

**UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
MESTRADO PROFISSIONAL**

LETÍCIA REINHEIMER

**MEDIÇÃO DA VISCOSIDADE DE ÓLEOS NEWTONIANOS POR REÔMETRO
ÓPTICO EM DIFERENTES TEMPERATURAS**

CAXIAS DO SUL

2014

LETÍCIA REINHEIMER

**MEDIÇÃO DA VISCOSIDADE DE ÓLEOS NEWTONIANOS POR REÔMETRO
ÓPTICO EM DIFERENTES TEMPERATURAS**

Dissertação apresentada como requisito para a
obtenção do título de Mestre em Engenharia
Mecânica pela Universidade de Caxias do Sul.
Área de concentração: Projeto e fabricação.

Orientador: Prof. Dr. Alexandre Fassini
Michels

CAXIAS DO SUL

2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Universidade de Caxias do Sul
UCS - BICE - Processamento Técnico

R371m Reinheimer, Leticia, 1986-
Medição da viscosidade de óleos newtonianos por reômetro óptico em
diferentes temperaturas / Leticia Reinheimer. – 2014.
81 f. : il. ; 30 cm

Apresenta bibliografia.
Dissertação (Mestrado) – Universidade de Caxias do Sul, Programa
de Pós-Graduação em Mecânica, 2014.
Orientador: Prof. Dr. Alexandre Fassini Michels.

1. Reologia. 2. Viscosidade. 3. Mecânica dos fluidos. I. Título.

CDU 2. ed.: 532.135

Índice para o catálogo sistemático:

1. Reologia	532.135
2. Viscosidade	532.13
3. Mecânica dos fluidos	532

Catalogação na fonte elaborada pela bibliotecária
Ana Guimarães Pereira – CRB 10/1460

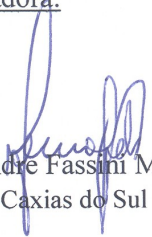
"Medição da viscosidade de óleos Newtonianos por reômetro óptico em diferentes temperaturas"

Letícia Reinheimer

Dissertação de Mestrado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade de Caxias do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, Área de Concentração: Projeto e Fabricação.

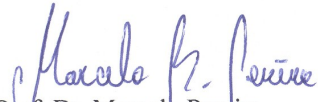
Caxias do Sul, 4 de novembro de 2014.

Banca Examinadora:


Prof. Dr. Alexandre Fassini Michels (orientador)
Universidade de Caxias do Sul


Prof. Dr. Eduardo Nabinger
Universidade de Caxias do Sul


Prof. Dr. Frank Patrick Missell
Universidade de Caxias do Sul


Prof. Dr. Marcelo Pereira
Universidade Federal do Rio Grande do Sul

AGRADECIMENTOS

A minha mãe, por toda a paciência e amor incondicional, pois apenas quem ama desta forma pode apoiar de forma tão desprendida.

A UFRGS, por disponibilizar os equipamentos e o laboratório de Física e Óptica para a realização das medições cujo resultado é este trabalho. Aos professores Dr. Flávio Howoritz (coordenador do laboratório), Dr. Marcelo Barbalho Pereira (que me auxiliou nas medições com o elipsômetro) e Dr. Alexandre Fassini Michels (orientador e pesquisador da UFRGS), pelas oportunidades dadas.

E, principalmente a Deus, por escutar as minhas aflições e colocar tantos anjos em minha vida, que nunca me deixaram desistir.

RESUMO

Efetuuou-se, de forma inédita, a avaliação da viscosidade de dois óleos Newtonianos em velocidades distintas de escoamento (1000rpm e 1500rpm) e em função da temperatura (24°C a 50°C), através de um método de reologia a *laser*, que consiste num interferômetro óptico acoplado a um *spinner*. Para a obtenção dos dados experimentais desenvolveu-se um sistema de aquecimento, o qual foi acoplado ao *spinner*, garantindo assim a estabilidade térmica durante o processo.

Os dados experimentais obtidos através do método de reologia a *laser* corroboraram com o modelo de Emslie, Bonner e Peck (EBP), considerando que o modelo do coeficiente de determinação múltipla (R^2) para o ajuste linear dos dados manteve-se muito próximo a 1. Já em comparação com o método tradicional, que utiliza a imersão de um *spindle* dentro de um *Becker* com fluído, e, dentro das incertezas experimentais, obteve-se boa concordância dos dados.

Além disso, encontrou-se boa concordância com o modelo de Arrhenius que descreve o comportamento da viscosidade de fluídos em função da temperatura.

ABSTRACT

The viscosity assessment of two Newtonian oil was done in an unprecedented way in different flow speeds (1000rpm e 1500rpm), and as temperature function (24°C to 50°C), through a *laser* rheology method, which consists of an optical interferometer coupled to a spinner. To obtain the experimental data, a heating system was developed, which was coupled to the spinner, thus ensuring the thermal stability during the process.

The experimental data obtained through rheology *laser* method corroborated with the Emslie, Bonner e Parker (EBP) model, in which the coefficient of multiple determination, R^2 for a linear adjustment was close to 1. Therefore, in comparison to the traditional method and within the experimental uncertainty great data concordance was obtained.

Also, great data concordance was found with the Arrhenius model, which describes the behavior of fluids viscosity due to the temperature.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação esquemática do processo de <i>Spin Coating</i> . ⁴	15
Figura 2 – Representação da diferença de caminho óptico devido à refração e reflexão da luz em duas interfaces de um filme de espessura (d) e índice de refração (n_1) depositado sobre um substrato de índice de refração (n_2) onde θ_0 é o ângulo incidência, θ_1 é o ângulo refração e (n_0) o índice de refração dos meios incidente e emergente. ¹⁰	16
Figura 3 – Tipos de fluido não-Newtonianos independentes do tempo. ¹³	20
Figura 4 – Picnômetro de borossilicato. ²⁰	23
Figura 5 – Equipamento esquemático (imagem A) e equipamento montado para a coleta de dados experimentais no laboratório de óptica e <i>laser</i> da UFRGS (imagem B).	26
Figura 6 – Sistema de aquecimento montado na UFRGS.	28
Figura 7 – Corpo do dispositivo de aquecimento: (1) campânula de vidro; (2) sistema de aquecimento; (3) <i>spinner</i>	28
Figura 8 – Reômetro Anton Paar MCR502. ²⁸	29
Figura 9 – Elipsômetro Espectral SOPRA GES-5E do laboratório de óptica e <i>laser</i> da UFRGS.	30
Figura 10 – Porta amostra, placa de aquecimento, isolante térmico e Elipsômetro Espectral SOPRA GES-5E do laboratório de óptica e <i>laser</i> da UFRGS.	31
Figura 11 – Placa de aquecimento dentro da campânula de vidro, desacoplada do disco girante e, a placa de silício.	33
Figura 12 – Gráfico obtido pela aquisição dos dados.	34
Figura 13 – Típico gráfico da evolução da refletância em função do tempo de um óleo.	35
Figura 14 – Gráfico da variação da refletância <i>versus</i> tempo durante o escoamento do óleo padrão OP20, a 1500rpm, à temperatura de 22°C.	36
Figura 15 – Gráfico da variação da espessura óptica <i>versus</i> tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 14, contados a partir do último extremo.	36
Figura 16 – Gráfico da variação da espessura óptica <i>versus</i> $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (pontilhada em preto) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos.	37
Figura 17 - Comparativo entre o método de reologia a laser x tradicional.	39
Figura 18 – Gráfico comparativo das viscosidades x temperatura, para o óleo OP20 a 1000rpm, no método de reologia a <i>laser</i> e tradicional.	42

Figura 19 – Gráfico comparativo das viscosidades x temperatura, para o óleo OP20 a 1500rpm, no método de reologia a <i>laser</i> e tradicional.....	42
Figura 20 – Gráfico comparativo das viscosidades x temperatura, para o óleo Singer® a 1500rpm, no método de reologia a <i>laser</i> e tradicional.....	43
Figura 21 - Ajuste do óleo OP20 pela equação de Arrhenius.....	44
Figura 22 - Ajuste do óleo Singer® pela equação de Arrhenius.....	44
Figura 23 - Imagem do <i>software Lab View</i>	51
Figura 24 - Montagem do <i>software</i>	51
Figura 25 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 25,0°C – 1000rpm.....	56
Figura 26 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 25, contados a partir do último extremo - OP20 – 25,0°C – 1000rpm.	56
Figura 27 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 25,0°C – 1000rpm.	57
Figura 28 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 (2) – 25,0°C – 1000rpm.	57
Figura 29 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 28, contados a partir do último extremo - OP20 (2) – 25,0°C – 1000rpm.....	58
Figura 30 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 (2) – 25,0°C – 1000rpm.	58
Figura 31 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 24,3°C – 1500rpm.....	59
Figura 32 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 31, contados a partir do último extremo - OP20 – 24,3°C – 1500rpm.	59
Figura 33 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 24,3°C – 1500rpm.	60
Figura 34 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 32,9°C – 1000rpm.....	60

Figura 35 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 34, contados a partir do último extremo - OP20 – 32,9°C – 1000rpm.	61
Figura 36 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 32,9°C – 1000rpm.	61
Figura 37 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.....	62
Figura 38 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 37, contados a partir do último extremo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.	62
Figura 39 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.	63
Figura 40 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.....	63
Figura 41 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 40, contados a partir do último extremo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.	64
Figura 42 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.	64
Figura 43 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,3°C – 1500rpm.....	65
Figura 44 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 43 contados a partir do último extremo - OP20 – 35,3°C – 1500rpm.	65
Figura 45 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,3°C – 1500rpm.	66
Figura 46 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,8°C – 1500rpm.....	66

Figura 47 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 46, contados a partir do último extremo - OP20 – 35,8°C – 1500rpm.	67
Figura 48 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,8°C – 1500rpm.	67
Figura 49 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 50,0°C – 1000rpm.....	68
Figura 50 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 49, contados a partir do último extremo - OP20 – 50,0°C – 1000rpm.	68
Figura 51 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 50,0°C – 1000rpm.	69
Figura 52 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 51,0°C – 1500rpm.....	69
Figura 53 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 52, contados a partir do último extremo - OP20 – 51,0°C – 1500rpm.	70
Figura 54 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 51,0°C – 1500rpm.	70
Figura 55 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 52,0°C – 1500rpm.....	71
Figura 56 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 55, contados a partir do último extremo - OP20 – 52,0°C – 1500rpm.	71
Figura 57 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 52,0°C – 1500rpm.	72
Figura 58 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer [®] – 23,9°C – 1500rpm. .	72

Figura 59 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 58, contados a partir do último extremo - Singer® – 23,9°C – 1500rpm.....	73
Figura 60 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® – 23,9°C – 1500rpm.	73
Figura 61 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® – 23,9°C – 1500rpm. .	74
Figura 62 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 61, contados a partir do último extremo - Singer® – 23,9°C – 1500rpm.....	74
Figura 63 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® – 23,9°C – 1500rpm.	75
Figura 64 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® – 33,6°C – 1500rpm. .	75
Figura 65 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 64, contados a partir do último extremo - Singer® – 33,6°C – 1500rpm.....	76
Figura 66 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® – 33,6°C – 1500rpm.	76
Figura 67 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® – 34,2°C – 1500rpm. .	77
Figura 68 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 67, contados a partir do último extremo - Singer® – 34,2°C – 1500rpm.....	77
Figura 69 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® – 34,2°C – 1500rpm.	78
Figura 70 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® – 50,0°C – 1500rpm. .	78

Figura 71 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 70, contados a partir do último extremo - Singer [®] – 50,0°C – 1500rpm.....	79
Figura 72 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer [®] – 50,0°C – 1500rpm.	79
Figura 73 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer [®] – 51,8°C – 1500rpm..	80
Figura 74 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 73, contados a partir do último extremo - Singer [®] – 51,8°C – 1500rpm.....	80
Figura 75 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer [®] – 51,8°C – 1500rpm.	81

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	2
RESUMO	3
ABSTRACT	4
LISTA DE FIGURAS	5
SUMÁRIO	11
1 INTRODUÇÃO	13
1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO DO TRABALHO	13
1.2 JUSTIFICATIVA	14
1.3 OBJETIVOS	14
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 <i>SPIN COATING</i>	15
2.2 MONITORAÇÃO ÓPTICA	15
2.3 VISCOSIDADE	18
2.4 MODELO TEÓRICO PARA O ESCOAMENTO DE UM LÍQUIDO DURANTE O PROCESSO DE <i>SPIN COATING</i>	20
2.5 MODELO TEÓRICO PARA A VARIAÇÃO DA VISCOSIDADE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA (ARRHENIUS)	21
2.6 ELIPSOMETRIA	22
2.7 PICNÔMETRO	23
2.8 INCERTEZAS	24
3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL	25
3.1 MONTAGEM EXPERIMENTAL	25
3.1.1 <i>Sistema de Monitoração Óptico</i>	25
3.1.2 <i>Sistema de Aquecimento</i>	27
3.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL	29
3.2.1 <i>Reômetro Tradicional</i>	29
3.2.2 <i>Elipsômetro Espectral SOPRA GES-5E</i>	30
3.2.3 <i>Picnômetro</i>	31

3.2.4 Viscosímetro Óptico	32
4 MÉTODO DE ANÁLISE DOS RESULTADOS	34
4.1 FASES DO ESCOAMENTO DO LÍQUIDO.....	34
4.2 CÁLCULO DA INCERTEZA EXPANDIDA	38
4.3 COMPARATIVO ENTRE OS PROCESSOS	38
5 RESULTADOS.....	40
6 CONCLUSÕES.....	46
6.1 ESTUDOS FUTUROS	47
REFERÊNCIAS	48
ANEXO A – PROGRAMA NO <i>SOFTWARE LAB VIEW</i>.....	51
ANEXO B – PROCEDIMENTO DE CÁLCULO DA VISCOSIDADE CINEMÁTICA E DA INCERTEZA EXPANDIDA PARA OS DADOS EXPERIMENTAIS	52
ANEXO C – RESUMO DAS MÉDIAS DOS ÍNDICES DE REFRAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA OBTIDAS PELO ELIPSÔMETRO	56
ANEXO D – ANÁLISE DAS VISCOSIDADES REALIZADAS NO IMC.....	56
ANEXO E – GRÁFICOS	56

1 INTRODUÇÃO

A necessidade de entender o comportamento de fluídos em função da temperatura foi o motivador para o início deste estudo. De forma tradicional, já se encontram disponíveis alguns equipamentos que realizam esta correlação entre a viscosidade e a temperatura, entretanto, há correções que devem ser realizadas para que o resultado seja validado.

O método que utiliza a interferometria a *laser* fornece estes valores de forma direta, sem quaisquer tipos de correções pós-processamento. Além disto, utiliza-se pequenas quantidades de amostra e pode-se avaliar o comportamento dos fluídos para recobrimentos de filmes finos.

Após a validação deste método, tem-se como ideal, a montagem de um laboratório na Universidade de Caxias do Sul – UCS – a fim de ampliar o estudo e obter as análises de diferentes fluídos em diferentes temperaturas e velocidades de rotação.

1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO DO TRABALHO

O trabalho pioneiro de Emslie, Bonner e Peck (EBP) estudou o comportamento das forças envolvidas no escoamento de um fluído Newtoniano durante o processo de *spin coating*. Este processo é amplamente utilizado na indústria e, consiste em criar um filme líquido uniforme por meio do seu escoamento durante a rotação de um substrato.¹

Dentre as aplicações industriais, pode-se citar o recobrimento de filmes finos nas áreas da microeletrônica e opto-eletrônica, foto e eletro-resistes, além das aplicações químicas, para extração de líquido-líquido e atomização de líquidos e, para a fabricação de discos magnéticos. Além destas aplicações pode-se citar a fabricação de recobrimentos anti-reflexivos para lentes e vidros, semicondutores e, recobrimentos dielétricos em geral.^{2,3}

Uma das principais forças que regem o processo de formação de filmes obtidos via *spin coating* é a viscosidade. A espessura do filme líquido depositado depende do equilíbrio entre as forças viscosas e centrífugas. Deste modo, o estudo e a determinação da viscosidade, em tempo real, durante o processo é de vital importância em aplicações com alto nível de exigência. Entretanto, a determinação da viscosidade de líquidos é usualmente efetuada por métodos que exigem algum tipo de correção devido a fatores como o contato físico entre a amostra do líquido e o instrumento. Neste sentido, o método de avaliação por luz, neste caso, interferometria óptica não apresenta tais dificuldades, pois não há contato direto entre a amostra e o instrumento de medição.

Neste trabalho foi avaliado e comparado, com os resultados de reômetros tradicionais, o comportamento da viscosidade de diversos fluídos através de um método óptico utilizando interferometria de um feixe de *laser* durante o processo de *spin coating*.

1.2 JUSTIFICATIVA

A viscosidade do fluído, quando submetido a uma velocidade constante, sobre um substrato de superfície conhecida, irá ditar as características (tais como a espessura) e a uniformidade do filme formado. Utilizar-se-á medições por meio de *laser* para a medição deste parâmetro em diferentes líquidos.

Métodos interferométricos usando *laser* fornecem vantagens, tais como: baixo consumo de amostra por medida, medições rápidas e precisas da viscosidade. Além disto, como salientado anteriormente, é o único método sem contato, fornecendo a viscosidade absoluta do fluído em tempo real durante o processo de escoamento do líquido, algo que não é obtido diretamente por outros métodos. Outra vantagem é que ao realizar-se medições de viscosidade pelos métodos tradicionais, como reômetros, por exemplo, há que se utilizar fatores de correção que tornam os resultados menos precisos.

1.3 OBJETIVOS

Os objetivos gerais deste trabalho, foram:

- a) avaliar o comportamento de líquidos por meio de viscosimetria a *laser* durante o processo de *spin coating* em distintas velocidades de rotação;
- b) comparar os resultados obtidos com reômetros tradicionais;
- c) avaliar, de forma inédita, o comportamento da viscosidade em função da temperatura através da viscosimetria a *laser*;
- d) comparar os dados experimentais com o modelo teórico de Arrhenius.

Já, os objetivos específicos foram:

- a) selecionar dois óleos Newtonianos para as análises: OP20 e Singer[®];
- b) utilizar duas velocidades de rotação: 1000rpm e 1500rpm;
- c) variar a temperatura entre 25°C e 50°C, utilizando três temperaturas diferentes.

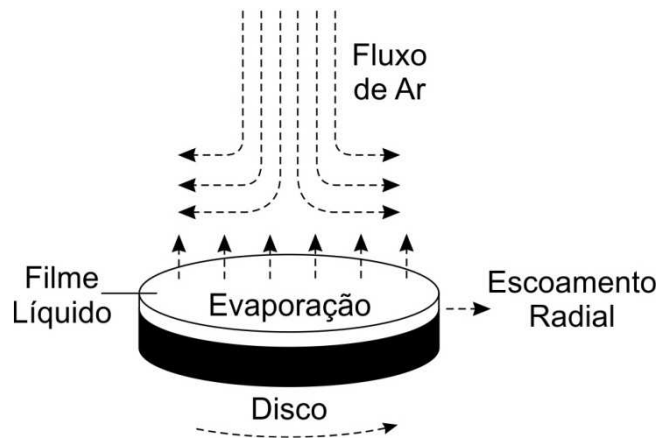
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 SPIN COATING

Spin coating é um processo amplamente utilizado para depositar filmes líquidos que, se forem constituídos de elementos voláteis, após a evaporação do solvente, viram filmes sólidos sobre superfícies planas, cuja característica consiste no escoamento de líquidos sob rotação centrífuga, nos quais a velocidade de rotação, a viscosidade do líquido, o tempo de escoamento e a taxa de evaporação do solvente contido na solução são os fatores de maior influência na espessura do filme.^{4, 5, 6, 7}

A espessura do filme, de forma simplificada, está atrelada ao processo de *spin coating* por dois fenômenos que ocorrem simultaneamente: o fluxo de líquido radial, que é uma consequência da força centrífuga, e a evaporação do solvente, conforme pode ser observado na Figura 1.⁴ O processo consiste na dispersão do fluido no centro do disco, com o formato de uma gota que, ao sofrer a ação da força centrífuga, fica mais espessa no centro e se torna mais fina nas extremidades. De acordo com esta força tem-se como resultante a dispersão do fluido, já que o mesmo é forçado na direção externa do disco.⁸

Figura 1 – Representação esquemática do processo de *Spin Coating*.⁴



2.2 MONITORAÇÃO ÓPTICA

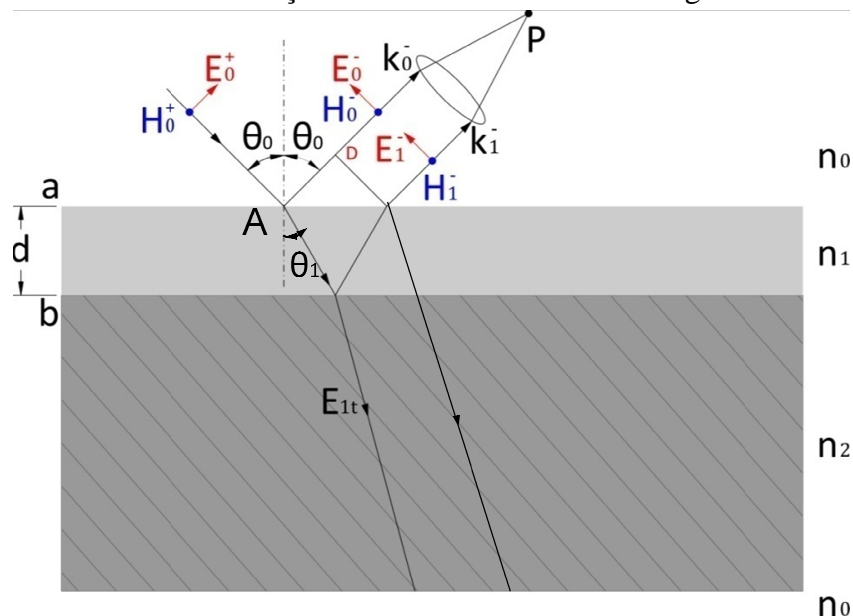
O escoamento do fluido durante o processo de *spin coating* é avaliado por um monitorador óptico, que registra a variação temporal da espessura desde o instante que começa a se formar até o seu escoamento final (optospinografia).

O método da monitoração óptica do processo de *spin coating* está baseado na modulação através do efeito de interferência (interferometria), no qual um sinal luminoso é refletido, por um filme com variação de espessura durante o processo, levando-se em consideração as interações do filme com o substrato e do meio.⁹

Neste processo, a amostra entra em contato apenas com a superfície rotatória do equipamento, não havendo, como nos métodos tradicionais, o efeito de parede lateral e em consequência, não se realiza nenhum tipo de correção pós-processamento. Desta forma, a amostra de fluido pode ser de apenas alguns mililitros, sendo que as espessuras analisadas são menores que 10 micrômetros e as medidas de viscosidade cinemática (definida pelo quociente entre a viscosidade absoluta e a densidade do fluido) são altamente precisas.

A Figura 2 mostra um filme de espessura (d) uniforme e índice de refração (n_1), sendo feita a imagem do ponto (A) no detector. Um feixe de luz monocromática (λ_0), associado ao campo elétrico E_0^+ , incide no ponto (A) do filme, onde é parcialmente refletido na interface (meio incidente-filme) para E_0^- , assim como na interface B (filme-substrato) para E_1^- .¹⁰

Figura 2 – Representação da diferença de caminho óptico devido à refração e reflexão da luz em duas interfaces de um filme de espessura (d) e índice de refração (n_1) depositado sobre um substrato de índice de refração (n_2) onde θ_0 é o ângulo incidência, θ_1 é o ângulo refração e (n_0) o índice de refração dos meios incidente e emergente.¹⁰



A interferência óptica é condicionada pela combinação de dois fatores: a diferença de caminho óptico (ΔCO) e a mudança de fase (180° ou π radianos) que a componente do campo elétrico sofre por reflexão numa interface quando o índice de refração do meio incidente é

menor que o índice de refração do meio emergente. Esse fenômeno é descrito por meio das Equações 1 a 5.¹¹

$$2n_1d\cos\theta_1 = \left(m + \frac{1}{2}\right)\lambda_0 \quad m = 0, 1, 2, \dots \quad (1)$$

Para incidência quase normal ($\theta_0 \cong 0$) apresenta-se a Equação 2.

$$2n_1d = \left(m + \frac{1}{2}\right)\lambda_0 \quad \text{ou} \quad n_1d = \frac{(2m + 1)}{4}\lambda_0 \quad m = 0, 1, 2 \dots \quad (2)$$

A condição para um mínimo de intensidade é dada na Equação 3.

$$n_1d = (2m) \frac{\lambda_0}{4} \quad m = 0, 1, 2, \dots \quad (3)$$

Já para a transmitância tem-se mínimos e máximos (estes mínimos e máximos são obtidos pela aquisição dos dados de refletância em função do tempo) conforme Equações 4 e 5, respectivamente.

$$n_1d = (2m + 1) \frac{\lambda_1}{4} \quad m = 0, 1, 2, \dots \quad (4)$$

$$n_1d = (2m) \frac{\lambda_1}{4} \quad m = 0, 1, 2, \dots \quad (5)$$

Conforme coeficientes de Fresnel pode-se escrever a expressão da refletividade para filmes não absorventes e na condição do feixe de luz incidente ser praticamente normal a superfície do filme depositado ($\theta_0 \approx 0$), por meio das Equações 6 a 9.¹¹

$$R_p = \frac{(r_{01}^p)^2 + (r_{12}^p)^2 + 2(r_{01}^p)(r_{12}^p)\cos(2\gamma)}{1 + 2(r_{01}^p)(r_{12}^p)\cos(2\gamma) + (r_{01}^p)^2 + (r_{12}^p)^2} \quad (6)$$

Onde

$$r_{01}^p = \frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1}$$

$$r_{12}^p = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2}$$

$$R_s = \frac{(r_{01}^s)^2 + (r_{12}^s)^2 + 2(r_{01}^s)(r_{12}^s) \cos(2\gamma)}{1 + 2(r_{01}^s)(r_{12}^s) \cos(2\gamma) + (r_{01}^s)^2 + (r_{12}^s)^2} \quad (7)$$

Onde

$$r_{01} = \frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1}$$

$$r_{12} = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2}$$

$$\bar{R} = \frac{1}{2}(R_p + R_s) \quad (8)$$

$$\gamma = \frac{2\pi}{\lambda} n_1 d \cos \theta_1 \quad (9)$$

Na Equação 6, da refletividade, o denominador pode ser aproximado por 1, sendo o numerador a parte mais significativa. Pode-se observar que além dos termos $(r_{01}^s)^2$ e $(r_{12}^s)^2$ que fornecem a amplitude da luz refletida pelas interfaces 1 e 2 isoladamente, um termo de interferência entre as amplitudes refletidas pelas interfaces 1 e 2, é dado por $2(r_{01}^s)(r_{12}^s) \cos(2\gamma)$. Este termo irá originar o comportamento oscilatório da refletividade em função da espessura óptica $n_1 d$ na monitoração óptica ou em função da variação do comprimento de onda (λ_0) nas Curvas Envoltórias¹¹ e nele $(r_{01}^s)(r_{12}^s)$ fornece o valor da amplitude de variação da refletividade sobre o *background* de $(r_{01}^s)^2 + (r_{12}^s)^2$, dependendo esta amplitude apenas das características ópticas dos materiais, ou seja, do índice de refração dos mesmos – este estudo utilizará outro tipo de técnica experimental, baseado nestes princípios. E o termo $\cos(2\gamma)$ fornece o período de oscilação, que depende dos índices de refração do filme (n_1), da espessura (d) e do comprimento de onda (λ_0) da radiação incidente.

