

4 Resultados de Calibração, Medição e Incerteza de Medição

4.1. Resultados da calibração do padrão de transferência

Os resultados da calibração do padrão de transferência (item 3.4.2) realizado no Laboratório de Pirometria Lapir do Inmetro, já estão corrigidos e com sua incerteza de medição (item 3.4.2.2) determinada de acordo com o ISO-GUM[25].

Tabela 1- Resultados da Calibração do Padrão de Transferência

	Ponto de Calibração [°C]	Valor Verdadeiro Convencional [°C]	Leitura do Objeto da Calibração [°C]	Erro Sistemático [°C]	$u_{calibração}$ (k=2) [°C]
Primeira etapa	800	801,9	798	-3,9	±2,1
	850	851,7	848	-3,7	±2,1
	900	899,9	896	-3,9	±2,1
	950	948,4	944	-4,4	±2,1
	1000	999,0	995	-4,0	±2,1
	1050	1047,1	1042	-5,1	±2,4
Segunda etapa	1100	1097,3	1093	-4,3	±2,4
	1150	1146,4	1142	-4,4	±2,4
	1200	1196,3	1191	-5,3	±2,4
	1250	1247,1	1242	-5,1	±2,7
	1300	1297,1	1292	-5,1	±2,7
	1350	1347,9	1342	-5,9	±2,7
	1400	1398,5	1393	-5,5	±2,7
	1450	1449,3	1444	-5,3	±2,7
	1500	1499,7	1495	-4,7	±2,7

Colocando-se em um gráfico os resultados experimentais da tabela 1, Fig.48, determina-se o polinômio interpolador que melhor representa os resultados experimentais através do método dos mínimos quadrados. Temos que:

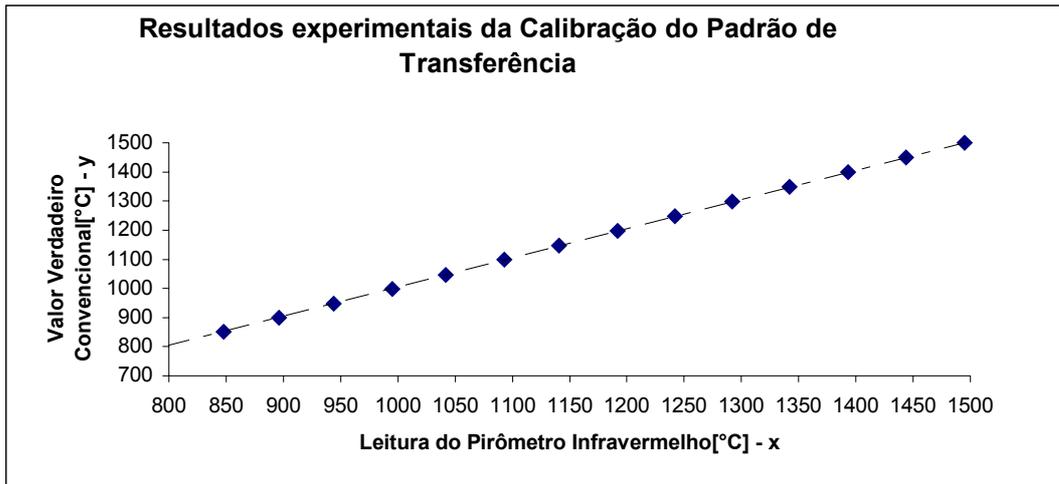


Figura 48 – Ajuste dos resultados experimentais de calibração.

