



## PARTE VII      ESCOAMENTO DE FLUÍDOS



### CAPÍTULO 25 – ENSAIOS EM REÔMETRO ROTACIONAL TIPO CILINDROS COAXIAIS

**Christine Rabello Nascimento**

Engenheira Química/UFRJ, Mestre e Doutora em  
Ciência e Tecnologia de Polímeros/Instituto de  
Macromoléculas/UFRJ  
Pesquisadora do CETEM/MCT



## 1. INTRODUÇÃO

Os reômetros com geometrias do tipo cilindros coaxiais são reômetros rotacionais que promovem a deformação por cisalhamento do material por meio da rotação de um elemento sensor no interior ou exterior da amostra (Figura 1). Este tipo de configuração é utilizada para determinação de propriedades reológicas de materiais de baixa e média viscosidade, tais como soluções, solventes, suspensões e emulsões (Possa, 2004). No caso de materiais muito viscosos, deve ser empregado outros tipos de geometrias, como a de cone e placa ou placas paralelas, por exemplo. Em se tratando de suspensões com elevada tendência à sedimentação, é recomendável o uso de rotores do tipo *vane rotors*.

Ao contrário dos viscosímetros, os reômetros possuem alta sensibilidade e um ótimo controle da temperatura e da taxa de cisalhamento, o que acarreta em resultados mais precisos. Além disto, os reômetros são equipamentos mais versáteis, permitindo a escolha de diferentes métodos de análise (tensão ou taxa de cisalhamento controlada), a realização de testes dinâmicos oscilatórios e possibilitando que várias medidas sejam feitas em um único teste. O sistema de aquisição e processamento dos dados adquiridos por meio de um computador consiste numa vantagem inquestionável do reômetro em relação a maioria dos viscosímetros de mesma geometria, visto que isto permite o acompanhamento *on-line* do comportamento da amostra e não apenas a obtenção de medidas pontuais de suas propriedades.

A partir das propriedades reológicas podem ser obtidas informações sobre a estrutura de um material bem como o seu comportamento durante um determinado processo. Para tanto, na metodologia empregada nos testes, devem ser levadas em conta as condições de processo, se possível, reproduzir condições tais como a temperatura e taxa de cisalhamento, entre outras. Exemplificando: se o material for uma suspensão concentrada, o que torna bastante improvável que tenha um comportamento de fluido Newtoniano, a determinação do perfil da curva de viscosidade deve ser feita dentro de uma faixa de taxas de cisalhamento, que inclua as taxas usualmente aplicadas no processo de bombeamento, caso seja este o processo de interesse.

A validade dos resultados obtidos no reômetro depende do atendimento a duas condições básicas:

- (i) aderência da camada de fluido que está em contato direto com a superfície do reômetro;
- (ii) fluxo é laminar (ausência de turbulências).

Nem sempre é trivial verificar a ausência de turbulência dentro da geometria de teste. Pode-se observar se há a formação de pequenos rodaminhos ou zonas de instabilidade na superfície do fluido durante o teste ou, no caso de suspensões concentradas, se a camada de material depositada na superfície do sensor possui buracos. O regime turbulento pode ocorrer quando o material é submetido a taxas elevadas de cisalhamento e se manifesta nos resultados como um aumento brusco da viscosidade (como se o fluido tivesse um comportamento dilatante). Para testes feitos com taxas elevadas, devem ser escolhidos conjuntos de copo/rotor com pequena distância entre estes elementos. Contudo, no caso das suspensões, deve-se observar que essa distância seja pelo menos cinco vezes o tamanho da maior partícula contida na amostra.

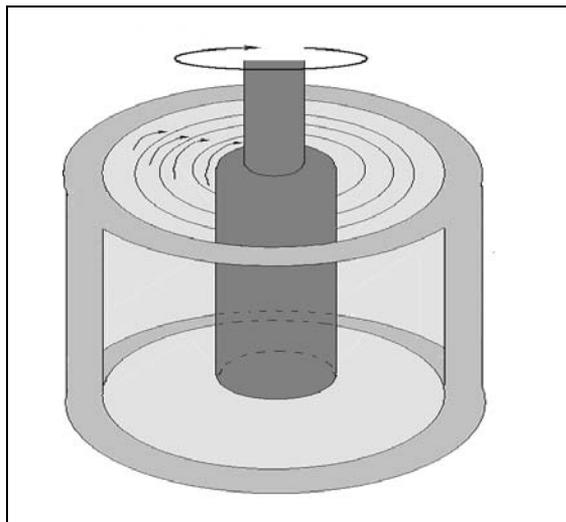


Figura 1 – Elementos básicos para o teste reológico em reômetro tipo cilindros coaxiais.

Observa-se que para um fluido não Newtoniano, quanto maior o gap, maior o erro induzido pela não linearidade do perfil de velocidade. Usualmente, recomenda-se um gap tal que a razão entre o raio do cilindro externo e interno seja menor que 1.10.