2.3 VISCOSIDADE

A viscosidade de um fluido é caracterizada pela resistência de suas moléculas ao escoamento gerando uma tensão de cisalhamento e, conseqüentemente, quanto maior esta tensão, maior será a viscosidade do fluido, conforme definido por Isaac Newton em 1687, ficando estes conhecidos como fluidos Newtonianos. Já, os fluidos com características distintas destes, são chamados de não-Newtonianos e podem ser classificados como: plástico de Bingham, independentes do tempo (pseudoplásticos, dilatantes, viscoplásticos) e dependentes do tempo (viscoelásticos – subdivididos em tixotrópico ou reopético).¹²

Os fluídos Newtonianos apresentam uma relação linear entre a taxa de viscosidade e a tensão de cisalhamento, ou seja, a viscosidade mantém-se constante enquanto há variação da taxa de cisalhamento. Os exemplos clássicos destes fluídos são os óleos de cozinha, a água e as soluções de polímeros.

Os fluídos não-Newtonianos, por sua vez, apresentam uma relação não linear entre a taxa e a tensão de cisalhamento, ou seja, a viscosidade terá variação quando houver variação na taxa de cisalhamento. Esta viscosidade é conhecida como viscosidade aparente e seus valores podem aumentar ou diminuir de acordo com as características de cada fluído.¹³

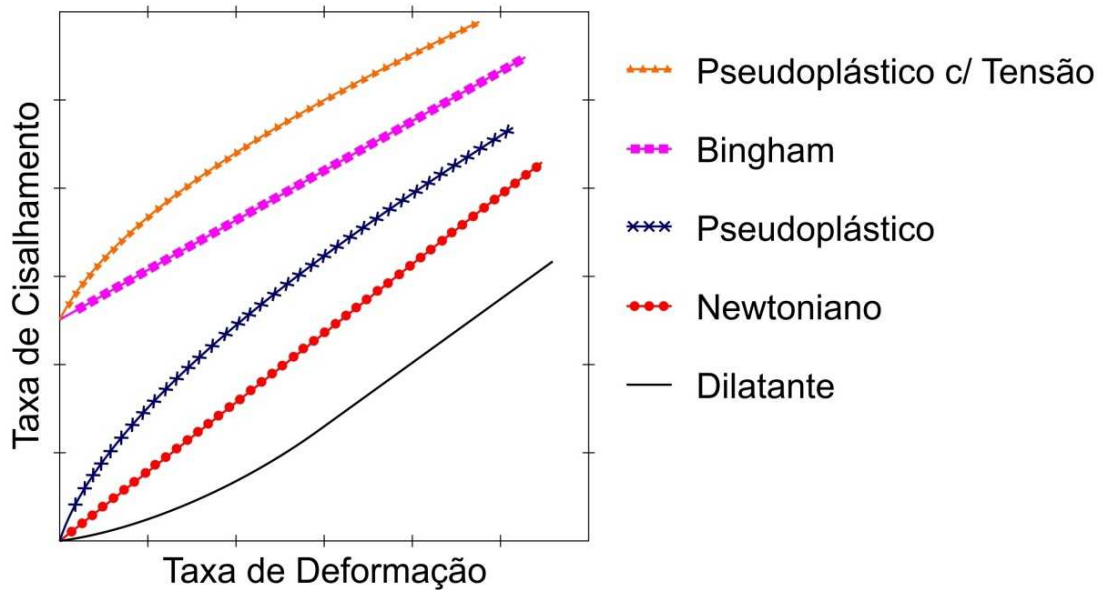
A viscosidade para os fluídos do tipo plástico de Bingham possui comportamento de sólido quando há baixa tensão de cisalhamento aplicada e comportamento Newtoniano quando a tensão de cisalhamento ultrapassa o seu valor crítico. Como exemplo, pode-se citar a pasta de dentes e a massa de modelar.

Quando a viscosidade diminui com o aumento da taxa de cisalhamento tem-se o comportamento pseudoplástico (por exemplo, as emulsões e diversos tipos de suspensões). Já, quando o contrário ocorre, ou seja, a viscosidade aumenta com o aumento da taxa de cisalhamento, tem-se o comportamento dilatante (engloba as suspensões concentradas de argila para a fabricação de louças, dióxido de titânio e farinha de trigo em água). Há ainda, os fluídos viscoplásticos, que necessitam de uma tensão finita, ou de escoamento, para que haja movimento entre as partículas, ou seja, o material se deforma somente quando houver uma tensão externa maior que a tensão de cisalhamento inicial (encontra-se este tipo de fluído em suspensões pseudo-homogêneas de partículas finas ou ultrafinas, sangue e gêneros alimentícios).

Quando há variação do comportamento reológico com o tempo, tem-se os chamados viscoelásticos, que são divididos em dois tipos de fluídos: o tixotrópico e o reopético. O tixotrópico diminui a viscosidade, em função do tempo, quando a taxa de cisalhamento é constante. Já o reopético apresenta comportamento oposto: há aumento da viscosidade nas mesmas condições do anterior.¹³

Na Figura 3 pode-se comparar os diferentes tipos de fluído não-Newtonianos independentes do tempo, de acordo com o seu comportamento.

Figura 3 – Tipos de fluido não-Newtonianos independentes do tempo.¹³



2.4 MODELO TEÓRICO PARA O ESCOAMENTO DE UM LÍQUIDO DURANTE O PROCESSO DE *SPIN COATING*

Conforme descrito anteriormente, a viscosidade possui grande importância na deposição de recobrimentos, sendo a espessura da camada formada dependente do comportamento do fluido: newtoniano ou não-Newtoniano.

Desprezando a força de Coriolis², os fluidos de comportamento Newtoniano, escoando sobre uma plataforma giratória na posição horizontal, podem ser descritos pelo modelo de EBP, na Equação 10, que prescreve a evolução da variação da espessura do filme líquido no tempo.¹

$$d = d_0 \left[1 + \left(\frac{d_0}{b} \right)^2 t \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (10)$$

Onde:

$$b^2 = \frac{3v}{4\omega^2}$$

t= tempo

d_0 = espessura inicial

ω = velocidade angular

v = viscosidade cinética (i.e. viscosidade por unidade de densidade)

na constante b , estão agrupadas os parâmetros de processo

Nos casos onde:

$$t \gg \frac{b}{d_0}, \quad d \approx bt^{-\frac{1}{2}}$$

Vale ressaltar que neste modelo a evaporação para o meio é desconsiderada, pois o mesmo encontra-se saturado com o solvente ou, o líquido não é volátil.

Já para fluídos de comportamento não-Newtoniano, que serve para caracterizar a maioria dos fluidos pseudoplásticos, utiliza-se o modelo de Lei de Potência.¹⁴ Por meio de simulações numéricas, Acrivos, Shah e Petersen¹⁴ concluíram que a espessura teórica das bordas era sempre inferior à espessura no centro, mas experimentalmente isto não era verídico, uma vez que o processo de *spin coating* leva à uniformidade da camada.

Devido a este fato, o modelo teórico diverge do experimental, pois não considera a interação de forças como a gravidade e tensões de cisalhamento axiais e movimentos verticais. A equação geral, do modelo de Lei da Potência¹⁴, é dada pela Equação 11.

$$\tau_{ik} = K \left| \frac{\partial v_i}{\partial q_k} + \frac{\partial v_k}{\partial q_i} \right|^{s-1} \left(\frac{\partial v_i}{\partial q_k} + \frac{\partial v_k}{\partial q_i} \right) \quad (11)$$

Onde:

v_i = velocidade na direção i

v_k = velocidade na direção k

q_i = fluxo na direção k

q_k = fluxo na direção k

k = constante reológica

A constante K , chamada de constante reológica, representa a consistência do fluido, ou seja, quanto maior seu valor, maior a viscosidade efetiva do fluído.²

2.5 MODELO TEÓRICO PARA A VARIAÇÃO DA VISCOSIDADE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA (ARRHENIUS)

Dentre os principais fatores que influenciam a viscosidade dos líquidos como velocidade e tempo de escoamento, concentração de partículas, a temperatura do fluído é a mais significativa delas.^{29, 30}

Neste sentido, ela possui grande efeito na viscosidade aparente de fluídos (relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento), tanto nos líquidos Newtonianos quando nos não-Newtonianos.

O efeito da temperatura na viscosidade de fluídos pode ser descrita pela equação de Arrhenius, conforme Equação 12.²⁹

$$\mu = B * e^{\left(\frac{-E_a}{RT}\right)} \quad (12)$$

Onde:

B (constante) e E_a (energia de ativação do escoamento em kJ/mol) são parâmetros de Arrhenius determinados pelo gráfico de $\ln(\mu)$ versus $1/T$, com a inclinação de $-E_a/R$

R é a constante dos gases (8,314kJ/kmol K)

T é a temperatura absoluta

2.6 ELIPSOMETRIA

A elipsometria é uma técnica óptica que utiliza a mudança da polarização da luz para caracterizar filmes finos. Nesta técnica, um feixe de luz, colimado, é polarizado em um estado conhecido e, posteriormente, incidido sobre a amostra.¹⁵ As vantagens desta técnica são: a alta sensibilidade, possibilidade do controle em tempo real do processo e, a maior delas, é por se tratar de um processo não destrutivo.¹⁶

A teoria e o primeiro equipamento de elipsometria foram desenvolvidos por Drude¹⁷, enquanto Maxwell¹⁷ descreveu a teoria que prevê que a luz pode ser descrita por dois vetores perpendiculares: a amplitude do campo elétrico e magnético, “E” e “B”, respectivamente e, a propagação desta onda é descrita pelo produto vetorial destes vetores.

O vetor “E” pode ser representado pela superposição de duas componentes relacionadas com o plano de propagação de onda eletromagnética. Quando o campo elétrico resultante não apresenta uma direção aleatória de oscilação ao longo do tempo definimos a luz como polarizada.³¹

Dentre as diversas configurações de elipsômetros, uma possível é a incidência de luz linearmente polarizada sobre a superfície da amostra que, na maioria dos casos, tornando-se um feixe elipticamente polarizado, apresentando uma diferença de fase entre as componentes de campo elétrico perpendicular “s” e paralela “p” em relação ao plano da incidência de luz. A elipsometria mede a razão complexa, “ ρ ” entre as amplitudes de luz das polarizações, conforme Equação 13.³¹

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan\psi e^{i\Delta} \quad (13)$$

Onde:

r_p e r_s (coeficientes de Fresnel) = as amplitudes

ψ = amplitude de razão entre as polarizações

Δ = a diferença de fase entre as polarizações

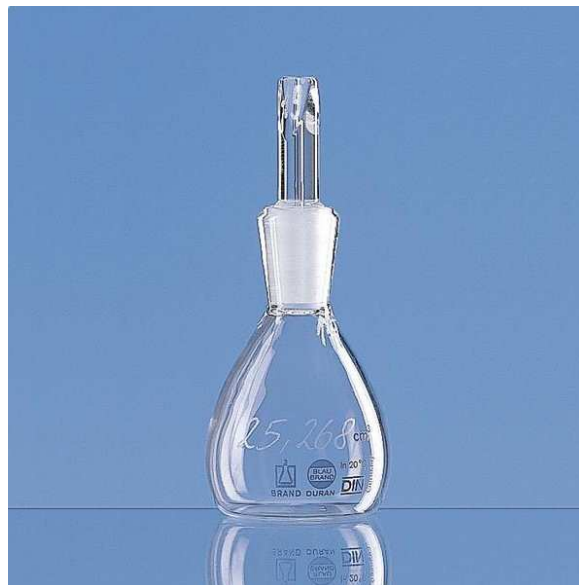
O elipsômetro utilizado neste caso possui uma configuração de polarizador rotatório, com frequência de 5Hz e um polarizador de análise que maximiza a luz refletida pela amostra. Ao atingir as condições descritas, os parâmetros elipsométricos são obtidos pelo modelo matemático de Hamadard.³² Já as constantes ópticas são obtidas através de um *software* de análise de modelagem (WinElli) que é pertencente ao equipamento. O cálculo pode ser descrito, de forma direta, conforme a Equação 14.

$$\bar{n} = n + ik \quad (14)$$

2.7 PICNÔMETRO

O picnômetro é um pequeno frasco de vidro borossilicato (vidro com baixo coeficiente de dilatação térmica, para garantir que não haja variação do seu volume interno) com uma abertura na extremidade superior, utilizado para determinar a densidade de fluídos em temperaturas distintas (Figura 4).¹⁹ Isto se dá através da diferença de massa ocasionada pela variação do volume do fluído com a temperatura.

Figura 4 – Picnômetro de borossilicato.²⁰



Com os dados da massa e volume restantes em cada temperatura, calcula-se a densidade através da Equação 15, em kg/m³.

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (15)$$

Onde:

ρ = densidade

m = massa

v = volume

2.8 INCERTEZAS

O levantamento das incertezas envolvidas no processo experimental e a sua propagação na obtenção da viscosidade deve levar em conta as incertezas combinadas na determinação da espessura óptica do líquido escoando, que é dada pela Equação 16.²¹

$$I = w \left(\sqrt{\sum_{k=1}^n \left(\frac{u(x_k)}{x_k} \right)^2} \right) \quad (16)$$

Onde:

w = quantidade calculada

$u^2(x_k)$ = a variância do respectivo parâmetro experimental

x_k = parâmetros experimentais

Serão detalhadas no capítulo 4 as incertezas expandidas no processo de avaliação da viscosidade.

3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Neste capítulo será descrito a montagem experimental utilizada, bem como os dados técnicos e as incertezas experimentais de cada equipamento utilizado para o monitoramento das espessuras ópticas. Além disto, serão apresentados os resultados das viscosidades encontradas para os óleos OP20 e Singer[®] em três temperaturas e duas rotações distintas.

3.1 MONTAGEM EXPERIMENTAL

A montagem experimental é composta basicamente por um interferômetro óptico e um sistema de aquecimento acoplado ao equipamento de *spin coating*. Além disso, utilizou-se um reômetro tradicional de disco, um picnômetro e um elipsômetro, os quais também serão descritos neste capítulo.

3.1.1 Sistema de Monitoração Óptico

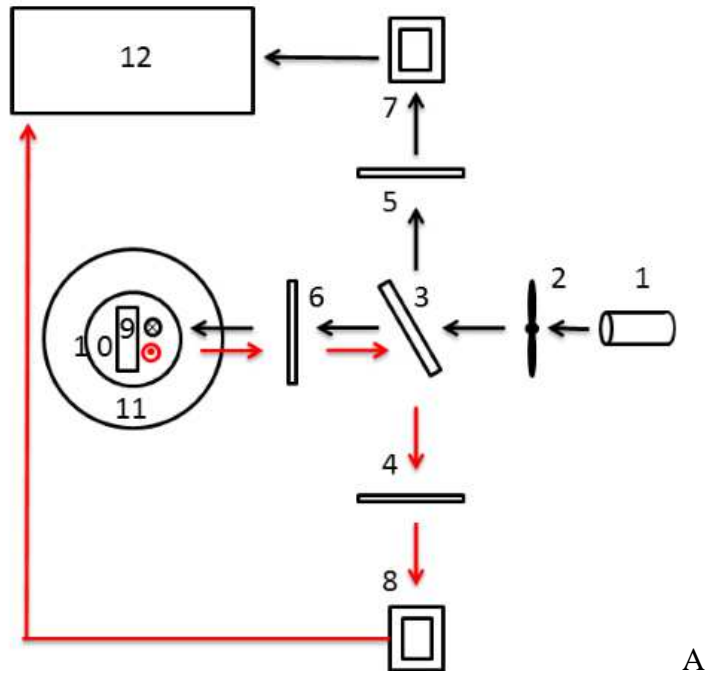
A interferência num filme fino é a idéia básica de um interferômetro de *Fizeau* acoplado num *spinner* – que gira a amostra com velocidade constante.⁹ sendo assim, foi montado um sistema óptico que incide um feixe de luz num *spinner*, a coleta e permite a observação do padrão de interferência formado.

Na Figura 5, pode-se observar a montagem experimental, que é composta por: (1) *laser* de diodo (que gerará o feixe de luz que percorrerá o sistema, com comprimento de onda de $\lambda=0,66\mu\text{m}$ e incerteza de $0,001\mu\text{m}$), (2) *chopper* (disco com orifícios responsável pela geração de intermitência do feixe gerando sincronização com o sistema de detecção), (3) semi espelho (responsável pela divisão do feixe gerado, onde uma parte segue para a lente convergente e fotodetector-fotodiodo de referência e, parte segue para a lente e para o *spinner*), (4, 5, 6) lentes convergentes (cuja função é focalizar o feixe do *laser* de 8mm em 1mm), (7) fotodetector-fotodiodo de referência, (8) fotodetector-fotodiodo da amostra, (9) espelho, (10) substrato e *spinner*, (11) sistema de aquecimento e (12) amplificador *lock in* (detecta o sinal sincronizado pelo *chopper* eliminando todo o sinal espúrio. Amplifica e divide os sinais analógicos de ambos detectores e envia, esta divisão, à placa conversora analógico/digital em um computador).

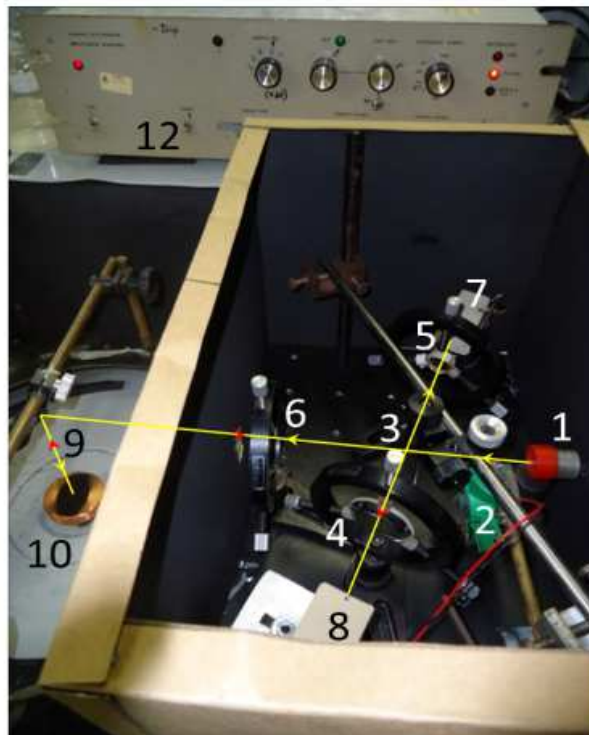
O sinal analógico, resultado da divisão do sinal da amostra pela referência efetuada pelo *lock-in* é capturado e convertido em um sinal digital por uma placa DASC101000 com

oito canais analógicos. Um programa, especialmente desenvolvido no *software LabView*, conforme Anexo A, gráfica, em tempo real, na tela o sinal adquirido em uma taxa de 1kHz.

Figura 5 – Equipamento esquemático (imagem A) e equipamento montado para a coleta de dados experimentais no laboratório de óptica e *laser* da UFRGS (imagem B).



A



B

Legenda: (1) *laser* de diodo, (2) *chopper*, (3) semi espelho, (4, 5, 6) lentes convergentes, (7) fotodetector-fotodiodo de referência, (8) fotodetector-fotodiodo da amostra, (9) espelho, (10) substrato e *spinner*, (11) sistema de aquecimento e (12) amplificador *lock in*.

Fonte: O autor.

A fim de garantir a reprodutibilidade experimental, alguns aspectos devem ser considerados:

- 1- durante o processo, o líquido não pode alterar o seu índice de refração, logo, as perdas de massa por evaporação não são consideradas neste modelo. Isto significa que este modelo não pode ser aplicado em situações onde há uma significativa evaporação para a atmosfera circunvizinha. Neste caso a adaptação de uma campânula com atmosfera saturada de solvente pode reduzir este efeito;
- 2- a temperatura e o índice de refração devem ser mantidos constantes durante o processo e seus valores conhecidos para a posterior análise dos dados.

Conhecidos estes dados e após a seleção dos parâmetros experimentais (velocidade de rotação, temperatura, taxa de aquisição) deposita-se algumas gotas do fluido no centro do substrato. O *spinner* é então acionado e ejeta, através de rotação, o fluido, inicialmente de forma turbulenta e após alguns segundos, em regime estacionário, de tal forma que o excesso depositado é expelido e, o fluido que permanece no disco forma uma camada homogênea durante o processo de rotação.^{22, 23, 24, 25, 26, 27} Neste sentido, é importante posicionar o *laser* na região central do disco, pois apresenta menor precessão, além do filme líquido obter maior uniformidade nos primeiros instantes do acionamento do *spinner*.^{9, 18}

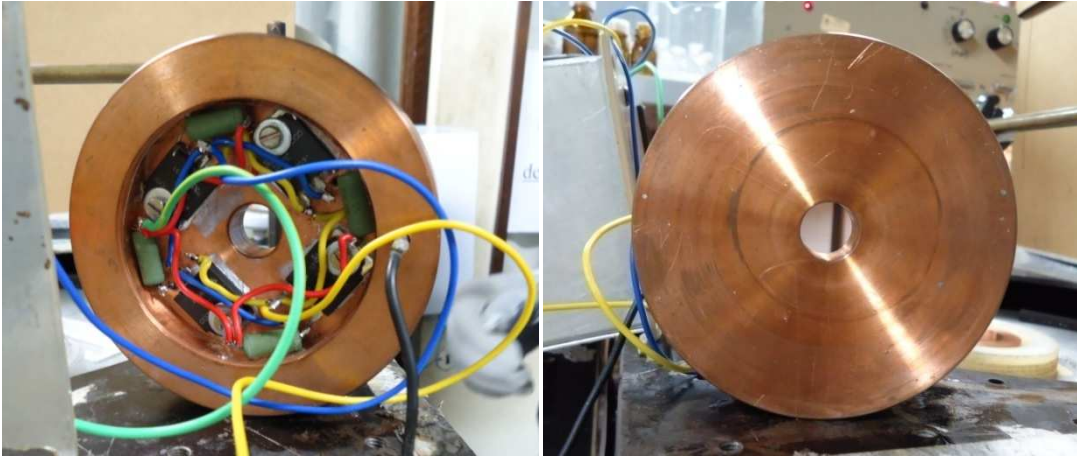
3.1.2 Sistema de Aquecimento

O aparato experimental foi, primeiramente, desenvolvido para a coleta e análise dos óleos a temperatura ambiente, não permitindo variações de temperaturas. Entretanto, como o estudo proposto envolve justamente a análise da viscosidade de óleos com temperaturas diferentes da ambiente, houve a necessidade do desenvolvimento experimental.

Para tal, fez-se necessário a criação de um dispositivo que não apenas realizasse o aquecimento, mas também, o mantivesse constante e fosse monitorado. Baseado nesta necessidade criou-se um disco de cobre com um sistema eletrônico de aquecimento, conforme Figura 6, conectado a um controlador de temperatura desenvolvido pelo setor de eletrônica do Instituto de Física da UFRGS.

A parte eletrônica, que promove o aquecimento, foi posicionada na parte inferior da placa de aquecimento, com distribuição radial garantindo a uniformidade do aquecimento. Além disto, foi feita uma furação no disco e acoplado um termopar para medir a temperatura no corpo do dispositivo e não na fonte geradora. Este termopar foi fixado com o auxílio de pasta térmica, a fim de garantir a boa condutividade térmica.

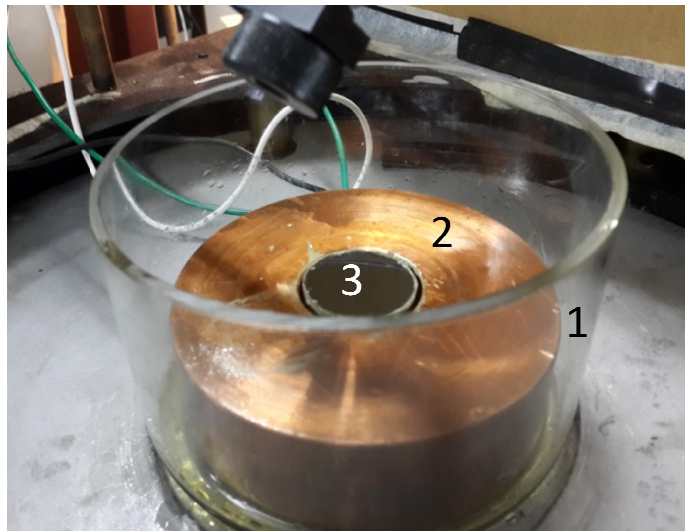
Figura 6 – Sistema de aquecimento montado na UFRGS.



Fonte: O autor.

Este dispositivo, por si só não garante a estabilidade térmica na amostra, pois há perdas de calor pelo ar que o circunda. Neste sentido, desenvolveu-se uma campânula de vidro com uma tampa removível que possui um orifício central bem pequeno, para a passagem do feixe do *laser*. O conjunto do disco e campânula (sem a tampa, pode ser observado na Figura 7). O seu funcionamento ocorre com a seleção da temperatura desejada na placa de aquecimento e, espera-se a estabilização térmica do sistema. O sistema de retroalimentação permite o controle da temperatura com uma incerteza de leitura de $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

Figura 7 – Corpo do dispositivo de aquecimento: (1) campânula de vidro; (2) sistema de aquecimento; (3) *spinner*.



