

**Universidade do Minho** Escola de Engenharia

Sónia Daniela Pereira da Costa

# Avaliação do uso de Transdutores de Pressão Piezoelétricos em Extrusão

Dissertação de Mestrado Mestrado em Engenharia de Polímeros

Trabalho efetuado sob a orientação de Professor Doutor José António Colaço Gomes Covas Doutor Paulo Francisco Teixeira

### DECLARAÇÃO

Nome: Sónia Daniela Pereira da Costa Endereço eletrónico: a68502@alunos.uminho.pt Telefone: 918132656 Bilhete de Identidade/Cartão do Cidadão: 14603878 Título da dissertação: Avaliação do uso de Transdutores de Pressão Piezoelétricos em Extrusão

Orientadores: Professor Doutor José António Colaço Gomes Covas Doutor Paulo Francisco Teixeira

Ano de conclusão: 2017 Mestrado em Engenharia de Polímeros

DE ACORDO COM A LEGISLAÇÃO EM VIGOR, NÃO É PERMITIDA A REPRODUÇÃO DE QUALQUER PARTE DESTA TESE/TRABALHO.

Universidade do Minho, \_\_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_\_/

Assinatura:

### AGRADECIMENTOS

A dissertação de mestrado finaliza um ciclo de aprendizagem não só a nível académico, mas também a nível de crescimento pessoal. Chegar aqui exige muito trabalho e dedicação por parte dos alunos, mas existem vários fatores que nos dão força para ultrapassar as dificuldades e seguir em frente quando tudo parece correr mal. Desta forma, quero expressar a minha gratidão às pessoas que me apoiaram e estiveram sempre presentes.

Em primeiro lugar, a toda a minha família pelo encorajamento prestado ao longo de todo o meu percurso académico e essencialmente aos meus pais que sempre lutaram imenso para me proporcionarem um futuro melhor.

Ao Paulo Teixeira o meu reconhecimento pelo acompanhamento incondicional, pelos conselhos prestados e por toda a disponibilidade demonstrada em todas as fases deste projeto.

Ao professor Doutor José António Covas e ao Doutor Loic Hilliou por me terem proporcionado a realização de um projeto de investigação pioneiro, pelo acompanhamento e pelas propostas de melhoria reveladas na realização deste projeto.

Ao Miguel Gomes do DEP e ao professor Alexandre Silva do Departamento de Engenharia Eletrónica pelo auxilio fundamental nos componentes eletrónicos, pois sem eles não teria sido possível obter o sinal dos transdutores piezoelétricos.

Ao Nuno Gonçalves do PIEP pela disponibilidade e auxilio na manutenção dos cabos dos transdutores piezoelétricos.

Ao meu namorado e amigos por todo o apoio e compreensão manifestados ao longo do meu percurso académico.

Por último, aos técnicos do Departamento de Engenharia de Polímeros que sempre se mostraram muito prestáveis para ajudar no que fosse necessário.

A todos um sincero e muito OBRIGADA!

## RESUMO

A monitorização da pressão durante a extrusão de polímeros permite verificar a estabilidade do processo, proporcionar dados para investigação e desenvolvimento e assegurar a segurança dos operadores e dos equipamentos. Contudo, a maioria dos sensores utilizados na monitorização da pressão de fundidos possuem elevadas dimensões, pelo que é por vezes difícil montá-los nas posições mais relevantes do equipamento.

Os transdutores piezoelétricos têm reduzida dimensão e resposta rápida, mas são geralmente utilizados apenas em moldação por injeção, porque considera que o sinal de pressão obtido tem precisão instantânea. Apesar disso, este tipo de sensores tem vindo a ser recentemente utilizado em reometria capilar, desde que o sinal de pressão seja devidamente corrigido.

Deste modo, pretende-se avaliar a viabilidade do uso de transdutores piezoelétricos no processo de extrusão de polímeros. Para o efeito, utilizou-se uma fieira de fenda modular, contendo transdutores piezoelétricos e transdutores de pressão convencionais nas mesmas posições axiais, mas opostos entre si, permitindo uma comparação direta entre os valores de pressão adquiridos e, eventualmente, um método de calibração dos sensores piezoelétricos tendo como referência os valores obtidos pelos transdutores convencionais.

Os resultados confirmam que os transdutores de pressão piezoelétricos podem ser utilizados na monitorização do processo de extrusão e na caracterização reológica de materiais. No entanto é fundamental ter-se em consideração a correção do *drift*, efeito inerente aos transdutores piezoelétricos que consiste num deslocamento linear do sinal que inicia no ponto zero e aumenta ao longo do tempo no modo de medição, bem como muito cuidado na montagem do *set-up* experimental, nomeadamente minimizar o ruído experimental e a interferência entre os sinais.

Palavras-Chave: Transdutores piezoelétricos, Transdutores Convencionais, Extrusão, Fieira de fenda, Reologia.

## ABSTRACT

Pressure monitoring during polymer extrusion allows to verify the process stability, to provide data for research and development, and to ensure the operators and equipment safety. However, most of the sensors used in the melt pressure monitoring present large dimensions, which makes difficult their positioning in some relevant positions of the equipment.

The piezoelectric transducers have reduced dimensions and fast response capacity, however they are usually used only in injection molding because it considers that the obtained signal of pressure has instantaneous accuracy. Besides that, this kind of sensors has been being used in capillary rheometry, however the pressure signal needs to be properly corrected.

Thus, it is intended to evaluate the feasibility of using piezoelectric transducers in the polymer extrusion process. For this purpose, a modular slit die containing piezoelectric transducers and conventional pressure transducers, in the same axial positions but opposite each other, was used allowing a direct comparison between the acquired pressure values and, eventually, a calibration method of the piezoelectric sensors taking into account values obtained by conventional transducers.

The results confirm that piezoelectric pressure transducers can be used in the extrusion process monitoring, and for materials rheological characterization. However, it is essential to take into account the *drift* correction, an inherent effect of the piezoelectric transducers, which consists of a linear displacement of the signal that starts at the zero point and increases over time in the measurement mode, as well as being very carefully in the experimental *set-up* assembly, namely to minimize the experimental noise and interferences between signals.

Key-Words: Piezoelectric transducers, Conventional transducers, Extrusion, Slit die, Rheology.

# ÍNDICE

Agradeci	mentosiii
Resumo.	V
Abstract.	vii
Lista de	Figurasxi
Lista de	Tabelasxv
Lista de	Abreviaturas, Siglas e Acrónimosxvii
Capítulo	1- Introdução
1.1	Enquadramento e Motivação 3
1.2	Objetivos gerais da Dissertação 4
1.3	Conteúdo da Dissertação4
Capítulo	2- Medição da Pressão em Extrusão
2.1	Importância da Medição da Pressão em Extrusão7
2.2	Transdutores de Pressão11
2.2	.1 Transdutores Convencionais
2.2	.2 Transdutores Piezoelétricos
2.3	Utilização de Transdutores Piezoelétricos em Extrusão17
Capítulo	3- Equipamento
3.1	Fieira
3.2	Transdutores Piezoelétricos
3.3	Transdutores Convencionais
Capítulo	4- Procedimento Experimental
4.1	Linha de Base
4.2	Temperatura
4.3	Pressão
4.3	.1 Transdutores Piezoelétricos
4.3	.2 Transdutores Convencionais
4.4	Medições em Escoamento / Reometria de Fenda 41
Capítulo	5- Apresentação e Discussão dos Resultados

5.1	Linha de Base	47
5.2	Temperatura	50
5.3	Pressão	55
5.4	Medições em Escoamento	60
5.5	Reometria de Fenda	73
5.5	.1 Utilização dos Transdutores Convencionais para calibração dos Piezoelétricos	73
5.5	.2 Curva de Fluxo	75
Capítulo	6- Conclusões	77
Capítulo	7- Sugestões para Trabalhos Futuros	81
Referênc	ias Bibliográficas	85
Anexos		89

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1- Pressão, débito e dimensão em função do tempo [10]	8
Figura 2.2- Indicador do diferencial de pressão (Adaptado [7])	9
Figura 2.3- Fieira com transdutores de pressão [6]	
Figura 2.4- Esquema geral de um transdutor [28].	11
Figura 2.5- Princípio dos transdutores convencionais [10].	
Figura 2.6- Princípio de funcionamento do "strain gage" [31].	
Figura 2.7- Esquema dos transdutores de pressão "fluid-filled capillary" e "push rod" (Adapt	ado [8]). 13
Figura 2.8- Histerese num transdutor de pressão [7]	14
Figura 2.9- Disposição do material piezoelétrico entre os elétrodos [34].	15
Figura 2.10- Efeito piezoelétrico no quartzo [42]	15
Figura 2.11- Drift [46]	17
Figura 2.12- Região I- Pressões adquiridas por um transdutor convencional; Região I	I- Pressões
adquiridas por um transdutor piezoelétrico; Região III- Pressões adquiridas pelo transdutor p	iezoelétrico
com aplicação das técnicas de oversampling [57]	
Figura 2.13- Fieira de fenda com três transdutores de pressão piezoelétricos [59]	
Figura 2.14- Relação entre as oscilações periódicas do sinal de pressão obtidas por te	ransdutores
piezoelétricos e as distorções do extrudido [57]	
Figura 2.15- Correção do drift [55]	
Figura 3.1- Set-up principal	23
Figura 3.2- Fieira.	24
Figura 3.3- Corte longitudinal do módulo de medição	25
Figura 3.4- Transdutores Piezoelétricos	25
Figura 3.5- Fonte de Alimentação	
Figura 3.6- Pinout	27
Figura 3.7- Amplificador	
Figura 3.8- Conversor analógico-digital	
Figura 3.9- Controlador de pressão Dynisco 1390	
Figura 4.1- Metodologia Utilizada	
Figura 4.2- Set-up para estudo da linha de base	

Figura 4.3- Set-up para estudo do efeito da temperatura.	
Figura 4.4- Set-up para estudo do efeito da pressão	
Figura 4.5- Evolução da pressão e voltagem, sensibilidade I	
Figura 4.6- Evolução da pressão e voltagem, sensibilidade II.	
Figura 4.7- Calibração dos Transdutores Convencionais.	
Figura 4.8- Adaptador Fieira- Reómetro Capilar.	
Figura 4.9- Set-up Medições em escoamento/Reometria de Fenda	
Figura 5.1- Sinal do drift para Tr 1 (PT)	47
Figura 5.2- Voltagem corrigida para Tr 1 (PT).	
Figura 5.3- Sinal do drift ao longo do dia para Tr 1 (PT)	
Figura 5.4- a) Voltagem relativa à temperatura adquirida pelo Tr 1 (PT); b) Temperatura	adquirida pelo
Tr 1 (PT)	50
Figura 5.5- Comparação das leituras de temperatura efetuadas pelo termopar portátil e p	pelo Tr 1 (PT).
	51
Figura 5.6- Reta de calibração da temperatura	
Figura 5.7- Drift do valor da pressão a 150 °C no Tr 1 (PT)	53
Figura 5.8- Declives do drift do Tr 1 (PT) ao longo de 4 dias consecutivos	53
Figura 5.9- Declives do drift do Tr 3 (P) ao longo de 4 dias consecutivos	54
Figura 5.10- Média dos quatro ensaios para Tr 1 (PT)	54
Figura 5.11- Média dos quatro ensaios para Tr 3 (P)	55
Figura 5.12- Sinal obtido pelo Tr 1 (PT)	
Figura 5.13- Calibração e correção do drift	57
Figura 5.14- Ensaios de pressão obtidos pelo Tr 1 (PT) na sensibilidade II	57
Figura 5.15- Calibração do Tr 1 (PT).	
Figura 5.16- Calibração do Tr 2 (P)	
Figura 5.17- Calibração do Tr 3 (P)	59
Figura 5.18- Posicionamento dos transdutores na fieira	60
Figura 5.19- Pressões obtidas em P1 e P3 pelos Transdutores de Pressão, com o po	osicionamento
representado na Fig 5.18.	61
Figura 5.20- Novo posicionamento dos transdutores relativamente á Fig 5.18.	
Figura 5.21- Pressões obtidas em P1 e P3 pelos Transdutores de Pressão, com o po	osicionamento
representado na Fig 5.20.	62

Figura 5.22- Temperatura lida pelo Tr 1 (PT)	63
Figura 5.23- Novo posicionamento dos transdutores relativamente à Fig 5.20.	64
Figura 5.24- Transdutores piezoelétricos ligados a equipamentos independentes	65
Figura 5.25- Set-up experimental- aquisição do sinal apenas pelo Tr 3 (P).	66
Figura 5.26- Medição com os equipamentos afastados	67
Figura 5.27- Declive do drift para o ensaio passo a passo	68
Figura 5.28- Declive do drift para o ensaio contínuo.	69
Figura 5.29- Pressão adquirida na velocidade de 63 mm/min pelo Tr 3 (P) e demonstração do	o método
anterior/ novo método para correção do drift	70
Figura 5.30- Pressão obtida pelo Tr 3 (P) à velocidade de 63 mm/min após a correção do drift.	71
Figura 5.31- Ensaio passo a passo para o LDPE a 150 °C	72
Figura 5.32- Ensaio contínuo para o LDPE a 150 °C	72
Figura 5.33- Calibração do Tr 2 (P)	74
Figura 5.34- Calibração do Tr 3 (P)	74
Figura 5.35- Curvas de fluxo obtidas na reometria de fenda e na reometria capilar	75

