

FLÁVIO BUIOCHI

**MEDIÇÃO DE VISCOSIDADE DE LÍQUIDOS
POR ULTRA-SOM**

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção do
título de Doutor em Engenharia

Área de Concentração:
Engenharia Mecânica

Orientador:
Prof. Dr. Julio Cezar Adamowski

**São Paulo
2000**

À minha esposa, Andréa.

Aos meus pais, João e Neuza. .

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. Dr. Julio Cezar Adamowski, pelo acompanhamento do desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Rubens A. Sigelmann e ao Dr. Francisco R. Montero de Espinosa pelos apoios e conselhos que foram fundamentais na realização deste trabalho.

Aos meus amigos, Ricardo Tokio Higuti, Fernando Bacaneli, Emílio Carlos Nelli Silva, Celso M. Furukawa pelos incentivos, apoios e discussões que foram fundamentais na realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Paulo Eigi Miyagi, pelas várias dúvidas esclarecidas.

A todos os professores, funcionários e estagiários do Departamento de Engenharia Mecânica da EPUSP que direta ou indiretamente, colaboraram na execução deste trabalho.

À FAPESP e ao PADCT/FINEP, por fornecerem recursos para a implementação dos equipamentos experimentais utilizados neste trabalho.

ERRATA

Página 5 – primeiro parágrafo:

Na frase “Como as medições acústicas da velocidade ... é um número complexo (Moore e McSkimin, 1970) (Harrison e Barlow, 1981)”, deve-se inverter a ordem das orações, ficando “O coeficiente de reflexão da onda refletida na interface sólido-líquido é um número complexo devido à elevada atenuação da onda de cisalhamento no meio líquido, de modo que as medições acústicas da velocidade de propagação e do coeficiente de atenuação no líquido são praticamente impossíveis (Moore e McSkimin, 1970) (Harrison e Barlow, 1981)”.

Página 30 – último parágrafo:

Onde se lê “uma melhor aproximação”, entenda-se por “uma aproximação”.

Página 35 – rodapé:

Onde se lê “a potência”, entenda-se por “a intensidade”.

Página 48 – figura 3.3:

A unidade de $\sqrt{\rho_2 \eta_2}$ é $\sqrt{\frac{kg}{m^3} Pa.s}$.

Página 52 – figura 3.7:

A unidade de $\sqrt{\eta_2}$ é $\sqrt{Pa.s}$ em todas as figuras subseqüentes inclusive.

Página 56 – primeiro parágrafo:

Onde se lê “Bem como o dimensionamento...”, entenda-se por “Bem como, são apresentados o dimensionamento...”.

Página 79 – capítulo 5:

As unidades utilizadas nas tabelas e gráficos para a variação de fase θ é sempre o grau e para a viscosidade η_2 é sempre Pa.s, em todo o texto inclusive.

Página 84 – primeiro parágrafo:

Onde se lê “uma melhor aproximação”, entenda-se por “uma aproximação”.

Página 89 – segundo parágrafo:

Onde se lê “Essa melhor aproximação”, entenda-se por “Essa aproximação”.

Página 94 – primeiro parágrafo:

Onde se lê “na FFT”, entenda-se por “no módulo do espectro de freqüência” em todo o texto inclusive.

Página 128 – primeiro parágrafo:

Onde se lê “a melhor aproximação”, entenda-se por “uma aproximação”.

Página 131 – incluir no final da seção 5.5.5:

Os parâmetros para o melhor ajuste dos resultados experimentais da viscosidade, segundo o critério de menor soma dos quadrados dos desvios entre a curva teórica e os dados experimentais, são apresentados a seguir. A curva teórica, descrita pelo modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação, é função de quatro parâmetros ($G_{\infty,a}$, $G_{\infty,b}$, η_a e η_b) que variam durante a simulação na determinação da melhor aproximação com os valores experimentais da viscosidade à temperatura de 20°C, mostrados na figura 5.25 (SAE 90 e SAE 140) e na figura 5.26 (Karo) para a primeira reflexão. A tabela 5.21 mostra os parâmetros que fornecem a melhor aproximação com as médias ponderadas da viscosidade em cada frequência¹. Além disso, essa tabela apresenta os valores da viscosidade a baixa frequência ($\eta_a + \eta_b$), estimados com o modelo de Maxwell, e os respectivos desvios percentuais ($\Delta\%$) em relação à viscosidade obtida com o viscosímetro.

Tabela 5.21. Parâmetros usados no modelo de Maxwell para a melhor aproximação e as respectivas viscosidades estimadas ($\eta_a + \eta_b$) a baixa frequência com os seus respectivos desvios percentuais ($\Delta\%$).

	$G_{\infty,a}$ (Pa)	$G_{\infty,b}$ (Pa)	η_a (Pa.s)	η_b (Pa.s)	$\eta_a + \eta_b$	$\Delta\%$
SAE 90	$1,0 \cdot 10^7$	$1,0 \cdot 10^9$	0,33	0,19	0,52	-10%
SAE 140	$0,6 \cdot 10^7$	$1,0 \cdot 10^9$	0,49	0,60	1,09	-17%
Karo	$1,0 \cdot 10^8$	$1,0 \cdot 10^9$	3,9	3,7	7,6	-25%

As variações de $G_{\infty,a}$ são feitas entre os intervalos de $0,1 \cdot 10^7$ a $1,5 \cdot 10^7$ Pa.s com incremento de $0,05 \cdot 10^7$ para ambos os óleos SAE 90 e SAE 140, e de $0,1 \cdot 10^8$ a $1,5 \cdot 10^8$ Pa.s com incremento de $0,05 \cdot 10^8$ para o Karo. Para o parâmetro $G_{\infty,b}$ são utilizados os valores de $0,1 \cdot 10^9$, $1,0 \cdot 10^9$ e $1,9 \cdot 10^9$ Pa.s para todos os líquidos. As variações de η_a e η_b são feitas entre os intervalos de 0 a 0,58 Pa.s com incremento de 0,01 para o SAE 90, de 0 a 1,31 Pa.s com incremento de 0,01 para o SAE 140 e de 0 a 10,1 Pa.s com incremento de 0,1 para o Karo. Nessas variações, observa-se que o módulo elástico $G_{\infty,b}$ tem uma menor influência sobre o resultado das simulações, visto que é o parâmetro que ressalta o efeito elástico em frequências muito altas (ordem de 100MHz).

A figura 5.27 mostra as curvas de nível da soma dos quadrados dos desvios entre a curva simulada (teórica) e os valores experimentais da viscosidade para o líquido Karo. Essas curvas são escritas em função de η_a e η_b , considerando-se os seguintes

¹ A média ponderada para n resultados das medições da viscosidade η_i , com desvios σ_i , é obtida em

$$\bar{\eta} = \frac{\sum_{i=1}^n \eta_i}{\sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2}} / \sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2}$$

parâmetros $G_{\infty,a} = 1,0 \cdot 10^8 \text{ Pa}$ e $G_{\infty,b} = 1,0 \cdot 10^9 \text{ Pa}$ que fornecem o menor valor da soma. Nota-se nessa figura que o menor valor da soma é obtido quando $\eta_a = 3,9 \text{ Pa.s}$ e $\eta_b = 3,7 \text{ Pa.s}$ (representado na figura pela letra m cujo valor é aproximadamente $0,001 \text{ Pa}^2 \cdot \text{s}^2$). As curvas de nível são obtidas a partir do valor m multiplicado por um fator crescente.

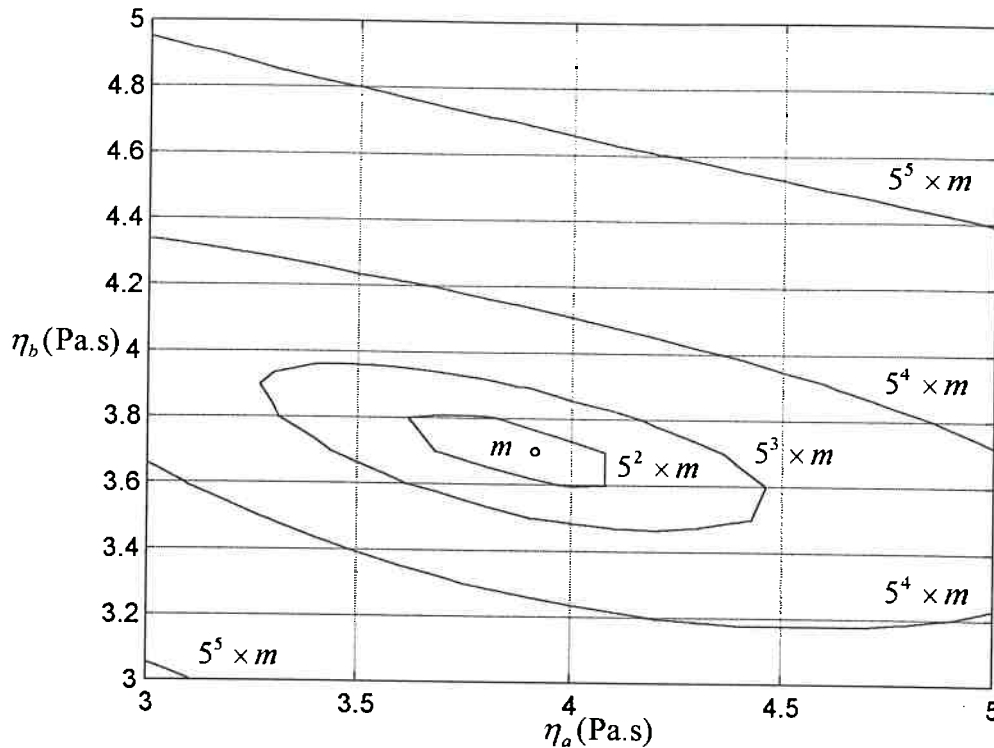


Fig. 5.27. Curvas de nível da soma dos quadrados dos desvios entre os valores teórico e experimental da viscosidade.

A figura 5.28 mostra a curva teórica da viscosidade que melhor aproxima os valores da média ponderada da viscosidade experimental, representados aqui para o líquido Karo. Também são representados os respectivos desvios padrões das médias².

² O desvio padrão da média ponderada para n resultados das medições com desvios σ_i é obtido em cada

frequência pela seguinte expressão: $\sigma = 1 / \sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2}$.

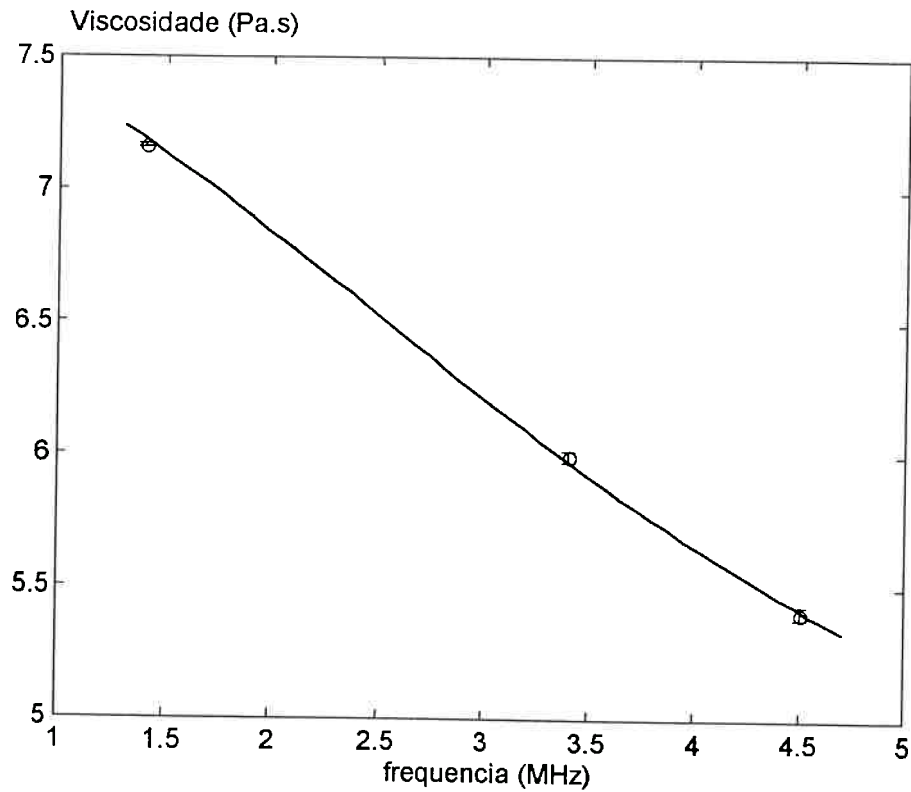


Fig. 5.28. Representação da curva teórica (linha contínua) que melhor se ajusta aos resultados experimentais (círculos) da viscosidade do líquido Karo.

O procedimento descrito acima mostra que a estimativa da viscosidade a baixa frequência, a partir do modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação, apresenta os desvios percentuais ($\Delta\%$) mostrados na tabela 5.21. Para isso, é necessário, inicialmente, medir a viscosidade dinâmica para diferentes frequências e determinar os parâmetros do modelo que fornecem a menor soma dos quadrados dos desvios entre os valores simulados e experimentais.

SUMÁRIO

Lista de abreviaturas.	<i>i</i>
Lista de símbolos.	<i>ii</i>
Lista de figuras.	<i>v</i>
Lista de tabelas.	<i>x</i>
Resumo.	<i>xii</i>
<i>Abstract.</i>	<i>xiii</i>
Capítulo 1	
1 INTRODUÇÃO.	1
1.1 Introdução.	1
1.2 Medição da Viscosidade por Ultra-Som.	5
1.3 Objetivos.	9
1.4 Justificativas.	10
1.5 Organização.	12
Capítulo 2	
2 Propagação de ondas acústicas e fenomenos de propagação.	14
2.1 Introdução.	14
2.2 Equação da Onda de Cisalhamento.	17
2.3 Impedância Acústica Característica para Onda de Cisalhamento.	20
2.4 Equações Constitutivas para Onda de Cisalhamento.	22
Modelo de Voigt.	22
Modelo de Maxwell.	24

2.5 Modelo de Maxwell com Dois Elementos	29
2.6 Fenômenos de Transmissão	33
2.7 Discussão	37

Capítulo 3

3 MÉTODO DA REFLEXÃO E ANÁLISE DOS PARÂMETROS ACÚSTICOS ..	38
3.1 Introdução.....	38
3.2 Método da Reflexão da Onda de Cisalhamento para Incidência Normal.....	39
3.3 Quantidades Mensuráveis para Incidência Normal.....	42
3.4 Método da Reflexão da Onda Cisalhamento para Incidência Oblíqua.....	45
3.5 Parâmetros que Afetam o Coeficiente de Reflexão para Incidência Normal ...	47
3.6 Discussão	55

Capítulo 4

4 CÉLULAS DE MEDIÇÃO E ANÁLISE DE INCERTEZAS ..	56
4.1 Introdução.....	56
4.2 Método da Reflexão Relativa	57
4.3 Método de Múltiplas Reflexões Relativas.....	59
4.4 Análise das Incertezas.....	63
4.5 Dimensionamento das Células	69
4.5.1 Transdutor Duplo Elemento	69
4.5.2 Prismas	72
4.5.3 Células de Medição.....	76

Capítulo 5

5 RESULTADOS EXPERIMENTAIS.....	79
5.1 Introdução.....	79
5.2 Descrição do Sistema de Medição.....	80
5.3 Método da Reflexão Relativa.....	82
5.4 Célula com Transdutor de Ondas de Cisalhamento	93
5.5 Método de Múltiplas Reflexões.....	98

5.5.1 Efeito da Temperatura.	100
5.5.2 Variação do Ângulo de Incidência.	107
5.5.3 Normalização.	112
5.5.4 Calibração.	122
5.5.5 Modelo de Maxwell.	128
Capítulo 6	
6 CONCLUSÕES.	132
6.1 CONCLUSÕES.	132
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	136

LISTA DE ABREVIATURAS

A/D	Analógico/Digital
FFT	Transformada de Fourier (<i>Fast Fourier transform</i>)
GPIO	<i>General Purpose Interface Bus</i>
PMMA	Polimetil-metacrilato
PVDF	<i>Poly-Vinylidene Fluoride</i>
Onda P	Onda longitudinal em sólido
Onda SH	Onda de cisalhamento horizontal
Onda SV	Onda de cisalhamento vertical
TDE	Transdutor duplo elemento
CRR	Célula com reflexão relativa
CTC	Célula com transdutor de cisalhamento
CMR ₍₁₎	Célula com múltiplas reflexões (primeira versão)
CMR ₍₂₎	Célula com múltiplas reflexões (segunda versão)

LISTA DE SÍMBOLOS

T_{xz}	tensão de cisalhamento atuando na direção x sobre o plano xy perpendicular à direção de propagação z
γ	deformação de cisalhamento
$\dot{\gamma}$	taxa de deformação de cisalhamento
G	módulo de cisalhamento
u_x	deslocamento da partícula na direção x
v_x	velocidade da partícula na direção x
x	direção de movimento das partículas
z	direção de propagação da onda de cisalhamento
η	viscosidade dinâmica em baixa frequência
G^*	módulo de cisalhamento complexo
G'	módulo de armazenamento ou elástico
G''	módulo de perda
j	número imaginário
ρ	densidade do meio
c^*	velocidade de propagação complexa
k^*	constante de propagação complexa
u_0	deslocamento inicial da partícula
ω	frequência angular
t	tempo
k	constante de propagação
α	coeficiente de atenuação
c	velocidade de propagação
δ	profundidade de penetração
e	número neperiano
Z^*	impedância acústica de cisalhamento complexa
R	resistência acústica
X	reatância acústica
G_ω	módulo elástico instantâneo de cisalhamento

τ_m	tempo de relaxação de Maxwell
$\eta_d(\omega)$	viscosidade dinâmica em alta frequência
c_l	velocidade de propagação da onda longitudinal
c_P	velocidade de propagação da onda P (onda longitudinal em sólido)
c_{SV}	velocidade de propagação da onda SV (onda de cisalhamento vertical)
θ_l	ângulo de incidência da onda longitudinal
θ_P	ângulo refratado da onda P
θ_{SV}	ângulo refratado da onda SV
Z_i	impedância acústica característica do meio i ($i=1,2,3$)
Z_2^*	impedância acústica característica complexa do meio 2
R_{12}^*	coeficiente de reflexão complexo entre os meios 1 e 2
R_{12}	magnitude do coeficiente de reflexão complexo
θ	variação de fase da onda refletida no líquido em relação à onda refletida no ar
T_i	tensão de cisalhamento incidente
T_r	tensão de cisalhamento refletida
ρ_1	densidade da linha de retardo (meio 1)
c_1	velocidade de propagação da onda de cisalhamento no meio 1
ρ_2	densidade do líquido (meio 2)
η_2	viscosidade dinâmica do líquido (meio 2)
φ	ângulo de incidência
Ψ	ângulo de refração da onda de cisalhamento
f_r	frequência de relaxação
R_{1p}	coeficiente de reflexão na interface entre o meio 1 e o prisma
R_{p1}	coeficiente de reflexão na interface entre o prisma e o meio 1
T_{ap}	coeficiente de transmissão da água para o prisma
T_{pa}	coeficiente de transmissão do prisma para a água
T_{p1}	coeficiente de transmissão do prisma para o meio 1
T_{1p}	coeficiente de transmissão do meio 1 para o prisma
ℓ_a	comprimento médio da linha de retardo II representado pela água

ℓ_p	comprimento médio do prisma
ℓ_1	comprimento do meio 1
α_a	coeficiente de atenuação na água
α_p	coeficiente de atenuação no prisma
α_1	coeficiente de atenuação no meio 1
Δt	diferença de tempo entre dois ecos consecutivos
n	número de reflexões na interface de medição
Δt_n	diferença de tempo entre os n -ésimos ecos
γ	ângulo da face inclinada do prisma
ξ	ângulo entre a face inclinada do prisma e a direção de propagação da onda longitudinal
σ_X / X	desvio relativo ou percentual associado à grandeza X
σ_X	desvio padrão associado à grandeza X
σ_X^2	variância associada à grandeza X
V	tensão elétrica de referência
B	número de bits
PT	coeficiente de transmissão de potência
L	espessura

LISTA DE FIGURAS

2.1	Modelo de Voigt para meio viscoelástico	23
2.2	Modelo de Maxwell para meio viscoelástico.	24
2.3	Variação dos componentes normalizados do módulo de cisalhamento com a frequência normalizada para o modelo de Maxwell.....	26
2.4	Variação da viscosidade dinâmica de cisalhamento com a frequência normalizada para o modelo de Maxwell.....	27
2.5	Variação dos componentes normalizados R e X com a frequência normalizada para o modelo de Maxwell e líquido Newtoniano.....	28
2.6	Modelo com dois elementos de Maxwell em paralelo	29
2.7	Variação dos componentes do módulo de cisalhamento em função da frequência para um meio com dois processos de relaxação.	31
2.8	Variação da viscosidade em função da frequência para os modelos de Maxwell com dois tempos de relaxação (linha contínua) e um tempo de relaxação (linha tracejada.	32
2.9	Incidência oblíqua de uma onda longitudinal sobre uma interface sólido-sólido	34
2.10	Incidência oblíqua de uma onda longitudinal sobre uma interface líquido....	35
2.11	Coeficientes de reflexão de potência (PR_1), transmissão da onda P (PT_P) e transmissão da onda SV (PT_{SV}) em função do ângulo de incidência na interface água-alumínio.....	36
3.1	Onda de cisalhamento incidindo normalmente na interface entre dois meios..	40

3.2	Onda de cisalhamento incidindo obliquamente na interface entre dois meios.	46
3.3	Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da raiz produto densidade-viscosidade para frequências diferentes (modelo de líquido Newtoniano). . . .	48
3.4	Efeito da frequência de operação sobre as relações (modelo de líquido Newtoniano): (a) magnitude e viscosidade; (b) variação de fase e viscosidade.	49
3.5	Efeito das propriedades dos materiais da linha de retardo, alumínio e acrílico, sobre as relações (modelo de líquido Newtoniano): (a) magnitude e viscosidade; (b) variação de fase e viscosidade.	50
3.6	Efeito da variação de densidade sobre as relações (modelo de líquido Newtoniano): (a) magnitude e viscosidade; (b) variação de fase e viscosidade.	51
3.7	Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da viscosidade para vários valores de G_{∞} (modelo de Maxwell)..	52
3.8	Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da viscosidade para frequências diferentes (modelo de Maxwell).	52
3.9	Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da viscosidade para vários valores de G_{∞} (modelo de Voigt).....	53
3.10	Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da frequência para três modelos.....	54
4.1	Desenho esquemático da célula de medição utilizando ondas de cisalhamento para o método da reflexão relativa.	57
4.2	Desenho esquemático da célula de medição utilizando ondas de cisalhamento para o método de múltiplas reflexões relativas.....	60

4.3	Desvio porcentual na determinação da viscosidade utilizando o modelo de Maxwell (admitiu-se uma resolução no tempo de 0,2ns e um desvio porcentual da magnitude de 0,1%).	66
4.4	Desvio porcentual na determinação da viscosidade utilizando o modelo de líquido Newtoniano (admitiu-se um desvio porcentual da magnitude de 0,1%).	68
4.5	Desenho mecânico do transdutor duplo elemento - TDE.	70
4.6	Coeficientes de transmissão de potência (PT) em função da frequência.	72
4.7	Vistas dos prismas de alumínio e acrílico.	73
4.8	Coeficientes de transmissão da onda P em função do ângulo de incidência nas interfaces água-alumínio e água-acrílico.	74
4.9	Relação entre os ângulos incidente e refratado nas interfaces água-alumínio e água-acrílico, segundo a lei de Snell.	75
4.10	Célula de medição para o método da reflexão relativa (CRR).	77
4.11	Célula de medição para o método de múltiplas reflexões relativas ($CMR_{(1)}$).	78
4.12	Célula de medição para o método de múltiplas reflexões relativas ($CMR_{(2)}$).	78
5.1	Sistema de medição.	81
5.2	Esquema do recipiente contendo água para controle da temperatura e fixação da célula.	82
5.3	Curvas reológicas dos óleos SAE 90 e SAE 140 ($23,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$).	83
5.4	Magnitude R_{12} e variação de fase θ versus frequência, simuladas e medidas para o prisma de alumínio. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Maxwell).	85

5.5	Magnitude R_{12} e variação de fase θ versus frequência, simuladas e medidas para o prisma de acrílico. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Maxwell).	87
5.6	Viscosidade versus frequência para o prisma de alumínio. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Modelo de Maxwell).	88
5.7	Viscosidade versus frequência para o prisma de acrílico. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Modelo de Maxwell).	89
5.8	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 1MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.	90
5.9	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 3,5MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.	90
5.10	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 5MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.	91
5.11	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 10MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.	91
5.12	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 1,1MHz, refletidos na interface de medição do prisma de acrílico.	92
5.13	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 1,6MHz, refletidos na interface de medição do prisma de acrílico.	93
5.14	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) refletidos na interface de medição do alumínio sem conversão de modo.	96
5.15	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (Karo) refletidos na interface de medição do alumínio sem conversão de modo.	96
5.16	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$, $a_{1(liq)}$, $a_{2(ar)}$ e $a_{2(liq)}$ (SAE 140) refletidos na interface de medição do acrílico sem conversão de modo.	97
5.17	Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$, $a_{1(liq)}$, $a_{2(ar)}$ e $a_{2(liq)}$ (Karo) refletidos na interface de medição do acrílico sem conversão de modo.	97

5.18	Curvas reológicas do SAE 90, SAE 140 e Karo ($20,0\pm 0,5^{\circ}\text{C}$)	99
5.19	Sinais obtidos na experiência B1 com frequência de excitação de 1,6MHz (Karo).	106
5.20	Sinais obtidos na experiência B1 com frequência de excitação de 3,5MHz (Karo).	106
5.21	Sinais obtidos na experiência B1 com frequência de excitação de 5MHz (Karo).	107
5.22	Magnitude e fase obtidas na calibração para a primeira reflexão (1,4MHz). . .	124
5.23	Velocidade de propagação na linha de retardo de medição <i>versus</i> temperatura.	125
5.24	Magnitude e fase obtidas na calibração para a segunda reflexão (1,4MHz). . .	126
5.25	Resultados experimentais e modelo de Maxwell para SAE 90 e SAE 140. . .	129
5.26	Resultados experimentais e modelo de Maxwell para o Karo.	130

LISTA DE TABELAS

4.1	Transdutores piezoelétricos de banda larga utilizados nos experimentos.....	71
5.1	CTC no método da reflexão relativa (primeira montagem).....	94
5.2	CTC no método de múltiplas reflexões relativas (segunda montagem).	95
5.3	CMR ₍₁₎ à temperatura de 20°C, ajustando o ângulo de incidência (Exp. B1).	101
5.4	CMR ₍₁₎ à temperatura de 23°C, sem ajustar o ângulo de incidência(Exp. B2)	102
5.5	CMR ₍₁₎ à temperatura de 23°C, ajustando o ângulo de incidência (Exp. B3).	103
5.6	Velocidade de propagação no acrílico calculada pelos ecos $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$	105
5.7	CMR ₍₂₎ sem normalização na frequência de 1,4MHz à 20°C.	109
5.8	CMR ₍₂₎ sem normalização na frequência de 3,4MHz à 20°C.....	110
5.9	Velocidade de propagação no acrílico à 20°C (CMR ₍₂₎).	112
5.10	CMR ₍₂₎ com normalização na frequência de análise de 1,4MHz.....	114
5.11	Desvios percentuais obtidos na CMR ₍₂₎ com normalização (1,4MHz).....	115
5.12	Desvios percentuais simulados com normalização (1,4MHz)..	116
5.13	CMR ₍₂₎ com normalização na frequência de análise de 4,5MHz.....	117
5.14	Desvios percentuais obtidos na CMR ₍₂₎ com normalização (4,5MHz).....	118
5.15	Desvios percentuais obtidos na CMR ₍₂₎ com normalização (4,5MHz).	119
5.16	Velocidade de propagação no acrílico à 20°C(Experiências com normalização).....	120
5.17	CMR ₍₂₎ sem normalização na frequência de análise de 1,4MHz.	121
5.18	CMR ₍₂₎ sem normalização na frequência de análise de 4,5MHz.	122
5.19	CMR ₍₂₎ com auto-calibração na frequência de análise de 1,4MHz.	127

5.20 Constantes usadas no modelo de Maxwell (20°C).)..... 128

RESUMO

Por meio da medição do coeficiente de reflexão complexo de uma onda de cisalhamento incidindo numa interface sólido-líquido, determina-se a viscosidade dinâmica desse líquido. A viscosidade dinâmica varia com a frequência da onda de cisalhamento e esse comportamento é explicado pelo modelo de Maxwell. Este trabalho apresenta 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 são medidas no modo longitudinal por uma membrana de PVDF 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 são obtidas pela relação entre o sinal da interface sólido-líquido com o sinal da interface sólido-ar no domínio da frequência. Foram desenvolvidas duas estratégias para a medição de viscosidade: método da reflexão relativa e método de múltiplas reflexões relativas. Medições da viscosidade de óleos automotivos (SAE 90 e SAE 140) e de um produto alimentício líquido à base de glucose de milho foram feitas no intervalo entre 1 e 10 MHz. Os resultados experimentais são comparados com os resultados obtidos com uma célula de medição usando um transdutor de ondas de cisalhamento de 1MHz, operando em modo pulso-eco, e mostram que a utilização do receptor de grande abertura possibilita a auto-calibração da célula de medição e obtenção de resultados mais precisos. Os resultados experimentais são comparados também com o modelo de Maxwell de dois tempos de relaxação, mostrando a dependência da viscosidade dinâmica com a frequência da onda de cisalhamento.

ABSTRACT

By measuring the complex reflection coefficient of shear waves at a solid-liquid interface, one can calculate the dynamic viscosity of this liquid. The dynamic viscosity depends on the frequency of the shear wave and it is described by the Maxwell model. This work presents a cell to measure the dynamic viscosity of liquids using a wave mode conversion from longitudinal to shear wave and vice-versa. The reflected waves at the solid-liquid interface are measured in the longitudinal mode by a large aperture PVDF membrane, to avoid errors due to the acoustic diffraction effect and the lack of stability, in time, of the emitter and the associated electronic. The magnitude and phase of the coefficient are obtained by the relation between the signal from the solid-liquid interface and the one from the solid-air interface in the frequency domain. Two viscosity measurement strategies were developed: relative reflection method and relative multiple reflection method. Measurements of the viscosity of automotive oils (SAE 90 and SAE 140) and a food liquid made of corn glucose were obtained in the range from 1 to 10 MHz. The experimental results are compared with results provided by a measuring cell with a 1 MHz shear wave transducer, operated in the pulse-echo mode, and show that the use of the large aperture receiver can calibrate the measuring cell and provide more accurate results. These results are also compared with the Maxwell model with two relaxation times, showing the dependency of dynamic viscosity with the frequency of the shear wave.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1.1 Introdução

Existe um grande potencial para aplicações de instrumentos de medição de propriedades físicas de líquidos nas indústrias químicas, petroquímicas, alimentícias, farmacêuticas, etc., utilizando a propagação de ondas acústicas na faixa de ultra-som (Lynnworth, 1989). Os fenômenos relacionados à propagação de uma onda de ultra-som num meio podem ser utilizados na obtenção de propriedades físicas desse meio, por exemplo através da medição de parâmetros acústicos, tais como: velocidade de propagação, impedância característica, atenuação e espalhamento. A medição desses parâmetros envolve a geração do ultra-som, os fenômenos ocorridos durante a propagação das ondas de ultra-som no meio e a recepção das ondas depois de interagirem com o meio. A partir desses parâmetros, pode-se calcular a densidade, a viscosidade, o grau de homogeneização de uma mistura, a concentração de partículas sólidas num líquido, etc. A viscosidade é um importante parâmetro de qualidade em muitos produtos e processos industriais como mostrado a seguir. A viscosidade, por exemplo, pode ser calculada após a medição do coeficiente de reflexão complexo de uma onda plana de cisalhamento refletida numa interface sólido-líquido.

As medições feitas em óleos lubrificantes automotivos são úteis na monitoração da degradação do óleo devido ao uso nos motores de combustão e à contaminação por água, gasolina e outros mais (Lec *et al.*, 1997). Assim, a monitoração da viscosidade de óleos é de grande importância para o bom funcionamento das máquinas em geral.

Também é importante a medição da viscosidade na caracterização do comportamento da cura de polímeros sintéticos de alto desempenho, utilizados em diversas aplicações na engenharia como eficientes substitutos para os metais (França *et al.*, 1997) (Jen *et al.*, 1997) (Buiochi *et al.*, 1998b). Esses polímeros são usados na fabricação de peças estruturais para veículos automotivos no caso de materiais plásticos compostos, obtidas de moldes impregnados por resinas em processo de cura, contendo fibras de reforço. Nestas condições, o preenchimento adequado e completo do molde é ditado pelo escoamento do polímero, fortemente dependente das propriedades físicas da resina que variam rapidamente durante a cura. Sabe-se também que tensões residuais são induzidas quando a cura ou a distribuição de temperaturas na moldagem não forem uniformes, o que torna importante a monitoração da operação. Por outro lado, em processos de injeção, a eventual presença de bolhas de ar deve ser eliminada, o que pode ser feito controlando-se a pressão durante o escoamento. O conhecimento da variação das propriedades físicas do polímero durante um processo de moldagem permite então estabelecer seu ciclo ótimo e pode ser usado para determinar ou modificar o campo de escoamento que controla a orientação das fibras de reforço, bem como para interferir na pressão (Hahn, 1983).

No processamento de alimentos, a medição da viscosidade permite controlar a qualidade das matérias-primas, avaliar o efeito que as variações na formulação e nas condições de processamento têm sobre os produtos durante a fabricação e estimar o produto final. Assim, a medição da viscosidade reduz os custos dos ingredientes e garante uma melhor consistência do produto (Howard, 1991) (Race, 1991) (Jackman, M., 1991). A medição da viscosidade constitui também uma valiosa informação para otimização das propriedades dos produtos na indústria alimentícia, conforme aludido por Race (1991).

Normalmente, as medições da viscosidade são obtidas das seguintes maneiras (Dealy e Broadhead, 1993):

- *in-line*, quando realizadas diretamente na linha de processo;
- *on-line*, quando realizadas num escoamento secundário à linha de processo como numa operação *by pass*;
- *off-line*, quando realizadas em laboratório com amostras retiradas manualmente da linha de processo.

Com a crescente automatização dos processos industriais, há uma progressiva necessidade de instrumentos *in-line* e *on-line* que forneçam medidas em tempo real. Existem diferentes tipos de instrumentos disponíveis no mercado que possibilitam a monitoração contínua da viscosidade de líquidos durante o seu processamento. Exemplos clássicos desses instrumentos são os viscosímetros rotacional e de haste vibrante. O primeiro consiste de um cilindro móvel que gira dentro de outro cilindro estacionário e o líquido processado escoar pela fenda definida por esses dois cilindros, e o segundo, de uma haste vibrando dentro do líquido em processamento. Entretanto, é difícil aplicá-los no controle dos processos, porque exigem dispositivos com partes móveis imersas no líquido que obstruem o escoamento, provocando perda de carga. Um outro tipo de instrumento atrativo para aplicação na linha de processo é o viscosímetro capilar, que utiliza dois transdutores de pressão os quais são posicionados separadamente, usualmente num tubo, e medem a queda de pressão que é proporcional à viscosidade. Apesar de não exigir partes móveis imersas no líquido, o seu uso é restrito a medições de líquidos Newtonianos (Dealy e Broadhead, 1993). Na maior parte dos viscosímetros rotacional e capilar, a faixa de medição desses instrumentos é relativamente pequena para um único ajuste, exigindo um novo ajuste para uma nova faixa de viscosidade a ser medida. Para um único ajuste, o viscosímetro capilar tem tipicamente uma faixa de viscosidade de 5:1 e o viscosímetro rotacional tem aproximadamente 100:1, com precisões melhores do que 1% e 5%, respectivamente. Alguns deles exigem procedimentos de medição complicados, com um excessivo tempo despendido para a limpeza do instrumento (Dual, 1988).

Para evitar peças móveis há a possibilidade de se utilizar a propagação de ondas ultra-sônicas na medição de parâmetros acústicos relacionados à viscosidade, tais como o coeficiente de atenuação e a velocidade de propagação para ondas longitudinais (Hahn, 1983), e o coeficiente de reflexão complexo para ondas de cisalhamento em uma interface sólido-líquido (Harrison e Barlow, 1981) (Cohen *et al.*, 1987) (Mukai *et al.*, 1997). Cada tipo de onda exige um transdutor específico e técnicas de medição que ainda não são totalmente dominadas, mesmo em se tratando de líquidos em repouso. Existem muitos artigos na literatura dedicados à investigação da propagação de ondas acústicas interagindo na interface sólido-líquido e a descrição de diferentes métodos na medição da viscosidade de líquidos (Lynnworth, 1989).

Uma das vantagens dos dispositivos que utilizam a propagação de ondas de cisalhamento na medição da viscosidade é que eles necessitam apenas de um pequeno volume do líquido. Assim, adequado para a aplicação no desenvolvimento de filmes poliméricos e polpa de papel (Alig *et al.*, 1997), e muitos outros, que chegam à ordem de micrometros e apresentam uma superfície livre durante seu processamento. Além disso, pode determinar qual a influência nas propriedades reológicas do líquido devido à distância entre as paredes que o confinam, como acontece durante os processos de lubrificação (Mackay, 1993).

É importante frisar que a viscosidade dinâmica cuja medida já foi feita para vários líquidos, depende da frequência da tensão de cisalhamento atuante sobre o líquido. Um líquido classificado como Newtoniano é caracterizado por uma viscosidade que independente da taxa de deformação com a qual é medida. Esse comportamento viscoso é observado quando se tem uma superfície sólida em contato com o líquido, oscilando em baixas frequências (da ordem de Hz). Porém, esse mesmo líquido será classificado como não-Newtoniano quando submetido a altas frequências de excitação (da ordem de MHz). Nesse caso, o líquido passa a ter simultaneamente o comportamento elástico e viscoso, sendo designado como um meio viscoelástico (Barnes *et al.*, 1996).

1.2 Medição da Viscosidade por Ultra-Som

Um método empregado na medição da viscosidade dinâmica de líquidos, baseia-se na medição do coeficiente de reflexão de uma onda plana de cisalhamento incidindo obliquamente ou normalmente na interface entre um sólido e o líquido cuja viscosidade será medida. A base teórica para isso foi descrita primeiramente por Mason *et al.* (1949). No método da incidência normal é utilizado apenas um transdutor operando em modo pulso-eco. No método da incidência oblíqua pode ser utilizado um transdutor no modo pulso-eco ou dois transdutores, um transmitindo e outro recebendo. Como as medições acústicas da velocidade de propagação e do coeficiente de atenuação no líquido são praticamente impossíveis, devido à elevada atenuação da onda de cisalhamento, o coeficiente de reflexão da onda refletida na interface sólido-líquido é um número complexo (Moore e McSkimin, 1970) (Harrison e Barlow, 1981). A determinação da magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo é feita a partir da relação entre os sinais acústicos refletidos na extremidade do sólido, quando em contato com o líquido e quando em contato com o ar, usado como referência. 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 reflexão. Assim, medido o coeficiente de reflexão complexo, obtém-se o valor da impedância acústica complexa e, conseqüentemente, o módulo de cisalhamento complexo do líquido. A viscosidade dinâmica é calculada a partir da razão entre a parte imaginária do módulo de cisalhamento complexo e a frequência angular da onda (Harrison e Barlow, 1981).

Durante aproximadamente 50 anos já decorridos, o uso de ondas de cisalhamento tem mostrado ser uma ferramenta muito útil no estudo das propriedades físicas de líquidos. Apesar das diferentes técnicas desenvolvidas terem contribuído para o avanço do método, existem alguns problemas que persistem na geração e detecção dos sinais acústicos, como será visto a seguir.

Segundo Harrison e Barlow (1981), para o método da incidência normal com geração direta da onda de cisalhamento, as dimensões da seção do sólido e do transdutor são determinadas pela divergência do feixe acústico. Idealmente, a distância de propagação total (i.e., duas vezes o comprimento do sólido vezes o número de ecos refletidos) deveria estar dentro da região de campo próximo (região de Fresnel). Para aliviar o efeito da difração, o sólido na forma de uma barra é feito um pouco mais largo do que o transdutor e as suas bordas são deixadas rugosas, a fim de se ter reflexões dispersas. Além disso, a onda plana lançada pelo transdutor no sólido deve retornar com o mesmo ângulo, depois de refletir na superfície livre ou na interface sólido-líquido; caso contrário, variações no tempo de chegada resultarão em cancelamento parcial do sinal recebido. Por isso, as faces extremas do sólido devem ser planas, paralelas e com um bom polimento óptico. Nesse método, o transdutor pode estar operando na frequência de ressonância fundamental ou nos seus harmônicos ímpares, garantindo assim uma faixa de trabalho de 1 a 200MHz. O material empregado no sólido é de quartzo com baixa perda acústica devido à atenuação.

Cohen *et al.* (1987) descrevem o método que utiliza a incidência normal de uma onda de cisalhamento gerada por um transdutor em contato com uma linha de retardo composta 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 da onda. De fato, uma determinação precisa da fase do coeficiente de reflexão é necessária, a fim de obter medições reais da parte imaginária do módulo de cisalhamento complexo. Apesar do projeto da linha de retardo composta, apresentada por Cohen *et al.* (1987), permitir a correção da fase do sinal procedente dos erros induzidos pelas flutuações de temperaturas ao se utilizar uma calibração, não se pode eliminar a presença da onda longitudinal e da reverberação espúria dos ecos no interior do transdutor, ocasionando uma interferência com os ecos de interesse e conseqüentemente um erro na medida da fase.

Com o objetivo de entender o efeito de banda larga do transdutor na interface sólido-líquido no método da reflexão de ondas de cisalhamento com incidência normal, Shah e Balasubramaniam (1996) comparam as formas das ondas simuladas com as formas das ondas obtidas experimentalmente. Notam que a discordância é acentuada entre as formas de ondas simuladas e experimentais quando a viscosidade do líquido aumenta, independente dos materiais empregados no sólido (acrílico, grafite e alumínio). Nas simulações são assumidos que os meios são semi-infinitos e a incidência é feita com uma onda plana. Nos experimentos, entretanto, o sólido e o transdutor são ambos finitos. A hipótese de onda plana não é rigorosamente válida e as ondas geradas resultam da composição de ondas plana e de borda. Além do mais, o transdutor não gera uma onda de cisalhamento perfeita, isto é, a geração da onda de cisalhamento está sempre associada à simultânea geração de ondas longitudinais, devido ao coeficiente de Poisson nos meios. As ondas longitudinais normalmente viajam quase duas vezes mais rápido que as ondas de cisalhamento nos sólidos e são afetadas pelo módulo de compressão do líquido e pela viscosidade. Dependendo das características dos sólidos, essas ondas podem chegar ao mesmo tempo que as ondas de cisalhamento e, portanto, pode haver interferências. Eliminar por completo o efeito das ondas longitudinais se torna difícil.

Recentemente, Sheen *et al.* (1995) propuseram um método que possibilita monitorar a viscosidade e a densidade diretamente numa linha de processo. O princípio do viscosímetro é baseado nas medições das impedâncias acústicas de ondas longitudinais e de cisalhamento. Ondas de cisalhamento (5MHz) e longitudinais (1MHz) de incidência normal são lançadas nas superfícies de dois guias de onda, que estão em contato com o líquido, e suas reflexões são medidas. Os dois transdutores utilizados, um em cada guia de onda, operam no modo pulso-eco. Cada guia de onda possui um escalonamento, representado por uma redução de área transversal, que possibilita uma parte da onda refletir numa interface com o ar, usado como referência, e a outra refletir na interface com o líquido. A razão entre esses dois sinais refletidos fornece o coeficiente de reflexão, possibilitando medir a densidade com o guia de ondas longitudinais e a viscosidade com o guia de ondas de cisalhamento. Nesse artigo, as viscosidades do mel e da cura de resinas e epóxi são obtidas com erros de 5%. Num artigo posterior, utilizando

o mesmo método, Sheen *et al.* (1996) mostram que o coeficiente de reflexão da onda de cisalhamento, para líquidos de baixa viscosidade ($< 10\text{Pa}\cdot\text{s}$), pode ser melhor aproximado pelo modelo de líquido Newtoniano. Em ambos os trabalhos, somente a informação da amplitude é usada na determinação do coeficiente de reflexão, pois a mudança de fase é muito pequena e de difícil determinação. O inconveniente desse método é medir a referência por meio da reflexão parcial na região de escalonamento do guia de onda, impossibilitando uma medida precisa da fase. Além disso, necessita de correções no coeficiente de atenuação do guia devido à variação de temperatura.

