# DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE PROPRIEDADES TÉRMICAS DO PVC (POLYCLOROETHYLENE) USANDO SOMENTE UMA SUPERFÍCIE DE ACESSO

Sandro M. M. de Lima e Silva – metrevel@mecanica.ufu.br Gilmar Guimarães – gguima@mecanica.ufu.br Universidade Federal de Uberlândia, Faculdade de Engenharia Mecânica, Campus Santa Mônica, CEP: 38400-089 - Uberlândia, MG, Brasil

**Resumo.** Nesse trabalho descreve-se um método experimental para a determinação da difusividade térmica,  $\alpha$ , e da condutividade térmica,  $\lambda$  do PVC (Polycloroethylene). Esse método é especialmente adequado a medição de propriedades térmicas in situ, uma vez que os sinais adquiridos de temperatura e fluxo de calor são provenientes de somente uma superfície de acesso. Duas funções objetivos distintas são usadas para a determinação dessas propriedades. Uma função objetivo de fase definida a partir da correlação entre os sinais de temperatura e xperimental e teórico no domínio da frequência é usada para a determinação de  $\alpha$ . Uma outra função objetivo de mínimos quadrados entre os sinais de temperatura experimental e teórico no domínio do tempo é usada para a determinação de  $\lambda$ . Na minimização dessas duas funções objetivos é usado como procedimento de busca a técnica seqüencial de otimização sem restrição BFGS, juntamente com os métodos combinados de resultados para o método proposto também é feita a partir de resultados obtidos da determinação de  $\alpha \in \lambda$  usando-se respectivamente os métodos flash e da placa quente compensada.

**Palavras-chave:** Estimação de parâmetros, Medição de propriedades térmicas, Condução de calor, Problemas inversos, Otimização.

# 1. INTRODUÇÃO

A determinação de propriedades térmicas como a difusividade térmica,  $\alpha$ , condutividade térmica,  $\lambda$ , é extremamente importante quando se trata do uso de novos materiais, especialmente materiais isolantes. A obtenção dessas propriedades é imprescindível em qualquer cálculo de isolamento. Nesse sentido, várias métodos experimentais têm sido propostos para a determinação dessas propriedades. Entretanto, esse número diminui bastante quando se deseja obter essas propriedades simultaneamente. Um método que tem sido muito usado na determinação simultânea de propriedades térmicas é o método de estimação de parâmetros. Esse método consiste na minimização de uma função objetivo definida a partir de sinais de temperatura experimentais e calculadas em relação as propriedades térmicas desconhecidas (Beck & Arnold, 1977). Todavia, o maior problema desse método reside na busca de regiões onde o comportamento entre os coeficientes de sensibilidade sejam