De acordo com a informação desejada, as medidas reológicas podem ser feitas em regime permanente de cisalhamento, em regime oscilatório ou dinâmico. No regime permanente, o rotor gira num único sentido com velocidade constante, de tal modo que o fluxo seja laminar, no qual a camada de material que está em contato com o rotor possui a mesma velocidade deste elemento, e a camada em contato com o copo possui velocidade zero. No regime oscilatório, o rotor gira alternadamente nos dois sentidos e, na maioria das vezes, não é desejável que haja fluxo, mas apenas a deformação do material. Os ensaios oscilatórios são utilizados na determinação das propriedades viscoelásticas do material.

Deve-se evitar que falhas de operação ou na manipulação da amostra levem a resultados errados. Como erros na operação, podem ser citados a colocação da quantidade incorreta de amostra, a presença de bolhas no material ou impurezas, tempo insuficiente para que a amostra atinja a temperatura do teste e escolha inadequada do sensor. A ocorrência de turbulência, sedimentação, absorção de umidade (no caso de amostra higroscópica) e a degradação térmica (no caso de materiais sensíveis) também comprometem os resultados. Sensores desalinhados ou com superfície desgastada devem ser reparados. Neste caso, o uso de uma substância padrão, com perfil de viscosidade conhecido, pode ser útil na identificação do problema.

Todo reômetro possui um limite máximo de torque e velocidade de rotação em que pode operar. Contudo, isso não chega a ser uma dificuldade para o usuário, já que o equipamento possui sistemas de segurança e alarme. O próprio *software* pode acusar, durante o preenchimento das condições do teste, que determinado valor de rotação está acima do permitido. Vale a pena lembrar que a troca por um conjunto copo/rotor mais adequado pode ser uma solução para este caso.

Neste Capítulo serão descritos os testes que podem ser realizados no reômetro com geometria tipo cilindros coaxiais, as propriedades obtidas em cada teste e a importância destas propriedades na caracterização do material. É importante ressaltar que existem vários fatores que podem influenciar nas propriedades reológicas, tais como temperatura, pressão, tempo de análise e taxa de cisalhamento. No caso de suspensões, também influenciam a concentração, a forma e distribuição de tamanho das partículas, o pH, a carga superficial das partículas e a presença de aditivos, como os agentes dispersantes, por exemplo.

Os procedimentos descritos são aplicáveis em reômetros da marca HAAKE, modelo RheoStress 1, ou similares.

## 2. TESTES REOLÓGICOS

### **Manutenção da Tensão ( $\tau$ ) ou da Taxa de Cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ) Durante um Período, com Temperatura Constante**

Neste teste mede-se  $\dot{\gamma}$  ou  $\tau$ , a depender da variável fixa. O valor da viscosidade ( $\eta$ ) é calculado como a razão  $\eta = \tau / \dot{\gamma}$ . Caso o valor de  $\eta$  varie com o tempo, isto pode revelar a ocorrência de tixotropia ( $\eta$  diminui com o tempo) ou reopexia ( $\eta$  aumenta com o tempo).

### **Varição da Tensão ( $\tau$ ) ou da Taxa de Cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ) Durante um Período, com Temperatura Constante**

A variação de  $\dot{\gamma}$  ou  $\tau$  pode ser executada continuamente (rampa) ou em etapas (degraus). Em ambos os casos, são obtidas as curvas de fluxo e de viscosidade como resultado. No caso da rampa, são fixados os valores inicial e final de  $\dot{\gamma}$  ou  $\tau$ , o tempo que o equipamento levará para aumentar (ou diminuir)  $\dot{\gamma}$  ou  $\tau$  e o número de pontos adquiridos neste procedimento. A variação em degraus possibilita que a medida seja tomada dentro de um patamar fixo de  $\dot{\gamma}$  ou  $\tau$ , proporcionando uma condição mais estável na tomada do ponto e uma maior reprodutibilidade dos resultados.

Com o perfil das curvas, é possível caracterizar o tipo de fluido e obter informações estruturais. Exemplificando: a presença de agregados em uma

suspensão pode resultar num comportamento pseudoplástico facilmente identificável pelas curvas de viscosidade.

Esse teste também serve como mecanismo de controle de processos e da qualidade de produtos. Por exemplo, a observação de valores altos de tensão no ponto de escoamento, proporciona maior estabilidade da suspensão, mas esse fato, em contrapartida, acarreta sobrecarga nas bombas, caso esse fluido seja bombeado.

### **Variação da Temperatura Durante um Período, com Tensão ( $\tau$ ) ou Taxa de Cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ) Constante**

Este ensaio deve ser feito quando a dependência da viscosidade em relação à temperatura for uma informação relevante como, por exemplo, no caso de óleos para lubrificação de motores.

A temperatura pode ser programada para variar de modo contínuo (rampa) ou em etapas (degraus).

### **Teste de Fluência e Recuperação**

A fluência, que significa a capacidade de um corpo se deformar lentamente quando submetido a uma tensão constante, é uma característica marcante de materiais viscoelásticos, tais como polímeros e algumas suspensões concentradas. A propriedade reológica obtida num ensaio de fluência é conhecida como compliância em cisalhamento ( $J$ ), que é definida pela função  $J(t, \tau) = \gamma(t)/\tau$  (Bretas e D'ávila, 2000).

