

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

PAULO ORESTES FORMIGONI

**DESENVOLVIMENTO DE CÉLULA PARA
MEDIÇÃO DE VISCOSIDADE POR
ULTRASSOM COM CONVERSÃO DE
MODO INTERNA**

VERSÃO REVISADA

São Paulo
2023

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

PAULO ORESTES FORMIGONI

VERSÃO REVISADA

**DESENVOLVIMENTO DE CÉLULA PARA
MEDIÇÃO DE VISCOSIDADE POR
ULTRASSOM COM CONVERSÃO DE
MODO INTERNA**

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção
do Título de Doutor em Ciências.

Área de Concentração em Engenharia de
Controle e Automação Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Flávio Buiochi.

São Paulo
2023

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catlogação-na-publicação

Formigoni, Paulo Orestes
DESENVOLVIMENTO DE CÉLULA PARA MEDIÇÃO DE VISCOSIDADE
POR ULTRASSOM COM CONVERSÃO DE MODO INTERNA / P. O.
Formigoni -- versão corr. -- São Paulo, 2023.
100 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
Departamento de Engenharia Mecatrônica e de Sistemas Mecânicos.

1.Ultrassom 2.Viscosidade 3.Conversão de Modo 4.Ondas de
Cisalhamento 5.Reflexão Interna I.Universidade de São Paulo. Escola
Politécnica. Departamento de Engenharia Mecatrônica e de Sistemas
Mecânicos II.t.

Nome: FORMIGONI, Paulo Orestes.

Título: DESENVOLVIMENTO DE CÉLULA PARA MEDIÇÃO DE VISCOSIDADE POR ULTRASSOM COM CONVERSÃO DE MODO INTERNA

Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do Título de Doutor em Ciências, na Área de Concentração em Engenharia de Controle e Automação Mecânica, sob a orientação do Prof. Flávio Buiochi.

Aprovado em:

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. Dr. _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Dedico este trabalho à minha amada esposa, Aparecida Dias de Oliveira Formigoni, pelo seu apoio e amor incondicional, suas orações e sua gigantesca paciência que tornou possível a realização deste trabalho.

AGRADECIMENTO

Ao amigo Carlos Arturo Burbano Reyna, que durante uma pandemia trabalhou na montagem da bancada experimental, implementando o Matlab junto à placa Gage além dos diversos questionamentos sobre algoritmos e protocolos de testes. Ao Prof. Ediguer Enrique Franco Guzman que discutiu o protocolo experimental, no processamento dos sinais por banda de frequência e idealizando trabalhos futuros com esta célula. Aos amigos Agesinaldo Matos Silva Junior, Carlos Mario Giraldo Atehortúa e Estevão Patrício pela companhia nos laboratórios e o Timóteo Francisco de Oliveira pelo auxílio na montagem dos componentes da célula. Ao SENAI e ao Prof. Alexandre Capelli, diretor da Escola SENAI "ALFRIED KRUPP" em Campo Limpo Paulista que autorizou a construção mecânica dos componentes da célula. Ao Prof. Dr. Flávio Buiochi, pela oportunidade de realizar este trabalho e sempre me apoiar. Sempre gentil e receptivo, que além de transmitir conhecimentos de importância ímpar no decorrer deste trabalho, me motivou com desafios contribuindo com o meu crescimento acadêmico e pessoal. Rubem Alves disse uma vez: "Há escolas que são gaiolas e há escolas que são asas". Agradeço ao professor Flávio Buiochi por sempre me fazer voar!

“Não se deve ir atrás de objetivos fáceis, é preciso buscar o que só pode ser alcançado por meio dos maiores esforços.” (A. Einstein)

RESUMO

Esta pesquisa apresenta uma nova célula de medição de viscosidade dinâmica de líquidos em formato de prisma que realiza conversão de modo interna entre ondas longitudinais e de cisalhamento. A célula é composta de um transdutor ultrassônico de ondas longitudinais, um prisma de alumínio com uma superfície inclinada e uma linha de retardo de Rexolite em contato com a amostra líquida ou ar. O transdutor gera as ondas longitudinais que ao atingirem a superfície inclinada ocorrem as conversões de modo entre ondas longitudinais e de cisalhamento. Essa conversão de modo é máxima (~81% da energia) porque a superfície inclinada forma uma interface alumínio-ar e garante um ângulo de incidência de 63.9° . A onda de cisalhamento que se propaga no interior do prisma alcança as interfaces alumínio-Rexolite e Rexolite-amostra com incidência normal, gerando os ecos de normalização e de medição. Esses dois ecos de onda de cisalhamento retornam à interface alumínio-ar, onde há a conversão de modo em onda longitudinal. Assim, as ondas refletidas são medidas pelo mesmo transdutor (emissor de ondas longitudinais). A partir de duas medições na mesma temperatura, uma com a amostra de ar e outra com a amostra de líquido, determinam-se inicialmente a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão complexo da onda de cisalhamento na interface Rexolite-líquido. Depois, determina-se a viscosidade dinâmica da amostra líquida. Os valores de viscosidade foram calculados por duas metodologias diferentes, considerando regimes viscoelástico e Newtoniano. Foram desenvolvidas duas estratégias para a medição por ultrassom da viscosidade de amostras de glicerina e óleo Hidra-68. Na primeira estratégia variou a temperatura entre 18°C e 26°C , utilizando um transdutor de 2,25 MHz na célula de medição. As viscosidades calculadas na frequência de máxima magnitude do sinal resultaram em erros menores do que 25% e 47%, respectivamente, para a glicerina e o óleo Hidra-68. Na segunda estratégia, as medições foram feitas na temperatura fixa de 22°C , variando os transdutores com frequências de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz. A implementação desta técnica permitiu a caracterização das amostras de glicerina e óleo Hidra-68, calculando as viscosidades médias na faixa de frequências entre 360 kHz e 6,1 MHz. As viscosidades médias calculadas nesta banda de frequência resultaram em erros menores do que 14% e 40%, respectivamente, para a glicerina e o óleo Hidra-68. A nova abordagem possibilitou obter ondas de cisalhamento com excelente qualidade e boa relação sinal-ruído, devido à maior eficiência na conversão para ondas de cisalhamento. A principal vantagem desta abordagem reside no uso de transdutores de ondas

longitudinais, que operam em uma faixa de frequências mais ampla e apresentam melhor resposta de frequência em comparação aos transdutores de ondas de cisalhamento.

Palavras-chave: Ultrassom; Viscosidade; Conversão de Modo; Ondas de Cisalhamento; Reflexão Interna.

ABSTRACT

This research presents a new cell for measuring the dynamic viscosity of liquids by ultrasound that performs internal mode conversion between longitudinal and shear waves. The cell is composed of a longitudinal wave ultrasonic transducer, an aluminum prism with an inclined surface and a Rexolite delay line in contact with the liquid sample or air. The transducer generates the longitudinal waves that, when reaching the inclined surface, the mode conversions between longitudinal and shear waves occur. This mode conversion is maximum (~81% of the energy) because the inclined surface forms an aluminum-air interface and guarantees an angle of incidence of 63.9° . The shear wave propagating inside the prism reaches the aluminum-Rexolite and Rexolite-sample interfaces at normal incidence, generating the normalization and measurement echoes. These two shear wave echoes return to the aluminum-air interface, where there is a mode conversion to a longitudinal wave. Thus, the reflected waves are measured by the same transducer (longitudinal wave emitter). From two measurements at the same temperature, one with the air sample and the other with the liquid sample, the magnitude and phase of the complex reflection coefficient of the shear wave at the Rexolite-liquid interface are initially determined. Then, the dynamic viscosity of the liquid sample is determined. Viscosity values were calculated by two different methodologies, considering viscoelastic and Newtonian regimes. Two strategies for ultrasonic measurement of the viscosity of glycerin and Hydra-68 oil samples were developed. In the first strategy, the temperature varied between 18°C and 26°C , using a 2.25MHz transducer in the measurement cell. The viscosities calculated at the frequency of maximum signal magnitude resulted in errors smaller than 25% and 47%, respectively, for glycerin and Hydra-68 oil. In the second strategy, the measurements were made at a fixed temperature of 22°C , varying the transducers with frequencies of 500 kHz, 1.0 MHz, 2.25 MHz and 5.0 MHz. The implementation of this technique allowed the characterization of the samples of glycerin and Hydra-68 oil, calculating the average viscosities in the frequency range between 360 kHz and 6.1 MHz. The calculated average viscosities in this frequency band resulted in errors smaller

than 14% and 40%, respectively, for glycerin and Hydra-68 oil. The new approach made it possible to obtain high-quality shear waves with good signal-to-noise ratio, due to the greater efficiency in the conversion to shear waves. The main advantage of this approach lies in the use of longitudinal wave transducers, which operate in a wider frequency range and have a better frequency response compared to shear wave transducers.

Keywords: Ultrasound; Viscosity; Mode Conversion; Shear Waves; Internal Reflection.

Sumário

RESUMO	i
ABSTRACT	ii
Lista de Figuras	vi
Lista de Tabelas	xi
Lista de Abreviaturas.....	xii
Lista de Símbolos	xiii
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO.....	1
1.1. Objetivos.....	3
1.2. Organização da Tese.....	4
1.3. Revisão Bibliográfica	5
1.3.1 Características e resultados principais.....	5
CAPÍTULO 2: FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	18
2.1. Teoria da Deformação	18
2.1.1 Tensão e deformação de cisalhamento	19
2.1.1.1. Deformação e taxa de deformação	19
2.1.1.2. Relação Tensão-deformação.....	22
2.2 Ondas de Cisalhamento	24
2.2.1 Módulo de cisalhamento complexo.....	25
2.2.2 Equação de onda de cisalhamento	28
2.3. Impedância Acústica.....	30
2.4. Reflexão na Interface.....	32
2.5. Viscoelasticidade	34
2.6. Modelo de Kelvin-Voigt.....	36
2.7. Determinação dos Coeficientes de Reflexão	39
2.7.1. Normalização.....	41
CAPÍTULO 3: CÉLULA DE MEDIÇÃO E MÉTODO EXPERIMENTAL	43
3.1. Células de medição de viscosidade (propostas anteriores).....	43
3.1.1 Célula com conversão de modo (CCM) com linha de retardo em água.....	43
3.1.2. Célula com transdutor de cisalhamento (CTC)	45
3.1.3. Célula com transdutor de cisalhamento e retrorrefletor em prisma.....	46
3.2. Célula de Medição com Conversão de Modo Interna (US-CMI).....	47
3.2.1. Introdução	47
3.2.2. Conversão de modo e direção de polarização na célula US-CMI.....	50
3.2.3. Dispersão de ondas longitudinais.	53
3.2.4. Sinal completo obtido na célula US-CMI.	54
3.3. Montagem Experimental	55
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	59
4.1. Introdução	59
4.2. Determinação das propriedades do óleo Hidra-68 e da Glicerina Bidestilada usando métodos convencionais.....	59
4.3. Resultados experimentais obtidos com célula de Ultrassom.....	65
4.3.1. Determinação das Velocidades de Propagação de Ondas de Cisalhamento no Rexolite.....	65
4.3.2. Determinação das Frequências de Máxima Magnitude.....	68
4.3.3. Determinação dos Coeficientes de Reflexão	69
4.3.4. Determinação da Viscosidade usando o transdutor de 2,25 MHz.....	77
4.3.6. Determinação da viscosidade por ultrassom por banda de frequência.....	83
4.3.7. Vantagens e Desvantagens da Célula US-CMI.....	87
CAPÍTULO 5: CONCLUSÃO	89

5.1. Trabalhos futuros.....	90
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA:	91
APENDICE A: Viscosímetro de Stokes e os testes para glicerina para 18°, 20°, 22°, 24° e 26°C.	95
APENDICE B: Viscosímetro Copo Ford e os testes com o óleo Hidra-68.....	99

Lista de Figuras

Número	Descrição	Página
1.1	(a) Diagrama do gradiente de velocidade, e (b) tensão de cisalhamento entre as camadas de deslizamento do líquido.	1
1.2	Montagem experimental para a medição da viscosidade de polímeros líquidos, com ondas de cisalhamento de incidência normal.	6
1.3	Montagem experimental simplificada de McSkimin e Andreatch em 1967. (A) Transdutor, (B) prisma piramidal de base cilíndrica de quartzo, (C) amplificador e linha de retardo, (D) amostra líquida de baixa viscosidade, (E) Transformador, (F) cabo conector entre transdutor e transformador, (G) aterramento na carcaça metálica da célula e (H) rolha.	7
1.4	(-a-) Montagem usada por Cohen-Tenoudji et al. (1987) e (-b-) montagem usada por Sheen, Chien e Raptis (1996)	8
1.5	Diagrama da célula de medição com conversão de modo.	17
1.6	Magnitude e fase do coeficiente de reflexão para uma sequência de 20 aquisições (10 aquisições com ar e 10 com a amostra líquida), mostrando a mudança devido à presença do líquido na interface de medição, para quatro concentrações diferentes. As amostras cobrem três ordens de magnitude de viscosidade, desde água pura até xarope de milho puro. Temperatura de teste: $23,3 \pm 0,2$ °C.	17
2.1	Fluido escoando entre uma placa estacionária e outra que se desloca com velocidade constante v devido à tensão aplicada. O fluido se deforma continuamente devido ao movimento relativo entre partículas. O perfil de velocidades é linear.	19
2.2	Sólido sujeito a uma tensão aplicada em sua face superior. Diagrama ilustra as deformações em função da tensão aplicada. Em equilíbrio, não há movimento relativo entre as partículas.	19
2.3	Deformação de um elemento retangular ABCD submetido a tensão de cisalhamento simples	20
2.4	(-a-) Onda logitudinal, (-b-) Onda de cisalhamento.	25
2.5	Ondas de superfície ou mista. (-a-) Ondas Rayleigh, (-b-) Ondas Love e (-c-) Ondas Lamb Simétricas e assimétricas.	25
2.6	Formas de ondas da tensão σ e da deformação γ em regime harmônico.	26
2.7	Propagação de uma onda de cisalhamento plana. Uma camada fina perpendicular z ao oscilar na direção u gera ondas que se propagam na direção z	29

2.8	Reflexão de uma onda de cisalhamento na interface entre os meios 1 e 2 com impedâncias acústicas diferentes.	32
2.9	Reações da deformação sob tensão constante e abrupta retirada do carregamento de força.	35
2.10	(-a-) Modelo físico Kelvin-Voigt, (-b-) Diagrama deformação-tempo.	37
2.11	(-a-) Esquema da montagem da célula US-CMI e (-b-) sinais adquiridos $s_1(t)$, $s_2(t)$ e $s_3(t)$.	40
3.1	Esquema da célula de medição constituída por um transdutor de ondas longitudinais	44
3.2	Esquema da célula de medição constituída por um transdutor de ondas de cisalhamento	45
3.3	Figura 3.3 – (-a-) Esquema e (-b-) foto da célula de medição com retrorefletor constituída por: (1) disco em acrílico que atua como linha de retardo, (2) prisma triangular, (3) câmara para amostra do líquido, fechada com uma tampa de alumínio, (4) conexões para circulação da amostra líquida, (5) e (6) furo com rosca na tampa e no corpo de alumínio onde é colocado o transdutor de cisalhamento para fixação de parafuso, (7) e (10) vedação para evitar o vazamento ou contaminação da amostra líquida, (8) um transdutor de ondas de cisalhamento, (9) corpo de alumínio onde é fixado o transdutor de cisalhamento, (11) parafusos de fixação e (12) tampa em alumínio onde ficam às conexões para entrada e saída do líquido testado	47
3.4	Desenho técnico do prisma de alumínio que compõe a parte da célula US-CCMT que realiza a conversão de modo de ondas longitudinais para ondas de cisalhamento e vice-versa.	48
3.5	(-a-) Imagem da célula US-CMI e suas partes e (-b-) diagrama da célula US-CMI.	49
3.6	(-a-) Gráfico da velocidade das ondas longitudinais e de cisalhamento no alumínio para 20 sinais coletados a 22°C e (-b-) gráfico que apresenta a conversão entre ondas longitudinais e de cisalhamento por ângulo de incidência.	50
3.7	(A) Posição do transdutor emissor de ondas longitudinais de 2,25 MHz (LW). (B) Posição do transdutor receptor de ondas de cisalhamento de 1,0 MHz (SW).	51
3.8	(-a-) Posições Norte, Sul, Leste e Oeste, assim como os ângulos de 0° até 90° definidos para verificação da polarização das ondas de cisalhamento. (-b-) Transdutor de cisalhamento fixado com pasta.	52
3.9	Sinais para as posições nos ângulos de 0°, 30°, 60° e 90°. A linha azul é o sinal do transdutor emissor de ondas longitudinais e a linha vermelha o	53

	sinal do transdutor receptor de ondas de cisalhamento.	
3.10	(-a-) imagens das posições onde foram coletados os sinais na frente onde há as amostras de líquidos, (-b-) imagens onde foram coletados os sinais na lateral da célula onde há os prismas.	54
3.11	Posições onde foi colocado o transdutor para a coleta dos sinais de ondas longitudinais parasitas: em frente ao local a qual será colocada as amostras a serem testadas (posições 1 a 5) e em frente a região ranhurada da célula (posições 6 a 13).	55
3.12	(-a-) Forma do sinal completo na célula de US-CMI e (-b-) origem de cada sinal na célula.	55
3.13	(a) e (b) Montagem experimental utilizada com a célula US-CMI imersa no banho termostático.	56
3.14	Esquema do arranjo experimental para medição de propriedades viscoelásticas por ultrassom em laboratório. (1) Computador com placa Gage; (2) Pulsador; (3) Dupla de hastes de termopar; (4) Termômetro digital; (5) Transdutor de ondas longitudinal ultrassônicas; (6) Face com reservatório em acrílico com ar para reflexão e conversão total; (7) Reservatório em acrílico para o líquido a ser testado; (8) Líquido de teste; (9) Disco de Rexolite que atua como faixa de retardo para as ondas; (10) Face com superfície hachurada em forma de prisma triangular do bloco de alumínio para dispersão de possíveis ondas longitudinais não convertidas em cisalhamento; (11) Bloco de alumínio (corpo da célula de medição de viscosidade) com formato trapezoidal; (12) Equipamento de termorregulação para banho (Huber); (13) Serpentina do equipamento de termorregulação do banho (Huber); (14) Cabo que conecta o termômetro digital no computador; (15) Cabos que conectam o Pulsador na placa Gage e (16) cabo que conecta o transdutor no Pulsador.	56
4.1	Esquema experimental para determinação da equação da variação da densidade em função da temperatura. (-a-) Pequena proveta de 50 ml de volume máximo com óleo Hydra 68, (-b-) balança analítica que foi zerada com a proveta limpa e vazia e (-c-) Termopar com sua haste mergulhada na proveta sem tocar o fundo.	60
4.2	Sequência de imagens coletadas para a determinação da densidade versus temperatura para a glicerina (sequência superior) e Óleo Hydra-68 (sequência inferior). (-a-) Linha que marca o volume inicial, (-b-) linha que marca o volume final, (c) visor do termopar mostrando a temperatura e (-d-) Linha que marca o volume atual do líquido na temperatura respectiva.	61
4.3	Densidade do Óleo Hydra 68 obtidas usando uma balança analítica e uma pequena proveta de 50 ml (vermelho) e a equação linear que rege sua variação em função da temperatura (azul).	62
4.4	Viscosidades obtidas usando o copo Ford para o óleo Hydra-68, como	63

	também com viscosímetro de Stokes para a Glicerina Bidestilada, além das equações lineares que regem as variações em função da temperatura.	
4.5	(-a-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de ar, antes de ser inserido o óleo Hidra-68. (-b-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de óleo Hidra-68.	66
4.6	(-a-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de ar, antes de ser inserida a Glicerina. (-b-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de Glicerina.	67
4.7	Diferenças percentuais das velocidades médias entre os testes com Hidra-68 e Glicerina.	68
4.8	Magnitudes em função da frequência. (-a-) Transdutor de 500kHz, (-b-) transdutor de 1,0MHz, (-c-) Transdutor de 2,25MHz e (-d-) Transdutor de 5,0MHz.	69
4.9	Coeficientes de Reflexão (-a-) Magnitude e (-b-) Fase, obtidos com transdutores de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz para amostra de glicerina à 22°C.	70
4.10	Coeficientes de Reflexão (-a-) Magnitude e (-b-) Fase, obtidos com 48 sinais para transdutor de 2,25 MHz para amostra de glicerina à 18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C.	72
4.11	Coeficientes de Reflexão (-a-) Magnitude e (-b-) Fase, obtidos para amostra de Hidra-68 no transdutor de 2,25 MHz com 16 sinais à 18°C e 20°C e 48 sinais para 22°C, 24°C e 26°C.	75
4.12	Viscosidades em função da temperatura para o óleo Hidra-68 obtidas com a célula de ultrassom, (transdutor 2,25MHz) considerando fluidos: (-a-) não-Newtoniano e (-b-) Newtoniano. Os valores de referência da viscosidade, obtidos com o Copo Ford, são mostrados pela reta azul.	78
4.13	Viscosidades em função da temperatura para a Glicerina Bidestilada obtidas com a célula de ultrassom (transdutor 2,25MHz) considerando fluidos: (-a-) não Newtoniano e (-b-) Newtoniano. Os valores de referência estão representados pela reta azul (obtida com o viscosímetro de Stokes).	80
4.14	Sinais dos ecos s1, s2 e s3 obtidos com os transdutores de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0MHz.	82
4.15	Coeficientes de reflexão em função da frequência, na faixa de frequência de 360 kHz a 6,1 MHz a 22°C. A linha azul é o valor médio e a área sombreada indica a média mais ou menos um desvio padrão.	84
4.16	Módulos de armazenamento (G') e perda (G'') em função da frequência, na faixa de 360 kHz a 6,1 MHz, a 22°C. A linha azul é o valor médio, a	85

	área sombreada indica a média mais ou menos um desvio padrão e a linha verde é a regressão linear.	
4.17	Viscosidades Viscoelástica (η_v) e Newtoniana (η_n) em função da frequência, na faixa de 360 kHz a 6,1 MHz, a 22°C. A linha azul é o valor médio, a área sombreada indica a média mais ou menos um desvio padrão e a linha vermelha é o valor medido pelo viscosímetro convencional na mesma temperatura.	86
A.1	Viscosidade da Glicerina bidestilada obtida com o viscosímetro de Stokes (Esferas), com os valores das esferas A, B, C, D e E, suas respectivas médias e desvios padrões para: (-a-) 18°C, (-b-) 20°C, (-c-) 22°C, (-d-) 24°C e (-e-) 26°C.	96
A.2	Sequências das quedas livres das esferas (A, B, C, D e E) na glicerina para T = 18°C. Esfera (A): m = 4,49 g ; d = 10,24 mm; Esfera (B): m = 4,71 g ; d = 10,42 mm; Esfera (C): m = 5,59 g ; d = 11,03 mm; Esfera (D): m = 6,87 g ; d = 11,83 mm e Esfera (E): m = 6,88 g ; d = 11,9 mm.	97
B.1	Montagem experimental para coleta do tempo de escoamento em função da temperatura	100

Lista de Tabelas

Número	Descrição	Página
1.1	Viscosidade dinâmica (Pa•s) medida por ultrassom nas frequências de trabalho de 1,0 MHz, usando os métodos de frequência central (CF), média frequência (AF) e relação integral (IR). O valor entre parênteses é o desvio percentual em relação ao viscosímetro.	16
4.1	M Viscosidades obtidas com as amostras de Óleo Hidra-68 com transdutor de 2,25MHz, calculadas na frequência de máxima magnitude do sinal (2,32MHz).	79
4.2	Viscosidades obtidas com as amostras de Glicerina Bidestilada com transdutor de 2,25MHz, calculadas na frequência de máxima magnitude do sinal (2,32MHz).	81
4.3	Viscosidades obtidas com amostras de Glicerina Bidestilada à temperatura de 22°C e com os transdutores de frequências nominais de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz, calculadas nas respectivas frequências de máxima magnitude dos sinais (473kHz, 1,53MHz, 2,32MHz e 4,09MHz).	82
4.4	Viscosidades médias calculadas na banda de 360kHz a 6,1MHz, com amostras de Glicerina Bidestilada e para Hidra-68 à temperatura de 22°C. Erros calculados em relação aos valores obtidos com viscosimetria convencional.	87

Lista de Abreviaturas

Símbolo	Descrição
CCM	Célula de medição com conversão de modo
CTC	Célula de medição com transdutor de cisalhamento
US-CMI	Célula de medição de viscosidade por Ultrassom com conversão de modo interna

Lista de Símbolos

Símbolo	Descrição
α	Ângulo de incidência
β	Ângulo de reflexão
γ	Deformação de cisalhamento ou ângulo de cisalhamento
$\dot{\gamma}$	Taxa de cisalhamento
δ	Defasagem entre a tensão e o deslocamento em regime harmônico
δ_{ij}	Delta de Kronecker
ε	Espessura
η_d	Viscosidade dinâmica convencional
η_n	Viscosidade dinâmica de fluido Newtoniano
η_v	Viscosidade dinâmica de fluido não-Newtoniano (viscoelástico)
θ	Fase do coeficiente de reflexão
λ	Comprimento da onda
λ, μ	Constantes de Lamé
ρ	Massa específica do meio
σ	Tensão mecânica de cisalhamento
τ_m	Tempo de relaxação de Maxwell
τ_d	Tempo de observação característico de deformação
τ'	Tempo de retardamento de Kelvin-Voigh
ω	Frequência angular – velocidade angular
ψ	Parâmetro que define a largura de banda usada no cálculo da magnitude do coeficiente de reflexão.
$a(t)$	Pulso refletido pela interface sólido-amostra

c	Velocidade de propagação no meio
c^*	Velocidade de propagação complexa
D_e	Número de Débora
D_{ij}	Tensor de Deformação
f	Frequência
G^*	Módulo de cisalhamento complexo
G'	Módulo de armazenamento
G''	Módulo de perda
G_ω	Constante elástica do modelo de Maxwell
$G(t)$	Transformada de Laplace de $N(s)$. Módulo de perda.
h	Altura
j	Unidade imaginária
J	Relação entre a deformação instantânea com tensão ou Compliância de fluência para o modelo de Voigt
k	Módulo de rigidez (constante)
$n(t)$	Pulso de normalização refletido pela interface sólido-sólido
r	Magnitude do coeficiente de reflexão complexo
R	Coeficiente de reflexão de ondas
R^*	Coeficiente de reflexão de ondas complexa
$s_1(t), s_2(t)$ e $s_3(t)$	Pulsos refletidos pelas interfaces na célula US-CMI
t	Tempo do processo de deformação
T	Coeficiente de transmissão de ondas
u	Deslocamento da partícula
v	Velocidade da partícula
W	Resistência acústica

X	Reatância acústica
y	Espessura
z	Direção de propagação das ondas
Z_S	Impedância acústica no sólido
Z_L	Impedância acústica no líquido
Z_e	Impedância elétrica
Z^*	Impedância acústica complexa

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

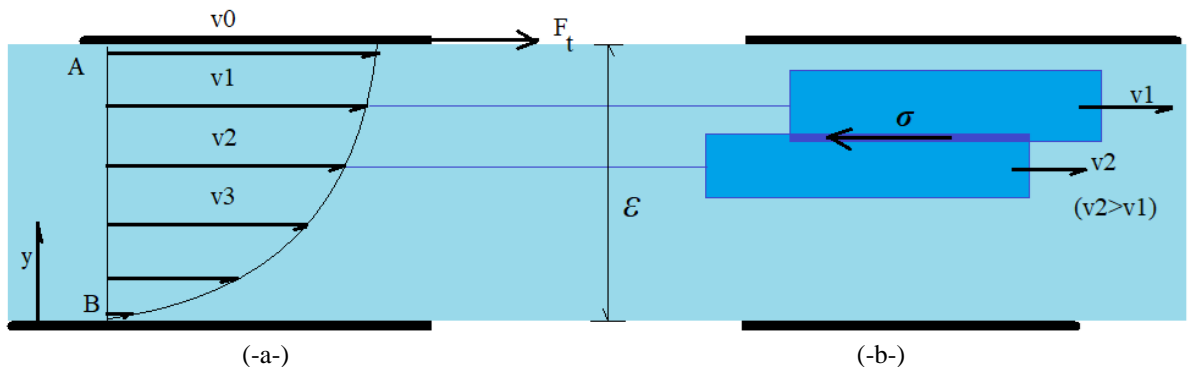
A viscosidade é a propriedade física dos fluidos que possui maior influência nos estudos dos escoamentos ou na lubrificação de peças. No que se refere ao escoamento, a viscosidade oferece resistência ao cisalhamento, dificultando o fluxo do líquido. E no que se refere aos óleos lubrificantes, usados para reduzir o atrito e o desgaste entre duas superfícies metálicas em movimento relativo, a medição da viscosidade pode ser usada para monitorar a degradação do óleo.

A medição da viscosidade de líquidos por ultrassom é um tema importante desde a metade do século XX. De modo geral, a viscosidade é um importante parâmetro de qualidade no desenvolvimento de produtos e processos industriais (p.ex., indústrias químicas, petroquímicas, alimentícia, automotiva), (Franco, 2010).

A lei de Newton da viscosidade relaciona a tensão de cisalhamento dos fluidos com a viscosidade dinâmica destes. Newton considerou que a tensão de cisalhamento era proporcional ao gradiente de velocidade, $\sigma = \eta \, dv/dy$, onde σ é a tensão de cisalhamento, η é a viscosidade dinâmica e dv/dy é a derivada da velocidade em relação à espessura y .

Na figura 1.1(-a-) tem-se o diagrama do gradiente de velocidade entre duas placas planas, distantes uma espessura ε . Como a placa A possui uma velocidade maior que a placa B o fluido possui, por consequência, camadas com velocidades diferentes. Na figura 1.1(-b-) As camadas próximas uma da outra com velocidades diferentes sofrem uma ação da tensão de cisalhamento entre si (BRUNETTI, 2008).

Figura 1.1 - (a) Diagrama do gradiente de velocidade, e (b) tensão de cisalhamento entre as camadas de deslizamento do líquido.



Fonte: Autor adaptado de Brunetti (2008).

Nos métodos convencionais de medição de viscosidade, tais como viscosímetros rotacionais ou copos Ford, utiliza-se uma amostra coletada da linha de processo para ser testada no viscosímetro e posteriormente analisada. Tais métodos convencionais não permitem que o controle de processo seja feito em tempo real, pois dependem do arrasto de superfícies oscilatórias imersas no líquido testado, dificultando sua aplicação em linhas industriais (FRANCO et al. 2010). Os métodos que se apresentam mais viáveis para aplicação on-line, ou seja, em tempo real, baseiam-se na medição de parâmetros acústicos das ondas de cisalhamento após refletir em uma interface sólido-líquido. Entretanto, ao utilizar ondas de cisalhamento que operam em altas frequências (MHz), os líquidos podem apresentar um comportamento viscoelástico, diferente do comportamento Newtoniano obtido com os viscosímetros convencionais. Nesse caso, as viscosidades em altas frequências são menores que as obtidas com os viscosímetros convencionais, que operam em baixas frequências, medindo apenas a viscosidade através do cisalhamento do líquido (sem a resistência devido à elasticidade do meio) (BUIOCHI, 2000).

O procedimento de obtenção da viscosidade de líquidos por ultrassom baseia-se na determinação do coeficiente de reflexão complexo de uma onda de cisalhamento refletida na interface entre um sólido de referência e uma amostra do líquido. Esse fenômeno foi descrito primeiramente por Mason et al. (1949). A teoria que utiliza o método de reflexão das ondas de cisalhamento na determinação da viscosidade de líquidos pode ser encontrada em diversos artigos e livros (WHORLOW, 1992; MANFREDI et al., 2019 e SCHIRRU et al., 2019).

A determinação da magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo é feita a partir da relação entre os sinais acústicos refletidos na interface do sólido, quando em contato com o líquido e quando em contato com um fluido de calibração, por exemplo, o ar. Isso significa que são feitas duas medições, comparando as amplitudes e fases dos sinais refletidos antes e depois do líquido ser colocado na interface de medição. Com a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão complexo determina-se a impedância acústica complexa do líquido. Depois aplicando o modelo de Kelvin-Voigt para materiais viscoelásticos (como será mostrado no capítulo 2), obtém-se a equação de onda que leva à solução analítica, relacionando a impedância acústica complexa e o módulo de cisalhamento complexo do líquido. Assim, a viscosidade dinâmica é calculada a partir da razão entre a parte imaginária do módulo de cisalhamento complexo e a frequência angular da onda (WHORLOW, 1992).

No que se refere ao coeficiente de reflexão complexo, a medição da magnitude é mais fácil do que a medição da fase que apresenta uma forte dependência da temperatura. Verifica-se que pequenas variações de temperatura, mesmo estando dentro da precisão dos banhos

termostáticos, acabam gerando variações de fase da mesma ordem de grandeza da fase medida. Esse fato obriga que ocorra um bom controle de temperatura nas medições realizadas sem e com a amostra líquida (FRANCO, 2010). Segundo Franco (2010), o método apresenta as seguintes vantagens: é uma técnica não invasiva, permitindo seu uso em tanques, moldes e tubulações; a medição pode ser feita em líquido estático ou em movimento; além disso, como a onda de cisalhamento penetra distâncias muito pequenas no líquido, da ordem de micrômetros, isso permite que se faça a monitoração de processos de filmes poliméricos ou polpa de papel.

Existem diferentes células de medição de viscosidade por ultrassom baseadas na determinação do coeficiente de reflexão complexo de ondas de cisalhamento (BUIOCHI, 2000). A principal motivação deste trabalho é o desenvolvimento de técnicas ultrassônicas para a monitoração, em tempo real, das propriedades físicas de líquidos na indústria em geral.

Os resultados experimentais obtidos com as células de medição de viscosidade desenvolvidas no Laboratório de Ultrassom da Escola Politécnica da USP mostraram uma boa repetitividade e reprodutibilidade das grandezas medidas, tais como: magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo e viscosidade dinâmica do líquido (BUIOCHI, 2000; BUIOCHI et al., 2003 e 2006; FRANCO, 2006; FRANCO et al., 2008, 2010a,b e 2012; FRANCO e BUIOCHI, 2019; FRANCO et al., 2021). Entretanto, a maior dificuldade do método continua sendo a calibração do sistema que exige duas medidas uma com o ar e outra com o líquido, ambas à mesma temperatura. A grande sensibilidade do sistema pode causar erros na obtenção da viscosidade, devido às pequenas variações de temperatura ($\pm 0,1^{\circ}\text{C}$) entre ambas medições (BUIOCHI et al., 2006). Essa aplicação depende muito do desenvolvimento de novos dispositivos de medição, de materiais com melhores características, modelos de propagação de ondas em meios viscoelásticos e de técnicas experimentais que permitam compensar os erros.

1.1. Objetivos.

Este trabalho tem como objetivo geral desenvolver uma célula para medição de viscosidade de líquidos por meio da conversão de modo de ondas ultrassônicas longitudinais para ondas de cisalhamento ultrassônicas em modo pulso-eco. São seis os objetivos específicos: (1°) desenhar, construir e implementar a célula de conversão de modo, (2°) testar a célula desenvolvida com dois líquidos de viscosidades diferentes, em temperaturas

diferentes com transdutores longitudinais de frequência diferentes, (3º) estudar as propriedades como a velocidade de propagação das ondas dentro da célula e os coeficientes de reflexão nas interfaces da célula, (4º) analisar a polarização das ondas de cisalhamento na célula produzidas com a conversão de modo, (5º) verificar se há fuga de ondas longitudinais que possam interferir nas medições e (6º) determinar a viscosidade por ultrassom e comparar com os valores fornecidos por viscosímetros convencionais.

1.2. Organização da Tese.

Na introdução são apresentados os conceitos gerais do tema, os objetivos e uma revisão bibliográfica, mostrando as características principais e os resultados mais importantes descritos na literatura. O capítulo 2 contém os fundamentos teóricos necessários para base conceitual da teoria da deformação e do cisalhamento, definindo conceitos como tensão de cisalhamento, deformação, taxa de deformação e viscosidade. Ainda neste capítulo são mostradas como são obtidas as equações que relacionam as viscosidades dos líquidos (viscoelástico e Newtoniano) com a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão complexo e com as propriedades físicas dos meios de propagação (densidade e velocidade de propagação). No capítulo 3 são descritas inicialmente as características das principais células de ultrassom desenvolvidas pelo Laboratório de Ultrassom da USP para a medição da viscosidade. Depois são apresentados os detalhes de construção da célula de medição de viscosidade por ultrassom com conversão de modo desenvolvida neste trabalho, a verificação da polarização das ondas de cisalhamento e da possível existência de ondas longitudinais espúrias que podem se sobrepor às ondas de cisalhamento, e a visualização da forma completa dos sinais de ecos adquiridos nos testes. No capítulo 4 é apresentada as características na obtenção dos referenciais dos líquidos escolhidos (densidade e viscosidade) empregando o viscosímetro de Stokes e o viscosímetro Copo Ford, os resultados experimentais (velocidades de propagação, coeficientes de reflexão e viscosidades) obtidos com a célula de conversão de modo por ultrassom. No capítulo 5 têm-se as conclusões gerais e as propostas para trabalhos futuros. Nos anexos (A) e (B), são descritos os métodos usados na medição da viscosidade por Stokes e pelo Copo Ford, respectivamente.

1.3. Revisão Bibliográfica

1.3.1 Características e resultados principais

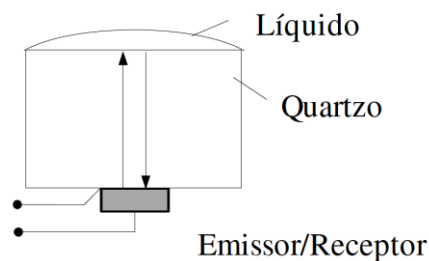
Em 1880, os irmãos Pierre e Jaques Curie descobriram o efeito piezelétrico em certos materiais, como o quartzo, cortados em lâminas, quando eram submetidos a cargas mecânicas produziam cargas elétricas em sua superfície. Lippmann, em 1881, descobriu o processo inverso das observações dos irmãos Currie, ou seja, a aplicação de uma carga elétrica na superfície dos materiais piezelétricos produzia deformações nesses (TODHUNTER, 1960). Em 1929, iniciaram os testes de materiais com ultrassom, quando Sokolov apresentou o método das sombras “Shadow Method” para identificar defeitos em materiais sólidos. Já a primeira técnica de imagem por ultrassom teve início em 1930, porém foi durante as guerras mundiais, principalmente a segunda, que o ultrassom foi usado, como sonar, para a localização de submarinos (KRAUTKRÄMER, 1990).