linearmente independentes, permitindo assim, a determinação simultânea das propriedades térmicas. A busca de um método que possa obter simultaneamente as propriedades térmicas de forma não destrutiva é outra restrição quanto ao uso dos métodos experimentais existentes. Nesse caso, os artigos relacionados ao método flash (Parker et al., 1961) ou o desenvolvido por Guimarães et al., (1995) podem ser citados. Em ambos os trabalhos o fluxo de calor é aplicado na superfície frontal. O método flash usa ainda a medição de temperatura na superfície oposta à imposição de calor, enquanto o método desenvolvido por Guimarães et al. (1995) usa a medição de temperatura nas superfícies frontal e oposta. No entanto, no método flash somente a difusividade térmica pode ser obtida com grande precisão. A incerteza na obtenção de  $\lambda$  se deve a dificuldade da obtenção do fluxo de calor imposto na superfície. Já o método proposto por Guimarães et al., (1995) mostrou-se adequado para a determinação de  $\alpha$ e  $\lambda$  de polímeros. Em ambos esses métodos as duas superfícies da amostra devem ser usadas, o que normalmente não é possível quando deseja-se obter essas propriedades em meios já construídos (e. g. edificações). Cabe salientar que a maioria dos meios existentes têm somente uma superfície de trabalho. Ou seja, apenas uma superfície onde se deve submeter a excitação térmica para o estabelecimento do problema térmico e, ainda, serem feitas as aquisições dos dados experimentais de temperatura e fluxo de calor (determinação de propriedades térmicas in situ). Essa é outra restrição que representa uma limitação nos métodos experimentais existentes, acarretando, em sua maioria a determinação de somente uma propriedade térmica. Como por exemplo a determinação de  $\alpha$  por Balageas (1989). O estudo e o desenvolvimento de um método experimental transiente que obtenha simultaneamente  $\alpha$  e  $\lambda$  usando somente uma superfície de acesso é o objetivo e a principal contribuição desse trabalho. *Dowding et al.* (1996) e Lima e Silva et al. (1998) têm trabalhado nesse sentido. Entretanto, para obtenção das propriedades de forma simultânea Dowding et al. (1996) necessitam que as posições dos termopares devam ser conhecidas com exatidão, especialmente na região de aquecimento, onde altas temperaturas existem, sendo também muito difícil de alinhar o aquecedor de mica junto com os termopares. Uma outra limitação desse método é que ele não pode ser usado em campo devido a dificuldade de se instrumentar o material. Por sua vez Lima e Silva et al. (1998) usam duas funções objetivos para a obtenção das propriedades. Uma função objetivo de correlação usada para a determinação de  $\alpha$  e outra função objetivo de mínimos quadrados usada para a determinação de  $\lambda$ . Porém, o valor obtido de  $\alpha$  nesse trabalho para o Polymethylmethacrylate apresenta uma grande dispersão quando comparado com o valor fornecido para o mesmo material por Miller & Kotlar (1993). Propõe-se nesse trabalho uma metodologia para a obtenção simultânea de  $\alpha$  e  $\lambda$  em uma amostra de PVC. Para isso constroi-se uma função objetivo de fase calculada a partir da correlação entre os sinais de temperatura experimental e o previsto no modelo no domínio da frequência. A obtenção de uma correlação perfeita entre esses sinais pode ser apresentada como sendo uma função exclusiva da difusividade térmica, fornecendo, dessa forma um caminho para a sua estimação. A consequente estimação de  $\lambda$  se dá através da definição de uma função objetivo de erro quadrático entre os sinais experimental e teórico de temperatura. Para a minimização dessas funções objetivos o algoritmo seqüencial de otimização sem restrição Broydon-Fletcher-Goldfarb-Shanno (BFGS) foi usado para o cálculo da direção de busca. Nas buscas unidimensionais visando precisão e confiabilidade, optou-se pelo uso combinado dos métodos da seção Áurea e de aproximação polinomial (Vanderplaats, 1984). Cabe salientar que não existe nenhum método transiente normalizado para a obtenção simultânea de  $\alpha$  e  $\lambda$ , sendo esse trabalho mais uma contribuição para o aperfeiçoamento desses métodos. Além disso a implementação, o desenvolvimento e a solidificação desse método de medição é importante não só do ponto de vista da medição de propriedades em si como procura suprir, em parte, a carência dos métodos experimentais em laboratórios capazes da identificação de materiais em campo.

#### 2. APARATO EXPERIMENTAL



Figura 1 – Aparato experimental

Apresenta-se na Fig. (1) a bancada experimental projetada para a obtenção das condições de contorno necessárias para o desenvolvimento do modelo térmico e consequente obtenção das propriedades térmicas  $\alpha e \lambda$  do PVC. O método envolve a aplicação de um fluxo de calor uniforme e unidimensional a um tempo inicial, t = 0, na superfície superior da amostra, x = 0, inicialmente a uma temperatura constante,  $T_0$ . O fluxo de calor aplicado na superfície frontal da amostra é gerado por um aquecedor resistivo, revestido externamente com borracha de silicone com dimensões laterais de 305 x 305 mm e 1,4 mm de espessura e especificações de potência e tensão máxima 720 W e 120 V, respectivamente, fabricado pela Watlow Eletric Mfg Co. O fluxo de calor aplicado na superfície superior,  $\phi_1$ , é medido por um transdutor de fluxo de calor de dimensões 50 x 50 mm, espessura 0,1 mm e constante de tempo inferior a 10 ms desenvolvido pelo Cresmat (Centre de Recherche en Science des Materiaux e Techniques de Construction da Universidade de Lille, França (Leclerg & Thery, 1983) previamente calibrado no laboratório de transferência de calor e massa (LTCM). O transdutor é baseado no conceito de termopilha tendo sido desenvolvido por integração de múltiplas junções termoelétricas (feitas por deposição eletrolítica) numa lâmina condutora. A evolução da temperatura na superfície é medida através de um termopar de superfície do tipo K, também previamente calibrado. Utiliza-se uma borracha de silicone de dimensões 305 x 305 x 3 mm para preenchimento das bolsas de ar existentes entre o aquecedor e a amostra na região fora de contato com o transdutor e o termopar, para a obtenção de um melhor contato térmico. Os sinais de temperatura e fluxo de calor são adquiridos usando-se o sistema de aquisição de dados HP Series B 75000 (Data acquisition / Control Unit) com voltímetro E1326B.