Este teste é especialmente útil na avaliação de materiais viscoelásticos. Ele pode ser dividido em duas etapas: (i) o material é submetido a uma tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) constante por um período  $t_1$ ; (ii) a tensão é retirada instantaneamente por um período  $t_2$  e a recuperação do fluido é observada. Durante todo o teste, a deformação ( $\gamma$ ) em função do tempo é medida (Figura 2).

Quando a tensão é retirada, o material tende a retomar parte da sua posição inicial ( $\gamma_e$ , deformação elástica), contudo sua característica viscosa faz com que uma parte da deformação permaneça ( $\gamma_v$ , deformação viscosa). A deformação elástica (recuperável) e viscosa (irrecuperável) são, portanto,

medidas. Ligações e interações fortes na microestrutura do material aumentam a característica de elasticidade, contudo a aplicação de tensões excessivas pode acarretar o rompimento total da estrutura e a não detecção da deformação elástica.

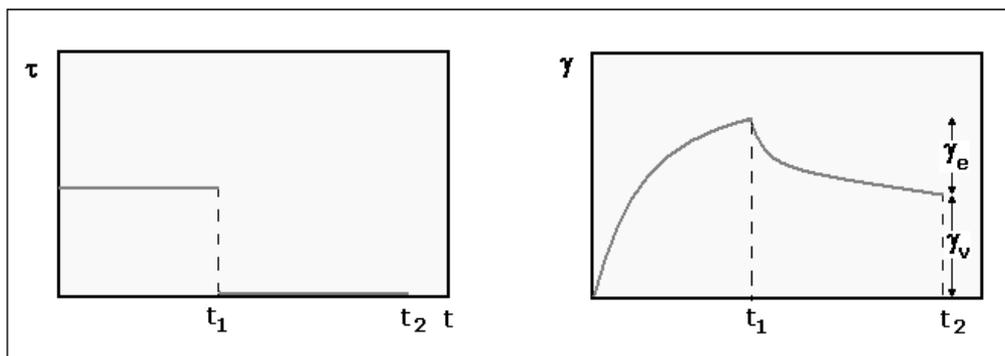


Figura 2 – Esquema representativo do teste de fluência e recuperação.

### Teste de Tixotropia

Existem fluidos cuja relação entre a taxa de cisalhamento e a tensão de cisalhamento dependem do tempo – são os chamados “fluidos tempo-dependentes”. Esta dependência do tempo pode ser encontrada em materiais pseudoplásticos ou dilatantes, podendo ser visualizada quando a curva relativa ao aumento de  $\dot{\gamma}$  não é coincidente com a curva de decréscimo de  $\dot{\gamma}$  na curva de fluxo, formando a curva de histerese (Figura 3). Este comportamento ocorre quando as mudanças estruturais são mais lentas que o tempo de realização do teste. A rigor todos os fluidos nos quais ocorrem fenômenos de formação ou destruição de estruturas com a variação da taxa de cisalhamento são dependentes do tempo, pois o processo de mudança estrutural acontece num intervalo de tempo finito.

A taxa de formação da estrutura durante o processo de desaceleração não é necessariamente igual à taxa com que a estrutura inicial é destruída durante o processo de aceleração. Contudo, se ambas as mudanças forem muito rápidas, as curvas equivalentes aos dois processos irão se sobrepor, pois a diferença entre elas não será detectável. Dá-se o nome de tixotropia ao fenômeno observado quando o processo de recomposição da estrutura é mais

lento que o processo de destruição da estrutura inicial. Já os materiais reopéticos, extremamente raros, possuem o processo de recomposição da estrutura mais rápido do que o processo de destruição.

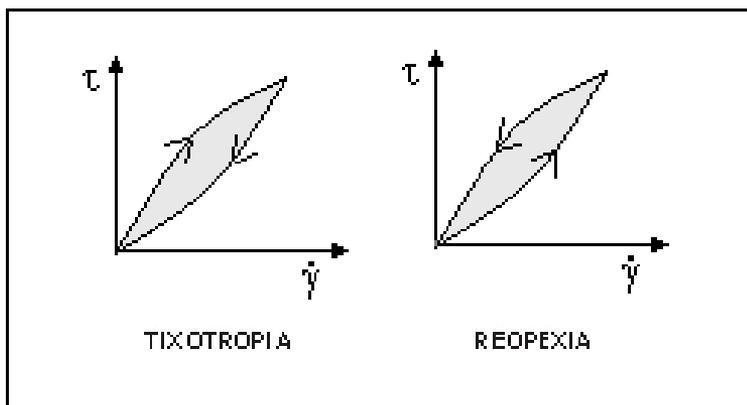


Figura 3 – Curvas de histerese de fluidos tixotrópicos e reopéticos.

Uma programação básica para um teste capaz de quantificar o valor de tixotropia de um dado material seria:

- (i) rampa de aumento de taxa de cisalhamento de 0 a  $\dot{\gamma}_M$  ( $s^{-1}$ ) por um período  $t_1$ , a uma temperatura T fixa;
- (ii) manutenção da taxa de cisalhamento  $\dot{\gamma}_M$  ( $s^{-1}$ ) por um período  $t_2$ , a temperatura T fixa;
- (iii) rampa de redução de taxa de cisalhamento de  $\dot{\gamma}_M$  a 0 ( $s^{-1}$ ) por um período  $t_1$ , a uma temperatura T fixa.

