

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

ESCOLA DE ENGENHARIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM

ENGENHARIA MECÂNICA

**" Metodologia para Avaliação de Incerteza na Medição
de Propriedades Termofísicas pelo Método Flash Laser:**

**Método de Monte Carlo aplicado a Modelos Dinâmicos de
Saída Multivariável "**

PABLO ANDRADE GROSSI

Belo Horizonte, 29 de Agosto de 2008

PABLO ANDRADE GROSSI

" Metodologia para Avaliação de Incerteza na Medição de
Propriedades Termofísicas pelo Método Flash Laser:
Método de Monte Carlo aplicado a Modelos Dinâmicos de Saída
Multivariável "

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Calor e Fluidos

Orientador: Prof. Roberto Márcio de Andrade

Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais

Co-orientador: Prof. Ricardo Luiz Utsch de Freitas Pinto

Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais

Belo Horizonte

Escola de Engenharia da UFMG

2008

À minha esposa Izabel Cristina,
... à luz da minha vida Luna Martins Grossi e
... à minha querida irmã Isle Andrade Grossi, *In Memoriam* (1980 - 1998)

AGRADECIMENTOS

A Deus por mais esta felicidade concedida em minha vida que só a ele pertence;

A meus pais Roberto e Lucelí, pelo amor incondicional dedicado e por serem minha essência; aos meus irmãos Érico e Isle (*in memoriam*), pelas vidas compartilhadas e aprendizado mútuo; à minha esposa Izabel, pelo amor compartilhado, compreensão, carinho e paciência nos longos períodos de ausência; à melhor obra de minha vida, minha filha Luna, por me fazer não pensar por inúmeras vezes; a toda minha família, por me incentivarem apesar de nem sempre compreenderem o motivo de tanto estudo;

Ao professor Roberto Márcio de Andrade pela orientação, confiança, por sempre acreditar na realização deste trabalho, por estar sempre à frente me apresentado os próximos passos e principalmente pela amizade;

Ao professor Ricardo Luiz Utsch de Freitas Pinto pela orientação segura e oportuna, incluindo valiosas críticas e sugestões esclarecedoras a este trabalho;

Aos pesquisadores Ricardo Alberto Neto Ferreira e Denise das Mercês Camarano pela perseverança, confiança, incentivos incomensuráveis e pela amizade dedicada;

Ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, pelo suporte na realização dos testes experimentais, sem os quais este trabalho não seria possível. E em especial aos meus amigos de trabalho Alberto, Ana, Arivaldo, Fausto, Márcio, Marco, Odair, Otávio, Paulo, Perpétua, Peterson, Ricardo, Sérgio e Temoteo, pelo apoio, idéias, contribuições frutíferas, influência positiva em minha carreira e por saberem tão bem o que precisavam fazer nas inúmeras vezes que tive o prazer de estar com eles.

À FAPEMIG, por financiar a implantação do sistema para medição de propriedades termofísicas através do Método Flash Laser, e pela Bolsa de Iniciação Científica durante a qual foi germinado este trabalho;

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho;

Meus sinceros agradecimentos.

" Por muito tempo achei que a ausência é falta.

E lastimava, ignorante, a falta.

Hoje não a lastimo.

Não há falta na ausência.

A ausência é um estar em mim.

E sinto-a, branca, tão pegada,

tão aconchegada nos meus braços,

que rio e danço e invento exclamações alegres.

Porque a ausência, em essência assimilada

ninguém a rouba mais de mim. "

Carlos Drumond de Andrade *in* Ausência

If your experiment needs statistics, you ought to perform a better experiment

(Lord Rutherford)

the only statistics you can trust are those you falsified yourself

(Churchill)

" Quando uma criatura humana desperta para um grande sonho e sobre ele lança toda a energia de sua alma... Todo o universo conspira a seu favor! "

Goethe

" ... empregar os pobres para produzirem para os pobres faz parte da lógica econômica canalizada socialmente, a transferência de recursos para erradicar a pobreza faz parte da lógica de um egoísmo inteligente de parte dos ricos. "

Cristovam Buarque *in* A Segunda Abolição

"Navigare necesse; vivere non est necesse" - Pompeu, general romano, 106-48 aC., dita aos marinheiros, amedrontados, que recusavam viajar durante a guerra.

cf. Plutarco, *in* Vida de Pompeu.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	X
LISTA DE TABELAS	XV
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	XVIII
NOMENCLATURA	XIX
RESUMO	XXIV
ABSTRACT	XXV
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Objetivos	4
1.2 Estrutura do Trabalho	5
2 DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS	7
2.1 Classificação dos Métodos e Princípios	9
2.2 Classificações dos Métodos em Regime Transiente	10
2.2.1 Forma de Aplicação do Fluxo de Calor	10
2.2.2 Tipo de Medição ou Medidas	10
2.2.3 Tipo de Geometria do Problema e Número de Direções de Difusão	10
2.3 O Método Flash Laser	11
2.4 Histórico	14
2.5 Desvios Experimentais do Método Flash e Correções Propostas	16
2.5.1 Efeitos do Tempo de Duração do Pulso	16
2.5.2 Efeito de Trocas Térmicas	22
2.5.3 Correções Combinadas: Tempo de Duração do Pulso e Trocas Térmicas	26

2.5.4	<i>Efeitos introduzidos pelo Sistema de Medição de Temperatura</i>	27
2.6	<i>Métodos Matemáticos aplicados à Determinação de Propriedades Termofísicas</i>	30
2.6.1	<i>Método de Volumes Finitos</i>	30
2.6.2	<i>Método dos Quadrupolos Térmicos</i>	33
2.6.3	<i>Método de Transformação Logarítmica</i>	35
3	AVALIAÇÃO E PROPAGAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO	38
3.1	<i>Incerteza Padrão</i>	39
3.2	<i>Incerteza Padrão Combinada</i>	40
3.3	<i>Incerteza Expandida</i>	41
3.4	<i>Propagação de Distribuições através de Modelos Matemáticos</i>	42
3.4.1	<i>Método de Monte Carlo</i>	44
3.4.1.1	<i>Aplicação a Modelos com saída Multivariável</i>	46
3.4.1.2	<i>Características e Considerações do MMC</i>	49
4	CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA E FONTES DE INCERTEZA: APLICAÇÃO AO MÉTODO FLASH LASER	52
4.1	<i>Fontes de Incerteza</i>	52
4.2	<i>Divisão do Sistema em Módulos</i>	54
4.3	<i>Condições Iniciais e de Contorno do Sistema</i>	56
4.3.1	<i>Laser de Dióxido de Carbono (CO₂), P, τ, φ e FRE</i>	57
4.3.2	<i>Transmissividade dos meios, τ_{meios}</i>	63
4.3.3	<i>Propriedades Radiativas das Superfícies da Amostra, ε e α_{abs}</i>	64
4.3.4	<i>Coeficiente Global de Transferência de Calor, U</i>	72
4.3.4.1	<i>Coeficiente de trocas térmicas por Condução</i>	73
4.3.4.2	<i>Coeficiente de trocas térmicas por Convecção</i>	73

4.3.4.3	Coeficiente de trocas térmicas por Radiação _____	75
4.3.4.4	Aplicação do Método de Análise por Parâmetros Agrupados _____	76
4.4	Sistema do Material/Amostra _____	78
4.4.1	Espessura da Amostra, L _____	78
4.4.2	Massa Específica da Amostra, ρ _____	79
4.5	Sistema de Medição de Temperatura _____	81
4.5.1	Identificação do Comportamento Dinâmico _____	81
4.5.2	Ruído de Medição, ε^* _____	83
4.5.3	Resolução do Sistema de Medição de Temperatura, $RSMT$ _____	85
5	MODELAGEM ESTOCÁSTICA: APLICAÇÃO À DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS _____	86
5.1	Modelo Determinístico do Processo de Difusão Térmica aplicado ao Método Flash Laser _____	87
5.1.1	Solução Direta _____	88
5.1.2	Solução do Problema Inverso _____	90
5.1.3	Avaliação de Coeficientes de Sensibilidade / Contribuição Relativa _____	94
5.1.4	Validação _____	96
5.2	Modelo Determinístico do Sistema de Medição de Temperatura _____	97
5.2.1	Análogo Térmico do SMT _____	99
5.2.2	Estruturação do Modelo _____	100
5.2.3	Metodologia, Resultados e Validação da Modelagem _____	102
5.3	Modelo Estocástico do Sistema de Determinação de Propriedades Termofísicas baseado no Método Flash Laser _____	106
5.3.1	Número de Simulações de Monte Carlo _____	106
5.3.2	Amostragem Numérica das FDPs associadas às Grandezas de Entrada	107
5.3.2.1	Geração de FDPs quaisquer a partir de Números Pseudo-Aleatórios _	108
5.3.3	Estrutura do Modelo Estocástico _____	112
5.3.4	Representação Discreta das FDPs associadas às saídas do Modelo ____	117

5.3.5	<i>Estimativa das grandezas de saída e suas incertezas padrão</i>	118
5.3.6	<i>Intervalo de Confiança das grandezas de saída</i>	120
5.3.7	<i>Validação</i>	120
5.3.8	<i>Aplicação do modelo a amostras desconhecidas</i>	121
6	CONCLUSÕES	123
7	TRABALHOS FUTUROS	125
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	127
	APÊNDICE A	142
	<i>Detalhamento das Incertezas associadas às grandezas de influência no LMPT - CDTN</i>	142
	APÊNDICE B	147
	<i>Coefficientes de Sensibilidade dos Parâmetros de Entrada associados às estimativas das Propriedades Termofísicas</i>	147
	APÊNDICE C	150
	<i>Resultados de Validação do Modelo Determinístico Acoplado (Itens 5.1 e 5.2) aplicado ao LMPT - CDTN</i>	150
	APÊNDICE D	162
	<i>Resultados de Validação do Modelo Estocástico (Item 5.3) aplicado ao LMPT - CDTN</i>	162
	APÊNDICE E	169
	<i>Resultados da Aplicação do Modelo a amostras desconhecidas</i>	169

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Representação esquemática do método Flash Laser em seu domínio matemático.....	12
Figura 2.2 - Perfil de temperatura na face oposta da amostra (adimensionalizado e normalizado em relação à ΔT_M e $t_{1/2}$).....	13
Figura 2.3 - Curvas de transientes de temperatura na face oposta do material para pulsos quadrados e diferentes valores de τ / t_c	18
Figura 2.4 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas do transiente de temperatura para pulsos quadrados e diferentes valores de τ / t_c	19
Figura 2.5 - Ábaco típico para a correção do efeito de tempo de pulso finito obtido a partir de simulações computacionais que consideram como pulso de energia inicial pulsos quadrados e de tempo de duração variável.....	20
Figura 2.6 - Simulações apresentando curvas das respostas na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.....	23
Figura 2.7 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas dos transientes na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.....	24
Figura 2.8 – Volume de controle típico em coordenadas cartesianas.....	31
Figura 4.1 - Esquema do aparato experimental do Laboratório Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais através do Método Flash Laser, LMPT - CDTN.....	55
Figura 4.2 – Divisão particionada da bancada de medição do LMPT - CDTN do ponto de vista da modelagem do Capítulo 5.....	55
Figura 4.3 - Diagrama de um Laser de estado gasoso excitado por alta tensão.....	58
Figura 4.4 - Detalhes do sistema de desvio do feixe laser e medição de potência.....	59

Figura 4.5 – Medidor de potência modelo Ophir 30A, faixa de medição de 20 mW a 30 W e tempo de resposta de 0,8 s (95%).....	59
Figura 4.6 – Variação de temperatura por unidade de potência em função do tempo de pulso do laser (limites para um intervalo de confiança de 68,27%).....	61
Figura 4.7 – Posicionamentos do medidor de potência para avaliação do FRE.	62
Figura 4.8 – Avaliação da transmissividade de uma camada de tinta preto fosco, em função do comprimento de onda.....	67
Figura 4.9 - Imagem termográfica obtida de um bloco revestido por tinta preto fosco com termopares fixados na área AR01.	68
Figura 4.10 – Avaliação da transmissividade de deposições controladas <i>Lampblack</i> em dois níveis de intensidade em função do comprimento de onda.	69
Figura 4.11 – Imagem termográfica obtida de um bloco (substrato) revestido por <i>Lampblack</i> com termopares fixados em AR01 e AR02.....	71
Figura 4.12 - Detalhe do porta amostras.....	73
Figura 4.13 – Sinal de temperatura considerado como ruído de medição do SMT.....	84
Figura 4.14 - Histograma do ruído de medição	84
Figura 5.1 - Esquema do domínio matemático de análise do processo de difusão térmica aplicado ao Método Flash Laser.....	89
Figura 5.2 - Fluxograma de obtenção de soluções inversas ótimas do modelo determinístico proposto para o processo de difusão térmica.	93
Figura 5.3 – Diagrama em blocos de um sensor de temperatura. (a) representação no domínio do tempo, (b) representação no domínio da frequência.	98

Figura 5.4 – Comparação entre Transientes de temperatura experimental e gerados numericamente (acoplamento dos modelos dos itens 5.1 e 5.2) para faces frontal e oposta da amostra (Inconel 600) e após o SMT considerando valores ótimos de L^* , k^* , ρ^* , c_p^* (Tabela 5.3).	105
Figura 5.5 – Estrutura do modelo estocástico implementado em ambiente Compaq Visual Fortran: programa principal e sub-rotinas.....	113
Figura 5.6 – Fluxograma de aplicação do MMC para solução do Problema Inverso. ...	116
Figura 5.7 – Representação discreta da FDP associada à difusividade térmica avaliada para a amostra padrão de Ferro Puro BSC (considerando $M = 150$).	117
Figura 5.8 – Histograma dos valores estimados para difusividade térmica da amostra padrão de Ferro Puro BSC.....	118
Figura C.1 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra padrão de Inconel 600 incluindo a média dos transientes.....	150
Figura C.2 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes medidos para amostra padrão de Inconel 600.	151
Figura C.3 - Resultados da convergência do modelo determinístico para amostra padrão de Inconel 600.	152
Figura C.4 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra padrão de Ferro Puro BSC incluindo a média dos transientes.....	154
Figura C.5 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes medidos para amostra padrão de Ferro Puro BSC.....	155
Figura C.6 - Resultados da convergência do modelo determinístico para amostra padrão de Ferro Puro BSC.....	156

Figura C.7 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra padrão de Pyroceram 9606 incluindo a média dos transientes.....	158
Figura C.8 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes medidos para amostra padrão de Pyroceram 9606.....	159
Figura C.9 - Resultados da convergência do modelo determinístico para amostra padrão de Pyroceram 9606.....	160
Figura D.1 - Transientes de temperatura numéricos para a amostra padrão de Inconel 600 considerando os valores de incerteza padrão apresentados na Tabela D.1 e na Tabela A.5.	163
Figura D.2 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais (Figuras C.1 e C.2) e transientes da Modelagem Estocástica (Figura D.1) para a amostra padrão de Inconel 600.....	164
Figura D.3 - Transientes de temperatura numéricos para a amostra de Ferro Puro BSC considerando os valores de incerteza padrão apresentados na Tabela D.2 e Tabela A.5.	165
Figura D.4 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais (Figuras C.3 e C.4) e transientes da Modelagem Estocástica (Figura D.3) para a amostra padrão de Ferro Puro BSC.....	166
Figura D.5 - Transientes de temperatura numéricos para a amostra padrão de Pyroceram 9606 considerando os valores de incerteza padrão apresentados na Tabela D.3 e na Tabela A.5.	167
Figura D.6 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais (Figuras C.5 e C.6) e transientes	

da Modelagem Estocástica (Figura D.5) para a amostra padrão de Pyroceram 9606.....	168
Figura E.1 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Aço incluindo a média dos transientes.....	169
Figura E.2 – Resultado de convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os dados dos transientes experimentais para amostra desconhecida de Aço.	170
Figura E.3 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Resina Epoxi incluindo a média dos transientes.....	172
Figura E.4 – Resultado de convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais para amostra desconhecida de Resina Epoxi.....	173
Figura E.5 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Dióxido de Urânio (UO_2) incluindo a média dos transientes.....	175
Figura E.6 – Resultados da convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais para amostra desconhecida de Dióxido de Urânio (UO_2).	176
Figura E.7 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Dentina Humana incluindo a média dos transientes.	178
Figura E.8 – Resultados da convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais para amostra desconhecida de Dentina Humana.....	179

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 - Estimativa das grandezas de entrada da modelagem matemática	94
Tabela 5.2 – Propriedades termofísicas das amostras padrão a 25 °C.	96
Tabela 5.3 - Valores dos parâmetros (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*) ótimos estimados para o SMT, avaliadas com base em amostras padrão de Inconel 600, Ferro Puro e Pyroceram 9606.....	103
Tabela 5.4 – Caracterização estocástica dos parâmetros (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*).	104
Tabela A.1 – Sumário das componentes primárias e secundárias da incerteza padrão associada à Massa Específica.	142
Tabela A.2 – Sumário das componentes primárias e secundárias da incerteza padrão associada à Espessura da amostra.	143
Tabela A.3 – Sumário das componentes da incerteza padrão associada à Potência emitida pelo Laser.....	144
Tabela A.4 – Sumário das componentes da incerteza padrão associada à Transmissividade total dos meios.	145
Tabela A.5 – Sumário das grandezas de influência no Sistema de Medição do LMPT – CDTN, suas componentes de incerteza padrão combinada, incertezas expandidas a 95%, graus de liberdade efetivos e tipo de FDP.	146
Tabela B.1 – Influência das grandezas de entrada na estimativa da incerteza padrão combinada da difusividade térmica do material à temperatura de 20 °C.	147
Tabela B.2 – Influência das grandezas de entrada na estimativa da incerteza padrão combinada da condutividade térmica do material à temperatura de 20 °C.	148

Tabela B.3 – Influência das grandezas de entrada na estimativa da incerteza padrão combinada do calor específico do material à temperatura de 20 °C.	149
Tabela C.1 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra padrão de Inconel 600.....	153
Tabela C.2 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra padrão de Ferro Puro BSC.....	157
Tabela C.3 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra padrão de Pyroceram 9606.....	161
Tabela D.1 – Valores médios, incertezas padrão e limites para um I. C. 95% associados às propriedades termofísicas estimadas pelo Modelo Estocástico considerando a amostra padrão de Inconel 600 a 25 °C.....	162
Tabela D.2 – Valores médios, incertezas padrão e limites para um I. C. 95% associados às propriedades termofísicas estimadas pelo Modelo Estocástico considerando a amostra padrão de Ferro Puro BSC a 25 °C.....	165
Tabela D.3 – Valores médios, incertezas padrão e limites para um I. C. 95% associados às propriedades termofísicas estimadas pelo Modelo Estocástico considerando a amostra padrão de Pyroceram 9606 a 25 °C.....	167
Tabela E.1 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Aço.....	171
Tabela E.2 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Resina Epoxi.	174

Tabela E.3 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Dióxido de Urânio (UO ₂).....	177
Tabela E.4 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Dentina Humana.	180

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ARX	auto-regressivo com entrada exógena
CDTN	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
CET	coeficiente de expansão térmica
MMC	Método de Monte Carlo
FC	fator ou coeficiente de correlação
FDP	função de densidade de probabilidade
FRE	fator de redução de energia
GUM	Guia para a Expressão da Incerteza de Medição
I C	intervalo de confiança (associado a um determinado nível de significância)
IR	infravermelho
JCGM	Comitê Conjunto para Guias em Metrologia
LMPT	Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do CDTN
MCOV	matriz de covariância
Min	valor mínimo, mínimo entre dois números ou mínimo de uma função
MPO	matriz de parâmetros ótimos
MQ	mínimos quadrados
MQT	matriz do quadropolo térmico
RSMT	resolução do sistema de medição de temperatura
SMT	sistema de medição de temperatura

NOMENCLATURA

LETRAS LATINAS

a	coeficiente da equação discretizada
A	área da face frontal da amostra [m ²]
<i>A, B, C e D</i>	parâmetros da matriz quadripolo térmico dependentes de s, L, k, α e A.
b	termo fonte da equação discretizada
c	calor específico [J kg ⁻¹ K ⁻¹]
E[]	esperança matemática
g	geração ou consumo interno de energia [W m ⁻³]
h	coeficiente de trocas térmicas [W m ⁻² K ⁻¹]
H	ganho introduzido no estágio de amplificação e conversão do sinal
J	pólo da função de transferência
k	condutividade térmica [W m ⁻¹ K ⁻¹] ou instantes discretos de amostragem
K	relativo à escala de temperatura Kelvin
L	espessura da amostra [m]
m	massa [kg]
n	ordem do sistema analisado ou o número total de termos adotados
N	número de atrasos nos instantes de amostragem
P	potência [W] ou probabilidade desejada.

q	fluxo de calor [W m^{-2}]
Q	energia fornecida ao material [J ou J m^{-2}]
r	coordenada radial [m]
R	raio da amostra [m]
s	operador de Laplace ou estimativa do desvio padrão
S	relativo à saída
t	tempo [s]
T	temperatura [$^{\circ}\text{C}$ ou K]
u	incerteza padrão
U	coeficiente global de trocas térmicas [$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$] ou incerteza expandida
V	parâmetro adimensional de temperatura
w	freqüência angular
x, y, z	coordenadas cartesianas [m]

LETRAS GREGAS

α	difusividade térmica [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$] ou absorvidade superficial da amostra
β	parâmetros a serem estimados
ϵ	emissividade
δ	profundidade de penetração do laser [m] ou função degrau unitário
ϕ	forma de pulso de Laser ou fluxo de calor no domínio de Laplace

θ	ângulo de fase [°], temperatura (domínio de Laplace), vetor de parâmetros
λ	comprimento de onda [μm]
ν	ruído branco ou número de graus de liberdade
μ	valor médio esperado ou média aritmética
Π	coeficiente de amplitude do transiente da solução numérica
ρ	massa específica [kg m^{-3}]
σ	constante de Stefan-Boltzmann [$5,6697 \times 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$]
τ	tempo de aplicação do fluxo de calor [s] ou transmissividade do meio
ω	parâmetro adimensional de tempo
ζ	valor numérico entre zero e 1 - p

ÍNDICES INFERIORES

0	inicial
95%	relativo a 95% de probabilidade de ocorrência
a, amb	ambiente
abs	absorvido, absorção
c	relativo à incerteza padrão combinada ou relativo a característico
eff	relativo a efetivo
E	experimental (transiente de temperatura)

E, W, N e S pontos vizinhos leste, oeste, norte e sul respectivamente (Volumes Finitos)

LB	Lampblack
LI	limite inferior considerando um determinado intervalo de confiança
LS	limite superior considerando um determinado intervalo de confiança
d	relativo a tempo morto
M	variação máxima
n	indicação de ordem do sistema
p	ponto central do volume de controle ou pressão constante
s	sensor
sub	substrato
w	janela do forno de aquecimento (seleneto de zinco)
x	percentual de elevação
ap	aparente
ar	relativo ao ar
atm	atmosfera
CM	calibração do micrômetro
Laser	relativo ao Laser a CO ₂
RM	repetitividade do micrômetro
RML	repetitividade das medidas de espessura da amostra
SN	solução numérica

sup	superfície
1/2	meio transiente

ÍNDICES SUPERIORES

0	valor da variável no instante de tempo anterior
1	relativo à face frontal da amostra
2	relativo à face oposta da amostra
—	indicador de valor médio
"	indicação de taxa
*	relativo ao sistema de medição de temperatura
**	relativo a coeficientes de sensibilidade reduzidos

RESUMO

O método de Flash do Laser tem se consagrado como método padrão para medição das propriedades termofísicas de sólidos pelo INMETRO, NPL, NIST, PTB e outras organizações internacionais de metrologia. Apesar de inúmeras vantagens, características experimentais inerentes ao método tem se tornado obstáculos para uma coerente expressão do resultado de medição. Neste trabalho foi desenvolvida uma metodologia para avaliação de incertezas na medição de propriedades termofísicas pelo método Flash Laser. Aplicou-se o Método de Monte Carlo a um modelo central de difusão térmica, em meio sólido, considerando condições iniciais e de contorno reais de um modelo físico. Como resultados, as propriedades termofísicas do material e suas respectivas incertezas são estimadas utilizando um modelo estocástico dinâmico de saída multivariável. A validação da metodologia proposta foi realizada utilizando amostras padrão e os valores estimados para os parâmetros físicos associados ao Laboratório de Medições de Propriedades Termofísicas - LMTP do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN. O resultado final deste trabalho é a definição de uma coerente e robusta metodologia para avaliação de propriedades estatísticas e propagação de distribuições envolvendo modelos com múltiplos parâmetros de entrada e múltiplas saídas. De uma forma generalizada, esta estrutura metodológica pode realizar a propagação de incertezas de um modelo matemático central para qualquer fenômeno ou processo real.

Palavras Chave: propagação de incertezas, Método de Monte Carlo, Método Flash Laser, Modelos Estocásticos, Processos Dinâmicos, Problemas Inversos.

ABSTRACT

The Laser Flash Method has been considered by INMETRO, NPL, NIST, PTB and other organizations as a standard method for thermal diffusivity measurements. Despite its several advantages, inherent experimental features become obstacles to a coherent expression of the measurement results. In this work, an effective methodology for uncertainty evaluation of thermophysical properties measurements based on the laser flash method is presented. Such methodology is based on Monte Carlo Method (MCM) applied to a central thermal diffusion model that consider all real initial and boundary conditions form a physical model. As results, the material thermophysical properties and assign uncertainties are evaluated by a stochastic, dynamic and multivariate output model. The developed model and methodology was validated by standard samples measurements based on Flash Method carried out in the LMPT – *Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas* (thermophysical properties measurement laboratory) of the Nuclear Technology Development Center (CDTN/CNEN - Brazil). The definition of a consistent and robust methodology to evaluate statistical properties involving multivariate input and multivariate output quantities of a generic model is the main result in this work. In a generic way, this methodological structure can perform the propagations of uncertainties of a central model for any real phenomenon or process.

Key words: uncertainty evaluation, Monte Carlo Method, Laser Flash Method, Stochastic Models, Dynamic Process, Inverse Coefficient Problems.

1 INTRODUÇÃO

A abertura de um mercado mundial globalizado tem elevado o grau de modernização do setor produtivo visando à obtenção de novos produtos com menores custos de produção e maiores campos de aplicação. Esta busca é inspiradora dos avanços atuais nas pesquisas e desenvolvimento de novos materiais bem como suas aplicações na indústria. A caracterização dos materiais é importante para conhecê-los, identificar a influência dos parâmetros considerados e alcançar novos aperfeiçoamentos.