O polinômio interpolador é:

$$y = 1,0024 \cdot x + 1,9650 \quad (49)$$

$$R^2 = 0,9999$$

4.2. Resultados do procedimento de calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização na INB “objeto da calibração”

Tabela 2- Temperatura do Circuito 1,2 e 3 medida com o padrão de transferência na temperatura nominal de operação do forno de sinterização 1750°C

Leitura	Cicuito 1 [°C]	Circuito 2 [°C]	Circuito 3 [°C]
1	1751	1753	1750
2	1751	1753	1750
3	1751	1753	1750
4	1751	1753	1750
5	1751	1753	1750
6	1752	1753	1750
7	1751	1752	1751
8	1751	1753	1750
9	1751	1753	1750
10	1751	1753	1750
Média	1751	1753	1750

Tabela 3 - Tensão lida no sensor de temperatura dos Circuitos 1,2 e 3 medida com o multímetro

Leitura	Cicuito 1 [mV]	Circuito 2 [mV]	Circuito 3 [mV]
1	29,582	29,698	29,579
2	29,583	29,697	29,580
3	29,582	29,698	29,579
4	29,583	29,699	29,579
5	29,584	29,698	29,578
6	29,582	29,697	29,579
7	29,582	29,698	29,580
8	29,583	29,697	29,579
9	29,582	29,697	29,579
10	29,582	29,698	29,578
Média	29,582	29,598	29,579
Temperatura [°C]	1692	1693	1692

A temperatura correspondente à média da tensão lida no sensor de temperatura conforme a norma ASTM E988-96.

Tabela 4 - Resistência lida na junção de referência do sensor de temperatura dos Circuitos 1,2 e 3 medida com a termoresistência e o multímetro

Leitura	Cicuito 1 [Ω]	Circuito 2 [Ω]	Circuito 3 [Ω]
1	112,319	111,907	111,586
2	112,318	111,909	111,587
3	112,317	111,908	111,586
4	112,319	111,907	111,587
5	112,319	111,908	111,588
6	112,318	111,909	111,587
7	112,318	111,910	111,586
8	112,319	111,910	111,585
9	112,318	111,908	111,585
10	112,318	111,908	111,586
Média	112,318	111,908	111,586
Temperatura [°C]	30,293	29,651	29,113

A temperatura correspondente à média da resistência lida na junção de referência do sensor de temperatura conforme o certificado de calibração[Anexo 6].

4.3. Planilha de Incerteza de medição para o padrão de transferência ($u_{\text{medição}}$) ao efetuar a leitura de temperatura através do vidro da janela de inspeção do forno de sinterização item 3.4.3.2.1

Símbolo	Componentes de Incerteza		Distribuição de Probabilidades		C_i	u_i [°C]	ν_i ou ν_{eff}
	Fontes	Valor \pm [°C]	Tipo	Divisor			
$u_{\text{calibração}}$	Padrão	2,7	normal	2	1	1,35	∞
u_{ajuste}	Ajuste	0,81	normal	1	1	0,81	13
$u_{\text{res}} + u_A$	Resolução-Repetitividade	1,1	normal	1	1,0024	1,10	9
u_{vidro}	vidro	3	normal	1	3	3	99,57
U_c	Incerteza Combinada					3,56	159,36
U	Incerteza Expandida ($k = 2,02$)					7,18	

A incerteza de medição combinada do padrão de transferência para medir a temperatura do canal do forno de sinterização através do vidro da janela de inspeção é igual a $u_{\text{medição}} = 3,56^\circ\text{C}$

4.4. Resultados do procedimento para determinação do erro sistemático devido ao vidro da janela de inspeção

Tabela 5 - Calibração do Padrão de Transferência com o vidro temperado com espessura de 2mm (item 3.4.3.2.2.1 letra (a))

Ponto de Calibração [°C]	Valor Verdadeiro Convencional [°C]	Leitura do Padrão de Transferência com vidro [°C]	Erro Sistemático [°C]	$u_{calibração}$ (k=2) [°C]	
Primeira etapa	800	801,9	804	2,1	±2,1
	850	851,7	855	3,3	±2,1
	900	899,9	903	3,1	±2,1
	950	948,4	953	4,6	±2,1
	1000	999,0	1005	6,0	±2,1
	1050	1047,1	1053	5,9	±2,4
Segunda etapa	1100	1097,3	1106	8,7	±2,4
	1150	1146,4	1155	8,6	±2,4
	1200	1196,3	1205	8,7	±2,4
	1250	1247,1	1257	9,9	±2,7
	1300	1297,1	1308	10,9	±2,7
	1350	1347,9	1360	12,1	±2,7
	1400	1398,5	1412	13,5	±2,7
	1450	1449,3	1464	14,7	±2,7
	1500	1499,7	1516	16,3	±2,7