Onde  $\dot{\gamma}_M$  é o valor máximo de taxa de cisalhamento escolhido pelo operador.

O valor de tixotropia pode ser calculado como a diferença entre as áreas sobre as curvas de aumento e de redução de  $\dot{\gamma}$ . Contudo, é importante salientar que este é um teste relativo e, portanto, os valores de tixotropia só são comparáveis para a mesma condição de análise. Testes realizados com períodos diferentes de rampa, mesmo utilizando a mesma faixa de taxas de cisalhamento, acarretam em valores diferentes de tixotropia.

### **Determinação da Tensão no Ponto de Escoamento**

A tensão no ponto de escoamento ( $\tau_0$ ) pode ser definida como a tensão mínima com base na qual o material efetivamente flui, ou seja, o material se comporta como um sólido para valores de  $\tau$  inferiores a  $\tau_0$ . Cremes, pastas, géis e uma infinidade de produtos são exemplos de fluidos que possuem  $\tau_0$ . Sabe-se que, no caso das suspensões, a existência de  $\tau_0$  está relacionada à presença de interações entre as partículas que propiciam a formação de uma rede contínua, cuja resistência está relacionada com a força dessas interações (Uhlherr *et al.*, 2005).

Os testes para a determinação da tensão no ponto de escoamento são descritos a seguir.

#### **a) Método da Extrapolação da Curva de Fluxo**

A tensão no ponto de escoamento ( $\tau_0$ ) pode ser calculada como a interseção da curva de fluxo ( $\tau \times \dot{\gamma}$ ) com o eixo da ordenada ( $\dot{\gamma} = 0$ ). Isto pode ser feito por meio de uma regressão linear, caso o fluido em questão se comporte como fluido de Bingham, ou utilizando um outro modelo matemático que se ajuste melhor à curva experimental.

O teste para a obtenção da curva de fluxo consiste na aplicação de uma rampa de taxa de cisalhamento com a determinação da tensão de cisalhamento (vide item 2).

#### **b) Método da Deformação Controlada**

Neste teste ocorre a aplicação de uma velocidade de rotação fixa durante um período e a determinação do perfil de tensão de cisalhamento correspondente. Determina-se como  $\tau_0$  o ponto máximo da curva de tensão de cisalhamento *versus* tempo. Este é um método relativo em que só é válida a comparação entre os valores obtidos em condições de teste idênticas, incluindo o número de pontos tomados.

#### **c) Método da Rampa de Tensão**

O teste consiste em aplicar uma rampa de tensão, em que a tensão de cisalhamento varie entre um valor mínimo e máximo, de tal forma que o intervalo entre eles inclua  $\tau_0$ . Caso não haja um valor estimado para  $\tau_0$ , o valor

mínimo escolhido deve ficar um pouco acima do limite aceito pelo equipamento. O mais recomendado é que o valor da tensão mínima seja uma ou duas décadas (ordem de grandeza logarítmica) abaixo de  $\tau_0$ . A curva de deformação ( $\gamma$ ) *versus* tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) deve ser analisada na escala logarítmica e  $\tau_0$  é determinado como o ponto de inflexão desta curva (Figura 4). O tempo de rampa pode influenciar no resultado (o método é relativo). O tempo médio recomendado para o teste é de três minutos.

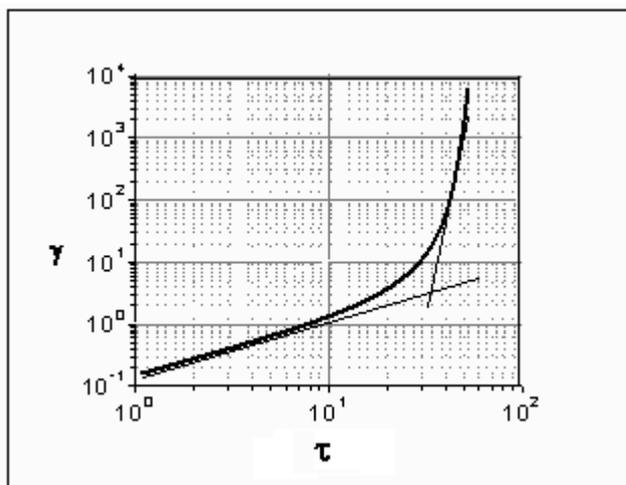


Figura 4 – Curva de deformação ( $\gamma$ ) *versus* tensão de cisalhamento ( $\tau$ ).