A caracterização termofísica de materiais é um processo de estimação dos parâmetros termofísicos associados a um determinado material. As principais grandezas termofísicas avaliadas em um material são: difusividade térmica, condutividade térmica, massa específica e calor específico. A qualidade metrológica de tal processo de caracterização é determinada pela estrutura do processo de medição e as metodologias adotadas para sua condução.

As propriedades termofísicas citadas acima estão inter-relacionadas e por isso despertam o interesse dos pesquisadores, permitindo a realização de cálculos ou construção de modelos para processos e sistemas envolvendo transferências de energia térmica. Desta forma, fica clara a importância da coerente e estatisticamente rigorosa estimação destas grandezas.

Entre inúmeros exemplos pode-se destacar o desenvolvimento de novos combustíveis para geração de energia termonuclear, onde o conhecimento das propriedades termofísicas do combustível em função da temperatura é fundamental para o projeto térmico do reator, garantindo máxima eficiência a partir do correto funcionamento dos códigos de cálculos. Neste caso ainda é imperativo, para que se garanta a segurança nuclear da instalação, que não se excedam níveis limitantes de aquecimento, que poderiam levar à fusão no núcleo e por conseqüência a um acidente radioativo de grandes proporções.

As primeiras caracterizações térmicas se baseavam em experimentos em regime permanente onde se estimava somente a condutividade térmica do material com base na lei de Fourier. Buscando uma forma mais completa de caracterização térmica de materiais, novas técnicas passaram a utilizar experimentos em regime transiente, obtendo como principais vantagens a determinação simultânea de todas as propriedades termofísicas do material a partir de um único experimento, curto tempo requerido na realização das medições, utilização de pequenas amostras de material e redução dos níveis de incerteza da medição.

O método Flash tem se consagrado como método padrão utilizado pelo INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial), NPL - *National Physical Laboratory* (Salmon et al., 2008), pelo Instituto Nacional de Metrologia do Japão - MNIJ (Baba e Ono, 2001, Akosshima e Baba, 2005 e Akosshima e Baba, 2006) e pelo NIST (*National Institute of Standards and Technology*), estando ainda padronizado pela *American Society for Testing and Materials* (ASTM-E-1461-07 e ASTM-C-714-05), organismos de padronização Ingleses (*British Standards Institute*, BS7134, 1990) e Japoneses (*Japanese Standards Association*, JIS R 1611, 1991). A ampla aceitação do método se deve principalmente à possibilidade de determinação simultânea das propriedades termofísicas com reduzida incerteza e a um baixo custo. Além destas se destacam outras vantagens: curto tempo para a realização da medição, amostras de pequena massa, processo sem contato, efeito relativamente pequeno das perdas de calor na amostra, medições em metais, ligas, cerâmicos, semicondutores, filmes, líquidos (Remy e Degivanni, 2005; Visan et al., 1998), compósitos dispersos e altamente heterogêneos (Lee e Taylor, 1978), compósitos em camadas (Remy e Degivanni, 2005), resistência de contato térmico, medições de propriedades próximo à região de transição de fase, limitação das variações de temperatura da amostra a 1 K, evitando efeitos não lineares (Gembarovic e Gembarovic Jr., 2004) mesmo nas regiões de transição de fase, ampla faixa de medição de difusividade térmica entre $0,1 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ a $1.000 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$, em uma faixa de temperaturas de 80 K a 3.000 K, medições de materiais anisotrópicos, extensão da análise para fluxo bidimensional e tridimensional e medição em combustíveis nucleares (Taylor, 1978) e materiais radioativos.

Primeiramente apresentado e discutido por Parker *et al.* (1961), o método Flash utiliza a solução analítica da equação de difusão térmica unidimensional, analisando os resultados de um experimento no qual uma pequena amostra cilíndrica, sob condições de contorno adiabáticas, é submetida a um impulso inicial de energia em uma das faces. O transiente de temperatura na face oposta é medido e a difusividade térmica é determinada a partir da espessura da amostra e do tempo para o qual ocorre metade da variação máxima de temperatura na face oposta.

Entretanto esta solução analítica, proposta por Parker, impõe algumas simplificações que levam o problema a limites físicos de exeqüibilidade, principalmente no que se refere à obtenção das condições iniciais e de contorno ideais exigidas pelo método. Modelos adicionais são propostos na literatura para a correção do resultado de medição, mas por se tratar de ajustes *a posteriori* e em alguns casos requererem tempo excessivo e difíceis formas de implementação, não se destacam como forma efetiva de solução para os seguintes problemas experimentais do Método Flash Laser:

- Efeito do tempo de pulso finito do laser, que teoricamente deve ser infinitesimal, em relação ao transiente de temperatura na face oposta da amostra, (Cape e Lehman, 1963; Taylor e Cape, 1964; Heckman, 1972; Takahashi e Murabayashi, 1975);
- Efeito do aquecimento não uniforme da amostra, (Takahashi e Murabayashi, 1975);
- Influência da forma do pulso de energia emitido pelo laser, (Parker *et al.*, 1961; Heckman, 1972);
- Efeito das trocas térmicas entre a amostra e o ambiente durante o experimento, (Parker e Jenkins, 1962; Cowan, 1962; Cape e Lehman, 1963; Watt, 1966; Heckman, 1972).
- Incerteza na medição da variação de temperatura na face oposta, (Taylor, 1978);
- Influência dinâmica do sistema de medição de temperatura, (Grossi, 2003, Grossi, Ferreira e Andrade, 2005a e Grossi, Ferreira e Andrade, 2005b);

Devido a tais problemas, o Método Flash Laser original vem sendo reestruturado e seus problemas abordados de diversas e efetivas maneiras na literatura (Grossi, 2003; Shibata *et al.*, 2002; Maillet *et al.*, 2000; Thermitus e Laurent, 1997), sendo esta uma preocupação motivadora deste trabalho.

A avaliação de incertezas dos resultados apresentados tem se mostrado um fator limitante para novos avanços nesta área do conhecimento. Metodologias genéricas e efetivas de propagação de incertezas recentemente apresentadas (JCGM, 2007; Cox e Harris, 2006; Cox *et al.*, 2002) se aplicam à avaliação metrológica do Método Flash Laser apresentada neste trabalho.

1.1 Objetivos

O objetivo geral deste trabalho é:

- Apresentar uma metodologia de avaliação das incertezas associadas às propriedades termofísicas de materiais (α , k e c_p) determinadas pelo aparato experimental do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas – LMPT do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN. Tal metodologia é caracterizada pela implementação do Método de Monte Carlo para o desenvolvimento de um Modelo Estocástico de Saída Multivariável do processo de difusão térmica aplicado ao Método Flash Laser.

Os objetivos específicos a serem cumpridos para alcançar o objetivo principal são:

- Caracterizar o aparato experimental do LMPT – CDTN avaliando as suas principais fontes de incertezas, por meio da associação de valores médios, desvios padrão e funções de densidade de probabilidade, FDPs, características das grandezas de influência;
- Desenvolver um Modelo Determinístico, baseado no Método de Volumes Finitos, para Solução do Problema Inverso de difusão térmica com aplicação na determinação de propriedades termofísicas de materiais baseada no Método Flash Laser. As grandezas

de influência avaliadas para o LMPT – CDTN serão consideradas como parâmetros de entrada da modelagem;

- Desenvolver um Modelo Determinístico (Análogo Térmico) para o Sistema de Medição de Temperatura (SMT) por infravermelho do LMPT – CDTN, baseado no Método de Volumes Finitos e Solução de Problemas Inversos;

- Acoplar os Modelos Determinísticos desenvolvidos, devendo o modelo híbrido ser validado utilizando amostras padrão com propriedades termofísicas conhecidas;

- Incorporar uma estrutura estocástica aos modelos determinísticos acoplados e validar o Modelo Estocástico aplicado ao LMPT – CDTN utilizando amostras padrão;

Os objetivos acima englobam a metodologia baseada em modelos estocásticos para avaliação de incertezas estáticas e dinâmicas aplicadas a processos de medição com múltiplas grandezas de saída que destacam o caráter inovador e inédito deste trabalho. A aplicação prática deste trabalho se consagra em uma nova forma de abordagem do método Flash Laser para determinação não só de difusividade térmica, mas também, condutividade térmica e calor específico. Tal abordagem incorpora através de modelos estocásticos os efeitos dinâmicos, características do sistema real e propriedades estatísticas associadas às grandezas envolvidas. Uma metodologia coerente e robusta para avaliação metrológica e expressão dos resultados de medições de propriedades termofísicas pelo Método Flash Laser é obtida como resultado final do trabalho.

1.2 Estrutura do Trabalho

O Capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica sobre os métodos de determinação de propriedades termofísicas, destacando o método Flash Laser, obstáculos experimentais encontrados e alguns métodos matemáticos atualmente aplicados na determinação de propriedades termofísicas de materiais.

O Capítulo 3 explana sobre a avaliação e propagação de incertezas em medições onde, pela complexidade e aplicabilidade, se destaca a propagação de distribuições de probabilidade através de modelos utilizando o Método de Monte Carlo.

O Capítulo 4 caracteriza o sistema de medição de propriedades termofísicas baseado no Método Flash Laser (LMPT – CDTN) e descreve as metodologias utilizadas para avaliação das principais fontes de incerteza. Este Capítulo apresenta ainda os resultados de tais avaliações sob a forma de valores médios, incertezas padrão e FDPs características associadas a tais grandezas.

O Capítulo 5 apresenta três modelos: dois modelos determinísticos desenvolvidos para processo real de difusão térmica na amostra e para a dinâmica do sistema de medição de temperatura por Infravermelho; e um modelo estocástico, desenvolvido a partir dos dois modelos determinísticos. Desta forma, um modelo estocástico híbrido promove a avaliação das incertezas associados aos seus múltiplos parâmetros de saída, propagando as incertezas associadas aos parâmetros de entrada (grandezas avaliadas no Capítulo 4 e sumarizadas no Apêndice A) por meio de sua estrutura baseada no Método de Monte Carlo. Para cada modelo apresentado são enfatizadas suas estruturas e as metodologias de validação adotadas.

O Capítulo 6 discorre sobre as conclusões obtidas deste trabalho, sendo as sugestões para trabalhos futuros apresentadas no Capítulo 7.

O Apêndice B apresenta os coeficientes de sensibilidade dos parâmetros de entrada associados às estimativas das Propriedades Termofísicas. O Apêndice C apresenta os resultados de validação do Modelo Determinístico acoplado (itens 5.1 e 5.2) aplicado ao LMPT – CDTN. O Apêndice D realiza a mesma abordagem focando o Modelo Estocástico (itens 5.3). O Apêndice E apresenta os resultados da aplicação de tal modelagem estocástica a amostras desconhecidas.

2 DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS

Este trabalho está relacionado à caracterização das seguintes propriedades termofísicas: difusividade térmica (α), condutividade térmica (k) e calor específico (c_p). Espera-se obter uma estimativa dos seus valores médios e incertezas associadas a este valor médio, em função de diversos outros parâmetros e comportamentos característicos do sistema de medição. A avaliação de incerteza dos resultados apresentados é o enfoque principal deste trabalho, pois permite realizar uma robusta e coerente caracterização do comportamento estatístico da grandeza mensurada, requisito associado à qualidade e confiabilidade em aplicações tecnológicas de ponta.

A metodologia para determinação de difusividade térmica de materiais sólidos consiste em analisar o fluxo de calor por condução em regime transiente através de uma amostra. A equação de balanço de energia tridimensional em regime transiente para um sólido estacionário, homogêneo e isotrópico, pode ser escrita como:

$$\nabla(k\nabla T) + g'' = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.1)$$

sendo g'' a geração ou consumo interno de energia e ρ a massa específica do material.

Considerando que o processo ocorra sob condições adiabáticas, não havendo geração ou consumo interno de energia e considerando ainda que os sólidos sejam isotrópicos, homogêneos e com suas propriedades independentes da temperatura, a Equação (2.1) pode ser rescrita como:

$$k \nabla^2 T = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad \text{ou} \quad \nabla^2 T = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.2)$$

sendo $\alpha = k \rho^{-1} c_p^{-1}$ a difusividade térmica dada em $[m^2 s^{-1}]$. Desta forma, para o caso unidimensional, a equação para balanço de energia assume a forma:

$$\alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.3)$$

Todos os métodos para medição de difusividade térmica se baseiam na solução da Equação (2.3) utilizando condições iniciais e de contorno empiricamente obtidas das mais diversas e criativas maneiras (Cernuschi *et al.* 2002, Cernuschi *et al.* 2004, Barbosa 2000).

É importante ainda observar que a difusividade térmica do material, sendo função das outras três propriedades termofísicas, é diretamente estimada quando são conhecidos os transientes de temperatura em um ou mais pontos em função do tempo e da posição. Já as demais propriedades termofísicas, k , c_p e ρ são determinadas por técnicas indiretas de medição.

A massa específica (ρ) é determinada por meio de uma medição indireta da massa da amostra e do seu volume, podendo-se utilizar diversas técnicas de medição.

Já o calor específico (c_p) pode ser determinado por métodos indiretos, como os métodos calorimétricos tradicionais, quando se conhece a quantidade de energia trocada entre a amostra e um corpo de massa conhecida, medindo-se a variação de temperatura ocorrida. A aplicação do método Flash Laser para estimar o valor de calor específico é dada pela equação:

$$c_p = \frac{Q}{\rho V \Delta T} = \frac{Q}{m \Delta T} \quad (2.4)$$

onde Q é a energia entregue ao material, V é o volume do material, m é a massa do material e ΔT a variação de temperatura máxima observada. Conseqüentemente, a condutividade térmica pode ser estimada a partir de sua relação com α , ρ e c_p :

$$k = \alpha \rho c_p \quad (2.5)$$

Com foco nesta análise, serão apresentados no item 2.1 os principais métodos utilizados na determinação de propriedades termofísicas.

2.1 Classificação dos Métodos e Princípios

A metodologia de medição de difusividade térmica pode ter dois enfoques diferentes, de acordo com a natureza do sinal de estímulo ou perturbação térmica que promove o transiente de temperatura no material (resposta ao estímulo).

Os métodos em regime transiente utilizam fluxos de energia periódicos ou não para promover um transiente de temperatura detectável e determinar valores das propriedades dependentes do tempo, determinando α e potencialmente c_p e k . Os métodos em regime permanente utilizam um fluxo de calor estabilizado para determinar a condutividade térmica, de acordo com a Equação (2.6), podendo também determinar o calor específico, Equação (2.4):

$$k = - \frac{q''}{\nabla T(x, y, z)} \quad (2.6)$$

onde q'' é o fluxo de calor por condução e $\nabla T(x,y,z)$ é o gradiente de temperatura na direção normal ao fluxo [$K m^{-1}$].

Os métodos em regime transiente são classificados sob forma geral em dois grupos:

- i) Métodos de análise de fluxos de calor periódicos ou modulados onde podem ser destacadas as técnicas da haste longa, da placa plana, dos sólidos semifinitos, dos cilindros (Tye, 1969), da onda radial convergente (Joo *et al.*, 2000), de Ångström e suas modificações, da tira quente (Gustafsson, 1987) e os métodos termoelétricos;
- ii) Métodos de análise de fluxos de calor não periódicos onde se destacam as técnicas da tira quente (Gustafsson, 1987), da haste longa finita, da placa plana, dos sólidos semifinitos, dos cilindros (Tye, 1969), do fluxo de calor radial (Kubičár e Boháč 1999), da alta intensidade de arco e do Flash de Laser (Parker *et al.*, 1961), (Holman, 1994; Ismail *et al.*, 2000).

Subdivisões dos métodos em regime transiente são estabelecidas com a finalidade de melhor definir a metodologia utilizada para a estimação das propriedades termofísicas.

2.2 Classificações dos Métodos em Regime Transiente

2.2.1 Forma de Aplicação do Fluxo de Calor

De acordo com a maneira pela qual o fluxo de calor é aplicado ao material, tem-se a seguinte subclassificação para os métodos segundo o tipo de perturbação: Degrau de temperatura, Impulso (delta de Dirac), perturbação Periódica, Infinita ou Aleatória.

2.2.2 Tipo de Medição ou Medidas

Este tipo de subdivisão classifica o método em função do tipo de grandeza da medida abrangendo temperatura ou fluxos de calor, podendo ser caracterizadas como:

- Medição da temperatura no local da perturbação em função do tempo;
- Medição da temperatura fora do local da perturbação em função do tempo;
- Medição da temperatura em dois pontos em função do tempo;
- Medição da temperatura em um ponto e do fluxo de calor em função do tempo;
- Medição de dois gradientes de temperatura em tempos distintos.

Transientes de temperatura observados em inúmeros pontos de uma superfície, obtidos a partir de um sistema de imagem térmica, atualmente vêm sendo utilizados em novas técnicas.

2.2.3 Tipo de Geometria do Problema e Número de Direções de Difusão

A geometria do sistema e a forma geométrica/espacial de aplicação do fluxo de calor são responsáveis por determinar o número efetivo de direções de difusão de energia. A geometria utilizada pode ser Cartesiana, Axissimétrica ou Esférica. Já a forma geométrica/espacial de aplicação do fluxo de calor pode ser puntiforme ou focada (infinitesimal), linear (1D) ou superficialmente aplicada (2D ou 3D).

Combinações entre todas estas subclassificações acima podem levar a sistemas uni, bi ou tri dimensionais de propagação de energia. Alguns casos interessantes podem ser analisados onde a aplicação de energia na forma pontual à superfície de uma esfera leva a um problema tridimensional. É possível ocorrer ainda uma redução do número de dimensões ao se aplicar um fluxo de calor uniformemente distribuído a uma das faces de um cilindro sob condições adiabáticas, caracterizando assim um problema de condução unidirecional.

Barbosa (2000), Grossi (2003) e normas internacionais ASTM C-714-85, ASTM E-1461-92, BS7134 (1990), JIS R 1611 (1991), entre outras publicações, apresentam diversas técnicas que se enquadram nas classificações dos métodos de determinação de propriedades termofísicas em regime transiente.

2.3 O Método Flash Laser

Conforme mencionado, a avaliação das incertezas associadas às propriedades termofísicas estimadas por um Modelo Estocástico com base no Método Flash Laser é o foco principal deste trabalho.

O método Flash Laser ou Método Flash foi proposto por Parker *et al.* (1961) a partir da solução analítica da equação de difusão de calor unidimensional. Carslaw e Jaeger (1959) mostraram que, sendo $T(x, 0)$ a distribuição inicial de temperatura no sólido de espessura uniforme L , a distribuição de temperatura em qualquer instante posterior t será dada por:

$$T(x, t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(x, 0) dx + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cos \frac{n \pi x}{L} \int_0^L T(x, 0) \cos \frac{n \pi x}{L} dx \quad (2.7)$$

O experimento conforme domínio matemático apresentado na Figura 2.1 considera uma amostra cilíndrica, submetida a um feixe sob a forma de um impulso de energia radiante Q [J m^{-2}], instantânea e uniformemente absorvido em uma pequena profundidade g da superfície frontal (em $x = 0$). Sendo a espessura total do sólido, L [m], a distribuição de

temperatura neste instante inicial é dada por $T(x, 0) = Q/(\rho c_p g)$ para $0 < x \leq g$ e $T(x, 0) = 0$ para $g \leq x < L$. Para estas condições iniciais do experimento e condições de contorno adiabáticas, a Equação (2.7) pode ser avaliada para a face oposta da amostra, sendo o transiente de temperatura em $x = L$ dado por:

$$T(L,t) = \frac{Q}{\rho c_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (2.8)$$

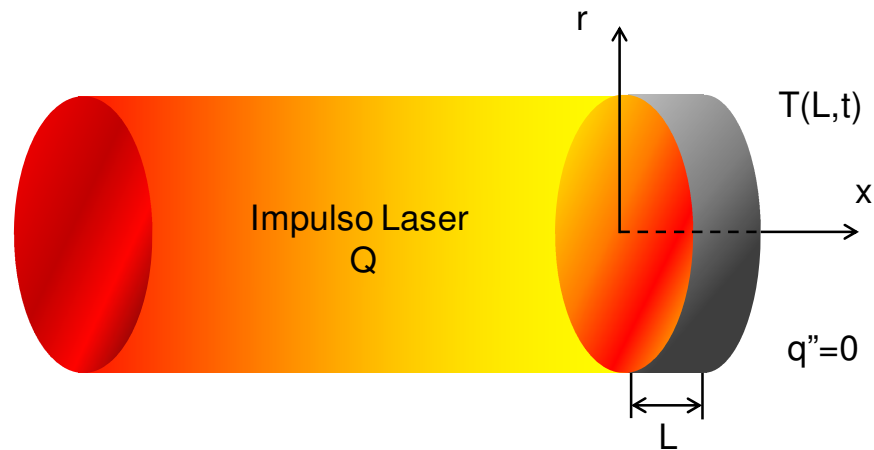


Figura 2.1 – Representação esquemática do método Flash Laser em seu domínio matemático.

Considerando as formas adimensionais de temperatura e de tempo definidas respectivamente como:

$$V(L,t) = \frac{T(L,t) - T_0}{T_M - T_0} = \frac{\Delta T(L,t)}{\Delta T_M} \quad (2.9)$$

e

$$\omega = \frac{\pi^2 \alpha t}{L^2} = \pi^2 Fo \quad (2.10)$$

onde ΔT_M representa a diferença entre a temperatura máxima na face oposta e a

temperatura inicial $T(x, 0) = T_0$, e ω é o tempo adimensional, também associado ao número de Fourier quando L é a dimensão característica. A combinação das Equações (2.8), (2.9) e (2.10) resulta em:

$$V = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \quad (2.11)$$

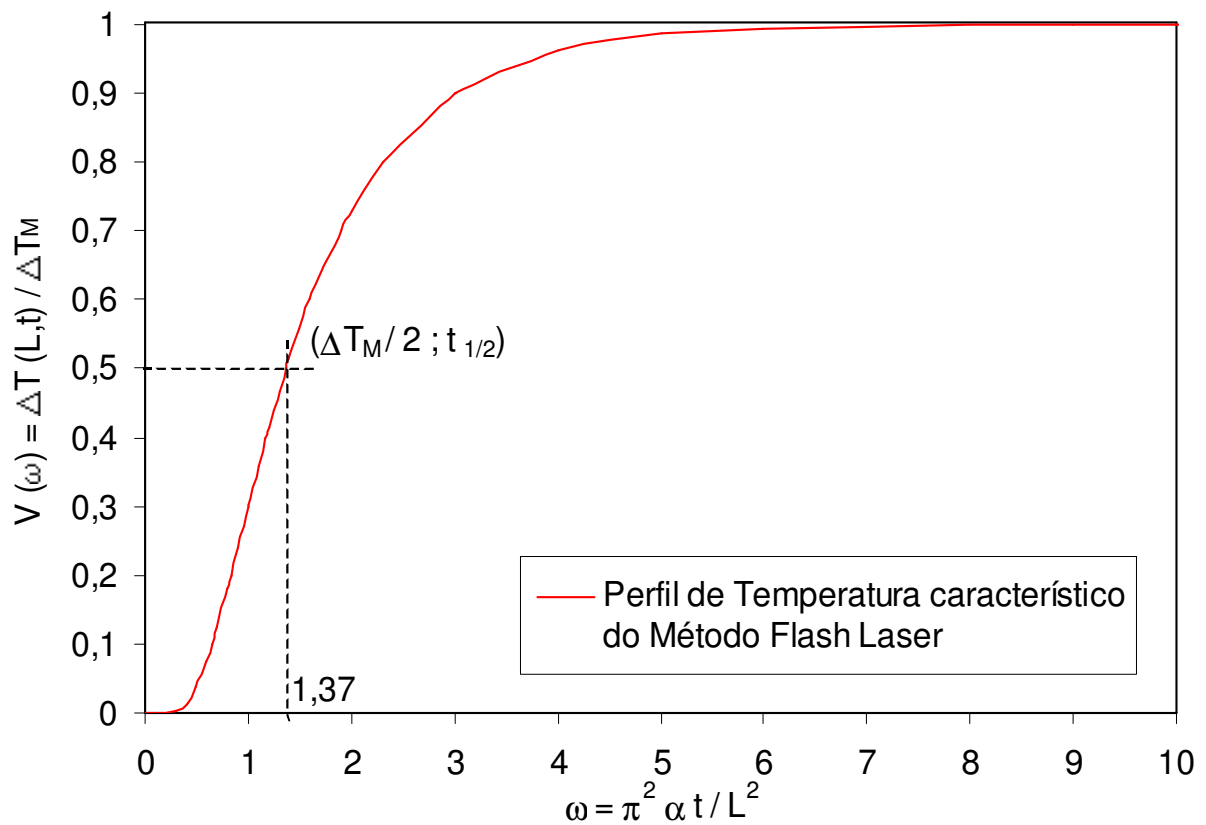


Figura 2.2 - Perfil de temperatura na face oposta da amostra (adimensionalizado e normalizado em relação à ΔT_M e $t_{1/2}$).

A Figura 2.2 apresenta o gráfico de uma curva de resposta típica originado pela Equação (2.11). Quando V é igual a 0,5, ou seja, metade da variação de temperatura, tem-se um valor notável de tempo, $t_{1/2}$, para o qual ω é igual a 1,37. A partir deste ponto, é possível calcular a difusividade térmica α do material por meio da Equação (2.12).

$$\alpha = \frac{1,37 L^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad (2.12)$$

Para se estimar o calor específico e da condutividade térmica é necessário que se conheça a quantidade de energia absorvida pelo material, podendo então ser aplicadas as Equações (2.4) e (2.5).

2.4 Histórico

Toda a teoria do Método Flash Laser vem sendo largamente analisada e muitos pesquisadores vem discutindo resultados obtidos e alguns obstáculos experimentais. As dificuldades são basicamente geradas pela necessidade de se ter experimentalmente as condições iniciais e de contorno exigidas pelo método e pelas limitações associadas à medição das alterações das grandezas envolvidas no experimento. Tais dificuldades podem gerar erros percentuais superiores a 50% nos resultados de medição (Taylor e Cape, 1964). Algumas soluções corretivas são relatadas e discutidas com o intuito de amenizar essas principais dificuldades.

