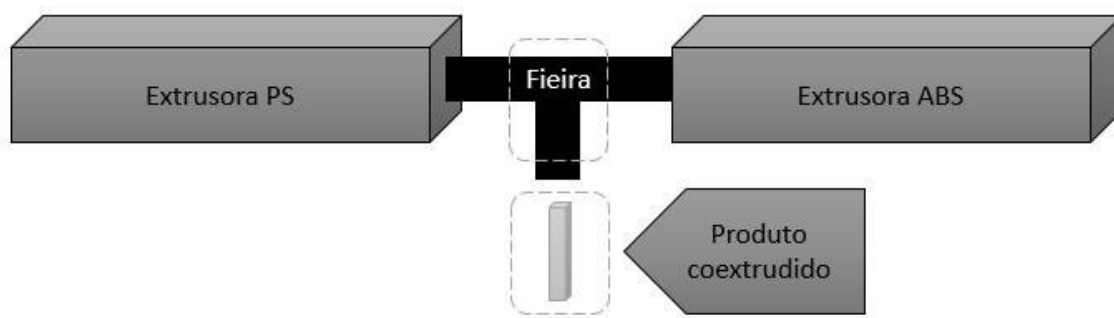


Figura 31 Ilustração simplificada do equipamento usado na extrusão, para fins de estudo das instabilidades.

No caso em estudo foi empregue uma fieira de geometria quadrada, com 7 mm de lado, e pretende-se uma combinação de materiais 80/20 % em massa.

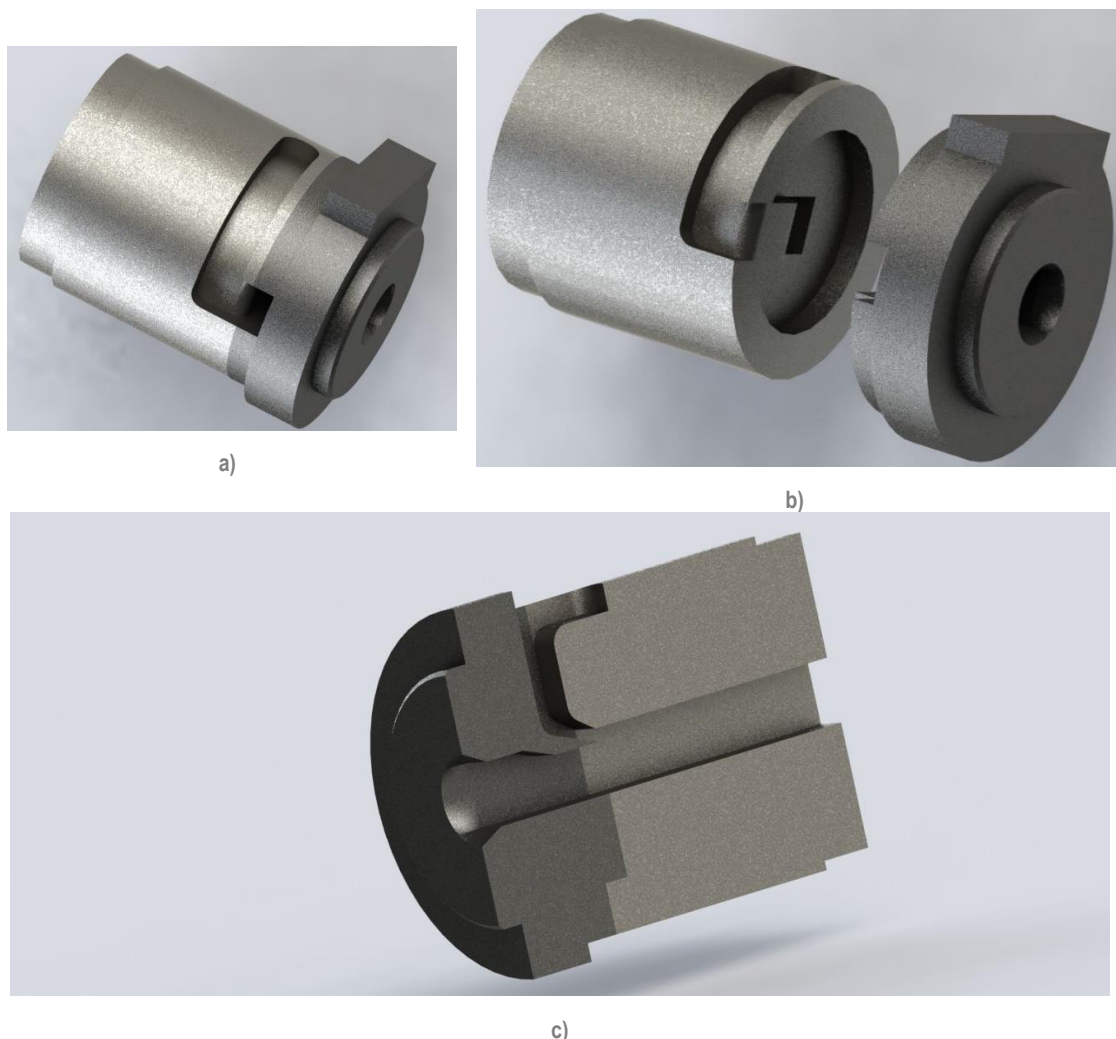


Figura 32 Representação 3D da fieira utilizada nos testes de avaliação de instabilidades, a) Fieira completa, b) Módulos da fieira separados, c) Corte da secção transversal.

A fieira apresentada na Figura 32 foi utilizada na realização dos testes de avaliação de instabilidades. À semelhança da fieira usada na produção de POF, também já existia no Departamento de Engenharia de Polímeros.

Dado que a fieira (Figura 32) possui um canal com um comprimento de 35 mm, onde durante o processamento coexistirão os dois materiais, optou-se por verificar a evolução da interface desde o ponto de contacto, e partir daí, de 5 em 5 mm ao longo do comprimento do canal.

Nos testes realizados, foram colocados dois transdutores de pressão à saída das extrusoras, que realizaram a monitorização das quedas de pressão registadas durante o processamento (da mesma forma que foram utilizados no processamento de POF descrito na secção anterior).

Todo o processo de avaliação de instabilidades envolve o processamento em condições de estado estacionário, de modo a assegurar o mesmo, definiram-se as condições e aguardou-se um tempo de 20 minutos.

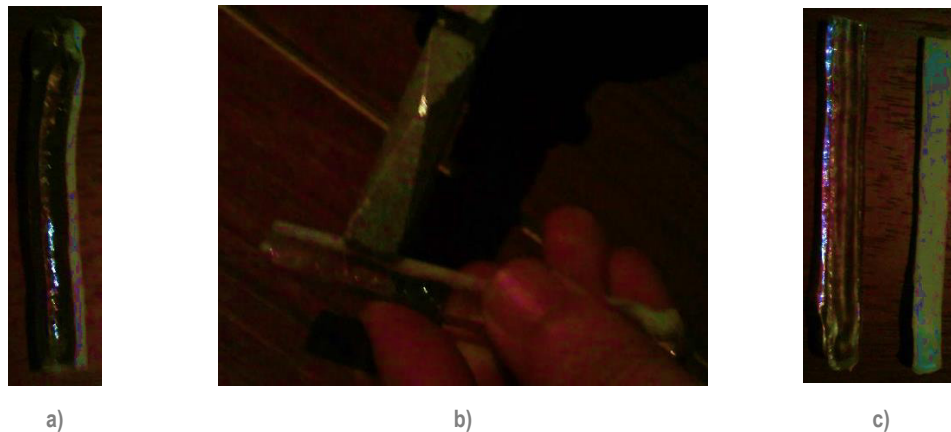


Figura 33 Ilustração do procedimento realizado para garantir uma relação mássica de 80 / 20 a) Produto coextrudido, b) Método de separação dos constituintes, c) Camadas coextrudidas separadas.

O procedimento adotado implica o ajuste dos débitos relativos das extrusoras de forma a garantir uma relação mássica entre constituintes de 80/20. Para tal, foi necessário recolher uma amostra de material coextrudido (Figura 33 - a)) e realizar a pesagem da mesma, de seguida, sendo forçada a

separação dos constituintes (PS e ABS) como ilustrado na Figura 33 - b) e realizada a pesagem dos constituintes individuais.

Seguidamente, pode proceder-se à recolha do produto coextrudido (arrefecendo o mesmo por convecção natural), e é cessada em simultâneo a rotação dos parafusos das extrusoras.

Por fim, procede-se à remoção da cabeça de extrusão, realiza-se o arrefecimento da mesma numa tina de água e é retirado o material remanescente na fieira.

Nos testes de avaliação de instabilidades em coextrusão, foram impostas as seguintes temperaturas de processamento (Tabela 7).

Tabela 7 Temperaturas de processamento aplicadas para avaliação de instabilidades em coextrusão.

	Extrusora ABS	Extrusora PS
Temperatura da Zona 1 (°C)	200	180
Temperatura da Zona 2 (°C)	210	200
Temperatura da Zona 3 (°C)	220	220
Temperatura da Fieira (°C)	230	

Ao contrário do processo de produção de POF, estes testes não envolvem a utilização de equipamento auxiliar.

2.4. Técnicas de Caracterização

2.4.1. Microscopia Ótica

O procedimento adotado para obtenção das imagens de microscopia das POF foi alterado algumas vezes ao longo do projeto.

Inicialmente tentou cortar-se a fibra com uma lâmina e colocou-se a amostra sob o suporte do microscópio ótico de reflexão.

O que se constatou foi que embora a lâmina evitasse algumas fraturas mecânicas (que certamente ocorreriam se fosse forçada a quebra manual das fibras), não seria suficiente para a obtenção de imagens com a qualidade adequada.

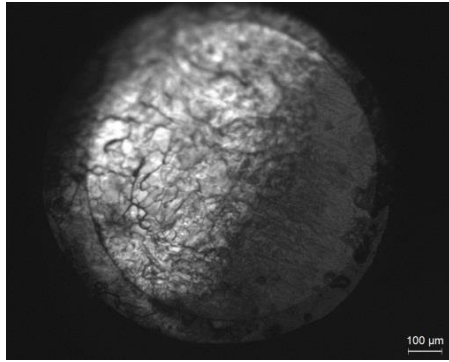


Figura 34 Imagem de microscopia ótica de reflexão obtida, quando se realizou o corte da fibra com uma lâmina.

Como é visível na Figura 34, esta técnica não permite uma completa eliminação de fraturas mecânicas, uma vez que não se vislumbra a superfície da amostra como sendo uma superfície lisa. Por outro lado, a reflexão que a amostra exibiu, não permitiu a obtenção de uma imagem onde se visualizou todo o material da casca da POF.

Assim sendo, para obtenção de imagens de POF num microscópio ótico de reflexão foi necessário preparar previamente as amostras, uma vez que se tratam de amostras de difícil polimento, pois possuem espessuras normalmente não superiores a 1 mm. O procedimento adotado envolveu a fixação das fibras em resina *epóxi* e o resultado obtido é semelhante à Figura 35. Por outro lado, embora as imagens obtidas por este processo possuam uma qualidade adequada, o processo torna-se moroso pois envolve a cura da resina (durante 24 horas) e o polimento da amostra. Mais detalhes sobre o procedimento experimental encontram-se no Anexo III - Procedimento Experimental.

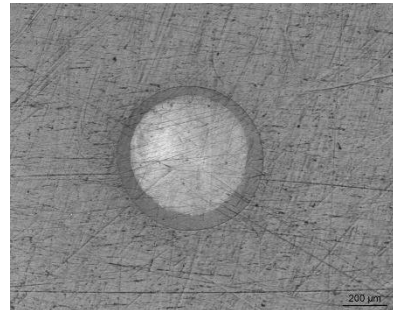


Figura 35 Imagem de microscopia ótica de reflexão obtida, quando se realizou a fixação das POF em resina *epóxi*.

Por uma questão de simplicidade no procedimento, durante o projeto foi desenvolvido um suporte com cerca de 3 mm de espessura, que possibilitou a obtenção das imagens das fibras por microscopia ótica de transmissão, permitindo uma caracterização com qualidade adequada e facilitando o procedimento, comparativamente à abordagem descrita anteriormente, pois basta colocar um punhado de fibras com uma orientação perpendicular à base do suporte e cortar as mesmas com uma lâmina.

A imagem de microscopia ilustrada na Figura 36 é exemplo das imagens das POF obtidas por microscopia ótica de transmissão, como se pode constatar,

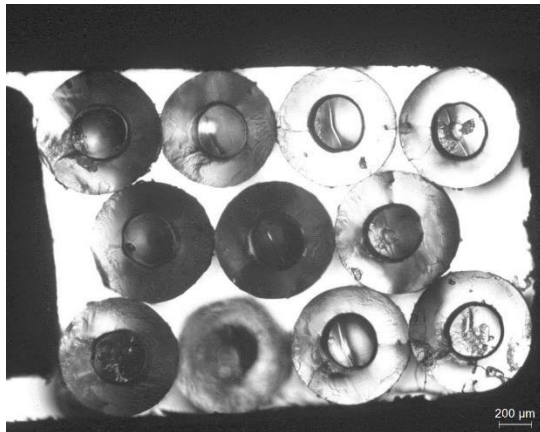


Figura 36 Imagem de microscopia ótica de transmissão obtida, quando se realizou o corte da fibra com uma lâmina sob o suporte.

existe um contraste aceitável entre os materiais do núcleo e da casca da POF.

O *software* Leica Application Suite, permitiu realizar a interface entre uma câmara digital e o computador de modo a gravar as imagens em formato digital.



Figura 37 Interface entre o *software* e a câmara digital, representativa da medição do diâmetro das camadas constituintes das POF.

O *software* utilizado, possibilitou também a medição do diâmetro das diferentes camadas das POF produzidas, como ilustrado na Figura 37.

Relativamente às amostras dos testes de avaliação de instabilidades, estas foram previamente cortadas ao longo da secção transversal da amostra. Os detalhes sobre este procedimento experimental podem ser encontrados no Anexo III.

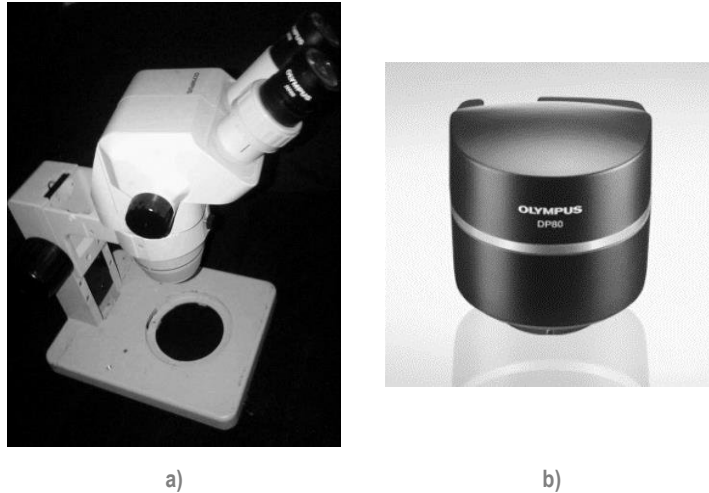


Figura 38 a) Lupa utilizada na caraterização de amostras resultantes dos ensaios de avaliação de instabilidades b) Câmara digital.

As imagens destas amostras foram obtidas recorrendo a uma lupa (Figura 38 - a)), que realiza o contraste através de reflexão. A lupa utilizada, à semelhança dos microscópios utilizados na caraterização de POF, também possibilitou o acoplamento de uma câmara digital (Figura 38 - b)), que proporcionou a visualização das imagens no computador e a medição das áreas representativas dos constituintes coextrudidos, de forma semelhante ao processo de medição do diâmetro dos constituintes das POF ilustrado na Figura 37.

Em todos os equipamentos referidos nesta secção, é necessário realizar a calibração à escala da imagem, para que a mesma não contenha erros associados de acordo com a lente e objetiva utilizadas.

2.4.2. Espectrofotometria

O espectrofotómetro é utilizado para medir a quantidade de luz que uma determinada amostra absorve ou transmite. O processo espectroscópico permite a caracterização de perfis de emissão ou absorção de radiação eletromagnética, através da interação da radiação com átomos e moléculas de um determinado corpo ou solução [60].

Mediante este teste é possível obter espectros característicos dos materiais, quando submetidos a radiação ultravioleta, visível ou infravermelha.

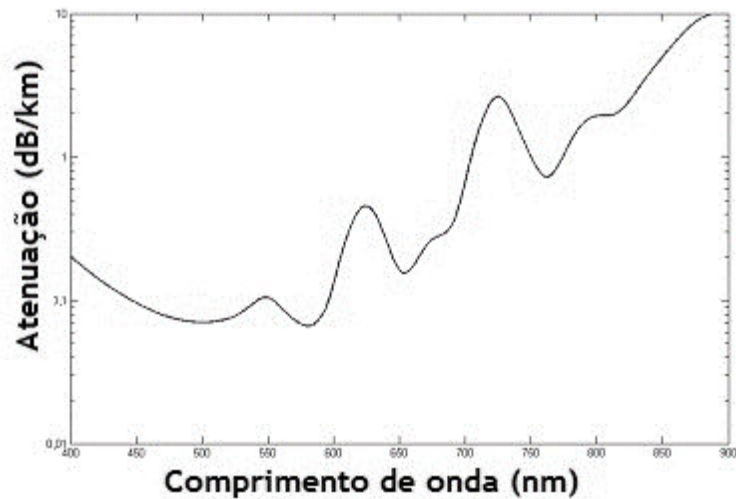


Figura 39 Espectro de atenuação de uma POF de índice gradual com núcleo de PMMA [61].

Uma vez que a constituição das POF envolve a utilização de dielétricos poliméricos transparentes, e estes se tratam de um produto capaz de transportar luz ao longo do seu comprimento. Sabendo que o espectro de atenuação de uma fibra de índice gradual é semelhante ao espectro ilustrado na Figura 39, a gama de comprimentos de onda de interesse, isto é, onde se verificam os valores mínimos de atenuação, reside na região do visível [11], [61].

O espectrofotómetro utilizado na caracterização das POF produzidas encontra-se ilustrado na Figura 40.

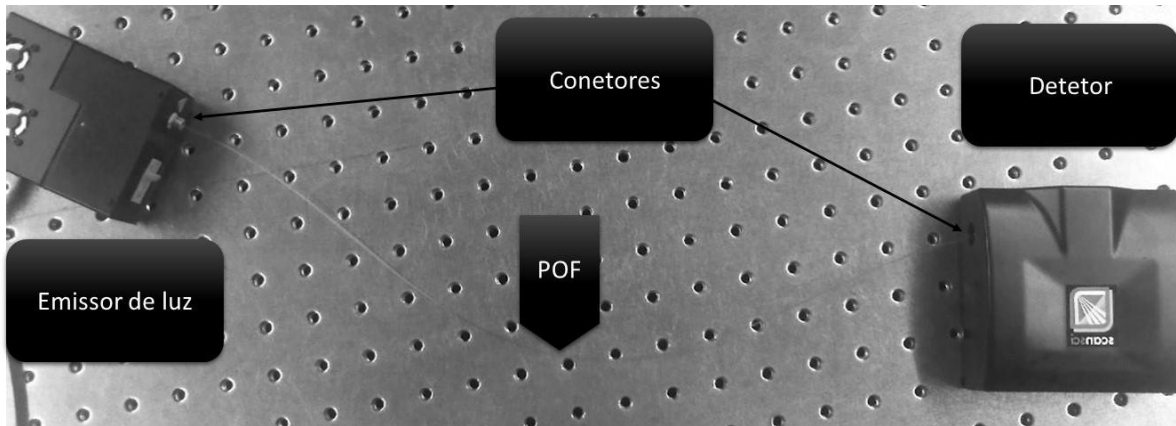


Figura 40 Espectrofotômetro utilizado na caraterização de POF.

Como ilustrado na Figura 40, o equipamento possui os seguintes constituintes:

- **Emissor de luz**, que emite continuamente feixes luminosos com comprimento de onda (λ) variável.
- **Conectores**, que permitem a fixação da fibra.
- **Detetor**, responsável pela quantificação da intensidade da luz recebida.
- **POF** a analisar, ligada pelos conectores entre a fonte de emissão de luz e o detetor.

O procedimento adotado para a caraterização das POF envolveu o corte das fibras em segmentos com aproximadamente 30 cm. O corte das fibras foi realizado com auxílio de uma lâmina, de forma a tentar um bom acabamento nas extremidades das POF. Se o corte não permitir um bom acabamento poderá levar a resultados que não expressam o comportamento real da fibra ótica.

A fonte de emissão de luz utilizada foi uma lâmpada de Tungsténio, que emite radiação na gama do visível, com comprimento de onda entre os 200 e os 900 nm.

Os conectores utilizados possuíam 850 μm de diâmetro, o que na maior parte dos casos originou uma pequena folga entre as fibras e os conectores.



Figura 41 Caracterização de uma fibra ótica de vidro existente no Departamento de Física.

A Figura 41 ilustra a resposta de uma fibra ótica de vidro durante o teste de espectrofotometria, mostrando a relação entre a intensidade e o comprimento de onda.

De forma a quantificar a atenuação das fibras produzidas, foi assumido que o espectro da fibra ótica de vidro não apresenta atenuação. Isto é, que o sinal transmitido ao longo desta fibra é totalmente recebido pelo detetor, o que não corresponde ao que ocorre na realidade, mas permite uma análise comparativa das POF produzidas.

Pode verificar-se que a intensidade máxima registada ocorreu para o comprimento de onda de cerca de 610 nm. A quantificação da intensidade encontra-se em u.a. (unidades arbitrárias) pois o equipamento não permite a quantificação absoluta do sinal recebido; no entanto, para o estudo realizado permitiu uma análise comparativa entre as diferentes fibras produzidas.

Em suma, para o cálculo da atenuação das POF foram comparados os espectros de atenuação das mesmas com o espectro ilustrado na Figura 41. Realizando uma análise comparativa, para o valor mínimo de atenuação das POF processadas com o valor do espectro da Figura 41 para o comprimento de onda onde se verifica o mínimo de atenuação das diferentes POF produzidas.

3. Apresentação e Discussão dos Resultados

3.1. Caracterização Reológica

3.1.1. Curvas de Fluxo e Índice de Fluidiez

As curvas de fluxo são representativas do comportamento do material quando sujeito a diferentes temperaturas e taxas de corte. Nesta secção serão apresentadas as curvas de fluxo dos materiais utilizados. Na Figura 42 apresenta-se a curva de fluxo obtida na caracterização reológica do PS.

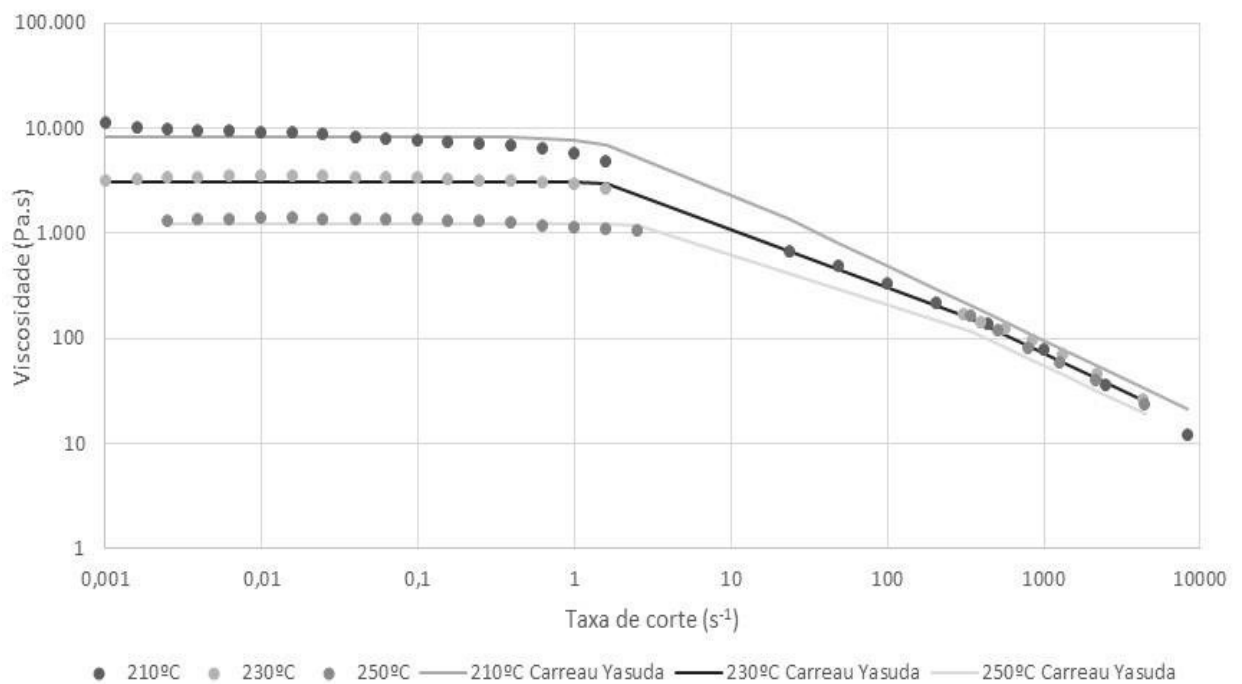


Figura 42 Curva de fluxo do PS.

Na Figura 42 temos a curva de fluxo do PS, onde os dados experimentais se encontram representados por pontos e os ajustes realizados com o modelo de Carreau - Yasuda com inclusão do fator de deslocamento se encontram representados por linhas contínuas.

Os resultados correspondentes a taxas de corte compreendidas entre $0,001$ e 5 s^{-1} foram obtidos através de ensaios de reometria de pratos paralelos, enquanto os resultados a taxas de corte entre 10 e 10000 s^{-1} resultam dos ensaios de reometria capilar. Os resultados obtidos em reometria rotacional caracterizam o patamar Newtoniano da curva de fluxo.

Uma vez que o PS utilizado possuía uma viscosidade baixa, nos ensaios de reometria capilar foi necessário usar fieiras com $0,5 \text{ mm}$ de diâmetro, pois quando utilizadas fieiras de 1 mm de diâmetro, verificou-se que os valores de viscosidade medidos, pouco ou nada variavam com o aumento da taxa de corte, o que não representa o comportamento típico de um fluido desta natureza.

À imagem do que seria esperado, a viscosidade diminui com o aumento da temperatura, o que pode ser facilmente verificado para taxas de corte baixas. No entanto, não foi observada uma variação tão significativa na gama de taxas de corte mais elevadas, observando-se uma sobreposição de resultados.

Na Figura 43 apresenta-se a curva de fluxo obtida na caracterização reológica do PMMA.

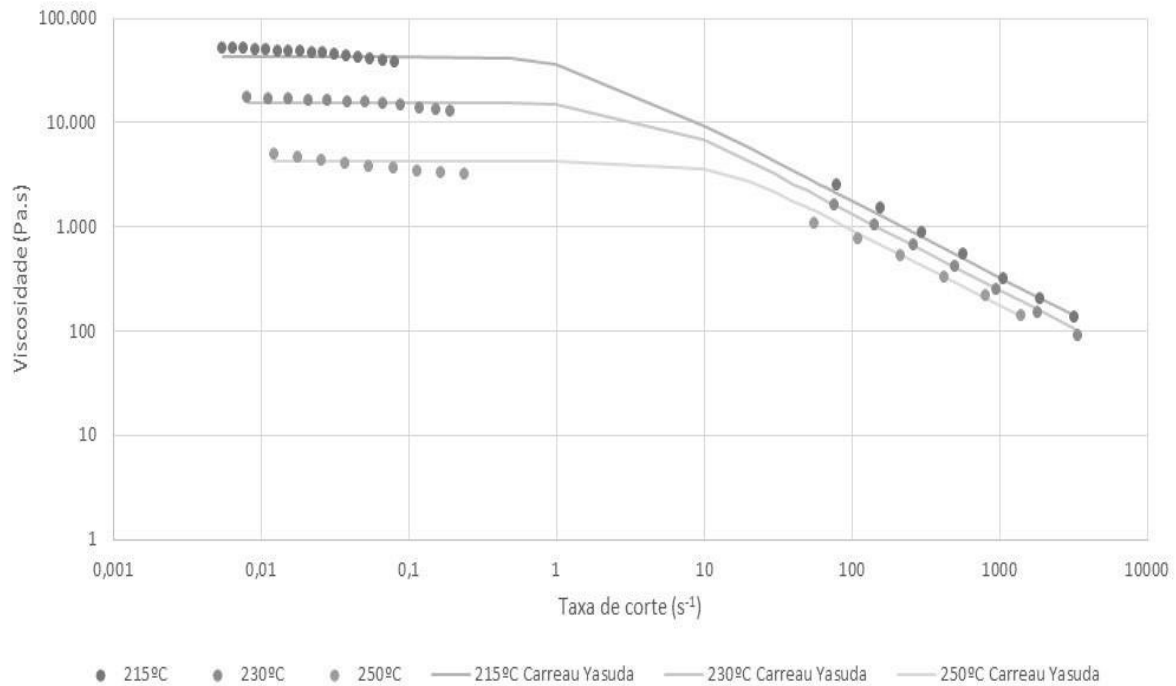


Figura 43 Curva de fluxo do PMMA.

A Figura 43 representa a curva de fluxo obtida através da reometria do PMMA. Segundo as bases de dados de materiais [37], este material possui temperaturas de processamento até próximo de 240°C. Inicialmente foram estipuladas as temperaturas de 195, 215 e 230°C para os testes. No entanto, para os ensaios de reometria capilar a 195°C, o material não fluía da melhor forma e os valores registados pelos transdutores de pressão no decorrer do ensaio a essa temperatura foram de cerca de 40 MPa. O que foi considerado elevado para o ensaio em causa.

Devido ao sucedido, houve necessidade de alterar as temperaturas dos ensaios, assim sendo, optou-se por realizar os ensaios às temperaturas de 215, 230 e 250°C. Embora existisse ainda a hipótese de utilizar fieiras com diâmetro superior, que possivelmente permitiria a caracterização às temperaturas inicialmente estipuladas.

Em coerência com o que seria espectável, a viscosidade diminui com o aumento da temperatura, e o fenómeno é visível tanto para taxas de corte baixas como para taxas de corte elevadas.

A curva de fluxo do PC está ilustrada na Figura 44.

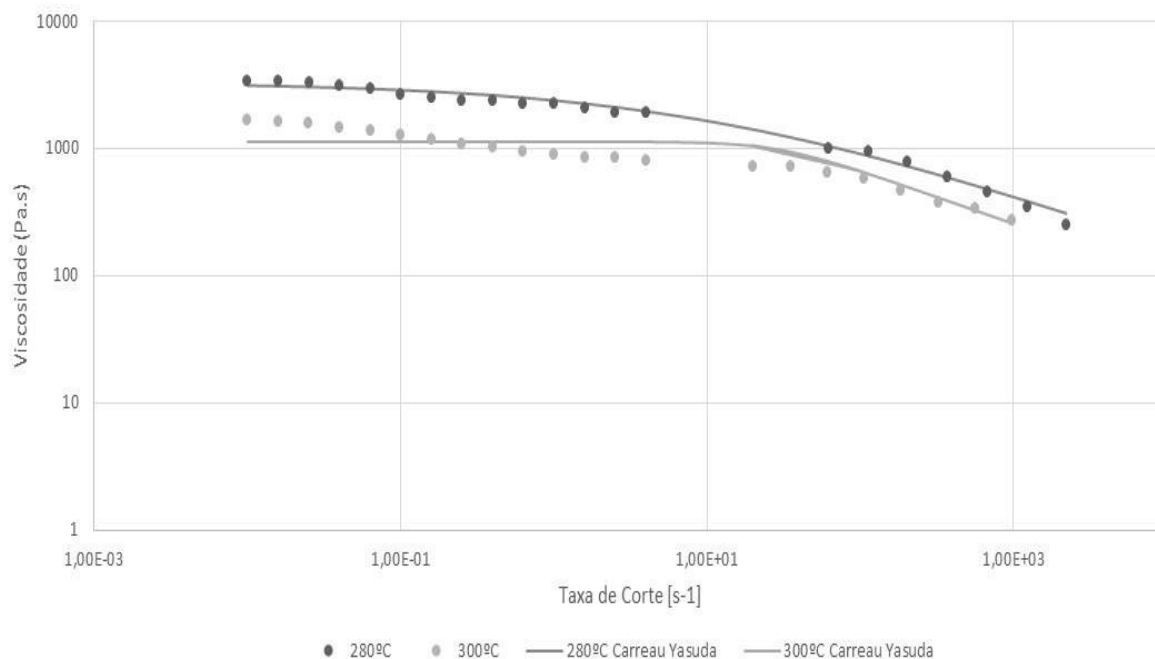


Figura 44 Curva de Fluxo do PC.