#### d) Teste de Fluência

Neste teste a amostra deve ser submetida a uma tensão constante por um período determinado, devendo ser observado se ocorre ou não variação da deformação ( $\gamma$ ) com o tempo. Inicialmente, deve ser escolhido o valor de tensão mais baixo possível aceito pelo equipamento. Se for observado que  $\gamma$  não varia com o tempo – o que significa que a curva de deformação *versus* tempo é uma reta paralela ao eixo das abscissas – então, deve ser feito um novo teste, utilizando um valor de tensão maior. Este procedimento deve ser repetido sucessivamente, até que seja observada uma tendência de aumento de  $\gamma$ , o que indica que, para este valor de tensão, ocorre o escoamento. A tensão no ponto de escoamento estará no intervalo entre o último valor de tensão escolhido (em que houve escoamento) e o penúltimo. Uma

desvantagem deste método seria a necessidade de longos tempos de teste, já que, dependendo do material, a inclinação da curva pode ser tão tênue que se tornem necessários períodos longos para verificar o aumento de  $\gamma$ .

#### e) Teste de Varredura de Tensão

Trata-se de um teste feito em regime oscilatório, em que a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) é programada para variar como uma função senoidal (Equação 1). Os parâmetros a serem definidos consistem na faixa de tensão aplicada (amplitudes mínima e máxima), na frequência ( $f$ ) ou frequência angular ( $\omega$ ) da oscilação e no número de intervalos do teste.

$$\tau(t) = \tau_M \text{ sen}(\omega t) \quad [1]$$

onde:

$\tau(t)$  - tensão de cisalhamento em função do tempo;

$\tau_M$  - amplitude da tensão de cisalhamento;

$\omega$  - frequência.

O equipamento mede a variação da deformação em função do tempo ( $\gamma(t)$ ), que também pode ser descrita como uma função senoidal, com um fator de defasagem  $\delta$  em relação à  $\tau(t)$  (Equação 2). Com isto, podem ser calculadas diversas propriedades reológicas, tais como módulo complexo em cisalhamento  $G^*$ , o módulo de armazenamento em cisalhamento  $G'$ , o módulo de perda em cisalhamento  $G''$  e a tangente de perda ou coeficiente de amortecimento  $\tan\delta$ . Cada grandeza terá valores constantes para valores de  $\tau$  menores que a tensão no ponto de escoamento e, portanto, uma forma de se determinar  $\tau_0$  é por meio do gráfico da propriedade reológica *versus* tensão de cisalhamento (Figura 5).

$$\gamma(t) = \gamma_M \text{ sen}(\omega t + \delta) \quad [2]$$

Esse método é relativo, visto que o valor de  $\tau_0$  depende da frequência escolhida para o teste.

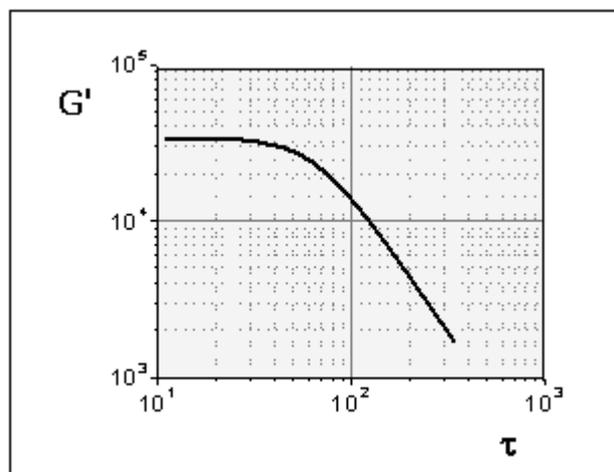


Figura 5 – Curva de módulo de armazenamento ( $G'$ ) *versus* tensão de cisalhamento ( $\tau$ ).

### Determinação da Faixa de Viscoelasticidade Linear

O teste de varredura de tensão, descrito no item (2.e), também é adequado para a determinação da faixa de viscoelasticidade linear. Este seria um teste preliminar para se determinar a amplitude máxima (em termos de tensão ou de deformação) em que as propriedades viscoelásticas não variam em função da tensão de cisalhamento ou da deformação. Este valor de amplitude máxima não deve ser excedido quando forem realizados outros testes oscilatórios como, por exemplo, o teste de varredura de frequência. Contudo, como a amplitude máxima também é função da frequência, deve ser escolhido um valor de amplitude que seja satisfatório para qualquer valor de frequência a ser utilizado.

Na Figura 6 está ilustrado um gráfico típico, obtido no teste de varredura de tensão ( $\tau$ ), em que a propriedade reológica calculada é o módulo de armazenamento ( $G'$ ). Observa-se que a faixa de viscoelasticidade linear do ensaio realizado na frequência de 10 Hz é maior em relação ao ensaio realizado com 1 Hz e, portanto, o valor máximo de tensão de cisalhamento ( $\tau_{m2}$ ) que pode ser utilizado nos demais ensaios a 10 Hz também é maior.

O tamanho da faixa de viscoelasticidade linear também é um indicativo da estabilidade da suspensão. Uma faixa ampla significa que o material tolera uma deformação mais elevada antes de sua estrutura se “romper”.