## 3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

#### 3.1 Modelo teórico de temperatura

Apresenta-se na Fig. (2) o esquema do problema térmico proposto, que representa as condições obtidas pelo aparato experimental. Ou seja, uma amostra homogênea de espessura L e temperatura inicial  $T_0$  é sujeita a um fluxo de calor transiente e unidimensional,  $\phi_1(t)$ , num instante t = 0, na superfície frontal enquanto a superfície oposta é mantida isolada



Figura 2 – Amostra sujeita a uma evolução de um fluxo de calor

A solução do problema térmico representado pela Fig. (2) pode ser obtida através do uso das funções de Green (Lima e Silva & Guimarães, 1996). Nesse caso, a solução de temperatura na superfície frontal  $\theta(0,t)$  pode ser escrita como sendo

$$\theta_{1}(t) = \theta(0,t) = \frac{\alpha}{\lambda L} \int_{0}^{t} \phi_{1}(\tau) \,\mathrm{d}\tau + \frac{2\alpha}{\lambda L} \sum_{m=1}^{\infty} e^{-\beta_{m}^{2} \,\alpha t} \int_{0}^{t} e^{\beta_{m}^{2} \alpha \tau} \phi_{1}(\tau) \,\mathrm{d}\tau \,, \tag{1}$$

onde  $\beta_m$  são os autovalores definidos por  $\beta_m = \frac{m\pi}{L}$ , com  $m = 1, 2, 3...\infty$ . Nesse trabalho as

integrais são resolvidas numericamente usando-se o conceito do teorema de convolução e de transformada discreta de Fourier. O uso desses teoremas permitem uma maior flexibilidade na obtenção da solução da Eq. (1), uma vez que não existe qualquer dificuldade adicional caso a evolução do fluxo de calor seja alterada em sua forma.

#### 3.2 Função objetivo de fase



Figura 3 – Sistema dinâmico tipo entrada/saída

Para a construção da função objetivo de fase, utiliza-se o princípio de um sistema dinâmico tipo entrada/saída para o cálculo da correlação no domínio da frequência (Fig. 3). Nesse caso aplica-se o teorema de convolução no sistema da Fig. (3) e obtém-se H(f) pela simples divisão dos sinais de entrada e saída

$$H(f) = \frac{Y(f)}{X(f)},\tag{2}$$

onde X(f) e Y(f) são determinados numericamente a partir da transformada rápida de Fourier (FFT) (Bendat & Piersol, 1986) nos sinais de temperatura experimental e calculado pela Eq. (2). Multiplica-se X(f) e Y(f) pelo conjugado complexo, obtendo-se

$$H(f) = \frac{Y(f)X^{*}(f)}{X(f)X^{*}(f)} = \frac{S_{xy}(f)}{S_{xx}(f)},$$
(3)

onde  $S_{xy}$  e  $S_{xx}$  representam as funções densidade espectral cruzada de X(t) e Y(t) e densidade autoespectral de X(t), respectivamente. Uma vez que H(f) é complexa, a estimação dos parâmetros pode ser feita no módulo e na fase. Nesse trabalho somente a fase foi usada para a determinação de  $\alpha$ . Assim, a partir da definição de ângulo de fase (Bendat & Pierson, 1986) tem-se

$$\psi(f) = \operatorname{arctang}(\operatorname{Im}(S_{xy}(f))/\operatorname{Re}(S_{xy}(f))), \tag{4}$$

Pode-se observa-se, a partir de uma análise paramétrica da Eq. (4), que o ângulo de fase não sofre nenhuma variação com  $\lambda$ . Nesse sentido, determina-se  $\alpha$  através da minimização da função objetivo de fase dada pela expressão

$$S_{\psi} = \sum_{i}^{Nf} \psi(f)^2, \tag{5}$$

onde Nf é o número total de pontos no domínio da frequência.