Nas últimas quatro décadas, muitos trabalhos foram realizados no sentido de produzir, analisar e simular a acústica ultrassônica das ondas de cisalhamento para ensaios não destrutivos, caracterização de materiais sólidos ou líquidos, caracterização de tecidos biológicos humanos e não humanos, como também de produzir novos equipamentos e técnicas de medição (FRANCO, 2021).

O método foi inicialmente proposto por Mason et al. (1949) para medir as propriedades dos líquidos a altas frequências. A figura 1.2 mostra a montagem experimental usada na medição, com propagação de ondas de cisalhamento e incidência normal, utilizando um transdutor operando no modo pulso-eco. O método já foi aplicado por muitos autores no estudo do comportamento viscoelástico e na medição de viscosidade de óleos lubrificantes e resinas poliméricas (BARLOW et al., 1966; KIRY e MARTINOTY, 1977), cristais líquidos (MARTINOTY, 1983; MUKAI et al., 1997), filmes poliméricos durante o processo de cura (ALIG et al., 1997) e produtos alimentícios como mel, óleos vegetais, misturas água e mel (SAGGIN e COUPLAND, 2001, 2004(a) e 2004(b); FRANCO, et al., 2010), e betume (RABBANI e SCHMITT, 2018). Também foi relatado o monitoramento de processos industriais, como a cura de polímeros e concreto (COHEN-TENOUDJI et al., 1987; DIXON e LANYON, 2005; SUN et al., 2006), o monitoramento de alta temperatura de vidro fundido (BALASUBRAMANIAM et al., 1999) e a detecção de contaminantes oleosos na água (FRANCO et al., 2012).

Na maioria desses trabalhos foi usada uma simplificação que permite calcular a viscosidade a partir somente da parte real da impedância acústica de cisalhamento do líquido, evitando assim a medição da fase do coeficiente de reflexão complexo. Isso é possível desde que a variação de fase seja pequena, visto que o período da onda de cisalhamento é muito maior que o tempo de relaxação do líquido medido, supondo comportamento basicamente de líquido Newtoniano. Entretanto, os valores de viscosidade medidos com essa simplificação podem resultar em valores diferentes dos obtidos mediante os viscosímetros convencionais (FRANCO, 2006).

Figura 1.2 - Montagem experimental para a medição da viscosidade de polímeros líquidos, com ondas de cisalhamento de incidência normal.

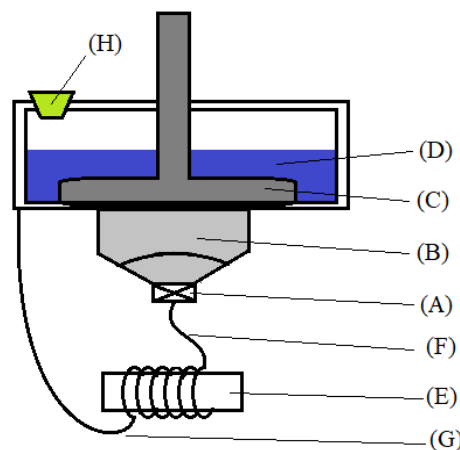


Fonte: Autor adaptado de Mason et al. (1949)

Em 1966, Barlow and Subramanian descreveram uma técnica experimental para a medição das propriedades viscoelásticas de líquidos na faixa de frequência entre 5 a 75 MHz. O método apresentou-se adequado para determinar a viscosidade de líquidos com ondas ultrassônicas de cisalhamento. Os pulsos foram gerados por um transdutor de cristal de quartzo e foi refletido internamente em uma barra de quartzo fusionada. As mudanças no coeficiente de reflexão complexo, que ocorreram quando um líquido foi aplicado à superfície refletora, foram determinadas por um sistema eletrônico desenvolvido pelos próprios autores do artigo. Os resultados apresentados mostraram a vantagem de usar apenas um sistema acústico, pois o uso de um transdutor comum para geração e detecção da onda de cisalhamento propagada produz maior precisão. O controle da duração do pulso era a característica principal da montagem da célula desenvolvida por Barlow em 1966, pois o pulso deveria ser suficiente para que as condições de estado estacionário fossem alcançadas. Era desejável que a duração do pulso fosse menor que a metade do tempo que o trem de ondas levasse para propagar-se duas vezes na barra. Após a reflexão interna na superfície superior e na extremidade da barra de quartzo fundido, o pulso das ondas de cisalhamento reexcitava em modo pulso-eco o transdutor, aparecendo um sinal elétrico com trens de pulsos de amplitudes decrescentes devido às sucessivas reflexões internas.

Em 1967, McSkimin and Andreatch descreveram um instrumento para medições (Fig. 1.3) de líquidos com viscosidades baixas da ordem de 0,5 mPa.s. As operações basearam-se em uma reflexão ultrassônica de cisalhamento previamente feita apenas para materiais mais viscosos. O aparelho desenvolvido por McSkimin apresentou considerável aumento na sensibilidade resultou, principalmente, do uso de um método melhorado para determinar pequenas mudanças no deslocamento de fase para ondas ultrassônicas que refletem na interface sólido-líquido do instrumento. Foram apresentados resultados de impedância de cisalhamento complexo e viscosidade dinâmica, para um número de líquidos puros como as soluções de polímeros. Também realizou testes para mostrar os resultados obtidos para o longo prazo no aparelho, através de repetições durante um período de quase 4 horas. Ao final deste tempo, a temperatura foi lentamente alterada para obter uma medida de viscosidade com o efeito da temperatura.

Figura 1.3 - Montagem experimental simplificada de McSkimin e Andreatch em 1967. (A) Transdutor, (B) prisma piramidal de base cilíndrica de quartzo, (C) amplificador e linha de retardo, (D) amostra líquida de baixa viscosidade, (E) Transformador, (F) cabo conector entre transdutor e transformador, (G) aterramento na carcaça metálica da célula e (H) rolha.

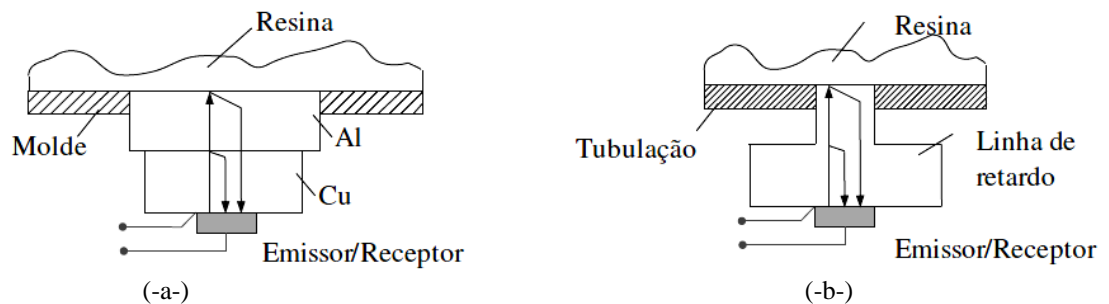


Fonte: Adaptado pelo autor de McSkimin et al. 1967.

Em 1987, Eggers e Funck publicaram um método para medir tanto a parte real quanto a parte imaginária da impedância acústica da onda de cisalhamento complexa para líquidos de baixa viscosidade usando um transdutor de quartzo. A amplitude de vibração mecânica na interface transdutor-líquido foi na faixa de Angstrom, impedindo qualquer aquecimento e efeitos de danos estruturais, e mediram a densidade, a viscosidade e a impedância acústica do ar, da água, do álcool, e da sacarose em cinco diluições diferentes usando um transdutor de 5,98 MHz

Cohen-Tenoudji et al. (1987) usaram a montagem da figura 1.4(-a-) para pesquisar o comportamento da viscosidade dinâmica de resinas poliméricas no processo de cura, utilizando um transdutor de ondas de cisalhamento em contato com uma linha de retardo constituída por dois sólidos. Nesse trabalho, há uma preocupação com a presença de gradientes de temperatura no interior da linha de retardo, ocasionando erros nas medições por causa da grande influência da temperatura na propagação das ondas. De fato, uma determinação precisa da fase do coeficiente de reflexão é necessária, a fim de obter a parte imaginária do módulo de cisalhamento complexo. Apesar dessa linha de retardo permitir a correção da fase do sinal, devido a erros induzidos pelas flutuações de temperaturas ao se utilizar uma normalização, ainda tem o problema já mencionado acima, ou seja, a presença de ondas longitudinais que também são geradas pelos transdutores de cisalhamento.

Figura 1.4 - (-a-) Montagem usada por Cohen-Tenoudji et al. (1987) e (-b-) montagem usada por Sheen, Chien e Raptis (1996).



Fonte: Adaptado pelo autor de Franco (2006).

No trabalho de Sheen et al. (1996) foi apresentado um dispositivo que mede simultaneamente a densidade e a viscosidade de líquidos Newtonianos. Os dispositivos de medição que faziam parte da parede de uma tubulação onde escoava o líquido foram montados conforme mostra a figura 1.4(-b-). A linha de retardo tem um degrau que gera uma reflexão usada para a normalização dos sinais, ou seja, autocalibração.

Na publicação de Alig et al de 1996, relataram uma técnica de reflexão de onda de cisalhamento que permite medições, dependentes de tempo e da temperatura para viscosidade com frequência ultrassônica na faixa entre 3 MHz até 40 MHz. O método de reflexão da onda de cisalhamento desenvolvido por Mason et al (1949) foi adaptado às possibilidades da técnica digital de alta frequência. Devido à análise digital do sinal recebido, foi possível obter uma simplificação da configuração experimental e estender os limites da técnica de reflexão da onda de cisalhamento com cerca de um Gigapascal de pressão permitindo um percurso de no máximo 100 mm de espessura de filme. Além disso, foi possível monitorar processos ou

reações isotérmicas dependentes do tempo. As características básicas das duas diferentes técnicas foram apresentadas juntamente com breves resultados experimentais sobre a formação de filmes a partir de dispersões aquosas de policloropreno e da cinética de cristalização nos filmes.

No mesmo ano de 1996 os autores Vimal Shah e Krishnan Balasubramaniam contribuíram com um trabalho onde apresenta-se um estudo da reflexão simulada de uma onda de cisalhamento de ultrassom de banda larga a partir da interface sólido/fluido viscoso. Vários parâmetros que afetam os fatores de reflexão, incluindo as propriedades do material do sólido, propriedades do fluido como densidade e viscosidade e a frequência operacional são discutidos. As formas de onda de resposta ultrassônica simuladas são comparadas com os dados obtidos experimentalmente para os padrões de calibração rastreáveis de viscosidade. Uma boa concordância foi observada entre as formas de onda simuladas e experimentais em várias viscosidades e para diferentes substratos sólidos. As simulações foram baseadas no modelo de impedância de reflexão de ondas ultrassônicas de cisalhamento, planas e polarizadas a partir de um substrato sólido/fluido, sendo apresentadas e validadas por experimentos. As simulações realizadas por Shal et al, 1996. foram confirmadas de forma adequada com os resultados das medições experimentais.

Já os autores Buiochi, Adamowski e Furukawa em 1998, publicaram um artigo que apresenta uma nova célula, para medir a viscosidade dinâmica de líquidos usando ultrassom com conversão de modo de onda. A célula usa o coeficiente de reflexão complexo das ondas de cisalhamento em uma interface sólido-líquido. As ondas refletidas são medidas por uma membrana de PVDF de grande abertura e pela relação entre o sinal da interface sólido-líquido e o sinal da interface sólido-ar no domínio da frequência. As medições da viscosidade do glicerol e do mel foram feitas na faixa de 1,5 a 14 MHz. Os resultados experimentais foram comparados com os obtidos por um viscosímetro rotacional. A célula elimina as ondas longitudinais espúrias geradas por um transdutor de cisalhamento que é usado em um método convencional baseado no método de refletância de cisalhamento na incidência normal. A membrana PVDF forneceu uma normalização do sinal refletido na interface da amostra sólida com o sinal de transmissão. A montagem dos transdutores permite o ajuste do ângulo de incidência das ondas longitudinais em qualquer temperatura para garantir a incidência normal das ondas de cisalhamento. Os valores da viscosidade calculados a partir da magnitude e fase do coeficiente de reflexão que, medidos pela célula apresentaram grandes erros quando comparados aos valores obtidos no viscosímetro rotacional, pois a medição da magnitude tem maior precisão do que a medição da fase. Já se esses líquidos forem considerados

newtonianos, onde apenas a magnitude é necessária para calcular sua viscosidade, os resultados concordam com os valores obtidos pelo viscosímetro convencional.

Buiochi, em sua tese de doutorado, no ano de 2000, apresentou uma célula de medição de viscosidade dinâmica de líquidos usando a conversão de modo de ondas logitudinais para ondas de cisalhamento e vice-versa. As ondas refletidas na interface sólido-líquido foram medidas no modo longitudinal por uma membrana de PVDF (Poly-Vinylidene Fluoride) de grande abertura, para evitar erros devidos ao efeito da difração acústica e à falta de estabilidade, no tempo, do emissor e eletrônica associada. A magnitude e a fase do coeficiente foram obtidas pela relação entre o sinal da interface sólido-líquido com o sinal da interface sólido-ar no domínio da frequência. Foram usadas para a medição de viscosidade óleos automotivos (SAE 90 e SAE 140) e glucose de milho, no intervalo entre 1 e 10 MHz. Os resultados experimentais foram comparados com os resultados obtidos com uma célula de medição usando um transdutor de ondas de cisalhamento de 1,0 MHz.

Shah e Balasubramaniam em 2000 contribuíram com um modelo de impedância de cisalhamento acústico onde é empregado para obter uma relação entre a viscosidade de um fluido newtoniano e as características de fase da reflexão da onda de cisalhamento ultrassônica para uma interface sólido-fluido. A fase e a magnitude do coeficiente de reflexão podem ser desacopladas neste modelo. O desacoplamento permite uma relação independente entre a impedância acústica de cisalhamento (produto viscosidade-densidade) e a fase do coeficiente de reflexão. O modelo foi verificado experimentalmente para diferentes combinações fluido-sólido. A comparação dos resultados com o método de coeficiente de reflexão absoluta comumente usada demonstra que a medição de fase fornece medições aprimoradas. A informação de fase na onda de cisalhamento refletida de uma interface sólido-fluido foi usada para determinar a impedância de cisalhamento de fluidos viscosos com base em um modelo de impedância. A fase e a amplitude do coeficiente de reflexão desacoplam e sua relação é independente das propriedades do material. Além disso, a relação monotônica entre o fator de reflexão e a fase permite um aumento na faixa de medições de viscosidade em comparação com os métodos baseados em amplitude. Esses experimentos demonstraram que, para sólidos de baixa impedância, como Plexiglas, o método de fase melhorou a precisão da medição, quando comparado a um método de amplitude. As aplicações baseadas neste método requerem uma escolha criteriosa das propriedades do substrato para medições confiáveis.

Buiochi, Higuti, Furukawa, Silva e Adamowski, em 2003, usando a célula de medição de viscosidade dinâmica implantada no doutorado de Buiochi realizaram novas medições da

viscosidade de óleos automotivos (SAE90 e SAE140) e da glucose de milho no intervalo entre 1 e 5MHz. Encontraram resultados experimentais que mostram a dependência da viscosidade dinâmica com a frequência da onda de cisalhamento. A estratégia foi baseada no método de múltiplas reflexões relativas. Utilizou uma célula com o prisma de alumínio fixo a uma linha de retardo de acrílico, designada como CMR. Os resultados obtidos mostram que mesmo para uma pequena variação da temperatura sem ajustar o ângulo de incidência na face oblíqua do prisma, que maximizaria os sinais, as medições continuam coerentes com os resultados obtidos após o ajuste deste ângulo. Vários resultados experimentais obtidos com a CMR indicam uma boa repetitividade das grandezas medidas. Na estratégia proposta anteriormente para o método da reflexão relativa, utilizando a CRR, só foi possível adquirir o primeiro eco refletido na interface de medição do prisma e não se pode calcular a velocidade de propagação neste meio, que é um dos parâmetros acústicos usados na determinação da viscosidade dinâmica. Por outro lado, para o método de múltiplas reflexões, utilizando a CMR, a velocidade de propagação pode ser calculada entre o eco a0 e o eco a1 ou a2 refletidos na interface de medição.

Franco em 2006 verificou que a viscosidade obtida a partir somente da magnitude do coeficiente de reflexão é diferente do valor obtido a partir da magnitude e fase do mesmo coeficiente de reflexão, ou seja, a simplificação para líquido Newtoniano não fornece os valores esperados da viscosidade para frequências de operação da ordem de MHz. Além disso, também verificou um problema, já apresentado por muitos desses trabalhos, com relação ao uso de transdutores de cisalhamento que, além de gerar ondas de cisalhamento, também podem gerar ondas longitudinais. Assim, dependendo do tipo de material da linha de retardo, as ondas longitudinais podem chegar no mesmo instante da recepção das ondas de cisalhamento, gerando interferências. Isso ocorre porque a velocidade de propagação da onda longitudinal é aproximadamente o dobro da velocidade da onda de cisalhamento.

Na tese de doutorado de Franco (2006 e 2010), de Higuti (2001), assim como, Buiochi (2000), foram testados materiais de alta viscosidade, utilizando o modelo simplificado para líquido Newtoniano. Verificou-se experimentalmente que esses fluidos, medidos com frequências da ordem de MHz, têm um comportamento predominantemente viscoelástico, ou seja, não-Newtoniano.

Franco, Adamowski, Higuti e Buiochi publicaram em 2008 uma implementação de um método de refletância para ondas de cisalhamento ultrassônicas na medição de viscosidade de líquidos newtonianos usando a conversão do modo de ondas longitudinais para ondas de cisalhamento e vice-versa. O método é baseado na medição do coeficiente de reflexão

complexo (magnitude e fase) em uma interface sólido-líquido. A célula de medição implementada era composta por um transdutor ultrassônico, um tampão de água, um prisma de alumínio, uma haste de tampão PMMA e uma câmara de amostra. As medições de viscosidade foram feitas na faixa de 1 a 3,5 MHz para azeite e para óleos automotivos (SAE 40, 90 e 250) a 15 e 22,5°C, respectivamente. Além disso, medições de azeite e óleo de milho foram realizadas na faixa de 15 a 30°C a 3,5 e 2,25 MHz, respectivamente. As medidas ultrassônicas, no caso dos líquidos menos viscosos, concordaram com os resultados fornecidos por um viscosímetro rotacional, apresentando comportamento newtoniano. No caso dos líquidos mais viscosos, obteve-se uma diferença significativa, mostrando um claro comportamento não newtoniano que não pode ser descrito pelo modelo de Kelvin-Voigt.

Utilizando o modelo completo, os resultados experimentais obtidos para o azeite mostraram um comportamento principalmente newtoniano. Ao comparar as medidas de viscosidade feitas por ultrassom e pelo viscosímetro rotacional, os desvios são menores que 5%. Além disso, a viscosidade não depende da frequência. Por outro lado, para o modelo simplificado, a viscosidade aumenta rapidamente com a frequência, podendo chegar a desvios de até 82,3%, indicando que tal modelo, que não passa por processo de calibração, não é adequado. As medições feitas para o óleo de milho em função da temperatura resultaram em altos desvios e comportamento aleatório para os modelos simplificado e completo. Nessas condições, também são esperados comportamentos newtonianos e resultados como os obtidos para o azeite. No entanto, devido à viscosidade ligeiramente menor e à frequência de trabalho de 2,25 MHz, a sensibilidade torna-se muito menor e o sistema é afetado por fatores ambientais, principalmente gradientes de temperatura. As viscosidades dos óleos automotivos em função da frequência registram altos desvios e forte dependência da frequência, principalmente para óleos mais viscosos, que se comportam como líquidos não newtonianos. O modelo Kelvin-Voigt é válido e a viscosidade pode ser medida por ultrassom.

Franco, Adamowski e Buiochi em 2010(a) publicaram os resultados do desenvolvimento de uma célula de medição ultrassônica, que usa conversão de modo, para gerar as ondas de cisalhamento usadas para medir a viscosidade das amostras de glicerina e das diluições em xarope de milho. A técnica de banda de frequência para processamento de sinais foi estudada e melhorou consideravelmente os resultados da magnitude do coeficiente de reflexão, levando aos valores previstos pelo modelo líquido newtoniano. Os resultados de viscosidade apresentam desvios de até 14% quando utilizada a técnica de banda de frequência onde o parâmetro que definiu a largura de banda usada no cálculo da magnitude do coeficiente de reflexão foi $\psi = 0,4$, em contraste com os desvios de até 96% obtidos com a

técnica de frequência única. Isso significa que a técnica de banda de frequência rendeu uma melhoria de sete vezes.

Franco, Adamowski, Higuti, e Buiochi, em 2010(b), apresentaram um trabalho que trata de um esforço para melhorar a técnica experimental necessária para medir tanto a magnitude quanto a fase do coeficiente de reflexão e relatou valores realistas para óleos em uma ampla faixa de viscosidade (0,092 até 6,7 Pa.s) . Apresentaram também um processo de calibração do dispositivo a fim de monitorar a viscosidade dinâmica do líquido. Nesta técnica, a medição da fase foi realizada em condições controladas, devido à forte dependência da temperatura da ordem de 0,1°C.

Em 2010, Ju et al., apresentaram um método empírico para medir a viscosidade do óleo mineral. Métodos ultrassônicos convencionais usando refletância de ondas de cisalhamento podem falhar devido à propagação de onda de cisalhamento atenuada e de espalhamento causada por carcaças de proteção. O método empírico apresentado, utilizando ondas longitudinais, elimina a perda de dispersão desconhecida das medições de atenuação no fluido do objeto, removendo a perda da dispersão normalizada por comprimento focal com a medição de um fluido de referência de um coeficiente de absorção acústica conhecido. A atenuação ultrassônica de água doce como o fluido de referência e o óleo mineral como o fluido objeto foram medidos juntamente com a velocidade do som e a frequência efetiva. A equação empírica para a perda de dispersão no fluido de referência foi determinada pelo ajuste polinomial de alta ordem. Para estimar a viscosidade do óleo mineral, foi aplicado um ajuste linear. O método empírico previu as viscosidades de dois tipos de óleo mineral com uma incerteza estatística máxima de 8,8% e um erro sistemático máximo de 12,5% em comparação com a viscosidade medida diretamente usando um viscosímetro tipo vidro. A validade deste método foi examinada por comparação com os resultados do espalhamento teórico de campo distante.

Camara e Laux, em 2010, apresentaram um estudo dedicado à influência da natureza da linha de atraso em sensores ultrassônicos transversais, dedicados a módulos elásticos dinâmicos de alta frequência para estimativa de materiais viscoelásticos. A incidência oblíqua foi usada para melhorar a sensibilidade das medições. Demonstraram teoricamente nesse trabalho que o uso de linhas de atraso em polímeros é recomendado para melhorar a sensibilidade. Devido a modificações, realizadas em um sensor ultrassônico comercial de 10 MHz, mostraram experimentalmente na glicerina que foi possível multiplicar por um fator 10 a sensibilidade; em comparação com linhas de atraso em quartzo usando uma incidência normal de raios.

Franco, Adamowski e Buiochi, em 2012, apresentaram uma técnica que com a determinação do coeficiente de reflexão complexo de ondas de cisalhamento ultrassônicas na interface sólido-líquido é possível a medição das propriedades viscoelásticas em pequenos filmes de líquidos de alguns micrômetros de espessura. A profundidade de penetração muito pequena das ondas de cisalhamento na amostra líquida permite tais medições. Esta propriedade, juntamente com a adesão de substâncias oleosas às superfícies, pode ser utilizada para a detecção de contaminantes oleosos na água. Foi proposto o emprego da técnica de reflexão ultrassônica de ondas de cisalhamento para a detecção de contaminantes oleosos em água e foram discutidos os conceitos teóricos e experimentais envolvidos. Resultados experimentais preliminares mostram que a técnica de medição pode detectar óleo automotivo SAE 40 em água em proporções de volume inferiores a 0,5%. Mostraram os resultados experimentais para a magnitude e fase do coeficiente de reflexão em função do tempo de aquisição. Os resultados foram normalizados usando os valores medidos na primeira aquisição. Os resultados de magnitude mostraram uma redução repentina em $t = 30$ min, quando a primeira porção de óleo contaminante de 5 ml foi adicionada ao béquer. Essa redução da magnitude do coeficiente de reflexão complexo de $r = 1,0$ para $r = 0,95$ aconteceu em um tempo muito pequeno, comparado ao tempo total de aquisição de 150 min. A partir daí, o valor da magnitude permaneceu praticamente constante, apesar das porções subsequentes de contaminante adicionadas ao béquer (uma a cada 30 minutos até o final do teste).

Ono et al., em 2011 e 2013, apresentaram uma sonda ultrassônica de modo duplo integrada que é capaz de transmitir e receber ondas longitudinais e de cisalhamento (LW e SW, respectivamente) simultaneamente. A sonda consiste em um transdutor ultrassônico de filme piezoelétrico (LW) espesso e um substrato com uma forma específica. Uma onda de cisalhamento (SW) é gerada dentro do substrato por conversão de modo. No projeto da sonda, dois fatores foram teoricamente investigados: a correspondência de impedância entre o substrato e o material sendo medido para melhorar a sensibilidade de medição e a eficiência de conversão de modo na face inclinada do substrato. O sensor desenvolvido foi testado com uma amostra líquida de silicone selecionada para demonstrar sua capacidade de medir propriedades de um líquido viscoso usando ondas longitudinais e ondas de cisalhamento.

Em 2018 Rabbani e Schmitt, aplicaram a técnica de refletometria de onda de cisalhamento ultrassônica para estudar a dependência da temperatura do betume, um hidrocarboneto, não newtoniano, ultra pesado de 6°API, com uma viscosidade à temperatura ambiente de aproximadamente 10^3 Pa·s. O aparato experimental empregou uma linha de

atraso feita de polietercetona (PEEK) cuja impedância de cisalhamento se aproxima mais da do betume, que permitiu maior sensibilidade, mas à custa de longos tempos de espera de equilíbrio. Os valores dependentes da temperatura do módulo de cisalhamento complexo e as consequentes estimativas da viscosidade por ondas de cisalhamento de fluxo constante seguem um comportamento linear na faixa de 10°C a 50°C, mas ocorreram discrepâncias significativas entre os resultados pelo método ultrassônico e o convencional.

Schirru et al., em 2015, 2016, 2017 e em 2019, mostraram que muitos mecanismos lubrificados, como rótulas ou vedações, são caracterizados por interfaces de três camadas; onde há um óleo que separa dois corpos sólidos. Foi possível medir as propriedades viscoelásticas por meio de reflexão ultrassônica em óleo lubrificante em sistemas de camadas. Foram apresentadas as soluções gerais para a reflexão de ondas planas longitudinais a partir de sistemas de fluidos, de sólidos em múltiplas camadas e soluções semelhantes que foram aplicadas às ondas de cisalhamento planas. Mostraram também que o uso de uma camada de correspondência intermediária com comprimento de onda de um quarto melhora a sensibilidade da medição ultrassônica e supera os problemas de incompatibilidade acústica. Isso abriu a possibilidade de usar métodos de refletância para medir aplicações de rolamentos de engenharia (metal-óleo) que são acusticamente incompatíveis. Além disso, eles apresentaram um modelo matemático para propagação de ondas em um sistema de três camadas onde foi resolvido para o módulo de coeficiente de reflexão e validado usando um viscosímetro ultrassônico de comprimento de onda de um quarto de distância. O modelo foi testado contra dados experimentais para dois fluidos Newtonianos de referência, água e hexadecano, e para um fluido de referência não-Newtoniano, esqualeno mais poli-isopreno (SQL + PIP), medido com frequências entre 5 e 15 MHz. A medição da viscosidade não ficou limitada à frequência de ressonância, mas foi realizada em uma faixa de frequência de banda larga. Isso foi importante para melhorar a confiança na medição e a medição precisa da espectroscopia para a determinação de propriedades viscoelásticas.

Manfredi et al, em 2019, em seu trabalho, apresentaram uma proposta para o uso de uma onda de cisalhamento continuamente repetida do tipo chirp (CRC) para amplificar a resposta acústica mensurável à viscosidade do líquido. A técnica permitiu que múltiplas reflexões sobreponham-se dentro do componente e formem uma onda estacionária quase estática cujo espectro de amplitude depende da condição no limite sólido-líquido. Os transdutores ultrassônicos de cisalhamento com elementos de frequência de ressonância de 5 MHz foram ligados à superfície inferior de uma placa de alumínio em um arranjo de arremesso para medir o líquido em contato com a superfície superior. Os transdutores foram

pulsados usando uma varredura de frequência continuamente repetida, de 0,5 a 9,5 MHz por 10 ms. O espectro de amplitude da onda estacionária resultante foi observado para uma série de óleos de viscosidade padrão, que serviram como um procedimento de calibração, a partir do qual o coeficiente de reflexão da onda estacionária (S) foi obtido. A técnica também foi avaliada com a adição de uma camada de poliamida (ML) entre a interface metálica e líquida. Os valores de medição de viscosidade ultrassônica foram então comparados com as medidas feitas usando um viscosímetro de laboratório convencional. Descobriu-se que o método CRC melhorou significativamente a sensibilidade da medição da viscosidade em uma interface metal-líquido quando comparado a um único pulso de frequência com o benefício de geração de sinais de baixo custo e requisitos de hardware de aquisição. O método CRC também foi capaz de realizar medições imediatas de resposta rápida, pois o sinal responde em tempo real sem a necessidade de esperar por um pulso de retorno.

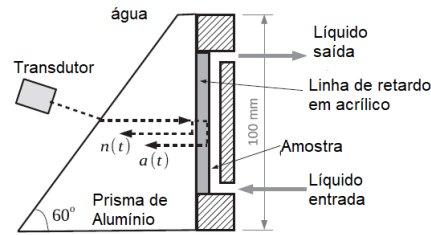
No artigo de Franco e Buiochi publicado em 2019, foi apresentado o método de refletância de onda de cisalhamento empregada para a medição de viscosidade de líquidos e duas metodologias de processamento de sinais, destinadas a contornar o problema do comportamento oscilante do coeficiente de reflexão. Estas metodologias propostas e testadas utilizam uma banda de frequência em vez de uma única frequência, mostram mais precisão e exatidão conforme tabela (1.1) que apresenta a viscosidade dinâmica em (Pa·s) medida por ultrassom nas frequências de trabalho de 1,0 MHz, usando os métodos de frequência central (CF), média frequência (AF) e relação integral (IR). Foram usadas três substâncias comestíveis como amostras líquidas e dois derivados de petróleo, cobrindo uma faixa de viscosidade de três ordens de grandeza. A célula de medição era um dispositivo de conversão de modo com frequências de trabalho de 1,0 e 2,25 MHz, conforme figura 1.5.

Tabela 1.1 - Viscosidade dinâmica (Pa·s) medida por ultrassom nas frequências de trabalho de 1,0 MHz, usando os métodos de frequência central (CF), média frequência (AF) e relação integral (IR). O valor entre parênteses é o desvio percentual em relação ao viscosímetro.

Método	Óleo Mineral	Óleo de Oliva	Óleo SAE 40	Glicerina
CF ^a	0.0552 ± 0.0304 (120.8%)	0.0203 ± 0.0052 (78.1%)	0.3424 ± 0.0587 (3.8%)	1.3531 ± 0.1460 (1.2%)
AF ^b	0.0595 ± 0.0234 (138.0%)	0.0109 ± 0.0044 (17.5%)	0.3619 ± 0.0323 (1.7%)	1.3301 ± 0.0860 (2.9%)
IR ^c	0.0254 ± 0.0026 (1.8%)	0.0953 ± 0.0030 (2.8%)	0.3647 ± 0.0055 (2.5%)	1.3963 ± 0.0163 (2.0%)

Fonte: Adaptado pelo autor de (FRANCO e BUIOCHI, 2019).

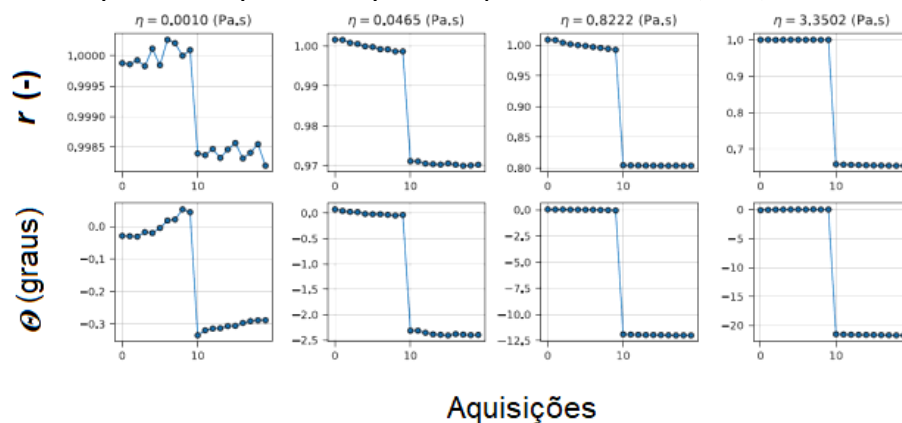
Figura 1.5 - Diagrama da célula de medição com conversão de modo.



Fonte: Adaptado pelo autor de (FRANCO e BUIOCHI, 2019).

Franco, Barrera, Formigoni e Buiochi publicaram em 2021, os estudos referentes ao desenvolvimento de uma nova célula de medição de viscosidade por meio de transdutor de cisalhamento com a interface sólido-líquido com retrorefletor em prisma, cuja a imagem detalhada da célula encontra-se no capítulo 3, figura 3.3. A célula com retrorefletor se distingue das células com transdutor de cisalhamento convencional pela substituição da superfície plana na interface de medição por uma superfície ranhurada na forma de um prisma, que funciona de maneira semelhante a um retrorefletor óptico. A reflexão completa das ondas envolve uma dupla reflexão com incidência oblíqua, onde ambos os fenômenos aumentam a sensibilidade em comparação com uma superfície plana. Comprovou-se que a sensibilidade é suficiente para medir a mudança na magnitude e na fase do coeficiente de reflexão mesmo para a pequena parcela da energia transmitida à água. Foi proposto um modelo para calcular a viscosidade e uma abordagem de calibração para a medição. Os resultados com amostras de mistura de água e xarope de milho são relatados conforme figura 1.6. A célula desenvolvida neste artigo é apresentada também no capítulo 3 nesse trabalho.

Figura 1.6 - Magnitude e fase do coeficiente de reflexão para uma sequência de 20 aquisições (10 aquisições com ar e 10 com a amostra líquida), mostrando a mudança devido à presença do líquido na interface de medição, para quatro concentrações diferentes. As amostras cobrem três ordens de magnitude de viscosidade, desde água pura até xarope de milho puro. Temperatura de teste: $23,3 \pm 0,2$ °C.



Fonte: Adaptado pelo autor de FRANCO et al. (2021)

CAPÍTULO 2: FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. Teoria da Deformação

A forma geral de entendimento sobre sólidos e líquidos baseia-se principalmente na diferente resposta que os materiais apresentam quando submetidos às tensões externas relativamente baixas e em uma escala de tempo muito reduzida. Um sólido, quando submetido a uma força tangencial à sua superfície, tem esta deformada até entrar no equilíbrio estático, já um fluido não encontra o equilíbrio estático em qualquer circunstância, pois quando submetido a uma força tangencial, sua superfície deforma-se continuamente. Essas características justificam a fluidez dos líquidos e o comportamento elástico dos sólidos conservando seu formato (BRUNETTI, 2008).

Para pequenas deformações em pequenos intervalos de tempo, um líquido pode apresentar comportamento elástico, próprio dos sólidos; e um sólido submetido a uma tensão constante pode escoar, apresentando comportamento próprio de líquidos, se a escala de tempo for muito grande, exemplos: vidro e concreto. Assim sendo, um material pode ser considerado como sólido ou líquido dependendo da escala de tempo do processo de deformação (BARNES; HUTTON; WALTERS, 1989). Em reologia é usado um parâmetro adimensional chamado de número de Débora (D_e) para quantificar essa escala de tempo:

$$D_e = \frac{\tau_m}{\tau_d} \tag{2.1}$$

onde τ_d é o tempo de observação característico do processo de deformação e τ_m é o tempo característico do material ou tempo de relaxação. O parâmetro D_e é infinito para um sólido de Hooke e zero para um líquido newtoniano (BARNES; HUTTON; WALTERS, 1989).

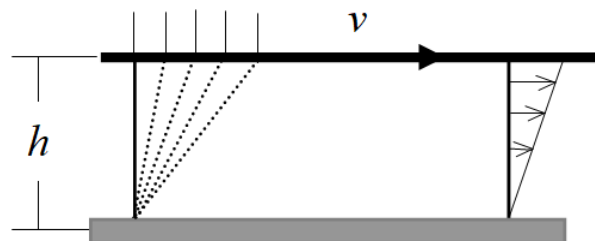
Dependendo do comportamento reológico da substância, pode-se classificá-la em puramente viscosa ou elástica. Esta classificação baseia-se em modelos lineares que relacionam a deformação à tensão aplicada no material. O modelo teórico de deformação para líquidos foi apresentado por Sir Isaac Newton (1642-1727), equação (2.2), e o modelo de deformação para sólidos, foi apresentado por Robert Hooke (1635-1703), equação (2.3):

$$\sigma = \underbrace{\eta \cdot [\text{taxa de deformação}]}_{\text{Fluido Newtoniano}}, \quad (2.2)$$

$$\sigma = \underbrace{k \cdot [\text{deformação}]}_{\substack{\text{Sólidos} \\ \text{Hookeanos}}}, \quad (2.3)$$

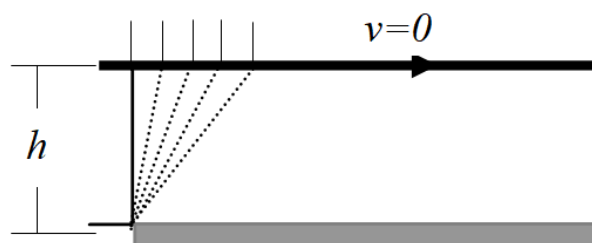
onde η é a viscosidade, cuja unidade de medida é [Pa.s] no sistema internacional, e k é a constante de rigidez, cuja unidade de medida é [Pa]. Para analisar os princípios físicos de medição ultrassônica da viscosidade, são relevantes os conceitos de sólidos e líquidos fornecidos pela reologia. Forças aplicadas em fluidos causam o escoamento; forças aplicadas em sólidos causam as deformações. Resulta daí a necessidade de se expressar a tensão atuante no líquido como proporcional à taxa temporal de deformação (comportamento viscoso); em um sólido ela é proporcional à deformação (comportamento elástico). A figura 2.1 ilustra um fluido se deformando continuamente sob a ação da tensão σ . De forma análoga, a figura 2.2 mostra um sólido que exibe uma deformação fixa para cada tensão aplicada.