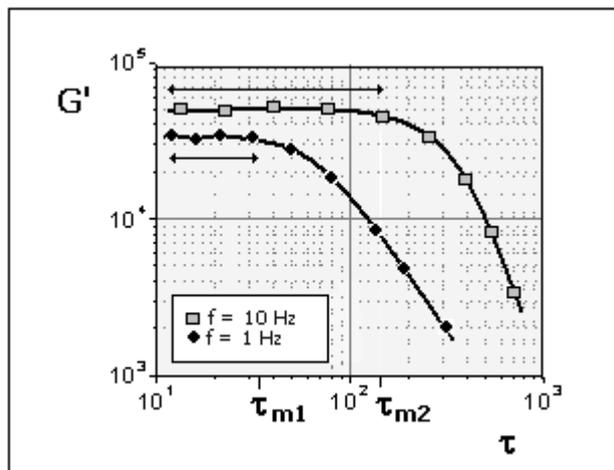


Figura 6 – Curvas de módulo de armazenamento ( $G'$ ) versus tensão de cisalhamento ( $\tau$ ), obtidas nas frequências de 1 e 10 Hz.

Outra forma de se fazer esta determinação é por meio da varredura da deformação. Neste caso, o parâmetro medido é a variação da tensão de cisalhamento com o tempo.

#### Teste de Varredura de Frequência

O teste de varredura de frequência fornece informações estruturais de fluidos, caracterizando-os quanto a sua natureza viscoelástica. O teste consiste na aplicação da tensão de cisalhamento ( $\tau(t)$ ) ou da deformação ( $\gamma(t)$ ), na forma de uma função senoidal com frequência variável e amplitude constante (Figura 7A). Portanto, devem ser definidos os limites inferiores e superior da frequência, o número de intervalos (degraus) entre estes limites e a amplitude da tensão (ou a deformação). É importante ressaltar que a amplitude de tensão (ou da deformação) deve ser escolhida de tal forma que o fluido permaneça dentro da faixa de viscoelasticidade linear em todo o intervalo de frequência aplicada (vide item 2).

Várias propriedades reológicas podem ser obtidas neste teste, contudo um resultado especialmente útil para a avaliação de materiais é a comparação entre as curvas do módulo de armazenamento ( $G'$ ) e do módulo de perda ( $G''$ ) *versus* frequência angular ( $\omega$ ) (Figura 7B). No caso de suspensões, se em baixos valores de frequências, os valores de  $G'$  forem maiores que  $G''$ , então, a suspensão será mais estável na situação de repouso. No ponto de cruzamento entre as curvas, ocorre uma inversão no comportamento do fluido. Caso os valores de  $G''$  sejam maiores que os de  $G'$ , isto significa que a natureza viscosa do fluido está prevalecendo sobre a natureza elástica.

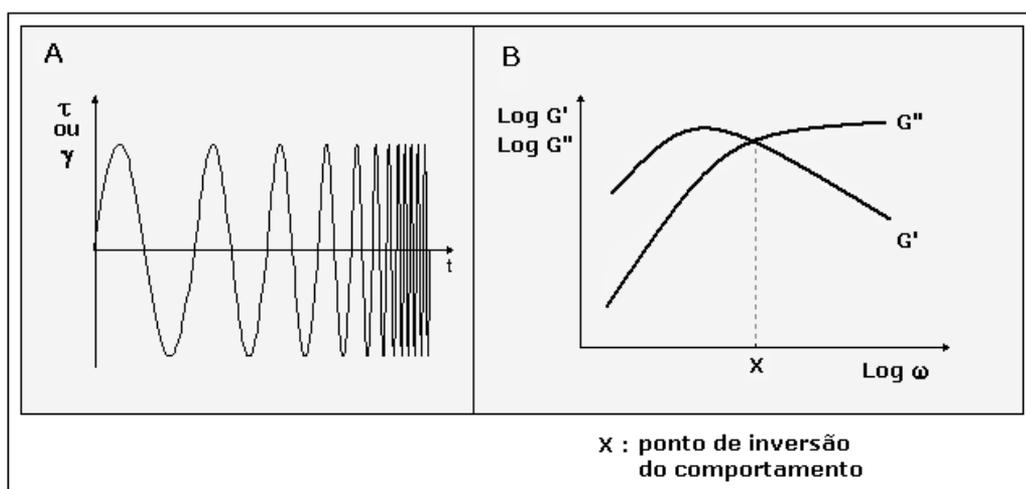


Figura 7 – Ilustração gráfica do teste reológico oscilatório de varredura de frequência.

### Teste de Varredura de Tempo

Este teste é realizado quando se deseja observar a ocorrência de uma modificação estrutural ao longo do tempo. A modificação pode ser ocasionada por reações de cura, mudanças do tipo sol-gel ou qualquer outra reação que acarrete na alteração da rigidez ou consistência do material.

O teste consiste na aplicação da tensão de cisalhamento ( $\tau(t)$ ) ou da deformação ( $\gamma(t)$ ), na forma de uma função senoidal com frequência e amplitude constantes ao longo de um período preestabelecido. Deve-se verificar que o teste seja realizado dentro da faixa de viscoelasticidade linear.

A análise das curvas de módulo de armazenamento ( $G'$ ) e módulo de perda ( $G''$ ) versus tempo de teste possibilita o acompanhamento da modificação da estrutura do material.