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1- Características dos transdutores do tipo "Fluid-filled Capillary" e "Push Rod" [8,	10] 13
Tabela 2.2- Vantagens e Desvantagens dos transdutores piezoelétricos [3, 10, 45]	16
Tabela 3.1- Características dos transdutores piezoelétricos.	26
Tabela 3.2- Características dos Transdutores Convencionais.	
Tabela 4.1- Condições dos ensaios da linha de base	34
Tabela 4.2- Condições dos ensaios de temperatura	
Tabela 4.3- Condições ensaios de pressão dos piezoelétricos	38
Tabela 4.4- Condições dos ensaios de pressão dos convencionais	
Tabela 4.5- Propriedades do LDPE	43
Tabela 4.6- Condições dos ensaios em escoamento	
Tabela 4.7- Condições dos ensaios de reometria de fenda	
Tabela 5.1- Valores lidos pelos Piezoelétricos e pelos Convencionais.	64
Tabela 5.2- Valores obtidos com utilização de equipamentos independentes	65
Tabela 5.3- Leitura do sinal efetuada apenas pelo Tr 3 (P)	66
Tabela 5.4- Valores obtidos com os equipamentos afastados	67

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÓNIMOS

$\eta$	Viscosidade de corte (Pa.s)
σ	Tensão de corte (Pa)
• γ	Taxa de corte ( $s^{-1}$ )
Н	Profundidade do Canal (mm)
W	Largura do Canal (mm)
L	Comprimento do Canal (mm)
Р	Pressão (Pa)
<i>x</i> <sub>1</sub>	Deslocamento (mm)
• Y <sub>a</sub>	Taxa de corte aparente $(s^{-1})$
Q	Caudal $(m^3/s)$
С	Carga (pC)
E	Sensibilidade (pC/bar)
Gnd	Ground
Tr 1 (PT)	Transdutor piezoelétrico com leitura de temperatura e pressão
Tr 2 (P)	Transdutor piezoelétrico com leitura de pressão
Tr 3 (P)	Transdutor piezoelétrico com leitura de pressão
۷	Voltagem (volt)
LDPE	Polietileno de baixa densidade
P1	Posição 1
P2	Posição 2
P3	Posição 3
DEP	Departamento de Engenharia de Polímeros
Т	Temperatura (°C)
Trd	Transdutor

# Capítulo 1

INTRODUÇÃO

#### 1.1 Enquadramento e Motivação

Com o desenvolvimento da indústria dos polímeros, muitos componentes que outrora eram produzidos por materiais como aço, vidro, cerâmica, etc. são hoje substituídos por diversos tipos de plásticos que cumprem de forma mais eficaz os requisitos pretendidos para os produtos.

Atualmente, mais de metade de todos os produtos de plástico são fabricados pelo processo de extrusão. A maior parte dos polímeros, após a polimerização, são granulados por este processo, e os compostos, os compósitos de matriz polimérica e as misturas de polímeros são geralmente produzidos por extrusão. O que torna esta tecnologia fundamental para o processamento e composição destes materiais [1-4].

A utilização de matéria prima de elevado custo exige que os desperdícios de material/produto sejam reduzidos e para isso as dimensões do produto final devem ser precisas e estáveis. Para o efeito, importa monitorizar em tempo real a extrusão [5].

O controlo direto da pressão é uma ferramenta que tem um papel fulcral no que diz respeito à segurança do equipamento e dos operadores, isto porque a geração de excessivas pressões no cilindro pode provocar acidentes sérios e até mesmo a danificação do equipamento, que podem ser evitados se esta for controlada [6].

Alterações na pressão implicam alterações nas características da matéria-prima e/ou variações nas condições de processamento, que resultam em alterações nas dimensões e nas propriedades do extrudido. Assim, o controlo da pressão em diferentes posições da extrusora/fieira permite detetar perturbações no processo e tomar medidas corretivas de forma a evitar que estas afetem o produto final, evitando assim desperdício de material e perdas de tempo.

Todos estes fatores levam as empresas a gastos desnecessários quando se torna mais simples e menos dispendioso a aquisição de instrumentos que permitem monitorizar o processo em tempo real. Atualmente os transdutores utilizados no processo de extrusão possuem elevadas dimensões, o que dificulta a sua fixação no equipamento de extrusão e a sua resposta dinâmica é relativamente lenta.

Os transdutores de pressão piezoelétricos têm dimensões bem mais atraentes e resposta rápida, mas possuem algumas características que suscitam dúvidas relativamente à sua utilização na extrusão. Existem vários estudos que utilizam estes sensores para detetar instabilidades no fluxo de material fundido, mas nenhum inclui a validação das medidas.

3

#### 1.2 Objetivos gerais da Dissertação

Esta tese tem como principal objetivo avaliar a viabilidade do uso de transdutores de pressão piezoelétricos no processo de extrusão. Para isso, será necessário estudar a estabilidade do sinal obtido, avaliar a influência de alguns parâmetros do processo no valor desse sinal, validar os valores de pressão medidos e definir técnicas de calibração.

#### **1.3 Conteúdo da Dissertação**

A presente dissertação encontra-se dividida em sete capítulos. No capítulo 1 é apresentado o enquadramento do trabalho e a sua importância, bem como os principais objetivos.

No capítulo 2 são apresentados conceitos teóricos relativos à medição da pressão em extrusão. São abordados conceitos relativos à importância do controlo da pressão no processo de extrusão, como é possível caracterizar um material tendo como ponto de partida os valores de pressão, é feita uma abordagem aos transdutores de pressão, tanto convencionais como piezoelétricos e, por fim, são demonstrados os estudos realizados em extrusão com transdutores de pressão piezoelétricos.

No capítulo 3 são descritos todos os componentes do *set-up* experimental, ou seja, o equipamento necessário para o funcionamento dos transdutores de pressão, bem como as ligações elétricas dos mesmos.

No capítulo 4 são descritos os procedimentos experimentais e o correspondente *set-up*. Faz-se inicialmente uma abordagem ao equipamento utilizado em cada uma das fases e respetiva montagem, seguido do procedimento utilizado para aquisição dos resultados.

No capítulo 5 é feita a apresentação e discussão dos resultados obtidos na realização do projeto. No capítulo 6 são resumidas as principais conclusões do trabalho realizado.

Por fim, no capítulo 7 são apresentadas propostas para a execução de trabalhos futuros.

# Capítulo 2

Medição da Pressão em Extrusão

#### 2.1 Importância da Medição da Pressão em Extrusão

No processo de extrusão o cilindro não possibilita a visualização do que acontece no interior da extrusora e, portanto, quando ocorre algum problema no extrudido é difícil localizar e determinar a fonte do mesmo. Deste modo, é fundamental a utilização de dispositivos ou equipamentos de medição no controlo do processo de extrusão de forma a permitir detetar instabilidades que estejam a ocorrer no mesmo. Se estas instabilidades forem detetadas prematuramente, pode-se evitar que ocorram danos na extrusora e consequentemente despesas desnecessárias com o equipamento e com a falta de qualidade do produto/extrudido.

O controlo da pressão é um dos parâmetros mais importantes a ter em consideração na monitorização do processo de extrusão devido aos seguintes fatores:

#### Controlo da qualidade e estabilidade do processo:

No processo de extrusão é necessário manter as condições do fundido e o débito constantes de modo a que os produtos extrudidos satisfaçam as especificações de qualidade e as tolerâncias dimensionais exigidas [7]. No entanto, como não é possível medir continuamente as propriedades do fundido e o débito, é usual medir variáveis como a pressão e temperatura do fundido que estão interrelacionadas com as mesmas [8].

Pequenas alterações da pressão na cabeça de extrusão (cerca de 1%) provocam alterações no débito e consequentemente das dimensões do produto final na ordem dos 3%, dependendo das propriedades reológicas do polímero (Figura 2.1) [9, 10].

7



Figura 2.1- Pressão, débito e dimensão em função do tempo [10].

#### Segurança dos operadores e do equipamento:

Valores de pressão demasiado elevados podem indicar que alguns dos componentes da máquina necessitam de substituição, como é o caso do filtro colocado na extremidade do cilindro (Figura 2.2). Este componente contém pequenos orifícios que permitem reter impurezas do material fundido e auxiliam no aumento da contrapressão, resultando na produção de um fundido mais homogéneo e na redução de desperdício de material [11, 12]. Contudo, quando o filtro acumula demasiadas partículas pode criar problemas no equipamento e na qualidade do produto. Isto acontece porque para compensar a menor pressão na fieira (devido à acumulação de partículas no filtro o débito é menor), a velocidade do parafuso é aumentada e consequentemente provocará um desgaste excessivo do parafuso e do cilindro causado por elevadas contrapressões.

Para evitar a obstrução do equipamento devem ser controladas as seguintes pressões:

- Pressão a montante do filtro;
- Pressão a jusante do filtro;
- Diferencial de pressão através do filtro para alertar um possível bloqueio no filtro ou a possibilidade da fieira se encontrar vazia.



Figura 2.2- Indicador do diferencial de pressão (Adaptado [7]).

#### Investigação e desenvolvimento:

No que diz respeito à investigação e desenvolvimento, a medição da pressão também assume um papel crucial, dado que a sua monitorização possibilita (juntamente com o valor do débito) o cálculo de parâmetros reológicos, caracterizando assim o produto/composição em tempo real. Como tal, a pressão deve ser estudada em vários pontos do cilindro [13].

Foram propostos diversos sistemas experimentais [6, 14-17] em que uma fieira de fenda é acoplada a uma extrusora permitindo medir propriedades reológicas a altas taxas de corte, ou seja, relevantes para o processo de extrusão.

A principal vantagem da fieira de fenda é o facto da geometria permitir montar facilmente diversos transdutores de pressão ao longo do comprimento do canal (Figura 2.3) [18-20]. Além disso não são necessárias correções adicionais aos dados, como acontece no caso de fieiras capilares, nomeadamente a correção de Bagley [21, 22].



Figura 2.3- Fieira com transdutores de pressão [6].

A pressão pode assim ser utilizada para medir a viscosidade do material em estudo [23-25]. A viscosidade ( $\eta$ ) pode ser relacionada com a tensão de corte ( $\sigma$ ) e com a taxa de corte ( $\dot{\gamma}$ ) através da Eq. 1.

$$\sigma = \eta. \gamma$$
 Eq. (1)

A tensão de corte junto à parede pode ser obtida diretamente da expressão 2, onde o H e o W correspondem à secção transversal (espessura e largura respetivamente) da fenda. O dP diz respeito à queda de pressão que ocorre no canal na distância  $dx_1$  (distância entre sensores de pressão):

$$\sigma = \frac{H}{2 \cdot (1 + H/W)} \cdot \frac{dP}{dx_1}$$
 Eq. (2)

Através das leituras dos diferentes transdutores o gradiente da pressão (dP) pode ser facilmente determinado. Para H/ W> 10 o denominador torna-se praticamente constante, o que justifica a geometria prática da maioria das fendas.

A taxa de corte é definida por:

$$\dot{\gamma} = \frac{\dot{\gamma}_a}{3} \left( 2 + \frac{d \ln \gamma_a}{d \ln \sigma} \right)$$
 Eq. (3)

Onde a taxa de corte aparente é dada por:

•  
$$\gamma_a = \frac{6 \cdot Q}{W \cdot H^2}$$
 Eq. (4)

#### 2.2 Transdutores de Pressão

Os transdutores de pressão são equipamentos que permitem medir a pressão, neste caso particular, a pressão do material polimérico fundido.

De uma forma geral, o transdutor é capaz de gerar uma resposta elétrica proporcional à excitação aplicada (Figura 2.4), permitindo que o operador tenha acesso aos valores de pressão aplicados na face que o transdutor possui em contacto com o material fundido [26, 27].



Figura 2.4- Esquema geral de um transdutor [28].

#### 2.2.1 Transdutores Convencionais

Os transdutores de pressão mais utilizados no processo de extrusão são designados por "*strain gage*". Estes sensores são constituídos por dois diafragmas ligados entre si: um em contacto com o polímero fundido e outro colocado na parte superior em contacto com o "*strain gage*" (ver Figura 2.5) [10]. Após a aplicação de pressão, o movimento do diafragma em contacto com o fundido é transmitido à ligação entre os dois diafragmas e posteriormente, ao diafragma superior. Por fim, o "*strain gage*" sofre uma deformação mecânica proporcional à pressão aplicada no diafragma e obtém-se assim o sinal elétrico [8].