O erro sistemático de leitura do padrão de transferência pode ser explicado pela equação (27), considerando a transmissividade do vidro, teremos:

$$\frac{1}{T_p} = \frac{1}{T} + \frac{\lambda_1 \cdot \lambda_2}{c_2 \cdot (\lambda_2 - \lambda_1)} \cdot \text{Ln} \left(\frac{\tau_2}{\tau_1} \right) \quad (50)$$

Se $\tau_2 < \tau_1$, o segundo termo da eq.(50) é negativo e a leitura do padrão de transferência (T_p) será sempre maior que o valor verdadeiro convencional de temperatura (T). Pelos resultados da medição de transmissividade do vidro (item 4.4.1), os valores de transmissividade para a primeira faixa espectral (τ_1 -0,75 μm a 1,1 μm) são maiores que os valores de transmissividade para a segunda faixa espectral (τ_2 -0,95 μm a 1,1 μm), gerando assim leituras de temperatura maiores que a verdadeira. Colocando-se em um gráfico os resultados experimentais da tabela 5, Fig.49, determina-se o polinômio interpolador que melhor representa os resultados experimentais através do método dos mínimos quadrados. Temos que:

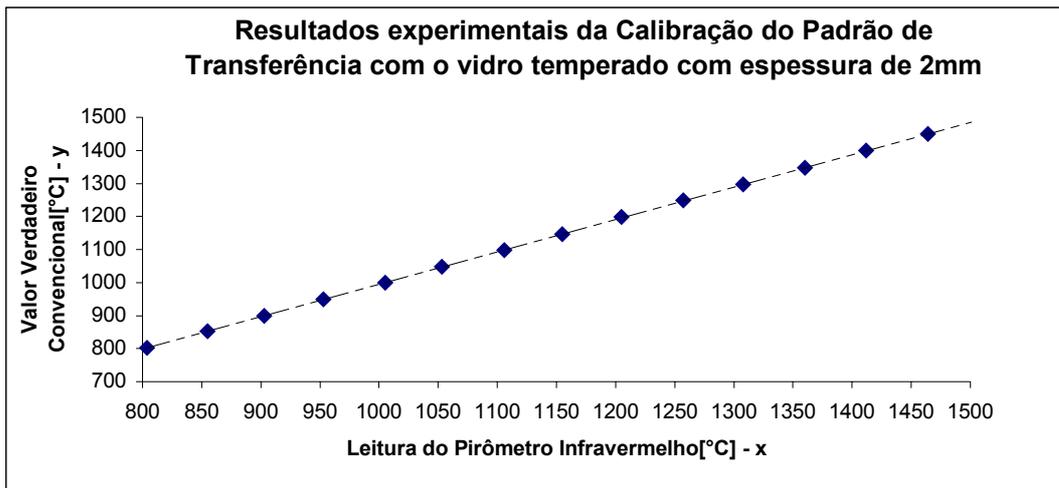


Figura 49 – Ajuste dos resultados experimentais da calibração com o vidro.

O polinômio interpolador é:

$$y = 0,9808 \cdot x + 13,6200 \quad (51)$$

$$R^2 = 1,0000$$

4.4.1. Resultados da medição de transmissividade do vidro temperado comum com 2mm de espessura, Fig.50(item 3.4.3.2.2.1 letra (b))