Um outro método estudado por Alig *et al.* (1997), baseado na medição do coeficiente de reflexão complexo, utiliza a incidência oblíqua de uma onda de cisalhamento na interface entre um bloco sólido de quartzo e o líquido, representado nesse trabalho por um filme polimérico durante sua formação. O arranjo experimental desse método exige normalmente a montagem de dois blocos idênticos de quartzo, um com o líquido na interface de reflexão e o outro com o ar. Dois transdutores são montados em cada um desses blocos de quartzo, dispostos nas extremidades em lados opostos, um emitindo pulsos de ultra-som, na faixa de 3 a 40 MHz, e o outro recebendo. Os dois caminhos acústicos definidos nesses blocos possibilitam uma medição diferencial dos sinais recebidos. Assim, determinam-se a razão entre as amplitudes e a diferença dos tempos de atraso desses sinais, entre os dois caminhos acústicos, que resulta no cálculo da magnitude e da fase do coeficiente de reflexão. Uma desvantagem do método está na necessidade de se realizar, antes das medições, as correções devido à diferença sistemática no tempo de trânsito e na amplitude entre os dois caminhos acústicos. Essa montagem torna o método sensível às variações dos sinais acústicos emitido e recebido, ocasionadas pela instabilidade da eletrônica e do transdutor emissor com o passar do tempo, exigindo calibrações freqüentes. Também é sensível à variação da temperatura de operação que ocasionaria uma nova diferença sistemática no tempo, distinta da calibração inicial. Essa diferença resulta porque os dois caminhos acústicos percorridos não são na realidade idênticos.

Um trabalho de 1977 (Kiry e Martinoty) também utiliza o método da reflexão de ondas de cisalhamento com incidência oblíqua para medir os componentes da impedância acústica complexa de cristais líquidos. Nesse trabalho, utilizando-se a frequência de 15MHz e um único caminho acústico, os autores ressaltam que medições de pequenas variações de fase (tipicamente 2°) exigem uma atenção cuidadosa na detecção de prováveis fontes de erro. Uma provável fonte de erro na fase resulta de qualquer pequena flutuação de temperatura no bloco de quartzo; a temperatura deve ser controlada dentro de $\pm 0,01^\circ\text{C}$. Uma outra fonte de erro resulta da alteração na forma da onda, provocada pelo método de fixação inadequado do transdutor no bloco de quartzo, de modo que a vibração de cisalhamento não seja exatamente paralela à superfície de reflexão, induzindo a uma conversão de modo da onda de cisalhamento.

Num trabalho mais recente (Mukai *et al.*, 1997), o método da reflexão de ondas de cisalhamento com incidência oblíqua é usado para o estudo da influência do alinhamento de cristais líquidos nas suas propriedades viscoelásticas. Nesse trabalho, os autores supõem que as ondas geradas na frequência de 3MHz são planas. Isso mostra que o efeito da difração para muitos experimentos é desprezado, o que resulta em erros na medida da fase.

1.3 Objetivos

Este trabalho tem como objetivos principais o estudo do comportamento da viscosidade de líquidos com a frequência e o desenvolvimento de uma célula de medição de viscosidade dinâmica de líquidos para frequências elevadas (1 a 10MHz), utilizando conversão de modo longitudinal/transversal e um receptor de ondas longitudinais de grande abertura. O receptor de grande abertura, implementado com uma membrana de PVDF, possibilita a auto-calibração da célula e elimina o efeito da difração acústica na medição da fase e magnitude dos sinais.

1.4 Justificativas

Este trabalho visa dar continuidade às pesquisas na área de medição de propriedades físicas de líquidos por ultra-som, iniciadas no Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da USP em 1991 (Adamowski, 1993) (Buiochi, 1994) (Palhares, 1994) (Bacaneli, 1998) (Buiochi, 1999), que já alcançaram bons resultados no desenvolvimento de técnicas e instrumentação para a medição da densidade de líquidos e atenuação da onda acústica com elevado grau de confiabilidade. Nessa linha de caracterização de líquidos também encontram-se trabalhos sobre a medição do teor de gordura em leite (Bacaneli, 1998) e da percentagem de água dissolvida em óleos lubrificantes (Higuti *et al.*, 1998) (Higuti *et al.*, 1999).

Em tais trabalhos foi utilizada a célula de medição desenvolvida por Adamowski (1993), que emprega um transdutor duplo-elemento – na qual o emissor e o receptor são separados e operam no modo transmissão-recepção independentes – possibilitando a eliminação do efeito da difração acústica, da falta de estabilidade do sistema eletrônico e do transdutor, da influência da atenuação no líquido e do acoplamento acústico do transdutor. Uma vantagem na montagem do transdutor duplo-elemento é que os elementos ativos (receptor e emissor) não estão diretamente em contato com o líquido, sendo separados por um meio sólido, o que permite a medição de líquidos corrosivos sem afetar o transdutor.

De todas as propriedades físicas do líquido, a viscosidade é a que requer maior consideração no estudo dos escoamentos, pois ela oferece resistência ao cisalhamento dificultando o seu fluxo em tubulações ou em moldes. Além disso, é utilizada para o desenvolvimento de produtos e controle de qualidade, sendo crucial sua medição para inúmeras indústrias nos campos da química, farmácia e produção de alimentos, entre outras. Métodos típicos de medição da viscosidade em baixas frequências não são apropriados para o controle de processos em tempo real, pois dependem do arrasto de

uma superfície oscilatória imersa no líquido dificultando sua aplicação. Um método que se apresenta mais viável para o controle em tempo real em altas frequências, empregando ondas ultra-sônicas na obtenção da viscosidade de líquidos é o método da reflexão ultra-sônica, desenvolvido por Mason *et al.* (1949). As medições realizadas com esse método, antigamente, eram feitas com a análise de sinais analógicos e, atualmente, são facilmente adaptadas às técnicas de processamento digital de sinais (Alig *et al.*, 1997).

Neste trabalho, o método empregado na medição do coeficiente de reflexão complexo refere-se a uma onda plana de cisalhamento refletida numa interface sólido-líquido com incidência normal. A célula de medição apresentada neste trabalho usa um transdutor piezoelétrico que gera ondas longitudinais e uma membrana piezoelétrica de PVDF que responde somente no modo longitudinal, empregando o mesmo princípio do transdutor duplo-elemento (Adamowski, 1993). A onda de cisalhamento é gerada pela conversão total de modo, por meio de um ajuste adequado de um ângulo de incidência. Essa aproximação evita o problema de que um transdutor de ondas de cisalhamento não gera uma onda perfeita de cisalhamento e devido ao efeito de Poisson, a geração de uma onda de cisalhamento está sempre associada com a geração simultânea de ondas longitudinais (Shah e Balasubramaniam, 1996).

A célula proposta neste trabalho elimina os efeitos da difração acústica, já que a membrana de PVDF é um receptor de diâmetro grande o suficiente para interceptar todo o campo acústico, considerando os ecos como uma onda plana (Adamowski *et al.*, 1995). Além do mais, a membrana de PVDF não interage com as múltiplas reflexões da onda de cisalhamento na interface sólido-líquido, pois ela detecta somente as ondas planas longitudinais convertidas. Assim, medidas mais precisas da fase do coeficiente de reflexão são obtidas. Na maioria dos métodos que utilizam o recurso de múltiplas reflexões, usado para aumentar a sensibilidade na medição da viscosidade, não consideram a interação das ondas refletidas com os próprios transdutores de geometria finita (receptor ou emissor), ocasionando mudanças na forma da onda e, conseqüentemente, erros na medida da fase. Essas mudanças podem ser diferentes para

os sinais refletidos no líquido daqueles refletidos no ar, porque os respectivos caminhos acústicos transportam ondas acústicas diferentes.

Uma vez que a impedância acústica da onda de cisalhamento é conhecida na parte sólida da célula, a viscosidade dinâmica do líquido pode ser obtida a partir da densidade do líquido e do coeficiente de reflexão complexo na interface sólido-líquido.

1.5 Organização

A tese está dividida em seis capítulos, como mostrado abaixo com os seus respectivos conteúdos, de forma resumida.

No **capítulo 1 (Introdução)** é dada uma introdução ao trabalho com uma revisão bibliográfica, mostrando o que foi feito e quais os problemas envolvidos. Além disso, são apresentados os objetivos, as justificativas e a organização do trabalho.

O **capítulo 2 (Propagação de Ondas Acústicas e Fenômenos de Transmissão)** apresenta a teoria sobre a propagação de ondas acústicas de cisalhamento e a interação com os meios perfeitamente elástico, perfeitamente viscoso e viscoelástico. Serão introduzidos os modelos das equações constitutivas que descrevem o comportamento do meio viscoelástico. Além disso, este capítulo descreve os fenômenos de transmissão, como por exemplo, a conversão de modo de uma onda longitudinal em uma onda de cisalhamento quando a onda acústica atinge obliquamente uma interface plana definida entre dois meios diferentes.

O **capítulo 3 (Método da Reflexão e Análise dos Parâmetros Acústicos)** descreve o método da reflexão de onda de cisalhamento na determinação de viscosidade de líquidos, a partir da medida do coeficiente de reflexão complexo na interface entre os

meios sólido e líquido. Faz uma análise dos vários parâmetros que influenciam a medição do coeficiente de reflexão complexo, tais como: as propriedades do meio sólido em contato com o líquido, as propriedades desse meio líquido e a frequência de operação. As simulações do coeficiente de reflexão complexo são feitas com os modelos discutidos no capítulo anterior.

O **capítulo 4 (Células de Medição e Análise de Incertezas)** mostra as duas novas células de medição de viscosidade de líquidos com conversão de modo, utilizando o método da reflexão relativa e o método de múltiplas reflexões relativas. Apresenta uma análise de incertezas inerentes às células e ao método empregado no cálculo das medidas. Além disso, descreve como são obtidas as quantidades mensuráveis do coeficiente de reflexão complexo, magnitude e fase, que fornecem a viscosidade do líquido.

O **capítulo 5 (Resultados Experimentais)** apresenta os equipamentos eletrônicos utilizados, as experiências realizadas no laboratório e os resultados obtidos. São feitas comparações com os modelos teóricos, discutidos no capítulo 2, para a magnitude e fase do coeficiente de reflexão e para a viscosidade do líquido, em função da frequência de trabalho. É feita uma análise crítica desses resultados, de onde se extraem conclusões parciais.

No **capítulo 6 (Conclusões)** tem-se as conclusões finais, incluindo uma comparação entre as células de medição utilizadas, bem como, os métodos empregados. Discutem-se novas propostas de continuação desta pesquisa, utilizando-se a conversão de modo, que podem dar origem a outros trabalhos.

CAPÍTULO 2

PROPAGAÇÃO DE ONDAS ACÚSTICAS E FENÔMENOS DE TRANSMISSÃO

2.1 Introdução

A propagação de uma onda acústica depende das propriedades físicas do meio, tais como: densidade, viscosidade e elasticidade. Num meio elástico, isotrópico e infinito tem-se basicamente dois modos de propagação: ondas longitudinais, nas quais os deslocamentos das partículas ocorrem na direção de propagação, e ondas de cisalhamento, nas quais os deslocamentos das partículas ocorrem perpendicularmente à direção de propagação. Os dois modos de onda ocorrem em qualquer meio sólido isotrópico, e o mesmo acontece em meios viscoelástico.

Em geral, o tratamento da propagação de ondas acústicas em sólidos é complicado pelo fato destes não serem sempre isotrópicos (Kino, 1987). Assim, os parâmetros acústicos tais como os coeficientes de rigidez do sólido, devem ser expressos em termos de um tensor de quarta ordem com 81 componentes. O tratamento da propagação de ondas acústicas em líquidos também é dificultado pelo fato dos líquidos se comportarem como um sólido para altas frequências ou quando suas

viscosidades se apresentam altas. Esse comportamento é considerado na teoria fundamental da viscoelasticidade desenvolvida por Frenkel, com primeira publicação em 1946 (Frenkel, 1955). Outras contribuições foram feitas por Mason e McSkimin (1952), Mason (1965) e Matheson (1971). Uma revisão da propagação em meios viscoelásticos também é apresentada por Whorlow (1992).

Neste capítulo será mostrada a propagação de ondas acústicas em meios infinitos, elásticos, homogêneos e isotrópicos. Para simplificar o problema, somente os modos puros de ondas longitudinal e de cisalhamento serão considerados. Além disso, a análise será restrita à propagação de ondas planas, o que reduz o problema de três dimensões para uma. Considera-se que a propagação é praticamente um processo adiabático e que os deslocamentos das partículas são pequenos, de maneira que as variações de densidade do meio sejam também pequenas.

As teorias clássicas da elasticidade e hidrodinâmica consideram os meios ideais de acordo com a resposta à aplicação de uma tensão, classificando-os como:

- sólido perfeitamente elástico;
- líquido perfeitamente viscoso.

Os sólidos perfeitamente elásticos obedecem à **lei de Hooke**, segundo a qual a tensão é proporcional à deformação, cuja constante de proporcionalidade é dada pela constante elástica do meio. Embora os parâmetros da tensão e da constante elástica sejam tensores num sistema geral isotrópico, podem também ser representados por um componente no caso unidimensional de propagação de uma onda longitudinal ou de cisalhamento. A constante elástica representa o módulo volumétrico (*bulk modulus*) para a onda longitudinal e o módulo de cisalhamento (*shear modulus*) para a onda de cisalhamento. A lei de Hooke para um meio sujeito a uma tensão de cisalhamento pode ser escrita como: $T_{xz} = G\gamma$, onde T_{xz} é a tensão de cisalhamento atuando na direção x sobre o plano xy perpendicular à direção de propagação z , γ é a deformação de

cisalhamento definida pela derivada do deslocamento u_x da partícula na direção x pela coordenada z , $\gamma = \frac{\partial u_x}{\partial z}$, e G é o módulo de cisalhamento.

Um líquido perfeitamente viscoso, também chamado de líquido Newtoniano, obedece à **lei de Newton**, que diz que a tensão de cisalhamento T_{xz} é proporcional à taxa de deformação¹ $\dot{\gamma} = \partial v_x / \partial z$, isto é, $T_{xz} = \eta \dot{\gamma}$, onde v_x é a velocidade da partícula na direção x , z é a direção de propagação da onda de cisalhamento e η é a constante de proporcionalidade chamada coeficiente de viscosidade dinâmica.

Entretanto, existem muitos meios que não são ideais, sendo tratados entre os dois limites das teorias clássicas. São conhecidos como meios viscoelásticos por apresentarem a superposição dos efeitos elástico e viscoso. Esses efeitos podem ser descritos por meio do módulo de cisalhamento complexo, $G^* = G' + jG''$, onde G' é o módulo de armazenamento ou elástico (*storage modulus*), e G'' o módulo de perda (*loss modulus*). Como o módulo de cisalhamento complexo é definido pela razão entre a tensão de cisalhamento e a deformação de cisalhamento, tem-se: $T_{xz} = G^* \gamma$. Verifica-se que essa relação satisfaz à lei de Hooke, considerando $G' = G$ e $G'' = 0$, e à lei de Newton, considerando $G' = 0$ e $G'' = \omega \eta$, onde ω é a frequência angular.

Neste capítulo são apresentados para a onda de cisalhamento os seguintes tópicos: equação da onda, impedância acústica característica do meio e as equações constitutivas. Para complementar a análise, será apresentada uma breve discussão sobre os fenômenos de transmissão quando a onda acústica atinge uma interface plana definida entre dois meios com impedâncias acústicas diferentes. Esse assunto está bem coberto na literatura (Oliner, 1969) (Kino, 1987) (Krautkramer, 1977).

¹ Neste trabalho será usado sempre a notação de ponto sobre uma grandeza para indicar a sua derivada temporal. Por exemplo, $\dot{\gamma}$ representa a derivada temporal de γ .

2.2 Equação da Onda de Cisalhamento

Tomando a direção de propagação de uma onda de cisalhamento como a direção z e a direção de movimento das partículas como a direção x , a equação dessa onda num meio viscoelástico pode ser descrita por (Matheson, 1971):

$$\frac{\partial^2 u_x}{\partial z^2} = \frac{\rho}{G^*} \frac{\partial^2 u_x}{\partial t^2}, \quad (2.1)$$

onde u_x é o deslocamento transversal na direção x , G^* o módulo de cisalhamento complexo, e ρ a densidade do meio. O módulo de cisalhamento complexo é escrito em termos de seus componentes real e imaginário, isto é, $G^* = G' + jG''$. Dependendo do modelo adotado para a equação constitutiva que relaciona a tensão com a deformação, ambos os componentes de G^* podem ser dependentes da frequência, como mostrado no item 2.4.

A velocidade de propagação complexa c^* é definida como:

$$c^* = \sqrt{\frac{G^*}{\rho}}. \quad (2.2)$$

A solução da equação (2.1) para uma onda de cisalhamento harmônica progressiva é:

$$u_x = u_0 e^{-jk^* z} e^{j\omega t}, \quad (2.3)$$

onde $k^* = \sqrt{\frac{\rho\omega^2}{G^*}}$ é a constante de propagação complexa e ω a frequência angular. O valor da constante u_0 é determinado de acordo com a condição de contorno inicial. É conveniente escrever k^* como a soma das partes real e imaginária na forma:

$k^* = k - j\alpha$, sendo k a constante de propagação e α o coeficiente de atenuação da onda. Assim, obtém-se as seguintes relações entre os componentes de k^* e G^* :

$$G' = \frac{\rho\omega^2}{k^2} \left(1 - \frac{\alpha^2}{k^2}\right) \bigg/ \left(1 + \frac{\alpha^2}{k^2}\right)^2 \quad \text{e} \quad (2.4)$$

$$G'' = \frac{2\rho\omega^2}{k^2} \left(\frac{\alpha}{k}\right) \bigg/ \left(1 + \frac{\alpha^2}{k^2}\right)^2. \quad (2.5)$$

A constante de propagação k é dada pela relação $k = \omega/c$, onde c é a velocidade de propagação real da onda. Assim, para determinar o módulo de cisalhamento G^* basta medir a velocidade de propagação c e o coeficiente de atenuação α para cada frequência. A velocidade de propagação complexa no meio viscoelástico em função desses parâmetros é obtida, substituindo os componentes das equações (2.4) e (2.5) na equação (2.2), resultando na seguinte expressão:

$$c^* = \frac{c}{1 - j\alpha/k}. \quad (2.6)$$

Analisando a relação α/k , têm-se três casos de particular importância:

a) Para um sólido perfeitamente elástico, α é zero e a onda não será atenuada. Resulta das equações acima que $G''=0$, mesmo resultado mostrado na lei de Hooke, e que a velocidade de propagação nesse meio,

$$c = \sqrt{\frac{G'}{\rho}}, \quad (2.7)$$

é independente da frequência.

b) Para um sólido não ideal com baixa atenuação ($\alpha/k \ll 1$), a seguinte aproximação é possível, $G' = \frac{\rho\omega^2}{k^2}$ e $G'' = \frac{2\rho\omega^2}{k^2} \frac{\alpha}{k}$. A velocidade de propagação é igual ao caso anterior, $c = \sqrt{\frac{G'}{\rho}}$. Novamente, c é independente da frequência, a menos que G' o seja. Mas se a atenuação não for baixa, c dependerá de G' e G'' .

c) Para um líquido perfeitamente viscoso de viscosidade η , $G' = 0$ e $G'' = \omega\eta$, como visto na lei de Newton, obtém-se das equações (2.4) e (2.5) que:

$$k = \alpha \quad \text{e} \quad \alpha = \sqrt{\frac{\rho\omega}{2\eta}}. \quad (2.8)$$

Essas relações mostram que a velocidade de propagação,

$$c^* = \sqrt{\frac{\omega\eta}{2\rho}}(1 + j), \quad (2.9)$$

é complexa e dependente da frequência e que o coeficiente de atenuação α é extremamente grande, fazendo com que a onda seja atenuada rapidamente. Como visto na equação (2.3), a onda plana de cisalhamento é atenuada do fator $e^{-\alpha z}$, assim, para a amplitude decair de $1/e$ do valor inicial², define-se a profundidade de penetração (*penetration depth*) δ como sendo:

$$\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\rho\omega}}. \quad (2.10)$$

Por exemplo, para a água à temperatura de 20°C, onde $\rho \approx 1000 \text{ kg/m}^3$ e $\eta \approx 0,001 \text{ Pa.s}$, e na frequência de 1MHz, tem-se a profundidade de penetração $\delta \approx 0,56 \text{ }\mu\text{m}$. Esse

² Esse valor indica que a onda de cisalhamento é reduzida a 37% do seu valor inicial.

valor indica que a onda de cisalhamento praticamente não existe mais após percorrer essa distância.

Assim, ondas de cisalhamento em líquidos são rapidamente atenuadas e não podem ser observadas diretamente. Essa alta atenuação impede que o coeficiente de atenuação α e a velocidade de propagação c - que estão relacionadas com os componentes do módulo de cisalhamento complexo - sejam medidos. Entretanto, a interação da onda numa interface de um sólido com o líquido pode ser detectada de várias maneiras, como explicado por McSkimin (1964), possibilitando a medição da viscosidade do líquido (Harrison e Barlow, 1981). Um dos exemplos citados por McSkimin é o método proposto inicialmente por Mason *et al.* (1949). Esse método mede o coeficiente de reflexão complexo de uma onda de cisalhamento na interface sólido-líquido, como será demonstrado neste trabalho.

2.3 Impedância Acústica Característica para Onda de Cisalhamento

Como freqüentemente não se pode medir α e c em muitos meios viscoelásticos, a quantidade mensurável da onda de cisalhamento será a impedância de cisalhamento complexa do meio. Define-se a impedância acústica de cisalhamento complexa Z^* como a razão entre a tensão de cisalhamento T_{xz} e a velocidade da partícula v_x , ou pelo produto da densidade do meio pela velocidade de propagação complexa, como mostra a seguinte equação:

$$Z^* = -\frac{T_{xz}}{v_x} = \rho c^* . \quad (2.11)$$

Combinando as equações (2.2) e (2.11), tem-se a impedância em função do módulo de cisalhamento:

$$Z^* = \sqrt{\rho G^*} . \quad (2.12)$$

Em geral, é conveniente escrever Z^* em termos de seus componentes real e imaginário:

$$Z^* = R + jX , \quad (2.13)$$

onde R é chamado resistência acústica e X a reatância acústica do meio viscoelástico, que estão relacionadas com a diferença de fase entre a tensão de cisalhamento e a velocidade da partícula.

Assim, igualando as partes real e imaginária das equações (2.12) e (2.13), obtém-se as seguintes relações entre os componentes de Z^* e G^* :

$$G' = \frac{R^2 - X^2}{\rho} \quad \text{e} \quad G'' = \frac{2RX}{\rho} . \quad (2.14)$$

Alguns métodos de medição de Z^* são discutidos por Whorlow (1992). Neste trabalho, é empregado o método da reflexão com incidência normal.

Para um sólido perfeitamente elástico, $G''=0$ e a impedância acústica é um número real dado por:

$$Z = \rho c , \quad (2.15)$$

enquanto para um líquido perfeitamente viscoso, $G'=0$ e $G''=\omega\eta$ e a impedância acústica complexa é dada por:

$$Z^* = \sqrt{\frac{\omega\rho\eta}{2}}(1 + j). \quad (2.16)$$

2.4 Equações Constitutivas para Onda de Cisalhamento

É interessante introduzir modelos mecânicos dinâmicos e unidimensionais constituídos de molas e amortecedores ligados em paralelo ou em série, de modo que todo o sistema descreva analogamente um meio real, pois fornecem um método simples de deduzir o comportamento viscoelástico. A relação entre o comportamento de um modelo com o meio real ocorre se a equação constitutiva que relaciona força, alongamento e tempo para o modelo for a mesma que relaciona tensão, deformação e tempo para o meio. Nos modelos mecânicos, a lei de Hooke é representada por uma mola e a lei de Newton por um amortecedor.

Assim, o comportamento da propagação da onda acústica em meios viscoelásticos é descrito pelos elementos básicos (mola e amortecedor) conectados em paralelo ou em série. Os dois modelos simples que descrevem a viscoelasticidade, relacionando as propriedades viscosa e elástica do meio, são os de Voigt e Maxwell. Esses modelos podem ser generalizados de acordo com o princípio da superposição, pois o comportamento do meio considerado é o viscoelástico linear (Barnes et al., 1989) (Whorlow, 1992). Serão vistos a seguir os dois modelos mais simples.

Modelo de Voigt

O modelo de Voigt, também chamado de modelo de Kelvin, resulta da combinação de uma mola e um amortecedor em paralelo, como ilustrado na figura 2.1.

Supondo que os conectores dos elementos básicos permaneçam sempre paralelos, a deformação de cisalhamento γ na mola e no amortecedor serão iguais em qualquer instante. Nessa circunstância, a equação constitutiva que descreve o modelo mostrará que a tensão de cisalhamento total T_{xz} é igual à soma das tensões em cada um dos elementos básicos, como se observa na seguinte equação:

$$T_{xz} = G_{\infty} \gamma + \eta \dot{\gamma}, \quad (2.17)$$

onde G_{∞} é o módulo elástico instantâneo de cisalhamento.

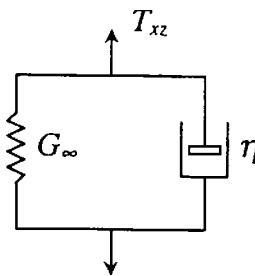


Fig. 2.1. Modelo de Voigt para meio viscoelástico.

Considerando uma excitação harmônica no elemento de Voigt, têm-se os seguintes componentes do módulo de cisalhamento complexo:

$$G' = G_{\infty} \quad \text{e} \quad G'' = \omega \eta. \quad (2.18)$$

Nesse modelo, admite-se que G' e η são independentes da frequência, enquanto G'' cresce linearmente com a frequência.

A velocidade de propagação complexa no meio viscoelástico, substituindo os componentes da equação (2.18) na equação (2.2), resulta para o modelo de Voigt em:

$$c^* = \sqrt{\frac{G_{\infty} + j\omega\eta}{\rho}}. \quad (2.19)$$

Um elemento de Voigt com parâmetros constantes comporta-se como uma mola, sólido perfeitamente elástico, em baixas frequências e em altas torna-se muito rígido, comportando-se como um líquido viscoso. Esse modelo pode ser usado para descrever o comportamento de líquido sob condições transientes (Whorlow, 1992).

Modelo de Maxwell

Dentre os dois modelos simples, o modelo de Maxwell é o que tem sido mais amplamente estudado (Sheen *et al.*, 1996). Ele resulta da combinação de uma mola e um amortecedor em série, como ilustrado na figura 2.2. Nesse caso, as deformações de cisalhamento de cada elemento básico, ou igualmente as taxas de deformações, são cumulativas. Assim, na equação constitutiva que descreve o modelo, a taxa de deformação total de cisalhamento $\dot{\gamma}$ é igual à soma das taxas de deformações dos dois elementos básicos, como se vê na seguinte equação:

$$\dot{\gamma} = \frac{\dot{T}_{xz}}{G_{\infty}} + \frac{T_{xz}}{\eta}, \quad (2.20)$$

onde G_{∞} é o módulo elástico instantâneo de cisalhamento, isto é, quando observado em altas frequências. Apesar dos símbolos utilizados para os parâmetros G_{∞} e η serem os mesmos do modelo de Voigt, eles poderão representar quantidades distintas (Whorlow, 1992).



Fig. 2.2. Modelo de Maxwell para meio viscoelástico.

Rearranjando a equação constitutiva (2.20) tem-se:

$$T_{xz} + \tau_m \dot{T}_{xz} = \eta \dot{\gamma}, \quad (2.21)$$

onde $\tau_m = \eta/G_\infty$ é a constante de tempo do meio, também denominada de tempo de relaxação de Maxwell. Isso significa que se a taxa de deformação $\dot{\gamma}$ for instantaneamente interrompida, a tensão de cisalhamento não permanecerá constante como em um sólido perfeitamente elástico, nem desaparecerá como em um líquido Newtoniano, mas decairá exponencialmente a zero com a constante de tempo τ_m .

Assumindo que a tensão e a taxa de cisalhamento variam harmonicamente, os componentes do módulo de cisalhamento complexo podem ser dados por:

$$G' = \frac{G_\infty \omega^2 \tau_m^2}{1 + \omega^2 \tau_m^2} \quad \text{e} \quad G'' = \frac{G_\infty \omega \tau_m}{1 + \omega^2 \tau_m^2}. \quad (2.22)$$

A resposta dinâmica de um meio depende da frequência da onda e do tempo de relaxação, associado com a mudança da posição de equilíbrio das moléculas (Harrison e Barlow, 1981). Assim tem-se que, se o período da tensão de cisalhamento é longo se comparado com o tempo de relaxação ($\omega\tau_m \ll 1$), o meio será então caracterizado inteiramente por um meio viscoso. Do mesmo modo, se a escala do tempo da deformação é menor do que o tempo de relaxação tomado pelas moléculas para difundir-se para uma nova posição de equilíbrio ($\omega\tau_m \gg 1$), a resposta será elástica e a deformação recuperável. Portanto, quando o tempo de relaxação de Maxwell é da mesma ordem de grandeza do período de aplicação da tensão de cisalhamento, o meio será viscoelástico (Harrison e Barlow, 1981). A figura 2.3 ilustra a variação dos componentes normalizados, G' e G'' , do módulo de cisalhamento complexo em função da frequência normalizada $\omega\tau_m$.

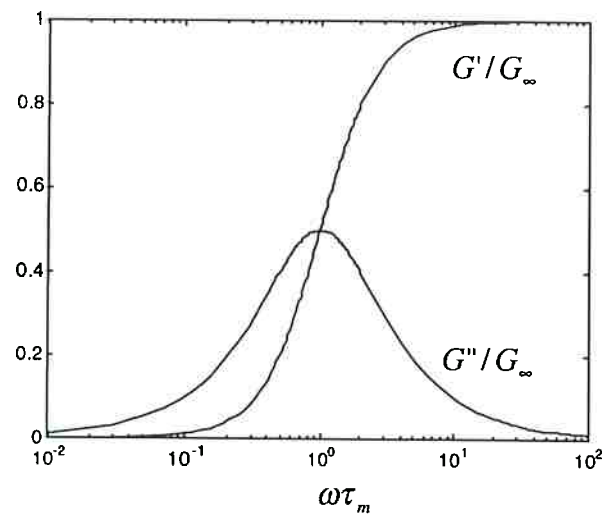


Fig. 2.3. Variação dos componentes normalizados do módulo de cisalhamento com a frequência normalizada para o modelo de Maxwell.

Para líquidos em geral, G_∞ é aproximadamente 10^9 Pa, resultando $\tau_m \approx 10^{-9} \eta$ (Harrison e Barlow, 1981). Portanto, para muitos líquidos com baixa viscosidade o efeito da elasticidade será mascarado. Todavia, tornar-se-á evidente quando a viscosidade for alta (Sette, 1961) ou quando for grande a frequência de excitação da onda.

A viscosidade dinâmica $\eta_d(\omega)$, dependente da frequência, é definida como G''/ω , isto é:

$$\eta_d(\omega) = \frac{\eta}{1 + \omega^2 \tau_m^2}. \quad (2.23)$$

Assim, para baixas frequências a equação (2.23) resulta em $\eta_d(\omega) \cong \eta = G_\infty \tau_m$. A figura 2.4 mostra a variação da viscosidade dinâmica $\eta_d(\omega)$, normalizada com a viscosidade dinâmica em baixa frequência η , em função da frequência normalizada $\omega\tau_m$.

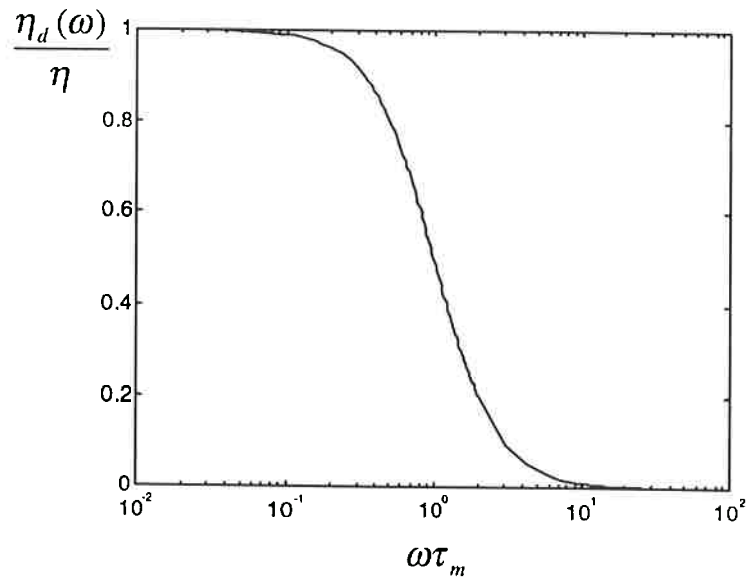


Fig. 2.4. Variação da viscosidade dinâmica de cisalhamento com a frequência normalizada para o modelo de Maxwell.

Nota-se nas figuras 2.3 e 2.4, respectivamente, um notável aumento em G'/G_∞ e uma queda em $\eta_d(\omega)/\eta$ que ocorrem numa mesma faixa estreita de frequência centrada em $\omega\tau_m = 1$. As mudanças nessas funções são praticamente completas em duas décadas de frequência, que representam a região de viscoelasticidade. A frequência mediana dessa faixa estreita, definida como $f_r = 1/2\pi\tau_m$, é conhecida como a frequência de relaxação (Mason *et al.*, 1949).

A velocidade de propagação complexa no meio viscoelástico, substituindo os componentes da equação (2.22) na equação (2.2), é dada por:

$$c^* = \sqrt{\frac{j\omega\eta}{\rho(1 + j\omega\tau_m)}} \quad (2.24)$$

As quantidades mensuráveis X e R da impedância de cisalhamento complexa podem ser relacionadas aos parâmetros do meio, substituindo os componentes G' e G'' do módulo de cisalhamento complexo da equação (2.22) nas equações (2.14) e resolvendo o sistema de equações, como são mostradas a seguir:

$$R = (\rho G_\infty)^{1/2} \left\{ \frac{\omega^2 \tau_m^2}{2(1 + \omega^2 \tau_m^2)} \left(\sqrt{1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_m^2}} + 1 \right) \right\}^{1/2} \quad \text{e} \quad (2.25)$$

$$X = (\rho G_\infty)^{1/2} \left\{ \frac{\omega^2 \tau_m^2}{2(1 + \omega^2 \tau_m^2)} \left(\sqrt{1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_m^2}} - 1 \right) \right\}^{1/2} . \quad (2.26)$$

A figura 2.5 mostra a variação dos componentes normalizados do módulo de cisalhamento complexo para o modelo de Maxwell e também a variação de ambos os componentes para um líquido Newtoniano, $R=X$. Note-se que para baixas frequências ($\omega \rightarrow 0$), o líquido se comporta como se fosse Newtoniano, isto é, $R = X$, $G' = 0$ e $G'' = \omega\eta$, enquanto que, para altas frequências ($\omega \rightarrow \infty$), o líquido se comporta como um sólido perfeitamente elástico, isto é, $X = 0$, $G' = G_\infty = R^2 / \rho$ e $G'' = 0$.

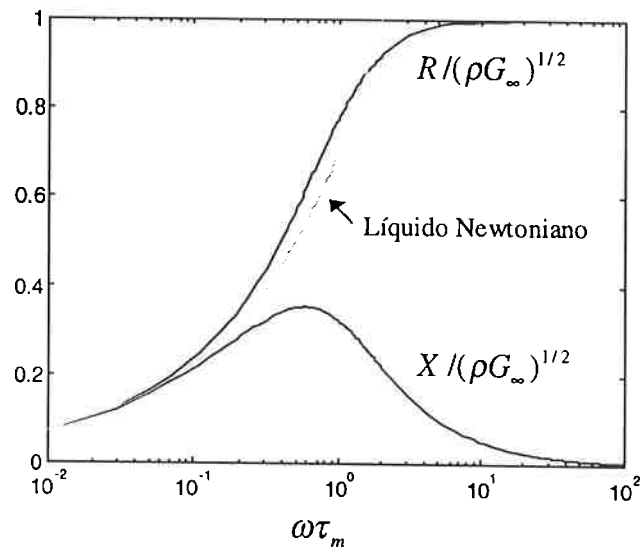


Fig. 2.5. Variação dos componentes normalizados R e X com a frequência normalizada para o modelo de Maxwell e líquido Newtoniano.

A resposta dinâmica de um meio viscoelástico pode ser melhor caracterizada não somente por um único tempo de relaxação, mas por um espectro de tempos de relaxação ou por um número discreto, respectivamente, representados através de infinitos ou N elementos de Maxwell conectados em paralelo (Philippoff, 1965) (Whorlow, 1992).

2.5 Modelo de Maxwell com Dois Elementos

Sabe-se que o modelo simples de Maxwell, para um único tempo de relaxação, não explica quantitativamente os resultados obtidos experimentalmente, mas explica-os qualitativamente. Porém, para faixas estreitas de frequências, pode-se utilizar alguns elementos de Maxwell conectados em paralelo, por exemplo, dois ou três elementos. Para faixas largas de frequências, que abrangem várias décadas, deve-se utilizar um número infinito de elementos de Maxwell ou uma distribuição contínua de tempos de relaxação (Philippoff, 1965). Neste trabalho é utilizado o modelo de Maxwell com dois elementos em paralelo, como ilustrado na figura 2.6, na aproximação das curvas teóricas com os dados experimentais. Cada elemento de Maxwell é constituído de uma mola que representa o módulo elástico instantâneo de cisalhamento, $G_{\infty,a}$ e $G_{\infty,b}$, e de um amortecedor que representa a viscosidade dinâmica, η_a e η_b .

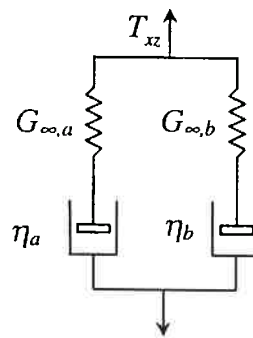


Fig. 2.6. Modelo com dois elementos de Maxwell em paralelo.

Nesse modelo, a equação constitutiva que o descreve supõe que a tensão de cisalhamento total T_{xz} é igual a soma das tensões em cada um dos elementos de Maxwell. Assumindo que a tensão e a taxa de cisalhamento variam harmonicamente e utilizando a equação (2.22) para cada um dos elementos de Maxwell, tem-se:

$$T_{xz} = \left[\frac{j\omega\eta_a}{1 + j\omega\tau_{m,a}} + \frac{j\omega\eta_b}{1 + j\omega\tau_{m,b}} \right] \gamma = G^* \gamma \quad (2.27)$$

onde $\tau_{m,a} = \eta_a / G_{\infty,a}$ e $\tau_{m,b} = \eta_b / G_{\infty,b}$ são os tempos de relaxação de Maxwell.

Assim, separando as partes real e imaginária do módulo de cisalhamento complexo G^* , tem-se:

$$G' = \frac{\omega^2\eta_a\tau_{m,a}}{1 + \omega^2\tau_{m,a}^2} + \frac{\omega^2\eta_b\tau_{m,b}}{1 + \omega^2\tau_{m,b}^2} \quad \text{e} \quad G'' = \frac{\omega\eta_a}{1 + \omega^2\tau_{m,a}^2} + \frac{\omega\eta_b}{1 + \omega^2\tau_{m,b}^2}. \quad (2.28)$$

A figura 2.7 mostra a variação dos componentes G' e G'' em função da frequência, admitindo as seguintes constantes: $G_{\infty,a} = 0,4 \cdot 10^7 \text{ Pa}$, $G_{\infty,b} = 1 \cdot 10^9 \text{ Pa}$, $\eta_a = 0,5 \text{ Pa.s}$ e $\eta_b = 0,5 \text{ Pa.s}$. Ambas as constantes do módulo elástico instantâneo serão usadas posteriormente no ajuste das curvas teóricas com os dados experimentais da magnitude e da fase do coeficiente de reflexão complexo. Será exposto que uma melhor aproximação ocorre quando as duas viscosidades η_a e η_b são iguais, fato constatado por Mason *et al.* (1952) quando da presença de dois processos de relaxação em líquidos poliméricos.

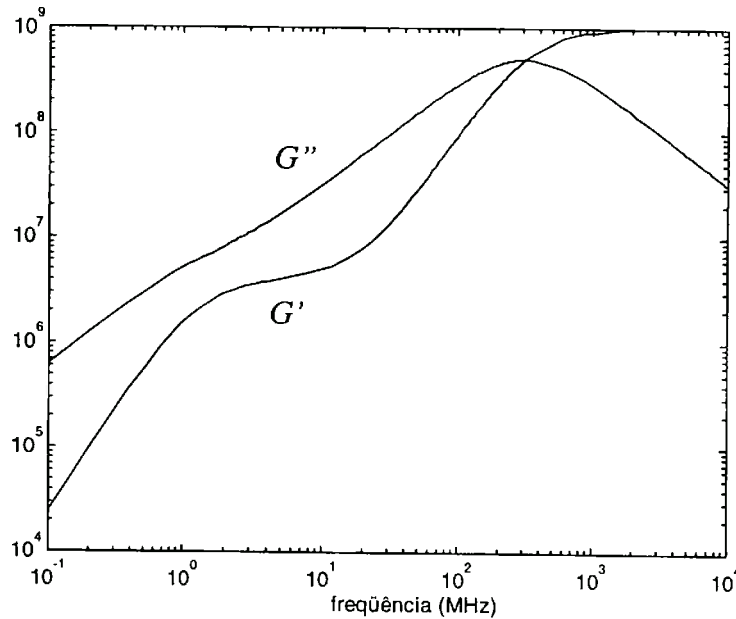


Fig. 2.7. Variação dos componentes do módulo de cisalhamento em função da frequência para um meio com dois processos de relaxação.

A curva do módulo elástico G' , mostrada na figura 2.7, possibilita reconhecer a presença de dois processos de relaxação. As frequências de relaxação 1,3MHz e 318MHz são indicadas pela proximidade aos dois pontos de inflexão da curva. O primeiro patamar ressalta o efeito elástico nas frequências mais baixas e o segundo, nas frequências mais altas.

A viscosidade dinâmica $\eta_d(\omega)$, definida como G''/ω , é escrita da seguinte forma:

$$\eta_d(\omega) = \frac{\eta_a}{1 + \omega^2 \tau_{m,a}^2} + \frac{\eta_b}{1 + \omega^2 \tau_{m,b}^2}. \quad (2.29)$$

Assim, para baixas frequências ($\omega \rightarrow 0$) a equação (2.29) resulta em $\eta_d(\omega) \cong \eta_a + \eta_b$. A figura 2.8 mostra duas curvas de variação da viscosidade dinâmica $\eta_d(\omega)$ em função da frequência, uma para os dois tempos de relaxação utilizados na figura 2.7 e a outra para um único tempo de relaxação utilizando as seguintes constantes: $\eta = 1 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ e $G_\infty = 1 \cdot 10^9 \text{ Pa}$. Nota-se na curva (linha contínua) de dois

tempos de relaxação que a mudança na viscosidade só é completa em quatro décadas de frequência, e que o processo de relaxação inicia-se bem antes da outra curva. Enquanto na curva (linha tracejada) de um tempo de relaxação, a mudança na viscosidade é praticamente completa em apenas duas décadas de frequência, como já visto anteriormente.

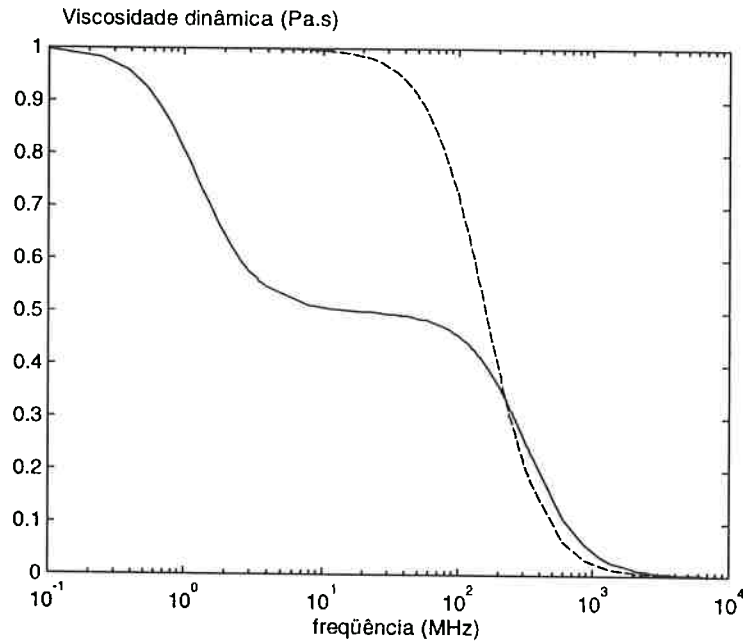


Fig. 2.8. Variação da viscosidade em função da frequência para os modelos de Maxwell com dois tempos de relaxação (linha contínua) e um tempo de relaxação (linha tracejada).

A velocidade de propagação complexa no meio viscoelástico, substituindo o módulo de cisalhamento complexo da equação (2.27) na equação (2.2), é dada por:

$$c^* = \sqrt{\frac{j\omega\eta_a}{\rho(1+j\omega\tau_{m,a})} + \frac{j\omega\eta_b}{\rho(1+j\omega\tau_{m,b})}} \quad (2.30)$$

2.6 Fenômenos de Transmissão

Quando uma onda acústica plana propaga-se em um meio elástico, homogêneo, isotrópico e atinge uma interface plana definida por um segundo meio diferente do primeiro, ela pode ser parcialmente ou totalmente refletida. Durante o processo de reflexão a amplitude e a fase da onda podem mudar. Parte da onda atravessa essa interface resultando numa refração. Como na reflexão, a fase e a amplitude na transmissão são diferentes da onda incidente. As relações entre as amplitudes de pressões das ondas transmitida e refletida com a amplitude da onda incidente dependem das impedâncias características dos dois meios, do ângulo de incidência da onda incidente e dos tipos de onda incidente, por exemplo, onda longitudinal ou de cisalhamento. Durante a transmissão e a reflexão da onda podem surgir conversão de modos entre os vários tipos de onda. A análise desse fenômeno é simplificada quando a incidência é normal e ocorre numa interface definida entre dois meios líquidos. Quando a incidência é oblíqua e um dos meios é um sólido, o fenômeno torna-se mais complicado devido à conversão de modos (Kinsler *et al.*, 1982).