Historicamente, Deem e Wood (1962) utilizaram um laser a rubi no lugar do flash de xenônio e demonstraram sua adequabilidade como fonte de energia. Moser e Kruger (1965) foram os primeiros a utilizar o método flash laser para a determinação de propriedades térmicas de materiais nucleares. Moser e Kruger (1967) reportaram os resultados de medições em compostos de urânio e em compostos de plutônio (Moser e Kruger, 1968). Murabayashi *et al.* (1969) e Takahashi e Murabayashi (1975), empregaram este método para medições de propriedades térmicas de inúmeros materiais e combustíveis nucleares: UO_2 , U_4O_9 , ThO_2 , BeO , $(Th,1\%U)O_2$, $(Th,5\%U)O_2$, $(Th,10\%U)O_2$, $(Th,Ce)O_2$, $(U,Zr)O_2$, ThO_2-BeO , UC , UN , US , UP , $UC_{1-x}N_x$, e $UP_{1-x}S_x$.

Chu *et al.* (1980) realizaram medições de difusividade térmica radial e axial em materiais anisotrópicos utilizando o princípio do método flash e o método proposto por Donaldson (1972) de ajuste de dados.

A determinação de difusividade térmica em líquidos foi apresentada por Batsale e Degiovanni (1988) e Remy e Degiovanni (2005), utilizando geometrias cilíndricas e

assumindo transferência de calor no fluido puramente condutiva. Shibata *et al.* (2002) propuseram um novo método flash laser para medir difusividade térmica em metais fundidos entre 700 e 1800 K . O método de quadrupolos térmicos, proposto por Degiovanni (1988), foi aplicado a tais trabalhos na modelagem do experimento considerando um material composto de três camadas.

A difusividade térmica em um meio semitransparente foi estimada simultaneamente com o seu coeficiente de absorção monocromático (Tischler *et al.* 1988), utilizando o algoritmo iterativo multidimensional Newton-Raphson aplicado ao transitório da face oposta da amostra. Silva (1997) realizou medições em meios semitransparentes utilizando o algoritmo de Levenberg-Marquardt para identificação dos parâmetros do sistema. Mehling *et al.* (1998) utilizaram fronteiras opacas com emissividade arbitrária para estimar a difusividade térmica de materiais semitransparentes.

Wang *et al.* (1993) realizaram medições da expansão térmica de materiais metálicos utilizando o método flash e simultaneamente obtiveram valores de calor específico, condutividade térmica e indiretamente difusividade térmica do material analisado.

Grossi *et al.* (2002), obtiveram soluções para a equação de difusão térmica aplicada ao método flash laser, utilizando a técnica de Volumes Finitos. Mostraram que os principais inconvenientes encontrados experimentalmente poderiam ser acoplados às simulações numéricas, abrindo uma porta em direção à redução das incertezas nas medições.

Grossi (2003), Grossi, Ferreira e Andrade (2004) e Grossi, Andrade e Ferreira (2004) propuseram um modelo físico-matemático baseado na solução do problema inverso utilizando o algoritmo das coordenadas descendentes (Luenberger, 1984) para minimizar o desvio entre os resultados experimentais e as soluções numéricas. Como resultados foram obtidos os valores das propriedades termofísicas [Difusividade Térmica (α), Massa Específica (ρ), Calor Específico (c_p) e Condutividade Térmica (k)] que minimizaram o desvio médio quadrático entre a solução numérica e o transiente de temperatura experimental.

Remy e Degiovanni (2005) apresentaram um processo de estimação de parâmetros envolvendo análise dos coeficientes de sensibilidade dos parâmetros especificados para o sistema e uma aproximação estocástica baseada na solução do problema inverso. Uma metodologia estatística eficaz para a análise de parte das fontes de incerteza da medição de difusividade térmica pelo método flash foi obtida. Gembarovic e Gembarovic Jr. (2004) utilizaram também técnicas de estimação de parâmetros baseadas em mínimos quadrados para avaliar efeitos não lineares devido a variações das propriedades termofísicas com a temperatura durante medições de difusividade térmica.

Hay *et al.* (2005) apresentaram avaliações das incertezas associadas a medições de difusividade térmica utilizando o método flash em amostras de Ferro ARMCO e Pyroceram 9606. As fontes de incerteza foram classificadas em 5 categorias: dispositivos de medição, materiais, métodos, meios (vizinhança) e análise de dados. Os efeitos de tempo de pulso finito e influências dinâmicas do sistema de medição não foram considerados.

A seguir são apresentados alguns dos problemas característicos da medição de difusividade térmica, considerações, soluções e correções propostas.

2.5 Desvios Experimentais do Método Flash e Correções Propostas

2.5.1 Efeitos do Tempo de Duração do Pulso

O efeito do tempo de duração do pulso pode ser observado quando não se assegura uma razão suficientemente grande, entre o tempo característico do transiente de temperatura (t_c) da Equação (2.13) e o tempo de aplicação do pulso laser (τ).

A presença isolada do efeito de tempo de pulso finito pode ser facilmente detectada ao se comparar a curva de resposta experimental normalizada e a curva teórica da solução da equação de difusão do Método Flash Laser (Norma ASTM E 1461 - 92).

Para tempos de pulso finitos observa-se uma diminuição no valor final da difusividade térmica do material, pois a mesma quantidade de energia é entregue mais lentamente ao material, retardando o transiente de temperatura e aumentando o valor de $t_{1/2}$.

Cape e Lehman (1963) desenvolveram um modelo matemático com o objetivo de considerar o efeito de tempo de pulso finito. Os autores obtiveram uma solução analítica, porém muito complexa, para a variação de temperatura na face oposta da amostra (em $x = L$), considerando a forma do pulso como uma onda quadrada com duração finita (τ). Taylor e Cape (1964) testaram experimentalmente as expressões de Cape e Lehman para pulsos finitos quadrados e triangulares em amostras de Ferro Armco. Concluíram que os resultados de difusividade térmica gerados pela Equação (2.12) podem ser considerados precisos quando o tempo de pulso do laser e o tempo de transiente obedecem a condição:

$$t_c > 50 \tau \quad \text{sendo} \quad t_c = \frac{L^2}{\pi^2 \alpha} \equiv \frac{t_{1/2}}{1,37} \quad (2.13)$$

Para valores relativamente grandes do tempo de pulso, erros percentuais superiores a 50% são incorporados ao cálculo de α proposto por Parker *et al.* (1961).

A metodologia generalizada para as técnicas de análise realizadas por Taylor e Cape (1964) e Heckman (1972) consiste em resolver numericamente as equações propostas por Cape e Lehman considerando diferentes formas de pulso (podendo ser quadrado, triangular, dente de serra descendente e ascendente, trapezoidal, parabólico, etc) para diferentes valores de tempo característico. Para cada combinação destas situações serão encontrados valores corrigidos de $t_{1/2}$.

A Figura 2.3 mostra graficamente os resultados obtidos por meio de simulações numéricas da equação de difusão térmica em sólidos, similares aos resultados apresentados por Grossi *et al.* (2002). Nestas simulações foram consideradas condições de contorno adiabáticas, sendo a aplicação do pulso de energia simulada por pulsos quadrados, com τ variável, e valores de t_c também variáveis em função de $t_{1/2}$.

Observa-se um atraso da curva à medida que o valor do tempo de duração do pulso aumenta.

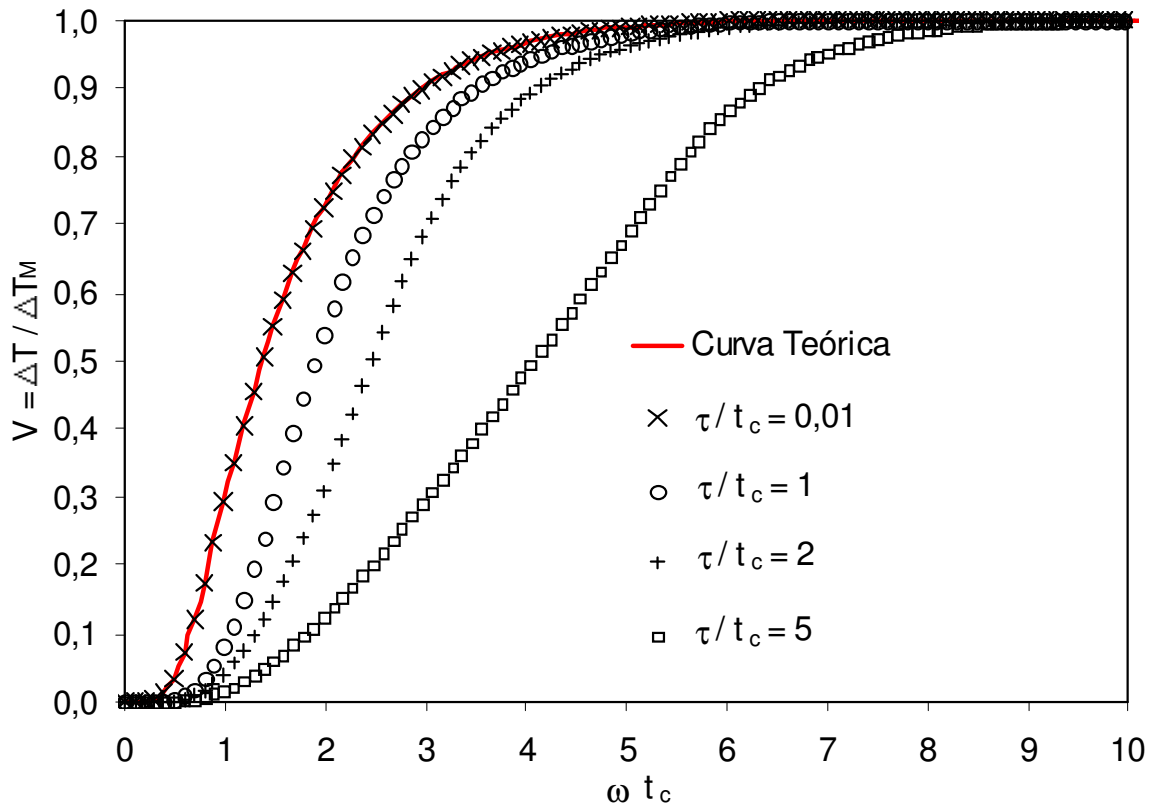


Figura 2.3 - Curvas de transientes de temperatura na face oposta do material para pulsos quadrados e diferentes valores de τ / t_c .

A Figura 2.4 mostra os mesmos resultados da Figura 2.3, porém, a variável tempo para cada curva é adimensionalizada e normalizada em relação ao $t_{1/2}$.

A partir dos dados destas simulações, um ábaco ou uma tabela podem ser gerados, correlacionando os adimensionais τ / t_c e $t_{1/2} / t_c$ para cada tipo e duração de pulso. Desta forma, quando se conhece τ e $t_{1/2}$ por meio de medições experimentais, t_c e, conseqüentemente, α , podem ser obtidos através das correlações estabelecidas.

A Figura 2.5 mostra um ábaco típico para a correção do efeito de tempo de pulso finito considerando forma de pulso quadrado e τ variável. De acordo com a equação apresentada no ábaco, a difusividade térmica, é dada por:

$$\alpha = \frac{2,6433L^2}{(1,9137 t_{1/2} - \tau) \pi^2} \equiv \frac{0,27L^2}{(1,9 t_{1/2} - \tau)} \quad (2.14)$$

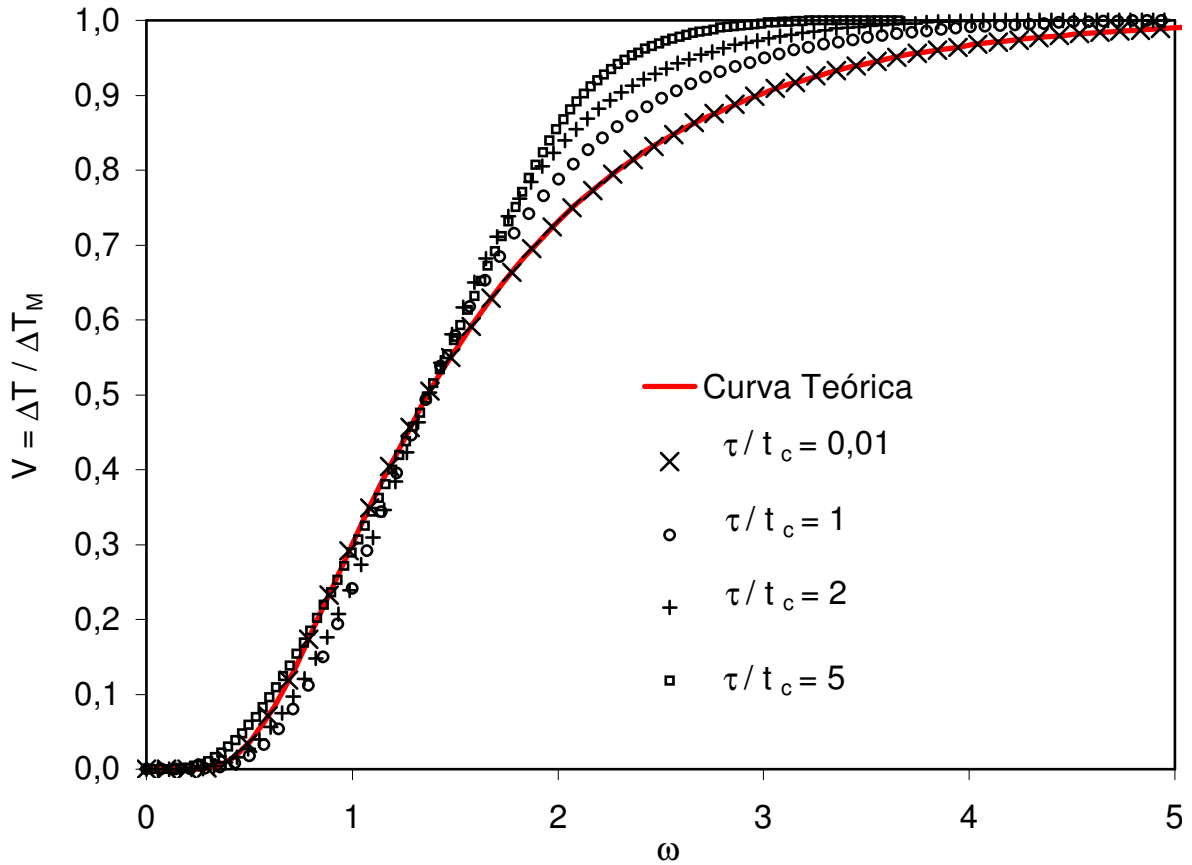


Figura 2.4 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas do transiente de temperatura para pulsos quadrados e diferentes valores de τ / t_c .

Heckman (1972) propôs uma correção nos valores de α para pulsos triangulares e considerou este tipo de aproximação bastante adequada à maioria dos dispositivos utilizados para aplicação do pulso inicial de energia na amostra, que são basicamente Lasers, (CO_2 , YAG, Rubi), lâmpadas Flash e lâmpadas de Xenônio.

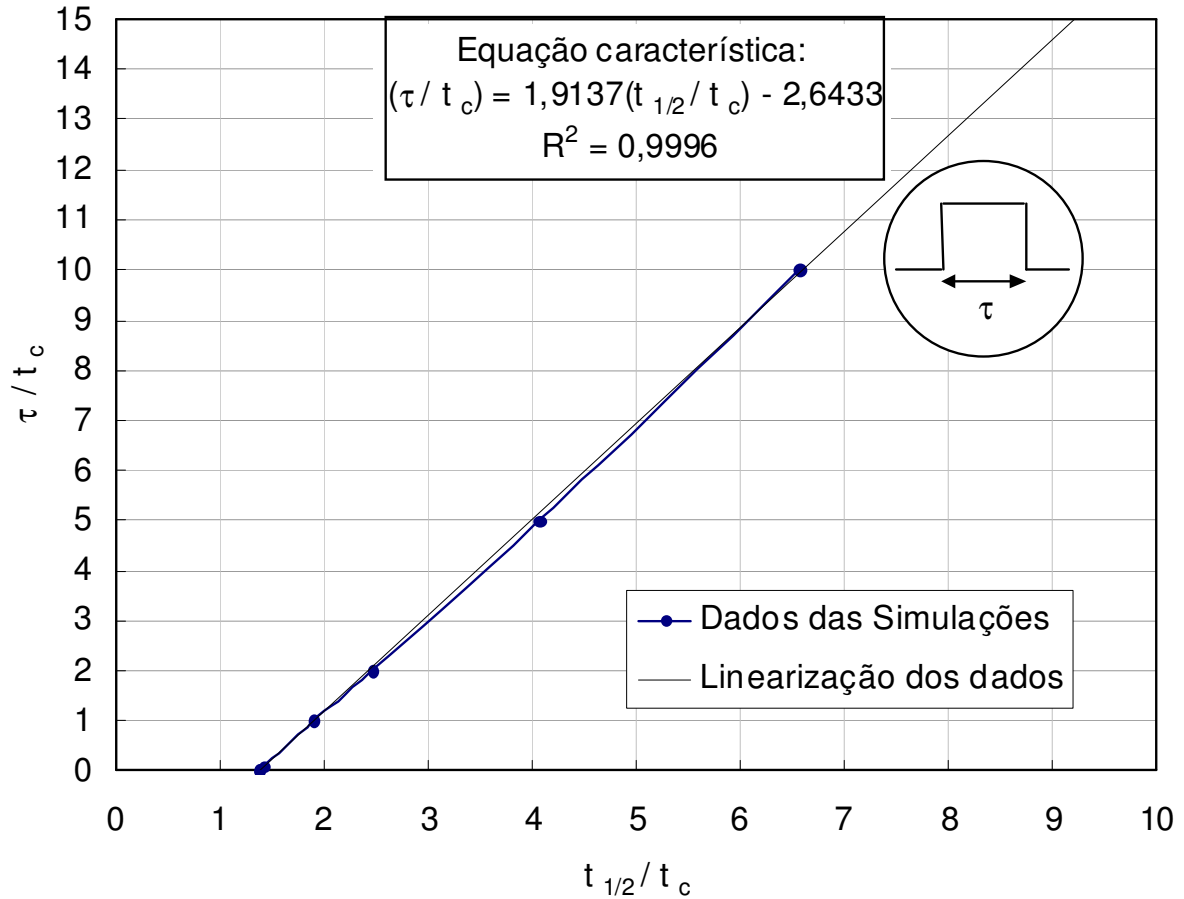


Figura 2.5 - Ábaco típico para a correção do efeito de tempo de pulso finito obtido a partir de simulações computacionais que consideram como pulso de energia inicial pulsos quadrados e de tempo de duração variável.

Lechner e Hahne (1993) apresentaram um método matemático considerando pulsos triangulares finitos e trocas térmicas. Azumi e Takahashi (1981) apresentaram uma metodologia de correção para a largura de pulso, introduzindo um novo parâmetro de tempo defasado que permite ajustar a largura e forma de pulso e corrigir suas influências. Segundo os autores não são necessárias correções de largura de pulso para $t_{1/2} \geq 5 \tau$, sendo que a adoção da Equação (2.12) para estimar o valor de α apresenta um erro restrito a cerca de 2% (mesmo para $t_{1/2} = 2 \tau$). Foram propostas correções para pulsos triangulares e quadrados.

De acordo com a norma ASTM E 1461 - 92, a correção do valor de α para pulsos triangulares pode ser realizada usando a seguinte Equação:

$$\alpha = \frac{K_1 L^2}{K_2 t_x - \tau} \quad (2.15)$$

onde t_x é o tempo requerido para uma elevação de temperatura de x % do ΔT_M , sendo K_1 e K_2 as constantes de correção cujos valores estão tabelados na norma.

Quando τ / t_c e $t_{1/2} / t_c$ não são valores completamente experimentais, esses podem ser transformados em: $(\tau / t_c) / (t_{1/2} / t_c) = (\tau / t_{1/2})$ e $(t_{1/2} / t_c) / 0,1388 = \alpha / \alpha_0$, sendo α_0 o valor da difusividade desconsiderando o efeito de tempo de pulso finito. O uso destas transformações em dados experimentais reduz o tempo necessário para a obtenção do valor final de α pois α_0 , τ e $t_{1/2}$ são resultados experimentais imediatos.

Como em outras soluções propostas para a técnica de medição flash laser, o nível de incerteza associado à medição não foi avaliado e nem o resultado de medição foi apresentado. Os métodos apresentados na literatura para correção destes efeitos (Cape e Lehman, 1963; Taylor e Cape, 1964; Heckman, 1972; Takahashi e Murabayashi, 1975; Norma ASTM E 1461 – 92, entre outros) tratam de ajustes *a posteriori*, requerendo certo tempo de processamento e são passíveis de implementação somente quando os efeitos são considerados de maneira isolada. Sendo assim, não se tem notado uma efetiva melhoria na teoria do Método Flash Laser.

Um enfoque diferente para este problema, apresentado por Grossi (2003), se baseia na análise de soluções numéricas para a equação de difusão de calor, considerando quaisquer condições iniciais e de contorno, diminuindo o grau de restrição, com relação à teoria de Parker *et al.* (1961), para o Método Flash Laser. Assim, o tempo de duração e forma do pulso podem ser considerados e acoplados aos outros parâmetros de influência, denotando um avanço significativo na teoria do Método Flash Laser proposta por Parker e seus colaboradores.

2.5.2 Efeito de Trocas Térmicas

O efeito de trocas térmicas ocorre quando não se consegue realizar o ensaio de medição de difusividade térmica sob as condições adiabáticas nas quais se baseia a teoria do Método Flash Laser. O perfil de temperatura na face oposta pode ser obtido para qualquer instante de tempo, de uma maneira simples, quando a amostra se encontra sob condições adiabáticas. Quando são consideradas as trocas térmicas entre a amostra e o ambiente, a solução analítica da equação de difusão é bem mais complexa (Parker e Jenkins, 1962; Watt, 1966). Na maioria dos casos práticos, a obtenção de tais condições ideais torna-se difícil, devido ao número de variáveis envolvidas. A seguir, são apresentados alguns conceitos, efeitos causados pelas trocas térmicas e algumas formas de se abordar o problema de maneira preventiva e corretiva.

A atenuação dos modos de transmissão de calor deve ser prevista no projeto e deve fazer parte dos detalhes construtivos do sistema de medição experimental.

Na troca térmica global, a condução de calor representa a menor parcela, pois esta é bastante minimizada com a utilização de um sistema porta-amostras com áreas de contato pontuais. Quando se utiliza um termopar como sensor de temperatura, este deve possuir fios com menor diâmetro possível para minimizar as perdas por condução através do termopar (Takahashi, 1974; Michalski, Eckersdorf e McGhee, 1991).

Analisando a parcela de trocas térmicas por convecção, estas ocorrem basicamente pelo processo de convecção natural. A prática mais difundida para a minimização desta parcela, como discutido por Parker *et al.* (1961), Minato *et al.* (1997), Clarck e Taylor (1975) e outros, consiste em estabelecer vácuo no interior da câmara onde é posicionada a amostra.

As trocas térmicas por radiação passam a se tornar cada vez mais significativas à medida que se aumenta a temperatura do ensaio. Para altas temperaturas, pequenos gradientes térmicos entre a amostra e o meio, promovem significativas trocas térmicas, pois a troca radiativa entre corpos é proporcional à diferença entre as temperaturas das superfícies elevadas à quarta potência. Pela dificuldade da atenuação da parcela

radiativa de troca térmica a temperaturas elevadas, metodologias para correção vêm sendo largamente discutidas na bibliografia (Cowan, 1963; Cape e Lehman, 1963; Watt, 1966; Heckman, 1973; Clark e Taylor, 1975).

A ocorrência do efeito de trocas térmicas é facilmente detectável, sendo a característica deste processo físico totalmente desvinculada dos demais processos envolvidos no sistema. Ao se comparar a curva de resposta experimental com a curva teórica do Método Flash Laser, percebe-se que:

- A amplitude do transiente experimental é menor que do transiente teórico, Figura 2.6;

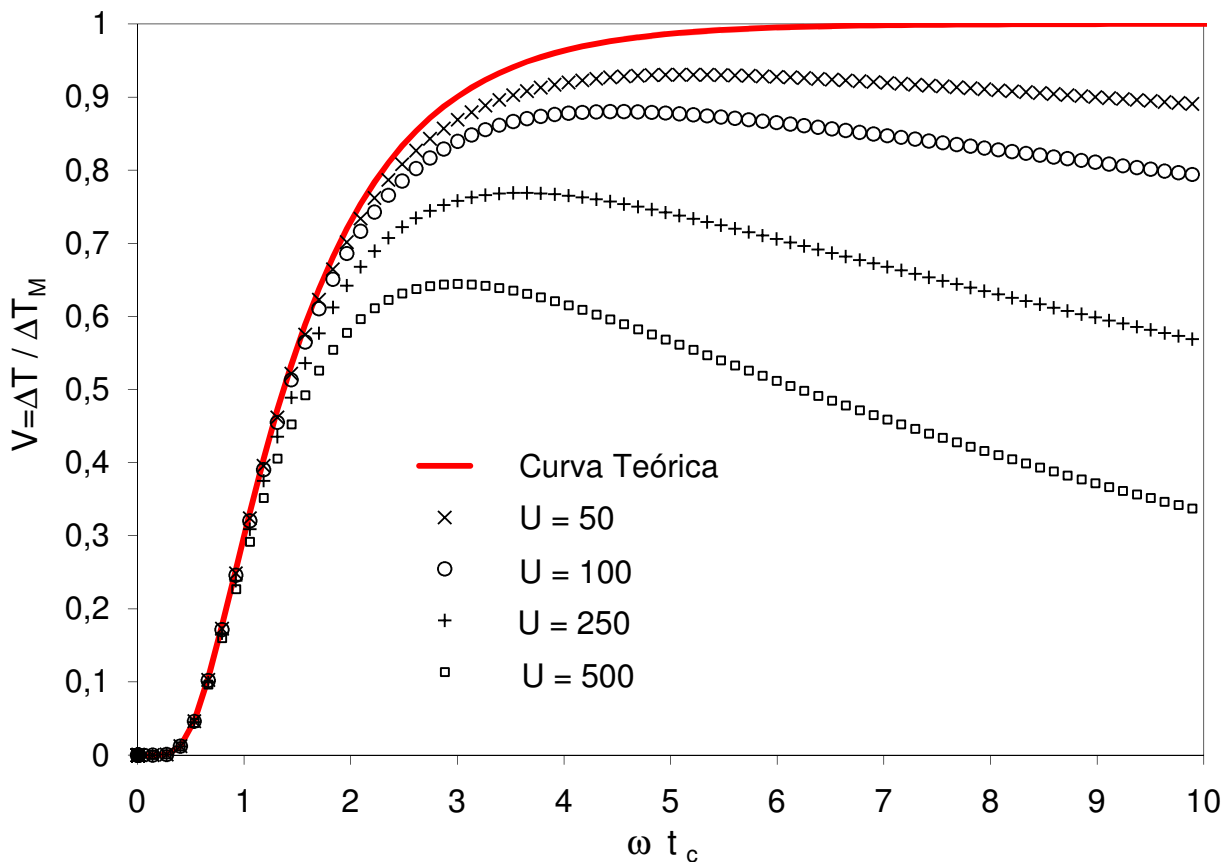


Figura 2.6 - Simulações apresentando curvas das respostas na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.

