

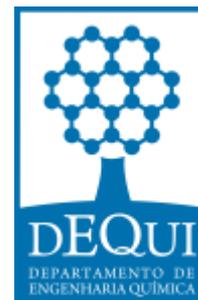


UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

ESCOLA DE ENGENHARIA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA

ENG7053 - TRABALHO DE DIPLOMAÇÃO EM
ENGENHARIA QUÍMICA



Análise do comportamento do reômetro Bohlin Gemini II para amostras de baixa viscosidade

Autor: Felipe de Moraes Fracasso

Orientador: Nilo Sérgio Medeiros Cardozo

Porto Alegre, novembro de 2016

Conteúdo

Conteúdo.....	ii
Agradecimentos.....	iii
Resumo	iv
Índice de Ilustrações.....	v
Tabelas.....	vi
1. Introdução.....	1
2. Conceitos Fundamentais	2
2.1. Reômetros	2
2.2. Reômetros Rotacionais	3
3. Metodologia	12
3.1. Materiais.....	12
3.2. Procedimentos de medida	12
3.3. Testes	15
4. Resultados.....	16
4.1. Procedimentos de Medidas para Cilindros Concêntricos.	16
4.1. Análise Preliminar do Desempenho do Reômetro para baixas viscosidades.....	19
4.2. Influência dos Parâmetros dos testes na Precisão dos Resultados.....	20
5. Conclusão.....	31
Referências.....	32
ANEXO – I	33
Manual Reômetro:.....	33

Agradecimentos

Primeiramente, aos meus pais Janete Teresinha de Moraes e João Carlos Reche Fracasso pelo amor e esforço para que não me faltasse nada em casa, deixando que eu pudesse me dedicar exclusivamente aos meus estudos.

A minha irmã Bianca e minha prima Natalia e todos meus amigos por estarem ao meu lado nos momentos difíceis e principalmente durante os momentos de lazer.

A minha namorada Laura, que durante o período mais difícil da faculdade, o carinho e confiança foram fundamentais para que eu conseguisse chegar até esta etapa da minha vida.

A meu orientador Nilo Sérgio Medeiros Cardozo, cuja paciência e ensinamentos foram fundamentais para conclusão deste trabalho.

Resumo

O reômetro rotacional Bohlin Gemini II (Malvern instruments, Reino Unido) do Laboratório de Tecnologia e Processamento de Polímeros do Departamento de Engenharia Química (LATEP/DEQUI) foi recentemente adquirido. As primeiras etapas de operação do referido equipamento, que incluíram a elaboração de manuais de operação do equipamento e para uso da geometria de placas paralelas, foram realizadas pelo autor em um trabalho anterior como parte da atividade de Estágio Supervisionado. No presente trabalho, os objetivos foram o estabelecimento da metodologia para uso da geometria de cilindros concêntricos e a realização de um estudo detalhado para a avaliação dos limites inferiores de viscosidade que podem ser medidos com o equipamento em questão, utilizando as geometrias de cone e prato e de cilindros concêntricos. Verificou-se que não foi possível atingir valores de viscosidade com menos de 20 % de erro e, além disso erros desta ordem só foram possíveis para uma faixa muito estreita de taxa de deformação. Identificou-se que o maior limitante de precisão foi o torque gerado pelas amostras, sendo que o limite inferior de torque para gerar boas medidas foi de 10^{-5} N·m. O fato de este limite ser superior ao torque mínimo nominal do equipamento indica a interferência de forças inerciais e de fricção no sistema motor do equipamento nas medidas.

Índice de Ilustrações

Figura 2.1: Sensor no modo (CS)	4
Figura 2.2: Sensores no modo (CR)	5
Figura 2.4: Erro versus R_i/R_o	7
Figura 2.5: Tipos de cilindros concêntricos.	8
Figura 2.6: Cone e prato.	9
Figura 2.7: Colocação da amostra no cone e prato	10
Figura 2.8: Pratos paralelos	11
Figura 3.1: Cone CP4/40. Fonte Malvern (2010)	13
Figura 3.2: Cilindro C25. Fonte Malvern (2010)	14
Figura 3.3: Nível de líquido para os dois modos de <i>gap</i>	14
Figura 4.1: Viscosidade no silicone para diferentes modos de <i>gap</i>	17
Figura 4.2: Análise da viscosidade do padrão	21
Figura 4.3: Gráfico da viscosidade do silicone para o cone	23
Figura 4.4: Comparação das medidas do silicone com os dois tipos de geometria	25
Figura 4.5: Comparação dos valores obtidos de viscosidade da água utilizando as geometrias de cilindros concêntricos e de cone e prato.	28
Figura 4.6: Melhores resultados obtidos para cada geometria.	29
Figura 4.7: Comparação do cone para os dois modos de sensibilidade.	30
Figura 4.8: Comparação do cilindro para os dois modos de sensibilidade.....	30

Tabelas

Tabela 4.1: Viscosidades para os dois modos de <i>gap</i>	17
Tabela 4.2: Resultados preliminares da água com os cilindros concêntricos.	19
Tabela 4.3: Resultados da análise do padrão.....	20
Tabela 4.4: Resultados padrão para um maior grau de sensibilidade.....	22
Tabela 4.5: Resultados da análise do silicone para o cone CP4/40	23
Tabela 4.6: Resultados do silicone para cilindro CP25.	24
Tabela 4.7: Resultados do cone para água.....	26
Tabela 4.8: Resultados do cilindro para água.....	27

1.Introdução

A reologia é ciência que estuda a deformação e escoamento dos materiais, sólidos ou líquidos, quando estes são submetidos a um dado campo de tensões. A caracterização reológica precisa de materiais é de grande importância, pois as propriedades reológicas têm importância fundamental no desenvolvimento e na aplicação final de alguns produtos - como, por exemplo, polímeros termoplásticos, suspensões e emulsões – e no projeto de sistemas de bombeamento e tubulações.

Para estudar os fenômenos reológicos foram propostos diversos modelos matemáticos para conseguir caracterizar os comportamentos que os materiais podem apresentar. A reometria utiliza estes modelos para desenvolver equipamentos, reômetros, que são utilizados para fazer medições de deformação e de tensão e com estas informações determinar as características do material. Devido à grande quantidade de comportamentos reológicos apresentados não existe um reômetro ideal que possa medir, com precisão, todos estes comportamentos, existindo diversos tipos de reômetros.

No presente trabalho o foco estará nos reômetros rotacionais, principalmente em um equipamento específico: um reômetro rotacional Bohlin Gemini II (Malvern instrumens, Reino Unido), que começou recentemente a ser operado no Laboratório de Tecnologia e Processamento de Polímeros do Departamento de Engenharia Química (LATEP/DEQUI) desta universidade. .

As primeiras etapas de operação do referido equipamento, que incluíram a elaboração de manuais de operação do equipamento e para uso da geometria de placas paralelas, foram realizadas pelo autor em um trabalho anterior como parte da atividade de Estágio Supervisionado.

No presente trabalho, os objetivos foram a finalização da etapa de definição de procedimentos de operação, com o estabelecimento da metodologia para uso da geometria de cilindros concêntricos e elaboração do respectivo manual, e a realização de um estudo detalhado para a avaliação dos limites inferiores de viscosidade que podem ser medidos com o equipamento em questão.

2. Conceitos Fundamentais

2.1. Reômetros

Reômetros são equipamentos utilizados para medir a tensão e a deformação aplicadas em uma amostra e, a partir destes parâmetros, determinar as propriedades reológicas de um material. Os diferentes tipos de reômetros podem ser divididos primeiramente pelo tipo de deformação que ele submete o material, sendo estes divididos em dois tipos: reômetros de cisalhamento e elongacionais. Os reômetros de cisalhamento podem ser ainda divididos em reômetros capilares e os reômetros rotacionais (Macosko, 1993).

No caso dos reômetros elongacionais, a dificuldade de estabelecer fluxos elongacionais homogêneos, principalmente para líquidos de baixa viscosidade, fez com que fossem desenvolvidas inúmeras configurações de equipamentos e métodos de medida. A escolha de qual método utilizar depende do tipo de amostra, mas as medidas são, em geral, difíceis de realizar e com muitas limitações com relação a taxa máxima de deformação que pode ser obtida e realização de medidas em condições de escoamento homogêneo e em regime estacionário. A determinação das propriedades elongacionais em uma amostra é muito importante para alguns processos da indústria de processamento de polímeros, como: termoformagem, produção de filmes por sopro (*film blowing*), e moldagem por sopro (Macosko, 1993).

Os reômetros capilares são equipamentos que utilizam a pressão exercida por um gás, pistão ou a gravidade para mover a amostra em tubo de raio e comprimento conhecido, de modo que a queda de pressão e a vazão no tubo são utilizadas para se determinar a viscosidade. (Macosko, 1993).

Os reômetros capilares são os equipamentos mais utilizados para medir viscosidade de materiais altamente viscosos, devido a sua simplicidade, baixo custo e capacidade de operar a taxas de deformação elevadas, próximas aquelas usadas em operações de processamento. Porém só permitem desenvolver escoamentos não homogêneos, o que limita a sua aplicação à medida de propriedades que não dependam do tempo. Para as medidas deve-

se garantir que o fluxo dentro do tubo possui velocidade máxima no centro e que a taxa de deformação é máxima nas paredes e zero no centro. O funcionamento dos reômetros capilares é semelhante a muitos processos na indústria isto faz com que eles sejam um bom indicador de comportamento do fluido no processo (R.P. Chhabra, J.F. Richardson, 2008).

Os reômetros rotacionais tem a limitação de trabalharem a taxas de deformação pequenas, comparadas aquelas utilizadas em reômetros capilares, porém permitem medidas em condições de escoamento mais homogêneas. Desta forma permitem uma variedade grande de tipo de testes que podem ser realizadas e, conseqüentemente, de tipos de propriedades reológicas que podem ser determinadas. Por este motivo, são fundamentais para o estudo da relação estrutura e propriedades em materiais e, conseqüentemente, para a avaliação de características estruturais a partir de dados reológicos. Pelo fato de que o equipamento estudado neste trabalho pertencer a esta classe de reômetros, informações mais detalhadas sobre este tipo de equipamentos são fornecidas na seção seguinte.

2.2. Reômetros Rotacionais

Reômetros rotacionais operam através da medição da velocidade de uma superfície móvel que está em contato com uma das fronteiras do líquido e a leitura do torque gerado pela força de cisalhamento exercida sobre o fluido que está em contato com as duas superfícies (móvel e parada). Estes reômetros podem se diferenciar pelo tipo de sistema de controle de movimento, que pode ser por controle da deformação (CR) ou da tensão aplicada (CS). Além disso, geralmente os equipamentos deste tipo permitem realização de medidas em dois modos de operação (oscilatório e não oscilatório) e usando diferentes geometrias de teste (Macosko, 1993).

2.2.1. Sistemas de controle de movimento

Nos reômetros com controle da tensão aplicada (CS), uma tensão de cisalhamento especificada é aplicada na amostra através do controle do torque do aparelho e deformação ou taxa de deformação resultante é medida. Utilizando um sensor do tipo Searle (o sensor está conectado com a parte móvel do aparelho), mostrado na Figura 2.1, o rotor irá gerar torques pré-estabelecidos, sendo que a resistência da amostra medida pelo sensor será usada para o controle da velocidade de giro do rotor, mantendo a tensão constante (Schramm, 2000).

O motor gera o torque no reômetro através de um campo magnético gerado em volta de uma haste de cobre que usa como suporte um colchão de ar. Para este sistema, faz-se necessário que o motor tenha um sistema de resfriamento quando se deseja trabalhar com elevados de torque.