Fonte: O autor.

3.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Para a realização das análises de viscosidade dos óleos, utilizou-se a montagem experimental descrita acima, existente no laboratório de óptica e *laser*, do Instituto de Física (IF) da UFRGS. Durante o trabalho, efetuou-se o alinhamento do sistema de espelhos e lentes por todo o caminho percorrido pelo feixe de luz, desde a saída até a coleta do sinal de referência e da amostra. Para tanto, durante a montagem foram realizadas algumas adaptações de componentes do interferômetro.

Analisou-se o óleo mineral padrão OP20 fornecido pelo IPT (Instituto de Pesquisa Tecnológica da Universidade de São Paulo) e, o óleo lubrificante multiuso Singer® (óleo comercial).

Os óleos possuem características distintas que devem ser conhecidas, tais como densidade, viscosidade e índice de refração. Para comparação da viscosidade obtida pelo viscosímetro óptico, avaliou-se através de um reômetro tradicional do Instituto de Materiais Cerâmicos da UCS (IMC) a viscosidade dinâmica em função do tempo e da temperatura.

3.2.1 Reômetro Tradicional

A viscosidade dos óleos em função da temperatura, no processo tradicional, foi obtida no IMC, através de um Reômetro Anton Paar MCR502 (Figura 8), com cone-placa cujo diâmetro possui 50mm. A faixa de temperatura da análise das viscosidades iniciou aos 25°C e foi elevada até 60°C, com taxa de aquecimento de 2°C/min e a rotação de cisalhamento numa taxa constante de 100s⁻¹.

Figura 8 – Reômetro Anton Paar MCR502.²⁸



Fonte: catálogo do equipamento.

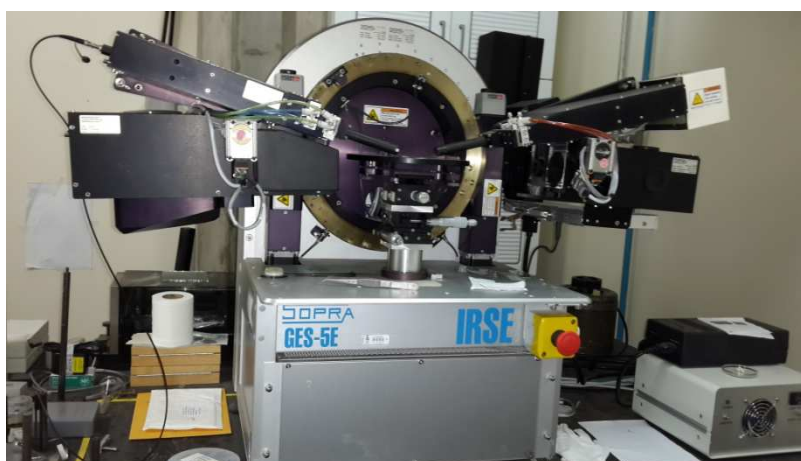
Este equipamento encontra a viscosidade através da deformação por cisalhamento do material por meio da rotação de um elemento sensor no interior da amostra. Durante o processo a amostra é aquecida a uma taxa constante de cisalhamento e, esta variação é medida em função do tempo. A aquisição dos dados é realizada através de um microcomputador acoplado ao reômetro operando através do *software* RheoPlus/32 3.61 que efetua a análise da viscosidade. Todos os testes foram realizados com temperaturas entre 25°C e 60°C, controladas pela placa *peltier* do equipamento. Utilizou-se cerca de 100 mililitros de cada amostra dos óleos.

3.2.2 Elipsômetro Espectral SOPRA GES-5E

O Elipsômetro Espectral SOPRA GES-5E (Figura 9) é uma plataforma óptica que permite a realização de medidas fotométricas (intensidade de luz refletida) e de elipsometria (determinação das propriedades do material através da avaliação da mudança da polarização da luz refletida pela sua superfície).

O equipamento possui um goniômetro automático e preciso, que permite modificar o ângulo de incidência entre 10° e 90°, pela operação do *software* e um *microspot* (conjunto de lentes), que permite focar o feixe luminoso em uma área muito pequena da amostra.

Figura 9 – Elipsômetro Espectral SOPRA GES-5E do laboratório de óptica e *laser* da UFRGS.



Fonte: O autor.

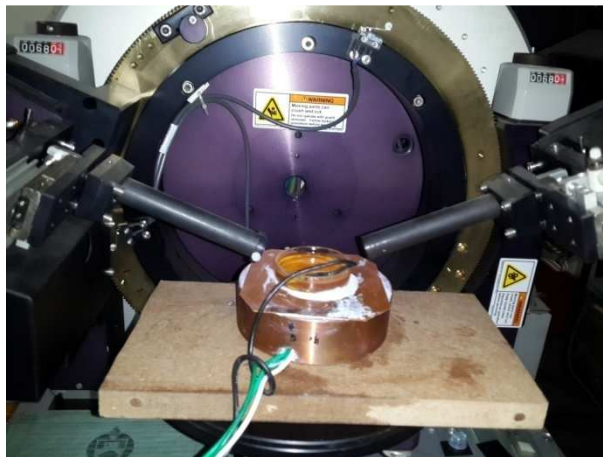
Com a finalidade de obter o índice de refração em diversas temperaturas, adaptou-se um dispositivo de aquecimento, isolado termicamente da base, garantindo assim a temperatura constante das amostras em cada medição. Além disto, aplicou-se uma camada de pasta

térmica entre o porta amostra e a base de aquecimento, esta, por sua vez, conectada com uma placa para a leitura da temperatura em cada instante, conforme Figura 10.

As medidas do índice de refração são efetuadas através de um polarizador rotativo e analisador móvel, através do método de somas de Hadamard³². Este método utiliza o somatório das regiões abaixo da curva gerada (integral gerada pela rotação do polarizador) para determinar a intensidade da luz refletida pela amostra. No caso deste elipsômetro, busca-se maximizar a intensidade desta luz pelo ajuste do analisador. O polarizador está dividido em quatro regiões simétricas de 0 até π , sendo que cada região é descrita por uma integral (I) que, serão somadas e relacionadas com $\tan \Psi$ e $\cos A$. Experimentalmente, “I” é refletida e “A” é o ângulo do analisador.

Todas as medidas foram efetuadas em uma micro-região da amostra e o ângulo de incidência do feixe de luz de $68,3^\circ$, com comprimento de onda variando entre $300\text{-}730\mu\text{m}$.

Figura 10 – Porta amostra, placa de aquecimento, isolante térmico e Elipsômetro Espectral SOPRA GES-5E do laboratório de óptica e *laser* da UFRGS.



Fonte: O autor.

3.2.3 Picnômetro

O método de picnometria consiste em pesar o picnômetro vazio e anotar a sua massa; preenchê-lo com o fluido desejado até que o mesmo transborde, para garantir que esteja completamente preenchido; limpar o recipiente externo com álcool isopropílico (para que não haja nenhum filme de óleo remanescente); pesar o conjunto picnômetro mais massa; realizar a diferença entre picnômetro mais massa e o picnômetro vazio; aquecer o conjunto até a temperatura desejada; limpar novamente o recipiente externo com álcool isopropílico, uma vez que o óleo vai aumentar a sua viscosidade e irá transbordar do picnômetro; pesar o

conjunto picnômetro mais massa; realizar a diferença entre picnômetro mais massa e o picnômetro vazio. Com estes dados, calcula-se a densidade através da equação citada anteriormente.¹⁹

Estas análises foram realizadas na UCS, no laboratório de fluídos e calor.

3.2.4 Viscosímetro Óptico

As análises da variação de espessura óptica em função do tempo e da temperatura pelo método de reologia a *laser*, pelo processo de *spin coating*, foram realizadas na UFRGS, com ambientes controlados e, em temperaturas conhecidas.

O processo consiste em colocar uma pequena quantidade de fluído, entre 20 e 50 μ l, sobre uma placa de silício, acoplada à base rotatória do *spinner*, que produz rotações pré-definidas e constantes (1000 \pm 15rpm e 1500 \pm 22rpm). Alguns cuidados se fazem necessários para garantir a confiabilidade dos resultados, conforme descrito abaixo:

- a) a superfície do substrato de silício deve estar isenta de resíduos de pó;
- b) para evitar adição de partículas de pó, a amostra de óleo (cerca de 30 μ l) deve ser depositada com uma pipeta completamente limpa e, sem entrar em contato com as demais partes do equipamento.

Já a sequência dos procedimentos experimentais para avaliação da viscosidade no reômetro a *laser*, segue abaixo:

- a) iniciar o procedimento de avaliação da viscosidade apenas quando o sistema de aquecimento estabilizar a temperatura de todo o sistema;
- b) verificar a estabilidade térmica do líquido posicionando um sensor de temperatura (PT100) junto à amostra, sobre o substrato de silício;
- c) após a estabilidade térmica ser alcançada, deslocar o PT100 da amostra, sem abrir a campânula;
- d) acionar o sistema de rotação e iniciar a aquisição de dados através do computador interfaceado pela placa A/D;
- e) durante o processo, verificar se a temperatura e a rotação permanecem constantes;
- f) finalizar a aquisição de dados após 6 minutos ou quando houver quebra do padrão interferométrico, indicando que houve colapso do filme devido à sua espessura ficar muito delgada. O colapso é gerado devido à tensão superficial do líquido, o qual cria uma desuniformidade sobre o substrato;
- g) salvar os dados adquiridos com o auxílio do *software Lab View* (Anexo A);

h) limpar o substrato com álcool isopropílico e reiniciar o experimento.

Na Figura 11, pode-se observar a placa de aquecimento dentro da campânula de vidro, desacoplada do disco girante com a placa de silício.

Figura 11 – Placa de aquecimento dentro da campânula de vidro, desacoplada do disco girante e, a placa de silício.



Fonte: O autor.

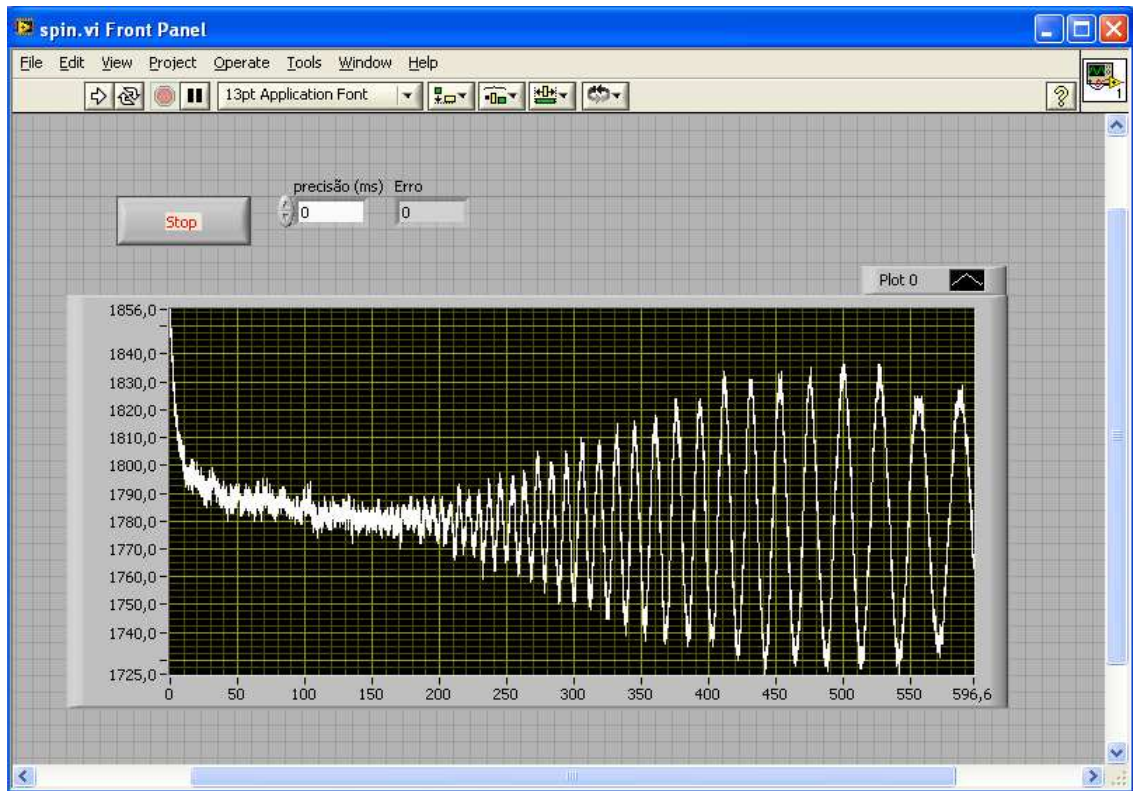
4 MÉTODO DE ANÁLISE DOS RESULTADOS

Neste capítulo será descrito como os resultados foram analisados e, como os cálculos foram realizados.

4.1 FASES DO ESCOAMENTO DO LÍQUIDO

Através do procedimento descrito acima, garante-se a reprodutibilidade do experimento para cada situação e, como resultado, obtém-se um gráfico gerado pelo *software LabView*, conforme demonstrado na Figura 12.

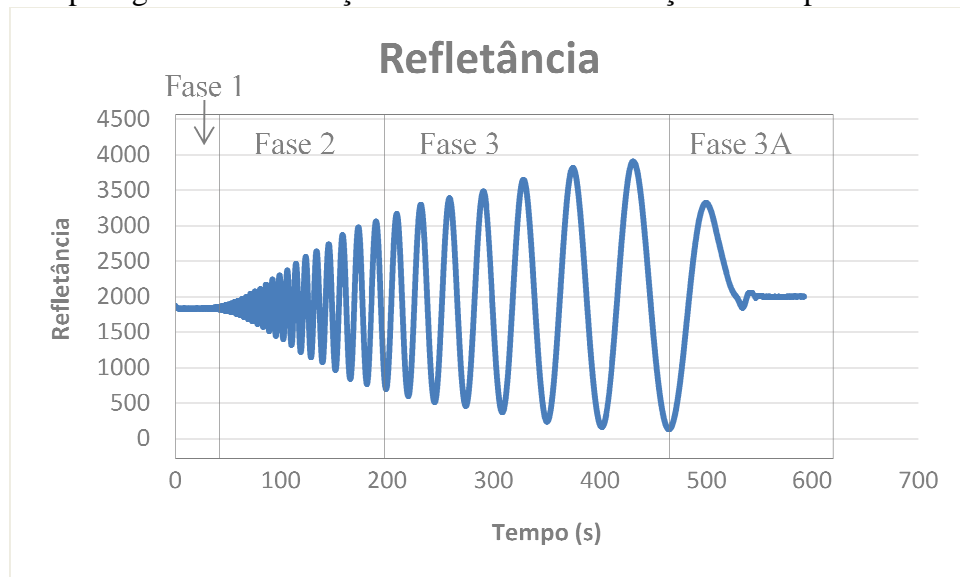
Figura 12 – Gráfico obtido pela aquisição dos dados.



Fonte: O autor.

Este gráfico possui no eixo das abscissas o registro temporal da aquisição dos dados à uma taxa constante de 1kHz, enquanto no eixo das ordenadas é graficado o sinal da refletância, obtida pela porcentagem da amostra/referência, pelos fotodetectores. A divisão do sinal tem a finalidade de minimizar possíveis flutuações da fonte de luz (*laser*). Os dados armazenados são transformados em gráficos que descrevem a evolução da refletância em função do tempo, como pode-se observar na Figura 13.

Figura 13 – Típico gráfico da evolução da refletância em função do tempo de um óleo.



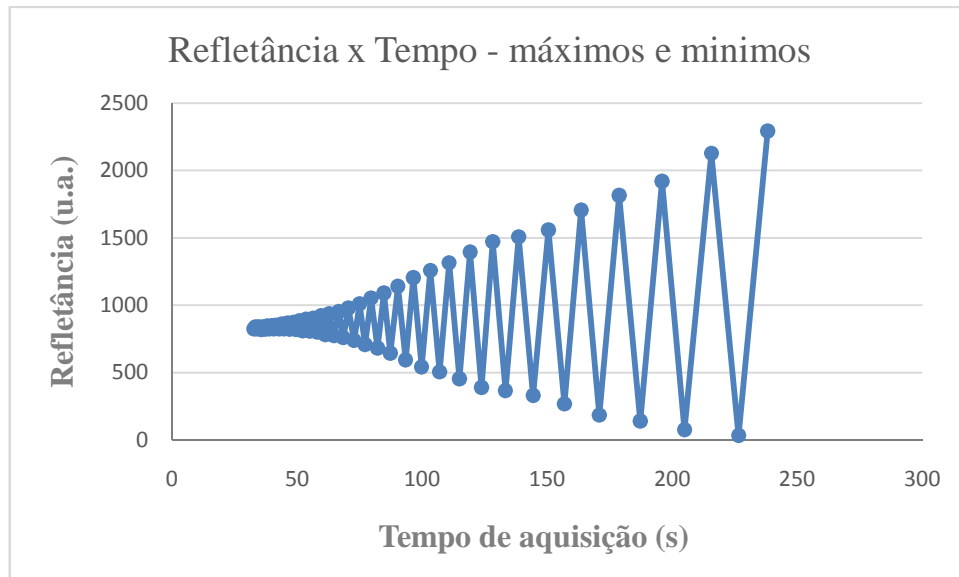
Fonte: O autor.

O gráfico revela o comportamento do filme líquido Newtoniano escoando sobre um substrato em rotação. Pode-se observar três fases distintas na evolução do escoamento:

- na fase 1, há o início da rotação, onde a amostra líquida é ejetada de forma turbulenta para as extremidades do disco, retirando o excesso de óleo;
- na fase 2, o filme está escoando em fase estacionária. A amplitude da refletância aumenta com o tempo devido à absorção do feixe do *laser* pela camada de líquido;
- na fase 3, a absorção reduz drasticamente devido a camada estar muito delgada, no final do processo; e
- na fase 3A, o filme colapsa.

Pode-se observar na Figura 14 os pontos correspondentes dos máximos e mínimos de refletância em função do tempo, obtidos através da Figura 13. A refletância aumenta na medida em que a espessura do filme diminui.

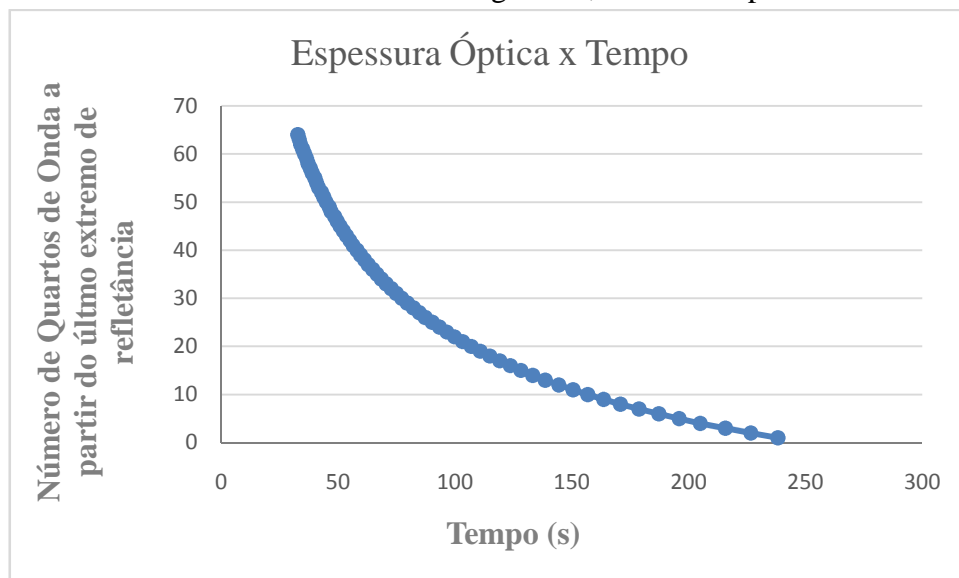
Figura 14 – Gráfico da variação da refletância *versus* tempo durante o escoamento do óleo padrão OP20, a 1500rpm, à temperatura de 22°C.



Fonte: O autor.

Baseado nos máximos de refletância obteve-se um gráfico do tempo em função do número de quartos e comprimentos de onda, em ordem decrescente, conforme Figura 15.

Figura 15 – Gráfico da variação da espessura óptica *versus* tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 14, contados a partir do último extremo.

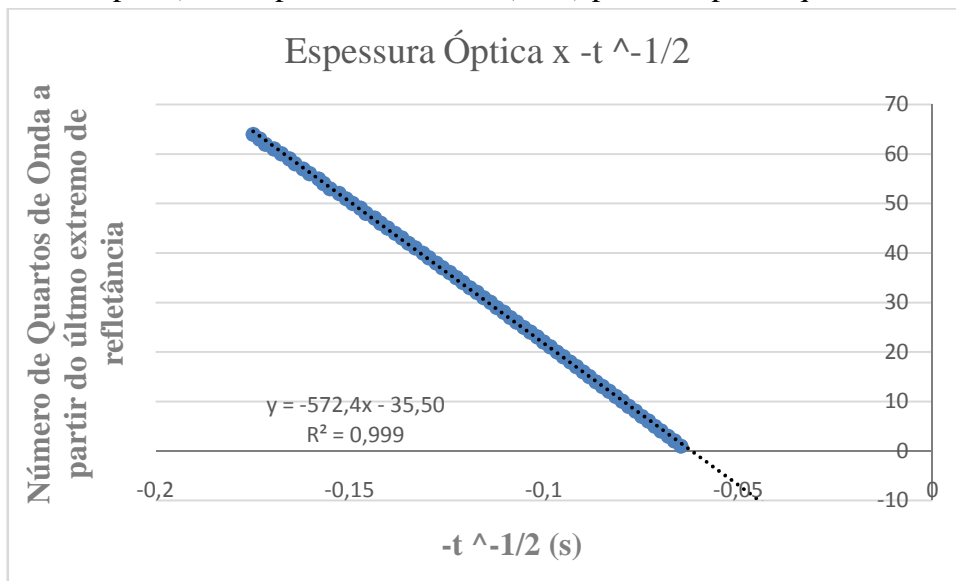


Fonte: O autor.

Após, os dados são graficados em função de $-1/\sqrt{t}$, gerando o gráfico da Figura 16. Conforme o modelo teórico (EBP) para fluidos Newtonianos, a evolução da espessura física

em função de $-1/\sqrt{t}$ é linear. Neste sentido, pode-se observar na Figura 16, que os dados experimentais corroboram com o modelo teórico, pois o coeficiente de determinação múltipla (R^2) apresenta valor muito próximo de 1. Para todas as condições experimentais, em distintas temperaturas e rotações, obteve-se o coeficiente de R^2 muito próximo a 1, como é possível observar na tabela 2.

Figura 16 – Gráfico da variação da espessura óptica *versus* $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (pontilhada em preto) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos.



Fonte: O autor.

Para todos os óleos avaliados efetuou-se a média de dois ensaios para avaliar a reprodutibilidade experimental. Os dados gerais das análises estão descritos na Tabela 2 e, as médias dos resultados estão publicados na tabela 3 e nos gráficos das Figuras 25 a 75.

Obteve-se a viscosidade considerando o modelo descrito na Equação 17, no cálculo, a velocidade " ω " (104,7rad/s ou 157,1 rad/s), pelo índice de refração " n " dos óleos na temperatura da análise (obtida pelas análises no elipsômetro e, cujos valores encontrado estão descritos no Anexo C), pelo comprimento de onda do *laser* " λ ", que é 0,66 μ m, e pelo valor da declividade da reta, de ajuste da variação de espessura óptica $x = -1/\sqrt{t}$, " b " encontrada pelo gráfico da figura 15.

A viscosidade é dada por:

$$v = \frac{4}{3} * \omega^2 * b^2 \quad (17)$$

Onde:

$$b = AB * \frac{1}{n} * \frac{\lambda}{4} \quad (18)$$

$$\omega = \frac{2 * \pi}{60} * rot \left(\frac{rad}{s} \right) \quad (19)$$

4.2 CÁLCULO DA INCERTEZA EXPANDIDA

Para calcular a incerteza expandida, é necessário avaliar todas as variáveis que estão envolvidas no procedimento experimental de determinação da viscosidade e as suas variações durante o procedimento.

As variáveis são contempladas pela equação geral, que foi descrita anteriormente (Equação 16), e pela derivação do equacionamento para a viscosidade e espessura óptica (Equações 20 e 21).

$$s_v = \sqrt{\left[\left(2 * \omega * \frac{4}{3} * b^2 \right)^2 * s_\omega^2 \right] + \left[\left(2 * b * \frac{4}{3} * \omega^2 \right)^2 * s_b^2 \right]} \quad (20)$$

Onde:

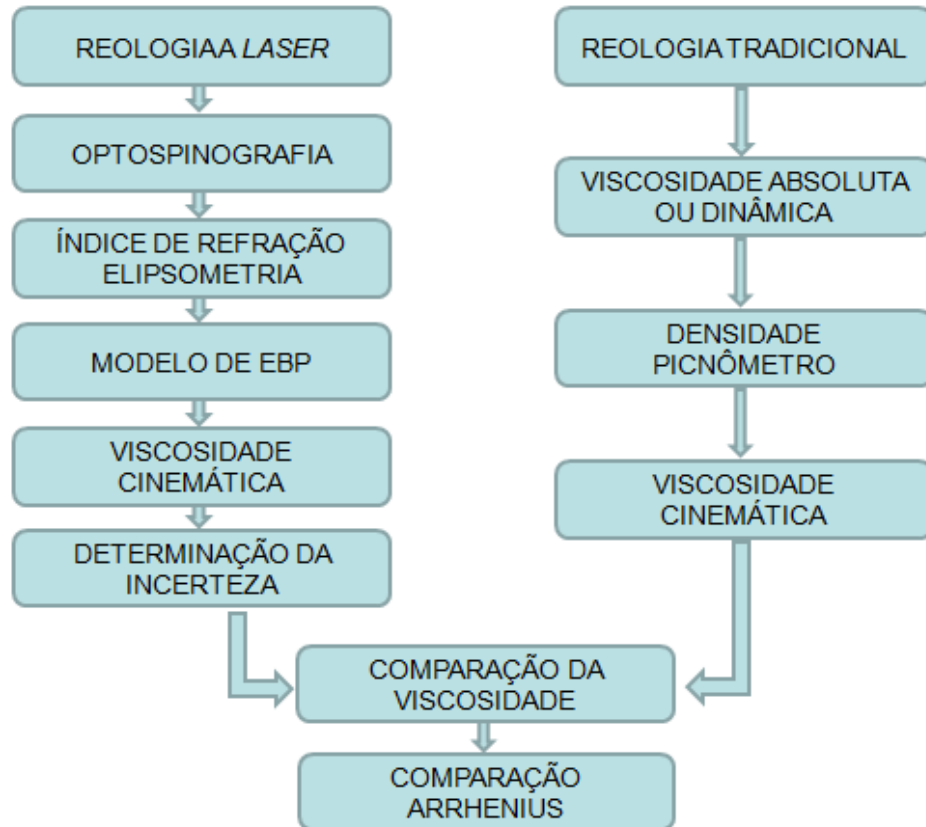
s_b é a variância em relação à variável “b”, descrita pela Equação 15

$$s_b = \sqrt{\left[\left(\frac{m}{4 * n * \lambda} \right)^2 * s_\lambda^2 \right] + \left[\left(\frac{-m}{4 * n^2} \right)^2 * s_n^2 \right]} \quad (21)$$

4.3 COMPARATIVO ENTRE OS PROCESSOS

Os resultados experimentais obtidos através dos métodos de reologia a *laser* e tradicional serão comparados para a validação do método a *laser*. Na Figura 17, observa-se, esquematicamente, a diferença entre ambos desde a coleta dos dados até a obtenção da viscosidade.