Os resultados apresentados na Figura 44 são relativos às curvas de fluxo do PC às temperaturas de 280 e 300°C. Os pontos da curva expressam os resultados obtidos experimentalmente e as linhas ilustram o ajuste dos resultados através do modelo de Carreau - Yasuda.

Inicialmente pretendia-se realizar os ensaios às temperaturas de 280, 300 e 320°C. No entanto, para a temperatura de 320°C, este material de baixa viscosidade apresentou um comportamento semelhante ao que se constatou nos ensaios de reometria capilar do PS (apresentado anteriormente), verificando-se que a viscosidade variava pouco com o aumento da taxa de corte e em alguns casos mantinha-se constante. O acontecimento verificado não perfaz um comportamento típico deste tipo de material. Os resultados deste comportamento podem ser encontrados no Anexo IV - Resultados Obtidos.

De acordo com o esperado, é visível uma diminuição da viscosidade com o aumento da temperatura e da taxa de corte.

A Figura 45 ilustra a curva de fluxo do ABS.

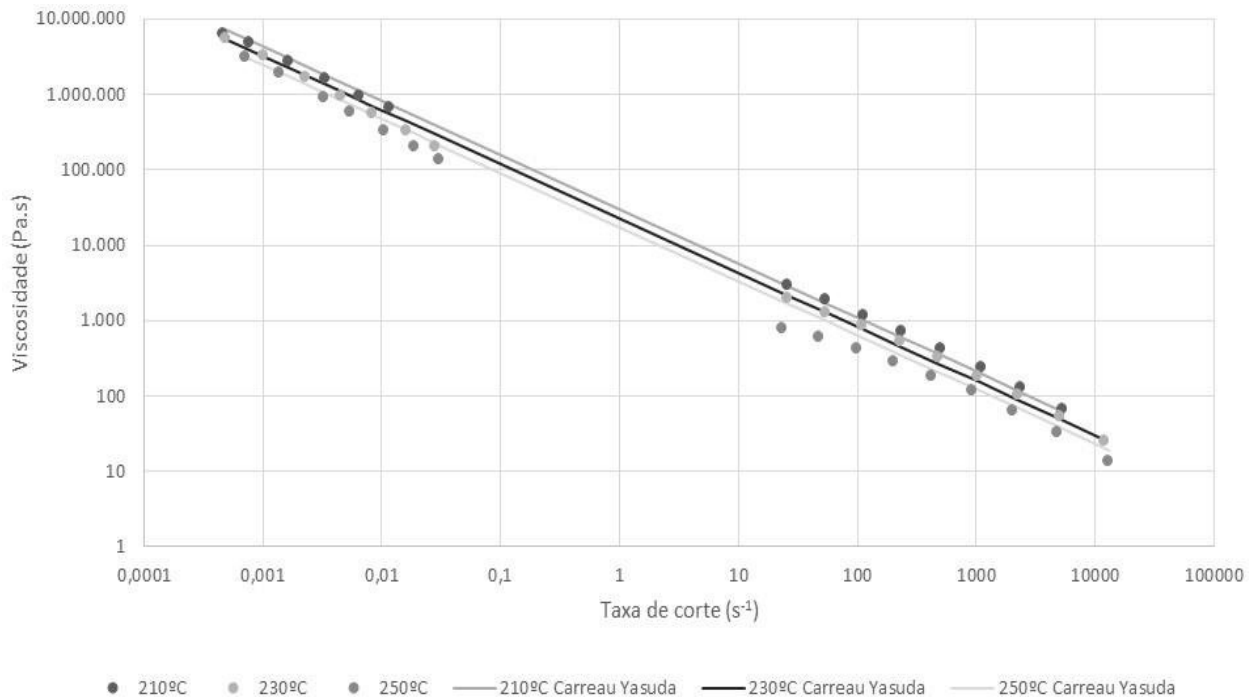


Figura 45 Curva de fluxo do ABS.

Analisando a Figura 45 onde se encontra a curva de fluxo do ABS, é de realçar que não foi possível caracterizar o patamar Newtoniano da curva de fluxo. Uma vez que, usualmente é possível a caracterização do patamar Newtoniano dos polímeros às taxas de corte que o reómetro de pratos paralelos impõe nas amostras.

Para garantir que o comportamento descrito pelo material a baixas taxas de corte corresponde ao seu comportamento prático e não a uma anomalia, foram realizados ensaios com taxa de corte constante, para as taxas de corte de 0,1 e 0,01 s⁻¹, esperando obter dois pontos da curva de fluxo que permitissem a caracterização do patamar Newtoniano. No entanto, os resultados obtidos por este método vieram confirmar os resultados obtidos inicialmente, pelo que é possível afirmar que o patamar Newtoniano do ABS se encontra a taxas de corte inferiores a 1E-3 s⁻¹.

Analisando a viscosidade do material é perceptível que se trata de um material com uma viscosidade elevada, que comparado com os restantes materiais a utilizar, oferecerá uma elevada resistência ao escoamento.

Em coerência com o que era esperado, foi constatado que a viscosidade diminui com o aumento da temperatura e da taxa de corte.

Pode ser afirmado que o ABS é o material mais viscoso, o PMMA apresenta uma viscosidade pouco superior ao PS e PC, dado que ambos possuem viscosidades muito semelhantes.

Relativamente aos resultados da caracterização dos materiais através do índice de fluidez, foram obtidos os resultados expostos na Tabela 8.

Tabela 8 Resultados do índice de fluidez.

Material	Temperatura (°C) / Carga (Kg)	MFI (g/10min)
PC	300/1,2	3,196
PMMA	230/3,8	2,213
PS	200/5	2,315
ABS	220/10	4,073

Através dos resultados obtidos para o índice de fluidez, não é possível comparar os materiais, visto que foram usadas diferentes temperaturas e pesos nos ensaios dos diferentes materiais.

3.1.2. Reometria Oscilatória

Na Figura 46 temos a caracterização dos módulos G' e G'' do PS.

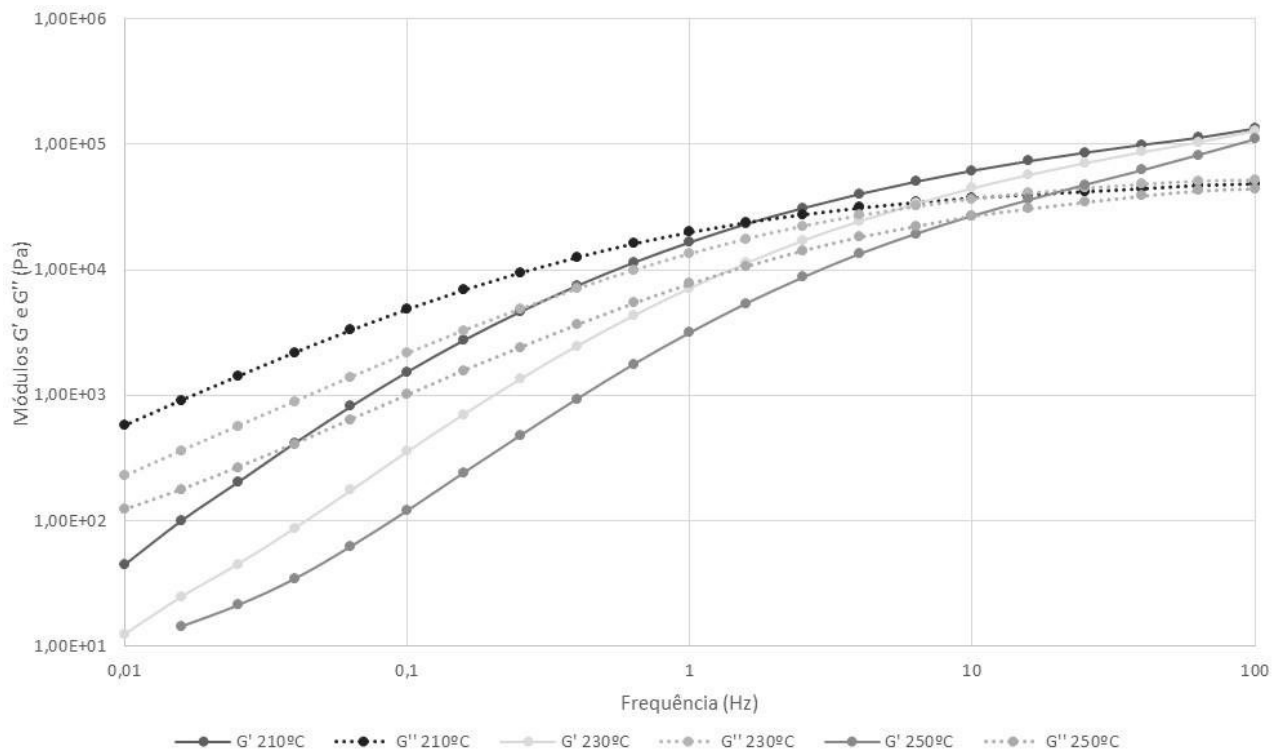


Figura 46 Módulos G' e G'' em função da frequência para o PS.

A Figura 47 ilustra os resultados obtidos nos ensaios oscilatórios com varrimentos em frequência para o PMMA.

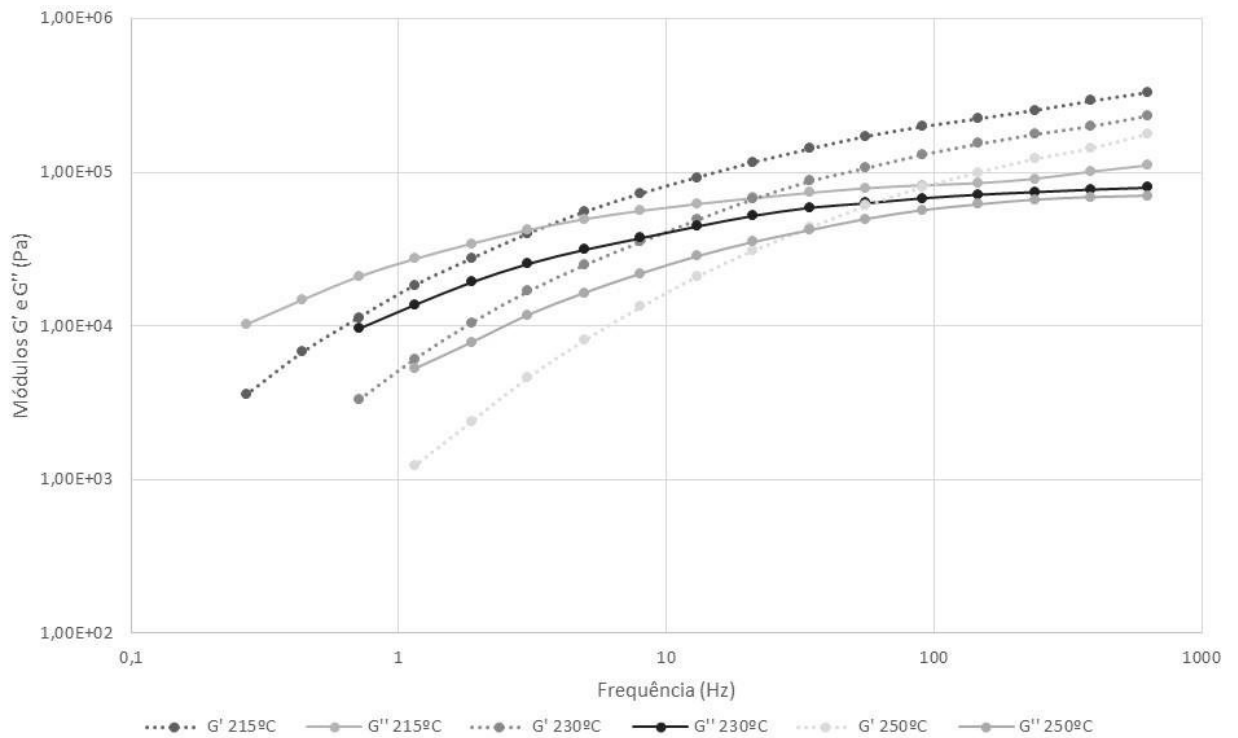


Figura 47 Módulos G' e G'' em função da frequência para o PMMA.

Os resultados ilustrados na Figura 47 demonstram as variações dos módulos G' e G'' do PMMA, como seria de esperar, e de forma semelhante à variação dos módulos G' e G'' do PS, estes materiais apresentam um comportamento predominantemente viscoso a baixas frequências, e um comportamento predominantemente elástico a frequências elevadas. Devido a este comportamento, foi possível a detecção da interceção entre os dois módulos.

As curvas dos módulos G' e G'' adquiriram valores mais baixos sempre que foi aumentada a temperatura do teste.

À semelhança do que foi observado anteriormente para o PS (Figura 46), o PMMA também apresenta as frequências de interceção dos módulos mais elevadas sempre que é imposto um aumento da temperatura.

Pode também ser constatado que o valor dos módulos na sua interceção não varia muito com a alteração da temperatura.

A Figura 48 ilustra a caracterização dos módulos G' e G'' do PC.

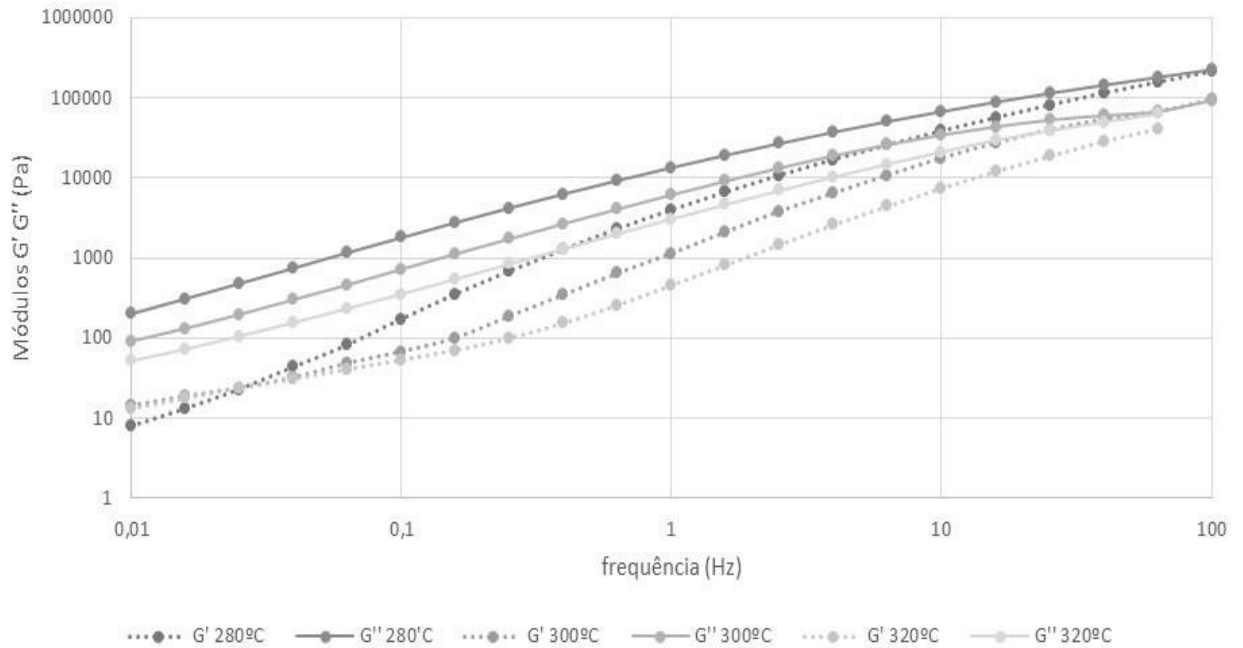


Figura 48 Módulos G' e G'' em função da frequência para o PC.

Os resultados apresentados na Figura 48 ilustram as variações dos módulos G' e G'' do PC.

A frequências compreendidas entre 0,01 e 0,1 Hz, as curvas representativas do módulo de armazenamento do PC contêm algum erro associado, visto que a curva correspondente ao módulo G' a 280°C, começa por exibir um módulo inferior aos mesmos módulos a temperaturas superiores, o comportamento demonstrado não é coerente com o que seria expectável. Provavelmente, o mesmo verificou-se devido a uma possível sensibilidade do reómetro em condições limite.

Embora não seja usual, apenas foi detetada a interceção dos módulos de armazenamento e de perda para a temperatura de 280°C. Para as temperaturas de 300 e 320°C o material apresenta sempre um comportamento predominantemente viscoso ao longo do varrimento em frequência imposto. Através dos resultados obtidos para este material, pode ser deduzido que os módulos de perda a 300 e 320°C tendem a intercetar os módulos de armazenamento a frequências mais elevadas que 100 Hz. Contudo, o reómetro

utilizado apresenta limitações construtivas que impedem a caracterização a frequências superiores a 100 Hz.

De acordo com o esperado, os módulos G' e G'' diminuíram com o aumento da temperatura.

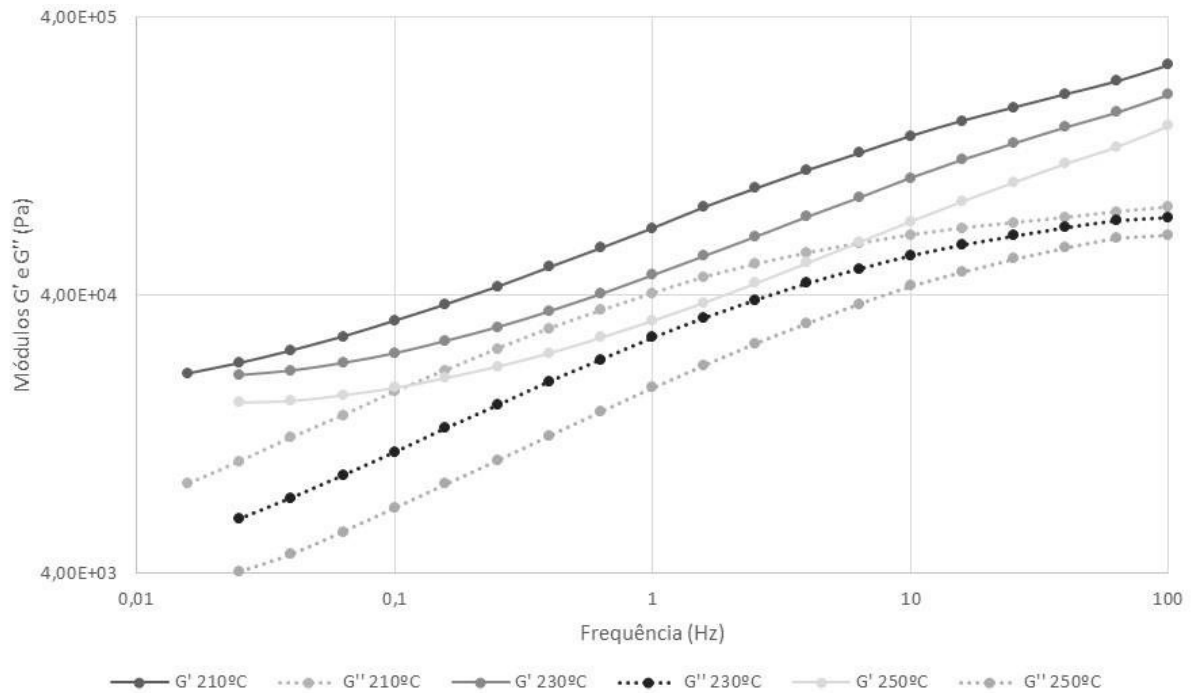


Figura 49 Módulos G' e G'' em função da frequência para o ABS.

Relativamente aos resultados apresentados na Figura 49, pode constatar-se que para o varrimento em frequência realizado, o ABS apresenta sempre um comportamento predominantemente elástico.

Comparando os resultados obtidos neste material, com os resultados obtidos apresentados anteriormente, os módulos G' e G'' também diminuem com a imposição de aumentos de temperatura.

Contudo, o comportamento dos módulos G' e G'' não é muito usual, dado que as curvas representativas dos módulos não apresentam tendência a intersearem-se.

Comparando o comportamento dos módulos elástico e de perda do ABS, com os resultados obtidos nos demais materiais caracterizados, pode pensar-se

que a interseção dos módulos deverá ocorrer a frequências inferiores a 0,01 Hz, pois nos resultados apresentados nesta secção, relativos a outros materiais empregues os materiais apresentaram sempre um comportamento predominantemente elástico após a interseção dos módulos.

3.2. Fibras óticas

Nesta secção será apresentado o processo de coextrusão no âmbito da produção de POF. Apresentando os resultados da produção e as relações entre os parâmetros alterados e os resultados obtidos.

De seguida serão apresentadas as condições de processamento e problemas que surgiram na definição das mesmas, para produção de POF com diferentes dielétricos poliméricos.

3.2.1. Processamento

Nesta secção serão mencionadas as condições de processamento usadas no processamento de POF, assim como os problemas que ocorreram na definição das mesmas.

As temperaturas de processamento testadas na produção de POF com a combinação PMMA - PS encontram-se expostas na Tabela 9.

Tabela 9 Perfil de temperatura utilizado na produção de POF com PMMA e PS [62].

Zona	Extrusora PMMA – Temperatura (°C)	Extrusora PS – Temperatura (°C)
Zona I	240	180
Zona II	250	200
Zona III	260	220
Fieira	240	

Não é muito usual numa extrusora impor uma temperatura na zona III (zona mais próxima da cabeça de extrusão), superior à temperatura da fieira, no entanto, no processamento por coextrusão é conveniente impor na fieira a mesma temperatura para os dois materiais. Visto que estes materiais não possuíam uma vasta gama de temperaturas de processamento em comum, foi necessário estabelecer estas condições [62].

Na Tabela 10, encontram-se as temperaturas de processamento impostas no processamento de POF para a combinação PMMA - PC.

Tabela 10 Perfil de temperatura utilizado na produção de POF com PMMA e PC.

Zona	Extrusora PMMA – Temperatura (°C)	Extrusora PC – Temperatura (°C)
Zona I	240	230
Zona II	250	250
Zona III	260	270
Fieira	260	

Por fim, na Tabela 11 apresenta-se o perfil de temperaturas imposto na produção de POF com PS e PC.

Tabela 11 Perfil de temperatura utilizado na produção de POF com PS e PC.

Zona	Extrusora PS – Temperatura (°C)	Extrusora PC – Temperatura (°C)
Zona I	190	230
Zona II	210	250
Zona III	230	260
Fieira	250	

Para todas as combinações de dielétricos empregues, os perfis de temperaturas impostos foram mantidos. O tipo de arrefecimento das POF coextrudidas, como referido na Secção 2.3.1., foi realizado por convecção forçada e noutra fase com auxílio da estufa de convecção forçada. Para todas as combinações testadas foi utilizado o mesmo tipo de arrefecimento.

As condições de processamento testadas na combinação PMMA e PS encontram-se expressas na Tabela 12.

Tabela 12 Condições de processamento utilizadas na produção de POF com PMMA e PS.

Ensaio	1.01	1.02	1.03	1.04	1.05	1.06	1.07	1.08	1.09	1.10
Velocidade de rotação do parafuso (PMMA) [rpm]	5									
Velocidade de rotação do parafuso (PS) [rpm]	5,3	7	9,3	9,3	12,6	5,3	7,3	8	9,3	6
Razão de estiramento	1,13	1,48		1,69		2,07	2,31	2,56	2,8	2,31

De acordo com a Tabela 12, a velocidade de rotação do parafuso da extrusora processadora do material da casca foi mantida em 5 rpm nos diferentes ensaios, sendo que se fez variar em todos os ensaios a velocidade de rotação do parafuso da extrusora do material do núcleo. Os ensaios apresentados na Tabela 12 podem subdividir-se em duas classes, do Ensaio 1.01 ao 1.05 (inclusive), o objetivo centrou-se na produção de POF com 1 mm de diâmetro total. Nos restantes ensaios (1.06 a 1.10) optou-se por produzir POF com um diâmetro total de 800 μm . O motivo da alteração dos objetivos será descrito na secção seguinte.

As condições de processamento utilizadas na produção de POF com PMMA e PC encontram-se expressas na Tabela 13.

Tabela 13 Condições de processamento utilizadas na produção de POF com PMMA e PC.

Ensaio	2.01	2.02	2.03	2.04	2.05	2.06
Velocidade de rotação do parafuso (PMMA) [rpm]	5					
Velocidade de rotação do parafuso (PC) [rpm]	13,4	10	8,6	6,6	5,3	4,8
Razão de estiramento	3,15					2,69

Com base na Tabela 13, é possível compreender que a velocidade de rotação da extrusora do PMMA se manteve em todos os ensaios, fazendo alterar a velocidade de rotação do parafuso da extrusora do PC. O objetivo do processamento era conseguir um produto final com diâmetro de 800 μm .

Finalmente, a Tabela 14 mostra a variação das condições de processamento usadas nos diferentes testes de produção de POF com PS e PC.

Tabela 14 Condições de processamento utilizadas na produção de POF com PS e PC.

Ensaio	3.01	3.02	3.03	3.04	3.05	3.06
Velocidade de rotação do parafuso (PS) [rpm]	5	6	5			
Velocidade de rotação do parafuso (PC) [rpm]	4,6	3,2	1,9	6,6	7,3	8,6
Razão de estiramento	3,78	4,5		3,21	4,08	

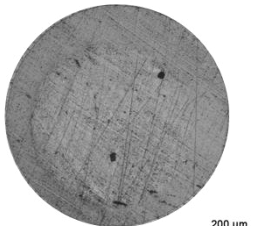
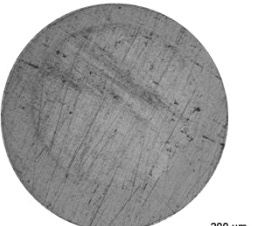
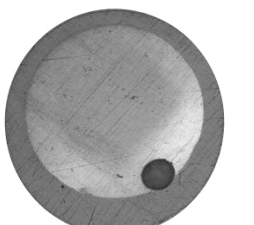
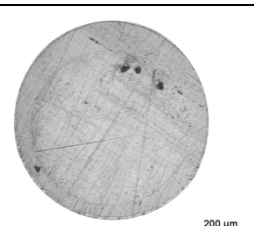
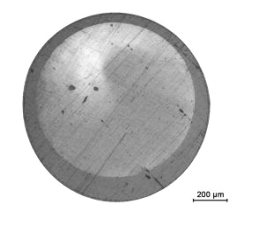
Mediante as condições apresentadas na Tabela 14, o objetivo visava a produção de POF com um diâmetro total de 800 μm .

3.2.2. Caracterização

Nesta secção serão apresentados os resultados obtidos relativos à produção de POF, apresentando para cada caso, os valores de pressão registados nos transdutores, imagens de microscopia ótica das fibras, débitos e diâmetro do núcleo e da casca das POF produzidas.

Os valores da queda de pressão registada nos transdutores, débitos do conjunto, imagens de microscopia da secção transversal das POF e diâmetro do núcleo e casca das POF produzidas com PMMA e PS (Ensaio 1.01 a 1.05), encontram-se expostos nas Tabelas 15.

Tabela 15 POF PMMA – PS, resultados obtidos (Ensaio 1.01 até 1.05).

Ensaio	Queda de Pressão (P) [MPa]	Foto da secção transversal	Diâmetro (d) [μm]	Área [%]	Débito (Q) [g/min]
1.01	P _{PS} 6,5		d _{núcleo} 703,48	A _{núcleo} 54,4	22,94
	P _{PMMA} 11,9		d _{casca} 953,41	A _{casca} 45,6	
1.02	P _{PS} 7,3		d _{núcleo} 721,14	A _{núcleo} 54,4	23,06
	P _{PMMA} 13,5		d _{casca} 977,38	A _{casca} 45,6	
1.03	P _{PS} 7,9		d _{núcleo} 966,63	A _{núcleo} 65,7	27,58
	P _{PMMA} 13,9		d _{casca} 1192,69	A _{casca} 34,3	
1.04	P _{PS} 7,9		d _{núcleo} 730,83	A _{núcleo} 67,0	27,60
	P _{PMMA} 13,9		d _{casca} 892,79	A _{casca} 33,0	
1.05	P _{PS} 8,7		d _{núcleo} 926,01	A _{núcleo} 72,0	33,31
	P _{PMMA} 12,6		d _{casca} 1091,72	A _{casca} 28,0	

Mediante os resultados de microscopia apresentados na Tabela 15, é perceptível que de acordo com o que estava previsto, o material da casca revestiu completamente o material do núcleo. Analisando as fotos da secção transversal das POF produzidas, pode ser observado que o núcleo e a casca das fibras produzidas apresentam uma forma circular. No entanto, pode ser constatado em todos os ensaios que o núcleo e a casca das POF não são concêntricos. De modo a obter informações sobre o comportamento referido elaborou-se a

sobreposição das curvas de fluxo dos materiais empregues, ilustrada na Figura 50.

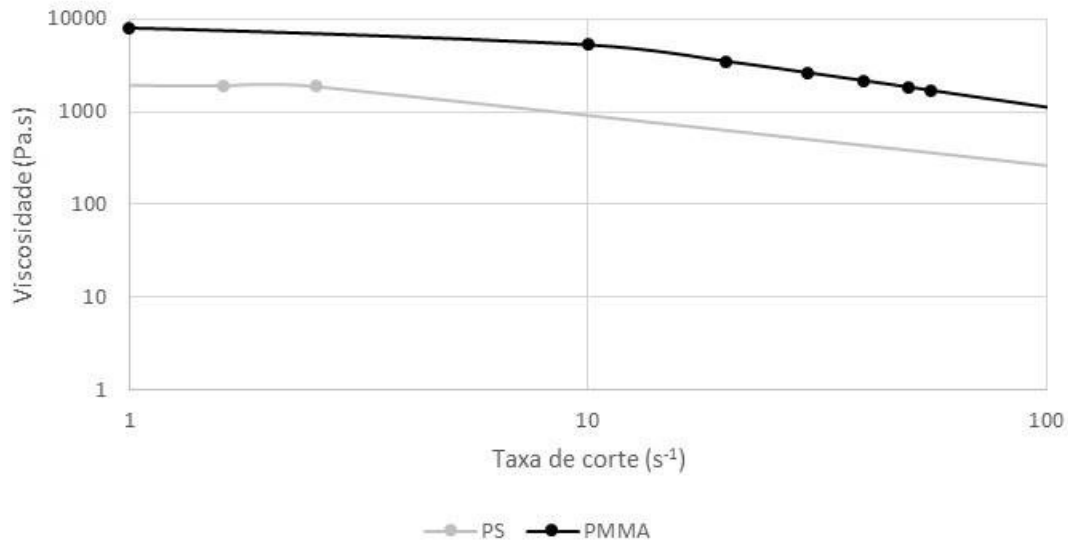


Figura 50 Curvas de fluxo do PMMA e PS a 240°C (obtidas pelo modelo de Carreau – Yasuda).