A principal limitação deste modelo de reômetro é que quando se aplica torques muito baixos na amostra, este torque pode não ser suficiente para vencer as forças inerciais do reômetro, do colchão de ar e da fricção no motor limitando a leitura de amostras de baixa viscosidade (Macosko, 1993).

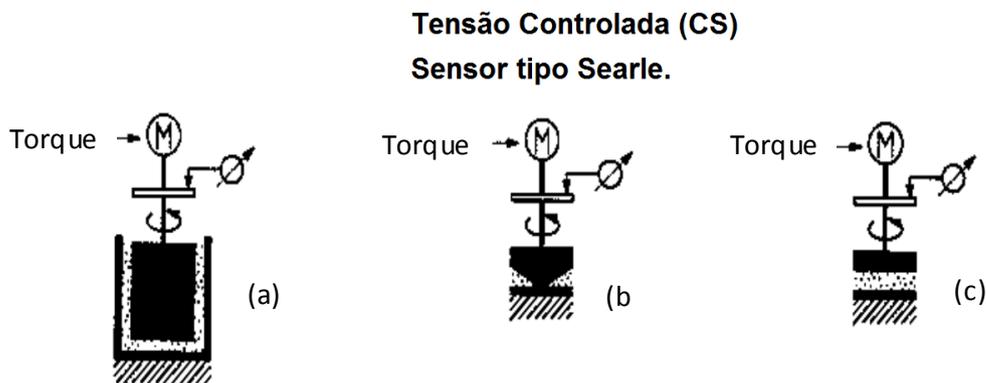


Figura 2.1: Sensor no modo (CS) para três tipos de geometria
(a) Cilindros concêntricos (b) Cone e Prato (c) Pratos Paralelos
Adaptado de Schramm (2000)

Nos modelos com sistema de controle de taxa de deformação (CR), controla-se a velocidade angular do rotor para que este gere uma deformação na amostra, a resposta da amostra gera um torque que é medido pelo sistema e utilizado para determinar a viscosidade da amostra.

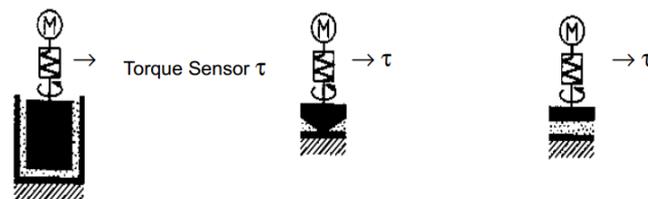
Os reômetros CR podem utilizar dois tipos de sensores para o controle da taxa de deformação: tipo Searle e o tipo Couette (Schramm, 2000).

Nos sistemas tipo Searle (Figura 2.2), o rotor gira a velocidades programadas, de modo que a resistência da amostra localizada entre as partes móvel e fixa gera um torque, que é medido pelo sensor no rotor. Estes modelos apresentam vantagens com relação ao tipo Couette no controle de temperatura e por serem aparelhos de menor custo, porém para líquidos pouco viscosos a altas taxas de deformação geram fluxos turbulento que ocasiona erros de medida (Schramm, 2000).

Nos CR tipo Couette, o rotor e o sensor estão em hastes diferentes do aparelho, por exemplo, no caso de cilindros concêntricos o cilindro externo é rotor e o cilindro interno é o sensor. O funcionamento segue o mesmo princípio do tipo Searle, o rotor gira em uma velocidade fixa e o sensor mede o torque da amostra como resposta. Este tipo de sensor mantém fluxo laminar em amostras de baixa viscosidade mesmo com altas taxas de cisalhamento e também pode medir as propriedades viscoelásticas da amostra. A maior desvantagem do tipo Couette para o tipo Searle está no controle de temperatura. (Schramm, 2000).

Taxa de Deformação Controlada (CR)

Sensor tipo Searle



Sensor tipo Couette

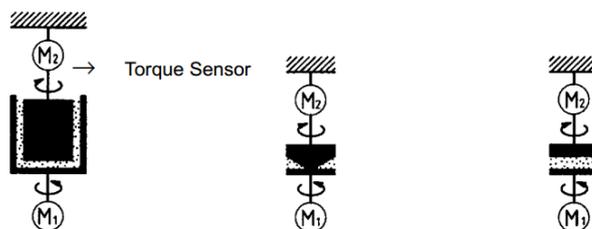


Figura 2.2: Sensores no modo (CR)
Adaptado de Schramm (2000)

2.2.2. Geometrias para Reômetros Rotacionais

2.2.2.1. Cilindros Concêntricos

Esta geometria consiste em dois cilindros de raios diferentes (Figura 2.3), um no formato de copo, onde se coloca a amostra, e o outro de menor raio que é colocado dentro do primeiro, sendo um dos cilindros móvel e o outro parado. O sensor detecta o comportamento da amostra através da parede do cilindro menor. Para melhores resultados o espaçamento entre a parede externa do cilindro menor e a interna do maior deve ser pequeno ($R_i/R_0 > 0,9$), resultando em um fluxo similar ao encontrado em placas paralelas (Macosko, 1993).

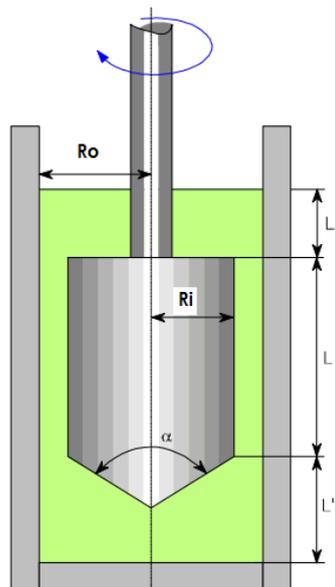


Figura 2.3: Representação esquemática da geometria de cilindros concêntricos
Adaptado de Mezger (1998)

Cilindros concêntricos não podem ser considerados reômetros de fluxo homogêneo, pois a taxa de cisalhamento não é constante ao longo do espaçamento entre os cilindros. Para medirmos as propriedades é necessário utilizar artifícios matemáticos para medir as funções, o qual podem acarretar em um erro nas medidas dependendo das condições de medida (Macosko, 1993).

Neste tipo de geometria é importante considerar a razão entre os raios dos dois cilindros e a possibilidade de influência de efeitos das fronteiras inferior e superior, da presença de fluxo secundário e do aquecimento por dissipação viscosa.

A razão entre os raios dos cilindros interno e externo (R_o/R_i) é importante porque tem grande influência nos erros de medida. Quanto mais próximo de 1 for a razão mais nos aproximamos de um regime de fluxo homogêneo, como representado esquematicamente na Figura 2.4. Para líquidos não-newtonianos, manter a condição de regime homogêneo é importante, pois as suas propriedades podem depender fortemente da taxa de deformação. Porém para líquidos que possuem partículas grandes, se a distância entre as paredes for muito pequena teremos um erro devido às forças adicionais devido ao contato de partículas com as paredes do canal de escoamento. Assim, para fluidos contendo partículas, R_o menos R_i deve ser maior que 10 -100 vezes o tamanho da maior partícula (Walters, 1989; Chhabra, 2008).

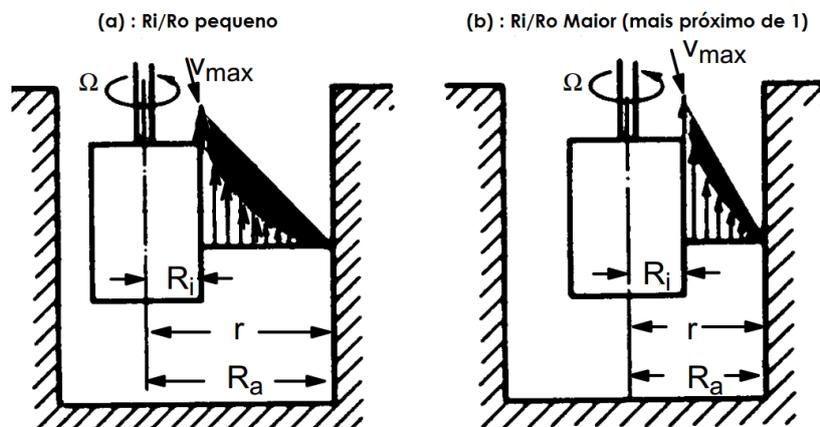


Figura 2.4: Erro versus R_i/R_o
Adaptado de Schramm (2000)

Com relação aos efeitos das fronteiras superior e inferior, deve-se considerar que todos os cálculos realizados para esta geometria são feitos levando-se em conta somente o escoamento na região lateral, formada pelo espaço anular entre os cilindros interno e externo. Porém, na parte superior e inferior da geometria também teremos amostra e as forças exercidas nestas regiões podem ser significativas, dependendo do material que estamos medindo e das dimensões

exatas de cada região. Na parte inferior o movimento rotacional irá gerar cisalhamento na amostra, semelhante ao que ocorre entre pratos paralelos. Na parte superior o problema é menor, mas pode ocorrer para materiais que tendem a evaporar muito rápido ou que mudam sua estrutura ao entrarem em contato com o ar. Para minimizar estes efeitos diversos modelos de cilindros concêntricos foram criados conforme mostrado na Figura 2.5 (Macosko, 1993).

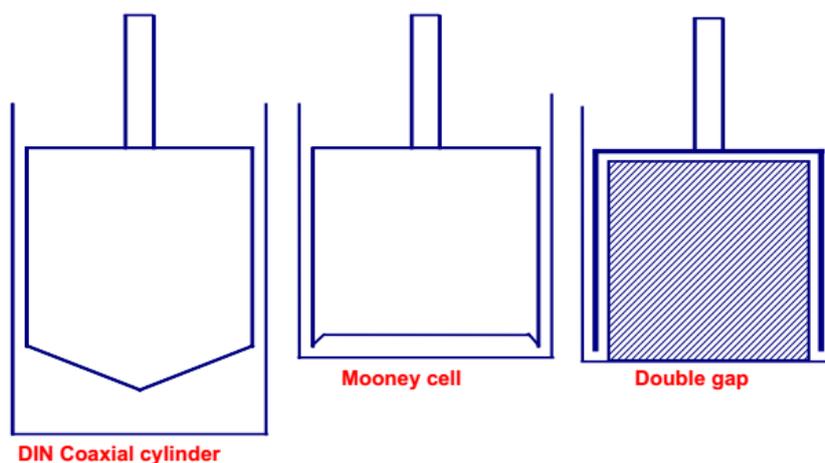


Figura 2.5: Tipos de cilindros concêntricos.
Fonte: Bohlin (1994)

Por outro lado, o fluxo secundário ocorre quando o cilindro interno está girando a velocidades demasiado elevadas, causando os chamados vórtices de Taylor. Isto causa um aumento no torque lido e, conseqüentemente, um aumento aparente na viscosidade (Macosko,1993).

Com relação ao aquecimento viscoso, as forças de cisalhamento exercidas nesta geometria podem gerar aumento da temperatura por dissipação de energia mecânica. Isto pode ocasionar erros de medida, visto que a viscosidade diminui de forma exponencial com a temperatura, para a maioria dos materiais. Este problema é mais grave em materiais com baixa condutividade como os polímeros (Macosko,1993).

2.2.2.2. Cone e prato

Esta geometria (Figura 2.6) apresenta a grande vantagem de que proporciona taxa de deformação constante em toda a região de escoamento quando o ângulo do cone é pequeno (menor que 4°). O ângulo do cone garante a taxa constante

e também irá determinar o afastamento que devemos colocar entre as placas (*Gap*). Para sistemas com particulados, assim como no caso dos cilindros concêntricos, deve-se garantir que a distância entre as placas seja em torno de 100 vezes maior que o tamanho das partículas, para evitar erros (Chhabra, J.F. Richardson, 2008).