Os problemas de condições de contorno envolvendo ondas acústicas em sólidos são geralmente complicados e de difícil solução. A literatura técnica nessa área é extensa e os métodos de análise são sofisticados (Graff, 1975). Porém, Oliner (1969) apresenta uma série de passos que conduzem o problema para uma solução direta e sistemática. Nesse trabalho, representações são deduzidas para os modos de linha de transmissão, as analogias elétricas são feitas com a corrente e a tensão elétrica introduzidas como medidas da velocidade das partículas e do vetor tensão mecânica, respectivamente, e as impedâncias características e funções modais são derivadas. O método é apresentado em detalhe no artigo, possibilitando sua aplicação em outros tipos de ondas tais como: ondas Rayleigh, Leaky Rayleigh, Lamb e Love.

Em sólidos isotrópicos são possíveis três tipos de ondas: uma longitudinal (onda P) e duas de cisalhamento, a vertical (onda SV) e a horizontal (onda SH). Ambas as ondas de cisalhamento são ondas transversais no sentido de que a direção dos

deslocamentos das partículas é perpendicular à direção de propagação. Porém, as polarizações das ondas são diferentes. Para a onda SV os deslocamentos das partículas são confinados ao plano xz apresentado na figura 2.9, enquanto para a onda SH, são perpendiculares a esse plano. Em líquidos invíscidos propagam-se somente ondas longitudinais. Se os líquidos são viscosos, além das ondas longitudinais existem as ondas de cisalhamento que são atenuadas rapidamente.

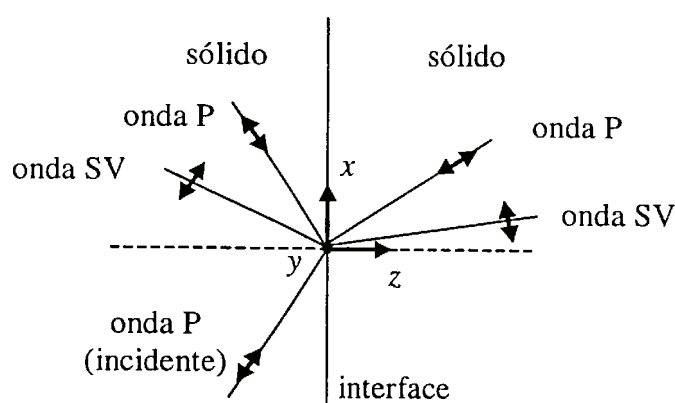


Fig. 2.9. Incidência oblíqua de uma onda longitudinal sobre uma interface sólido-sólido.

Quando uma onda longitudinal plana propagando-se num sólido incide obliquamente numa interface plana definida por um outro sólido ($z = 0$), duas ondas aparecem na reflexão em direções diferentes, uma onda longitudinal e outra de cisalhamento (onda SV), e o mesmo acontece na refração. Esse fato pode ser visto na figura 2.9 com os respectivos modos de vibrar das partículas. Esses ângulos são determinados de acordo com a lei de Snell, que fornece apenas informação da direção e não da amplitude da onda. Utilizando os modelos de linha de transmissão apresentados por Oliner (1969) para esses dois tipos de ondas, o sistema de equações que descreve o problema é facilmente obtido ao se impor quatro condições de contorno: continuidade dos componentes normal e tangencial da tensão mecânica e também da velocidade da partícula. O sistema de equações envolve os coeficientes de reflexão e transmissão da onda longitudinal e os coeficientes de reflexão e transmissão da onda SV. Esse sistema representa um caso geral que pode ser particularizado mesmo quando um dos meios for um líquido, bastando considerar a velocidade de propagação acústica complexa.

Quando uma onda longitudinal plana propaga-se num líquido invíscido e atinge obliquamente uma interface plana com um sólido, são geradas três ondas: onda longitudinal refletida, onda P transmitida e onda SV transmitida, como mostra a figura 2.10. Os ângulos de reflexão e refração são determinados de acordo com a lei de Snell:

$$\frac{\text{sen}\theta_i}{c_l} = \frac{\text{sen}\theta_P}{c_P} = \frac{\text{sen}\theta_{SV}}{c_{SV}}, \quad (2.31)$$

onde c_l , c_P e c_{SV} são as velocidades de propagação da onda longitudinal no líquido e das ondas P e SV no sólido, respectivamente, e θ_i , θ_P e θ_{SV} são os ângulos definidos entre a normal da interface e a direção de propagação das respectivas ondas.

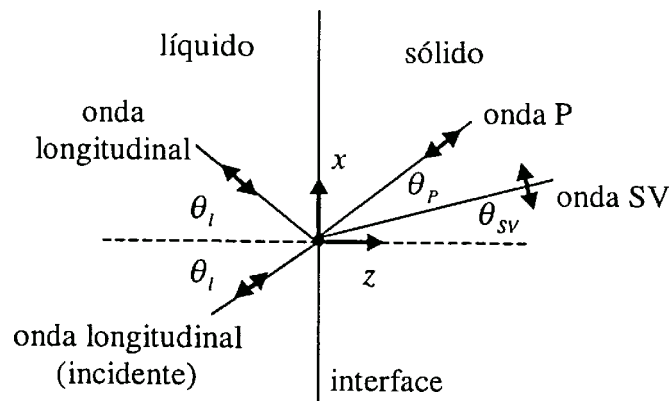


Fig. 2.10. Incidência oblíqua de uma onda longitudinal sobre uma interface líquido invíscido-sólido.

O sistema de equações que descreve o problema na interface líquido invíscido-sólido é facilmente obtido impondo três condições de contorno: continuidade dos componentes normal e tangencial da tensão mecânica e continuidade do componente normal da velocidade da partícula (Oliner, 1969). A figura 2.11 mostra as curvas dos coeficientes de reflexão de potência³ (PR_l), transmissão da onda P (PT_P) e transmissão da onda SV (PT_{SV}) em função do ângulo de incidência, na interface água-alumínio.

³ A potência de uma onda plana, progressiva e harmônica é definida pela relação entre a amplitude de pressão (valor efetivo) ao quadrado dividido pela impedância acústica do meio. Já o coeficiente de potência é a razão entre a potência da onda de análise e a potência da onda incidente na interface (Kinsler *et al.*, 1982).

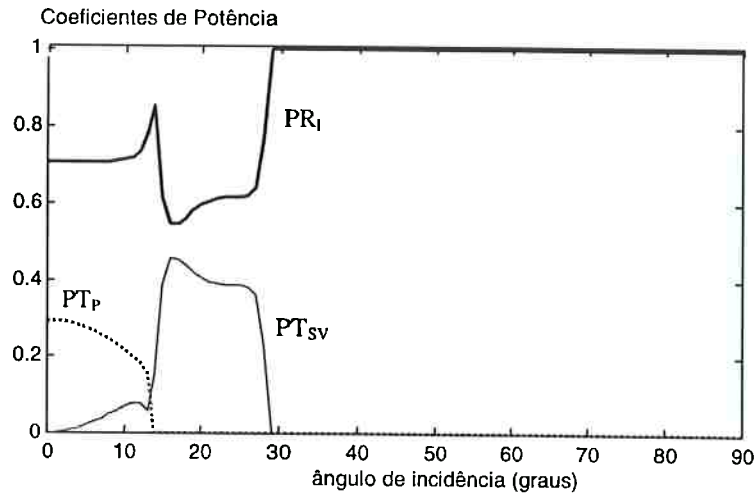


Fig. 2.11. Coeficientes de reflexão de potência (PR_i), transmissão da onda P (PT_p) e transmissão da onda SV (PT_{sv}) em função do ângulo de incidência na interface água-alumínio.

Existe um ângulo crítico de incidência de $13,6^\circ$ em que o componente da onda P transmitida desaparece. Imediatamente, uma forte onda SV surge e permanece no alumínio enquanto o ângulo de incidência cresce até $28,5^\circ$. Esse é o segundo ângulo crítico definido para a onda SV, visto na figura 2.11. Um grande interesse existe na região definida por esses dois ângulos críticos, pois somente um tipo de onda é transmitido (onda SV). Num ângulo de incidência de aproximadamente 17° , quase metade da potência incidente é convertida para onda SV. Assim, são obtidas as ondas SV a partir de transdutores de ondas longitudinais.

Esse fenômeno é extremamente útil na maioria das aplicações em ensaios não destrutivos por ultra-som. Procura-se propagar um único tipo de onda no material a ser inspecionado, pois é difícil a interpretação correta do sinal de eco recebido se coexistirem dois tipos (Krautkramer, 1977) (Kino, 1987). Essa mesma idéia é utilizada neste trabalho na caracterização de líquidos utilizando ondas de cisalhamento.

2.7 Discussão

Neste capítulo, foi discutida a teoria básica na compreensão da propagação de ondas de cisalhamento que será utilizada quando da determinação da viscosidade de líquidos. A viscosidade será determinada a partir da medição do coeficiente de reflexão complexo de uma onda de cisalhamento incidindo normalmente na interface entre um meio sólido e o meio líquido, como será apresentado no capítulo 3. Foram também verificados alguns modelos que descrevem o comportamento de líquidos Newtonianos e viscoelásticos quando o meio é excitado, respectivamente, em frequências baixas e altas, caso dos modelos de Maxwell com um e dois tempos de relaxação. A definição da impedância acústica de cisalhamento complexa dada pela equação (2.11), empregando as velocidades de propagação complexa dos respectivos modelos, será utilizada no capítulo 3 nas simulações do coeficiente de reflexão complexo. No capítulo 5, o modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação será utilizado na comparação das curvas teóricas com os dados experimentais da magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo, e da viscosidade em função da frequência.

Além disso, mostrou-se neste capítulo alguns fenômenos de transmissão envolvendo a conversão de modo quando a onda acústica atinge obliquamente uma interface plana. Essa conversão de modo de uma onda longitudinal em uma onda de cisalhamento e vice-versa será empregada no projeto da célula de medição de viscosidade, que será apresentada no capítulo 4.

CAPÍTULO 3

MÉTODO DA REFLEXÃO E ANÁLISE DOS PARÂMETROS ACÚSTICOS

3.1 Introdução

Uma revisão sobre os métodos utilizados na medição de propriedades viscoelásticas de materiais é apresentada por McSkimin (1964). As técnicas mais antigas de caracterização de materiais eram feitas com sistemas ultra-sônicos que empregavam a análise de sinais analógicos e utilizavam transdutores de quartzo em excitação contínua. Mason e McSkimin (1947) mostraram que um transdutor de quartzo pode gerar uma onda de cisalhamento ao longo de uma barra de quartzo, caracterizando o líquido posicionado na extremidade paralela oposta da barra e em relação ao transdutor. As técnicas mais modernas empregam a análise digital de sinais e utilizam transdutores cerâmicos excitados com pulsos estreitos (banda larga) ou com alguns ciclos de senoide numa única frequência. Um exemplo destas é encontrado no artigo de Alig *et al.* (1997) na caracterização de filmes poliméricos, durante sua formação, utilizando ondas de cisalhamento. É utilizado o método da reflexão da onda de cisalhamento desenvolvido por Mason *et al.* (1949), adaptado às técnicas de processamento digital de sinais. Esse

método é apresentado no presente capítulo utilizando incidência normal da onda de cisalhamento numa interface sólido-líquido.

Ondas de cisalhamento podem ser utilizadas na determinação da viscosidade dinâmica de líquidos. Com esse tipo de onda, as medições da velocidade de propagação e do coeficiente de atenuação no líquido são praticamente impossíveis devido à elevada atenuação da onda. Porém, podem ser medidos parâmetros, tais como a parte real e imaginária da impedância acústica característica do meio (Mason *et al.*, 1949) (Piccirelli & Litovitz, 1957) (Harrison e Barlow, 1981) (Whorlow, 1992).

3.2 Método da Reflexão da Onda de Cisalhamento para Incidência Normal

Um método empregado na medida da viscosidade de líquidos baseia-se na medição do coeficiente de reflexão de uma onda plana de cisalhamento incidindo normalmente na interface entre uma linha de retardo constituída por um sólido e o líquido que se quer caracterizar. Esse método da incidência normal tem sido objeto de muitos estudos para líquidos Newtonianos (McSkimin e Andreatch Jr., 1967) (Moore e McSkimin, 1970) e líquidos viscoelásticos (Hunter *et al.*, 1964) (Harrison e Barlow, 1981) (Cohen-Tenoudji *et al.*, 1987). Neste caso, a onda de cisalhamento é polarizada de modo a se ter o movimento das partículas paralelo ao plano da interface e, assim, somente ondas de cisalhamento são refletidas nessa interface, evitando a conversão para outros modos de propagação (O' Neil, 1949).

Assim, como apresentado pelo esquema da figura 3.1, descreve-se o método da reflexão da onda de cisalhamento com incidência normal, onde considera-se uma onda de cisalhamento, plana e harmônica, propagando-se do primeiro meio para o segundo ao longo do eixo z .

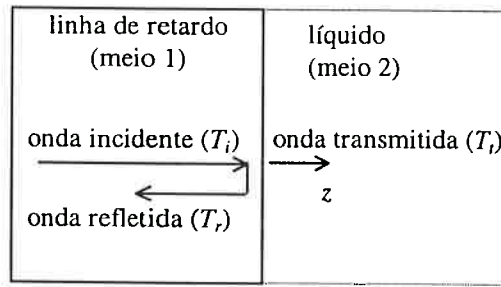


Fig. 3.1. Onda de cisalhamento incidindo normalmente na interface entre dois meios.

A relação entre o coeficiente de reflexão¹ R_{12}^* e as impedâncias acústicas características Z_1 e Z_2^* , respectivamente, da linha de retardo e do líquido, é dada por:

$$Z_2^* = Z_1 \frac{(1 + R_{12}^*)}{(1 - R_{12}^*)}. \quad (3.1)$$

Desse modo, as propriedades do segundo meio podem ser calculadas medindo R_{12}^* e conhecendo as propriedades do primeiro meio. O valor de Z_2^* , do mesmo modo que o coeficiente de reflexão R_{12}^* , é complexo porque a atenuação da onda de cisalhamento no líquido viscoelástico é elevada. Logo, está implícito nesta equação que a onda transmitida ao meio 2 não retorna à interface de medição pelo fato dela ser rapidamente atenuada independente desse meio ser finito ou não, bastando uma fina camada de líquido para satisfazer essa condição, como mostra a equação (2.10) no cálculo da profundidade de penetração.

A equação (3.1) admite um valor real para a impedância característica Z_1 quando a atenuação na linha de retardo for pequena. Geralmente, pode-se assumir essa hipótese porque a parte imaginária da impedância acústica complexa é desprezível em relação à parte real. Como exemplo de um sólido utilizado neste trabalho, tem-se o PMMA (polimetil-metacrilato, também conhecido pelo nome comercial de acrílico) com coeficiente de atenuação igual a 250Np/m para a frequência de 10MHz - máxima

¹ O coeficiente de reflexão é definido pela relação entre a tensão refletida T_r e a tensão incidente T_i :
 $R_{12}^* = T_r / T_i$.

frequência a ser utilizada neste trabalho - e velocidade de propagação da onda de cisalhamento igual 1340m/s, para a temperatura de 20°C (Hartmann e Jarzynski, 1972). Usando esses dados, a parte imaginária da impedância complexa torna-se 0,005 da parte real. Assim, pode-se ter $Z_1 = \rho_1 c_1$, onde ρ_1 é a densidade da linha de retardo e c_1 a velocidade de propagação real da onda de cisalhamento no meio 1.

O coeficiente de reflexão complexo R_{12}^* , a ser obtido experimentalmente, pode ser representado numa forma exponencial, segundo a expressão:

$$R_{12}^* = R_{12} e^{j(\pi+\theta)} = -R_{12} e^{j\theta}, \quad (3.2)$$

onde R_{12} é a magnitude do coeficiente de reflexão e $(\pi + \theta)$ é a mudança de fase na reflexão. Sabe-se que a onda de cisalhamento refletida na interface quando o meio 2 é o ar, apresenta $R_{12} = 1$ e $\theta = 0$. Conseqüentemente, na interface a tensão de cisalhamento refletida T_r está 180° fora de fase da tensão incidente T_i . Agora, ao se colocar o líquido no meio 2, resultará um decréscimo na fase de θ (quantidade negativa) e R_{12} será reduzido. Assim, determinam-se a magnitude e a fase utilizando como referência uma onda de cisalhamento refletida na interface de medição quando o meio 2 é o ar. O capítulo 4 mostra como se faz a determinação experimental dessas grandezas, utilizando a célula de medição desenvolvida neste trabalho.

Substituindo a equação (3.2) na equação (3.1), obtém-se a seguinte expressão para a impedância complexa do meio 2:

$$Z_2^* = \frac{Z_1(1 - R_{12}^2)}{(1 + R_{12}^2 + 2R_{12} \cos \theta)} + j \frac{-2Z_1 R_{12} \sin \theta}{(1 + R_{12}^2 + 2R_{12} \cos \theta)} = R + jX. \quad (3.3)$$

Igualmente, se as mudanças na amplitude e fase da onda refletida são medidas, os componentes de Z_2^* (resistência acústica R e reatância acústica X) podem ser calculados por meio da equação (3.3), usando o valor conhecido de Z_1 .

Pode-se também calcular, a partir dos componentes de Z_2^* , os componentes do módulo de cisalhamento G' e G'' do líquido, como mostra a equação (2.14). Finalmente, a expressão da viscosidade dinâmica $\eta_2 = \eta_d(\omega) = G''/\omega$ do líquido pode ser obtida por:

$$\eta_2 = \frac{-4(1 - R_{12}^2)R_{12}\sin\theta}{(1 + R_{12}^2 + 2R_{12}\cos\theta)^2} \frac{Z_1^2}{\omega\rho_2}, \quad (3.4)$$

onde ρ_2 é a densidade do líquido. Essa expressão mostra que só é possível medir a viscosidade conhecendo *a priori* a densidade do meio 2.

3.3 Quantidades Mensuráveis para Incidência Normal

Em inúmeros arranjos experimentais, o primeiro meio utilizado é um sólido e o segundo, um líquido. O ar é utilizado no meio 2 como referência. Como a magnitude de Z_2^* do líquido é muito menor do que de Z_1 , cujo material é tipicamente de quartzo ou alumínio, então R_{12} é aproximadamente igual a 1. Conseqüentemente, a mudança em R_{12} e o decréscimo na fase de θ em relação à reflexão no ar, quando uma amostra de líquido é colocada em contato com a superfície do sólido, são muito pequenos.

Para se ter idéia da grandeza das quantidades mensuráveis envolvidas, considere-se o caso de um líquido perfeitamente viscoso, como por exemplo, a água à 20°C, cuja viscosidade é $\eta_2 = 0,001 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ e densidade $\rho_2 = 1000 \text{ kg/m}^3$. Se o material da linha de retardo for o alumínio ($Z_1 = 8,45 \times 10^6 \text{ kg/m}^2\text{s}$), para a frequência de 15MHz, as equações (3.1) e (3.2) fornecerão $R_{12} = 0,99838$, o que equivale a uma variação de 0,00162 em relação à reflexão no ar, e $\theta = -0,00163$ radianos ou aproximadamente $-0,09^\circ$. Essas variações quantitativas não são facilmente mensuráveis quando

utilizados os equipamentos convencionais disponíveis em laboratórios, devido a alguns fatores limitantes encontrados, tais como: a relação sinal-ruído na medição da amplitude, a discretização de amplitude do sinal e o período de amostragem na medição da fase – o que torna inviável a medição com incidência normal para esses líquidos de baixíssima viscosidade.

Para aumentar a precisão somente da quantidade mensurável R_{12} , uma vantagem pode ser obtida quando a frequência de operação for alta. Por exemplo, se a frequência passasse para 150MHz, para a água, o resultado obtido seria $R_{12} = 0,99488$ e $\theta = -0,00514$ radianos. Note-se que a variação da quantidade θ também cresceu, embora a dificuldade em se obter essa medida experimental continua, porque o atraso no domínio do tempo do sinal se torna ainda menor quando a frequência aumenta. Isso é importante somente para melhorar a medida experimental de R_{12} .

Assim, para líquidos de baixa viscosidade, dentre as duas quantidades a serem medidas, a mais fácil em se obter é a magnitude R_{12} do coeficiente de reflexão. Para esses líquidos normalmente são empregadas altas frequências, pois a perda acústica causada pela presença do líquido durante uma reflexão é maior (Whorlow, 1992). Enquanto a determinação da mudança de fase θ entre a referência e a onda na presença de um líquido é pequena, tipicamente menor em valor absoluto do que 3° (Harrison e Barlow, 1981), e de difícil medição. Então é válido assumir $\cos \theta \cong 1$ e simplificar a equação (3.3), como mostra a seguinte expressão:

$$Z_2^* \cong \frac{Z_1(1 - R_{12})}{(1 + R_{12})} + j \frac{-2Z_1 R_{12} \text{sen } \theta}{(1 + R_{12})^2}. \quad (3.5)$$

Essa simplificação possibilita determinar somente a parte real R da impedância acústica do líquido com erros menores do que 1% (Harrison e Barlow, 1981). Pode-se desprezar a parte imaginária X da impedância acústica na região onde $X < R/5$ e quando G' se aproximar de G_∞ , para altas frequências. Assim, a equação (2.14) pode ser reduzida a $G' \cong R^2 / \rho_2$, quando o líquido se comporta como perfeitamente elástico. Essa aproximação pode ser encontrada em trabalhos onde se aplicam altas frequências

de operação, acima de 100MHz, (Barlow *et al.*, 1972) (Barlow e Erginsav, 1974) (Harrison e Barlow, 1981). O material utilizado na linha de retardo, para esses experimentos, foi sempre de quartzo cuja atenuação é baixa.

Dada a dificuldade em se medir a variação de fase, pode-se trabalhar somente com a magnitude do coeficiente de reflexão complexo, estabelecendo uma relação entre essas grandezas. Shah e Balasubramaniam (1996) mostram essa relação assumindo o comportamento de líquido Newtoniano. Assim, deve-se desprezar o componente elástico do módulo de cisalhamento complexo, $G' = 0$. A partir da equação (2.14), igualando os componentes ao quadrado da impedância acústica complexa da equação (3.3), obtém-se a seguinte relação entre a magnitude R_{12} e a variação de fase θ :

$$1 - 2R_{12}^2(1 + 2\text{sen}^2\theta) + R_{12}^4 = 0 \quad (3.6)$$

Esta relação e a equação (3.4) mostram que a viscosidade pode ser obtida ajustando a variação de fase a partir da magnitude para líquidos Newtonianos.

Uma possibilidade em aumentar a sensibilidade das quantidades mensuráveis é a utilização de múltiplas reflexões dos ecos dentro da própria linha de retardo (McSkimin e Andreatch Jr., 1967). O fator limitante é, naturalmente, a relação sinal ruído. Pelo menos o crescimento de uma ordem de grandeza nas quantidades medidas experimentalmente pode ser efetuada nesse modo (Moore e McSkimin, 1970). Esses autores investigaram as propriedades dinâmicas de cisalhamento de líquidos de baixa viscosidade (ao redor de 0,001Pa.s) nas frequências de 40MHz e 300MHz, selecionando o quinquagésimo e o vigésimo eco refletidos na interface sólido-líquido, respectivamente. Nesse arranjo experimental, para se ter medidas precisas da fase, é necessário que a temperatura na linha de retardo, cujo material é o quartzo, seja bem controlada com precisão de 0,01°C. Mostraram também que para medir a fase de maneira consistente é necessário se ter uma onda de propagação livre dos sinais espúrios, como por exemplo, os que resultam da difração. Além disso, as faces nas extremidades da linha de retardo devem ser bem polidas, planas e paralelas. A

estabilidade dos equipamentos eletrônicos na geração da frequência das ondas, na largura do pulso e no controle da tensão elétrica aplicada é crítica durante a medição.

Neste trabalho, serão utilizados líquidos com viscosidades entre 0,1 e 10Pa.s nos experimentos, e serão empregados transdutores com frequência entre 1 e 10MHz. Será empregado o método de múltiplas reflexões selecionando o primeiro e o segundo eco refletidos na interface sólido-líquido, os quais estão livres de ecos espúrios e com uma boa relação sinal ruído.

3.4 Método da Reflexão da Onda Cisalhamento para Incidência Oblíqua

A sensibilidade na medição da magnitude R_{12} do coeficiente complexo de reflexão e da variação da fase θ aumenta quando a incidência da onda de cisalhamento na interface passa a ser oblíqua. Sabendo que se o movimento das partículas é paralelo ao plano da interface, então somente ondas de cisalhamento são refletidas. Assim, a solução exata que satisfaz essa condição da onda refletida, demonstrada por O'Neil (1949), é dada por:

$$R_{12}^* = \frac{Z_2^* / \cos \varphi - Z_1 / \cos \psi}{Z_2^* / \cos \varphi + Z_1 / \cos \psi} \quad (3.7)$$

onde φ é o ângulo de incidência e ψ o ângulo de refração da onda de cisalhamento no líquido, como mostra a figura 3.2. Essa expressão mostra que a impedância apresentada pelo líquido é efetivamente aumentada de um fator de $1/\cos \varphi$. Assim, quando o ângulo de incidência φ aumenta, o efeito da presença do líquido viscoso sobre a onda de cisalhamento torna-se mais acentuado, conduzindo a um aumento na sensibilidade das quantidades mensuráveis do coeficiente de reflexão devido à variação da viscosidade

(Shah e Balasubramaniam, 1996). Como o meio 2 é um líquido, ψ é pequeno e pode-se assumir $\cos\psi \cong 1$, resultando numa perda que às vezes é desprezível na precisão. O ângulo φ normalmente empregado, encontra-se entre 75 e 80° , $\cos\varphi \cong 0,2$, resultando num aumento na sensibilidade de 5 vezes, comparado ao da incidência normal. Por essa razão alguns pesquisadores utilizam incidência oblíqua (Mason *et al.*, 1949) (Harrison e Barlow, 1981) (Alig *et al.*, 1997) (Mukai *et al.*, 1997.).

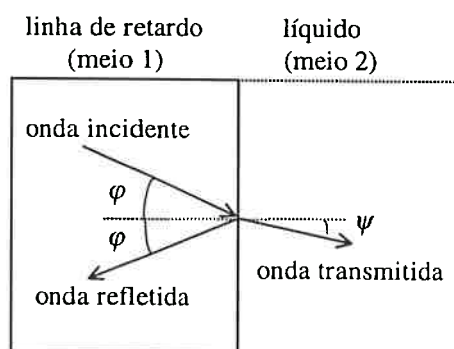


Fig. 3.2. Onda de cisalhamento incidindo obliquamente na interface entre dois meios.

Analogamente ao que foi desenvolvido para obter a equação (3.4), tem-se a seguinte expressão para a viscosidade dinâmica:

$$\eta_2 = \frac{-4(1 - R_{12}^2)R_{12}\sin\theta}{(1 + R_{12}^2 + 2R_{12}\cos\theta)^2} \frac{Z_1^2 \cos^2\varphi}{\omega\rho_2 \cos^2\psi} \quad (3.8)$$

Alig *et al.* (1997) verificaram que o erro para a aproximação adotada, $\cos\psi \cong 1$, é de aproximadamente 10% para o valor de G' de 600MPa, em medições feitas durante a formação de filmes poliméricos. Para melhorar a precisão na medição de R_{12} e θ , também se adota o método de múltiplas reflexões. Esse método opera normalmente na faixa de frequências entre 3 a 100 MHz (Mason e McSkimin, 1952.) (Whorlow, 1992). A dificuldade na manufatura das faces inclinadas, nas extremidades dos blocos de quartzo, com uma precisão melhor do que $1'$ é o que limita o uso em frequências mais altas.

Uma alternativa para esta técnica, que utiliza trens de pulsos em uma única frequência, é empregar transdutores de banda larga que geram ondas de cisalhamento e determinar a resposta do líquido para uma faixa larga de frequências. Segundo Alig *et al.* (1997) o principal problema desse arranjo é a disponibilidade desses transdutores de banda larga. Será visto neste trabalho, que essa desvantagem pode ser contornada utilizando-se a conversão de modo para gerar ondas de cisalhamento no método da reflexão para incidência normal, pois os transdutores de banda larga que geram ondas longitudinais são disponíveis comercialmente numa ampla faixa de frequências.

3.5 Parâmetros que Afetam o Coeficiente de Reflexão para Incidência Normal

São vários os parâmetros que influenciam a medição do coeficiente de reflexão, tais como: as propriedades do material da linha de retardo, as propriedades do líquido, como a densidade e a viscosidade, e a frequência de operação. Esses parâmetros são normalmente analisados com o modelo de líquido Newtoniano. Além disso, baseando os cálculos nos modelos de Maxwell e Voigt, podem-se identificar os efeitos mensuráveis sobre os coeficientes de reflexão devido ao comportamento de líquidos viscoelástico ou perfeitamente viscoso.

Nas simulações a seguir foi considerada incidência normal para se obter a onda refletida na interface sólido-líquido. A informação da magnitude R_{12} e da fase ($\pi + \theta$) do coeficiente de reflexão complexo foi obtida por meio da equação (3.1). As propriedades de dois meios sólidos, alumínio ($\rho_1=2700 \text{ kg/m}^3$ e $c_1=3130 \text{ m/s}$) e acrílico ($\rho_1=1180 \text{ kg/m}^3$ e $c_1=1430 \text{ m/s}$), foram usadas nas simulações. Para simular a presença do líquido, a sua impedância complexa foi usada como o produto da densidade pela velocidade de propagação complexa, segundo a equação (2.11). As velocidades de propagação nos modelos de Maxwell para um tempo de relaxação e Voigt foram

consideradas, respectivamente, como as equações (2.24) e (2.19), enquanto para o modelo de líquido Newtoniano adotou-se a equação (2.9).

As figuras 3.3a e 3.3b mostram, respectivamente, a magnitude do coeficiente de reflexão e a variação da fase em função do produto entre a densidade e a viscosidade do líquido considerado Newtoniano. As curvas foram representadas para três frequências diferentes da onda de cisalhamento, 1, 5 e 10 MHz. Nessas simulações, o acrílico foi utilizado como linha de retardo.

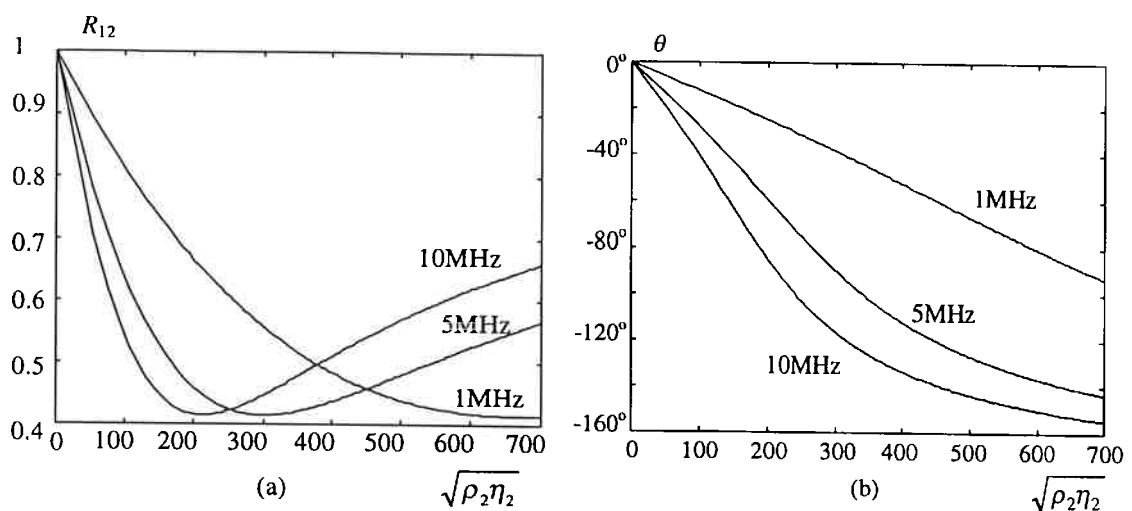


Fig. 3.3. Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da raiz quadrada do produto densidade-viscosidade para frequências diferentes (modelo de líquido Newtoniano).

Nota-se na figura (3.3), que quando se aumenta o produto densidade-viscosidade do líquido Newtoniano, a magnitude decresce (figura 3.3a) e a variação de fase, por outro lado, cresce em valor absoluto (figura 3.3b). Esse comportamento se mantém até a magnitude alcançar um limite inferior de 0,4142. Após esse limite as curvas representam as regiões onde o líquido Newtoniano tem uma maior impedância do que a impedância da linha de retardo. Na realidade, tal líquido Newtoniano de alta impedância não existe. Assim, a região antes desse limite representa o intervalo físico real na medição da viscosidade numa dada frequência. A inclinação dessas curvas indica a sensibilidade às medições. Esse modelo de líquido Newtoniano indica que o aumento da frequência de operação reduzirá o intervalo de viscosidade mensurável mas aumentará a sensibilidade nas medições. Sheen *et al.* (1996) verificaram experimentalmente que a

magnitude medida do coeficiente de reflexão pode ser menor do que 0,4142 para líquidos altamente viscosos. Embora isso possa acontecer, o limite inferior de R_{12} não será alcançado para a faixa de frequência e líquidos utilizados neste trabalho. A faixa de frequência varia de 1 a 10MHz e os líquidos utilizados, óleos automotivos e karo (produto alimentício à base de glucose de milho), apresentam os valores aproximados de $\sqrt{\rho_2 \eta_2}$ iguais a 25 e 120, respectivamente.

A figura 3.4 mostra o efeito da frequência de operação sobre as quantidades mensuráveis do coeficiente de reflexão complexo para uma região de viscosidade, definida entre 0 e 10Pa · s. O líquido considerado é Newtoniano com densidade ρ_2 igual a 900 kg/m³ e o material da linha de retardo é de alumínio. Como já visto, a frequência de operação controla a sensibilidade das curvas da magnitude e variação de fase do coeficiente de reflexão em função da viscosidade. Quando a frequência de operação aumenta, a inclinação da curva aumenta conduzindo a uma maior sensibilidade mesmo para pequenas mudanças na viscosidade.

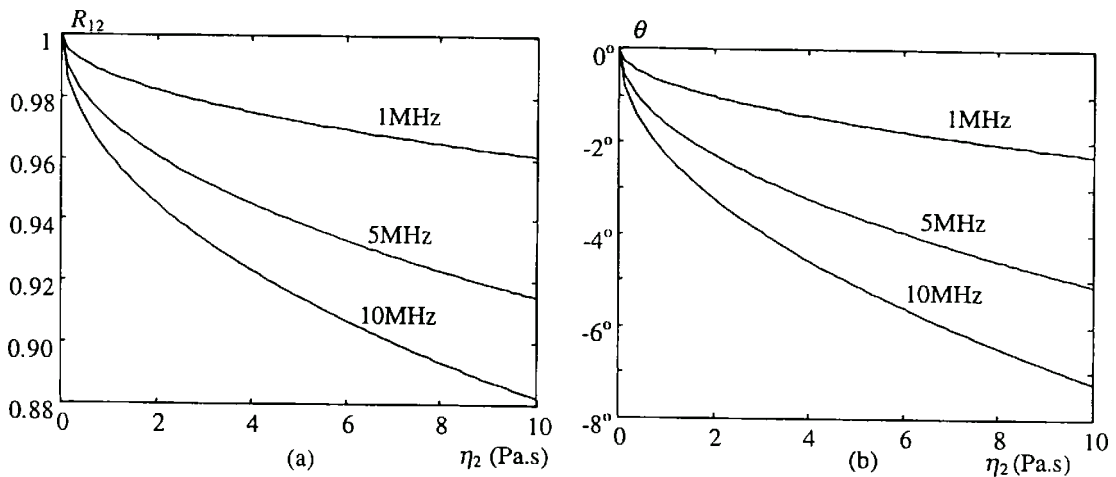


Fig. 3.4. Efeito da frequência de operação sobre as relações (modelo de líquido Newtoniano): (a) magnitude e viscosidade; (b) variação de fase e viscosidade.

A figura 3.5 mostra o efeito das propriedades do material da linha de retardo sobre as quantidades mensuráveis do coeficiente de reflexão complexo, para a região de viscosidade entre 0 e 10Pa · s. O líquido considerado é Newtoniano com densidade ρ_2 igual a 900 kg/m³, a frequência de operação adotada é de 5MHz e os materiais sólidos

utilizados na linha de retardo são o acrílico e o alumínio. Notem-se nessas curvas, que a linha de retardo de acrílico apresenta maior sensibilidade à mudança da viscosidade. Assim, a melhor sensibilidade da resposta à reflexão da onda de cisalhamento devido à mudança da viscosidade foi obtida para o sólido com melhor casamento de impedância. Nessa situação, tem-se a máxima energia transferida ao líquido e, conseqüentemente, variações maiores para a magnitude e fase do coeficiente de reflexão em relação à referência (interface sólido-ar).

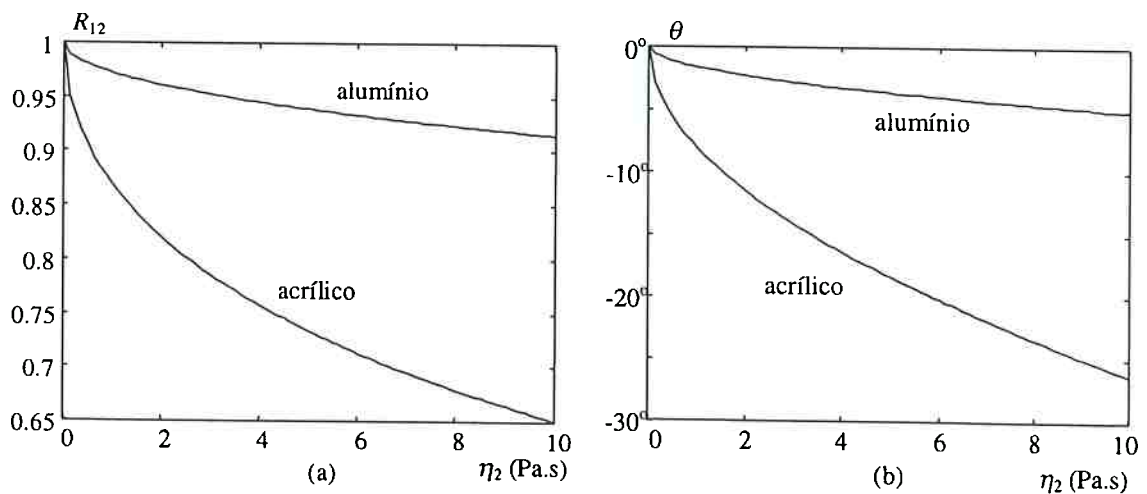


Fig. 3.5. Efeito das propriedades dos materiais da linha de retardo, alumínio e acrílico, sobre as relações (modelo de líquido Newtoniano): (a) magnitude e viscosidade; (b) variação de fase e viscosidade.

A figura 3.6 mostra o efeito da variação da densidade do líquido sobre as quantidades mensuráveis do coeficiente de reflexão complexo, para a região de viscosidade entre 0 e $10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$. O líquido considerado é Newtoniano com uma densidade ρ_2 igual a 900 kg/m^3 e outra igual a 1000 kg/m^3 , a frequência de operação adotada é de 5 MHz e o material utilizado na linha de retardo é o acrílico. Embora as propriedades do líquido ρ_2 e η_2 têm a mesma relação com o coeficiente complexo de reflexão, equação (3.4), o efeito da densidade sobre R_{12} e θ é uma ordem de grandeza menor do que o efeito da mudança de viscosidade. Isso acontece porque a mudança da densidade devido à variação de temperatura é normalmente uma ordem de grandeza menor do que a correspondente na mudança de viscosidade (Shah e Balasubramaniam, 1996).

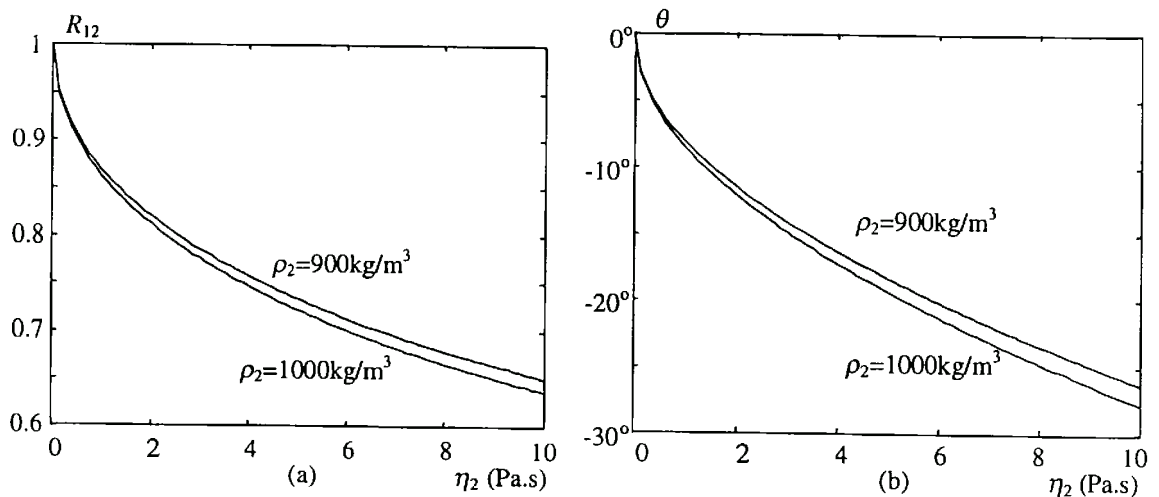


Fig. 3.6. Efeito da variação de densidade sobre as relações (modelo de líquido Newtoniano): (a) magnitude e viscosidade; (b) variação de fase e viscosidade.

A figura 3.7 examina os efeitos sobre as quantidades mensuráveis do coeficiente complexo de reflexão devido ao comportamento viscoelástico dos líquidos, para o modelo de Maxwell com um tempo de relaxação. As curvas mostradas nessa figura referem-se à magnitude (figura 3.7a) do coeficiente de reflexão e à variação da fase (figura 3.7b) em função da viscosidade do líquido viscoelástico. Foram representadas para quatro valores de módulos elásticos instantâneo de cisalhamento G_∞ . Nessas simulações, o acrílico foi utilizado como linha de retardo, a frequência de operação foi de 5MHz e adotou-se a densidade ρ_2 do líquido viscoelástico igual a 900 kg/m^3 . Nota-se nessa figura que o modelo de Maxwell aproxima-se do modelo de líquido Newtoniano quando $G_\infty = 10^{14} \text{ Pa}$. Além disso, prediz coeficientes de reflexão baixos ($< 0,4142$) se um G_∞ apropriado é escolhido.

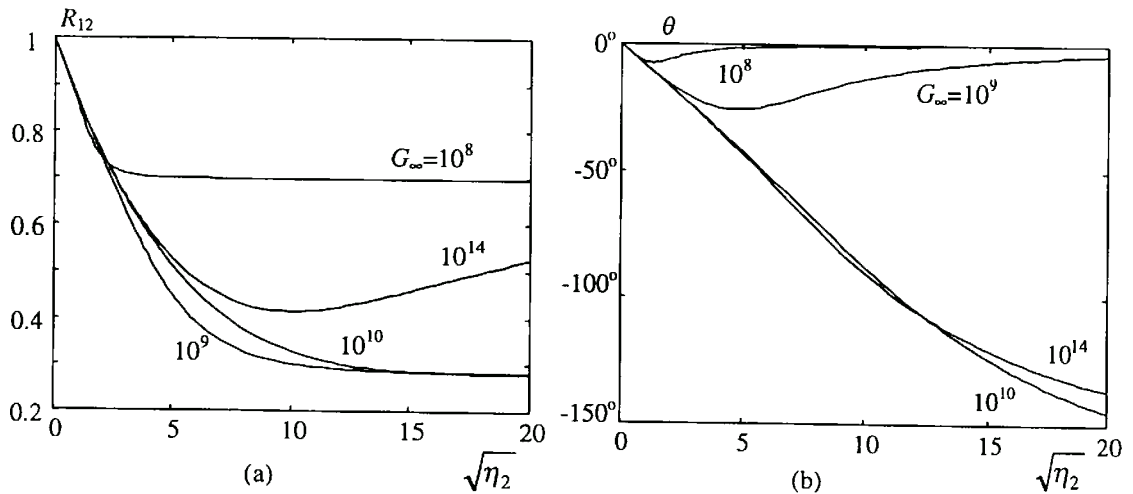


Fig. 3.7. Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da viscosidade para vários valores de G_∞ (modelo de Maxwell).

A figura 3.8 apresenta a dependência das quantidades mensuráveis, R_{12} e θ , em função da viscosidade para diferentes valores de frequência, 1, 5 e 10 MHz. Foi utilizado nessas simulações o modelo de Maxwell com $G_\infty = 10^9$ Pa. Adotou-se o acrílico como linha de retardo e $\rho_2 = 900$ kg/m³ como a densidade do líquido viscoelástico. No modelo de Maxwell também se observa que as altas frequências de operação são recomendadas para se ter uma melhor sensibilidade.