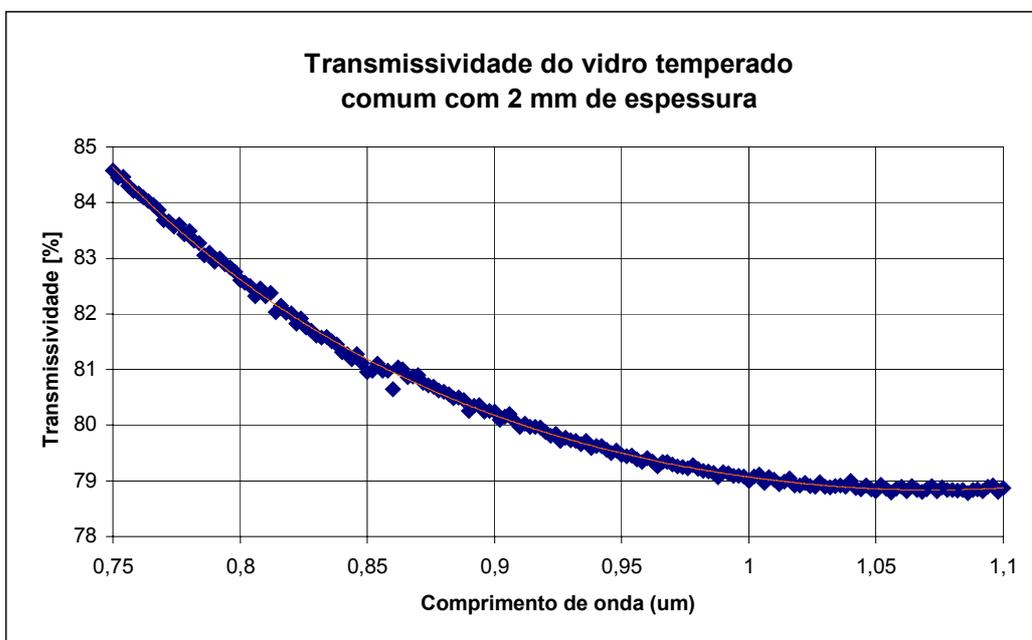


Figura 50 – Resultado da medição de transmissividade do vidro comum.

O polinômio interpolador(item 3.4.3.2.2.1 letra (c)) é:

$$y = 256,872 \cdot x^4 - 1044,604 \cdot x^3 + 1635,876 \cdot x^2 - 1171,791 \cdot x + 402,714 \quad (52)$$

$$R^2 = 0,99851$$

4.4.2. Resultados da medição de transmissividade do vidro do forno de sinterização de 5mm de espessura, Fig.51 (item 3.4.3.2.2.1 letra (b))

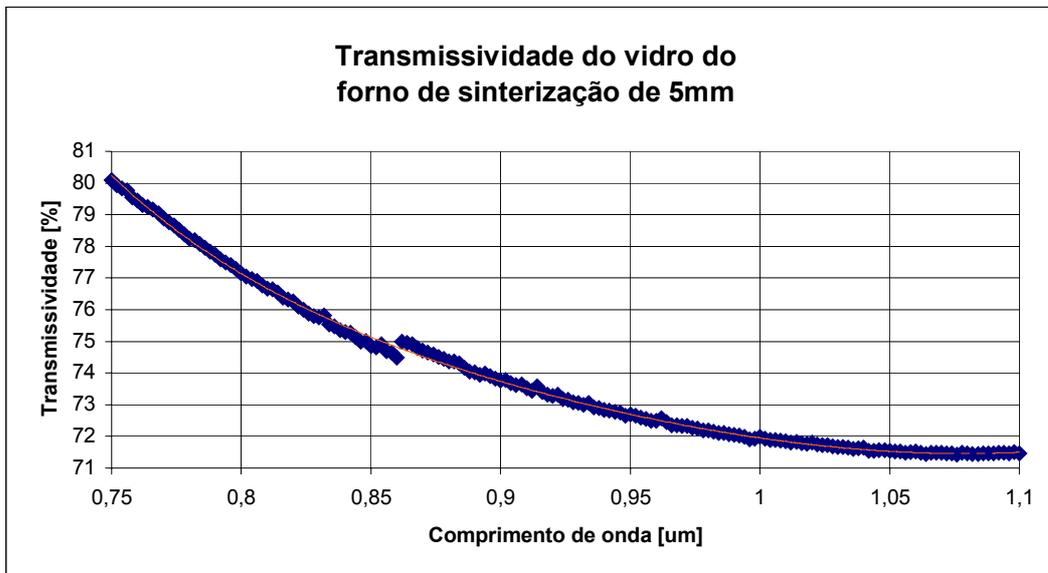


Figura 51 – Resultado da medição de transmissividade do vidro comum.