Figura 17 - Comparativo entre o método de reologia a laser x tradicional.



Além da diferença processual de ambos métodos, cada um deles apresenta prós e contras específicos, conforme descrito na Tabela 1.

Tabela 1 - Prós e contras do método de reologia a *laser* e tradicional.

	REOLOGIA TRADICIONAL	REOLOGIA A LASER
PRÓS	<ul style="list-style-type: none"> - Ampla gama de viscosidade: fluídos densos - Cor do fluído não interfere nos resultados 	<ul style="list-style-type: none"> - Sem contato - Obtenção direta da viscosidade - Não necessita correções pós processamento - Pequena quantidade de amostra - Possível avaliar líquidos corrosivos
CONTRAS	<ul style="list-style-type: none"> - Contato entre instrumento de medição e amostra - Correções pós-processamento: efeito de parede 	<ul style="list-style-type: none"> - Líquido deve ser transparente - Viscosidade mínima para formação de um filme

5 RESULTADOS

Descreve-se neste capítulo, os resultados experimentais obtidos através dos métodos de reologia tradicional e a *laser*. O procedimento do cálculo das viscosidades cinemáticas do reômetro a *laser* e suas respectivas incertezas expandidas constam, descritas detalhadamente, no Anexo B, e, o resumo global dos dados experimentais, na Tabela 2. Já as viscosidades cinemáticas do reômetro tradicional, pelo IMC, estão publicadas no Anexo D.

Para os cálculos da viscosidade utilizou-se os índices de refração obtidos por meio de elipsometria, cuja incerteza varia na casa dos centésimos e, desta forma, a propagação da incerteza nos resultados da viscosidade é baixa. Da mesma forma, a incerteza no comprimento de onda do *laser*, por ser pequena, não propagando uma incerteza elevada na determinação da espessura óptica. Entretanto, a rotação, possui uma importância elevada nos resultados, uma vez que a sua relação é quadrática com o modelo matemático de EBP utilizado para o cálculo de “ γ ”.

Desta forma, a incerteza ($\pm 1,5\%$) na determinação da rotação foi o principal fator que afetou o cálculo da incerteza expandida do reômetro a *laser*, como pode-se observar nos cálculos do Anexo B para o OP20 a 25°C, 1000rpm.

Através da média dos dados experimentais, obteve-se a Tabela 3.

Tabela 2 - Tabela geral dos óleos analisados.

Óleo	T (°C) Incerteza ($\pm 0,2^\circ\text{C}$)	ω (rad/s) Incerteza ($\pm 1,5\%$)	b calculado Incerteza ($\pm 1,0\%$)	ρ (kg/m ³) Incerteza ($\pm 0,5\%$)	Viscosidade Cinemática Reômetro Tradicional (mm ² /s)	Viscosidade Cinemática Reômetro a <i>Laser</i> (mm ² /s)	Incertezas Reômetro a <i>Laser</i>
OP20	25	104,7 \pm 1,6	-0,06703	850,33	71	66	7
OP20	25	104,7 \pm 1,6	-0,06786	850,33	71	67	7
OP20	24,3	157,1 \pm 2,3	-0,04298	850,84	73	61	11
OP20	32,9	104,7 \pm 1,6	-0,05732	844,49	49	48	6
OP20	35,5	104,7 \pm 1,6	-0,0551	842,57	44	44	6
OP20	35,3	157,1 \pm 2,3	-0,03884	842,71	44	50	10
OP20	35,8	157,1 \pm 2,3	-0,03949	842,34	43	51	10
OP20	50	104,7 \pm 1,6	-0,04194	831,85	24	26	5
OP20	51	157,1 \pm 2,3	-0,02766	831,11	24	25	7
OP20	52	157,1 \pm 2,3	-0,02721	830,37	24	24	7
Singer	23,9	157,1 \pm 2,3	-0,02018	851,77	17	13	5
Singer	23,9	157,1 \pm 2,3	-0,02065	851,77	17	14	5

Singer	33,6	157,1±2,3	-0,02012	845,19	12	13	5
Singer	34,2	157,1±2,3	-0,02075	844,78	12	14	5
Singer	50	157,1±2,3	-0,01458	834,05	7	7	4
Singer	51,8	157,1±2,3	-0,01558	832,83	7	8	4

Fonte: o Autor

Através dos dados da Tabela 2, obteve-se a Tabela 3, que relata o resumo dos dados reológicos de ambos os métodos para três diferentes temperaturas, entre o intervalo de 24°C a 50°C.

Tabela 3 – Comparação de dados reológicos com incerteza.

Óleo	Temperatura (°C)	Rotação (rpm)	Viscosidade Cinemática Reômetro Tradicional (mm ² /s)	Viscosidade Cinemática Reômetro a Laser c/ Incertezas (mm ² /s)
OP20	25	1000	71	66 ± 7
OP20	34,2	1000	46	46 ± 6
OP20	50	1000	24	26 ± 5
OP20	24,3	1500	73	61 ± 6
OP20	35,6	1500	43	50,5 ± 10
OP20	51,5	1500	24	24,5 ± 7
Singer	23,9	1500	17	13,5 ± 5
Singer	33,9	1500	12	13,5 ± 5
Singer	50,9	1500	7	7,5 ± 4

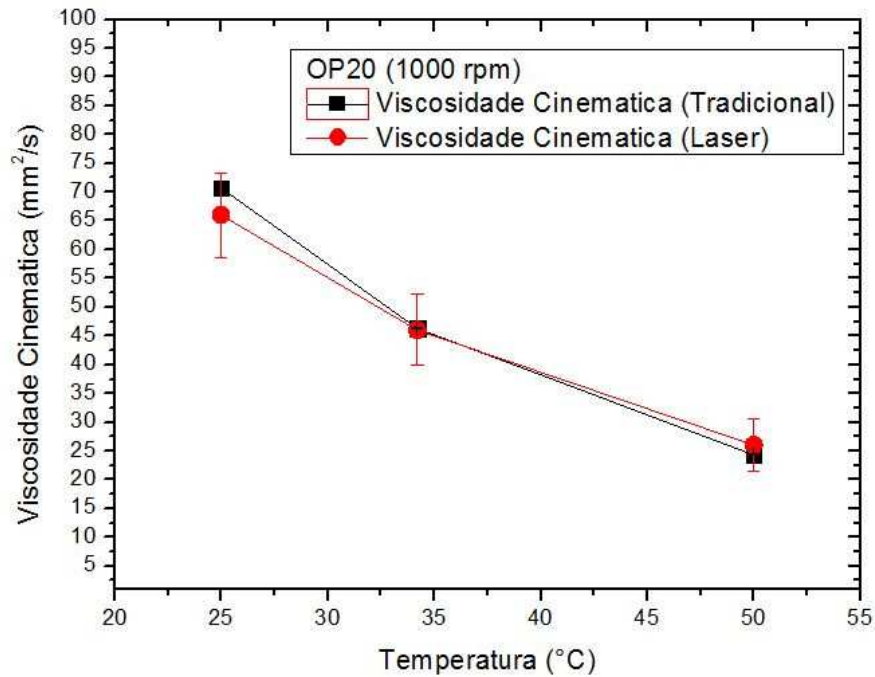
Fonte: O autor.

O método de reologia a *laser* também avaliou o comportamento da viscosidade do óleo OP20 em duas rotações (1000rpm e 1500rpm).

Após o término das análises/comparativo, pode-se afirmar que tanto o óleo OP20 quanto o Singer[®] apresentam comportamento Newtoniano devido a linearidade na variação da espessura em função do inverso do tempo de escoamento conforme descrito no modelo (EBP) e observáveis nos gráficos das Figuras 25 a 75, do Anexo E.

Os métodos foram comparados graficamente através das viscosidades encontradas/calculadas conforme pode ser observado nos gráficos apresentados nas Figuras 18 a 20.

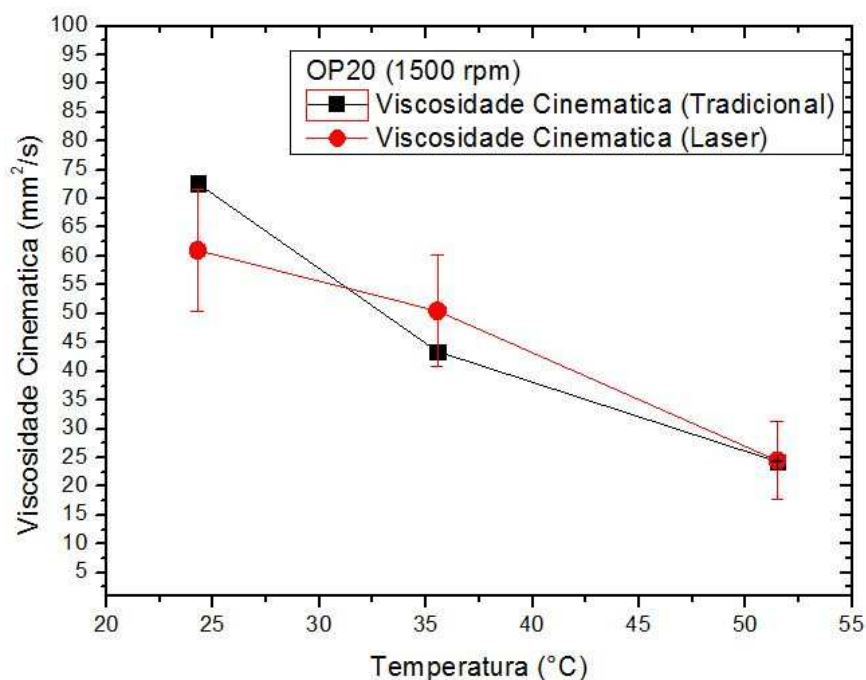
Figura 18 – Gráfico comparativo das viscosidades x temperatura, para o óleo OP20 a 1000rpm, no método de reologia a *laser* e tradicional.



Fonte: O autor.

Pode-se observar nos gráficos das Figuras 18 e 19 para o óleo OP20, nas velocidades de 1000 e 1500rpm, respectivamente, que dentro das incertezas envolvidas houve concordância entre os métodos de avaliação da viscosidade a *laser* e tradicional.

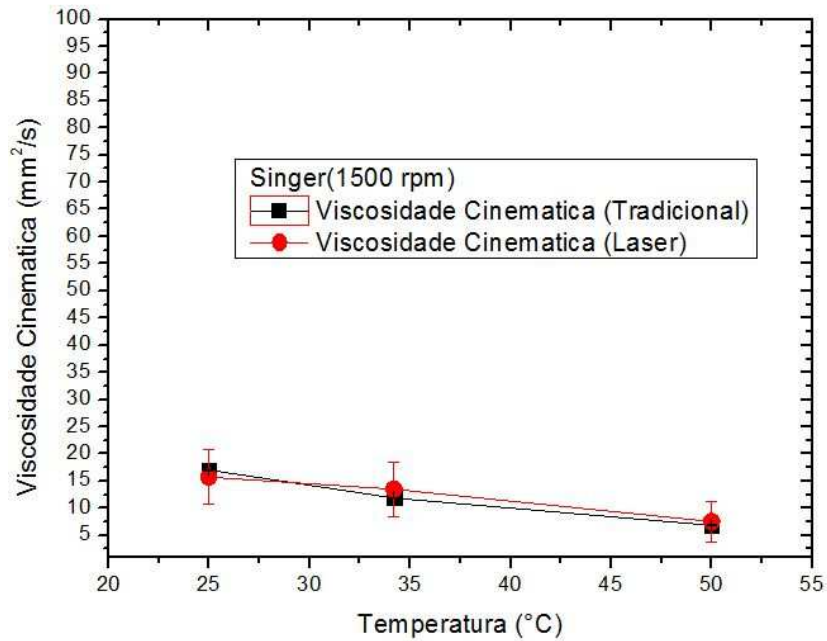
Figura 19 – Gráfico comparativo das viscosidades x temperatura, para o óleo OP20 a 1500rpm, no método de reologia a *laser* e tradicional.



Fonte: O autor.

Também houve concordância, dentro das incertezas envolvidas, entre os métodos de avaliação da viscosidade a *laser* e tradicional para o óleo Singer[®], na velocidade de 1500rpm, observável no gráfico da Figura 20.

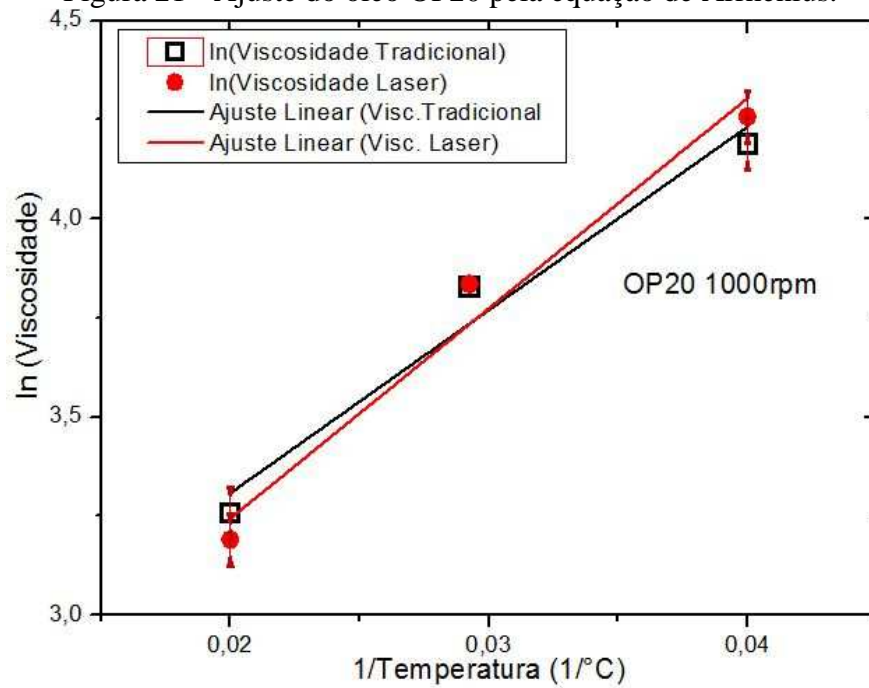
Figura 20 – Gráfico comparativo das viscosidades x temperatura, para o óleo Singer[®] a 1500rpm, no método de reologia a *laser* e tradicional.



Fonte: O autor.

Comparando-se o método tradicional e o a *laser* através do modelo de Arrhenius, obteve-se o comportamento da viscosidade em função da temperatura, visualizados nos gráficos das Figuras 21 e 22.

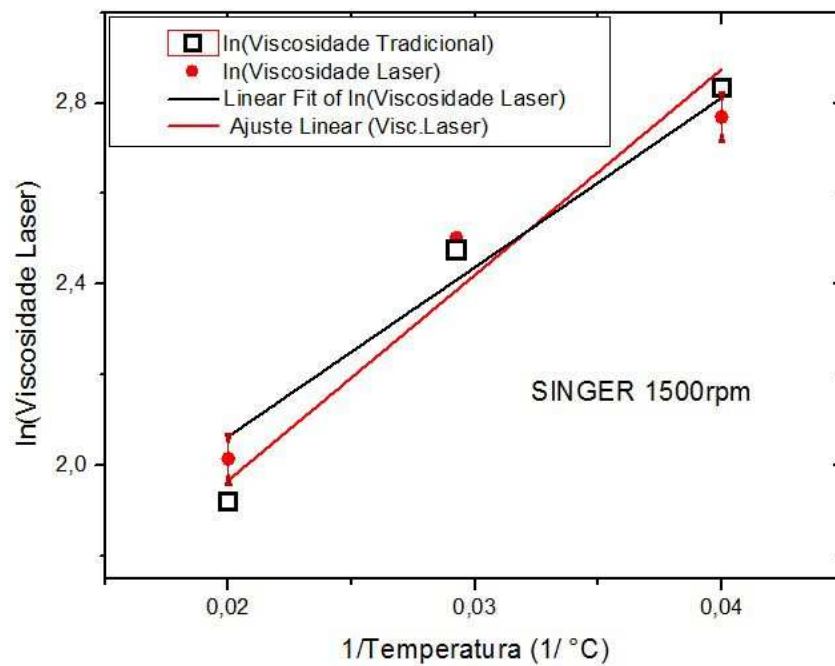
Figura 21 - Ajuste do óleo OP20 pela equação de Arrhenius.



Fonte: O autor.

Observa-se na Figura 21, os dados experimentais e o ajuste linear para o modelo de Arrhenius do óleo OP20, em ambos os métodos cujo coeficiente de determinação múltipla é $R^2=0,94$.

Figura 22 - Ajuste do óleo Singer[®] pela equação de Arrhenius.



Fonte: O autor.

Já para o óleo Singer, observa-se na Figura 22, os dados experimentais e o ajuste linear para o modelo de Arrhenius, cujo coeficiente de determinação múltipla é $R^2=0,92$ para o método a *laser* e, $R^2=0,94$ para o método tradicional.

Desta forma, ambos os métodos obtiveram ajustes nos coeficientes de determinação múltiplos, muito próximos, apresentando assim, similar concordância ao modelo de Arrhenius, apesar das diferenças experimentais e metodológicas dos dois métodos de obtenção da viscosidade.

6 CONCLUSÕES

Efetou-se neste trabalho, uma revisão teórica dos princípios da interferência óptica de um sinal luminoso refletido por uma camada delgada de líquido que sofre variação da sua espessura devido ao escoamento sobre uma superfície plana. Descreveu-se o modelo analítico de EBP que permite calcular a viscosidade cinemática de um líquido escoando sobre uma plataforma giratória, processo conhecido como *spin coating*.

Descreve-se também, a montagem experimental de um interferômetro e um dispositivo de controle de temperatura que, acoplado a um sistema de aquisição, permite avaliar a viscosidade cinemática através da detecção da variação da espessura de um líquido escoando em estado estacionário.

Avaliou-se dois óleos Newtonianos, sendo o primeiro utilizado como lubrificante em máquinas (Singer[®]) e o segundo um óleo padrão de referência (OP20) fornecido pelo IPT. Compararam-se os resultados obtidos, em diferentes temperaturas e velocidades de escoamento, com os resultados da análise da viscosidade de um reômetro de contato tradicional.

Adicionalmente, determinou-se a incerteza expandida na determinação da viscosidade cinemática (ν) pelo método de reologia a *laser* considerando as incertezas na rotação (ω) e na determinação da declividade (b), sendo esta oriunda da incerteza envolvida na determinação do índice de refração (n), do comprimento de onda de monitoração (λ) e na determinação dos extremos de refletância para obtenção dos valores de espessura (d).

Pode-se observar na Tabela 2, anteriormente descrita, o resumo global da análise comparativa das viscosidades obtidas pelos dois métodos, evidenciando dentro das incertezas envolvidas, a concordância dos resultados para os dois métodos de avaliação da viscosidade em relação a temperatura.

Estas comparações permitiram identificar pequenas variações nos resultados da viscosidade cinemática que podem ser oriundas das distintas metodologias de medição. Neste sentido, o método tradicional, avalia de forma global um grande volume de líquido, não sendo tão sensível, como o método de reologia a *laser*, ao deslocamento das monocamadas dos óleos. Como os líquidos utilizados apresentam na sua composição diversos óleos para o ajuste da viscosidade, pode ser este um dos fatores das discrepâncias entre os dois métodos.

Entretanto, o estudo detalhado das incertezas expandidas permitiu determinar que as incertezas na rotação foram o fator principal na propagação da incerteza calculada no método a *laser*.

Já, em relação ao comportamento da viscosidade em função da temperatura, ambos os métodos de monitoração da viscosidade obtiveram um coeficiente de determinação múltipla (R^2) muito próximos, apresentando similar concordância ao modelo de Arrhenius.

O método da monitoração da viscosidade a *laser* apresenta a potencialidade de aplicação a uma ampla variedade de líquidos permitindo monitorar a dinâmica de filmes finos em tempo real durante o processo de deposição via *spin coating*, podendo auxiliar no controle e desenvolvimento industrial. Entretanto, o método necessita, em um trabalho futuro, a determinação das reais limitações deste novo método, através de uma análise metrológica para ampla variedade de líquidos com incerteza na rotação menor que 0,1%.

6.1 ESTUDOS FUTUROS

Visto que o trabalho realizado apresentou incertezas percentuais acima da casa dos décimos, sugere-se como investigações futuras:

- a avaliação do método utilizando um *spin coating* com baixas incertezas na rotação, menores que 0,05%;
- a determinação dos limites da velocidade de aplicação do método utilizando diversos líquidos.

REFERÊNCIAS

- 1 EMSLIE, A. G., BONNER, F. T., PECK, L. G. Flow of a Viscous Liquid on a Rotating Disk. *Journal of Applied Physics*, n. 29, p. 858-862, 1958.
- 2 JARDIM, P. L. G. **Análise Teórico-Experimental do Escoamento de Fluidos Não-Newtonianos, que Seguem o Modelo de Lei de Potência, durante o Processo de Spin Coating.** 126 f. 2011. Tese (Doutorado em Física) – UFRGS, Porto Alegre, 2011.
- 3 BIRNIE, D. P., HAAS, D. E., HERNANDEZ, C. M. *Laser interferometric calibration for real-time video color interpretation of thin fluid layers during spin coating.* **Journal Optics and Lasers in Engineering**. n. 48, p. 533-537, 2010.
- 4 HARDEVELD, R.M. VAN, GUNTER, P.L.J.; IJZENDOORN, L.J., WIELDRAAIJER, W., KUIPERS, E.W., NIEMANTSVERDRIET, J.W. Deposition of inorganic salts from solution on flat substrates by *spin coating*: theory, quantification and application to model catalysts Applied Surface Science. **Journal Applied Surface Science**, n. 84, p. 339-346, 1995.
- 5 LAWRENCE, C. J., ZHOU, W. *Spin coating of non-Newtonian fluids.* **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, n.39, p.137-187, 1991.
- 6 LIN, M.C., CHEN, C.K. Finite amplitude long-wave instability of a thin viscoelastic fluid during *spin coating*. **Journal Applied Mathematical Modelling**, n. 36, n. 2536-2549, 2012.
- 7 YIMSIRI, P, MACKLEY, M. R. *Spin and dip coating of light-emitting polymer solutions: Matching experiment with modeling.* **Journal Chemical Engineering Science**, 2006.
- 8 JUNG, J-Y, KANG, Y. T., KOO, J. Development of a new simulation model of *spin coating* process and its application to optimize the 450 mm wafer coating process. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, n. 53, p. 1712–1717, 2010.
- 9 HOROWITZ, F., et.al. **Real-time interferometric analysis of spinning liquid films.** UFRGS, 1996.
- 10 MACLEOD, H. A. **Thin – Film Optical Filters.** 2 ed. Mac Millan Publissinging Company, 1986.
- 11 HEAVENS, O. S. *Spin Optical Properties on thin Solid films.* **Journal Thin Solid Films**, v. 89, p.249-261, 1982.
- 12 FERREIRA, E. E., et. al.Reologia de suspensões minerais: uma revisão. **Revista Esc. Minas**, v. 58, n. 1, 2005.
- 13 PEREIRA, F. A. R. **Escoamento laminar de líquidos não-Newtonianos em seções anulares: estudo de CFD e abordagem experimental.** 229 f. 2006. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2006.
- 14 Acrivos, A., Shah,M. J., Petersen,E. E. On the Flow of a Non-Newtonian Liquid on a Rotating Disk. **Journal Appl. Phys** 31, 963-968, 1960.