Figura 2.1 - Fluido escoando entre uma placa estacionária e outra que se desloca com velocidade constante v devido à tensão aplicada. O fluido se deforma continuamente devido ao movimento relativo entre partículas. O perfil de velocidades é linear.



Fonte: Autor

Figura 2.2 - Sólido sujeito a uma tensão aplicada em sua face superior. Diagrama ilustra as deformações em função da tensão aplicada. Em equilíbrio, não há movimento relativo entre as partículas.



Fonte: Autor

2.1.1 Tensão e deformação de cisalhamento

2.1.1.1. Deformação e taxa de deformação

A deformação de cisalhamento simples consiste no movimento de sucessivas camadas de material com respeito a uma camada de referência, de tal maneira que o deslocamento de uma camada é proporcional à sua distância da camada de referência. Os modelos se constituem quando a taxa de deformação ou a deformação são especificadas. Considere o retângulo ABCD (elemento infinitesimal) com lados Δx e Δy , representado na figura 2.3. Ao ser submetido a uma tensão na face BC, o ponto B se desloca para B' e o C para C'. A deformação de cisalhamento, definida pelo ângulo γ , formado por BAB', resulta do movimento relativo dos pontos B e B' em relação ao ponto A (aqui tomado como referência), é chamada de deformação de cisalhamento simples. Nesse caso, não há mudança na direção perpendicular ao plano de movimento.

Para Δx e Δy infinitesimais, a deformação, expressa em função dos segmentos, é:

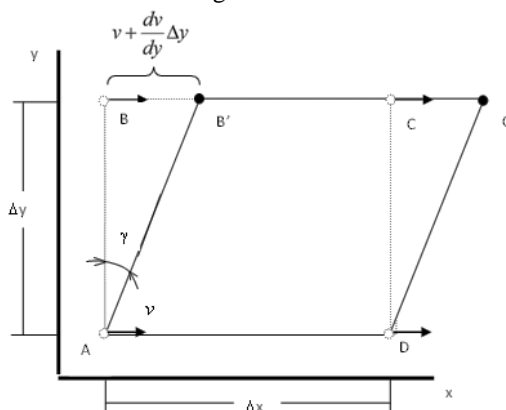
$$\tan \gamma \cong \gamma = \frac{BB'}{AB} \quad (2.4)$$

Para deformações extremamente pequenas, o ângulo de cisalhamento γ é igual à deformação de cisalhamento, equação (2.4).

O segmento BB' se deforma continuamente. Sendo v a velocidade do fluido em A e Δt o intervalo de tempo, então:

$$BB' = \left(\frac{dv}{dy} \Delta y \right) \cdot \Delta t \quad (2.5)$$

Figura 2.3 - Deformação de um elemento retangular ABCD submetido a tensão de cisalhamento simples.



Substituindo-se a equação (2.5) na equação (2.4) obtém-se a taxa de deformação para o fluido:

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dy} \quad (2.6)$$

É importante esclarecer que o gradiente de velocidade dv/dy é igual à taxa de cisalhamento somente quando as linhas de fluxo são retas, escoamento laminar (WHORLOW, 1992), hipótese considerada neste trabalho.

A extensão desses modelos para um estado de tensão tridimensional é a equação constitutiva do material. Ela, de fato, é um modelo que relaciona deformação com tensão para sólidos Hookeanos ou fluidos Newtonianos. Expressa em notação indicial, a equação constitutiva é dada por:

$$\sigma_{ij} = \lambda \cdot D_{ij} \cdot \delta_{ij} + 2 \cdot \mu \cdot D_{ij} \quad (2.7)$$

onde δ_{ij} é o delta de Kronecker;

sendo:

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 1, & \text{se } i = j \\ 0, & \text{se } i \neq j \end{cases} ;$$

e D_{ij} é o tensor das deformações definido na equação (2.8) (sólido ou fluido); \mathbf{u} , \mathbf{v} e \mathbf{w} são vetores paralelos às direções \mathbf{x} , \mathbf{y} , \mathbf{z} e representam velocidades ou deformações, dependendo se a matéria é um fluido ou um sólido. Finalmente, λ e μ são os parâmetros de Lamé que dependem da temperatura e expressam, tanto para fluidos como para sólidos, uma relação linear entre o tensor de deformações e o campo de tensão. Além disso, esses parâmetros impõem um comportamento isotrópico no tensor das tensões, isto é: $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$.

$$D_{ij} = \begin{bmatrix} D_{xx} & D_{yx} & D_{zx} \\ D_{xy} & D_{yy} & D_{zy} \\ D_{xz} & D_{yz} & D_{zz} \end{bmatrix} = \frac{1}{2} \cdot \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial x} & \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) & \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \right) \\ \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) & \frac{\partial v}{\partial y} & \left(\frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \right) \\ \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \right) & \left(\frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \right) & \frac{\partial w}{\partial z} \end{bmatrix} \quad (2.8)$$

2.1.1.2. Relação Tensão-deformação

Conforme o material é tensionado, mostrado na seção anterior na figura 2.4, dois tipos extremos de comportamento podem acontecer, se o material for líquido newtoniano, apresenta-se um deslizamento ou escoamento que vai perdurar enquanto a tensão seja mantida. Esses líquidos são chamados de newtonianos devido ao fato que foi Sir Isaac Newton quem na sua famosa publicação do ano 1687, “The Principia: Mathematical Principles of Natural Philosophy”¹, descreveu esse comportamento pela primeira vez. Basicamente, a teoria diz que a resistência ao movimento é proporcional à taxa de deformação, unindo a equação (2.2) com a equação (2.6) tem-se:

$$\sigma = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (2.9)$$

onde σ é a tensão de cisalhamento e η é a viscosidade (constante de proporcionalidade). Assim, isolando a viscosidade temos uma razão entre a tensão de cisalhamento pela taxa de cisalhamento.

Quando o material se comporta como um sólido perfeitamente elástico é modelado pela lei de Hooke, deformando-se instantaneamente e permanecendo deformado, sem nenhum outro movimento pelo tempo que a tensão é mantida. Depois de liberada a tensão, o elemento de material retorna ao estado inicial. A equação (2.10) representa a lei de Hooke.

$$\sigma = k \cdot \gamma \quad (2.10)$$

¹ Mesmo que essas ideias tenham sido introduzidas por Newton em 1687, foi até o século XIX que os cientistas Navier e Stokes desenvolveram uma teoria tridimensional consistente. Assim, as equações que governam o comportamento de um líquido newtoniano viscoso são chamadas de equações de Navier-Stokes. (FRANCO, 2010).

onde k é chamado de módulo de rigidez e é definido como a razão entre a tensão de cisalhamento e a deformação.

É apresentada no capítulo 6 do livro do Whorlow de 1992 a teoria de Maxwell, onde a tensão de cisalhamento σ resultante num meio viscoelástico é produzida através da soma da componente elástica, proporcional à deformação, com a componente viscosa, proporcional à velocidade de deformação, sendo na forma unidimensional conforme as equações (2.11) e (2.12).

$$\sigma_{viscoelástica} = \sigma_{viscosa} + \sigma_{elástica} \quad (2.11)$$

$$\sigma = \eta\dot{\gamma} + k\gamma \quad (2.12)$$

A relação tensão-deformação apresentada acima é equivalente ao modelo de Kelvin-Voigt para materiais viscoelásticos, que será tratado na seção 2.6 deste trabalho. Esse modelo está constituído por uma mola e um amortecedor viscoso dispostos em paralelo.

Existem outros tipos de relação tensão-deformação, os quais não serão tratados neste trabalho, por exemplo, o arranjo da mola e do amortecedor em série que leva ao conhecido modelo de Maxwell, podendo estabelecer a igualdade na tensão. Também existem outros modelos mais complexos com arranjos diferentes para qualquer número de molas e amortecedores, como o modelo de múltiplos elementos Maxwell-Wiechertd, o modelo de Zener que modifica tanto o modelo de Maxwell como também o modelo de Kelvin-Voigt ou o modelo de Burgers, entre outros. Cada modelo é adequado para descrever o comportamento viscoelástico de materiais diferentes, e a escolha do modelo apropriado depende das propriedades viscoelásticas desejadas de uma amostra específica. Além disso, muitas vezes é necessário combinar vários modelos para descrever adequadamente o comportamento viscoelástico de um material complexo. Entretanto, apesar dos outros modelos possuírem soluções analíticas, o caso do modelo de Kelvin-Voigt leva a uma equação de onda com solução mais simples, que é tratado na seção 2.6, podendo ser usada na célula desenvolvida.

2.2 Ondas de Cisalhamento

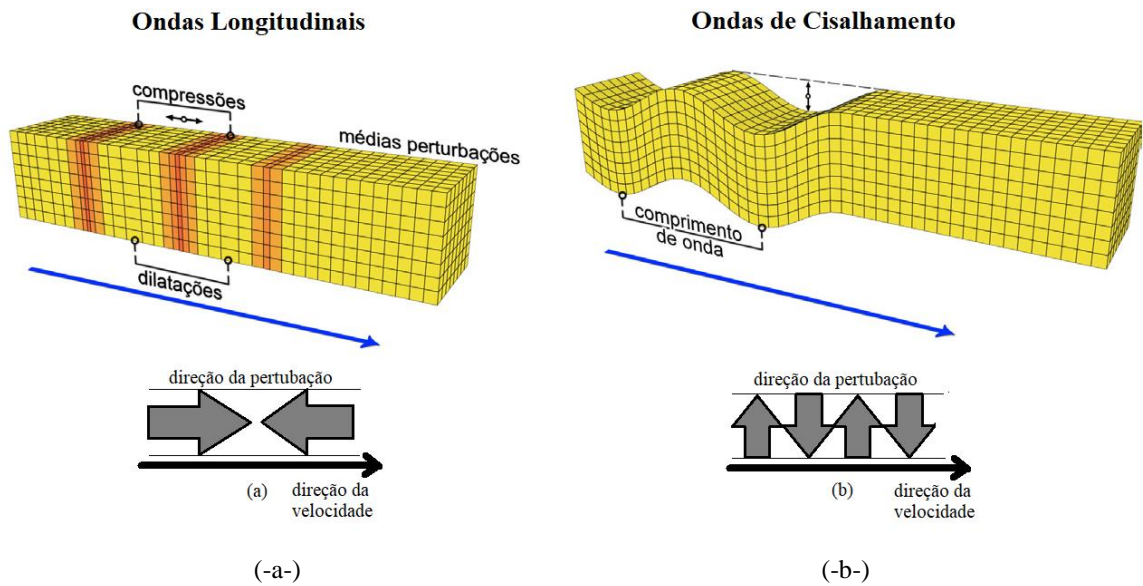
As ondas ultrassônicas podem se propagar em qualquer tipo de material, seja sólido, líquido ou gasoso, mas com velocidades diferentes, cuja origem está na estrutura, no espaçamento e no grau de agitação molecular. As ondas podem ser classificadas em longitudinais, quando a direção da propagação é paralela à direção da perturbação, mostrado na figura 2.4(-a-), em transversais, ou seja, de cisalhamento, quando a direção da propagação é perpendicular à direção da perturbação, mostrado na figura 2.4(-b-). A velocidade da onda de cisalhamento é aproximadamente a metade da onda longitudinal, que também é conhecida como onda de compressão.

Existe um terceiro tipo de onda, a qual não é estudada neste trabalho, que são as ondas de superfície, também conhecidas como ondas mistas. Uma onda pode ser classificada como mista quando as moléculas vibram transversalmente e longitudinalmente ao mesmo tempo. É o que acontece com ondas na superfície dos líquidos. As moléculas desenvolvem um movimento cíclico, retornando ao ponto de origem. Quanto maior a profundidade, menor será o ciclo realizado pelas moléculas, mostrado na figura 2.5.

As ondas de superfície também se propagam em meios sólidos. Nesse caso, as ondas de superfície são subdivididas em três tipos: (a) Ondas de Rayleigh, cujas ondas oscilam na superfície do material produzindo uma trajetória elíptica nas partículas formadoras desse material (são formadas com aproximadamente 90% de ondas de cisalhamento); (b) Ondas de Love, cujas ondas se propagam paralelamente a superfície e transversalmente em relação à velocidade de propagação; (c) Ondas de Lamb, cuja propagação possui comprimento de onda próximo à medida da espessura do meio de propagação. As ondas de Lamb podem ser produzidas por ondas longitudinais incidindo sob um ângulo de inclinação ao meio de propagação, e que se classifica em simétricas e assimétricas dependendo da simetria das compressões e dilatações (ROSE, 1999 e KINSLER, 2000).

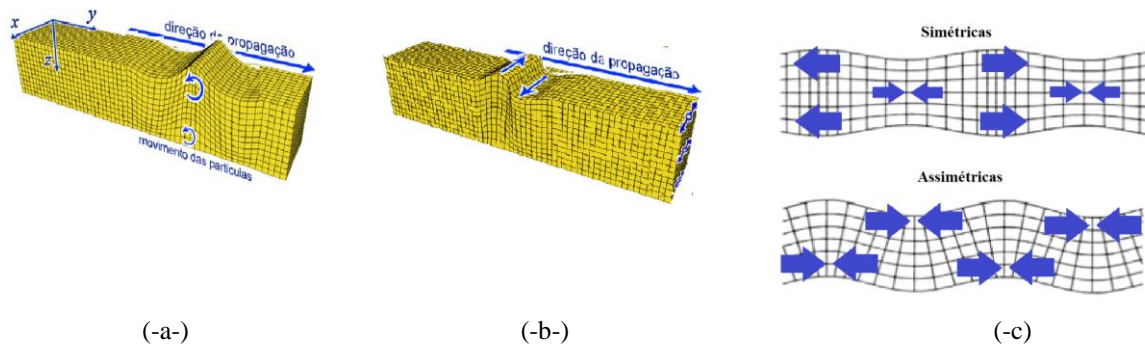
Como nas ondas de cisalhamento as partículas do meio se movimentam perpendicularmente à direção de propagação, essa oscilação pode estar orientada em qualquer direção no plano perpendicular à propagação da onda, assim podem existir infinitas ondas de cisalhamento.

Figura 2.4: (-a-) Onda longitudinal, (-b-) Onda de cisalhamento.



Fonte: Autor

Figura 2.5 - Ondas de superfície ou mista. (-a-) Ondas Rayleigh, (-b-) Ondas Love e (-c-) Ondas Lamb Simétricas e assimétricas.



Fonte: Adaptação de (Krautkrämer, 1990).

Neste trabalho, como as ondas de cisalhamento sempre incidem perpendicularmente à superfície de medição, não é necessário definir a polarização das ondas, ou seja, a direção de oscilação das partículas é paralela à interface plana sólido-amostra. Conforme E. Franco em sua tese em 2010, o tratamento unidimensional do problema é suficiente para todos os propósitos e a consideração dos meios de propagação como homogêneos e isotrópicos é uma excelente aproximação.

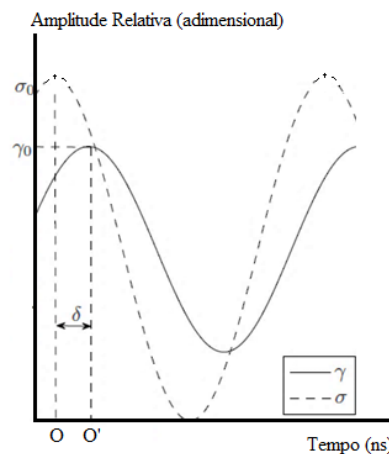
2.2.1 Módulo de cisalhamento complexo

Nas ondas de cisalhamento ocorre uma defasagem δ entre a tensão σ e a deformação γ . Tanto a tensão como a deformação se alternam ciclicamente com o tempo, com amplitudes σ_0

e γ_0 , respectivamente, e frequência $f = \omega/2\pi$. Estas relações são apresentadas na figura 2.6 (FRANCO, 2010 e WHORLOW, 1992).

Da equação (2.11), a tensão de cisalhamento é a soma de duas componentes, sendo que o primeiro termo é a componente viscosa, cuja deformação está atrasada 90° em relação à tensão, e o segundo termo é a componente elástica, cuja deformação está em fase com a tensão. Se ambas as componentes são diferentes de zero, então a deformação e a tensão estão defasadas com um valor $0 < \delta < 90^\circ$.

Figura 2.6 - Formas de ondas da tensão σ e da deformação γ em regime harmônico.



Fonte: Adaptado (Franco 2010 e Whorlow, 1992)

A figura 2.6 mostra as formas de onda da tensão e da deformação em regime harmônico com defasagem δ . Supondo que a deformação apresenta sua máxima amplitude na origem O', (WHORLOW, 1992) tem-se:

$$\gamma = \gamma_0 \cos(\omega t) \quad (2.13)$$

$$\sigma = \sigma_0 \cos(\omega t + \delta) \quad (2.14)$$

e aplicando a transformação trigonométrica fundamental no cosseno da tensão, tem-se:

$$\sigma = \sigma_0 \cos(\omega t) \cos(\delta) - \sigma_0 \sin(\omega t) \sin(\delta) \quad (2.15)$$

Utilizando G' , módulo de armazenamento (ou elástico) que é a razão entre a amplitude da tensão em fase $\sigma_0 \cos(\delta)$ pela amplitude da deformação γ_0 , e G'' , módulo de perda (ou viscoso), que é a razão entre a amplitude da tensão em quadratura $\sigma_0 \sin(\delta)$ pela amplitude da deformação γ_0 , respectivamente, na equação (2.15), são obtidas as relações (WHORLOW, 1992):

$$G' = \frac{\sigma_0 \cos(\delta)}{\gamma_0} \Rightarrow G' \gamma_0 = \sigma_0 \cos(\delta) \quad (2.16)$$

$$G'' = \frac{\sigma_0 \sin(\delta)}{\gamma_0} \Rightarrow G'' \gamma_0 = \sigma_0 \sin(\delta) \quad (2.17)$$

Substituindo as equações (2.16) e (2.17) na equação (2.15) e colocando a deformação inicial em evidência, obtém-se a equação (2.18).

$$\sigma = \gamma_0 (G' \cos(\omega t) - G'' \sin(\omega t)) \quad (2.18)$$

Partindo do conceito elementar que a taxa de deformação $\dot{\gamma}$ é a derivada em função do tempo da deformação, tem-se:

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d(\gamma_0 \cos(\omega t))}{dt} = -\omega \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (2.19)$$

Assim, ao reescrever a equação (2.18), tem-se:

$$\sigma = G' \gamma + \frac{G'' \dot{\gamma}}{\omega} \quad (2.20)$$

Aplicando a identidade de Euler, apresentada como a equação (2.21):

$$e^{j\gamma} = \cos(\gamma) + j \sin(\gamma), \quad (2.21)$$

obtém-se o modo de cisalhamento complexo G^* formado pela soma de G' , módulo de armazenamento (ou elástico), com G'' , modo de perda (ou viscoso), que está representado na equação (2.22).

$$G^* = G' + jG'' \quad (2.22)$$

Substituindo na equação (2.22), as equações (2.16) e (2.17), para em seguida usar a relação de identidade de Euler, chamando o termo $\sigma_0 \cdot e^{j\delta}$ como “amplitude complexa da tensão (σ)”, onde $j = \sqrt{-1}$ é a unidade imaginária, o módulo de cisalhamento complexo resulta em:

$$G^* = \frac{\sigma_0 e^{j\delta}}{\gamma_0}, \quad (2.23)$$

sendo:

$$\tan(\delta) = \frac{G''}{G'} \quad (2.24)$$

Comparando a equação (2.12) do capítulo anterior com a equação (2.20), tem-se:

$$\eta = \frac{G''}{\omega}, \quad (2.25)$$

onde η corresponde à viscosidade obtida à frequência de trabalho $\omega/2\pi$.

2.2.2 Equação de onda de cisalhamento

Considerando uma camada fina de espessura dz , com massa por unidade de área ρdz e com deslocamento u perpendicular à direção de propagação da onda de cisalhamento (Oz), conforme mostra a figura 2.7, a equação do movimento da camada é obtida ao usar a 2ª lei de Newton:

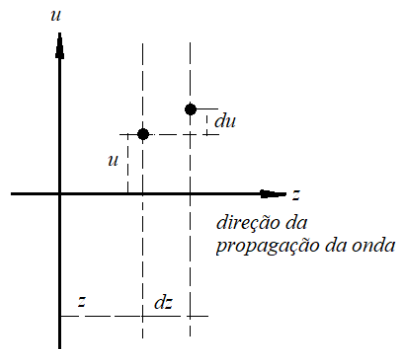
$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma}{\partial z} \quad (2.26)$$

Substituindo a definição da deformação de cisalhamento $\gamma = \partial u / \partial z$ e a equação (2.20) na equação (2.26), chega-se à seguinte equação diferencial que representa uma onda propagando-se num meio elástico com perdas viscosas (WHORLOW, 1992):

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = G' \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} + \frac{G''}{\omega} \frac{\partial^3 u}{\partial z^2 \partial t}, \quad (2.27)$$

onde u é o deslocamento da partícula, ρ é a densidade do meio em repouso e z é a direção de propagação da onda.

Figura 2.7 - Propagação de uma onda de cisalhamento plana. Uma camada fina perpendicular z ao oscilar na direção u gera ondas que se propagam na direção z



Fonte: Adaptado de (Whorlow, 1992).

Na resolução da equação (2.27) considera-se u como uma quantidade complexa proporcional a $e^{(j\omega t)}$, sendo a parte real de u o deslocamento. A equação (2.27) torna-se:

$$-\rho\omega^2 u = G' \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} + jG'' \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \quad (2.28)$$

Substituindo o modo de cisalhamento complexo G^* , dado pela na equação (2.22), na equação (2.28), tem-se a equação da onda de cisalhamento descrita no domínio da frequência:

$$-\rho\omega^2 u = G^* \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \quad (2.29)$$

e generalizando para o domínio do tempo, tem-se:

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = G^* \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \quad (2.30)$$

Assim, a velocidade de propagação complexa é definida por:

$$c^* = \sqrt{\frac{G^*}{\rho}} \quad (2.31)$$

A velocidade ultrassônica complexa é um parâmetro que descreve a propagação de ondas de cisalhamento em um meio material, levando em consideração tanto suas propriedades elásticas quanto viscosas. O módulo de armazenamento G' é uma medida da capacidade do material em armazenar energia elasticamente quando submetido a uma tensão de cisalhamento. Ele representa a parte real de G^* , contribuindo para a componente real da velocidade ultrassônica complexa. Quanto maior o valor de G' , mais rígido é o material, resultando em uma maior velocidade ultrassônica complexa. O modo de perda G'' é uma medida da dissipação de energia viscosa que ocorre quando o material é submetido a um cisalhamento. Ele representa a parte imaginária de G^* , contribuindo para a componente imaginária da velocidade ultrassônica complexa. Quanto maior o valor de G'' , mais viscoso é o material, o que resulta em uma diminuição da velocidade ultrassônica complexa. A densidade do material, representada por ρ , também influencia na velocidade ultrassônica complexa. A densidade afeta a propagação da onda ultrassônica, sendo inversamente proporcional à velocidade ultrassônica complexa. Ou seja, quanto maior a densidade do material, menor será a velocidade ultrassônica complexa.

2.3. Impedância Acústica

A impedância acústica Z é a soma da resistência acústica com a reatância acústica, ou seja, é uma propriedade que todo meio apresenta com determinadas características específicas da propagação de onda. Em termos físicos a impedância acústica é definida como a razão entre a tensão mecânica aplicada e a velocidade induzida na partícula, assim:

$$Z = \frac{\sigma}{v} \quad (2.32)$$

Considerando uma onda plana, a impedância acústica num meio perfeitamente elástico, ou seja, sem atenuação, está relacionada com as propriedades físicas do meio pela seguinte relação:

$$Z = \rho c \quad (2.33)$$

onde ρ e c são a massa específica e a velocidade de propagação da onda no meio, respectivamente.

Para os casos de ondas longitudinais ou transversais em sólidos isotrópicos, ou ondas longitudinais em líquidos, a equação (2.30) é uma excelente representação da impedância acústica, já que apresentam atenuação relativamente baixa para as frequências na ordem de MHz. Entretanto, nos casos das ondas de cisalhamento em líquidos, a velocidade de propagação é uma quantidade complexa (eq. 2.31), e, portanto, a impedância acústica, tem uma componente imaginária da mesma ordem ou inclusive maior, que a sua componente real. Nesse caso, ao substituir a equação (2.31) na equação (2.33), obtém-se a impedância acústica complexa Z^* dada por (WHORLOW, 1992):

$$Z^* = \sqrt{\rho G^*} \quad \text{ou} \quad Z^* = \sqrt{\rho(G' + jG'')} \quad (2.34)$$

A impedância acústica complexa Z^* representa ao mesmo tempo a velocidade de propagação e a atenuação da onda (KINO, 1987). As componentes reais e imaginárias da impedância acústica são chamadas de resistência acústica (W) e de reatância acústica (X), ou seja:

$$Z^* = W + jX \quad (2.35)$$

Substituindo a equação (2.31) na equação (2.35) e igualando as partes real e imaginária, são obtidas as relações entre as componentes de G^* e Z^* :

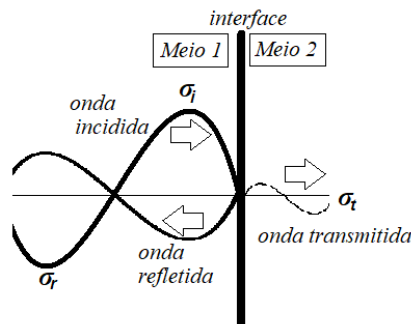
$$G' = \frac{W^2 - X^2}{\rho} \quad , \quad (2.36)$$

$$G'' = \frac{2WX}{\rho}, \quad (2.37)$$

2.4. Reflexão na Interface

Para uma onda de cisalhamento incidindo perpendicularmente à superfície plana da interface entre dois meios com impedâncias acústicas diferentes, parte da onda é refletida e parte é transmitida, conforme mostra a figura 2.8.

Figura 2.8 - Reflexão de uma onda de cisalhamento na interface entre os meios 1 e 2 com impedâncias acústicas diferentes.



Fonte: Adaptado de (Franco, 2010; Krautkrämer, 1990).

Assim sendo, é possível definir um coeficiente de reflexão R , adimensional, como a razão entre as tensões mecânicas refletida σ_r e incidente σ_i , como também um coeficiente de transmissão T como a razão entre as tensões mecânicas transmitidas σ_t e incidentes σ_i mostradas nas equações (2.38) e (2.39), respectivamente (KINO, 1987 e KRAUTKRÄMER, 1990):

$$R = \frac{\sigma_r}{\sigma_i}, \quad (2.38)$$

$$T = \frac{\sigma_t}{\sigma_i} \quad (2.39)$$

que pode ser expressada nas equações (2.40) e (2.41) em termos das impedâncias acústicas características dos meios para incidência normal:

$$R = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1}, \quad (2.40)$$

$$T = \frac{2Z_2}{Z_2 + Z_1}, \quad (2.41)$$

onde Z_1 e Z_2 são as impedâncias acústicas do meio 1 e do meio 2, respectivamente. Tanto as impedâncias acústicas como os coeficientes de reflexão e de transmissão são, em geral, grandezas complexas devido à atenuação. Analisando fisicamente a equação (2.40), quando Z_2 for muito maior que Z_1 , ($Z_2 \gg Z_1$) a onda incidente quando atingir a interface se comporta como uma interface rígida, e o coeficiente de reflexão será $R \approx +1$, uma grande diferença de impedância causa uma reflexão completa. A mesma situação acontece quando $Z_2 \approx 0$, ou seja, num limite livre, o coeficiente de reflexão $R = -1$, mas com inversão de fase. Quando $R = 0$, não existe diferença de impedância entre os dois meios, ou seja, não existe reflexão.

Para a determinação da viscosidade de um líquido, dois casos são relevantes: a reflexão na interface sólido-sólido e a reflexão na interface sólido-líquido. No caso da interface sólido-sólido, as impedâncias dos dois meios podem ser consideradas reais e o coeficiente de reflexão e de transmissão são apresentados nas equações (2.42) e (2.43) abaixo:

$$R = \frac{\rho_2 c_2 - \rho_1 c_1}{\rho_2 c_2 + \rho_1 c_1}, \quad (2.42)$$

$$T = \frac{2\rho_2 c_2}{\rho_2 c_2 + \rho_1 c_1}, \quad (2.43)$$

onde ρ_i e c_i são, respectivamente, a densidade e a velocidade de propagação no meio i , para $i=1$ e 2 .

Entretanto, para este trabalho a impedância acústica do líquido será considerada complexa, resultando em um coeficiente de reflexão complexo R^* na interface sólido-líquido. Assim, a partir das equações (2.33) e (2.42) são obtidas as equações:

$$R^* = \frac{Z_2^* - Z_1}{Z_2^* + Z_1}, \quad (2.44)$$

$$R^* = \frac{\sqrt{\rho_2 G_2^*} - \rho_1 c_1}{\sqrt{\rho_2 G_2^*} + \rho_1 c_1}, \quad (2.45)$$

Isolando Z_2^* em função de Z_1 e de R^* na equação (2.44) tem-se:

$$Z_2^* = Z_1 \left(\frac{1 + R^*}{1 - R^*} \right), \quad (2.46)$$

Pode-se representar o coeficiente de reflexão complexo por uma magnitude r e uma fase θ , relacionadas com a variação da amplitude e a defasagem da onda no processo de reflexão, respectivamente, com respeito a uma medição prévia de calibração (FRANCO, 2010). Assim, tem-se:

$$R^* = r e^{j(\pi - \theta)} \quad (2.47)$$

$$R^* = -r e^{-j\theta} \quad (2.48)$$

Quando o segundo meio é o ar, ocorre uma reflexão completa com inversão da fase (180°). A presença do líquido causa um decréscimo na magnitude e uma mudança de fase. Dessa maneira, a fase da onda no processo de reflexão é dada por $\pi - \theta$. Onde r e θ são as quantidades mensuráveis do método e as técnicas experimentais usadas para sua medição. O intervalo fisicamente aceito para a magnitude são $\theta \leq r \leq 1$ conforme a equação (2.38) e o intervalo para a fase é $\theta \leq \theta \leq 90^\circ$. No caso da fase, $\theta = 0$ quando o segundo meio for ar e $\theta > 0$ quando for líquido, aumentando a defasagem com o aumento da viscosidade do líquido, sendo o valor final teórico de $\theta = 90^\circ$.

2.5. Viscoelasticidade

Um material viscoelástico é aquele que possui as características intermediárias entre um sólido perfeitamente elástico (Sólido Hookeano) e um fluido perfeitamente viscoso

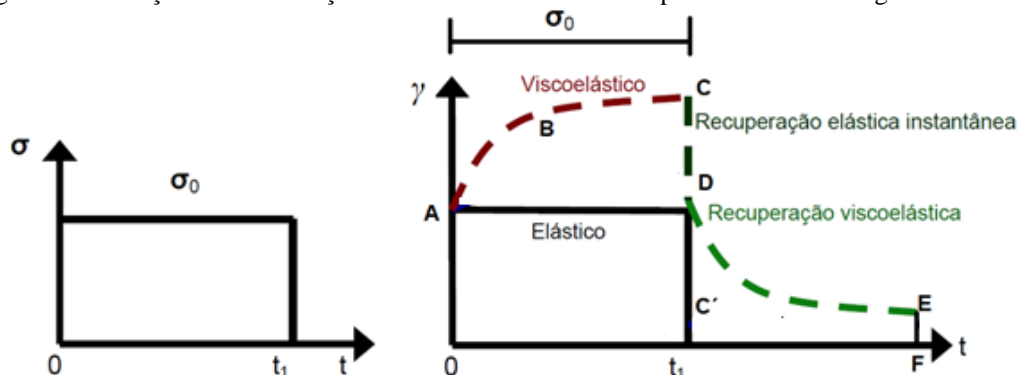
(Fluido Newtoniano). Dessa maneira, um material viscoelástico apresenta um comportamento de tensão-deformação na forma complexa dependente do tempo.

Os modelos simples para a medição de viscosidade não são eficientes quando comparados aos resultados experimentais com os dados de simulação, os materiais reais necessitam de uma análise mais complexa. Neste trabalho são descritas apenas as características fundamentais da teoria viscoelasticidade, usando a notação de R. W. Whorlow em seu livro de 1992.

Primeiramente deve-se entender o comportamento elástico dos materiais sob tensão. Uma deformação elástica imediata é obtida após a aplicação de um carregamento, permanecendo constante enquanto o nível de tensão for mantido e desaparecendo imediatamente após a remoção da carga. A principal característica da deformação elástica é a reversibilidade. A maioria dos materiais elásticos apresenta um comportamento linear.

Quando os materiais atuam claramente como viscoelásticos em determinada temperatura, seu comportamento é descrito com uma ação elástica em virtude do carregamento, seguido por um contínuo aumento da deformação, numa taxa de variação de deformação decrescente com o tempo, ou seja, uma desaceleração do aumento da deformação, conforme figura 4.1. Quando a tensão é removida ocorre uma recuperação elástica como também uma recuperação da deformação dependente do tempo a uma taxa de variação continuamente decrescente.

Figura 2.9 – Reações da deformação sob tensão constante e abrupta retirada do carregamento de força.



Fonte: Autor, Adaptado: Whorlow, 1992.

Para materiais viscoelásticos as equações constitutivas devem incluir o tempo como variável, como também a deformação e a tensão. Mesmo sob o mais elementar carregamento constante ao longo do tempo, a forma da curva deformação versus tempo é significativamente complexa.

O comportamento viscoelástico manifesta-se de várias maneiras, incluindo fluência sob carga constante (conhecida como "creep"), relaxação de tensão sob deformação constante, recuperação da deformação ao longo do tempo após a remoção completa da carga, ruptura devido à fluência ao longo do tempo e dependência da frequência na resistência à fadiga.

Na figura 2.9 a letra A é o início do segmento quando ocorre a primeira leitura da tensão instantânea, que leva para uma deformação retardada após um intervalo de tempo. Quando a tensão mecânica é eventualmente removida, ocorre uma queda instantânea e abrupta, mostrada no segmento CD. O comportamento linear do material é representado pela linha OABC.

2.6. Modelo de Kelvin-Voigt

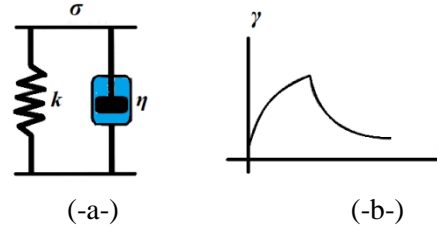
No caso de líquidos mais viscosos e com estrutura molecular mais complexa, como resinas poliméricas, óleos automotivos ou muitos produtos alimentícios, o efeito elástico no líquido pode ser considerável nas frequências de trabalho da ordem de MHz. Nesses casos, o modelo newtoniano não é satisfatório e outros modelos que representem o comportamento das propriedades viscoelásticas do líquido em função da frequência são necessários (WHORLOW, 1992).

Nesta seção, é apresentado o modelo de Kelvin-Voigt, que é usado no método de medição de viscosidade por ondas de cisalhamento. O método de medição tensão-deformação do modelo de Kelvin-Voigt é representado por meio de uma mola perfeitamente elástica arranjada em paralelo com um amortecedor perfeitamente viscoso, como mostrado na figura 2.11. Neste caso, a deformação de cisalhamento é igual nos dois elementos, levando à relação tensão-deformação mostrada na equação (2.12). Esse modelo é muito importante porque é um dos modelos mais simples e que leva a uma solução analítica da equação de onda (seção 2.2.2).

Na figura 2.10(-a-), o modelo consiste de uma mola de módulo k em paralelo com um amortecedor de viscosidade η . Se uma tensão constante σ é aplicada no instante $t = 0$, a elongação ou deformação da mola não será instantânea, será retardada pelo amortecedor. Esse tempo de atraso é denominado de τ' . A deformação ocorre a uma taxa variável, com a tensão distribuída entre os dois componentes (k e η), e após um tempo da viscosidade do amortecedor, a mola aproxima-se da elongação máxima finita.

Quando a tensão é removida, ocorre o processo reverso, onde a deformação decai com o tempo, então o comprimento inicial tende a se restabelecer, figura 2.10(-b-). O modelo representa a componente deformação-tempo para uma primeira aproximação.

Figura 2.10 - (-a-) Modelo físico Kelvin-Voigt, (-b-) Diagrama deformação-tempo.



Fonte: Autor, Adaptado de Whorlow, 1992.

As relações tensão-deformação são para a mola apresentadas como eq. (2.10) $\sigma_{elástico} = k\gamma$, apresentada aqui neste capítulo e de mesmo modo para o amortecedor $\sigma_{viscoso} = \eta\dot{\gamma}$, eq. (2.9) e também a tensão total, $\sigma_{viscoelástica} = \sigma_{viscosa} + \sigma_{elástica}$, eq. (2.11), que substituindo eq. (2.9) e (2.10) torna-se a eq. (2.12) $\sigma = \eta\dot{\gamma} + k\gamma$ e fazendo uma relação de

comparação com a equação (2.20), $\sigma = G'\gamma + \frac{G''\dot{\gamma}}{\omega}$, a equação (2.24) $\eta = \frac{G''}{\omega}$ é encontrada.

É relevante citar que num sistema paralelo mola-amortecedor tem-se: $\gamma_{sistema} = \gamma_{elástico} = \gamma_{viscoso}$, ou seja, a deformação do sistema elástico (mola) é igual à deformação do sistema viscoso (amortecimento).