Na Figura 50 é visível que os materiais empregues, para as taxas de corte típicas do processamento por extrusão apresentam um gradiente de viscosidades significativo, que eventualmente poderá originar um rearranjo na interface entre os produtos coextrudidos. De acordo com as descrições apresentadas na Secção 1.1.2., o PS (material de menor viscosidade) poderá adquirir tendência a encapsular o PMMA, por sua vez, o comprimento da fieira não possibilitou um desenvolvimento completo da eventual instabilidade, e aparentemente originou a não concentricidade entre as camadas, ilustrada nas fotos da Tabela 15.

Ainda sobre a não concentricidade entre as camadas coextrudidas, é necessário considerar um possível alinhamento inadequado dos diferentes módulos constituintes da fieira utilizada (ver Figura 28). Não é possível afirmar/quantificar se existiu alguma falta de alinhamento entre os módulos, no entanto, um alinhamento inadequado poderia também proporcionar a não concentricidade observada nas imagens das secções transversais.

Em suma, a falta de concentricidade entre o núcleo e a casca das POF produzidas, pode ter origem na incompatibilidade reológica dos materiais empregues ou num alinhamento inadequado dos módulos da fiação.

Como é perceptível na imagem da secção transversal da POF resultante do Ensaio 1.03, existem bolhas de ar no interior das fibras, este acontecimento verificou-se ao longo de todos os testes apresentados na Tabela 15. O aparecimento de bolhas de ar foi verificado nos dois materiais empregues, e deve-se ao facto de não terem sido respeitadas as condições de secagem dos materiais (apresentadas no Capítulo 2).

Relacionando as velocidades de rotação dos parafusos com as quedas de pressão registadas nos transdutores, obtiveram-se os resultados ilustrados na Figura 51.

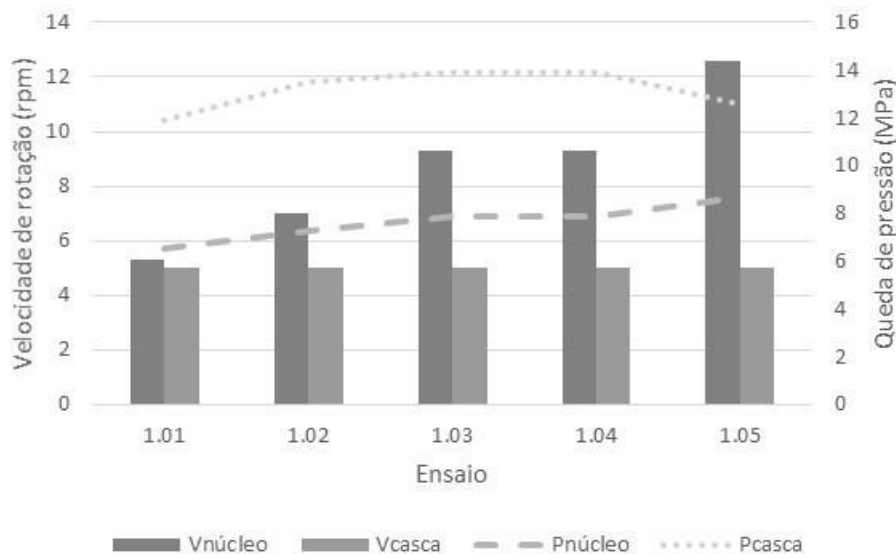


Figura 51 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.01 até 1.05).

Na Figura 51, os parâmetros Vnúcleo e Vcasca representam as velocidades de rotação dos parafusos das extrusoras do PS e PMMA, respetivamente. As linhas Pnúcleo e Pcasca indicam as quedas de pressão registadas nos transdutores colocados à saída da extrusora do PS e PMMA, respetivamente. Como se pode constatar nestes ensaios, apenas se fez variar a velocidade de rotação do

parafuso do material do núcleo, mantendo a velocidade de rotação do parafuso da extrusora da casca em 5 rpm. Sempre que foi imposta uma velocidade de rotação superior ao parafuso da extrusora do PS, o transdutor de pressão colocado à saída desta extrusora registou sempre aumentos nos valores de pressão. Relativamente às quedas de pressão registadas à saída da extrusora do PMMA, não se observou uma variação linear entre as variações de velocidade de rotação do parafuso da extrusora do PS e as quedas de pressão medidas.

Para o Ensaio 1.05, foi verificada uma diminuição da pressão registada no transdutor colocado à saída da extrusora do material da casca. Este acontecimento pode advir de dissipação viscosa, resultante do esforço mecânico de corte associado ao fluxo, induzido pelo aumento da velocidade de rotação do parafuso da extrusora do PS. Que provavelmente implicou uma geração de calor por atrito, diminutiva dos valores de viscosidade do material e consequente diminuição da queda de pressão registada.

De seguida, será apresentada a relação entre a velocidade de rotação dos parafusos e o débito do conjunto medido (Figura 52).

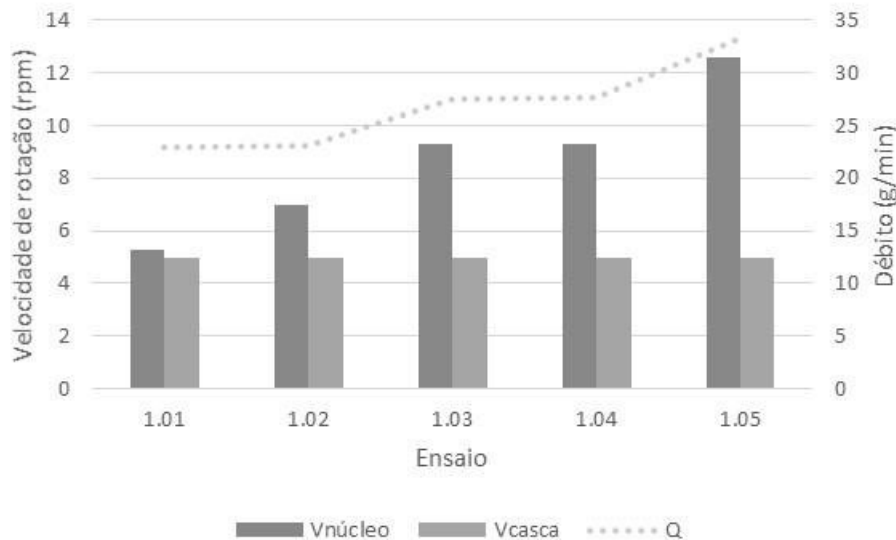


Figura 52 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.01 até 1.05).

Na Figura 52, os parâmetros $V_{\text{núcleo}}$ e V_{casca} representam a velocidade de rotação dos parafusos das extrusoras processadoras do material do núcleo e da casca, respetivamente. A linha do débito do conjunto apresenta-se designada por Q . Os resultados apresentados na Figura 52, permitem afirmar que sempre que foi imposto um aumento de velocidade de rotação do parafuso da extrusora do material do núcleo, verificou-se sempre um aumento do débito do conjunto. O que é explicável, pois com a imposição de uma velocidade de rotação superior a um dos parafusos, regra geral, é induzido um bombeamento de material para a fieira numa quantidade superior, o que consequentemente aumentará o débito do conjunto.

Na Figura 53 é apresentada a relação entre a velocidade de rotação dos parafusos, áreas percentuais do núcleo e casca das POF produzidas e razão de estiramento dos Ensaios 1.01 até 1.05.

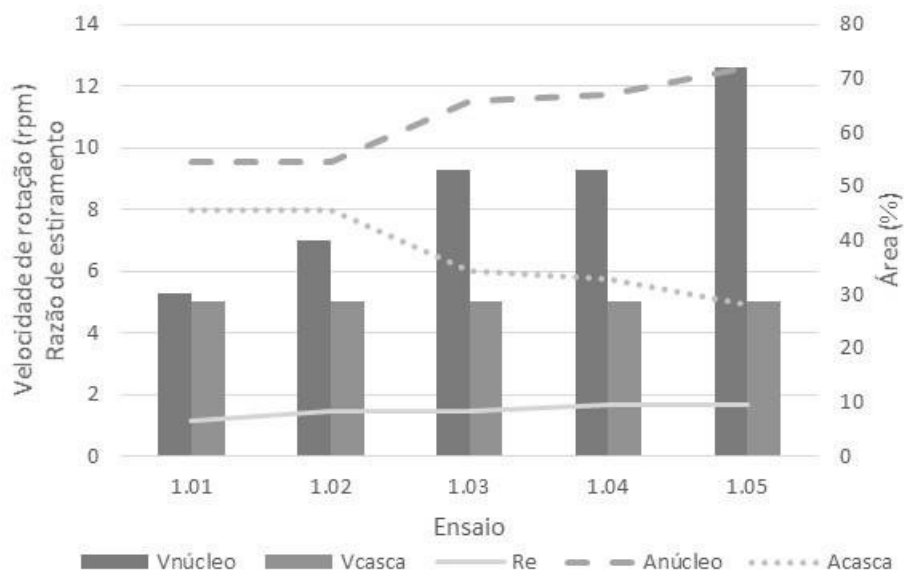


Figura 53 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PMMA - PS (Ensaios 1.01 até 1.05).

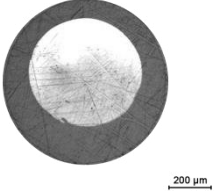
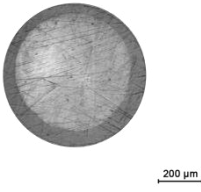
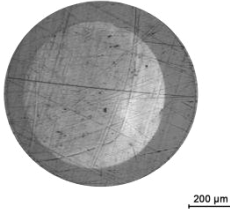
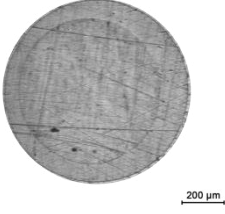
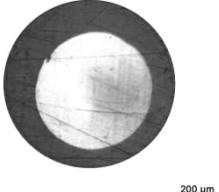
Como demonstram os resultados obtidos, a variação das áreas comparativas mostrou-se uniforme nos Ensaios 1.01 e 1.02. Este acontecimento pode derivar da variação pouco significativa do débito imposto, o que se pode comprovar nos dados da Tabela 15. Nos demais ensaios, pode verificar-se que com o aumento

da velocidade de rotação do parafuso da extrusora do material do núcleo, foi registado um aumento da área percentual desse constituinte em comparação com a área percentual da casca.

Por fim, relativamente aos diâmetros característicos das POF (ver Figura 3), para os cinco ensaios avaliados da combinação PMMA - PS, em nenhum dos ensaios foi possível a obtenção de POF com os diâmetros pretendidos. Na maioria dos casos, foi conseguida a produção de POF com dimensões exteriores inferiores a 1 mm, no entanto, não se conseguiu a produção de POF com núcleos de diâmetro inferior a 600 μm . Por tal, nos seguintes testes foi definido como objetivo no processamento de POF, a produção de fibras com 800 μm de diâmetro externo.

Na Tabela 16 apresentam-se, para os Ensaios 1.06 até 1.10 da combinação PMMA - PS, os valores da queda de pressão registados, débitos do conjunto, fotos da secção transversal das POF produzidas, diâmetro dos constituintes das mesmas e áreas percentuais das diferentes camadas coextrudidas.

Tabela 16 POF PMMA – PS, resultados obtidos (Ensaio 1.06 até 1.10).

Ensaio	Queda de Pressão (P) [MPa]	Foto da secção transversal	Diâmetros (d) [μm]	Área [%]	Débito (Q) [g/min]
1.06	P_{PS} 6,55		$d_{núcleo}$ 531,851	$A_{núcleo}$ 50,8	20,83
	P_{PMMA} 11,9		d_{casca} 746,364	A_{casca} 49,2	
1.07	P_{PS} 7,13		$d_{núcleo}$ 516,377	$A_{núcleo}$ 65,8	23,82
	P_{PMMA} 12,4		d_{casca} 636,686	A_{casca} 34,2	
1.08	P_{PS} 7,3		$d_{núcleo}$ 648,539	$A_{núcleo}$ 57,5	25,3
	P_{PMMA} 12,2		d_{casca} 855,296	A_{casca} 42,5	
1.09	P_{PS} 7,6		$d_{núcleo}$ 652,778	$A_{núcleo}$ 60,8	27,3
	P_{PMMA} 17,6		d_{casca} 836,934	A_{casca} 39,2	
1.10	P_{PS} 6,6		$d_{núcleo}$ 540,148	$A_{núcleo}$ 48,9	21,22
	P_{PMMA} 11,8		d_{casca} 772,573	A_{casca} 51,1	

Nos ensaios apresentados na Tabela 16, as condições de secagem dos materiais foram respeitadas, pelo que aparentemente não surgiram bolhas de ar nas fibras processadas.

À semelhança do sucedido nos ensaios apresentados anteriormente (ver Tabela 15), o núcleo e a casca das POF produzidas apresentam uma forma circular, no entanto, não são concêntricos. Tal acontecimento pode resultar

dos mesmos efeitos referidos anteriormente (gradiente de viscosidade dos materiais ou alinhamento inadequado dos módulos da fiação).

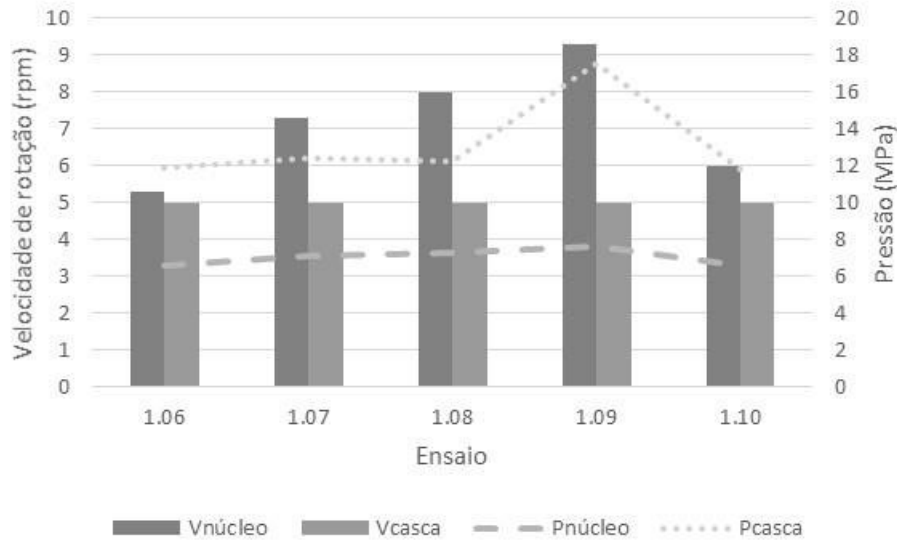


Figura 54 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.06 até 1.10).

No que se refere à variação da queda de pressão, com a imposição de diferentes velocidades de rotação dos parafusos das extrusoras, pode constatar-se na Figura 54 que os transdutores colocados à saída das extrusoras registaram aumentos nos valores das quedas de pressão sempre que foram impostas velocidades de rotação superiores.

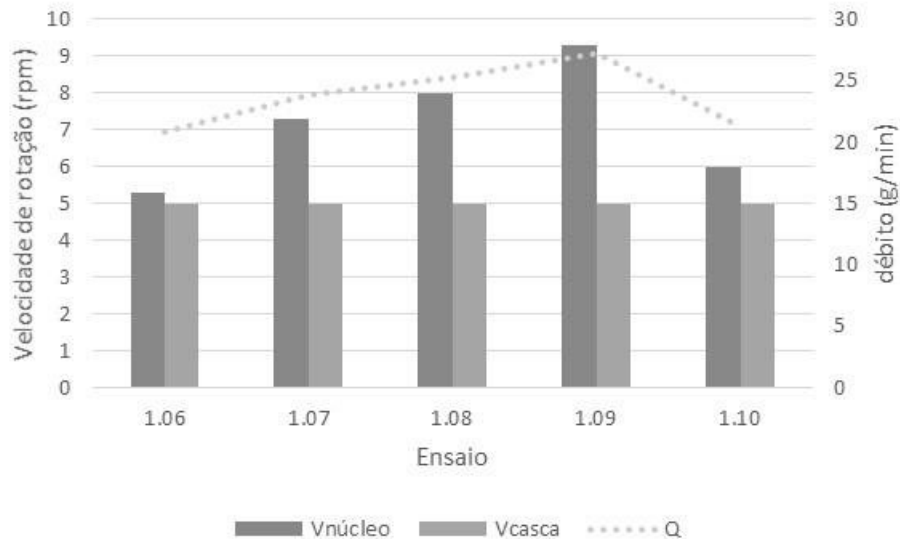


Figura 55 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.06 até 1.10).

A Figura 55 ilustra a variação do débito com a alteração da velocidade de rotação do parafuso da extrusora do núcleo. Em função dos resultados expostos nesta figura, pode afirmar-se que com o aumento da velocidade de rotação do parafuso da extrusora processadora do material do núcleo da fibra, o débito aumentou.

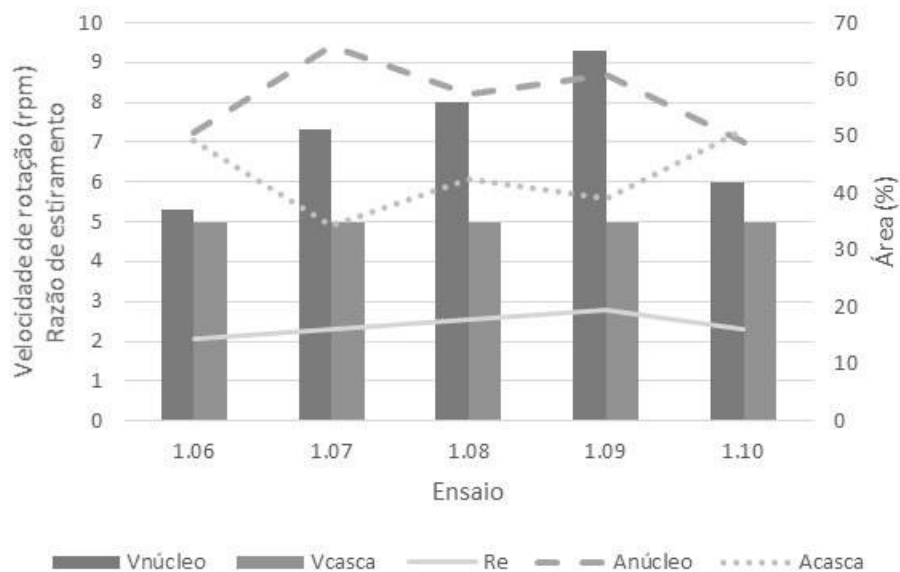


Figura 56 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PMMA - PS (Ensaio 1.06 até 1.10).

Analisando a Figura 56, ilustrativa da variação das áreas comparativas das camadas constituintes das POF com a variação da velocidade de rotação dos parafusos das extrusoras e razão de estiramento, pode constatar-se que ao contrário dos ensaios apresentados anteriormente (ver Figura 53), não se verificou uma variação linear entre a velocidade de rotação dos parafusos e as áreas percentuais do núcleo e da casca das POF.

Avaliando as POF produzidas nestes ensaios (1.06 a 1.10), de acordo com os diâmetros característicos das POF apresentados na Secção 1.1.1. (Figura 3) podem classificar-se como aceitáveis as POF resultantes dos Ensaios 1.06, 1.07 e 1.10, uma vez que possuem núcleos com diâmetros inferiores a $600\text{ }\mu\text{m}$ e a casca não excedeu 1 mm .

Uma vez que os conetores utilizados no espectrofotómetro possuíam $850\text{ }\mu\text{m}$ de diâmetro, foi seleccionada para caracterização a POF resultante do teste 1.10, pois dentro da gama de fibras que satisfaz as dimensões pretendidas, é a que apresenta o diâmetro mais próximo da dimensão dos conetores. A Figura 57 ilustra a intensidade da luz transmitida em função do comprimento de onda.

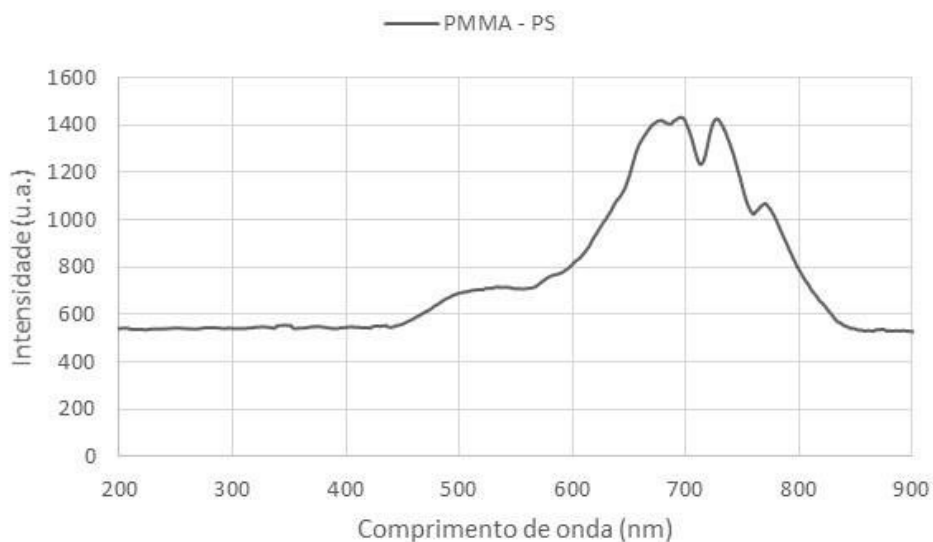


Figura 57 Espectro obtido na combinação PMMA e PS (ensaio 1.10).

O valor máximo da intensidade da luz transmitida do espectro da Figura 57 foi detetado com um comprimento de onda de 696 nm, registrando uma intensidade de 1432 u.a. Contudo, o espectro apresentado pode conter algum erro associado, uma vez que existia uma folga entre a POF e os conectores.

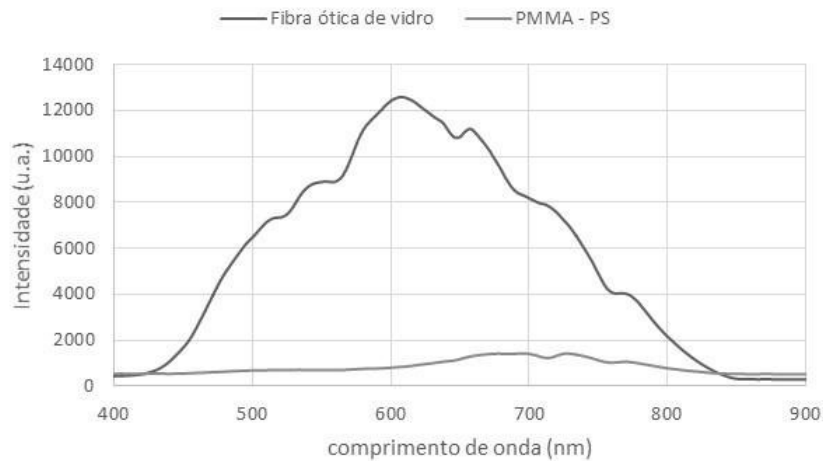


Figura 58 Sobreposição do espectro de uma fibra ótica de vidro com o espectro da POF de PMMA e PS.

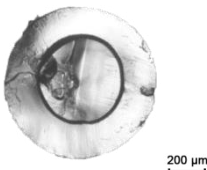
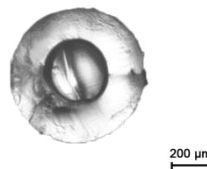
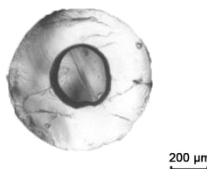
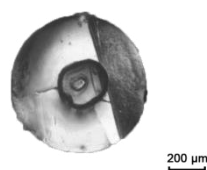
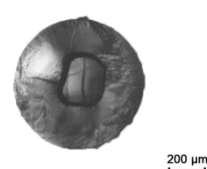
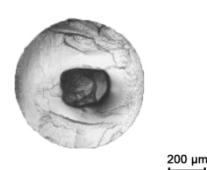
Comparando o espectro obtido com o espectro de uma fibra ótica de vidro, apresentada anteriormente na Secção 2.4.2. (Figura 41), é possível caracterizar a atenuação das POF produzidas.

Para a fibra resultante do Ensaio 1.10, o valor máximo da intensidade foi detetado com $\lambda = 696$ nm, comparando o valor máximo de intensidade com a intensidade que a fibra ótica de vidro apresenta para o mesmo comprimento de onda, foi constatado que a POF produzida apresenta uma atenuação de 82,74 %.

POF PMMA-PC

Na Tabela 17 apresentam-se os diferentes ensaios e resultados obtidos da combinação PMMA - PC.

Tabela 17 POF PMMA – PC, resultados obtidos.

Ensaio	Queda de Pressão (P) [MPa]	Foto da secção transversal	Diâmetro (d) [μm]	Área [%]	Débito (Q) [g/min]
2.01	P _{PC} 7,8		d _{núcleo} 478,361	A _{núcleo} 33,3	17,67
	P _{PMMA} 8,2		d _{casca} 828,833	A _{casca} 66,7	
2.02	P _{PC} 7,6		d _{núcleo} 348,886	A _{núcleo} 22,4	16,28
	P _{PMMA} 8		d _{casca} 737,323	A _{casca} 77,6	
2.03	P _{PC} 7,4		d _{núcleo} 331,864	A _{núcleo} 19,3	13,51
	P _{PMMA} 7,8		d _{casca} 754,993	A _{casca} 80,7	
2.04	P _{PC} 8		d _{núcleo} 252,210	A _{núcleo} 12,6	13,9
	P _{PMMA} 5,6		d _{casca} 711,263	A _{casca} 87,4	
2.05	P _{PC} 7,8		d _{núcleo} 288,045	A _{núcleo} 17,2	13,4
	P _{PMMA} 5		d _{casca} 694,114	A _{casca} 82,8	
2.06	P _{PC} 6,5		d _{núcleo} 240,613	A _{núcleo} 10,5	14,93
	P _{PMMA} 8,1		d _{casca} 741,824	A _{casca} 89,5	

Estes ensaios apresentados na Tabela 17 tinham como objetivo a produção de POF, com PC a material de núcleo e PMMA como material da casca e que o diâmetro total das fibras possuisse dimensões de 800 μm , no entanto, em alguns casos as dimensões apresentaram alguma disparidade do pretendido.

Em todas as imagens da secção transversal das fibras produzidas, pode constatar-se que não existe concentricidade entre o núcleo e a casca das mesmas. Pode ainda observar-se que nos Ensaio 2.04, 2.05 e 2.06 desenvolveu-se uma instabilidade de processamento, dado que o núcleo destas POF não apresenta uma forma circular, e aparentemente tende a desenvolver uma geometria quadrada.

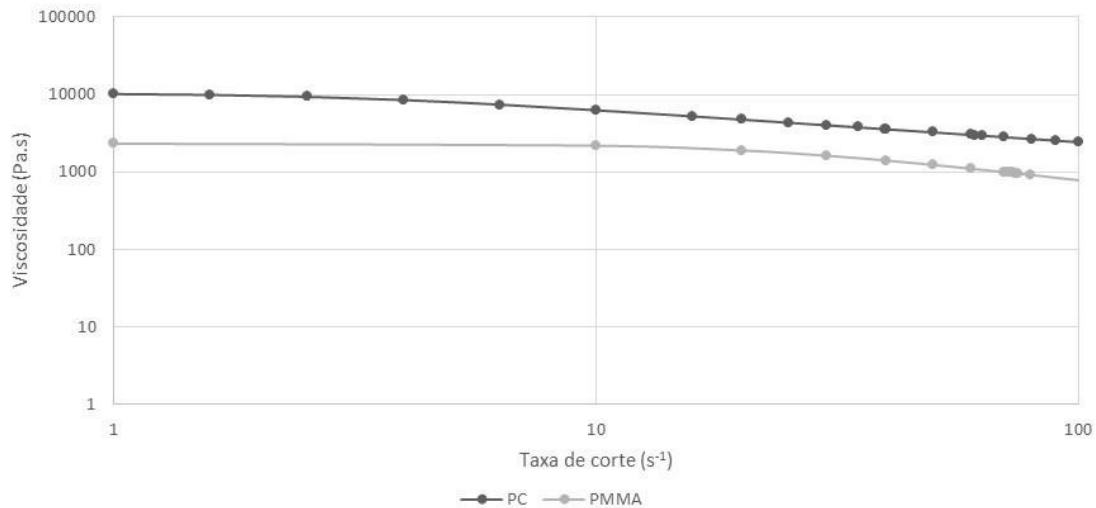


Figura 59 Curvas de fluxo do PMMA e PC a 260°C (obtidas pelo modelo de Carreau – Yasuda).

De forma a entender a origem da não concentricidade gerada e da instabilidade desenvolvida, foram sobrepostas as curvas de fluxo dos materiais empregues, ilustradas na Figura 59. Sobre a não concentricidade das camadas, à imagem dos testes anteriores da combinação PMMA - PS, esta poderá advir do gradiente entre viscosidades apresentado, como também não é possível excluir a possibilidade de um alinhamento inadequado dos módulos da fieira (ver Figura 28). A instabilidade de processamento gerada, que aparentemente tende a induzir uma geometria quadrada ao núcleo das POF resultantes dos Ensaio 2.04, 2.05 e 2.06, ocorreu quando foram impostas velocidades de rotação

similares a ambos os parafusos das extrusoras. A instabilidade gerada poderá ter origem no gradiente de viscosidade entre os materiais, no entanto, visto que a instabilidade não se encontra completamente desenvolvida, não é possível afirmar com certeza a origem da deformação da interface constatada.

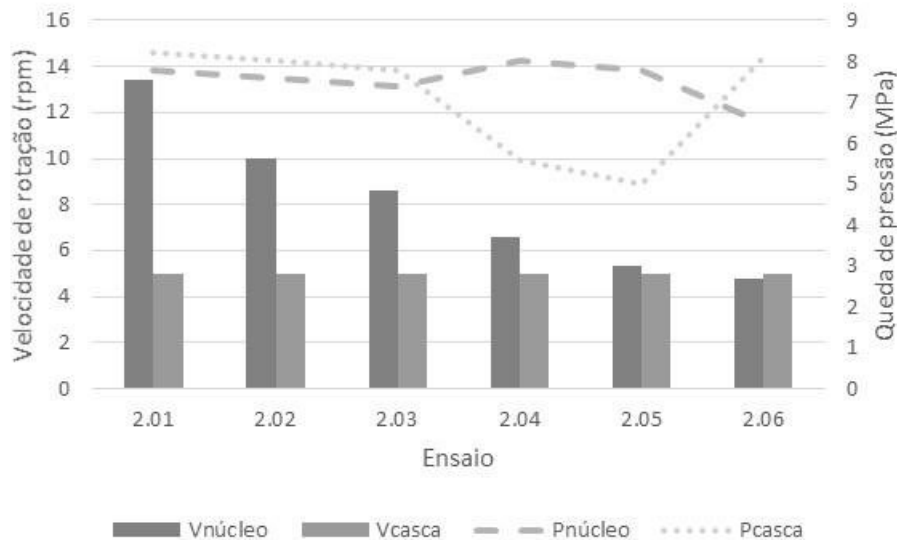


Figura 60 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PMMA - PC.

Na Figura 60 temos a variação das quedas de pressão registadas à saída das extrusoras com a variação da velocidade de rotação do parafuso da extrusora do material do núcleo.

Nos Ensaios 2.01, 2.02 e 2.03, a variação das quedas de pressão ocorreu como se esperava, isto é, com a diminuição da velocidade de rotação do parafuso da extrusora processadora do PC, as quedas de pressão diminuíram.