- 15 MULLER, R. H. Definitions and Conventions in Ellipsometry. **Surface science**, v.16, 14-33, 1969.
- 16 BOINOVICH, L.B., EMEL'YANENKO, A.M. Ellipsometry of multilayer free-lying films. **Surface science**, v. 225 n. 1-2, 206-216,1990.
- 17 BORN, W., WOLF, E. Principle of Optics. **Pergamon Press**, Oxford, 1965.
- 18 MICHELS, A. F., JARDIM, P. L. G., HOROWITZ, F. *Laser Monitoring of Non-Newtonian Liquids During Dip Coating*. **AIChE Journal**, v. 55, p.3052-3055, 2009.
- 19 NEIKOV, O.D., NABOYCHENKO, S., DOWNSON, G. **Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: Technologies and Applications**. Elsevier Science & Technology Digital, 2009.
- 20 PRO-ANÁLISE. **Picnômetro de borossilicato**. 2014. Disponível em: <<http://www.pro-analise.com.br/webroot/loja/picnometro/191-picnometro-em-vidro-calibrado-brand.html>>. Acesso em: 18 ago. 2014.
- 21 BARRATO, A. C, DAMASCENO, J. C., ALVES, J. A. P., FILHO, J. T., COUTO, P. R. G., OLIVEIRA, S.P. Avaliação de dados de medição – Guia para a expressão de dados de medição. **JCGM - GUM**, p. 23-27, 2008.
- 22 DANDAPAT, B. S., SINGH, S. K. Two-layer film flow over a rotating disk. **Journal Commun Nonlinear SciNumerSimulat.**,v. 17, p. 2854–2863, 2012.
- 23 INAMURO, T., YAMAGUCHI, A., OGINO, F. Fluid flow in a rotating cylindrical container with a rotating disk at the fluid surface. **Journal Fluid Dynamics Research**, v. 21, p. 417-430, 1997.
- 24 LESHEV, I., PEEV, G. Film flow on a horizontal rotating disk. **Journal Chemical Engineering and Processing**, v. 42, p. 925-929, 2003.
- 25 LIN, C.Y.W., NAKARUK, A., SORRELL, C.C. Mn-doped titania thin films prepared by *spin coating*. **Journal Progress in Organic Coatings**, n. 74, p. 645– 647, 2012.
- 26 MOMONIAT, E., MASON, D. P. Investigation of the effect of the coriolis force on a thin fluid film on a rotating disk. **International Journal Non-Linear Mechanics**, v. 33, n. 6, p. 1069-1088, 1998.
- 27 ROUX, J. D. LE, PAUL, D. R. Preparation of composite membranes by a *spin coating* process. **Journal of Membrane Science**, v. 74, p. 233-252, 1992.
- 28 ANTON PAAR. **MCR Rheometer Series**. 2014. Disponível em: <<http://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/mcr-rheometer-series>>. Acesso em: 23 mar. 2014.

- 29 JOSEPH, S. J., IRUDAYARAJ, J. M. **Food Processing Operations Modeling: Design and Analysis.** Disponível em: < <http://books.google.com.br/books?id=cAplIxruz4C&printsec=frontcover&dq=Food+Processing+Operations+Modeling:+Design+and+Analysis&hl=pt-BR&sa=X&ei=3msfVNSHH8jksAT53YH4Bg&ved=0CB4Q6AEwAA#v=onepage&q=Food%20Processing%20Operations%20Modeling%3A%20Design%20and%20Analysis&f=false>>. Acesso em: 20 set. 2014.
- 30 SARAVACOS, G. D., MAROULIS, Z. B. **Transport Properties of Foods.** Disponível em: <<http://books.google.com.br/books?id=jdeK2altlycC&printsec=frontcover&dq=Transport+Properties+of+Foods&hl=ptBR&sa=X&ei=020fVLeyHfbCsASV7oGoDg&ved=0CB4Q6AEwAA#v=onepage&q=Transport%20Properties%20of%20Foods&f=false>>. Acesso em: 20 set. 2014.
- 31 INÁCIO, P. L. **Estudo de onda de prata e aplicações em dispositivos plasmônicos.** Tese (Doutorado em Microeletrônica). Universidade federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2012.
- 32 HADAMARD, M., COURDILLE, M., STEERS, J. B. Dispositif Électronique pour L'analyse et le calcul des coefficients de Fourier d'une foncion périodique et ellipsometre compartant un tel dispositive. **Patente**, 1980.

ANEXO A – PROGRAMA NO SOFTWARE LAB VIEW

Figura 23 - Imagem do software Lab View.

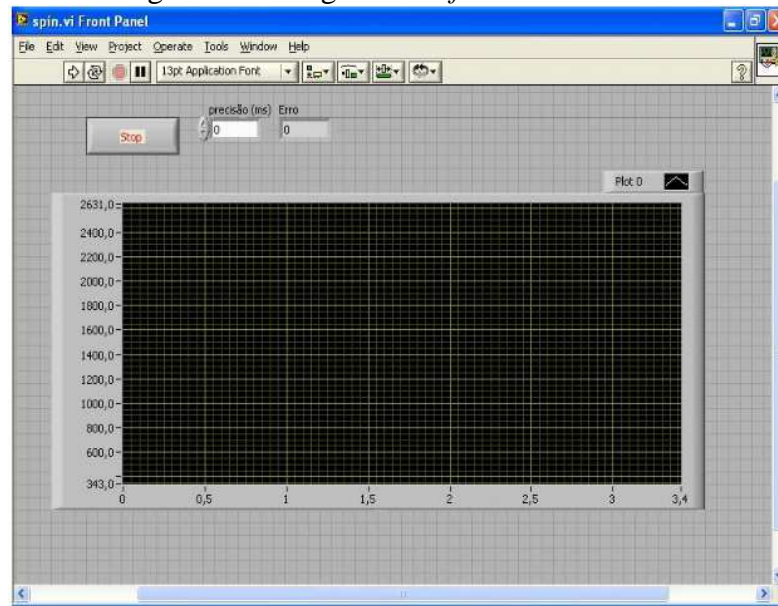
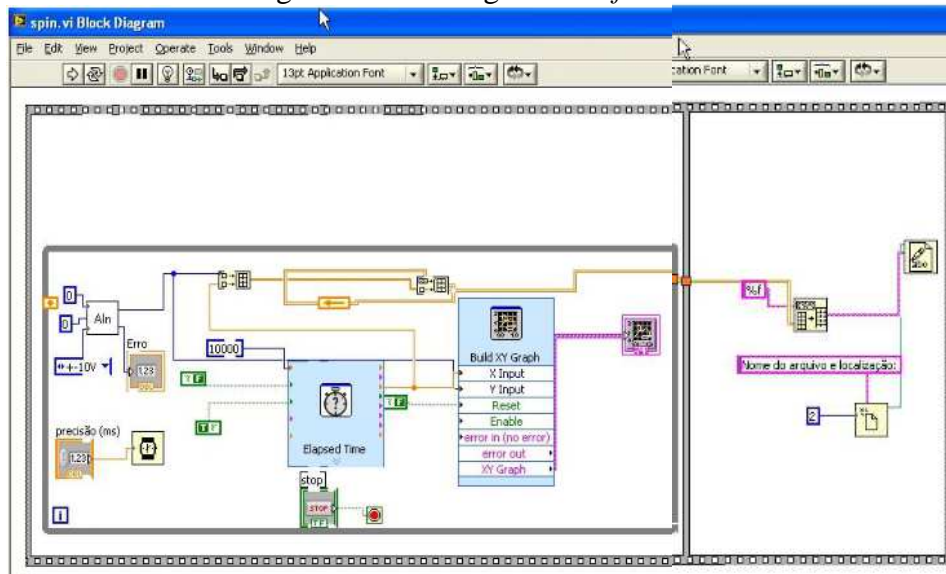


Figura 24 - Montagem do software.



ANEXO B – PROCEDIMENTO DE CÁLCULO DA VISCOSIDADE CINEMÁTICA E DA INCERTEZA EXPANDIDA PARA OS DADOS EXPERIMENTAIS

Efetua-se abaixo o cálculo da viscosidade cinemática obtida através do método de reologia a *laser*, para o óleo padrão OP20 a 25°C, a 1000rpm, cujos resultados constam na primeira linha da Tabela 2, que consta nos resultados.

$$\omega = \frac{2 * \pi}{60} * rot = \left(\frac{rad}{s} \right) \quad (22)$$

$$\omega = \frac{2 * \pi}{60} * 1000 = 104,72 \frac{rad}{s} \quad (23)$$

$$b = AB * \frac{1}{n} * \frac{\lambda}{4} \quad (24)$$

$$b = -593,6 * \frac{1}{1,4611} * \frac{0,00066}{4} = -0,06703mm \quad (25)$$

$$v = \frac{4}{3} * \omega^2 * b^2 \quad (26)$$

$$v = \frac{4}{3} * (104,72)^2 * (0,06703)^2 = 65,695 = 66mm^2/s \quad (27)$$

Como, por arredondamento, devido a incerteza estar na unidade, o valor da viscosidade utilizada é de 66mm²/s.

Efetua-se, abaixo, o cálculo da incerteza expandida para a viscosidade obtida pelos cálculos acima, cujos resultados também constam na primeira linha da Tabela 2, que consta nos resultados.

$$s_v = \sqrt{\left[\left(2 * \omega * \frac{4}{3} * b^2 \right)^2 * s_{\omega}^2 \right] + \left[\left(2 * b * \frac{4}{3} * \omega^2 \right)^2 * s_b^2 \right]} \quad (28)$$

$$s_v = \sqrt{\left[\left(2 * 104,7 * \frac{4}{3} * (-0,067)^2 \right)^2 * 1,5708^2 \right] + \left[\left(2 * (-0,067) * \frac{4}{3} * 104,7^2 \right)^2 * (-0,00067)^2 \right]} \quad (29)$$

$$s_v = 7,35 = 7$$

Como, por arredondamento, devido a incerteza estar na unidade, o valor da incerteza utilizada é de 7.

$$s_b = \sqrt{\left[\left(\frac{m}{4 * n * \lambda} \right)^2 * s_{\lambda}^2 \right] + \left[\left(\frac{-m}{4 * n^2} \right)^2 * s_n^2 \right]} \quad (30)$$

$$s_b = \sqrt{\left[\left(\frac{25}{4 * 1,4611 * 0,00066} \right)^2 * 0,001^2 \right] + \left[\left(\frac{-25}{4 * 1,4611^2} \right)^2 * 4,9 \right]} \quad (31)$$

$$s_b = -0,00067 \quad (32)$$

ANEXO C – RESUMO DAS MÉDIAS DOS ÍNDICES DE REFRAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA OBTIDAS PELO ELIPSÔMETRO

Tabela 4 - Médias dos índices de refração em função da temperatura.

OP20		Singer	
Temperatura (°C)	média	Temperatura (°C)	média
23,7	1,49391	25,3	1,47849
28,5	1,47754	34,7	1,46954
36,1	1,46435	39	1,46692
42	1,46059	49,9	1,46418
44,6	1,45397	52,4	1,46302
52,5	1,45541	59,7	1,45683
62	1,45878		

ANEXO D – ANÁLISE DAS VISCOSIDADES REALIZADAS NO IMC



UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
IMC – INSTITUTO DE MATERIAIS CERÂMICOS
RELATÓRIO DE ANÁLISES



RELATÓRIO DE Nº: 0047-14	Data: 23/05/2014
Serviços Prestados: Análises de Viscosidade	Número de páginas: 1
Cliente: Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica - UCS	
Endereço:	
Telefone/Fax:	
A/C: Profº Alexandre F. Michels	

Introdução

O IMC - Instituto de Materiais Cerâmicos recebeu as amostra, denominadas de Óleo CP20, Óleo CP400 e Óleo SIN6, do Professor Alexandre F. Michels do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. A amostra foi encaminhada para a realização da análise de viscosidade no reômetro oscilatório/rotacional.

Condições experimentais

Equipamento: Reômetro Anton Paar MCR502.

Geometria: Cone-placa com diâmetro de 50 mm.

Tipo de medida: Viscosidade em função da temperatura.

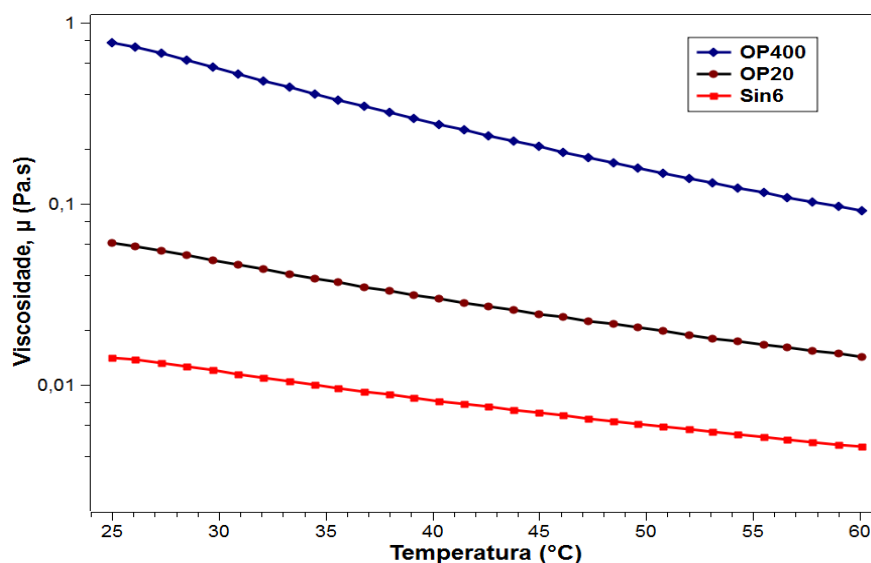
Programa de temperatura: Início 25°C, término 60°C e taxa de aquecimento 2°C/min

Rotação: Taxa de cisalhamento constante – 100 s⁻¹.

Operador: Kátia de Oliveira.

Resultados

Através da análise, foi realizado o monitoramento da variação de viscosidade em função do aumento de temperatura. Na Figura 1 estão representadas as curvas de viscosidade para cada amostra.



Nota 1: Os resultados contidos neste documento têm significação restrita, aplicam-se exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s) e não podem ser reproduzidos parcialmente.

Nota 2: As amostras ensaiadas ficarão disponíveis no IMC durante o prazo de 30 dias, para a retirada pelo cliente. Após 30 dias serão descartadas.

ANEXO E – GRÁFICOS

Figura 25 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 25,0°C – 1000rpm.

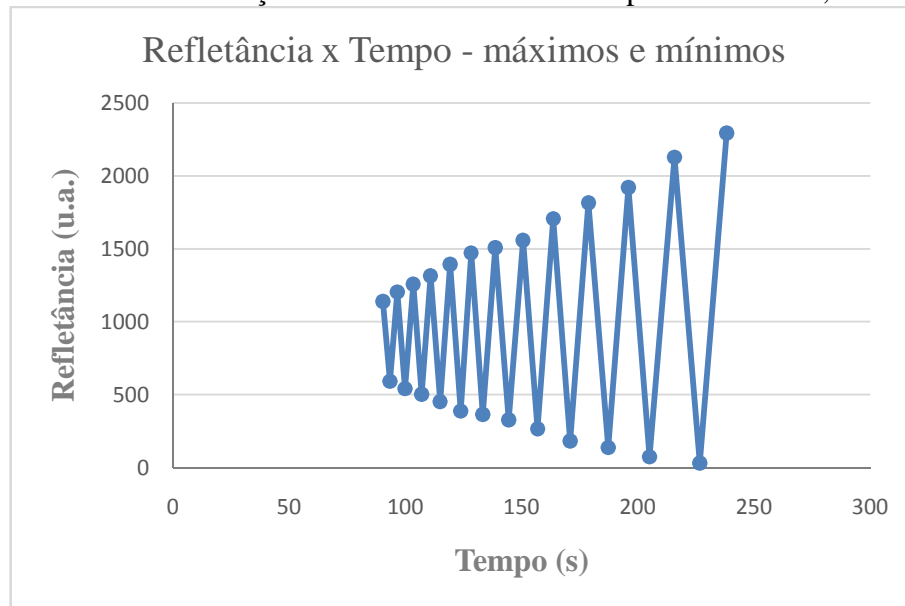


Figura 26 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 25, contados a partir do último extremo - OP20 – 25,0°C – 1000rpm.

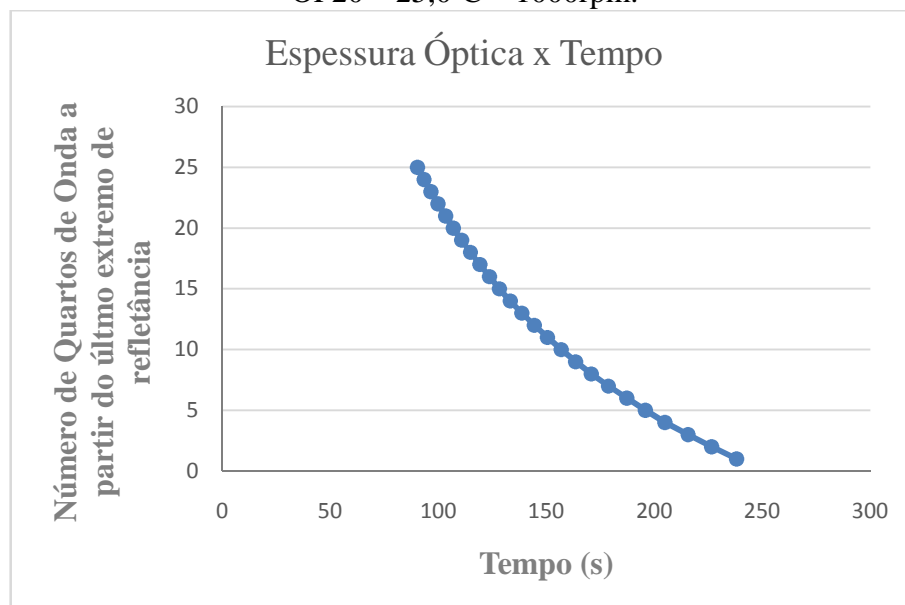


Figura 27 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 25,0°C – 1000rpm.

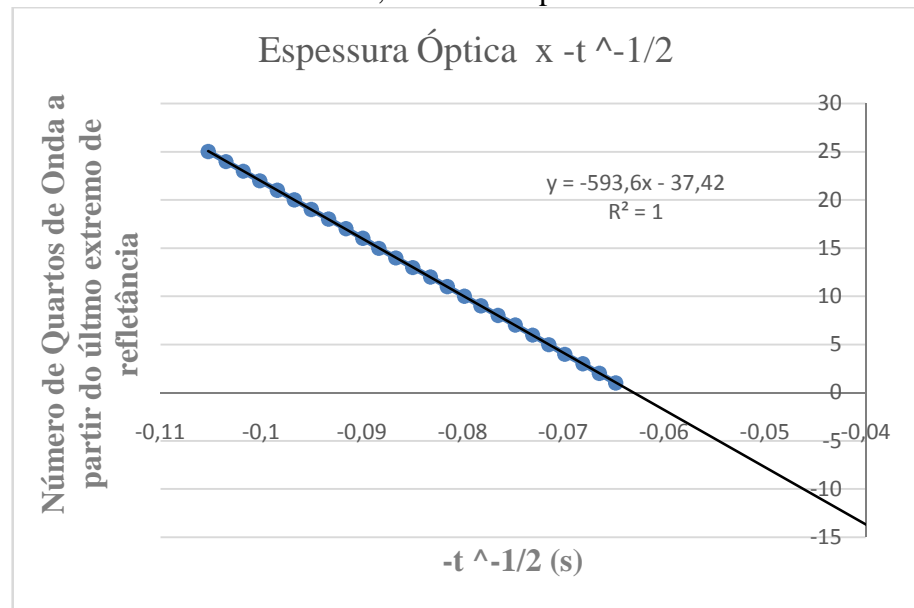


Figura 28 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 (2) – 25,0°C – 1000rpm.

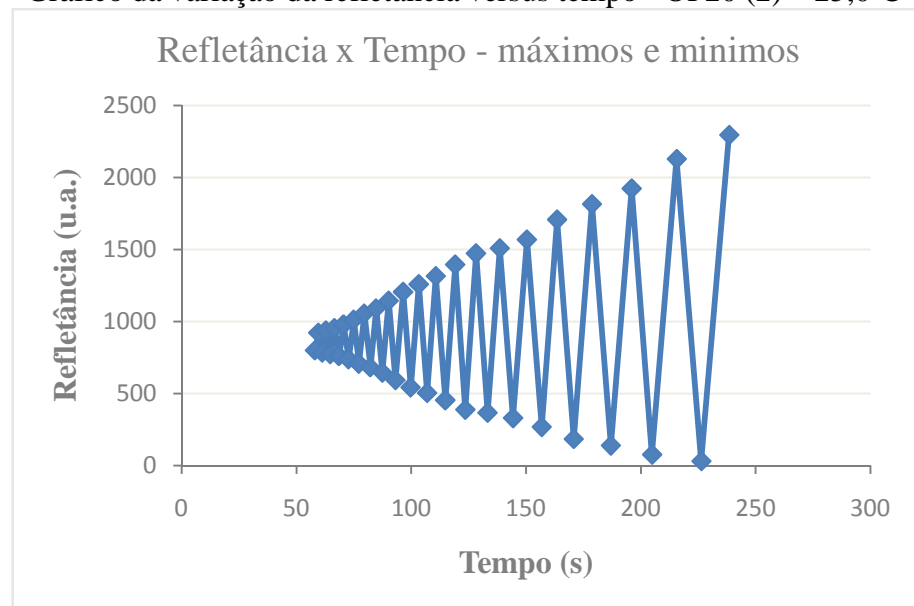


Figura 29 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 28, contados a partir do último extremo - OP20 (2) – 25,0°C – 1000rpm.

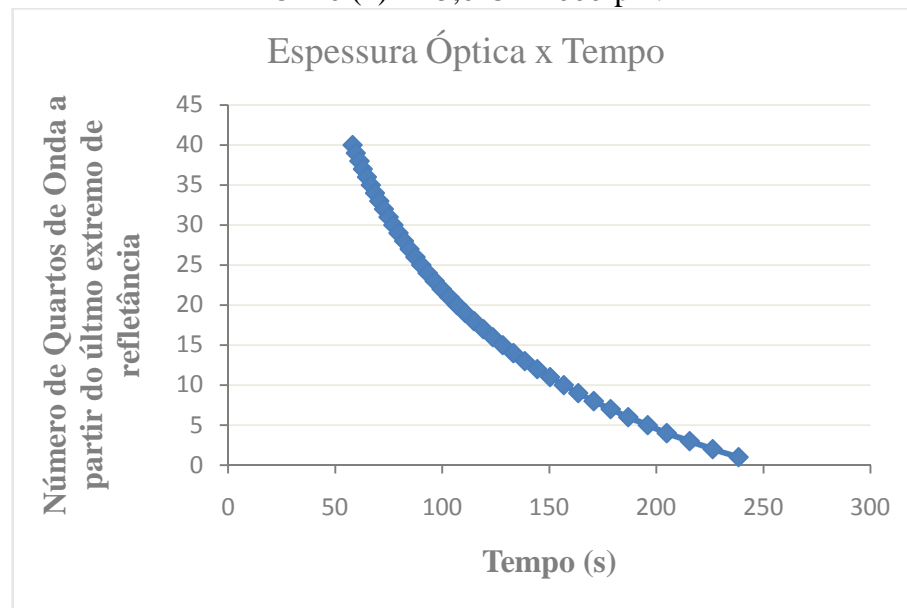


Figura 30 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 (2) – 25,0°C – 1000rpm.

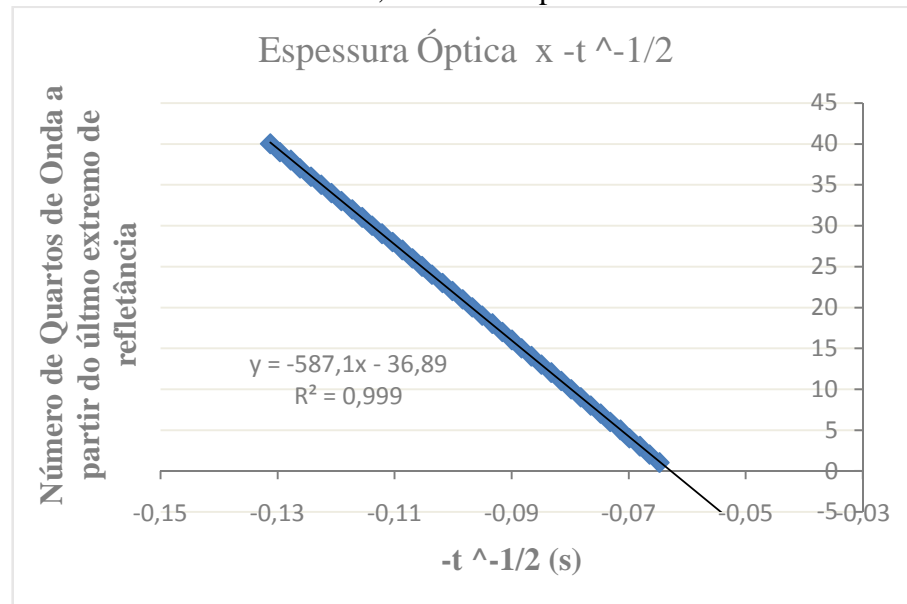


Figura 31 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 24,3°C – 1500rpm.

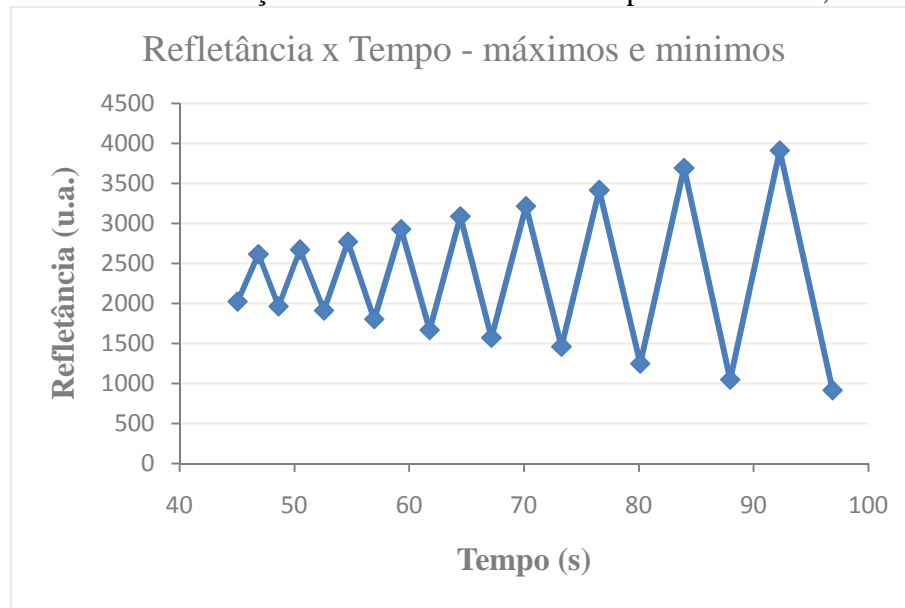


Figura 32 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 31, contados a partir do último extremo - OP20 – 24,3°C – 1500rpm.