- A curva experimental precede a curva teórica durante todo o período de elevação de temperatura na face oposta, conforme Figura 2.7;

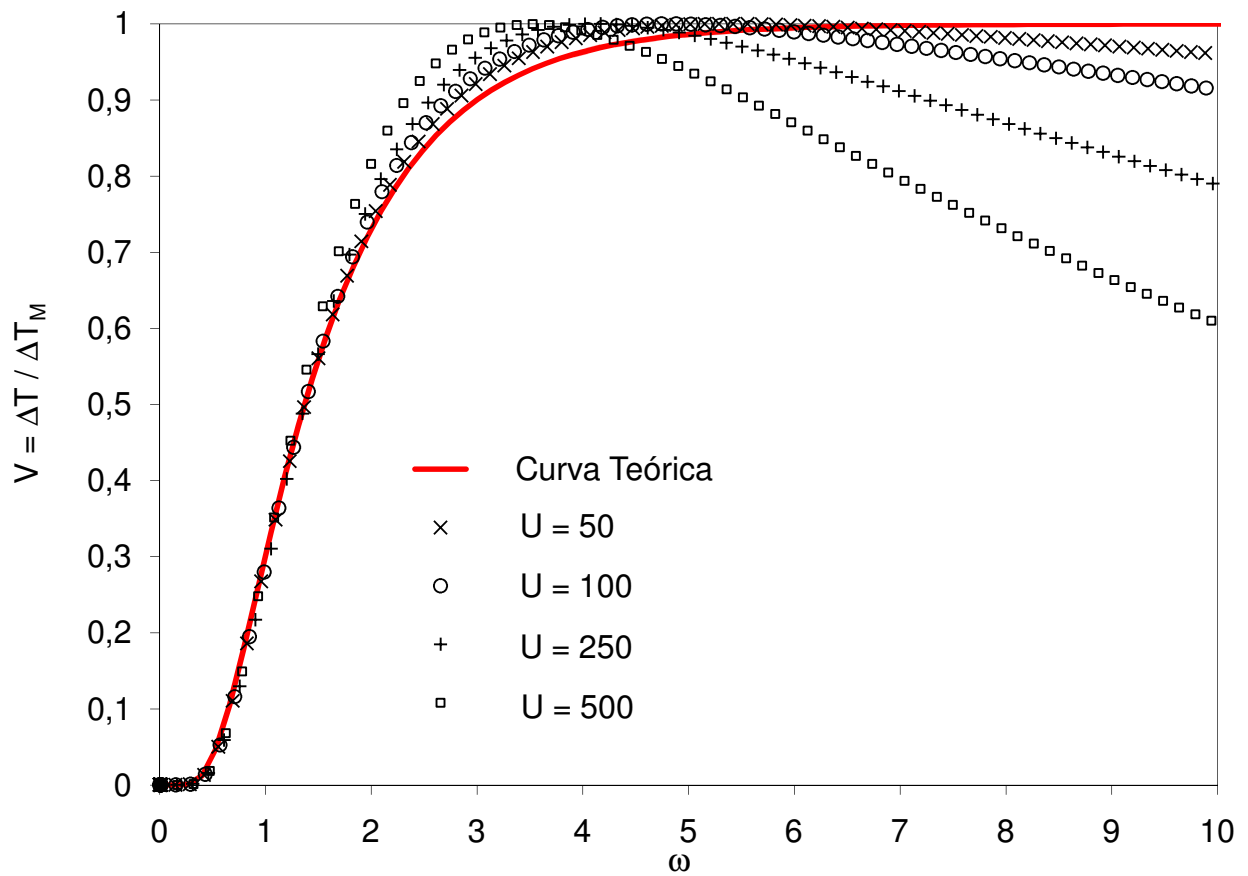


Figura 2.7 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas dos transientes na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.

- Após atingir o valor máximo, inicia-se uma queda no perfil de temperatura (no caso de perdas de calor), sinal característico e peculiar da ocorrência de trocas térmicas.

Considerando a ocorrência do efeito troca térmica, o valor final da difusividade térmica é superestimado, pois o tempo $t_{1/2}$ tende a ser menor. Essa diminuição no valor de $t_{1/2}$ ocorre em função da diminuição no valor da temperatura máxima atingida na face oposta, acarretando também uma redução no valor de temperatura efetiva de medição da propriedade térmica e aumentando os valores de c_p e k .

A Figura 2.6 mostra os resultados de simulações numéricas da equação de difusão quando se considera o efeito de perdas de calor (Grossi *et al.*, 2002). Nestas

simulações foram considerados pulsos quadrados de energia, com duração infinitesimal e valores de trocas térmicas globais (U) crescentes.

Já a Figura 2.7 mostra um gráfico adimensional e normalizado das curvas apresentadas na Figura 2.6. Na normalização, os parâmetros adimensionais, $t_{1/2}$ e ΔT_M , são constantes, diferentes para cada simulação. À medida que as perdas de calor vão aumentando, os valores $t_{1/2}$ vão diminuindo, assim como os valores ΔT_M .

A norma ASTM E 1461 - 92 apresenta um método de correção baseado na curva experimental de elevação de temperatura (Clark e Taylor, 1975) e curva de resfriamento, observada após o ponto de máximo (Cowan, 1963).

Cape e Lehman (1963) realizaram uma análise bidimensional do problema, considerando as trocas térmicas através das faces e das superfícies laterais da amostra. Curvas normalizadas mostram a diminuição dos valores de t/t_c para o ponto de meia excursão ($V = 0,5$), quando as perdas por radiação aumentam.

Cowan (1963) considerou um pulso quadrado de energia na face frontal da amostra e apresentou curvas adimensionais da solução do problema de difusão de calor unidimensional para vários valores de perdas de calor. Ele estabeleceu correlações entre o parâmetro adimensional $\alpha t_{1/2} / L^2$ e razões de decaimento do perfil de temperatura na face oposta. A razão $V(5 t_{1/2}) / V(t_{1/2})$ é aplicada aos casos de elevada perda de calor e a razão $V(10 t_{1/2}) / V(t_{1/2})$ é empregada para perdas de calor mais suaves.

Clark e Taylor (1975) realizaram estudos de cunho experimental para avaliar os métodos de correção de perdas de calor propostos na bibliografia. Heckman (1973) usou a teoria apresentada por Watt (1966) e as funções de Green para obter soluções unidimensionais e gerar uma metodologia de correção para as perdas de calor nas faces da amostra. Desta forma, Heckman obteve soluções similares às de Cowan e também valores de tempo adimensionais para os períodos de aquecimento e resfriamento. Heckman apresentou valores de t/t_c para diferentes razões dos parâmetros de perda de calor nas faces frontal e oposta da amostra.

Srinivasan *et al.* (1994) realizaram uma análise dos efeitos radiativos em medições de difusividade térmica pelo método flash de laser a altas temperaturas. Maeda *et al.* (1996) realizaram medições de difusividade térmica e calor específico em processos de fundições em temperaturas acima de 1900K, onde as trocas radiativas tornam-se bastante significativas. O acoplamento condução-radiação em meios semitransparentes foi estudado por Durastanti *et al.* (1995) usando o método flash clássico.

Remy e Degiovanni (2005) utilizaram o método dos quadrupolos térmicos considerando os efeitos de trocas térmicas e realizaram uma análise das incertezas dos resultados. O número de Biot é também utilizado para a análise da influência das trocas térmicas convectivas no processo de difusão, generalizando as condições de simulação e facilitando a interpretação dos resultados.

2.5.3 Correções Combinadas: Tempo de Duração do Pulso e Trocas Térmicas

Como apresentado nos itens 2.5.1 e 2.5.2, o efeito do tempo de duração do pulso, a forma do pulso e o efeito de trocas térmicas são problemas relevantes do Método Flash Laser. As metodologias apresentadas para correção destes efeitos podem ser aplicadas apenas nas condições onde eles ocorrem de maneira isolada, não sendo aplicáveis nas situações onde tais efeitos se encontram de maneira acoplada.

Uma exceção é mostrada por Heckman (1973), que apresenta alguns gráficos para correção dos dois efeitos combinados. Entretanto, os resultados são dados para um grupo muito limitado de valores dos parâmetros considerados, sendo que uma avaliação mais completa utilizando tal metodologia torna-se muito extensa.

Grossi *et al.* (2002) e Grossi (2003) utilizaram o Método de Volumes Finitos para obter a solução da equação de difusão de calor. Transientes de temperatura para diferentes valores de tempo de pulso e trocas térmicas globais foram apresentados. Dados experimentais em amostras de alumina recristalizada e aço foram comparados à solução analítica do Método Flash Laser e a simulações numéricas considerando a forma, a duração do pulso de laser e as trocas térmicas de maneira acoplada. Os

transientes numéricos mostraram-se representativos do processo real de difusão térmica representado pelos transientes experimentais. Já a comparação entre o transiente teórico (solução analítica para condições iniciais e de contorno ideais) e o transiente experimental mostrou desvios percentuais superiores a 30 % no valor de $t_{1/2}$ (Grossi *et al.*, 2004)..

Andre e Degiovanni (1998) e Maillat *et al.* (2000) aplicaram o Método dos Quadrupolos Térmicos considerando simultaneamente trocas térmicas e tempo de pulso finito.

2.5.4 Efeitos introduzidos pelo Sistema de Medição de Temperatura

A determinação de propriedades termofísicas de materiais pelo método Flash Laser depende, fundamentalmente, da medição de um transiente de temperatura. Nesta medição, o mensurando é variável, caracterizando assim um processo dinâmico de medição de temperatura. Os guias de expressão de incertezas apresentam metodologias amplamente difundidas que permitem, na sua maioria, estimar apenas incertezas para medições estáticas. A estimativa das incertezas resultantes do processo dinâmico pode ser obtida baseando-se em uma modelagem da dinâmica de tal sistema. A determinação de uma função de transferência para o sistema é uma técnica amplamente difundida e baseada em métodos de identificação de sistemas.

O termo medição dinâmica de temperatura se refere a todos os experimentos nos quais ocorrem transientes térmicos no sensor, independentemente de tais transientes serem causados por variações de temperatura no meio, no sensor ou no próprio mensurando. Os erros dinâmicos ocorrem quando a inércia do sistema de medição de temperatura, SMT, torna-se significativa em relação à dinâmica do transiente medido. Para avaliá-los é necessário conhecer as propriedades dinâmicas do SMT.

A estimativa das incertezas dinâmicas é a peça chave para se definir os níveis de confiabilidade do resultado de uma medição dinâmica, como é o caso do ensaio para determinação de propriedades termofísicas pelo método Flash Laser. Portanto, sua utilização não se restringe unicamente à medição de temperatura, sendo aplicada a qualquer outro tipo de grandeza avaliada por uma medição transiente.

Um método eficiente para correção dos efeitos do SMT é o método de identificação de sistemas que avalia as propriedades dinâmicas de sensores de temperatura. O processo de identificação se dá a partir da análise da resposta transitória observada na saída do sistema de medição ao se aplicar sinais de teste na entrada deste sistema. Inúmeras técnicas utilizam diferentes sinais de teste, sendo o degrau, o impulso e a rampa os mais freqüentemente utilizados e estudados na teoria de controle moderno (Ogata, 1998; Paniagua e Dénos, 2002).

A identificação da Função de Transferência, FT, que representa as características de comportamento ou propriedades dinâmicas do SMT pode ser avaliada com base em constantes de tempo (N_1 e N_2) ou freqüência natural (ω_n) e razão de amortecimento (ξ) no domínio da freqüência, como mostrado nas equações a seguir para um sistema de segunda ordem excitado por uma entrada em degrau (Cimerman, Blagojevic e Bajsic, 2002):

$$G(s) = \frac{1}{s(1+N_1s)(1+N_2s)} \quad \text{ou} \quad G(s) = \frac{1}{\frac{s^2}{\omega_n^2} + \frac{2\xi s}{\omega_n} + 1} \quad (2.16)$$

onde

$$\omega_n = \frac{1}{\sqrt{N_1 + N_2}} \quad \text{e} \quad \xi = \frac{N_1 + N_2}{\sqrt{N_1 + N_2}} \quad (2.17)$$

No domínio do tempo temos:

$$\frac{\Delta T}{\Delta T_e} = 1 - \frac{N_1}{N_1 - N_2} e^{-t/N_1} + \frac{N_2}{N_1 - N_2} e^{-t/N_2} \quad (2.18)$$

sendo ΔT é o transiente de temperatura na saída do sistema de medição e ΔT_e é o sinal de entrada (transiente de temperatura real na amostra). A partir das constantes N_1 e N_2 , estimadas através de modelagem matemática, é possível se predizer a resposta

dinâmica de um sistema de segunda ordem a um sinal de excitação qualquer.

Michalski *et al.* (1991) apresentam diversos métodos experimentais com princípios concisos para determinação da FT de sensores de temperatura, que pode ser expressa sob a forma de equações diferenciais que descrevem o balanço de energias do sistema. Como vantagem do método de identificação de sistemas está a análise da resposta dinâmica do sistema de medição como um todo, acoplando as etapas de detecção da grandeza, transmissão e tratamento do sinal. Assim, o modelo completo do sistema pode ser descrito em sua forma genérica pela Equação (2.19):

$$G(s) = \frac{\Delta T e^{t_d s}}{\prod_{1}^n (1 + J_n s)} \quad (2.19)$$

onde ΔT representa a amplitude do sinal em regime permanente, t_d é o tempo morto da resposta do sistema e $-1 / J_n$ representa os pólos da função de transferência que definem a ordem do sistema analisado.

A representação discreta generalizada da Equação (2.19) é apresentada pela Equação (2.20).

$$A(q)y(k) = \frac{B(q)}{F(q)}u(k) + \frac{C(q)}{D(q)}v(k) \quad (2.20)$$

onde $y(k)$ é a saída do sistema (resposta), $u(k)$ representa uma entrada exógena (excitação do sistema) e $v(k)$ ruído branco (Aguirre, 2004).

Considerando q^{-1} o operador de atraso, de forma que $y(k)q^{-1} = y(k-1)$, os polinômios $A(q)$, $B(q)$, $C(q)$, $D(q)$ e $F(q)$ são definidos pela Equação (2.21) para os seus respectivos números, n , de atrasos.

$$\begin{aligned}
A(q) &= 1 + a_1 q^{-1} + \dots + a_{n_y} q^{-n_y}; \\
B(q) &= b_1 q^{-1} + \dots + b_{n_u} q^{-n_u}; \\
C(q) &= 1 + c_1 q^{-1} + \dots + c_{n_v} q^{-n_v}; \\
D(q) &= 1 + d_1 q^{-1} + \dots + d_{n_d} q^{-n_d}; \\
F(q) &= 1 + f_1 q^{-1} + \dots + f_{n_f} q^{-n_f}.
\end{aligned}
\tag{2.21}$$

A aplicação de técnicas de identificação de sistemas para estimação dos parâmetros de sensores e transdutores (temperatura, pressão, etc), tem como objetivo obter um ajuste da resposta dinâmica a sinais de teste. Como segundo passo, torna-se possível realizar uma deconvolução dos dados utilizando a função de transferência inversa para determinar os valores reais da grandeza medida a partir da correção dos valores medidos (Dénos e Sieverding, 1997; Paniagua e Dénos, 2002).

No item 5.2 deste trabalho será apresentado um modelo determinístico do comportamento dinâmico do SMT utilizado no LMPT – CDTN. Tal modelagem permite determinar (recuperar) o sinal original de variação de temperatura na face oposta da amostra a partir do transiente de resposta fornecido pelo SMT.

2.6 Métodos Matemáticos aplicados à Determinação de Propriedades Termofísicas

2.6.1 Método de Volumes Finitos

Dentre os métodos mais divulgados para obtenção de soluções numéricas para difusão térmica está o método de Diferenças Finitas com formulação em Volumes de Controle (Método dos Volumes Finitos, Patankar, 1980, Patankar, 1991 e Maliska, 1995). A essência desse método está na forma de abordagem da equação de balanço de energia, que assume a forma discretizada bidimensional mostrada pela Equação (2.22):

$$a_P T_P = a_E T_E + a_W T_W + a_N T_N + a_S T_S + b \tag{2.22}$$

O sistema de coordenadas a ser adotado pode ser escolhido de forma que melhor se adapte à geometria sobre a qual se deseja obter a solução numérica. A Figura 2.8 apresenta uma representação típica de um volume de controle em coordenadas cartesianas.

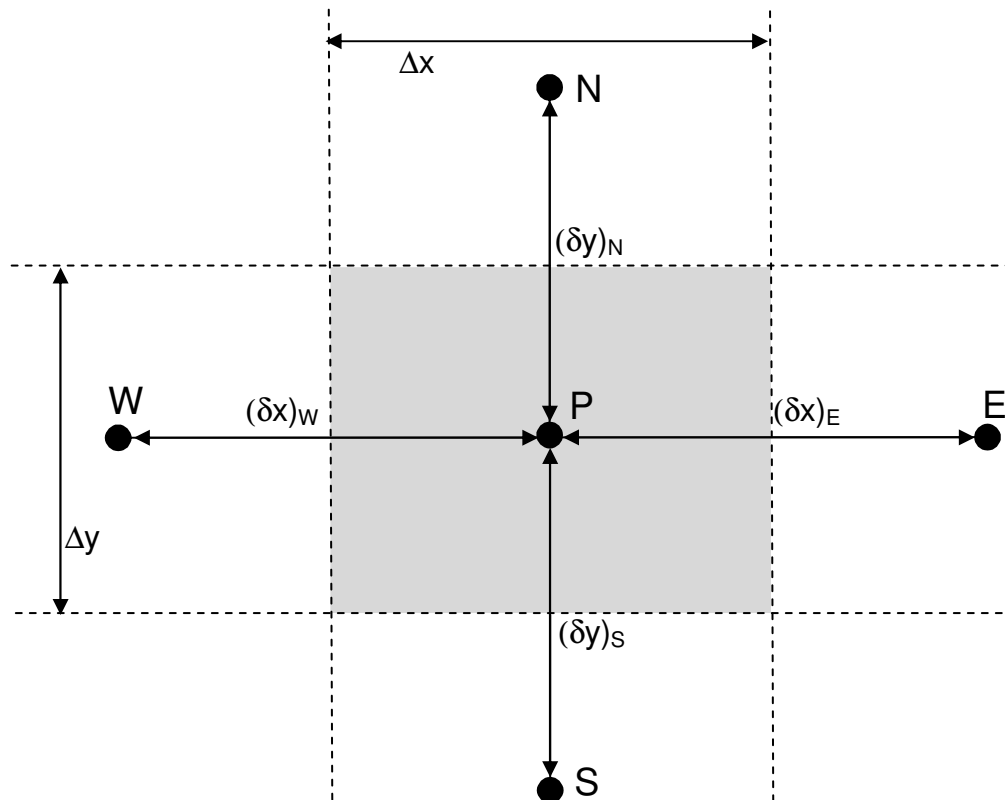


Figura 2.8 – Volume de controle típico em coordenadas cartesianas.

Considerando o sistema de coordenadas cilíndricas como o mais adequado para este trabalho, os termos da Equação (2.22) são definidos como:

$$a_E = \frac{k_E \Delta r}{(\delta x)_E} \quad (2.23)$$

$$a_W = \frac{k_W \Delta r}{(\delta x)_W} \quad (2.24)$$

$$a_N = \frac{k_N \Delta x}{(\delta r)_N} \quad (2.25)$$

$$a_S = \frac{k_S \Delta x}{(\delta r)_S} \quad (2.26)$$

$$a_P = a_E + a_W + a_N + a_S + a_P^0 \quad (2.27)$$

$$a_P^0 = \frac{\rho c_p \Delta x \Delta r}{\Delta t} \quad (2.28)$$

com b no interior do sólido dado por:

$$b = a_P^0 T_P^0 \quad (2.29)$$

e na superfície dado por:

$$b = q \quad (2.30)$$

onde k é a condutividade térmica do material, os subíndices E, W, N e S correspondem às características dos pontos nodais localizados, respectivamente, à direita, esquerda, acima e abaixo do ponto analisado, Δx é o tamanho do volume de controle na direção x , Δr representa o comprimento radial do volume de controle, Δt é o incremento no tempo, δ corresponde à distância entre os nós de volumes de controle consecutivos, T_P^0 representa a temperatura antiga no ponto p e q representa os fluxos prescritos em cada superfície do sólido, correspondendo à implementação das condições iniciais e de contorno envolvidas.

Associado à implementação desta discretização, o método permite a obtenção de soluções numéricas com condições iniciais e de contorno quaisquer. Refinamentos das

malhas espaciais e temporais podem ser aplicados às regiões de maior interesse ou com geometrias intrincadas, como mostrado por Hahn *et al.* (1997).

Desta forma, é possível considerar as características físicas particulares ao sistema, definidas em sub-rotinas específicas, em função do comportamento dos parâmetros e condições reais relativas ao processo de difusão. Com isso as condições sobre as quais são realizados os ensaios experimentais são incorporadas às simulações numéricas do processo de difusão térmica analisado.

O número de volumes de controle na direção axial foi dividido em duas zonas com 15 volumes de controle cada uma e cujos expoentes utilizados -2 e 2 respectivamente. Já na direção radial, foram utilizados 10 volumes de controle igualmente distribuídos. Esta malha espacial foi testada por meio da comparação de simulações numéricas com transientes teóricos obtidos para o Método Flash Laser. A malha temporal adotada utilizou um incremento de 0,00005 s para instantes de tempo inferiores ao tempo de pulso do laser, τ , e 0,005 s para tempos de simulação superiores a τ . Os resultados apresentados no Capítulo 5 e nos Apêndices C e D comprovam a eficiência das malhas espacial e temporal adotadas

2.6.2 Método dos Quadrupolos Térmicos

O desenvolvimento deste método teve início na década de 80 por uma equipe de pesquisadores do Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée (LEMETA) em Nancy, França (Maillet *et al.*, 2000). Tal método vem sendo utilizado como base de modelos para estimativa de propriedades termofísicas de materiais (Remy e Degiovanni, 2005; Gembarovic e Gembarovic Jr., 2004).

Do ponto de vista matemático, o Método dos Quadrupolos Térmicos (MQT) pertence à classe dos métodos analíticos para solução de equações diferenciais parciais lineares em geometrias simples. Aplicada à equação de calor, a solução térmica pode ser expressa como uma relação de matrizes lineares entre vetores de fluxo de temperatura transformados e as condições de contorno do sistema. Isto leva à obtenção de uma solução intrínseca cuja forma independe destas condições de contorno. Esta

abordagem do problema pode ser aplicada a situações em regime permanente ou transiente, uni ou multidimensionais, podendo ser estendida ainda a regimes periódicos.

Como método analítico, o MQT possui aplicações limitadas, entretanto, apresenta como vantagem a interpretação física do resultado e a sua transparência em função da natureza explícita de análise.

O método tradicional analítico de solução de equações de difusão por meio de transformada integral é agora potencializado por métodos matemáticos modernos como transformadas de Laplace inversas e transformadas rápidas de Fourier inversas (IFFT) implementadas através de programas como o MATLAB®.

A abordagem hoje conhecida como método dos quadropolos foi primeiramente apresentada por Carslaw e Jaeger em 1921 e posteriormente em 1946 e 1959. A modelagem se baseia em matrizes com associações de impedâncias, originalmente elétricas, que através da analogia entre os sistemas, analisam processos térmicos utilizando impedâncias térmicas. Assim, o tratamento de problemas de transferência de calor passa a ser muito similar à modelagem de circuitos elétricos, onde a corrente elétrica é substituída pelo fluxo de calor e a diferença de potencial pela temperatura. As transformações de Laplace para o fluxo de calor e para a temperatura são definidas por:

$$\theta(x, s) = \int_0^{\infty} T(x, t) e^{-st} dt \quad \text{e} \quad \phi(x, s) = \int_0^{\infty} q''(x, t) e^{-st} dt \quad (2.31)$$

sendo T e q'' respectivamente a temperatura e o fluxo de calor no domínio do tempo e θ e ϕ os análogos no domínio da frequência.

Esta forma de abordagem leva à obtenção de uma equação diferencial para o campo de temperatura no lugar da equação integro-diferencial de conservação de energia.

A aplicação do MQT ao Método Flash Laser considera as Transformadas de Laplace θ_1 e θ_2 para os valores de temperatura em $x=0$ (face frontal) e $x=L$ (face oposta),

respectivamente, e as transformações ϕ_1 e ϕ_2 para os correspondentes fluxos de calor de Laplace. Estes quatro parâmetros são relacionados pelas seguintes equações (Maillet *et al.*, 2000):

$$\begin{bmatrix} \theta_1 \\ \phi_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathcal{A} & \mathcal{B} \\ \mathcal{C} & \mathcal{D} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_2 \\ \phi_2 \end{bmatrix} \quad (2.32)$$

$$\mathcal{A} = \mathcal{D} = \cosh(L\sqrt{s/\alpha}), \quad \mathcal{B} = \frac{1}{kA\sqrt{s/\alpha}} \sinh(L\sqrt{s/\alpha}) \quad \text{e} \quad \mathcal{C} = kA\sqrt{s/\alpha} \sinh(L\sqrt{s/\alpha}) \quad (2.33)$$

A expressão acima representa um sistema linear de duas equações e duas incógnitas, θ_1 e θ_2 , que são as temperaturas nas duas faces da amostra representadas no domínio de Laplace. A solução deste sistema é dada por:

$$\theta_2 = \frac{QA}{\mathcal{C}} = \frac{Q}{k\sqrt{s/\alpha} \sinh(L\sqrt{s/\alpha})} \quad (2.34)$$

$$\theta_1 = QA \frac{\mathcal{A}}{\mathcal{C}} = \frac{Q}{k\sqrt{s/\alpha} \tanh(L\sqrt{s/\alpha})} \quad (2.35)$$

O método dos quadrupolos é rápido e eficiente, pode ser aplicado a materiais compósitos, líquidos, processos de difusão tridimensional e com condições de contorno diversas. Como inconveniente tem-se que soluções térmicas são expressas como uma relação linear matricial entre vetores de fluxo de temperatura transformados, implementando as condições de contorno do sistema. Alguns fatores importantes como o tempo de duração do pulso de Laser, a sua forma e o seu fator de uniformidade não são implementados de maneira simples pelo modelo (Andre e Degiovanni, 1998).