Nos Ensaios 2.04 e 2.05, a queda de pressão da extrusora do material do núcleo apresentou valores superiores à queda de pressão registada à saída da extrusora do material da casca, tal facto não condiz com os resultados obtidos na combinação apresentada anteriormente, onde a queda de pressão da extrusora do material do núcleo apresentou sempre valores inferiores aos da queda de pressão do material da casca. No entanto, na combinação PMMA - PS, à temperatura de processamento, o material do núcleo (PS) possui uma

viscosidade inferior ao material da casca. Na combinação apresentada o material da casca possui uma viscosidade inferior ao material do núcleo (PC), partindo do princípio que o material de maior viscosidade oferece uma maior resistência ao escoamento, poderá eventualmente induzir a quedas de pressão mais elevadas.

No Ensaio 2.06, a queda de pressão registada à saída da extrusora do material do núcleo revelou-se inferior à queda de pressão da extrusora do material da casca, no entanto, exibe valores de pressão muito elevados quando comparado com os restantes ensaios, onde foram impostas velocidades de rotação dos parafusos superiores.

As alterações sucessivas do perfil das quedas de pressão das extrusoras pode ser resultante de dissipação viscosa, devido aos esforços de corte a que se submeteu o material, este poderá gerar calor por atrito, o que diminui a sua viscosidade e altera o valor da queda de pressão.

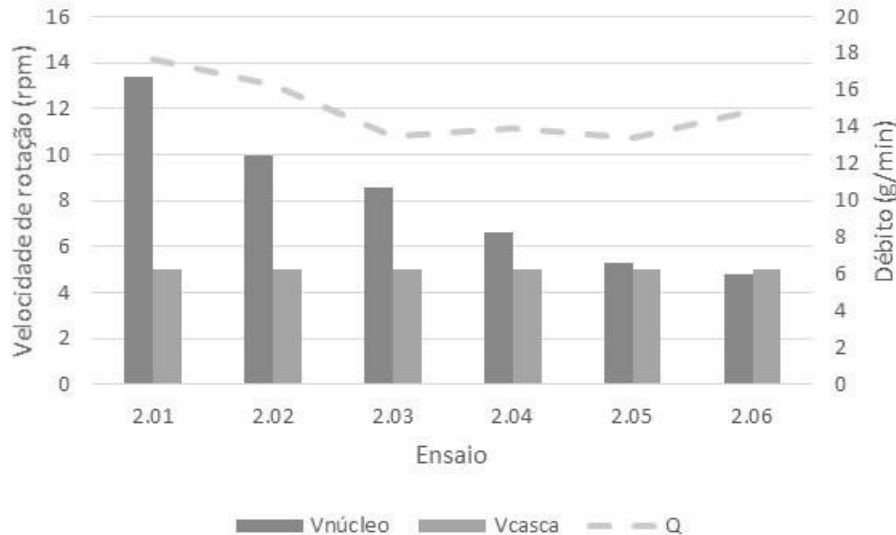


Figura 61 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PMMA – PC.

A relação entre a velocidade de rotação dos parafusos e o débito do conjunto medido, ilustrada na Figura 61 não coincide com a relação que se verificou sempre na combinação entre PMMA e PS. Os Ensaios 2.04 e 2.06, com

velocidades de rotação do parafuso da extrusora que processou o PC inferiores às do Ensaio 2.03, apresentaram débitos superiores ao do Ensaio 2.03. Este facto remete para a possibilidade de existirem impurezas, material degradado ou outras obstruções no canal de fluxo, assim sendo, os Ensaios 2.04, 2.05 e 2.06 não devem ser considerados.

Os Ensaios 2.04, 2.05 e 2.06, como referido anteriormente, desenvolveram uma instabilidade de processamento. A presença de impurezas, material degradado ou qualquer outra obstrução no fluxo de material ao longo da fieira, podem induzir a geração de instabilidades de processamento. No entanto também não é possível afirmar com certeza que a presença de alguma obstrução no canal de fluxo, seja o motivo do aparecimento das instabilidades.

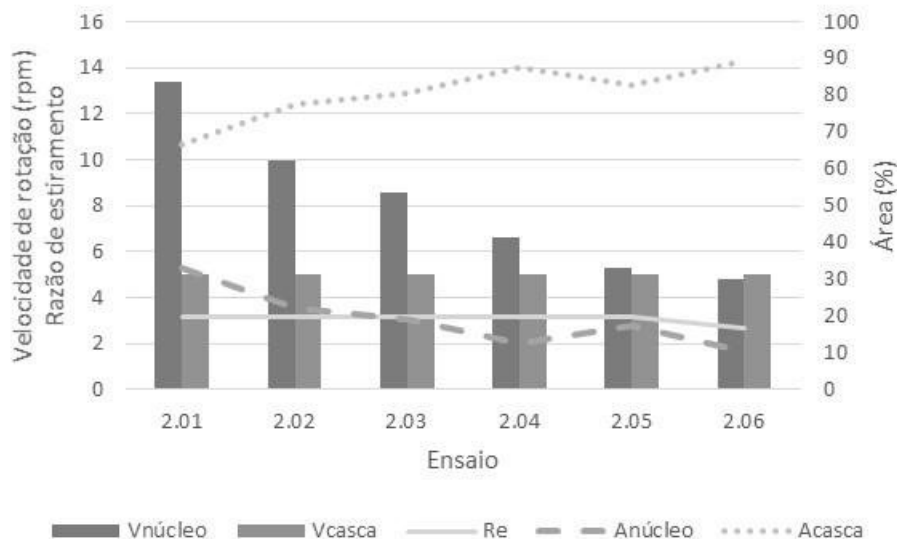


Figura 62 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PMMA - PC.

A Figura 62 ilustra a variação das áreas comparativas das camadas coextrudadas, na mesma apenas se podem tecer considerações sobre os Ensaios 2.01, 2.02 e 2.03 pelas razões referidas anteriormente. Em coerência com o que seria espectável, com a diminuição da velocidade do parafuso da extrusora do material do núcleo, a área comparativa desse constituinte diminui.

Relativamente às POF com esta combinação que respeitam os diâmetros estatísticos pretendidos (ver Figura 3), podem ser considerados bem conseguidos os Ensaios 2.01, 2.02 e 2.03, uma vez que em nenhum destes, as dimensões do núcleo das fibras excedem os 600 μm nem a casca excedeu 1 mm. Sendo que estes não desenvolveram instabilidades durante o seu processamento pudessem colocar em causa o funcionamento da fibra ótica.

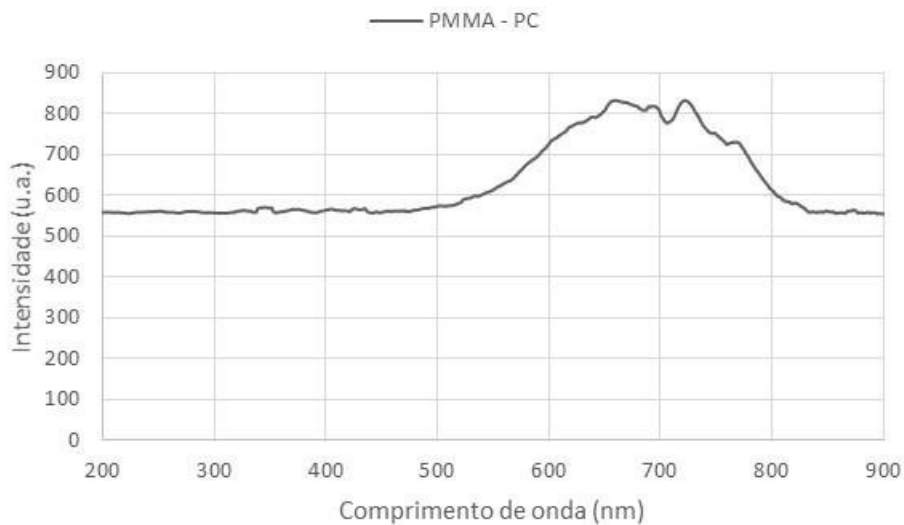


Figura 63 Espectro obtido na combinação PMMA e PC (ensaio 2.01).

A fibra selecionada para caracterização no teste de espectrofotometria foi a POF resultante do Ensaio 2.01, pois apresenta o diâmetro externo mais próximo dos 850 μm dos conetores utilizados no espectrofotómetro.

Mediante o espectro apresentado na Figura 63 é possível compreender que esta POF realiza o transporte de luz, para comprimentos de onda compreendidos entre os 550 e 800 nm, aproximadamente. Os resultados ilustrados podem conter algum erro associado, pois existia uma folga entre os conetores e a POF caracterizada.

A atenuação desta fibra foi caracterizada através da sobreposição do espectro obtido com o espectro de uma fibra ótica de vidro (Figura 64).

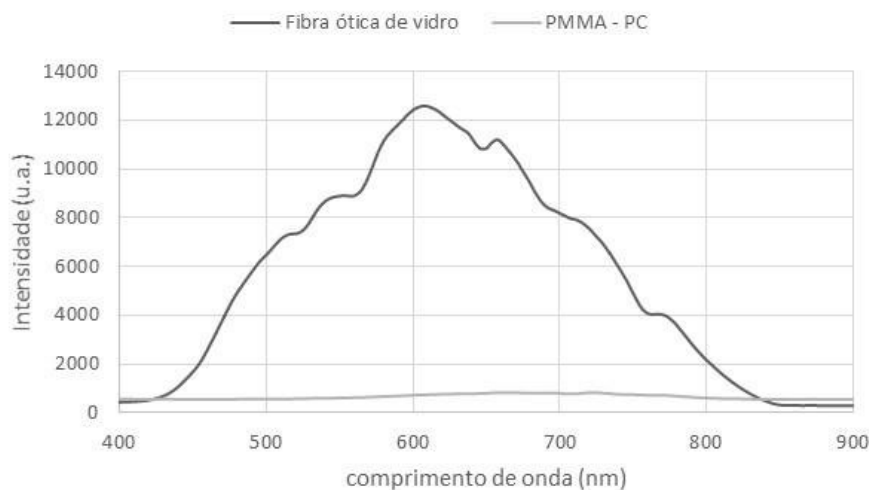


Figura 64 Sobreposição do espectro de uma fibra ótica de vidro com o espectro da POF de PMMA e PC.

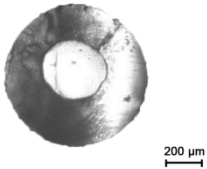
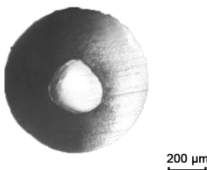
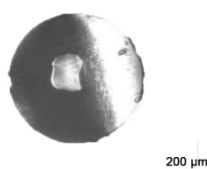
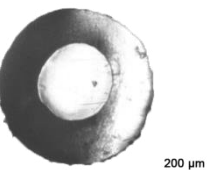
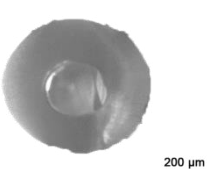
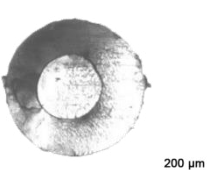
Analisando a sobreposição dos espectros é notório que a intensidade do sinal luminoso transportado ao longo da POF com PMMA e PC foi muito baixa.

Através do espectro da Figura 63, foi concluído que o valor máximo da intensidade desta fibra foi alcançado com $\lambda = 722$ nm. Comparando a intensidade máxima registada com a intensidade do sinal de uma fibra ótica de vidro, para o mesmo comprimento de onda, a atenuação medida foi de 88,77 %.

POF PS-PC

De seguida apresentam-se os resultados obtidos na produção de POF com a combinação PS - PC, aplicando PC como material do núcleo (Tabela 18).

Tabela 18 POF PS – PC, resultados obtidos.

Ensaio	Queda de pressão (P) [MPa]	Foto da secção transversal	Diâmetros (d) [μm]	Área [%]	Débito (Q) [g/min]
3.01	P _{PC} 5,5		d _{núcleo} 307,993	A _{núcleo} 16,5	11,44
	P _{PS} 5		d _{casca} 759,037	A _{casca} 83,5	
3.02	P _{PC} 4,4		d _{núcleo} 264,250	A _{núcleo} 12,0	15,49
	P _{PS} 5,9		d _{casca} 763,776	A _{casca} 88,0	
3.03	P _{PC} 2,7		d _{núcleo} 198,256	A _{núcleo} 7,9	12,09
	P _{PS} 5,6		d _{casca} 706,457	A _{casca} 82,1	
3.04	P _{PC} 5		d _{núcleo} 414,835	A _{núcleo} 24,3	13,07
	P _{PS} 6,9		d _{casca} 842,258	A _{casca} 75,7	
3.05	P _{PC} 7,5		d _{núcleo} 301,822	A _{núcleo} 18,3	13,89
	P _{PS} 5,7		d _{casca} 705,444	A _{casca} 81,7	
3.06	P _{PC} 8,2		d _{núcleo} 353,174	A _{núcleo} 20,8	14,31
	P _{PS} 6,3		d _{casca} 775,313	A _{casca} 79,2	

Na Tabela 18 apresentam-se os resultados obtidos nos diferentes ensaios de produção de POF com PS e PC. Analisando as imagens de microscopia da Tabela 18, pode observar-se que os Ensaios 3.01, 3.02 e 3.03 desenvolveram uma instabilidade de processamento que levou o núcleo da fibra a apresentar uma forma não circular. À semelhança das instabilidades analisadas na combinação PMMA - PC, nesta combinação as instabilidades surgiram nos ensaios onde se impôs as velocidades de rotação dos parafusos mais baixas.

De modo a obter informação sobre a origem desta instabilidade, foram comparadas as propriedades reológicas dos dielétricos empregues.

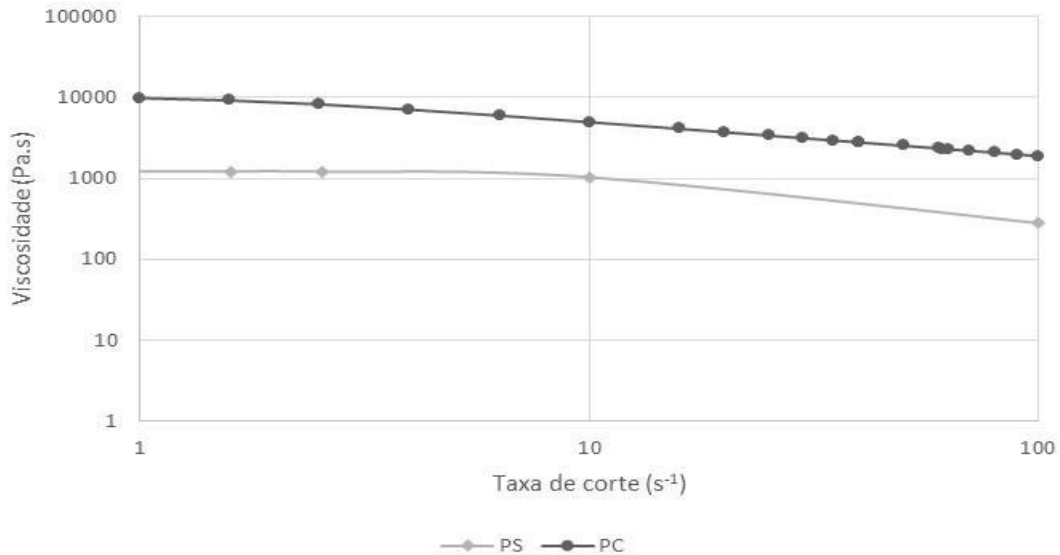


Figura 65 Curvas de fluxo do PS e PC a 250°C.

Mediante as curvas de fluxo ilustradas na Figura 65, é possível compreender que os materiais empregues apresentam uma diferença de viscosidades significativa (cerca de uma década). Esta diferença entre o valor de viscosidades poderá ser suscetível de criar instabilidades no produto coextrudido. No entanto, dado que a instabilidade não se encontra completamente desenvolvida, não é possível aferir com certeza qual a origem da instabilidade presente.

A falta de concentricidade entre o núcleo e a casca das POF produzidas também se verificou em todos os testes desta combinação. A origem deste facto, como referido anteriormente, poderá advir da incompatibilidade reológica dos materiais empregues ou de um alinhamento inadequado dos módulos constituintes da fieira (ver Figura 28).

As variações das quedas de pressão mediante as velocidades de rotação dos parafusos impostas ilustram-se na Figura 66.

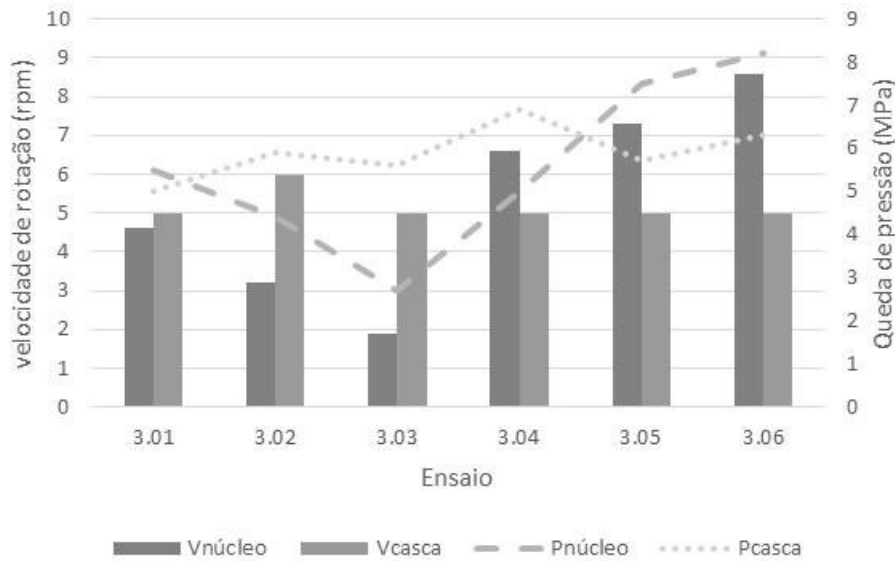


Figura 66 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e quedas de pressão para a combinação PS - PC.

A relação entre as quedas de pressão e velocidade de rotação dos parafusos para os diferentes ensaios (Figura 66), não se verificou semelhante à das situações anteriores. Seria expectável que o aumento da velocidade de rotação dos parafusos implicasse um aumento da pressão registada à saída das extrusoras. Excetuando o Ensaio 3.03, os valores de pressão máximos registados, aumentam sempre que se impõe velocidades de rotação superiores aos parafusos das extrusoras. No entanto, o registo dos valores de pressão mais elevados não ocorre sempre no mesmo transdutor, registando-se o máximo valor de pressão tanto à saída da extrusora do núcleo como à saída da extrusora da casca. Estas oscilações podem derivar de dissipação viscosa, como referido nas situações anteriores.

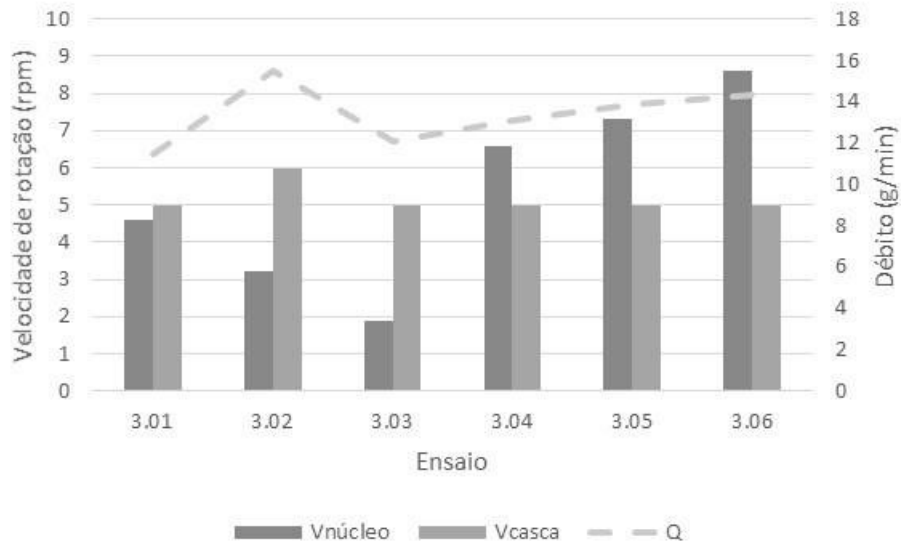


Figura 67 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos e débito para a combinação PS - PC.

Os débitos do conjunto medidos com a alteração das velocidades de rotação dos parafusos, ilustrados na Figura 67, demonstram que no Ensaio 3.02 foi alcançado o maior débito. No Ensaio 3.02 foi imposta uma velocidade de rotação superior ao parafuso da extrusora do material da casca, comparativamente aos restantes testes. Para o Ensaio 3.03 verificou-se um débito superior ao que foi medido no Ensaio 3.01, por tal, neste ensaio, impurezas, material degradado ou outros detritos, aparentemente obstruíram o canal de fluxo de material.

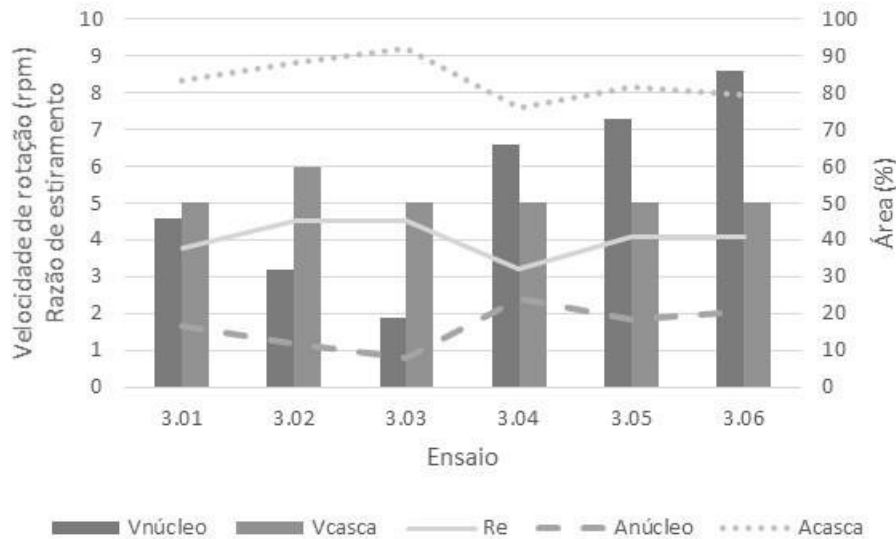


Figura 68 Relação entre velocidade de rotação dos parafusos, razão de estiramento e áreas relativas das POF para a combinação PS - PC.

A Figura 68 ilustra a variação das áreas percentuais dos diferentes constituintes das POF com PS e PC de acordo com as velocidades de rotação dos parafusos das extrusoras para os diferentes ensaios. Na figura apresentada não é observada uma variação linear das áreas comparativas mediante as velocidades de rotação dos parafusos impostas, dado que, para os Ensaios 3.05 e 3.06 a área representativa do núcleo da fibra diminuiu com o aumento da velocidade de rotação do parafuso da extrusora do PC. Esta discrepância entre as áreas comparativas pode derivar de encapsulação viscosa.

Relativamente aos diâmetros pretendidos (ver Figura 3), podem ser consideradas as fibras resultantes dos Ensaios 3.04, 3.05 e 3.06 como enquadradas na gama de dimensões pretendidas apresentadas anteriormente. Foram descartadas as POF resultantes dos Ensaios 3.01, 3.02 e 3.03 devido às instabilidades de processamento ou possível obstrução do canal de fluxo que não permitiram a obtenção de um núcleo circular.

Para realizar a caracterização ótica foi selecionada a POF resultante do Ensaio 3.04, pois apresenta o diâmetro mais próximo das dimensões dos conectores (850 μm).

A Figura 69 ilustra o espectro obtido na caracterização da POF com PS e PC.

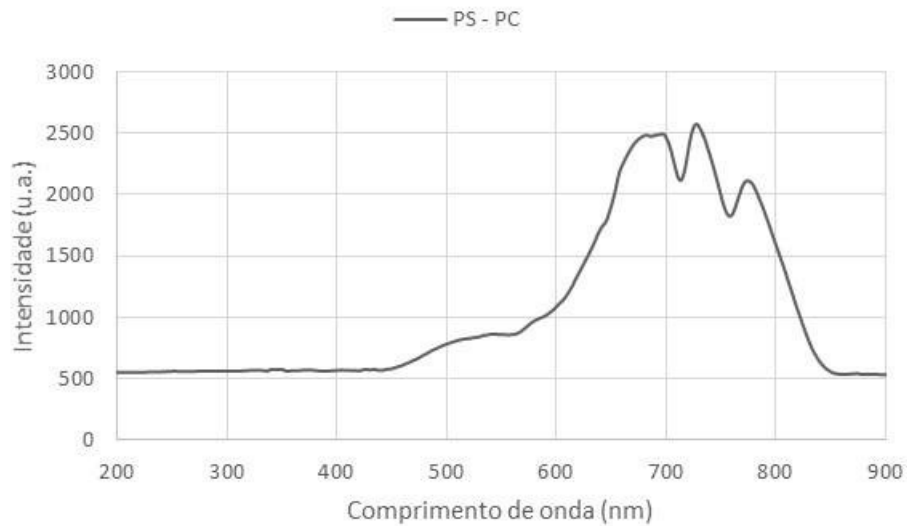


Figura 69 Espectro obtido na combinação PS e PC (ensaio 3.04).

A intensidade máxima no transporte de luz foi alcançada com $\lambda = 727$ nm.

Sobrepondo o espectro obtido com o espectro de uma fibra ótica de vidro, para cálculo da atenuação desta fibra, advêm os espectros ilustrados na Figura 70.

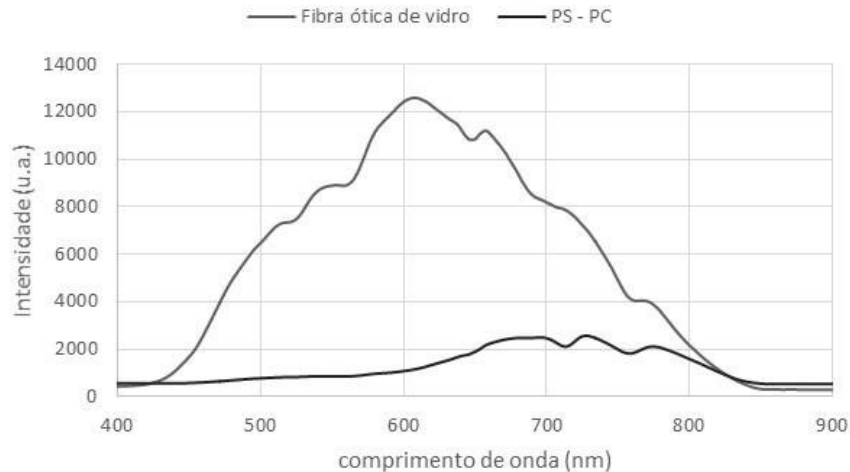


Figura 70 Sobreposição do espectro de uma fibra ótica de vidro com o espectro da POF de PS e PC.

Através da Figura 70 foi possível calcular a atenuação desta POF. Com $\lambda = 727$ nm (valor máximo de intensidade do espectro da POF), em comparação com a fibra ótica de vidro, esta POF apresenta uma atenuação de 63,67 %.

3.2.3. Conclusão

Em todos os casos apresentados para produção de POF foi possível obter condições de processamento estáveis.

Regra geral, quando aumentada a velocidade de rotação do parafuso da extrusora registam-se aumentos nos valores das quedas de pressão medidas nos transdutores.

Em alguns casos, na produção de POF nas combinações PMMA - PC e PS-PC não se verificou um aumento dos débitos de processamento com o aumento das velocidades de rotação dos parafusos das extrusoras. Este facto poderá advir da presença de impurezas ou material degradado no canal de fluxo do material.

A variação das áreas significativas das POF produzidas, excetuando alguns ensaios da combinação com PS e PC, sempre que aumentada a

velocidade de rotação do parafuso da extrusora a área relativa desse constituinte tornou-se superior.

Na produção de POF com PMMA e PC e PC e PS, foi constatado o desenvolvimento de instabilidades de processamento, ao que tudo indica, provenientes de incompatibilidades nas propriedades reológicas dos materiais empregues.

Os diâmetros característicos de POF multimodo foram conseguidos para as três combinações produzidas.

Mediante os resultados dos testes de espectrofotometria é possível afirmar que todas as combinações de fibras produzidas realizam o transporte de luz, tornando o produto funcional.

Pode concluir-se que as POF produzidas com PS e PC apresentam a menor atenuação, este acontecimento deve-se ao menor gradiente entre índices de refração dos dielétricos empregues na combinação, que induz um menor número de reflexões por metro para cada feixe de luz. Na combinação PMMA - PC o gradiente entre índices de refração dos dielétricos é o mais elevado, pelo que nesta combinação verificou-se uma atenuação superior.

Através da aplicação de três combinações de dielétricos poliméricos distintos, é possível concluir que o processamento de POF por coextrusão no Departamento de Engenharia de Polímeros é possível.

3.3. Avaliação de instabilidades de fluxo em coextrusão

Nesta secção será apresentado o processo de coextrusão no âmbito de avaliação de instabilidades, onde será estudada a evolução da interface de uma estrutura coextrudida de PS e ABS ao longo do canal de fluxo e após a saída da fiação.

3.3.1. Processamento

O procedimento adotado, com a fieira exposta anteriormente na Secção 2.3.2. visou a avaliação de instabilidades entre dois materiais coextrudidos.

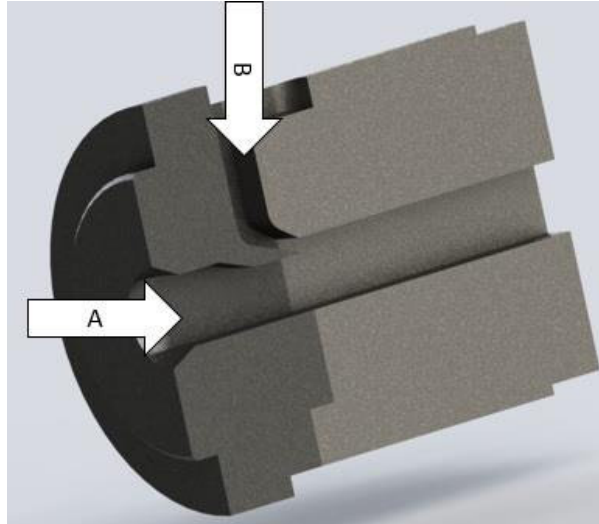


Figura 71 Designação dos canais empregue nos testes efetuados para o estudo da avaliação de instabilidades de fluxo.

De acordo com a Figura 71, os diferentes testes de avaliação de instabilidades procuraram a coextrusão do constituinte maioritário (80 %), pelo canal A, como também pelo canal B. Ao longo desta secção, com a mesma designação dos canais, as extrusoras serão também designadas de A e B dependendo do canal para o qual efetuam o bombeamento de material.

Na Tabela 19 apresentam-se as designações e condições de processamento dos diferentes testes de avaliação das instabilidades de fluxo em coextrusão.

Tabela 19 Designação dos diferentes testes de avaliação de instabilidades.