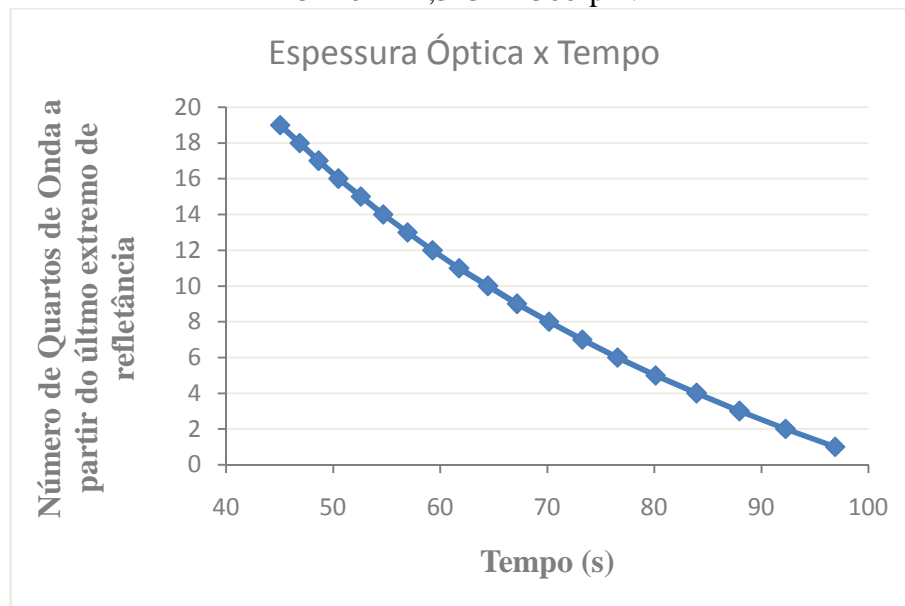


Figura 33 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 24,3°C – 1500rpm.

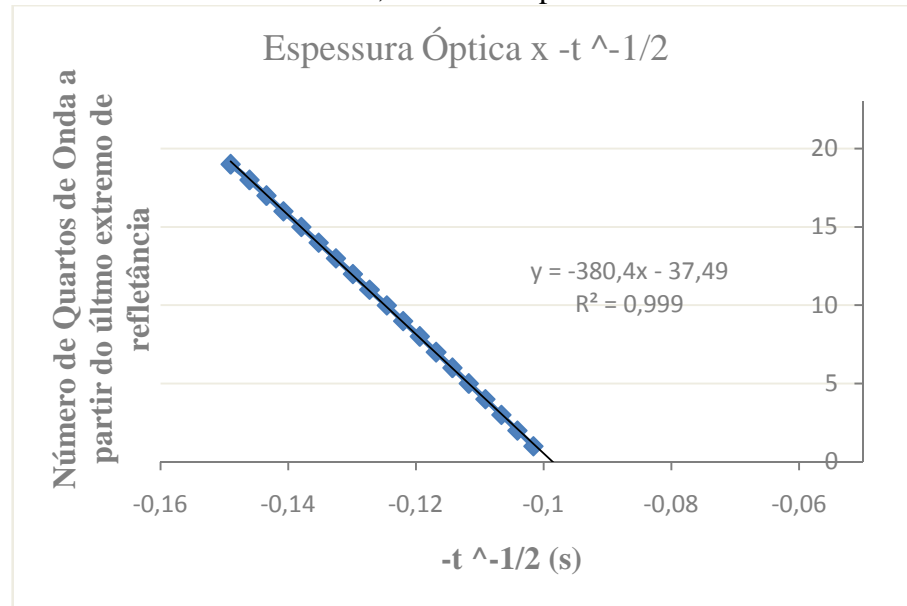


Figura 34 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 32,9°C – 1000rpm.

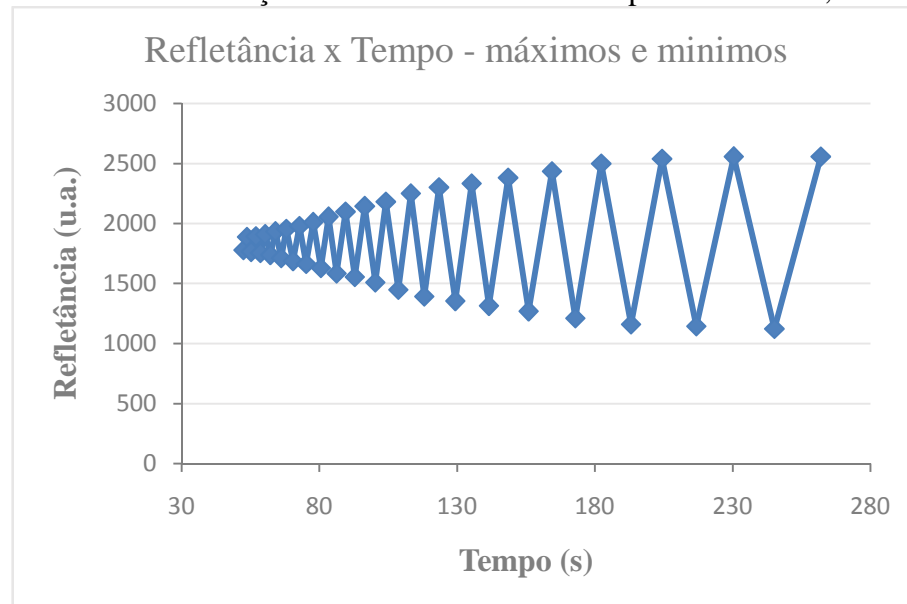


Figura 35 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 34, contados a partir do último extremo - OP20 – 32,9°C – 1000rpm.

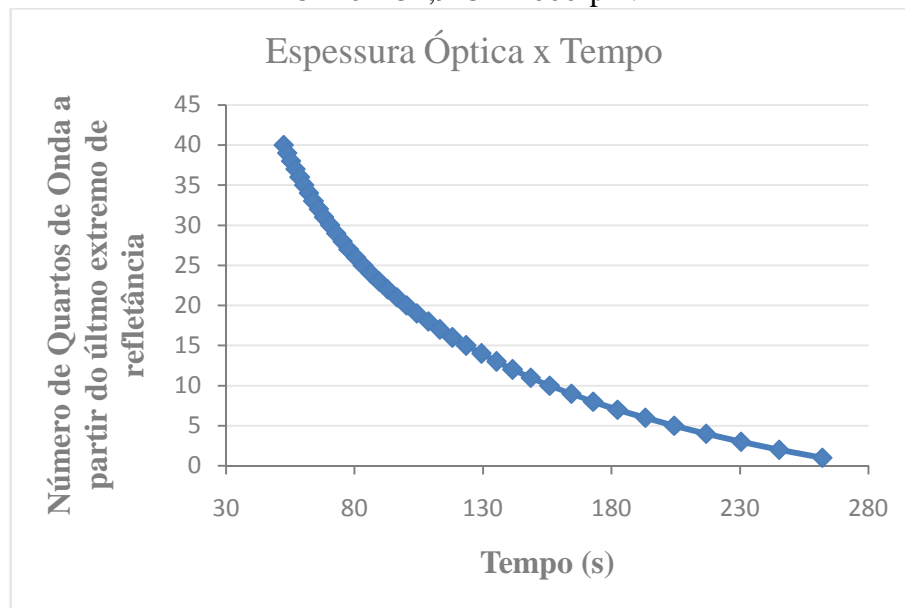


Figura 36 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 32,9°C – 1000rpm.

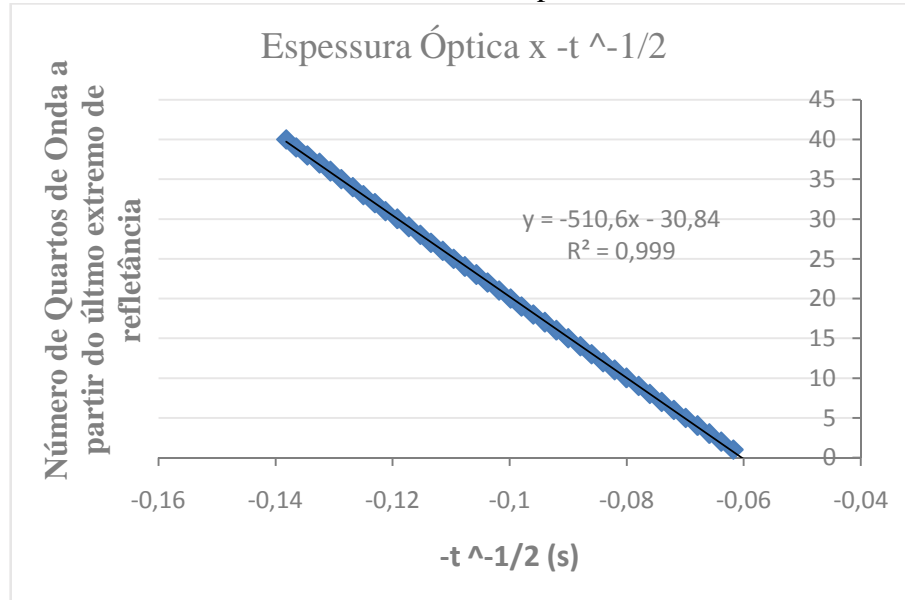


Figura 37 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.

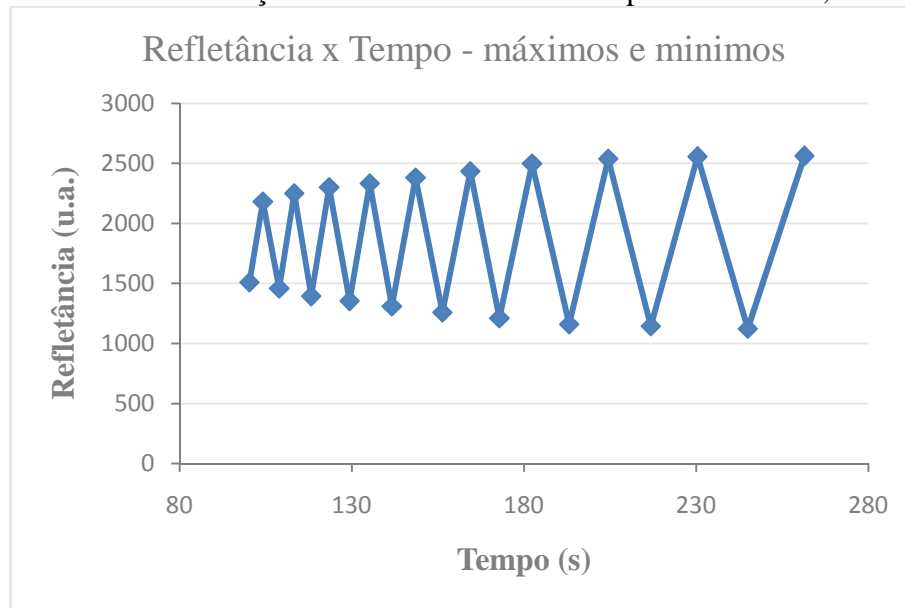


Figura 38 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 37, contados a partir do último extremo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.

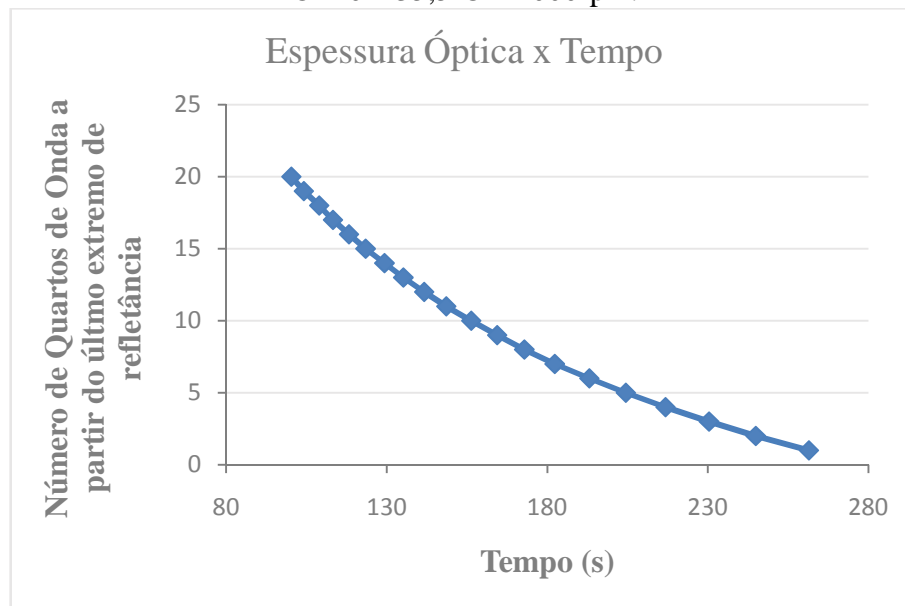


Figura 39 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.

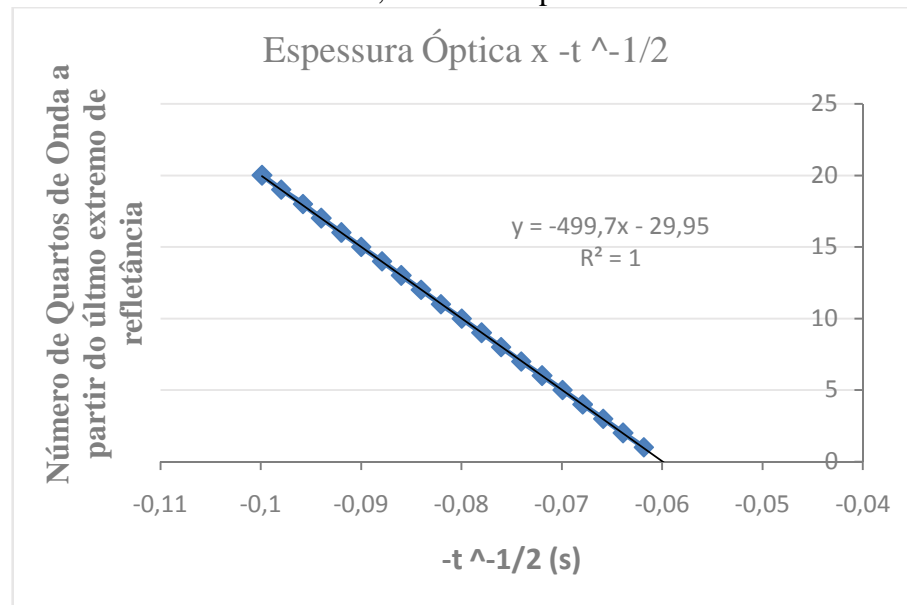


Figura 40 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.

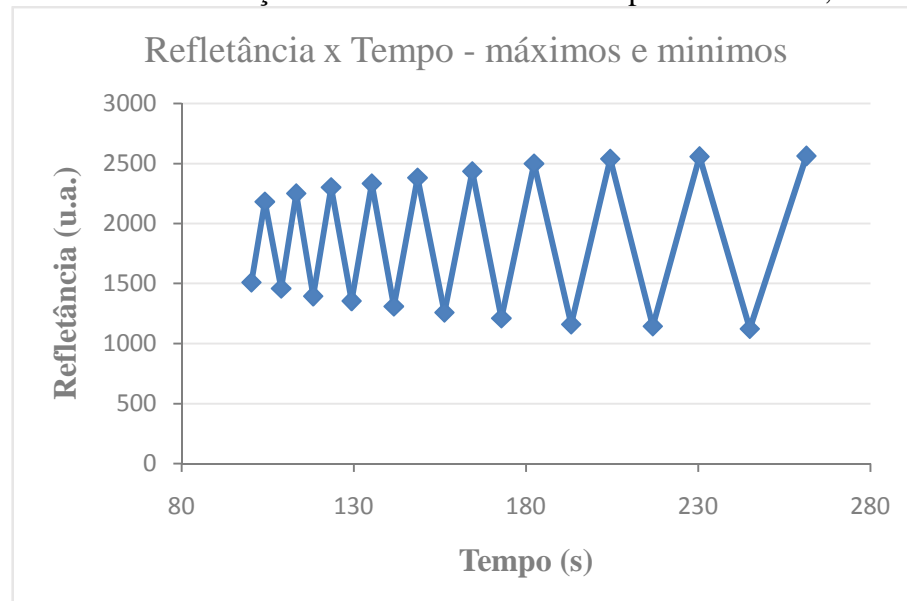


Figura 41 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 40, contados a partir do último extremo - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.

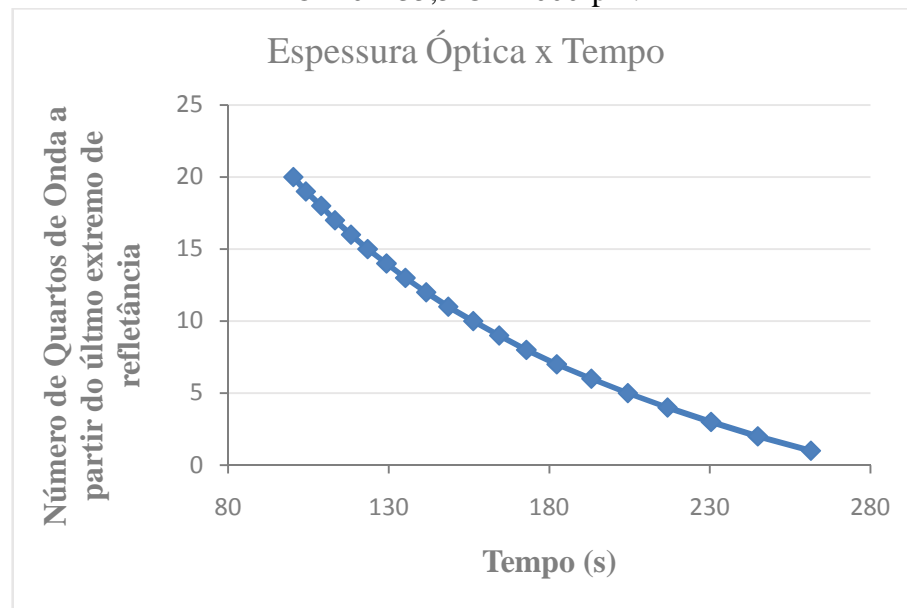


Figura 42 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,5°C – 1000rpm.

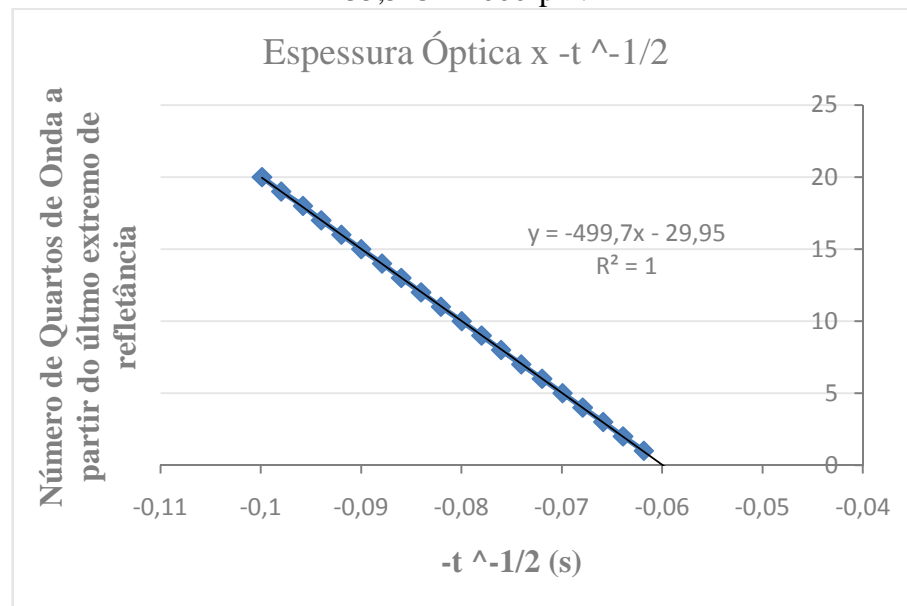


Figura 43 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,3°C – 1500rpm.

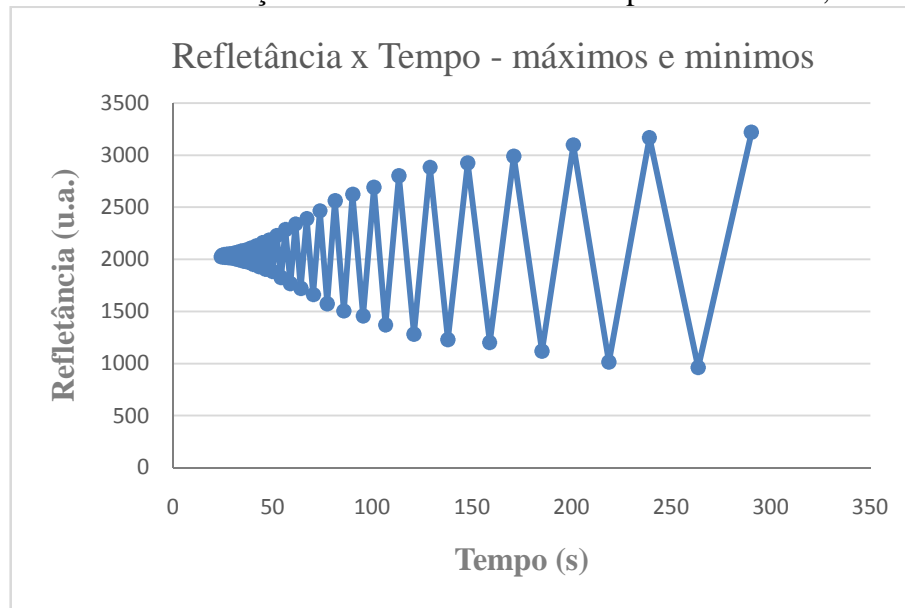


Figura 44 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 43 contados a partir do último extremo - OP20 – 35,3°C – 1500rpm.

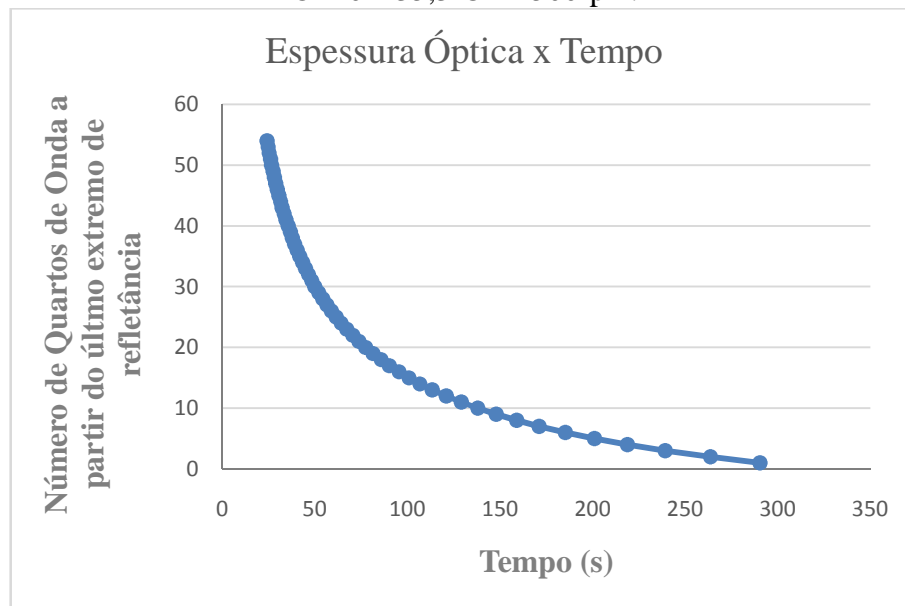


Figura 45 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,3°C – 1500rpm.

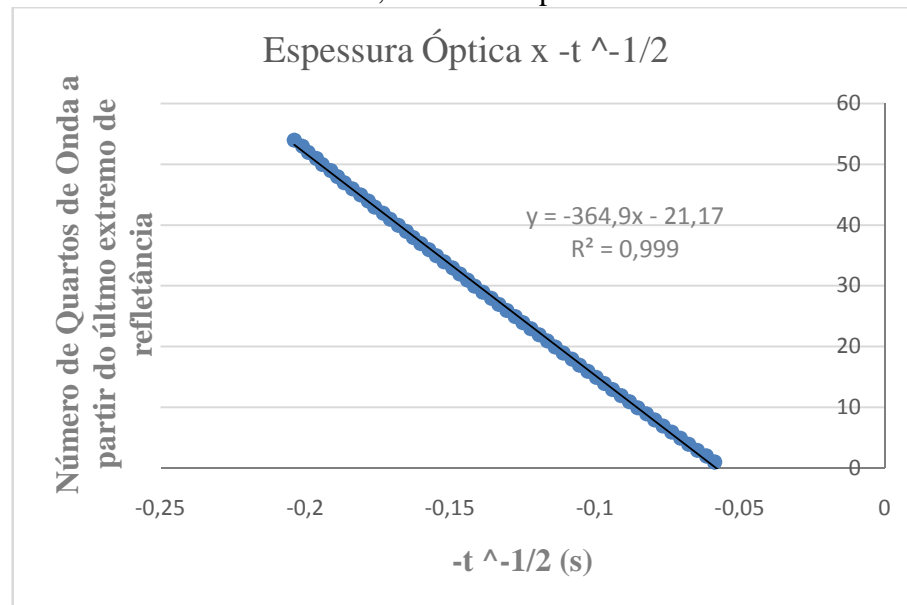


Figura 46 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 35,8°C – 1500rpm.

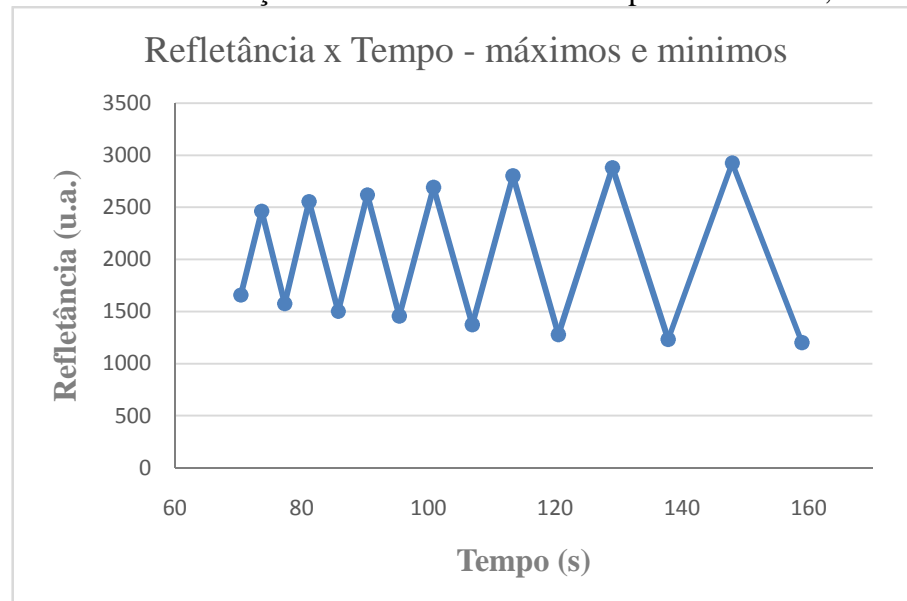


Figura 47 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 46, contados a partir do último extremo - OP20 – 35,8°C – 1500rpm.