#### 3.3 Função objetivo de mínimos quadrados

Uma vez obtida a difusividade térmica, verifica-se na Eq. (1) que o único parâmetro remanescente a ser estimado é a condutividade térmica. Nesse trabalho,  $\lambda$ , é então obtido através da definição de uma função erro de mínimos quadrados, dada pelo quadrado da diferença entre os sinais de temperatura experimental e os previstos no modelo, ou seja,

$$S_{mq} = \sum_{j=1}^{Nt} [\theta_{e1}(j) - \theta_1(j)]^2 , \qquad (6)$$

onde *j* representa o tempo discreto e *Nt* o número total de pontos medidos.

A Escolha desse procedimento se deve a grande sensibilidade da função erro quadrático em relação a  $\lambda$ , apresentada na próxima seção.

## 4. ANÁLISE DE RESULTADOS

Nesta seção apresenta-se uma análise dos resultados obtidos para a estimação de  $\alpha$  e  $\lambda$  para uma amostra de Polychloroethylene (PVC), com 305 x 305 x 50 mm de dimensões. Foram realizados 50 experimentos sendo adquirido 4096 pontos com um intervalo de medição de 0,8793 s. O tempo de duração do aquecimento foi de aproximadamente de 150 s com um pulso de calor gerado da ordem de 40 V (DC). Apresenta-se nas Figs. (4 e 5) respectivamente os sinais típicos de fluxo de calor e temperatura aplicados na superfície da amostra do PVC.



Figura 4 – Fluxo de calor experimental,  $\phi_1$ , aplicado na superfície da amostra em x = 0



Figura 5 – Evolução típica de um sinal de temperatura experimental,  $\theta_{e1}$ 

Apresenta-se na Fig. (6) a evolução da função objetivo de fase,  $S_{\psi}$ , em função de diferentes valores de  $\alpha$ , indicando a sensibilidade da variação de  $\alpha$  na função  $S_{\psi}$ . Observa-se dessa forma na Fig. (6), a existência do valor ótimo de  $\alpha$  que minimiza a função objetivo de fase. Para assegurar que  $\lambda$  não influência na função objetivo de fase, calcula-se  $S_{\psi}$  para valores de  $\lambda$  de 0.1 W/m.K  $\leq \lambda \leq 0.3$  W/m.K (Fig. 7).



Figura 6 – Função Objetivo,  $S_{\psi}$ , em função de  $\alpha$ 



Figura 7 – Função Objetivo,  $S_{\psi}$ , em função de  $\lambda$ 

Determinada a difusividade térmica, o mesmo conjunto de experimentos recebe, como anteriormente descrito, um novo tratamento de dados para a obtenção de  $\lambda$ . Conforme foi feito para a função objetivo de fase, apresenta-se na Fig. (8) a evolução da função objetivo  $S_{mq}$  em função de diferentes valores  $\lambda$ . Analogamente fica caracterizado a existência do valor ótimo de  $\lambda$  que minimiza a função objetivo  $S_{mq}$ . Salienta-se que nessa figura  $S_{mq}$  é apresentada em escala logarítmica.



Figura 8 – Função Objetivo,  $S_{mq}$ , em função de  $\lambda$ 

A Tabela (1) apresenta o valor médio estimado de  $\alpha$  para os 50 experimentos e os dados estatísticos de sua estimação para o PVC. Na Tabela (2) apresenta-se o valor médio estimado de  $\lambda$ . Para a minimização das duas funções objetivos (Eqs. 5 e 6) utiliza-se a técnica seqüenciail de otimização BFGS (Vanderplaats, 1984). Para essa técnica é usado o pacote de otimização Design Optimization Tools (DOT) (Vanderplaats, 1995). O uso do método BFGS para o obtenção de  $\alpha$  e  $\lambda$  consolida as técnicas de otimização sem restrições usadas anteriormente por Lima e Silva *et al.*, (1999) para a obtenção de propriedades térmicas. Cabe salientar que nesse trabalho somente a técnica de otimização BFGS é usada. Uma vez que o uso das técnicas sequenciais de otimização sem restrições DFP e Fletcher-Reeves usadas anteriormente por Lima e Silva *et al.*, (1999) apresentam resultados bem semelhantes para  $\alpha$  e  $\lambda$  quando comparado com os valores obtidos pelo método BFGS.