Teste	Constituinte Maioritário	Canal de fluxo do constituinte maioritário	Velocidade de rotação do parafuso da extrusora A (rpm)	Velocidade de rotação do parafuso da extrusora B (rpm)	Queda de pressão da extrusora A (MPa)	Queda de pressão da extrusora B (MPa)
I.a)	ABS	A	14	5	1,43	3,63
I.b)	ABS	A	16	5	4,55	3,4
II	ABS	B	2,6	9	1,11	5,8
III	PS	A	13,4	5	5,66	1,65
IV	PS	B	4,6	12	2,32	4,61

Relativamente aos testes apresentados, pode entender-se que relativamente aos Testes I.a) e I.b) envolveram a coextrusão de uma estrutura com 80 % de ABS e 20 % de PS (em massa), para os quais o constituinte maioritário fluiu ao longo do canal A da fieira (ver Figura 71), em suma o Teste I.b) trata-se de uma repetição do Teste I.a). O Teste II envolveu a coextrusão de uma estrutura com 80 % de ABS, em que o mesmo foi forçado a fluir ao longo do canal B da fieira. Para os Testes III e IV foi tentada a coextrusão de uma estrutura com 80 % de PS, sendo que no Teste III o PS fluiu ao longo do canal A e no Teste IV, o mesmo material fluiu pelo canal B.

No que diz respeito às quedas de pressão registadas, comparativamente aos valores das quedas de pressão registadas na produção de POF, estas podem ser consideradas baixas, pois a fieira empregue nos testes de avaliação de instabilidades não impõe uma restrição mais comedida ao fluxo dos materiais.

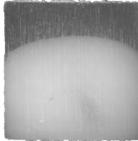
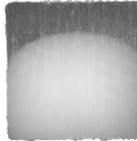
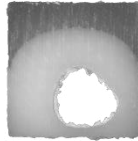
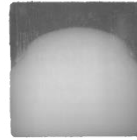
Seguidamente serão apresentados os resultados obtidos nos diferentes testes.

3.3.2. Caracterização

Nesta secção apresentar-se-ão os resultados obtidos nos diferentes testes.

A Tabela 20 ilustra os resultados obtidos ao longo do canal da fieira para o Teste I.

Tabela 20 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste I.a) – PS (cinzento) e ABS (branco).

Distância [mm]	2	7	12	17
Imagem				
Área PS [mm ²]	13,3	13,0	12,9	12,7
Área ABS [mm ²]	35,2	34,3	35,7	35,8
Distância [mm]	22	27	32	
Imagem				
Área PS [mm ²]	13,4	14,1	17,2	
Área ABS [mm ²]	35,6	35,1	31,1	

Na Tabela 20 onde se apresenta a evolução da geometria da interface da secção transversal ao longo do canal de fluxo, pode constatar-se nas imagens correspondentes aos comprimentos de 17 e 22 mm que surgiram bolhas de ar na estrutura do ABS. Embora seja possível afirmar que as condições de secagem dos materiais foram cumpridas (ver Secção 2.3.2.), mesmo assim surgiram bolhas no ABS durante o seu processamento.

Analisando a interface entre as camadas coextrudidas, é notório que a mesma se deformou ao longo do comprimento do canal de fluxo, apresentando uma tendência a adquirir uma forma circular. De forma a compreender a origem desta deformação foram sobrepostas as curvas de fluxo dos materiais.

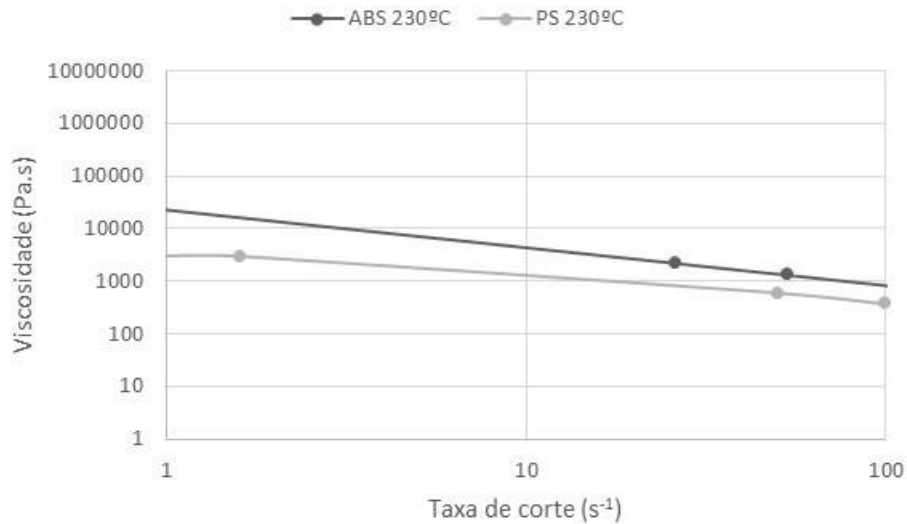


Figura 72 Curvas de fluxo do PS e do ABS a 230°C.

Sobrepondo os resultados obtidos na caracterização reológica dos materiais em análise (Figura 72). Para taxas de corte entre 1 e 100 s^{-1} (típicas do processamento por extrusão), pode concluir-se que o ABS possui uma viscosidade superior à do PS. Uma vez que, como referido na Secção 1.1.2., quando os materiais possuem índices de viscosidade incompatíveis, são suscetíveis a gerar encapsulação viscosa. Analisando a evolução da interface ao longo do canal de fluxo, pode constatar-se que ocorreu uma parcial encapsulação viscosa, isto é, o material de menor viscosidade (PS) deslocou-se para as paredes do canal da fiação encapsulando o material de maior viscosidade (ABS).

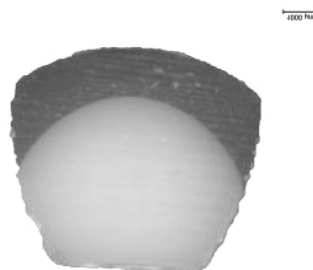


Figura 73 Secção transversal do extrudido após a saída da fiação para o Teste I.a).

Relativamente ao perfil coextruído obtido após a saída da fieira (Figura 73), pode constatar-se a ocorrência de inchamento. Por outro lado, em concordância com o que se constatou ao longo do canal da fieira, onde o PS se rearranjou de forma a encapsular o ABS, a interface do produto coextruído também apresenta uma geometria circular.

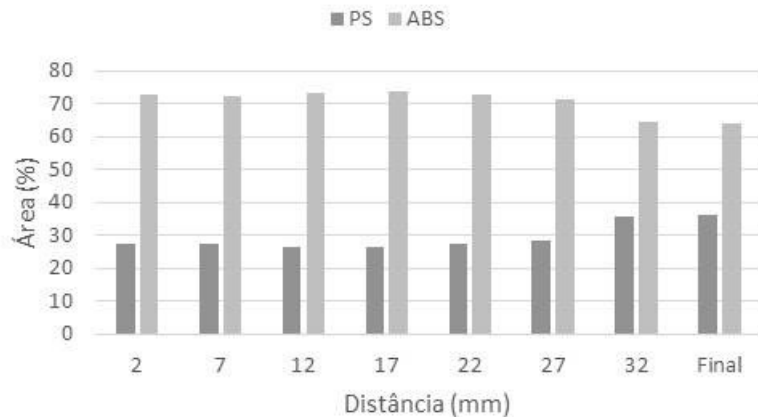
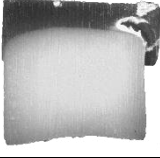
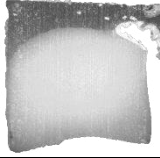
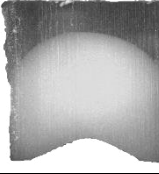
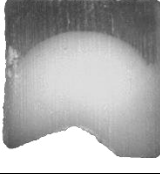
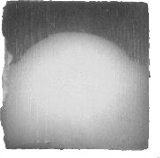
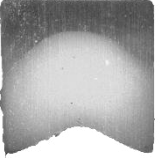
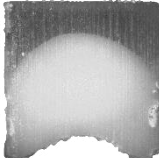


Figura 74 Distribuição da área percentual dos constituintes coextruídos para o Teste I.a).

A distribuição da área dos constituintes ao longo do comprimento do canal da fieira e após extrusão ilustram-se na Figura 74, onde a designação Final (no eixo das abcissas) representa a área percentual dos constituintes coextruídos. A distribuição obtida na Figura 74 ilustra que de uma forma geral, as áreas dos constituintes mantiveram-se constantes ao longo de todo o comprimento do canal de fluxo, o que torna o teste coerente e demonstra que aparentemente existiu sincronismo na paragem do fluxo das extrusoras.

O teste seguinte (Teste I.b)) foi uma repetição do Teste I.a), no que diz respeito à quantidade de constituintes e trajeto dos fluxos. A Tabela 21 ilustra a evolução dos materiais coextruídos ao longo do canal de fluxo.

Tabela 21 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste I.b) – PS (cinzento) e ABS (branco).

Distância [mm]	1	6	11	16
Imagem				
Área PS [mm ²]	8,5	9,5	13,8	14,2
Área ABS [mm ²]	30,7	28,0	32,1	30,4
Distância [mm]	21	26	31	
Imagem				
Área PS [mm ²]	14,7	15,2	14,1	
Área ABS [mm ²]	33,6	29,4	30,1	

Relativamente à amostra retirada do canal da fieira pode ver-se alguma contração, nomeadamente nas imagens das secções transversais de 1, 6, 11, 16, 26 e 31 mm. A contração verificada poderá derivar do grau de arrefecimento praticado, embora neste teste se tenha praticado o mesmo procedimento do Teste I.a), a temperatura da água onde foi arrefecida a fieira é um dado omissso. Eventualmente, o arrefecimento praticado neste teste não foi tão célere como no Teste I.a), pois quanto mais rápido o arrefecimento menor será contração.

Mesmo respeitando as condições de secagem dos materiais, foi visível o aparecimento de bolhas de ar na estrutura com PS (Tabela 20 - Imagens a 1 e 6 mm).

Relativamente à evolução da interface pode concluir-se que o fluxo de PS ao longo do canal da fieira deslocou-se para as paredes laterais do canal, de modo a encapsular o material de viscosidade superior (ABS). O que já havia sido constatado no Teste I.a).

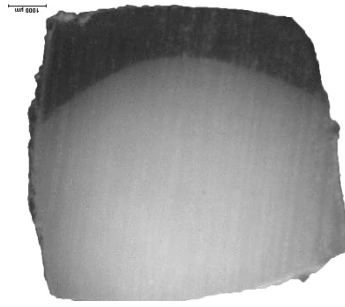


Figura 75 Secção transversal do extrudido após a saída da fiação para o Teste I.b).

Analisando o resultado obtido após a saída da fiação (Figura 75), pode constatar-se que a forma do produto final difere da forma do Teste I.a). Podendo também verificar-se inchamento e uma forma semelhante da interface entre as camadas.

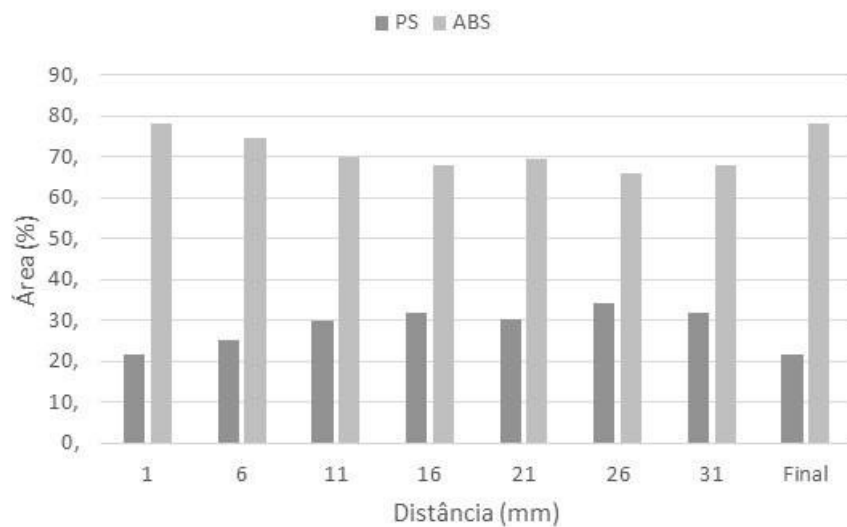
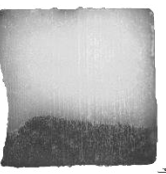
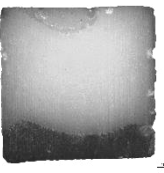
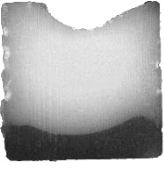


Figura 76 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste I.b).

A distribuição das áreas comparativas dos diferentes constituintes (ilustrada na Figura 76) mostra que, ao longo do canal quadrado da fiação as áreas dos constituintes não se alteraram de forma significativa, embora estes resultados possam conter algum erro associado devido à contração e bolhas de ar que se verificaram na amostra do material remanescente no canal da fiação.

O Teste III que se apresenta em seguida, envolveu a coextrusão de uma estrutura com 80 % de ABS e 20 % de PS, em que o ABS foi forçado a fluir pelo canal B da fieira (ver Figura 71). Na Tabela 22 temos os resultados obtidos no canal da fieira após o término do teste realizado.

Tabela 22 Evolução da geometria seção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste II – PS (cinzento) e ABS (branco).

Distância [mm]	2	7	12	17
Imagem				
Área PS [mm ²]	12,4	17,5	14,5	13,2
Área ABS [mm ²]	36,5	31,5	34,0	34,5
Distância [mm]	22	27	32	
Imagem				
Área PS [mm ²]	11,8	9,8	9,6	
Área ABS [mm ²]	36,3	39,0	35,1	

Mesmo respeitando as condições de secagem dos materiais, ocorreu a formação de bolhas de ar durante o processamento como pode ser constatado na Tabela 22 - Imagens de 2 e 7 mm.

Nas imagens 17, 22, 27 e 32 mm, pode ser observada contração na amostra. Podendo esta contração ter origem no arrefecimento imposto durante o procedimento experimental.

A interface entre as camadas coextrudidas apresenta uma instabilidade diferente da encapsulação viscosa constatada nos testes anteriores. Visto que a instabilidade gerada, aparentemente não é oriunda do gradiente entre viscosidades dos materiais, foram sobrepostos os resultados dos módulos de armazenamento na Figura 77.

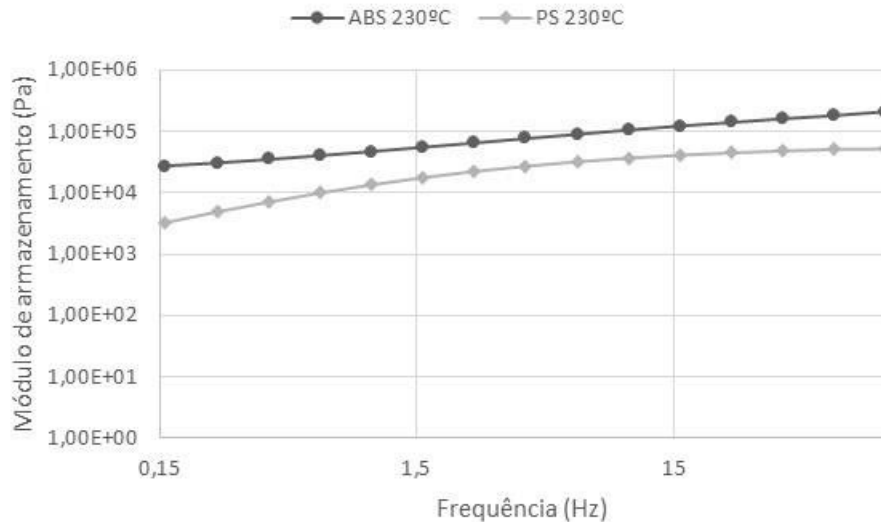


Figura 77 Módulos de armazenamento' do PS e do ABS a 230°C.

Na Secção 1.1.2. - Instabilidades de Fluxo em Coextrusão, foi apresentado um padrão de escoamentos secundários em coextrusão para um canal de geometria quadrada (ver Figura 15). Nessa secção foi referido que os escoamentos secundários são frequentes quando se aplicam materiais com módulos de armazenamento (responsáveis pela componente elástica dos polímeros fundidos) muito diferentes. Como ilustrado na Figura 77, o PS é menos elástico que o ABS. Aparentemente, nas imagens dos comprimentos 2, 27 e 32 mm, o PS na condição de material menos elástico, deslocou-se segundo zonas típicas de recirculação de material, o mesmo fluiu de encontro às paredes do canal de fluxo, e sem tocar nas mesmas rearranjou-se de encontro ao centro do canal. No entanto, as imagens das secções intermédias (entre os 7 e 27 mm) não ilustram um comportamento semelhante, provavelmente devido à bolha de ar localizada próximo da interface entre as camadas à distância de 7 mm da zona de contacto entre materiais.

Em suma, visto que a instabilidade não se encontra completamente desenvolvida no comprimento do canal de fluxo e nem todas as imagens da secção transversal condizem no mesmo resultado, é impossível aferir com certeza a origem desta instabilidade.

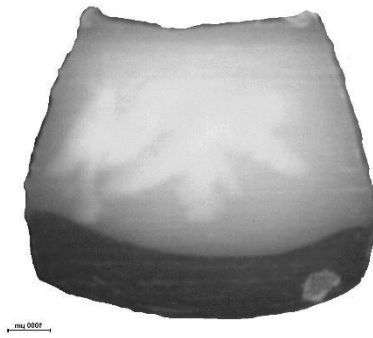


Figura 78 Resultado obtido após a saída da fieira.

Por fim, relativamente aos resultados obtidos após a saída da fieira (Figura 78), pode observar-se a secção transversal do produto coextrudido após inchamento.

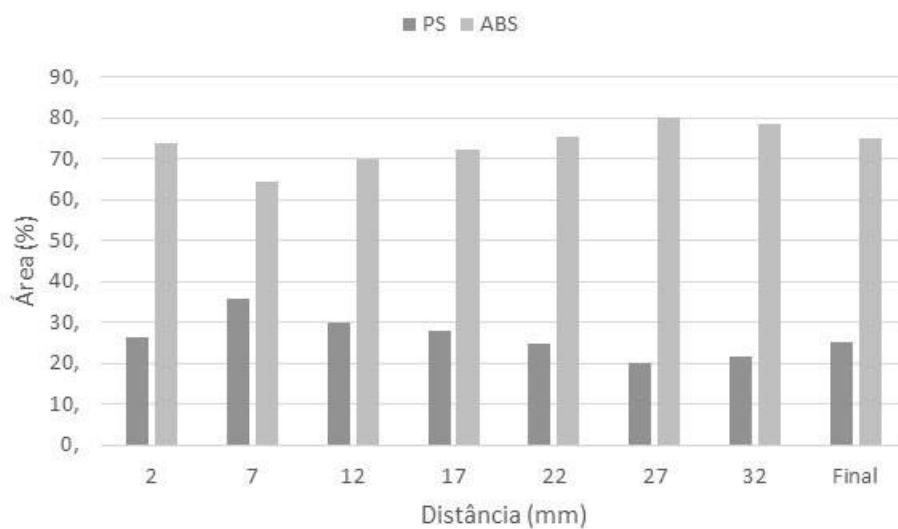
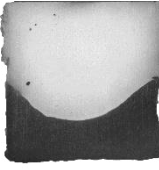
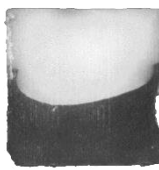
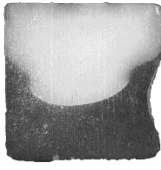
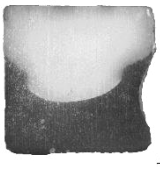
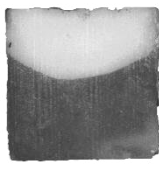
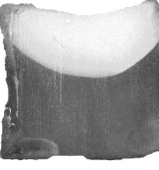


Figura 79 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste II.

De uma forma geral, através da distribuição das áreas dos constituintes ilustrada na Figura 79, pode constatar-se que as mesmas parecem não variar de forma significativa ao longo do canal da fieira. No entanto, pode existir algum erro associado à contração da amostra.

O Teste III envolveu a coextrusão de uma estrutura com 80% de PS inserido através do canal A da fieira (ver Figura 71).

Tabela 23 Evolução da geometria secção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste III – PS (cinzento) e ABS (branco).

Distância [mm]	3	8	13	18
Imagem				
Área PS [mm ²]	4,6	15,6	20,7	20,8
Área ABS [mm ²]	43,2	31,0	25,7	26,0
Distância [mm]	23	28	33	
Imagem				
Área PS [mm ²]	24,9	28,8	27,5	
Área ABS [mm ²]	21,8	14,6	17,6	

Analisando os resultados expostos na Tabela 23, é notória a ocorrência de contração em algumas zonas do canal quadrado da fieira, exemplo disso são as imagens obtidas às distâncias de 13, 18 e 23 mm. Como é notório, o procedimento adotado não foi o mais correto, pois a área dos diferentes constituintes difere de forma significativa ao longo do comprimento do canal de fluxo.

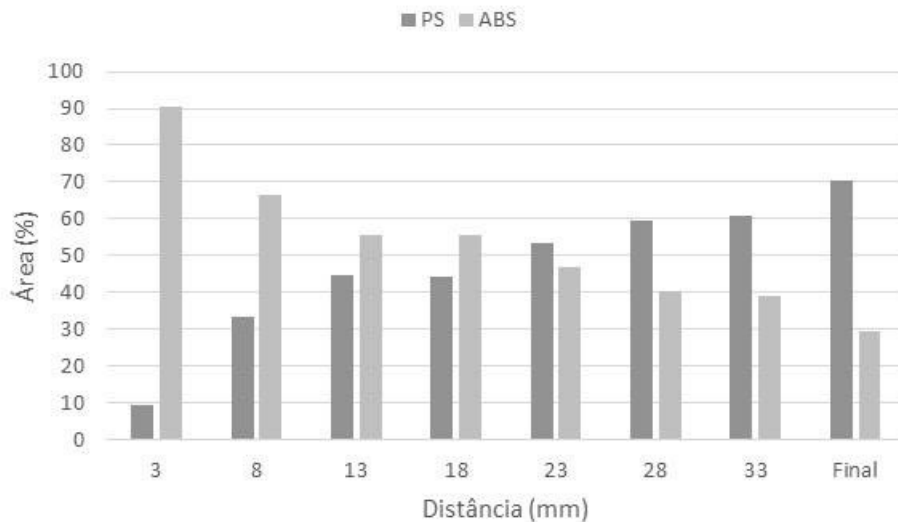
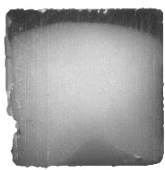
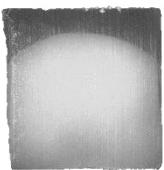
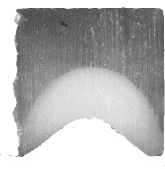
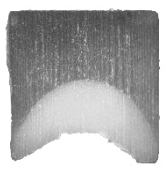
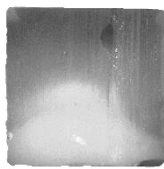


Figura 80 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste III.

A Figura 80, ilustrativa da variação da área dos constituintes ao longo comprimento do canal de fluxo dos materiais, permite conferir que a área dos constituintes não se mantém constante ao longo de todo o comprimento, como foi visto nos testes anteriores. Este gradiente de áreas ao longo do comprimento do canal da fieira, pode indicar que a extrusora do ABS, cessou o bombeamento de material instantes mais tarde que a extrusora do PS. Uma vez que este teste envolvia a coextrusão de uma estrutura com aproximadamente 80 % de PS, em que este fluía ao longo do canal A, não existe outra possibilidade para que nas imagens das distâncias 3, 8, 13 e 18 mm o ABS possua uma área superior ao PS. Em suma, o procedimento de sincronização na interrupção do fluxo não foi conseguido, e induziu em resultados desinteressantes para os estudos em causa, assim sendo, é impossível tecer considerações sobre o mesmo.

O Teste IV envolveu a coextrusão de uma estrutura com 80 % de PS e 20 % de ABS, em que o PS foi forçado a fluir ao longo do canal B.

Tabela 24 Evolução da geometria seção transversal do fundido ao longo do canal de fluxo para o Teste IV – PS (cinzento) e ABS (branco).

Distância [mm]	2	7	12	17
Imagem				
Área PS [mm ²]	6,0	10,1	14,8	22,7
Área ABS [mm ²]	39,2	37,0	28,6	19,0
Distância [mm]	22	27	32	
Imagem				
Área PS [mm ²]	22,8	25,6	28,0	
Área ABS [mm ²]	19,0	16,2	14,6	

Analisando as imagens da Tabela 24, é notório que ocorreu alguma contração na amostra presente no canal da fieira, nomeadamente nas imagens às distâncias de 12, 17, 22 e 27 mm. É também visível que os constituintes coextrudidos apresentam incoerência na área ao longo do canal de fluxo, como ilustrado na Figura 81.

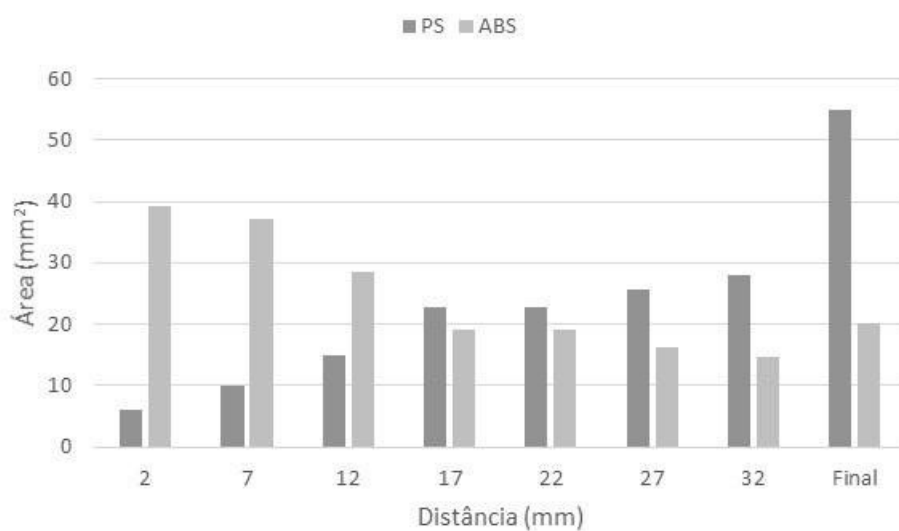


Figura 81 Distribuição da área percentual dos constituintes coextrudidos para o Teste IV.

A disparidade entre as áreas de material pode ser consequência de uma paragem não simultânea das extrusoras, à semelhança do que ocorreu no teste anterior (Teste III), estes resultados não podem ser considerados válidos, visto que parecem conter um erro no procedimento que afeta os resultados.

3.3.3. Conclusão

Nos resultados obtidos na caracterização reológica dos materiais, foi concluído que o ABS possui uma viscosidade superior ao PS. Consequentemente, nos testes de avaliação de instabilidades, esta diferença de viscosidades originou instabilidades de fluxo.

Foi também concluído, na tentativa de identificar instabilidades de fluxo desenvolvidas, que o ABS apresenta um módulo de armazenamento superior ao do PS, ou seja, espera-se que o ABS apresente um comportamento elástico mais significativo.

Em alguns testes foi impossível entender o tipo de instabilidades presentes visto que o comprimento da fieira não permitiu a observação de instabilidades desenvolvidas, com formas que não suscitassem dúvidas quanto ao tipo de instabilidade presente.

Mediante os resultados obtidos pode concluir-se que apenas nos Testes I e II foi detetada uma parcial encapsulação viscosa, sendo que nos restantes não foi possível identificar com certeza o tipo de instabilidades desenvolvidas.

Outro fator que experimentalmente comprometeu a obtenção de bons resultados reside no método de paragem simultânea das extrusoras; suspeita-se que por vezes os resultados não foram os melhores devido a paragens não simultâneas das extrusoras, exemplo disso são os Testes III e IV.

Baseado no que tem vindo a ser descrito neste capítulo, identificou-se a necessidade de desenvolver um novo sistema de coextrusão para estudos a efetuar neste âmbito, uma vez que a fieira utilizada em muitos dos testes não permitiu efetuar as análises que se pretendiam. No capítulo seguinte será

apresentada uma proposta de desenvolvimento de um novo sistema de avaliação de instabilidades de fluxo em coextrusão.

4. Proposta de Desenvolvimento do Sistema de Coextrusão

Neste capítulo será apresentada uma proposta de um sistema de coextrusão que procura solucionar os problemas e limitações identificados no sistema utilizado.

Sumariando, o novo sistema deverá cumprir as seguintes especificações:

- O canal da fieira terá de possuir um comprimento superior ao do equipamento anterior, de modo a permitir estudar em detalhe a evolução das instabilidades que deformam a interface.
- Capacidade de interromper o fluxo de materiais em simultâneo, para que não ocorram paragens assíncronas do débito proveniente das extrusoras.
- Facilidade de remoção do material inserido no canal de fluxo.

De modo a completar os requisitos pretendidos tentou manter-se o bloco que suporta a fieira e faz a ligação com as extrusoras, já existente no Departamento de Engenharia de Polímeros, exposto na Figura 82.

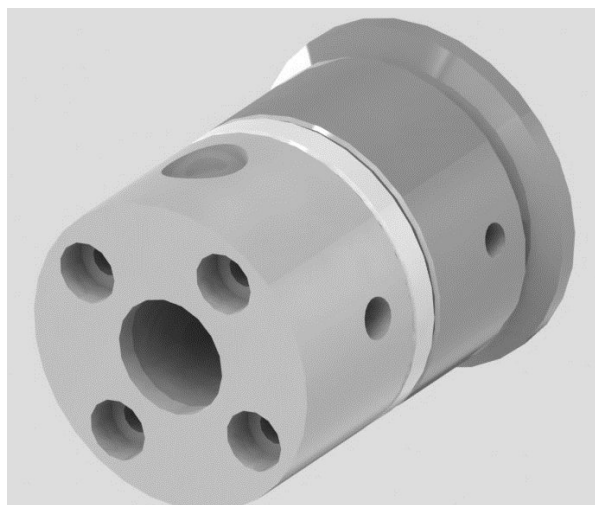


Figura 82 Bloco de coextrusão que suporta a fieira e realiza a união das extrusoras (existente no DEP).

Dentro do bloco apresentado na Figura 82, será inserido um primeiro módulo da fieira (Módulo 1), constituído pelas duas peças ilustradas na Figura 83.

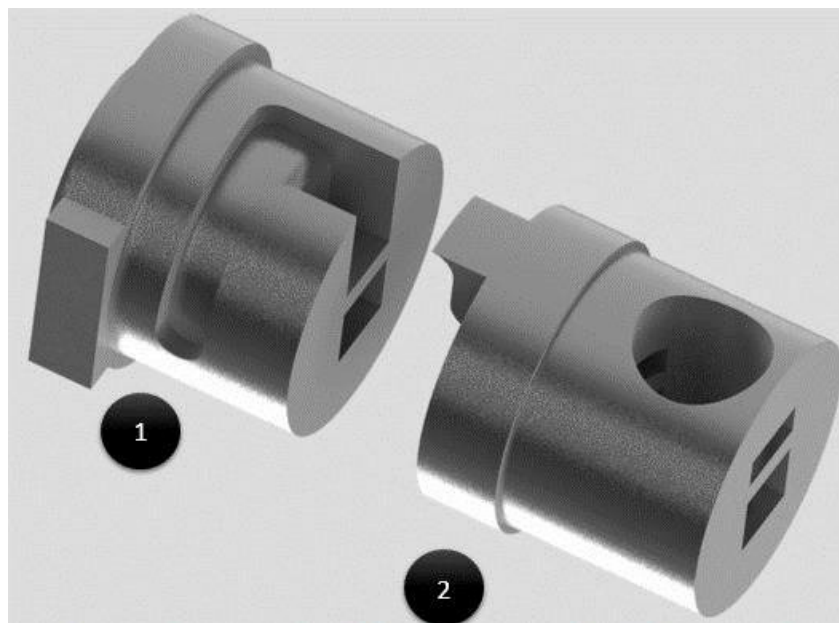


Figura 83 Módulo 1 da fieira proposta.