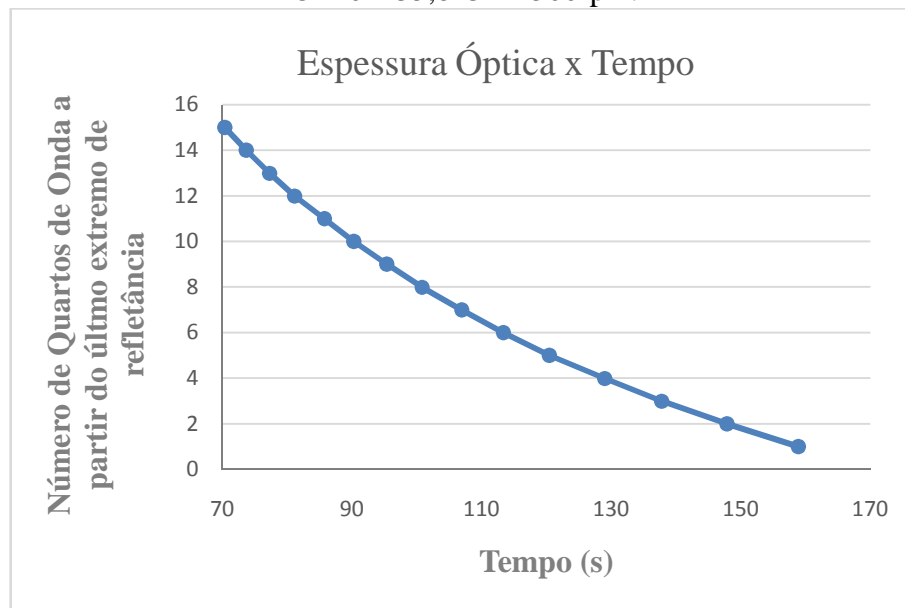


Figura 48 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 35,8°C – 1500rpm.

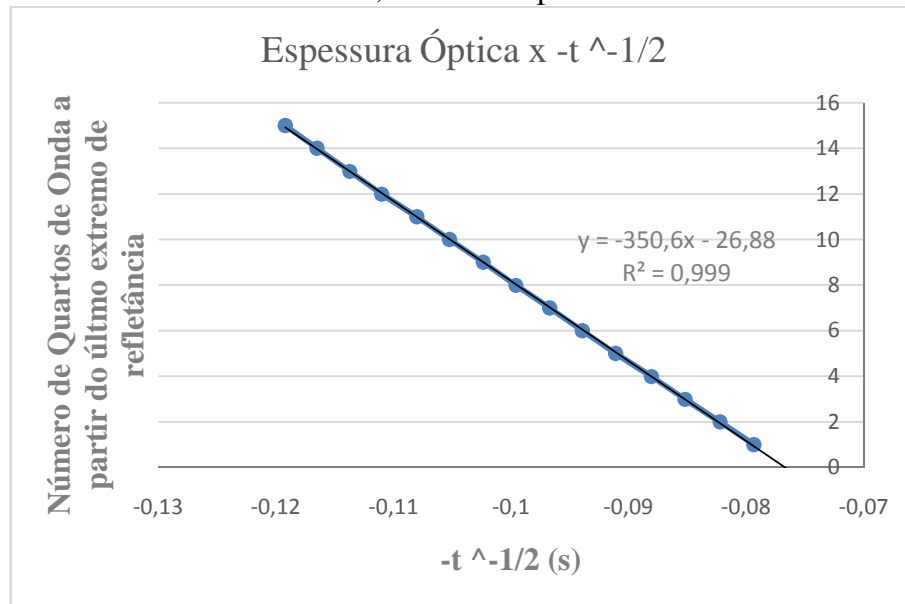


Figura 49 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 -50,0°C - 1000rpm.

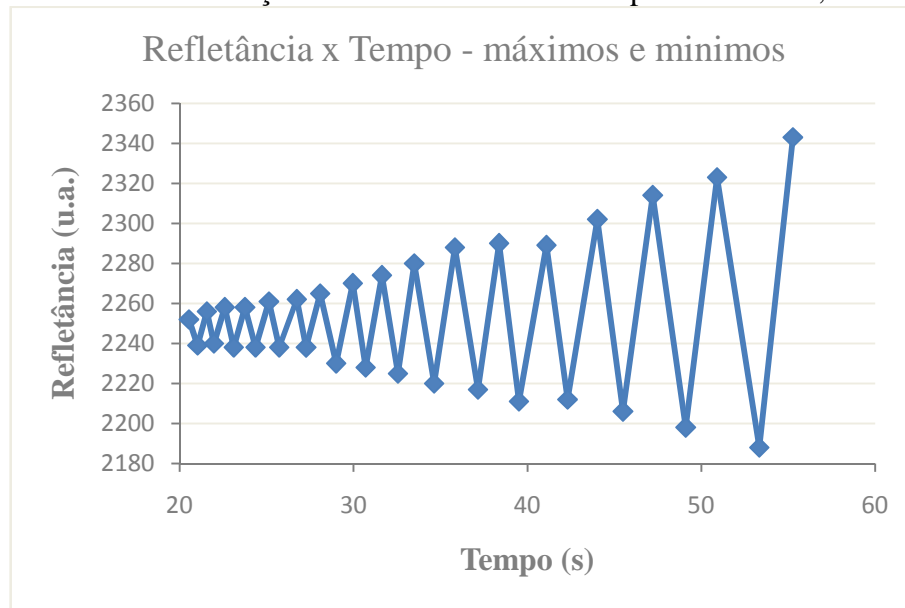


Figura 50 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 49, contados a partir do último extremo - OP20 -50,0°C - 1000rpm.

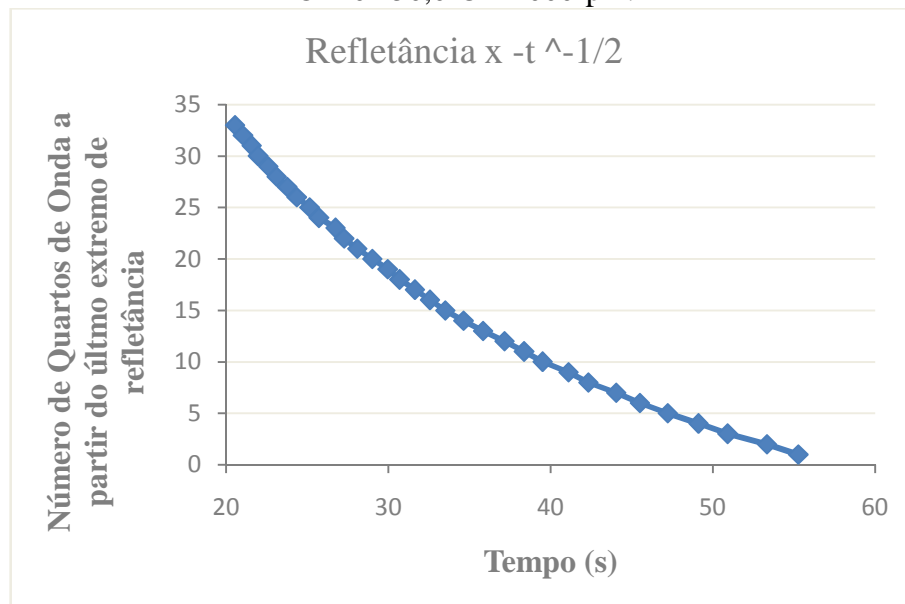


Figura 51 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 -50,0°C - 1000rpm.

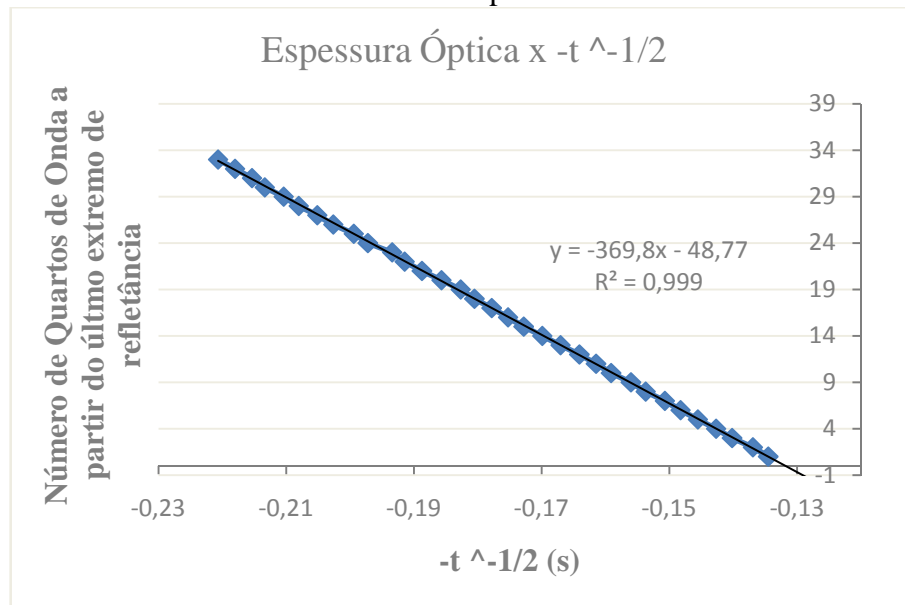


Figura 52 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 - 51,0°C - 1500rpm.

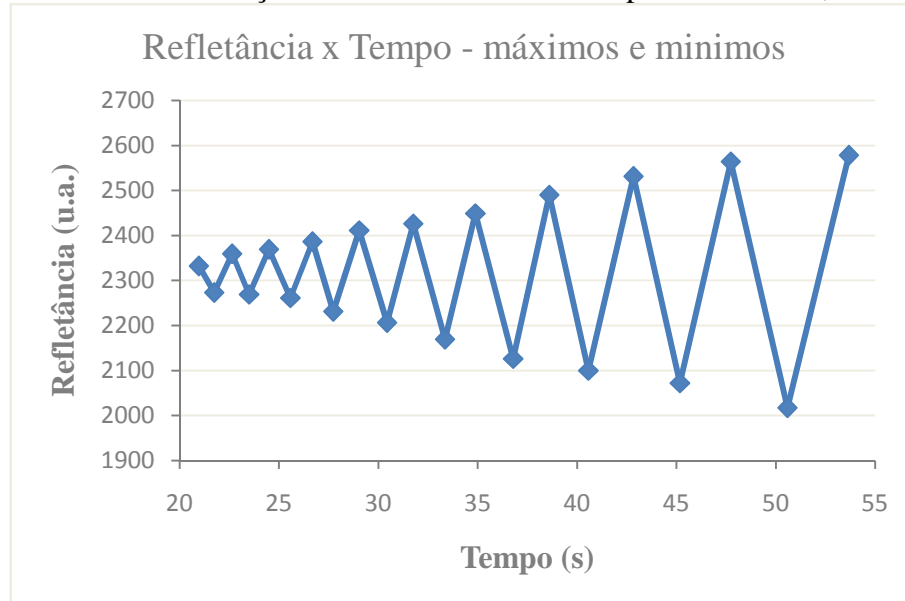


Figura 53 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 52, contados a partir do último extremo - OP20 – 51,0°C – 1500rpm.

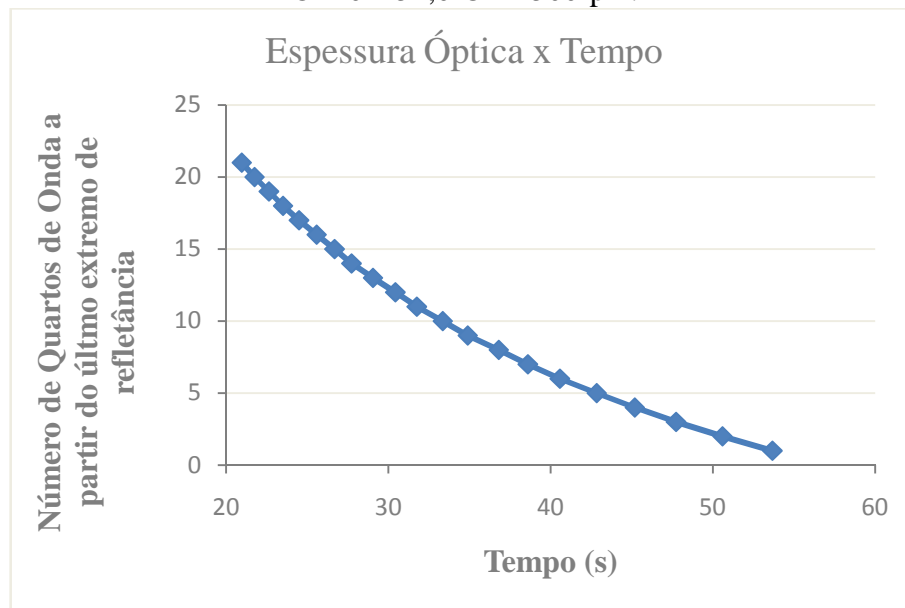


Figura 54 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 51,0°C – 1500rpm.

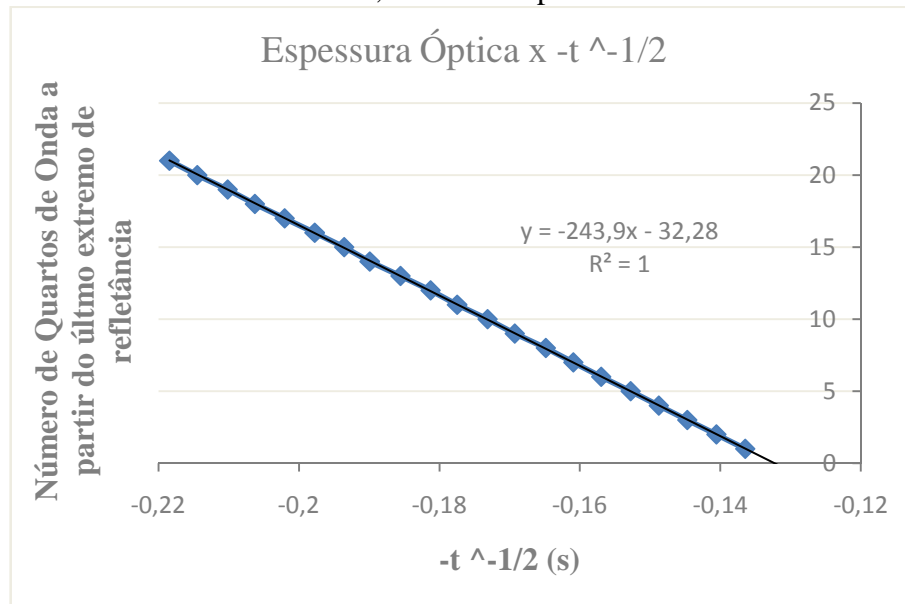


Figura 55 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - OP20 – 52,0°C – 1500rpm.

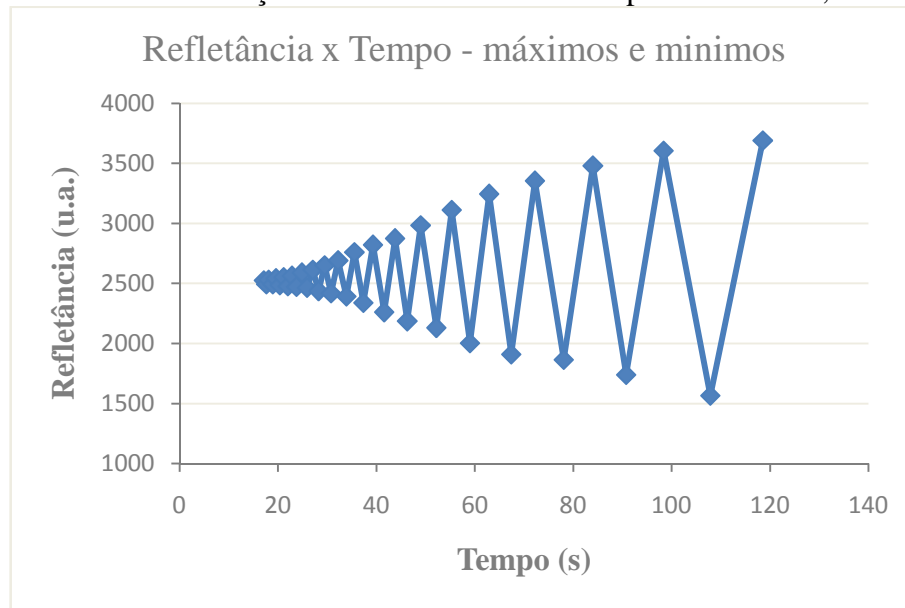


Figura 56 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 55, contados a partir do último extremo - OP20 – 52,0°C – 1500rpm.

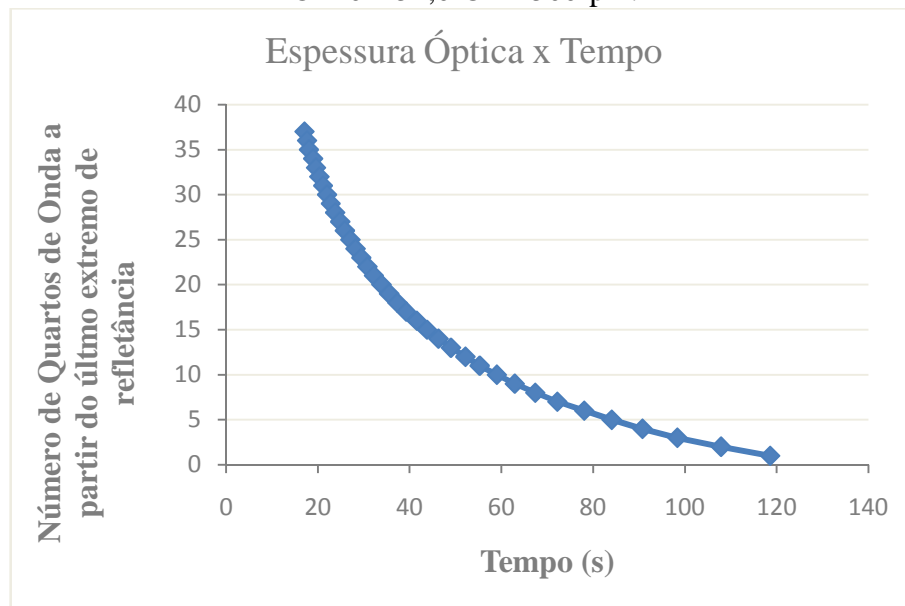


Figura 57 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - OP20 – 52,0°C – 1500rpm.

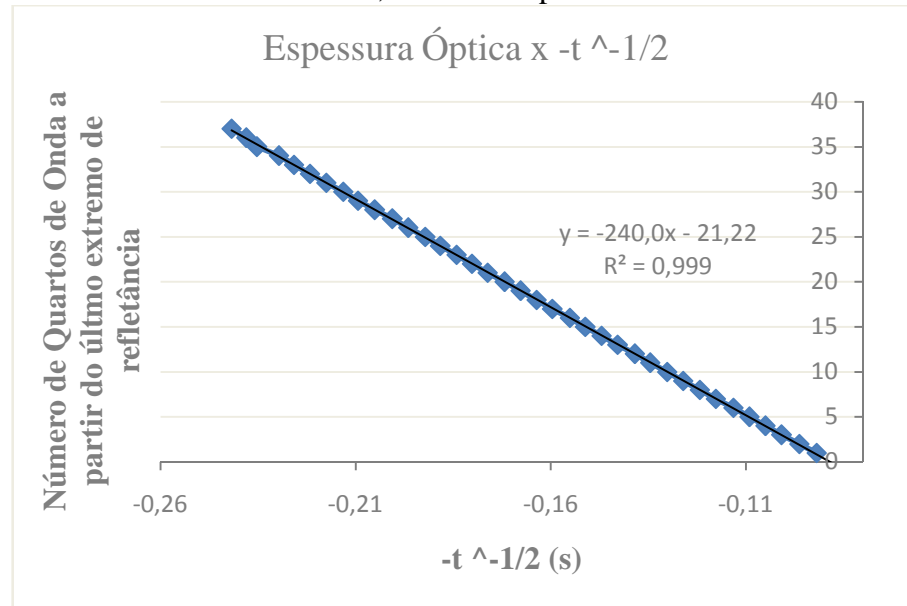


Figura 58 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® – 23,9°C – 1500rpm.

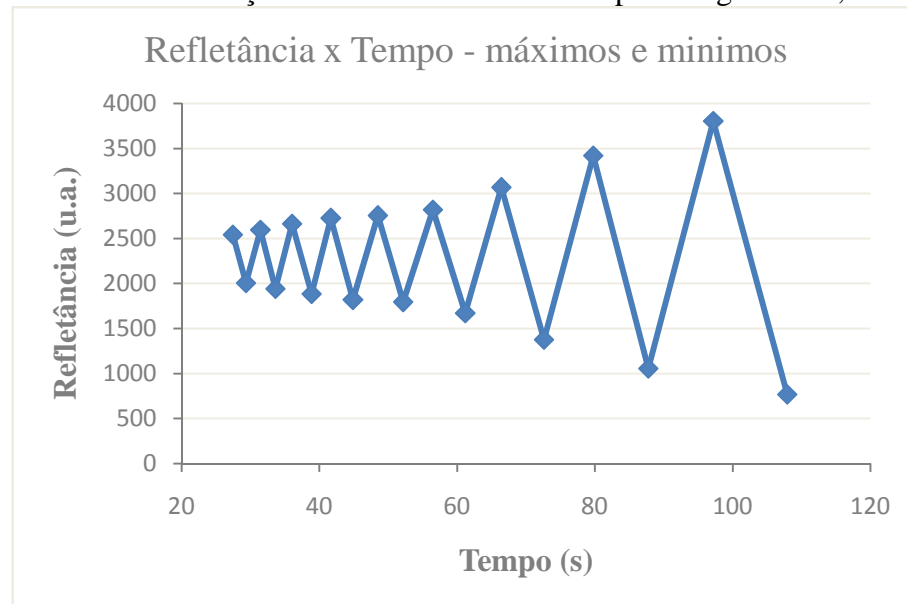


Figura 59 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 58, contados a partir do último extremo - Singer® – 23,9°C – 1500rpm.

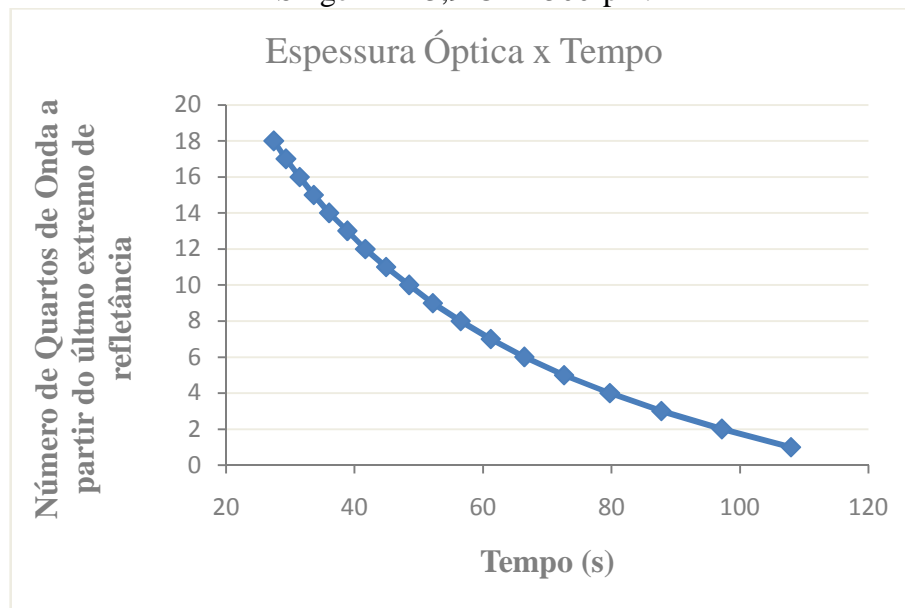


Figura 60 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® – 23,9°C – 1500rpm.

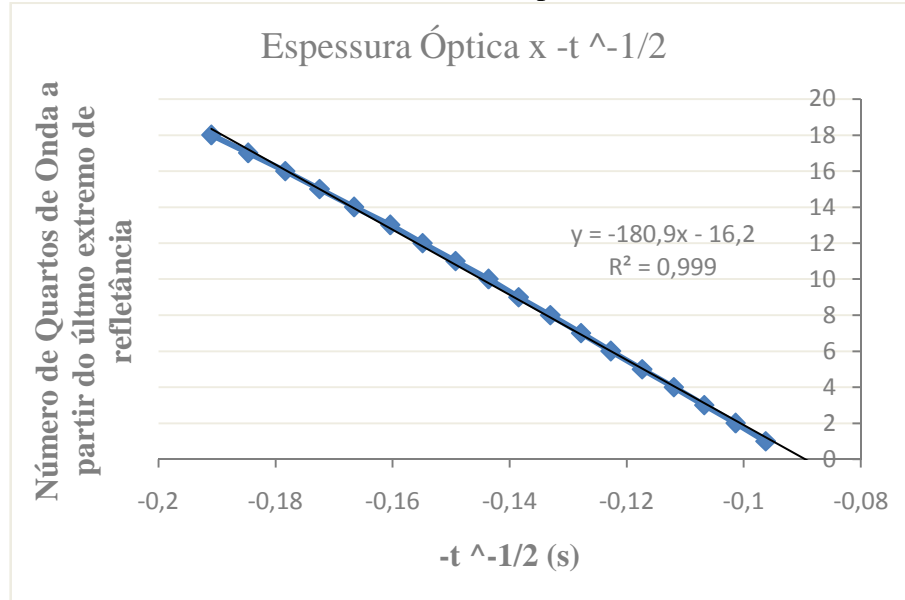


Figura 61 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer[®] - 23,9°C - 1500rpm.