Tabela 1 – Dados estatísticos para o valor médio estimado da difusividade térmica,  $\alpha$ , valor inicial de  $\alpha = 1.0 \text{ x} 10^{-08} \text{ m}^2/\text{s}.$ 

$\alpha$ (m <sup>2</sup> /s)	$S_{\psi}$ inicial	$S_{\psi}$ final	σ
1,318 x 10 <sup>-07</sup>	11,294 x 10 <sup>-03</sup>	7,772 x 10 <sup>-07</sup>	0,0166 x 10 <sup>-07</sup>

Tabela 2 – Dados estatísticos para o valor médio estimado da condutividade térmica,  $\lambda$ , valor inicial de  $\lambda = 0.01$  W/mK.

$\alpha$ (m <sup>2</sup> /s)	$\lambda$ ( W/mK)	$S_{mq}$ inicial (K <sup>2</sup> )	$S_{mq}$ final (K <sup>2</sup> )	σ
$1,318 \ge 10^{-07} \pm 0,0166$	0,156	1,227 x 10 <sup>7</sup>	0,4997x 10 <sup>02</sup>	0,00172

Na Tabela (3) apresenta-se um resumo da estimação de  $\alpha$  e  $\lambda$  para os 50 experimentos. Nessa tabela, também são apresentados o valor médio da difusividade térmica para 50 experimentos usando o método flash (Degiovanni & Laurent, 1986) e o valor médio da condutividade térmica usando o método da placa quente compensada (ISO 8302). Esses métodos experimetais foram usados para a obtenção de valores de referência para  $\alpha$  e  $\lambda$ . Ambos os métodos são reconhecidos e consagrados em suas aplicações específicas. Ressalta-se que o material Polychloroethylene (PVC) foi escolhido devido às suas carcterísticas não condutoras (permitindo o uso da placa quente compensada) e não transparentes (permitindo o uso do método flash), (Lima e Silva, 2000).

Tabela 3 – Resumo da estimação de  $\alpha$  e  $\lambda$  para a amostra de PVC

$\alpha$ (m <sup>2</sup> /s)	$\alpha$ (m <sup>2</sup> /s) (Método Flash)	Erro (%)	$\lambda$ ( W/mK)	$\lambda$ ( W/mK) (Placa Quente)	Erro (%)
$1,318 \ge 10^{-07} \pm 1,3 \%$	$1,28 \ge 10^{-07} \pm 3,1 \%$	2,97	0,156 ± 1,10%	$0,157 \pm 2.0\%$	0,63

Observa-se na Tabela (3) a baixa dispersão para os valores estimados de  $\alpha$  e  $\lambda$  se comparados com aos valores de referência. O menor desvio encontrado para o valor da condutividade térmica, pode ser creditado a maior sensibilidade da função erro quadrático  $S_{mq}$  em relação a  $\lambda$ . Entretanto, a obtenção de  $\alpha$  com uma dispersão inferior a 3,0 % representa um resultado altamente satisfatório, indicando a adequacidade de sua obtenção no domínio da frequência.

## 5. CONCLUSÕES

O método desenvolvido nesse trabalho usa uma combinação entre o domínio da frequência e o domínio do tempo e tem se mostrado adequado para a obtenção simultânea da difusividade térmica e condutividade térmica de materiais não metálicos a partir de dados de fluxo de calor e temperatura na superfície frontal do meio investigado. A determinação de  $\alpha$  de forma independente no domínio da freqência é a principal vantagem desse método.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e a FAPEMIG pelo apoio financeiro.