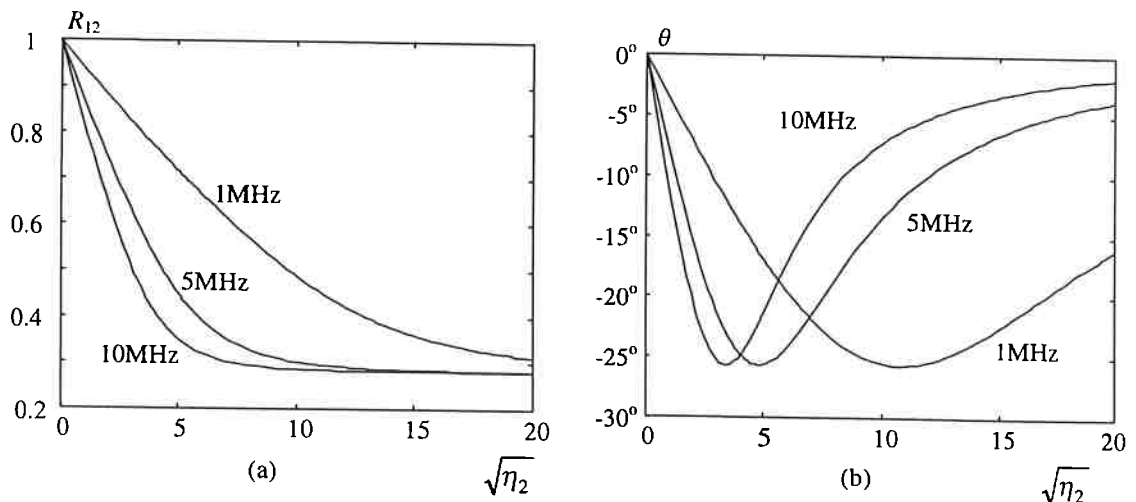


Fig. 3.8. Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da viscosidade para frequências diferentes (modelo de Maxwell).

As figuras 3.9a e 3.9b mostram, respectivamente, a magnitude do coeficiente de reflexão e a variação da fase em função da viscosidade, utilizando o modelo de Voigt para diferentes valores de G_∞ . Para essas simulações, o acrílico foi utilizado como linha de retardo, a frequência de operação foi de 5MHz e adotou-se a densidade ρ_2 do líquido viscoelástico igual a 900 kg/m^3 . Ao contrário do modelo de Maxwell, o G_∞ do modelo de Voigt aumenta quando o modelo desvia-se do modelo de líquido Newtoniano. Nota-se na figura que o modelo de Voigt aproxima-se do modelo de líquido Newtoniano quando $G_\infty = 10^5 \text{ Pa}$.

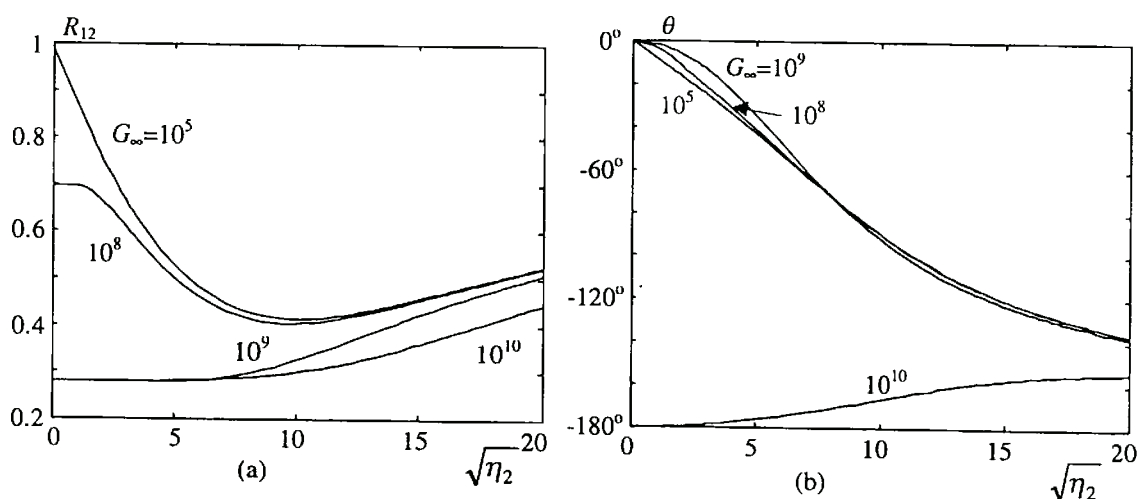


Fig. 3.9. Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da viscosidade para vários valores de G_∞ (modelo de Voigt).

A figura 3.10 mostra as quantidades mensuráveis do coeficiente de reflexão complexo em função da frequência para os modelos de Maxwell com um e dois tempos de relaxação e para o modelo de líquido Newtoniano. O líquido considerado apresenta densidade ρ_2 igual a 900 kg/m^3 e viscosidade a baixa frequência η_2 igual a 1 Pa.s e o material utilizado na linha de retardo é o alumínio. No modelo de Maxwell com um tempo de relaxação foi adotado $G_\infty = 10^9 \text{ Pa}$. No modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação a velocidade de propagação complexa foi considerada como a equação (2.30) e as constantes utilizadas na simulação foram: $G_{\infty,a} = 0,4 \cdot 10^7 \text{ Pa}$, $G_{\infty,b} = 1 \cdot 10^9 \text{ Pa}$, $\eta_a = 0,5 \text{ Pa.s}$ e $\eta_b = 0,5 \text{ Pa.s}$.

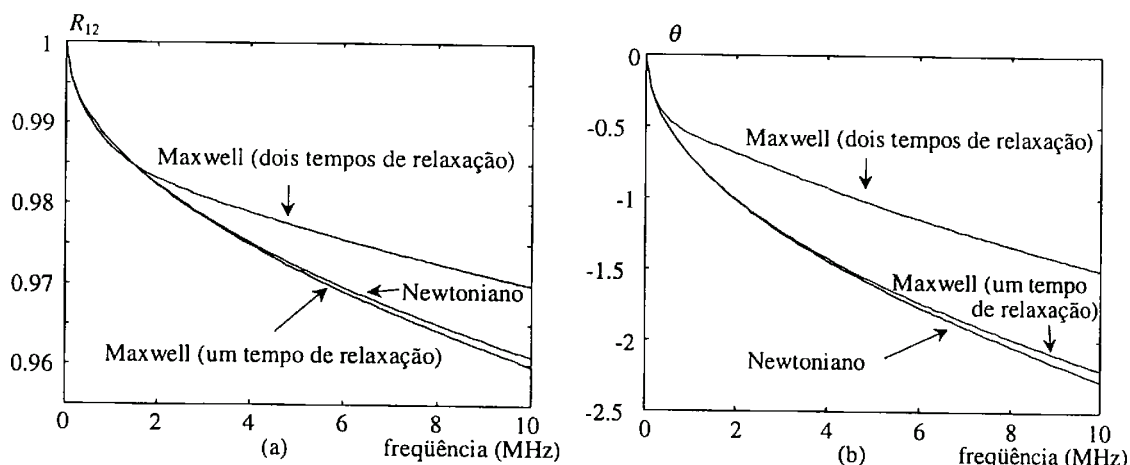


Fig. 3.10. Magnitude R_{12} e variação de fase θ em função da frequência para três modelos.

Note-se que na faixa de frequências utilizadas neste trabalho, o modelo de Maxwell com um tempo de relaxação aproxima-se do modelo de líquido Newtoniano. Por isso, é utilizado o modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação no ajuste das curvas teóricas aos dados experimentais. Uma das frequências de relaxação ($f_r = 1,3\text{MHz}$) usada nessa simulação está sobre a faixa de frequências mostrada na figura 3.10. O modelo de Voigt não foi considerado porque o líquido se comportaria como um meio perfeitamente elástico para baixas frequências. Além disso, o efeito viscoso só teria predominância numa situação de transiente ou quando a frequência de operação fosse muito alta, situações estas que não serão tratadas no presente trabalho.

Algumas informações complementares de simulações de ondas de cisalhamento refletidas numa interface sólido-líquido, com incidência normal, podem ser encontradas nos seguintes artigos: (Sheen *et al.*, 1995) (Shah e Balasubramaniam, 1996) (Sheen *et al.*, 1996).

3.6 Discussão

Neste capítulo, foi discutido o método da reflexão com incidência normal que será empregado na célula de medição de viscosidade com conversão de modo, descrita no capítulo 4. As simulações com o modelo de líquido Newtoniano mostraram que a variação é muito pequena para a magnitude e fase do coeficiente de reflexão na interface sólido-líquido em relação à reflexão no ar, dificultando a medida dessas grandezas. Uma possibilidade em aumentar a sensibilidade dessas grandezas é a utilização de múltiplas reflexões num meio sólido de acrílico (material com melhor casamento de impedância para meios líquidos), porém a frequência de operação será limitada pela relação sinal-ruído.

No capítulo 5, somente os modelos de líquido Newtoniano e Maxwell com dois tempos de relaxação serão considerados na comparação com os resultados experimentais. Esses dois modelos são parecidos quando tratados em baixas frequências ou quando o líquido for de baixa viscosidade, comportando-se como um líquido perfeitamente viscoso. Quando a frequência aumenta somente o modelo de Maxwell passa a descrever ambos os efeitos viscoso e elástico. Os líquidos utilizados neste trabalho apresentam esse comportamento de líquido perfeitamente viscoso em baixas frequências e viscoelástico em altas frequências.

CAPÍTULO 4

CÉLULAS DE MEDIÇÃO E ANÁLISE DE INCERTEZAS

4.1 Introdução

Neste capítulo, são apresentados os métodos de reflexão relativa e de múltiplas reflexões relativas, utilizados nas novas células de medição de viscosidade dinâmica de líquidos com conversão de modo de ondas longitudinais para ondas de cisalhamento e vice-versa. Bem como o dimensionamento das células utilizadas nos experimentos e uma análise de incertezas no cálculo das medidas inerentes às células de medição.

Os métodos empregados baseiam-se na medição do coeficiente de reflexão de uma onda plana de cisalhamento incidindo normalmente na interface entre um sólido e o líquido que se quer medir a viscosidade. Nesse caso, o coeficiente de reflexão é complexo, portanto, deve-se determinar sua fase e magnitude, utilizando-se como referência uma onda de cisalhamento refletida na interface de medição em contato com o ar. As ondas transmitidas e refletidas são medidas por um receptor de grande abertura com o objetivo de eliminar o efeito da difração.

4.2 Método de Reflexão Relativa

A célula de medição de viscosidade para uma única reflexão, proposta neste trabalho, usando conversão de modo, é apresentada na figura 4.1 e consiste de um emissor de cerâmica piezoelétrica, um receptor de PVDF, uma linha de retardo de PMMA (também designado como acrílico), uma linha de retardo de água e um prisma de material sólido (alumínio ou acrílico). A amostra líquida é colocada sobre a superfície de medição do prisma que se encontra do lado oposto à face inclinada. O emissor gera uma onda longitudinal pulsada no PMMA que atravessa a membrana de PVDF e gera o sinal a_T . A onda longitudinal alcança a face oblíqua do prisma onde é convertida numa onda de cisalhamento vertical (onda SV). A onda de cisalhamento alcança a interface sólido-amostra com incidência normal. Nessa interface, a onda de cisalhamento é refletida como uma onda de cisalhamento horizontal (onda SH), e pela reciprocidade retorna ao receptor como uma onda longitudinal que gera o sinal a_I .

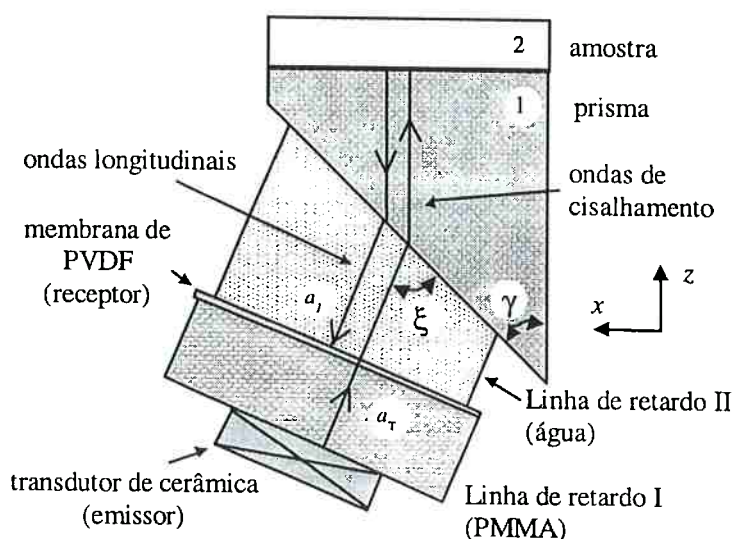


Fig. 4.1. Desenho esquemático da célula de medição utilizando ondas de cisalhamento para o método de reflexão relativa.

Os ângulos ξ e γ , mostrados na figura 4.1, são escolhidos de modo a existir somente ondas de cisalhamento no meio 1 e de garantir uma incidência normal na interface sólido-líquido. O ângulo de incidência da onda longitudinal na linha de retardo II é $(90 - \xi)$ graus.

O método empregado na medição da magnitude e fase do coeficiente de reflexão é na verdade um conjunto de duas medições à mesma temperatura. Primeiro, uma amostra de ar é usada como referência, obtendo os sinais $a_{T(ar)}$ e $a_{I(ar)}$. As transformadas de Fourier numa frequência particular são calculadas, resultando nos valores $A_{T(ar)}$ e $A_{I(ar)}$. Em seguida, a medição é repetida para a amostra líquida, obtendo $A_{T(liq)}$ e $A_{I(liq)}$.

Em termos dos coeficientes de reflexão e transmissão das interfaces, e da geometria e coeficientes de atenuação dos meios, os valores adquiridos pela transformada de Fourier dos sinais $A_{I(ar)}$ e $A_{I(liq)}$ são relacionados com aqueles dos respectivos sinais transmitidos $A_{T(ar)}$ e $A_{T(liq)}$ pelas seguintes expressões:

$$A_{I(ar)} = A_{T(ar)} T_{ap} (-1) T_{pa} e^{-2(\alpha_a \ell_a + \alpha_p \ell_p)} \quad (4.1)$$

e

$$A_{I(liq)} = A_{T(liq)} T_{ap} (R_{12}^*) T_{pa} e^{-2(\alpha_a \ell_a + \alpha_p \ell_p)}, \quad (4.2)$$

onde R_{12}^* é o coeficiente de reflexão complexo na interface entre o meio 1 (prisma) e o meio 2 (líquido); T_{ap} o coeficiente de transmissão da água para o prisma e T_{pa} em sentido inverso; ℓ_a o comprimento médio da linha de retardo II representado pela água; ℓ_p o comprimento médio do prisma; α_a o coeficiente de atenuação na água; α_p o coeficiente de atenuação no prisma. Os subscritos a , p referem-se aos meios água e prisma, respectivamente. Nota-se na expressão onde o meio 2 é o ar, que o coeficiente de reflexão vale -1 , pois a onda de cisalhamento refletida está 180° fora de fase em relação à onda incidente.

Assim, a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão complexo podem ser calculadas como a razão entre a segunda e a primeira medição. Para eliminar o

problema da instabilidade da eletrônica e dos transdutores (emissor e receptor), o método de reflexão relativa emprega uma normalização com relação aos sinais transmitidos $A_{T(liq)}$ e $A_{T(ar)}$. O coeficiente de reflexão complexo é dado por:

$$R_{12}^* = - \frac{A_{I(liq)} / A_{T(liq)}}{A_{I(ar)} / A_{T(ar)}}. \quad (4.3)$$

A partir dessa equação, determinam-se a magnitude R_{12} e a variação de fase θ do coeficiente de reflexão complexo, como mostrado a seguir:

$$R_{12} = |R_{12}^*| \quad \text{e} \quad \theta = \arctg \frac{\text{Im}(R_{12}^*)}{\text{Re}(R_{12}^*)} - \pi. \quad (4.4)$$

Substituindo essas quantidades mensuráveis na equação (3.4), obtém-se a viscosidade dinâmica do líquido para a frequência utilizada. Nesta montagem deve-se conhecer previamente a impedância acústica do prisma e a densidade do líquido.

A variação de fase também pode ser determinada no domínio do tempo, bastando multiplicar a diferença de tempo entre os sinais $a_{I(ar)}$ e $a_{I(liq)}$ – supondo um trem de ciclos de senóide de mesma frequência – pela frequência angular da onda.

4.3 Método de Múltiplas Reflexões Relativas

O método de múltiplas reflexões é usado para aumentar a sensibilidade das quantidades medidas experimentalmente (McSkimin e Andreatch, 1967). Neste trabalho é proposto o uso desse método aplicado a uma nova célula. A célula de medição de viscosidade para n reflexões usando conversão de modo e incidência normal, é apresentada na figura 4.2 e consiste de um emissor de cerâmica piezoelétrica, um receptor de membrana de PVDF, uma linha de retardo de PMMA, uma linha de retardo

de água, um prisma de alumínio e uma linha de retardo de medição de PMMA. A diferença na montagem desta célula em relação à outra é a presença da linha de retardo de medição fixada no prisma, possibilitando múltiplas reflexões no interior desta linha de retardo. Como visto anteriormente, a membrana é sensibilizada com o sinal a_T e a onda de cisalhamento é transmitida para o prisma por meio da conversão de modo. Nesse caso, a onda propaga-se no prisma até alcançar a interface definida pela linha de retardo de medição, onde o sinal é parcialmente transmitido e refletido. A parte refletida retorna para o receptor como a_0 . A parte transmitida propaga-se agora no interior dessa linha de retardo refletindo-se n vezes na interface definida pela amostra. Então surgem n ecos refletidos na interface com a amostra que retornam para o receptor de membrana, representados pelos sinais $a_1, a_2, a_3 \dots a_n$.

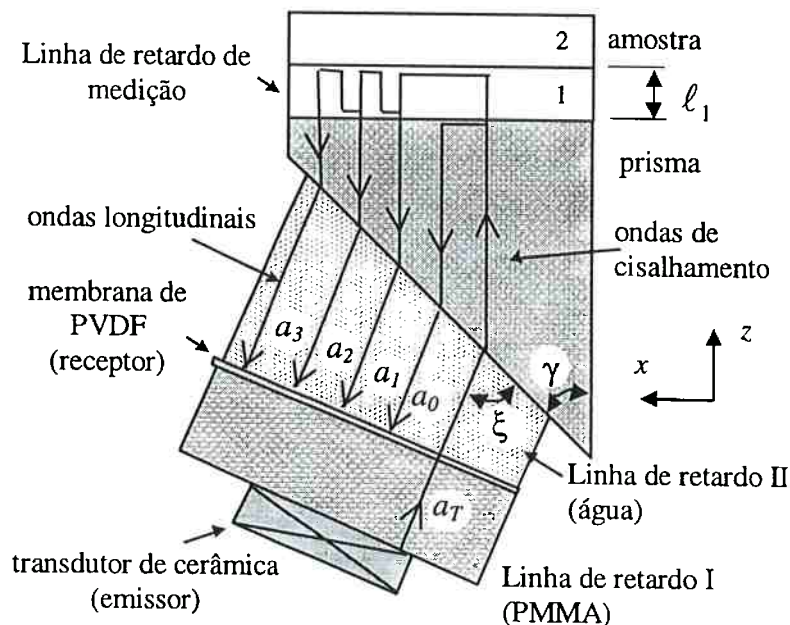


Fig. 4.2. Desenho esquemático da célula de medição utilizando ondas de cisalhamento para o método de múltiplas reflexões relativas.

No método de múltiplas reflexões relativas também se faz um conjunto de duas medições à mesma temperatura, uma para a amostra de ar e a outra para a amostra líquida. Usando ambos os n -ésimos ecos das respectivas medições, $a_{n(ar)}$ e $a_{n(liq)}$, tomam-se suas transformadas de Fourier, selecionando os respectivos valores complexos $A_{n(ar)}$ e $A_{n(liq)}$ para uma dada frequência no espectro de cada sinal. Além desses ecos, tomam-

se as transformadas de Fourier dos sinais transmitidos $a_{T(ar)}$ e $a_{T(liq)}$, resultando nos valores complexos $A_{T(ar)}$ e $A_{T(liq)}$ na mesma frequência escolhida acima.

Em termos dos coeficientes de reflexão e transmissão das interfaces, e da geometria e coeficientes de atenuação dos meios, os valores adquiridos pela transformada de Fourier dos n-ésimos ecos $A_{n(ar)}$ e $A_{n(liq)}$ são relacionados com aqueles dos respectivos sinais transmitidos $A_{T(ar)}$ e $A_{T(liq)}$ pelas seguintes expressões:

$$A_{n(ar)} = A_{T(ar)} T_{ap} T_{p1} (-1)^n (R_{1p})^{n-1} T_{1p} T_{pa} e^{-2(\alpha_a \ell_a + \alpha_p \ell_p + n \alpha_1 \ell_1)} \quad (4.5)$$

e

$$A_{n(liq)} = A_{T(liq)} T_{ap} T_{p1} (R_{12}^*)^n (R_{1p})^{n-1} T_{1p} T_{pa} e^{-2(\alpha_a \ell_a + \alpha_p \ell_p + n \alpha_1 \ell_1)}, \quad (4.6)$$

onde R_{12}^* é o coeficiente de reflexão complexo na interface entre o meio 1 (linha de retardo de medição) e o meio 2 (líquido); R_{1p} o coeficiente de reflexão na interface entre o meio 1 e o prisma; T_{ap} o coeficiente de transmissão da água para o prisma e T_{pa} em sentido inverso; T_{p1} o coeficiente de transmissão do prisma para o meio 1 e T_{1p} em sentido inverso; ℓ_a o comprimento médio da linha de retardo II representado pela água; ℓ_p o comprimento médio do prisma; ℓ_1 o comprimento do meio 1; α_a o coeficiente de atenuação na água; α_p o coeficiente de atenuação no prisma; α_1 o coeficiente de atenuação no meio 1. Os subscritos a , p e 1 referem-se aos meios água, prisma e linha de retardo de medição, respectivamente.

A partir das expressões acima, o coeficiente de reflexão complexo é dado por:

$$R_{12}^* = - \left(\frac{A_{n(liq)} / A_{T(liq)}}{A_{n(ar)} / A_{T(ar)}} \right)^{\frac{1}{n}}. \quad (4.7)$$

Como no outro método, também se pode utilizar uma normalização com relação a $A_{T(ar)}$ e $A_{T(liq)}$ para eliminar o problema da instabilidade da eletrônica e dos transdutores (emissor e receptor) entre as duas medições. Ao invés dessa normalização,

esta célula de medição permite utilizar uma outra normalização em relação às transformadas de Fourier dos sinais $a_{0(ar)}$ e $a_{0(liq)}$, representadas por $A_{0(ar)}$ e $A_{0(liq)}$. Sabendo-se que

$$A_{0(ar)} = A_{T(ar)} T_{ap} R_{p1} T_{pa} e^{-2(\alpha_a \ell_a + \alpha_p \ell_p)} \quad (4.8)$$

e

$$A_{0(liq)} = A_{T(liq)} T_{ap} R_{p1} T_{pa} e^{-2(\alpha_a \ell_a + \alpha_p \ell_p)}, \quad (4.9)$$

onde R_{p1} é o coeficiente de reflexão na interface entre o prisma e o meio 1, a equação (4.7) pode ser escrita como:

$$R_{12}^* = - \left(\frac{A_{n(liq)} / A_{0(liq)}}{A_{n(ar)} / A_{0(ar)}} \right)^{\frac{1}{n}}. \quad (4.10)$$

Assim, a magnitude R_{12} e a variação de fase θ do coeficiente de reflexão complexo são calculadas por:

$$R_{12} = |R_{12}^*| \quad \text{e} \quad \theta = \text{arctg} \frac{\text{Im}(R_{12}^*)}{\text{Re}(R_{12}^*)} - \pi. \quad (4.11)$$

Antes de substituir essas quantidades mensuráveis na equação (3.4), para obter a viscosidade dinâmica do líquido, deve-se calcular a velocidade de propagação da onda de cisalhamento no meio 1. Esse cálculo é baseado na medição da diferença de tempo Δt entre dois ecos consecutivos refletidos nas interfaces do meio 1, utilizando-se a técnica de correlação cruzada, melhorada com a utilização da transformada de Hilbert (Cabot, 1981). Assim, conhecendo *a priori* o comprimento da linha de retardo de medição ℓ_1 , calcula-se a velocidade c_1 dada por:

$$c_1 = \frac{2\ell_1}{\Delta t}. \quad (4.12)$$

Neste método de medição, as densidades do meio 1 e do líquido devem ser conhecidas de antemão.

A variação de fase também pode ser determinada no domínio do tempo pela seguinte expressão:

$$\theta = \frac{\Delta t_n \omega}{n}, \quad (4.13)$$

onde Δt_n é a diferença de tempo entre os n-ésimos ecos $a_{n(ar)}$ e $a_{n(liq)}$, refletidos na interface com o ar e com o líquido, respectivamente. Também é suposta uma excitação com um trem de ciclos de senóide de mesma frequência angular ω .

4.4 Análise de Incertezas

As incertezas¹ das grandezas experimentais medidas podem ser avaliadas inicialmente pela análise diferencial das equações, conhecidas as incertezas na determinação das amplitudes e fases dos sinais refletidos, da velocidade de propagação e densidade da linha de retardo de medição e da densidade do líquido. Para as análises a seguir, admite-se que a grandeza que se quer determinar é função de outras grandezas completamente independentes entre si. O desvio na grandeza desejada é dado em função dos desvios das outras grandezas pela teoria de propagação de erros (Vuolo, 1993).

A partir da equação (4.10), o desvio relativo na medida da magnitude ($\sigma_{R_{12}} / R_{12}$) do coeficiente de reflexão complexo pelo método de múltiplas reflexões relativas, utilizando o n-ésimo eco, é estimado por:

¹ A incerteza pode ser definida como o desvio da distribuição de erros.

$$\frac{\sigma_{R_{12}}}{R_{12}} = \frac{1}{n} \sqrt{\left(\frac{\sigma_{A_{n,(liq)}}}{A_{n,(liq)}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_{n,(ar)}}}{A_{n,(ar)}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_{0,(liq)}}}{A_{0,(liq)}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_{0,(ar)}}}{A_{0,(ar)}}\right)^2}, \quad (4.14)$$

onde $\frac{\sigma_{A_{n,(liq)}}}{A_{n,(liq)}}$, $\frac{\sigma_{A_{n,(ar)}}}{A_{n,(ar)}}$, $\frac{\sigma_{A_{0,(liq)}}}{A_{0,(liq)}}$ e $\frac{\sigma_{A_{0,(ar)}}}{A_{0,(ar)}}$ são os desvios relativos das magnitudes dos valores obtidos pela FFT dos ecos $A_{n,(liq)}$, $A_{n,(ar)}$, $A_{0,(liq)}$ e $A_{0,(ar)}$, respectivamente.

Já o desvio relativo na medida da fase (σ_θ / θ) é estimado a partir da equação (4.13) no domínio do tempo, como mostra a seguinte equação:

$$\frac{\sigma_\theta}{\theta} = \frac{\sigma_{\Delta t_n}}{\Delta t_n} = \frac{\omega \sigma_{\Delta t_n}}{n \theta}, \quad (4.15)$$

onde $\sigma_{\Delta t_n} / \Delta t_n$ é o desvio relativo da diferença de tempo entre os n-ésimos ecos $a_{n(ar)}$ e $a_{n(liq)}$, e $\sigma_{\Delta t_n}$ é o desvio na medida do tempo que está aproximado pelo período de amostragem do sinal no domínio do tempo ou a um valor menor que este quando feito no domínio da frequência (Cohen *et al.*, 1987). As equações (4.14) e (4.15) podem ser empregadas no método da reflexão relativa assumindo $n=1$, utilizando somente o primeiro eco refletido.

A partir da equação (3.4), tem-se a seguinte expressão relacionando os desvios relativos da viscosidade (σ_{η_2} / η_2) e densidade (σ_{ρ_2} / ρ_2) do líquido, velocidade de propagação (σ_{c_1} / c_1) e densidade (σ_{ρ_1} / ρ_1) da linha de retardo de medição, e magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo:

$$\frac{\sigma_{\eta_2}}{\eta_2} = \sqrt{\left(\frac{-2R_{12}^2}{1-R_{12}^2} + 1 - \frac{4R_{12}(R_{12} + \cos \theta)}{1+R_{12}^2+2R_{12}\cos \theta}\right)^2 \left(\frac{\sigma_{R_{12}}}{R_{12}}\right)^2 + \left(\frac{\theta}{\text{tg } \theta} + \frac{4\theta R_{12} \text{sen } \theta}{1+R_{12}^2+2R_{12}\cos \theta}\right)^2 \left(\frac{\sigma_\theta}{\theta}\right)^2 + \dots} \\ \dots + 4\left(\frac{\sigma_{c_1}}{c_1}\right)^2 + 4\left(\frac{\sigma_{\rho_1}}{\rho_1}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{\rho_2}}{\rho_2}\right)^2. \quad (4.16)$$

Com relação às grandezas mostradas nas equações acima, note-se que o desvio relativo é a razão entre o desvio padrão e o valor médio para cada uma delas.

Considera-se que os desvios nas medidas das magnitudes são aproximadamente iguais aos desvios na medida da amplitude dos sinais na conversão A/D. O ruído de quantização na conversão A/D com B bits tem a seguinte variância (Oppenheim e Schaffer, 1989):

$$\sigma_Q^2 = \left(\frac{V}{2^B} \right)^2 \frac{1}{12}, \quad (4.17)$$

onde V é a tensão elétrica de referência para o conversor (valor máximo na escala de medida). Como aproximação, considera-se que V seja numericamente igual a qualquer uma das magnitudes $A_{n(liq)}$, $A_{n(ar)}$, $A_{0(liq)}$ e $A_{0(ar)}$, pois deve-se trabalhar com todos os sinais próximos do fundo de escala visto que há normalização dos sinais. Para $B = 12$ bits, o desvio percentual é $\sigma_Q / V = 0,007\%$, que é um valor teórico, apesar de existirem outros erros resultantes da instrumentação e ruídos externos. Assim, para a simulação da propagação de erros há que se considerar um desvio percentual obtido experimentalmente. No caso, o valor utilizado foi igual a 0,1% para qualquer um dos sinais², muito embora possam ser encontrados valores maiores que esse ao se trabalhar com mais reflexões na interface de medição, devido à menor relação sinal-ruído.

A figura 4.3 apresenta o desvio percentual na determinação da viscosidade (σ_{η_2} / η_2) com uma resolução no tempo³ de 0,2ns e desvio percentual da magnitude dos sinais de 0,1%. Como variáveis têm-se a frequência, o número de reflexões e as

² Esse valor foi obtido experimentalmente a partir de um conjunto de oito aquisições dos sinais, utilizando a FFT.

³ Cohen *et al.* (1987) verificaram que a medida do atraso no tempo é mais precisa no domínio da frequência quando se usa a FFT. No presente trabalho, foram realizadas simulações utilizando esse método, e se pôde constatar a possibilidade de se medir intervalos de tempo de 1/10 do período de amostragem para um nível de ruído próximo ao dos sinais.

viscosidades a baixa frequência⁴. Foi utilizado nessas simulações o modelo de Maxwell de dois tempos de relaxação ($G_{\infty,a} = 0,4 \cdot 10^7 \text{ Pa}$, $G_{\infty,b} = 1 \cdot 10^9 \text{ Pa}$, $\eta_a = \eta_b = \eta_{\text{baixa frequência}} / 2$) que fornecia os valores de R_{12} e θ em cada ponto das curvas. Adotou-se, o acrílico ($\rho_1 = 1180 \text{ kg/m}^3$ e $c_1 = 1400 \text{ m/s}$) como o material da linha de retardo de medição e $\rho_2 = 900 \text{ kg/m}^3$ como a densidade do líquido viscoelástico. Os outros desvios percentuais foram admitidos iguais a zero⁵ ($\sigma_{c_1} / c_1 = \sigma_{\rho_1} / \rho_1 = \sigma_{\rho_2} / \rho_2 = 0\%$).

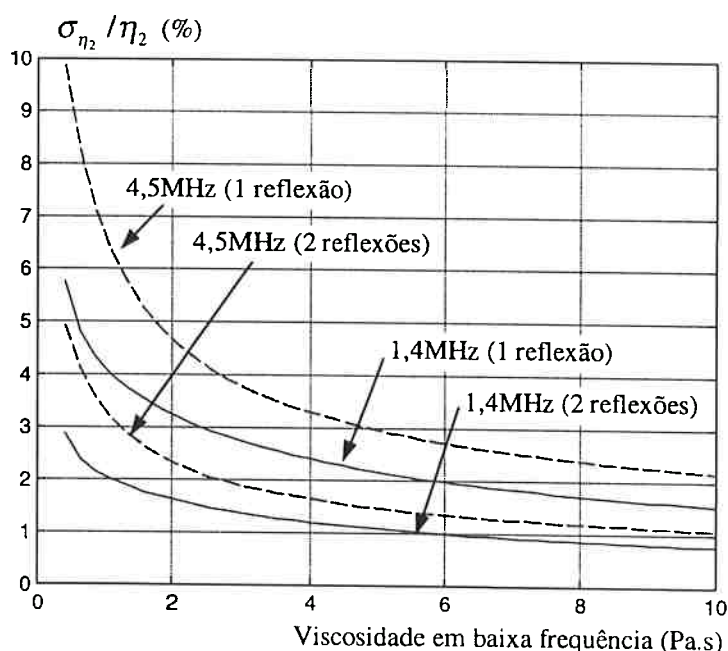


Fig. 4.3. Desvio percentual na determinação da viscosidade utilizando o modelo de Maxwell (admitiu-se uma resolução no tempo de 0,2ns e um desvio percentual da magnitude de 0,1%).

A figura 4.3 mostra que os desvios na viscosidade diminuem para líquidos mais viscosos e para o n-ésimo eco, neste caso, foi considerado $n = 2$. A influência maior na medida da viscosidade ocorre mesmo para pequenos desvios na magnitude, porém como os desvios na fase são grandes essa incerteza também apresenta uma grande influência

⁴ Para saber o desvio na viscosidade em alta frequência, deve-se entrar com o valor da viscosidade obtida com o viscosímetro (baixa frequência), valor este utilizado nas simulações.

⁵ Os desvios das densidades foram admitidos iguais a zero porque têm pouca influência nos resultados e seus valores já são determinados *a priori*. Foi verificado experimentalmente que o desvio da velocidade de propagação é menor do que 0,04%.

na medição. Portanto, as medições da magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo são os pontos mais críticos no método de determinação da viscosidade η_2 . Aumentar a frequência de operação no modelo de Maxwell não é bom, porque o desvio na fase aumenta ainda mais e passa a ter uma maior influência do que o desvio na magnitude, que por sua vez diminui. Observou-se que os desvios σ_{c_1}/c_1 , σ_{ρ_1}/ρ_1 e σ_{ρ_2}/ρ_2 passam a ter maior influência nos resultados quando a viscosidade do líquido aumenta, pois os desvios devido à magnitude e fase diminuem.

Admitindo que o líquido seja Newtoniano, é interessante escrever a equação (3.4) em função somente da magnitude do coeficiente de reflexão, eliminando a fase com a equação (3.6). Assim, o desvio relativo associado à medida da viscosidade para líquidos Newtonianos pode ser estimado da seguinte expressão:

$$\frac{\sigma_{\eta_2}}{\eta_2} = \sqrt{\left(\frac{-8R_{12}^2}{(1-R_{12}^2)\sqrt{6R_{12}^2-R_{12}^4-1}} \right)^2 \left(\frac{\sigma_{R_{12}}}{R_{12}} \right)^2 + 4 \left(\frac{\sigma_{c_1}}{c_1} \right)^2 + 4 \left(\frac{\sigma_{\rho_1}}{\rho_1} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{\rho_2}}{\rho_2} \right)^2} \quad (4.18)$$

Nota-se na equação (4.18), que ao igualar a zero o termo de dentro da raiz do primeiro quociente, $6R_{12}^2 - R_{12}^4 - 1 > 0$, tem-se o limite inferior de 0,4142 que define a região onde a viscosidade existe para esse modelo, como já visto na figura 3.3, este valor não será alcançado pelos líquidos utilizados neste trabalho. Essa equação indica que o desvio na medida da viscosidade depende muito da magnitude do coeficiente de reflexão. Portanto, o desvio na viscosidade será grande se a impedância do material da linha de retardo de medição for grande. Assim, para as linhas de retardo de alta impedância de cisalhamento que impossibilitam o casamento de impedância com a maioria dos líquidos de interesse, a medição de viscosidade não somente perde em sensibilidade (conforme figura 3.5), mas também introduz uma grande incerteza na medição. Selecionar um material apropriado da linha de retardo de medição é um passo crítico na medição do coeficiente de reflexão.

A figura 4.4 apresenta o desvio percentual na determinação da viscosidade (σ_{η_2}/η_2) supondo o modelo de líquido Newtoniano. Foi utilizado um desvio percentual

da magnitude dos sinais de 0,1%. Como variáveis tem-se a frequência, o número de reflexões e as viscosidades dos líquidos Newtonianos (baixa frequência). Adotou-se, o acrílico ($\rho_1 = 1180 \text{ kg/m}^3$ e $c_1 = 1400 \text{ m/s}$) como o material da linha de retardo de medição e $\rho_2 = 900 \text{ kg/m}^3$ como a densidade do líquido Newtoniano. Os outros desvios percentuais foram admitidos iguais a zero ($\sigma_{c_1} / c_1 = \sigma_{\rho_1} / \rho_1 = \sigma_{\rho_2} / \rho_2 = 0\%$).

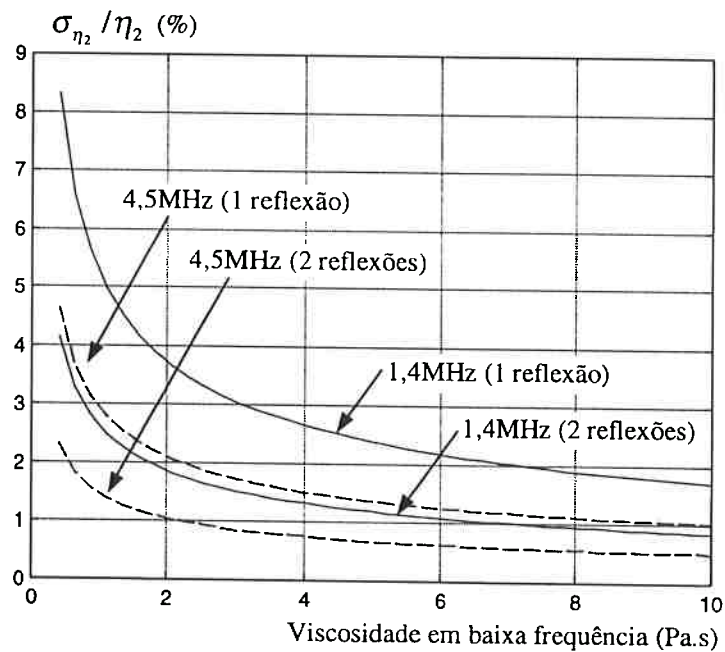


Fig. 4.4. Desvio percentual na determinação da viscosidade utilizando o modelo de líquido Newtoniano (admitiu-se um desvio percentual da magnitude de 0,1%).

Na figura 4.4, as curvas mostram os mesmos efeitos que o aumento da viscosidade do líquido e do número de reflexões do eco de análise ($n = 2$) causariam nos desvios da viscosidade estimada, diminuindo a incerteza. Nesse modelo de líquido Newtoniano, o aumento na frequência ajuda a diminuir o desvio da magnitude, única grandeza mensurável, conseqüentemente diminui a incerteza na viscosidade, ao contrário do modelo de Maxwell que trabalha com duas grandezas mensuráveis.

4.5 Dimensionamento das Células

Nesta seção, apresenta-se o dimensionamento das células utilizadas nos experimentos para o método da reflexão relativa e para o método de múltiplas reflexões relativas. Inicialmente é mostrado como é construído o transdutor duplo elemento, constituído por um emissor e receptor independentes, em seguida são apresentados os prismas utilizados na conversão de modo com suas respectivas interfaces de medição. Por último, tem-se o sistema de vínculo que garante o ajuste da inclinação do transdutor com o prisma. Esse conjunto formado pelo transdutor duplo elemento, o sistema de vínculo e o prisma é designado pelo nome de célula de medição.

4.5.1 Transdutor Duplo Elemento

O transdutor utilizado neste trabalho é designado como transdutor duplo elemento (TDE) e tem na mesma montagem o emissor e o receptor separados por um meio sólido (figura 4.5). Esta construção particular foi proposta anteriormente por Habeger e Wink (1990) com o objetivo único de separar os sinais elétricos da emissão e da recepção. Adamowski (1993) realizou uma montagem semelhante com os objetivos principais de evitar os efeitos da difração acústica nos sinais recebidos e a variação das amplitudes desses sinais, ocasionada pela instabilidade da eletrônica e da cerâmica piezoelétrica empregadas no sistema de excitação com o passar do tempo. O problema da difração é eliminado pelo receptor de grande abertura, constituído por uma membrana piezoelétrica de PVDF, capaz de interceptar todo campo acústico do eco mais distante. Já o problema da variação nos componentes eletrônicos durante a excitação é eliminado por um sinal que funciona como uma referência, adquirido sempre pelo receptor antes que este atinja a amostra. Dessa maneira, caso ocorra alguma alteração no nível ou na fase do sinal de excitação, esta pode ser compensada com o sinal referência, pois as medidas serão relativas.

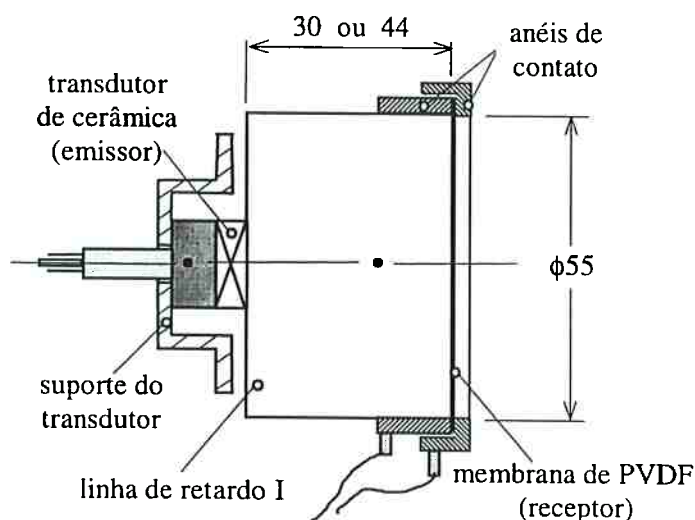


Fig. 4.5. Desenho mecânico do transdutor duplo elemento - TDE.

A figura 4.5 mostra o desenho esquemático do TDE com suas principais dimensões usadas neste trabalho, onde o emissor é um dos transdutores cerâmicos comercialmente disponíveis, indicados na tabela 4.1, e o receptor é uma membrana de PVDF de $28\mu\text{m}$ de espessura que tem ambas as faces metalizadas com ouro, formando os seus eletrodos. Essa membrana apresenta um diâmetro de aproximadamente 55mm (diâmetro ativo do receptor), sendo que um lado dela é fixado à linha de retardo I com uma fina camada de adesivo do tipo epóxi, evitando-se a presença de bolhas de ar, e o outro lado está em contato direto com a água (linha de retardo II) que faz o acoplamento do TDE com a face oblíqua do prisma. A linha de retardo I é constituída de um material de acrílico que oferece um bom casamento de impedância com a membrana e a água, minimizando as reflexões na membrana conforme mostra o seu coeficiente de transmissão de potência (figura 4.6). Além disso, esse material é transparente, permitindo uma visualização qualitativa da sua montagem com a membrana.

Tabela 4.1. Transdutores piezoelétricos de banda larga utilizados nos experimentos:

Fabricante/Modelo	Diâmetro (mm)	Frequência (MHz)
Panametrics / A314 S	19	1,0
Aerotech / non focused	19	1,6
Panametrics / A381 S	19	3,5
Panametrics / A308 S	19	5
Panametrics / A315 S	19	10

No caso de uma onda plana incidindo normalmente numa camada (meio 2) de espessura L uniforme situada entre dois meios de impedâncias acústicas diferentes, o coeficiente de transmissão de potência PT através dela é dado pela expressão (Kinsler *et al.*, 1982):

$$PT = \frac{4}{2 + \left(\frac{Z_3}{Z_1} + \frac{Z_1}{Z_3} \right) \cos^2 k_2 L + \left(\frac{Z_2^2}{Z_1 Z_3} + \frac{Z_1 Z_3}{Z_2^2} \right) \sin^2 k_2 L} \quad (4.19)$$

onde Z_1 , Z_2 e Z_3 são as impedâncias acústicas dos respectivos meios 1, 2 e 3, e k_2 é o número de onda do meio 2. Essa equação é usada para analisar o requisito de máxima potência de transmissão no TDE, onde os subscritos 1, 2 e 3 referem-se, respectivamente, à linha de retardo I, membrana de PVDF e água. Para o cálculo desse coeficiente, admitiu-se as seguintes propriedades dos polímeros (Hartmann e Jarzynski, 1974) utilizados no TDE e da água: $Z_1 = 3,2 \cdot 10^6 \text{ kg/m}^2$, $Z_2 = 3,4 \cdot 10^6 \text{ kg/m}^2$ e $Z_3 = 1,5 \cdot 10^6 \text{ kg/m}^2$. O resultado desse cálculo é apresentado na figura 4.6 para uma membrana de espessura igual a $28 \mu\text{m}$ e $52 \mu\text{m}$. As espessuras dos eletrodos de ouro foram desprezadas no cálculo, pois são muito pequenas da ordem de 200 nm . A atenuação nos meios também foi desprezada. Observe-se que o requisito de máxima energia de transmissão é obtido com a membrana de $28 \mu\text{m}$ para essa faixa de frequência, e que a transmissão é maior para frequências menores.