Integrando a equação (2.20) para uma tensão constante a solução da deformação é:

$$\gamma = \frac{\sigma_0}{k} \left(1 - e^{-\frac{kt}{\eta}} \right), \quad (2.49)$$

E, após retirar a tensão constante, tem-se o processo de recuperação, onde $\sigma=0$, e a deformação é dada por:

$$\gamma = \gamma_0 e^{-\frac{t}{\tau'}}, \quad (2.50)$$

onde τ' é o tempo de retardamento (relaxation time) determinado pela equação abaixo:

$$\tau' = \frac{\eta}{k}, \quad (2.51)$$

Dividindo-se ambos os lados da equação (2.49) por σ_θ , obtém-se a compliância de fluência (creep compliance) para o modelo de Voigt dada por:

$$J(t) = J_0 \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau'}} \right), \quad (2.52)$$

Através das equações anteriores são obtidas as relações para a elasticidade e a viscosidade em função das quantidades mensuráveis r e θ , magnitude e fase, respectivamente (DIXON; LANYON, 2005; FRANCO 2010), que são apresentadas nas equações (2.53) e (2.54) a seguir:

$$G' = \frac{Z_s^2}{\rho_L} \left[\frac{(1-r^2)^2 - (2r \operatorname{sen} \theta)^2}{(1+r^2+2r \cos \theta)^2} \right] = \frac{\rho_s^2 c_s^2}{\rho_L} \left[\frac{(1-r^2)^2 - (2r \operatorname{sen} \theta)^2}{(1+r^2+2r \cos \theta)^2} \right], \quad (2.53)$$

e

$$\eta_v = \frac{Z_s^2}{\rho_L \omega} \left[\frac{4r(1-r^2) \operatorname{sen} \theta}{(1+r^2+2r \cos \theta)^2} \right] = \frac{\rho_s^2 c_s^2}{\rho_L \omega} \left[\frac{4r(1-r^2) \operatorname{sen} \theta}{(1+r^2+2r \cos \theta)^2} \right], \quad (2.54)$$

onde ρ_L é a densidade da amostra líquida e $Z_s = \rho_s c_s$ é a impedância acústica do sólido em contato com a amostra líquida, sendo ρ_s e c_s a densidade e a velocidade de propagação desse material sólido. η_v é a viscosidade viscoelástica.

As propriedades viscoelásticas do líquido são determinadas em uma onda de cisalhamento numa frequência ω , pela medição da magnitude e da fase do coeficiente de reflexão complexo R^* , se a impedância acústica do sólido Z_s e a densidade do líquido ρ_L são conhecidas.

É válido supor que o líquido tenha um comportamento predominantemente Newtoniano, ou seja, o valor de (G') é muito pequeno em relação ao valor de (G'') . Desta forma ao definir que $G' = 0$, sendo considerado uma aproximação razoável e em seguida igualar a equação (2.53) a zero é obtido:

$$1 - 2r^2(1 + 2 \operatorname{sen}^2 \theta) + r^4 = 0. \quad (2.55)$$

Esta relação é independente das propriedades do material dos sólidos ou dos líquidos (DIXON; LANYON, 2005; FRANCO 2010). Manipulando a equação acima por redução, é obtida a equação (2.56) para a variação de fase em função de r (magnitude).

$$\theta(r) = \frac{1}{2} \cos^{-1} \left[1 - \frac{(1-r^2)^2}{2r^2} \right] \quad (2.56)$$

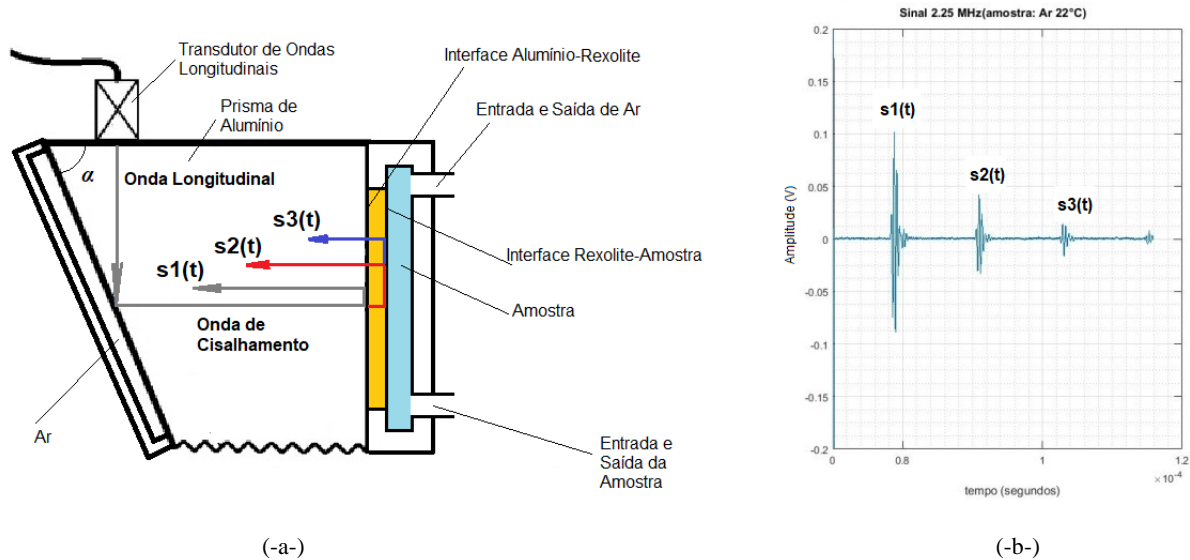
Desta forma, uma relação que fornece a viscosidade do líquido em regime Newtoniano, usando apenas a magnitude do coeficiente de reflexão pode ser obtido ao inserir a equação (2.56) na equação (2.54):

$$\eta_n = \frac{Z_s^2}{\rho_L \omega} \left[\frac{(1-r^2)}{1+r^2 + \sqrt{r^2(6-r^2)-1}} \right]^2. \quad (2.57)$$

2.7. Determinação dos Coeficientes de Reflexão

Para obter o coeficiente de reflexão na interface sólido-amostra líquida, são feitas duas medições em instantes diferentes, porém próximos, uma sem e outra com a amostra líquida com procedimentos idênticos e nas mesmas condições, como taxa de amostragem, amplificação do sinal e temperatura. Assim, devido aos problemas de instabilidade da eletrônica e do transdutor que podem aparecer entre as duas medições, deve-se empregar uma normalização usando os sinais de eco $s_1(t)$ e $s_2(t)$, sendo estes sinais apresentados na figura 2.11. Os coeficientes de reflexão são determinados comparando os sinais refletidos entre as interfaces sólido-ar e sólido-líquido, que são, respectivamente, $s_{ar}(t)$ e $s_{liquido}(t)$.

Figura 2.11 – (-a-) Esquema da montagem da célula US-CMI e (-b-) sinais adquiridos $s_1(t)$, $s_2(t)$ e $s_3(t)$.



Fonte: Autor.

Para determinar o coeficiente de reflexão complexo, a magnitude r e a variação de fase θ , segundo Cohen-Tenoudji em 1987 e Buiochi em 2000, são calculadas as transformadas de Fourier dos sinais $s_{ar}(t)$ e $s_{liquido}(t)$, resultando, respectivamente, nos valores $S_{ar}(f)$ e $S_{liquido}(f)$, onde f é normalmente a frequência com máxima energia no espectro de frequência do eco refletido na interface de medição. Assim, a magnitude r e a variação de fase θ do coeficiente de reflexão complexo podem ser obtidas por meio das equações (2.55) e (2.56):

$$r(f) = \frac{|S_{liquido}(f)|}{|S_{ar}(f)|}, \quad (2.55)$$

$$\theta(f) = |\phi_{liquido}(f) - \phi_{ar}(f)|, \quad (2.56)$$

onde $\phi_{liquido}(f)$ e $\phi_{ar}(f)$ referem, respectivamente, as fases dos ecos com e sem amostra líquida, podendo ser obtida pela equação (2.57),

$$\phi_{material}(f) = \arctan\left\{\frac{\Im[S(f)]}{\Re[S(f)]}\right\}, \quad (2.57)$$

onde \Im é a parte imaginária e \Re é a parte real do número complexo que resulta da transformada de Fourier do eco $s_1(t)$ e do eco $s_2(t)$.

2.7.1. Normalização

A normalização é uma técnica fundamental para minimizar os efeitos indesejados ocasionados por fatores externos que podem comprometer a precisão das medições em sistemas de caracterização de materiais. Dentre esses fatores, podemos citar a variação da temperatura e instabilidade da eletrônica, bem como os erros decorrentes da difração das ondas do sinal refletido na interface de medição. Para solucionar esses problemas, é necessário estabelecer uma interface de referência, definida pela descontinuidade no material sólido da linha de retardo, (COHEN-TENOUDJI, et al. 1987; SHAH e BALASUBRAMANIAM, 2000; FRANCO, 2006).

Ao estabelecer a interface de referência, torna-se possível comparar o sinal refletido na interface de medição com um sinal de referência constante fornecido pela interface de referência. Dessa forma, é possível compensar as diferenças na velocidade das ondas que se propagam entre o transdutor e a interface de referência entre as duas medições, o que aumenta a precisão das medições. Uma montagem ilustrativa com duas interfaces pode ser vista na figura 2.11. Nessa montagem, a interface de referência $s1(t)$ fornece uma referência constante para cada uma das medições (ar e líquido), o que permite uma comparação mais precisa dos sinais refletidos nas duas interfaces. Com isso, é possível minimizar os efeitos indesejados decorrentes das diferenças na velocidade das ondas que se propagam entre o transdutor e a interface de referência, o que leva a medições mais precisas e confiáveis.

Pode-se calcular no domínio da frequência a magnitude do coeficiente de reflexão é dada por:

$$r(f) = \frac{|S2_{líquido}(f)|}{|S2_{ar}(f)|} \frac{|S1_{ar}(f)|}{|S1_{líquido}(f)|}, \quad (2.58)$$

onde $S1_{ar}(f)$, $S2_{ar}(f)$, $S1_{líquido}(f)$ e $S2_{líquido}(f)$ são as transformadas de Fourier dos sinais $s1_{ar}(t)$, $s2_{ar}(t)$, $s1_{líquido}(t)$ e $s2_{líquido}(t)$, respectivamente.

A obtenção da fase no domínio do tempo ocorre a partir do cálculo das diferenças temporais entre os sinais e seus respectivos sinais de referência, como mostrado a seguir:

$$\theta = 2\pi f (\Delta t_{líquido} - \Delta t_{ar}), \quad (2.59)$$

onde $\Delta t_{\text{líquido}}$ é a diferença de tempo entre os sinais $s_2(t)_{\text{líquido}}$ e $s_1(t)_{\text{líquido}}$, e Δt_{ar} é a diferença de tempo entre os sinais $s_2(t)_{\text{ar}}$ e $s_1(t)_{\text{ar}}$. No domínio da frequência, tem-se:

$$\theta(f) = \left| \phi_{\text{líquido}}(f) - \psi_{\text{líquido}}(f) - \phi_{\text{ar}}(f) + \psi_{\text{ar}}(f) \right|, \quad (2.60)$$

onde $\psi(f)$ é a fase do sinal de referência, $\phi(f)$ é a fase do sinal refletido na interface de medição e f é a frequência de análise.

CAPÍTULO 3: CÉLULA DE MEDIÇÃO E MÉTODO EXPERIMENTAL

Neste trabalho, focamos no estudo e análise da célula de medição e no sinal emitido e recebido, deixando as características eletrônicas do pulsador/receptor e da placa Gage como invariantes. Para determinar a viscosidade do líquido, a medição do coeficiente de reflexão complexo é a propriedade física mais significativa. Essa propriedade é dependente da temperatura, pois a velocidade de propagação da onda e a impedância acústica nas linhas de retardo das células de medição são alteradas com pequena variação da temperatura.

A geração das ondas de cisalhamento é fundamental no método de medição e a maneira como isso é feito influencia fortemente o projeto dos dispositivos de medição. Basicamente existem duas maneiras de gerar ondas de cisalhamento (FRANCO, 2006):

- a) Transdutores de ondas longitudinais com conversão de modo, onde o projeto desses tipos de dispositivos proporciona ondas de cisalhamento mais puras.
- b) Transdutores de cisalhamento, onde os transdutores de cisalhamento, mesmo não gerando uma onda muito limpa, permitem um projeto mais simples e robusto.

Neste capítulo, são apresentadas inicialmente algumas das células usadas na medição da viscosidade que foram desenvolvidas pelo Laboratório de Ultrassom da Escola Politécnica da USP. Depois são apresentados a célula desenvolvida neste trabalho e os detalhes da montagem experimental. Além disso, são mostradas as características mais relevantes das células, assim como as vantagens e desvantagens inerentes a cada uma.

3.1. Células de medição de viscosidade (propostas anteriores)

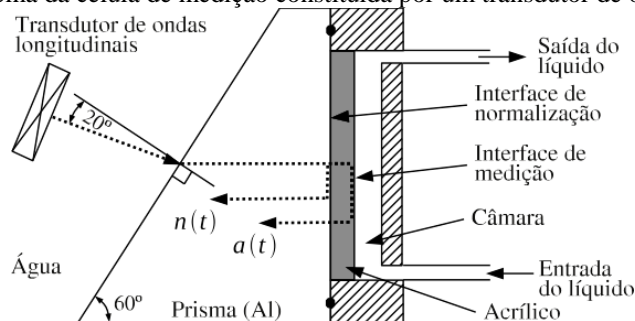
3.1.1 Célula com conversão de modo (CCM) com linha de retardo em água.

Na célula de medição que utiliza o fenômeno de conversão de modo (Buiochi, 2000), as ondas de cisalhamento são geradas a partir de ondas longitudinais que incidem obliquamente na interface entre dois meios com impedâncias acústicas diferentes. Primeiramente as ondas longitudinais propagam-se numa linha de retardo líquida até atingirem a face oblíqua de um prisma sólido de alumínio, aço ou outro metal com baixa atenuação. Se o ângulo de incidência é maior que o ângulo crítico das ondas longitudinais nessa interface, somente ondas de cisalhamento são transmitidas ao prisma. A onda de cisalhamento propaga-se até alcançar a interface de medição com incidência normal. Nessa

interface, a onda é refletida, retornando ao receptor como uma onda longitudinal após outra conversão de modo na interface oblíqua.

A figura 3.1 mostra um esquema da célula de medição constituída por um transdutor de ondas longitudinais, um prisma de alumínio, uma linha de retardo de acrílico e uma câmara para a amostra. No mesmo esquema da figura 3.1, o ângulo de incidência é de 20° em relação ao eixo normal da superfície do prisma de alumínio, como também um ângulo de 30° entre a superfície do prisma (interface com a água-alumínio) com a interface de retardo (alumínio-acrílico). A amostra líquida é introduzida na câmara por uma entrada localizada na tampa, a qual é vedada, havendo também uma saída para o ar e o excesso de líquido. Nesse arranjo, são geradas as ondas de cisalhamento $n(t)$ e $a(t)$, refletidas, respectivamente, na interface alumínio-acrílico e na interface de medição acrílico-amostra. Essas ondas são usadas na determinação da viscosidade da amostra líquida.

Figura 3.1 - Esquema da célula de medição constituída por um transdutor de ondas longitudinais



Fonte: Adaptado de Franco, 2010.

Entre as vantagens e desvantagens apresentadas por essa célula de medição com conversão de modo, segundo Franco em 2010 são:

Vantagens:

- A incidência oblíqua gera ondas de cisalhamento com menos ondas longitudinais parasitas.
- Os transdutores de ondas longitudinais são relativamente mais baratos que os transdutores de cisalhamento.
- As medições podem ser realizadas numa faixa de frequência mais ampla.

Desvantagens:

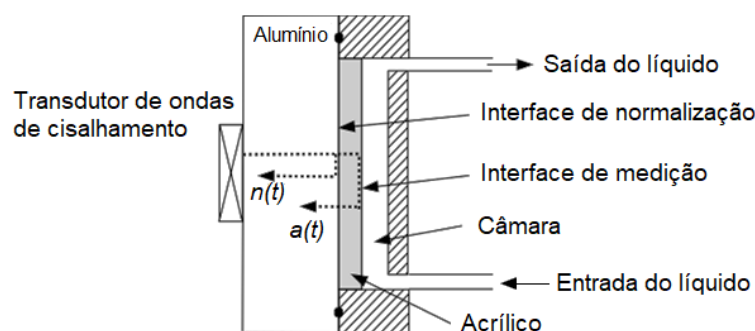
- Fabricação mais complicada.
- Dispositivo menos robusto devido à linha de retardo líquida.
- Dependência do ângulo de refração com a temperatura.

- Maior caminho percorrido pelas ondas.

3.1.2. Célula com transdutor de cisalhamento (CTC)

As células de medição que usam transdutores na geração direta de ondas de cisalhamento são constituídas, geralmente, por duas linhas de retardo sólidas (Franco, 2010). A célula de medição (CTC), mostrada na figura 3.2, é composta de um transdutor de ondas de cisalhamento, um disco de alumínio, um disco de acrílico e uma câmara da amostra.

Figura 3.2 - Esquema da célula de medição constituída por um transdutor de ondas de cisalhamento



Fonte: Adaptado de Franco, 2010.

O transdutor de cisalhamento gera uma onda que se propaga na linha de retardo de alumínio. Quando a onda atinge a interface (alumínio-acrílico), uma parte é refletida ($n(t)$) e a outra parte propaga-se no acrílico onde é refletida na interface de medição acrílico-amostra ($a(t)$). Ambas as reflexões são recebidas pelo mesmo transdutor, que funciona em modo pulso-eco.

Como as ondas de cisalhamento são atenuadas rapidamente em meios líquidos, não é possível usar acoplantes como água ou vaselina entre o transdutor e a linha de retardo de alumínio. Portanto, o transdutor precisa estar “colado” e isso deve ser feito cuidadosamente para manter a integridade do transdutor e afetar o mínimo possível a geração das ondas. Segundo Franco em 2010, algumas das vantagens e desvantagens apresentadas por esse tipo de célula de medição são:

Vantagens:

- Menor distância percorrida pelas ondas.
- Dispositivo robusto e de fácil fabricação.
- Não trabalham em imersão.

Desvantagens:

- Os transdutores de cisalhamento geram ondas longitudinais parasitas, junto com as ondas de cisalhamento, que podem induzir erros na medição.
- Os transdutores de ondas de cisalhamento são caros e fabricados numa pequena gama de frequências.

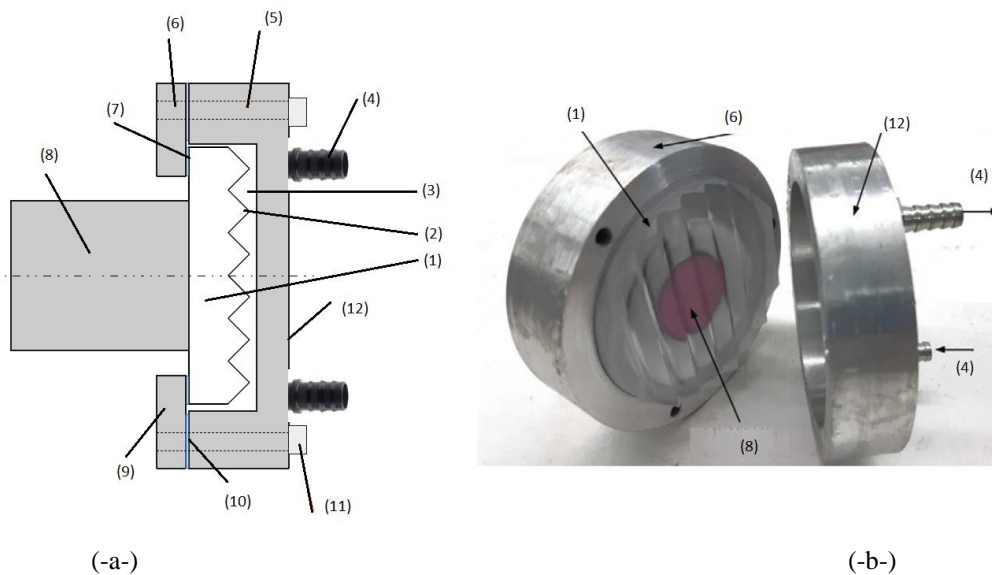
3.1.3. Célula com transdutor de cisalhamento e retrorrefletor em prisma.

A abordagem da célula de retrorreflexão se distingue da célula com transdutor de cisalhamento convencional (CTC), abordada na seção anterior, pela substituição da superfície plana na interface de medição por uma superfície ranhurada na forma de um prisma, que funciona de maneira semelhante a um retrorrefletor óptico. A figura 3.3 mostra a célula com transdutor de cisalhamento e retrorrefletor. O princípio também é baseado na determinação do coeficiente complexo de reflexão de ondas de cisalhamento na interface sólido-líquido. A reflexão completa das ondas envolve uma dupla reflexão com incidência oblíqua, onde ambos os fenômenos aumentam a sensibilidade, em comparação com uma superfície plana, como na CTC que permite somente uma reflexão com incidência normal (FRANCO et al., 2021).

No referido artigo de 2021 é demonstrado que um conjunto de interfaces planas ortogonais reflete um pulso ultrassônico bem definido quando o ângulo de incidência da onda de cisalhamento é de 45° . A sensibilidade é suficiente para medir a mudança na magnitude e na fase do coeficiente de reflexão mesmo para a pequena parcela da energia transmitida à água. Um modelo para calcular a viscosidade e uma abordagem de calibração para a medição foi proposto. Resultados com amostras de mistura de água e xarope de milho são relatados (FRANCO et al., 2021).

A sensibilidade na medição do coeficiente de reflexão complexo na interface de medição foi aumentada direcionando a onda de cisalhamento incidente em um ângulo oblíquo para a interface. Além disso, a energia transmitida para a amostra líquida é aumentada com a dupla reflexão, utilizando um ângulo de incidência de 45° . A forma de onda recebida apresenta pouca distorção, mostrando que o processo de reflexão ocorre conforme o esperado. Como os deslocamentos das partículas devido à propagação da onda de cisalhamento são paralelos às interfaces do plano inclinado, apenas as ondas de cisalhamento são refletidas. A magnitude e a fase do coeficiente de reflexão podem ser medidas com boa relação sinal-ruído e estabilidade (FRANCO, et al., 2021).

Figura 3.3 – (-a-) Esquema e (-b-) foto da célula de medição com retrorefletor constituída por: (1) disco em acrílico que atua como linha de retardo, (2) prisma triangular, (3) câmara para amostra do líquido, fechada com uma tampa de alumínio, (4) conexões para circulação da amostra líquida, (5) e (6) furo com rosca na tampa e no corpo de alumínio onde é colocado o transdutor de cisalhamento para fixação de parafuso, (7) e (10) vedação para evitar o vazamento ou contaminação da amostra líquida, (8) um transdutor de ondas de cisalhamento, (9) corpo de alumínio onde é fixado o transdutor de cisalhamento, (11) parafusos de fixação e (12) tampa em alumínio onde ficam às conexões para entrada e saída do líquido testado.



Fonte: Adaptado de FRANCO et al., 2021.

Em comparação com os dispositivos utilizados em trabalhos anteriores, o dispositivo proposto apresenta um aumento significativo de sensibilidade, permitindo a medição de líquidos com viscosidade próxima à da água. No entanto, a linha de atraso ranhurada apresenta duas desvantagens, em comparação com uma superfície de medição plana: uma quantidade maior de amostra e um processo de limpeza mais difícil (FRANCO, et al., 2021).

A direção de polarização das ondas de cisalhamento deve estar alinhada com o eixo longitudinal dos canais triangulares (normais ao papel, no caso da figura 3.3(-a-)). Para essa condição ideal, obtém-se uma reflexão completa das ondas de cisalhamento. Entretanto, pequenos desalinhamentos no posicionamento do transdutor ou paralelismo imperfeito das linhas de atraso podem gerar conversão de modo na interface de medição.

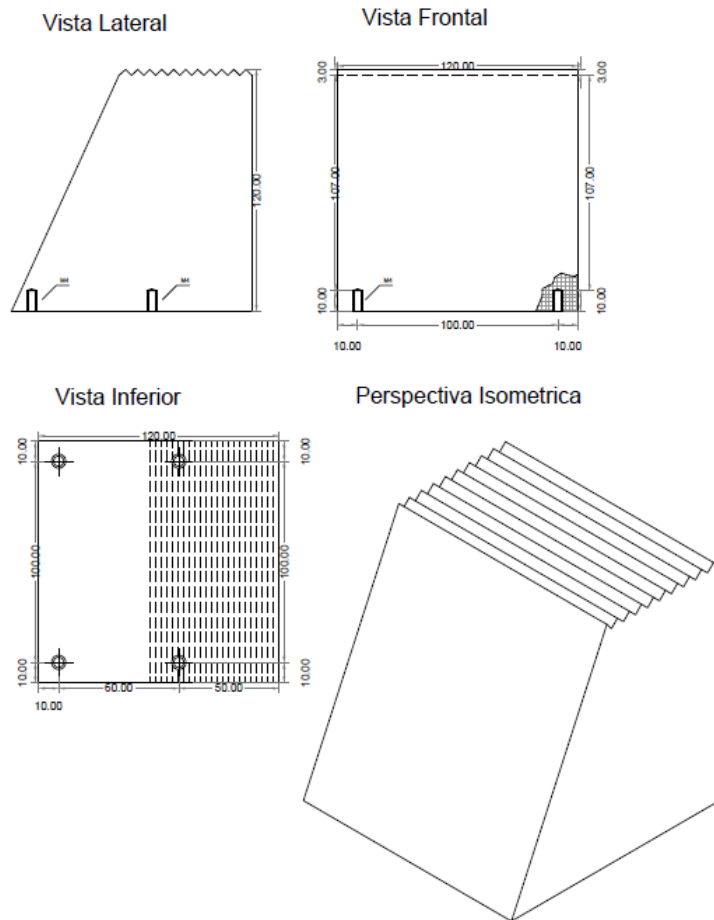
3.2. Célula de Medição com Conversão de Modo Interna (US-CMI)

3.2.1. Introdução

A célula de medição de viscosidade US-CMI foi confeccionada em um bloco cúbico maciço de alumínio, medindo 120 x 120 x 120 mm. A figura 3.4 mostra as vistas ortográficas do prisma de alumínio com as principais dimensões em milímetro e sua perspectiva

isométrica. O prisma de alumínio possui quatro furos com rosca para que o transdutor possa ser fixado e trocado facilmente. O transdutor fica posicionado em frente à superfície inclinada, com ângulo fixo de incidência, onde ocorre a conversão de modo entre ondas longitudinal e de cisalhamento. O prisma possui uma superfície ranhurada localizada na posição oposta à superfície que o transdutor é fixado com o objetivo de dispersar as ondas longitudinais não convertidas em cisalhamento, figura 3.5, local (A).

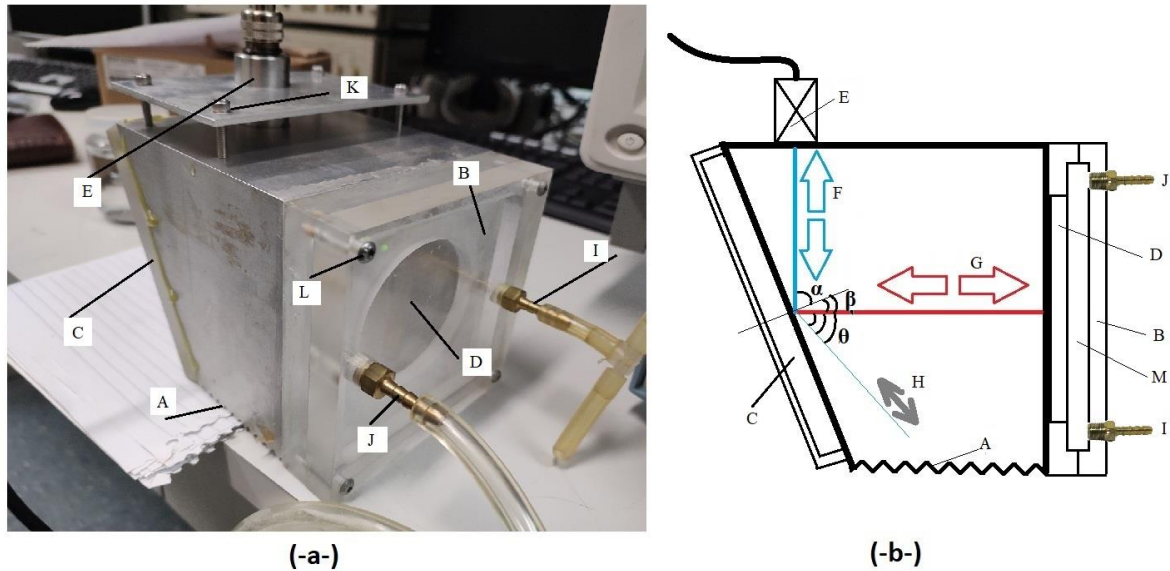
Figura 3.4 – Desenho técnico do prisma de alumínio que compõe a parte da célula US-CCMT que realiza a conversão de modo de ondas longitudinais para ondas de cisalhamento e vice-versa.



Fonte: Autor.

Na figura 3.5 podem ser vistos os parafusos de fixação do transdutor (K) e o transdutor (E). Também é possível identificar a entrada do fluido (I) e saída do ar (J) na câmara para teste das amostras líquidas (M) através da tampa de acrílico (B), como também o copo de acrílico da câmara de ar (C) posicionado sobre a superfície inclinada do prisma. A peça (D) é o disco de Rexolite® que atua como linha de retardo. Para facilitar limpeza da câmara de amostra, a tampa de acrílico (B) é retirada ao remover os parafusos (L).

Figura 3.5 - (-a-) Imagem da célula US-CMI e suas partes e (-b-) diagrama da célula US-CMI.



Fonte: Autor

Na figura 3.5(-b-) também é representada por setas, na cor azul, a direção de propagação das ondas longitudinais (F) de emissão e recepção, geradas e detectadas pelo transdutor (E). Já a direção de propagação das ondas de cisalhamento (G), convertidas na superfície inclinada do prisma, é representada por setas na cor vermelha. As setas de cor cinza representam a direção da propagação das possíveis ondas longitudinais (H) que não foram convertidas em ondas de cisalhamento.

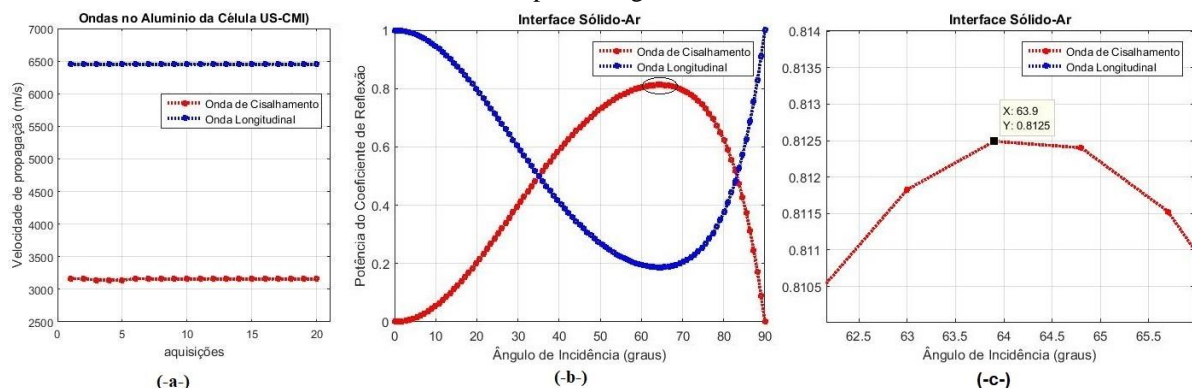
Os valores do ângulo de incidência da onda longitudinal $\alpha = 63,9^\circ \pm 0,1^\circ$ e do ângulo de reflexão da onda de cisalhamento $\beta = 26,1^\circ \pm 0,1^\circ$ foram obtidos no ponto onde ocorre a máxima conversão de modo entre ondas longitudinais e de cisalhamento. A figura 3.6(-b-) mostra os coeficientes de reflexão calculados em termos de potência produzidos na conversão de modo entre ondas longitudinais e de cisalhamento por ângulo de incidência. A figura 3.6(-c-) mostra o detalhe do ponto de máxima conversão de modo referente à curva apresentada na figura 3.6(-b-).

O prisma de alumínio foi projetado para operar a 22°C e 2,25 MHz. As velocidades de propagação longitudinal e de cisalhamento foram medidas experimentalmente, como mostra a figura 3.6(-a-). Os ângulos de reflexão das ondas de cisalhamento e longitudinais foram calculados usando a lei de Snell. Esses ângulos permitiram dimensionar o prisma. Embora a célula de medição tenha sido projetada para funcionar a 22°C e 2,25MHz, foi comprovado experimentalmente que ela funciona corretamente na faixa de temperatura de $18^\circ\text{C} - 26^\circ\text{C}$. Este resultado pode ser explicado pela lei de Snell e pela variação das velocidades de propagação com a temperatura. O ângulo de reflexão é $\beta = \sin^{-1} [(c_s/c_l) \sin(\alpha)]$, onde c_l e c_s

são as velocidades de propagação da onda longitudinal e de cisalhamento, respectivamente. Se as velocidades de propagação variam quase na mesma proporção com a temperatura, o ângulo de reflexão sofre uma pequena alteração. Tallon e Wolfenden em 1979 relataram as constantes elásticas do alumínio em uma faixa de temperatura de 0°C – 640°C, mostrando que as constantes elásticas C_{11} e C_{44} têm um comportamento linear com inclinações relativamente pequenas ($dC_{11}/dT = -0,0030 \times 10^{10}$ e $dC_{44}/dT = -0,0015 \times 10^{10}$ Pa/°C). Com essas taxas de variação dos coeficientes elásticos, as relações $c_l = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}}$ e $c_s = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}}$, e considerando que a densidade não varia com a temperatura, pode-se calcular uma variação do ângulo de reflexão menor que 0,02 graus para uma variação de temperatura de 22°C a 26°C. Essa variação é pequena e tem pouco efeito nas medições realizadas com o prisma de alumínio.

A velocidade média na temperatura de 22,3°C da onda longitudinal no alumínio é de 6452 m/s e a velocidade média da onda de cisalhamento no alumínio é de 3156 m/s. Estes valores foram obtidos com a média de 20 sinais, figura 3.6(-a-), no modo pulso-eco, usando um transdutor de onda longitudinal de 2,25MHz e um transdutor de ondas de cisalhamento de 1,0 MHz, fixados nas faces paralelas e planas, na lateral da célula US-CMI, sendo a distância entre as faces de 120,40 mm.

Figura 3.6 - (-a-) Gráfico da velocidade das ondas longitudinais e de cisalhamento no alumínio para 20 sinais coletados a 22°C; (-b-) gráfico que apresenta a conversão entre ondas longitudinais e de cisalhamento por ângulo de incidência e (-c-) detalhe em aumento do gráfico (-b-) apresentando a potência máxima de conversão de 81,25% para o ângulo de 63,9°.



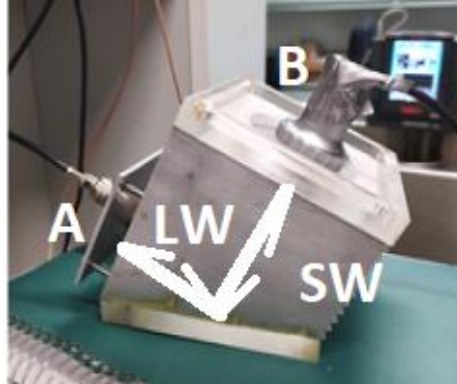
Fonte: Autor

3.2.2. Conversão de modo e direção de polarização na célula US-CMI

Para verificar se ocorreu a conversão de modo entre ondas longitudinais e de cisalhamento, foram usados dois transdutores no modo de transmissão emissor-receptor, sendo o emissor do pulso um transdutor de ultrassom de ondas longitudinais de 2,25 MHz,

posição (A) da figura 3.7 e o receptor de sinal um transdutor de ultrassom de ondas de cisalhamento de 1,0 MHz, posição (B) na figura 3.7.

Figura 3.7 - (A) Posição do transdutor emissor de ondas longitudinais de 2,25 MHz (LW). (B) Posição do transdutor receptor de ondas de cisalhamento de 1,0 MHz (SW).



Fonte: o autor.

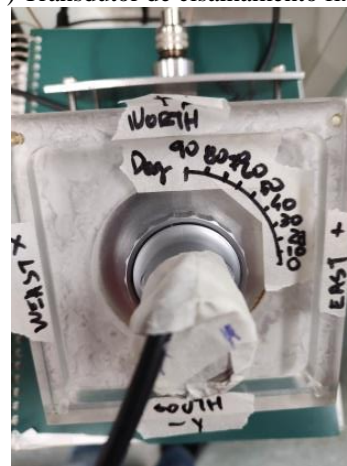
Para realizar a coleta de sinais de ondas de cisalhamento, no modo de transmissão, o transdutor de ondas de cisalhamento não foi colado, pois o local seria posteriormente ocupado pelo disco de Rexolite®, assim sendo, foi utilizado uma pasta para fixação temporária do transdutor e para transporte das ondas de cisalhamento conhecida como Shear Gel da marca Sonotech® fabricada por Magnaflux. O transdutor de ondas de cisalhamento foi pressionado sobre a superfície de alumínio, garantindo um melhor acoplamento.

Como é mostrada na figura 3.8, a direção norte coincide com o ângulo reto entre as superfícies onde os dois transdutores foram fixados. Foi colocada uma marcação ao redor do transdutor de cisalhamento variando de 90° (direção norte) até 0° (direção leste), conforme figura 3.8.

Figura 3.8 - (-a-) Posições Norte, Sul, Leste e Oeste, assim como os ângulos de 0° até 90° definidos para verificação da polarização das ondas de cisalhamento. (-b-) Transdutor de cisalhamento fixado com pasta.