2.6.3 Método de Transformação Logarítmica

O método de transformação logarítmica foi apresentado primeiramente por Takahashi *et al.* (1988). Thermitus e Laurent (1997) apresentaram uma nova técnica de transformada logarítmica que pode ser interpretada como uma adição de efeitos de trocas térmicas e

de condução radial ao método adiabático original flash laser. Um modelo de regressão baseado na técnica de transformação logarítmica utilizando duas técnicas de redução de dados (Método de Levenberg-Marquardt e o filtro de Kalman estendido) tem por objetivo a identificação de um parâmetro dependente da espessura da amostra e de sua difusividade térmica e adicionalmente outras condições experimentais como número de Biot e distribuição de densidade de energia do pulso.

A técnica de transformação logarítmica desacopla a simulação do experimento em duas etapas. Nestas etapas, simulações incorporando os efeitos causados por trocas térmicas e condução radial são adicionadas à simulação de difusão térmica sob condições adiabáticas. A difusividade térmica da amostra é calculada a partir da espessura da amostra e de uma constante extraída do modelo adiabático que independe dos efeitos de trocas térmicas ou de condução radial, levando a uma baixa sensibilidade desta técnica a estes efeitos.

A técnica apresentou bons resultados para pulsos não uniformes e para números de Biot de 0,01 a 5. Para a identificação dos parâmetros foi utilizado como estimador o filtro de Kalman estendido que incorporou ao modelo a ocorrência de um ruído branco de média zero. Entretanto os autores desconsideraram a ocorrência de efeitos dinâmicos dos sistemas de medição.

Lechner e Hahne (1993) apresentaram uma solução numérica, usando transformadas de Laplace, para a equação de difusão térmica aplicada ao método Flash considerando pulsos triangulares finitos e trocas térmicas. A análise do fenômeno no domínio da frequência traz vantagens, pois a convolução da curva de resposta de temperatura, para sinais de excitação triangulares consiste em uma simples multiplicação no domínio de Laplace. Ao invés de realizar a tradicional transformada inversa de Laplace, a equação que descreve o histórico de temperatura na face oposta da amostra no domínio da frequência é expandida em uma série infinita de somatórios e uma antitransformação termo a termo leva à solução no domínio do tempo.

Apesar da técnica de transformação logarítmica aplicada ao método Flash apresentar uma rápida convergência (pois o desvio relativo da solução proposta comparada à

solução exata não supera 0,1% ao se utilizar apenas um termo da série) e incorporar dois efeitos relevantes observados freqüentemente em condições experimentais reais, outras condições de não idealidade geradoras de incertezas no resultado final da medição de difusividade térmica (como por exemplo, efeitos dinâmicos do sistema de medição), não são contempladas pela solução numérica.

Como em outras soluções apresentadas para a melhoria da técnica de medição flash, o nível de incerteza associado à medição não foi avaliado e nem resultados de medições foram apresentados.

Sendo esta uma das preocupações deste trabalho, a avaliação da confiabilidade metrológica dos resultados apresentados para determinação de propriedades termofísicas é apresentada nos próximos Capítulos, onde metodologias genéricas e efetivas de propagação de incertezas recentemente apresentadas (JCGM, 2007; Cox e Harris, 2006; Cox *et al.*, 2002) se aplicam à avaliação metrológica do Método Flash Laser apresentada neste trabalho.

3 AVALIAÇÃO E PROPAGAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO

A expressão do resultado de medição de uma determinada grandeza física deve conter uma avaliação do seu comportamento estatístico. Sem esta indicação, resultados das medições não podem ser comparados a valores de referência apresentados em uma especificação ou norma. Portanto, é necessário que haja um procedimento prontamente implementado, facilmente compreendido e de aceitação geral para caracterizar a qualidade dos resultados de medição, avaliando de maneira eficaz seus comportamentos estatísticos e, finalmente, expressando coerentemente a incerteza associada a tais resultados com um determinado nível de confiança.

Em 1978, reconhecendo a falta de um consenso internacional para a expressão da incerteza de medição, o Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM) solicitou ao Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM) que tratasse o problema em conjunto com os laboratórios nacionais de metrologia e que fizesse uma recomendação. Este grupo concluiu que havia necessidade de se obter um procedimento internacionalmente aceito para expressar a incerteza de medição e para combinar os componentes individuais da incerteza em uma única incerteza total. Entretanto, não se evidenciou um consenso quanto ao método a ser usado. O BIPM então convocou uma reunião com o propósito de se chegar a um procedimento uniforme e de aceitação geral para a especificação da incerteza; ela foi assistida por especialistas de 11 laboratórios. Este Grupo de Trabalho desenvolveu em 1980 a “Recomendação INC-1, Expressão de Incertezas Experimentais”. O CIPM aprovou a recomendação em 1981 e a ratificou em 1986.

Baseado nesta recomendação, o CIPM solicitou à Organização Internacional de Normalização (ISO) o desenvolvimento de um guia detalhado para expressão de incerteza. A responsabilidade foi conferida ao ISO Technical Advisory Group on Metrology (TAG 4) que, por sua vez, formou o Grupo de Trabalho 3 (ISO/TAG 4/WG 3). Ficou estabelecida a seguinte tarefa: Desenvolver um documento/guia baseado na recomendação do Grupo de Trabalho do BIPM sobre a Declaração de Incertezas que

forneça regras sobre a incerteza de medição para a utilização em normalização, calibração, credenciamento de laboratórios e serviços de metrologia.

Desta forma foi criado o Guia para Expressão de Incertezas de Medição, ISO/BIPM-GUM (1995), comumente tratado como Guia, no qual este capítulo está baseado. Para a solução de questionamentos advindos da criação do Guia e desenvolvimento de documentos complementares, foi criado em 1997 o Comitê Conjunto para Guias em Metrologia, JCGM (Joint Committee for Guides in Metrology).

3.1 Incerteza Padrão

A incerteza de uma medição pode ser definida de forma abrangente como a dúvida acerca do resultado de medição. Em outras palavras, reflete a falta de conhecimento exato do mensurando, podendo ser tratada como um parâmetro associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão de valores que podem ser atribuídos ao mensurando (VIM, 2008). Pode-se definir ainda incerteza como a indicação de quanto o melhor valor pode diferir do valor verdadeiro, em termos de probabilidades.

A incerteza em um resultado de medição consiste geralmente de diversas componentes as quais podem ser agrupadas em duas categorias em função da maneira pela qual o seu valor numérico é estimado (ISO/BIPM – GUM, 1995).

Em uma avaliação Tipo A estimam-se as incertezas através de métodos estatísticos, sendo os valores de incerteza obtidos a partir de repetições das observações das grandezas medidas sob as mesmas condições e posterior análise estatística destas séries de observações. Neste caso a incerteza padrão coincide com o valor estimado para o desvio padrão, a partir de uma amostra representativa. Entretanto, se um número finito de medições for efetuado e o seu valor médio for usado como estimativa da grandeza analisada, a incerteza padrão corresponde ao desvio padrão da média do número de medições realizadas (ISO/BIPM – GUM, 1995).

Numa avaliação Tipo B a incerteza padrão (u) é avaliada por julgamento científico baseando-se em todas as informações disponíveis sobre a possível variabilidade das

medições. O conjunto de informações pode incluir: dados de medições prévias ou levantamentos estatísticos a priori; a experiência ou o conhecimento geral do comportamento e propriedades de materiais e instrumentos; especificações do fabricante; dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados; limites máximos de variação atribuídos aos parâmetros; incertezas relacionadas a dados de referência extraídos de manuais.

Recomenda-se apresentar o valor médio da grandeza avaliada, sua variabilidade sob a forma de incerteza padrão, determinada pela função de densidade de probabilidade (FDP) característica com distribuições de probabilidade Normal, Retangular, Triangular, Trapezoidal ou outra e os limites máximos e mínimos para a variável em função de um intervalo de confiança especificado.

3.2 Incerteza Padrão Combinada

A incerteza padrão combinada de um resultado de medição é a incerteza padrão quando este resultado é obtido por meio dos valores de várias outras grandezas (medição indireta). Desta forma pode-se estabelecer como modelo da medição¹ a seguinte relação de funcionalidade entre a grandeza a ser determinada, Y , (grandeza de saída) e grandezas de entrada (X_1, X_2, \dots, X_N):

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (3.1)$$

Uma estimativa da média do mensurando \bar{Y} pode ser obtida utilizando um conjunto de M estimativas das N grandezas de entrada ($X_{1,M}, X_{2,M}, \dots, X_{N,M}$). Assim, a estimativa de saída de y , que é o resultado da medição, é dada por:

$$y = \bar{Y} = \frac{1}{M} \sum_{k=1}^M Y_k = \frac{1}{M} \sum_{k=1}^M f(X_{1,k}, X_{2,k}, \dots, X_{N,k}) = \sum_{k=1}^M f(x_1, x_2, \dots, x_N)_k \quad (3.2)$$

¹ Em alguns casos as grandezas de entrada podem depender de outras grandezas, incluindo correções e fatores de correção para efeitos sistemáticos, levando a uma complicada relação funcional (f) que não pode ser escrita de modo explícito. Também este é o caso onde f existe somente como algoritmo que terá de ser resolvido numericamente. Tais modelos são chamados de modelos implícitos.

As M estimativas das entradas x_i e suas respectivas incertezas padrão associadas, $u(x_i)$, podem ser obtidas por meio de duas² maneiras que estimam a distribuição de probabilidade da grandeza de entrada X_i :

- i) Experimentalmente, através de uma série de medições ou observações de cada grandeza de entrada (Avaliação Tipo A).
- ii) Avaliação *a priori*, através de julgamento científico sobre a possível variabilidade das grandezas de entrada (Avaliação Tipo B).

A incerteza padrão combinada $u_c(y)$, considerando que pode haver dependência estatística parcial entre cada par das grandezas de entrada x_1, x_2, \dots, x_n , é dada por:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \quad (3.3)$$

onde $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$ é a covariância estimada entre as grandezas x_i e x_j . As derivadas parciais são os coeficientes de sensibilidade, que descrevem o quanto a saída y é influenciada por variações das entradas x_i .

3.3 Incerteza Expandida

A incerteza expandida (U) é estimada pela multiplicação da incerteza padrão combinada pelo respectivo fator de abrangência, k , que é escolhido com base no nível de confiança requerido para expressão do resultado de medição, logo:

$$U = k u_c \quad (3.4)$$

² Uma terceira maneira seria amostragem numérica: através de um algoritmo de geração de valores aleatórios de acordo com a função de densidade de probabilidade (FDP) associada à grandeza de entrada X_i . Esta forma de amostragem numérica é aplicada a modelagens utilizando o Método de Monte Carlo para propagação de parâmetros (descrito no item 3.4.1).

O cálculo do fator de abrangência se baseia na distribuição t de Student avaliada para uma probabilidade de abrangência ou nível de confiança p qualquer, podendo ser obtido na tabela do Guia ISO/BIPM - GUM (1995).

O número de graus de liberdade de cada grandeza de entrada corresponde ao número de graus de liberdade efetivo encontrado por ocasião da sua estimativa. Os graus de liberdade ν_i são iguais a $n-1$ para uma única grandeza estimada pela média aritmética de n medições independentes (Incerteza Tipo A). Os graus de liberdade para uma incerteza padrão obtida pela avaliação do Tipo B são calculados de acordo com a equação G.3 do ISO/BIPM – GUM (1995):

$$\nu \approx \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta u(x)}{u(x)} \right]^{-2} \quad (3.5)$$

onde a expressão entre colchetes é a incerteza relativa à incerteza de x . Quando tal informação não é disponível, considera-se $\nu \rightarrow \infty$.

3.4 Propagação de Distribuições através de Modelos Matemáticos

A obtenção de informações relativas a uma determinada quantidade de interesse (θ) que nesta análise estatística é chamada de parâmetro ou grandeza do modelo (responsável por implementar o comportamento de uma variável do sistema), é de importância fundamental em estudos metrológicos. O valor verdadeiro de θ é de fato desconhecido e o objetivo dos estudos estatísticos é a redução do seu nível de desconhecimento. Além disso, a intensidade da incerteza a respeito de θ pode assumir diferentes graus. De acordo com a Teoria Bayesiana, estas diferentes intensidades são representadas por meio de modelos estocásticos para θ . A partir deste ponto de vista, é natural que diferentes pesquisadores possam encontrar diferentes valores de incerteza associados a θ em função do modelo estocástico adotado para explicar o seu comportamento. Para modelos estocásticos, não existe nenhuma distinção entre

quantidades observáveis e os parâmetros de modelagem. Todas são consideradas quantidades aleatórias.

Assim como para modelos explícitos, a expressão dos resultados de uma modelagem implícita (modelo cuja relação funcional entra as grandezas de entrada e as grandezas de saída não pode ser escrita explicitamente) deve conter uma avaliação do comportamento estatístico das grandezas ou parâmetros de saída do modelo. Sem tal avaliação nada se pode dizer a respeito das propriedades estatísticas obtidas das funções de densidade de probabilidade associadas aos resultados de uma modelagem.

Em um Modelo Determinístico não são modeladas incertezas associadas aos parâmetros modelados. Os resultados desta modelagem são números e não variáveis aleatórias. As características operacionais são relações exatas e não funções de densidade estocásticas. Em geral, soluções analíticas poderão ser obtidas para esses modelos.

Já em um Modelo Estocástico, as incertezas são modeladas na forma de variáveis aleatórias. Conseqüentemente, ao contrário dos modelos determinísticos, a saída ou o resultado de modelos estocásticos são variáveis aleatórias. Pelo menos uma das características operacionais é uma função de densidade estocástica. Normalmente é utilizado quando é inviável modelar deterministicamente um sistema, devido à sua complexidade matemática e às características de aleatoriedade associadas ao sistema.

Modelos Dinâmicos podem ser definidos como modelos nos quais as iterações relativas ao tempo são levadas em consideração. A grande maioria dos modelos de simulação são modelos dinâmicos. Mesmo para simulações do processo de difusão térmica, considerando propriedades termofísicas constantes, a solução do problema utilizando, por exemplo, a técnica de volumes finitos, leva a uma modelagem determinística em função do tempo, sendo, portanto, dinâmica.

A propagação de distribuições de probabilidade através de modelos com maior grau de complexidade pode ser realizada utilizando o Método de Monte Carlo, MMC, descrito no item 3.4.1. Para modelos como o apresentado no Capítulo 5 (que consiste em uma

modelagem implícita, dinâmica, estocástica e com múltiplos parâmetros de entrada e de saída), a aplicação do MMC é considerada bastante adequada, nobre e eficiente para a propagação das distribuições de probabilidade associadas às grandezas de entrada e avaliação das incertezas associadas às grandezas de saída.

O Comitê Conjunto para Guias em Metrologia, JCGM (Joint Committee for Guides in Metrology) criado em 1997 e formado por representantes das seguintes organizações: BIPM, IEC, ISO, OIML, IFCC, IUPAC e IUPAP; publicou recentemente em 2007 a versão final do Suplemento 1 do Guia para Expressão de Incerteza de Medição: Propagação de Distribuições usando o Método de Monte Carlo (JCGM, 2007). Tal documento visa a avaliação das propriedades estatísticas de modelos com uma grandeza de saída usando o Método de Monte Carlo. Para modelos com várias grandezas de saída, está em desenvolvimento o Suplemento 2 do Guia para Expressão de Incerteza de Medição: Modelos com qualquer número de grandezas de saída.³

3.4.1 Método de Monte Carlo

Segundo o ISO/BIPM – GUM (1995), se a distribuição de probabilidade das grandezas de entrada é conhecida e se a grandeza de saída é uma função linear das grandezas de entrada, então, a distribuição de probabilidade da grandeza de saída pode ser obtida por convolução das distribuições de probabilidade individuais (Dietrich, 1991), por meio da expansão de primeira ordem da série de Taylor da relação entre as grandezas.

Se a relação funcional entre a saída e as grandezas de entrada é não-linear, a expansão de primeira ordem da série de Taylor da relação entre as grandezas pode não ser uma aproximação aceitável. Então a distribuição de probabilidade da grandeza

³ As metodologias adotadas nos dois suplementos apresentam grande aplicabilidade a modelos implícitos [ex: modelos onde as grandezas de entrada são consideradas mensurandos e dependem de outras grandezas (incluindo correções e fatores de correção para efeitos sistemáticos), ou onde a relação existente entre grandezas de entrada e saída é dada por um algoritmo cuja solução é apenas numérica (em especial modelos não lineares ou dinâmicos)] e de múltiplos parâmetros de entrada e de saída. Tais características são observadas na modelagem proposta no Capítulo 5 que consiste na aplicação do Método de Monte Carlo à Solução do Problema Inverso de difusão térmica, baseada no Método de Volumes Finitos com aplicação ao Método Flash Laser. Tal aplicação estabelece um modelo estocástico onde são avaliadas as incertezas associados aos múltiplos parâmetros de saída de uma modelagem implícita de um processo dinâmico de medição.

de saída não pode ser obtida pela convolução das grandezas de entrada. Em tais casos, métodos numéricos ou analíticos são requeridos. Métodos numéricos para propagação de incertezas também são utilizados quando as estimativas das grandezas de saída são obtidas somente a partir de soluções numéricas (em modelos implícitos com soluções numéricas diretas ou inversas) com base nos valores das grandezas de entrada.

O Método Monte Carlo⁴ consiste em simular um experimento com a finalidade de determinar propriedades estocásticas de uma população, a partir de uma nova amostragem aleatória dos componentes dessa população. O método, também chamado de amostragem estocástica, possui aplicações práticas bastante amplas, sendo também utilizado para validação de resultados fornecidos pela metodologia de análise de incertezas proposta pelo ISO/BIPM - GUM (1995), podendo incluir ainda os casos onde tal metodologia não pode ser aplicada (Cox e Harris, 2006).

O MMC apresenta uma estrutura robusta de processamento de informações, propagando as FDPs das grandezas de entrada através do modelo e gerando FDPs para a grandeza ou grandezas de saída. Desta forma, as informações estatísticas passam a ser ilimitadas, indo bem além da estimativa do valor esperado e desvio padrão associado dados pela metodologia de análise de incertezas proposta pelo GUM. A partir das FDPs das grandezas de saída é possível obter:

- Média, mediana e moda;
- Desvio padrão (incerteza padrão), variância e momentos centrais de ordem mais elevadas como obliquidade e curtose;
- Intervalo de confiança considerando um determinado valor de probabilidade para o qual se estima que os valores da grandeza se encontrem;
- Demais estimadores estatísticos ou outros parâmetros estatísticos derivados.

⁴ Popularizado por Stanislaw Ulam, Enrico Fermi, John Von Neumann e Nicholas Metropolis entre outros. Von Neumann, Ulam e Fermi coroaram o método na década de 1940 durante a 2ª Guerra Mundial quando do desenvolvimento da bomba atômica no Laboratório Nacional de Los Alamos.

Uma implementação sólida do Método de Monte Carlo requer:

- Algoritmos para geração de amostras baseados nas várias possíveis FDPs associadas às grandezas de entrada, sejam estas correlacionadas ou independentes;
- Considerações com relação ao número de simulações de Monte Carlo necessárias para se obter valores de desvio padrão associados às grandezas de saída com, por exemplo, dois algarismos significativos. Nestes casos, soluções adaptativas devem ser desenvolvidas. Outros métodos de convergência e fatores limitantes como viabilidade computacional podem também definir o número de simulações de Monte Carlo a serem realizadas.

O processo de amostragem do MMC produz um erro de amostragem que depende do número de simulações a serem realizadas. Assim, a maior distinção do MMC está associada à influência do número de simulações nos erros associados à expressão do resultado de medição, enquanto para a metodologia ISO/BIPM – GUM (1995) não existe controle da influência nos resultados causada pela linearização do modelo ou por considerar as FDPs das grandezas de saída como distribuições Gaussianas.

Em essência, o Método de Monte Carlo para avaliação de incertezas realiza uma propagação de distribuições utilizando técnicas de amostragem. Desta forma uma modelagem estocástica é obtida a partir da aplicação do MMC a um modelo determinístico.

3.4.1.1 Aplicação a Modelos com saída Multivariável

Recentemente publicado, o Suplemento 1 do GUM (JCGM, 2007) trata da aplicação do Método de Monte Carlo para propagação de incertezas em modelos com uma grandeza de saída. Em fase de desenvolvimento está o Suplemento 2 do GUM que abordará tal aplicação a modelos com qualquer número de grandezas de saída (saída multivariável).

Apesar de não completamente normalizada, neste trabalho de tese é proposta, no Capítulo 5, item 5.3, uma metodologia de utilização do Método de Monte Carlo com

aplicação a modelos com múltiplas variáveis de saída. Tal metodologia proposta se baseia na estrutura de um modelo de saída multivariável, dada por:

$$Y = f(X) \quad (3.6)$$

onde X é um vetor contendo os N parâmetros de entrada e Y representa o vetor contendo os R parâmetros de saída.

Utilizando o Método de Monte Carlo, M simulações são realizadas utilizando como entrada M vetores $X_M = (x_{1,M}, \dots, x_{N,M})$ amostrados aleatoriamente de acordo com as FDPs estimadas para cada um dos parâmetros de entrada. Os resultados (saídas do modelo) são agrupados em uma matriz de parâmetros ótimos, MPO, de dimensão $R \times M$:

$$\text{MPO} = \begin{bmatrix} y_{1,1} & \cdots & y_{1,M} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ y_{R,1} & \cdots & y_{R,M} \end{bmatrix} = f \begin{bmatrix} x_{1,1} & \cdots & x_{1,M} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ x_{N,1} & \cdots & x_{N,M} \end{bmatrix} \quad (3.7)$$

O cálculo da matriz de covariância, MCOV, da matriz de saída MPO é dado por:

$$\text{MCOV} = \frac{1}{M-1} \text{MPO}^* (\text{MPO}^*)^T \quad (3.8)$$

onde MPO^* é a MPO corrigida pela média dos resultados de todas as M simulações, ou seja, cada elemento de uma linha é subtraído pela média aritmética dos elementos desta linha, sendo que MPO^* contém os desvios das respostas do modelo (para cada parâmetro de saída) em relação ao valor médio de cada parâmetro.

Assim, as estimativas das variâncias e covariâncias são apresentadas sob a forma matricial na matriz de covariância, também chamada de matriz de variância e covariância ou matriz de dispersão das variáveis aleatórias y_1, \dots, y_R .

$$\text{MCOV} = \begin{bmatrix} \sigma^2(y_1) & \sigma(y_1, y_2) & \cdots & \sigma(y_1, y_R) \\ \sigma(y_1, y_2) & \sigma^2(y_2) & \cdots & \sigma(y_2, y_R) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \sigma(y_1, y_R) & \sigma(y_2, y_R) & \cdots & \sigma^2(y_R) \end{bmatrix} \quad (3.9)$$

A matriz MCOV é por construção uma matriz simétrica ($\text{MCOV}^T = \text{MCOV}$) e definida positiva. Na diagonal estão os valores de variância dos R parâmetros ou grandezas de saída y , sendo que os elementos das posições i, j quando $i \neq j$ são as covariâncias entre os parâmetros y_i e y_j .

A matriz de covariância ou matriz de incerteza contém melhores informações estatísticas (variâncias, covariâncias, desvios padrão e fatores de correlação) em relação às informações fornecidas por uma análise linear, na qual se baseia a lei de propagação de incertezas proposta pelo ISO/BIPM - GUM (que de maneira geral não cobre modelos de saída multivariável e/ou implícitos). As grandezas de saída são calculadas utilizando todas as colunas de MPO. A partir de cada linha da MPO é possível obter um vetor $1 \times M$ que representa de maneira discreta a FDP de cada grandeza de saída. Desta forma, a matriz MPO fornece praticamente informações estatísticas ilimitadas sobre os parâmetros ou grandezas do modelo.

A partir dos valores de covariância entre parâmetros é possível ainda avaliar a capacidade de estimação do modelo, a partir dos fatores ou coeficientes de correlação entre os parâmetros dados por:

$$\text{FC}(y_i, y_j) = \frac{\text{Cov}(y_i, y_j)}{\sqrt{\text{Var}(y_i)} \sqrt{\text{Var}(y_j)}} = \frac{\sigma(y_i, y_j)}{\sigma(y_i) \sigma(y_j)} \quad (3.10)$$

O nível de incerteza da estimação será menor quanto menor for o valor das variâncias. A correção dos valores estimados pode ser desprezada à medida que os valores dos fatores de correlação forem distantes da unidade, ou seja, descorrelacionados. Para esta última análise, é equivalente dizer que o processo de estimação é não polarizado.

A análise dos valores das variâncias dos parâmetros permite identificar parâmetros com maior variabilidade relativa. A partir de uma análise de sensibilidade é possível identificar os parâmetros de maior influência nos resultados de saída do modelo e, portanto, passíveis de otimização do ponto de vista de aparato experimental e avaliação metrológica.

De maneira geral, a aplicação do método de Monte Carlo a modelos com múltiplos parâmetros (grandezas) de saída adota a seguinte seqüência de passos:

- 1 - Definir o número M de Simulações de Monte Carlo a serem realizadas;
- 2 - Gerar M vetores contendo N valores aleatórios tomados para cada uma das grandezas de entrada do modelo (em função de suas respectivas FDPs);
- 3 - Estimar os M valores para as R grandezas de saída obtidas como resposta do modelo quando excitado pelos M vetores/amostragens aleatórias das grandezas de entrada;
- 4 - Estimar o valor das grandezas de saída e incertezas padrão associadas (medias aritméticas e desvios padrão calculados a partir da matriz de covariância dos resultados do modelo);
- 5 - Ordenar de forma crescente e classificar os valores das grandezas de saída, obtendo uma representação discreta de funções de densidade de probabilidade;
- 6 - Estimar, para um intervalo de confiança de 95%, o valor médio e incerteza associada às grandezas de saída (mensurandos) a partir das FDPs discretas obtidas.

3.4.1.2 Características e Considerações do MMC

Número de Simulações de Monte Carlo: O número de simulações de Monte Carlo deve ser estimado e definido para o procedimento de simulação numérica com base em um procedimento adaptativo em função de uma tolerância numérica prescrita (JCGM, 2007). Pode-se realizar uma escolha a priori, entretanto não é possível realizar um controle direto sobre o grau de aproximação obtido pelo procedimento de Monte Carlo.