Figura 2.5- Princípio dos transdutores convencionais [10].

O "*strain gage*" encontra-se acoplado ao diafragma superior por um adesivo e é constituído por uma folha metálica com capacidade para sofrer deformação. Deste modo, quando é aplicada uma força no diafragma, a folha metálica é deformada causando alterações na sua resistência elétrica. A aplicação de uma tensão implica que a folha fique mais estreita e comprida provocando aumento da resistência elétrica, ao passo que com a aplicação de uma força de compressão a folha fica mais larga e curta causando diminuição da resistência (ver Figura 2.6). Estes movimentos consecutivos permitem gerar um sinal elétrico proporcional à pressão aplicada no diafragma inferior [29, 30].



Figura 2.6- Princípio de funcionamento do "strain gage" [31].

No que diz respeito à ligação entre os diafragmas, esta existe apenas com o propósito de isolar termicamente o *strain gage* e pode ter dois tipos de funcionamento distintos (Figura 2.7):

- A ligação do tipo "*fluid filled capillary*" contém um capilar preenchido com um líquido, usualmente mercúrio, que sobe e desce para transmitir a pressão atingida no diafragma inferior ao diafragma superior;
- Já a do tipo "*push rod*" incorpora uma haste que proporciona o mesmo movimento de transmissão entre os diafragmas [32].

Contudo existem algumas diferenças entre ambos que se apresentam resumidas na Tabela 2.1.



Figura 2.7- Esquema dos transdutores de pressão "fluid-filled capillary" e "push rod" (Adaptado [8]).

Tabela 2.1- Características dos transdutores do tipo "Fluid-filled Capillary" e "Push Rod" [8, 10].

Fluid-Filled Capillary	Push Rod
Insensíveis ao binário de montagem	Sensíveis ao binário de montagem
Robustez aceitável	Robustez aceitável
Em caso de rotura do diafragma, o mercúrio pode contaminar o extrudido	Não contamina o extrudido
Não é sensível a mudanças da Temp ambiente	Sensível a mudanças da Temp ambiente
Erro Total ±0,5 a 3%	Erro Total ±3%

Um transdutor ideal deveria possuir uma relação de proporcionalidade direta entre a pressão aplicada e a resposta do sinal em voltagem. No entanto, nos transdutores convencionais esta relação resulta num desvio traduzido por uma curva não linear. Assim, a pressão medida de forma crescente é ligeiramente diferente da pressão medida em modo decrescente e esta diferença designa-se histerese (Figura 2.8).

Os erros de não linearidade e histerese podem ser reduzidos em 75% do valor lido para zero através da calibração do sinal, aplicando uma voltagem adicional no indicador [3].



Figura 2.8- Histerese num transdutor de pressão [7].

#### 2.2.2 Transdutores Piezoelétricos

Em 1880 os irmãos Jacques e Pierre Curie descobriram que certos materiais têm capacidade para gerar um potencial elétrico quando sujeitos a pressão e designaram este fenómeno de "efeito piezoelétrico" [33].

O conceito de piezoeletricidade é a capacidade que certos materiais têm para produzirem uma carga elétrica proporcional à tensão mecânica neles aplicada. Caso estes materiais se encontrem entre dois elétrodos, um com carga positiva e outro com carga negativa, cria-se uma diferença de voltagem aquando da sua deformação devido à separação das cargas dentro da estrutura atómica do material (ver Figura 2.9). Alguns dos materiais que possuem esta capacidade são o quartzo, a turmalina e o titânio de bário [34-38].



Figura 2.9- Disposição do material piezoelétrico entre os elétrodos [34].

Os transdutores piezoelétricos à base de cristais de quartzo utilizam o principio da piezoeletricidade para medir pressões em polímeros fundidos. A ausência de membrana permite ainda uma construção mais robusta nestes equipamentos, tornando-os adequados para a medição de altas pressões [3].

Na Figura 2.10 está ilustrado de forma esquemática o efeito piezoelétrico que ocorre no quartzo quando sujeito a pressão. De um modo geral, a molécula do quartzo possui a mesma quantidade de átomos positivos (silício) e de átomos negativos (oxigénio) que se "anulam" e a tornam eletricamente neutra. Nesta fase os centros das cargas positivas e negativas coincidem, contudo quando o material é comprimido a disposição atómica é modificada e os centros de carga deixam de coincidir. Assim, apesar do cristal comprimido continuar neutro, passa a apresentar polarização elétrica. De forma análoga, os centros de carga deslocam-se com orientação oposta quando o cristal é estirado [39-41].



Figura 2.10- Efeito piezoelétrico no quartzo [42].

A sensibilidade do transdutor piezoelétrico não é afetada pelo tamanho ou até mesmo pela quantidade de quartzo, mas pelo tipo de material piezoelétrico e pela sua geometria. Deste modo, é possível construir transdutores piezoelétricos muito pequenos, sendo estes ideais para aplicações onde o espaço é limitado [30].

A carga induzida sobre o cristal (C [pC]) é proporcional à força aplicada e é dada pela expressão 5, onde P [bar] é a pressão aplicada e E [pC/bar] a sensibilidade do sensor [43, 44].

Os transdutores de pressão piezoelétricos possuem diversas vantagens e desvantagens que se encontram sumarizadas na Tabela 2.2.

$$C = P \times E$$
 Eq.(5)

Vantagens	Desvantagens
Alta resposta dinâmica	Limitados a aplicações com curto tempo de
Eficazes a altas temperaturas	medição- apresentam <i>drift</i> ao longo do tempo
Pequenas dimensões	Necessitam de um amplificador de sinal
Erro Total ±0,2 a 0,5%	Suscetíveis a ruídos eletrónicos

Tabela 2.2- Vantagens e Desvantagens dos transdutores piezoelétricos [3, 10, 45].

Entre as diversas desvantagens que estes sensores possuem, as que mais se destacam são o facto de apresentarem *drift* ao longo do tempo e de o sinal ser sensível a fatores externos (fatores ambientais, ruídos eletrónicos). Na prática, o sinal gerado por parte dos sensores piezoelétricos é muito pequeno e deve ser aumentado através da utilização de um amplificador de carga apropriado [35]. Contudo, na entrada do amplificador existe sempre fuga de corrente e, por muito pequena que seja, nunca pode ser efetivamente zero. Este efeito dá origem ao *drift* e traduz-se numa curva linear que consiste numa deriva do sinal do ponto zero ao longo do tempo, no modo de medição (Operate) (ver Figura 2.11). No entanto, aparentemente é possível corrigir este efeito [44, 46] apesar de existir pouca informação/investigação na literatura.



Figura 2.11- Drift [46].

#### 2.3 Utilização de Transdutores Piezoelétricos em Extrusão

Atualmente, na literatura, não existem muitos estudos realizados em extrusão com transdutores piezoelétricos. Muitos dos defeitos que surgem no processo de extrusão, como a pele de tubarão e fratura de fundido são caracterizados por superfícies de distorção periódicas, com alta frequência e pequena amplitude. No caso da reometria capilar, estas instabilidades resultam de ciclos de compressão e descompressão com origem no reservatório do reómetro [47-52]. Nesse sentido, transdutores de pressão piezoelétricos foram utilizados em estudos [53-59] onde se pretendeu estabelecer uma relação entre a pressão e as distorções encontradas na superfície do material extrudido, uma vez que as características dos transdutores convencionais (resolução de pressão e taxa de aquisição) não são suficientes para o estudo destes defeitos superficiais. Na região I e II da Figura 2.12 é possível observar que para o mesmo tempo de recolha do sinal, um transdutor convencional apenas adquire dois pontos ao passo que um sensor piezoelétrico faz a aquisição a uma taxa bastante mais elevada, o que impede a visualização das flutuações de pressão por parte dos transdutores convencionais. Em contrapartida, devido à elevada taxa de aquisição dos transdutores piezoelétricos, o nível de ruído do sinal de pressão adquirido por estes sensores é também bastante elevado (ver região II na Figura 2.12). No entanto, este pode ser reduzido através da aplicação das técnicas de oversampling (região III na Figura 2.12), que consiste em obter um ponto resultante da média de um número fixo de pontos (entre t e t+ $\Delta$ t). Assim, cada um destes novos pontos tem um nível de ruído inferior devido ao cálculo da média aplicado [60-64].

Deste modo, transdutores de pressão piezoelétricos de rápida aquisição são uma mais valia no sentido de se obter uma relação entre os defeitos e os valores de pressão atingidos na fieira, que não seriam detetáveis somente com a utilização de transdutores convencionais.



Figura 2.12- Região I- Pressões adquiridas por um transdutor convencional; Região II- Pressões adquiridas por um transdutor piezoelétrico; Região III- Pressões adquiridas pelo transdutor piezoelétrico com aplicação das técnicas de *oversampling* [57].

Humberto Palza et al. [59] criou um novo *set-up* capaz de detetar a origem e o comportamento das instabilidades dos polímeros fundidos. Para tal, desenvolveu uma fieira de fenda capaz de incorporar transdutores de pressão piezoelétricos (Figura 2.13). Pela primeira vez os resultados mostraram que as oscilações de pressão podem ser detetadas dentro da fieira e relacionadas com os defeitos encontrados na superfície do extrudido.



Figura 2.13- Fieira de fenda com três transdutores de pressão piezoelétricos [59].
Mais tarde, Filipe et al. [54] otimizou um método que combina o uso de transdutores piezoelétricos, as técnicas de *oversampling* e a análise de Fourier para obter e tratar o sinal da pressão em função do tempo ao longo do comprimento da fieira. Este *set-up* foi usado para estudar a influência da topologia dos polímeros e do peso molecular no tipo e magnitude das instabilidades do material fundido, desenvolvidas numa fieira de fenda durante a extrusão. Com este método foi possível relacionar as distorções do extrudido com as flutuações de pressão desenvolvidas no reservatório e na fieira (Figura 2.14), através da monitorização de flutuações de pressão pequenas e muito rápidas. Assim, concluíram que as instabilidades também estão relacionadas com as propriedades dos materiais.



Figura 2.14- Relação entre as oscilações periódicas do sinal de pressão obtidas por transdutores piezoelétricos e as distorções do extrudido [57].

Posteriormente, Humberto Palza [57] realizou um estudo cujo principal objetivo era caracterizar o efeito da topologia do polímero e da taxa de corte nas flutuações de pressão, bem como na frequência das instabilidades. Para tal, combinou o *set-up* desenvolvido por Filipe et al. [54] com uma nova análise matemática avançada para processar os sinais de pressão adquiridos ao longo do tempo. Assim, esta nova análise deu uma perspetiva dos principais parâmetros que caracterizam as instabilidades do fundido e permitiu relacioná-los com as propriedades estruturais do material. Neste estudo, pela primeira vez, conseguiram detetar a origem e localização de toda a gama de instabilidades do fundido.

Ingo Naue et al. [56] utilizou transdutores piezoelétricos para deteção das instabilidades numa fieira acoplada a uma extrusora de laboratório. O objetivo do seu trabalho foi mostrar a viabilidade dos

transdutores piezoelétricos na indústria de processamento de polímeros, uma vez que futuramente poderiam ser desenvolvidos sistemas autónomos capazes de detetar as flutuações de pressão e alterar as condições do fluxo de modo a evitar que se revelem instabilidades no produto final. Com este estudo foi possível mostrar que a utilização de transdutores piezoelétricos em combinação com a extrusora permite detetar instabilidades no material fundido.

Recentemente Kádár et al. [55] utilizou sensores piezoelétricos para estimar a primeira diferença de tensões normais ( $N_1$ ) de polímeros fundidos, utilizando o "*hole pressure effect*" [61] em reometria de fenda. Neste mesmo estudo foi ainda investigada a influência da inflexão do fluído via "hole effect" nas instabilidades características da extrusão, de acordo com a topologia molecular do material. No que diz respeito ao tratamento de dados da pressão, Kádár et al. [55] assumiu um declive uniforme do *drift* e aproximou-o a uma função linear. Posteriormente subtraiu o *drift* a todo o sinal adquirido de modo que este fosse corrigido. Assim, na Figura 2.15 o termo  $p_i(t)$  corresponde ao sinal adquirido,  $p_{drift,i}(t)$  à função linear e  $p_i(t) - p_{drift,i}(t)$  ao sinal com a correção do *drift*. Deste modo foi possível corrigir o efeito do *drift* e calcular o valor correto de  $N_i$ .



Figura 2.15- Correção do drift [55].

# Capítulo 3

Equipamento

Na Figura 3.1 apresenta-se um esquema geral do principal *set-up* experimental utilizado. Genericamente é constituído por uma fieira de fenda modular que incorpora os transdutores convencionais e os piezoelétricos e vários equipamentos auxiliares inerentes a cada tipo de transdutor. Nas seções seguintes apresenta-se com maior detalhe a fieira de fenda bem como os diferentes transdutores de pressão e respetivos componentes.