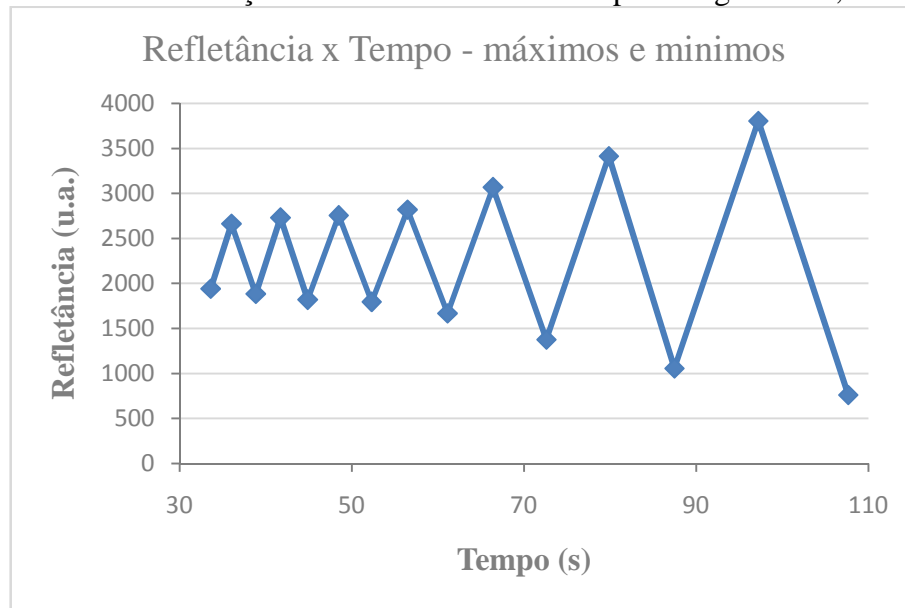


Figura 62 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 61, contados a partir do último extremo - Singer[®] - 23,9°C - 1500rpm.

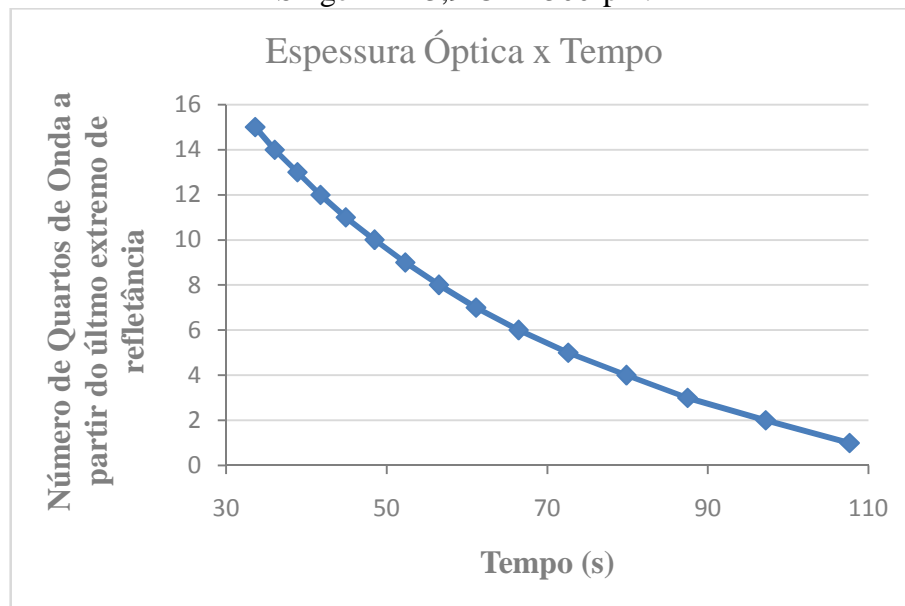


Figura 63 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® - 23,9°C - 1500rpm.

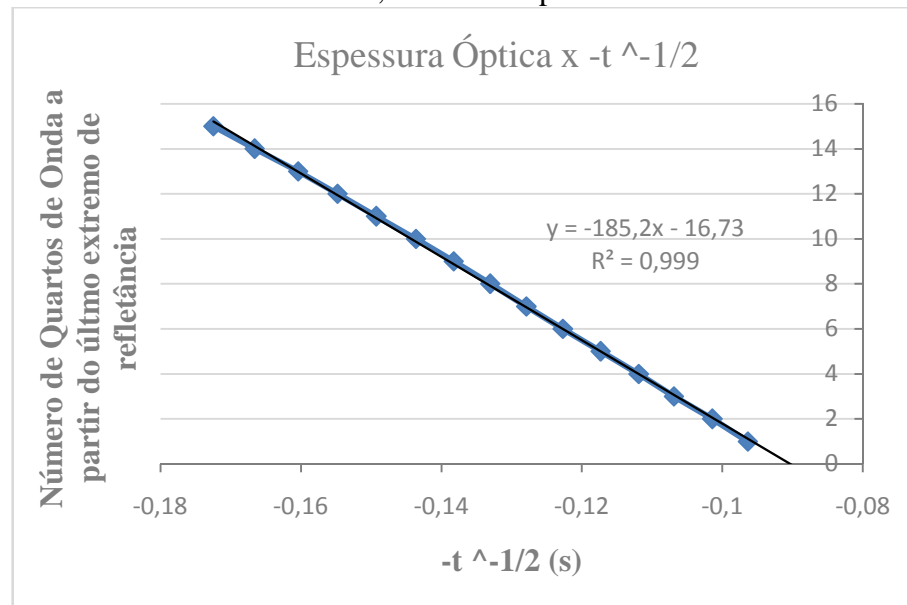


Figura 64 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® - 33,6°C - 1500rpm.

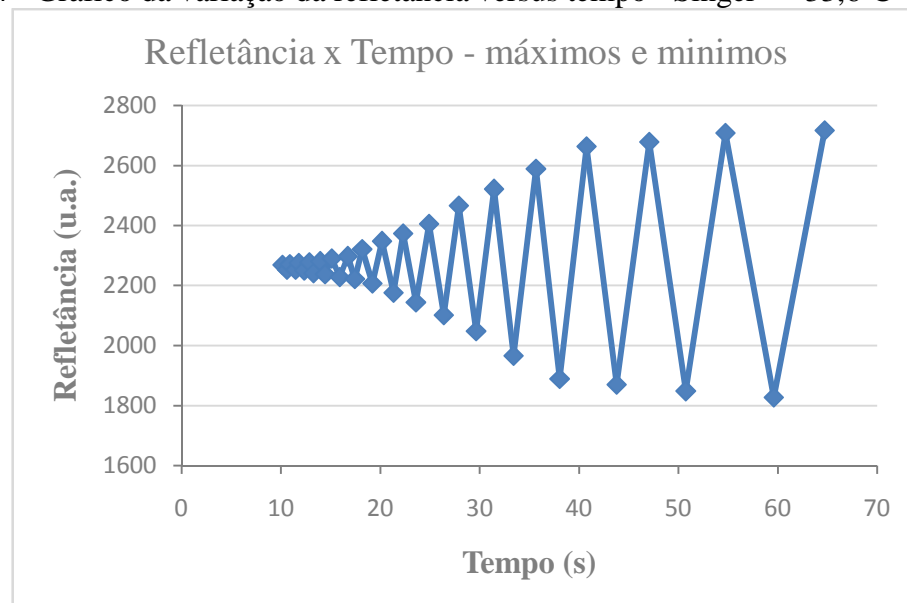


Figura 65 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 64, contados a partir do último extremo - Singer® - 33,6°C - 1500rpm.

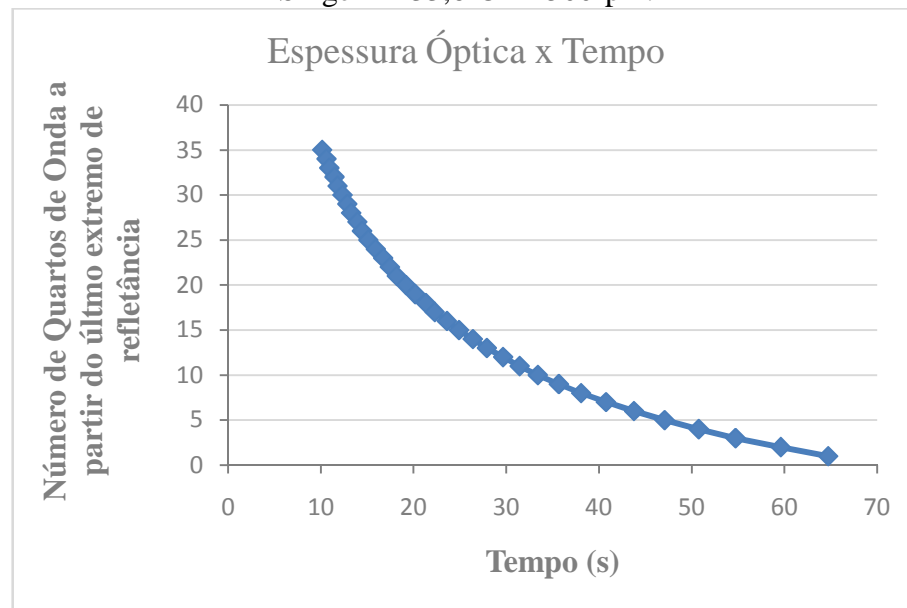


Figura 66 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® - 33,6°C - 1500rpm.

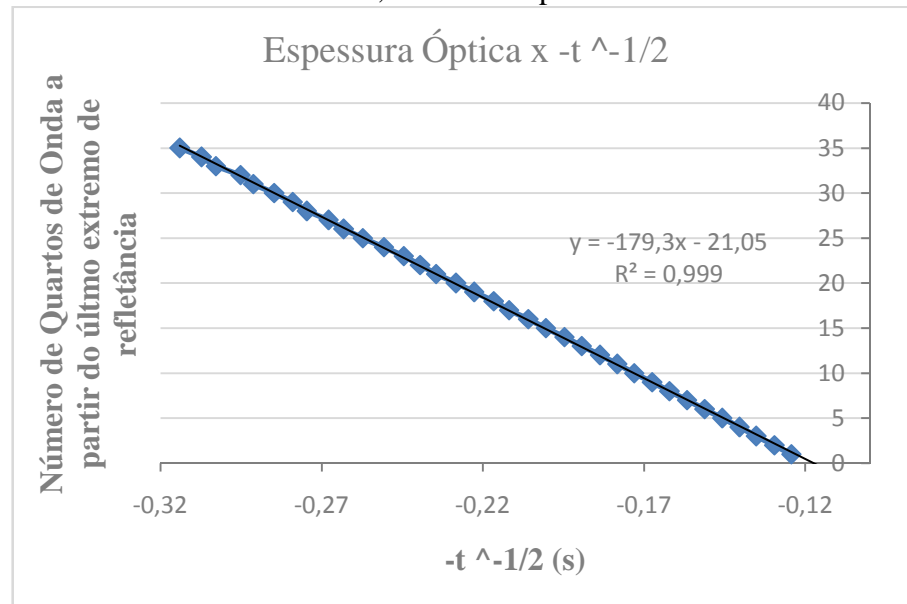


Figura 67 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer[®] - 34,2°C - 1500rpm.

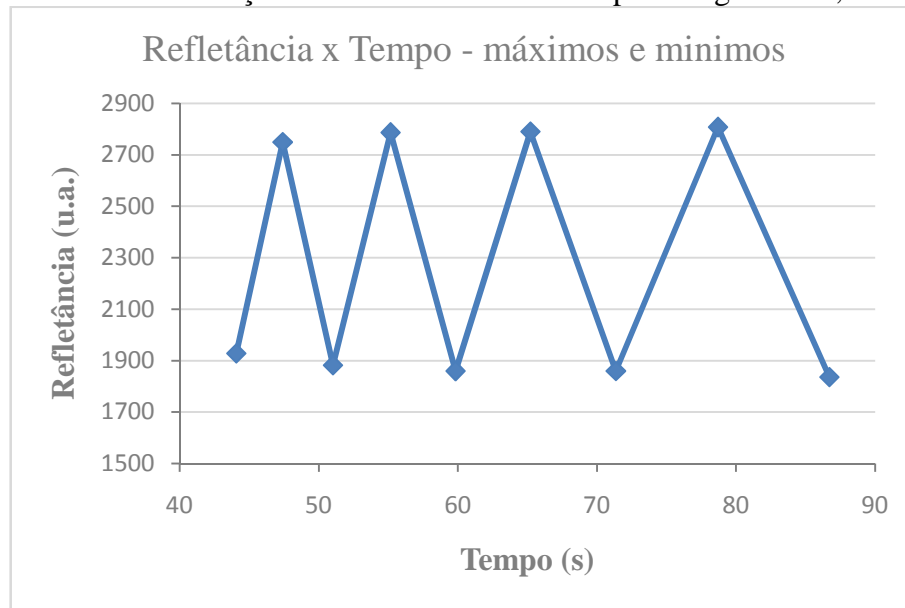


Figura 68 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 67, contados a partir do último extremo - Singer[®] - 34,2°C - 1500rpm.

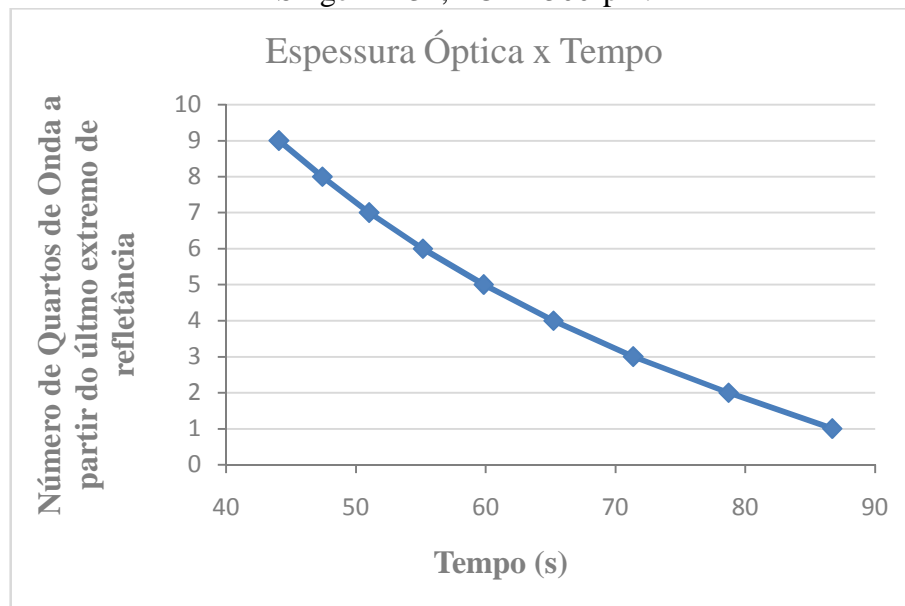


Figura 69 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® - 34,2°C - 1500rpm.

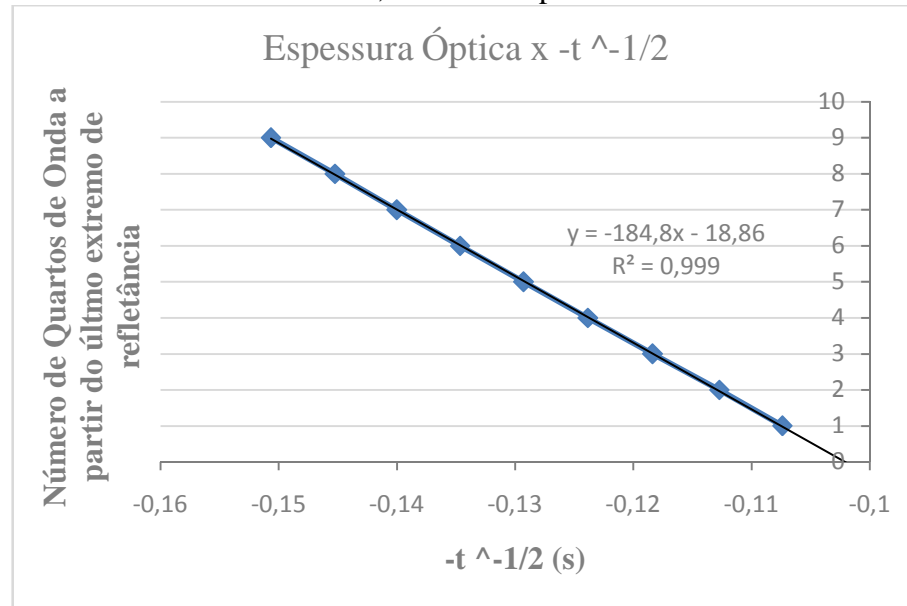


Figura 70 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® - 50,0°C - 1500rpm.

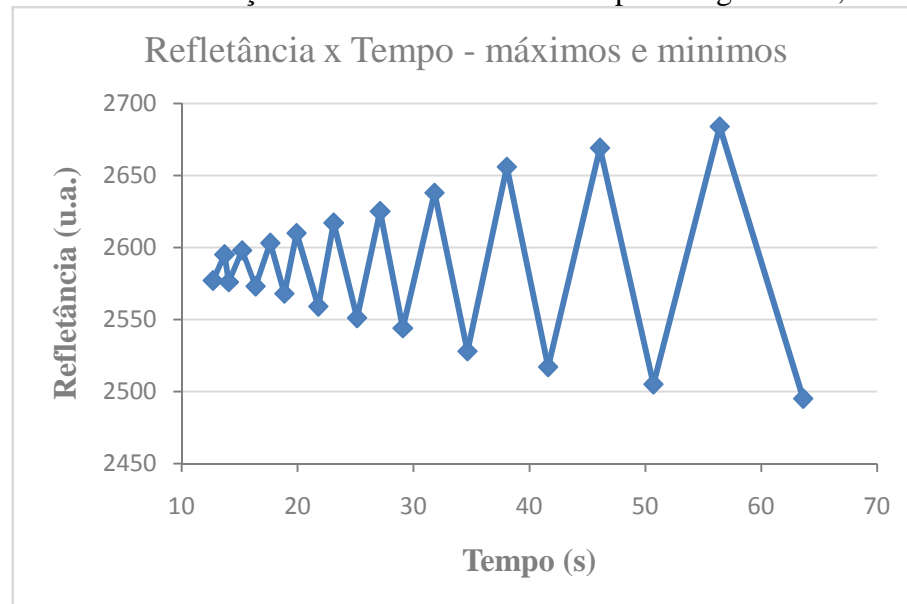


Figura 71 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 70, contados a partir do último extremo - Singer® - 50,0°C - 1500rpm.

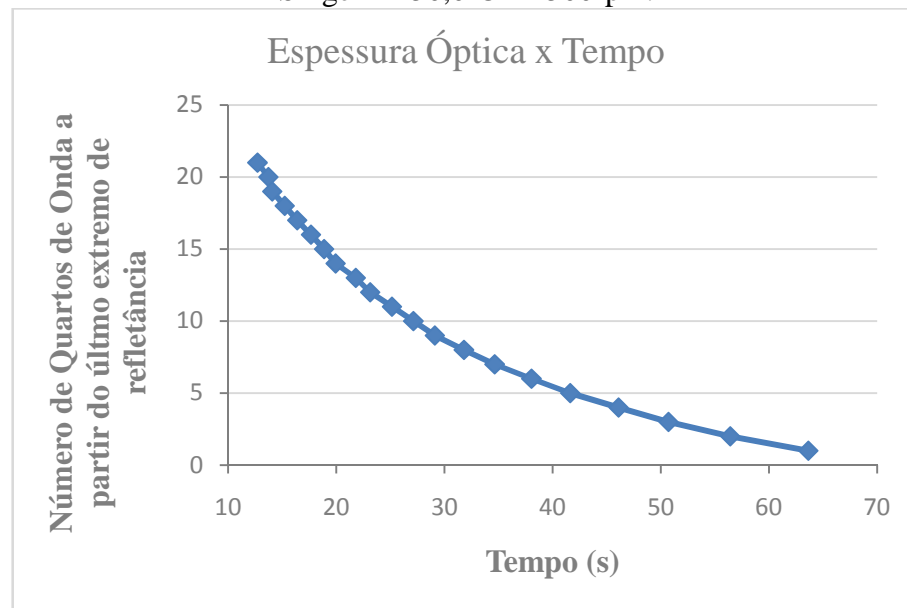


Figura 72 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® - 50,0°C - 1500rpm.

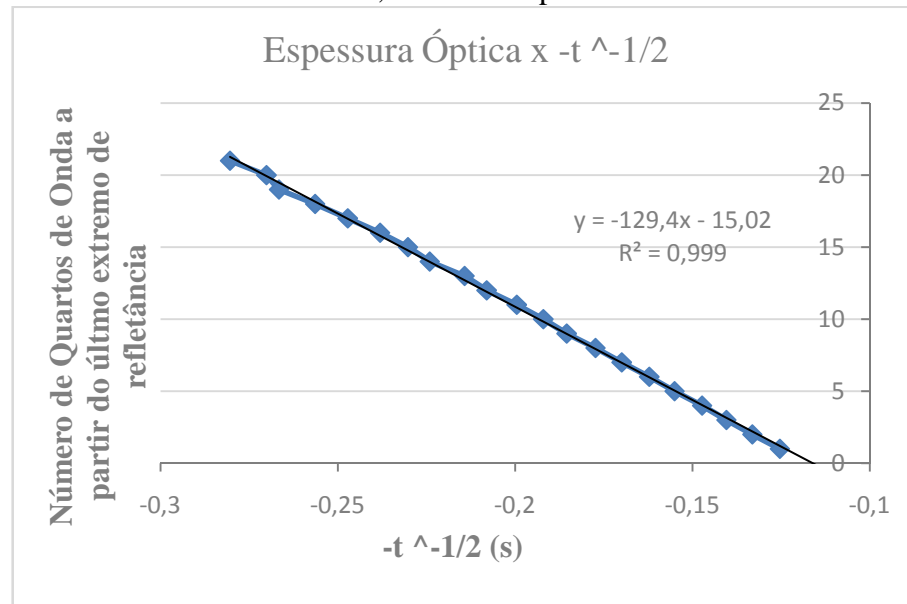


Figura 73 - Gráfico da variação da refletância versus tempo - Singer® – 51,8°C – 1500rpm.

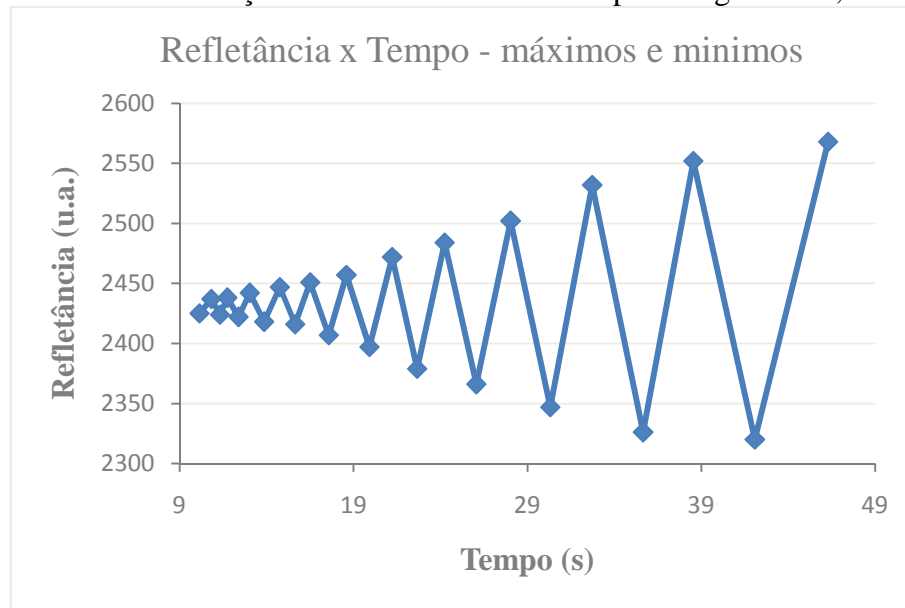


Figura 74 - Gráfico da variação da espessura óptica versus tempo, em unidades de quarto de onda obtida dos extremos de refletância da Figura 73, contados a partir do último extremo - Singer® – 51,8°C – 1500rpm.

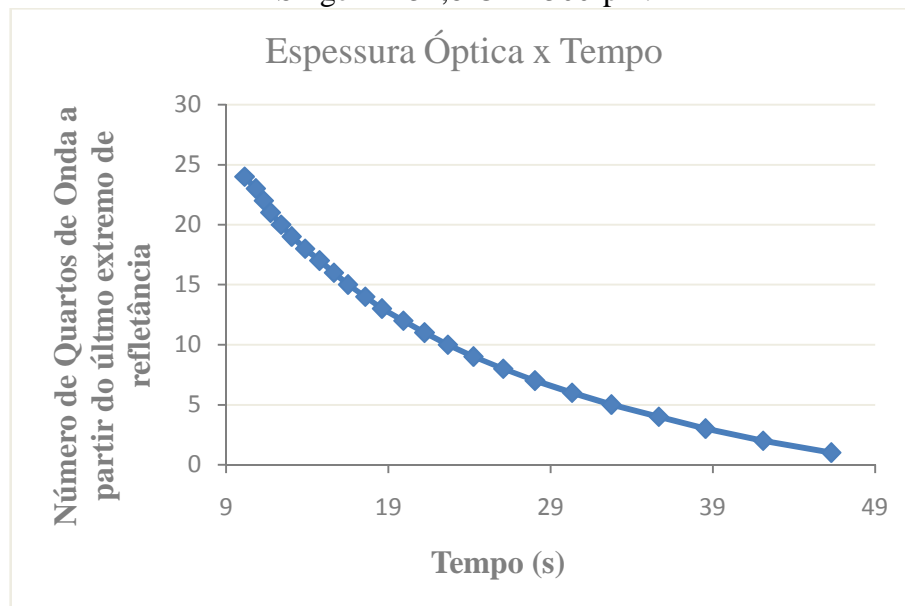


Figura 75 - Gráfico da variação da espessura óptica versus $-1/\sqrt{t}$, onde o sinal negativo foi usado para manter os valores da abscissa crescentes com o tempo decorrido. A linha ajustada (contínua) corresponde ao modelo (EBP) prescrito para líquidos Newtonianos - Singer® – 51,8°C – 1500rpm.