### Teste de Varredura de Temperatura

Neste teste, a variação da temperatura pode ser feita por meio de uma rampa (variação contínua) ou em degraus (variação em etapas). É um teste oscilatório, em que devem ser definidos o modo de operação (variação da tensão de cisalhamento ou da deformação), a amplitude, a frequência e o tempo do teste.

Pelo comportamento do módulo de armazenamento ( $G'$ ) e do módulo de perda ( $G''$ ) ao longo da análise, é possível verificar a influência da temperatura nestas propriedades, servindo para a avaliação das modificações estruturais na amostra.

## 3. ROTEIRO BÁSICO DE OPERAÇÃO DO REÔMETRO HAAKE RHEOSTRESS 1<sup>1</sup>

Para o funcionamento adequado do reômetro, este deve estar conectado a um banho termoestático, um compressor de ar e um computador em que estejam instalados os programas *RheoWin Job Manager*, *RheoWin Device Manager* e *RheoWin Data Manager*.

Para iniciar a operação, devem ser ligados o compressor, o banho, o reômetro e o computador, em seguida, deve-se entrar no programa *RheoWin Job Manager*. O conjunto copo/rotor escolhido deve ser acoplado ao reômetro. Considerando que não exista uma programação de teste já salva, o teste deve ser editado dentro do *RheoWin Job Manager*. Após abrir o programa, a opção “arquivo/novo trabalho” deve ser escolhida e o editor de trabalho preenchido. O programa permite a escolha de opções já padronizadas para os ensaios de fluência e recuperação, curva de fluxo, varredura de frequência e varredura de tensão, além da opção “criar novo”, na qual o ensaio é programado pela inserção dos elementos de medição e, se for o caso, elementos gerais e de

---

<sup>1</sup> A leitura deste roteiro não exclui a necessidade de consulta ao manual do equipamento.

avaliação. Em cada elemento de medição são definidos os parâmetros prefixados pelo operador e demais informações necessárias à execução do teste. Tanto os elementos de medição como os elementos de avaliação podem ser vistos na janela principal do *RheoWin Job Manager*, e a inserção destes elementos consiste em clicar e arrastar o ícone para dentro do editor de trabalho.

Qualquer que seja o teste que será realizado, deve-se preencher as informações sobre o dispositivo (reômetro, sensor e controlador térmico), os resultados mostrados (gráficos e tabelas), a identificação da amostra e o nome do arquivo para salvar as informações.

Um conjunto de elementos de medição compõe um teste reológico. Por exemplo, o teste de tixotropia é composto por três elementos de medição:

- (i) elemento de rampa de rotação, cuja taxa ou a tensão de cisalhamento aumentam com o tempo;
- (ii) elemento de rotação – curva de tempo, com a taxa ou a tensão de cisalhamento mantido por um período;
- (iii) elemento de rampa de rotação, no qual a taxa ou a tensão de cisalhamento diminuem com o tempo.

Nesse teste é interessante inserir no final o elemento de avaliação “tixotropia”, que calcula o valor numérico da tixotropia.

Dezessete elementos de medição estão disponíveis. Os principais são descritos a seguir.

### **Elemento de Rotação – cs/cr/cd Curva de Tempo**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr), controle da tensão de cisalhamento (cs) ou controle da deformação (cd);
- (ii) valor da taxa de cisalhamento, da tensão de cisalhamento ou da deformação;
- (iii) duração;

- (iv) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (v) dados - número de pontos tomados;
- (vi) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (vii) temperatura.

#### **Elemento de Rotação de Passos – cs/cr**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (ii) valor da faixa de operação da taxa de cisalhamento (taxa inicial e final) ou da tensão de cisalhamento (tensão inicial e final);
- (iii) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;
- (iv) número de passos;
- (v) aquisição dos pontos - definir o número de repetições e o tempo de equilíbrio para a tomada do ponto;
- (vi) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (vii) temperatura.

#### **Elemento de Rampa de Rotação – cs/cr**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (ii) valor da faixa da operação da taxa de cisalhamento (taxa inicial e final) ou da tensão de cisalhamento (tensão inicial e final);
- (iii) distribuição - linear ou logarítmica;

- (iv) duração;
- (v) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (vi) dados - número de pontos tomados;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (viii) temperatura.

#### **Elemento de Arrasto em cs**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) valor da tensão de cisalhamento;
- (ii) duração;
- (iii) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (iv) dados - número de pontos tomados;
- (v) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (vi) temperatura.

#### **Elemento de Teste de Recuperação em cs ( $\tau = 0$ )**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) duração;
- (ii) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (iii) dados - número de pontos tomados;
- (iv) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (v) temperatura.

**Elemento de Rotação – cs/cr: Passos de Temperatura**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) temperatura - valor da faixa de temperatura (temperatura inicial e final);
- (ii) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;
- (iii) número de passos;
- (iv) aquisição dos pontos - definir o número de repetições e o tempo de equilíbrio para a tomada do ponto;
- (v) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (vi) valor da taxa de cisalhamento ou da tensão de cisalhamento;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo.