Figura 3.1- Set-up principal.

## 3.1 Fieira

A fieira de fenda utilizada neste projeto (ver Figura 3.2) foi desenvolvida no Departamento de Engenharia de Polímeros e pode ser acoplada a uma extrusora laboratorial duplo fuso/monofuso ou ainda ao reservatório de um reómetro capilar. É constituída por três módulos: um módulo central, do qual deriva o canal de fluxo vindo da extrusora para o canal de extrusão (módulo 2) e/ou para o canal de medição (módulo 3). O módulo central incorpora ainda duas válvulas (A e B) à entrada de cada canal (extrusão e medição), permitindo o balanceamento do débito. As válvulas permitem assim, gerar uma gama de taxas de corte sem alterar o ambiente termomecânico dentro da extrusora. No entanto como esta temática não faz parte do tema da presente tese, manteve-se apenas o canal de medição aberto (permanecendo o canal de extrusão fechado durante a realização dos ensaios).

O módulo de medição apresenta uma fenda com secção tranversal de 10 x 0.8 mm e é composto por duas metades aparafusadas. Na parte superior podem ser montados três transdutores de pressão convencionais e no bloco inferior três transdutores piezoelétricos. Todos os transdutores estão posicionados à face do canal e suficientemente afastados da entrada e da saída da fieira de modo a evitar perturbações nas leituras da pressão.



Figura 3.2- Fieira.

Na Figura 3.3 está representado um corte longitudinal do módulo de medição, onde se pode visualizar os transdutores piezoelétricos numa das faces e na mesma posição da face oposta os transdutores convencionais. A distância entre dois transdutores consecutivos é de 21 mm, enquanto que a distância entre os transdutores das extremidades é 42 mm.

Para evitar desalinhamento entre as posições dos transdutores, são colocadas quatro cavilhas (ver furos na Figura 3.2) entre os blocos que permitem o alinhamento de ambos. Desta forma, garantese que é aplicada a mesma pressão em ambos os transdutores de modo a que posteriormente os valores lidos pelos piezoelétricos possam ser comparados com os obtidos pelos convencionais.

Cada módulo da fieira é aquecido de forma independentemente por resistências de inox isoladas com mecanite para assegurar um aquecimento uniforme da superfície, sendo que estas são fixadas na parte lateral da fieira. O bloco onde estão posicionados os sensores piezoelétricos integra ainda um termopar para permitir o controlo da temperatura da fieira (ver Figura 3.3).



Figura 3.3- Corte longitudinal do módulo de medição.

# 3.2 Transdutores Piezoelétricos

Os três sensores piezoelétricos disponíveis são do fabricante Kistler (ver Figura 3.4). Apenas o transdutor Kistler 6189A tem capacidade para realizar leituras de temperatura e de pressão em simultâneo, e será designado como Tr 1 (PT). Os sensores Kistler 6182B, apenas fazem leitura de pressão e serão identificados como Tr 2 (P) e Tr 3 (P). Os termos P e T correspondem a pressão e temperatura, respetivamente.

As características dos transdutores piezoelétricos encontram-se sumarizadas na Tabela 3.1.



Figura 3.4- Transdutores Piezoelétricos.

Características	Tr 1 (PT)	Tr 2 (P) e Tr 3 (P)
Sensibilidade (pC/bar)	-6,6	-2,4
Gama de medição (bar)	(	0 - 2000
Diâmetro da face (mm)		2,5
Gama de temperatura (sensor e cabo) (°C)		0 - 200
Gama de temperatura da face do sensor (°C)		< 450

Tabela 3.1- Características dos transdutores piezoelétricos.

Tal como referido anteriormente, estes sensores necessitam de diversos equipamentos auxiliares para que seja possível a aquisição de sinal: uma fonte de alimentação, um bloco de terminais, um amplificador, um conversor analógico-digital e ainda um computador (Figura 3.1):

 A fonte de alimentação (Figura 3.5) permite controlar a energia fornecida a todo o sistema e assume ainda as funções de comando.
 O sistema deve ser alimentado com uma voltagem entre 18-30V; optou-se por fornecer uma voltagem intermédia, 24V [44].



Figura 3.5- Fonte de Alimentação.

 O bloco de terminais é da National Instruments e apresenta 25 pinos. Funciona como interface entre a fonte de alimentação, o amplificador e o sistema de aquisição de dados (conversor analógico-digital) (Figura 3.1). As respetivas ligações são efetuadas por cabos single wire (Figura 3.6).

Após diversas tentativas por ausência de indicações claras do fabricante, concluiu-se que as funções atribuídas a cada pino são as seguintes:

- Pinos 7 e 8 Excitação do sistema com 24V;
- Pinos 14 (*Gnd*), 1 e 2 Saída do sinal; O pino 14 funciona como uma referência para os sinais de saída, que estão atribuídos aos pinos 1 e 2, porque a saída de sinal resulta da diferença entre o sinal lido e o ponto de referência (*Gnd*).
- Pinos 18 (Gnd) e 19 Permitem fazer *reset* e iniciar a medição; Tal como nos pinos anteriores, nos sinais de entrada o pino 18 é a referência para o pino 19. Quando se pretende fazer *reset* liga-se o pino 19 a 0V, ao passo que quando se pretende iniciar a medição este pino deve ser ligado a 5V.
- Pino 22 Permite alterar a sensibilidade do amplificador. Quando este pino é ligado a OV a sensibilidade I fica funcional, enquanto que quando a ligação é feita a 5V fica ativa a sensibilidade II.



Figura 3.6- Pinout.

- O amplificador (Figura 3.7) converte a carga elétrica de um sensor piezoelétrico numa voltagem proporcional [44]. Foram adquiridos dois amplificadores Kistler 5155A, sendo que num deles podem ser ligados um sinal de temperatura e um de pressão, enquanto que no outro apenas podem ser ligados dois sinais de pressão. Existem duas sensibilidades nas quais estes amplificadores podem operar:
  - <u>Sensibilidade I</u> gama de trabalho máxima (20 000 pC) e resolução mínima.
    Neste caso 20 000 pC correspondem a 10V.
  - Sensibilidade II gama mínima (5 000 pC) e resolução máxima, sendo que neste caso 5 000 pC correspondem a 10V.



Figura 3.7- Amplificador.

 A saída de sinal, dada pelos pinos 1 e 14 ou 2 e 14 é posteriormente conectada com um cabo BNC a um conversor analógico-digital (Figura 3.8) da *National Instruments* com a referência NI 9215.

Este componente é posteriormente ligado a um computador através de um cabo USB, onde os dados são gravados utilizando um programa escrito em LabVIEW.

A sensibilidade da pressão é melhorada através das técnicas de *oversampling* (Capítulo 2) [60-64]. Com este tratamento de dados a precisão do transdutor é melhorada utilizando uma taxa de amostragem de 10 pontos e uma média de 25 000 pontos por segundo.



Figura 3.8- Conversor analógico-digital.

# **3.3 Transdutores Convencionais**

Os transdutores de pressão convencionas são da marca Dynisco, modelo PT422A (gama 0 a 3000 PSI) com as características apresentadas na Tabela 3.2. Um dos sensores, designado Convencional 1, possui um cabo flexível entre a haste e as ligações, enquanto que o outro, designado Convencional 2, não possui esse cabo. Deste modo, apenas foi possível montar dois sensores convencionais na parte superior do módulo de medição.

Características	Dynisco PT422A
Sensibilidade (%)	0,5
Gama de medição (bar)	0-206,8
Diâmetro da face (mm)	7,8

Tabela 3.2- Características dos Transdutores Convencionais.

No que diz respeito ao equipamento auxiliar, estes transdutores apenas necessitam de um controlador de pressão (Figura 3.9), Dynisco 1390, que transmite o sinal para o conversor analógicodigital e este, por sua vez, é adquirido no computador.

O conversor analógico-digital e o programa utilizado na gravação do sinal são os mesmos que os utilizados nos transdutores piezoelétricos.



Figura 3.9- Controlador de pressão Dynisco 1390.

# Capítulo 4

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Numa fase inicial, os transdutores piezoelétricos foram sujeitos a diferentes condições com o intuito de avaliar o comportamento do *drift* em circunstâncias distintas. Assim, realizam-se ensaios em pressão nula e à temperatura ambiente e posteriormente com aplicação individual de pressão e de temperatura. Após a avaliação independente de cada condição, os sensores foram sujeitos a ensaios com aplicação de pressão e temperatura em simultâneo, onde se pretendia comparar os valores de pressão obtidos pelos piezoelétricos e pelos convencionais de modo a definir-se a metodologia mais adequada para a correção do *drift* e eventualmente uma curva de calibração tendo como referência os valores de pressão obtidos pelos convencionais. Após a deteção da forma mais adequada para correção do *drift*, pretendia-se obter uma curva de fluxo para um polímero fundido utilizando para o efeito os transdutores piezoelétricos. No esquema da Figura 4.1 encontra-se sumarizada a metodologia utilizada.

Pressão Nula e à Temperatura Ambiente Temperatura Pressão Temperatura e Pressão

Comportamento dos piezoelétricos quando sujeitos a diversas condições:





Figura 4.1- Metodologia Utilizada.

## 4.1 Linha de Base

Com o objetivo de estudar a estabilidade do sinal dos transdutores piezoelétricos ao longo do tempo, realizaram-se ensaios em pressão nula e à temperatura ambiente. Como ilustrado na Figura 4.2, os ensaios foram efetuados numa bancada, com os transdutores piezoelétricos fixados na fieira, e nas condições apresentadas na Tabela 4.1.



Figura 4.2- Set-up para estudo da linha de base.

Tabela 4.1- Condições dos ensaios da linha de base.

-	
N° Ensaios	3
Duração de cada ensaio (min)	1
Temperatura (°C)	Ambiente
Pressão (bar)	Atmosférica
Sensibilidade	I

# Condições dos Ensaios

Também se realizaram ensaios de 15 em 15 minutos, nas mesmas condições durante um dia, para averiguar quanto tempo seria necessário para o ruído eletrónico estabilizar. Após a recolha do sinal ao longo da manhã e da tarde, destabilizaram-se os cabos (ou seja, reposicionaram-se os cabos para uma posição diferente) e fizeram-se novas recolhas do sinal afim de verificar se o *drift* assumia diferentes declives em função do posicionamento dos fios.

## 4.2 Temperatura

De modo a estimar a influência da temperatura no sinal do *drift* e a verificar se o Tr 1 (PT) efetua leituras de temperatura corretas, definiram-se diferentes temperaturas (de +/- 25 a 200 °C, com intervalos de 25 °C) na fieira, contendo apenas os transdutores piezoelétricos, em 4 dias consecutivos. Para cada temperatura induzida recolheram-se 5 medições com a duração de 3 minutos.

No processo de aquecimento da fieira utilizou-se um controlador de temperatura OMRON E5CSV. Para além do termopar do controlador, inseriu-se um leitor de temperatura portátil na posição diretamente oposta à do transdutor piezoelétrico Tr 1 (PT) com o intuito de medir a temperatura no mesmo ponto que o transdutor.

Na Figura 4.3 representa-se o esquema do equipamento utilizado e na Tabela 4.2 as condições utilizadas nos respetivos ensaios.



Figura 4.3- *Set-up* para estudo do efeito da temperatura.

# **Condições dos Ensaios**

N° Ensaios	5 p/ cada temperatura ao longo de 4 dias
Duração de cada ensaio (min)	3
Temperatura (°C)	Ambiente, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200
Pressão (bar)	Atmosférica
Sensibilidade	I

Após a realização dos ensaios é necessário converter a voltagem (V) adquirida pelo Tr 1 (PT) em temperatura (T) e esta conversão é feita de acordo com a seguinte expressão indicada pelo manual [44]:

$$T(^{\circ}C) = -\frac{V \times 100}{5}$$
 Eq. (6)

# 4.3 Pressão

## 4.3.1 Transdutores Piezoelétricos

Com o propósito de averiguar o efeito da pressão no sinal dos piezoelétricos, aplicaram-se diferentes pressões em todos os transdutores piezoelétricos com o auxilio de um calibrador de pressão Terwin T1200 MkII (*hydraulic comparison test pump*), ver Figura 4.4. Em cada ensaio a pressão foi incrementada manualmente rodando o manípulo do calibrador numa gama de pressões de 0,34 a 9,65 MPa (ver Tabela 4.3). Durante cada ensaio foi adquirida a voltagem correspondente a cada pressão aplicada. Posteriormente o efeito do *drift* foi corrigido de acordo com a metodologia descrita por Kádár et al. [55] (ver Capítulo 2).