(-a-)

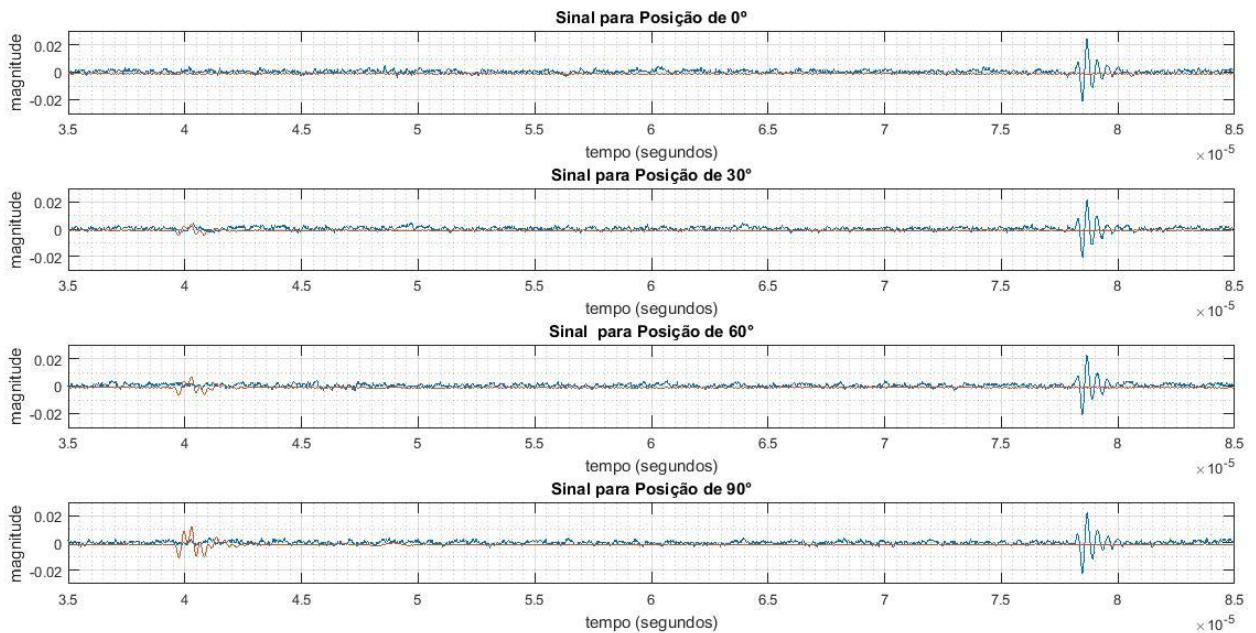


(-b-)

Fonte: o autor.

No gráfico da figura 3.9 apresentam-se os quatro principais sinais coletados para a verificação da polarização com os ângulos de 0° , 30° , 60° e 90° , mostrando os sinais na cor vermelha para as ondas de cisalhamento recebidas pelo transdutor de cisalhamento e os sinais na cor azul recebidos pelo transdutor longitudinal. A forma de onda do sinal vermelho, que aparece um pouco antes do instante $40 \mu\text{s}$, apresenta maior amplitude quando o transdutor de cisalhamento está polarizado com o norte (ângulo de 90°). Esse tempo de voo corresponde à soma dos tempos de propagação da onda longitudinal e da onda de cisalhamento, quando os transdutores operam no modo de transmissão/recepção. Já a forma de onda do sinal azul, que aparece antes do instante $80 \mu\text{s}$, é o eco que retorna ao transdutor longitudinal no modo pulso-eco. Esse tempo corresponde exatamente ao dobro do tempo de voo da onda detectada no modo de transmissão/recepção.

Figura 3.9 - Sinais para as posições nos ângulos de 0° , 30° , 60° e 90° . A linha azul é o sinal do transdutor emissor de ondas longitudinais e a linha vermelha o sinal do transdutor receptor de ondas de cisalhamento.



Fonte: o autor.

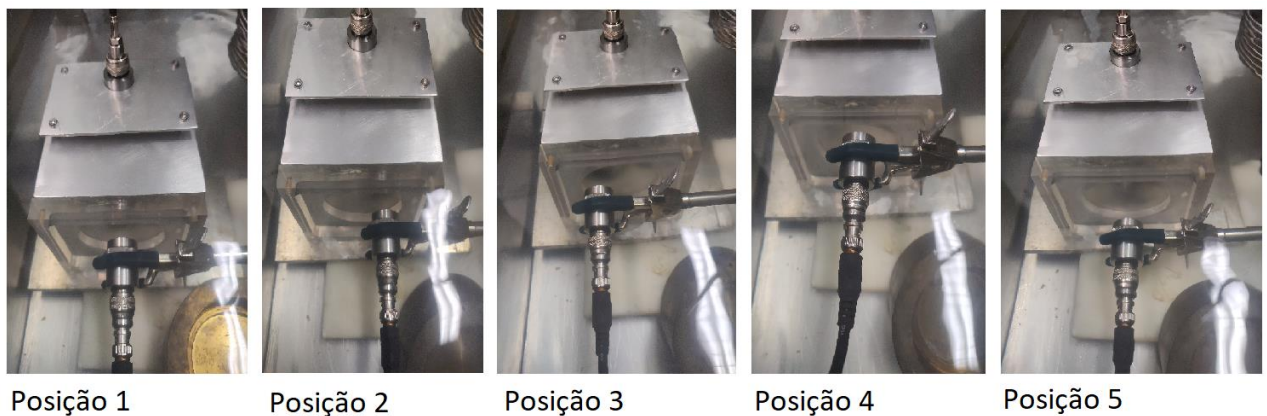
A detecção de ondas de cisalhamento polarizadas na direção norte-sul mostrou que há conversão de modo entre as ondas longitudinais e de cisalhamento na superfície inclinada do bloco de alumínio e que a polarização ocorre nesta direção (sinal para posição de 90°). Agora se a polarização do transdutor de cisalhamento está posicionada na direção leste-oeste, não há detecção de qualquer onda de cisalhamento (sinal para posição de 0°).

3.2.3. Dispersão de ondas longitudinais.

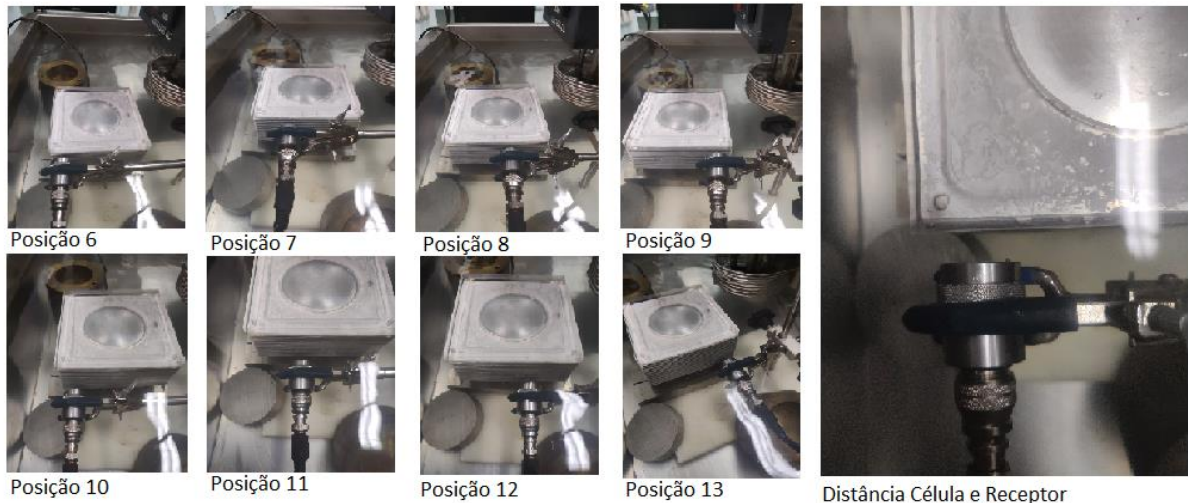
Com a conversão de modo entre ondas longitudinais e de cisalhamento não é total, 18,8% da energia incidente é mantida como ondas longitudinais refletidas, no caso do caso do ângulo de incidência de $63,9^\circ$ (figura 3.6(-b-) e (-c-)). Essas ondas longitudinais propagam-se na direção das ranhuras do prisma, onde são totalmente espalhadas. Para a verificação da possibilidade da ocorrência destas ondas longitudinais de fuga, foram utilizados dois transdutores com mesma frequência (1,0 MHz), e mesmo diâmetro (19 mm) da marca Olympus mod. V314 para uma varredura externa na célula desenvolvida.

Para a verificação dos sinais de ondas longitudinais não convertidas em ondas de cisalhamento, a varredura ao redor da célula foi feita nas posições onde as ondas podem influenciar os resultados de testes de viscosidade. Foram definidos os seguintes locais para a varredura: (I) em frente à interface de medição, onde as amostras de líquidos estão em contato, conforme a parte (-a-) da figura 3.10 e (II) em frente às ranhuras do prisma, na lateral da célula apresentada na parte (-b-) da figura 3.10.

Figura 3.10 - (-a-) imagens das posições onde foram coletados os sinais na frente onde há as amostras de líquidos, (-b-) imagens onde foram coletados os sinais na lateral da célula onde há os prismas.



(-a-)



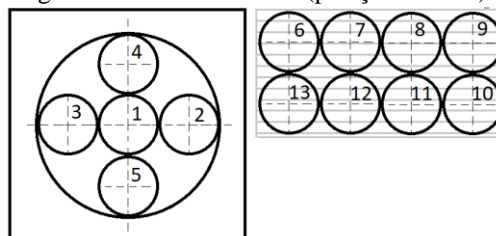
(-b-)

Fonte: o autor.

No diagrama da figura 3.11, apresentam-se as 13 posições onde foram realizadas as varreduras para verificar as possíveis ondas longitudinais de fuga não convertidas em ondas de cisalhamento.

Para a análise, a célula foi imersa em um tanque com água a 18°C estabilizado por 1 hora. Foram realizadas cinco coletas de sinais nas posições mostradas na figura 3.11(a) e 3.11(b). Em todas as aquisições, nenhuma fuga externa de ondas longitudinais foi encontrada, mostrando que as ranhuras na célula dispersaram adequadamente as ondas não convertidas em cisalhamento.

Figura 3.11 - Posições onde foi colocado o transdutor para a coleta dos sinais de ondas longitudinais parasitas: em frente ao local a qual será colocada as amostras a serem testadas (posições 1 a 5) e em frente à região ranhurada da célula (posições 6 a 13).



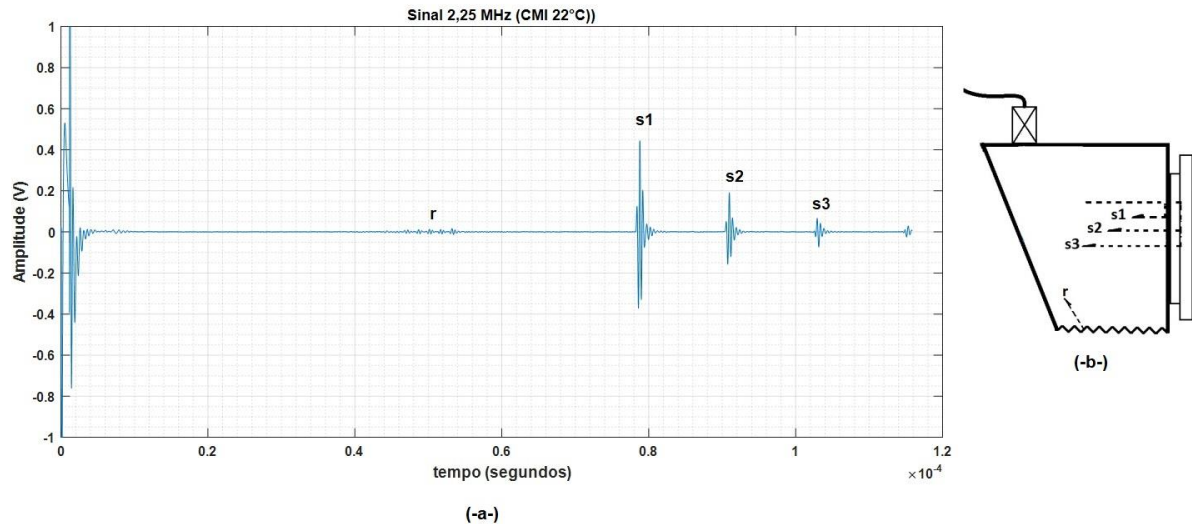
Fonte: o autor.

3.2.4. Sinal completo obtido na célula US-CMI.

A célula desenvolvida neste trabalho, quando operando no modo pulso-eco, produz o sinal completo mostrado na figura 3.12, onde s_1 é o eco refletido na interface alumínio-rexolite, s_2 é o primeiro eco refletido na interface de medição rexolite-líquido e s_3 é o

segundo eco refletido na interface de medição (rexolite-líquido). Os ecos são refletidos nas interfaces como ondas de cisalhamento e detectados pelo transdutor como ondas longitudinais, após a conversão de modo na superfície inclinada do prisma.

Figura 3.12 - (-a-) Forma do sinal completo na célula de US-CMI e (-b-) origem de cada sinal na célula.



Fonte: o autor.

3.3. Montagem Experimental

Para a medição das propriedades viscoelásticas de líquidos por ultrassom foi empregado o arranjo experimental mostrado na figura 3.13, contendo a célula de medição US-CMI imersa em um banho termostático com precisão de centésimos de graus Celsius (Huber, modelo Variostat CC Pilot One). Além disso, foram usados um conjunto de seringas de 60 ml para as amostras de fluidos a serem testadas, um pulsador/receptor de ultrassom (JRS Ultrasonics, modelo DPR300), um microcomputador com a placa GAGE (Gage, modelo RazorPlus CES50216), que funciona como digitalizador do sinal configurado com uma taxa de amostragem de 500MHz. O pulsador/receptor operou no modo pulso-eco, com tensão de pulso de 100V. O sinal de RF do pulsador/receptor foi conectado ao primeiro canal de entrada da placa de aquisição de sinais da GAGE. Após a digitalização dos sinais ultrassônicos, os dados foram armazenados no computador. O esquema do arranjo experimental para a medição é mostrado na figura 3.14.

Figura 3.13 - (-a-) e (-b-) Montagem experimental utilizada com a célula US-CMI imersa no banho termostático.

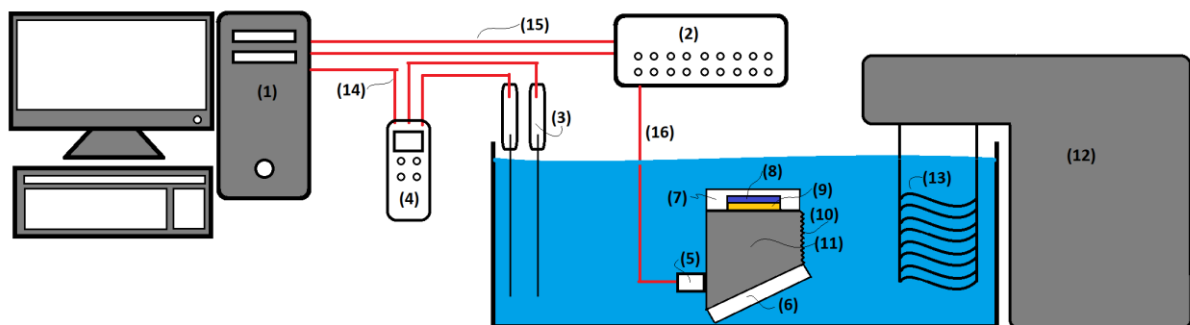


(-a-)

(-b-)

Fonte: Autor

Figura 3.14 - Esquema do arranjo experimental para medição de propriedades viscoelásticas por ultrassom em laboratório. (1) Computador com placa Gage; (2) Pulsador; (3) Dupla de hastes de termopar; (4) Termômetro digital; (5) Transdutor de ondas longitudinal ultrassônicas; (6) Face com reservatório em acrílico com ar para reflexão e conversão total; (7) Reservatório em acrílico para o líquido a ser testado; (8) Líquido de teste; (9) Disco de Rexolite que atua como faixa de retardo para as ondas; (10) Face com superfície hachurada em forma de prisma triangular do bloco de alumínio para dispersão de possíveis ondas longitudinais não convertidas em cisalhamento; (11) Bloco de alumínio (corpo da célula de medição de viscosidade) com formato trapezoidal; (12) Equipamento de termostatização para banho (Huber); (13) Serpentina do equipamento de termostatização do banho (Huber); (14) Cabo que conecta o termômetro digital no computador; (15) Cabos que conectam o Pulsador na placa Gage e (16) cabo que conecta o transdutor no Pulsador.



Fonte: Autor

Para o procedimento na coleta de dados em todos os testes deste trabalho realizados com a célula de medição de viscosidade por US-CMI, primeiramente, foi garantida a perfeita limpeza e secagem da superfície de medição na linha de retardo de Rexolite®, assim como a verificação das conexões entre a célula de medição, o pulsador e a placa GAGE®. Ainda nessa fase inicial, deve verificar se o pulsador, o termômetro digital, o Matlab® estão ligados e em perfeito funcionamento, testando e descartando os sinais do teste. Verifica-se, também, a situação das seringas devendo estar com a amostra líquida pura e sem impurezas.

Após os testes do equipamento e a verificação geral, a célula é mergulhada no banho e, antes de iniciar as aquisições dos sinais, deve aguardar 1h para a estabilização da temperatura. Esse tempo de espera foi adotado mesmo quando a temperatura da amostra líquida era muito próxima da temperatura ambiente.

Além do termopar usado pelo equipamento de banho termostático da marca Huber para o retroalimento da informação da temperatura do banho e controle, foi usado um termômetro digital (Delta Ohm, modelo HD2127.1) ao lado da célula para uma conferência da temperatura, também com precisão de centésimos de graus Celsius. O termômetro digital estava ligado por um cabo a uma porta USB do computador que coletava as temperaturas medidas pelos termopares (1) e (2). As temperaturas eram adquiridas no mesmo momento da coleta e digitalização dos dados da célula US-CMI para serem usadas no processamento e cálculo da viscosidade. A coleta do sinal só era possível se o termopar estivesse corretamente ligado e funcionando.

Todas as aquisições com a amostra de ar foram coletadas com 20 sinais, sendo que cada sinal deve ser uma média de 32 medições. As aquisições foram realizadas continuamente (sem pausa) para o ar e com um período de amostragem de 2 ns, que corresponde a frequência de amostragem de 500 MHz. O número de pontos coletados para cada sinal foi de 57920.

Após a coleta de sinais obtida com ar na câmara da amostra, representada pelo espaço (8) na figura 3.14, são acionadas as duas seringas no menor tempo possível, colocando a amostra líquida no espaço (8) e iniciando a aquisição. As seringas com a glicerina podem ser visualizadas na figura 3.13(a). Também para cada um dos sinais adquiridos com as amostras líquidas a aquisição foi feita com uma média de 32 medições. Cada sinal coletado com a média de 32 medições teve um intervalo de tempo de 3 segundos, sendo que foram coletados 20 sinais num tempo total de 1 minuto. Destes 20 sinais foram desprezados os 2 sinais iniciais e os 2 sinais finais, para evitar qualquer variação ou interferência eletrônica, assim usando para os cálculos apenas os 16 sinais centrais coletados.

As aquisições foram realizadas com quatro transdutores da marca Olympus de mesmo diâmetro (19 mm) e com frequências diferentes: sendo de 500 kHz (mod. V318), 1,0 MHz (mod. V314), 2,25 MHz (mod. V305) e 5,0 MHz (mod. V308).

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Introdução

Para a determinação de viscosidade em amostras de líquidos por ultrassom o controle da temperatura é fator mais importante, sendo este na ordem de décimos de graus Célsius, pois todas as propriedades viscoelásticas dependem da temperatura, tais como: a velocidade de propagação, a impedância acústica e a densidade do líquido. A magnitude e a fase do coeficiente de reflexão na interface de medição rexolite-amostra líquida também variam com a temperatura. Isso ocorre devido às variações da impedância acústica e da velocidade de propagação com a temperatura (BUIOCHI et al, 1998; FRANCO, 2010).

Neste capítulo são descritos como foram obtidos os valores de referência, densidade e viscosidade, usados na comparação e na determinação da viscosidade dos líquidos escolhidos (Óleo Hidra-68 e Glicerina Bidestilada) para os testes por ultrassom com conversão de modo. Também são apresentados os resultados das velocidades de propagação, coeficientes de reflexão e viscosidades obtidos com a célula US-CMI em cinco temperaturas com diferença de 2°C entre elas (18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C). Além disso, são apresentados os valores da viscosidade obtidos por ultrassom na célula desenvolvida usando quatro transdutores com frequências diferentes (500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz), bem como suas vantagens e desvantagens.

4.2. Determinação das propriedades do óleo Hidra-68 e da Glicerina Bidestilada usando métodos convencionais

Para a medição das propriedades viscoelásticas dos líquidos por ultrassom deve-se medir inicialmente a densidade do líquido. A determinação da densidade foi feita utilizando uma pequena proveta de 50 ml, uma balança analítica (Quimis, modelo 5202) com precisão de 1 centígrama, um termômetro digital (Delta Ohm, modelo HD2127.1) e uma máquina fotográfica digital (Motorola Edge 20Pro, 108MPixel). As referências da densidade em função da temperatura foram obtidas para o óleo Hidra-68 e a glicerina bidestilada.

O valor da densidade tanto para a glicerina como para o óleo Hidra-68 foi obtida com um procedimento, onde primeiramente foi colocada a amostra em um Becker de 200 ml e deixado por 40 minutos no freezer da geladeira. Durante o período de refrigeração da amostra,

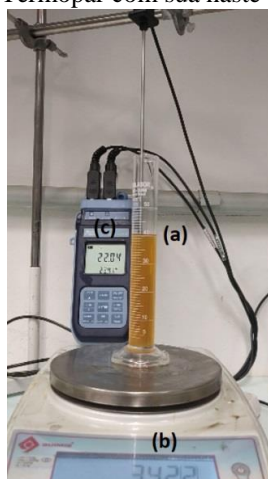
a proveta foi colocada sobre a balança analítica e zerada (tarada). Na sequência foi instalado dentro da proveta o termopar de forma suspensa, sem tocar nas laterais internas e no fundo da proveta para não interferir no valor de massa da amostra.

Após os 40 minutos, o líquido foi derramado na proveta, com temperatura próxima dos 5°C, usando a montagem apresentada na figura 4.1, a coleta de dados foi iniciada através de uma câmera, onde foi registrado, com o passar do tempo, o aumento da temperatura da amostra, que foi devido à troca de calor com o ambiente, buscando o equilíbrio térmico, desta forma, com o passar do tempo, ocorria a dilatação da amostra em relação ao volume da proveta, a qual foi considerada constante.

Desprezou-se a contração da proveta, ou seja, a dilatação negativada proveta ao entrar em contato com o líquido à temperatura de aproximadamente 5°C, devido ao baixo coeficiente de dilatação do vidro pirex ($3.10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$). Assim, pode-se considerar que as dimensões da proveta variaram muito pouco com a temperatura. Por exemplo, considerando uma proveta com comprimento 20 cm e uma variação de 15°C, tem-se uma dilatação de apenas de 0,009 mm. Também foi desprezada a variação do volume da haste do termopar que estava inserida dentro da proveta devido ao pequeno valor. Por exemplo, considerando do diâmetro da haste de 2 mm com sua base circular e com comprimento inserido na amostra de 20 cm, sendo de aço, cuja dilatação linear é $0,011^{\circ}\text{C}^{-1}$ e sabendo que o coeficiente de dilatação volumétrico é três vezes maior que o linear encontramos uma variação no volume de apenas 0,0083 ml em uma variação de temperatura de 20°C.

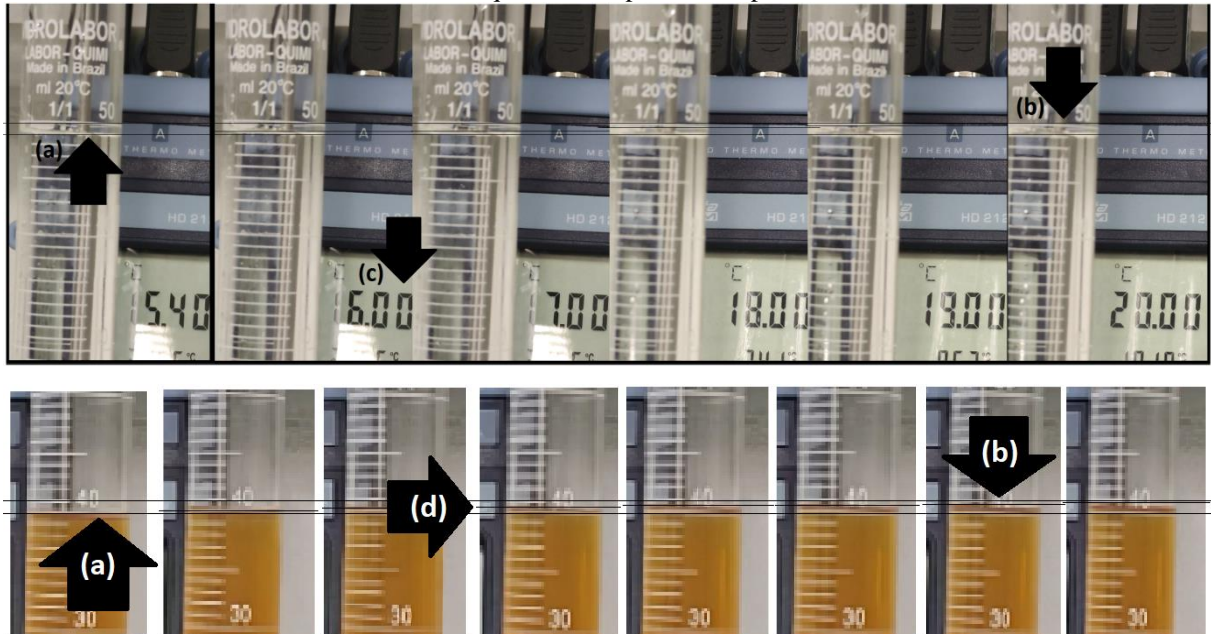
A massa não se alterou com o passar do tempo e nem com o aumento da temperatura, obviamente pela sua própria definição física.

Figura 4.1 - Esquema experimental para determinação da equação da variação da densidade em função da temperatura. (a) Pequena proveta de 50 ml de volume máximo com óleo Hidra 68, (b) balança analítica que foi zerada com a proveta limpa e vazia e (c) Termopar com sua haste mergulhada na proveta sem tocar o fundo.



Fonte: Autor.

Figura 4.2 - Sequência de imagens coletadas para a determinação da densidade versus temperatura para a glicerina (sequência superior) e Óleo Hidra-68 (sequência inferior). (a) Linha que marca o volume inicial, (b) linha que marca o volume final, (c) visor do termopar mostrando a temperatura e (d) Linha que marca o volume atual do líquido na temperatura respectiva.



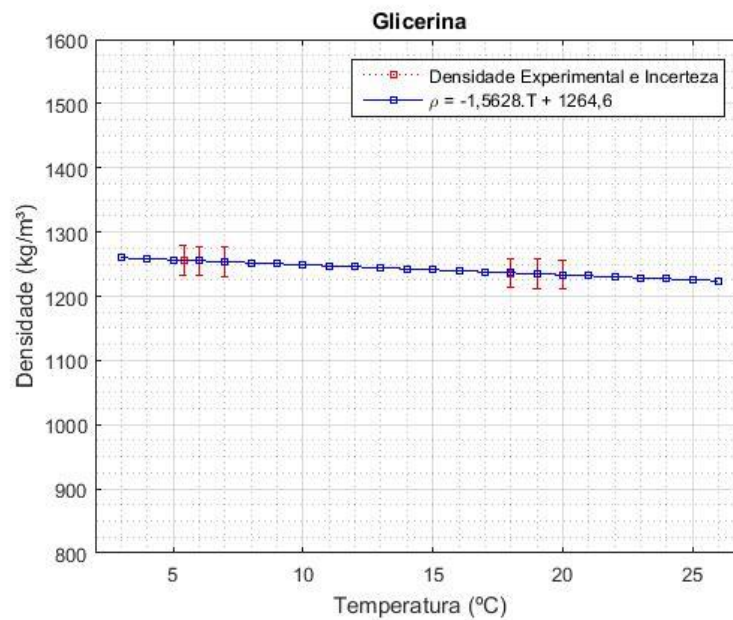
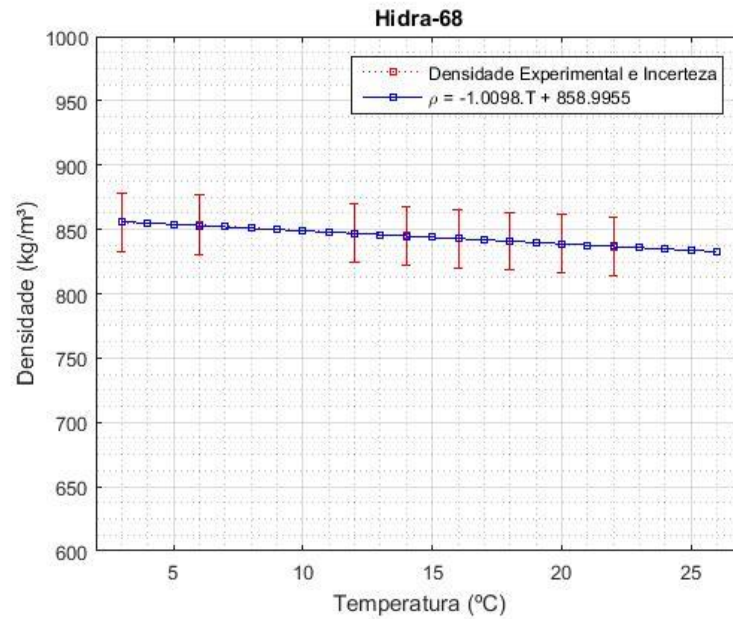
Fonte: Autor.

Com os dados de temperatura, massa e volume, foram determinadas as densidades, pela sua definição $\rho = m / V$, em função da temperatura (ADAMOWSKI; et al. 1995) . A figura 4.3 mostra os valores experimentais médios e os desvios padrões das densidades do óleo Hidra-68 e da Glicerina Bidestilada obtidos para algumas temperaturas. A partir desses valores foram obtidas, usando o processo de regressão linear simples, as equações que descrevem o comportamento da densidade em função da temperatura, como mostram as equações (4.1) e (4.2), respectivamente, para o óleo Hidra-68 e a Glicerina Bidestilada. Utilizando as equações nos intervalos de temperatura apresentados nos gráficos (-a-) e (-b-) da figura 4.3, os erros máximos de densidade entre os valores teóricos e experimentais foram de 2,6% para o óleo Hidra-68 e de 2,7% para a glicerina bidestilada.

$$\rho_{Hidra-68} = -1,01 \cdot T + 860 \quad (4.1)$$

$$\rho_{Glicerina} = -1,56 \cdot T + 1264,6 \quad (4.2)$$

Figura 4.3 - Densidade do Óleo Hidra 68 (-a-) e da Glicerina (-b-) obtidas usando uma balança analítica e uma pequena proveta de 50 ml (vermelho) e a equação linear que rege sua variação em função da temperatura (azul).

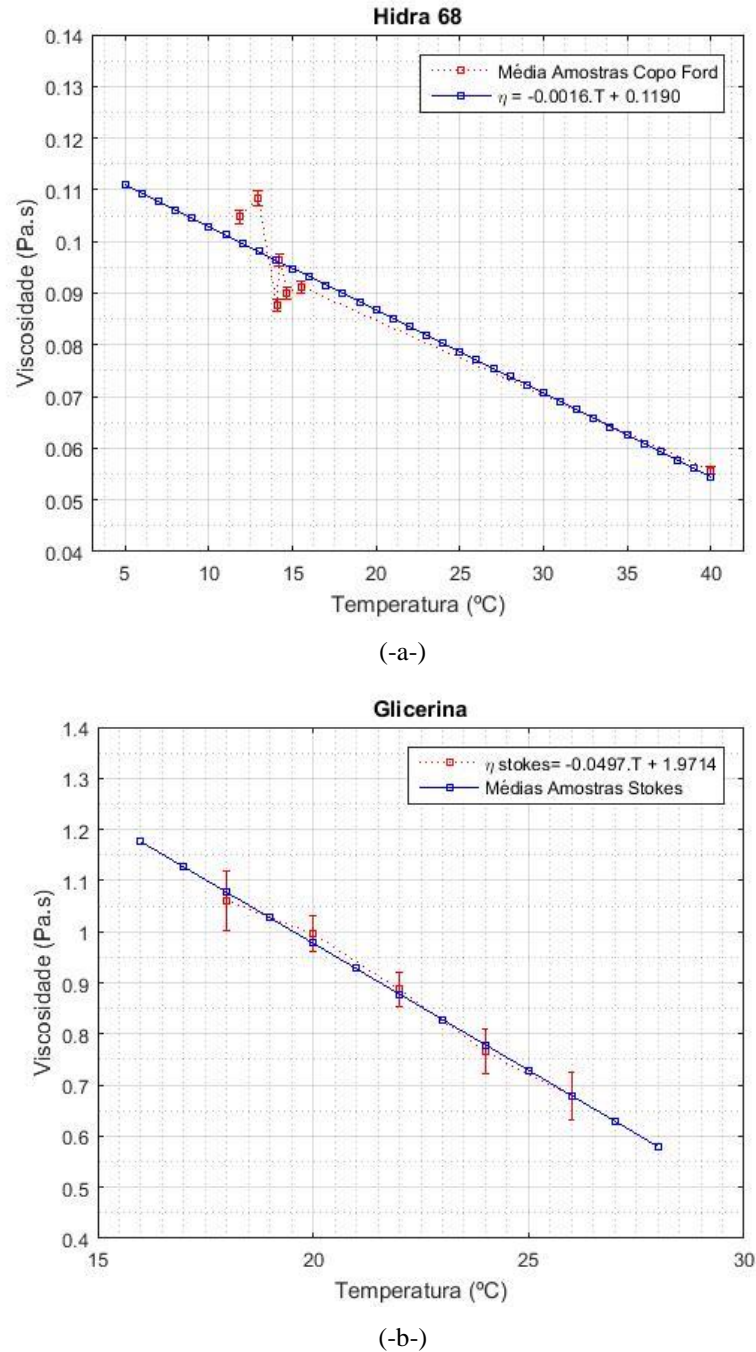


Fonte: Autor.

Para a medição da viscosidade de referência do óleo Hidra-68 foi usado o Copo Ford com furo nº 4. Foi escolhido o Copo Ford devido à baixa viscosidade do óleo Hidra-68 e por ser um fluido de baixa transparência luminosa, impossibilitando o uso do viscosímetro de Stokes, já que não seria possível observar com nitidez as esferas em queda. Para a Glicerina Bidestilada foi usado o viscosímetro de Stokes, que se justifica devido à alta viscosidade e à grande transparência do fluido. A transparência da glicerina possibilitou medir o tempo de

queda de uma esfera de aço no tubo do viscosímetro de Stokes, usado na determinação da viscosidade.

Figura 4.4 - Viscosidades obtidas com o copo Ford para o óleo Hidra-68 (-a-), viscosidades obtidas com o viscosímetro de Stokes para a Glicerina Bidestilada (-b-), e as respectivas equações lineares que regem as variações em função da temperatura.



Fonte: Autor

As incertezas dos valores de viscosidade das amostras médias do óleo Hidra-68 teve como maior influência as incertezas das densidades obtidas pelo método da proveta, onde a

incerteza média foi de 1,25%. Já a incerteza ligada ao termopar e ao tempo de filmagem juntos foram de apenas 0,075%. O valor da menor escala do termopar vale 0,01°C, como a temperatura média medida foi em torno de 20°C, como a incerteza é a metade da menor escala do instrumento, então a incerteza do termopar é 0,005°C que equivale a 0,025% de incerteza percentual. O valor da menor escala do intervalo de tempo entre os quadros do filme é de 0,03 segundos, como o tempo médio de cada escoamento foi de 30 segundos, assim, da mesma forma, a incerteza do tempo foi de 0,015 segundos que equivale a 0,05%. Somando as incertezas percentuais do termopar e da filmagem tem-se 0,075%.

$$\eta_{CFord} = \{[3,85 \cdot (t_{escoamento} - 4,49)] \cdot 10^{-6}\} \cdot \rho_{amostra} \quad (4.3)$$

Também foi aplicada regressão linear simples na determinação das retas que melhor ajustam aos dados experimentais. No trecho térmico entre 18°C a 26°C, a equação da reta da viscosidade da glicerina foi determinada usando 5 pontos experimentais. Já a equação da reta da viscosidade do óleo Hidra-68 foi obtida com 6 pontos experimentais entre 11°C e 17°C e um ponto a 40°C, pois atende às especificações da norma DIN 51524 que determina que o óleo Hidra-68 a 40°C (Grau ISO 68) deve possuir uma viscosidade dinâmica média de 0,0557 Pa.s. Com a regressão linear foram encontradas a equação (4.4) da viscosidade de referência do óleo Hidra-68, usando o Copo Ford, e a equação (4.5) da viscosidade de referência da Glicerina, usando o método de Stokes.

$$\eta_{Hidra68-CFord} = -0,0016 \cdot T + 0,1190 \quad (4.4)$$

$$\eta_{Glicerina-MStokes} = -0,0497 \cdot T + 1,9714 \quad (4.5)$$

Os detalhes experimentais e teóricos para a obtenção da viscosidade da Glicerina com viscosímetro de Stokes estão no anexo (A) e os do óleo Hidra-68 com o viscosímetro Copo Ford estão no anexo (B).

4.3. Resultados experimentais obtidos com célula de Ultrassom

Para a medição das propriedades viscosas dos líquidos por ultrassom foi necessário, além do arranjo experimental, empregar procedimentos computacionais de análise de dados e os métodos apresentados nos capítulos 2 e 3.

Foram escolhidos para os testes dois líquidos com características e viscosidades diferentes: a Glicerina (solúvel em água e viscosidade da ordem de grandeza de 10^0 Pa.s) e o óleo Hidra-68 (não solúvel em água e viscosidade da ordem de grandeza de 10^{-1} Pa.s). Nesse primeiro estudo, foram realizados testes usando o mesmo transdutor de 2,25 MHz e variando apenas a temperatura com cinco valores diferentes (18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C).