Nesta pode verificar-se que o Módulo 1 está dividido em duas peças (Peças 1 e 2), pois de outra forma não seria possível a maquinagem do canal de fluxo pretendido. Neste módulo, os materiais coextrudados são forçados a seguir trajetos independentes.

O orifício circular presente na Peça 2, será fundamental para a inserção de uma peça que força a paragem simultânea do fluxo dos materiais.

O módulo seguinte da fieira (Módulo 2), ilustrado na Figura 84, é onde se dará a junção dos materiais coextrudados.

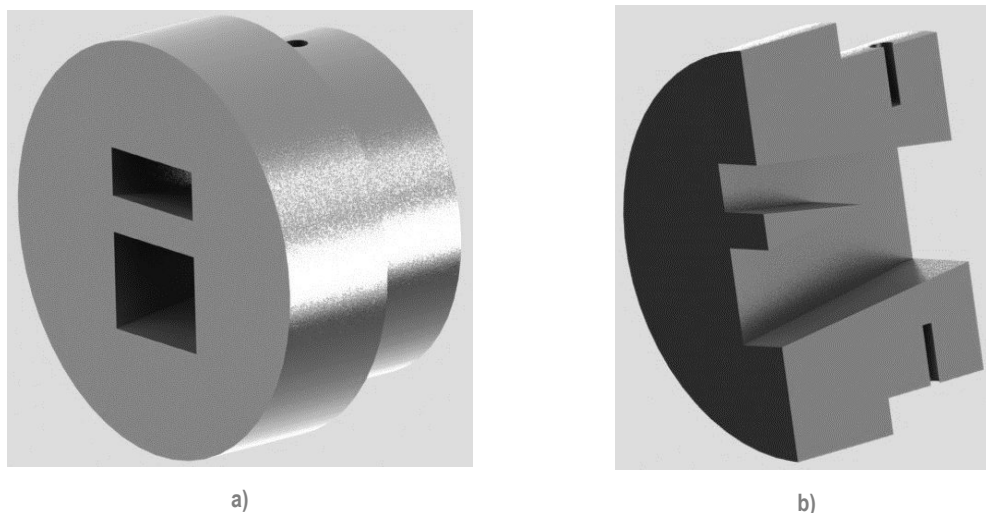


Figura 84 Módulo 2 da fieira proposta a) Módulo completo, b) Secção transversal.

Pelo facto de ser independente, esta peça pode ser alterada de modo a testar facilmente diferentes configurações de junção dos fluxos independentes.

O módulo seguinte (Módulo 3) da fieira do sistema de coextrusão permite um encaixe no módulo anterior (Módulo 2), e é dividido em duas peças simétricas, como ilustrado na Figura 85.

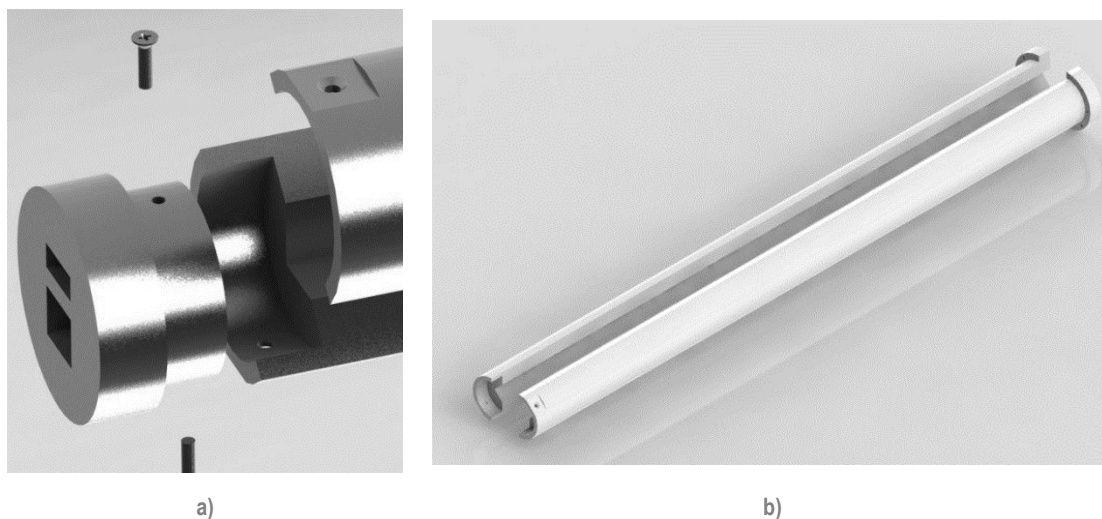


Figura 85 a) Modo de fixação do módulo 3 e b) Módulo 3 da fieira proposta.

O objetivo desta divisão é facilitar a remoção do material remanescente para posteriores análises. O comprimento desta peça é superior a 50 cm, pois em

trabalhos realizados por Dooley [31], [36], este apresenta resultados com um canal de fluxo que possui estas dimensões. Este comprimento permitirá o desenvolvimento das instabilidades ao longo do canal de fluxo, o que facilitará o seu estudo.

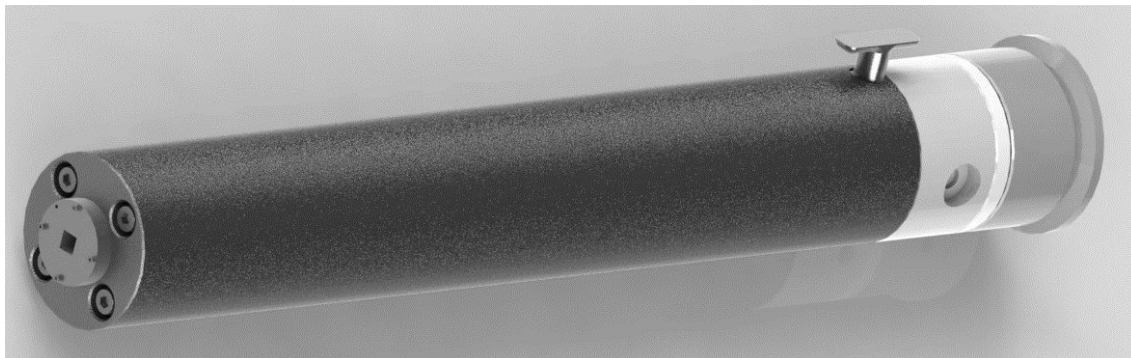


Figura 86 Sistema de coextrusão completo.

A Figura 86 ilustra o sistema de coextrusão completo, onde se pode observar o sistema montado na totalidade, que completa bloco existente e a válvula que é capaz de regular o fluxo e parar simultaneamente o fluxo de material das duas extrusoras.

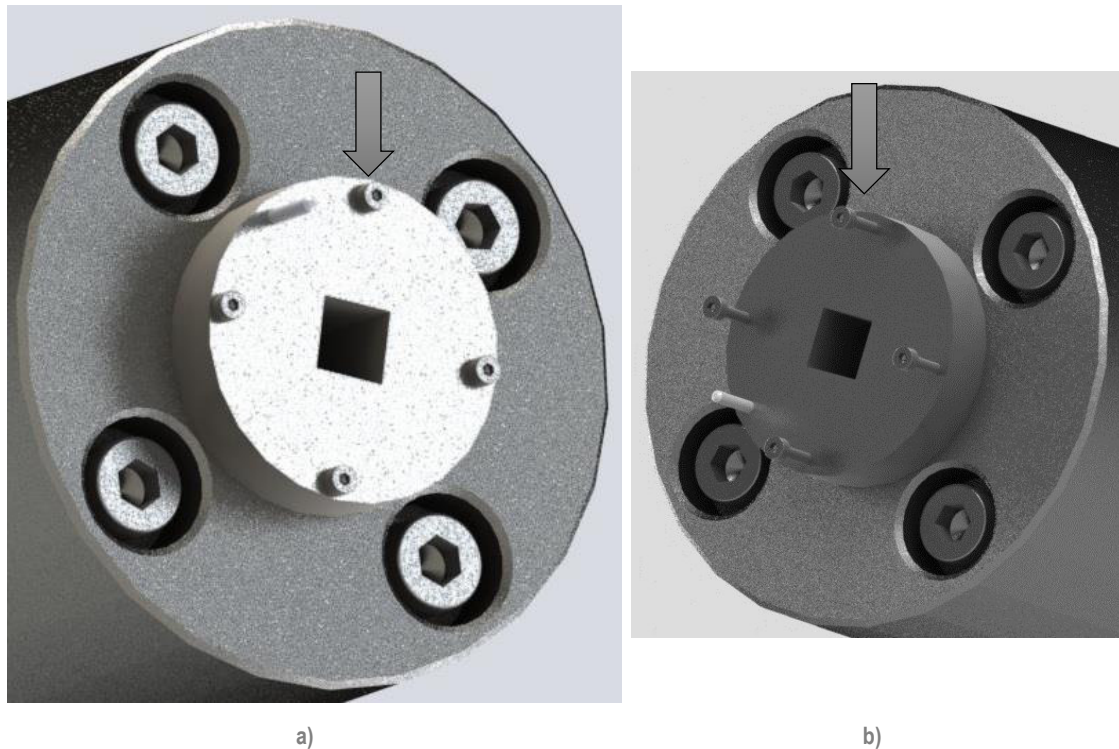


Figura 87 Vista da componente que permite a remoção da fieira – a) Modo de fixação – b) Modo de remoção.

Analisando a Figura 87, pode ser entendido o procedimento para remoção da fieira no final do teste de avaliação de instabilidades.

Os quatro furos de diâmetro superior, localizados na zona exterior ao Módulo 3 da fieira (revestimento com o mesmo diâmetro do bloco), permitem a inserção de quatro parafusos que fazem a ligação do revestimento da fieira ao bloco existente.

A fieira possui quatro furos onde podem entrar parafusos com diâmetros distintos (inseridos no Módulo 3 e ilustrados pela seta da Figura 87-a)), quatro parafusos que permitem a fixação da fieira e estabilização da sua posição, ou outros quatro parafusos, de diâmetro superior, que permitem a remoção da fieira (Ilustrados na Figura 87 - b)).

Esta zona da fieira possui ainda um pino, que impede a rotação dos diferentes módulos constituintes da fieira.

No Anexo V - Desenhos Técnicos do Sistema de Coextrusão, serão apresentados os desenhos técnicos com as dimensões dos diferentes constituintes do sistema de coextrusão proposto.

5. Conclusões e Propostas para Trabalhos Futuros

O presente projeto centrou-se no estudo de coextrusão de polímeros fundidos. Numa primeira fase foi testada a produção de POF índice de degrau - multimodo, empregando três combinações de dielétricos poliméricos, e numa segunda fase foram estudadas as instabilidades de fluxo em coextrusão de dois materiais com propriedades reológicas distintas.

Após a realização deste trabalho, é possível afirmar que os objetivos inicialmente pretendidos no início do trabalho foram alcançados.

Através dos testes de reometria capilar e reometria de pratos paralelos foram caracterizadas as curvas de fluxo do PMMA, PS, PC e ABS empregues no projeto. Recorrendo a ensaios oscilatórios com varrimento em frequência no reómetro de pratos paralelos, caracterizaram-se os módulos elástico e de perda dos materiais utilizados nas diferentes vertentes do projeto, nomeadamente o PMMA, PS, PC e ABS. De acordo com a informação disponibilizada nas fichas técnicas dos materiais empregues, foi quantificado o índice de fluidez dos mesmos.

Nas combinações de dielétricos poliméricos PMMA - PS, PMMA - PC e PS - PC foram alcançados os diâmetros das camadas coextrudidas característicos de POF multimodo. Estes diâmetros foram calculados recorrendo a técnicas de microscopia ótica. Para as combinações de POF processadas foi constatado em testes de espectrofotometria, que as mesmas realizam o transporte de feixes luminosos. Entre as combinações de dielétricos produzidas verificou-se que as POF com PS e PC apresentaram o menor índice de atenuação, sendo que a combinação PMMA - PC apresentou o índice de atenuação superior.

Na vertente de avaliação das instabilidades de fluxo em coextrusão, pode concluir-se que os materiais empregues apresentaram tendência a criar instabilidades de fluxo. No entanto, foi constatado que a fiação empregue não permite um procedimento experimental expedito, além disso, o comprimento do canal de fluxo dos materiais não possibilita a evolução das instabilidades geradas. A proposta apresentada para um novo sistema de coextrusão para

avaliação de instabilidades de fluxo em coextrusão permitirá eliminar os problemas identificados durante o processamento, como foi o caso da remoção do material remanescente no canal de fluxo e a paragem simultânea do fluxo de material das duas extrusoras. A nova fieira possui um comprimento mais elevado de modo a permitir o desenvolvimento das instabilidades de fluxo.

Futuramente, poderiam ser desenvolvidas modelações numéricas do processamento de POF - índice de degrau - multimodo, uma vez que aparentemente, não existem na literatura trabalhos deste âmbito, existindo no entanto modelações dos processos de produção de POF de índice gradual [63], [64].

Sobre a produção de POF, visto que a mesma foi conseguida, seria importante testar outras combinações de dielétricos poliméricos, com índices de refração inferiores, como por exemplo PMMA Fluorado, Teflon AF (DuPont) e Cytop (Asahi). Por outro lado, poderiam ser procuradas aplicações para as POF, nomeadamente no fabrico de sensores.

Relativamente à caracterização das fibras, seria interessante realizar testes que quantificassem a nível ótico e mecânico as propriedades das POF, uma vez que é possível realizar testes que associam esforços mecânicos às fibras enquanto realizam a medição dos índices de perdas óticas das mesmas, como ensaios de flexão e curvatura que quantificam o raio mínimo de dobragem e ensaios de tração, que realizam a tração da fibra enquanto medem a atenuação das mesmas mediante a tensão imposta. Estes testes seriam mais relevantes para uma perceção do comportamento da POF em aplicações práticas, como por exemplo em sensores.

Bibliografia

- [1] S. & N. E. F. Limited, "Smith & Nephew." [Online]. Available: www.smith-nephew.com.
- [2] 123RF, "123RF," 2013. [Online]. Available: <http://www.123rf.com/>.
- [3] 3M, "3M," 2013. [Online]. Available: solutions.3m.com.
- [4] T. P. Company, "thomasnet News," 2013. [Online]. Available: <http://news.thomasnet.com/>.
- [5] WPC, "WPC.asia." [Online]. Available: <http://wpc.asia>.
- [6] J. Zubia and J. Arrue, "Plastic Optical Fibers: An Introduction to Their Technological Processes and Applications," *Opt. Fiber Technol.*, vol. 7, no. 2, pp. 101-140, Apr. 2001.
- [7] Y. Koike and K. Koike, "Progress in low-loss and high-bandwidth plastic optical fibers," *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 49, no. 1, pp. 2-17, Jan. 2011.
- [8] K. Yasuhiro, I. Takaaki, A. Makoto, H. Ryoma, K. Atsushi, and T. Satoshi, "The Status of POF Technology."
- [9] Y. Koike and M. Asai, "The future of plastic optical fiber," *NPG Asia Mater.*, vol. 1, no. 1, pp. 22-28, Oct. 2009.
- [10] M. G. Kuzyk, D. W. Garvey, B. K. Canfield, S. R. Vigil, D. J. Welker, J. Tostenrude, and C. Breckon, "Characterization of single-mode polymer optical fiber and electrooptic fiber devices," *Chem. Phys.*, vol. 245, no. 1-3, pp. 327-340, Jul. 1999.
- [11] O. Ziemann, J. Krauser, P. E. Zamzow, and W. Daum, *POF Handbook*, 2nd ed. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008.
- [12] T. Noda and Y. Koike, "Bandwidth enhancement of graded index plastic optical fiber by control of differential mode attenuation.," *Opt. Express*, vol. 18, no. 3, pp. 3128-36, Feb. 2010.
- [13] I. Sohn and C. Park, "Diffusion-Assisted Coextrusion Process for the Fabrication of Graded-Index Plastic Optical Fibers," *Mater. Interfaces*, no. 2000, pp. 3740-3748, 2001.
- [14] Z. Yaoming and M. Yonghong, "Study on Co-extrusion Process using Die of Multi — Orifice for Plastic Optic Fiber Production," *Nanjing Fiberglass Res. Des. Inst.*, p. 7.

- [15] O. Ziemann, J. Krauser, P. E. Zamzow, and W. Daum, *POF - Polymer Optical Fibers for Data Communication*. 2001.
- [16] M. a. van Eijkelenborg, A. Argyros, G. Barton, I. M. Bassett, M. Fellew, G. Henry, N. a. Issa, M. C. J. Large, S. Manos, W. Padden, L. Poladian, and J. Zagari, "Recent progress in microstructured polymer optical fibre fabrication and characterisation," *Opt. Fiber Technol.*, vol. 9, no. 4, pp. 199-209, Oct. 2003.
- [17] M. Haupt and U. H. P. Fischer, "Advanced integrated WDM System for POF Communication," vol. 7234, no. 0, Jan. 2009.
- [18] U. of A. S. Nürnberg, "POF Application Center." [Online]. Available: <http://www.pofac.de>.
- [19] A. M. J. Koonen, H. P. A. Van Den Boom, A. Ng, M. G. Larrode, J. Zeng, and G. Khoe, "POF Application in Home Systems and Local Systems," p. 4.
- [20] a. D. Alobaidani, D. Furniss, M. S. Johnson, a. Endruweit, and a. . Seddon, "Optical transmission of PMMA optical fibres exposed to high intensity UVA and visible blue light," *Opt. Lasers Eng.*, vol. 48, no. 5, pp. 575-582, May 2010.
- [21] D. . Yang, J. Yu, X. Tao, and H. Tam, "Structural and mechanical properties of polymeric optical fiber," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 364, no. 1-2, pp. 256-259, Jan. 2004.
- [22] K. Krebber, P. Lenke, S. Liehr, J. Witt, and M. Schukar, "Smart technical textiles with integrated POF sensors," vol. 6933, p. 15, Mar. 2008.
- [23] K. Ammattikorkeakoulu, "Development of Polymeric Optical Fibre Fabrics as Illumination Elements and Textile Displays," vol. 3, no. March, pp. 1-8, 2003.
- [24] D. Li, L. Wang, and G. Zhang, "A photocatalytic reactor derived from microstructured polymer optical fiber preform," *Opt. Commun.*, pp. 1-5, Sep. 2012.
- [25] I. Tafur Monroy, H. P. a. vd Boom, a. M. J. Koonen, G. D. Khoe, Y. Watanabe, Y. Koike, and T. Ishigure, "Data transmission over polymer optical fibers," *Opt. Fiber Technol.*, vol. 9, no. 3, pp. 159-171, Jul. 2003.
- [26] L.-W. Chen, W.-H. Lu, and Y.-C. Chen, "An investigation into power attenuations in deformed polymer optical fibers under high temperature conditions," *Opt. Commun.*, vol. 282, no. 6, pp. 1135-1140, Mar. 2009.

- [27] Broadband Optical Networking, "Electronic Bricks." [Online]. Available: <http://electronicbricks.blogspot.pt/2010/06/using-plastic-optical-fibers-to.html>.
- [28] G. Lu and D. Kalyon, "Coextrusion of TPU and BaSO₄ Filled Medical-GradeTPU," *ANTEC-CONFERENCE* ..., pp. 3-5, 2003.
- [29] P. Meemon, J. Yao, K.-S. Lee, K. P. Thompson, M. Ponting, E. Baer, and J. P. Rolland, "Optical coherence tomography enabling non destructive metrology of layered polymeric GRIN material.," *Sci. Rep.*, vol. 3, p. 1709, Jan. 2013.
- [30] K. Lamnawar, A. Maazouz, and H. Zhang, "Role of the interphase in the interfacial flow stability in coextrusion of compatible multilayered polymers," *Key Eng. Mater.*, pp. 1-11, 2013.
- [31] J. Dooley, "Viscoelastic effects in multilayer polymer extrusion," *Applied Rheology*. p. 146, 2002.
- [32] H. Orihara, T. Shibuya, and S. Ujiie, "Observation of polymer interface instability," *Polymer (Guildf.)*, vol. 44, no. 26, pp. 8133-8137, Dec. 2003.
- [33] B. Khomami and G. M. Wilson, "An experimental investigation of interfacial instability in superposed flow of viscoelastic fluids in a converging/diverging channel geometry," *J. Nonnewton. Fluid Mech.*, vol. 58, no. 1, pp. 47-65, Jun. 1995.
- [34] S. G. Hatzikiriakos and K. B. Migler, *Polymer Processing Instabilities: Control and Understanding*. Berkeley, California: Dekker, Marcel, 2005, p. 476.
- [35] J. Dooley, S. Jenkins, and J. Naumovitz, "An experimental study of the flow of an encapsulated polymer melt through a unique blown film die," *ANTEC 2001 Conf. Proc.*, 2001.
- [36] J. Dooley and L. Rudolph, "Viscous and Elastic Effects in Polymer Coextrusion," *J. Plast. Film Sheeting*, vol. 19, no. 2, pp. 111-122, Apr. 2003.
- [37] SpecialChem, "Omnexus." [Online]. Available: <http://www.omnexus.com/>.
- [38] M. Natamai, *The Basics of Troubleshooting in Plastics Processing*. 2011, p. 123.
- [39] R. White, "Thermal Tech Equipment Co. Inc.," 2012. [Online]. Available: <http://www.ttequip.com/knowledgelibrary/KnowledgeLibraryMaterialDryingTemperatures.htm>.

- [40] W. Callister, *Materials science and engineering*. 2000.
- [41] H. Polytech Plastic Machinery Co., Ltd, "Polytech," 2012. [Online]. Available: www.polytech.net.cn/en.
- [42] G. G. A. Sources, "Gasgoo," 2013. [Online]. Available: www.gasgoo.com.
- [43] K. Hongrisuwan, "Flow Curves and Extrudate Swell Behavior of Co-Extrudates of PS with LLDPE or ABS," *kulikow.com*, pp. 216-218.
- [44] W. J. Schrenk, N. L. Bradley, T. Alfrey, and H. Maack, "Interfacial flow instability in multilayer coextrusion," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 18, no. 8, pp. 620-623, Jun. 1978.
- [45] C. D. Han, *Rheology and Processing of Polymeric Materials - Volume 2 Polymer Processing*. 2007, p. 598.
- [46] C. D. Han, *Rheology and Processing of Polymeric Materials - Volume 1 Polymer Rheology*. 2007, p. 728.
- [47] C. Macosko and R. Larson, *Rheology: principles, measurements, and applications*. 1994, p. 578.
- [48] H. Barnes, J. Hutton, and K. Walters, *An introduction to rheology*, no. September. Elsevier, 1989.
- [49] G. M. Tim A. Osswald, *Materials Science of Polymers for Engineers*. München, 2003.
- [50] J. Vlachopoulos and D. Strutt, "The role of rheology in polymer extrusion," *New Technol. Extrus.*, pp. 1-25, 2003.
- [51] I. Manas-Zloczower, *Mixing and Compounding of Polymers: Theory and Practice*, 2nd ed. Hanser, 2009, p. 1158.
- [52] A. Staverman, "Mechanical properties of polymers," *Proc. R. Soc. London*, 1964.
- [53] S. Cruz, M. Farah, M. Zanin, and R. Bretas, "Avaliação das propriedades reológicas de blendas de PEAD virgem/PEAD reciclado," vol. 18, pp. 144-151, 2008.
- [54] T. R. Crompton, *Polymer Reference Book*. 2006, p. 723.
- [55] W. Callister and D. Rethwisch, *Fundamentals of materials science and engineering*. 2013.
- [56] DiYTrade.com, "The Professional Plastic Machinery Supplier." [Online]. Available: <http://eagle-machinery.diytrade.com>.

- [57] S. Levy and J. F. Carley, *Plastics Extrusion Technology Handbook*, 2nd ed. 1989.
- [58] T. A. Skotheim and J. R. Reynolds, *Conjugated Polymers: Processing and Applications*, 3rd ed. CRC Press, 2007, p. 645.
- [59] J. Martin, *Materials for engineering, Third Edition*. CRC Press, 2006.
- [60] O. Thomas and C. Burgess, *UV-Visible spectrophotometry of water and wastewater*. Elsevier, 2007.
- [61] S. Abrate, R. Gaudino, and G. Perron, "Step-Index PMMA Fibers and Their Applications," *Curr. Dev. Opt. Fiber Technol.*, 2013.
- [62] D. Figueiredo, "Desenvolvimento de Fibras Ópticas Termoplásticas para Incorporação em Têxteis," Universidade do Minho, 2008.
- [63] J.-P. Hsu and S.-H. Lin, "Analysis of co-extrusion process for preparation of gradient index plastic optical fiber," *Polymer (Guildf)*., vol. 44, no. 18, pp. 5461-5467, Aug. 2003.
- [64] C.-C. Tsai, T.-J. Liu, Y.-H. Chang, and W. T. W. Tseng, "Numerical simulation of an optical fiber-forming process," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 52, no. 2, pp. 221-235, Jan. 1997.
- [65] E. Hecht, *Optics*, 4th ed. Addison Wesley, 2002, p. 704.
- [66] H. Murata, *Handbook of optical fibers and cables*, 2nd ed. 1996, p. 519.
- [67] J. Hecht and L. Long, *Understanding fiber optics*. Pearson Education LTD, 2002.

Anexo I – Noções Complementares

Propriedades Óticas

Índice de Refração

A refração pode ser entendida como a passagem da luz de um meio para outro. Fisicamente, a luz é representada por uma forma de onda que se propaga com elevada velocidade, esta velocidade é dependente do meio em que a luz se propaga.

O Índice de Refração (n) trata-se de uma relação entre a velocidade da luz na presença de vácuo (c) e a velocidade da luz em determinado meio (v). Pode ser calculado pela seguinte fórmula (Equação 16) [65]:

$$n = c/v \quad (16)$$

onde a velocidade da luz em vácuo assume o valor de $3E+8$ m/s.

Como será dedutível, meios com um valor de n próximo de 1 (baixos índices de refração) o valor de v será próximo ao valor da velocidade da luz na presença de vácuo, o que torna possível assumir que materiais com um índice de refração pouco superior a 1 propagam a luz muito rapidamente [65].

A Tabela 25 a apresentar é demonstrativa dos valores típicos de índice de refração de alguns materiais transparentes.

Tabela 25 Demonstração dos índices de refração de diversos materiais [11], [37], [38], [65].

Meio	Índice de Refração	Polímero	Índice de Refração
Ar	1,00029	FEP	1,34
Gelo	1,31	PMMA fluorado	1,41
Água	1,333	PMMA	1,49
Vidro	1,5	PC	1,55 – 1,59
Diamante	2,42	PS	1,58 – 1,59

Reflexão e Refração

Quando um feixe de luz incide num determinado meio, caso a incidência seja oblíqua, parte da energia propaga-se através do meio alterando a velocidade de propagação da luz (ondas refratadas) e parte da energia é refletida continuando no meio incidente (ondas refletidas) [65]. A Figura 88 demonstra a incidência de um feixe de luz que se propagava no ar, e posteriormente incidiu na superfície de um vidro.

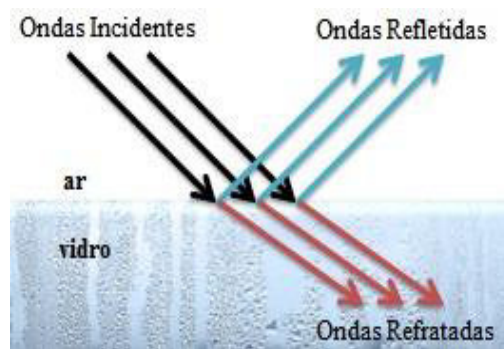


Figura 88 Representação esquemática dos fenômenos de reflexão e refração para um feixe de luz incidente.

Pode então concluir-se que uma onda quando transita de um meio para um meio diferente, ocorre reflexão ou refração. O fenômeno de refração é regido pela lei de Snell - Descartes (Equação 17) [66].

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2 \quad (17)$$

Recorrendo à abordagem anterior, relativa ao índice de refração, pode entender-se que n_1 e n_2 se tratam dos índices de refração dos diferentes meios. Relativamente aos ângulos θ_1 e θ_2 referem-se aos ângulos de incidência e de refração, respetivamente. Basicamente, a lei de Snell- Descartes permite relacionar os ângulos de incidência e de refração, com os índices de refração dos diferentes meios, o que possibilita a antevisão do ângulo de refração num determinado meio [67].

Reflexão Interna Total

Partindo do princípio representado anteriormente na Figura 88, isto é, uma onda que se propaga ao longo de um meio e incide num outro meio de índice de refração diferente, gera fenômenos de reflexão e refração.

A reflexão interna total é o fenômeno que restringe uma determinada onda incidente ao fenômeno de reflexão total, ou seja, a refração para uma onda totalmente refletida é nula (não ocorre) [67]. Para entender este conceito é necessário compreender o conceito de ângulo crítico (θ_c), este está diretamente relacionado com o fenômeno de reflexão interna total. Observando a Figura 89 podem ser retiradas algumas relações.

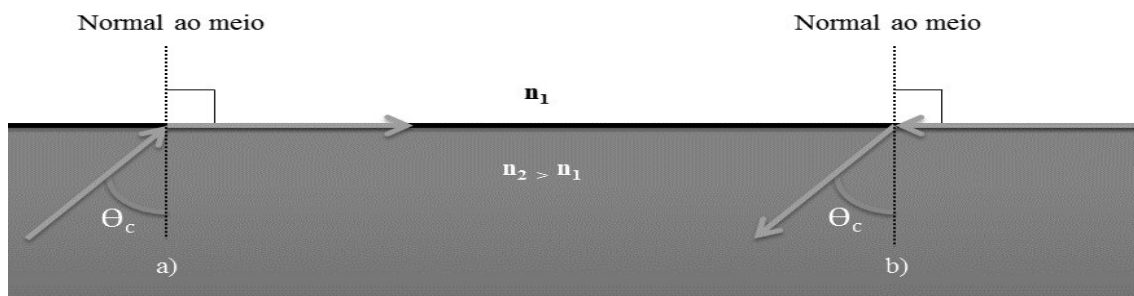


Figura 89 Representação esquemática do raio crítico (θ_c).

O ângulo crítico (θ_c) trata-se de um ângulo que pode ser de incidência como demonstrado na Figura 89 - a), ou pode também ser um ângulo de refração, representado na mesma figura em b). Para a mesma representação, é notório que os valores de θ_c , tanto para o caso de refração como de incidência, advêm da situação em que a onda (emitida ou incidente) transita ao longo da interface dos dois materiais [67]. A Figura 90 demonstra a condição que possibilita o alcance do fenômeno de reflexão interna total.

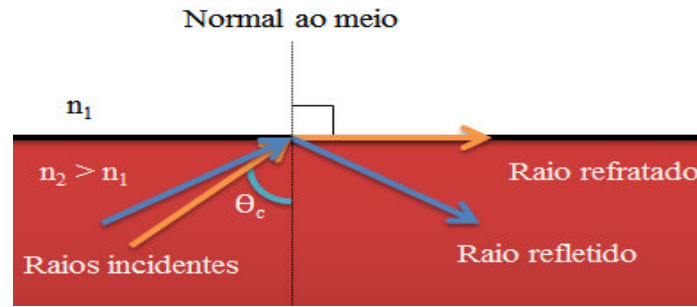


Figura 90 Exemplo de reflexão interna total.