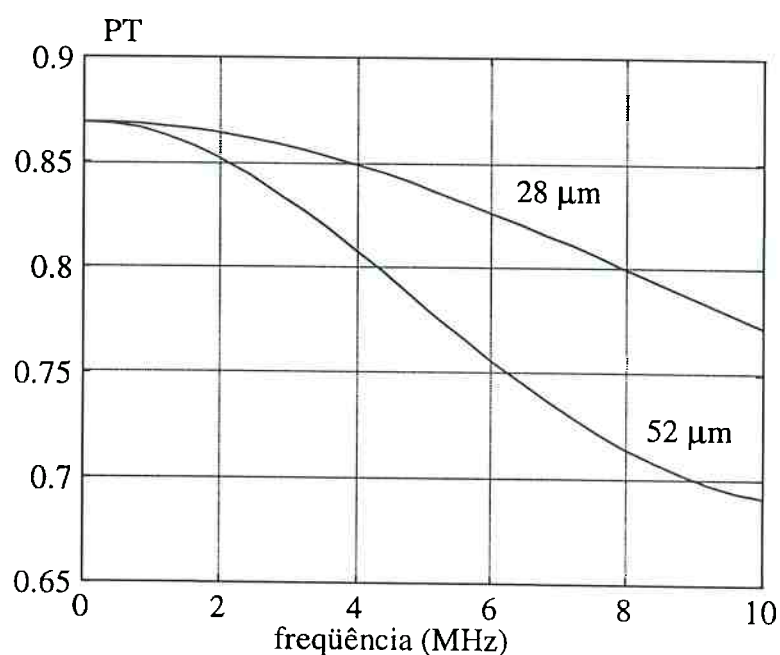


Fig. 4.6. Coeficientes de transmissão de potência (PT) em função da frequência.

Como a transmissão na membrana não é total, é importante dimensionar o comprimento da linha de retardo para garantir que os ecos espúrios não interfiram com os ecos de interesse. Foram construídos¹ dois protótipos do transdutor com o mesmo tipo de membrana de espessura 28 μm utilizando dois comprimentos para a linha de retardo I (30 e 44 mm). A vantagem da linha de retardo de maior comprimento é que possibilita adquirir mais ecos no método de múltiplas reflexões sem superposição, no entanto, isso implica numa maior atenuação do sinal que atinge o receptor. Portanto, deve haver um compromisso entre a atenuação e o número de reflexões desejadas.

4.5.2 Prismas

Para o método da reflexão relativa, foram usinados dois prismas, um de alumínio e outro de acrílico, conforme mostra a figura 4.7. Utilizando-se o prisma de alumínio na temperatura de 20°C, a célula é projetada para se ter um ângulo de incidência de 19° para a onda longitudinal e um ângulo refratado de 43° para a onda de cisalhamento.

Nesse caso, o ângulo γ (definido na figura 4.2) da face oblíqua do prisma, que garante a incidência normal da onda de cisalhamento sobre a interface de medição, é de 47° . Por outro lado, utilizando-se o prisma de acrílico, os ângulos de incidência e refratado são de 47° e 45° , respectivamente, logo, tem-se $\gamma = 45^\circ$. O cálculo dos ângulos foi baseado em alguns dados tabelados e outros experimentais.

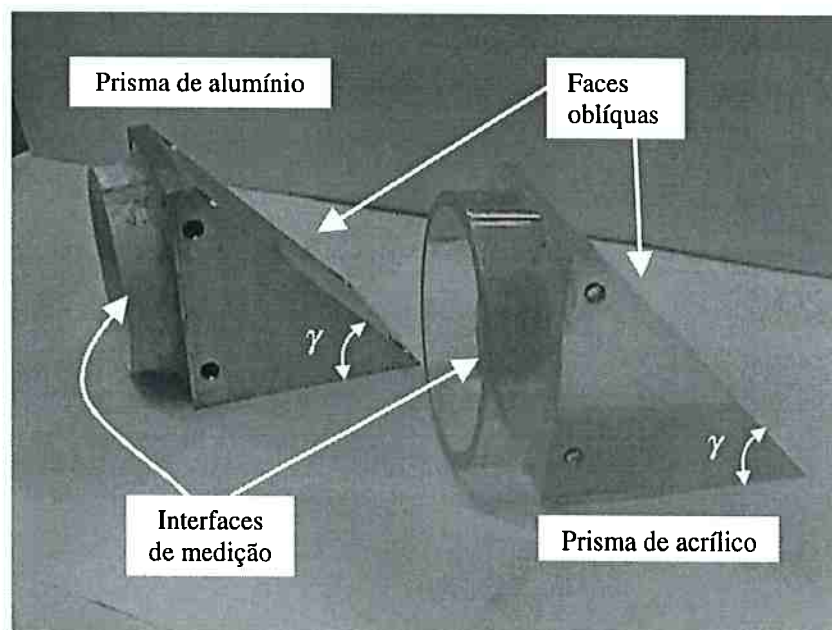


Fig. 4.7. Vistas dos prismas de alumínio e acrílico.

O critério de escolha desses ângulos de incidência foi definido por um ponto cujo coeficiente de transmissão² da onda P era zero, dentro da região onde o coeficiente de transmissão de potência da onda P também era zero (figura 2.11). Na figura 4.8 são mostradas as curvas dos coeficientes de transmissão da onda P para os respectivos prismas. A água foi utilizada na linha de retardo II, por onde a onda longitudinal propaga-se até atingir o prisma.

¹ As figuras 4.11 e 4.12 mostram as fotos das células utilizadas com os protótipos do transdutor de comprimento 30 e 44 mm, respectivamente. A figura 4.10 mostra o desenho da célula com o mesmo transdutor de comprimento 30mm.

² O coeficiente de transmissão da onda P é definido pela razão entre a magnitude da onda transmitida (onda P) e a magnitude da onda incidente (onda longitudinal).

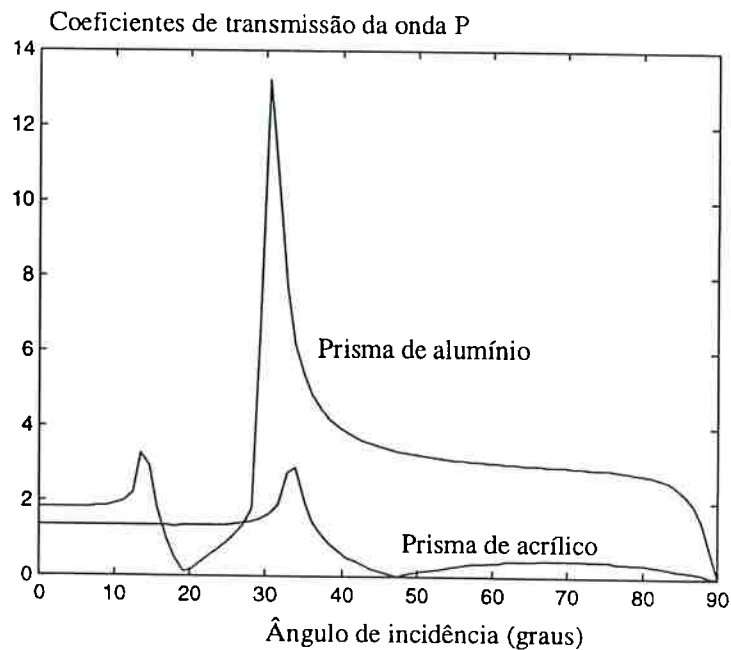


Fig. 4.8. Coeficientes de transmissão da onda P em função do ângulo de incidência nas interfaces água-alumínio e água-acrílico.

A figura 4.9 mostra a relação entre o ângulo de incidência da onda longitudinal e o ângulo refratado da onda de cisalhamento para ambos os prismas. Note-se que o ângulo refratado no prisma de alumínio é mais sensível a pequenas variações do ângulo de incidência. Por exemplo, para uma variação de $+0,5^\circ$ o ângulo refratado é acrescido de $+1,4^\circ$ no prisma de alumínio e $+0,4^\circ$ no prisma de acrílico. Assim, deve-se ter um ajuste mais fino no ângulo de incidência para o prisma de alumínio. Será visto no capítulo 5 de resultados experimentais que essa variação no ângulo não influi muito nas medidas feitas com o prisma de alumínio, para uma frequência de análise de 1,4MHz.

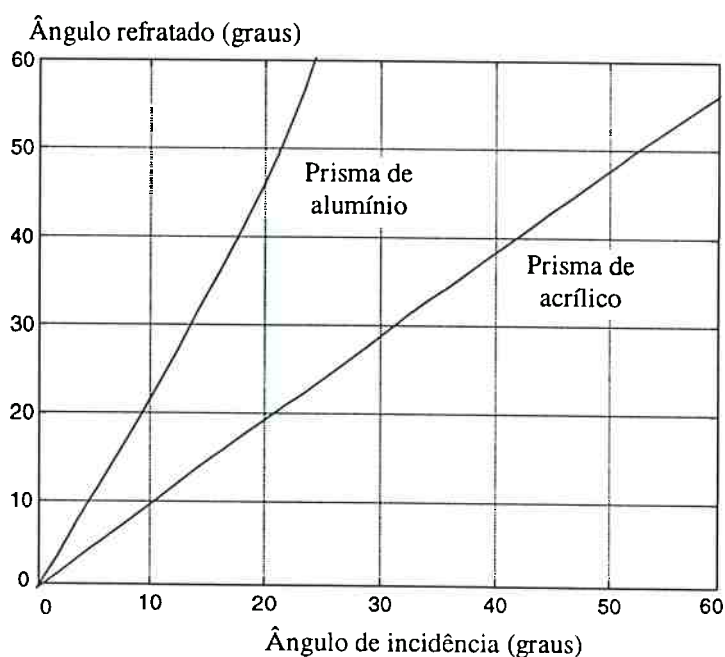


Fig. 4.9. Relação entre os ângulos incidente e refratado nas interfaces água-alumínio e água-acrílico, segundo a lei de Snell.

O efeito no ângulo refratado para uma variação da temperatura de $\pm 5^{\circ}\text{C}$ é de aproximadamente $\pm 0,6^{\circ}$ para o prisma de alumínio e $\pm 0,8^{\circ}$ para o prisma de acrílico. Note-se que o ângulo refratado no prisma de alumínio muda menos com a variação de temperatura e é menor do que aquele obtido na variação de $0,5^{\circ}$ do ângulo de incidência. Conseqüentemente, a refração no alumínio sofre menor influência devido à variação de temperatura.

Para o método de múltiplas reflexões relativas, foram usados dois prismas de alumínio, seguindo o mesmo procedimento acima nas temperaturas de 20°C e 25°C . Na temperatura de 25°C , o ângulo γ foi de 45° . Em cada um desses prismas foi fixado um tarugo de acrílico - representado na figura 4.2 pela linha de retardo de medição - cujo comprimento ℓ_1 deve ser pequeno para reduzir o efeito da atenuação sobre a onda de cisalhamento, mas ainda grande o suficiente para permitir a resolução no tempo dos sinais a_0 , a_1 , a_2 etc. Os comprimentos foram dimensionados para não ocorrer superposição desses sinais, devido às múltiplas reflexões, resultando após usinagem em 4,07mm (na temperatura 20°C) e 5,07mm (na temperatura de 25°C). A usinagem desses tarugos de diâmetro 70mm e 75mm produz um desalinhamento típico de 0,01mm/60mm

entre suas interfaces, que pode introduzir um desvio na direção de propagação da onda de cisalhamento de $0,5^\circ$, mesma ordem de grandeza dos desvios vistos acima para o ângulo refratado.

4.5.3 Células de Medição

A célula de medição foi projetada para garantir o ajuste do ângulo de incidência da onda longitudinal sobre a face oblíqua do prisma, a fim de se ter uma incidência normal da onda de cisalhamento na interface de medição. O melhor ajuste é obtido quando o sinal recebido é maximizado, verificando diretamente no osciloscópio que as amplitudes dos ecos, por exemplo, a_0 , a_1 e a_2 são máximas.

Foram construídos dois sistemas de vínculos que possibilitam prender o TDE ao prisma, garantindo o ajuste angular. Nas figuras 4.10 e 4.11, é mostrado o primeiro sistema com dois movimentos de rotação e um de translação. O movimento de translação é importante na verificação da superposição de ecos espúrios com os ecos de interesse, afastando e aproximando o TDE da face oblíqua do prisma. Observou-se, durante os experimentos, que a variação das amplitudes dos sinais é mais sensível ao ajuste da rotação II do que ao da rotação I, pois é a rotação II que garante a conversão de modo. Na figura 4.12, é mostrado o segundo sistema de vínculo. Nesse caso, são utilizados quatro parafusos que funcionam como hastes de apoio na inclinação do transdutor e dois parafusos intermediários de fixação. Os parafusos de apoio possibilitam realizar ajustes mais finos na inclinação do TDE, pois o movimento de translação relativo ao suporte é convertido em rotação deste. Assim, conhecendo o passo dos parafusos e a distância entre eles, pode-se estimar a rotação do TDE. Além disso, esses quatro parafusos, se movimentados juntos, fazem com que o TDE se afaste ou se aproxime da face oblíqua.

Foram feitos vários arranjos com os componentes do TDE, do prisma e do sistema de vínculo, que resultaram em três células de medição: CRR (célula com reflexão relativa), $CMR_{(1)}$ (célula com múltiplas reflexões – primeira versão) e $CMR_{(2)}$

(célula com múltiplas reflexões – segunda versão). A célula CRR, mostrada na figura 4.10, foi montada para o método da reflexão relativa, utilizaram-se o TDE de comprimento igual a 30mm e os prismas de alumínio e acrílico.

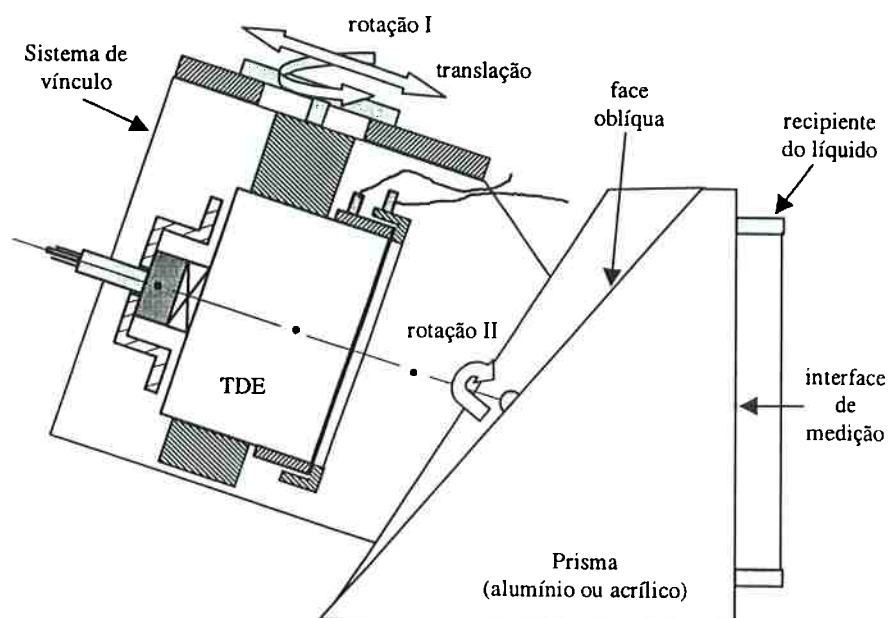


Fig. 4.10. Célula de medição para o método da reflexão relativa (CRR).

A célula $CMR_{(1)}$, mostrada na figura 4.11, foi montada para o método de múltiplas reflexões relativas, utilizaram-se o TDE de comprimento igual a 30mm e o prisma de alumínio fixado a uma linha de retardo de medição de comprimento $\ell_1 = 4,07\text{mm}$, diâmetro 70mm e material de acrílico.

A célula $CMR_{(2)}$, mostrada na figura 4.12, foi montada para o método de múltiplas reflexões relativas com a finalidade de se ter um ajuste mais fino do ângulo de incidência. Utilizaram-se o TDE de comprimento igual a 44mm e o prisma de alumínio fixado a uma linha de retardo de medição de comprimento $\ell_1 = 5,07\text{mm}$, diâmetro 75mm e material de acrílico.

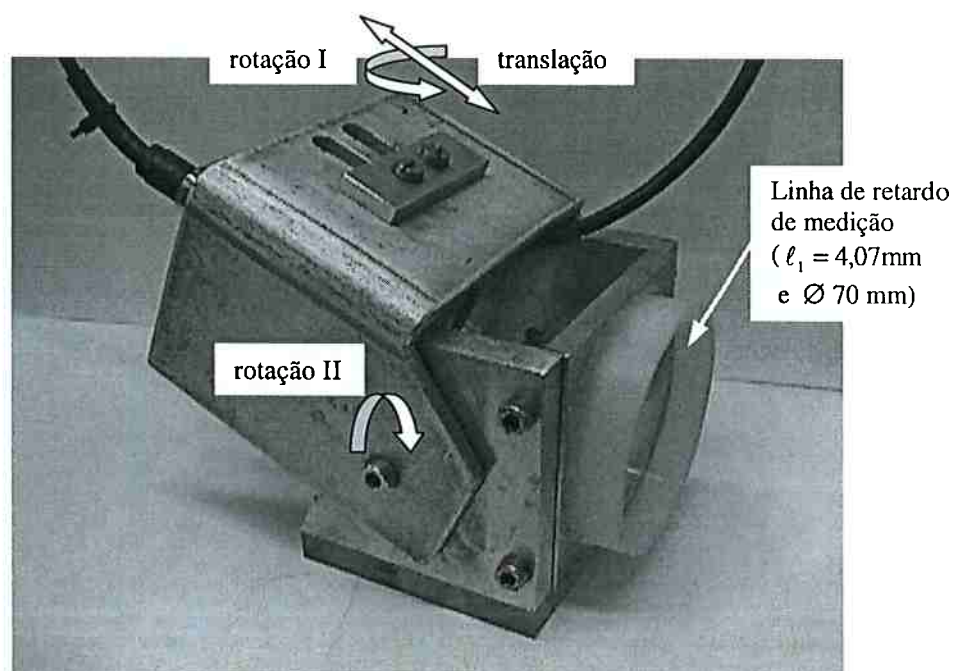


Fig. 4.11. Célula de medição para o método de múltiplas reflexões relativas ($CMR_{(1)}$).

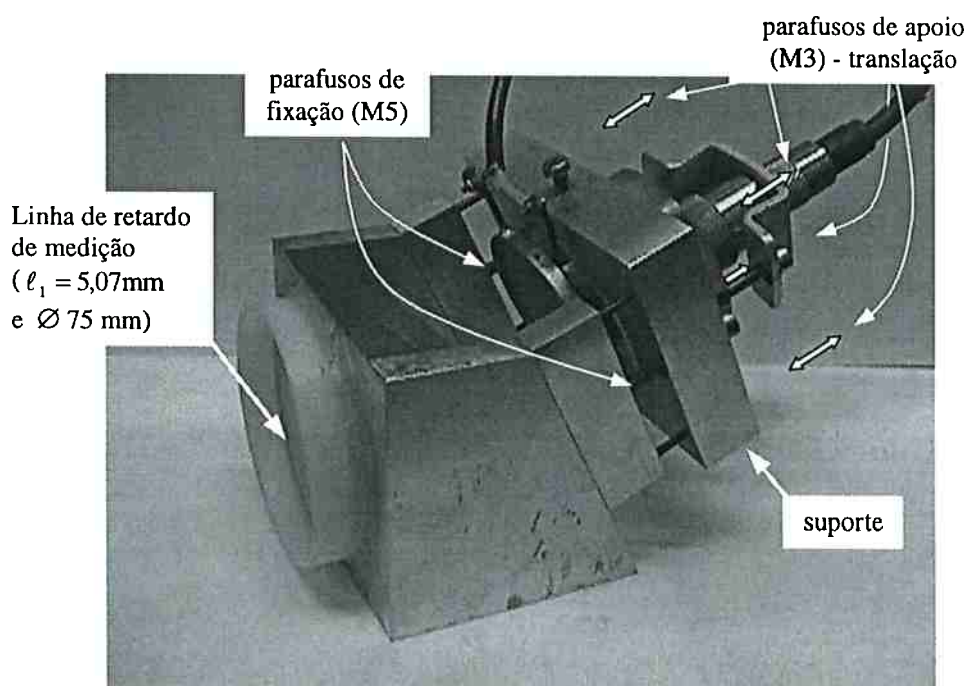


Fig. 4.12. Célula de medição para o método de múltiplas reflexões relativas ($CMR_{(2)}$).

CAPÍTULO 5

RESULTADOS EXPERIMENTAIS

5.1 Introdução

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais obtidos em laboratório, em ordem cronológica de realização, e as respectivas discussões destes resultados. Nas experiências foram utilizados dois líquidos derivados de petróleo e um produto alimentício líquido. Os derivados de petróleo são os óleos automotivos, SAE 90 e SAE 140, e o produto alimentício, conhecido pelo nome comercial de Karo, é constituído à base de glucose de milho.

A seção 5.2 descreve os equipamentos eletrônicos empregados para o funcionamento das células e o recipiente contendo água para o controle da temperatura da célula de medição.

A seção 5.3 apresenta os resultados experimentais obtidos pelo método da reflexão relativa com conversão de modo. Os resultados obtidos são comparados com os modelos de líquido Newtoniano e de Maxwell de dois tempos de relaxação. A célula CRR com prisma de alumínio ou de acrílico é utilizada nos experimentos.

A seção 5.4 mostra os resultados obtidos com um transdutor de cisalhamento que gera ondas de cisalhamento diretamente num sólido, utilizando o método da reflexão relativa e o método de múltiplas reflexões relativas, sem conversão de modo. Essa montagem será designada de célula com transdutor de cisalhamento (CTC).

A seção 5.5 mostra os vários resultados experimentais obtidos com as duas células de conversão de modo, $CMR_{(1)}$ e $CMR_{(2)}$, utilizando o método de múltiplas reflexões relativas. São feitas experiências com e sem normalização. Além disso, é mostrado no final da seção a possibilidade de aplicar a célula num processo de medição após sua calibração, desde que a temperatura não esteja sujeita a grandes variações.

5.2 Descrição do Sistema de Medição

O diagrama esquemático do sistema de medição utilizado nos experimentos é apresentado na figura 5.1 para a célula com uma única reflexão. Esse mesmo sistema é também utilizado para a célula com múltiplas reflexões. Independente da célula utilizada, o emissor pode ser excitado por um ciclo de senóide ou um trem de senóides (dois ou mais ciclos). O sinal de excitação do emissor é obtido a partir de um gerador programável de funções (Tektronix AFG 5102) e de um amplificador de potência (Amplifier Research 150A100A) a uma taxa de repetição de 1kHz.

Os sinais recebidos pela membrana de PVDF são amplificados por um analisador ultra-sônico até 40 dB (Panametrics 5052UA) ou até 60dB (Panametrics 5072PR). O sinal amplificado é digitalizado por um osciloscópio digital programável (Hewlett-Packard HP54820) com taxa de aquisição de até 500Msamples/s, e resolução vertical de 12 bits (em modo repetitivo de amostragem). Esse osciloscópio permite a programação de atrasos e janelas, sendo possível selecionar cada um dos sinais recebidos separadamente. Nele foi empregado o modo *average* de 256 ou 1024 amostras.

O osciloscópio está conectado a um microcomputador PC via uma interface de comunicação GPIB. Essa interface permite tanto programar o osciloscópio, como transferir os sinais adquiridos para o microcomputador. O processamento desses sinais é feito utilizando-se o ambiente do *software* Matlab™.

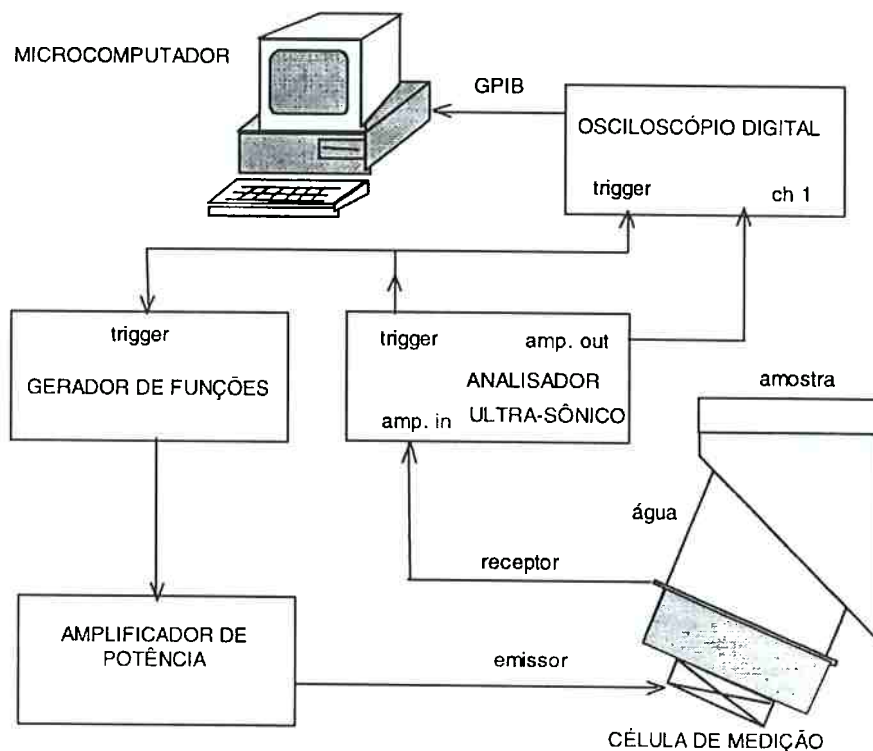


Fig. 5.1. Sistema de medição.

O controle de temperatura na célula de medição de viscosidade é realizado por meio de um banho termostático (Quimis Q-215D2) ou de um aquário com um grande volume de água. A célula de medição é inserida em um desses recipientes contendo água e fixada na sua parede, como visto na figura 5.2. A água é mantida constante e aguarda-se até que a temperatura da célula atinja a temperatura de equilíbrio desejada para realizar as medições. Os líquidos utilizados na determinação da viscosidades também são mantidos dentro de frascos imersos num volume de água a mesma temperatura da água do recipiente.

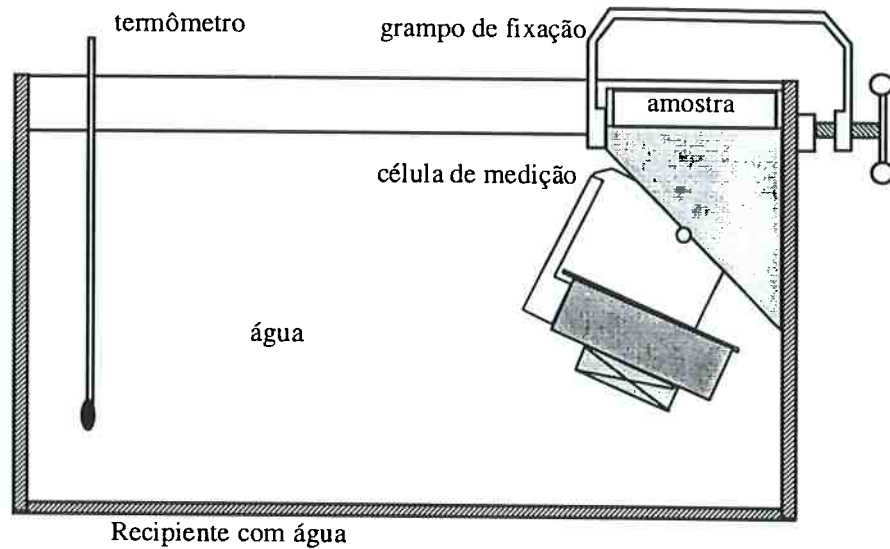


Fig. 5.2. Esquema do recipiente contendo água para controle da temperatura e fixação da célula.

Durante a aquisição dos sinais pela célula de medição é necessário desligar o banho, visto que ele gera ruído eletromagnético. É necessário fazer medições rápidas entre a referência e o líquido para não ocorrer uma variação da temperatura com o tempo. A incerteza no controle da temperatura aumenta quando a temperatura ambiente começa a aumentar em relação a temperatura da água. Por isso, as medições são feitas em temperaturas próximas à temperatura ambiente, evitando gradientes de temperaturas na interface de medição em contato com o ar. A temperatura da água foi medida em todos os experimentos com um termômetro de precisão $0,5^{\circ}\text{C}$.

5.3 Método da Reflexão Relativa

Foram realizadas medições das quantidades mensuráveis do coeficiente de reflexão complexo e da viscosidade de dois óleos automotivos, SAE 90 e SAE 140, segundo o método da reflexão relativa descrito na seção 4.2. Todos os experimentos foram feitos à temperatura de $23,0 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, utilizando a CRR (figura 4.10) com um

prisma ora de alumínio, ora de acrílico. Os sinais recebidos pela membrana de PVDF foram amplificados pelo analisador ultra-sônico da Panametrics 5052UA. O modo *average* de 256 amostras foi ajustado no osciloscópio com uma taxa mínima de amostragem de 250MHz.

As densidades medidas dos prismas de alumínio e acrílico são 2700 kg/m^3 e 1180 kg/m^3 , respectivamente, e as respectivas velocidades de propagação das ondas de cisalhamento são consideradas iguais a 3130 m/s e 1400 m/s . As densidades dos óleos automotivos SAE 90 e SAE 140, medidas com um picnômetro, são de 891 e 899 kg/m^3 , respectivamente, e as respectivas viscosidades, medidas com um viscosímetro rotacional (reômetro Rheotest 2), são de $0,48 \text{ Pa.s}$ e $1,05 \text{ Pa.s}$. As curvas reológicas obtidas com o viscosímetro são mostradas na figura 5.3. Note-se que se pode traçar uma linha reta passando por todos os pontos experimentais, inclusive a origem. Assim, os óleos utilizados são considerados como líquidos Newtonianos para baixa frequência de excitação.

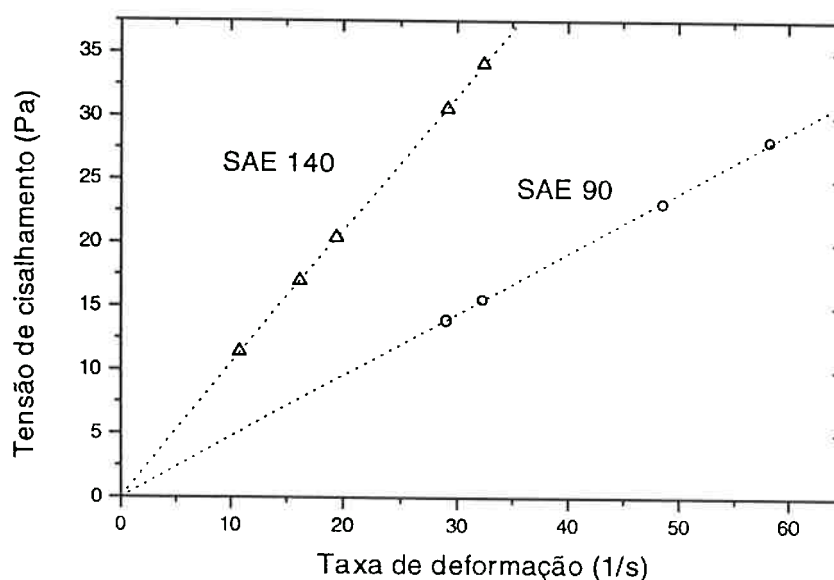


Fig. 5.3. Curvas reológicas dos óleos SAE 90 e SAE 140 ($23,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$).

As figuras 5.4 (prisma de alumínio) e 5.5 (prisma de acrílico) mostram a magnitude e a variação de fase do coeficiente de reflexão complexo em função da frequência para os óleos automotivos. As linhas contínuas mostram a simulação do modelo de líquido Newtoniano cuja viscosidade utilizada é a mesma daquelas obtidas com o viscosímetro (baixa frequência). Enquanto que as linhas tracejadas mostram a simulação do modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação. Nesse último modelo, uma melhor aproximação com os dados experimentais foi obtida admitindo-se $G_{\infty,a} = 0,4 \cdot 10^7 \text{ Pa}$ e $G_{\infty,b} = 1 \cdot 10^9 \text{ Pa}$ para o SAE 90, $G_{\infty,a} = 0,5 \cdot 10^7 \text{ Pa}$ e $G_{\infty,b} = 1 \cdot 10^9 \text{ Pa}$ para o SAE 140. Além disso, as duas viscosidades η_a e η_b são admitidas iguais à metade da viscosidade a baixa frequência do respectivo óleo, isto é, $\eta_a = \eta_b = 0,24 \text{ Pa.s}$ para o SAE 90 e $\eta_a = \eta_b = 0,525 \text{ Pa.s}$ para o SAE 140.

Já os valores experimentais obtidos com a célula de medição são mostrados com círculos para o SAE 90 e triângulos para o SAE 140. Somente os sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ foram adquiridos, não houve normalização com o sinal transmitido porque ele se encontrava saturado em certas frequências onde se exigia uma maior amplificação destes sinais refletidos. Cada ponto foi obtido considerando a média de cinco medidas para o prisma de alumínio e seis medidas para o prisma de acrílico, das quais foram estimadas a média e o desvio padrão. Com o prisma de alumínio, duas aquisições foram feitas após cada limpeza da interface de medição, primeiro em contato com o ar e depois colocando o líquido, esse procedimento foi repetido cinco vezes. Enquanto que para o prisma de acrílico, seis aquisições seguidas com a interface limpa uma única vez foram feitas antes de se colocar o líquido e mais seis aquisições seguidas foram feitas com o líquido posto uma única vez. Os pontos que estão juntos e alinhados correspondem a banda de -3dB dos respectivos transdutores.

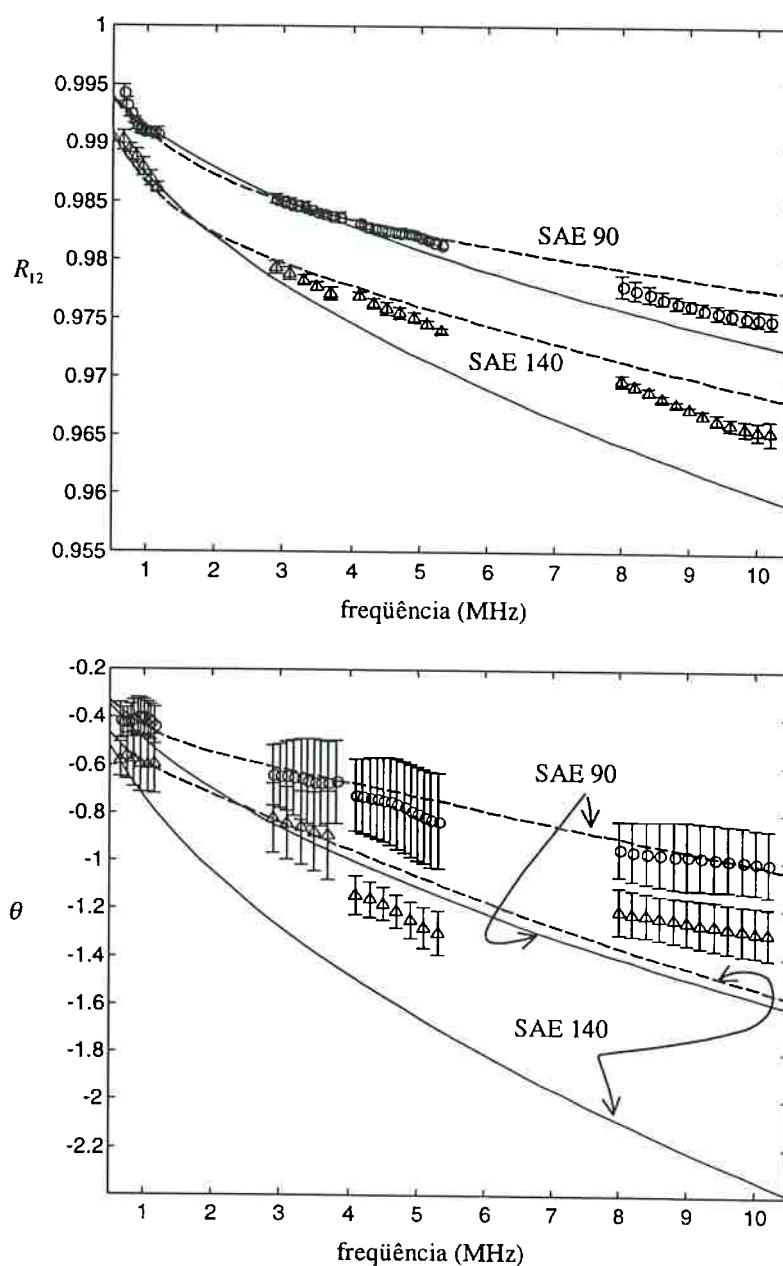


Fig. 5.4. Magnitude R_{12} e variação de fase θ versus frequência, simuladas e medidas para o prisma de alumínio. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Maxwell).

Da figura 5.4, pode-se ver que a diferença entre as magnitudes (simuladas ou medidas) dos coeficientes de reflexão do SAE 90 e do SAE 140 crescem com o aumento da frequência. Portanto, a sensibilidade na medição da viscosidade aumenta com a frequência. O mesmo comportamento é observado para a variação de fase simulada quando o líquido é Newtoniano ou quando se aproxima da curva de Maxwell,

embora a variação de fase medida experimentalmente não apresenta esse comportamento bem definido, isto é, a diferença não é absolutamente crescente com a frequência. Note-se que os desvios relativos entre os valores experimentais e os simulados supondo líquido Newtoniano crescem com a frequência e são maiores para o líquido mais viscoso. Esse comportamento pode ser explicado considerando o líquido como viscoelástico, também constatado em outros experimentos com líquidos mais viscosos (Buiochi *et al.*, 1998a). Isso também pode ser observado para os experimentos realizados com o prisma de acrílico (figura 5.5).

Um dos fatores que influenciou na medida da fase com o prisma de alumínio foi a incerteza no controle da temperatura. Como muitos desses experimentos foram realizados em dias diferentes com temperaturas ambientes diferentes, que variavam de 24°C a 26°C, havia uma dificuldade em manter a temperatura do líquido igual à temperatura da célula cuja interface de medição estava em contato com o ar durante as medições feitas com a referência. Além disso, o procedimento de limpar e colocar o líquido toda a vez que fosse realizado uma aquisição, fazia com que o experimento em cada frequência de trabalho fosse demorado e sujeito a mudanças na temperatura, isso justifica os maiores desvios padrões nas medidas com este prisma de alumínio. Deve-se lembrar que o prisma de alumínio também introduz uma grande incerteza nas medições, devido ao baixo casamento de impedância com o líquido.

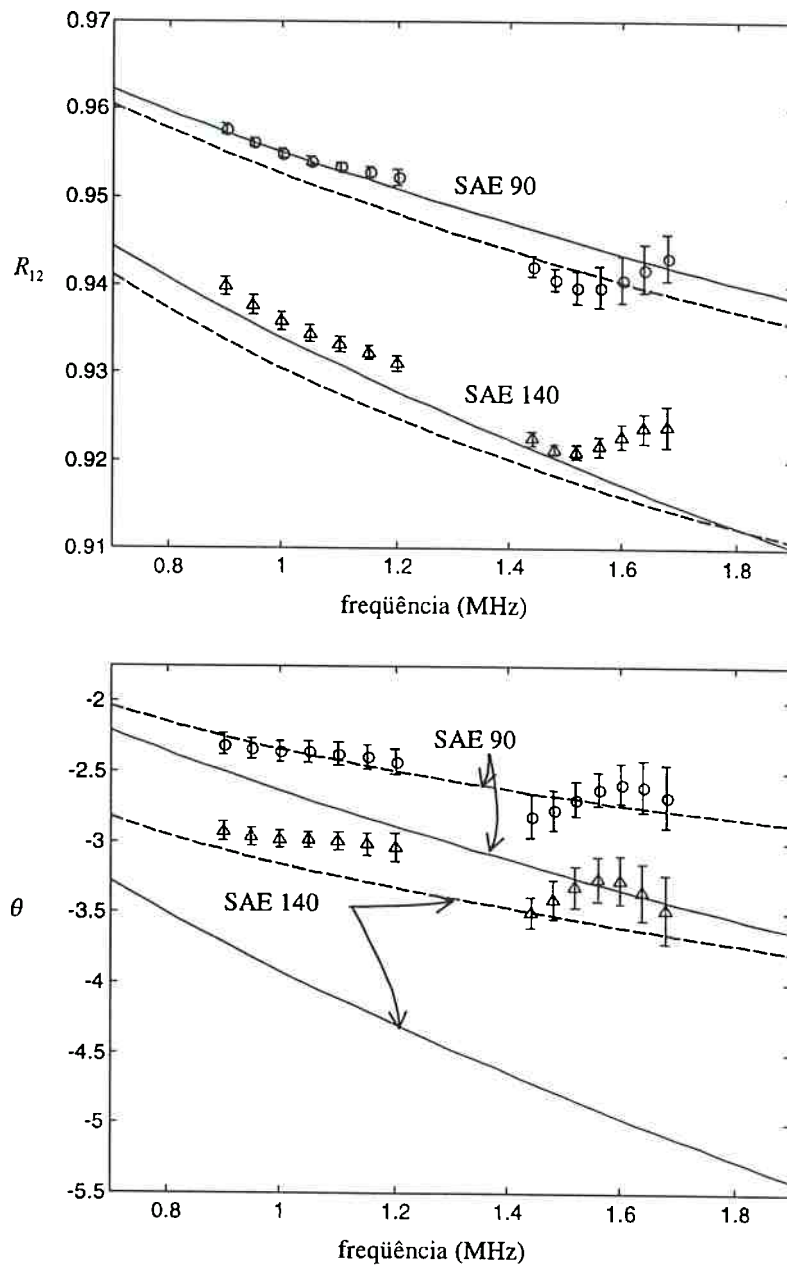


Fig. 5.5. Magnitude R_{12} e variação de fase θ versus frequência, simuladas e medidas para o prisma de acrílico. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Maxwell).

Comparando as figuras 5.4 e 5.5, note-se que a variação com a viscosidade nas medidas da magnitude e da variação de fase é maior para o prisma de acrílico. Isso é devido ao melhor casamento de impedância entre o prisma de acrílico e os líquidos, que permite uma maior transferência de energia ao líquido. Conseqüentemente, tem-se uma maior sensibilidade da resposta à reflexão.

As figuras 5.6 e 5.7 mostram os valores da viscosidade dinâmica do SAE 90 (círculos) e SAE 140 (triângulos) obtidos pelas células de medição com os prismas de alumínio e acrílico, respectivamente. Essas viscosidades são comparadas com os valores obtidos em baixa frequência pelo viscosímetro rotacional, utilizando linhas contínuas, e com os valores obtidos no modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação, utilizando linhas tracejadas. As linhas pontilhadas representam a variação das respectivas viscosidades obtidas com o viscosímetro para uma variação de temperatura de $\pm 0,5^\circ\text{C}$.

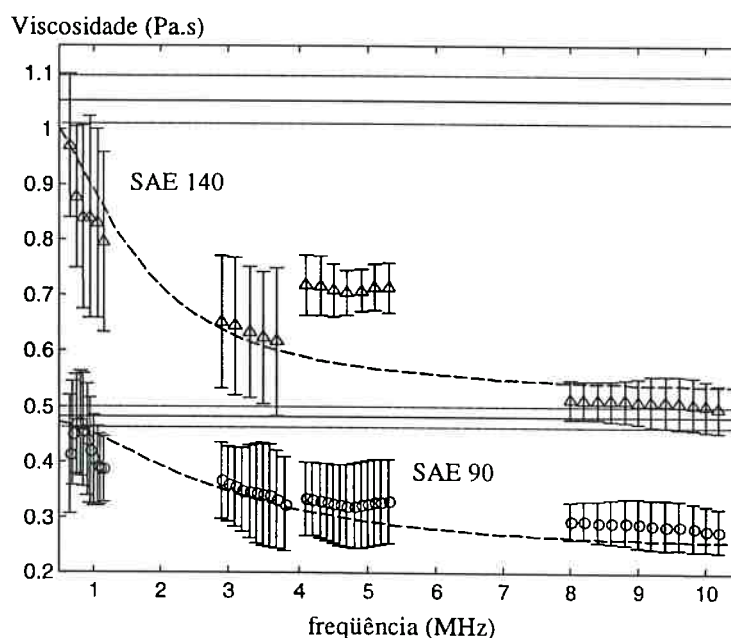


Fig. 5.6. Viscosidade *versus* frequência para o prisma de alumínio. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Modelo de Maxwell).