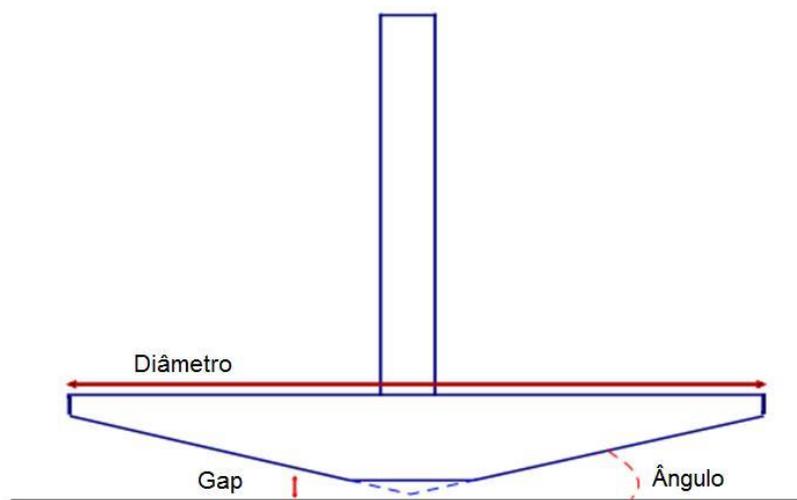


Figura 2.6: Representação esquemática da geometria de cone e prato.
Adaptado de Bohlin (1994)

Para a análise matemática dos dados obtidos com cone e prato, assume-se que as bordas do líquido possuem formato esférico, como representado na Figura 2.7c. Neste sentido, um erro muito comum é a colocação de um excesso de amostra, de modo que não se forma uma borda arredonda, e o líquido se acumular do lado de fora do cone (Figura 2.7b); este acúmulo pode causar um erro na medida elevando o torque detectado, pouca quantidade de amostra também irá causar erros de medida (Figura 2.7b) (Macosko,1993).

Devemos cuidar para que não ocorra perda da amostra pelas bordas da geometria, o que pode ocorrer facilmente para líquidos pouco viscosos a altas taxas de deformação (Macosko,1993).

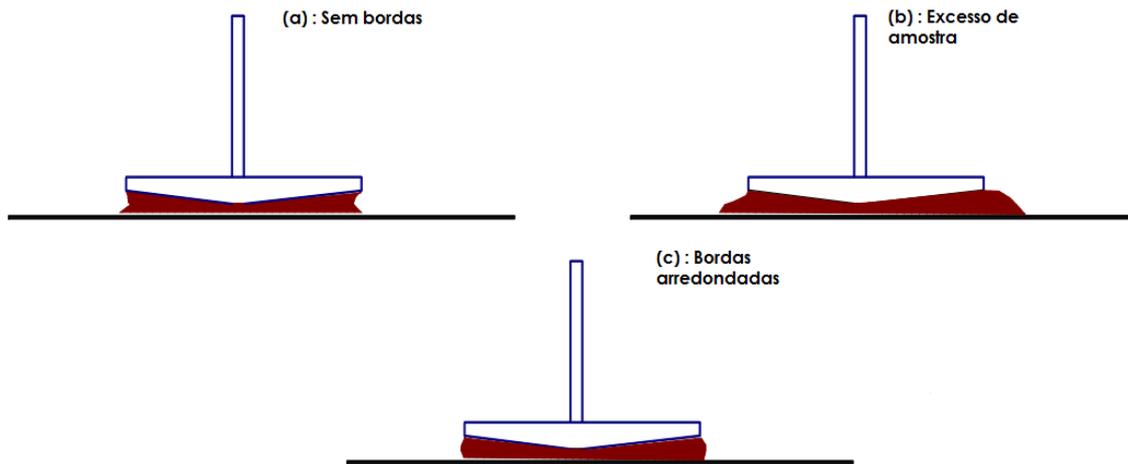


Figura 2.7: Colocação da amostra no cone e prato
Adaptado de Bohlin (1994)

Assim como os cilindros a geometria de cone também irá apresentar um fluxo secundário devido a inércia a partir de um determinado valor de velocidade de rotação. Quanto maior o ângulo do cone e menor a viscosidade do material, maior será o problema; este fluxo irá aumentar o torque medido no aparelho (Macosko, 1993).

Os efeitos de dissipação viscosa são similares aos do cilindro causando aumento de temperatura e conseqüentemente diminuição da viscosidade (Macosko, 1993).

2.2.2.3. Pratos Paralelos

Esta geometria, representada na Figura 2.8, contém dois discos planos, um móvel e o outro imóvel. O escoamento é semelhante ao que acontece na geometria de cone e prato, porém pratos paralelos não produzem escoamento homogêneo entre as placas. A deformação é zero no centro e máxima na borda; assim para determinarmos a taxa de deformação devemos utilizar algum artifício matemático. Como a geometria é composta por duas placas lisas podemos escolher qual será a separação entre elas, ao contrário do caso da geometria de cone e prato na qual tem-se uma separação exata para cada ângulo. Isto torna possível obtermos diferentes taxas de deformação sem precisarmos aumentar a

rotação; o formato da geometria também facilita na limpeza e na colocação de amostras (Macosko,1993).

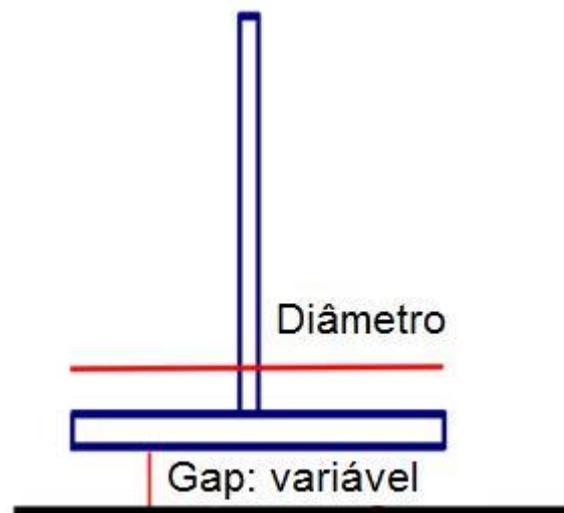


Figura 2.8: Representação esquemática da geometria de pratos paralelos
Adaptado de Bohlin (1994)

Os erros devido ao fluxo secundário, dissipação viscosa e efeito das bordas são similares aos que ocorrem no cone e prato, porém podem ser diminuídos ao operarmos com pequenas distâncias entre as placas (Macosko,1993).

3. Metodologia

3.1. Materiais

Foram utilizadas as seguintes amostras líquidas a temperatura ambiente, selecionadas com base em suas viscosidades: (i) um óleo de silicone fornecido como padrão para calibração do reômetro; com viscosidade de 0,99 Pa.s a 25 °C; (ii) um óleo de silicone comercial de maior viscosidade que o primeiro, porém de viscosidade desconhecida; (iii) água pura (viscosidade de 1,002 mPa.s a 20 °C).

3.2. Procedimentos de medida

Os experimentos foram feitos utilizando o reômetro Gemini Bohlin II 200 (Malvern instruments, Reino Unido). Este equipamento pode operar em dois modos de operação, controlando a taxa de deformação (CR) ou a tensão de cisalhamento (CS). A faixa de torque nominal do aparelho está entre 5×10^{-8} N·m até 0,2 N·m para os dois modos de operação.

O controle de temperatura foi feito usando um sistema de Peltier que pode levar o sistema a temperaturas máximas de 200 °C ou até -30 °C com auxílio de um sistema de refrigeração.

As geometrias disponíveis para realizarmos os experimentos foram as seguintes: cone prato de 40 mm de diâmetro e 4° de ângulo (CP 4/40), cilindro concêntrico de 25 mm (C25) e pratos paralelos de 20 mm (PP20).

Tanto a aquisição como a análise de dados foram realizadas utilizando o software Bohlin software (Bohlin, Reino Unido).

Os testes foram feitos utilizando a função de viscosimetria do aparelho. Foram realizadas múltiplas corridas para diferentes taxas de deformação. Para cada teste a taxa de deformação foi mantida constante e a viscosidade da amostra foi medida em diversos intervalos de tempo durante o teste.

Além da taxa de deformação para algumas taxas de deformação modificou-se o tempo de integração, tempo médio de análise de cada ponto durante a medida e sensibilidade, que são parâmetros do software de análise de dados, sobre os quais não se dispõe informação detalhada no manual do equipamento.

As medidas foram realizadas utilizando duas geometrias diferentes: cone e prato e cilindros concêntricos.

As medidas com a geometria de cone e prato foram realizadas seguindo os passos do manual elaborado no laboratório em trabalho anterior (ANEXO-I). O cone utilizado foi o modelo CP 4/40 de 40 mm de diâmetro e 4° de ângulo (Malvern instruments, Reino Unido), mostrado na Figura 3.1.



Figura 3.1: Cone CP4/40. Fonte Malvern (2010)

Primeiramente o zero da separação entre cone e prato é ajustado, fazendo o cone tocar na placa inferior, por conveniência daqui para frente no texto esta ação de ajuste do zero de separação entre as partes da geometria de medida será designado pelo verbo zerar. Este procedimento é muito importante para garantir que o *gap* entre as duas superfícies seja o indicado para o ângulo do cone utilizado. Com o equipamento zerado a amostra é colocada no centro da geometria inferior e cone é abaixado até atingir o valor de *gap* indicado.

Os testes com cilindros concêntricos foram feitos utilizando um cilindro C25 DIN - 53019 com 25 mm de diâmetro (Malvern instruments, Reino Unido) com a parte inferior do cone interno em formato cônico (Figura 3.2), usando 13 mL de amostra, como sugerido no manual do aparelho.



Figura 3.2: Cilindro C25. Fonte Malvern (2010)

Os procedimentos para utilização dos cilindros concêntricos ainda não estavam definidos, sendo que a sua definição foi uma das etapas do presente trabalho. Um aspecto importante testado neste contexto foi a maneira de regular o *gap*, que nesta geometria é a distância entre a extremidade inferior do cilindro interno e o fundo cilindro externo (Figura 3.3). Foram testados dois modos para determinar este *gap*. O primeiro consistiu em utilizar o *gap* do cone de 4° de ângulo e deixar a amostra cobrir toda parte superior do cilindro; no segundo modo o *gap* era determinado pela camada de líquido na parte superior do cilindro, fazendo o líquido apenas tocar a borda sem cobri-la, neste modo podemos considerar que utilizamos um *gap* variável.

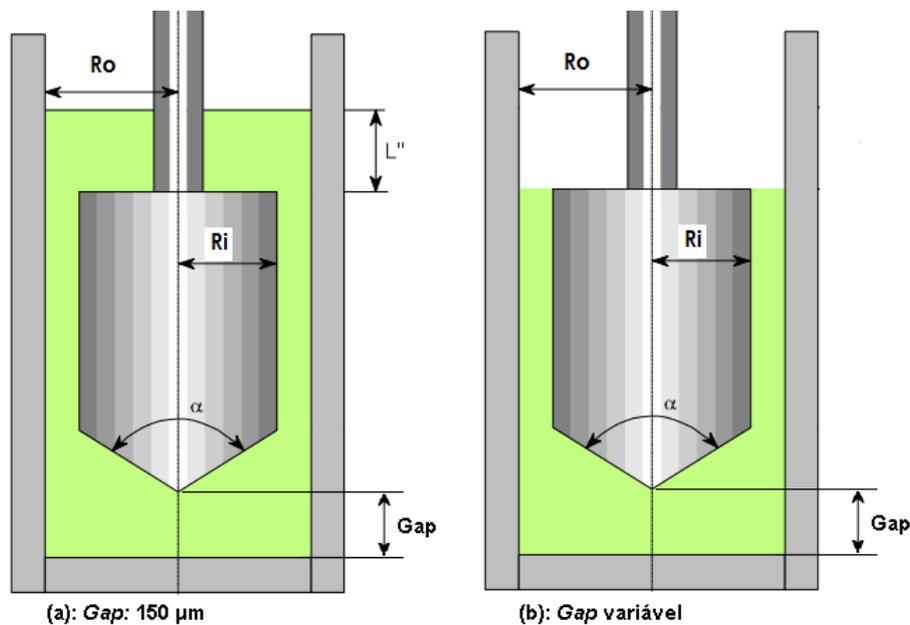


Figura 3.3: Nível de líquido para os dois modos de *gap*. Adaptado de Mezger (1998)

3.3. Testes

Os testes foram definidos com o objetivo inicial de determinar a faixa de confiança do aparelho para amostras de baixa viscosidade. Após os primeiros testes foram feitos testes com amostras mais viscosas com o objetivo de propor ajustes para melhorar as medidas de amostras pouco viscosas.