O polinômio interpolador (item 3.4.3.2.2.1 letra (c)) é:

$$y = -56183,416 \cdot x^6 + 309968,502 \cdot x^5 - 709226,805 \cdot x^4 + 861221,022 \cdot x^3 - 585142,592 \cdot x^2 + 210774,918 \cdot x - 31339,716 \quad (53)$$

$$R^2 = 0,99875$$

4.4.3. Resultados numéricos para o cálculo da potência emissiva hemisférica total e potência emissiva hemisférica na faixa espectral

Tabela 6 – Potência emissiva hemisférica total e potência emissiva hemisférica na faixa espectral de operação recebida pelo padrão de transferência (item 3.4.3.2.2.1 letra (d)).

$E_b(0-\lambda.T)$ [W/ μm^2] para $\lambda=0,75\mu\text{m}$	$E_b(0-\lambda.T)$ [W/ μm^2] para $\lambda=0,95\mu\text{m}$	$E_b(0-\lambda.T)$ [W/ μm^2] para $\lambda=1,1\mu\text{m}$	$E_b(\lambda_2.T - \lambda_1.T)$ [W/ μm^2] para $\lambda_2=1,1\mu\text{m}$ e $\lambda_1=0,75\mu\text{m}$	$E_b(\lambda_2.T - \lambda_1.T)$ [W/ μm^2] para $\lambda_2=1,1\mu\text{m}$ e $\lambda_1=0,95\mu\text{m}$
0,0000184913	0,000408314586	0,00186104852	0,00184255720	0,00145273393
0,0000358606	0,000672040935	0,00281815319	0,00278229251	0,00214611226
0,0000642282	0,001040842850	0,00405425280	0,00399002453	0,00301340995
0,0001097473	0,001554702557	0,00565641320	0,00554666587	0,00410171065
0,0001829833	0,002278017088	0,00776254494	0,00757956160	0,00548452785
0,0002858254	0,003176660365	0,01022004847	0,00993422298	0,00704338811
0,0004387665	0,004369564670	0,01329808078	0,01285931427	0,00892851611
0,0006459066	0,005822166951	0,01684751981	0,01620161314	0,01102535287
0,0009290664	0,007620767898	0,02102539270	0,02009632626	0,01340462480
0,0013088192	0,009816584538	0,02588651089	0,02457769166	0,01606992636
0,0017898826	0,012364234797	0,03127850928	0,02948862668	0,01891427449
0,0024058989	0,015368518189	0,03737444770	0,03496854878	0,02200592951
0,0031655943	0,018796251827	0,04405821052	0,04089261615	0,02526195870
0,0040936903	0,022688361953	0,05136862252	0,04727493217	0,02868026057
0,0051963133	0,027005004902	0,05919603074	0,05399971737	0,03219102584

Tabela 7 – Razão entre as potências emissivas hemisféricas recebida pelo padrão de transferência para cada temperatura de calibração (item 3.4.3.2.2.1 letra (d)).