As diferenças percentuais entre as viscosidades medidas na célula com o prisma de alumínio e as obtidas com o viscosímetro, na frequência de máxima energia de cada transdutor, variaram de 4% a 40% para o SAE 90 e de 20% a 50% para o SAE 140 (figura 5.6). Já para a célula com o prisma de acrílico, essas diferenças percentuais estiveram ao redor de 6% para o SAE 90 e 25% para o SAE 140 (figura 5.7). Nota-se, nessas figuras, uma grande diferença entre os valores medidos da viscosidade usando a célula (alta frequência) e o viscosímetro (baixa frequência). Isso acontece porque em

altas frequências o efeito elástico não é desprezado e, portanto, o líquido não se comporta mais como líquido Newtoniano. Além disso, o efeito elástico aumenta com o aumento da viscosidade. Observa-se que, os valores absolutos da diferença entre a viscosidade medida com a célula e com o viscosímetro para o SAE 90 são menores do que para o SAE 140, isso acontece porque a viscosidade do SAE 90 é menor e conseqüentemente o seu efeito elástico.

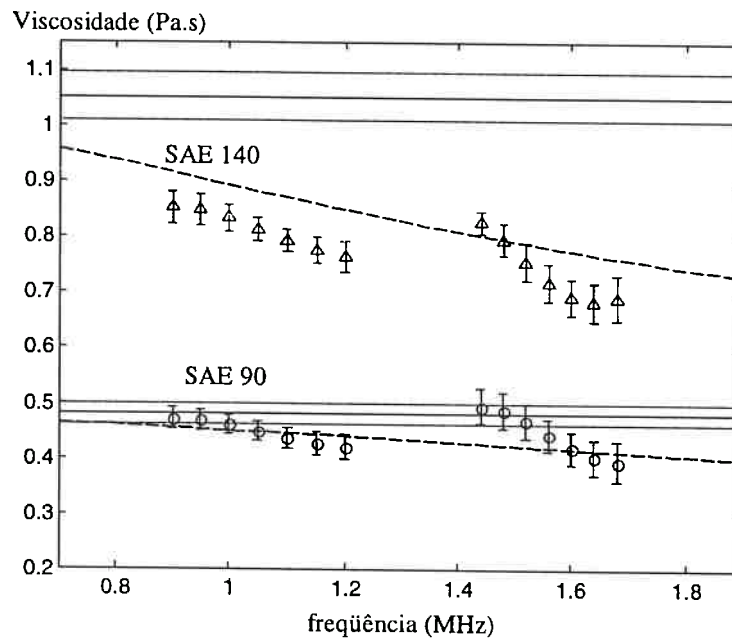


Fig. 5.7. Viscosidade *versus* frequência para o prisma de acrílico. Linha contínua (líquido Newtoniano) e linha tracejada (Modelo de Maxwell).

As simulações conduzidas com o modelo de Maxwell, para dois processos de relaxação, mostraram-se muito próximas dos dados experimentais nessa faixa de frequências de uma década. Essa melhor aproximação ocorreu quando as viscosidades η_a e η_b foram consideradas iguais. Será visto mais adiante, em outros experimentos, que as constantes $G_{\infty,a}$ e $G_{\infty,b}$ serão satisfatórias na descrição do comportamento viscoelástico dos respectivos óleos.

Os gráficos das figuras de 5.8 a 5.11 (prisma de alumínio) e das figuras 5.12 e 5.13 (prisma de acrílico) mostram os sinais refletidos, $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$, na interface de medição com o ar (linha pontilhada) e com o líquido (linha contínua), e suas respectivas

respostas em frequência. São mostrados somente os sinais dos experimentos com o SAE 140 e suas transformadas de Fourier (FFT), porque os gráficos do SAE 90 são muito próximos aos do SAE 140.

Utilizando-se o prisma de alumínio, os transdutores foram excitados com trens de senóide, contendo um ciclo na frequência de 1MHz e três ciclos nas frequências de 3,5, 5 e 10 MHz – os transdutores utilizados aqui estão relacionados com as respectivas frequências de excitação.

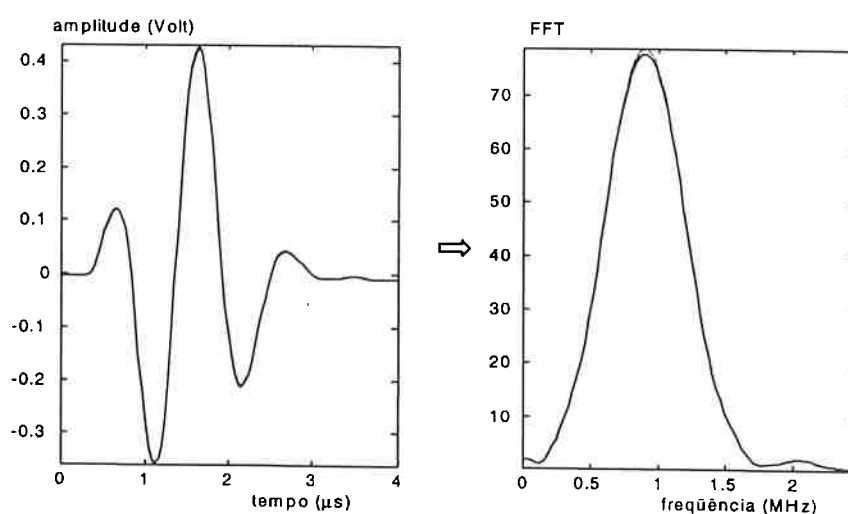


Fig. 5.8. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 1MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.

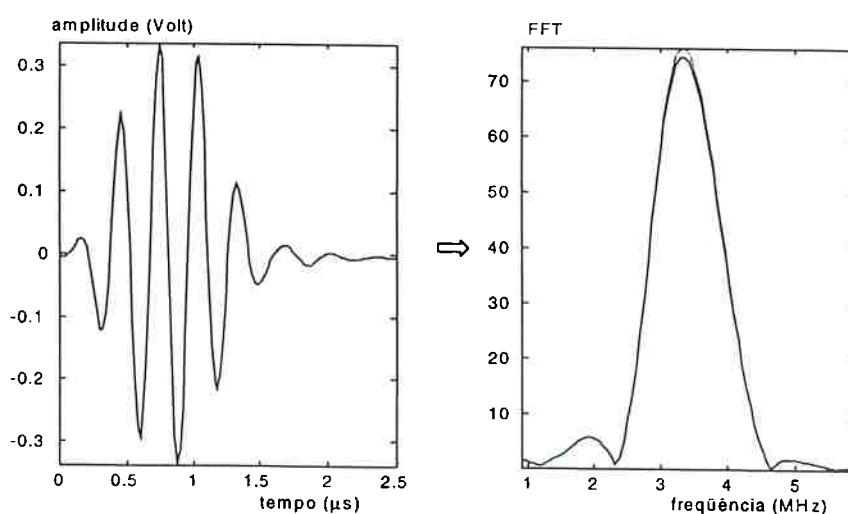


Fig. 5.9. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 3,5MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.

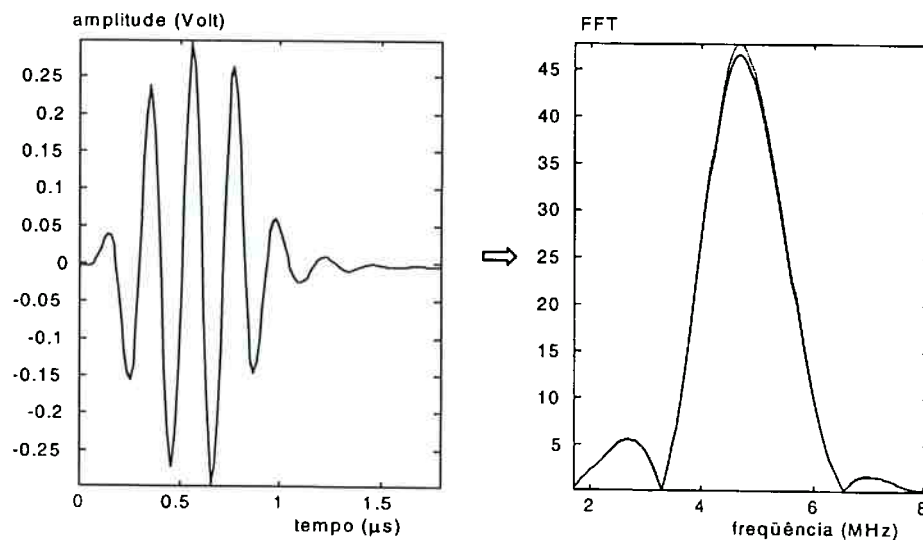


Fig. 5.10. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 5MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.

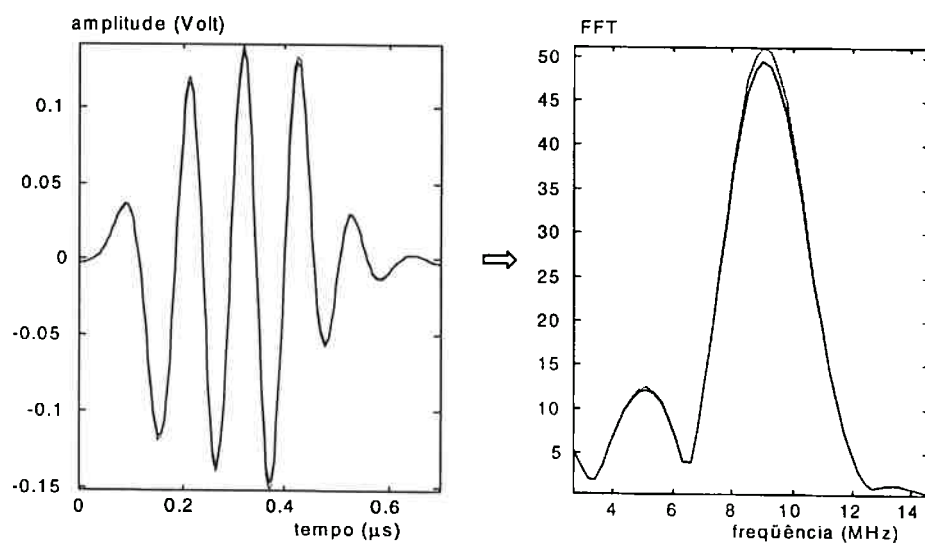


Fig. 5.11. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 10MHz, refletidos na interface de medição do prisma de alumínio.

Agora, para o prisma de acrílico, devido à elevada atenuação da onda de cisalhamento neste meio, somente o transdutor de frequência central 1,6MHz foi utilizado e excitado com trens de senóide contendo três ciclos na frequência de 1,1MHz e cinco ciclos de 1,6 MHz.

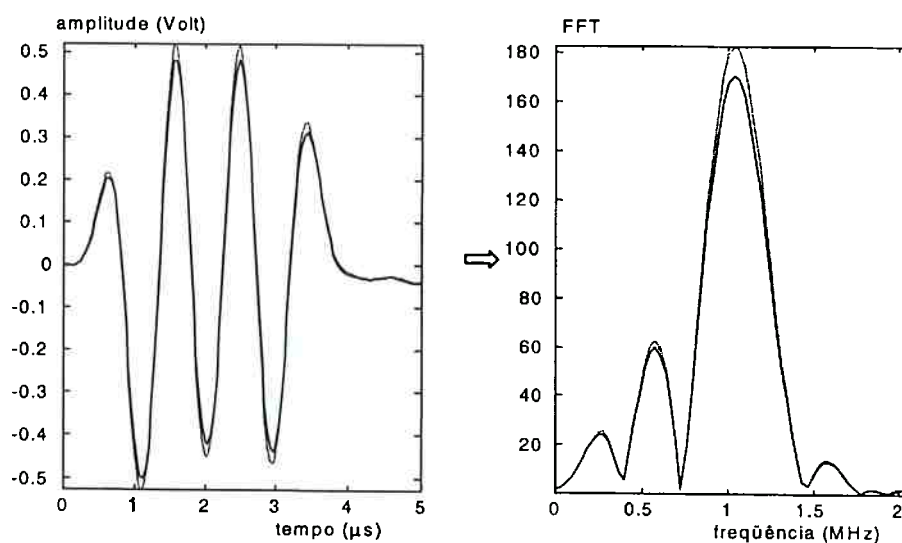


Fig. 5.12. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 1,1MHz, refletidos na interface de medição do prisma de acrílico.

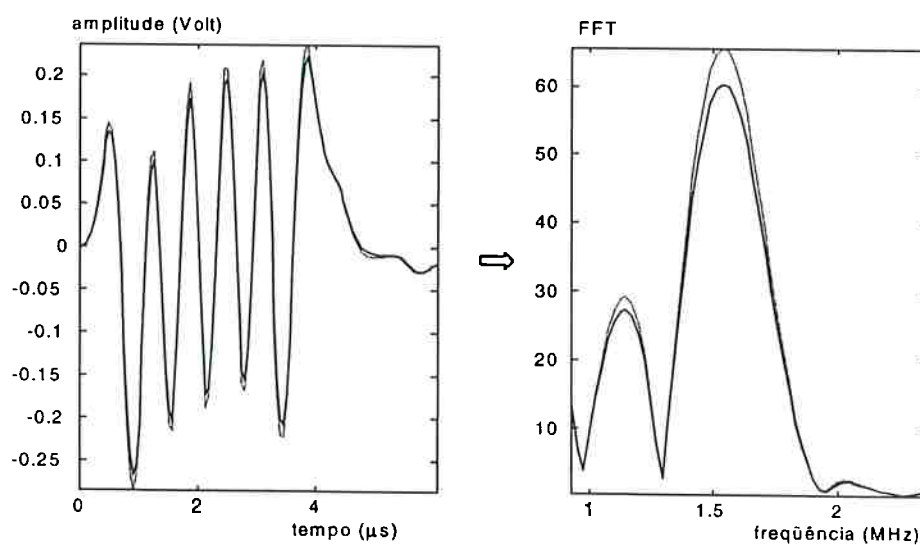


Fig. 5.13. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) com frequência de excitação de 1,6MHz, refletidos na interface de medição do prisma de acrílico.

Observa-se que a variação da magnitude do sinal nas respostas em frequência é muito pequena quando se utiliza o prisma de alumínio e que a variação de fase no domínio do tempo quase não é perceptível para ambos os prismas.

5.4 Célula com Transdutor de Ondas de Cisalhamento

Foram realizadas medições com um transdutor de cisalhamento que gera e detecta ondas diretamente num sólido, operando em modo pulso-eco. O transdutor empregado de frequência central 1,0MHz é da Panametrics – modelo V152, e o sólido utilizado como linha de retardo é um tarugo de alumínio de comprimento 90mm e diâmetro 60mm. O transdutor de ondas de cisalhamento é fixado à linha de retardo por meio de uma mistura de cera de abelha com resina vegetal (colofônia), garantindo que as ondas sejam transmitidas à linha de retardo. A mistura permite aumentar o ponto de fusão da cera de abelha que é em torno de 63°C, e aumentar a rigidez. A fixação é feita aquecendo-se a mistura até o ponto de fusão (acima de 100°C) colocada entre a face do transdutor e a linha de retardo.

Foram realizadas duas montagens para a CTC (célula com transdutor de cisalhamento): uma com o transdutor e linha de retardo de alumínio (descrito acima), e outra com o mesmo transdutor, mesma linha de retardo de alumínio e mais uma linha de retardo de acrílico. Nessa segunda montagem, a linha de retardo de acrílico tinha comprimento 8mm, uma face estava em contato com o líquido e a outra fixada no alumínio com uma resina de epóxi. Os líquidos utilizados foram os óleos automotivos SAE 90 e SAE 140, e o produto alimentício Karo. Em todos os experimentos o transdutor foi excitado com três ciclos de senóide de 1MHz e as medições foram feitas à temperatura de $20,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Além disso, os sinais recebidos pelo próprio transdutor - que funciona como emissor e receptor - foram amplificados pelo analisador ultra-sônico da Panametrics 5052UA. O modo *average* de 1024 amostras foi ajustado no osciloscópio a uma taxa de amostragem de 250MHz. No processamento dos sinais, admitiram-se os mesmos valores das densidades obtidas na seção 5.3 para os óleos e para os materiais de alumínio e acrílico. A densidade do líquido Karo, medida com o picnômetro, foi de 1411 kg/m^3 à temperatura de 20°C . Esses valores da densidade, também foram adotados no cálculo da viscosidade nas seções subseqüentes, pois a densidade é um parâmetro que pouco varia com a temperatura, comparada com a viscosidade que varia muito.

A tabela 5.1 mostra os resultados com a primeira montagem da CTC. Nessa montagem é adquirido somente o primeiro eco a_1 refletido na interface ora alumínio-ar, ora alumínio-líquido, sendo empregado o método da reflexão relativa. A média e o desvio padrão são obtidos de 10 aquisições feitas quando a amostra é o ar e mais 10 aquisições, quando a amostra é o líquido. O procedimento de aquisição dos sinais é realizado para os líquidos SAE 90, SAE 140 e Karo, nesta ordem por duas vezes, como mostra a tabela abaixo. A velocidade de propagação no alumínio de 3050 m/s foi medida antes dos experimentos. A análise dos resultados, magnitude R_{12} e fase θ do coeficiente de reflexão complexo e viscosidade η_2 do líquido, foi feita na frequência de 1,0MHz, máxima amplitude dos sinais na FFT.

Tabela 5.1. CTC no método da reflexão relativa (primeira montagem).

	SAE 90	SAE 140	Karo
	1º eco	1º eco	1º eco
R_{12}	0,992±0,000	0,987±0,000	0,961±0,000
θ	-0,48±0,03	-0,71±0,03	-2,69±0,02
η_2	0,40±0,03	0,94±0,06	6,99±0,06
R_{12}	0,993±0,000	0,988±0,000	0,960±0,000
θ	-0,50±0,02	-0,81±0,04	-2,76±0,03
η_2	0,38±0,02	1,02±0,06	7,41±0,09

Obs: 1º eco indica que os resultados foram obtidos com o primeiro eco refletido na interface de medição.

A tabela 5.2 mostra os resultados com a segunda montagem do transdutor e linhas de retardo de alumínio e acrílico. Nessa montagem são adquiridos os ecos a_1 e a_2 refletidos na interface ora acrílico-ar, ora acrílico-líquido, sendo empregado o método de múltiplas reflexões relativas sem normalização. A média e o desvio padrão são obtidos de 8 aquisições feitas quando a amostra é o ar e mais 8 aquisições, quando a amostra é o líquido. O procedimento de aquisição dos sinais é realizado para os líquidos SAE 90, SAE 140 e Karo, nesta ordem por duas vezes, como mostra a tabela seguinte. A velocidade de propagação no acrílico foi medida entre os ecos $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ em cada uma das aquisições quando a amostra era o ar. A velocidade média de cisalhamento obtida em todas as aquisições foi de 1361,0±0,3 m/s. A análise dos resultados foi feita na frequência de 0,93MHz, máxima amplitude dos sinais na FFT.

Tabela 5.2. CTC no método de múltiplas reflexões relativas (segunda montagem).

	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,947±0,001	0,953±0,000	0,931±0,000	0,939±0,000	0,792±0,000	0,789±0,000
θ	-2,29±0,02	-1,63±0,03	-3,37±0,03	-2,26±0,03	-11,04±0,13	-8,83±0,10
η_2	0,54±0,01	0,34±0,01	1,03±0,01	0,61±0,01	6,96±0,10	5,63±0,07
R_{12}	0,950±0,000	0,953±0,000	0,930±0,000	0,937±0,000	0,789±0,001	0,793±0,000
θ	-2,27±0,06	-1,55±0,03	-3,21±0,11	-2,27±0,09	-10,90±0,22	-9,14±0,18
η_2	0,50±0,01	0,33±0,01	0,99±0,04	0,63±0,03	6,99±0,17	5,73±0,11

Obs: 2º eco indica que os resultados foram obtidos com o segundo eco refletido na interface de medição.

As experiências com o SAE 90 mostram a dificuldade em reproduzir os mesmos valores da viscosidade obtidos com o primeiro eco nas duas montagens, em condições iguais de temperatura. Isso acontece porque o SAE 90 tem a menor viscosidade e está sujeito mais às incertezas nas medições das pequenas variações da magnitude e fase do sinal refletido no líquido em relação à referência, refletido no ar, principalmente para a linha de retardo de alumínio.

Observa-se na tabela 5.2, que a magnitude do coeficiente de reflexão complexo se repete independente do eco de análise com diferenças máximas de 1%, porém a fase apresenta diferenças maiores de até 32%. Isso mostra a grande dificuldade na medição da fase com o transdutor de cerâmica, que acaba interferindo na forma da onda recebida e, conseqüentemente, na sua fase. Na viscosidade essas diferenças foram de aproximadamente 35% (SAE 90), 38% (SAE 140) e 18% (Karo). Todas essas porcentagens foram calculadas em relação aos valores obtidos com o primeiro eco.

Nota-se, nas figuras a seguir, que os sinais adquiridos nesses experimentos apresentam uma oscilação de fundo bem maior do que aqueles obtidos na seção 5.3 (célula A), explicando o elevado desvio na fase entre o primeiro e o segundo eco.

Os gráficos das figuras 5.14 e 5.15 (primeira montagem) mostram os sinais refletidos, $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$, na interface de medição com o ar (linha pontilhada) e com o líquido (linha contínua), e suas respectivas respostas em frequência, para os líquidos SAE 140 e Karo, respectivamente.

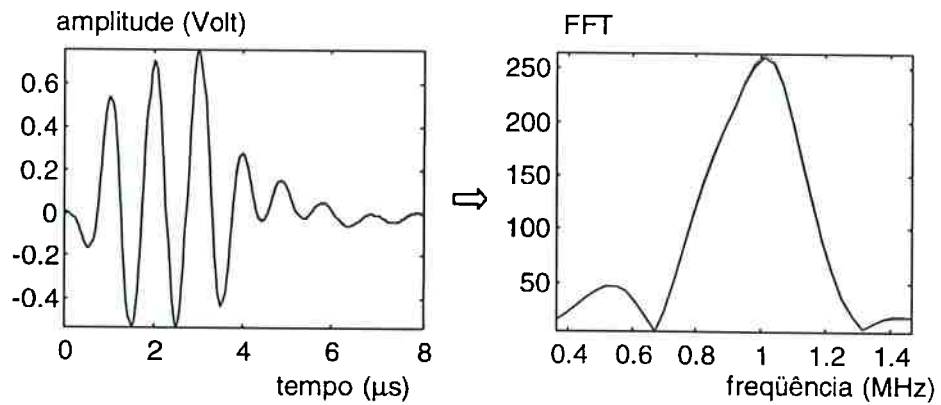


Fig. 5.14. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (SAE 140) refletidos na interface de medição do alumínio sem conversão de modo.

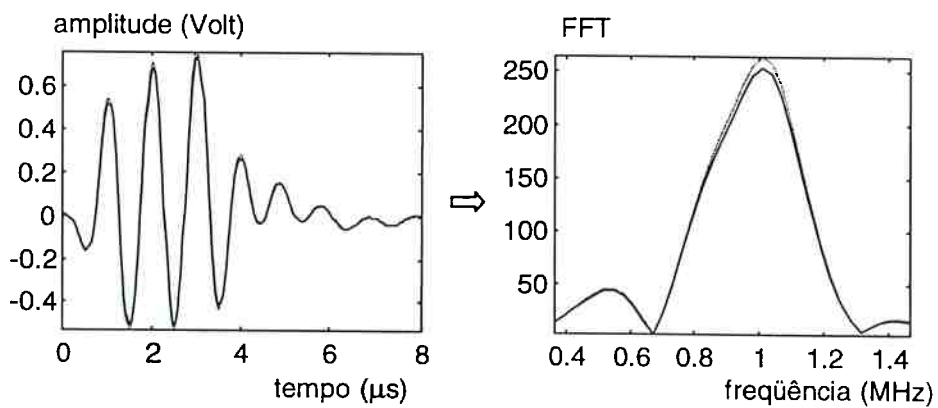


Fig. 5.15. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$ (Karo) refletidos na interface de medição do alumínio sem conversão de modo.

Já os gráficos das figuras 5.16 e 5.17 (segunda montagem) mostram os sinais refletidos para a primeira e segunda reflexão na interface de medição do acrílico e suas respectivas respostas em frequência, para os líquidos SAE 140 e Karo, respectivamente. Os sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ são representados com linhas pontilhadas e os sinais $a_{1(liq)}$ e $a_{2(liq)}$, com linhas contínuas.

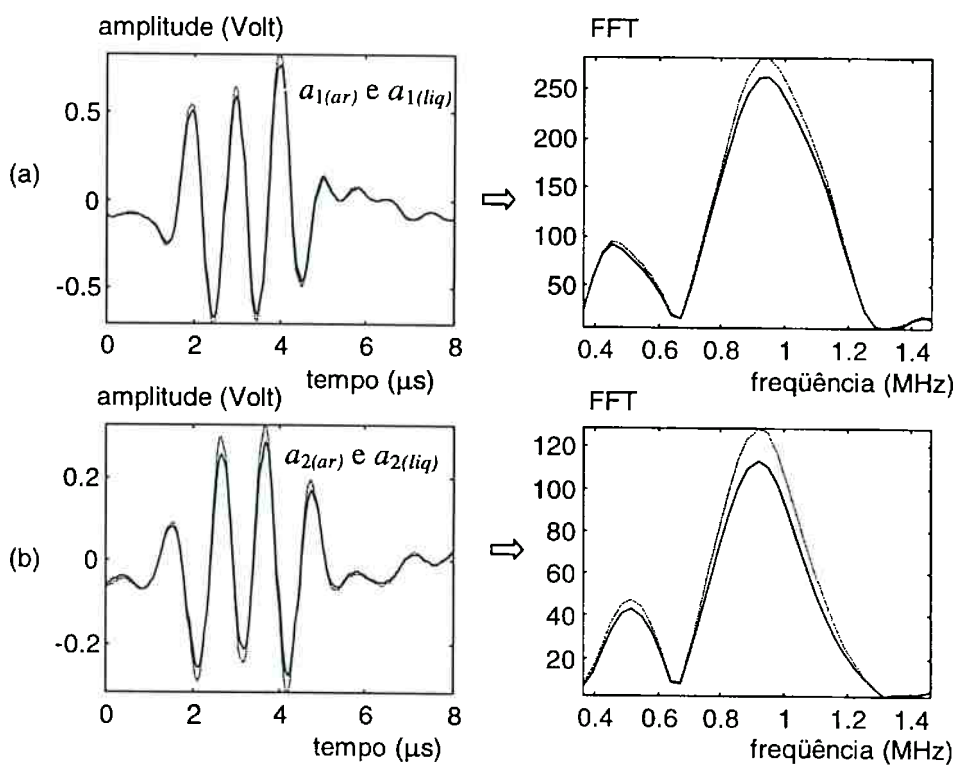


Fig. 5.16. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$, $a_{1(liq)}$, $a_{2(ar)}$ e $a_{2(liq)}$ (SAE 140) refletidos na interface de medição do acrílico sem conversão de modo.

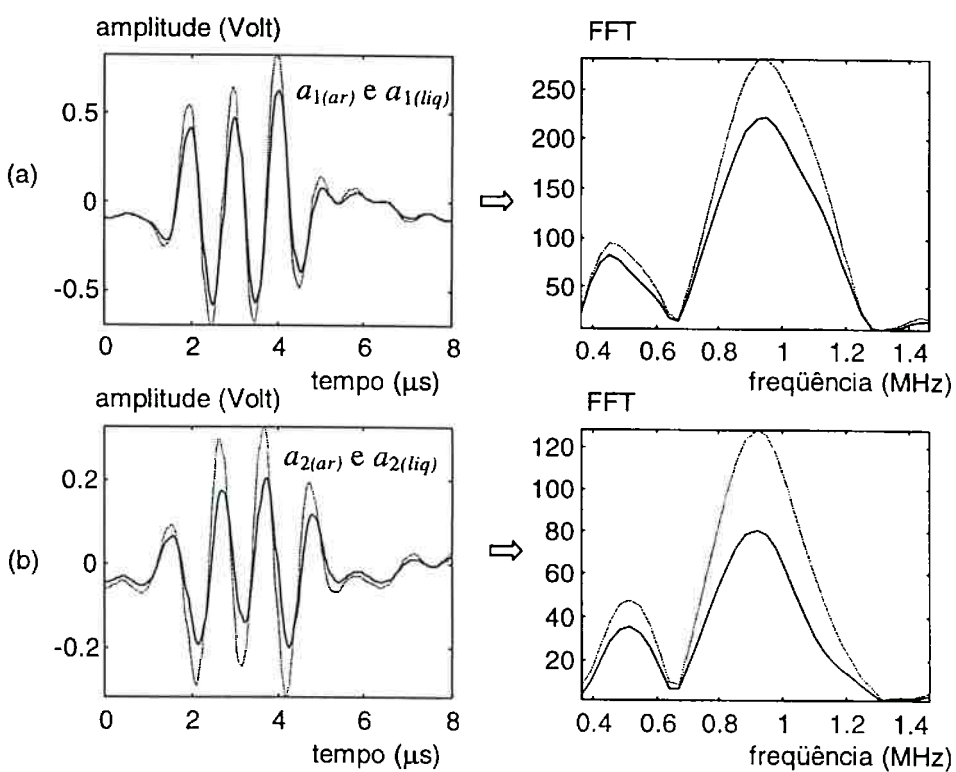


Fig. 5.17. Gráficos dos sinais $a_{1(ar)}$, $a_{1(liq)}$, $a_{2(ar)}$ e $a_{2(liq)}$ (Karo) refletidos na interface de medição do acrílico sem conversão de modo.

5.5 Método de Múltiplas Reflexões

Foram realizados vários experimentos com as células de medição que utilizam o método de múltiplas reflexões relativas, $CMR_{(1)}$ e $CMR_{(2)}$, descritas na seção 4.3. Além da viscosidade do líquido, são mostradas a magnitude e variação de fase do coeficiente de reflexão complexo e a velocidade de propagação da onda de cisalhamento na linha de retardo de medição. Os valores da velocidade de propagação são obtidos a partir da diferença de tempo entre os ecos refletidos nas interfaces da linha de retardo por meio da técnica de correlação cruzada, melhorada com a utilização da transformada de Hilbert (seção 4.3).

Esta seção está dividida em cinco subseções, as quais são mostradas em ordem cronológica de realização das experiências. A primeira subseção descreve as experiências que nas quais se utilizou a célula $CMR_{(1)}$, mostrando qual a influência da variação de temperatura sem ajustar o ângulo de incidência na maximização dos ecos. As subseções seguintes mostram as experiências com a $CMR_{(2)}$, que permite um ajuste mais fino do ângulo de incidência, verificando quais as influências desse ângulo, da normalização dos sinais com o eco a_0 e da calibração da célula em função da temperatura. A última subseção apresenta na forma de gráficos todos os resultados obtidos à temperatura de 20°C com o modelo de Maxwell de dois tempos de relaxação. Esta seção possibilitará verificar a repetitividade¹ e a reprodutibilidade² dos resultados experimentais.

A fim de comparar os vários resultados experimentais entre as subseções, o modo *average* de 1024 amostras foi sempre ajustado no osciloscópio com uma taxa de amostragem de 500MHz. Além disso, os equipamentos eletrônicos foram mantidos sempre os mesmos. Os sinais recebidos pela membrana de PVDF foram amplificados pelo analisador ultra-sônico (Panametrics 5072PR). Os líquidos utilizados foram o SAE

¹ "Grau de concordância entre resultados de sucessivas medições de um mesmo mensurando, efetuadas sob as mesmas condições de medição." (Vuolo, 1993).

² "Grau de concordância entre resultados de sucessivas medições de um mesmo mensurando, efetuadas sob condições variadas de medição." (Vuolo, 1993).

90, SAE 140 e Karo, representando sempre a seqüência de um experimento, como será visto nas tabelas desta seção. Assim, todas as aquisições dos sinais foram feitas nesta ordem dos líquidos em cada experimento, resultando na magnitude $R_{1,2}$, na variação de fase θ e na viscosidade η_2 dos respectivos líquidos. Um conjunto de experimentos representará uma experiência mostrada numa tabela. Os resultados experimentais obtidos com o primeiro e segundo ecos refletidos na interface de medição serão mostrados nas tabelas pelas colunas indicadas por 1º eco e 2º eco, respectivamente.

As viscosidades medidas com o viscosímetro rotacional à temperatura de $20,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ do SAE 90, SAE 140 e Karo foram, respectivamente, de 0,58Pa.s, 1,31Pa.s e 10,07Pa.s. A figura 5.18 mostra as respectivas curvas reológicas obtidas com o viscosímetro. As linhas retas que passam pela origem e pelos pontos experimentais confirmam que esses líquidos são Newtonianos para baixa frequência de excitação.

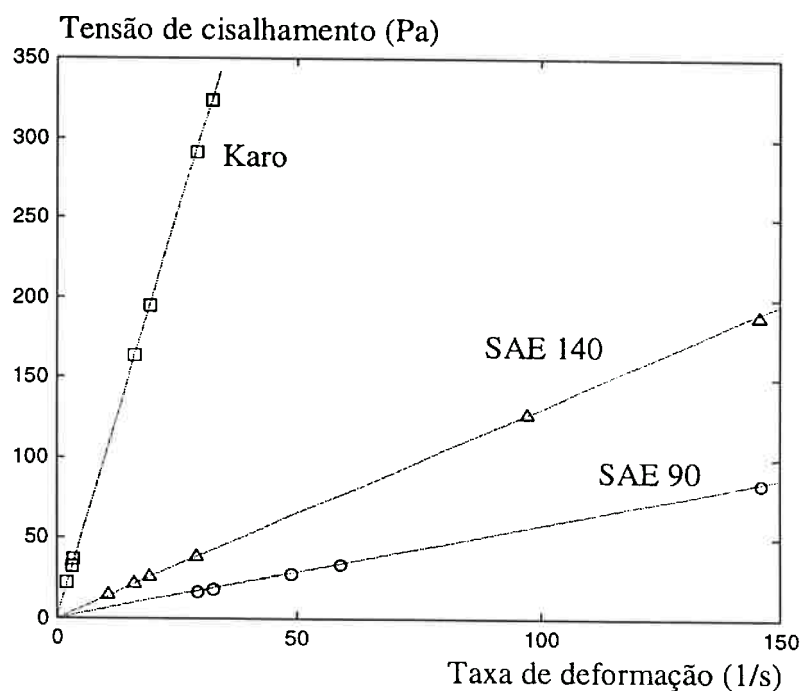


Fig. 5.18. Curvas reológicas do SAE 90, SAE 140 e Karo ($20,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$).

5.5.1 Efeito da Temperatura

Os resultados experimentais mostrados aqui foram obtidos com a célula de medição designada por $CMR_{(1)}$, utilizando o método de múltiplas reflexões relativas sem normalização. Foram realizadas três experiências que permitiram verificar a pequena influência no ajuste do ângulo de incidência devido à variação de temperatura. Em todas as experiências são adquiridos oito vezes os ecos $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ refletidos na interface acrílico-ar e mais oito vezes os ecos $a_{1(liq)}$ e $a_{2(liq)}$ na interface acrílico-líquido. A partir desses ecos, estimam-se a média e o desvio padrão da viscosidade na particular frequência de máxima energia da FFT, utilizando cada um dos pares de ecos ($a_{1(ar)}$ e $a_{1(liq)}$) e ($a_{2(ar)}$ e $a_{2(liq)}$). Todo esse procedimento é realizado para os líquidos SAE 90, SAE 140 e Karo, nesta ordem por uma ou duas vezes para cada transdutor de frequência central 1,6MHz, 3,5MHz e 5MHz. Os transdutores foram excitados com trens de senóide, contendo um ciclo na frequência de 1,6MHz e três ciclos nas frequências de 3,5 e 5MHz. Mediu-se a viscosidade, tomando-se a magnitude e fase da transformada de Fourier dos sinais nas respectivas frequências de 1,4MHz, 3,4MHz e 4,5MHz, como mostrado nas tabelas seguintes.

A tabela 5.3 mostra os resultados à temperatura de $20,0\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ com o ângulo de incidência ajustado para maximizar as amplitudes dos ecos. Essa tabela será designada como a experiência B1.

Tabela 5.3. $\text{CMR}_{(1)}$ à temperatura de 20°C , ajustando o ângulo de incidência (Exp. B1).

$f=1,4\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	$0,942\pm 0,001$	$0,942\pm 0,000$	$0,919\pm 0,001$	$0,919\pm 0,001$	$0,743\pm 0,000$	$0,742\pm 0,000$
θ	$-2,78\pm 0,05$	$-2,93\pm 0,05$	$-3,57\pm 0,04$	$-3,76\pm 0,05$	$-13,10\pm 0,06$	$-13,40\pm 0,07$
η_2	$0,47\pm 0,01$	$0,49\pm 0,01$	$0,83\pm 0,01$	$0,89\pm 0,01$	$6,79\pm 0,03$	$6,98\pm 0,04$
R_{12}	$0,944\pm 0,001$	$0,943\pm 0,001$	$0,920\pm 0,001$	$0,919\pm 0,001$	$0,744\pm 0,001$	$0,744\pm 0,000$
θ	$-2,71\pm 0,07$	$-2,93\pm 0,07$	$-3,64\pm 0,09$	$-3,83\pm 0,05$	$-13,30\pm 0,09$	$-13,36\pm 0,06$
η_2	$0,44\pm 0,01$	$0,48\pm 0,01$	$0,84\pm 0,03$	$0,89\pm 0,01$	$6,85\pm 0,04$	$7,03\pm 0,04$
$f=3,4\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	$0,914\pm 0,001$	$0,914\pm 0,002$	$0,883\pm 0,001$	$0,881\pm 0,002$	$0,638\pm 0,001$	$0,631\pm 0,002$
θ	$-3,51\pm 0,17$	$-3,28\pm 0,15$	$-4,87\pm 0,17$	$-4,43\pm 0,14$	$-17,91\pm 0,15$	$-16,51\pm 0,17$
η_2	$0,37\pm 0,02$	$0,35\pm 0,02$	$0,71\pm 0,02$	$0,65\pm 0,03$	$5,78\pm 0,04$	$5,41\pm 0,08$
R_{12}	$0,923\pm 0,003$	$0,919\pm 0,002$	$0,879\pm 0,003$	$0,882\pm 0,002$	$0,638\pm 0,002$	$0,635\pm 0,002$
θ	$-4,34\pm 0,26$	$-3,72\pm 0,25$	$-4,76\pm 0,17$	$-4,44\pm 0,21$	$-18,65\pm 0,21$	$-17,04\pm 0,35$
η_2	$0,41\pm 0,01$	$0,37\pm 0,02$	$0,71\pm 0,01$	$0,65\pm 0,02$	$6,03\pm 0,05$	$5,53\pm 0,12$
$f=4,5\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	$0,905\pm 0,001$	$0,911\pm 0,004$	$0,869\pm 0,003$	$0,872\pm 0,006$	$0,601\pm 0,001$	$0,617\pm 0,005$
θ	$-3,45\pm 0,27$	$-3,72\pm 0,45$	$-5,73\pm 0,12$	$-5,66\pm 0,19$	$-21,16\pm 0,15$	$-20,43\pm 0,46$
η_2	$0,31\pm 0,03$	$0,31\pm 0,04$	$0,71\pm 0,02$	$0,69\pm 0,05$	$5,83\pm 0,05$	$5,37\pm 0,18$
R_{12}	$0,905\pm 0,002$	$0,908\pm 0,004$	$0,870\pm 0,002$	$0,875\pm 0,004$	$0,601\pm 0,001$	$0,620\pm 0,004$
θ	$-4,22\pm 0,14$	$-4,07\pm 0,30$	$-5,19\pm 0,25$	$-5,44\pm 0,28$	$-20,17\pm 0,23$	$-20,11\pm 0,56$
η_2	$0,38\pm 0,02$	$0,35\pm 0,02$	$0,64\pm 0,03$	$0,64\pm 0,03$	$5,53\pm 0,07$	$5,23\pm 0,14$

A tabela 5.4 mostra os resultados à temperatura de $23,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ com o mesmo ângulo de incidência ajustado anteriormente na experiência B1. Simplesmente, elevou-se a temperatura do banho que contém a célula de medição e não se fez nenhum ajuste preliminar do ângulo de incidência. Essa tabela será designada como experiência B2.

Tabela 5.4. $\text{CMR}_{(1)}$ à temperatura de 23°C , sem ajustar o ângulo de incidência (Exp.B2).

$f=1,4\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	$0,948 \pm 0,001$	$0,947 \pm 0,000$	$0,927 \pm 0,001$	$0,925 \pm 0,001$	$0,777 \pm 0,000$	$0,773 \pm 0,001$
θ	$-2,41 \pm 0,10$	$-2,44 \pm 0,07$	$-3,59 \pm 0,10$	$-3,54 \pm 0,03$	$-11,88 \pm 0,07$	$-11,81 \pm 0,08$
η_2	$0,36 \pm 0,01$	$0,37 \pm 0,01$	$0,75 \pm 0,02$	$0,76 \pm 0,01$	$5,22 \pm 0,03$	$5,27 \pm 0,02$
$f=3,4\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	$0,921 \pm 0,001$	$0,921 \pm 0,003$	$0,895 \pm 0,001$	$0,892 \pm 0,001$	$0,688 \pm 0,001$	$0,683 \pm 0,003$
θ	$-4,00 \pm 0,18$	$-3,75 \pm 0,21$	$-4,86 \pm 0,10$	$-4,73 \pm 0,09$	$-16,34 \pm 0,10$	$-15,72 \pm 0,25$
η_2	$0,38 \pm 0,01$	$0,36 \pm 0,02$	$0,63 \pm 0,02$	$0,62 \pm 0,01$	$4,42 \pm 0,03$	$4,31 \pm 0,08$
$f=4,5\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	$0,913 \pm 0,003$	$0,915 \pm 0,007$	$0,880 \pm 0,001$	$0,884 \pm 0,003$	$0,648 \pm 0,001$	$0,656 \pm 0,007$
θ	$-4,36 \pm 0,07$	$-4,12 \pm 0,42$	$-5,08 \pm 0,14$	$-4,89 \pm 0,27$	$-18,65 \pm 0,22$	$-17,47 \pm 0,56$
η_2	$0,35 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,03$	$0,57 \pm 0,02$	$0,53 \pm 0,03$	$4,40 \pm 0,05$	$4,01 \pm 0,16$

A tabela 5.5 mostra os resultados à temperatura de $23,0\pm 0,5^{\circ}\text{C}$, agora com o ângulo de incidência ajustado a esta temperatura, maximizando as amplitudes dos ecos. Essa tabela será designada como a experiência B3.

Tabela 5.5. $\text{CMR}_{(1)}$ à temperatura de 23°C , ajustando o ângulo de incidência (Exp. B3).

$f = 1,4\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1 ^o eco	2 ^o eco	1 ^o eco	2 ^o eco	1 ^o eco	2 ^o eco
R_{12}	$0,949\pm 0,001$	$0,947\pm 0,000$	$0,928\pm 0,001$	$0,925\pm 0,001$	$0,774\pm 0,001$	$0,770\pm 0,000$
θ	$-2,55\pm 0,05$	$-2,55\pm 0,05$	$-3,29\pm 0,08$	$-3,38\pm 0,04$	$-11,35\pm 0,09$	$-11,44\pm 0,04$
η_2	$0,37\pm 0,01$	$0,38\pm 0,01$	$0,68\pm 0,02$	$0,72\pm 0,01$	$5,06\pm 0,04$	$5,19\pm 0,02$
$f = 3,4\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1 ^o eco	2 ^o eco	1 ^o eco	2 ^o eco	1 ^o eco	2 ^o eco
R_{12}	$0,923\pm 0,001$	$0,920\pm 0,001$	$0,895\pm 0,001$	$0,893\pm 0,002$	$0,682\pm 0,001$	$0,676\pm 0,002$
θ	$-3,99\pm 0,09$	$-3,80\pm 0,11$	$-4,78\pm 0,13$	$-4,67\pm 0,08$	$-17,45\pm 0,06$	$-17,18\pm 0,17$
η_2	$0,37\pm 0,01$	$0,37\pm 0,01$	$0,61\pm 0,02$	$0,61\pm 0,02$	$4,82\pm 0,02$	$4,86\pm 0,06$
$f = 4,5\text{MHz}$						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1 ^o eco	2 ^o eco	1 ^o eco	2 ^o eco	1 ^o eco	2 ^o eco
R_{12}	$0,913\pm 0,001$	$0,914\pm 0,005$	$0,882\pm 0,001$	$0,885\pm 0,005$	$0,647\pm 0,002$	$0,651\pm 0,003$
θ	$-4,21\pm 0,15$	$-3,69\pm 0,30$	$-5,23\pm 0,16$	$-4,68\pm 0,33$	$-17,72\pm 0,12$	$-15,83\pm 0,32$
η_2	$0,34\pm 0,01$	$0,29\pm 0,02$	$0,58\pm 0,02$	$0,50\pm 0,04$	$4,19\pm 0,05$	$3,67\pm 0,10$
R_{12}	$0,913\pm 0,001$	$0,912\pm 0,005$	$0,883\pm 0,001$	$0,888\pm 0,006$	$0,648\pm 0,001$	$0,654\pm 0,005$
θ	$-3,56\pm 0,13$	$-3,15\pm 0,17$	$-4,96\pm 0,16$	$-4,76\pm 0,28$	$-17,92\pm 0,17$	$-15,66\pm 0,39$
η_2	$0,29\pm 0,01$	$0,26\pm 0,01$	$0,54\pm 0,02$	$0,50\pm 0,03$	$4,23\pm 0,04$	$3,60\pm 0,11$

O aumento de 3°C na temperatura da experiência B1 para a experiência B3, mostra que a célula de medição é capaz de detectar muito bem o aumento na magnitude R_{12} para qualquer um dos líquidos em qualquer frequência, porém a diminuição da variação de fase θ só foi possível ser detectada para o Karo independente da frequência e para os outros líquidos na frequência de $1,4\text{MHz}$. Esses resultados mostram experimentalmente que a sensibilidade na medição das quantidades mensuráveis aumenta com a viscosidade, de acordo com a seção 3.5. Também mostram que a sensibilidade na magnitude aumenta com o aumento da frequência, ao contrário da variação de fase que diminui.