Os testes com a água foram os primeiros realizados, com o objetivo de determinar as condições ideais para realização de testes em amostras pouco viscosas. A água foi escolhida por ser de fácil obtenção e possuir uma viscosidade conhecida em varias faixas de temperatura. Neste caso, os testes foram realizados utilizando o cone CP 4/40 e o cilindro C25.

Os testes com o óleo de silicone padrão foram feitos para comparar o desempenho de medida do equipamento para um líquido de maior viscosidade em comparação com a água. Neste caso, os testes foram realizados a 25 °C usando o cone e prato. Os testes com o cilindro não foram realizados, por requererem grande volume de amostra.

Os testes com óleo de silicone comercial foram feitos também no sentido de avaliar como evolui a precisão de medida com o aumento de viscosidade, levando em conta que esta amostra, apesar de não ser um padrão de viscosidade conhecida, é mais viscosa que as duas anteriores. Neste caso, os testes foram realizados a 25 °C e utilizando duas geometrias diferentes: cone e prato e cilindros concêntricos, como o silicone não poderia ser utilizando como padrão.

4. Resultados

4.1. Procedimentos de Medidas para Cilindros

Concêntricos.

O ponto de partida para estabelecer o procedimento para utilização da geometria de cilindros concêntricos foi o procedimento previamente estabelecido para a medida com cone e prato (Anexo I). Então, a partir das observações realizadas em termos de dificuldades verificadas e questões de praticidade foram realizadas modificações até a definição do procedimento. Os aspectos mais importantes para esta definição são discutidos a seguir.

O primeiro problema encontrado foi com relação ao estabelecimento do zero para medição do *gap*. Ao tentar zerar o equipamento utilizando o mesmo procedimento do cone e prato, colocando a geometria e pressionando o botão zero do equipamento, este apresentou um erro, pois não conseguiu descer a parte superior até esta tocar na parte inferior. Este erro aciona uma trava e não deixa o usuário mexer a geometria sendo necessário abrir a parte de cima da carcaça do equipamento e mover a geometria manualmente.

Para resolver o problema foi estabelecido o seguinte procedimento: (i) zerar o *gap* utilizando a geometria de cone e prato; (ii) trocar a geometria; (iii) especificar um valor de *gap* usando como base o zero. Com relação ao passo (iii) foram feitos testes usando a mesma especificação de *gap* usada para cone e prato e variando o *gap*. Isto foi feito levando em consideração que na geometria de cilindros concêntricos o valor do *gap* não é utilizado para o cálculo da viscosidade. O único requisito é que este *gap* seja suficientemente grande para evitar que a tensão de cisalhamento na região do fundo interfira na medida.

Para a análise do efeito do *gap* entre os cilindros foi usada a amostra de óleo de silicone comercial, pela sua maior viscosidade, que garante maior torque e, conseqüentemente, precisão de medida, de modo que o efeito do *gap* pudesse ser avaliado de maneira independente. A Tabela 4.1 mostra os resultados das

viscosidades para o *gap* de 150 μm e outro variável. A figura (Figura 4.1) mostra o gráfico das viscosidades junto com o desvio padrão para cada medida.

Taxa de Deformação (1/s)	Viscosidade (Pa.s)	
	<i>gap</i> de 150 μm	<i>gap</i> variável
0.01	10,35	10,16
0.1	9,86	9,83
1	9,85	9,85
5	9,78	9,67
10	9,67	9,60
20	9,44	9,43

Tabela 4.1: Viscosidades para os dois modos de *gap*

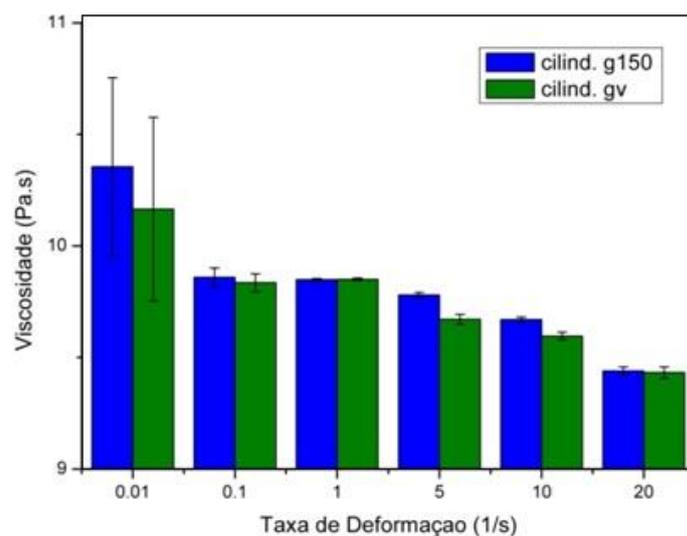


Figura 4.1: Viscosidade no silicone para diferentes modos de *gap*

Estes resultados, fazendo a análise pelo teste t, mostram que na faixa de valores de *gap* testados, os valores de viscosidade foram independentes do valor usado para esta variável, indicando que para todos os valores utilizados a condição de baixa contribuição do cisalhamento do fundo da geometria para o torque total medido foi satisfeita.

A partir destes experimentos foi definido o procedimento para realização dos outros testes com os cilindros concêntricos, com os passos para realizar a colocação das geometrias e as análises.

4.1.1. Procedimento para análise com cilindros concêntricos

Colocar Geometria.

Primeiramente zerar o gap utilizando a geometria de cone prato.

Colocar o copo na base do sistema de medida se este não entrar livremente gire devagar até que entre sem apresentar resistência.

Obs : Para retirar base utilize a tesoura e levante a base calmamente.

Depois de colocado o copo colocar o cilindro, solte o parafuso da haste superior até que a geometria entre facilmente quando esta tocar a base superior aperte o parafuso para prender a geometria.

Selecionar a geometria no software para que o aparelho selecione o GAP correto para a geometria utilizada.

Zerar o gap

Para os cilindros concêntricos devemos zerar o gap utilizando o cone e prato CP 4/40 não sendo necessário zerar de novo neste passo.

Colocação da amostra

Colocar um volume de amostra de cerca de 13 ml.

Apertar a seta para baixo, o aparelho ira descer até o GAP indicado para o copo, neste caso usamos o GAP para o cone CP 4/40 de 150 μm .

Obs 1: pode-se utilizar um gap variável deixando a camada de líquido na borda superior do cilindro, mas este não apresentou melhoras no resultado.

Obs 2: antes dos testes com o cilindro é indicado que se mude a configuração de sensibilidade do motor no software do aparelho para alta.

4.1. Análise Preliminar do Desempenho do Reômetro para baixas viscosidades

Os resultados dos primeiros testes, realizados com água a 23 °C utilizando o cilindro C25, são apresentados na figura 4.2.

Taxa de Deformação (1/s)	Tempo de integração (s)	Torque (N·m)	Viscosidade (Pa·s)		
		Med	Med	Desv. Pad.	Desv. Pad %
0.01	1	$2,37 \times 10^{-7}$	$5,64 \times 10^{-1}$	$2,61 \times 10^{-1}$	46,3%
0.01	2	$1,72 \times 10^{-7}$	$4,11 \times 10^{-1}$	$1,70 \times 10^{-1}$	41,2%
1	1	$3,33 \times 10^{-7}$	$7,97 \times 10^{-3}$	$1,65 \times 10^{-3}$	20,7%
1	5	$3,45 \times 10^{-7}$	$8,25 \times 10^{-3}$	$2,76 \times 10^{-3}$	33,5%

Tabela 4.2: Resultados preliminares da água com os cilindros concêntricos.

Os valores obtidos apresentam um erro absoluto muito grande com relação ao valor real da viscosidade da água na temperatura de 23 °C (entre $1,0 \times 10^{-3}$ e $0,9 \times 10^{-3}$), sendo que o desvio foi maior para a taxa de cisalhamento mais baixa.

Deve-se ainda observar que os torques medidos, apesar de terem sido baixos, ficaram acima do limite inferior nominal do equipamento (5×10^{-8} N·m). Assim sendo, decidiu-se estender este estudo, adquirindo uma maior quantidade de dados, avaliando os parâmetros do software de análise de dados e analisando também as duas amostras de silicone (padrão e comercial).

4.2. Influência dos Parâmetros dos testes na Precisão dos Resultados.

Os resultados obtidos para os três fluidos utilizados como base de estudo são apresentados separadamente nas seções seguintes.

4.2.1. Análise do óleo de silicone padrão

O óleo de silicone padrão (0,99 Pa.s a 25 °C) foi analisado somente com o cone e prato, como explicado no Capítulo 3. A Tabela 4.3 e a Figura 4.2 apresentam os dados de torque e viscosidade para as primeiras medidas com o padrão com o controle de velocidade utilizado na configuração média.

Taxa de Deformação (1/s)	Tempo de integração (s)	Torque (N·m)	Viscosidade (Pa·s)		
		Med	Med	Desv. Pad.	Desv. Pad %
0.001	5	$4,41 \times 10^{-7}$	26,05	12,708	48,784%
0.001	30	$3,14 \times 10^{-7}$	18,81	1,683	8,946%
0.001	60	$3,15 \times 10^{-7}$	18,88	2,578	13,652%
0.01	5	$5,09 \times 10^{-7}$	3,04	1,146	37,655%
0.01	30	$4,53 \times 10^{-7}$	2,72	0,125	4,581%
0.1	5	$2,10 \times 10^{-6}$	1,26	0,094	7,438%
0.1	30	$2,00 \times 10^{-6}$	1,20	0,008	0,704%
1	5	$1,77 \times 10^{-5}$	1,06	0,010	0,906%

Tabela 4.3: Resultados da análise do padrão.