**Elemento de Rotação – cs/cr : Rampa de Temperatura**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) temperatura - valor da faixa de temperatura (temperatura inicial e final);
- (ii) distribuição - linear ou logarítmica;
- (iii) duração;
- (iv) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (v) dados - número de pontos tomados;
- (vi) modo de operação - controle da taxa de cisalhamento (cr) ou controle da tensão de cisalhamento (cs);
- (vii) valor da taxa de cisalhamento ou da tensão de cisalhamento;

- (viii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo.

### **Elemento de Oscilação – Curva de Tempo**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de oscilação - controle da tensão de cisalhamento (cs) ou controle da deformação (cd);
- (ii) valor da amplitude da tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) ou da deformação ( $\gamma$ );
- (iii) valor da frequência;
- (iv) duração;
- (v) modo de aquisição - linear ou logarítmica;
- (vi) dados - número de pontos tomados;
- (vii) número de repetições;
- (viii) tempo de espera;
- (ix) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (x) temperatura.

### **Elemento de Oscilação – Varredura de Amplitude**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de oscilação - controle da tensão de cisalhamento (cs) ou controle da deformação (cd);
- (ii) valor da faixa da tensão de cisalhamento (tensão inicial e final) ou da deformação (deformação inicial e final);
- (iii) valor da frequência;
- (iv) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;

- (v) número de passos;
- (vi) aquisição - número de repetições e tempo de espera;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (viii) temperatura.

### **Elemento de Oscilação – Varredura de Frequência**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) modo de oscilação - controle da tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) ou controle da deformação ( $\gamma$ );
- (ii) valor da amplitude da tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) ou da deformação ( $\gamma$ );
- (iii) valor da faixa de frequência (frequência inicial e final);
- (iv) distribuição - linear, logarítmica ou tabela;
- (v) década de frequência;
- (vi) aquisição - número de repetições e tempo de espera;
- (vii) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo;
- (viii) temperatura.

### **Elemento de Oscilação – Rampa de Temperatura**

Parâmetros escolhidos pelo operador:

- (i) faixa de temperatura - temperatura inicial e final;
- (ii) distribuição - linear ou logarítmica;
- (iii) duração;
- (iv) modo de aquisição - linear ou logarítmica;

- (v) dados - número de pontos tomados;
- (vi) número de repetições;
- (vii) tempo de espera;
- (viii) modo de oscilação - controle da taxa de cisalhamento ( $\tau$ ) ou controle da deformação ( $\gamma$ );
- (ix) valor da amplitude da taxa de cisalhamento ( $\tau$ ) ou da deformação ( $\gamma$ );
- (x) valor da frequência;
- (xi) critério de parada - valor crítico de um parâmetro (escolhido pelo operador) que, uma vez atingido, aborta o teste. O operador deve escolher se usa ou não este dispositivo.

Após finalizar a edição do teste, o operador deve acionar o banho termoestático para que o fluido circule pela parte externa do copo, que já deve ter sido colocado no reômetro. Esse acionamento pode ser feito programando-se o próprio banho ou, de forma mais simples, pelo computador, clicando-se em “controle manual”, dentro do editor de trabalho. Uma nova janela será aberta e o valor da temperatura do teste deverá ser digitado dentro do quadro “set temperature”, clicando-se em “iniciar”, logo em seguida. Dentro desta mesma janela, o ajuste da distância entre copo e rotor pode ser feito clicando-se em “automático”, no quadro ponto zero. O elevador que suspende o rotor deve ser acionado clicando-se no botão com duas setas apontadas em sentidos opostos. A amostra é colocada observando-se a linha limite marcada no interior do copo. Deve-se aguardar um tempo para que a temperatura da amostra entre em equilíbrio com a do copo antes de iniciar o teste.

O teste começa quando o botão “iniciar”, dentro do editor de trabalho, é acionado. O arquivo com os resultados do teste pode ser salvo após sua finalização, caso esta opção tenha sido escolhida no editor de trabalho.

Os resultados podem ser posteriormente vistos e trabalhados no programa *RheoWin Data Manager*. Esse programa permite que sejam feitos diversos cálculos e gráficos.

**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- Bretas, R. E. S e D'avila, M. A. Reologia de polímeros fundidos. Editora da UFSCar, 2000, p. 106-109.
- Ferry, J. D. The nature of viscoelastic behavior. In: Viscoelastic properties of polymers. John Wiley & Sons, Inc., 1980, p. 633.
- Possa, M. V. Reologia no tratamento de minérios. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.535-568.
- Uhlherr, P. H. T. *et al.* The shear-induced solid-liquid transition in yield stress materials with chemically different structures. In: Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 125, 2005, p.101-119.

**NOMENCLATURA**

Sigla	Discriminação
$\gamma$	deformação por cisalhamento
$\dot{\gamma}$	taxa de cisalhamento
$\tau$	tensão de cisalhamento
$\tau_0$	tensão no ponto de escoamento
$\eta$	viscosidade em regime permanente de cisalhamento
J	compliância em cisalhamento
t	tempo
T	temperatura
F	freqüência
$\omega$	freqüência angular
$G^*$	módulo complexo em cisalhamento
$G'$	módulo de armazenamento em cisalhamento
$G''$	módulo de perda em cisalhamento
$\tan\delta$	tangente de perda ou coeficiente de amortecimento