Nota-se em todos os resultados experimentais que o desvio padrão na fase e na magnitude aumentam com a frequência, fato este já constatado para a fase na análise de incertezas visto na figura 4.3, agora para a magnitude isso acontece porque a relação sinal-ruído diminui com a frequência. Também espera-se teoricamente que o desvio padrão dessas grandezas diminua com o n -ésimo eco ($n=2$), independentemente da frequência, porém verifica-se que isso só aconteceu na frequência de 1,4MHz, porque foi nesta frequência que se teve a melhor relação sinal-ruído para ambos os ecos. Nas outras frequências a relação sinal-ruído do segundo eco diminuía muito mais em relação ao primeiro eco, por causa da maior atenuação com a frequência, resultando desvios maiores.

Observa-se nessas tabelas na frequência de 1,4MHz, que a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão complexo se repetem independente do eco de reflexão com diferenças menores do que 0,5% e 8%, respectivamente. Na viscosidade essas diferenças foram de no máximo 9% para o SAE 90, 7% para o SAE 140 e 3% para o Karo. Essas percentagens³ são bem menores do que aquelas obtidas com o transdutor de ondas de cisalhamento na frequência de 0,93MHz (seção 5.4). Esses resultados mostram que a célula de medição com conversão de modo funciona tanto para o primeiro eco quanto para o segundo eco. Isso também vale para as outras frequências, mas com diferenças pouco maiores.

Um resultado importante pode ser visto entre as experiências B2 e B3, pois mostra que a variação do ângulo refratado, resultante do acréscimo de 3°C na temperatura, não influenciou no valor da viscosidade. Sabe-se que se a temperatura varia, o ângulo refratado também varia, então um novo ajuste no ângulo de incidência deve ser feito. Entretanto, se admitir que a variação da temperatura é pequena, causando pequenas variações no ângulo refratado, como mostrado na seção 4.5.2 e na experiência B2, isso tornaria as medições com os líquidos independentes de ajustes precisos para a faixa de temperatura de medição.

³ Todas essas percentagens foram calculadas em relação aos valores obtidos com o primeiro eco.

A tabela 5.6 mostra os resultados da medição da velocidade de propagação na linha de retardo de medição (acrílico), utilizados no cálculo da viscosidade. Os valores são apresentados em três colunas para as experiências B1, B2 e B3, sendo que cada linha representa a frequência de análise. Os desvios obtidos foram sempre menores do que 0,03m/s. Note-se que as diferenças entre as velocidades das experiências B2 e B3 são pequenas, portanto o ajuste no ângulo de incidência para essa variação de temperatura tem pouca influência no resultado. Observa-se uma diferença maior na velocidade de propagação entre as frequências, por causa da alta atenuação que o meio de acrílico apresenta para uma onda de cisalhamento. Essa diferença entre a mínima e máxima frequência foi de 1%.

Tabela 5.6. Velocidade de propagação no acrílico calculada pelos ecos $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$.

	Velocidade de Propagação (m/s)		
	Exp. B1 (20°C)	Exp. B2 (23°C)	Exp. B3 (23°C)
$f=1,4\text{MHz}$	1348,2	1341,3	1342,2
$f=3,4\text{MHz}$	1358,2	1352,2	1352,3
$f=4,5\text{MHz}$	1361,9	1355,6	1356,1

Os gráficos das figuras de 5.19 a 5.21 mostram os sinais refletidos (primeiro e segundo eco) na interface de medição do acrílico e suas respectivas respostas em frequência, obtidos na experiência B1 com o ar e o líquido Karo para cada frequência de excitação. Os sinais $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ são representados com linhas pontilhadas e os sinais $a_{1(liq)}$ e $a_{2(liq)}$, com linhas contínuas.

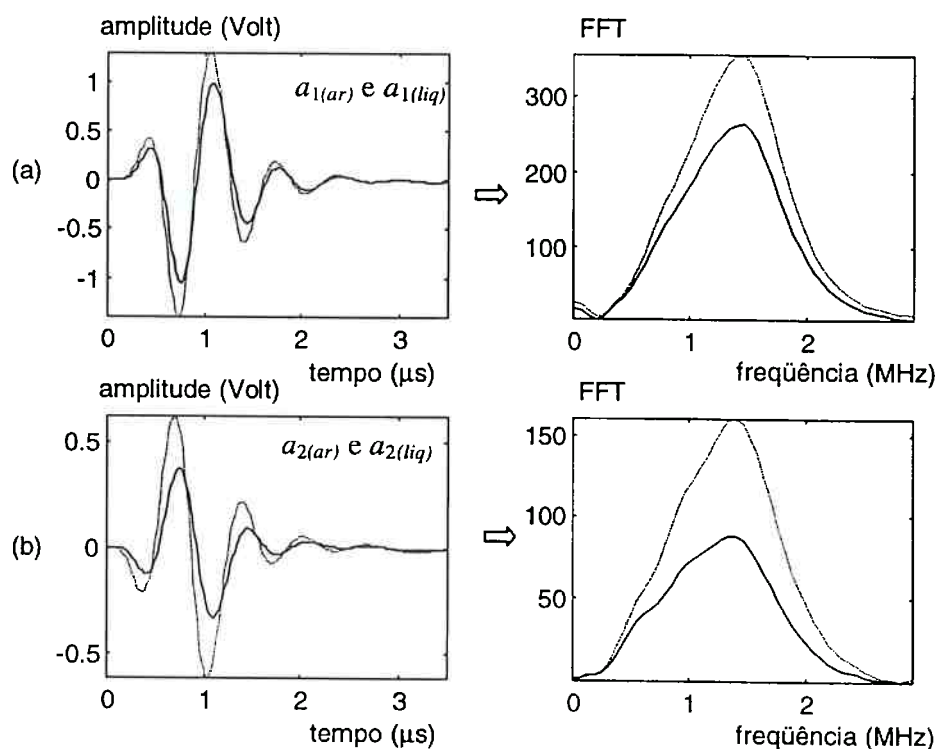


Fig. 5.19. Sinais obtidos na experiência B1 com frequência de excitação de 1,6MHz (Karo).

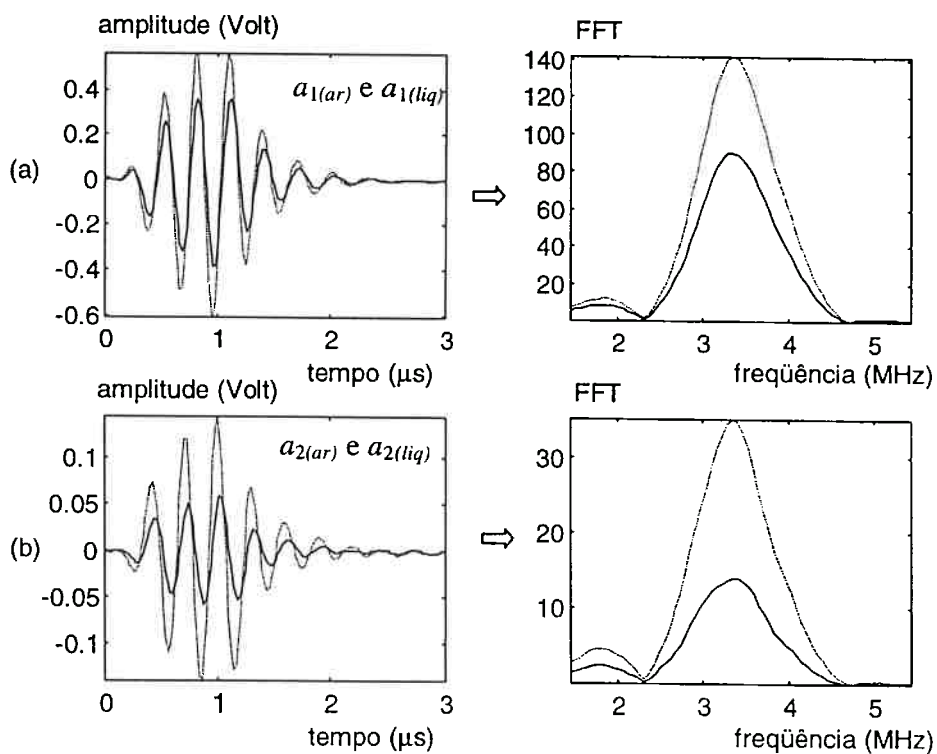


Fig. 5.20. Sinais obtidos na experiência B1 com frequência de excitação de 3,5MHz (Karo).

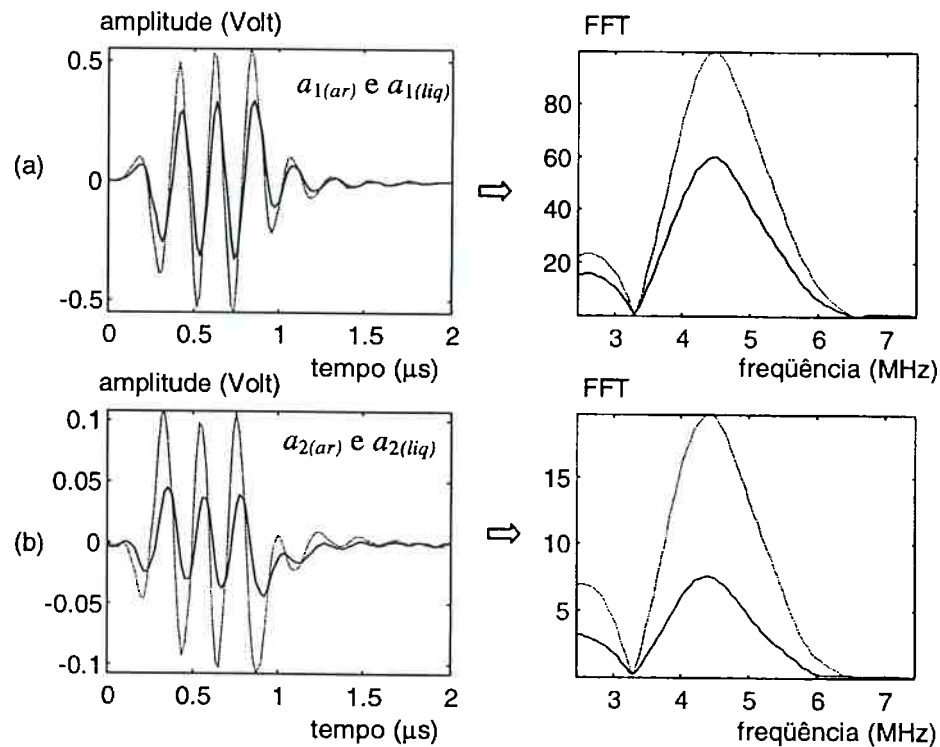


Fig. 5.21. Sinais obtidos na experiência B1 com frequência de excitação de 5MHz (Karo).

5.5.2 Variação do Ângulo de Incidência

Os resultados experimentais mostrados aqui foram obtidos com a célula de medição designada por $CMR_{(2)}$, utilizando o método de múltiplas reflexões relativas sem normalização. Foram realizadas duas experiências as quais permitiram verificar a influência do ângulo de incidência nas grandezas medidas (magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo, viscosidade e velocidade de propagação): a primeira com frequência de excitação de 1,6MHz e a segunda com frequência de 3,5MHz. Na primeira experiência são adquiridos seis vezes os ecos $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ refletidos na interface acrílico-ar e mais seis vezes os ecos $a_{1(liq)}$ e $a_{2(liq)}$ na interface acrílico-líquido, enquanto na segunda experiência são adquiridos oito vezes os ecos em cada uma dessas interfaces. A partir desses ecos, estimam-se a média e o desvio padrão da viscosidade na particular frequência de máxima energia da FFT, utilizando cada um dos pares de ecos

$(a_{1(ar)} \text{ e } a_{1(liq)})$ e $(a_{2(ar)} \text{ e } a_{2(liq)})$. Todo esse procedimento é realizado para os líquidos SAE 90, SAE 140 e Karo, nesta ordem por pelo menos uma vez, dependendo do ângulo de ajuste de cada transdutor. Os transdutores foram excitados com trens de senóide, contendo um ciclo na frequência de 1,6MHz e três ciclos na frequência de 3,5MHz. Mediu-se a viscosidade, tomando-se a magnitude e fase da transformada de Fourier dos sinais nas respectivas frequências de 1,4MHz e 3,4MHz. As medições foram sempre realizadas à temperatura de $20,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$. A primeira e segunda experiências serão designadas, respectivamente, como $\text{CMR}_{(2)}$ na frequência de 1,4MHz e $\text{CMR}_{(2)}$ na frequência de 3,4MHz

Na $\text{CMR}_{(2)}$ o ângulo de incidência da onda longitudinal é ajustado por meio de quatro parafusos de apoio M3 de passo aproximadamente 0,5mm, dois deles em contato com a parte superior da face inclinada do prisma e os outros dois com a parte inferior (figura 4.12). Assim, conhecendo-se a distância (54mm) entre o par superior e inferior dos parafusos de apoio, pode-se determinar a inclinação relativa do TDE em função do número de voltas que é aplicado ao parafuso.

Para cada experiência foram feitas as seguintes medidas: primeiro ajustando o ângulo de incidência para maximizar os ecos adquiridos (posição de referência), em seguida desajustando o ângulo para mais e depois para menos em relação à referência, e por último voltando à posição de referência.

A tabela 5.7 mostra os resultados da $\text{CMR}_{(2)}$ na frequência de análise de 1,4MHz para as posições de referência e desajustadas de aproximadamente $+0,5^\circ$ e $-0,5^\circ$, equivalente a uma volta do parafuso no sentido horário e anti-horário, respectivamente. As amplitudes dos ecos obtidas na posição desajustada foram aproximadamente 25% menores que aquelas obtidas na posição de referência.

Tabela 5.7. $CMR_{(2)}$ sem normalização na frequência de 1,4MHz à 20°C.

posição de referência						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,945±0,002	0,943±0,001	0,920±0,002	0,918±0,001	0,751±0,002	0,743±0,001
θ	-2,89±0,05	-2,68±0,04	-3,65±0,07	-3,49±0,04	-13,25±0,02	-12,96±0,06
η_2	0,49±0,02	0,46±0,01	0,89±0,03	0,87±0,02	6,95±0,06	7,02±0,04
R_{12}	0,945±0,001	0,943±0,000	0,924±0,001	0,920±0,000	0,754±0,001	0,747±0,000
θ	-2,70±0,29	-2,60±0,14	-4,60±0,08	-4,11±0,05	-13,75±0,03	-13,49±0,07
η_2	0,45±0,04	0,44±0,02	1,05±0,03	0,99±0,01	7,12±0,02	7,21±0,04
ângulo desajustado para +0,5°						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,942±0,001	0,944±0,001	0,921±0,003	0,918±0,001	0,748±0,001	0,745±0,001
θ	-2,83±0,05	-2,70±0,08	-3,55±0,05	-3,42±0,03	-12,74±0,08	-11,94±0,04
η_2	0,49±0,01	0,46±0,02	0,85±0,04	0,85±0,01	6,78±0,06	6,40±0,02
ângulo desajustado para -0,5°						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,947±0,001	0,943±0,001	0,925±0,001	0,917±0,001	0,760±0,001	0,754±0,001
θ	-2,68±0,09	-2,69±0,05	-3,37±0,06	-3,43±0,06	-12,13±0,12	-12,32±0,09
η_2	0,43±0,02	0,47±0,01	0,76±0,01	0,87±0,02	6,10±0,07	6,37±0,04
posição de referência						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,945±0,001	0,942±0,001	0,920±0,001	0,918±0,000	0,753±0,001	0,745±0,000
θ	-2,05±0,14	-2,33±0,05	-3,38±0,08	-3,24±0,07	-13,16±0,17	-13,01±0,14
η_2	0,34±0,02	0,40±0,01	0,82±0,02	0,80±0,02	6,85±0,07	7,02±0,07

A tabela 5.8 mostra os resultados da $CMR_{(2)}$ na frequência de análise de 3,4MHz para as posições de referência e desajustadas de aproximadamente +0,3° e -0,3°, equivalente a pouco mais de meia volta do parafuso no sentido horário e anti-horário, respectivamente. As amplitudes dos ecos obtidas nessa posição também foram de aproximadamente 25% menores daquelas obtidas na posição de referência. Essa percentagem é a mesma daquela obtida na experiência anterior com um desajuste angular maior, assim, verifica-se que em frequências mais altas há uma maior sensibilidade ao ajuste do ângulo de incidência.

Tabela 5.8. $CMR_{(2)}$ sem normalização na frequência de 3,4MHz à 20°C.

	posição de referência					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,915±0,003	0,916±0,003	0,879±0,004	0,883±0,001	0,638±0,003	0,636±0,003
θ	-3,86±0,10	-3,94±0,12	-4,85±0,17	-5,20±0,11	-18,34±0,11	-19,07±0,19
η_2	0,42±0,01	0,42±0,02	0,76±0,02	0,79±0,03	6,14±0,03	6,44±0,07
	ângulo desajustado para +0,3°					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,896±0,007	0,904±0,005	0,870±0,006	0,872±0,003	0,649±0,006	0,627±0,006
θ	-3,38±0,17	-3,51±0,25	-5,08±0,17	-5,02±0,20	-17,04±0,31	-16,62±0,29
η_2	0,45±0,02	0,43±0,03	0,86±0,03	0,83±0,04	5,51±0,06	5,73±0,11
	ângulo desajustado para -0,3°					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,908±0,012	0,915±0,004	0,886±0,005	0,890±0,003	0,644±0,006	0,655±0,006
θ	-3,40±0,33	-3,47±0,15	-4,85±0,20	-4,88±0,37	-16,65±0,26	-15,70±0,47
η_2	0,40±0,03	0,38±0,02	0,71±0,02	0,69±0,05	5,45±0,05	4,95±0,10
	posição de referência					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,913±0,009	0,914±0,004	0,883±0,012	0,883±0,007	0,635±0,010	0,635±0,004
θ	-3,46±0,24	-3,37±0,29	-4,51±0,32	-4,57±0,23	-18,13±0,82	-19,08±0,59
η_2	0,38±0,02	0,37±0,03	0,67±0,03	0,69±0,03	6,14±0,44	6,48±0,27

Os resultados dessas experiências condizem com os da experiência da $CMR_{(1)}$ (tabela 5.3), comparando-os nas respectivas frequências de análise. Esse fato garante a reprodutibilidade dos resultados, pois foram utilizadas duas células diferentes, $CMR_{(1)}$ e $CMR_{(2)}$.

Os resultados experimentais obtidos com a $CMR_{(2)}$ também mostram que o desvio padrão na fase e na magnitude crescem com a frequência, como já observado anteriormente na subseção 5.5.1. E também que o desvio padrão do segundo eco diminui em relação ao do primeiro eco na frequência de 1,4MHz.

Observa-se na tabela 5.7 ($CMR_{(2)}$ na frequência de 1,4MHz), analisando os dados somente na posição de referência, que a magnitude e a fase do coeficiente de

reflexão complexo se repetem independente do eco de reflexão com diferenças percentuais menores do que 1% e 13%, respectivamente. Essas diferenças foram maiores para a $CMR_{(2)}$ em relação à $CMR_{(1)}$ por motivos de ruído externo⁴ e do número de aquisições que foi menor, a média foi obtida a partir de seis medidas. Na viscosidade essas diferenças foram de no máximo 17% para o SAE 90, 6% para o SAE 140 e 2% para o Karo. Na tabela 5.8 ($CMR_{(2)}$ na frequência de 3,4MHz), analisando também na posição de referência, esses desvios percentuais máximos para a magnitude e fase foram de 0,5% e 7%, respectivamente, e para a viscosidade foram de 3% (SAE 90), 4% (SAE 140) e 6% (Karo). Esses resultados⁵ mostram que esta célula de medição com conversão de modo ($CMR_{(2)}$) também funciona para ambos os ecos.

As diferenças analisadas na experiência da $CMR_{(2)}$ na frequência de 1,4MHz para o primeiro eco, entre a média da fase dos dois primeiros experimentos com a fase do último, foram de aproximadamente 26% (SAE 90) e 18% (SAE 140). Provavelmente essas grandes diferenças surgiram, nesses líquidos utilizados de menor viscosidade, devido à variação de temperatura durante os experimentos e também a alguma instabilidade da eletrônica durante a aquisição dos sinais. Sabe-se que a fase é bastante sensível a mudanças na temperatura e na excitação do transdutor devido à instabilidade da eletrônica. O problema da instabilidade da eletrônica durante a aquisição será resolvido com a normalização dos sinais por meio do eco a_0 , como será constatado nas próximas experiências.

Nota-se nos resultados com o transdutor desalinhado, que apesar da amplitude do sinal decair aproximadamente 25% do valor obtido na posição de referência, a $CMR_{(2)}$ consegue reproduzir as grandezas envolvidas. Na experiência da $CMR_{(2)}$ na frequência de 1,4MHz, as variações percentuais das grandezas medidas com o ângulo desajustado para a posição de referência estão na faixa de 0 a 1% na magnitude, de 4 a 13% na fase e de 0,8 a 15% na viscosidade. Na experiência da $CMR_{(2)}$ na frequência de 3,4MHz, essas variações estão na faixa de 0 a 3% na magnitude, de 4 a 18% na fase e de

⁴ O desvio percentual medido na amplitude dos sinais adquiridos foi de 0,2% para a $CMR_{(2)}$ na frequência de 1,4MHz, já para a $CMR_{(1)}$ (experiência B1 em 1,4MHz) foi de 0,1%. Isso mostra que a relação sinal-ruído diminuiu na experiência $CMR_{(2)}$.

⁵ Os desvios percentuais foram calculados em relação aos valores obtidos com o primeiro eco.

0 a 23% na viscosidade. Essas variações resultam da imprecisão em manter a temperatura constante dos líquidos entre um e outro experimento e principalmente da instabilidade da eletrônica.

A tabela 5.9 mostra os resultados da velocidade de propagação na linha de retardo de medição (acrílico), calculados com os ecos $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$. Esses resultados foram utilizados no cálculo da viscosidade. Os valores são apresentados em duas colunas para as experiências da $CMR_{(2)}$ nas frequências de 1,4MHz e 3,4MHz, sendo que cada linha representa um ajuste do ângulo de incidência. Os desvios obtidos foram sempre menores do que 0,04m/s. Note-se que as diferenças entre as velocidades das posições de referência com aquelas de ângulos desajustados são muito pequenas. Observa-se uma diferença em relação à velocidade de propagação obtida na $CMR_{(1)}$ (experiência B1) de 2,3% e 1,8% para as frequências de análise de 1,4MHz e 3,4MHz, respectivamente.

Tabela 5.9. Velocidade de propagação no acrílico à 20°C ($CMR_{(2)}$).

	Velocidade de Propagação (m/s)	
	$CMR_{(2)}$ (1,4MHz)	$CMR_{(2)}$ (3,4MHz)
posição de referência	1379,6	1383,0
ângulo desajustado (+)	1379,8	1383,2
ângulo desajustado (-)	1378,3	1383,8
posição de referência	1379,6	1383,1

5.5.3 Normalização

O método de determinação do coeficiente de reflexão complexo pela conversão de modo pode ser melhorado, introduzindo uma normalização em relação às transformadas de Fourier dos sinais $A_{0(ar)}$ e $A_{0(liq)}$ que, como os sinais $A_{1(ar)}$, $A_{1(liq)}$, $A_{2(ar)}$ e $A_{2(liq)}$, variam no tempo. Considerando-se que os ecos refletidos na interface de medição variam proporcionalmente aos respectivos sinais $a_{0(ar)}$ e $a_{0(liq)}$ (ecos refletidos

na interface alumínio-acrílico), pode-se utilizar a equação (4.10). Assim, essa normalização é importante para corrigir a variação das amplitudes e das fases dos sinais, que podem mudar com o tempo devido à falta de estabilidade da eletrônica e do transdutor emissor, entre as aquisições feitas com a amostra ar e o líquido.

São apresentados, nesta subseção, os resultados experimentais obtidos com a $CMR_{(2)}$ utilizando a normalização⁶ dos sinais. É visto que a normalização realizada com a aquisição do sinal a_0 melhora a boa repetitividade dos resultados. Foram realizadas experiências variando a energia de excitação do emissor entre as aquisições quando se tinha a interface acrílico-ar (referência) e quando se tinha a interface acrílico-líquido, as quais permitiram verificar a influência da normalização nas grandezas medidas. Em todas as experiências são adquiridos oito vezes os ecos $a_{0(ar)}$, $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ quando a amostra é o ar, e mais oito vezes os ecos $a_{0(liq)}$, $a_{1(liq)}$ e $a_{2(liq)}$ quando a amostra é o líquido. A partir dessas aquisições, estimam-se a média e o desvio padrão das grandezas medidas na particular frequência de máxima energia da FFT dos sinais, utilizando os seguintes pares de relações dos ecos no domínio da frequência ($A_{1(ar)}/A_{0(ar)}$ e $A_{1(liq)}/A_{0(liq)}$) e ($A_{2(ar)}/A_{0(ar)}$ e $A_{2(liq)}/A_{0(liq)}$). Todo esse procedimento é realizado para os líquidos SAE 90, SAE 140 e Karo, nesta ordem por várias vezes. As medições foram sempre realizadas à temperatura de $20,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

A tabela 5.10 mostra os resultados experimentais obtidos com um transdutor de frequência central 1,6MHz, excitado com um ciclo de senóide. A viscosidade foi obtida, a partir das medidas normalizadas da magnitude e fase da transformada de Fourier dos sinais na frequência de análise de 1,4MHz. Foram realizados quatro experimentos. A única modificação feita durante os experimentos foi o nível de tensão elétrica de saída do gerador de funções que alimentava o amplificador de potência, sendo ora de 350mV, ora de 450mV. Isso resultava num aumento ou decaimento proposital das amplitudes dos ecos (5%-10%) entre as medições feitas com a amostra ar e com o líquido. No primeiro experimento, a tensão elétrica foi ajustada num valor menor quando a amostra

era o ar. No segundo experimento, a ordem da tensão elétrica foi invertida, foi ajustada num valor maior quando a amostra era o ar. No terceiro e quarto experimentos, a tensão elétrica foi mantida constante para as duas amostras.

Tabela 5.10. $CMR_{(2)}$ com normalização na frequência de análise de 1,4MHz.

Primeiro experimento – amplitudes diferentes						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,944±0,001	0,944±0,000	0,919±0,001	0,920±0,000	0,754±0,001	0,748±0,001
θ	-2,88±0,08	-2,67±0,09	-3,88±0,05	-3,57±0,03	-13,87±0,04	-13,27±0,06
η_2	0,49±0,02	0,45±0,02	0,95±0,01	0,87±0,01	7,19±0,05	7,03±0,05
Segundo experimento – amplitudes diferentes						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,942±0,001	0,943±0,001	0,918±0,001	0,918±0,001	0,748±0,000	0,743±0,001
θ	-2,87±0,03	-2,79±0,03	-3,83±0,03	-3,58±0,03	-13,61±0,04	-13,03±0,05
η_2	0,51±0,01	0,48±0,01	0,95±0,01	0,89±0,01	7,23±0,03	7,05±0,02
Terceiro experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,941±0,000	0,945±0,001	0,919±0,000	0,919±0,001	0,748±0,001	0,745±0,001
θ	-2,88±0,09	-2,68±0,05	-3,79±0,05	-3,56±0,05	-14,01±0,06	-13,37±0,07
η_2	0,51±0,02	0,45±0,01	0,94±0,01	0,87±0,02	7,45±0,02	7,20±0,04
Quarto experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,943±0,000	0,944±0,000	0,919±0,001	0,920±0,000	0,746±0,001	0,740±0,001
θ	-2,82±0,04	-2,65±0,05	-3,77±0,03	-3,57±0,12	-13,98±0,08	-13,48±0,09
η_2	0,48±0,01	0,45±0,01	0,93±0,01	0,86±0,03	7,50±0,04	7,39±0,03

Observa-se nessa tabela com normalização, que a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão complexo se repetem independente do eco de reflexão com diferenças menores do que 0,8% e 8%, respectivamente. Na viscosidade essas diferenças foram de no máximo 8% para o SAE 90, 8% para o SAE 140 e 3% para o Karo. Essas percentagens⁷ continuam sendo menores do que aquelas obtidas com a CTC

⁶ Não se utilizou a normalização nas experiências anteriores, porque havia inicialmente uma preocupação com a relação sinal-ruído dos ecos a_1 e a_2 . Assim, quando se aumentava o ganho durante a aquisição dos sinais, o eco a_0 saturava, impossibilitando o seu uso.

⁷ Todas essas percentagens foram calculadas em relação aos valores obtidos com o primeiro eco.

(tabela 5.2) e da mesma ordem de grandeza daquelas com a $CMR_{(1)}$ (tabelas 5.3) e $CMR_{(2)}$ sem normalização (tabela 5.7) na frequência de 1,4MHz. Esses resultados mostram que a $CMR_{(2)}$ com normalização na frequência de 1,4MHz funciona tanto para o primeiro eco quanto para o segundo eco. Além disso, pode-se verificar a boa reprodutibilidade dessa experiência com as anteriores.

Os desvios percentuais mínimos e máximos obtidos na experiência com normalização na frequência de 1,4MHz (tabela 5.10), entre todos os experimentos dos respectivos líquidos e ecos de reflexão, são mostrados na tabela 5.11. Note-se que os desvios na magnitude foram menores que os desvios na fase, por isso contribuíram menos com os desvios na viscosidade.

Tabela 5.11. Desvios percentuais obtidos na $CMR_{(2)}$ com normalização (1,4MHz).

	Desvios experimentais mínimo e máximo (%)					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
$\frac{\sigma_{R_{12}}}{R_{12}}$	0,0 a 0,1	0,0 a 0,1	0,0 a 0,1	0,0 a 0,1	0,0 a 0,1	0,1 a 0,1
$\frac{\sigma_{\theta}}{\theta}$	1,0 a 3,1	1,1 a 3,4	0,8 a 1,3	0,8 a 3,3	0,3 a 0,6	0,4 a 0,7
$\frac{\sigma_{\eta_2}}{\eta_2}$	2,0 a 4,1	2,1 a 4,4	1,1 a 1,1	1,1 a 3,4	0,3 a 0,7	0,3 a 0,7

A tabela 5.12 mostra os respectivos desvios percentuais teóricos obtidos para as grandezas medidas nas condições aproximadas dos experimentos, utilizando a análise de incertezas da seção 4.4. Foi utilizado nas simulações o modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação, considerando para os óleos os mesmo parâmetros usados na simulação dos gráficos da figura 4.3, e para o Karo foram alterados somente os seguintes parâmetros⁸: $G_{\infty,a} = 0,4 \cdot 10^8$ Pa e $\rho_2 = 1411$ kg/m³. A resolução no tempo foi considerada igual 0,2ns (um décimo do período de amostragem)⁹ e o desvio percentual

⁸ Será visto mais adiante que $G_{\infty,a} = 0,4 \cdot 10^8$ Pa é a constante que descreve o comportamento viscoelástico do líquido Karo.

⁹ Valor quantificado em simulações usando a fase da FFT com o nível de ruído dos sinais aproximados.

da magnitude¹⁰ igual a 0,1%. Os outros desvios percentuais foram admitidos iguais a zero ($\sigma_{c_1} / c_1 = \sigma_{\rho_1} / \rho_1 = \sigma_{\rho_2} / \rho_2 = 0\%$).

Tabela 5.12. Desvios percentuais simulados com normalização (1,4MHz).

	Desvios teóricos (%)					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
$\frac{\sigma_{R_{12}}}{R_{12}}$	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
$\frac{\sigma_{\theta}}{\theta}$	3,7	1,9	3,0	1,5	0,8	0,4
$\frac{\sigma_{\eta_2}}{\eta_2}$	4,9	2,5	3,8	1,9	1,0	0,5

Comparando as duas tabelas acima, nota-se que os desvios experimentais obtidos para qualquer grandeza medida com o primeiro eco são menores que os valores obtidos teoricamente. Já para as grandezas medidas com o segundo eco foram obtidos alguns poucos desvios experimentais maiores que os teóricos, porém da mesma ordem de grandeza. Esses desvios experimentais maiores são explicados a partir da relação sinal-ruído que é menor para o segundo eco, resultando numa pior resolução no tempo obtida com a FFT, pois a medida do intervalo de tempo pela fase da FFT é influenciada pela relação sinal-ruído. Deste modo, esses desvios explicam teoricamente os desvios padrões obtidos experimentalmente.

A tabela 5.13 mostra os resultados experimentais obtidos com a $CMR_{(2)}$ utilizando um transdutor de frequência central 5MHz, excitado com três ciclos de senóide. A frequência de análise utilizada na determinação das grandezas foi de 4,5MHz. Foram realizados três experimentos. A única modificação feita durante os experimentos também foi o nível de tensão elétrica de saída do gerador de funções, que resultava num aumento ou decaimento das amplitudes dos ecos de aproximadamente 5%-10%. No primeiro e no terceiro experimento, a tensão elétrica foi mantida constante

¹⁰ O desvio de 0,1% foi avaliado como o valor máximo obtido a partir de oito aquisições dos sinais a_0 , a_1 ou a_2 .

para as duas amostras. Somente no segundo experimento, a tensão elétrica foi menor quando a amostra era o ar.

Tabela 5.13. $CMR_{(2)}$ com normalização na frequência de análise de 4,5MHz.

Primeiro experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,907±0,002	0,914±0,005	0,870±0,001	0,874±0,006	0,619±0,002	0,633±0,008
θ	-4,15±0,13	-4,24±0,31	-5,50±0,10	-5,44±0,41	-18,40±0,21	-17,17±0,38
η_2	0,38±0,01	0,36±0,03	0,71±0,02	0,65±0,07	4,97±0,06	4,43±0,16
Segundo experimento – amplitudes diferentes						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,910±0,002	0,914±0,005	0,874±0,002	0,878±0,007	0,608±0,002	0,628±0,008
θ	-4,11±0,13	-3,99±0,46	-5,18±0,12	-5,30±0,34	-19,15±0,18	-17,66±0,78
η_2	0,36±0,02	0,33±0,04	0,64±0,02	0,63±0,05	5,35±0,04	4,63±0,27
Terceiro experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,906±0,001	0,913±0,004	0,871±0,002	0,874±0,006	0,606±0,002	0,628±0,005
θ	-3,92±0,30	-3,69±0,27	-5,12±0,21	-5,18±0,38	-17,98±0,28	-17,37±0,66
η_2	0,36±0,03	0,31±0,02	0,65±0,03	0,64±0,07	5,02±0,08	4,55±0,19

Observa-se nessa tabela com normalização na frequência de 4,5MHz, que a magnitude e a fase do coeficiente de reflexão complexo também se repetem independente do eco de reflexão com diferenças menores do que 4% e 8%, respectivamente. Na viscosidade essas diferenças foram de no máximo 14% para o SAE 90, 8% para o SAE 140 e 13% para o Karo. Essas percentagens¹¹ são da mesma ordem de grandeza daquelas obtidas com a $CMR_{(1)}$ (tabelas 5.3) na frequência de 4,5MHz. Esses resultados mostram que a $CMR_{(2)}$ com normalização na frequência de 4,5MHz funciona tanto para o primeiro eco quanto para o segundo eco, e que há uma boa reprodutibilidade das medidas com a $CMR_{(1)}$.

Os desvios percentuais mínimos e máximos obtidos na experiência com normalização na frequência de 4,5MHz (tabela 5.13), entre todos os experimentos dos respectivos líquidos e ecos de reflexão, são mostrados na tabela 5.14.

Tabela 5.14. Desvios percentuais obtidos na $CMR_{(2)}$ com normalização (4,5MHz).

	Desvios experimentais mínimo e máximo (%)					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
$\frac{\sigma_{R_{12}}}{R_{12}}$	0,1 a 0,2	0,4 a 0,5	0,1 a 0,2	0,7 a 0,8	0,3 a 0,3	0,8 a 1,3
$\frac{\sigma_{\theta}}{\theta}$	3,1 a 7,7	7,3 a 11,5	0,8 a 1,3	6,4 a 7,5	0,9 a 1,6	2,2 a 4,4
$\frac{\sigma_{\eta_2}}{\eta_2}$	2,6 a 8,3	6,5 a 12,1	1,8 a 4,1	7,9 a 10,9	0,7 a 1,6	3,6 a 5,8

A tabela 5.15 mostra os respectivos desvios percentuais teóricos obtidos para as grandezas medidas nas condições aproximadas dos experimentos. Foi utilizado nas simulações o modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação, considerando os mesmos parâmetros vistos na simulação da tabela 5.12. Os desvios da magnitude dos sinais na FFT foram avaliados de dados experimentais a partir de oito medidas na frequência de 4,5MHz, que resultaram nos seguintes valores máximos:

$$\frac{\sigma_{A_0}}{A_0} = 0,2\%, \quad \frac{\sigma_{A_1}}{A_1} = 0,3\% \quad \text{e} \quad \frac{\sigma_{A_2}}{A_2} = \begin{cases} 1,2\% \text{ (SAE 90 e SAE 140)} \\ 2,0\% \text{ (Karo)} \end{cases} \quad (5.1)$$

Sabe-se que o líquido Karo, por apresentar maior viscosidade do que os óleos, absorve mais energia do sinal acústico na reflexão e, por isso, menos energia volta ao receptor. Conseqüentemente, a relação sinal-ruído diminui para o Karo resultando num maior desvio, como mostrado acima. Além disso, quanto maior a frequência de excitação maior será o desvio das magnitudes dos sinais. Para os dados obtidos com o primeiro eco, a resolução no tempo foi considerada $\sigma_{\Delta t_1} = 0,2\text{ns}$ (um décimo do período de amostragem), independente do líquido. Para o segundo eco, como a relação sinal-ruído piorou, a resolução no tempo devido à FFT também piorou, resultando nos seguintes valores: $\sigma_{\Delta t_2} = 0,5\text{ns}$ para os óleos e $\sigma_{\Delta t_2} = 1\text{ns}$ para o Karo. Os outros

¹¹ Todas essas percentagens foram calculadas em relação aos valores obtidos com o primeiro eco.

desvios percentuais utilizados na simulação foram admitidos iguais a zero ($\sigma_{c_1}/c_1 = \sigma_{\rho_1}/\rho_1 = \sigma_{\rho_2}/\rho_2 = 0\%$).

Tabela 5.15. Desvios percentuais obtidos na $CMR_{(2)}$ com normalização (4,5MHz).

	Desvios teóricos (%)					
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
$\frac{\sigma_{R_{12}}}{R_{12}}$	0,5	0,9	0,5	0,9	0,5	1,4
$\frac{\sigma_{\theta}}{\theta}$	8,3	10,4	5,6	7,0	1,6	4,2
$\frac{\sigma_{\eta_2}}{\eta_2}$	10,0	14,0	7,0	9,8	2,0	5,1

Comparando as duas tabelas acima, nota-se que os desvios experimentais obtidos para qualquer grandeza medida são menores ou da mesma ordem de grandeza que os valores obtidos teoricamente.

A tabela 5.16 mostra os resultados da velocidade de propagação na linha de retardo de medição (acrílico), calculados com os ecos $a_{0(ar)}$ e $a_{1(ar)}$ para a primeira reflexão e com os ecos $a_{0(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ para a segunda reflexão. Os valores são apresentados em duas colunas para as experiências com frequências de análise de 1,4MHz e 4,5MHz, sendo que cada linha representa o cálculo feito com a primeira e a segunda reflexão, utilizando sempre como referência o eco $a_{0(ar)}$. Esses resultados, que apresentaram desvios menores do que 0,1m/s, são obtidos das médias das velocidades de cada aquisição utilizadas no cálculo da viscosidade. O desvio obtido em cada aquisição foi sempre menor do que 0,04m/s, isso implica num pequeno desvio percentual na determinação da velocidade, isto é, $\sigma_{c_1}/c_1 = 0,003\%$. Nota-se uma boa aproximação desses valores com as velocidades da tabela 5.9 e o mesmo comportamento com a frequência.

Tabela 5.16. Velocidade de propagação no acrílico à 20°C (Experiências com normalização).

	Velocidade de Propagação (m/s)	
	Exp. com $f=1,4\text{MHz}$	Exp. com $f=3,4\text{MHz}$
calculada entre $a_{0(ar)}$ e $a_{1(ar)}$	1378,1	1384,9
calculada entre $a_{0(ar)}$ e $a_{2(ar)}$	1377,9	1384,4

A normalização evita que apareçam valores absurdos na magnitude ou na fase e que resulte em discrepância na viscosidade, como se observa na tabela 5.17 quando não se realiza a normalização na frequência de 1,4MHz. Nota-se nessa tabela sem normalização, que a fase varia entre os experimentos de mesmo eco de no máximo 1,5° para os óleos e 1,1° para o Karo, enquanto para a tabela 5.10 com normalização, essa variação ficou em 0,1° para os óleos e 0,5° para o Karo. Verifica-se com isso que a normalização garante a boa repetitividade entre os experimentos, corrigindo as possíveis variações na fase resultante da instabilidade da eletrônica.

Tabela 5.17. $CMR_{(2)}$ sem normalização na frequência de análise de 1,4MHz.

Primeiro experimento – amplitudes diferentes						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,989±0,000	0,966±0,000	0,964±0,001	0,942±0,006	0,791±0,001	0,766±0,001
θ	-2,13±0,21	-2,30±0,13	-3,47±0,03	-3,36±0,03	-13,41±0,07	-13,04±0,05
η_2	0,07±0,01	0,23±0,01	0,37±0,01	0,59±0,01	5,81±0,04	6,36±0,04
Segundo experimento – amplitudes diferentes						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,897±0,001	0,921±0,001	0,874±0,000	0,896±0,000	0,712±0,000	0,725±0,001
θ	-3,66±0,07	-3,18±0,04	-4,65±0,04	-3,98±0,03	-14,48±0,06	-13,46±0,04
η_2	1,17±0,03	0,77±0,01	1,81±0,02	1,27±0,01	8,92±0,04	7,86±0,03
Terceiro experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,941±0,001	0,944±0,001	0,918±0,001	0,919±0,001	0,747±0,000	0,744±0,000
θ	-3,22±0,07	-2,84±0,04	-3,92±0,07	-3,62±0,06	-14,19±0,10	-13,46±0,08
η_2	0,58±0,01	0,48±0,01	0,97±0,02	0,89±0,02	7,57±0,05	7,26±0,04
Quarto experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,942±0,001	0,943±0,000	0,918±0,001	0,920±0,000	0,745±0,001	0,740±0,001
θ	-2,53±0,12	-2,51±0,09	-3,79±0,06	-3,58±0,11	-14,01±0,24	-13,50±0,16
η_2	0,45±0,02	0,43±0,01	0,94±0,01	0,87±0,02	7,55±0,12	7,41±0,07

Verifica-se, agora para a frequência de 4,5MHz, que a normalização também evita o cálculo de valores absurdos na magnitude ou na fase, como se observa na tabela 5.18 que mostra os resultados sem normalização. Os erros aparecem na magnitude do coeficiente de reflexão, principalmente, no experimento com amplitudes diferentes de excitação. Nota-se nessa tabela sem normalização, que a fase varia entre os experimentos de mesmo eco de no máximo 1,4° para SAE 90, 2,2° para SAE 140 e 2,3° para o Karo, enquanto para a tabela 5.13 com normalização, essa variação ficou em 0,6° para SAE 90, 0,4° para SAE 140 e 1,2° para o Karo. Verifica-se com isso que a normalização garante a boa repetitividade entre os experimentos para a frequência de 4,5MHz, corrigindo novamente as possíveis variações na fase resultante da instabilidade da eletrônica.

Tabela 5.18. $CMR_{(2)}$ sem normalização na frequência de análise de 4,5MHz.