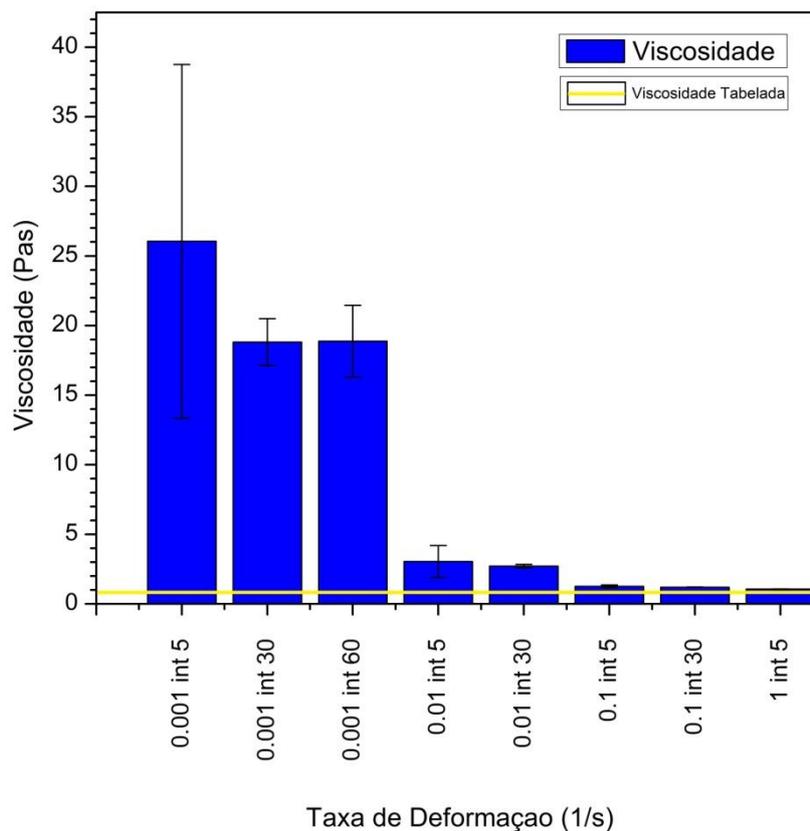


Figura 4.2: Análise da viscosidade do padrão

Observa-se que também para esta amostra, que tem viscosidade muito superior à da água, os primeiros resultados, para as taxas de deformação que geraram torques da ordem de 10^{-7} N·m mais baixas ($0,001 \text{ s}^{-1}$ e $0,01 \text{ s}^{-1}$), os erros na medida de viscosidade foram muito elevados, obtendo-se valores maiores do que o valor real. Além disso, é importante mencionar que para estas medidas foi usada a geometria de cone e prato e não a de cilindros concêntricos. Portanto, aparentemente o tipo de erro observado está associado realmente aos níveis baixos de torque e ao formato da geometria de medida utilizada.

Para as duas taxas de deformação que geraram torques da ordem de 10^{-6} N·m, o erro de medida diminuiu para cerca de 20 %, enquanto que para a taxa de deformação de $1,0 \text{ s}^{-1}$, para a qual obteve-se um torque da ordem de 10^{-5} N·m, o erro de medida foi ainda inferior.

Com relação à influência do parâmetro tempo de integração, observou-se que o desvio padrão e o desvio percentual foram maiores para menores tempos de

integração e para valores mais baixos de taxa de deformação, porém para taxas mais altas somente o tempo de integração influenciou os valores (Figura 4.2).

Adicionalmente, foram realizados testes alterando o parâmetro sensibilidade do controle de velocidade no software do equipamento para a configuração alta. Isto faz com que as trocas na velocidade de rotação sejam mais lentas aumentando precisão no controle. O tempo de integração foi mantido em 5 s. Os resultados destes testes são apresentados na Tabela 4.4.

Taxa de Deformação (1/s)	Torque (N.m)	Viscosidade (Pa.s)		
	Med	Med	Desv. Pad.	Desv. Pad %
0.1	$4,20 \times 10^{-7}$	2,52	0,052	2,056%
1	$1,67 \times 10^{-5}$	1,00	0,002	0,163%
5	$1,66 \times 10^{-4}$	0,99	0,0003	0,029%
10	$1,66 \times 10^{-4}$	0,99	0,0003	0,029%

Tabela 4.4: Resultados padrão para um maior grau de sensibilidade.

Aumentar a sensibilidade não influenciou no valor médio da viscosidade medida para os dois valores testados anteriormente, porém diminui o desvio padrão das medidas.

Um outro aspecto que deve-se ressaltar com relação à importância de levar em consideração os aspectos discutidos até aqui é o fato de que os dados gerados pelo equipamento não produzem um padrão interno de comportamento que possibilite identificar facilmente aqueles dados que não são confiáveis. Isto ocorre porque os erros estão acontecendo dentro da faixa de torque nominal do equipamento. Assim, não chega a ocorrer oscilação no sinal de medida que comumente ocorre em dados de reometria quando o torque gerado pela amostra é menor limite inferior medido com precisão pelo equipamento. Então, por exemplo, se o silicone padrão fosse uma amostra desconhecida, os erros identificados a baixas taxas de deformação poderiam ser confundidos com um comportamento pseudoplástico, enquanto sabe-se que o material em questão é

um fluido Newtoniano, como especificado pelo fabricante e confirmado pelos dados obtidos nas taxas de 0.1 s^{-1} a 10 s^{-1} .

4.2.2. Análise do silicone comercial

Os testes foram realizados inicialmente com a geometria de cone e prato, com o tempo de integração mantido constante em 15 segundos e a sensibilidade do motor na opção média. Os resultados são apresentados na Tabela 4.5 e na Figura 4.3.

Taxa de Deformação (1/s)	Torque (N.m)	Viscosidade (Pa.s)		
		Med	Med	Desv. Pad.
0.0001	$3,05 \times 10^{-7}$	127,80	10,518	8,23%
0.001	$4,35 \times 10^{-7}$	26,07	1,327	5,09%
0.01	$1,84 \times 10^{-6}$	11,03	0,161	1,46%
0.1	$1,61 \times 10^{-5}$	9,64	0,016	0,17%
1	$1,58 \times 10^{-4}$	9,45	0,005	0,05%
5	$7,90 \times 10^{-4}$	9,48	0,003	0,03%
10	$1,58 \times 10^{-3}$	9,47	0,006	0,06%
20	$3,14 \times 10^{-3}$	9,43	0,001	0,01%

Tabela 4.5: Resultados da análise do silicone para o cone CP4/40

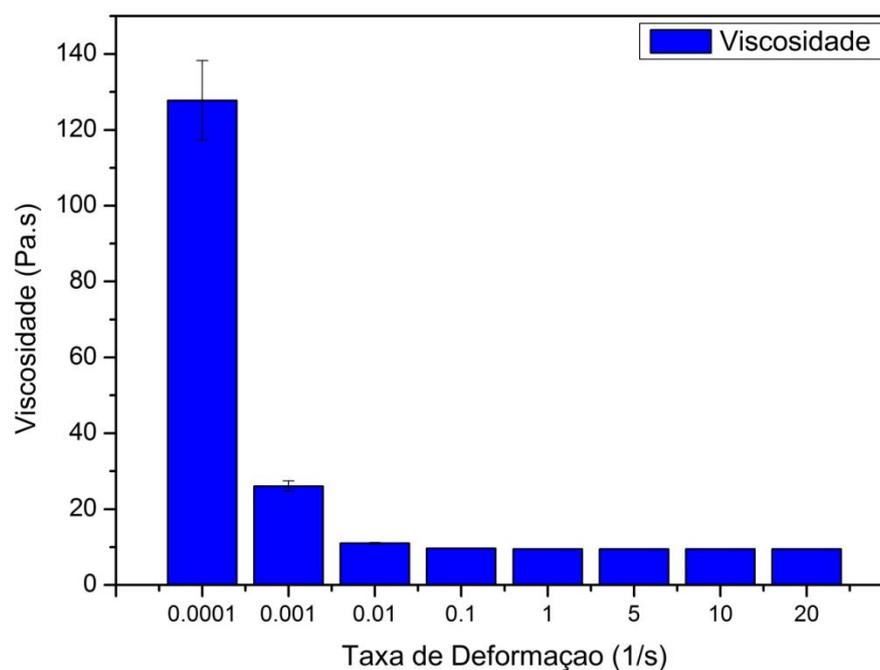


Figura 4.3: Gráfico da viscosidade do silicone para o cone

Os resultados apresentaram comportamento similar aos encontrados para o silicone padrão, com o valor do erro de medida caindo para valores aceitáveis para torques superiores a 10^{-6} N.m. Neste caso, como a viscosidade da amostra não era originalmente conhecida, a afirmação se baseia no fato de que para as taxas mais elevadas não há variação significativa da viscosidade medida, o que está de acordo com o comportamento newtoniano típico de óleos de silicone de baixa massa molar.

Taxa de Deformação (1/s)	Gap 150 μ m				Gap variável			
	Torque (N.m)	Viscosidade (Pa.s)			Torque (N.m)	Viscosidade (Pa.s)		
	Med	Med	Desv. Pad.	Desv. Pad %	Med	Med	Desv. Pad.	Desv. Pad %
0.0001	$4,75 \times 10^{-7}$	103,00	32,490	31,54%	$5,77 \times 10^{-7}$	131,25	57,670	43,94%
0.001	$8,27 \times 10^{-7}$	19,76	4,244	21,48%	$8,47 \times 10^{-7}$	20,16	4,536	22,51%
0.01	$4,34 \times 10^{-6}$	10,36	0,398	3,85%	$4,26 \times 10^{-6}$	10,17	0,412	4,05%
0.1	$4,13 \times 10^{-5}$	9,86	0,042	0,43%	$4,12 \times 10^{-5}$	9,84	0,040	0,41%
1	$4,12 \times 10^{-4}$	9,85	0,006	0,06%	$4,12 \times 10^{-4}$	9,85	0,006	0,06%
5	$2,05 \times 10^{-3}$	9,78	0,012	0,12%	$2,02 \times 10^{-3}$	9,67	0,023	0,24%
10	$4,05 \times 10^{-3}$	9,67	0,010	0,11%	$4,02 \times 10^{-3}$	9,60	0,017	0,18%
20	$7,90 \times 10^{-3}$	9,44	0,019	0,20%	$7,90 \times 10^{-3}$	9,43	0,025	0,27%

Tabela 4.6: Resultados do silicone para cilindro CP25.

Na Tabela 4.6 são apresentados os resultados com a geometria de cilindros concêntricos apresentaram resultados semelhantes aos encontrados no cone, porém como para o cilindro a taxa de deformação não se mantém constante durante toda área de medida os resultados apresentam uma maior variação.

O torque imposto na amostra no cilindro para os mesmos valores da taxa de deformação do cone foi um levemente maior, porém não o suficiente para permitir que medidas mais exatas fossem obtidas a taxas de deformação mais baixas.

Como já havíamos determinado anteriormente a diferença no modo de determinar o *gap* não influenciou nos resultados, como mostra a Figura 4.4, que

mostra a comparação dos resultados obtidos com os três modos diferentes de medida.