Os ensaios foram repetidos 4 vezes para cada uma das sensibilidades dos transdutores piezoelétricos (I e II), obtendo-se uma reta de calibração geral, a partir da média dos 5 ensaios.





Tabela 4.3- Condições ensaios de pressão dos piezoelétricos.

N° Ensaios	5	
Duração de cada ensaio (min)	-	
Temperatura (°C)	Ambiente	
Pressão (MPa)	0,34 - 9,65	
Sensibilidade	l e ll	

#### **Condições dos Ensaios**

No entanto, apesar de não ser visível, é conhecido (por calibrações anteriores) que o calibrador para pressões mais elevadas apresenta uma ligeira fuga de óleo provavelmente pelos vedantes, não sendo capaz de manter a pressão constante. Deste modo, (para pressões "elevadas") a pressão aplicada não é constante, ou seja, diminui continuamente, e consequentemente o valor de voltagem adquirido apresenta a mesma tendência (efeito semelhante ao *drift*). Assim surge a duvida se este efeito inviabiliza a calibração e a correção do drift. Para averiguar esta incerteza, em cada pressão aplicada registou-se manualmente a pressão lida pelo manómetro digital do calibrador, ao longo do tempo de aplicação da pressão, e adquiriu-se a voltagem correspondente. Nas Figuras 4.5 e 4.6 apresenta-se a evolução da pressão (lida pelo manómetro do calibrador), a voltagem adquirida e a voltagem corrigida (utilizando a metodologia de Kádár, mencionada anteriormente) para a sensibilidade I e II, respetivamente. Analisando as figuras verifica-se que de facto para pressões até +/- 4 a 5 MPa o calibrador consegue manter as pressões, no entanto a partir desses valores a pressão começa a diminuir ao longo do tempo. Apesar deste efeito, verifica-se que após a correção do drift, os valores de voltagem acompanham perfeitamente o decréscimo da pressão, o que reflete uma boa leitura efetuada pelo transdutor piezoelétrico. Deste modo podemos usar o calibrador para produzir retas de calibração uma vez que se consegue separar o efeito do drift da imprecisão do calibrador a pressões elevadas.



Figura 4.5- Evolução da pressão e voltagem, sensibilidade I.



Figura 4.6- Evolução da pressão e voltagem, sensibilidade II.

Além da utilização do calibrador para converter a voltagem adquirida em pressão é possível recorrer ao manual do fabricante [44] para converter a voltagem adquirida em pressão através das Eqs. 7 ou 8 para o sensor Tr1 (PT) e Eqs. 9 ou 10 para os sensores Tr 2 (P) e Tr 3 (P), dado que estes últimos possuem a mesma sensibilidade:

Sensibilidade I 
$$P(MPa) = \frac{V \times 20}{0.66}$$
 Eq.(7)

Sensibilidade II 
$$P(MPa) = \frac{V \times 20}{2,64}$$
 Eq.(8)

- -

Sensibilidade I 
$$P(MPa) = \frac{V \times 200}{2.4}$$
 Eq.(9)

Sensibilidade II 
$$P(MPa) = \frac{V \times 200}{9,66}$$
 Eq.(10)

Por forma a validar a correção do *drift*, os seguintes valores de voltagem: 0; 0,15; 0,3; 0,45; 0,6; 0,75; 0,90; 1,05; 1,20; 1,35; 1,5 foram substituídos na reta de calibração e nas expressões descritas anteriormente (Eqs. 7 – 10) de modo a possibilitar a comparação entre os valores de pressão resultantes.

#### 4.3.2 Transdutores Convencionais

Os transdutores convencionais também foram calibrados utilizando-se o mesmo calibrador de pressão Terwin T1200 MkII (Figura 4.7). Os transdutores foram calibrados individualmente aplicando-se várias pressões numa gama de 0 a 6,89 MPa, ver Tabela 4.4. A reta de calibração (voltagem versus pressão aplicada) para cada transdutor resultou de uma média de 3 ensaios.



Figura 4.7- Calibração dos Transdutores Convencionais.

Tabela 4.4- Condições dos ensaios de pressão dos convencionais.

N° Ensaios	3 p/ cada pressão aplicada
Duração de cada ensaio (s)	3
Temperatura (°C)	Ambiente
Pressão (MPa)	0 - 6,89

#### **Condições dos Ensaios**

## 4.4 Medições em Escoamento / Reometria de Fenda

Após a avaliação dos efeitos isolados da temperatura e da pressão no sinal dos transdutores piezoelétricos, realizaram-se ensaios em escoamento com o intuito de avaliar o efeito conjugado da temperatura e da pressão no sinal dos respetivos transdutores. Para o efeito, a fieira de fenda (Figura 3.2) foi acoplada ao reservatório de um reómetro capilar *Rosand* RH10, utilizando-se um adaptador projetado para o efeito, ver Figura 4.8.



Figura 4.8- Adaptador Fieira- Reómetro Capilar.

Neste ensaio, todos os transdutores de pressão (convencionais e piezelétricos) são colocados na fieira e ligados aos respetivos equipamentos, ver Figura 4.9. É de notar que o Tr 1 (PT) necessita de um amplificador, uma fonte de alimentação e um bloco de terminais independentes dos restantes transdutores, uma vez que este faz aquisição dos dois sinais: temperatura e pressão. Como os restantes transdutores piezoelétricos (Tr 2 (P) e Tr 3 (P)) apenas fazem aquisição de pressão, utilizam o mesmo equipamento auxiliar (fonte de alimentação, amplificador e bloco de terminais).

O material utilizado foi um Polietileno de baixa densidade, LDPE 2221FG REPSOL ALCUDIA, e as propriedades do mesmo encontram-se na Tabela 4.5. Como o material deve ser processado numa gama de temperaturas entre 150 a 180 °C, realizaram-se os ensaios a 150 °C e, para tal, a fieira foi aquecida independentemente com duas resistências: uma colocada no módulo de medição e outra no módulo de extrusão. As condições utilizadas nos ensaios em escoamento encontram-se na Tabela 4.6 e nos ensaios de reometria de fenda na Tabela 4.7.



Figura 4.9- Set-up Medições em escoamento/Reometria de Fenda.

Tabela 4.5- Propriedades do LDPE.

## LDPE 2221FG

Densidade ( $g/cm^3$ )	0,922	
Temperatura de Fusão (°C)	150-180	
MFI (g/10min)	2,1	

Tabela 4.6- Condições dos ensaios em escoamento.

-	
Temperatura (°C)	150
Velocidade do pistão (mm/min)	2,5; 5; 10; 20; 40; 45; 63
Sensibilidade	l e ll

### **Condições dos Ensaios**

Tabela 4.7- Condições dos ensaios de reometria de fenda.

### **Condições dos Ensaios**

Temperatura (°C)	150
Velocidade do pistão (mm/min)	10; 20; 45; 63
Sensibilidade	II

Para que fosse possível obter a curva de fluxo do LDPE a 150 °C, recolheram-se três amostras de material durante um minuto para cada velocidade aplicada. Deste modo, obtém-se o valor do débito de material que juntamente com a queda de pressão permite calcular a viscosidade do mesmo através das Eqs. 1-4.

# Capítulo 5

APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Neste capítulo, são apresentados os resultados do comportamento do sinal dos transdutores piezoelétricos quando sujeito a diferentes condições e a metodologia mais adequada para correção do sinal dos mesmos, tendo como referência os valores obtidos pelos transdutores convencionais. Após esta fase, pretende-se obter uma reta de calibração tendo como referência os valores lidos pelos transdutores convencionais. Por fim, será feita ainda a caracterização reológica de um polímero utilizando para o efeito os transdutores piezoelétricos.

## 5.1 Linha de Base

Nesta etapa o principal objetivo é verificar qual o comportamento que o sinal dos sensores piezoelétricos assume quando sujeito a condições ambientais.

Os resultados apresentados foram obtidos com o transdutor Tr 1 (PT) e encontram-se representados na Figura 5.1.



Figura 5.1- Sinal do *drift* para Tr 1 (PT).

Confirma-se que o sinal dos transdutores piezoelétricos assume um *drift* ao longo do tempo. Observa-se ainda que sempre que se inicia uma medição, apesar de se zerar o sinal com o comando *reset* (ver Capítulo 3), o transdutor apresenta uma voltagem residual diferente, causando uma deslocação vertical entre as curvas. Para que este ruído inicial fosse corrigido, optou-se por subtrair o primeiro valor adquirido pelos sensores a todo o sinal obtido de modo a que os ensaios realizados iniciassem no ponto zero (ver Figura 5.2).



Figura 5.2- Voltagem corrigida para Tr 1 (PT).

Após a correção verifica-se que o *drift* assume declives idênticos nos diferentes ensaios. No entanto é interessante investigar se este efeito se altera ao longo do dia, isto é, se ligeiras variações ambientais (temperatura), influenciam o valor do declive. Os resultados obtidos, já corrigidos, encontramse representados na Figura 5.3 (correspondendo as letras M e T aos ensaios realizados de manhã e de tarde, respetivamente).



Figura 5.3- Sinal do *drift* ao longo do dia para Tr 1 (PT).

Verifica-se que o primeiro ensaio realizado na parte da manhã é o único que possui um declive bastante diferente de todos os outros. No final da tarde, os cabos foram destabilizados (ou seja, foram colocados numa posição diferente) o que não levou à alteração do declive.

Deste modo, como os sinais foram adquiridos de 15 em 15 minutos, verifica-se que é necessário ligar todo o equipamento cerca de 30 minutos antes de se efetuar a recolha do sinal para que o ruído eletrónico estabilize e o efeito do *drift* seja minimizado.

## 5.2 Temperatura

Os ensaios com temperatura foram realizados com o objetivo de verificar se o Tr 1 (PT) faz leituras corretas de temperatura e qual a influência da temperatura no sinal do *drift*.

#### 5.2.1 Leitura da Temperatura

Tal como foi referido anteriormente, apenas o transdutor Tr 1 (PT) permite efetuar leituras de temperatura. Deste modo, na Figura 5.4 estão representados os resultados obtidos (5 medições) pelo respetivo transdutor quando sujeito, por exemplo, à temperatura constante de 150 °C. Na Figura 5.4 a) representa-se a voltagem adquirida pelo sensor e na Figura 5.4 b) a respetiva temperatura após conversão da voltagem através da Eq. 6.



Figura 5.4- a) Voltagem relativa à temperatura adquirida pelo Tr 1 (PT); b) Temperatura adquirida pelo Tr 1 (PT).

Como se pode visualizar na Figura 5.4 a) e b), não existe *drift* do sinal no que diz respeito a leituras de temperatura. Verifica-se ainda que existe uma diferença de +/- 5 °C entre a temperatura imposta no controlador e a temperatura lida pelo transdutor Tr 1 (PT). Isto deve-se provavelmente ao facto de o termopar do controlador estar a medir num ponto diferente do transdutor. Assim, tornou-se conveniente comparar as leituras feitas pelo termopar portátil (a medir no mesmo ponto do transdutor) com as leituras do transdutor Tr 1 (PT), ver Figura 5.5.



Figura 5.5- Comparação das leituras de temperatura efetuadas pelo termopar portátil e pelo Tr 1 (PT).

Deste modo é possível verificar na Figura 5.5 que o Tr 1 (PT) faz leituras de temperatura corretas até cerca de 150 °C uma vez que os valores lidos pelo Tr 1 (PT) coincidem com os do termopar portátil. No entanto a partir de 150 °C verifica-se que os valores lidos pelo transdutor piezoelétrico desviam-se ligeiramente (+/- 2 °C) dos valores obtidos pelo termopar portátil. No entanto este ligeiro desvio, quase insignificante, pode ser corrigido através de uma reta de calibração da temperatura (Figura 5.6).



Figura 5.6- Reta de calibração da temperatura.

### 5.2.2 Influência da temperatura no drift do valor da pressão

De modo a averiguar qual seria a influência da temperatura no *drift* do valor da pressão, efetuaram-se medições em pressão nula e com diferentes temperaturas aplicadas, em quatro dias consecutivos com os transdutores Tr 1 (PT) e Tr 3 (P). Para cada temperatura foram efetuadas 5 medições, resultando na média do declive.

Na Figura 5.7 estão representados os 5 ensaios obtidos no 1° dia pelo Tr 1 (PT) a 150 °C e nas Figuras 5.8 e 5.9, a média dos declives do *drift* para cada temperatura (nos diferentes 4 dias) correspondente ao Tr 1 (PT) e Tr 3 (P), respetivamente.



Figura 5.7- Drift do valor da pressão a 150 °C no Tr 1 (PT).



Figura 5.8- Declives do drift do Tr 1 (PT) ao longo de 4 dias consecutivos.



Figura 5.9- Declives do drift do Tr 3 (P) ao longo de 4 dias consecutivos.