Como ilustrado na Figura 90, para obtermos reflexão interna total é necessário que o ângulo de incidência seja superior ao valor de θ_c , este pode ser calculado pela seguinte expressão (Equação 18)

$$\sin \theta_c = n_2 / n_1 \quad (18)$$

onde n_1 e n_2 se tratam dos índices de refração dos diferentes meios, como representado nas Figuras 88 e 89, pode assumir-se como uma condição mandatária que o valor de n_1 terá de ser superior ao n_2 , caso contrário não ocorre reflexão interna total e o raio incidente “perde-se” por refração [11]. A Figura 91 é ilustrativa do fenómeno de reflexão interna total para uma fibra ótica.

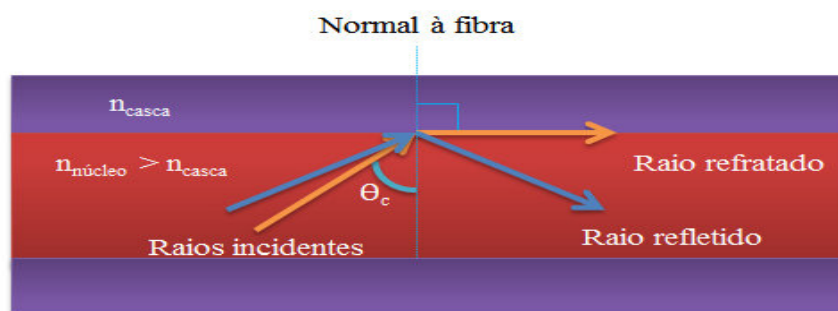


Figura 91 Reflexão interna total para uma fibra ótica.

Para que ocorra o fenómeno de reflexão interna total numa fibra ótica, como demonstrado na Figura 91, o ângulo de incidência do feixe luminoso terá de ser superior a θ_c , realizando a seguinte substituição na Equação 19.

$$\sin \theta_c = n_{\text{núcleo}} / n_{\text{casca}} \quad (19)$$

Pode então concluir-se que, para que seja possível transportar luz ao longo de uma fibra ótica, é necessário assegurar o fenómeno de reflexão interna total. Para conseguir tal fenómeno o índice de refração do núcleo da fibra ($n_{\text{núcleo}}$), será obrigatoriamente superior ao índice de refração da casca da fibra (n_{casca}). Não menos importante, de modo a confinar a luz no núcleo da fibra ótica é o ângulo de incidência, ao longo da fibra o ângulo de incidência nunca poderá ser igual ou inferior ao ângulo crítico (θ_c). Estas condições têm de ser respeitadas ao longo de todo o comprimento da fibra ótica [65], [66].

Abertura Numérica

A abertura numérica (NA - do inglês *Numerical Aperture*) de uma fibra ótica é um parâmetro muito importante para o transporte de luz numa fibra ótica.

É possível antever a NA de uma fibra ótica com base nos índices de refração do núcleo e da casca da fibra ótica, pois a NA pode ser determinada através da Equação 20 [67]

$$NA = \sqrt{n_{\text{núcleo}}^2 - n_{\text{casca}}^2} \quad (20)$$

Onde os valores de $n_{\text{núcleo}}$ e n_{casca} correspondem aos índices de refração do núcleo e da casca, respetivamente. Analisando a Equação 20, é subentendido que o gradiente de índices de refração entre o núcleo e a casca de uma fibra ótica será o fator determinante para o valor final da abertura numérica. Assim sendo, fibras óticas com um gradiente de índices de refração entre o núcleo e a casca reduzido, possuirão baixos valores de NA [11].

Para além da fórmula descrita anteriormente, a NA pode também ser calculada recorrendo à Equação 21 [67]

$$NA = n_{\text{núcleo}} \sin \theta_c \quad (21)$$

em que $n_{\text{núcleo}}$ representa o índice de refração do núcleo da fibra e θ_c o valor do ângulo crítico para que ocorra reflexão interna total, como descrito na secção anterior.

A abertura numérica é diretamente proporcional ao ângulo de aceitação de uma fibra ótica, como pode ser observado na Figura 92. Pode afirmar-se que quanto maior o valor assumido pela NA maior será a capacidade de uma fibra ótica realizar a receção de luz, uma vez que será maior o valor assumido pelo ângulo de aceitação da fibra. Este ângulo é medido a partir do centro do núcleo da fibra ótica, ou seja, a partir do eixo da fibra [65].

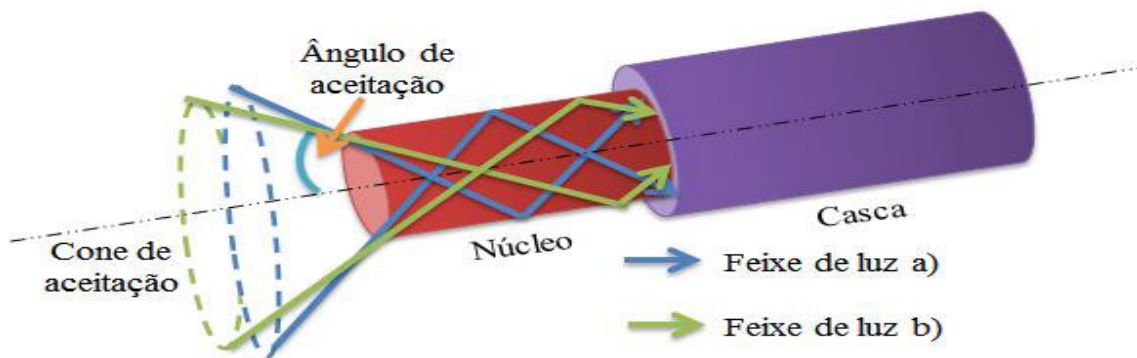


Figura 92 Representação gráfica do ângulo e cone de aceitação de uma fibra ótica.

A Figura 92 ilustra para uma fibra ótica, o cone de aceitação desta. O cone de aceitação de uma fibra representa a região a luz emitida que ficará confinada ao núcleo da fibra ótica. É perceptível observando os casos do feixe de luz a) e b), que o feixe de luz b) possui uma diferença entre os índices de refração do núcleo e da casca menos significativa que no caso a). O que impinge ao feixe de luz a) uma NA e ângulo de aceitação superiores. No entanto, o feixe de luz b) apresentará uma distância percorrida menor, logo apresentará uma velocidade de transmissão superior [6].

Para determinação da distância percorrida (L) por um feixe luminoso numa fibra ótica, utiliza-se a Equação 22 [62]

$$L = d \sqrt{\left(\frac{n_{\text{núcleo}}}{\sin \theta_c}\right)^2 - 1} \quad (22)$$

em que, d corresponde ao diâmetro do núcleo da fibra, $n_{\text{núcleo}}$ é o índice de refração do núcleo e θ_c o valor do ângulo crítico.

Realizando o inverso da distância percorrida, é possível obter o número de reflexões por metro [66].

Perdas Óticas

Inevitavelmente, qualquer material capaz de transportar um determinado tipo de sinal, possui a capacidade de afetar o sinal transmitido. As fibras óticas não são exceção, o que significa que os materiais constituintes da fibra afetam sempre a luz transmitida, variando apenas o nível de afetação de material para material [67].

Uma fibra ótica pode perder a qualidade do sinal transmitido devido a atenuação, dispersão e interferência. Estes efeitos são críticos no que refere ao transporte de luz. O tipo de perdas mais nefasto é a atenuação [15]. Como será de esperar, o nível de perdas óticas é uma propriedade fundamental das fibras, uma vez que dita para a maior parte das aplicações, o comportamento destas em utilização.

A atenuação faz com que a qualidade do sinal enfraqueça ao longo de uma fibra ótica. Um material opaco permite apenas a passagem de uma pequena quantidade de luz ao longo deste, pois absorve ou reflete a maior parte da luz incidente. Um material transparente absorve uma pequena fração de luz, no entanto, é capaz de transportar a maior parte da luz incidente [67].

Quando ocorre a passagem de luz ao longo de um objeto transparente, mesmo que o objeto possua uma transparência elevada, o objeto absorve sempre uma fração da luz que o atravessa. A quantidade de luz absorvida pelo material depende do comprimento de onda da luz e da presença de impurezas, de defeitos derivados do fabrico das fibras, sendo que os que mais se destacam são defeitos na interface entre o núcleo e a casca da fibra ótica [15]. Estes tipos de perdas mencionados associam-se a perdas por atenuação e podem fazer com que o sinal transmitido não seja completamente fiável [7].

À semelhança de qualquer componente passivo, numa fibra ótica, existe um sinal emitido com determinada potência (P_{entrada}), que diminui ao longo do comprimento (x) da fibra. A Equação 23, a apresentar de seguida, demonstra a diminuição exponencial da potência do sinal de entrada ao longo da distância [6]

$$P_x = P_{\text{entrada}} 10^{\left(\frac{\alpha x}{10}\right)} \quad (23)$$

onde P_x é a potência do sinal na distância x , e α o coeficiente de atenuação da fibra ótica, que expressa o valor da atenuação em função do comprimento da fibra. Editando a Equação 23 em função do coeficiente de atenuação temos a Equação 24.

$$\alpha = -\frac{1}{x} 10 \log \left(\frac{P_x}{P_{\text{entrada}}} \right) \quad (24)$$

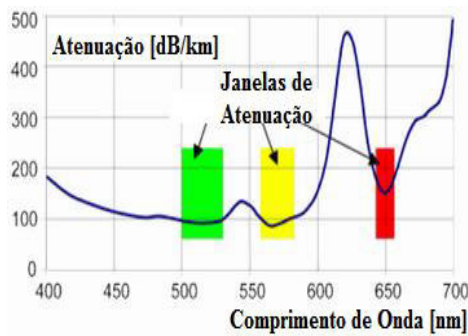


Figura 93 Demonstração da variação da atenuação com o comprimento de onda e apresentação das janelas de atenuação do PMMA [11].

A Figura 93 ilustra a variação do espectro de atenuação de um material polimérico dielétrico, os espectros variam consoante o material [11].

No entanto, a atenuação não varia apenas com o comprimento da fibra mas também com o diâmetro do núcleo desta, uma vez que a atenuação aumenta com a diminuição do diâmetro do núcleo [6].

As janelas de atenuação expostas na Figura 90 indicam as zonas do espectro onde se registam os mínimos de atenuação em função do comprimento de onda [11]. Como será de esperar, em situações práticas faz-se incidir luz na fibra ótica com comprimentos de onda semelhantes, usualmente luz LED ou laser.

Os mecanismos de atenuação numa fibra ótica podem ser subdivididos como de natureza intrínseca e extrínseca. Na Tabela 26, estão apresentados os mecanismos de atenuação de uma fibra ótica [6].

Tabela 26 Designação dos mecanismos de atenuação intrínsecos e extrínsecos [6].

Tipo	Mecanismo	Origem
Intrínsecos	Absorção	Modos de vibração
		Transições electrónicas
	Dispersão de luz	Flutuações de densidade
		Orientação das flutuações
		Composição das flutuações
Extrínsecos	Absorção	Metais de transição
		Poluentes orgânicos
	Dispersão	Poeira
		Microfraturas
		Bolhas de ar
		Imperfeições estruturais
	Radiação	Microcurvas
		Macrocurvas

Anexo II – Fichas Técnicas

PS

Product Information 04/2005 Polystyrol 158 K PS	 BASF The Chemical Company
---	--

Product description

Polystyrol 158 K is a heat resistant, rapid freezing general purpose grade. It is suitable for expanded sheet and film; for blends with high impact Polystyrol in heat contact applications, for transparent, resistant applications in blends with Styrolux.

Processing

Polystyrol 158 K can be injection molded at temperatures between 180 and 280°C. Recommended mold temperatures are between 10 and 60°C. Extrusion melt temperature should not exceed 240°C.

Applications

In blends with high impact polystyrene or Styrolux: thermoformed articles for packaging of dairy products, cups for hot beverages, eg. coffee cups with low heat shrinkage. As material for physically or chemically foamed sheet, eg. for meat trays or labels. Injection molded articles like audio cassette housings, parts for medical diagnostics.

Physical form and Storage

Polystyrol 158 K should be kept in its original containers in cool, dry place. Avoid direct exposure to sunlight. Polystyrol 158 K can be stored in silos.

Food legislation

If used unmodified and under appropriate processing conditions parts from Polystyrol 158 K comply with the usual requirements for food packaging. Detailed written confirmations (e.g. BGVO, FDA) are given on request. Please contact our regional sales office.

Product safety

During processing of Polystyrol 158 K small quantities of styrene monomer may be released into the atmosphere. At styrene vapour concentrations below 20 ppm no negative effects on health are expected. In our experience, the concentration of styrene does not exceed 1 ppm in well ventilated workplaces - that is where five to eight air changes per hour are made.

Note

The data contained in this publication are based on our current knowledge and experience. In view of the many factors that may affect processing and application of our product, these data do not relieve processors from carrying out their own investigations and tests; neither do these data imply any guarantee of certain properties, nor the suitability of the product for a specific purpose. Any descriptions, drawings, photographs, data, proportions, weights etc. given herein may change without prior information and do not constitute the agreed contractual quality of the product. It is the responsibility of the recipient of our products to ensure that any proprietary rights and existing laws and legislation are observed. In order to check the availability of products please contact us or our sales agency.

Polystyrol 158 K



Typical values ¹⁾ at 23°C	Test method ²⁾	Unit	Values
Mechanical Properties			
Tensile modulus	ISO 527-1/-2	MPa	3300
Stress at break	ISO 527-1/-2	MPa	55
Strain at break	ISO 527-1/-2	%	3
Flexural strength	ISO 178	MPa	103
Shear modulus	ISO 6721-2	MPa	1400
Charpy impact strength (23°C)	ISO 179/1eU	kJ/m ²	<25
Charpy notched impact strength (23°C)	ISO 179/1eA	kJ/m ²	3
Ball indentation hardness	ISO 2039-1	MPa	150
Force	ISO 2039-1	N	358
Duration	ISO 2039-1	s	30
Thermal properties			
Vicat softening temperature VST/B/50	ISO 306	°C	101
Vicat softening temperature VST/A/120	ISO 306	°C	108
HDT A (1.80 MPa)	ISO 75-1/-2	°C	86
HDT B (0.45 MPa)	ISO 75-1/-2	°C	98
Processing			
Melt volume-flow rate MVR 200/5	ISO 1133	cm ³ /10min	3
Temperature	ISO 1133	°C	200
Load	ISO 1133	kg	5
Processing: Injection moulding (M), Extrusion (E), Blow moulding (B)	-	-	M.E
Melt temperature, injection moulding	-	°C	180 - 280
Mold temperature, injection molding	-	°C	10 - 60
Melt temperature, flat film	-	°C	200 - 240
Electrical properties			
Relative permittivity (100Hz)	IEC 60250	-	2.5
Relative permittivity (1 MHz)	IEC 60250	-	2.5
Volume resistivity	IEC 60093	Ohm*m	>1E16
Surface resistivity	IEC 60093	Ohm	>1E14
Electric strength K20/P50	IEC 60243-1	kV/mm	135
Flammability			
UL 94 (d = 1,6 mm)	UL 94	class	HB
UL 94 (d = 3,2 mm)	UL 94	class	HB
Other properties			
Density	ISO 1183	kg/m ³	1048
Water absorption, equilibrium in water at 23°C	similar to ISO 62	%	<0.1
Moisture absorption, equilibrium 23°C/50% r.h.	similar to ISO 62	%	<0.1

ABS

®

Ronfalin TRE 39 natural

Typical values at 23°C	Test method	Unit	Specimens	Values
Properties				
Abbreviated term	ISO 1043			ABS
Density	ISO 1183	g/cm ³		1.05
Reinforcing filler content		%		
Water absorption equilibrium @ 23°C	DIN 53 495/L	%		0.3
Water absorption, 24hr @ 23°C/50% rh				1.05
Processing				
Methods: moulding M, Extrusion E, Blow m M				E
MVR 220/10	ISO 1133	cm ³ /10min	Compound	5.5
Pre-drying: temperature / time		°C / hr		80/3
Melt temperature, injection moulding		°C		
Mould temperature		°C		
Moulding shrinkage		%		0.5
Flammability				
UL 94 rating at 1.6mm	UL 94	class		94HB
Automotive materials (thickness of d> 1mm)	FMVSS 302	class		
Mechanical properties				
Tensile modulus	ISO 527-2	Mpa	ISO 3167	2400
Yield stress (V= 50 mm/min)	ISO 527-2	Mpa	ISO 3167	45
Yield strain (V= 50 mm/min)	ISO 527-2	%	ISO 3167	2.5
Flex strength	ISO 178	Mpa		68
Shear modulus	ISO 6721-2	MPa		
Charpy notched impact 23°C	ISO 179/1eU	KJ/m ²		33
Charpy notched impact -30°C	ISO 179/1eU	KJ/m ²		
Izod notched impact strength, method A	ASTM D 256	J/m		330
Ball indentation hardness H 358/30	ISO 2039-1	MPa		91
Thermal properties				
Deflection temperature 1.8 Mpa (HDT A)	ISO 75-2	°C		
Deflection temperature 0.45 Mpa (HDT B)	ISO 75-2	°C		97
Vicat softening temperature VST/A/50	ISO 305	°C		
Vicat softening temperature VST/B/50	ISO 305	°C		100
Coefficient of linear expansion 923-80) °C	DIN 53752	10 ⁻⁴ /K		0.9
Thermal conductivity	DIN 52612	W/(mK)		0.2
Electrical properties				
Dielectric constant at 100Hz / 1MHz	IEC 250			
Dissipation factor at 100Hz / 1MHz	IEC 250	10 ⁻⁴		
Volume resistivity	IEC 93			10 ¹⁸
Surface resistivity	IEC 93			10 ¹⁸
Dielectric strength	IEC 243/1			>25
CTI, solution A	IEC 112			>600
CTI, solution B	IEC 112			

Reformulated using the latest generation ABS feedstock



Tel: +44(0) 1925 810608
Fax: +44(0) 1925 840001

PC

SABIC
Innovative
Plastics™

سابك
sabic

Lexan® Resin EX1332T
Americas: COMMERCIAL

Lexan® EX1332T polycarbonate resin is designed for use in multi-wall sheet or profile extrusion applications. It contains branched polycarbonate resin, release, and is UV stabilized. It is available in a limited number of colors.

TYPICAL PROPERTIES¹	TYPICAL VALUE	Unit	Standard
MECHANICAL			
Tensile Stress, yld, Type I, 50 mm/min	620	kgf/cm²	ASTM D 838
Tensile Stress, brk, Type I, 50 mm/min	590	kgf/cm²	ASTM D 838
Tensile Strain, yld, Type I, 50 mm/min	6.2	%	ASTM D 838
Tensile Strain, brk, Type I, 50 mm/min	96.3	%	ASTM D 838
Tensile Modulus, 5 mm/min	22400	kgf/cm²	ASTM D 838
Flexural Stress, yld, 1.3 mm/min, 50 mm span	980	kgf/cm²	ASTM D 790
Flexural Modulus, 1.3 mm/min, 50 mm span	23700	kgf/cm²	ASTM D 790
IMPACT			
Izod Impact, notched, 23°C	82	cm-kgf/cm	ASTM D 256
Izod Impact, notched, -30°C	15	cm-kgf/cm	ASTM D 256
Instrumented Impact Total Energy, 23°C	734	cm-kgf	ASTM D 3763
THERMAL			
Vicat Softening Temp, Rate B/50	146	°C	ASTM D 1525
HDT, 0.45 MPa, 3.2 mm, unannealed	141	°C	ASTM D 848
HDT, 1.82 MPa, 3.2mm, unannealed	131	°C	ASTM D 848
CTE, -40°C to 40°C, flow	6.5E-05	1/°C	ASTM E 831
CTE, -40°C to 40°C, xflow	6.8E-05	1/°C	ASTM E 831
Vicat Softening Temp, Rate B/120	148	°C	ISO 306
PHYSICAL			
Specific Gravity	1.2	-	ASTM D 792
Mold Shrinkage, flow, 3.2 mm (5)	1.01	%	SABIC Method
Melt Flow Rate, 300°C/1.2 kgf	3	g/10 min	ASTM D 1238
Density	1.2	g/cm³	ISO 1183

(1) Typical values only. Variations within normal tolerances are possible for various colors. All values are measured after at least 48 hours storage at 25±1°C/50±5% relative humidity. All properties, except the melt volume and melt flow rates, are measured on injection molded samples. All samples tested under ISO test standards are prepared according to ISO 294.

(2) Only typical data for selection purposes. Not to be used for part or tool design.

(3) This rating is not intended to reflect hazards presented by fire or any other material under actual fire conditions.

(4) Internal measurements according to UL standards.

(5) Measurements made from laboratory test coupon. Actual shrinkage may vary outside of range due to differences in processing conditions, equipment, part geometry and tool design. It is recommended that mold shrinkage studies be performed with surrogate or legacy tooling prior to cutting tools for new molded article.

Source GMD, last updated:

PLEASE CONTACT YOUR LOCAL SALES OFFICE FOR AVAILABILITY IN YOUR AREA.

DISCLAIMER: THE MATERIALS, PRODUCTS AND SERVICES OF SABIC INNOVATIVE PLASTICS HOLDING BV, ITS SUBSIDIARIES AND AFFILIATES (SELLERS), ARE SOLD SUBJECT TO SELLERS' STANDARD CONDITIONS OF SALE, WHICH CAN BE FOUND AT <http://www.sabic-ip.com> AND ARE AVAILABLE UPON REQUEST. ALTHOUGH ANY INFORMATION OR RECOMMENDATION CONTAINED HEREIN IS GIVEN IN GOOD FAITH, SELLER MAKES NO WARRANTY OR GUARANTEE, EXPRESS OR IMPLIED, (i) THAT THE RESULTS DESCRIBED HEREIN WILL BE OBTAINED UNDER END-USE CONDITIONS, OR (ii) AS TO THE EFFECTIVENESS OR SAFETY OF ANY DESIGN INCORPORATING SELLERS' PRODUCTS, SERVICES OR RECOMMENDATIONS. EXCEPT AS PROVIDED IN SELLERS' STANDARD CONDITIONS OF SALE, SELLER SHALL NOT BE RESPONSIBLE FOR ANY LOSS RESULTING FROM ANY USE OF ITS PRODUCTS OR SERVICES DESCRIBED HEREIN. Each user is responsible for making its own determination as to the suitability of Seller's products, services or recommendations for the user's particular use through appropriate end-use testing and analysis. Nothing in any document or oral statement shall be deemed to alter or waive any provision of Seller's Standard Conditions of Sale or this Disclaimer unless it is specifically agreed to in a writing signed by Seller. No statement by Seller concerning a possible use of any product, service or design is intended, or should be construed, to grant any license under any patent or other intellectual property right of Seller or as a recommendation for the use of such product, service or design in a manner that infringes any patent or other intellectual property right. SABIC Innovative Plastics is a trademark of SABIC Holding Europe B.V.

* Lexan is a trademark of SABIC Innovative Plastics IP BV

© 1997-2011 SABIC Innovative Plastics Holding BV All rights reserved

SABIC
Innovative
Plastics™

سابك
sabic

Lexan® Resin EX1332T
Americas: COMMERCIAL

Source GMD, last updated:

PLEASE CONTACT YOUR LOCAL SALES OFFICE FOR AVAILABILITY IN YOUR AREA.

DISCLAIMER: THE MATERIALS, PRODUCTS AND SERVICES OF SABIC INNOVATIVE PLASTICS HOLDING BV (ITS SUBSIDIARIES AND AFFILIATES (SELLERS)) ARE SOLD SUBJECT TO SELLER'S STANDARD CONDITIONS OF SALE, WHICH CAN BE FOUND AT <http://www.sabic-ip.com> AND ARE AVAILABLE UPON REQUEST. ALTHOUGH ANY INFORMATION OR RECOMMENDATION CONTAINED HEREIN IS GIVEN IN GOOD FAITH, SELLER MAKES NO WARRANTY OR GUARANTEE, EXPRESS OR IMPLIED, (i) THAT THE RESULTS DESCRIBED HEREIN WILL BE OBTAINED UNDER END-USE CONDITIONS, OR (ii) AS TO THE EFFECTIVENESS OR SAFETY OF ANY DESIGN INCORPORATING SELLER'S PRODUCTS, SERVICES OR RECOMMENDATIONS. EXCEPT AS PROVIDED IN SELLER'S STANDARD CONDITIONS OF SALE, SELLER SHALL NOT BE RESPONSIBLE FOR ANY LOSS RESULTING FROM ANY USE OF ITS PRODUCTS OR SERVICES DESCRIBED HEREIN. Each user is responsible for making its own determination as to the suitability of Seller's products, services or recommendations for the user's particular use through appropriate end-use testing and analysis. Nothing in any document or oral statement shall be deemed to alter or waive any provision of Seller's Standard Conditions of Sale or this Disclaimer, unless it is specifically agreed to in a writing signed by Seller. No statement by Seller concerning a possible use of any product, service or design is intended, or should be construed, to grant any license under any patent or other intellectual property right of Seller or as a recommendation for the use of such product, service or design in a manner that infringes any patent or other intellectual property right. SABIC Innovative Plastics is a trademark of SABIC Holding Europe B.V.

* Lexan is a trademark of SABIC Innovative Plastics IP BV

© 1997-2011 SABIC Innovative Plastics Holding BV All rights reserved



Lexan® Resin EX1332T
Americas: COMMERCIAL

PROCESSING PARAMETERS	TYPICAL VALUE	Unit
Extrusion		
Drying Temperature	75 - 90	°C
Drying Time	2 - 4	hrs
Minimum Moisture Content	0.04	%
Melt Temperature	180 - 200	°C
Barrel - Zone 1 Temperature	165	°C
Barrel - Zone 2 Temperature	170	°C
Barrel - Zone 3 Temperature	175	°C
Barrel - Zone 4 Temperature	180	°C
Roll Stack Temperature - Top	175 - 180	°C
Roll Stack Temperature - Middle	175 - 180	°C
Roll Stack Temperature - Bottom	175 - 180	°C

(1) Typical values only. Variations within normal tolerances are possible for various colors. All values are measured after at least 48 hours storage at 23MP176C/50% relative humidity. All properties, except the melt volume and melt flow rates, are measured on injection molded samples. All samples tested under ISO test standards are prepared according to ISO 284.

(2) Only typical data for selection purposes. Not to be used for part or tool design.
 (3) This rating is not intended to reflect hazards presented by this or any other material under actual fire conditions.
 (4) Internal measurements according to UL standards.
 (5) Measurements made from laboratory test coupon. Actual shrinkage may vary outside of range due to differences in processing conditions, equipment, part geometry and tool design. It is recommended that mold shrinkage studies be performed with surrogate or legacy tooling prior to cutting tools for new molded article.

Source GMD, last updated:

PLEASE CONTACT YOUR LOCAL SALES OFFICE FOR AVAILABILITY IN YOUR AREA.

DISCLAIMER: THE MATERIALS, PRODUCTS AND SERVICES OF SABIC INNOVATIVE PLASTICS HOLDING BV, ITS SUBSIDIARIES AND AFFILIATES (SELLERS) ARE SOLD SUBJECT TO SELLERS' STANDARD CONDITIONS OF SALE, WHICH CAN BE FOUND AT <http://www.sabic-ip.com> AND ARE AVAILABLE UPON REQUEST. ALTHOUGH ANY INFORMATION OR RECOMMENDATION CONTAINED HEREIN IS GIVEN IN GOOD FAITH, SELLER MAKES NO WARRANTY OR GUARANTEE, EXPRESS OR IMPLIED, (I) THAT THE RESULTS DESCRIBED HEREIN WILL BE OBTAINED UNDER END-USE CONDITIONS, OR (II) AS TO THE EFFECTIVENESS OR SAFETY OF ANY DESIGN INCORPORATING SELLERS' PRODUCTS, SERVICES OR RECOMMENDATIONS. EXCEPT AS PROVIDED IN SELLERS' STANDARD CONDITIONS OF SALE, SELLER SHALL NOT BE RESPONSIBLE FOR ANY LOSS RESULTING FROM ANY USE OF ITS PRODUCTS OR SERVICES DESCRIBED HEREIN. Each user is responsible for making its own determination as to the suitability of Seller's products, services or recommendations for the user's particular use through appropriate end-use testing and analysis. Nothing in any document or oral statement shall be deemed to alter or waive any provision of Seller's Standard Conditions of Sale or this Disclaimer unless it is specifically agreed to in a writing signed by Seller. No statement by Seller concerning a possible use of any product, service or design is intended, or should be construed, to grant any license under any patent or other intellectual property right of Seller or as a recommendation for the use of such product, service or design in a manner that infringes any patent or other intellectual property right. SABIC Innovative Plastics is a trademark of SABIC Holding Europe B.V.

* Lexan is a trademark of SABIC Innovative Plastics IP BV

© 1997-2011 SABIC Innovative Plastics Holding BV All rights reserved

PMMA



Product Information

PLEXIGLAS® 7H

Product Profile:

PLEXIGLAS® 7H is an amorphous thermoplastic molding compound (PMMA).

Typical properties of PLEXIGLAS® molding compounds are:

- good flow
- high mechanical strength, surface hardness and mar resistance
- high light transmission
- excellent weather resistance
- free colorability due to crystal clarity.

Special properties of PLEXIGLAS® 7H are:

- very good mechanical properties
- high heat deflection temperature
- high melt strength
- AMECA listing.

Application:

Used for extruding optical and technical profiles and sheets.

Examples:

sheets, tubes, multi-skin sheets, coextrusion of window profiles and similar applications

Processing:

PLEXIGLAS® 7H can be processed on extruders with 3-zone general purpose screws for engineering thermoplastics.

Physical Form / Packaging:

PLEXIGLAS® molding compounds are supplied as pellets of uniform size, packaged in 25kg polyethylene bags or in 500kg boxes with PE lining; other packaging on request.

Properties:

	Parameter	Unit	Standard	PLEXIGLAS® 7H
Mechanical Properties				
Tensile Modulus	1 mm/min	MPa	ISO 527	8200
Stress @ Break	5 mm/min	MPa	ISO 527	76
Strain @ Break	5 mm/min	%	ISO 527	5.5
Charpy Impact Strength	28°C	kJ/m²	ISO 179/1eU	20
Thermal Properties				
Vicat Softening Temperature	8 / 50	°C	ISO 806	108
Glass Transition Temperature		°C	IEC 10006	112
Temp. of Deflection under Load	0.45 MPa	°C	ISO 75	100
Temp. of Deflection under Load	1.8 MPa	°C	ISO 75	95
Coeff. of Linear Therm. Expansion	0 - 50°C	E-5 /K	ISO 11859	8
Fire Rating			DIN 4102	B2
Flammability UL 94	1.6 mm	Class	IEC 707	HB
Rheological Properties				
Melt Volume Rate, MVR	280°C / 8.8kg	cm³/10min	ISO 1188	1.4
Optical Properties				
	d=8 mm			
Luminous transmittance	D65	%	ISO 18468-2	92
Haze			ASTM D1008	< 0.5
Refractive Index			ISO 489	1.49
Other Properties				
Density		g/cm³	ISO 1188	1.19
Recommended Processing Conditions				
Predrying Temperature		°C		max. 98
Predrying Time in Desiccant-Type Drier		h		2 - 8
Melt Temperature		°C		220 - 260
Die Temperature (Extrusion)		°C		220 - 260

All listed technical data are typical values intended for your guidance. They are given without obligation and do not constitute a materials specification.

This information and all further technical advice is based on our present knowledge and experience. However, it implies no liability or other legal responsibility on our part, including with regard to existing third party intellectual property rights, especially patent rights. In particular, no warranty, whether express or implied, or guarantee of product properties in the legal sense is intended or implied. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments. The customer is not released from the obligation to conduct careful inspection and testing of incoming goods. Performance of the product described herein should be verified by testing, which should be carried out only by qualified experts in the sole responsibility of a customer. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation, nor does it imply that similar products could not be used.