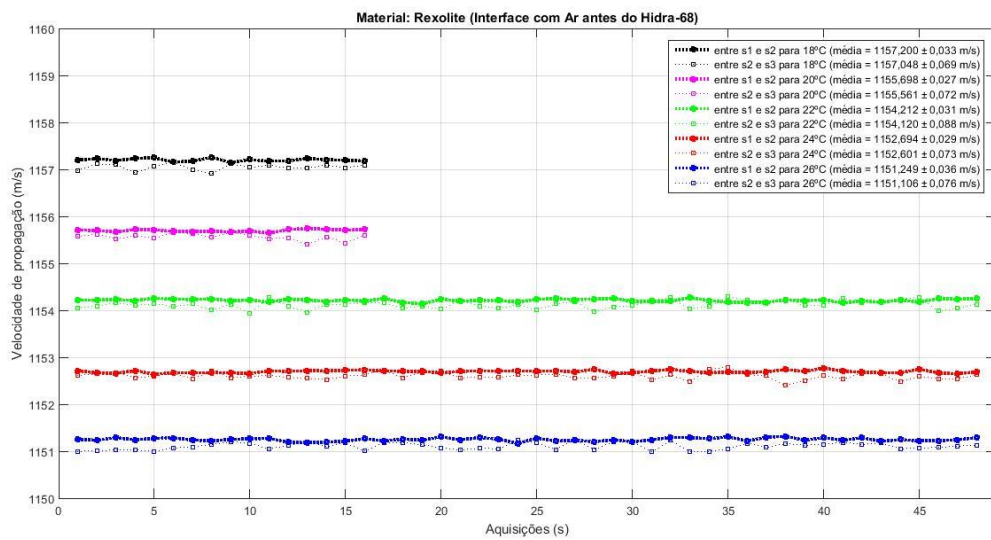
4.3.1. Determinação das Velocidades de Propagação de Ondas de Cisalhamento no Rexolite

Primeiramente foram calculadas as velocidades de propagação das ondas de cisalhamento na linha de retardo construída com Rexolite. Foram usados os sinais de eco $s_1(t)$, $s_2(t)$ e $s_3(t)$, mostrados na figura 3.13 com ar na câmara da amostra, para as cinco temperaturas de teste (18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C). Para calcular a velocidade de propagação foi usada a transformada de Hilbert. Inicialmente calcula-se a correlação cruzada entre os sinais $s_1(t)$ e $s_2(t)$, ou entre os sinais $s_2(t)$ e $s_3(t)$, e depois se determina o ponto de máximo usando a seguinte propriedade: quando a função de correlação cruzada passar por um ponto de máximo, sua transformada de Hilbert vai passar pelo zero (CABOT, 1981). Verifica-se que a determinação do ponto de cruzamento com zero de uma função é mais simples que a determinação do ponto de máximo. A amplitude de cada ponto no sinal da correlação cruzada é uma medida de similaridade entre os sinais de entrada nesse ponto. A correlação é uma ótima técnica para detectar um sinal conhecido, e é uma ferramenta para avaliar a similaridade entre sinais, mesmo com a presença de ruído. Muito aplicada na detecção de uma forma de onda conhecida imersa em ruído.

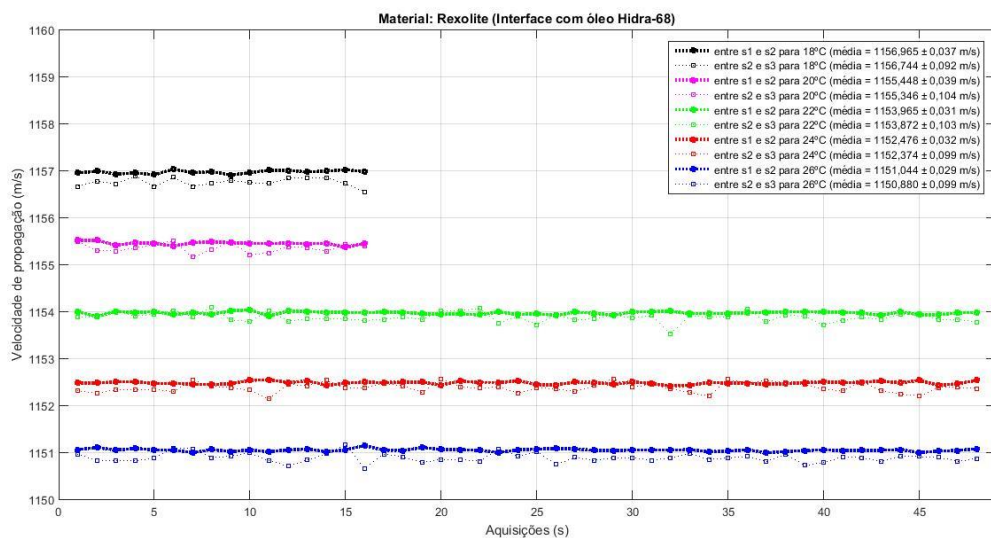
Na figura 4.5 são apresentadas as velocidades de propagação das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C, em (-a-) quando na interface existe amostra de ar, antes de serem inseridos os líquidos de óleo Hidra-68 e (-b-) quando na interface existe a amostra do óleo Hidra-68. Na figura 4.6 são apresentadas as velocidades de propagação das ondas de cisalhamento no Rexolite para as

temperaturas de 18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C, em (-a-) quando na interface existe amostra de ar, antes de serem inseridos os líquidos Glicerina e (-b-) quando na interface existe a amostra da Glicerina Bidestilada. Foram calculadas entre os sinais $s1(t)$ e $s2(t)$, e também entre os sinais $s2(t)$ e $s3(t)$. Verifica-se que ocorre uma redução da velocidade de propagação com o aumento da temperatura e quando insere a amostra do líquido na interface.

Figura 4.5 - (-a-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de ar, antes de ser inserido o óleo Hidra-68. (-b-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de óleo Hidra-68.



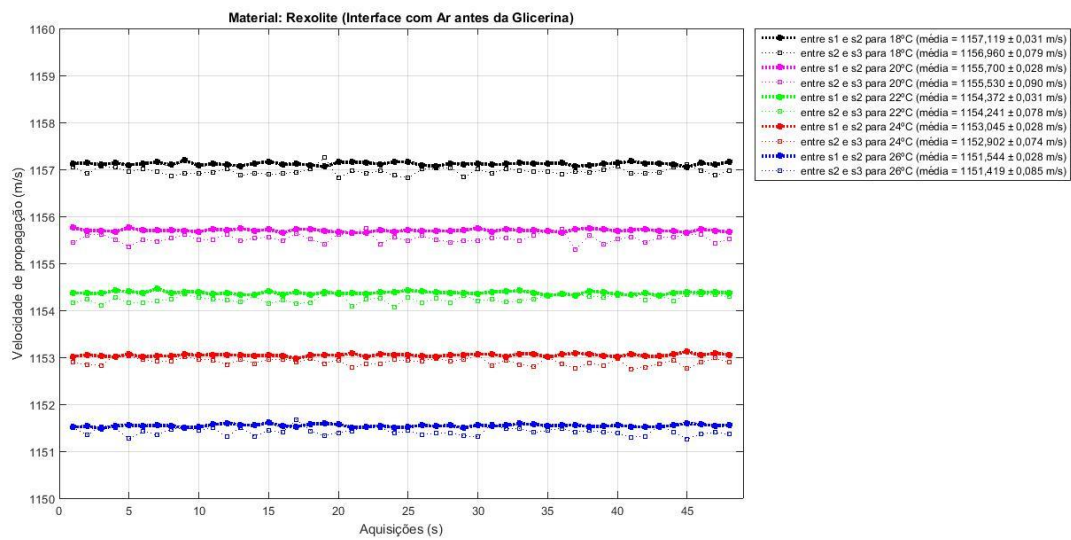
(-a-)



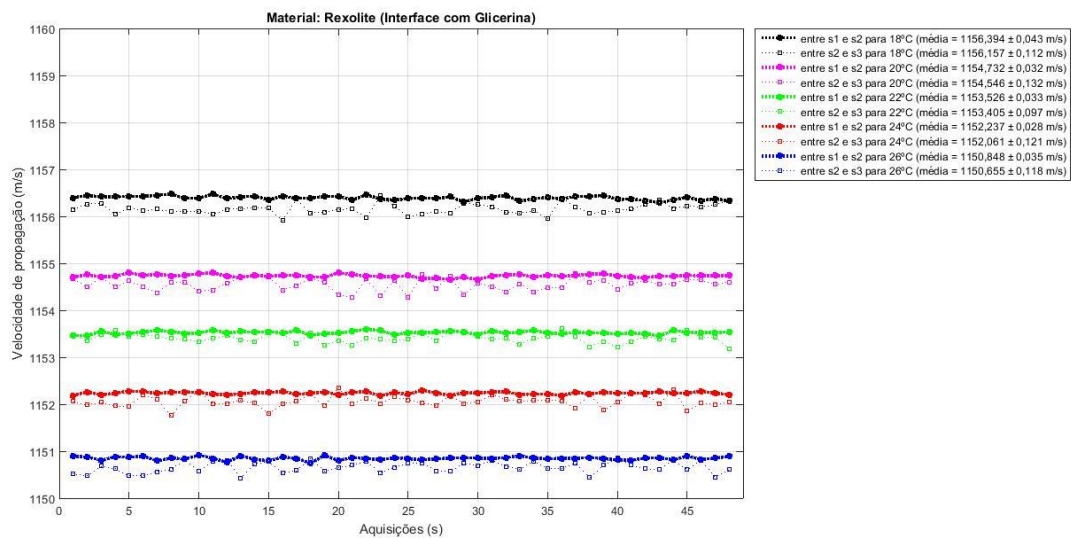
(-b-)

Fonte: Autor

Figura 4.6 - (-a-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de ar, antes de ser inserida a Glicerina. (-b-) Velocidades das ondas de cisalhamento no Rexolite para as temperaturas de 18°C à 26°C, na amostra de Glicerina.



(-a-)

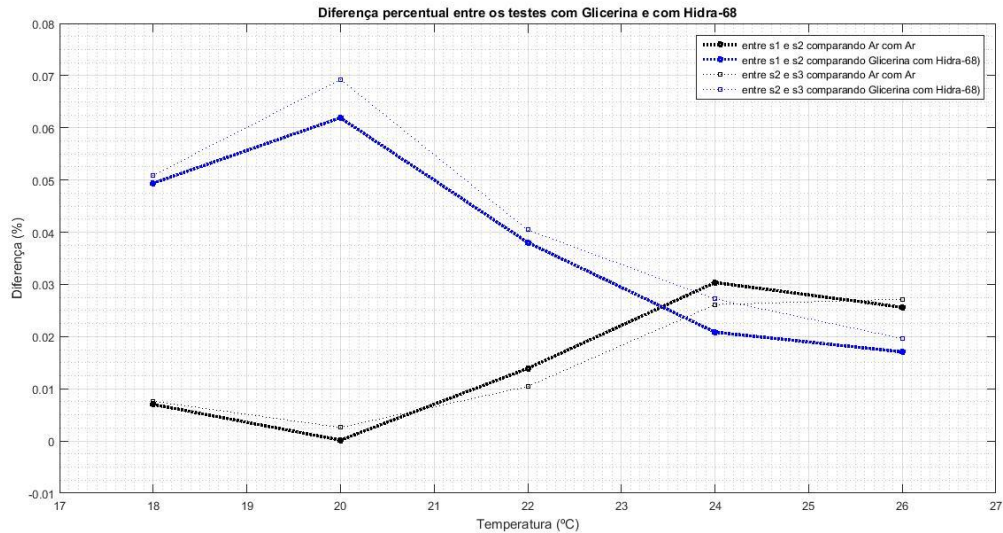


(-b-)

Fonte: Autor

Na figura 4.7 são mostradas as diferenças em porcentagem entre as velocidades médias encontradas nos testes com óleo Hidra-68 e a Glicerina para as temperaturas de 18°C à 26°C. Quando é comparado as diferenças em porcentagem das velocidades médias sem amostras líquidas, ou seja, apenas com o ar, é apresentado um crescimento com o aumento da temperatura. Já a comparação percentual da diferença quando se tem uma amostra líquida na interface, a diferença diminui com o aumento da temperatura. De modo geral a diferença não supera 0,1%.

Figura 4.7 - Diferenças percentuais das velocidades médias entre os testes com Hidra-68 e Glicerina.



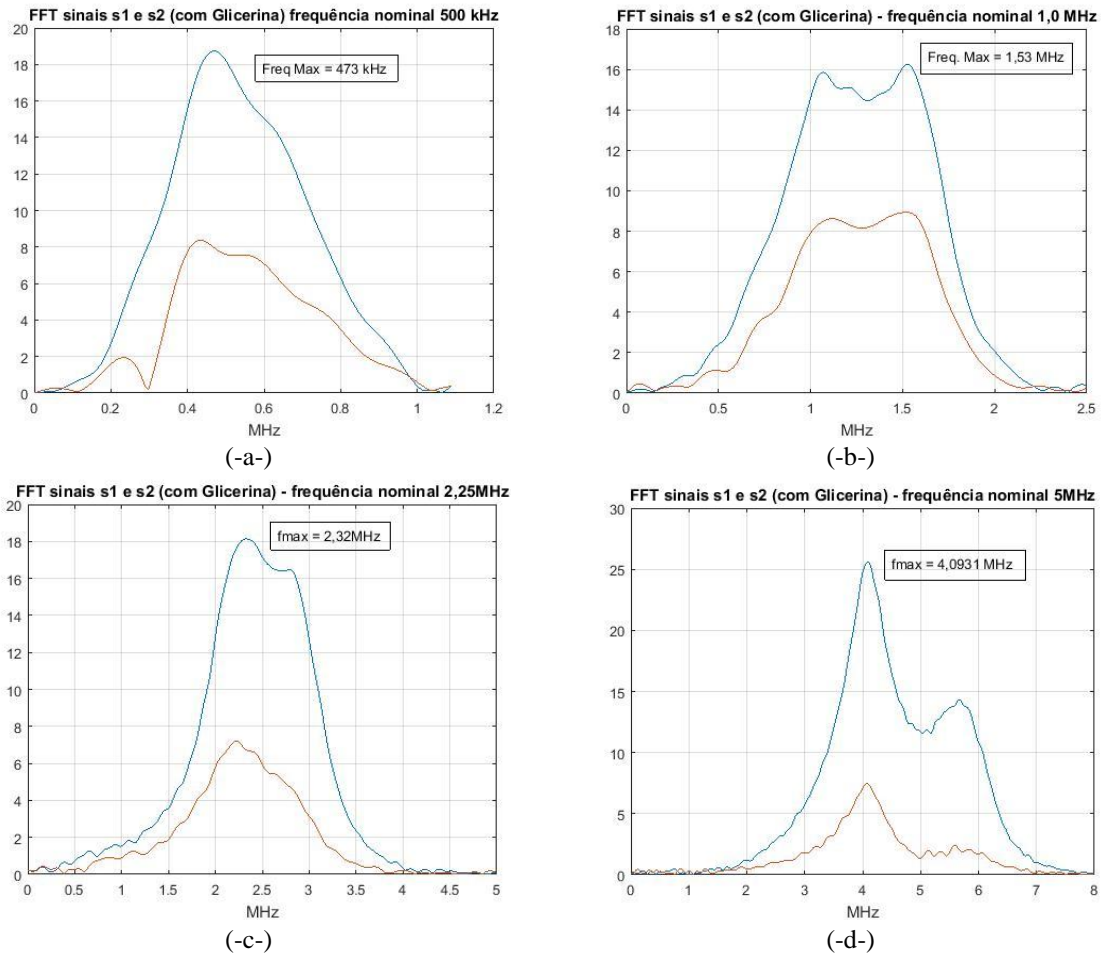
Fonte: Autor

4.3.2. Determinação das Frequências de Máxima Magnitude

A frequência onde ocorre a máxima magnitude do sinal (frequência de pico) é usada para obter a magnitude e a fase dos coeficientes de reflexão complexos e posteriormente a viscosidade do líquido. A frequência de pico é obtida após determinar a transformada rápida de Fourier (FFT) do sinal de eco medido, buscando a posição do máximo da componente do sinal no domínio da frequência. Esse assunto foi apresentado no capítulo 2 deste trabalho, sendo analisado nesta seção o formato das curvas da FFT dos sinais de eco $s1(t)$ e $s2(t)$, no caso dos transdutores de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz. Após a FFT, é comparado cada um dos espectros dos sinais e são identificadas pequenas alterações na sua forma.

Na figura 4.8 são apresentados os sinais no domínio da frequência gerados pelos transdutores com frequências nominais de: (-a-) 500 kHz, (-b-) 1,0 MHz, (-c-) 2,25 MHz e (-d-) 5,0 MHz. Os espectros de frequência dos quatro transdutores são de banda larga. Estão indicadas nesses gráficos as frequências de 473 kHz, 1,53 MHz, 2,32 MHz e 4,09 MHz, que representam onde a máxima magnitude da FFT de cada sinal de eco ocorreu para os eco $s1(t)$ (cor azul) e $s2(t)$ (cor vermelha).

Figura 4.8 - Magnitudes em função da frequência. (-a-) Transdutor de 500kHz, (-b-) transdutor de 1,0MHz, (-c-) Transdutor de 2,25MHz e (-d-) Transdutor de 5,0MHz.



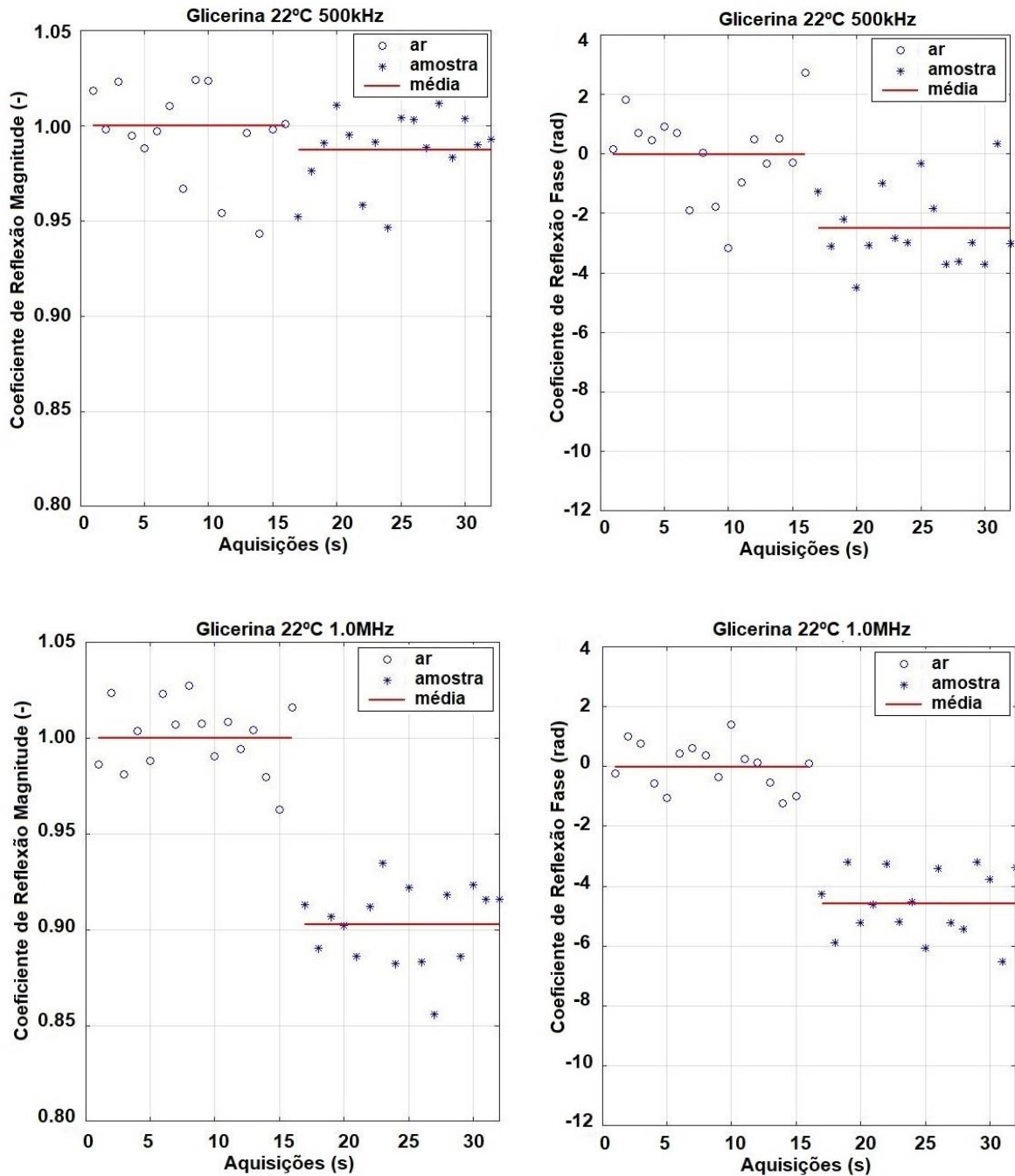
Fonte: Autor

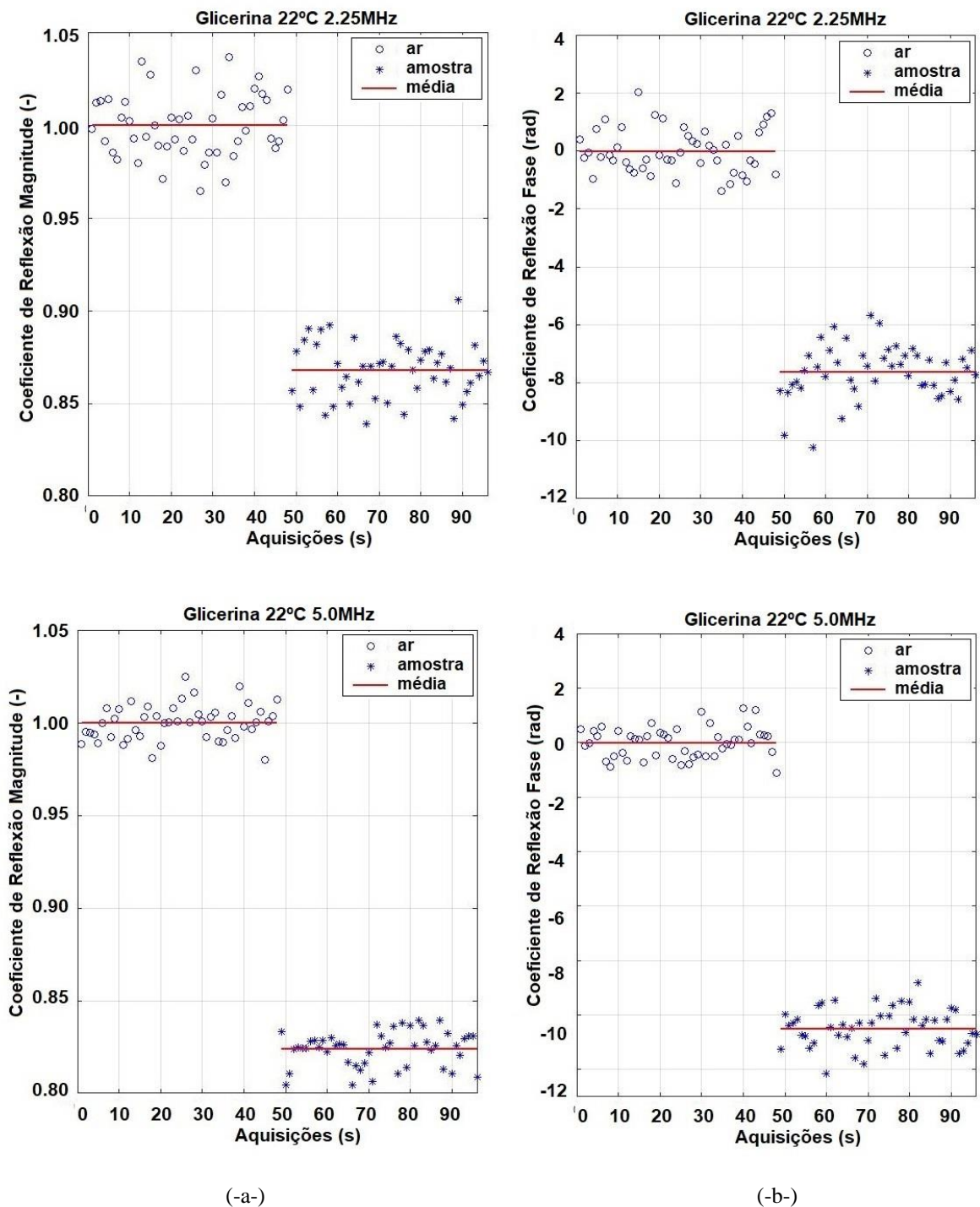
4.3.3. Determinação dos Coeficientes de Reflexão

Os coeficientes de reflexão complexos foram calculados nas frequências de máxima magnitude dos espectros dos sinais de eco, determinadas na seção anterior. A figura 4.9, mostram as aquisições e a média dos valores da magnitude (r), linha superior de gráficos e da fase (θ), linha inferior de gráficos, dos coeficientes de reflexão obtidos, respectivamente, com os transdutores de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz, sendo 16 aquisições para 500 kHz e 1,0 MHz e 48 aquisições para 2,25 MHz e 5,0 MHz, usando a célula US-CMI. Nesses gráficos, as primeiras aquisições foram obtidas com a amostra de ar e as últimas aquisições com a amostra de glicerina. As retas em vermelho indicam as médias dos valores da magnitude e fase dos coeficientes de reflexão. Observa-se que os valores obtidos com o transdutor de 5,0 MHz apresenta uma menor dispersão dos dados calculados, ou seja, maior precisão. Isso ocorreu porque a transmissão da onda de cisalhamento para a amostra líquida aumenta com a frequência e, portanto, maiores variações da magnitude e fase do coeficiente

de reflexão ocorrem para a mesma viscosidade. Assim, a sensibilidade da célula aumenta com frequência.

Figura 4.9 – Coeficientes de Reflexão (-a-) Magnitude e (-b-) Fase, obtidos com transdutores de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz para amostra de glicerina para 22°C

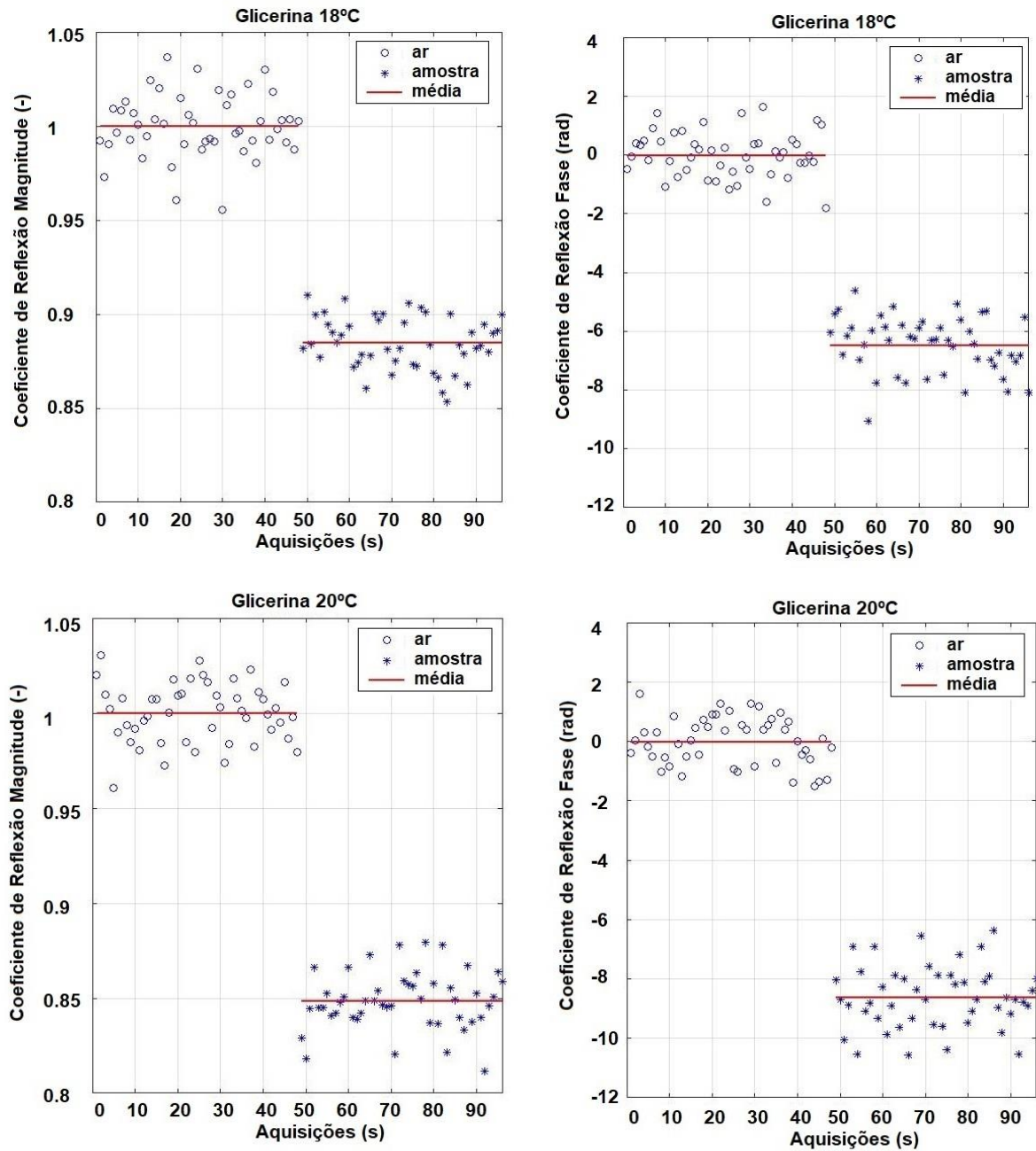


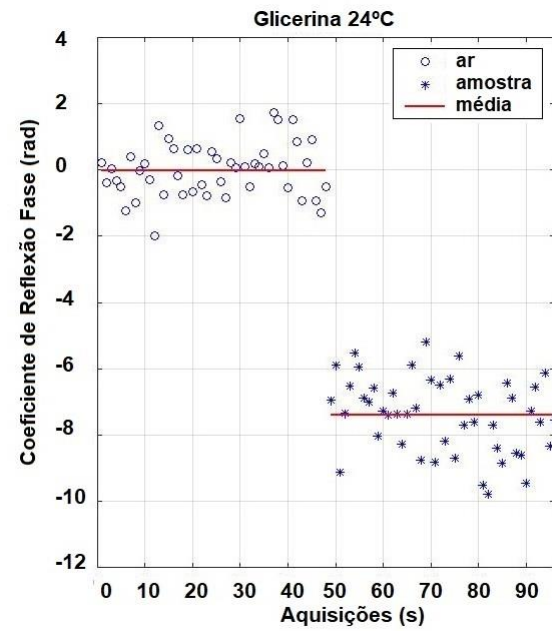
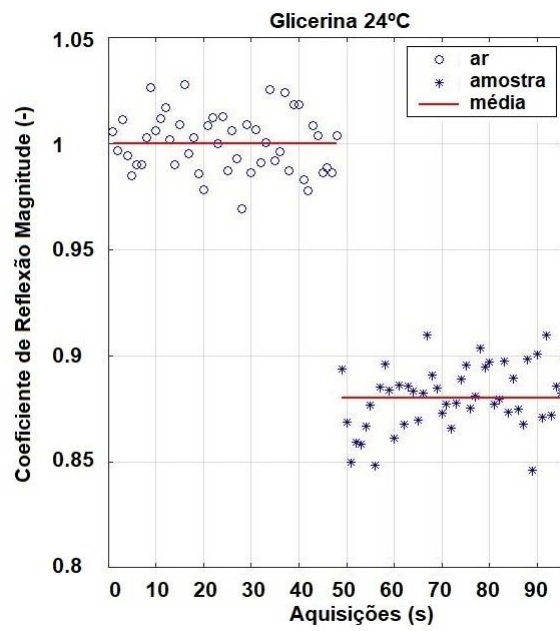
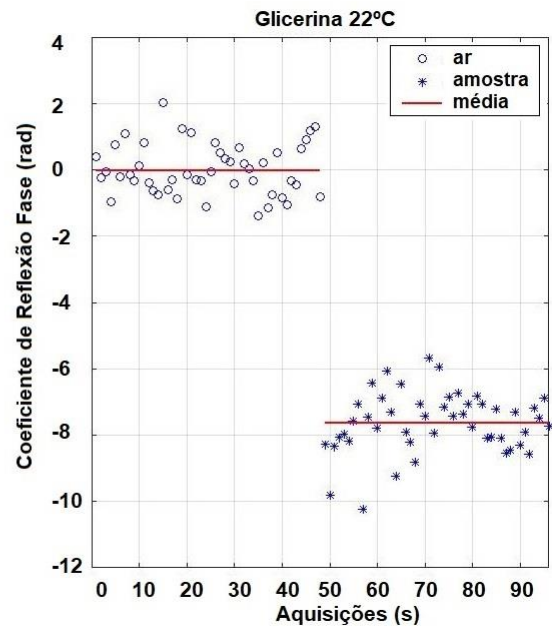
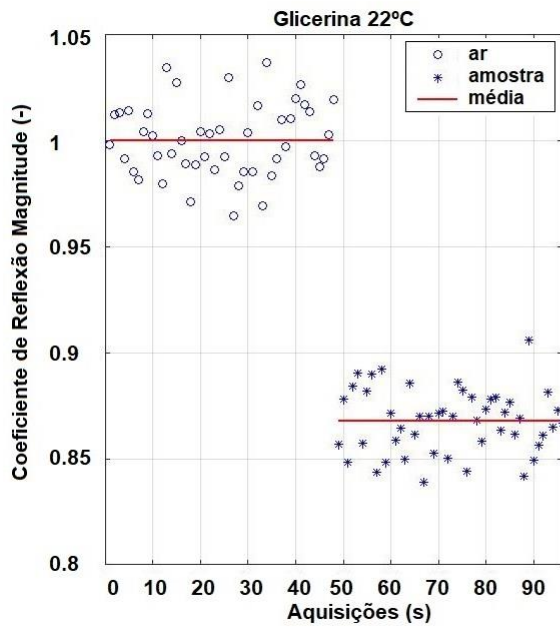


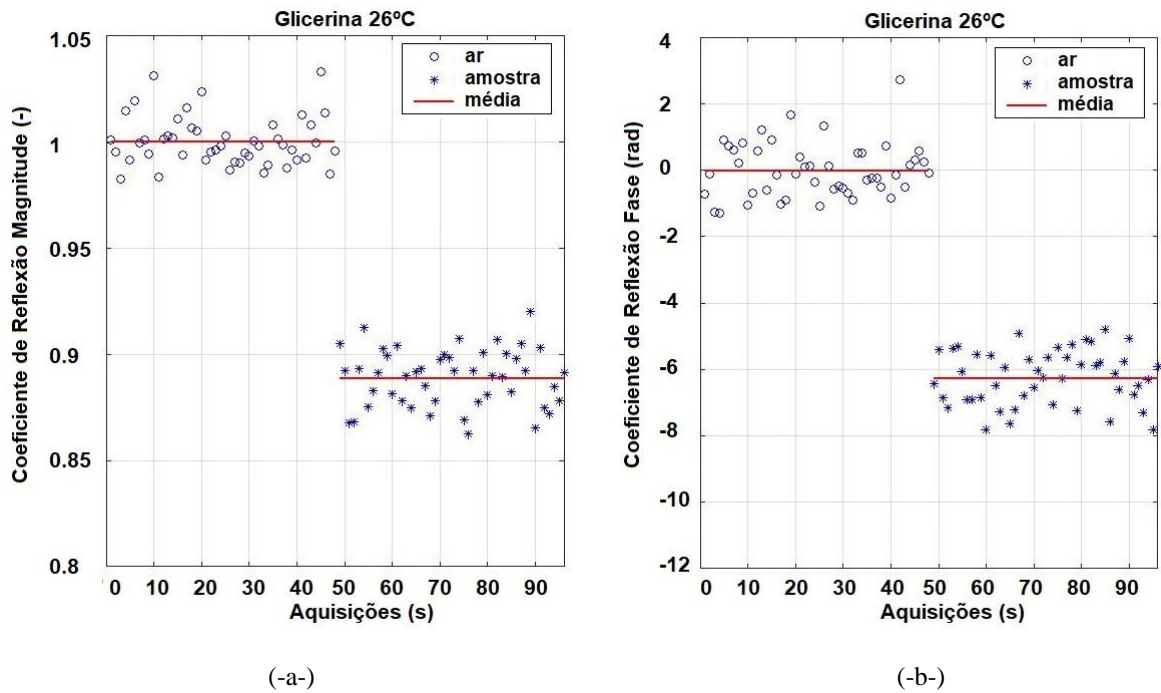
Fonte: Autor

Na figura 4.10, é apresentado os coeficientes de reflexão, magnitude e fase, para a amostra de glicerina em comparação com o ar. Foi utilizado um transdutor de 2,25 MHz, nas temperaturas de 18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C. As retas em vermelho indicam as médias dos 48 valores da magnitude e fase dos coeficientes de reflexão. É possível observar em todas as temperaturas a grande dispersão para os coeficientes de reflexão.

Figura 4.10 - Coeficientes de reflexão (-a-) Magnitude e (-b-) Fase, obtidos com 48 sinais para transdutor de 2,25 MHz para amostra de glicerina para 18°C, 20°C, 22°C, 24°C e 26°C.