Para cada temperatura aplicada, verifica-se que os declives do *drift* têm pouca variação quando os ensaios são realizados no mesmo dia. Porém, é possível observar que existe um maior desvio entre os declives do *drift* para os ensaios realizados em dias diferentes, a baixas temperaturas. Assim, fez-se a média dos valores obtidos ao longo destes quatro dias para cada uma das temperaturas aplicadas e respetivos transdutores piezoelétricos de forma a facilitar a interpretação dos resultados, Figuras 5.10 e 5.11.



Figura 5.10- Média dos quatro ensaios para Tr 1 (PT).


Figura 5.11- Média dos quatro ensaios para Tr 3 (P).

Assim, verifica-se que o Tr 1 (PT) apresenta declives do *drift* superiores aos do Tr 3 (P) e maiores desvios entre os valores obtidos nos diferentes dias. Em contrapartida, o Tr 3 (P) não apresenta diferenças significativas nos quatro ensaios. Para ambos os transdutores existem variações dos declives do *drift* nas diferentes temperaturas aplicadas, no entanto estes têm tendência a estabilizar quando estão sujeitos a temperaturas mais elevadas.

#### 5.3 Pressão

Os ensaios de pressão foram realizados com o intuito de avaliar a influência da pressão no declive do *drift* dos transdutores piezoelétricos.

5.3.1 Calibração dos Transdutores Piezoelétricos

No caso dos transdutores piezoelétricos, as pressões foram aplicadas consecutivamente e o sinal foi adquirido durante cerca de 30 segundos para cada pressão exercida. A título ilustrativo o valor de pressão aplicado pelo calibrador, bem como o sinal obtido pelo Tr 1 (PT) na sensibilidade II encontramse na Figura 5.12.



Figura 5.12- Sinal obtido pelo Tr 1 (PT).

Como se pode visualizar na Figura 5.12 a voltagem adquirida assume um *drift* em função do tempo. No entanto, o declive do *drift* parece não variar significativamente com a pressão aplicada. Utilizando a mesma metodologia de Kádár et al. [55] para a correção do *drift* (ver Capítulo 2), subtraiuse o valor do declive do *drift* em pressão nula (Figura 5.13) a toda a voltagem ao longo do tempo (já com a correção do ruído inicial). Na Figura 5.13 representa-se ainda a voltagem com a correção do *drift*, podendo verificar-se que em todas as pressões aplicadas deixou de existir *drift* ao longo do tempo.



Figura 5.13- Calibração e correção do drift.

Na Figura 5.14 representa-se os valores de pressão aplicados pelo calibrador e as correspondentes voltagens corrigidas obtidas pelo Tr 1 (PT), adquiridos na sensibilidade II, para os cinco ensaios realizados.



Figura 5.14- Ensaios de pressão obtidos pelo Tr 1 (PT) na sensibilidade II.

Como se pode visualizar na Figura 5.14, as mesmas voltagens adquiridas pelo transdutor piezoelétrico correspondem a pressões semelhantes aplicadas por parte do calibrador. Verifica-se ainda que (apesar dos dados terem sido previamente sujeitos a correções do *drift*), as diferentes retas resultantes de cada ensaio têm declive idênticos.

Tal como referido no Capítulo 4, a partir da média dos 5 ensaios resultou a curva de calibração correspondente a cada sensibilidade (SI e SII) que os transdutores piezoelétricos possuem. De modo a comparar os valores de pressão obtidos pela curva de calibração (obtida no calibrador) com os valores de pressão obtidos utilizando as equações do manual (Eqs. 8 – 11) substituíram-se os mesmos valores de voltagem (ver Capitulo 4) nos dois métodos de conversão. As retas obtidas para os Tr 1 (PT), Tr 2 (P) e Tr 3 (P), para as duas sensibilidades, encontram-se representadas nas Figuras 5.15, 5.16 e 5.17, respetivamente.



Figura 5.15- Calibração do Tr 1 (PT).



Figura 5.16- Calibração do Tr 2 (P).



Figura 5.17- Calibração do Tr 3 (P).

No geral, obteve-se melhores resultados na sensibilidade II para todos os piezoelétricos uma vez que nesta sensibilidade as retas de calibração obtidas pelo calibrador praticamente coincidem com as do manual. Este resultado pode ser explicado pelo facto de nesta sensibilidade existir maior resolução e menor gama de pressão, ou seja, há maior precisão nas voltagens adquiridas. Para a sensibilidade I, a calibração obtida pelo calibrador afasta-se um pouco mais dos valores de referência (obtidos pelo manual), no entanto, tendo em consideração os desvios padrão, os valores adquiridos também intersetam os do manual. Para ambas as sensibilidades os desvios são maiores quando são aplicadas pressões mais elevadas, provavelmente devido à imprecisão do calibrador.

#### 5.4 Medições em Escoamento

Após verificar a influência da temperatura e da pressão no comportamento do *drift*, bem como a determinação da sua correção, pretende-se comparar diretamente os valores de pressão obtidos pelos transdutores convencionais com os valores obtidos pelos transdutores piezoelétricos. Para tal, os transdutores convencionais foram calibrados antes da sua utilização (Anexo A e B). Posteriormente, a fieira de fenda foi acoplada ao reservatório de um reómetro capilar de modo a gerar uma gama de taxas de corte (com várias velocidades de pistão).

Os ensaios iniciaram com o Tr 1 (PT) na posição mais próxima da entrada da fieira, o Tr 2 (P) na posição central e Tr 3 (P) na posição mais afastada da entrada da fieira. Estas posições serão designadas como P1, P2 e P3, respetivamente, Figura 5.18.



Figura 5.18- Posicionamento dos transdutores na fieira.

Nesta fase apenas foram recolhidos os sinais dos transdutores colocados nas posições 1 e 3 uma vez que em P2 não foi possível colocar o terceiro transdutor convencional. Uma vez que nesta fase não se sabe quais serão as pressões atingidas na fieira optou-se por realizar os ensaios com sensibilidade I, pois esta permite atingir pressões mais elevadas, mas em contrapartida apresenta menor resolução. Os resultados obtidos com os transdutores convencionais e piezoelétricos para o LDPE a 150 °C encontram-se representados na Figura 5.19.



Figura 5.19- Pressões obtidas em P1 e P3 pelos Transdutores de Pressão, com o posicionamento representado na Fig 5.18.

Seria de esperar que a pressão á entrada da fenda fosse superior à pressão perto da saída da fieira. Na Figura 5.19 verifica-se que os transdutores convencionais seguem a tendência correta. No entanto, os transdutores piezoelétricos indicam precisamente o contrário. Verifica-se ainda que as pressões obtidas pelos piezoelétricos são muito diferentes das pressões obtidas pelos convencionais, o que indicia que as leituras efetuadas pelos piezoelétricos são erradas.

Optou-se por repetir os ensaios trocando as posições de Tr 1 (PT) com Tr 3 (P) para averiguar se o Tr 1(PT) tem alguma avaria e não consegue ler pressões elevadas (Figuras 5.20 e 5.21).



Figura 5.20- Novo posicionamento dos transdutores relativamente á Fig 5.18.



Figura 5.21- Pressões obtidas em P1 e P3 pelos Transdutores de Pressão, com o posicionamento representado na Fig 5.20.

Após a troca das posições dos piezoelétricos (Figura 5.21) verificou-se que os valores lidos pelo Tr 3 (P) também são inferiores aos lidos pelo Tr 1 (PT) para velocidades do pistão baixas e existe um desvio padrão bastante elevado. No entanto, os resultados melhoraram para velocidades do pistão elevadas, pois os valores obtidos pelos transdutores piezoelétricos são mais semelhantes aos dos convencionais em ambas as posições.

Ao longo deste ensaio também se adquiriram os valores de temperatura lidos pelo Transdutor Tr 1 (PT) obtidos pela reta de calibração (Figura 5.6) que permite converter a voltagem em graus Celsius, ver Figura 5.22.



Figura 5.22- Temperatura lida pelo Tr 1 (PT).

A temperatura do material aumenta ligeiramente para velocidades do pistão mais elevadas (40, 45 e 63 mm/min), em resultado da dissipação viscosa. Infelizmente, o transdutor Tr 1 (PT) sofreu danos irreversíveis que impediram a sua utilização nos restantes ensaios.

Como se obtiveram melhores leituras de pressão por parte dos piezoelétricos com velocidades do pistão mais elevadas, colocou-se o Tr 2 (P) em P2 uma vez que nesta disposição o transdutor estará sujeito a pressões mais elevadas. Em P2 não existe um transdutor convencional para se fazerem comparações diretas entre os valores. No entanto pode ser feita uma extrapolação das pressões obtidas pelos convencionais em P1 e P3 para a distância de 21 mm, correspondente à posição 2, por forma a indicar o valor de pressão em P2. Assim, o ensaio seguinte foi realizado com o Tr 3 (P) em P1 e o Tr 2 (P) em P2, ver Figura 5.23, à velocidade de 63 mm/min. Uma vez que já se tem uma ideia das pressões 63

no interior da fenda para as velocidades de pistão aplicadas, optou-se por realizar o ensaio na sensibilidade II uma vez que apresenta maior resolução e foi onde se obtiveram melhores resultados (ver Figuras 5.15 a 5.17). Os resultados obtidos para este ensaio são apresentados na Tabela 5.1, onde se mostra a voltagem adquirida pelos transdutores piezoelétricos, bem como a correspondente conversão em valores de pressão e a pressão adquirida pelos sensores convencionais.



Figura 5.23- Novo posicionamento dos transdutores relativamente à Fig 5.20.

	Trd Piezo (V)	Trd Piezo (MPa)	Convencional (MPa)
Tr 3 (P)	0,848	17,550	16,072
Tr 2 (P)	0,117	2,420	10,144

Tabela 5.1- Valores lidos pelos Piezoelétricos e pelos Convencionais.

Analisando a Tabela verifica-se que em P1 (posição mais perto da entrada da fieira) os valores lidos pelo Tr 3 (P) são muito idênticos aos obtidos pelo convencional 1, no entanto o Tr 2 (P) fez uma leitura muito inferior à que seria esperada.

Resolveu-se trocar as posições dos transdutores piezoelétricos, de modo a averiguar se existe alguma avaria no Tr 2 (P), e liga-los a equipamentos independentes (de forma a melhorar o sinal), ou seja, cada um deles foi ligado a um amplificador, bloco de terminais e respetiva fonte de alimentação, ver Figura 5.24. Deste modo realizaram-se dois ensaios à velocidade de 63 mm/min, para verificar se as medições são mais corretas e se existe repetibilidade.



Figura 5.24- Transdutores piezoelétricos ligados a equipamentos independentes.

Os resultados obtidos para estes ensaios são apresentados na Tabela 5.2, onde se exibe a voltagem adquirida (e a pressão correspondente) pelos transdutores piezoelétricos, bem como a pressão adquirida pelos sensores convencionais.

		Trd Piezo (V)	Trd Piezo (MPa)	Convencional (MPa)
1º Encoio	Tr 2 (P)	0,858	17,767	16,105
I- Elisaiu	Tr 3 (P)	0,210	4,348	10,221
2º Encoio	Tr 2 (P)	0,853	17,668	16,088
Z- EUSSIO	Tr 3 (P)	0,347	7,181	10,210

Tabela 5.2- Valores obtidos com utilização de equipamentos independentes.

Analisando a Tabela 5.2 é possível observar que em P2 houve uma melhoria do valor de pressão lido pelo Tr 3 (P) relativamente aos ensaios em que os sinais foram adquiridos com os transdutores ligados ao mesmo equipamento (Tabela 5.1). No entanto estes valores ainda são bastante diferentes do valor esperado, cerca de 10 MPa. Verifica-se ainda que nos dois ensaios realizados houve repetibilidade dos valores obtidos por Tr 2 (P), colocado em P1, ao passo que o Tr 3 (P) fez diferentes leituras do sinal para a mesma velocidade aplicada, o que indica que os transdutores piezoelétricos não estão danificados.

Deste modo, fez-se a aquisição do sinal apenas com o equipamento auxiliar do Tr 3 (P) para identificar uma possível interferência entre os sinais lidos, ver Figura 5.25. À semelhança dos ensaios anteriores, a velocidade utilizada foi de 63 mm/min. Nesta fase, testou-se mais uma vez ambas as sensibilidades (I e II). Os resultados obtidos para este ensaio são apresentados na Tabela 5.3.



Figura 5.25- Set-up experimental- aquisição do sinal apenas pelo Tr 3 (P).

Sensibilidade	Tr 3 (P) (V)	Tr 3 (P) (MPa)
II	0,480	9,934
I	0,183	15,149

Tabela 5.3- Leitura do sinal efetuada apenas pelo Tr 3 (P).

Tendo em conta que o valor de pressão esperado na posição 2 (P2) para uma velocidade de 63 mm/min é cerca de 10 MPa, (ver Tabelas 5.1 e 5.2), analisando a Tabela 5.3, verifica-se que de facto o Tr 3 (P) tem capacidade para fazer leituras corretas de pressão, apenas na sensibilidade II, quando não existem interferências eletromagnéticas no sinal.