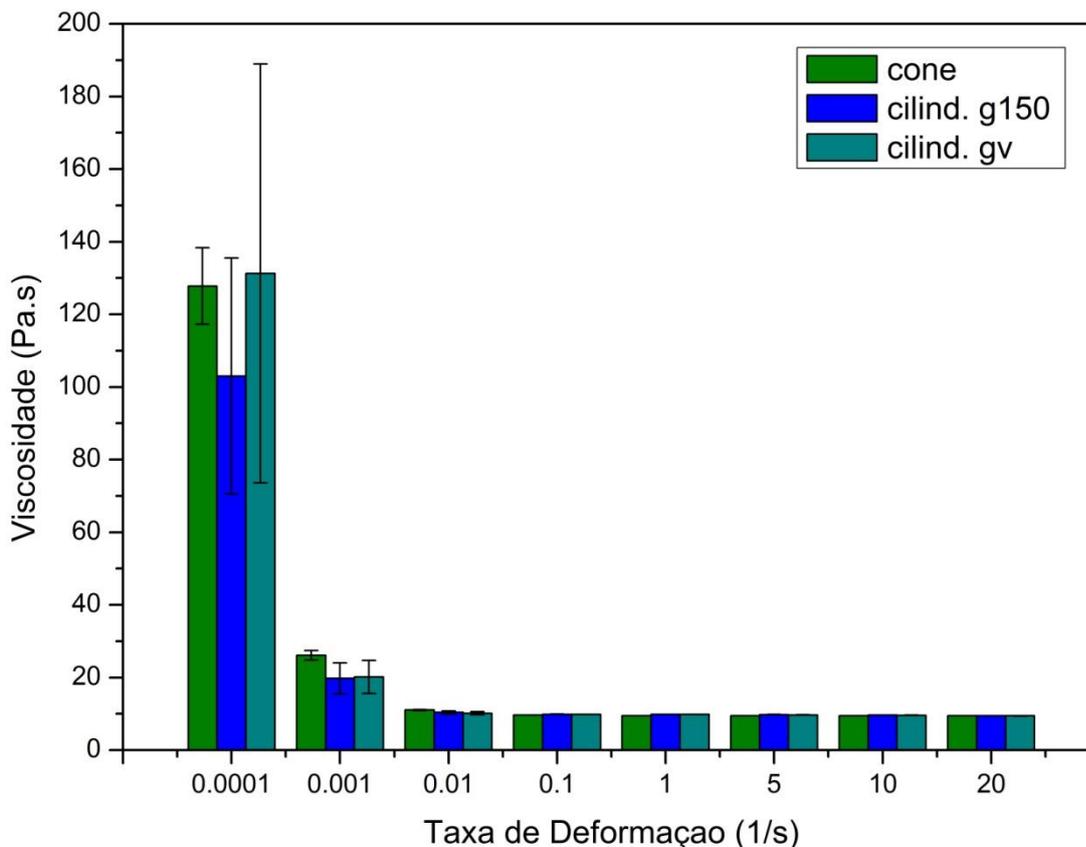


Figura 4.4: Comparação das medidas do silicone com os dois tipos de geometria

4.2.3. Água

Nesta etapa a proposta básica foi aplicar as informações obtidas com as análises das duas amostras mais viscosas (Seções 4.2.1 e 4.2.2) e das análises preliminares com água. Desta forma expandiu-se a faixa de taxa de deformação utilizada, na tentativa de atingir torques mais elevados, e variou-se o parâmetro tempo de integração, que é importante para níveis mais baixos de torque, conforme discutido previamente.

Os resultados destes testes para a geometria de cone e prato são apresentados na Tabela 4.7, os testes foram feitos com o nível de sensibilidade do motor selecionado no valor médio.

Taxa de Deformação (1/s)	Tempo de integração (s)	Torque (N.m)	Viscosidade (Pa.s)		
		Med	Med	Desv. Pad.	Desv. Pad. %
0.1	30	$2,89 \times 10^{-7}$	$1,73 \times 10^{-2}$	$2,60 \times 10^{-2}$	15,0%
1	5	$4,41 \times 10^{-7}$	$2,65 \times 10^{-2}$	$9,34 \times 10^{-3}$	35,3%
1	30	$5,01 \times 10^{-7}$	$3,00 \times 10^{-2}$	$1,40 \times 10^{-2}$	46,5%
5	5	$1,87 \times 10^{-7}$	$2,24 \times 10^{-3}$	$2,29 \times 10^{-3}$	102,0%
5	30	$5,25 \times 10^{-7}$	$6,30 \times 10^{-3}$	$2,55 \times 10^{-3}$	40,5%
10	5	$9,99 \times 10^{-6}$	$4,99 \times 10^{-3}$	$2,16 \times 10^{-4}$	4,3%
10	30	$4,88 \times 10^{-7}$	$2,93 \times 10^{-3}$	$1,62 \times 10^{-3}$	55,3%
30	5	$9,32 \times 10^{-7}$	$1,86 \times 10^{-3}$	$4,81 \times 10^{-4}$	25,8%
50	15	$1,15 \times 10^{-6}$	$1,37 \times 10^{-3}$	$4,02 \times 10^{-4}$	29,3%
60	5	$1,25 \times 10^{-6}$	$1,25 \times 10^{-3}$	$2,04 \times 10^{-4}$	16,4%
60	15	$1,33 \times 10^{-6}$	$1,33 \times 10^{-3}$	$2,75 \times 10^{-4}$	20,7%
70	15	$1,87 \times 10^{-6}$	$1,60 \times 10^{-3}$	$5,49 \times 10^{-4}$	34,2%
80	5	$7,38 \times 10^{-6}$	$5,53 \times 10^{-3}$	$4,97 \times 10^{-4}$	9,0%
120	5	$9,42 \times 10^{-6}$	$4,70 \times 10^{-3}$	$2,40 \times 10^{-4}$	5,1%

Tabela 4.7: Resultados do cone para água.

Analisando os resultados da Tabela 4.7 e comparando com os resultados das amostras mais viscosas, vemos que os desvios são maiores para água e não apresentam uma melhora com o aumento da taxa de deformação ou com o aumento do tempo de integração.

Mesmo para a taxa de deformação mais alta utilizada, o torque ainda obtido ainda foi inferior aos valores da ordem de 10^{-5} que, de acordo com os testes para as amostras mais viscosas, seria necessário para obter valores precisos de viscosidade. Além disso, observa-se que houve uma faixa intermediária de taxas de deformação nas quais a viscosidade foi medida com um pouco mais de precisão (o valor na literatura para viscosidade a 25 °C é de $0,89 \times 10^{-3}$ Pa.s), sendo que o aumento da taxa para valores maiores que 60 s^{-1} fez com que a viscosidade medida aumente. Isto indica que para estas taxas, as velocidades de rotação requeridas já são suficientes para gerar escoamentos secundários, causando perda adicional de acurácia na medida.

Por outro lado, a Tabela 4.8 apresenta os resultados de testes em condições equivalentes realizados com os cilindros concêntricos, utilizando um *gap* de 150 μm , enquanto a Figura 4.5 mostra a comparação dos resultados obtidos nas duas geometrias. Observa-se que os resultados obtidos com os cilíndricos concêntricos apresentaram as mesmas características que aqueles obtidos com a geometria de cone e prato, em termos de efeito do aumento da taxa de deformação e do tempo de integração na precisão da medida.

Taxa de Deformação (1/s)	Tempo de integração (s)	Torque (N.m)	Viscosidade (Pa.s)		
		Med	Med	Desv. Pad.	Desv. Pad. %
0.1	30	$3,12 \times 10^{-7}$	$7,45 \times 10^{-2}$	$1,20 \times 10^{-2}$	16,1%
1	5	$1,88 \times 10^{-7}$	$4,69 \times 10^{-3}$	$6,63 \times 10^{-3}$	141,3%
1	30	$3,44 \times 10^{-7}$	$8,21 \times 10^{-3}$	$1,04 \times 10^{-3}$	12,7%
5	5	$2,13 \times 10^{-7}$	$1,02 \times 10^{-3}$	$8,63 \times 10^{-4}$	84,7%
5	30	$4,55 \times 10^{-7}$	$2,17 \times 10^{-3}$	$1,50 \times 10^{-3}$	69,1%
10	5	$7,92 \times 10^{-7}$	$1,89 \times 10^{-3}$	$6,11 \times 10^{-4}$	32,3%
10	15	$6,82 \times 10^{-7}$	$1,63 \times 10^{-3}$	$4,12 \times 10^{-4}$	25,3%
10	30	$7,47 \times 10^{-7}$	$1,79 \times 10^{-3}$	$6,02 \times 10^{-3}$	337,2%
30	5	$1,63 \times 10^{-6}$	$1,50 \times 10^{-3}$	$1,53 \times 10^{-4}$	10,2%
30	15	$1,54 \times 10^{-6}$	$1,23 \times 10^{-3}$	$2,97 \times 10^{-4}$	24,2%
50	15	$2,46 \times 10^{-6}$	$1,17 \times 10^{-3}$	$3,36 \times 10^{-4}$	28,6%
60	5	$9,70 \times 10^{-6}$	$3,86 \times 10^{-3}$	$2,49 \times 10^{-4}$	6,5%
60	15	$9,09 \times 10^{-6}$	$3,62 \times 10^{-3}$	$1,26 \times 10^{-3}$	34,7%
70	15	$1,09 \times 10^{-5}$	$3,70 \times 10^{-3}$	$2,12 \times 10^{-4}$	5,7%
80	5	$1,20 \times 10^{-5}$	$3,56 \times 10^{-3}$	$5,27 \times 10^{-4}$	14,8%
120	5	$1,90 \times 10^{-5}$	$3,80 \times 10^{-3}$	$1,33 \times 10^{-3}$	35,0%

Tabela 4.8: Resultados do cilindro para água.

Os torques obtidos com os cilindros concêntricos foram levemente superiores aos gerados na geometria de cone e prato utilizada, porém também neste caso valores de torque da ordem de 1×10^{-5} N.m só foram atingidos, para taxas de deformação superiores a 60 s^{-1} , na qual já se observa o surgimento de fluxos

secundários, identificados pelo aumento aparente da viscosidade a partir deste ponto.

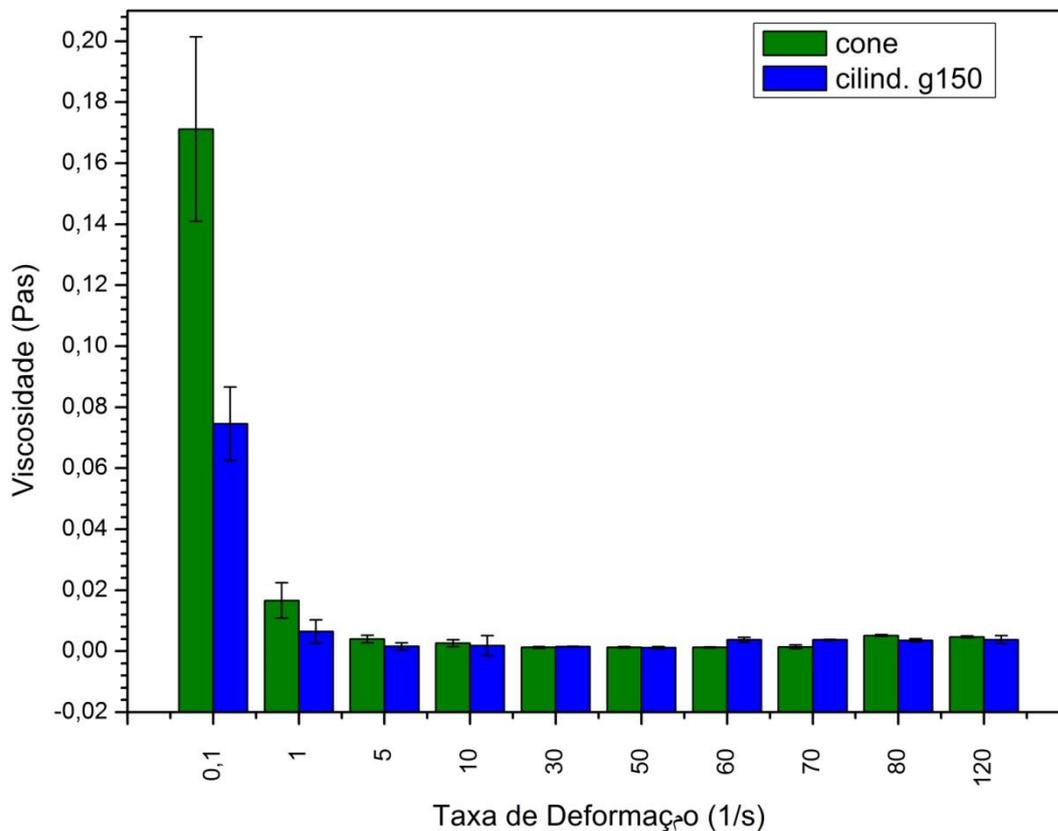


Figura 4.5: Comparação dos valores obtidos de viscosidade da água utilizando as geometrias de cilindros concêntricos e de cone e prato.