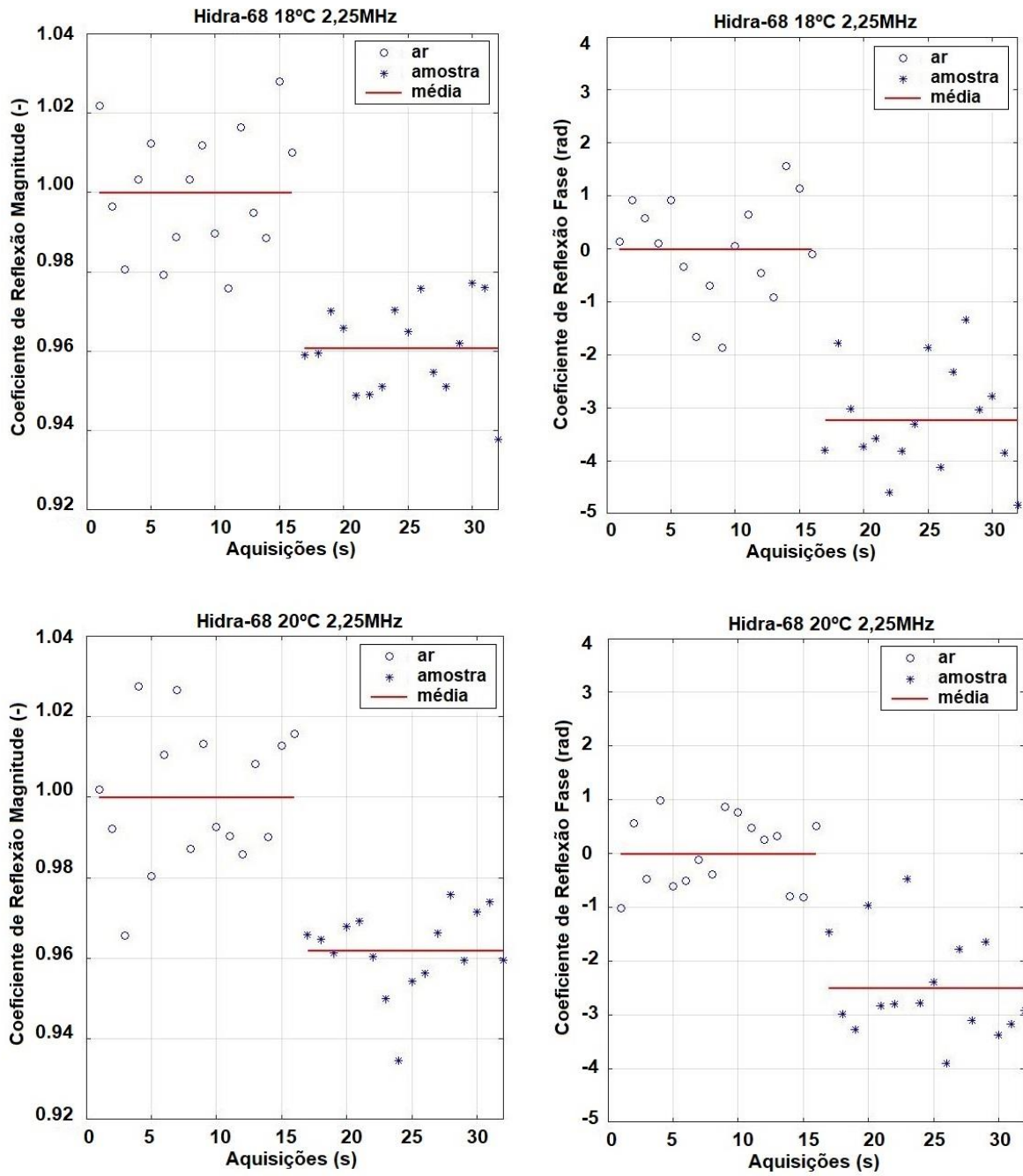


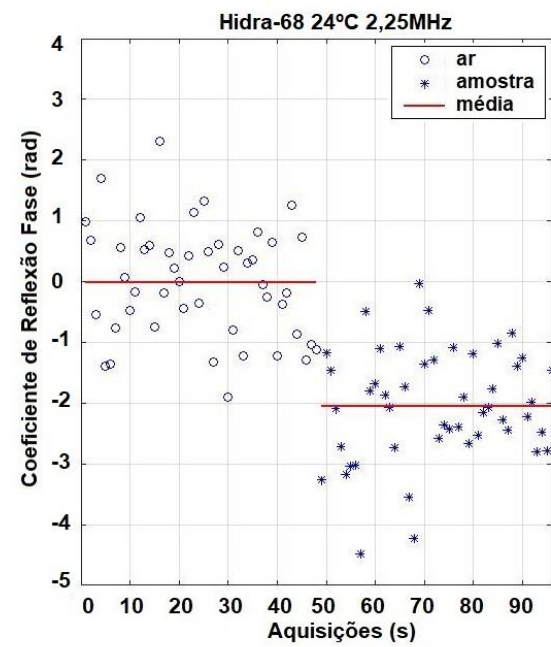
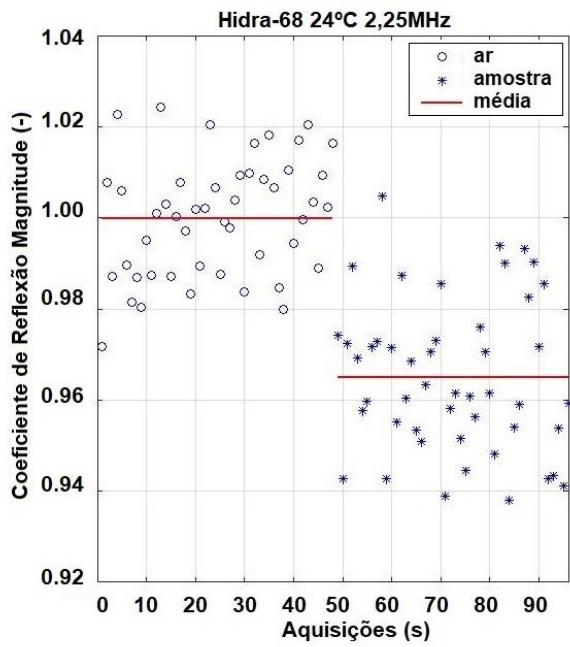
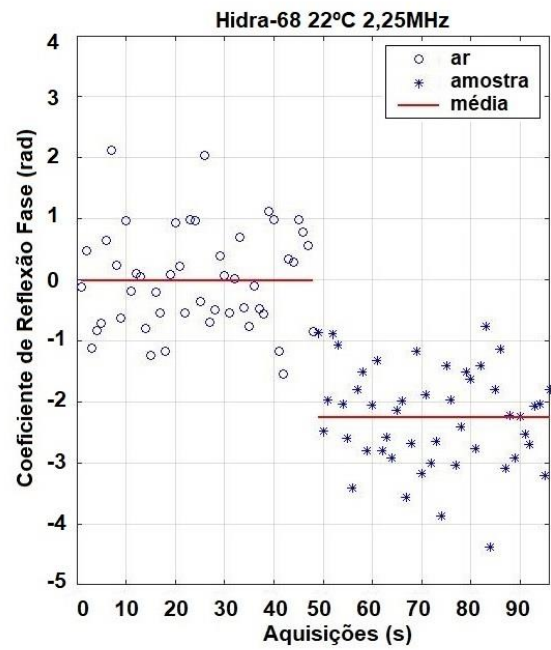
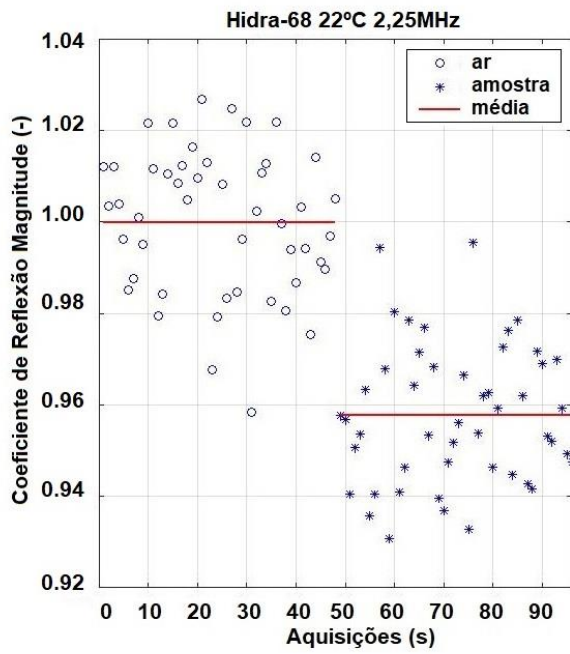


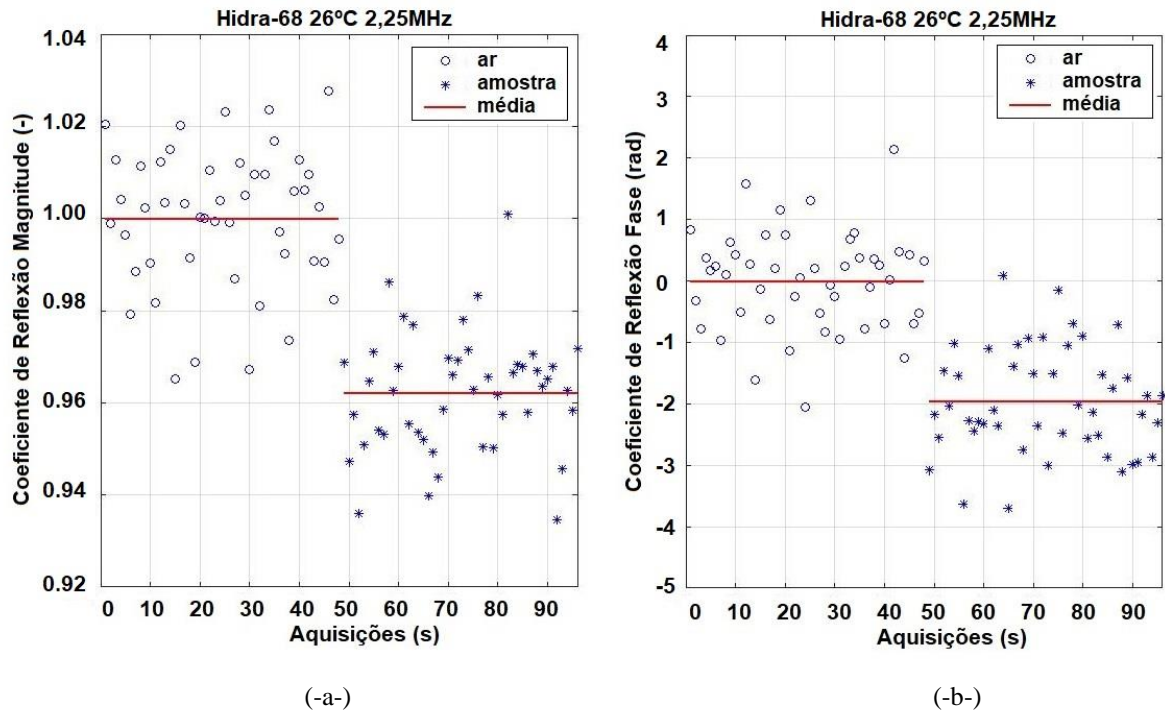
Fonte: Autor.

Na figura 4.11, são apresentados os coeficientes de reflexão, magnitude e fase, para a amostra de Hidra-68 em comparação com o ar. Foi utilizado um transdutor de 2,25 MHz, as retas em vermelho indicam as médias dos 16 valores da magnitude e fase dos coeficientes de reflexão nas temperaturas de 18°C e 20°C, da mesma forma as retas em vermelho indicam as médias dos 48 valores da magnitude e fase dos coeficientes de reflexão para as temperaturas de 22°C, 24°C e 26°C. É possível observar em todas as temperaturas a grande dispersão para os coeficientes de reflexão.

Figura 4.11 - Coeficientes de reflexão (-a-) Magnitude e (-b-) Fase, obtidos para amostra de Hidra-68 no transdutor de 2,25 MHz com 16 sinais para 18°C e 20°C e 48 sinais para 22°C, 24°C e 26°C.





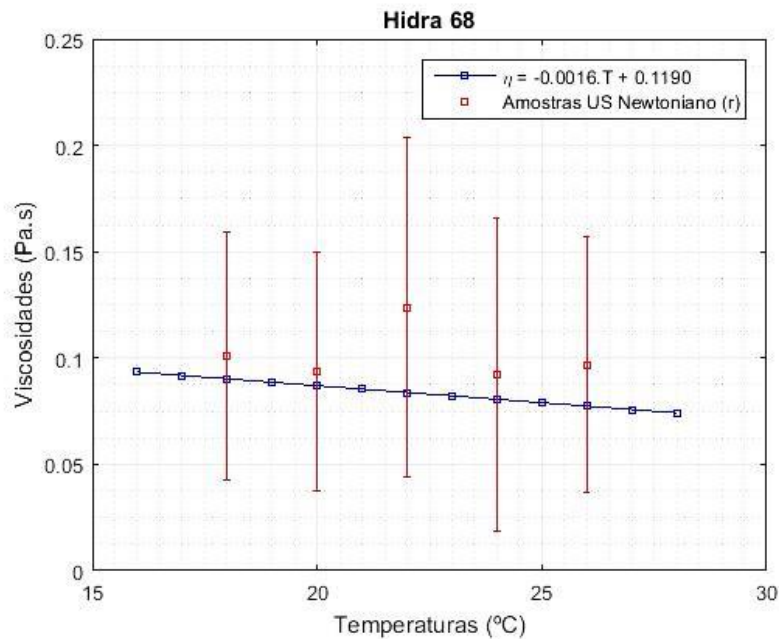
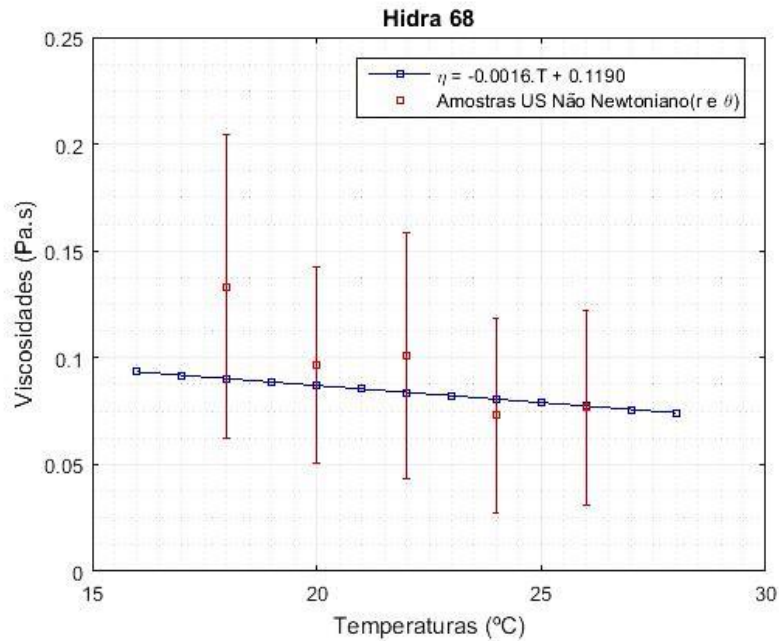


Fonte: Autor.

4.3.4. Determinação da Viscosidade usando o transdutor de 2,25 MHz.

Na figura 4.12, são mostradas as viscosidades para o óleo Hidra-68 obtidas com a célula desenvolvida neste trabalho usando o transdutor de 2,25MHz e são comparadas com os valores de referência obtidos no viscosímetro de Copo Ford. São apresentados na figura 4.12 os valores da viscosidade obtidos por ultrassom considerando: (-a-) ambas a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão, (-b-) somente a magnitude do coeficiente de reflexão usando a equação para fluidos Newtonianos. Esses valores são comparados com a equação linear que rege a variação da viscosidade de referência em função da temperatura, como indicado pela reta azul. Os desvios padrão obtidos para o óleo Hidra-68 são pouco menores para o cálculo das viscosidades quando se considera líquido não-Newtoniano, figura 4.12 (-a-), do que para o cálculo quando se admite um comportamento de líquido Newtoniano, figura 4.12 (-b-), sendo que a mesma variação ocorre com a Glicerina nas mesmas temperaturas, mostrada na figura 4.13. Quando se analisa a variação dos desvios padrão na amostra de Glicerina onde há variação de frequência, tabela (4.3), o fenômeno se repete.

Figura 4.12 - Viscosidades em função da temperatura para o óleo Hidra-68 obtidas com a célula de ultrassom, (transdutor 2,25MHz) considerando fluidos: (-a-) não-Newtoniano e (-b-) Newtoniano. Os valores de referência da viscosidade, obtidos com o Copo Ford, são mostrados pela reta azul.



Fonte: Autor

A tabela (4.1) mostra os valores e os erros da viscosidade do óleo Hidra-68 obtidos com a célula de conversão de modo usando o transdutor de 2,25MHz. Esses valores são os mesmos mostrados na figura 4.12 considerando fluidos não-Newtonianos e Newtonianos. Os erros foram calculados usando os valores de viscosidade de referência dados pela equação (4) nos experimentos com o Copo Ford. Esses resultados mostram que as viscosidades obtidas

por ultrassom estão relativamente próximas da reta de referência da viscosidade obtida com o Copo Ford. As viscosidades obtidas pela célula de ultrassom mostram que 60% dos valores possuem um erro menor que 20%, sendo que o menor erro foi de 0,80%, conforme mostra a tabela (4.1). Porém todos os valores obtidos por ultrassom apresentaram a mesma ordem de grandeza.

Tabela 4.1 - Viscosidades obtidas com as amostras de Óleo Hidra-68 com transdutor de 2,25MHz, calculadas na frequência de máxima magnitude do sinal (2,32MHz).

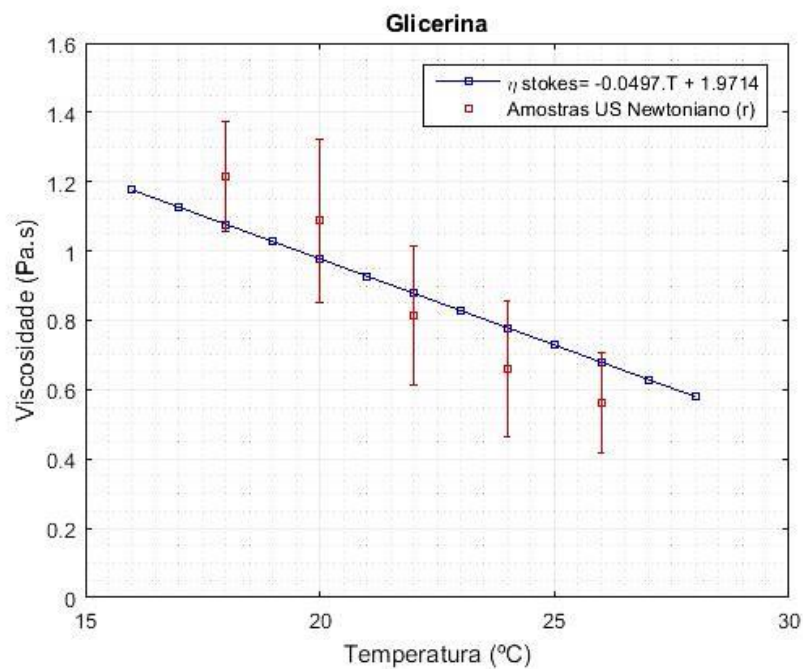
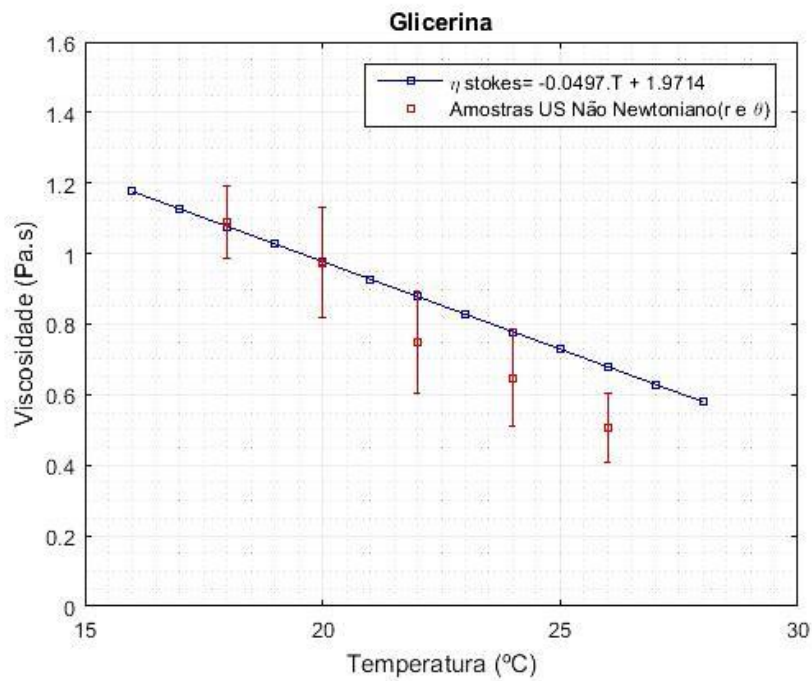
Temperaturas		18°C	20°C	22°C	24°C	26°C
Referência Copo Ford (equação) - η_d	[Pa.s]	0,0902	0,0870	0,0838	0,0806	0,0774
Fluido Não Newtoniano (r e θ) - η_v	[Pa.s]	0,1332 ± 0,0710	0,0968 ± 0,0459	0,1010 ± 0,0573	0,0730 ± 0,0456	0,0768 ± 0,0455
Erro Fluido Não Newtoniano (r e θ)	[%]	47,70	11,30	20,60	9,40	0,80
Fluido Newtoniano (r) - η_n	[Pa.s]	0,1008 ± 0,0583	0,0939 ± 0,0562	0,1237 ± 0,0798	0,0921 ± 0,0738	0,0969 ± 0,0604
Erro Fluido Newtoniano (r)	[%]	11,8	7,9	47,6	14,3	25,1

Fonte: Autor

Para o óleo Hidra-68, o melhor resultado encontrado para a viscosidade foi obtido na temperatura de 26°C, usando a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão no cálculo da viscosidade, apresentado na tabela (4.1). Para líquidos não-Newtonianos que foi de 17,96%, que comparado com o valor para líquido Newtoniano, ou seja, usando apenas a magnitude encontramos um erro médio de 21,34%. A média dos erros das viscosidades obtidos nas cinco temperaturas de teste foi de 17,96%, considerando líquidos não-Newtonianos, e de 21,34% considerando líquidos Newtonianos.

Na figura 4.13, são mostradas as viscosidades para a Glicerina Bidestilada, obtidas na célula de ultrassom US-CMI com o transdutor de 2,25MHz. As viscosidades médias nas cinco temperaturas são comparadas com os valores de referência obtidos no viscosímetro de Stokes. A figura 4.13(-a-) mostra os valores de viscosidade obtidos por ultrassom considerando líquidos não-Newtoniano (emprega a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão) e a figura 4.13(-b-) mostra os valores de viscosidade considerando líquidos Newtonianos (emprega somente a magnitude do coeficiente de reflexão). Nesses resultados também se observa que os desvios padrão são pouco menores quando se admite líquidos não-Newtonianos do que quando os líquidos são considerados Newtonianos.

Figura 4.13 - Viscosidades em função da temperatura para a Glicerina Bidestilada obtidas com a célula de ultrassom (transdutor 2,25MHz) considerando fluidos: (-a-) não Newtoniano e (-b-) Newtoniano. Os valores de referência estão representados pela reta azul (obtida com o viscosímetro de Stokes).



Fonte: Autor

Tabela 4.2 - Viscosidades obtidas com as amostras de Glicerina Bidestilada com transdutor de 2,25MHz, calculadas na frequência de máxima magnitude do sinal (2,32MHz).

Temperaturas	°C	18°C	20°C	22°C	24°C	26°C
Referência Stokes (equação) - η_d	[Pa.s]	1,0768	0,9774	0,8780	0,7786	0,6792
Fluido não-Newtoniano (r e θ) - η_v	[Pa.s]	1,0904 ± 0,1021	0,9738 ± 0,1561	0,7486 ± 0,1449	0,6476 ± 0,1370	0,5081 ± 0,0982
Erro Fluido não-Newtoniano (r e θ)	[%]	1,26	0,37	14,74	16,82	25,19
Fluido Newtoniano (r) - η_n	[Pa.s]	1,2130 ± 0,1587	1,0884 ± 0,2361	0,8139 ± 0,1993	0,6598 ± 0,1957	0,5606 ± 0,1441
Erro Fluido Newtoniano (r)	[%]	12,65	11,36	7,30	15,26	17,46

Fonte: Autor

A tabela (4.2) mostram as viscosidades medidas por ultrassom na célula US-CMI e as de referência obtidas com viscosímetro convencional para a Glicerina Bidestilada. As medições por ultrassom foram feitas com a célula de conversão de modo empregando o transdutor de 2,25MHz. Os valores da viscosidade são os mesmos mostrados na figura 4.13 considerando fluidos não-Newtoniano e Newtoniano na respectiva temperatura de teste. As viscosidades da Glicerina encontradas por ultrassom mostram que 90% dos valores possuem um erro menor que 20%, sendo que o menor erro foi de 0,37%, como mostrado na tabela (4.2). Porém todos os valores obtidos por ultrassom atingiram a mesma ordem de grandeza.

Para as amostras de Glicerina Bidestilada o melhor resultado medido por ultrassom para a viscosidade foi obtido na temperatura de 20°C, usando tanto a magnitude quanto a fase no cálculo da viscosidade, conforme a tabela (4.2). As médias dos erros da viscosidade da Glicerina nas cinco temperaturas de teste foram praticamente iguais, sendo 11,7% para líquido não-Newtoniano, e 12,8% para líquido Newtoniano.

4.3.5. Determinação da viscosidade por ultrassom variando a frequência

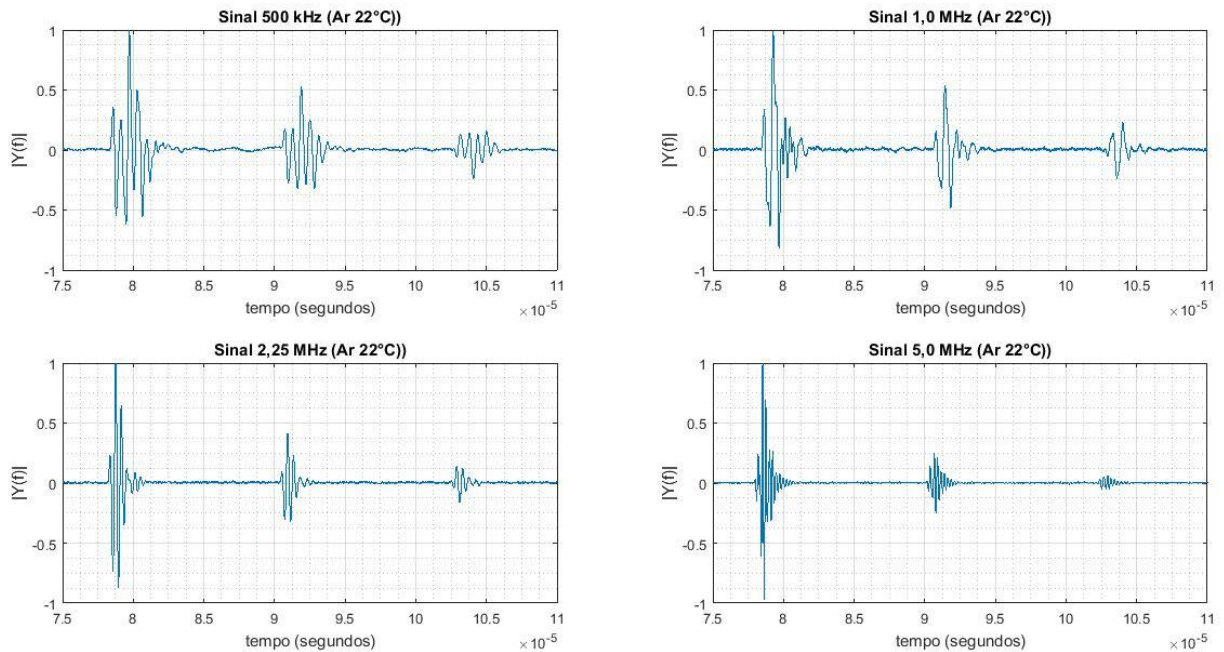
A viscosidade da Glicerina Bidestilada foi medida à temperatura de 22°C usando a célula de conversão de modo para os 4 transdutores de ondas longitudinais de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz.

A figura 4.14 mostra as formas das ondas dos ecos $s_1(t)$, $s_2(t)$ e $s_3(t)$ para os quatro transdutores. Os sinais medidos são bem definidos e os ecos $s_1(t)$, $s_2(t)$ e $s_3(t)$ ocorrem, respectivamente, nos instantes 77,5 μ s, 90,5 μ s e 100,2 μ s. Destaca-se que as magnitudes foram normalizadas para melhor visualização da forma do sinal.

Na tabela (4.3) são mostrados os resultados das viscosidades por ultrassom na célula US-CMI, obtidos com os quatro transdutores (500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz) com seu desvio padrão e o erro em relação ao referencial, onde o erro entre os resultados obtidos

por ultrassom e os de referência diminuí na ordem crescente de 500 kHz até 5,0 MHz. Para os transdutores de 500 kHz e de 1,0 MHz os erros obtidos para a viscosidade em relação ao referencial mostram-se muito superiores a 20% em todos os casos (considerando fluido não newtoniano e fluido newtoniano).

Figura 4.14: Sinais dos ecos $s_1(t)$, $s_2(t)$ e $s_3(t)$ obtidos com os transdutores de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0MHz.



Fonte: Autor

Tabela 4.3 - Viscosidades obtidas com amostras de Glicerina Bidestilada à temperatura de 22°C e com os transdutores de frequências nominais de 500 kHz, 1,0 MHz, 2,25 MHz e 5,0 MHz, calculadas nas respectivas frequências de máxima magnitude dos sinais (473kHz, 1,53MHz, 2,32MHz e 4,09MHz).

Glicerina (22°C)		500 kHz	1,0 MHz	2,25MHz	5,0 MHz
Referência: $\eta_d = 0,8780 \pm 0,0064$ Pa.s					
Fluido não Newtoniano (r e θ) - η_v	[Pa.s]	0,4698 ± 0,0406	0.5081 ± 0.1634	0,7486 ± 0,1449	0.7990 ± 0.0832
Erro Fluido não Newtoniano (r e θ)	[%]	46,49	42,13	14,74	9,00
Fluido Newtoniano (r) - η_n	[Pa.s]	0,5087 ± 0,0634	0.6890 ± 0.3196	0,8139 ± 0,1993	0,8654 ± 0,1147
Erro Fluido Newtoniano (r)	[%]	42,06	21,53	7,30	1,44

Fonte: Autor

Conforme a tabela (4.3), os erros entre a viscosidade de referência e as viscosidades obtidas com transdutor de 5,0 MHz foram de 1,44% para o cálculo de líquido Newtoniano e

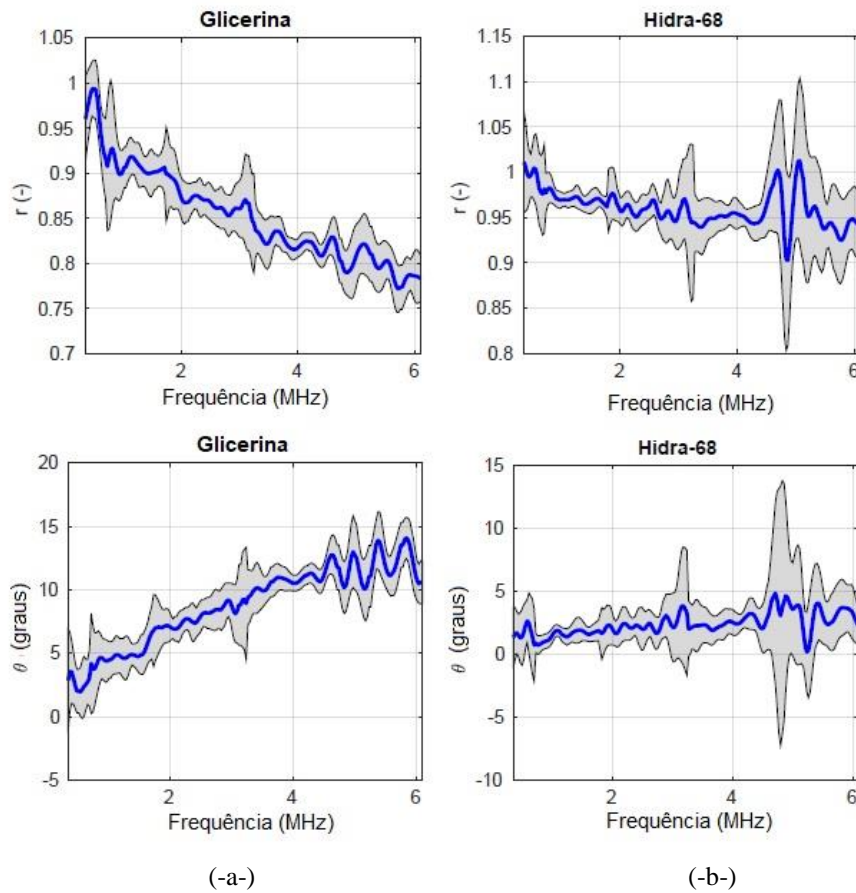
9,0% para o cálculo como líquido não-Newtoniano. Para os transdutores de 500 kHz, 1,0 MHz e 2,25 MHz usados nos testes, os melhores resultados também foram obtidos ao se calcular a viscosidade considerando líquido Newtoniano.

Franco na sua Tese em 2010, usando um viscosímetro rotacional encontrou a equação polinomial para viscosidade da Glicerina em função da temperatura $\eta = 0,0054.T^2 - 0,346.T + 6,1292$ (tabela 3.1 da tese), ao substituir pelas temperaturas usadas neste trabalho obtém-se para 18°C $\eta = 1,651$ Pa.s, para 20°C $\eta = 1,369$ Pa.s, para 22°C $\eta = 1,131$ Pa.s, para 24°C $\eta = 0,936$ Pa.s e para 26°C $\eta = 0,784$ Pa.s. Quando compara-se com os resultados apresentados na tabela (4.2) os resultados das amostras obtidas por Franco são aproximadamente 10% maiores que os deste trabalho, já os resultados de viscosidade obtidas pelo Franco com sua célula de conversão de modo para a temperatura de 22,2°C $\eta = 0,929$ Pa.s uma diferença de 17% em relação ao referencial dele 1,131 Pa.s e de 14% em relação ao valor 0,824 Pa.s no transdutor de 2,25MHz e de 7% em relação 0,865 quando o transdutor foi de 5,0 MHz neste trabalho. Deve ser ressaltado que o E. Franco usou transdutor de frequência de 1,0 MHz e que as amostras de Glicerina Bidestilada foram obtidas de um fabricante diferente deste trabalho.

4.3.6. Determinação da viscosidade por ultrassom por banda de frequência

A figura 4.15 mostra a magnitude (r) e a variação de fase (θ) do coeficiente de reflexão complexo em função da frequência, na faixa de frequência de 360 kHz a 6,1 MHz a 22°C, utilizando as amostras de glicerina e de Hidra-68. Os resultados mostram a média (linha azul) mais ou menos um desvio padrão (área cinza) dos 20 pares de aquisição. Tanto para a Glicerina como para o óleo Hidra-68 a magnitude (r) apresentou um comportamento decrescente, já a variação de fase (θ) um comportamento crescente. Além disso, o desvio padrão foi semelhante em toda a faixa de frequência. A sensibilidade da técnica aumenta com uma maior transferência de energia para o líquido e isso se reflete em uma maior redução na magnitude e na mudança de fase. No caso do óleo Hidra-68, a redução de magnitude e o incremento de fase são menores devido à baixa viscosidade da amostra (uma ordem de grandeza menor que a glicerina). As variações do valor médio e do desvio padrão também são maiores. Sem dúvida, a sensibilidade do dispositivo de medição é baixa com um líquido de baixa viscosidade.

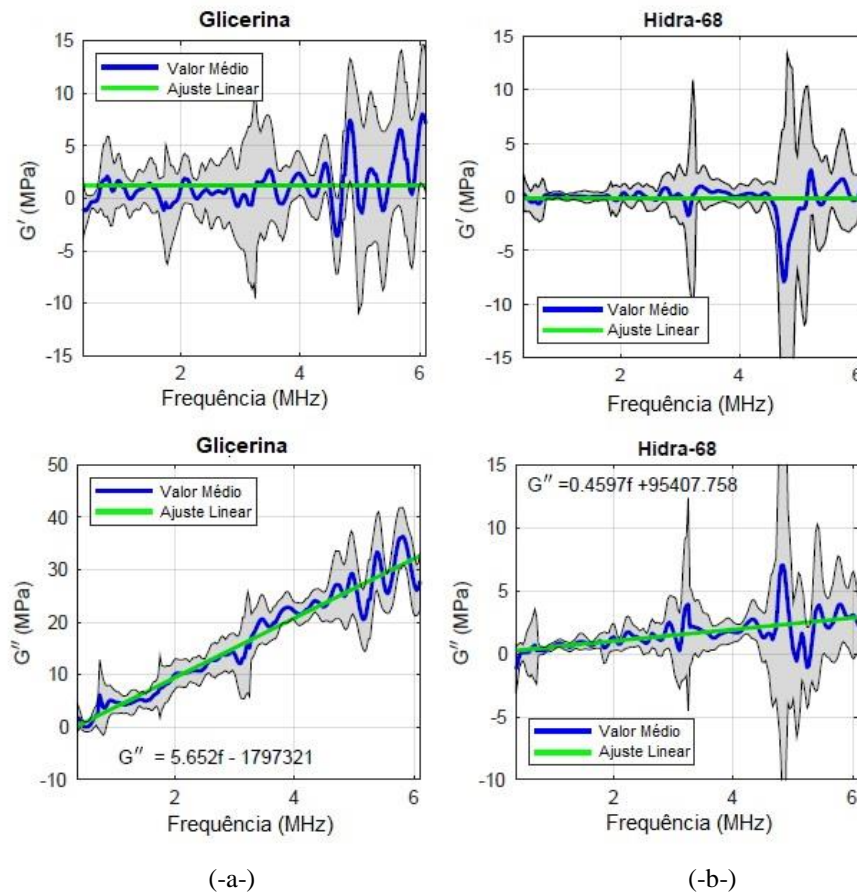
Figura 4.15 – Magnitude (r) variação de fase (θ) dos coeficientes de reflexão em função da frequência, na faixa de frequência de 360 kHz a 6,1 MHz a 22°C, para as amostras de Glicerina (-a-) e Hidra-68 (-b-). A linha azul é o valor médio e a área sombreada indica a média mais ou menos um desvio padrão.



Fonte: Autor

Os componentes reais e imaginários do módulo de cisalhamento complexo (G^*) da glicerina e do óleo Hidra-68 são mostrados na figura 4.16. Por outro lado, o módulo de perda (G'') exibe uma tendência linear tanto na glicerina quanto no óleo Hidra-68. No caso da glicerina, o módulo ajustado de perda se aproxima de zero conforme a frequência se aproxima de zero e atinge cerca de 32 MPa a 6 MHz. A inclinação é de 5,652 Pa/Hz, que dividida por 2π leva a um valor de viscosidade de 0,899 Pa.s. Este valor é muito próximo ao medido com a viscosimetria convencional. No caso do Hidra-68, a inclinação é menor devido à menor viscosidade. Há variações relativamente maiores devido à menor sensibilidade. No entanto, a inclinação da linha ajustada leva a um valor de viscosidade de 0,073 Pa.s, também um valor próximo ao medido com a viscosimetria convencional.

Figura 4.16 - Módulos de armazenamento (G') e perda (G'') em função da frequência, na faixa de 360 kHz a 6,1 MHz, a 22°C, para as amostras de Glicerina (-a-) e Hidra-68 (-b-). A linha azul é o valor médio, a área sombreada indica a média mais ou menos um desvio padrão e a linha verde é a regressão linear.