Tendo em consideração esta informação, os ensaios seguintes foram realizados na sensibilidade II e com o equipamento auxiliar de ambos os transdutores piezoelétricos afastado fisicamente, por forma a tentar impedir a existência de contacto entre os cabos elétricos de ambos os transdutores durante todo o percurso até ao conversor analógico-digital, ver Figura 5.26. Uma vez mais testou-se o *set-up* da Figura 5.26 à velocidade de 63 mm/min. Os resultados obtidos encontram-se apresentados na Tabela 5.4.



Figura 5.26- Medição com os equipamentos afastados.

	Trd Piezo (V)	Trd Piezo (MPa)	Convencional (MPa)
Tr 2 (P)	0,842	17,43	16,15
Tr 3 (P)	0,646	13,36	10,24

Tabela 5.4- Valores obtidos com os equipamentos afastados.

De acordo com os resultados obtidos na Tabela 5.4 houve uma melhoria significativa dos valores de pressão obtidos pelo transdutor piezoelétrico na posição 2. No entanto, os valores obtidos pelos transdutores piezoelétricos são um pouco superiores aos dos convencionais.

Tendo em conta que ao nível experimental já tinham sito testados vários *set-ups* e era sabido que as interferências nos sinais dos sensores foram afastadas com o *set-up* da Figura 5.26, mas ainda assim os valores medidos diferiam dos valores adquiridos pelos transdutores convencionais, começouse a duvidar da metodologia para a correção do *drift*.

Assim, optou-se por realizar dois tipos de ensaios distintos, ou seja:

- Ensaio Contínuo As velocidades do pistão do reómetro são incrementadas consecutivamente, sendo o ensaio feito continuamente e gravado num só ficheiro de dados.
- Ensaio Passo a Passo A velocidade do pistão é aplicada e após atingir o estado estacionário o pistão é parado e recuado ligeiramente, deixando-se o material relaxar livremente. Cada transiente é gravado num ficheiro de dados independente. Após a relaxação do material um novo ciclo é iniciado com o *reset* do sinal, ou seja, o sinal é adquirido sem pressão (durante +/- 1 minuto). Posteriormente, é aplicada pressão até ao estado estacionário, seguida da paragem do pistão com a consequente relaxação. Este procedimento foi efetuado para todas as velocidades aplicadas. Deste modo pretende-se avaliar se o declive inicial é igual ao declive final para cada velocidade.

A evolução dos declives do *drift* obtidos para o ensaio passo a passo e para o ensaio contínuo encontram-se nas Figuras 5.27 e 5.28, respetivamente.



Figura 5.27- Declive do drift para o ensaio passo a passo.



Figura 5.28- Declive do drift para o ensaio contínuo.

É possível observar que em ambos os ensaios após zerar o sinal (com o comando *reset*), este assume um declive que se altera com a aplicação da primeira pressão, deixando de ser igual ao declive final, e que em P1 (Tr 2 (P)) os valores do declive são mais baixos que em P2 (Tr 3 (P)). O efeito da alteração do declive do *drift* com a pressão não se verificou quando as pressões foram aplicadas pelo calibrador, o que pode ser explicado pelo facto de no calibrador a pressão aplicada ser estática e na fenda a pressão ser induzida por fluxo de corte. Após a aplicação da primeira pressão, verifica-se que no ensaio passo a passo os valores dos declives do *drift* mantêm-se praticamente constantes com a variação da velocidade, ao passo que no ensaio contínuo os valores do declive tendem a estabilizar apenas para velocidades superiores a 20 mm/min.

Assim, a correção do *drift* não pode ser feita de acordo com a metodologia adotada anteriormente (Figura 5.13). Na Figura 5.29 está representada a pressão adquirida pelo Tr 3 (P) no ensaio passo a passo e uma nova metodologia para a correção do *drift* (Novo Método).



Figura 5.29- Pressão adquirida na velocidade de 63 mm/min pelo Tr 3 (P) e demonstração do método anterior/ novo método para correção do *drift*.

A curva da pressão sem correção (Figura 5.29) confirma que de facto o declive do *drift* assume um novo valor quando está sujeito a pressão e este mantém-se após cessar a incidência de pressão no transdutor. Deste modo, se a correção do *drift* fosse feita tendo em consideração a metodologia adotada anteriormente (ver Figura 5.13), ou seja, com a subtração do declive inicial a todo o sinal, o erro iria ser bastante elevado uma vez que esse declive não interseta com o declive final (Figura 5.29- Reta *Drift* – Método Anterior). Como quando se deixa de aplicar pressão no transdutor piezoelétrico o declive do *drift* mantém-se igual a quando se incide pressão, optou-se por utilizar uma nova correção que consiste em subtrair o declive final a todo o sinal (Figura 5.29- Novo método). A pressão obtida após a correção do *drift* encontra-se na Figura 5.30.



Figura 5.30- Pressão obtida pelo Tr 3 (P) à velocidade de 63 mm/min após a correção do drift.

Verifica-se que com a utilização da nova metodologia para correção do *drift* o valor de pressão mantém-se constante sempre que é aplicada e assim que termina a aplicação de pressão.

No que diz respeito ao declive inicial, este não se mantém constante no valor zero uma vez que antes da aplicação de pressão o declive adquirido é diferente. No entanto, este efeito não influencia os resultados finais. É também importante referir que nos ensaios passo a passo cada velocidade aplicada tem a sua respetiva correção do *drift*, ao passo que no ensaio contínuo apenas é feita uma única correção do *drift* a todo o sinal.

Assim, nos ensaios realizados com os equipamentos afastados e tendo em consideração a nova metodologia adotada para a correção do *drift*, compararam-se os valores de pressão obtidos pelos transdutores convencionais com os obtidos pelos piezoelétricos no ensaio passo a passo e no ensaio contínuo (Figuras 5.31 e 5.32).



Figura 5.31- Ensaio passo a passo para o LDPE a 150 °C.



Figura 5.32- Ensaio contínuo para o LDPE a 150 °C.

Comparando os valores obtidos pelos transdutores piezoelétricos com os adquiridos pelos convencionais, verifica-se que no ensaio passo a passo se obteve valores mais próximos dos convencionais do que no ensaio contínuo. Isto acontece porque cada velocidade teve a sua respetiva correção do *drift* e induziu a erros menores.

#### 5.5 Reometria de Fenda

Após a otimização do posicionamento do equipamento por forma a evitar interferências de sinais e determinação da metodologia mais adequada para a correção do *drift*, segue-se a aplicação do método. Assim, as seguintes medições foram efetuadas com a utilização de equipamentos afastados (Figura 5.26), na sensibilidade II, e de acordo com o ensaio passo a passo. Posteriormente o *drift* foi corrigido de acordo com o novo método que consiste em subtrair o declive final (adquirido em pressão nula) a todo o sinal ao longo do tempo (Figura 5.29).

#### 5.5.1 Utilização dos Transdutores Convencionais para calibração dos Piezoelétricos

Tendo em conta a metodologia descrita, foi possível calibrar os sensores piezoelétricos tendo como referência os valores obtidos pelos transdutores convencionais. As retas de calibração adquiridas para ambos os transdutores (Tr 2 (P) e Tr 3 (P)) tiveram como referência os valores de pressão obtidos pelos transdutores convencionais no ensaio de medição em escoamento, ou seja, quando sujeitos à temperatura de 150 °C e a fluxo de corte. Os resultados são apresentados nas Figuras 5.33 e 5.34 para os sensores Tr 2 (P) e Tr 3 (P) respetivamente. Nos mesmos gráficos foram ainda colocadas as retas de calibração obtidas anteriormente pelo calibrador (Figuras 5.16 e 5.17) (sendo que neste caso os transdutores piezoelétricos estavam sujeitos a aplicação de pressão na direção vertical e à temperatura ambiente). Assim, nas Figuras 5.33 e 5.34 é possível comparar as calibrações dos Tr 2 (P) e Tr 3 (P) obtidas tendo como referência os transdutores convencionais (medição em escoamento) com as calibrações utilizando o calibrador de pressão.



Figura 5.33- Calibração do Tr 2 (P).



Figura 5.34- Calibração do Tr 3 (P).

Em ambos os casos é possível observar que as retas de calibração obtidas são muito semelhantes e têm valores de declive praticamente iguais, indicando que apesar dos transdutores piezoelétricos estarem sujeitos a diferentes condições (temperatura e tipo de escoamento), os valores de voltagem adquiridos correspondem às mesmas pressões.

#### 5.5.2 Curva de Fluxo

Na Figura 5.35 estão representadas duas curvas de fluxo, para o LDPE a 150 °C, calculadas de forma distinta, a partir dos valores adquiridos pelos transdutores piezoelétricos. O que diferiu na obtenção destas duas curvas de fluxo foi a forma de conversão da voltagem em pressão. Numa das curvas a voltagem foi convertida em pressão utilizando para o efeito a curva de calibração obtida a partir das medições realizadas no calibrador de pressão, enquanto que na outra as voltagens foram convertidas em pressão através da curva obtida pelos transdutores convencionais (ver Figuras 5.33 e 5.34). No anexo C encontra-se ainda uma curva de fluxo obtida com os transdutores piezoelétricos, sendo feita a conversão de voltagem em pressão através da Eq. 10. Na Figura 5.35 também se representa a curva de fluxo obtida com os transdutores de pressão convencionais e a curva de fluxo obtida com reometria capilar clássica para o LDPE a 150 °C.



Figura 5.35- Curvas de fluxo obtidas na reometria de fenda e na reometria capilar.

Deste modo, analisando a Figura 5.35, verifica-se em primeiro lugar que as curvas de fluxo obtidas com os transdutores piezoelétricos, apesar de calculadas com retas de calibração distintas, são muito idênticas, (exceto na taxa de corte mais baixa). Verifica-se ainda que as curvas de fluxo obtidas com os transdutores piezoelétricos são bastante idênticas à curva de fluxo obtida com os transdutores de pressão convencionais, com praticamente sobreposição de dados (exceto na taxa de corte mais baixa). Observa-se ainda que os valores de viscosidade de corte obtidos por reometria de fenda são semelhantes aos valores medidos em reometria capilar.

## Capítulo 6

CONCLUSÕES

O presente trabalho teve como finalidade avaliar o potencial de aplicação de transdutores de pressão piezoelétricos no processo de extrusão. Deste modo os transdutores piezoelétricos foram testados em diferentes condições de temperatura e pressão e utilizados em medições em escoamento.

Nos primeiros testes com os transdutores piezoelétricos à temperatura ambiente e sem pressão aplicada (apenas pressão atmosférica) confirmou-se que o sinal adquirido referente à pressão apresenta um *drift* ao longo do tempo. Este efeito teve de ser corrigido de modo a que os valores de pressão finais sejam corretos.

No que diz respeito aos ensaios em que os transdutores piezoelétricos são sujeitos a temperatura, verificou-se que os mesmos são capazes de medir corretamente a temperatura e que a voltagem adquirida referente à temperatura não apresenta *drift*. Nestes mesmos ensaios verificou-se que valores elevados de temperatura, ≥ 125 °C, não têm influência na variação do declive do *drift* (referente ao sinal de pressão). Para valores abaixo de 125 °C a influência sobre o *drift* também não é significativa, no entanto existe uma maior variação do valor do declive.

Nos ensaios realizados com aplicação de pressão no calibrador verificou-se, mais uma vez, que o sinal correspondente à pressão apresenta um *drift*. No entanto o declive do mesmo apresenta-se praticamente invariável com a variação de pressão aplicada, o que demonstra que o declive do *drift* do sensor não é afetado pela incidência de diferentes pressões estáticas no sensor. Deste modo, a metodologia proposta na literatura para a correção do *drift* foi suficiente para corrigir o efeito e demonstrar que os sensores conseguem medir pressão corretamente, apesar do *drift* inerente. Também se verificou que a conversão de voltagem em pressão com as retas de calibração obtidas no calibrador coincide com a conversão efetuada através das expressões indicadas no manual do sensor/amplificador. No que diz respeito à sensibilidade do sensor, os ensaios efetuados demonstraram que a sensibilidade II (0 a 5000 pC) apesenta resultados com maior precisão.

Já nos ensaios realizados em escoamento confirmou-se que a sensibilidade II é a mais adequada para aquisição do sinal e que a disposição do equipamento é determinante para a obtenção de resultados corretos. Assim, os transdutores piezoelétricos devem ser ligados a equipamentos independentes e têm de estar suficientemente afastados por forma a que não hajam interferências eletromagnéticas entre os cabos dos diferentes equipamentos. Nestes mesmos ensaios, averiguou-se que sempre que se inicia a aplicação de pressão nos sensores piezoelétricos, o declive do *drift* altera. Contudo, posteriormente mantém-se constante ainda que a pressão seja incrementada ou mesmo que cesse a aplicação de pressão. Assim, tornou-se necessário adotar uma nova metodologia para correção do *drift* que consiste na utilização do valor do declive do *drift* em pressão nula no final do ensaio para corrigir todo o sinal

79

adquirido em função do tempo. Os resultados mostraram ainda que a aquisição das diferentes velocidades em ficheiros independentes (ensaio passo a passo) permite obter valores de pressão mais precisos, pois neste caso cada velocidade tem a sua correspondente correção do *drift*.