A Figura 4.6 mostra um detalhe da comparação feita na Figura 4.5 levando em consideração somente a região de taxa de deformação onde foram encontrados os melhores resultados. Nota-se que para 30 e 50 s^{-1} os valores mais corretos de viscosidade são obtidos com os cilindros concêntricos, o que pode ser atribuído aos torques um pouco mais elevados gerados nesta geometria. Por outro lado, nota-se que para esta geometria os efeitos de fluxo secundários por inércia se manifestam a taxas mais baixas que para a geometria de cone e prato utilizada.

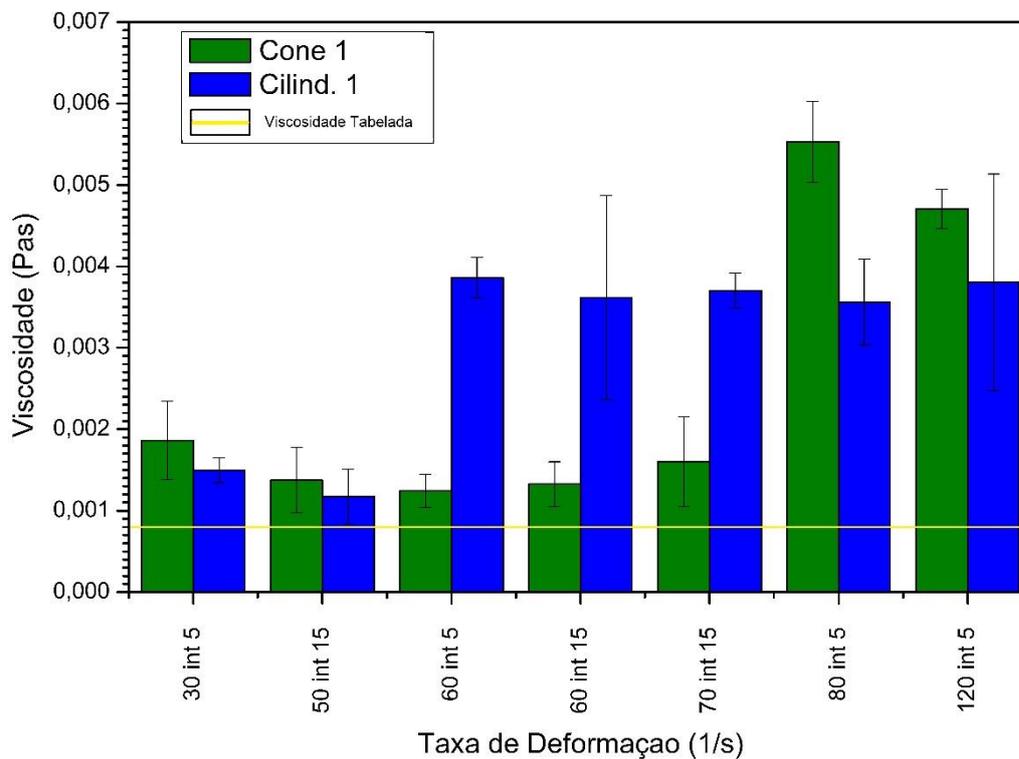


Figura 4.6: Melhores resultados obtidos para cada geometria.

Foram feitos ainda testes aumentando a sensibilidade do motor do reômetro para as duas geometrias (Figura 4.7 e Figura 4.8). Os resultados confirmam as tendências observadas nos testes anteriores, mostrando que houve uma grande melhora no desvio padrão, que diminuiu para as duas geometrias, porém os valores de viscosidade não apresentaram grande melhora atingindo $1,2 \times 10^{-3}$ Pa·s para 60 s^{-1} com um torque de $1,21 \times 10^{-6}$ N·m para o cone e $1,2 \times 10^{-3}$ Pa·s para 50 s^{-1} com um torque de $2,52 \times 10^{-6}$ N·m para o cilindro.

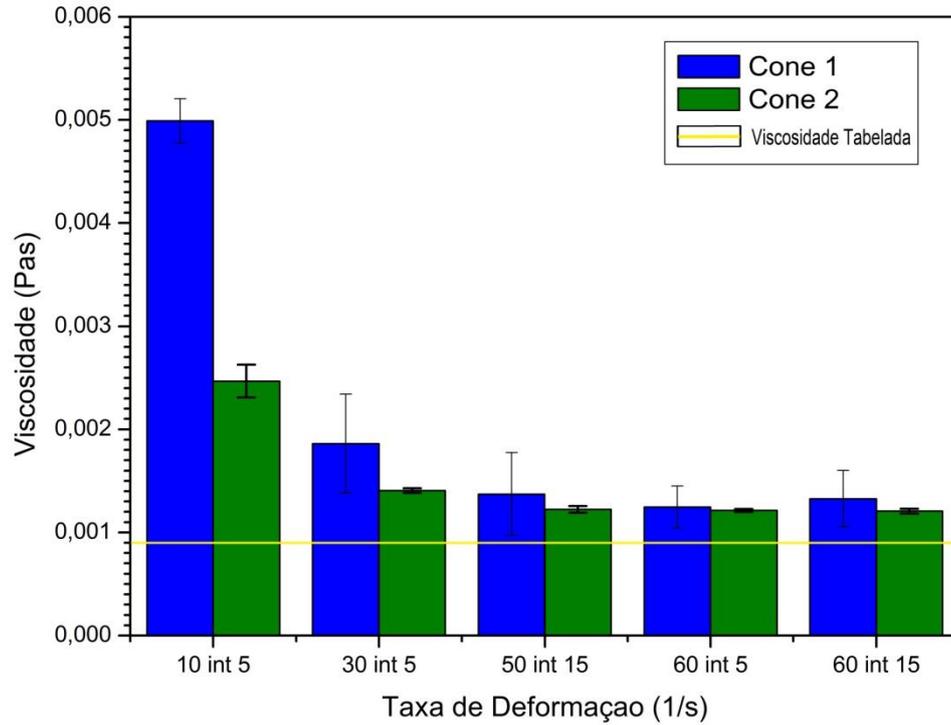


Figura 4.7: Comparação do cone para os dois modos de sensibilidade.

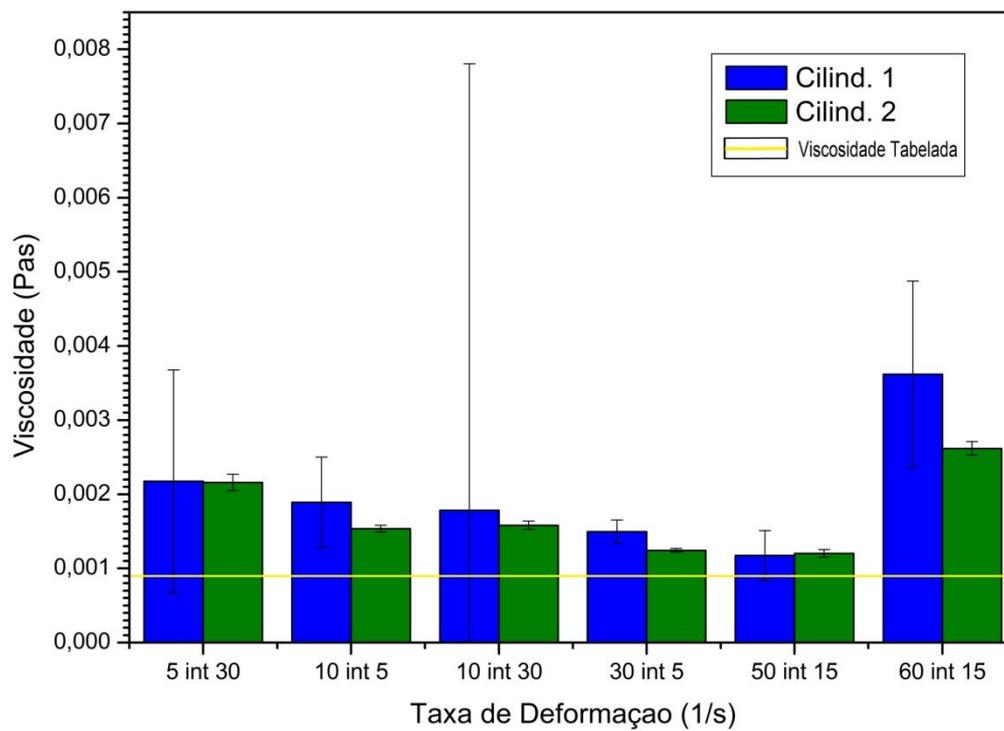


Figura 4.8: Comparação do cilindro para os dois modos de sensibilidade.

5. Conclusão

Neste trabalho foram avaliadas as limitações do equipamento em estudo na análise de um fluido de baixa viscosidade, a água, avaliando-se a influência dos parâmetros de medida e das geometrias utilizadas na acurácia dos valores de viscosidade medidos.

Com as geometrias utilizadas, não foi possível atingir valores de viscosidade com menos de 20 % de erro e, além disso erros desta ordem só foram possíveis para uma faixa de taxa de deformação muito estreita.

Os resultados obtidos para o óleo de silicone padrão e com o óleo de silicone comercial permitiram identificar que a falta de acurácia a baixas taxas de deformação pode ser atribuída exclusivamente aos baixos torques gerados. Identificou-se que um valor mínimo de torque de 10^{-5} N·m.

O fato de que o limite inferior de torque requerido para obter precisão na medida de viscosidade é superior ao torque mínimo nominal do equipamento indica, com base nos aspectos teóricos discutidos no Capítulo 2, que pode estar havendo interferência de forças inerciais e de fricção no sistema motor do equipamento, de modo que o aparelho não consegue diferenciar o torque imposto na amostra com o torque gerado devido a fricção e as forças inerciais no colchão de ar.

Como alternativa para possibilitar obter resultados mais exatos para fluidos com viscosidade da mesma ordem da água, poderia testar-se o uso de tamanhos maiores de cones e cilindros ou outros modelos de cilindro que possam gerar torques mais elevados.

Apesar de não se ter atingido bons valores de viscosidade para a água foi possível estabelecer um critério de análise com base no torque medido que facilitará, em medidas futuras, as conclusões para o valor de viscosidade de amostras desconhecidas. Além disso, durante o trabalho foi estabelecido o procedimento para a realização de testes utilizando a geometria de cilindros concêntricos com o cilindro C25.

Referências

Bohlin, (1994), A Basic Introduction to Rheology.

Chhabra, R. P., Richardson, J.F. (2008), Non-Newtonian Flow and Applied Rheology, Elsevier, 2^aed.

J. Kestin, M. Sokolov and W. Wakeham, J. Phys. Chem. Ref. Data, 1978, 7, 941–948.

Macosko, C.W. (1993), Rheology Principles, Measurements, and Applications, VCH, New York.

Malvern, (2010), Gemini & CVO Rheometers Accessories Guide, MAN0432 Issue 1.0.

Mezger, T., Barnes, H. A., Hutton, J. F., (1998), A little course in rheology, Physica, Germany.

Schramm, G. (2000), A practical approach to Rheology and Rheometry. Gebrueder HAAKE GmbH, 2^a ed., Karlsruhe, 2000.

Walters, K. (1989), RHEOLOGY SERIES Vol. 3 An Introduction to Rheology, Elsevier.

ANEXO – I

Manual Reômetro:

1. Ligar:

- 1.1. Ligar o compressor (ar comprimido). Fazer a purga no compressor e na entrada da sala. Abrir a chave de ar comprimido na sala em **3 bar** de pressão. **NUNCA LIGAR EQUIPAMENTO SEM AR!!!**

Obs: Caso ocorra FALHA NO SISTEMA DE AR EM HIPÓTESE ALGUMA TENTE MOVIMENTAR O COLCHÃO DE AR DO SUPORTE DA GEOMETRIA, apenas aborte o teste e desligue o equipamento.