Por não haver garantia de que um determinado número de simulações é efetivamente suficiente, recomenda-se um processo adaptativo para seleção de M . Uma propriedade deste processo é obter um número de simulações otimizado e coerente com o grau de aproximação numérica requerido. Para modelos tidos como complicados (por exemplo, modelos definidos por equações diferenciais parciais ou modelos como os apresentados no Capítulo 5, onde são obtidas soluções ótimas para o problema inverso de difusão térmica, requerendo uma seqüência de simulações prévias para a busca da solução ótima) não se torna computacionalmente viável tomar mais que um pequeno número de Simulações de Monte Carlo (tipicamente 10). Nestes casos torna-se impossível obter um intervalo de abrangência realmente confiável. Entretanto, uma estimativa, um desvio padrão e um intervalo de confiança podem ser obtidos em assumindo uma FDP Gaussiana (ao se apelar para o Princípio da Máxima Entropia que diz que a distribuição normal tem máxima entropia entre todas as demais distribuições de probabilidade quando o se conhece desta distribuição apenas a média e desvio padrão, logo, é razoável assumir que sua distribuição de probabilidade seja Gaussiana). Desta forma, caracteriza-se como de extrema relevância que, associado à apresentação dos resultados, seja apresentada a metodologia indicando claramente como eles foram obtidos e quais hipóteses foram adotadas.

Aplicabilidade do método a diferentes tipos de modelos: o Método de Monte Carlo pode ser aplicado irrestritamente a qualquer que seja a natureza ou estrutura do modelo, podendo este apresentar comportamentos desde linear a fortemente não linear. O método não requer nenhuma análise inicial do modelo, para, por exemplo, estimar quantos termos da expansão da série de Taylor devem ser utilizados para fornecer uma estimativa adequada (não polarizada) dos parâmetros estatísticos associados a uma grandeza de saída (como é o caso da metodologia GUM). Não é necessária nenhuma estimativa prévia das FDPs das grandezas de saída (aumentando assim a sensibilidade do modelo), sendo que estas podem ser estimadas sob a forma de FDPs discretas.

Condições de Simetria dispensadas: não há a necessidade de se assumir que as FDPs associadas às grandezas de entrada ou de saída sejam simétricas, evitando ajustes inadequados ou não representativos do comportamento estatístico real das grandezas.

Desta forma, distribuições tais como a de Poisson (taxas de contagem), Gama, Exponenciais e Chi-quadradas podem ser consideradas.

Cálculo de derivadas não requerido: Não são necessárias expressões algébricas para as derivadas parciais de primeira ordem do modelo em relação às grandezas de entrada (nem mesmo expressões algébricas para o cálculo destas derivadas parciais de primeira ordem). Esta característica é fundamentalmente interessante e aplicável a modelos que possuem apenas soluções numéricas (baseadas em métodos numéricos que utilizam processos iterativos, recursivos, derivativos entre outros), para os quais não se consegue explicitar de maneira analítica a relação entre todas as grandezas ou parâmetros do modelo (nos quais geralmente se incluem as condições iniciais e de contorno).

Anulação do conceito de graus de liberdade efetivo: o resultado fornecido pelo método de Monte Carlo inclui um conjunto de valores para cada grandeza de saída, o qual pode ser utilizado para a construção de FDPs discretas (estimativa das FDPs das grandezas de saída). Assumindo a priori uma distribuição Gaussiana para a grandeza analisada, o número de simulações de Monte Carlo (M) é utilizado para associar um nível de significância à faixa de valores apresentada para as grandezas de saída (dada com base na média e desvio padrão associados) por meio de uma transformação linear para a distribuição t de Student. Assim, a média é o parâmetro de locação e o desvio padrão o parâmetro de escala.

Possibilidade de estimativa aproximada de coeficientes de sensibilidade: mantendo livre uma das grandezas de entrada e todas as demais fixas, é possível obter estimativas para os coeficientes de sensibilidades desta grandeza de entrada em relação às grandezas de saída. Entretanto, a aplicação do método de Monte Carlo não exige o cálculo de tais coeficientes.

4 CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA E FONTES DE INCERTEZA: APLICAÇÃO AO MÉTODO FLASH LASER

Este Capítulo apresenta a caracterização do sistema de medição⁵ de propriedades termofísicas baseado no Método Flash Laser e as metodologias utilizadas para avaliação de suas principais fontes de incerteza, expressando para dada grandeza de influência seu valor médio, desvio padrão e FDP características.

As grandezas avaliadas neste Capítulo serão tratadas no Capítulo 5 como parâmetros de entrada dos modelos descritos⁶. As metodologias de avaliação da propagação de incertezas apresentadas no Capítulo 3 serão aplicadas de forma combinada e complementar.

4.1 Fontes de Incerteza

As principais fontes de incerteza do aparato experimental do LMPT – CDTN foram identificadas e classificadas utilizando o método de Ishikawa e seguindo o guia ISO/BIPM-GUM (1995), como mostrado a seguir.

Dispositivos de Medição

As incertezas dos dispositivos de medição se relacionam às avaliações das quantidades físicas envolvidas nos processos de medição (determinação da espessura, L , temperatura inicial da amostra, T_0 , e do ambiente, T_{amb} , dinâmica do sistema de medição de temperatura, SMT, tempo morto, t_d , energia entregue à amostra, Q , nível de ruído de medição, ϵ^* , base de tempo, t , etc).

⁵ Bancada Experimental do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – LMPT/CDTN descrita em detalhes por Grossi (2003).

⁶ Neste trabalho não se faz distinção entre as palavras grandeza e parâmetro, entretanto, a palavra grandeza estará associada às propriedades identificáveis e definidas de um sistema físico de medição (enfocadas no Capítulo 4), as quais serão tratadas como parâmetros de modelagem no Capítulo 5.

Materiais

As fontes de incerteza relativas aos materiais estão associadas às suas propriedades óticas, químicas e termofísicas⁷: coeficiente de dilatação térmica, isotropia, homogeneidade, emissividade, ε , absorvidade, α_{abs} , e transmissividade, τ , condutividade térmica, k , calor específico, c_p , e massa específica, ρ , variação das propriedades termofísicas com a temperatura, etc.

Métodos

As incertezas relativas aos métodos se devem às diferenças entre as condições experimentais reais e as assumidas como parâmetros de entrada pelo modelo (tempo de duração do pulso, τ , forma do pulso de energia aplicado pelo laser, fator de redução da energia do pulso, fator de uniformidade do pulso, avaliação da potência real emitida pelo sistema de aquecimento, etc), aos erros no processo de identificação do SMT (estrutura do estimador utilizado para identificação e qualidade dos dados) e aos erros numéricos associados às estruturas adotadas pelos modelos para obter as soluções numéricas para o processo de difusão térmica (malhas temporais e espaciais adotadas, critérios de convergência, erro de truncamento, método numérico utilizado, etc).

Meio (Vizinhança)

As influências do meio no processo de medição, ou incertezas introduzidas pela vizinhança/ambiente que envolve a amostra, correspondem às condições experimentais e são induzidas basicamente pelas características do forno de aquecimento da amostra (homogeneidade de temperatura e estabilidade), características da atmosfera interna e externa (transmissividade dos meios e anteparos) e todos os parâmetros relativos a trocas térmicas (resistências de contato, coeficientes de trocas térmicas por condução, convecção e radiação).

⁷ Nesta tese as propriedades termofísicas dos materiais são tratadas de maneira diferenciada, pois a estimação dos seus valores médios e a avaliação das incertezas associadas são os objetivos principais deste trabalho. Tais grandezas são tratadas como grandezas de saída dos modelos propostos no Capítulo 5, sendo todas as demais grandezas tratadas como parâmetros de entrada do modelo.

A propagação de todas estas incertezas pode se tornar excessivamente detalhada, complexa e possivelmente inviável, quando cada fonte é tratada particularmente utilizando a estrutura do guia ISO/BIPM-GUM (1995). Desta forma, é requerida uma metodologia eficaz de propagação de todas estas fontes de incerteza. Tal metodologia é apresentada em detalhes no Capítulo 5 e se baseia no desenvolvimento de Modelos Estocásticos a partir da aplicação do Método de Monte Carlo.

4.2 Divisão do Sistema em Módulos

A garantia da consistência física associada às grandezas termofísicas características de materiais é de fundamental importância para este trabalho. Por isto, a metodologia de análise modular foi aplicada à avaliação do aparato experimental do LMPT – CDTN.

A modularização do sistema permitiu o estudo das características e comportamentos específicos de determinadas grandezas em função do processo físico experimentado pelo módulo. A técnica de modularização ainda favoreceu a identificação do comportamento de grandezas específicas de determinados subsistemas que apresentam comportamentos semelhantes ou correlacionados a outras grandezas associadas a outros módulos. Desta forma, foi possível realizar o desacoplamento de grandezas similares ou correlacionados do sistema (aumentando a robustez do modelo quanto à avaliação eficaz de cada módulo), garantindo a consistência física das grandezas estimadas como saída (propriedades termofísicas).

A Figura 4.1 apresenta esquematicamente os três principais módulos da bancada⁸.

⁸ - Laser CO₂, responsável pela emissão do pulso de energia sobre a superfície da amostra;
- Forno de aquecimento e porta amostra, que possibilita criação de condições para a medição das propriedades termofísicas em diferentes faixas de temperatura e garante o alinhamento entre a amostra, o Laser e o sistema de medição de temperatura;
- Sistema de medição de temperatura, responsável pela aquisição da variação de temperatura na face oposta da amostra, condicionamento do sinal, armazenamento e tratamento final dos dados.

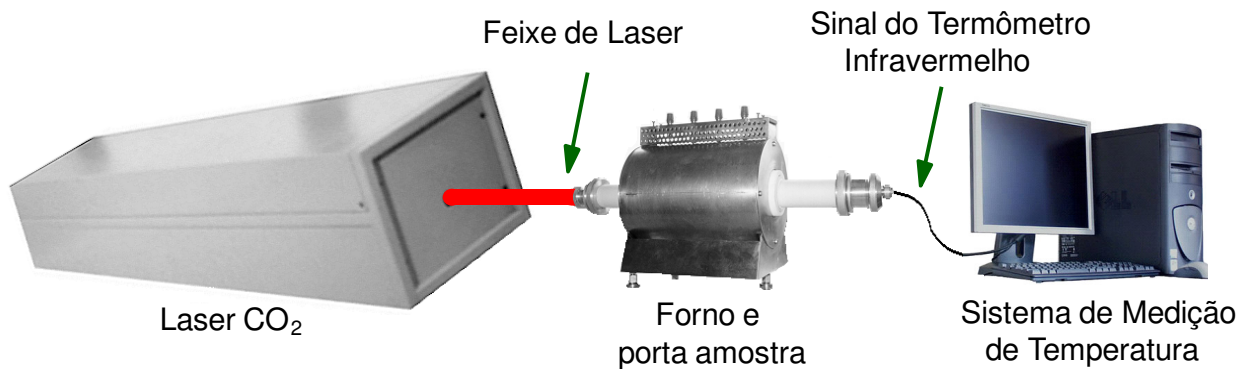


Figura 4.1 - Esquema do aparato experimental do Laboratório Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais através do Método Flash Laser, LMPT - CDTN.

Esta bancada de medição é o aparato experimental utilizado para a obtenção de dados e validação do Modelo Estocástico desenvolvido neste trabalho e apresentado no Capítulo 5. Do ponto de vista de tal modelagem, a bancada de medição pode ser particionada como mostrado na Figura 4.2.

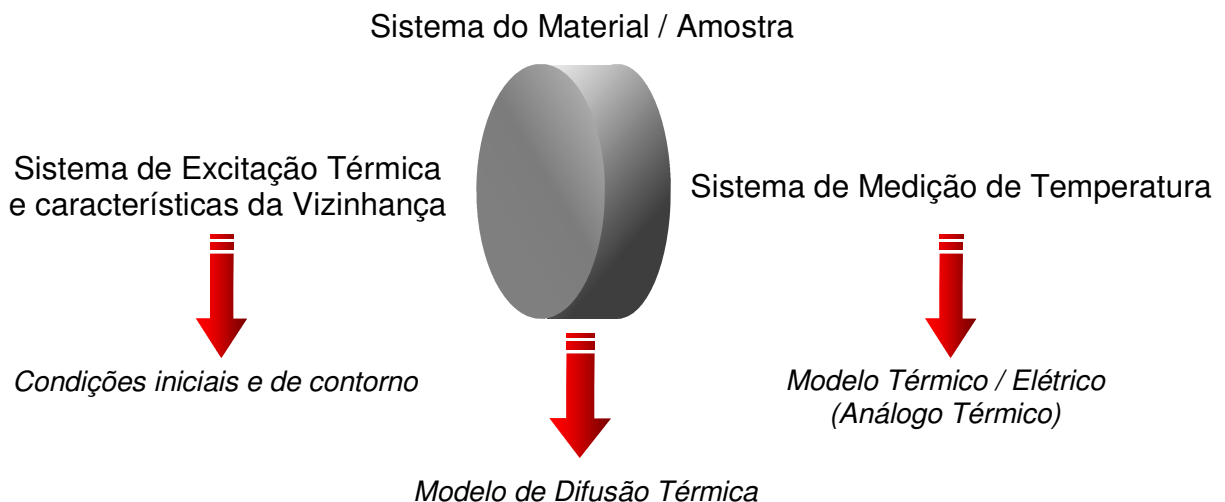


Figura 4.2 – Divisão particionada da bancada de medição do LMPT - CDTN do ponto de vista da modelagem do Capítulo 5.

Sistema de Excitação Térmica e características da Vizinhança: módulo caracterizado pela aplicação de um fluxo de calor no material (a partir do Laser CO₂) fazendo parte das condições iniciais do problema. No caso em questão, a excitação térmica também é considerada como condição de contorno (devido à duração finita do tempo de pulso do

Laser). As demais condições de contorno são definidas pelos coeficientes globais de troca térmica nas superfícies da amostra.

Sistema do Material / Amostra: é onde ocorre o processo de difusão térmica. O comportamento deste sistema é definido em suma pelas propriedades e parâmetros físicos, térmicos e ópticos da amostra/material analisado. Este módulo é especialmente focado neste trabalho, pois incorpora as propriedades termofísicas do material que são as saídas principais da modelagem estocástica desenvolvida no próximo Capítulo.

Sistema de Medição de Temperatura: responsável pela aquisição do transiente de temperatura em um ponto específico normalmente face oposta do material/amostra utilizando transdutores de temperatura (no caso, um termômetro infravermelho). Os sinais emitidos pelo transdutor passam ainda pelas etapas de condicionamento do sinal, armazenamento e tratamento final dos dados.

4.3 Condições Iniciais e de Contorno do Sistema

As características do sistema de aplicação de energia (excitação térmica) e influências da vizinhança são associadas às condições iniciais e de contorno às quais a amostra está submetida. As grandezas que descrevem este sistema são:

- Potência gerada/emitida pelo elemento de aquecimento (P);
- Fluxo de energia entregue à amostra em função do tempo e da posição, $Q(r, \theta, t)$;
- Tempo de duração do pulso laser (τ);
- Forma do pulso laser (ϕ);
- Fator de redução da energia (FRE);
- Transmissividade do ar (τ_{ar});
- Transmissividade das janelas de acesso ao forno de aquecimento da amostra (τ_w);

- Transmissividade da atmosfera no interior do forno (τ_{atm});
- Absortividade da superfície da amostra (α_{abs});
- Emissividade da superfície da amostra (ϵ);
- Coeficiente Global de trocas térmicas (U);
- Temperatura inicial do ensaio ou temperatura ambiente (T_{amb}).

As metodologias adotadas e os resultados da avaliação dos valores médios, incertezas associadas e função de densidade de probabilidade atribuídas às grandezas acima são apresentadas nos próximos itens.

4.3.1 Laser de Dióxido de Carbono (CO_2), P , τ , ϕ e FRE

Considerado como fonte de excitação térmica do processo, o Laser de CO_2 é responsável por aplicar à face frontal da amostra um fluxo de calor radiante. Uma coerente avaliação das suas principais características é essencial para se assegurar a confiabilidade do resultado de medição.

A escolha de um sistema Laser para geração do fluxo de calor se deve aos elevados níveis de potência atingidos, à qualidade e às características do feixe emitido tais como comprimento de onda fixo, luz colimada e em fase. O Laser a CO_2 utilizado na bancada de medição possui algumas vantagens como capacidade de emissão contínua, alta eficiência e fácil fabricação. Neste tipo de Laser, o fenômeno físico de emissão estimulada de fótons se dá partir de moléculas de dióxido de carbono, que passam de um estado excitado, que é instável, para um estado não excitado e estável.

Os fenômenos de excitação, emissão estimulada de fótons (efeito avalanche) e inversão de população ocorrem em um meio gasoso composto com as seguintes concentrações, CO_2 a 6%, N_2 a 23% e He a 71%. A emissão fotônica ocorre devido às desexcitações das moléculas de Dióxido de Carbono (CO_2). As moléculas de Nitrogênio (N_2) e Hélio (He) promovem respectivamente uma elevação na taxa de excitação e

desexcitação (transição) das moléculas de dióxido de carbono o que resulta em um grande aumento na potência emitida pelo Laser (de mW para alguns W).

Uma descarga elétrica, mantida entre eletrodos metálicos nas extremidades de um tubo de vidro contendo esta mistura gasosa, é responsável por excitar as moléculas de CO_2 . Utilizando um espelho de reflexão total, em uma das extremidades, e outro de reflexão parcial, na extremidade oposta, a cavidade de ressonância óptica completa o dispositivo laser.

A Figura 4.3 mostra esquematicamente o sistema descrito acima.

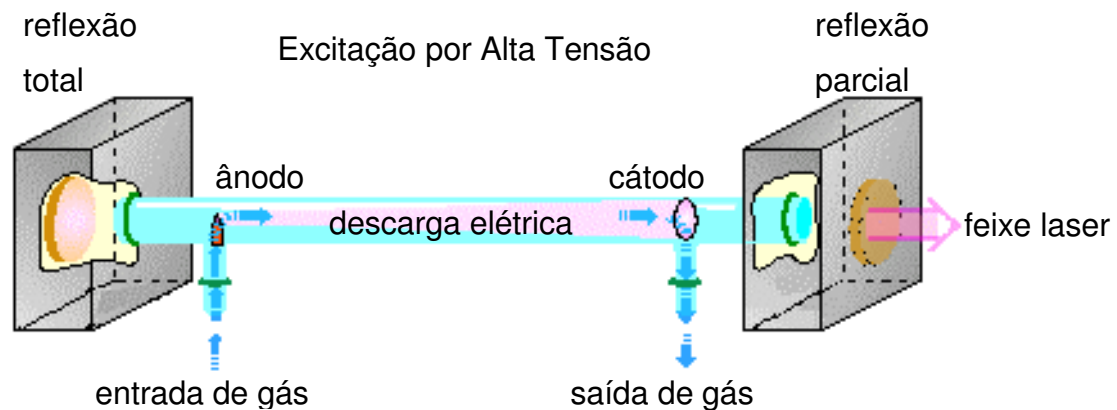


Figura 4.3 - Diagrama de um Laser de estado gasoso excitado por alta tensão.

A emissão de radiação laser a CO_2 se dá na região infravermelho distante em um comprimento de onda característico de $10,6 \mu\text{m}$. O laser possui um sistema regulável de potência até 25 W , com emissão contínua e um diâmetro constante de feixe de 8 mm (nominal). A temperatura no interior da cavidade ressonadora é controlada por um sistema de refrigeração que utiliza circulação forçada de água.

O sistema laser, por ser de emissão contínua, possui um dispositivo que desvia o feixe emitido e permite que esse só seja incidido sobre a amostra durante um pequeno período de tempo. Este período de incidência, chamado de tempo de pulso, τ , também é ajustável em valores múltiplos de $0,1 \text{ s}$ (a duração mínima do pulso). Utiliza-se um sistema obturador, responsável por promover o desvio do feixe por reflexão através de uma palheta de deflexão posicionada a um ângulo de 45° (Figura 4.4). Visando

melhorar a confiabilidade nos resultados de medição de potência emitida pelo Laser (célula Peltier), um novo sensor (Figura 4.5), baseado em termopilhas, foi utilizado.

Durante o disparo ou aplicação do pulso laser na amostra, o obturador permite a passagem do feixe que é incidido diretamente sobre o material (ao girar em 90° a palheta refletora). A Figura 4.4 mostra uma foto com os detalhes desse sistema.

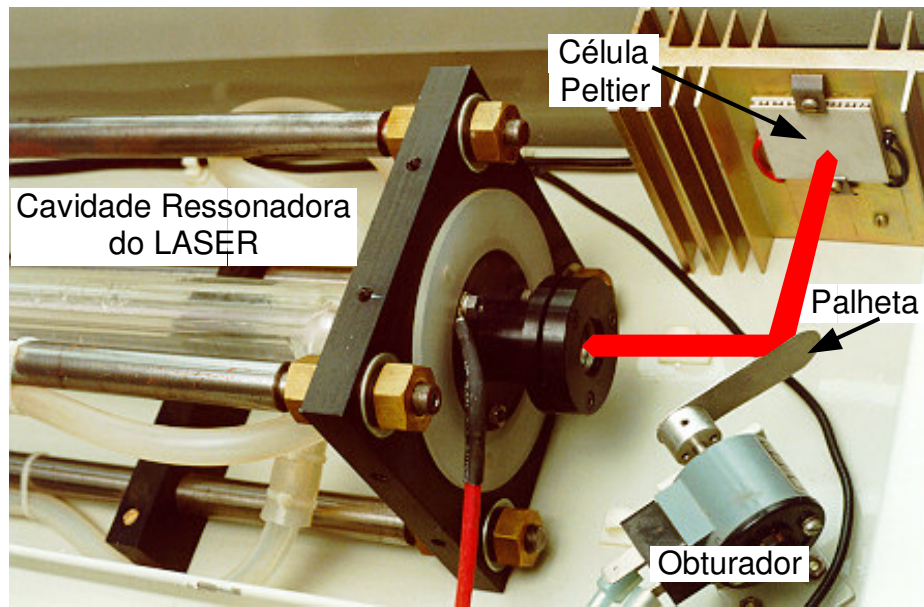


Figura 4.4 - Detalhes do sistema de desvio do feixe laser e medição de potência.



Figura 4.5 – Medidor de potência modelo Ophir 30A, faixa de medição de 20 mW a 30 W e tempo de resposta de 0,8 s (95%).

A forma do pulso de energia que atinge a amostra é definida pelo movimento realizado pela palheta do obturador. As influências da forma de pulso e do seu tempo de duração foram apresentadas no item 2.5.1.

A estimativa dos valores médios, incertezas e FDPs atribuídas às grandezas associados ao sistema de excitação térmica utilizando o Laser de CO₂ se baseou em resultados de medições (análise frequentista) e estimativas por meios não estocásticos (análise subjetiva), como mostrado a seguir⁹:

Potência emitida pelo Laser CO₂ (P): sua faixa nominal é de até 25 W, sendo que o valor médio atribuído a este parâmetro antes de cada ensaio é definido pelas medições realizadas como o medidor de potência apresentado na Figura 4.5. Segundo o certificado de calibração do fabricante, o valor de incerteza associada ao medidor de potência é 3 %, sendo o erro de linearidade com a potência de 1 % e com a energia de 1,5 % (componentes Tipo B). As variações da potência emitida pelo laser devido a oscilações no fluxo de gás, bolhas no sistema de resfriamento, e ainda erros intrínsecos durante a medição de potência, foram avaliadas a partir de um conjunto de medições de potência sob condições de estabilidade e repetitividade, apresentando um desvio padrão experimental de 4,75 % (componente Tipo A, considerando 10 medições). Assim, estima-se um valor de incerteza padrão combinada de 5,16% para a potência emitida pelo laser, considerando uma FDP normal. A incerteza padrão combinada associada à média da potência é de 1,40% (como mostrado na Tabela A.3) em função do número de graus de liberdade efetivo.

Tempo de duração do pulso laser (τ): foi realizado um estudo para avaliar seu valor médio e incerteza padrão a partir da relação entre transientes de temperatura em uma amostra padrão de Inconel 600 e o tempo de duração dos pulsos. No estudo, foram aplicados 10 pulsos de Laser sob a amostra, sendo obtidas 10 estimativas de $\Delta T/P$ [ΔT , Equação (2.4)] para cada um dos seguintes tempos de pulso: 0,1s; 0,2s; 0,4s; 0,8s e 1s (Figura 4.6). Os resultados indicam um comportamento linear do sistema de disparo do laser (obturador) para a geração de pulsos entre 0,1 s e 1 s. Sendo de interesse que o

⁹ As planilhas de incertezas de todas as grandezas avaliadas neste Capítulo são apresentadas de forma detalhada no Apêndice A.

tempo de pulso seja o mínimo possível (desde que repetitivo), foi estabelecido um valor médio de tempo de pulso de 0,1 s para todas as medições de propriedades termofísicas. A avaliação dos resultados ainda mostrou uma incerteza padrão de $\Delta T/P$ igual a 2,86 % para τ de 0,1 s. Como $\Delta T/P$ varia em função de τ , na proporção de 0,6351 (inclinação da reta), assumiu-se uma posição conservadora adotando o valor de 4,50 % como a incerteza padrão de τ , sendo a incerteza padrão combinada associada à sua meda igual a 1,42 %.

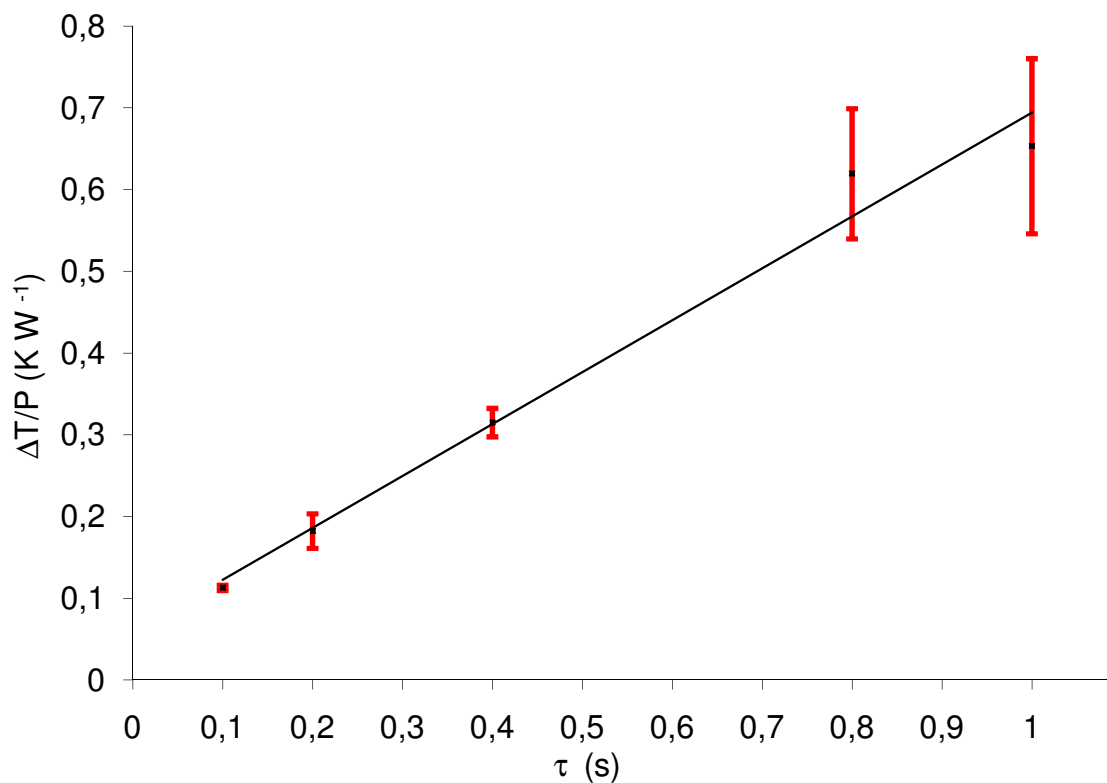


Figura 4.6 – Variação de temperatura por unidade de potência em função do tempo de pulso do laser (limites para um intervalo de confiança de 68,27%).