# REFERÊNCIAS

- Balageas, D. L., 1989, Thermal diffusivity measurement by pulsed methods, High Temperature-High Pressures, Vol. 21, pp. 85-96.
- Beck, J. V. e Arnold, K. J., Parameter estimation in engineering and science, John Wiley and Sons Inc., New York, 501 p. 1977.
- Bendat, J. S. & Piersol, A. G., 1986, Analysis and measurement procedures, Wiley-Intersience, 2° ed., USA, 566 p.
- Degiovanni, A. & Laurent, M., 1986, Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité thermique, Revue de Physique Appliquée, vol. 21, pp. 229-237, Mars.
- Dowding, K. J., Beck, J. V. & Blackwel, B. F., 1996, Estimation of directional-dependent thermal properties in a carbon-carbon composite, Int. J. of Heat and Mass Transfer, vol. 39, n. 15, pp. 3157-3164.

- Guimarães, G., Philippi, P. C. & Thery P., 1995, Use of parameters estimation method in the frequency domain for the simultaneous estimation of thermal diffusivity and conductivity, Review of Scientific Instruments, vol. 66, n. 3, pp. 2582-2588.
- Iso 8302, Determinação da resistência térmica e das propriedades em regime permanente pelo método da placa quente compensada, Norma Internacional.
- Leclerq, D. & Thery, P., 1983, Apparatus for simultaneous temperature and heat-flow measurements under transient conditions, Review of Scientific Instruments, vol. 54, pp. 374-380.
- Lima e Silva, S. M. M. & Guimarães, G., 1996, Um novo método para estimação simultânea de propriedades térmicas in situ, Proc. VI ENCIT, Novembro, pp. 1742-1752.
- Lima e Silva, S. M. M., Duarte, M. A. V. & Guimarães, G., 1998, A correlation function for thermal properties estimation applied to a large thickness sample with a single surface sensor, Review of Scientific Instruments, vol. 69, n. 9, pp. 3290-3297.
- Lima e Silva, S. M. M., Guimarães, G., Steffen, Jr. V. & Duarte, M. A. V., 1999, The application of optimization techniques for thermal properties identification, Proc. VI PACAM, Janeiro, pp. 27-30.
- Lima e Silva, S. M. M., 2000, Relatório Técnico, Doutorado sanduíche, CNPq/UFU-LTCM/INSA-CETHIL, Processo n. 201189/97-6.
- Miller, M. S. & Kotlar A. J., 1993, "Technique for measuring thermal diffusivity/conductivity of small thermal-insulator specimens", Review Scientific Instruments, vol. 64, n. 7, pp. 2954-2960.
- National Physical Laboratory, 1991, Certificate of calibration, Thermal conductivity of a pair perspex specimens, Reference 1231/90/024, England.
- Parker, W. J., Jenkins, R. J., Butler, C. P. & Abbot, G. L., 1961, Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity, Journal of Applied Physics, vol. 32, n. 9, pp. 1679-1684.
- Vanderplaats G. N., 1984, Numerical optimization techniques for engineering design, McGraw-Hill, New York, USA, 350 p.
- Vanderplaats G. N., 1995, Design optimization tools, Vanderplaats Research & Development, Inc., Colorado Springs.

## THERMAL PROPERTIES DETERMINATION OF A POLYCHLOROETHYLENE SAMPLE USING ONLY ONE ACTIVE SURFACE

Abstract. This work describes an experimental technique for determining simultaneously the thermal diffusivity and thermal conductivity of the Polychloroethylene (PVC). This technique uses experimental data from one of the same samples surfaces. It means that the imposing heat flux and the temperature response are measured at the same surface of the sample. Two objective functions using experimental and calculated temperature are defined. An objective function representing the eigenvalue phase angle is used to determine the thermal diffusivity, while a least square error function is used for the thermal conductivity estimation. The sequential unconstrained optimization technique BFGS, is used to calculate the search direction. In each case the golden section method is used in the one-dimensional search, followed by a polynomial approximation. A comparison with the flash method and guarded hot plate method gives a deviation of 2,97 % and 0,63 % for thermal diffusivity and thermal conductivity respectively.

*Key-words:* Parameter estimation, Thermal properties measurements, Heat conduction, Inverse problem, Optimization.