Valor Verdadeiro Convencional de Temperatura no Lapir [°C]	Razão $E_b(1,1T-0,75T)/E_b(1,1T-0,95T)$
801,9	1,2683376854
851,7	1,2964338136
899,9	1,3240895190
948,4	1,3522811197
999,0	1,3819898081
1047,1	1,4104324267
1097,3	1,4402521210
1146,4	1,4694870390
1196,3	1,4992084114
1247,1	1,5294215486
1297,1	1,5590672902
1347,9	1,5890512036
1398,5	1,6187428945
1449,3	1,6483438861
1499,7	1,6774773700

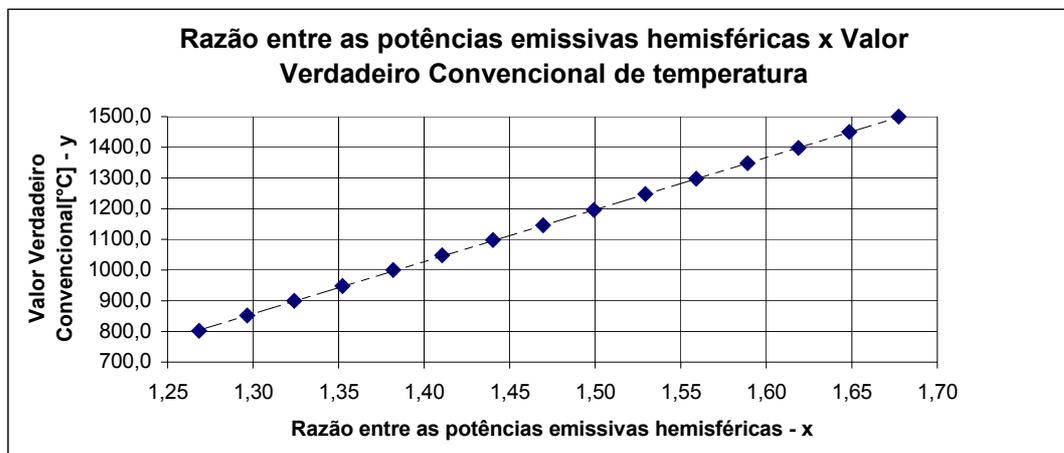


Figura 52 – Ajuste dos resultados obtidos numericamente para a razão entre as potências emissivas hemisféricas recebida pelo padrão de transferência.

O polinômio interpolador é:

$$y = 1696,7423 \cdot x - 1347,3578$$

$$R^2 = 1,0000$$
(54)

Tabela 8 - Erro sistemático de leitura do padrão de transferência devido à presença do vidro do forno de sinterização de 5mm para as temperaturas da tabela 4.1(item 3.4.3.2.2.1 letra (e)).

Temperatura de Calibração [°C]	Temperatura calculada (item 3.4.3.2.3.1 letra (e)) [°C]	Erro sistemático [°C]
801,9	810	8
851,7	859	7
899,9	910	10
948,4	959	11
999,0	1008	9
1047,1	1058	11
1097,3	1110	13
1146,4	1161	15
1196,3	1209	13
1247,1	1262	15
1297,1	1314	17
1347,9	1366	18
1398,5	1418	19
1449,3	1470	20
1499,7	1521	21

Tabela 9- Erro sistemático de leitura do padrão de transferência devido à presença do vidro do forno de sinterização de 5mm para as temperaturas da Tabela 2(item 3.4.3.2.2.1 letra (e)).

Resultados do procedimento de calibração(item 4.2) [°C]	Temperatura calculada (item 3.4.3.2.2.1 letra (e)) [°C]	Erro sistemático [°C]
1750,0	1772	22
1751,0	1773	22
1753,0	1775	22

4.4.4. Validação do procedimento para determinação do erro sistemático devido a presença do vidro da janela de inspeção

Tabela 10 - Resultados para a validação do procedimento (item 3.4.3.2.2.2)

$(R_{experimental})$ [°C]	$(R_{numérico})$ [°C]	Diferença [°C]	0,2% do $R_{experimental}$ [°C]
804	805	1	≤ 2
855	854	1	≤ 2
903	904	1	≤ 2
953	954	1	≤ 2
1005	1004	1	≤ 2
1053	1052	1	≤ 2
1106	1106	0	≤ 2
1155	1156	1	≤ 2
1205	1204	1	≤ 2
1257	1256	1	≤ 3
1308	1308	0	≤ 3
1360	1361	1	≤ 3
1412	1413	1	≤ 3
1464	1465	1	≤ 3
1516	1516	0	≤ 3