Fonte: Autor

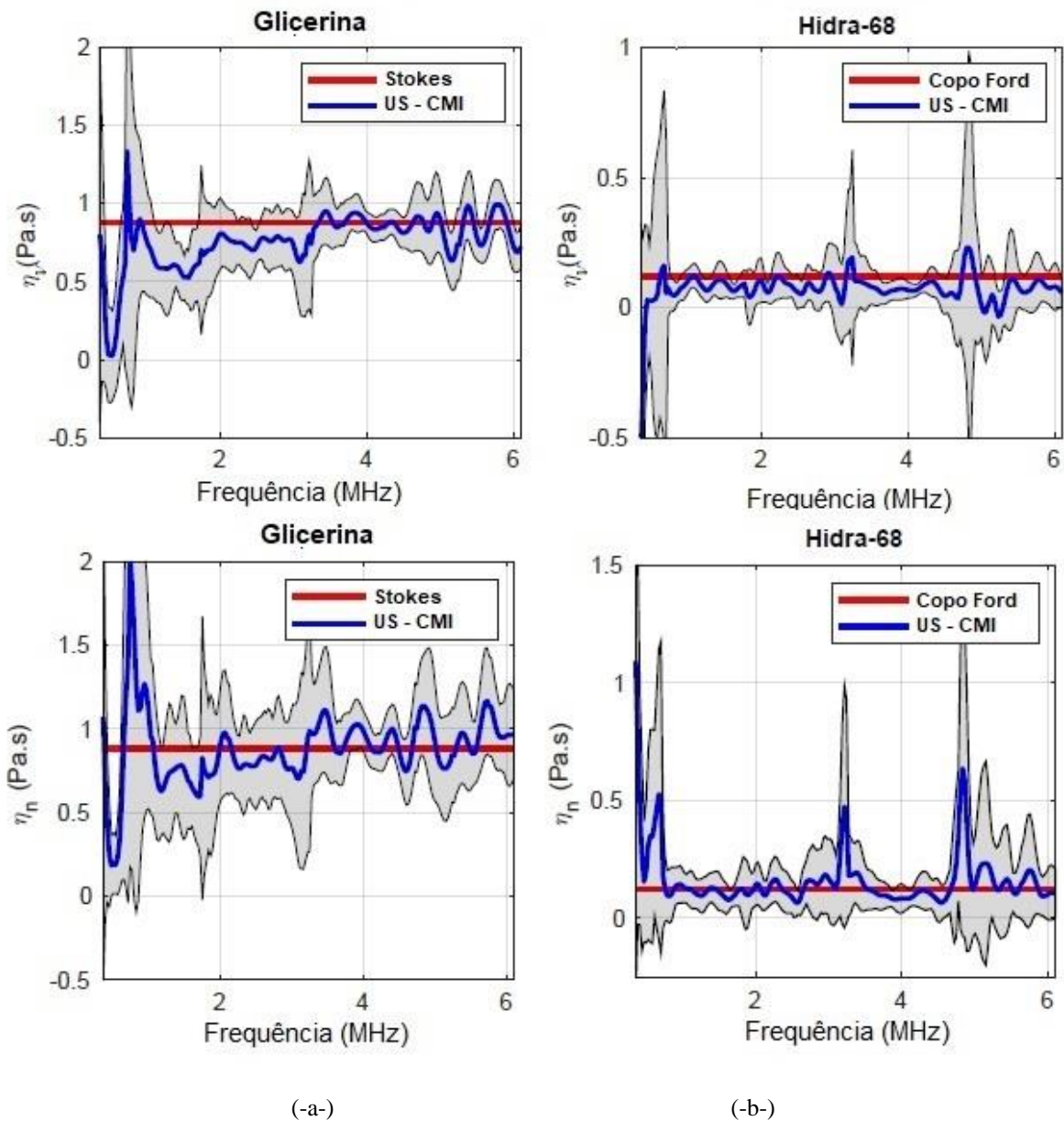
A figura 4.17 mostra as viscosidades da glicerina e do óleo Hidra-68 em função da frequência calculadas nos regimes viscoelástico (η_v) e newtoniano (η_n). Os resultados são apresentados na forma de média (linha azul) mais ou menos um desvio padrão (sombra cinza). As viscosidades medidas por ultrassom são comparadas com os valores medidos com viscosimetria convencional na mesma temperatura. Em ambos os casos, o valor da viscosidade depende da frequência com flutuação tanto da média quanto do desvio padrão em frequências com relação sinal-ruído mais baixa.

Na faixa de frequência inferior a 1,0 MHz, observa-se alta variação do valor médio e alta dispersão. Isso é consequência da baixa sensibilidade (ver figura 4.9, primeira coluna). Claramente, esta faixa não é útil para medir a viscosidade. Acima de 1,0 MHz tanto a variação do valor médio quanto a dispersão diminuem e acima de 3,5 MHz os valores médios oscilam em torno da viscosidade medida com o viscosímetro, apresentando uma melhora na precisão.

A oscilação da viscosidade medida por ultrassom em torno do valor do viscosímetro foi observada e relatada no trabalho de Franco et al. (2010). Para obter um valor de

viscosidade mais preciso, uma abordagem de média sobre uma banda de frequência foi proposta. Para os resultados da figura 4.17, a viscosidade média foi calculada nas bandas de frequência de -3 dB (amplitude maior que 75% da amplitude máxima) dos quatro transdutores, tanto para o regime viscoelástico (η_v) quanto para o regime newtoniano (η_n).

Figura 4.17 - Viscosidades viscoelástica (η_v) e Newtoniana (η_n) em função da frequência, na faixa de 360 kHz a 6,1 MHz, a 22°C, para as amostras de Glicerina (-a-) e Hidra-68 (-b-). A linha azul é o valor médio, a área sombreada indica a média mais ou menos um desvio padrão e a linha vermelha é o valor medido pelo viscosímetro convencional na mesma temperatura.



Fonte: Autor

Os resultados são apresentados na tabela (4.4), incluindo a viscosidade dinâmica calculada por regressão linear do módulo de perda e o desvio relativo de cada resultado em relação ao valor medido pelo viscosímetro. A regressão linear foi aplicada considerando o

modelo de Kelvin-Voigt, ou seja, que a viscosidade é dada pela constante $\eta_v = \frac{G''}{\omega}$. Pequenos desvios podem ser observados, menores que 14% e 31% nos casos glicerina e Hidra-68, respectivamente, quando calculados em regime viscoelástico. Por outro lado, a viscosidade calculada em regime newtoniano apresentou desvio inferior a 8% para ambas as substâncias. Claramente, a menor viscosidade do óleo Hydra-68 leva a um maior desvio devido à menor sensibilidade da técnica.

Tabela 4.4 - Viscosidades médias calculadas na banda de 360kHz a 6,1MHz, com amostras de Glicerina Bidestilada e para Hidra-68 à temperatura de 22°C. Erros calculados em relação aos valores obtidos com viscosimetria convencional.

Amostras à 22°C	η_v [Pa.s]	Erro (η_v) [%]	η_n [Pa.s]	Erro (η_n) [%]
Glicerina Banda: 0,36 MHz – 6,1 MHz	0,7541	14,1	0,8211	6,49
Glicerina Regressão Linear	0,8995	2,45		
Hidra-68 Banda: 0,36 MHz – 6,1 MHz	0,0842	31,3	0,1131	7,74
Hidra-68 Regressão Linear	0,0732	40,3		

Fonte: Autor

4.3.7. Vantagens e Desvantagens da Célula US-CMI

A célula de medição de viscosidade US-CMI possui uma mescla de vantagens e desvantagens dos tipos de células apresentadas no capítulo anterior. Por exemplo, possui algumas vantagens da célula com transdutor de cisalhamento, como a construção robusta e a possibilidade de se trabalhar sem imersão, se assim o desejar. Também possui as vantagens da célula com conversão de modo (CCM) com linha de retardo em água, que permite usar transdutores longitudinais, com preço menor e de amplo espectro de frequências. A seguir são listadas as vantagens e desvantagens da célula US-CMI.

Vantagens:

- Com a conversão de modo interna geram ondas de cisalhamento com menos ondas longitudinais parasitas.
- Utilizam transdutores de ondas longitudinais que são relativamente mais baratos que os transdutores de cisalhamento.
- Permitem realizar testes numa faixa de frequência mais ampla.
- Dispositivo robusto, sem partes móveis.

- O transdutor de ondas longitudinal não necessita ser colado e pode ser trocado rapidamente.
- Independência do ângulo de reflexão com a faixa de temperatura estudada.

Desvantagens:

- Maior caminho percorrido pelas ondas.
- Necessita sempre fazer uma primeira leitura com sinal referência (ar).
- Reação química na interface sólido-amostra, pois o Rexolite "incha" ao entrar em contato com: Hidrocarbonetos Aromáticos (Benzeno, Tolueno, Xileno, Estireno) e os Hidrocarbonetos Clorados (tetracloroeto de carbono e clorofórmio).

CAPÍTULO 5: CONCLUSÃO

Este trabalho científico apresentou uma nova abordagem que consiste na implementação do método de reflexão de onda de cisalhamento para a caracterização viscoelástica de líquidos, utilizando uma técnica inovadora para a geração de ondas de cisalhamento. Tal abordagem envolve a conversão de modos de ondas longitudinais em ondas de cisalhamento no interior de um prisma, sem a necessidade de linhas de atraso de fluidos, que geralmente aumentam o caminho da onda e tornam o projeto do dispositivo de medição mais complexo.

Como resultado, foi possível obter ondas de cisalhamento de excelente qualidade e boa relação sinal-ruído, uma vez que a conversão para ondas de cisalhamento é mais eficiente. A implementação desta técnica permitiu a caracterização de amostras de glicerina bidestilada e óleo hidráulico Hidra-68, que tiveram seus módulos de cisalhamento complexos medidos em uma faixa de frequências que variou de 360 kHz a 6,1 MHz.

Vale destacar que a principal vantagem da nova abordagem está relacionada ao uso de transdutores de ondas longitudinais, os quais funcionam em uma faixa de frequências mais ampla e possuem uma resposta de frequência melhor, quando comparados aos transdutores de ondas de cisalhamento. Ademais, é importante mencionar que, embora o dispositivo tenha sido projetado para funcionar a 22°C, foi possível realizar medições na faixa de temperatura de 18°C a 26°C.

Essa característica se deve a uma análise teórica que estabeleceu que o ângulo de reflexão da onda de cisalhamento no prisma varia muito pouco com a temperatura. Isso ocorreu porque as velocidades de propagação das ondas de cisalhamento e longitudinais no prisma de alumínio mudam muito pouco na faixa de temperatura utilizada neste trabalho.

Deve-se enfatizar que o dispositivo de medição desenvolvido permitiu a medição do módulo de cisalhamento complexo de amostras de glicerina na faixa de frequências mencionada anteriormente. Além disso, os componentes do módulo de cisalhamento complexo, módulo de armazenamento e módulo de perda, aumentaram com a frequência, como era esperado. É importante destacar que o módulo de armazenamento mostrou variações mais altas e desvio padrão mais baixo.

Os valores de viscosidade calculados nos regimes viscoelástico e newtoniano foram aproximadamente constantes em frequência, evidenciando um comportamento newtoniano. No entanto, maiores variações e baixa precisão foram observadas nas frequências mais baixas.

O cálculo de viscosidades médias em bandas de frequência resultou em desvios de menos de 6,5%, em relação aos valores.

Por fim, pode-se concluir que a implementação desta nova abordagem oferece resultados promissores para a caracterização viscoelástica de líquidos, proporcionando uma alternativa eficiente e precisa para o estudo deste comportamento em amostras diversas.

5.1. Trabalhos futuros.

Verificar o comportamento da célula (US-CMI) ao utilizar transdutores de maiores frequências 7,5 MHz, 10,0 MHz disponíveis no laboratório ou de maiores frequências. Implantar sobre o disco de rexolite ou substituí-lo, por outro disco de rexolite com ranhuras na forma de prismas com ângulo de 45° (FRANCO, et al. 2021) para analisar se ocorre aumento da sensibilidade, precisão e exatidão. Estudar a relação do ângulo de reflexão α em função da temperatura na conversão de modo. Desenvolver nova célula de conversão de modo interna em formato de dente de serrote (|||) onde o pulso de onda longitudinal é dividido em outros dois pulsos (Y. ONO et al, em 2011 e 2013), sendo que um dos pulsos ao ser convertido em onda de cisalhamento retorna na forma de eco numa interface sólido-ar, e o outro pulso retorna na forma de eco numa interface sólido-líquido amostra, onde os sinais de pulso-eco coletados estarão em mesma temperatura, ganhando precisão e tempo de ensaio.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA:

- ADAMOWSKI, J. C.; SIGELMANN, R. A.; BUIOCHI, F.; SIMON, C.; SILVA, E. C. N. *Ultrasonic measurement of density of liquids*. J. Acoust. Soc. Am., Vol. 97, Nº. 1, p. 354-361. (1995).
- ALIG, I.; LELLINGER, D.; SULIMMA, J.; TADJBAKHSCH, S. *Ultrasonic shear wave reflection method for measurements of the viscoelastic properties of polymer films*. Review of Scientific Instruments, V. 68, p. 1536-1542. (1997).
- BALASUBRAMANIAM, K.; SANKARAN, S.; RAJWADE, A. V. *Ultrasonic nde rheological measurement tools for industrial process control*. In: NDT.ORG. 16th WCNDT-World Conference on NDT. Montreal, Canada, (2004).
- BARLOW, A. J.; SUBRAMANIAN, S. *Experimental technique for the determination of the viscoelastic properties of liquids in the frequency range 5-75 Mcs*, Brit. J. Appl. Phys., v. 17, p. 1201-1214. (1966).
- BARNES, H. A.; HUTTON, J. F.; WALTERS, K. *An Introduction to Rheology*. Amsterdam: Elsevier Science B.V, (1987).
- BRUNETTI, F. *Mecânica dos Fluidos*. Pearson Prentice Hall, 2º ed. Revisada. (2008).
- BUIOCHI, F.; ADAMOWSKI, J. C.; FURUKAWA, C. M. *Measurement of Viscosity Using Wave Mode Conversion*. IEEE - ULTRASONICS SYMPOSIUM, p. 1193-1196. (1998)
- BUIOCHI, F. *Medição de viscosidade de líquidos por ultrassom*. Tese de Doutorado na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. (2000).
- BUIOCHI, F. *Medição de viscosidade de líquidos pelo método de múltiplas reflexões acústicas com conversão de modo*. Revista de Controle e Automação. (2003).
- CAMARA, V. C.; LAUX, D.; ARNOULD, B. *Enhanced multiple ultrasonic shear reflection method for the determination of high frequency viscoelastic properties*. J. Ultrasonics, Vol. 34: p. 710-715. (2010).
- CABOT, R. *A note on the application of the Hilbert transform to time delay estimation*. IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing, 29(3), (1981).
- COHEN-TENOUDJI, F.; PARDEE, W. J.; TITTMANN, B. R.; AHLBERG, L.; ELSLEY, R. K. *A shear wave rheology sensor*. IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control, UFFC-34, n. 2, p. 263-269, (1987).

- DIXON, S.; LANYON, B. *Phase change measurement of ultrasonic shear waves on reflection from a curing epoxy system*. J. Phys. D: Appl. Phys., v. 38, p. 4115–4125, (2005).
- EGGERS, F.; FUNCK, TH. *Method for measurement of shear-wave impedance in the MHz region for liquid samples of ~1ml*. Journal of Physics, V. 20, p. 523-530. (1987).
- FRANCO G, E. E. *Análise do método de medição de viscosidade de líquidos por ultrassom usando a reflexão de ondas de cisalhamento*. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. (2006).
- FRANCO G, E. E; ADAMOWSKI, J. C.; HIGUTI; BUIOCHI, F. *Viscosity Measurement of Newtonian Liquids Using the Complex Reflection Coefficient*. IEEE Ultrasonics, vol. 55, no. 10, p. 2247-2253. (2008).
- FRANCO G, E. E. *Medição de propriedades viscoelásticas de líquidos por ultrassom*. Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. (2010).
- FRANCO G, E. E; ADAMOWSKI, J. C.; BUIOCHI, F. *Ultrasonic Viscosity Measurement Using the Shear-Wave Reflection Coefficient with a Novel Signal Processing Technique*. IEEE Ultrasonics, vol. 57, no. 5, p. 1133-1139. (2010)a.
- FRANCO G, E. E; ADAMOWSKI, J. C.; R.T. HIGUTI, BUIOCHI, F. *Experimental study of the complex reflection coefficient of shear waves from the solid-liquid interface*. Physics Procedia, v. 3, p. 803-809, (2010)b.
- FRANCO G, E. E; ADAMOWSKI, J. C.; BUIOCHI, F. *Ultrasonic sensor for the presence of oily contaminants in water*. DYNA (Medellín), v. 79, p. 4-9, (2012).
- FRANCO G, E. E; BUIOCHI, F. *Ultrasonic measurement of viscosity: Signal processing methodologies*. Ultrasonics, vol. 91, p. 213-219. (2019).
- FRANCO G, E. E; BARRERA, H. M; FORMIGONI, P. O; BUIOCHI, F. *Shear-wave corner retroreflector device for ultrasonic measurement of viscosity*. Ultrasonics, vol. 117, p. 106538, Dec. (2021).
- HIGUTI, Ricardo Tokio. *Caracterização de líquidos por ultra-som*. Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. (2001).
- JU, H. S.; GOTTLIEB, E. J.; AUGENSTEIN, D. R.; BROWN, G. J.; TITTMANN, B. R. *An Empirical Method to Estimate the Viscosity of Mineral Oil by Means of Ultrasonic Attenuation* - IEEE Ultrasonics, vol. 57, no. 7, p.1612-1620. (2010).
- KINO, G. S. *Acoustic waves: devices, imaging and analog signal processing*. New Jersey: Prentice-Hall, (1987).

- KINSLER, L.; FREY, A.; COPPENS, A.; SANDERS, J. *Fundamentals of Acoustics*. New York: John Wiley & Sons, Inc. (2000).
- KIRY F; MARTINOTY, P. *Ultrasonic investigation of anisotropic viscosities in a nematic liquid-crystal*. Journal de Physique, vol. 38, no. 2, pp. 153–157, (1977).
- KRAUTKRÄMER, J. e KRAUTKRÄMER, H. *Ultrasonic Testing of Materials*. Springer-Verlag, Berlin, Germany, (1990).
- MANFREDI, O.F.; MILLS, R.S.; SCHIRRU, M.M.; DWYER-JOYCE, R.S. *Non-invasive measurement of lubricating oil viscosity using an ultrasonic continuously repeated chirp shear wave*. Ultrasonics. (2019).
- MARTINOTY, P. *Flexible polymers in a nematic medium: ultrasonic measurements*. Le Journal de Physique, v. 44, p. L935–L945, (1983).
- MASON, W. P. et al. *Measurement of shear elasticity and viscosity of liquids at ultrasonic frequencies*, Physical Review, Vol. 75, n°. 6, p. 936-946. (1949).
- MCSKIMIN, H. J.; ANDREATCH, P. Jr. *Measurement of dynamic shear impedance of low viscosity liquids at ultrasonic frequencies*. Journal of the Acoustical Society of America, V. 42, N. 1, p. 248-252. (1967).
- MUKAI, K.; MAKINO, N.; USUI, H.; AMARI, T. *Measurement of rheological properties for smectic-a liquid crystal by using ultrasonic rheometer and rotational viscometer*. Progress in Organic Coating, v. 31, p. 179–184, (1997).
- O'NEIL , H.T. *Reflection and refraction of plane shear waves in viscoelastic media*. Phys. Rev. Vol. 75, p. 928–935 (1949).
- ONO, Y; QU, Z. *An Ultrasonic Probe and Technique for Measuring Longitudinal and Shear Properties of Viscous Liquids*. IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings, p. 1669-1672. (2011).
- ONO, Y.; QU; Z.; WUB, K. *Design and fabrication of an integrated dual-mode ultrasonic probe*. Ultrasonics, Vol. 53, p. 637–641. (2013).
- RABBANI A; SCHMITT, D. R. *Ultrasonic shear wave reflectometry applied to the determination of the shear moduli and viscosity of a viscoelastic bitumen*. Fuel, vol. 232, pp. 506–518, (2018).
- ROSE, J. *Ultrasonic Waves in Solid Media*. Cambridge University Press, Cambridge, UK, (1999).
- SAGGIN, R.; COUPLAND, J. N. *Oil viscosity measurement by ultrasonic reflectance*. Journal of the American Oil Chemists' Society, v. 78, n. 5, p. 509–511, (2001).

- SAGGIN, R.; COUPLAND, J. N. *Rheology of xanthan/sucrose mixtures at ultrasonic frequencies*. Journal of Food Engineering, v. 65, p. 49–53, (2004)a.
- SAGGIN, R.; COUPLAND, J. N. *Shear and longitudinal ultrasonic measurements of solid fat dispersions*. Journal of the American Oil Chemists' Society, v. 18, n. 1, p. 27–31, (2004)b.
- SUN, Z; VOIGT, T. S; SHAH P. *Rheometric and ultrasonic investigations of viscoelastic properties of fresh portland cement pastes*. Cement and Concrete Research, vol. 36, no. 2, pp. 278–287, (2006).
- SCHIRRU, M.; MILLS, R.; DWYER-JOYCE, R.; SMITH, O.; SUTTON, M. *Viscosity Measurement in a Lubricant Film Using an Ultrasonically Resonating Matching Layer*. Tribology Letters, 60(3), 1-11. (2015).
- SCHIRRU, M.; et al. *A Novel Ultrasonic Sensing Technique to Measure Viscosity In-situ in Journal Bearings*. The Lubrizol Corp. The Leonardo Centre for Tribology, University of Sheffield. (2016).
- SCHIRRU, M.; DWYER-JOYCE, R.S. *A model for the reflection of shear ultrasonic waves at a thin liquid film and its application to viscometry in journal bearings*. Proc. Inst. Mech. Eng, Part J: J Engineering Tribology. Vol. 230, n. 6, p. 667–679. (2016).
- SCHIRRU, M. *Development of an ultrasonic sensing technique to measure lubricant viscosity in engine journal bearing in-situ*, Springer. (2017).
- SCHIRRU, M.; LI, X.; CADEDDU, M.; DWYER-JOYCE, R.S. *Development of a shear ultrasonic spectroscopy technique for the evaluation of viscoelastic fluid properties: Theory and experimental validation*. Ultrasonics. (2019)
- SHAH, V.; BALASUBRAMANIAM, K. *Effect of viscosity on ultrasound wave reflection from a solid/liquid interface*. Ultrasonics. (1996).
- SHAH. *Measuring Newtonian viscosity from the phase of reflected ultrasonic shear wave*. Ultrasonics. (2000).
- SHEEN, S. H.; CHIEN, H. T.; RAPTIS, A. C. *Measurement of Shear Impedances of Viscoelastic Fluids*. IEEE Ultrasonics Symposium. vol. 1, pp. 453–457, (1996).
- TODHUNTER, I. *History of the theory of elasticity and of strength of materials, from Galilei to Lord Kelvin*. New York : Dover, (1960).
- WHORLOW, R. W. *Rheological Techniques*. Second Edition, Edit. Ellis Horwood Limited, caps. 6, 7 e 8. (1992).

APENDICE A: Viscosímetro de Stokes e os testes para glicerina para 18°, 20°, 22°, 24° e 26°C.

No viscosímetro de Stokes, também chamado viscosímetro de esfera, uma esfera é imersa em um tubo vertical contendo o fluido e deixada cair livremente sob ação da gravidade. Inicialmente acelerada, ela atingirá depois de algum tempo, devido à resistência do fluido, uma velocidade constante (velocidade terminal). Marcações de nível no tubo, que é transparente, permitem a medição dessa velocidade.

A lei de Stokes refere-se à força de fricção experimentada por objetos esféricos que se movem em fluido viscoso, num regime laminar de números de Reynolds de valores baixos. Foi derivada em 1851 por George Gabriel Stokes depois de resolver um caso particular das equações de Navier-Stokes. De maneira geral, a lei de Stokes é válida para o movimento de partículas esféricas pequenas, movendo-se a velocidades baixas.

A condição de baixos números de Reynolds implica um fluxo laminar, o qual pode traduzir-se por uma velocidade relativa entre a esfera e o meio, inferior à um certo valor crítico. A lei de Stokes foi comprovada experimentalmente numa grande quantidade de fluidos e de condições.

Em geral, ou o fluido permanece estacionário e o objeto se move dentro dele, ou relativizando, temos que o objeto é estacionário e o fluido passa por ele. O arrasto causado pelo movimento relativo entre o fluido e a superfície é a medida da viscosidade. As condições de fluxo devem possuir um valor para o número de Reynolds suficientemente baixo para que se tenha fluxo laminar (BRUNETTI, 2008). A lei de Stokes pode ser escrita da seguinte forma:

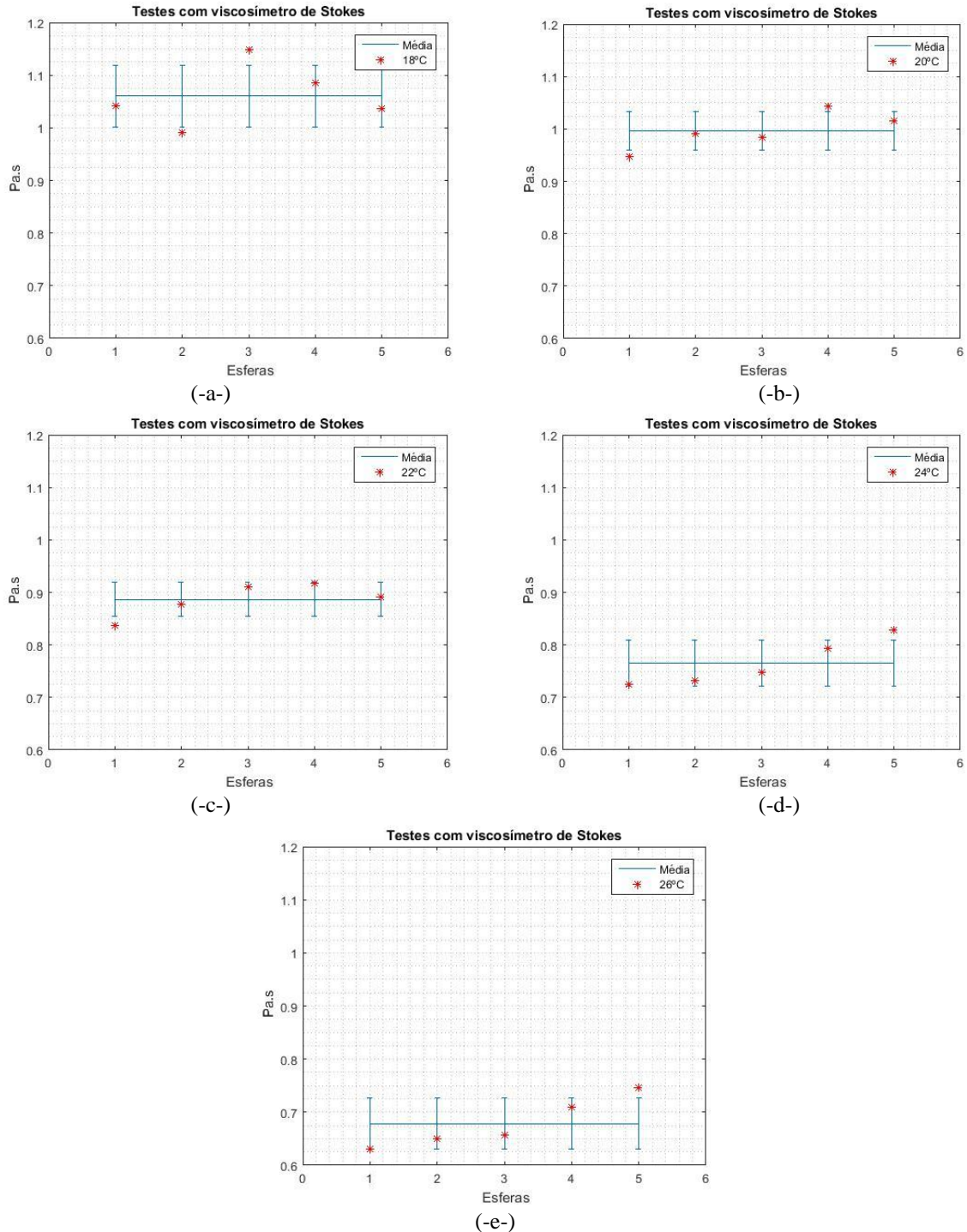
$$\eta = \frac{g \cdot d_{esfera}^2 (\rho_{esfera} - \rho_{fluido})}{18 \cdot v_{terminal}} \quad (A.1)$$

O objetivo foi obter valores convencionais de viscosidade da glicerina para comparação com os resultados obtidos pelo método de US-CMI e usar um meio simples e consolidado de obter o valor de viscosidade confiável e fácil de ser reproduzido, independente de equipamentos sofisticados ou de eletrônica.

Na figura A.1 temos os gráficos (a) com a viscosidade média 1,0603 Pa.s para 18°C e um desvio padrão de 0,0592 Pa.s; em (b) temos a viscosidade média de 0,9961 para 20°C e

um desvio Padrão de 0,0361; em (c) temos a viscosidade média de 0,8869 para 22°C e um desvio Padrão de 0,0325; em (d) temos a viscosidade média de 0,7651 para 24°C e um desvio Padrão de 0,0442 e em (e) temos a viscosidade média de 0,6785 para 26°C e um desvio Padrão de 0,0475.

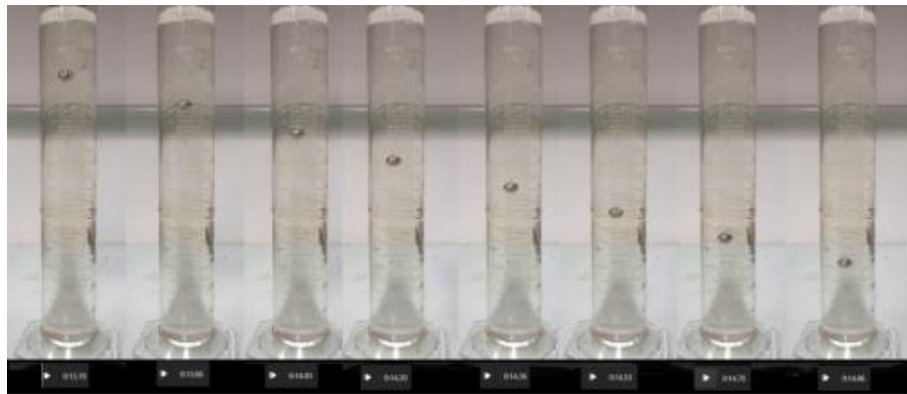
Figura A.1- Viscosidade da Glicerina bidestilada obtida com o viscosímetro de Stokes (Esferas), com os valores das esferas A, B, C, D e E, suas respectivas médias e desvios padrões para: (-a-) 18°C, (-b-) 20°C, (-c-) 22°C, (-d-) 24°C e (-e-) 26°C.



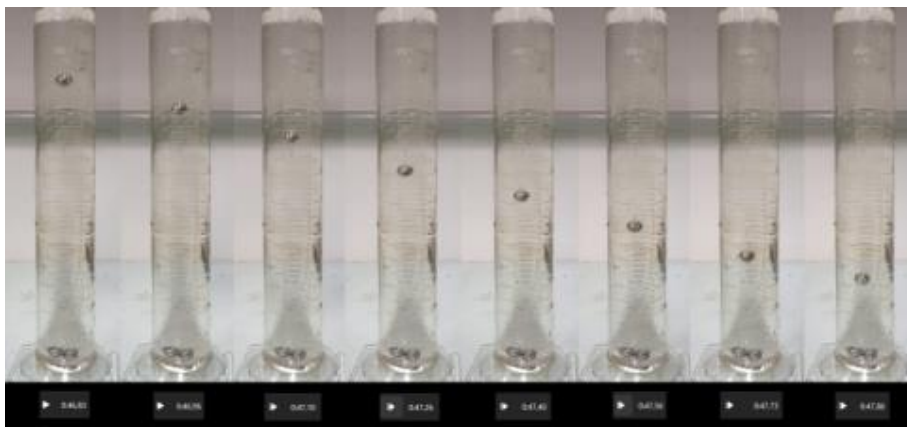
Fonte: Autor.

Na figura A.2 temos as seqüências das quedas livres das esferas (A, B, C, D e E) na glicerina para $T = 18^{\circ}\text{C}$. Não foi apresentado para as demais temperaturas, pois a seqüência não se altera, apenas os valores do tempo, devido ao aumento da velocidade terminal que aumenta conforme aumenta a temperatura.

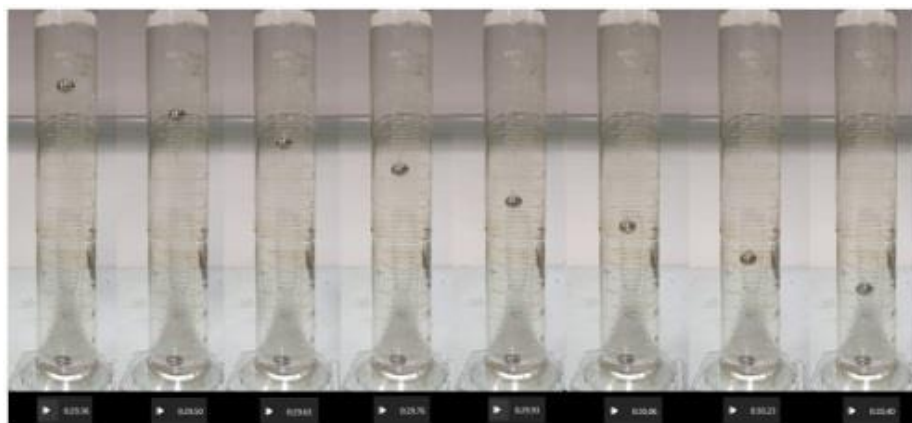
Figura A.2- Seqüências das quedas livres das esferas (A, B, C, D e E) na glicerina para $T = 18^{\circ}\text{C}$. Esfera (A): $m = 4,49 \text{ g}$; $d = 10,24 \text{ mm}$; Esfera (B): $m = 4,71 \text{ g}$; $d = 10,42 \text{ mm}$; Esfera (C): $m = 5,59 \text{ g}$; $d = 11,03 \text{ mm}$; Esfera (D): $m = 6,87 \text{ g}$; $d = 11,83 \text{ mm}$ e Esfera (E): $m = 6,88 \text{ g}$; $d = 11,9 \text{ mm}$.



(A)



(B)



(C)



(D)



(E)

Fonte: Autor.

APENDICE B: Viscosímetro Copo Ford e os testes com o óleo Hidra-68.

O Copo Ford foi desenvolvido pela empresa americana Ford Motor Company no início do século XX. A empresa precisava de uma maneira de medir a viscosidade de suas tintas e outros líquidos usados em sua produção, e o Copo Ford foi criado para atender a essa necessidade.

O Copo Ford foi projetado como uma alternativa mais precisa e fácil de usar em comparação com outros viscosímetros disponíveis na época. Ele tinha cinco furos distintos que permitiam medir a viscosidade de uma ampla gama de líquidos, incluindo líquidos espessos e de baixa viscosidade. Além disso, sua facilidade de uso significava que qualquer pessoa, mesmo sem experiência anterior em viscosimetria, poderia usá-lo com facilidade.

Ao longo dos anos, o Copo Ford tornou-se uma ferramenta padrão para medir a viscosidade em muitos setores, incluindo a indústria de tintas e vernizes, a indústria química e a indústria alimentícia. Embora tenha sido desenvolvido originalmente pela Ford Motor Company, hoje ele é produzido por muitas empresas diferentes em todo o mundo.

O viscosímetro Copo Ford é uma ferramenta importante utilizada para medir a viscosidade de uma substância líquida. Ele funciona baseado no princípio da diferença de tempo de escoamento de uma amostra líquida através de furos de tamanhos diferentes. Este viscosímetro é conhecido por sua versatilidade, pois pode ser utilizado em uma ampla gama de aplicações, desde a indústria de alimentos até a indústria química. Além disso, ele é fácil de usar e oferece resultados precisos.

Uma das vantagens do Copo Ford é sua capacidade de medir a viscosidade de uma ampla gama de líquidos, incluindo líquidos espessos e de baixa viscosidade. Isso significa que ele pode ser utilizado em vários setores industriais, como a produção de tintas, adesivos e detergentes, para garantir a qualidade dos produtos. Além disso, ele também é uma ferramenta útil para verificar a consistência de alimentos, como molhos e cremes, antes de serem envasados e comercializados.

A fórmula utilizada para medir a viscosidade com o Copo Ford é baseada na relação entre o diâmetro dos furos, a altura do copo e o tempo de escoamento da amostra. As fórmulas para os furos 1, 2, 3, 4 e 5 são respectivamente:

$$\text{Furo 1: Viscosidade } (\eta_1) = K_1(t_1)^2 / (d_1)^4;$$

$$\text{Furo 2: Viscosidade } (\eta_2) = K_2(t_2)^2 / (d_2)^4;$$

Furo 3: Viscosidade (η_3) = $K_3(t_3)^2 / (d_3)^4$;

Furo 4: Viscosidade (η_4) = $K_4(t_4)^2 / (d_4)^4$;

Furo 5: Viscosidade (η_5) = $K_5(t_5)^2 / (d_5)^4$;

onde: η = viscosidade (Pa.s), t = tempo de escoamento (s), d = diâmetro do furo (m) e K = constante de calibragem do viscosímetro (depende do modelo do Copo Ford).

Outra vantagem do Copo Ford é sua facilidade de uso. Ele é projetado de maneira simples e intuitiva, o que significa que qualquer pessoa, mesmo sem experiência anterior em viscosimetria, pode usá-lo com facilidade. Além disso, ele também é bastante preciso, o que é importante para garantir resultados confiáveis.

No entanto, como todas as ferramentas, o Copo Ford também tem suas desvantagens. Uma delas é que ele não é apropriado para medir a viscosidade de líquidos altamente voláteis, como solventes, pois a evaporação pode afetar os resultados. Além disso, o Copo Ford também pode ser bastante caro em comparação com outros viscosímetros disponíveis no mercado. No caso deste trabalho foi utilizado o furo 4, ou seja, 4mm de diâmetro.

Figura B.1- Montagem experimental para coleta do tempo de escoamento em função da temperatura



Fonte: Autor.