Forma do pulso laser (ϕ): se relaciona às formas ou perfis de irradiação incidente na superfície da amostra em função do tempo. De acordo com o item 2.5.1, os perfis mais representativos são os triangulares, os parabólicos e os trapezoidais. Tal característica ou comportamento do sistema de aplicação de energia não pode ser tratado como um parâmetro, mas sim como condições iniciais e de contorno aplicadas ao sistema. Por este motivo e por se tratar de um sinal transiente, não se tem associado um valor de

incerteza a esta “grandeza”. Entretanto, sua influência dinâmica é incorporada durante a modelagem. Segundo Grossi (2003), o perfil que melhor se adapta a este sistema de medição é um perfil trapezoidal por ter se mostrado o mais coerente com relação a simulações numéricas aplicadas a LMPT - CDTN.

Fator de Redução de Energia devido à limitação do diâmetro do feixe de Laser (FRE): a cavidade ressonadora do Laser foi construída para fornecer um feixe de laser com 8 mm de diâmetro. Entretanto, parte dos fótons emitidos sofre processo de espalhamento, aumentando o diâmetro nominal do feixe emitido. Um anteparo físico posicionado entre o Laser e a amostra é responsável por limitar o diâmetro do feixe em 8 mm.

Este sistema de limitação do diâmetro do feixe de Laser leva a um fator de redução de energia, FRE, definido pela razão entre a energia radiante que deixa a cavidade de ressonância do Laser e a energia que realmente atinge a amostra.

Para avaliar o FRE foram realizados 22 pares de medição de potência média em duas posições da bancada de medição: Logo após o laser e após o anteparo para limitação do diâmetro do feixe, localizado na tampa anterior do forno (ver Figura 4.7).

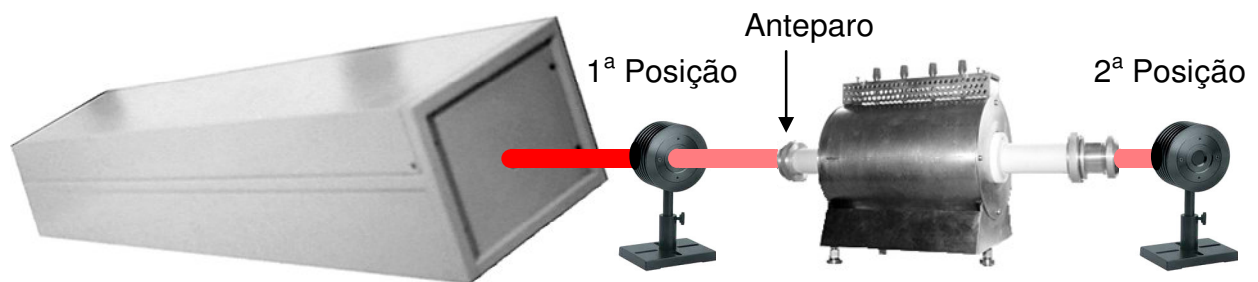


Figura 4.7 – Posicionamentos do medidor de potência para avaliação do FRE.

A estimativa da energia que deixa a cavidade ressonadora e da energia que realmente atinge a amostra (segunda medição tomada após o anteparo de limitação do diâmetro do feixe) permitiram avaliar, para duas condições de alinhamento do sistema, os valores

médios de FRE, sendo dados por 0,90 e 0,92¹⁰. O desvio padrão experimental associado a estas estimativas foi de 0,092 (12,7 % no máximo) o que leva a uma incerteza padrão de 2,18 %¹¹ (de acordo com o Teorema Central do Limite e considerando $n = 22$). Considerou-se como Normal a FDP associada ao FRE, conforme Tabela A.5.

A partir dos quatro parâmetros apresentados acima e considerando uma distribuição uniforme do feixe de laser, foi possível obter o fluxo de energia entregue à amostra em função do tempo $Q(t)$. Neste caso, o problema pode ser considerado como unidimensional, sendo tal hipótese reforçada pela configuração do modo de emissão do laser no segundo modo fundamental (distribuição arco seno ou em U) e não no primeiro modo fundamental (distribuição de energia gaussiana). Para análises bidimensionais, deve-se avaliar um parâmetro adicional, o fator de uniformidade de pulso (Ω) que representa a distribuição de potência em função da posição no plano da face frontal da amostra, podendo então o fluxo ser descrito por $Q(r, \theta, t)$.

4.3.2 Transmissividade dos meios, τ_{meios}

Como grandezas de influência na transmissividade dos meios (τ_{meios}) entre o Laser e a superfície da amostra, foram identificadas as transmissividades do ar, τ_{ar} , da janela de acesso (τ_{w}) e da atmosfera interna do forno (τ_{atm}). Elevados índices de transmissividade estão associados à frequência de emissão Laser de 10,6 μm , para os meios considerados: ar, janela de seleneto de zinco (ZnSe) e vácuo ou ar no interior do forno. Por apresentarem também coeficientes de absorção e dispersão / espalhamento muito baixos, os valores médios das grandezas associados à transmissividade foram considerados iguais a 1. Sendo o valor típico de erro igual a 0,2 % a cada 1 m de atmosfera de ar, calculou-se para tais grandezas uma incerteza padrão de 0,12 % com base em uma FDP Retangular.

¹⁰ O valor médio de FRE deve ser avaliado para cada ensaio devido a diferenças entre posicionamento e alinhamento do sistema.

¹¹ Em alguns casos, quando se deseja realizar cálculos mais conservativos, pode-se utilizar o valor de desvio padrão experimental como estimativa da incerteza padrão, ao invés de se utilizar o desvio padrão da média.

Assim, estima-se um valor médio igual a 1 para a grandeza τ_{meios} , sendo a incerteza padrão combinada estimada em 0,20 % e considerando uma FDP Retangular. Como a influência desta grandeza é dada por meio de um coeficiente de multiplicação unitário e sendo a influência de sua incerteza padrão combinada considerada desprezível, o efeito de tal grandeza (parâmetro) foi desconsiderado pela modelagem apresentada no Capítulo 5 por não influenciar significativamente nos resultados de medição.

4.3.3 Propriedades Radiativas das Superfícies da Amostra, ε e α_{abs}

As características radiativas da superfície da amostra têm influência direta nos valores das propriedades termofísicas estimadas. Sendo o método Flash Laser capaz de determinar as propriedades térmicas de materiais bastante isolantes até altamente condutores, é comum encontrar materiais que abrangem uma grande faixa de valores possíveis de emissividade, absorvidade, transmissividade e refletividade.

Visando contornar este efeito, foi realizada uma padronização destas características da amostra, levando a uma melhor avaliação dos valores médios e incertezas associadas às estimativas de tais propriedades ópticas das superfícies das amostras. Recobrimentos superficiais na amostra permitiram a padronização destas características e conseqüentemente uma espessura mínima de absorção do pulso laser. Esta foi uma premissa básica para se garantir as condições iniciais do Método Flash Laser, favorecendo também a reprodutibilidade dos ensaios e maior eficiência, tanto de absorção do feixe laser incidente (face frontal) quanto de emissão para sistema de detecção IR (face oposta).

O valor de c_p da amostra é calculado a partir do percentual da emissão laser absorvido pela amostra, dado pela absorvidade da superfície da amostra no comprimento de onda da emissão do laser de CO_2 (no caso 10,6 μm). Sendo assim, as incertezas na absorvidade e emissividade superficiais da amostra são fontes de incerteza para a determinação do calor específico e da condutividade térmica, afetando diretamente o valor da difusividade térmica do material.

A seguir são apresentadas as formas de preparo da amostra para o ensaio.

Superfície padronizada, técnica do disco absorvedor

Uso de uma superfície padronizada, conhecida como disco absorvedor, na face frontal da amostra. O disco de carbono vitrificado possui 10 mm de diâmetro e 0,2 mm de espessura. O disco absorvedor deve ser fixado nas faces da amostra utilizando pasta de prata, pasta de silicone ou pasta térmica, minimizando as influências da resistência de contato térmico¹².

Quando se usa um sistema de medição de temperatura sem contato, do tipo infravermelho, a colocação do disco de carbono vitrificado também na face oposta da amostra estabelece uma padronização do valor de emissividade, tornando-a constante para qualquer que seja a amostra. Isso facilita a medição do transiente, aumentando a confiabilidade dos dados obtidos através do sensor.

Observou-se como inconveniente desta técnica a significativa espessura do disco absorvedor que, quando colocado em ambas as faces da amostra, pode corresponder de 8 % a 45 % da espessura total da amostra, causando conseqüentemente uma significativa alteração das propriedades termofísicas reais da amostra.

Deposição de carbono e/ou metalização por vaporização

Esta técnica consiste em depositar por vaporização uma finíssima camada de carbono nas superfícies da amostra, fazendo com que qualquer material a ser medido possua os mesmos valores de absorvidade e emissividade da camada de carbono. A deposição pode ser realizada por vaporização do carbono ou metais (filmes finos entre 300 e 1000 Å).

As finas camadas de revestimento são, em geral, utilizadas para tornar as faces opacas (em caso de materiais semitransparentes) e aumentar a emissividade e absorvidade (aplicável à maioria dos materiais metálicos e quando se usa sensores de temperatura infravermelhos).

¹² (Grossi, 2003; Takahashi, 1974 e Takahashi e Murabayashi, 1975). Takahashi e Westrum (1970) apresentam um estudo sobre as propriedades termodinâmicas de carbono vitrificado, especialmente a baixas temperaturas. Uma série de valores de calor específico, para carbono vitrificado a diferentes temperaturas (de 5 a 350 K) são listados.

O processo de deposição da camada de carbono requer alguns cuidados especiais como assegurar que a amostra esteja isenta de sujeira ou substâncias que impeçam uma adesão adequada entre o carbono e a amostra. No caso de materiais que se oxidam ao ar, a deposição de carbono deve ser realizada logo após a etapa de fabricação/usinagem e limpeza da amostra, para que o processo de deposição não seja comprometido pela camada de óxido.

Para amostras transparentes ou semitransparentes, esta técnica deve ser combinada com uma pré-deposição por vaporização (metalização) com prata ou ouro antes da deposição de carbono para garantir que o feixe de laser não seja transmitido através da amostra¹³. A espessura da camada depositada é muito pequena em relação à espessura da amostra, variando entre 300 e 1000 Å. Desta forma, a sua influência no valor de c_p da amostra pode ser desprezada.

O inconveniente desta técnica está na espessura da camada de revestimento que se mostrou excessivamente fina, no caso de deposição por vaporização de grafite, prata ou ouro, sendo insuficientemente espessa para padronizar de maneira efetiva a superfície das amostras

Aspersão de fluido coloidal / tinta preto fosco

Esta técnica de padronização da superfície da amostra utiliza a aspersão de fluido de grafite coloidal, grafite seco ou tinta preto fosco, obtendo uma espessura de camada variando entre 5 μm e 20 μm ¹⁴.

Os revestimentos como os feitos a partir de tinta à base de grafite, ou preto fosco, aumentam o poder de absorção e emissão da superfície, além de padronizá-la.

A avaliação da transmissividade de uma camada de tinta preto fosco, em função do comprimento de onda, foi realizada utilizando um espectrofotômetro com faixa de leitura

¹³ (Joo *et al.*, 2000; Minato *et al.*, 1997 e Degeldre *et al.*, 1997). Em alguns casos, como mostrado por Degeldre *et al.* (1997), observa-se que a deposição de uma camada composta de vapor de ouro e spray de pó de grafite introduz um erro de medição de 1% no valor final de condutividade térmica.

¹⁴ (Raghu e Philip, 2006; Košťial *et al.*, 2005; Joo *et al.*, 2000; Moksini *et al.*, 1999; Minato *et al.*, 1997 e Degeldre *et al.*, 1997).

entre 2,5 μm e 12 μm . Experimentos de deposição foram realizados em um substrato transparente à faixa de comprimento de onda de análise. A espessura da camada depositada variou entre 6,5 μm e 13 μm . A Figura 4.8 apresenta os resultados obtidos.

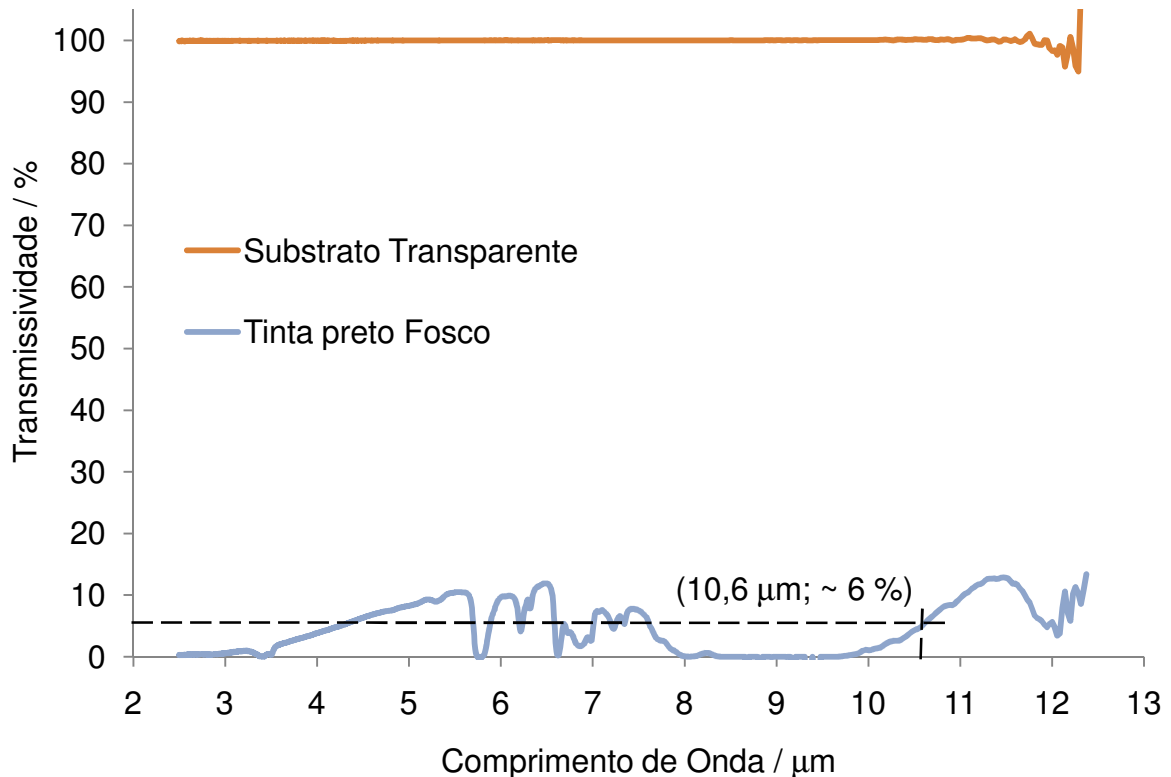


Figura 4.8 – Avaliação da transmissividade de uma camada de tinta preto fosco, em função do comprimento de onda.

Baixos valores de transmissividade e elevada eficiência de absorção da superfície levaram a uma alta absorvidade e emissividade avaliada em 0,938 com um desvio padrão de 2,18% (0,0204). Tais valores foram avaliados a partir de um experimento para medição dos valores de temperatura de um bloco metálico revestido por tinta preto fosco. Foram considerados os valores de temperatura da área AR01 avaliados por uma câmera termográfica (com faixa de leitura de 7,5 a 13 μm) e dois termopares finos tipo K, conforme Figura 4.9 (similar à Figura 4.11). O bloco foi aquecido até obtenção de equilíbrio termodinâmico e suas temperaturas de resfriamento foram avaliadas simultaneamente pelos termopares e pela câmera termográfica. A comparação entre estes dois valores definiu a emissividade da superfície revestida por tinta preto fosco.

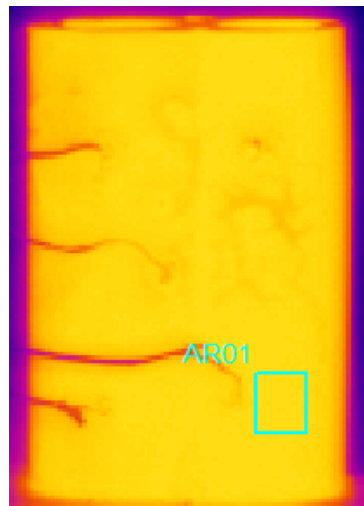


Figura 4.9 - Imagem termográfica obtida de um bloco revestido por tinta preto fosco com termopares fixados na área AR01.

O inconveniente desta técnica está associado à espessura da camada de revestimento, que se ficar excessivamente espessa¹⁵ pode, em alguns casos, levar a erros significativos nos valores das propriedades termofísicas do material analisado.

Deposição controlada de Carbono Lampblack

Esta técnica consiste na deposição controlada *Lampblack*¹⁶, *carbon Black*, fuligem ou negro de fumo, na superfície da amostra, sendo de fácil remoção. As propriedades desta fina camada foram avaliadas neste trabalho. Sua espessura variou entre 3 μm e 5 μm ¹⁷.

¹⁵ O valor de difusividade térmica do material pode ser fortemente afetado pela utilização de revestimentos superficiais. Maillet, Moyne e Rémy (1999) estudaram os efeitos causados pela utilização destas finas camadas (filmes) de revestimento da amostra nos transientes de temperatura, de modo a determinar se estes efeitos podem ser negligenciados ou não durante as medições de difusividade térmica. Neste trabalho, o valor mínimo de espessura da deposição de tinta foi de 6,5 μm .

¹⁶ A metodologia e técnica de deposição controlada *Lampblack* aplicada a geometrias maiores está em fase de aprimoramento e será submetida a um processo de registro de patente. O produto tecnológico da patente será um equipamento para geração e deposição controlada *Lampblack* para padronização de propriedades radiativas e ópticas de superfícies quaisquer.

¹⁷ De acordo com Maillet, Moyne e Rémy (2000), espessuras depositadas inferiores a 5 μm não influenciam significativamente na dinâmica da medição das propriedades termofísicas do material. Desta forma, a superfície obtida não foi excessivamente espessa nem fina a ponto de ser considerada transparente.

A avaliação da transmissividade da camada controlada *Lampblack* em função do comprimento de onda foi realizada. A deposição foi realizada em um substrato transparente à faixa de comprimento de onda de análise. A Figura 4.10 apresenta os resultados obtidos considerando dois níveis de intensidade (deposição intermediária e intensiva).

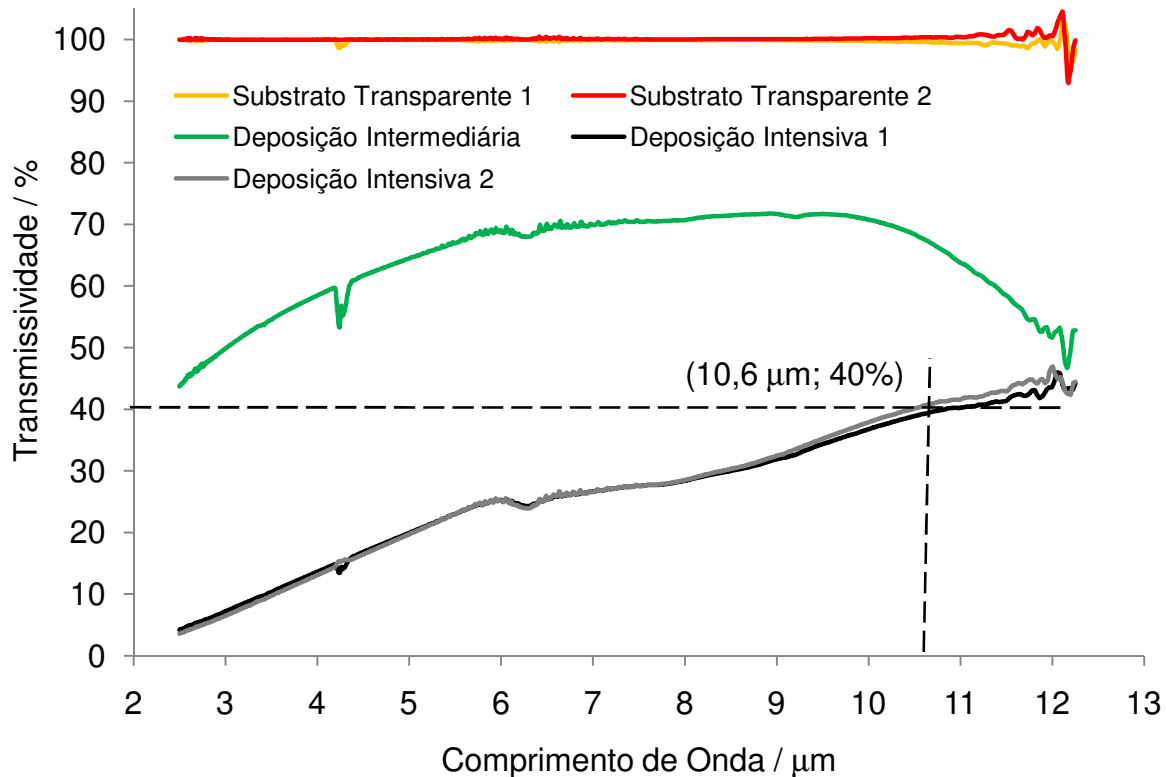


Figura 4.10 – Avaliação da transmissividade de deposições controladas *Lampblack* em dois níveis de intensidade em função do comprimento de onda.

Para o comprimento de onda do Laser CO₂ (10,6 μm) a transmissividade de uma deposição é $\tau_{LB} = 40\%$. Logo, a eficiência de absorção é de 60% ¹⁸.

Do ponto de vista de amostras, tal deposição padroniza a superfície do material analisado e leva a uma eficiência de absorção mínima de 84 % de um feixe radiante incidente (considerando um pior caso onde a amostra / substrato é totalmente refletora).

¹⁸ Para a faixa de comprimento de onda entre 7,5 μm e 12 μm (praticamente a faixa de sensores IR e câmeras termográficas) a transmissividade da deposição é estimada em $\tau_{LB} = 36\%$.

À medida que a absorptividade da superfície original da amostra (α_{sub}) aumenta (substrato sem deposição), a absorção efetiva da superfície revestida (α_{eff}) também aumenta, seguindo a relação:

$$\alpha_{\text{eff}} = 1 - \left[\tau_{\text{LB}}^2 (1 - \alpha_{\text{sub}}) \right] = 1 - \left[(1 - \alpha_{\text{LB}})^2 (1 - \alpha_{\text{sub}}) \right] \cong \varepsilon \quad (4.1)$$

De acordo com a Lei de Kirchhoff, a eficiência de absorção efetiva pode ser atribuída à eficiência de emissão da amostra, especialmente em pequenas faixas de comprimento de onda¹⁹.

Realizou-se um ensaio para validar a Equação (4.1). Tal ensaio comparou a intensidade de energia refletida em um bloco de alumínio polido (ε entre 0,04 e 0,06) revestido por *Lampblack* e a intensidade de energia emitida pelo Laser CO₂ sem reflexão. A razão entre as energias foi igual a 0,162 com um desvio padrão de 0,088, representando uma absorção de 83,8 % com um desvio padrão de 10,5 %, valores que também se adequam à Equação (4.1) proposta por este trabalho.

Outro experimento realizado utilizou uma câmera termográfica (com faixa de leitura de 7,5 a 13 μm) e dois termopares finos tipo K que compõem um aparato experimental para avaliação da emissividade de superfícies. Os dois termopares foram fixados a um bloco (substrato) revestido por *Lampblack*. O bloco foi aquecido até obtenção de equilíbrio termodinâmico, sendo suas temperaturas de resfriamento avaliadas simultaneamente pelos termopares e pela câmera termográfica. Foram tomadas 20 imagens termográficas, como a apresentada na Figura 4.11, sendo avaliadas as emissividades das superfícies indicadas pelas áreas AR01 e AR02.

A avaliação dos dados de resfriamento indicou um valor de emissividade igual a 0,91, com um desvio padrão de 0,02 (2,20%). A emissividade da superfície do bloco

¹⁹ EOI (2008) reporta uma emissividade igual a 0,84 para carbono *Lampblack* (substrato não informado). Já Rainieri e Pagliarini (2002) reportam uma emissividade igual a 0,96 para o revestimento *Lampblack* em substrato de cobre ($\varepsilon \approx 0,78$), validando a Equação (4.1). De acordo com tal equação, para amostras com absorptividade superiores a 0,7 são obtidos valores de absorptividade efetiva superiores a 0,95.

(substrato) sem revestimento foi avaliada em 0,2, validando mais uma vez a Equação (4.1)²⁰.

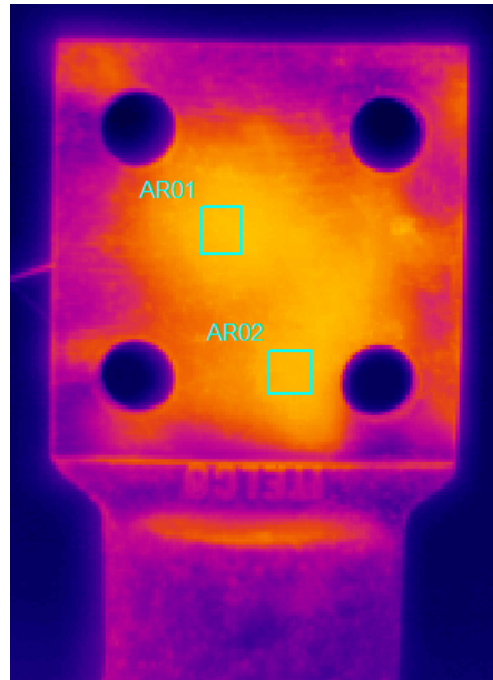


Figura 4.11 – Imagem termográfica obtida de um bloco (substrato) revestido por *Lampblack* com termopares fixados em AR01 e AR02.