Com os ensaios de reometria de fenda foi possível obter uma curva de calibração dos transdutores piezoelétricos tendo como referência os valores obtidos pelos transdutores de pressão convencionais. Verificou-se ainda que esta curva praticamente se sobrepõe à curva de calibração obtida pelo calibrador de pressão. Estes resultados são positivos porque apesar das curvas terem sido obtidas em condições diferentes (temperatura e forma de aplicação da pressão), assumem declives muito semelhantes. Consequentemente as curvas de fluxo obtidas para o LDPE a 150 °C, através da conversão da voltagem em pressão com as duas retas de calibração diferentes, apresentam valores de viscosidade de corte muito semelhantes e coincidentes com a viscosidade obtida com os transdutores convencionais (exceto na taxa de corte mais baixa). Constatou-se ainda que a curva de fluxo obtida por reometria capilar é muito semelhante às obtidas por reometria de fenda. Estes resultados são promissores, dado que indicam que os sensores piezoelétricos podem ser utilizados na caracterização reológica de polímeros fundidos e consequentemente na monitorização do processo de extrusão.

# Capítulo 7

Sugestões para Trabalhos Futuros

Com o objetivo de dar continuidade ao presente estudo, para uma melhor clarificação do comportamento dos transdutores piezoelétricos, sugerem-se as seguintes propostas para trabalhos futuros:

- Prosseguir com os ensaios de reometria de fenda de modo a estudar o efeito da aplicação de diferentes temperaturas no LDPE e da utilização de diferentes materiais nas retas de calibração;
- Produzir curvas de fluxo com diferentes materiais e comparar os valores obtidos pelos piezoelétricos com os dos convencionais de forma a averiguar se as caracterizações reológicas de outros materiais são aceitáveis;
- Acoplar a fieira à mini-extrusora do DEP e realizar estudos com diferentes materiais e temperaturas por forma a verificar se os resultados obtidos são igualmente plausíveis;
- Aquisição de novos transdutores piezoelétricos menos suscetíveis a ruído.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- [1] Chen, S.J., *Plastics Design & Processing*. 1975.
- [2] Chokshi, R. and H. Zia, *Hot-melt extrusion technique: a review*. Iranian Journal of Pharmaceutical Research, 2010: p. 3-16.
- [3] Rauwendaal, C., *Polymer extrusion*. 2nd ed. 1990, Munich.
- [4] Rosato, D.V., *Extruding Plastics: A practical processing handbook*. 1998, Chapman & Hall: London.
- [5] Chung, C.I., *Extrusion of polymers*. Theory and Practice, 2000.
- [6] Rauwendaal, C. and F. Fernandez, *Experimental study and analysis of a slit die viscometer*. Polymer Engineering & Science, 1985. **25**(12): p. 765-771.
- [7] Infante, R., *Utilization of Pressure Transducers for Improved Control of the Extrusion Process*. 1988, Antec. p. 193-196.
- [8] Dynisco, *Melt Pressure Measurement: Environmental Effects*. 2016.
- [9] Rahim, W., *Plastics Engineering*. 1979.
- [10] Rauwendaal, C., Understanding extrusion. 1998: Hanser.
- [11] Brydson, J.A., *Principles of plastics extrusion*. cop. 1973, London.
- [12] Whelan, J.G.a.T., *The Dynisco Extrusion Processors Handbook*. 2nd ed.
- [13] Introduction to Melt Pressure Transducers. Tempco. p. 12-23.
- [14] Alig, I., et al. Combination of NIR, Raman, Ultrasonic and Dielectric Spectroscopy for In-Line Monitoring of the Extrusion Process. in Macromolecular symposia. 2005. Wiley Online Library.
- [15] Berzin, F., A. Tara, and L. Tighzert, *In-line measurement of the viscous behaviour of wheat starch during extrusion. Application to starch cationisation.* Applied Rheology, 2007. **17**(2): p. 21222-25110.
- [16] Chalamet, Y. and M. Taha, *In-line residence time distribution of dicarboxylic acid oligomers/dioxazoline chain extension by reactive extrusion*. Polymer Engineering & Science, 1999. **39**(2): p. 347-355.
- [17] Wang, Y., et al., *In-line monitoring of the thermal degradation of poly (I-lactic acid) during melt extrusion by UV–vis spectroscopy*. Polymer, 2008. **49**(5): p. 1257-1265.
- [18] Alberto Gomes de Castro, J.A.C., António Correia Diogo, *Reologia e suas aplicações industriais*. D.L. 2001, Lisboa.
- [19] Collyer, A.A., *Techniques in rheological measurement* 1993, London.
- [20] Macosko, C.W., *Rheology : principles, measurements, and applications*. 1994, New York.
- [21] Bagley, E., *End corrections in the capillary flow of polyethylene*. Journal of Applied Physics, 1957. **28**(5): p. 624-627.
- [22] Mitsoulis, E., et al., *Sensitivity analysis of the Bagley correction to shear and extensional rheology*. Rheologica acta, 1998. **37**(5): p. 438-448.
- [23] Barnes, H.A., An introduction to rheology. 1989, Amsterdam.
- [24] C. Mercier, P.L., J. M. Harper, *Extrusion cooking*. cop. 1989, Minnesota.
- [25] Morrison, F.A., *Understanding rheology*. 2001, New York.
- [26] [cited 2017 2 March ]; Available from: http://www.pcemedidores.com.pt/sistemas/transdutores-de-pressao.htm.
- [27] [cited 2017 2 March]; Available from: http://br.omega.com/prodinfo/transdutores-depressao.html.
- [28] Neves, F.J.R., C.V.S. Villa, and J.d.S. Vianna, *Análise de um Modelo para Calibração Dinâmica de Transdutores de Pressão*. Universidade de Brasília, 10p, 2000.
- [29] Garg, D. [cited 2017 6 March]; Available from: https://www.slideshare.net/MANMEET2591/strain-gauges.

[30] JAC Chapman, E., Comparative look at strain gauge and piezoeletric sensors. 2013, Electricity+Control

- [31] Available from: http://www.ques10.com/p/6471/explain-working-of-strain-gauge-and-alsodraw-the-/.
- [32] DeKerf., I.P.a.T., in SPE ANTEC. 1978.
- [33] Katzir, S., *The discovery of the piezoelectric effect.* Archive for history of exact sciences, 2003.57(1): p. 61-91.
- [34] Digilent. [cited 2017 13 March]; Available from: https://learn.digilentinc.com/Documents/139.
- [35] Gautschi, D.-I.E.G., *Piezoelectric sensors*, in *Piezoelectric Sensorics*. 2002, Springer. p. 73-91.
- [36] Jaffe, B., *Piezoelectric ceramics*. Vol. 3. 2012: Elsevier.
- [37] Repas, R. *Sensor Sense: Piezoelectric Force Sensors*. 2008 [cited 2017 13 March]; Available from: http://machinedesign.com/sensors/sensor-sense-piezoelectric-force-sensors.
- [38] Smar. [cited 2017 13 March]; Available from: http://www.smar.com/brasil/artigotecnico/sensores-de-pressao.
- [39] Ciberphysics.co.uk. *The piezoelectric effect*. 2017; Available from: http://www.cyberphysics.co.uk/topics/medical/Ultrasound/piezoElectric.html.
- [40] DDPIZO. *Efeito Piezoelétrico*. 2016; Available from: https://ddpizo.wordpress.com/2016/04/25/efeito-piezoeletrico/.
- [41] Engenharia, C. *Efeito Piezoelétrico*. 2016; Available from: http://blog.ciclo.eng.br/efeitopiezoeletrico/.
- [42] de Transportes, D.d.T. and M.G. Rubio, *Curso de Introdução à Instrumentação em Engenharia Módulo Básico.*
- [43] França, F.A., Instrumentação e Medidas: grandezas mecânicas. UNICAMP. Campinas, 2007.
- [44] Kistler, *Instruction Manual Multi-Channel Amplifier Type 5155A*, K. Group, Editor. 2012: Eulachstrasse.
- [45] Eletrical4u. 2011-2017 [cited 2017 14 March]; Available from: https://www.electrical4u.com/piezoelectric-transducer/.
- [46] Gautschi, G., *Piezoelectric Sensorics: Force Strain Pressure Acceleration and Acoustic Emission* Sensors Materials and Amplifiers. 2013: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [47] Denn, M.M., *Extrusion instabilities and wall slip.* Annual Review of Fluid Mechanics, 2001.**33**(1): p. 265-287.
- [48] El Kissi, N. and J. Paiu, *The different capillary flow regimes of entangled polydimethylsiloxane polymers: macroscopic slip at the wall, hysteresis and cork flow*. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 1990. **37**(1): p. 55-94.
- [49] El Kissi, N. and J. Piau, Adhesion of linear low density polyethylene for flow regimes with sharkskin. Journal of Rheology, 1994. **38**(5): p. 1447-1463.
- [50] El Kissi, N., J.-M. Piau, and F. Toussaint, *Sharkskin and cracking of polymer melt extrudates.* Journal of non-newtonian fluid mechanics, 1997. **68**(2-3): p. 271-290.
- [51] Wang, S.-Q., *Molecular transitions and dynamics at polymer/wall interfaces: origins of flow instabilities and wall slip.* Polymers in Confined Environments, 1999: p. 227-275.
- [52] Wang, S.Q., P.A. Drda, and Y.W. Inn, *Exploring molecular origins of sharkskin, partial slip, and slope change in flow curves of linear low density polyethylene.* Journal of Rheology, 1996.
  **40**(5): p. 875-898.
- [53] Den Doelder, J., et al., *Pressure oscillations and periodic extrudate distortions of long-chain branched polyolefins.* Journal of Rheology, 2005. **49**(1): p. 113-126.
- [54] Filipe, S., et al., Evaluation of melt flow instabilities of high-density polyethylenes via an optimised method for detection and analysis of the pressure fluctuations in capillary rheometry. Applied Rheology, 2009. **19**(2): p. 23345.

E+C Spot On.

- [55] Kádár, R., I.F. Naue, and M. Wilhelm, *First normal stress difference and in-situ spectral dynamics in a high sensitivity extrusion die for capillary rheometry via the 'hole effect'*. Polymer, 2016. **104**: p. 193-203.
- [56] Naue, I.F., R. Kádár, and M. Wilhelm, *A new high sensitivity system to detect instabilities during the extrusion of polymer melts*. Macromolecular Materials and Engineering, 2015. **300**(11): p. 1141-1152.
- [57] Palza, H., et al., Correlation between polyethylene topology and melt flow instabilities by determining in-situ pressure fluctuations and applying advanced data analysis. Polymer, 2010.
  51(2): p. 522-534.
- [58] Palza, H., et al., *On-line detection of polymer melt flow instabilities in a capillary rheometer.* KGK. Kautschuk, Gummi, Kunststoffe, 2010. **63**(10): p. 456-461.
- [59] Palza, H., I.F. Naue, and M. Wilhelm, *In situ pressure fluctuations of polymer melt flow instabilities: experimental evidence about their origin and dynamics.* Macromolecular rapid communications, 2009. **30**(21): p. 1799-1804.
- [60] Hilliou, L., et al., *Increasing the force torque transducer sensitivity of an RPA 2000 by a factor* 5–10 via advanced data acquisition. Rubber chemistry and technology, 2004. **77**(1): p. 192-200.
- [61] Teixeira, P.F., et al., Assessing the practical utility of the hole-pressure method for the in-line rheological characterization of polymer melts. Rheologica Acta, 2013. **52**(7): p. 661-672.
- [62] Van Dusschoten, D. and M. Wilhelm, *Increased torque transducer sensitivity via oversampling*. Rheologica acta, 2001. **40**(4): p. 395-399.
- [63] Wilhelm, M., *Fourier-transform rheology*. Macromolecular materials and engineering, 2002.287(2): p. 83-105.
- [64] Wilhelm, M., P. Reinheimer, and M. Ortseifer, *High sensitivity Fourier-transform rheology*. Rheologica Acta, 1999. **38**(4): p. 349-356.

### **ANEXOS**



Anexo A- Reta de Calibração do Transdutor Convencional 1.

Anexo B- Reta de Calibração do Transdutor Convencional 2.



Anexo C- Curva de Fluxo LDPE a 150 °C, sendo as voltagens dos piezoelétricos convertidas em MPa através da expressão dada pelo manual (Eq. 10).