- 1.2. Ligar as bombas na tomada (220 v).
- 1.3. Ligar o equipamento.
- 1.4. Pressionar seta de subida, indicado (figura. 3), no painel do equipamento para inicialização (levanta o colchão de ar a uma determinada altura e, então, o abaixa até a posição de repouso).
- 1.5. Abrir o software do equipamento Bohlin.

2. Colocação de geometria:

2.1. Acionar trava:

Antes de colocar a geometria sempre acionar a trava do equipamento (**Deixar travado até iniciar a leitura**). Pressionar a seta de subida para que a base do sistema de medida fique numa posição elevada para facilitar a colocação da geometria.

Obs 1: Quando não travado o equipamento está sem defesa para mudanças bruscas de força normal.)

Obs 2: O travamento só é possível se a fenda visível na base da haste do suporte da geometria superior estiver em posição perfeitamente frontal ao operador, como mostrado.

2.2. Colocar Geometria.

2.2.1. Cone Prato (CP4°/40 mm):

Primeiramente colocar a base de pratos paralelos do sistema de medida se este não entrar livremente gire devagar até que entre sem apresentar resistência.

Obs 1: Para retirar base utilize a tesoura e levante a base calmamente.

Depois de colocada a base colocar o cone, solte o parafuso da haste superior até que a geometria entre facilmente quando esta tocar a base superior aperte o parafuso para prender a geometria.

Selecionar a geometria no software para que o aparelho selecione o GAP correto para a geometria utilizada.

2.2.2. Pratos paralelos (PP 20):

Seguir os passos para colocação como no item anterior (2.2.1)

2.3. Zerar GAP:

Após colocar a geometria, pressionar em ZERO (Figura . 5) no painel do equipamento até que a geometria comece a descer, o equipamento irá descer até o zero gap ou seja até a que a geometria toque no prato inferior. Esperar até a luz de ok ligar no painel.

4. Colocação da amostra

Apertar a seta para cima para subir o sistema de medida.

Importante colocar a quantidade correta de amostra.

Obs 1: O TAMANHO DA PARTÍCULA DEVE SER pelo menos 10x MENOR QUE O VALOR DO GAP (selecionado conforme a geometria a ser utilizada) para o cilindro consideramos como o gap da geometria o espaço entre as paredes do cilindro externo e interno.

Amostras que perdem solventes ou evaporam durante o teste podem ser um problema, para evita-lo podemos usar umas “solvent trap” ou colocar um olho de baixa viscosidade, que não se misture com a amostra, ao redor do sistema de medida.

4.1. Cone Prato (CP4°/40 mm):

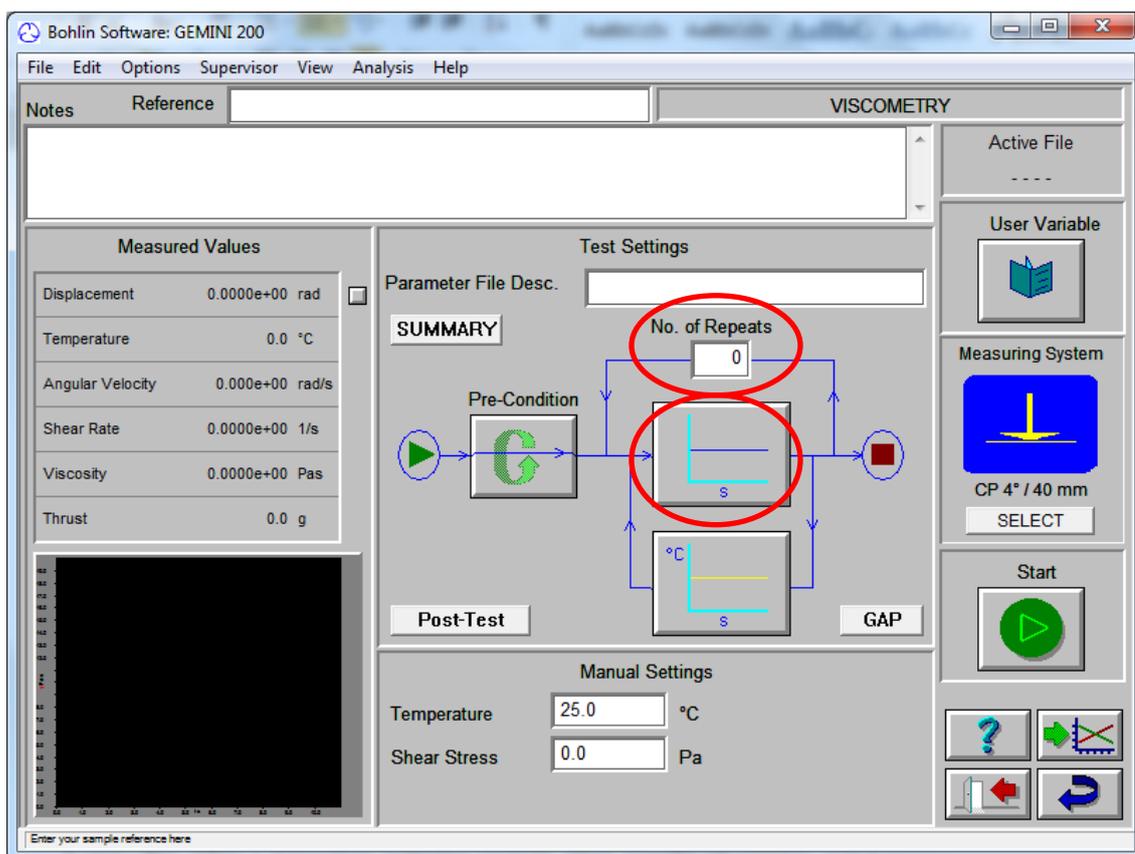
Colocar um volume de amostra de acordo com o tamanho do GAP.

Apertar a seta para baixo, o aparelho irá descer até o GAP indicado para o cone, limpe o excesso de amostra nas bordas com uma espátula.

Obs : para amostras mais grudentas ou elásticas é possível que ao tentar comprimi-las uma grande força normal seja gerada , indicado no sensor do equipamento. De todas as luzes forem ligadas a luz de overload irá acender e o aparelho irá parar o movimento de descida. Conforme a amostra relaxar a força irá diminuir e o aparelho irá descer novamente.

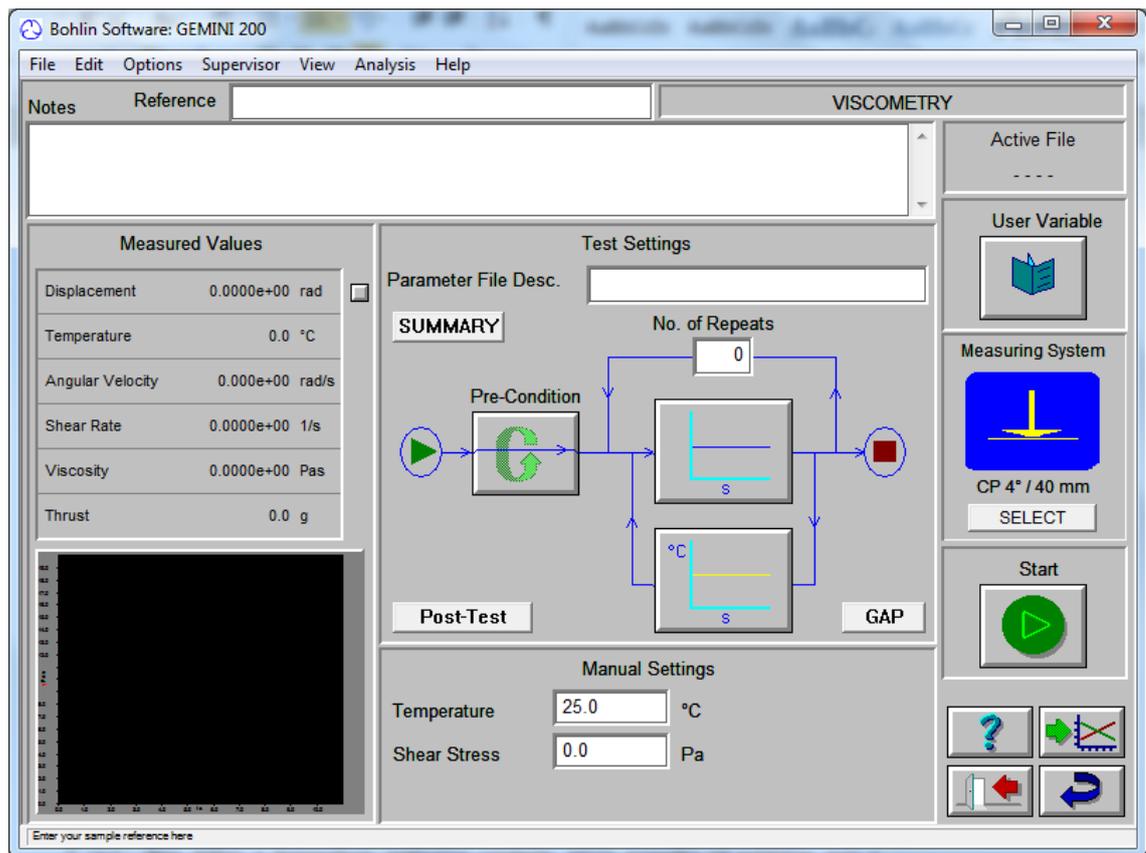
5. Parâmetros de testes.

- 5.1.** Selecionar o tipo de medição: Viscosidade, oscilação, relaxação e deformação nesta tela inicial.
- 5.2.** Verificar se o sistema de medida escolhido é o certo.
- 5.3.** Clicar em PRE-CONDITION se quiser aplicar uma condição inicial antes do teste.
- 5.4.** Para determinar os parâmetros do teste, tensão única, tabela de esforço, rampa, valores para tensão, frequência, taxa de cisalhamento ,tempo de amostragem e outros clicar no botão indicado.



5.5. Para repetir o mesmo ensaio, colocar em n^o de repetições a quantidade.

5.6. Para definir os parâmetros de temperatura: isotérmico; tabela (aparelho irá estabilizar após a temperatura desejada e então continuar medindo) ou rampa (irá pegar pontos durante a subida) e o tempo de em segundos clicar no botão indicado.



6. Teste

6.1. DESTRAVAR o equipamento.

6.2. Ir em SUMMARY para ver todos os parâmetros setados no equipamento antes de iniciar a análise.

6.3. **START** para iniciar a análise. Irá abrir a tela abaixo para acompanhamento das análises no gráfico.

Obs 1: A temperatura irá subir/descer após o star apenas. Irá passar da temperatura setada, voltando em seguida.

Obs 2: Para pular a etapa de pré-teste clicar na seta amarela.

7. Remoção da amostra e da geometria.

7.1. Acionar a trava do equipamento.

Obs 1: Para amostras muito grudentas solte o parafuso que prende a geometria antes de prosseguir para o próximo item.

7.2. Subir a geometria apertando na seta de subida

7.3. Desrosquear o parafuso de haste de suporte e remover a geometria.

Obs 1:Limpara geometria e a base utilizando materiais pouco abrasivos.

Obs 2: CUIDADO que o equipamento pode estar quente.

7.4. Para remoção da base utilizar a tesoura para levantar esta cuidando para não bater na haste de suporte da geometria.

8. Desligar

8.1. TRAVAR A HASTE DE SUPORTE DA GEOMETRIACUIDADO que o equipamento pode estar quente.

8.2. Remover geometria (ver item 7 Remoção de amostra), se não houver sido feito anteriormente.

8.3. Fechar o software.

8.4. Desligar o equipamento.

8.5. Fechar o ar comprimido (tanto da sala quanto o compressor)

8.6. Retirar as bombas da tomada.

Se o equipamento não for utilizado em breve, colocar a mangueira de proteção no eixo.