4.5. Incerteza de medição devido à presença do vidro (u_{vidro}) item 3.4.3.2.2.3

Símbolo	Componentes de Incerteza		Distribuição de Probabilidades		C _i	u _i [%]	v _i ou v _{eff}
	Fontes	Valor [%]	Tipo	Divisor			
$u_{espectrômetro}$	Espectrômetro	0,08	retangular	$\sqrt{3}$	1	0,046	∞
u_{ajuste}	Ajuste	0,089	normal	1	1	0,089	168
$u_{res} + u_A$	Resolução-Repetitividade	0,05801	normal	1	-0,64	-0,037	2
U_c	Incerteza Combinada					0,107	99,57
U	Incerteza Expandida (k=2,03)					0,217	

A contribuição de incerteza de medição em graus Celsius devido à presença do vidro na janela de inspeção é igual a:

razão entre as potências hemisféricas atenuadas devido à presença do vidro da janela de inspeção de forno de sinterização para a temperatura de 1750°C.

$$\frac{E_{b(0,75\text{ a }1,1)}}{E_{b(0,95\text{ a }1,1)}} = 1,82547332 \quad (55)$$

Produto entre a equação (54) e a equação (41)

$$x = \frac{E_{b(0,75\text{ a }1,1)}}{E_{b(0,95\text{ a }1,1)}} \times 1,00107 = 1,827426577 \quad (56)$$

Utilizando o polinômio interpolador equação (54) para os resultados das equações (55) e (56) respectivamente, tem-se que:

$$\frac{T_{E_{b(0,75\text{ a }1,1)}}}{E_{b(0,95\text{ a }1,1)}} = 1750^\circ\text{C} \text{ e } T_x = 1753^\circ\text{C}$$

A diferença de temperatura entre os resultados acima é a parcela de incerteza de medição devido à medição de transmissividade do vidro pelo espectrômetro em [°C] é igual a $u_{\text{vidro}} = 3^\circ\text{C}$.

4.6.Resultados do monitoramento da temperatura no interior do forno de sinterização item 3.4.3.2.3

Tabela 11 - Monitoramento da temperatura do canal do forno de sinterização.

Tempo [min]	Leitura de temperatura do padrão de transferência [°C]
0	1750
10	1750
20	1750
30	1750
40	1751
50	1751
60	1751
70	1751
80	1751
90	1752
100	1751
110	1751
120	1750
Diferença Máxima	2°C

A parcela de contribuição da incerteza de medição devido à estabilidade de temperatura no interior do forno de sinterização ($u_{estabilidade}$) será considerada igual a $\pm 2^\circ\text{C}$ com distribuição de probabilidade retangular, então: $u_{estabilidade} = 1,15^\circ\text{C}$.

4.6.1. Considerar que o interior do canal do forno de sinterização aproxima-se do comportamento ideal de uma cavidade de corpo negro ($u_{corpo\ negro}$) item 3.4.3.2.4

Variando-se a configuração de ajuste de emissividade do padrão de transferência em $\pm 0,002$, verificou-se uma diferença máxima de leitura de temperatura igual a 1°C .

A parcela de incerteza de medição devido à consideração de que o interior do canal do forno de sinterização aproxima-se do comportamento ideal de uma cavidade de corpo negro ($u_{corpo\ negro}$) será considerada igual a $\pm 1^\circ\text{C}$ com distribuição de probabilidade retangular, então $u_{corpo\ negro} = 0,58^\circ\text{C}$.

4.6.2. Planilha de incerteza para a medição da tensão gerada pelo sensor de temperatura do forno de sinterização ($u_{medição\ tensão}$) item 3.4.3.2.5

Símbolo	Componentes de Incerteza		Distribuição de Probabilidades		C_i	u [mV]	v_i ou v_{eff}
	Fontes	Valor \pm [mV]	Tipo	Divisor			
u_p	Multímetro	0,022	normal	2	1	0,011	∞
u_{res}	Resolução	0,001	retangular	$\sqrt{3}$	1,0024	0,00058	∞
u_A	Repetitividade	0,00002	normal	1	1	0,0003	9
U_c	Incerteza Combinada					0,01102	$5,55 \times 10^7$
U	Incerteza Expandida (k=2)					0,022	

A incerteza de medição ao se realizar a medição de tensão gerada pelo sensor de temperatura em $[\circ\text{C}]$ é igual a $u_{medição\ tensão} = 1,0^\circ\text{C}$.