The Business Unit Performance Polymers of Evonik is a worldwide manufacturer of PMMA molding compounds sold under the PLEXIGLAS® trademark on the European, Asian, African and Australian Continent and under the trademark ACRYLITE® in the Americas.

* = registered trademark

PLEXIGLAS and PLEXIMID are registered trademarks of Evonik Röhm GmbH, Darmstadt, Germany

Evonik Röhm GmbH Kirschenallee 64293 Darmstadt
Telefon +49 6151 18-4711 Telefax +49 6151 18-3177
www.plexiglas-polymers.com

Ref. No.: MC107-E v0160 Date: 2011-04-04

Evonik. Power to create.



Anexo III – Procedimento Experimental

Reometria Capilar



Figura 94 Reómetro capilar utilizado.

Os ensaios de reometria capilar foram realizados no equipamento Rosand RH10 da Bohlin Instruments igual ao apresentado na Figura 94.

Para a realização dos ensaios foram definidas as temperaturas de ensaio dos materiais a caracterizar. Para cada material foram selecionadas temperaturas de acordo com a gama de temperaturas de processamento, ou seja, estrategicamente, dentro do intervalo de temperaturas de processamento em extrusão.

Após ligar o equipamento, é necessário combinar as roscas e as fieiras - curta e longa, de forma que o *software* consiga estabelecer corretamente a correção de Bagley. As roscas e fieiras utilizadas foram selecionadas de modo a possuírem 1mm de diâmetro na fieira, as fieiras curta e longa possuíam um comprimento de 8 e 16 mm, respetivamente e a penetração de ambas na cavidade do reómetro era de 27 mm.

A definição especificada para o teste foi determinada de modo a obtermos valores de taxas de corte entre 10 a 10000 s⁻¹ e tentando que o equipamento conseguisse 10 pontos da curva de fluxo.

Posto isto, é inserido o material nas cavidades, comprimido para não possuir bolhas de ar entre o polímero fundido. Em seguida inicia-se o ensaio com o reómetro a efetuar dois estágios de pré aquecimento para que o polímero seja fundido completamente, de seguida submete o material a diferentes taxas de corte, controladas pela velocidade do pistão, que vai aumentando ao longo do ensaio.

Reometria de Pratos Paralelos



Figura 95 Prensa utilizada na preparação de amostras.

Para efetuar os ensaios de reometria rotacional é necessária uma preparação prévia das amostras. Na preparação das amostras foi utilizada uma prensa George & Moore Hidraulic Press SER n°H558/X (Figura 95). As amostras pretendidas para utilização posterior no reómetro de pratos paralelos foram placas circulares com 1 mm de espessura e 26 mm de diâmetro.

As condições para a preparação das amostras foram as mesmas, relativamente aos três polímeros caracterizados, o material granulado foi colocado em moldes revestidos com um filme de Teflon (para facilitar a desmoldagem) com as dimensões pretendidas, prensado a uma pressão de 10 toneladas e sujeito a um estágio de 6 minutos a 220°C, sendo em seguida arrefecido em água à temperatura ambiente

Ensaio em Corte

Para a realização dos ensaios de reometria rotacional foi utilizado o reómetro Paar Physica MCR300 (Figura 96), com um prato paralelo de 25 mm. As temperaturas para a realização dos ensaios foram as mesmas aplicadas nos ensaios de reometria capilar, para no final efetuar a sobreposição das curvas de fluxo dos dois ensaios. O *gap* (distância entre pratos) definido foi de 0,8 mm. As taxas de corte impostas para elaboração da curva de fluxo foram de 0,001 s⁻¹ para 10 s⁻¹.



Figura 96 Reómetro de pratos paralelos utilizado.

Para realizar os ensaios é necessário ligar um sistema adjacente de controlo de temperatura e ar comprimido (sistema de arrefecimento). Posteriormente inicia-se o reómetro e o respetivo *software*, é realizada uma calibração à cabeça do reómetro, outra à geometria, em seguida coloca-se o

equipamento à temperatura desejada, e quando atingir a temperatura de ensaio realiza-se o *zero - gap* para que o reómetro assuma a posição de 0 mm quando estiver efetivamente nessa posição.

Procede-se então à colocação da amostra sobre um prato fixo, esta tarefa deve ser realizada com muito cuidado para que a amostra se encontre exatamente no local para ela delimitado e não deve ser analisada fora do limite imposto. Para tal, após a colocação da amostra faz-se descer o prato que irá rodar com uma velocidade angular w , este irá parar 0,5 mm acima da posição do *gap* para se efetuar a limpeza do material ao redor dos pratos que se encontra em excesso. Após a limpeza o prato superior desce até à posição desejada e inicia o ensaio.

Ensaio Oscilatórios com Varrimento em Frequência

Para realização dos ensaios em regime oscilatório utilizou-se o mesmo reómetro rotacional dos ensaios em corte. As temperaturas dos ensaios foram as mesmas aplicadas nos ensaios descritos anteriormente, o *gap* entre os pratos foi igualmente de 0,8 mm.

O procedimento experimental é em parte semelhante ao procedimento realizado nos ensaios em corte, pelo que é igualmente necessário realizar a ligação do equipamento adjacente (ar comprimido e sistema de controlo de temperatura). É efetuada a calibração da cabeça do reómetro, em seguida uma calibração à geometria e por fim o *zero - gap*. A geometria do prato foi a mesma que se utilizou nos ensaios em corte.

De modo a permitir a interceção dos módulos G' e G'' foram realizados varrimentos em frequência de 100 Hz para 0,01 Hz.

MFI

Esta técnica, tal como referido anteriormente, permite aferir o nível de viscosidade dos materiais em estudo, o equipamento utilizado na realização dos

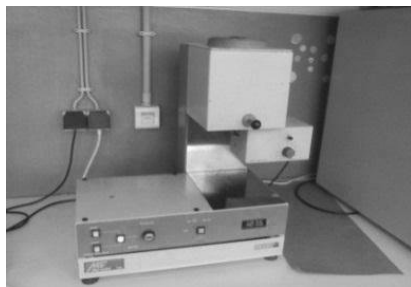


Figura 97 Equipamento utilizado para realização dos ensaios MFI.

ensaios foi o Ceast Melt Flow T.Q. (Figura 97). As condições em que se realizaram os ensaios foram selecionadas de acordo com as fichas técnicas dos fabricantes.

Quando o equipamento atingir a temperatura desejada, procedemos à colocação do polímero no canal.

Em seguida coloca-se a carga adequada para a realização do ensaio de acordo com a tabela das condições do ensaio apresentada anteriormente (Secção 2.2.3.).

A fieira utilizada para todos os ensaios possuía 2,09 mm de diâmetro. Numa fase inicial deixa-se o fundido começar a sair da fieira, depois realiza-se o primeiro corte.

A partir desse momento é feita a cronometragem do tempo de ensaio desejado. Após atingir o tempo de ensaio desejado é feito o corte do material. Para os polímeros em estudo, o corte foi realizado após 10 minutos.

Por fim, procedemos ao peso da quantidade que escoou durante o tempo estipulado, para tal foi utilizada uma balança com uma precisão de 0,001 g.

Microscopia Ótica

A preparação de amostras da etapa de avaliação de instabilidades envolveu o corte das amostras do canal da fieira e do produto coextrudido.

Para realização do corte das amostras foi utilizada uma serra com um fio revestido por pó de diamante (Figura 98).

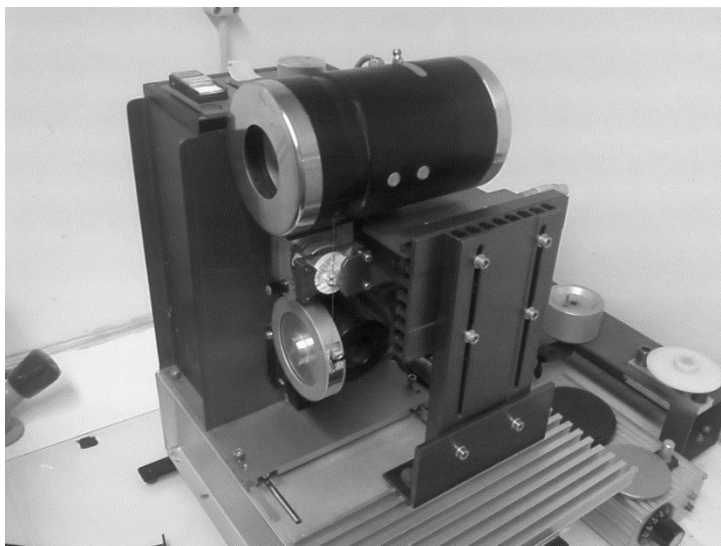


Figura 98 Serra fio de diamante utilizada no corte de amostras.

Com o intuito de realizar o corte das amostras, é necessário colocar as amostras no suporte do equipamento fixadas de modo que não ocorram oscilações da peça durante o corte.

De seguida, liga-se o equipamento com a velocidade de corte desejada e aguarda-se que o equipamento realize o corte por gravidade.

Anexo IV – Resultados Obtidos

Curvas de Fluxo

Mediante o que foi descrito nos resultados obtidos nos ensaios de reometria do ABS, não foi possível visualizar o patamar Newtoniano da curva de fluxo deste material.

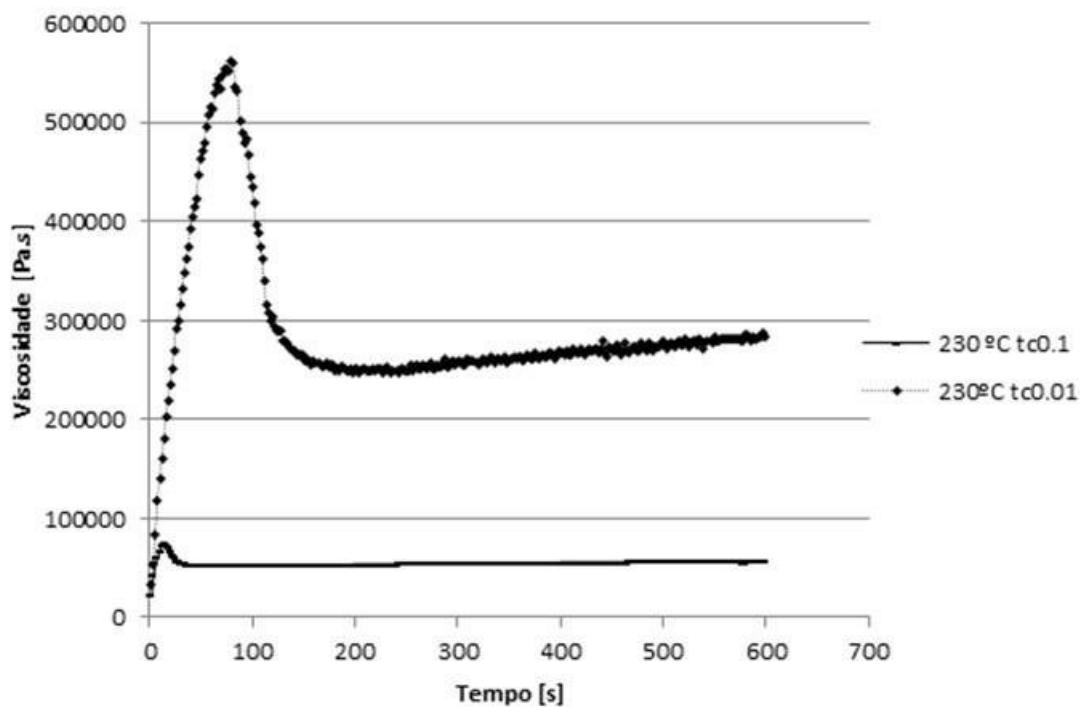


Figura 99 resultados obtidos na reometria do ABS a taxa de corte constante (0,1 e 0,01 s⁻¹).

Os resultados apresentados na Figura 99 indicam a viscosidade do ABS às taxas de corte de 0,1 e 0,01 s⁻¹.

Na esperança de caracterizar o patamar Newtoniano do ABS, era esperado que as curvas obtidas tendessem para o mesmo nível de viscosidade. No entanto, foi constatado que os valores de viscosidade medidos não são próximos, o que não poderá originar um patamar na curva de fluxo.

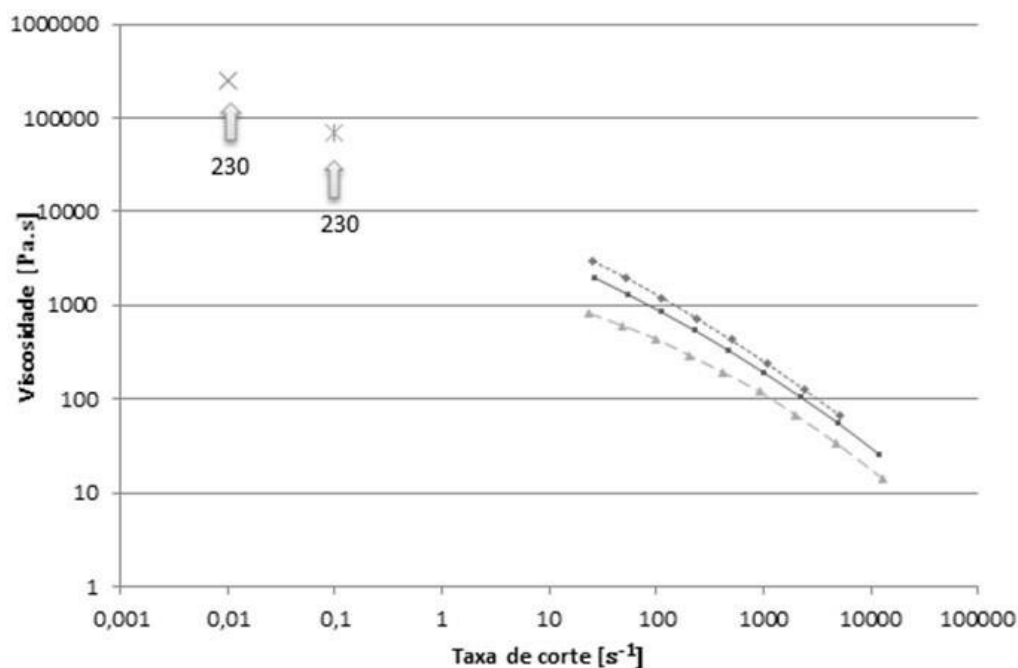


Figura 100 Sobreposição dos valores de viscosidade obtidos na reometria a taxa de corte constante na curva de fluxo do ABS.

Foram considerados estes valores de viscosidade para colocação na curva de fluxo obtida (Figura 100). Desta feita, foi visto que estes valores são coerentes com os obtidos experimentalmente na curva de fluxo. Deste modo é possível afirmar com certeza de que os resultados obtidos são válidos e que o patamar Newtoniano do ABS se encontra a taxas de corte inferiores.

Os problemas constatados na reologia do PC passaram pela impossibilidade de realizar a caracterização da curva de fluxo à temperatura de 320°C.

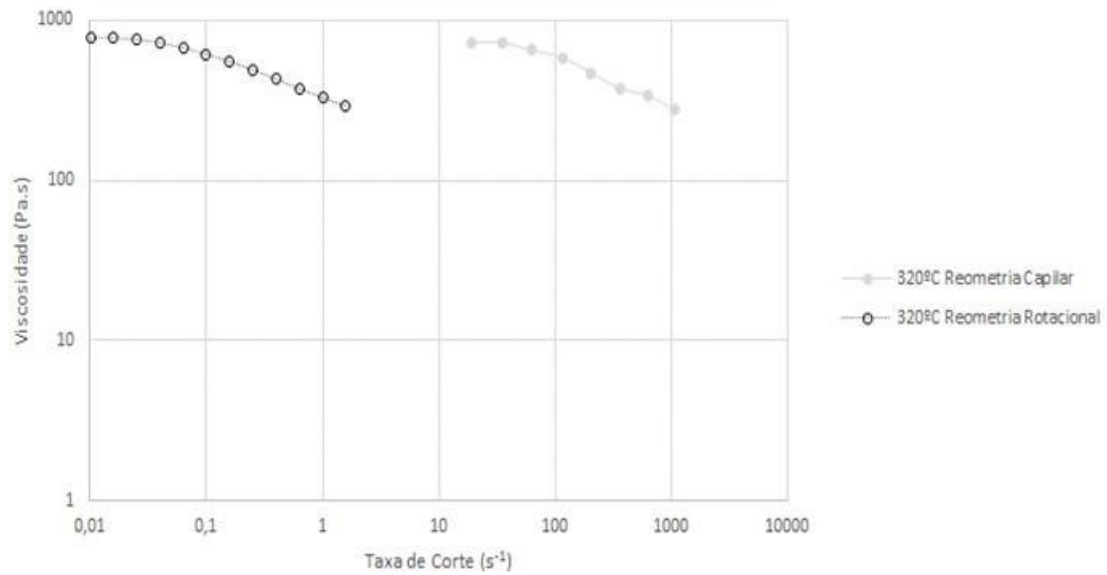
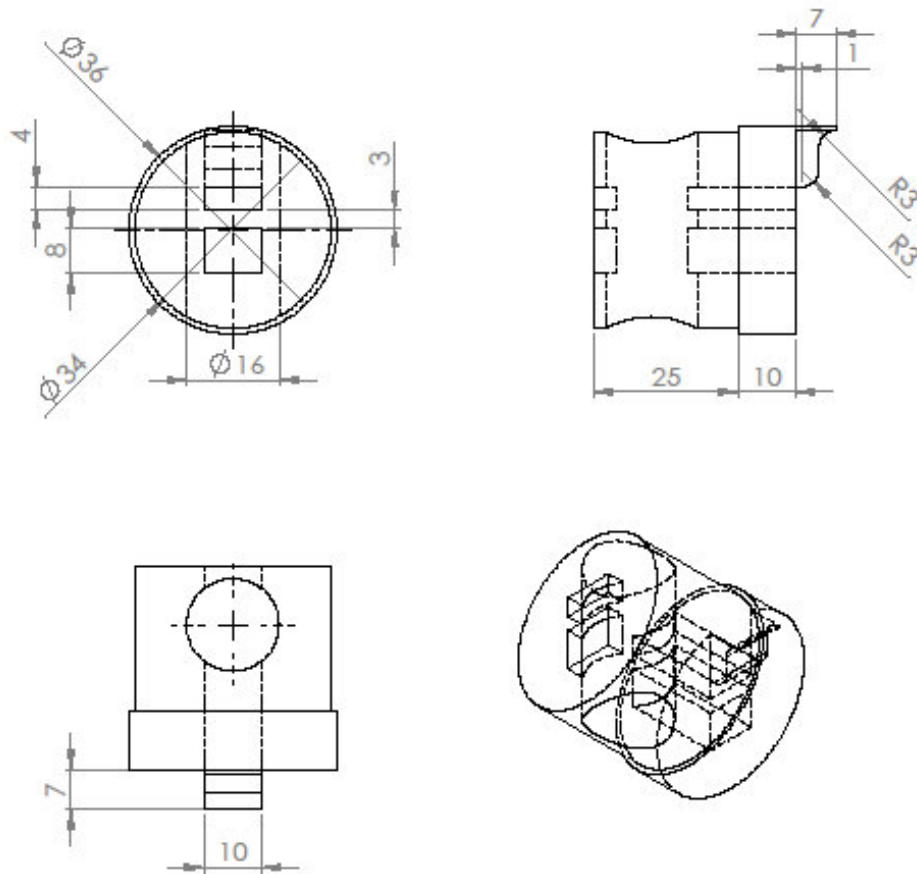


Figura 101 Sobreposição dos resultados obtidos nos melhores ensaios de reometria capilar e rotacional a 320°C para o PC.

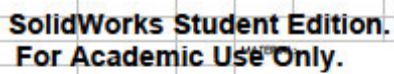
Na Figura 101 encontra-se a curva de fluxo obtida na caracterização reológica do PC a 320°C. Como é perceptível os resultados não são coerentes.

O facto da incoerência dos resultados pode residir no facto de este material ser considerado de baixa viscosidade e com a temperatura imposta apresentar um comportamento que é de medição complexa, dados os baixos valores de viscosidade.

Peça 2

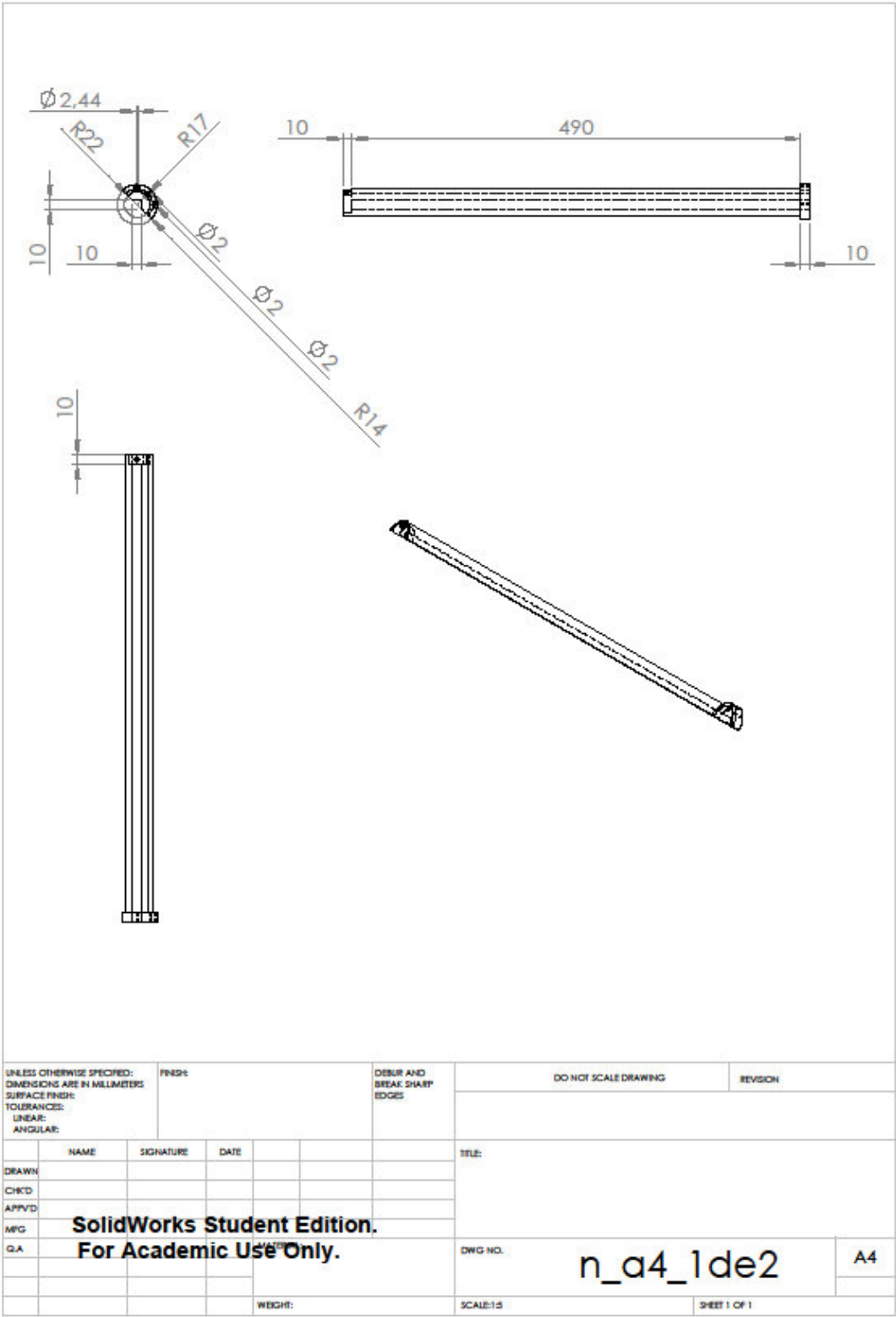


UNLESS OTHERWISE SPECIFIED: DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS SURFACE FINISH: TOLERANCES: LINEAR: ANGULAR:				FINISH:		DEBUR AND BREAK SHARP EDGES		DO NOT SCALE DRAWING		REVISION	
NAME		SIGNATURE		DATE				TITLE:			
DRAWN											
CHECK'D											
APP'D											
MFG											
Q.A.								DWG NO.		n_a2_novo	
								SCALE:1:1		SHEET 1 OF 1	
										A4	

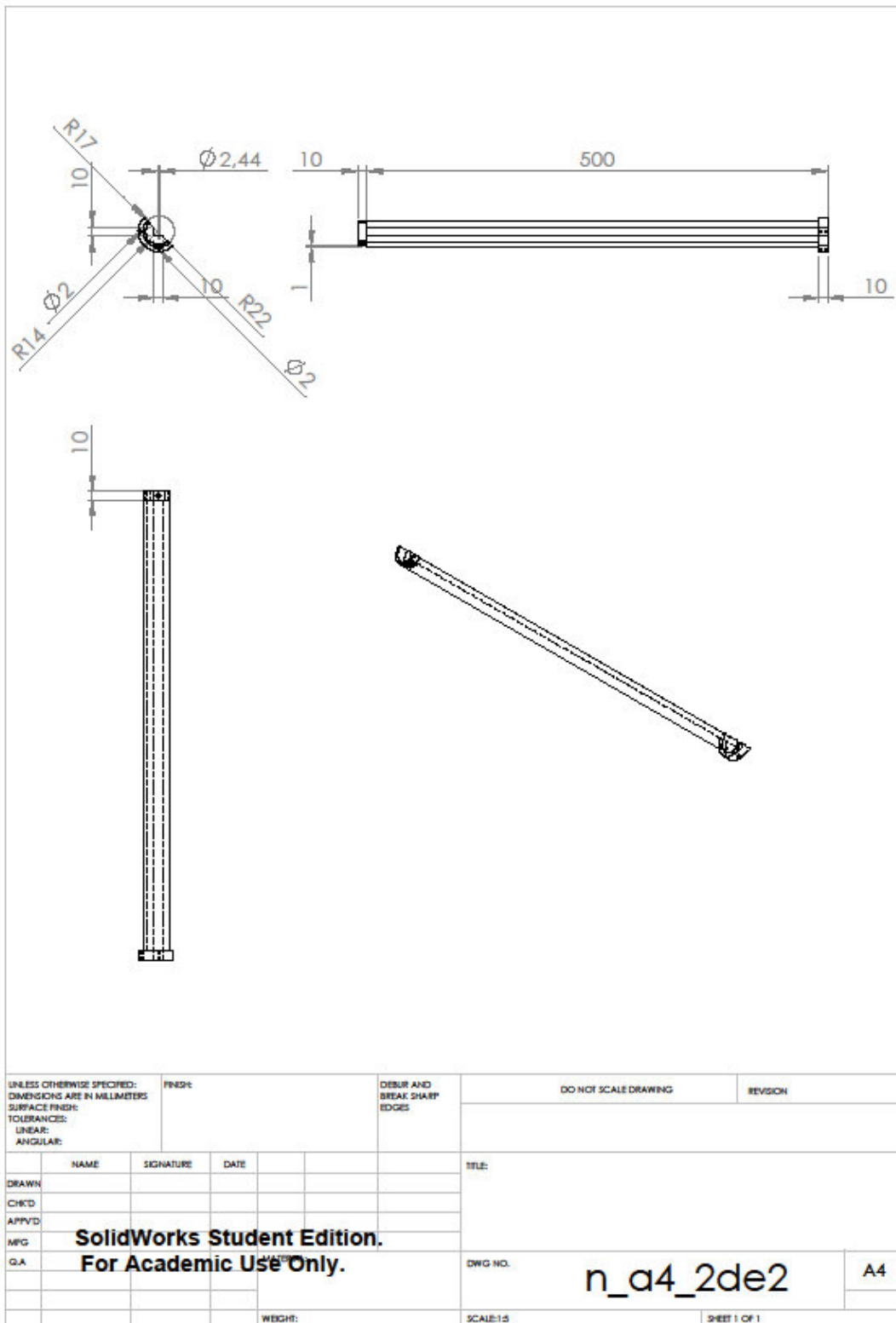


Módulo 3

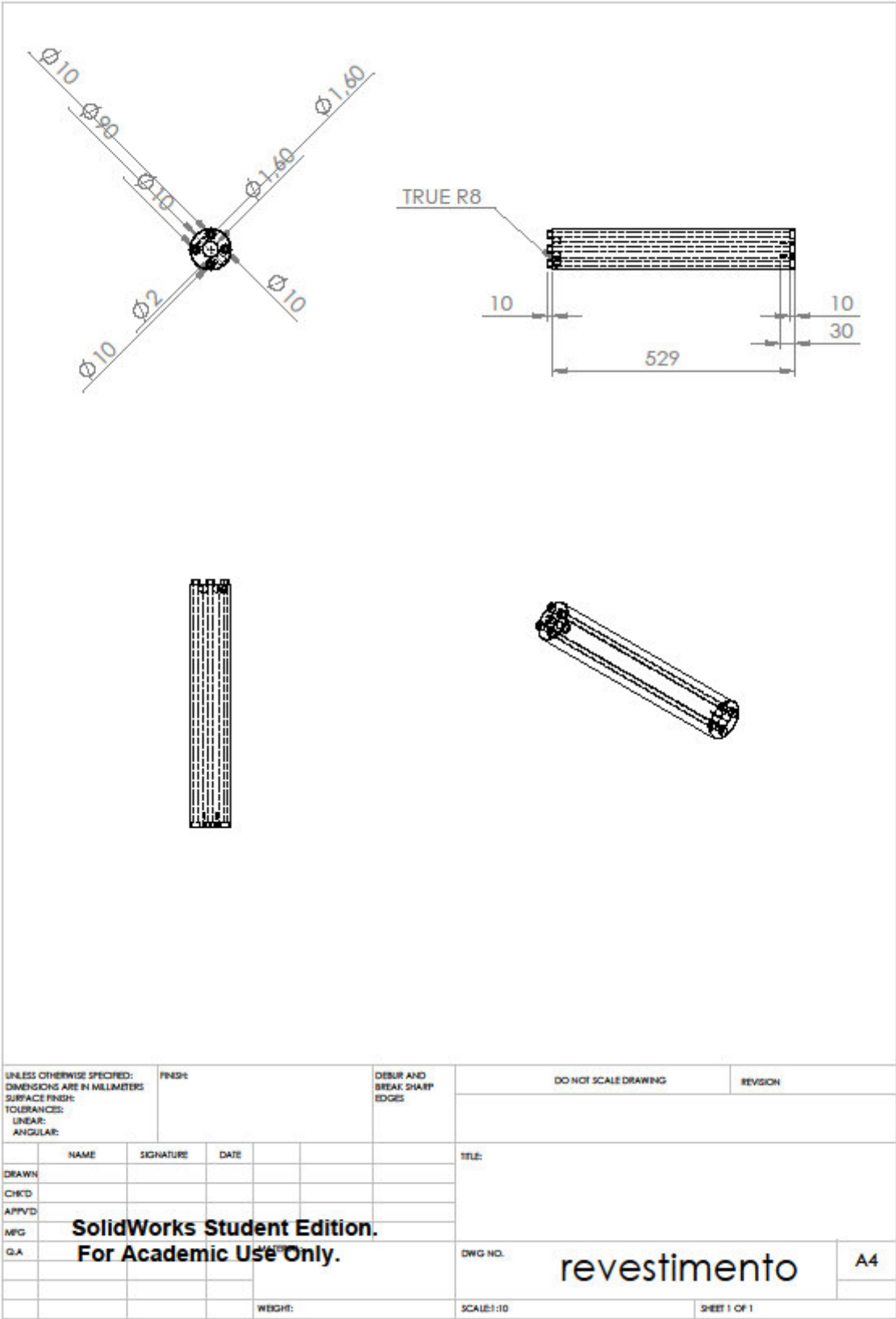
Peça 1



Peça 2



Revestimento



Válvula