Primeiro experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,906±0,001	0,913±0,005	0,870±0,002	0,875±0,006	0,619±0,002	0,633±0,008
θ	-4,12±0,13	-4,23±0,32	-5,12±0,08	-5,25±0,38	-17,94±0,11	-16,94±0,38
η_2	0,38±0,01	0,36±0,03	0,66±0,02	0,65±0,06	4,84±0,04	4,37±0,16
Segundo experimento – amplitudes diferentes						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,964±0,002	0,941±0,005	0,925±0,002	0,904±0,007	0,645±0,002	0,648±0,008
θ	-4,80±0,20	-4,33±0,50	-5,79±0,16	-5,60±0,32	-19,50±0,29	-17,83±0,75
η_2	0,16±0,01	0,25±0,03	0,41±0,02	0,52±0,04	4,89±0,06	4,41±0,26
Terceiro experimento – amplitudes iguais						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,906±0,002	0,912±0,004	0,870±0,002	0,874±0,007	0,608±0,002	0,628±0,005
θ	-3,38±0,10	-3,42±0,13	-3,61±0,37	-4,43±0,26	-17,18±0,29	-16,81±0,67
η_2	0,31±0,01	0,29±0,02	0,46±0,05	0,55±0,05	4,76±0,08	4,39±0,18

5.5.4 Calibração

Como o receptor de PVDF (espessura 28 μ m) apresenta uma resposta plana em frequência, numa faixa larga (0,2 a 35MHz), o sinal de referência obtido na reflexão com a amostra ar, pode ser armazenado para uma faixa de temperatura adequada desde que não provoque uma variação significativa nos ângulos da conversão de modos. Esse procedimento garante que a célula de medição seja calibrada uma única vez e utilizada nas aquisições feitas com os líquidos. Já para o transdutor de cisalhamento não há uma possibilidade simples de calibração, pois os sinais mudam com a excitação do transdutor e a recepção do eco.

A calibração para o n-ésimo eco refletido na interface de medição consiste na aquisição de dois sinais $a_{0(ar)}$ e $a_{n(ar)}$. O eco $a_{0(ar)}$ é usado na determinação da velocidade de propagação na linha de retardo de medição e na normalização do sinal

$a_{n(ar)}$, nas respectivas temperaturas de calibração. Assim, uma relação entre velocidade de propagação e temperatura é estabelecida, e determinam-se os respectivos valores da magnitude e fase da relação $A_{n(ar)} / A_{0(ar)}$, usada no cálculo do coeficiente de reflexão complexo da equação (4.10). Desse modo, após a calibração, pode-se realizar diversas medições com vários líquidos sem a necessidade de repetir a primeira medição com o ar, desde que conheça com precisão a temperatura ou a velocidade de propagação que fornecerão os valores usados na auto-calibração da célula.

A normalização dos sinais realizadas na calibração e na medição dos líquidos, possibilita fazer aquisições independentes dos ajustes dos equipamentos eletrônicos. Sabe-se que a atenuação e a velocidade de propagação dependem da temperatura, logo uma variação desta resultaria numa variação da amplitude e do tempo de voo do sinal. Assim, são necessários ajustes do ganho e da janela de tempo no osciloscópio durante as aquisições na calibração e na medição.

Seguem abaixo os resultados experimentais que mostram o efeito da auto-calibração numa faixa de temperatura de aproximadamente 18°C a 22°C. Esses resultados foram obtidos com a calibração no ar utilizando a $CMR_{(2)}$ com o transdutor de frequência central 1,6MHz, excitado com um ciclo de senóide. O ajuste do ângulo de incidência da onda longitudinal para maximizar os sinais foi feito à temperatura de 20°C. Foram realizadas várias aquisições dos ecos $a_{0(ar)}$, $a_{1(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ variando a temperatura do experimento. A média e o desvio padrão das grandezas envolvidas foram obtidos sempre de dez aquisições na particular frequência de 1,4MHz.

A figura 5.22 mostra os resultados da magnitude e fase da relação $A_{1(ar)} / A_{0(ar)}$ obtidos com a primeira reflexão, em função da velocidade de propagação medida com os ecos $a_{0(ar)}$ e $a_{1(ar)}$. Os pontos determinados em ambos os gráficos se aproximam a uma reta, ou seja, cada uma das grandezas medidas é uma função linear da velocidade de propagação para essa faixa de temperatura.

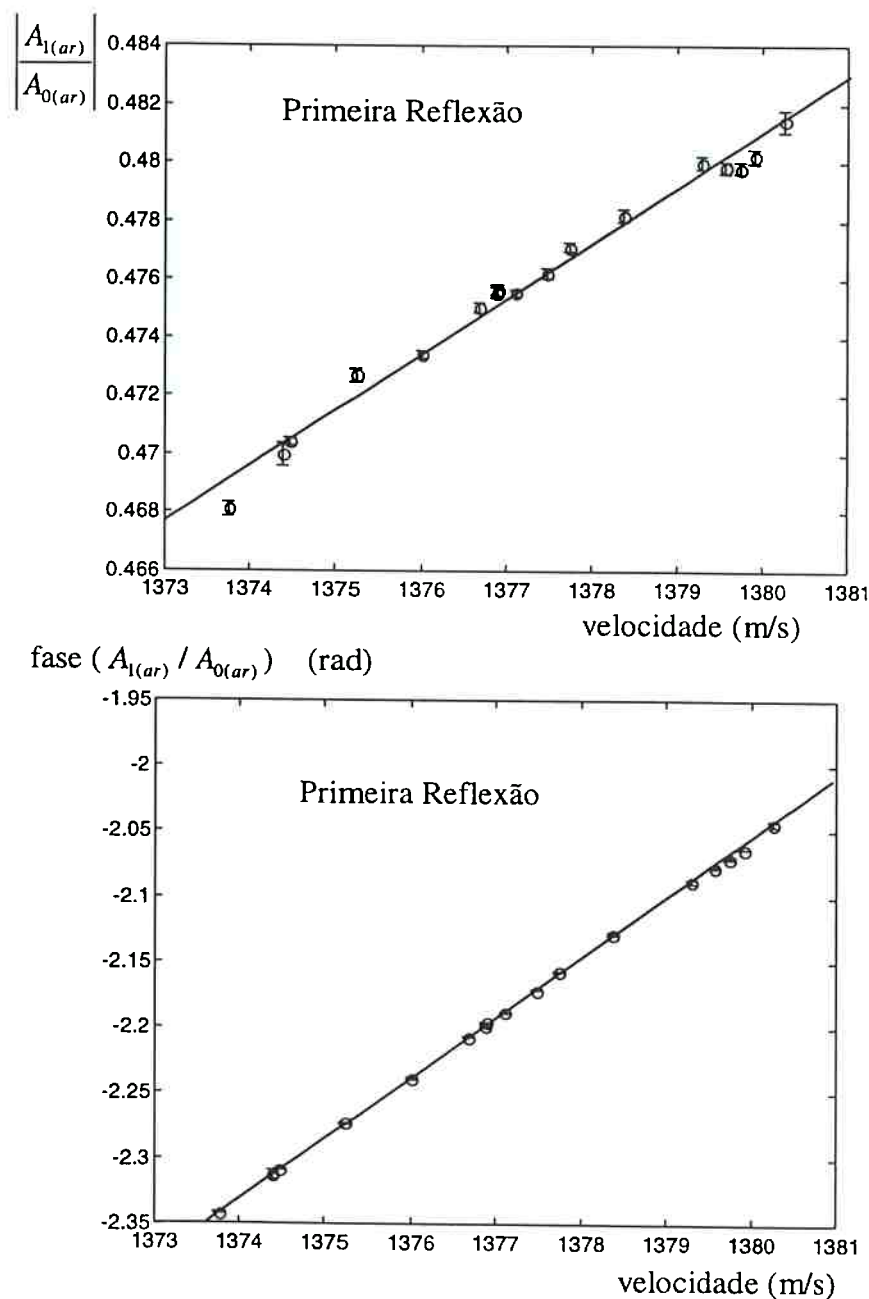


Fig. 5.22. Magnitude e fase obtidas na calibração para a primeira reflexão (1,4MHz).

A figura 5.23 mostra que a velocidade de propagação determinada na linha de retardo de medição (acrílico) é função da temperatura. Os valores da velocidade são obtidos a partir da diferença de tempo entre os ecos $a_{0(ar)}$ e $a_{1(ar)}$ com desvio padrão máximo de 0,04m/s. Pode-se traçar uma reta média por esses pontos com uma taxa de variação da velocidade de propagação em função da temperatura de $-1,6\text{m/s}^\circ\text{C}$, valor próximo do encontrado na literatura de $-2\text{m/s}^\circ\text{C}$ (Hartmann e Jarzynski, 1974).

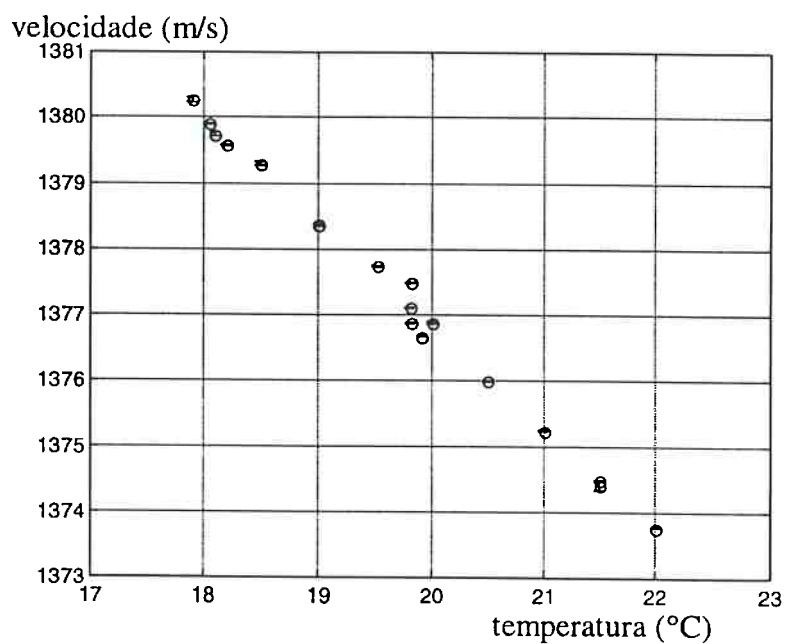


Fig. 5.23. Velocidade de propagação na linha de retardo de medição *versus* temperatura.

A figura 5.24 mostra os resultados da magnitude e fase da relação $A_{2(ar)} / A_{0(ar)}$, obtidos com a segunda reflexão, em função da velocidade de propagação medida com os ecos $a_{0(ar)}$ e $a_{2(ar)}$. Os valores da velocidade obtidas com esses ecos são próximos aos valores apresentados na figura 5.23, a diferença entre eles foram de no máximo 0,2m/s. Nota-se o mesmo comportamento linear das grandezas envolvidas em função da velocidade de propagação.

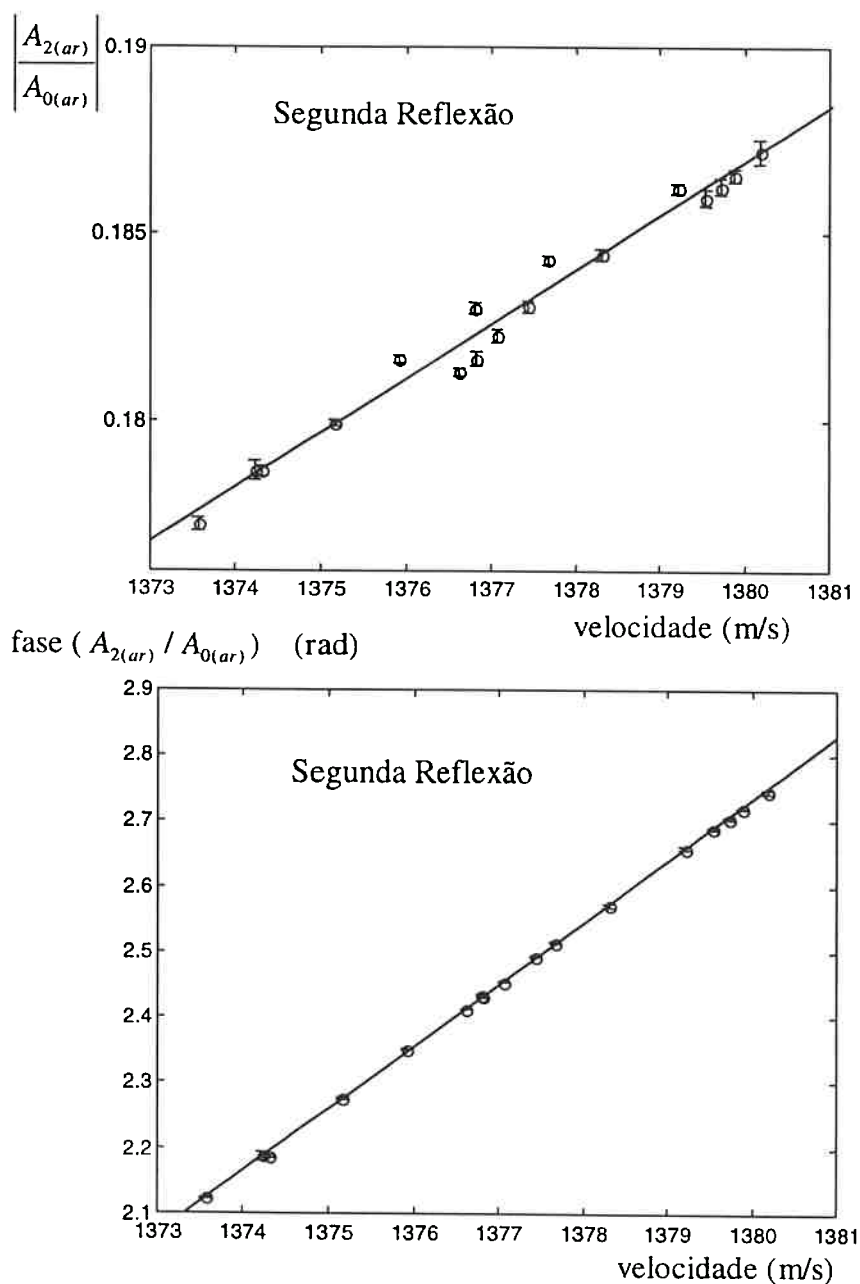


Fig. 5.24. Magnitude e fase obtidas na calibração para a segunda reflexão (1,4MHz).

As curvas de calibração obtidas acima, são agora utilizadas na auto-calibração da célula em duas condições de temperatura, 18°C e 20°C. A tabela 5.19 mostra os resultados experimentais que utilizaram a auto-calibração na frequência de análise de 1,4MHz. Em todas as experiências a média e o desvio padrão foram obtidos de oito aquisições dos ecos $a_{0(liq)}$, $a_{1(liq)}$ e $a_{2(liq)}$. Antes de colocar o líquido, foram realizadas algumas aquisições com a amostra ar, as quais possibilitaram medir a velocidade de propagação na linha de retardo, a fim de determinar o valor correto de cada ponto da

curva de calibração¹². Além disso, essa aquisição com o ar possibilitou calcular as mesmas grandezas medidas pela auto-calibração, as diferenças entre elas foram de no máximo 0,2% na magnitude, 1,3% na variação de fase e 3,5% na viscosidade em ambas as temperaturas.

Tabela 5.19. $CMR_{(2)}$ com auto-calibração na frequência de análise de 1,4MHz.

Primeiro experimento à temperatura de 20°C						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,943±0,001	0,942±0,000	0,921±0,000	0,916±0,000	0,755±0,001	0,747±0,000
θ	-3,05±0,07	-2,96±0,02	-3,87±0,02	-3,82±0,02	-13,32±0,05	-13,27±0,05
η	0,53±0,01	0,52±0,01	0,92±0,00	0,97±0,01	6,87±0,04	7,10±0,04
R_{12}	0,943±0,000	0,941±0,000	0,921±0,000	0,916±0,000	0,752±0,000	0,744±0,000
θ	-3,05±0,03	-3,05±0,03	-3,89±0,03	-3,83±0,03	-13,42±0,05	-13,54±0,04
η	0,53±0,01	0,55±0,01	0,93±0,01	0,97±0,01	7,00±0,03	7,34±0,03
Segundo experimento à temperatura de 18°C						
	SAE 90		SAE 140		Karo	
	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco	1º eco	2º eco
R_{12}	0,938±0,001	0,937±0,001	0,912±0,000	0,913±0,000	0,730±0,001	0,723±0,001
θ	-3,45±0,08	-3,26±0,06	-4,21±0,04	-3,67±0,03	-14,66±0,08	-14,22±0,06
η	0,65±0,02	0,62±0,01	1,13±0,01	0,97±0,01	8,46±0,06	8,45±0,05
R_{12}	0,938±0,000	0,938±0,000	0,913±0,001	0,912±0,001	0,730±0,000	0,719±0,000
θ	-3,25±0,02	-3,14±0,03	-4,32±0,04	-3,83±0,03	-14,79±0,03	-14,57±0,03
η	0,61±0,01	0,59±0,01	1,15±0,02	1,02±0,01	8,57±0,02	8,80±0,02

Esses resultados experimentais mostram que o receptor de PVDF do TDE realiza a auto-calibração usada nas medições com os líquidos, sem precisar adquirir uma nova referência a mesma temperatura do líquido. Uma curva de calibração é incorporada ao processamento dos dados de modo a compensar a variação da temperatura e eliminar o problema de variação do ajuste eletrônico. Essa curva pode ser determinada em função da velocidade de propagação da linha de retardo quando a amostra é o ar ou da temperatura do líquido.

¹² A leitura de temperatura no termômetro não é suficiente para garantir uma boa precisão.

5.5.5 Modelo de Maxwell

Todos os resultados experimentais da seção 5.5 obtidos com as células $CMR_{(1)}$ e $CMR_{(2)}$ à temperatura de 20°C são mostrados em gráficos para cada uma das grandezas (magnitude e variação de fase do coeficiente de reflexão complexo, e viscosidade do líquido) em função da frequência. Os resultados da subseção 5.5.3 considerados foram os obtidos pela $CMR_{(2)}$ com normalização, e os da subseção 5.5.4 foram os obtidos com a $CMR_{(2)}$ com auto-calibração. Nesses mesmos gráficos são aproximadas as curvas teóricas obtidas pelo modelo de Maxwell com dois tempos de relaxação, mostrando o comportamento viscoelástico dos líquidos: SAE 90, SAE 140 e Karo. A tabela 5.20 mostra todas as constantes usadas no modelo para a melhor aproximação com os dados experimentais.

Tabela 5.20. Constantes usadas no modelo de Maxwell (20°C).

	$G_{\infty,a}$ (Pa)	$G_{\infty,b}$ (Pa)	η_a (Pa.s)	η_b (Pa.s)
SAE 90	$0,4 \cdot 10^7$	$1 \cdot 10^9$	$0,29 \pm 0,02$	$0,29 \pm 0,02$
SAE 140	$0,5 \cdot 10^7$	$1 \cdot 10^9$	$0,655 \pm 0,05$	$0,655 \pm 0,05$
Karo	$0,4 \cdot 10^8$	$1 \cdot 10^9$	$5,035 \pm 0,25$	$5,035 \pm 0,25$

Obs: os desvios na viscosidade representam uma variação de temperatura de $\pm 0,5^\circ\text{C}$.

Os módulos elásticos instantâneos de cisalhamento do óleos foram considerados iguais aos da seção 5.3. à temperatura de 23°C. Admitiu-se nas simulações que os valores da viscosidade de cada elemento de Maxwell são metade da viscosidade a baixa frequência. Para a velocidade de propagação na linha de retardo foi utilizado um valor de 1380m/s igual para todas as frequências. Para as curvas do modelo de Maxwell foram utilizadas linhas contínuas e para os seus respectivos desvios ocasionados por uma variação de temperatura de $\pm 0,5^\circ\text{C}$ foram utilizadas linhas pontilhadas.

As figuras 5.25 mostram os resultados experimentais para a primeira reflexão e o modelo de Maxwell para os óleos, SAE 90 e SAE 140.

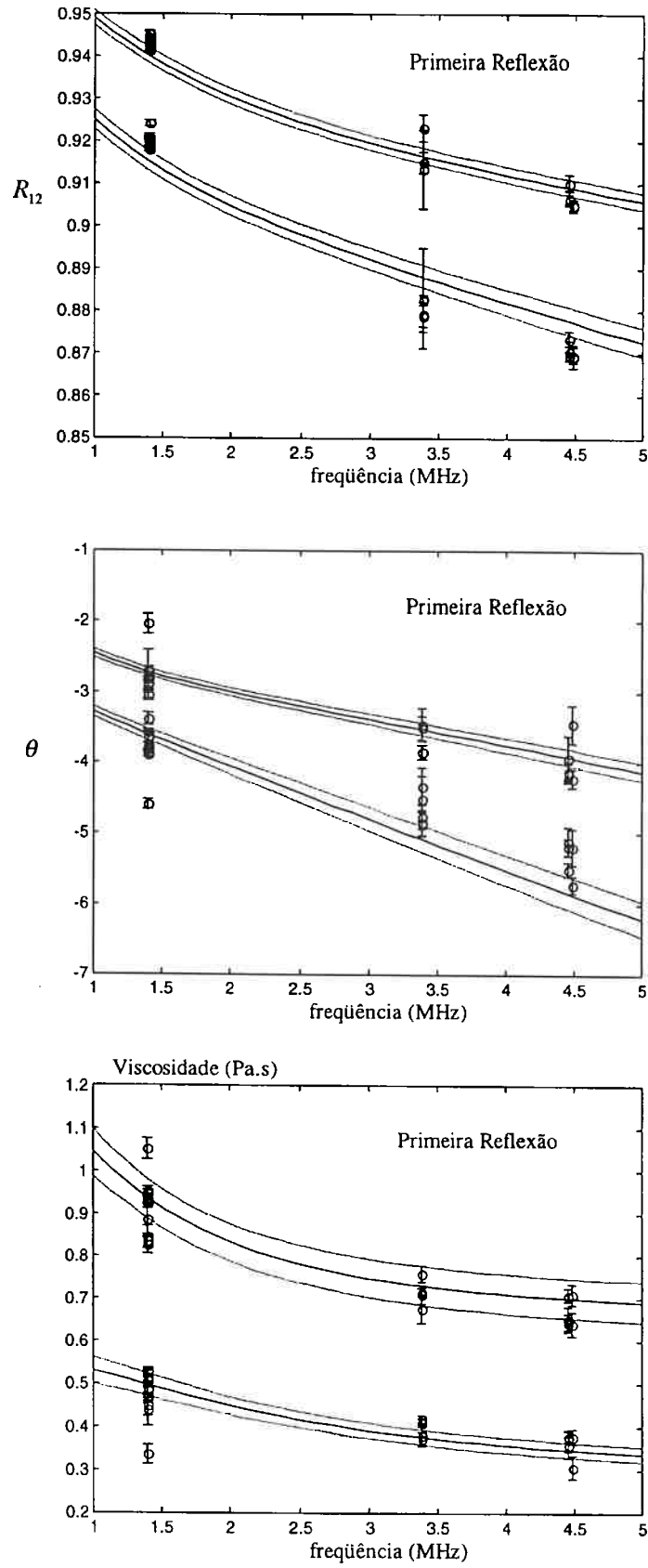


Fig. 5.25. Resultados experimentais e modelo de Maxwell para SAE 90 e SAE 140.

As figuras 5.26 mostram os resultados experimentais para a primeira reflexão e o modelo de Maxwell para o Karo.

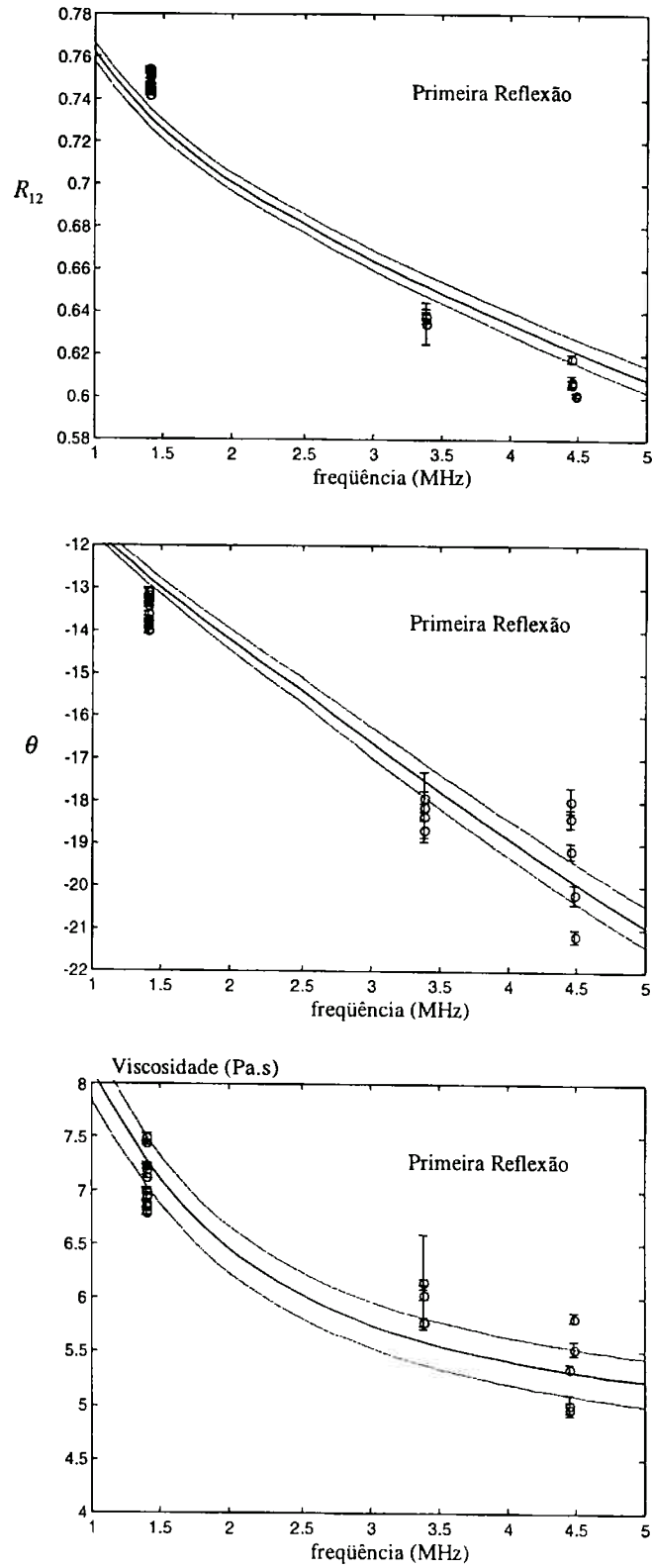


Fig. 5.26. Resultados experimentais e modelo de Maxwell para o Karo.

Nota-se nessas figuras que as células $CMR_{(1)}$ e $CMR_{(2)}$ fornecem os melhores resultados na frequência de 1,4MHz, com a melhor precisão dos dados experimentais, principalmente na magnitude. Além disso, verifica-se que a imprecisão na temperatura de $\pm 0,5^{\circ}C$ pode causar desvios da ordem de grandeza dos dados obtidos experimentalmente, conforme mostra a faixa definida entre as linhas pontilhadas. Os gráficos obtidos com a segunda reflexão são muito parecidos com estes mostrados acima.

Os valores calculados da viscosidade, usando a magnitude e a variação de fase do coeficiente de reflexão complexo medidas na célula em alta frequência, têm uma grande diferença quando comparados com os valores obtidos pelo viscosímetro em baixa frequência. Foi verificado nas experiências que somente a magnitude do coeficiente de reflexão complexo se aproxima mais do modelo de líquido Newtoniano e apresenta uma maior precisão do que a medição da variação de fase. Se esses líquidos são considerados Newtonianos então somente a magnitude é necessária no cálculo da viscosidade. Foi verificado que esse procedimento fornece bons resultados na estimativa da viscosidade em baixa frequência, os quais concordam melhor com os valores obtidos pelo viscosímetro.

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES

6.1 Conclusões

Os resultados obtidos em alta frequência (MHz) são menores que os obtidos com os viscosímetros usuais, que funcionam em baixa frequência. Foi escolhido um modelo baseado em dois tempos de relaxação (Modelo de Maxwell) e foram determinados os parâmetros para o melhor ajuste com os resultados experimentais para cada líquido estudado. Com esse modelo foi possível verificar o comportamento viscoelástico dos líquidos, cuja viscosidade dinâmica diminui com o aumento da frequência, fornecendo uma interpretação satisfatória para a faixa de frequências empregada neste trabalho.

Foi utilizado o transdutor duplo elemento (TDE), construído com uma única linha de retardo entre o emissor e receptor, eliminando os efeitos da falta de estabilidade da eletrônica e da difração acústica. A membrana de PVDF utilizada como receptor deve interceptar todo o campo acústico para que não haja perda devida à difração, caso contrário, a amplitude e fase dos sinais mudariam.

Foram analisadas duas estratégias aplicadas com conversão de modo para a medição de viscosidade de líquidos em frequências de 1 a 10MHz, utilizando o TDE. A primeira estratégia foi baseada no método de reflexão relativa, e a segunda no método

de múltiplas reflexões relativas, ambas determinando o coeficiente de reflexão complexo na interface sólido-líquido com incidência normal.

A estratégia baseada no método de reflexão relativa utiliza uma célula com o prisma de alumínio e outra com o prisma de acrílico. Os resultados obtidos com a célula com reflexão relativa (CRR) mostra que os valores da viscosidade utilizando prismas de alumínio e acrílico são bem aproximados, indicando uma boa reprodutibilidade das grandezas medidas. A CRR com prisma de alumínio é muito sensível ao nível de ruído, devido às pequenas variações da magnitude e fase do coeficiente de reflexão complexo na interface alumínio-líquido em relação à interface alumínio-ar, porém o prisma de alumínio possibilita a utilização de frequências mais elevadas devido ao menor coeficiente de atenuação do alumínio comparado com o acrílico. Os resultados experimentais e a análise de incertezas mostram que o prisma de acrílico fornece resultados com menores desvios. A desvantagem da CRR é que a montagem impede a medição da velocidade de propagação da onda acústica no prisma.

A estratégia baseada no método múltiplas reflexões relativas utilizou uma célula com o prisma de alumínio fixo a uma linha de retardo de acrílico. Vários resultados experimentais obtidos pela célula de múltiplas reflexões (CMR) indicam uma boa repetitividade e reprodutibilidade das grandezas medidas. Foram utilizados dois sistemas de vínculo, que ajustam o ângulo de incidência da onda longitudinal à face oblíqua do prisma. O segundo tipo de construção desse sistema, adotado na $CMR_{(2)}$, facilita o alinhamento do TDE, que maximiza os sinais.

A normalização possibilita corrigir a variação das amplitudes e das fases dos sinais entre as medições feitas com o ar (referência) e com o líquido, devida à falta de estabilidade da eletrônica e do transdutor emissor. Desse modo, pode-se fazer diversas medições com vários líquidos sem a necessidade de repetir a primeira medição com o ar, desde que a temperatura não varie e o ajuste do ângulo de incidência não mude. Além disso, verificou-se que após a normalização a diferença entre as medidas obtidas com o primeiro e com o segundo ecos refletidos na interface de medição diminuem. A normalização na frequência de 1,4MHz garante que a magnitude e a fase do coeficiente

de reflexão complexo se repetem independente desses ecos de análise com diferenças menores do que 0,8% e 8%, respectivamente. Na utilização com o transdutor de cisalhamento na geração direta, essas diferenças foram menores do que 1% na magnitude e 32% na fase, para a frequência de 0,93MHz.

A utilização de múltiplas reflexões para o n-ésimo eco não diminuiu o desvio padrão, como constatado pela análise de incertezas, porque a relação sinal-ruído diminuiu na análise experimental, dada a maior atenuação do sinal e a maior perda de amplitude devido ao aumento do número de reflexões nas interfaces. Entretanto, o método de múltiplas reflexões (por exemplo, $n=2$) ajuda a verificar, por meio da comparação entre as medidas obtidas com o primeiro e com o segundo ecos refletidos na interface de medição, se o paralelismo entre as interfaces dessa linha de retardo e o ajuste do ângulo de incidência são satisfatórios. Além disso, se as medições da velocidade de propagação utilizando os ecos $a_{0(ar)}$ e $a_{1(ar)}$ para a primeira reflexão e com os ecos $a_{0(ar)}$ e $a_{2(ar)}$ para a segunda reflexão forem iguais, estão garantidas as condições de paralelismo e incidência.

Foi verificado experimentalmente que a utilização do receptor de PVDF de grande abertura permite à CMR realizar a auto-calibração, conforme já constatado num artigo de 1998 (Adamowski *et al.*), que utiliza a mesma técnica de calibração. Uma curva de calibração foi determinada experimentalmente para uma faixa de temperatura adequada, desde que não provoque uma variação significativa nos ângulos da conversão de modos. O valor de cada ponto dessa curva de calibração equivale a uma medida feita tomando-se como referência o ar antes de se colocar o líquido. Foi verificada a possibilidade de se fazer uma única calibração da célula com o sinal refletido no ar e depois realizar as medições com os diversos líquidos. Para utilizar um dos resultados obtidos na calibração, deve-se escolher o valor definido pela velocidade de propagação na linha de retardo quando a amostra ainda é o ar, para evitar que a onda acústica interaja com o líquido diminuindo a velocidade.

A análise das estratégias propostas por outros autores, que utilizam o método da reflexão, mostra que a célula deste trabalho tem as seguintes vantagens: elimina os

efeitos da difração e falta de estabilidade da eletrônica, possibilita a normalização dos sinais e também permite a realização de uma auto-calibração.

Como sugestões para trabalhos futuros, propõe-se: utilizar materiais na conversão de ondas que tenham a mínima variação da velocidade de propagação acústica com a temperatura, garantindo que a incidência na interface de medição seja muito próxima da normal; e verificar a medição de viscosidade dinâmica com o líquido em movimento, colocando na parte superior da célula de medição, onde se coloca a amostra, uma peça que forme uma pequena câmara com uma entrada e uma saída para o líquido que seria movimentado, por exemplo, por uma bomba peristáltica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Adamowski, J. C. **Medição de Densidade de Líquidos por Ultra-som**, São Paulo, 1993, tese de doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
- Adamowski, J. C.; Buiochi, F.; Simon, C.; Silva, E. C. N.; Sigelman, R. A. "*Ultrasonic measurement of density of liquids*", **J. Acoust. Soc. Am.**, vol. 97, nº 1, p. 354-361, 1995.
- Adamowski, J. C.; Buiochi, F.; Sigelmann, R. A. "*Ultrasonic measurement of density of liquids flowing in tubes*", **IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control**, vol. 45, p. 48-56, 1998.
- Alig, I.; Lellinger, D.; Sulimma, J.; Tadjbakhsh, S. "*Ultrasonic shear wave reflection method for measurements of the viscoelastic properties of polymer films*", **Rev. Sci. Instrum.**, vol. 68, nº 3, p. 1536-1542, 1997.
- Bacaneli, F. **Determinação do teor de gordura no leite através de parâmetros acústicos**. São Paulo, 1998, dissertação de mestrado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- Barlow, A. J.; Erginsav, A. "*Viscoelastic relaxation in a series of short-chain polydimethyl siloxanes*" **J. Acoust. Soc. Am.**, vol. 56, nº 1, p. 83-86, 1974.
- Barlow, A. J.; Harrison, G.; Irving, J. B.; Kim, M. G.; Lamb, J.; Pursley, W. C. "*The effect of pressure on the viscoelastic properties of liquids*" in **Proc. R. Soc. Lond. A** 327, p. 403-412, 1972.

- Barnes, H. A.; Hutton, J. F.; Walters, K. **An Introduction to Rheology** Elsevier, New York, 1^o. ed., 1989. (fourth impression, 1996)
- Buiochi, F. **Análise dos métodos de medição de densidade de líquidos por ultrassom**, São Paulo, 1994, tese de mestrado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- Buiochi, F.; Adamowski, J. C.; Furukawa, C. M. "*Measurement of viscosity using wave mode conversion*" **IEEE International Ultrasonics Symposium**, Sendai - Japan, October 5-8, p. 1193-1196, 1998a.
- Buiochi, F.; Adamowski, J. C.; Tavares, M. R.; Pimenta, M. M.; Alvim, L. A. P. "*Estudo do Comportamento da Viscosidade de Resina por Ultra-Som*" **VII ENCIT - 7th Brazilian Congress of Engineering and Thermal Sciences**, Rio de Janeiro - RJ, p. 1141-1145, 1998b.
- Buiochi, F.; Adamowski, J. C.; Furukawa, C. M.; Higuti, R. T. "*Medição da Viscosidade de Líquidos Usando Conversão de Modo de Ondas Acústicas*" **Anais do Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica COBEM99**, em CD-ROM, Águas de Lindóia, SP, 1999.
- Cabot, R. C. "*A note on the application of the Hilbert Transform to time delay estimation*", **IEEE Transactions ASSP**, vol. 29, n^o 3, p. 607-609, 1981.
- Cohen-Tenoudji, F.; Pardee, W. J.; Tittmann, B. R.; Ahlberg, L. A.; Elsley, R. K. "*A shear wave rheology sensor*" **IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control**, vol. 34, n^o 2, p. 263-269, 1987.
- Dealy, J. M.; Broadhead, T. O. "*Rheometry for process control*" in **Techniques Rheological Measurement**, ed. A. A. Collyer, Chapman & Hall, New York, p. 285-324, 1993.

- Dual, J. "*Experimental Methods in Wave Propagation in Solids and Dynamic Viscometry*", Zurich, 1988, tese de doutorado, Swiss Federal Institute of Technology Zurich.
- França, D. R.; Wen, S. S. L.; Jen, K. T.; Nguyen, K. T.; Hébert, H. "*Advances in on-line monitoring of polymer injection molding process*", **Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium**, Toronto, Canada, p. 807-810, 1997.
- Frenkel, J. **Kinetic Theory of Liquids**. Dover Publications, New York, 1955.
- Graff, K. F. **Wave Motion in Elastic Solids**. Dover Publications, inc., New York, 1975.
- Habeger, C. C.; Wink, W. A. "*Development of a Double-Element Pulse Echo, PVDF Transducer*" **Ultrasonics**, vol. 28, p. 52-54, 1990.
- Hahn, H. T. **Application of ultrasonic technique to cure characterization of epoxies**", in **Nondestructive Methods for Material Property Determination** eds. C. O Ruud and R. E. Green, Plenum, New York, p. 315-336, 1983.
- Harrison, G.; Barlow, A. J. "*Dynamic Viscosity Measurement*", in **Methods of Experimental Physics**, Academic Press, Inc., vol. 19, p. 137-178, 1981.
- Hartmann, B.; Jarzynski, J. "*Ultrasonic hysteresis absorption in polymers*" **J. Appl. Phys.**, vol. 43, n° 11, p. 4304-4312, 1972.
- Hartmann, B.; Jarzynski, J. "*Immersion Apparatus for Ultrasonic Measurements in Polymers*" **J. Acoust. Soc. Am.**, vol. 56, p. 1469-1477, 1974.
- Higuti, R. T.; Adamowski, J. C.; Buiochi, F. "*Caracterização de Óleo Lubrificante Contaminado por Água Utilizando Ultra-Som*" **III INDUSCON - Conferência de**

Aplicações Industriais, IEEE Sul Brasil, São Paulo -SP, p. 58-61, setembro de 1998.

- Higuti, R. T.; Bacaneli, F.; Furukawa, C. M.; Adamowski, J. C. *“Ultrasonic Characterization of Emulsions: Milk and Water-in-Oil”* **IEEE International Ultrasonics Symposium**, Lake Tahoe, USA, October, 1999.
- Howard, D. W. *“A look at viscometry”* in **Food Technology’s Special Reports**, ed. J. D. Dziezak, Institute of Food Technologists - Chicago, p. 82-84, July 1991.
- Hunter, J. L.; Montrose, C. J.; Shively, J. H. *“Viscoelastic constants of a short-chain polymer”* **J. Acoust. Soc. Am.**, vol. 36, nº 5, p. 953-960, 1964.
- Jackman, M. *“In-line viscometers help achieve perfect product”* in **Food Technology’s Special Reports**, ed. J. D. Dziezak, Institute of Food Technologists - Chicago, p. 90-96, July 1991.
- Jen, C. K.; Chen, J. Y.; Hoa, S. V.; Nguyen, K. T.; Legoux, J. G.; Hébert, H. *“Clad buffer rods for in-situ process monitoring”*, **Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium**, Toronto, Canada, p. 801-806, 1997.
- Kino, G. S. **Acoustics Waves - Devices, Imaging & Analog Signal Processing** Prentice Hall, New Jersey, USA, 1987.
- Kinsler L. E.; Frey, A. R.; Coppens, A. B.; Sanders, J. V. **Fundamentals of Acoustics** John Wiley & Sons, 3^o ed., New York, USA, cap. 9, p. 217-246, 1982.
- Kiry, F.; Martinoty, P. *“Ultrasonic investigation of anisotropic viscosities in a nematic liquid-crystal”* **J. Physique**, vol. 38, p. 153-157, 1977.
- Krautkramer, F.; Krautkramer, H. **Ultrasonic Testing of Materials**, 2nd edition, Springer-Verlag, 1977.

- Lec, R. M.; Zhang, X. J.; Hammond, J. M. “A remote acoustic engine oil quality sensor”, **Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium**, Toronto, Canada, p. 419-422, 1997.
- Lynnworth, L. C. **Ultrasonic Measurements for Process Control: Theory, Techniques, Applications**, Academic Press, San Diego, 1989.
- Mackay, M. E. “Rheological measurements on small samples” in **Techniques Rheological Measurement**, ed. A. A. Collyer, Chapman & Hall, New York, p. 225-258, 1993.
- Mason, W. P.; McSkimin, H. J. “Measurement of shear elasticity and viscosity of liquids at ultrasonic frequencies” **J. Acous. Soc. Am.**, vol. 69, p. 464, 1947.
- Mason, W. P.; Baker, W. O.; McSkimin, H. J.; Heiss, J. H. “Measurement of shear elasticity and viscosity of liquids at ultrasonic frequencies” **Phys. Rev.**, vol. 75, n° 6, p. 936-946, 1949.
- Mason, W. P.; McSkimin, H. J. “Mechanical properties of polymers at ultrasonic frequencies” **Bell Syst. Tech. J.**, p. 122-171, 1952.
- Mason, W. P. **Physical Acoustics – Principles and Method** vol. 2 – part B, “Properties of polymers and nonlinear acoustic”, Academic Press, New York, p. 1-229, 1965.
- Matheson, A. J. **Molecular Acoustics** Wiley-Interscience, London, 1971.
- McSkimin, H. J. “Ultrasonic methods for measuring the mechanical properties of liquids and solids”, in **Physical Acoustics**, vol. 1 – part A, ed. W. P. Mason, Academic Press, New York, p. 271-334, 1964.

- McSkimin, H. J.; Andreatch Jr., P. “*Measurement of dynamic shear impedance of low viscosity liquids at ultrasonic frequencies,*” **J. Acoust. Soc. Am.**, vol. 42, nº 1, p. 248-252, 1967.
- Moore, R. S.; McSkimin, H. J. “*Dynamic shear properties of solvents and polystyrene solutions from 20 to 300 MHz*”, in **Physical Acoustics**, vol. 6, ed. W. P. Mason, Academic Press, New York, p. 167-243, 1970.
- 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 Coatings**, vol. 31, p. 179-184, 1997.
- Oliner, A. “*Microwave network methods for guided elastic waves*”, **IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques**, vol. MTT-17, nº 11, p. 812-826, 1969.
- O’Neil, H. T. “*Reflection and refraction of plane shear waves in viscoelastic media*” **Phys. Rev.**, vol. 75, nº 6, p. 928-935, 1949.
- Oppenheim, A. V.; Schafer, R. W. **Discrete-Time Signal Processing** Prentice Hall, New Jersey, 1989.
- Palhares Jr., C. B. **Estudo de Absorção Acústica em Líquidos - Medição em Substâncias Puras e Misturas Binárias**. São Paulo, 1994, dissertação de Mestrado, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- Philippoff, W. “*Relaxations in polymer solutions, liquids, and gels*”, in **Physical Acoustics**, vol. 2 – part B, ed. W. P. Mason, Academic Press, New York, p. 1-90, 1965.
- Piccirelli, R.; Litovitz, T. A. “*Ultrasonic shear and compressional relaxation in liquid glycerol*” **J. Acoust. Soc. Am.**, vol. 29, nº 9, p. 1009-1020, 1957.

- Race, S. W. "*Improved product quality through viscosity measurement*" in **Food Technology's Special Reports**, ed. J. D. Dziezak, Institute of Food Technologists - Chicago, p. 86-87, July 1991.
- Sette, D. "*Dispersion and absorption of sound waves in liquids and mixtures of liquids*" in **Encyclopedia of Physics**, ed. S. Hügge, v. XI/1 - Acoustics 1, Springer - Verlag, Berlin, p. 275-360, 1961.
- Shah V.; Balasubramaniam K. "*Effect of viscosity on ultrasound wave reflection from a solid/liquid interface*" **Ultrasonics**, vol. 34, p. 817-824, 1996.
- Sheen, S. H.; Chien, H.-T.; Raptis, A. C. "*An in line ultrasonic viscometer*" Review of **Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation**, eds. D. O. Thompson and D. E. Chimenti, Plenum Press, New York, vol. 14, p. 1151-1158, 1995.
- Sheen, S. H., Chien, H.-T., Raptis, A. C. "*Measurement of shear impedances of viscoelastic fluids*" **Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium**, p. 453-457, 1996.
- Vuolo, J. H. **Fundamentos da Teoria de Erros** Editora Edgard Blücher Ltda., São Paulo, 2º. ed., 1996.
- Whorlow, R. W. **Rheological Techniques** Ellis Horwood, New York, 2 ed., 1992.