4.6.3. Planilha de incerteza de medição para a medição da temperatura da junção de referência do sensor de temperatura ($u_{\text{medição junção}}$) item 3.4.3.2.6

Símbolo	Componentes de Incerteza		Distribuição de Probabilidades		C_i	u_i [°C]	ν_i ou ν_{eff}
	Fontes	Valor \pm [°C]	Tipo	Divisor			
u_{termo}	Termoresistência	0,06	normal	2	1	0,03	∞
u_{multi}	Multímetro	1,0	normal	1	1	1,0	$5,55 \times 10^7$
u_{res}	Resolução	0,002	retangular	$\sqrt{3}$	1	0,0012	∞
u_A	Repetitividade	0,0003	normal	1	1	0,0003	9
U_c	Incerteza Combinada					1,00	$5,56 \times 10^7$
U	Incerteza Expandida (k=2)					2,00	

A incerteza de medição realizar a medição da temperatura da junção fria do sensor de temperatura é igual a $u_{\text{medição junção}} = 1,00^\circ\text{C}$.

4.6.4. Planilha de incerteza de medição para a calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização “objeto da calibração” ($u_{\text{objeto da calibração}}$) na INB item 3.4.4

Símbolo	Componentes de Incerteza		Distribuição de Probabilidades		C_i	u_i [°C]	v_i ou v_{eff}
	Fontes	Valor \pm [°C]	Tipo	Divisor			
$u_{\text{medição}}$	Padrão de transferência	7,18	normal	2,02	1	3,55	159,33
$u_{\text{estabilidade}}$	Estabilidade do forno	2	retangular	$\sqrt{3}$	1	1,15	∞
$u_{\text{corpo negro}}$	Considerar corpo negro	1	retangular	$\sqrt{3}$	1	0,58	∞
$u_{\text{medição tensão}}$	Tensão do sensor	2	normal	2	1	1,00	$5,55 \times 10^7$
$u_{\text{medição junção}}$	Junção de referência	2	normal	2	1	1,00	$5,56 \times 10^9$
U_c	Incerteza Combinada					4,04	265,23
U	Incerteza Expandida ($k=2,01$)					8,11	

A incerteza de medição expandida ao se realizar a calibração do sensor de temperatura do forno de sinterização da INB é igual a: $U = \pm 8^\circ\text{C}$ ($k=2,01$).

4.6.5. Resultados da calibração do sensor de temperatura "objeto da calibração" na INB

Sensor de Temperatura	Valor Verdadeiro Convencional [°C]	Leitura do sensor de temperatura "objeto da calibração" [°C]	Correção [°C]	Incerteza de Medição Expandida [°C] (k=2,01)
Circuito 1	1729	1721	+8	±8
Circuito 2	1731	1722	+9	±8
Circuito 3	1728	1720	+8	±8

Observações:

1 – O Valor Verdadeiro Convencional é a leitura do padrão de transferência corrigida devido à presença do vidro de 5mm em cada janela de inspeção de cada circuito do forno de sinterização(Tabela 9).

2 – A leitura do sensor de temperatura é a soma algébrica das tensões da junção de referência e da junção quente(Tabela 3 e 4), transformada em temperatura de acordo com a norma ASTM E 988[24].

3 – A correção é o valor que deve ser adicionado algebricamente ao resultado não corrigido da medição do sensor de temperatura para compensar o erro sistemático.[17]

4 – “A incerteza de medição relatada é declarada como a incerteza padrão combinada multiplicada pelo fator de abrangência k=2,01, que para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.”