A técnica de deposição controlada *Lampblack* se demonstrou mais eficaz dentre as técnicas apresentadas, por possuir as seguintes características:

- menor camada de deposição com características opacas (de 3 a 5 μm);
- fácil aplicação e remoção;
- elevada absorvidade e emissividade (valor mínimo de 0,84);
- maior reprodutibilidade da camada depositada.

Desta forma, para deposições *Lampblack*, adotou-se a Equação (4.1) para avaliação dos valores médios das grandezas α_{abs} e ε , sendo a incerteza padrão associada igual a

²⁰ Utilizando $\tau_{\text{LB}} = 36\%$ avaliada para a faixa de comprimento de onda de medição da câmera termográfica apresentada em ¹⁸.

0,2 ou 2,4 %²¹ no máximo. Considerou-se como Retangular a FDP característica para estas grandezas, o valor de incerteza padrão combinada adotado foi igual a 1,37 % como apresentado na Tabela A.5.

4.3.4 Coeficiente Global de Transferência de Calor, U

O coeficiente global de transferência de calor (U) é uma variável que modifica dinamicamente o transiente de temperatura. A sua influência é avaliada considerando os fluxos de calor que são trocados entre a amostra e o meio por meio dos três modos de transferência de calor, sendo portando associada a uma composição dos coeficientes estimados para as trocas por condução, convecção e radiação.

Os coeficientes condutivos, convectivos e radiativos são avaliados previamente e agrupados para compor o coeficiente global de trocas térmicas, sendo o comportamento físico desta grandeza de influência bem característico, quando comparado às demais grandezas de influência no sistema de medição (Figura 2.6). É possível realizar um ajuste fino preciso para estimar o seu valor médio esperado, através da obtenção da solução inversa do problema de difusão térmica (Capítulo 5). Desde que haja convergência das soluções numéricas, a variabilidade associada a esta grandeza torna-se bastante reduzida. Desta forma, uma avaliação de incertezas Tipo B foi realizada com base na caracterização previa dos três coeficientes de trocas térmicas, na variabilidade observada para os transientes experimentais com relação aos efeitos de trocas térmicas e na capacidade de convergência do modelo. Através de simulações numéricas, foi possível associar uma incerteza padrão de 2 % para esta grandeza e uma FDP Normal, características que se mostraram representativas da variabilidade dos transientes experimentais obtidos no LMPT – CDTN, considerando a amostra padrão de Inconel 600.

²¹ Valor dentro da faixa avaliada por Chrzanowski (2001) que estimou entre 2% e 5% a incerteza padrão associada a estas grandezas.

4.3.4.1 Coeficiente de trocas térmicas por Condução

A influência desta componente foi considerada desprezível, pois os pontos de contato entre a amostra e o porta amostras possuem uma área ínfima, e as diferenças de temperatura entre a amostra e o porta amostras é também muito pequena, minimizando assim as trocas térmicas por condução. Os parafusos de fixação da amostra possuem uma ponta cônica em ângulo de 60° para reduzir a área de contato com a amostra e conseqüentemente torna não significativa a influência das trocas térmicas de calor por condução. A Figura 4.12 apresenta o porta amostras e seus detalhes construtivos.

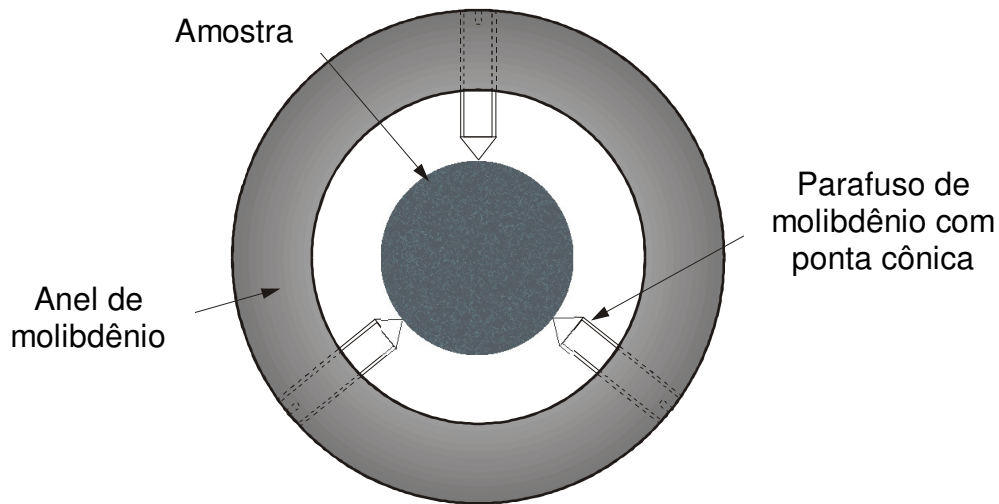


Figura 4.12 - Detalhe do porta amostras.

4.3.4.2 Coeficiente de trocas térmicas por Convecção

A avaliação da parcela de trocas térmicas por convecção se baseou na análise de processos de convecção livre, considerando escoamentos externos em placas verticais e cilindros. Apesar da adequação restrita, algumas correlações empíricas para convecção livre em escoamentos externos foram consideradas para a estimativa deste coeficiente. Para uma placa plana, que representa as faces da amostra, adotou-se²²:

²² (Churchill and Chu, 1975).

$$\overline{Nu}_L = \left\{ 0,68 + \frac{0,670 Ra_L^{1/4}}{\left[1 + (0,429/Pr)^{9/16}\right]^{4/9}} \right\} \quad (4.2)$$

sendo o número de Rayleigh, Ra_L , dado por:

$$Ra_L = \left\{ \frac{g \beta (T_{sup} - T_{\infty}) L^3}{\nu \alpha} \right\} \quad (4.3)$$

onde L é o comprimento característico da geometria, g é a aceleração da gravidade local, ν a viscosidade do ar, α a difusividade térmica do ar e β o coeficiente de expansão do fluido. Para um gás ideal, β é dado por:

$$\beta = \frac{1}{T} \quad (4.4)$$

onde T é a temperatura absoluta da amostra.

O coeficiente médio de transferência de calor por convecção livre foi avaliado por:

$$\bar{h} = \frac{\overline{Nu}_L k}{L} \quad (4.5)$$

onde k é a condutividade térmica do ar.

Considerando agora as trocas por convecção na superfície lateral circular da amostra, as seguintes aproximações foram realizadas:

$$\overline{Nu}_D = \left\{ 0,60 + \frac{0,387 Ra_D^{1/6}}{\left[1 + (0,559/Pr)^{9/16}\right]^{8/27}} \right\}^2 \quad (4.6)$$

$$Ra_D = \left\{ \frac{g \beta (T_{sup} - T_{\infty}) D^3}{\nu \alpha} \right\} \quad (4.7)$$

Sendo o coeficiente médio de convecção desta região dado por:

$$\bar{h} = \frac{\overline{Nu_D} k}{D} \quad (4.8)$$

O cálculo dos coeficientes convectivos é realizado para cada iteração do programa para obtenção de soluções numéricas para a equação de difusão térmica desenvolvido neste trabalho e apresentado no Capítulo 5.

4.3.4.3 Coeficiente de trocas térmicas por Radiação

O fluxo de calor trocado por radiação foi avaliado considerando a amostra como um objeto no interior de uma cavidade cuja superfície é a parede interna do tubo do forno (Figura 4.1). Desprezando as trocas térmicas por radiação entre a amostra e o meio externo (através das janelas de acesso à amostra), a taxa radiante líquida que sai da amostra, (q_1), deve ser igual à taxa radiante líquida para a superfície interna do forno (q_2) que devem ser iguais à taxa líquida de radiação trocada entre as superfícies (q_{12}). Assim tem-se que:

$$q_{12} = \frac{\sigma (T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1 - \varepsilon_1}{A_1 \varepsilon_1} + \frac{1}{A_1 F_{12}} + \frac{1 - \varepsilon_{21}}{A_2 \varepsilon_2}} \quad (4.9)$$

Considerando ainda o fator de forma entre as superfícies (F_{12}), igual a 1 e a área da amostra (A_1), muito menor que a área da superfície do forno (A_2), tem-se:

$$q_{12} = \sigma A_1 \varepsilon_1 (T_1^4 - T_2^4) \quad (4.10)$$

onde σ é a constante de Stefan-Boltzmann igual a $5,668 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4$.

A partir da equação acima pôde ser obtida a troca radiativa entre as superfícies:

$$q_{12} = q_r = h_r A_{\text{sup}} (T_{\text{sup}} - T_{\text{viz}}) \quad (4.11)$$

onde “sup” se refere à superfície da amostra e “viz” se refere às vizinhanças ou superfície do forno. Logo, h_r representa o coeficiente de transferência de calor por radiação:

$$h_r = \sigma \varepsilon (T_{\text{sup}}^2 + T_{\text{viz}}^2) (T_{\text{sup}} + T_{\text{viz}}) \quad (4.12)$$

Assim como no cálculo dos coeficientes convectivos, o coeficiente radiativo é estimado a cada iteração do programa apresentado no Capítulo 5.

4.3.4.4 Aplicação do Método de Análise por Parâmetros Agrupados

O Método de Análise por Parâmetros Agrupados ou método da capacitância global foi considerado válido, garantindo um número de Biot tal que:

$$Bi = \frac{UL_c}{k} < 0,1 \quad (4.13)$$

onde L_c é definido como comprimento característico e corresponde à razão entre o volume da amostra (V), e sua área superficial (A_{sup}).

Considerando a faixa de espessura das amostras entre 0,001 a 0,005 m, os valores de L_c estão entre 0,0005 m e 0,0025 m. Sendo U estimado para a temperatura ambiente entre $2 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ e $40 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$, os valores de k devem ser superiores a $1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

Mesmo sendo conservativo e considerando $L_c = 0,005\text{m}$ (máxima diferença espacial entre as temperaturas do sólido) e $U = 200 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ (valor hipotético), k deve apresentar valores superiores a $10 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Tais exigências são atendidas para a maioria dos materiais estudados.

Avaliação do Processo de Resfriamento: sendo válido o método da capacitância global, é possível desprezar os gradientes de temperatura no interior do sólido, não sendo necessário analisar o problema do ponto de vista da equação de calor. O balanço global de energia na amostra determina a resposta transiente de temperatura. Considerando o volume de controle representado pela amostra, o balanço de energia é

dado pela taxa de perda de calor pela superfície da amostra e a taxa de variação de sua energia interna. Logo:

$$-\dot{E}_s = \dot{E}_{ac} \quad (4.14)$$

ou

$$\frac{\rho V c_p}{U A_{sup}} \frac{\partial \theta}{\partial t} = -\theta \quad (4.15)$$

onde $\theta = (T - T_\infty)$.

Integrando a equação acima e considerando como condições iniciais $t = 0$ e $T(0) = T_i$, tem-se:

$$\frac{\rho V c_p}{U A_{sup}} \ln \frac{\theta_i}{\theta} = t \quad (4.16)$$

Logo:

$$\frac{\theta}{\theta_i} = \frac{T - T_\infty}{T_i - T_\infty} = \exp \left[- \left(\frac{U A_{sup}}{\rho V c_p} \right) t \right] = \exp \left(- \frac{U L_c}{k} \frac{\alpha t}{L_c^2} \right) = \exp(-Bi Fo) \quad (4.17)$$

ficando evidenciados os adimensionais de Biot e de Fourier. Esta é a representação da Equação (2.9), de maneira simplificada, relativa ao transiente de temperatura durante a etapa de resfriamento da amostra. Desta forma, é possível relacionar o coeficiente global de trocas térmicas, as propriedades térmicas e características geométricas da amostra aos números de Biot e Fourier, caracterizando de forma generalista o problema de difusão térmica em regime transiente.

4.4 Sistema do Material/Amostra

As grandezas associadas ao sistema do material/amostra correspondem às propriedades termofísicas e geométricas da amostra. Por serem consideradas grandezas de saída da modelagem proposta no Capítulo 5, as propriedades termofísicas k , c_p e α não serão avaliadas neste Capítulo²³. Desta forma, foram consideradas grandezas de entrada a espessura L da amostra e sua massa específica, ρ .

4.4.1 Espessura da Amostra, L

A espessura L_0 da amostra à temperatura ambiente T_{amb} foi medida utilizando um micrômetro calibrado (Mitutoyo, Série 193-101 DIN 863-1). Considerando que a amostra pode ser medida em temperaturas (T) diferentes da ambiente, a espessura real (L) da amostra durante as medições será igual à espessura inicial, à temperatura ambiente, corrigida pela expansão térmica da amostra (ΔL), levando em conta a diferença entre as temperaturas.

$$L = L_0 + \Delta L \quad (4.18)$$

A equação acima pode ser reescrita como:

$$L = L_0 [1 + CET(T - T_{amb})] \quad (4.19)$$

onde CET representa o coeficiente de expansão térmica do material. Assim a incerteza em L é dada por:

$$u_L^2 = [1 + CET(T - T_{amb})]^2 u_{L_0}^2 + [L_0(T - T_{amb})]^2 u_{CET}^2 + (L_0 CET)^2 (u_T^2 + u_{T_{amb}}^2) \quad (4.20)$$

²³ Seus valores médios, incertezas e FDPs serão avaliados como respostas da modelagem do próximo Capítulo. Tais valores podem, em alguns casos, ser obtidos a partir de propriedades termofísicas de amostras padrão, segundo seus respectivos certificados de calibração.

A incerteza na espessura L_0 resulta da combinação das incertezas devido à repetitividade das medições (u_{RML}) da calibração do micrômetro, u_{CM} , e da resolução do micrômetro (u_{RM}). Logo:

$$u_{L_0}^2 = u_{RML}^2 + u_{CM}^2 + u_{RM}^2 \quad (4.21)$$

As incertezas relativas à calibração e resolução do micrômetro foram obtidas do fabricante (MITUTOYO, 2008).

Para temperatura ambiente, a incerteza padrão combinada associada a L (neste caso $L = L_0$) foi estimada em 0,48 % tomando como base o valor mínimo de espessura para as amostras (0,5 mm). Para temperaturas acima da ambiente, foram considerados os casos mais conservadores [elevado coeficiente de expansão térmica (Zinco e suas ligas, valores entre $19 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ e $35 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, assumindo distribuição retangular com $a = 8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, ou 23 % do valor máximo), diferença de temperatura de 800 K] sendo a incerteza padrão combinada de L igual a 0,47 %. Assumiu-se uma FDP normal para esta grandeza (detalhes apresentados na Tabela A.2 do Apêndice A).

4.4.2 *Massa Específica da Amostra, ρ*

Neste trabalho os valores de massa específica foram medidos pelo Método de Penetração e Imersão com Xylol da Kraftwerk Union (MAIER, 1976; MAIER, 1978) absorvido e transferido para o CDTN (FERREIRA, 1980) que se baseia no princípio de Arquimedes. A mesma metodologia pode ser aplicada utilizando água como meio de imersão, entretanto, a incerteza das medições passa a ser maior devido à maior tensão superficial da água e, conseqüentemente, menor molhabilidade da superfície da amostra.

O princípio de Arquimedes estabelece que um corpo imerso em um fluido aparentemente perde seu peso em uma proporção igual ao peso do fluido que é deslocado.

Logo, a massa específica do material é calculada por:

$$\rho = \rho_{\text{liq}} \frac{m}{m - m_{\text{ap}}} \quad (4.22)$$

onde ρ_{liq} é a densidade do líquido no qual a amostra é imersa, m a massa da amostra sem estar imersa no líquido e m_{ap} a massa aparente da amostra quando imersa no líquido.

Realizando uma substituição onde:

$$M = \frac{m}{m - m_{\text{ap}}} \quad (4.23)$$

a incerteza combinada de ρ é dada por:

$$u_{\rho}^2 = \left(\frac{m}{m - m_{\text{ap}}} \right)^2 u_{\rho_{\text{liq}}}^2 + (\rho_{\text{liq}})^2 \left\{ \left[\frac{m}{(m - m_{\text{ap}})^2} \right] u_m + \left[\frac{m_{\text{ap}}}{(m - m_{\text{ap}})^2} \right] u_{m_{\text{ap}}} \right\}^2 \quad (4.24)$$

onde as grandezas m e m_{ap} foram consideradas correlacionadas e com um coeficiente de correlação unitário. Considerou-se ainda:

$$u_m^2 = u_{m_{\text{ap}}}^2 = u_{\text{LB}}^2 + u_{\text{RB}}^2 + u_{\text{RMM}}^2 \quad (4.25)$$

As incertezas relativas à linearidade (LB), resolução (RB) e repetitividade (RMM) da balança foram informadas pelo fabricante da balança (TOLEDO, 2008) como sendo 0,002 g, 0,001 g e 0,001 g respectivamente.

A incerteza associada à massa específica do líquido é dada por:

$$u_{\rho_{\text{liq}}}^2 = \left(\frac{1}{V}\right)^2 u_{m_{\text{liq}}}^2 + \left(\frac{m_{\text{liq}}}{V^2}\right)^2 u_V^2 \quad (4.26)$$

A incerteza padrão associada ao volume de líquido medido foi avaliada conforme Braz, Fonteles e Brandim (2007). Considerou-se ainda $u_{m_{\text{liq}}} = u_m = u_{m_{\text{ap}}}$. Logo:

$$u_{\rho}^2 = \left(\frac{m}{m - m_{\text{ap}}}\right)^2 \left[\left(\frac{1}{V}\right)^2 u_{m_{\text{liq}}}^2 + \left(\frac{m_{\text{liq}}}{V^2}\right)^2 u_V^2 \right] + \dots \quad (4.27)$$

$$\dots + (\rho_{\text{liq}})^2 \left\{ \left[\frac{m}{(m - m_{\text{ap}})^2} \right] u_m + \left[\frac{m_{\text{ap}}}{(m - m_{\text{ap}})^2} \right] u_{m_{\text{ap}}} \right\}^2$$

A incerteza padrão combinada associada à massa específica da amostra (ρ) foi estimada em 1,81 %. Assumiu-se uma FDP normal para esta grandeza (os detalhes são apresentados na Tabela A.1).

Quando da utilização de amostras padrão para a calibração/aferição dos parâmetros da bancada, os valores médios e incertezas padrão associadas foram obtidos dos certificados de calibração. Para as amostras padrão de Inconel 600, Pyroceram 9606 e Ferro Puro BSC utilizadas, a incerteza padrão fornecida pelo fabricante (Netzsch) foi de 2,5 %, donde se assume uma FDP retangular.

4.5 Sistema de Medição de Temperatura

O sistema de medição de temperatura (SMT) na face oposta da amostra utiliza um pirômetro infravermelho²⁴, cuja influência do seu comportamento dinâmico (inércia térmica) foi considerada significativa nos resultados obtidos no LMPT – CDTN.

4.5.1 Identificação do Comportamento Dinâmico

²⁴ Faixa de leitura espectral entre 7,6 e 18 μm , resolução de $\pm 0,1^\circ\text{C}$, com um tempo de resposta a 95%, $t_{95\%}$, de 150 ms, podendo ler temperaturas de 0 a 500°C com uma resolução óptica de 10:1. Nesta aplicação o sensor infravermelho é responsável pela aquisição de dados da bancada mostrada na Figura 4.1, descrito em detalhes pro Grossi (2003).

O método de identificação de sistemas foi adotado neste trabalho para a determinação das propriedades dinâmicas do SMT utilizando um modelo ARX / MQ (Grossi, Ferreira e Andrade, 2005). O experimento realizado para determinação das características dinâmicas do sistema de medição de temperatura utilizou um sinal de teste (excitação) e analisou a resposta do SMT em regime transiente. Como resultado da identificação obteve-se uma Função de Transferência representada sob forma discreta no tempo, como a mostrada pelas Equações (2.20) e (2.21).

O processo de identificação do sistema através de um modelo Auto-Regressivo com entrada Exógena, ARX, utilizando o Método dos Mínimos Quadrados (MQ) foi escolhido por ser de simples implementação e apresentar robustez a ruídos de medição. A estrutura matemática do modelo ARX é representada de maneira discreta pelas Equações (2.20) e (2.21), podendo ser reescrita como:

$$y(k) = a_1 y(k-1) + \dots + a_{n_y} y(k-n_y) + b_1 u(k-1) + \dots + b_{n_u} u(k-n_u) \quad (4.28)$$

onde a seqüência $a_1 y(k-1) + \dots + a_{n_y} y(k-n_y)$ é autônoma ou auto-regressiva e a seqüência $b_1 u(k-1) + \dots + b_{n_u} u(k-n_u)$ incorpora a entrada exógena ou excitação do sistema.

A validação do Modelo ARX / MQ baseou-se no sinal de saída deconvoluido, devendo este tender ao sinal de entrada original. Os resultados das simulações são apresentados detalhadamente por Grossi, Ferreira e Andrade (2005).

A deconvolução do sinal de saída do SMT por meio do modelo identificado permitiu realizar uma correção dinâmica dos dados experimentais, possibilitando a recuperação dos transientes de temperatura reais ocorridos nas amostras.

O item 5.2 apresenta outra abordagem do SMT mais adequada e com aplicação direta neste trabalho. Para identificar a dinâmica do SMT, no item 5.2.1 é apresentado um Modelo Análogo Térmico baseado em técnicas de volumes finitos e solução de problemas inversos. Considerou-se como sinal de saída uma média de transientes

fornecidos pelo SMT a partir de medições em amostras padrão com propriedades termofísicas conhecidas. O sinal de entrada real foi obtido a partir da solução numérica do processo de difusão térmica considerando as características e propriedades das amostras padrão.

Como vantagem desta metodologia se destaca a fácil interface com modelo estocástico de difusão térmicas apresentado no item 5.3, favorecendo ainda a metodologia de avaliação das incertezas.

*4.5.2 Ruído de Medição, ϵ^**

A avaliação do ruído de medição foi realizada a partir de um experimento que mediu durante 100 s a temperatura de uma amostra (aproximadamente de 18,1 °C), sob condições de equilíbrio termodinâmico e estabilidade do sistema. Considerou-se como a temperatura efetiva da amostra o valor médio do resultado das medições. A frequência de amostragem do sinal foi de 200 Hz.

A Figura 4.13 apresenta o sinal observado, considerado como ruído de medição do sistema de medição de temperatura. A Figura 4.14 mostra o histograma do ruído de medição.

O sinal de ruído de medição observado se apresentou como um ruído branco com um desvio padrão (incerteza padrão) de 0,095 °C e uma variância de 0,0031 °C. Isto significa uma incerteza de 0,0090 °C para um nível de significância de 95,45%, considerando um fator de abrangência igual a 2 (o que é bastante razoável pois a amostragem foi composta de 20.000 valores de medição e a FDP associada apresenta-se claramente normalmente distribuída).

Este nível de incerteza foi considerado apenas para temperaturas próximas à ambiente, sendo novas avaliações necessárias para temperaturas elevadas. Os erros sistemáticos foram considerados desprezíveis em relação à variação de temperatura ocorrida durante os experimentos (ΔT_{\max}) e as propriedades termofísicas da amostras foram consideradas constantes para estas mesmas variações de temperatura.

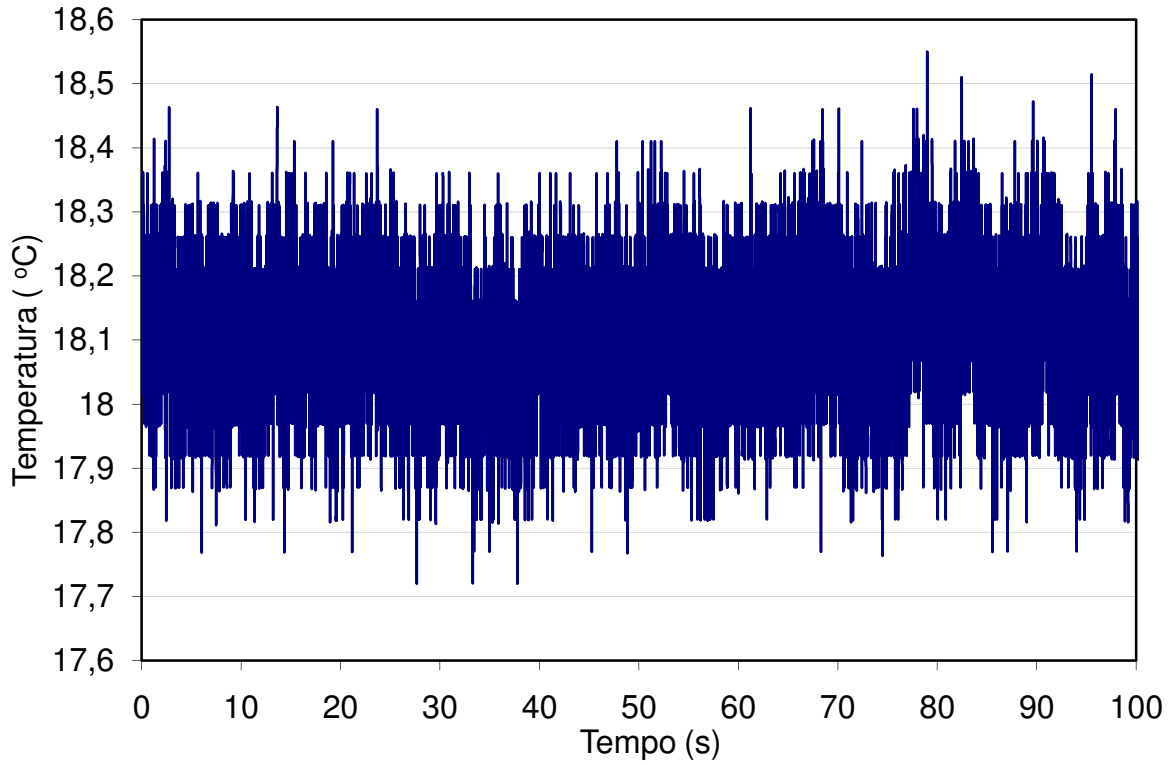


Figura 4.13 – Sinal de temperatura considerado como ruído de medição do SMT.

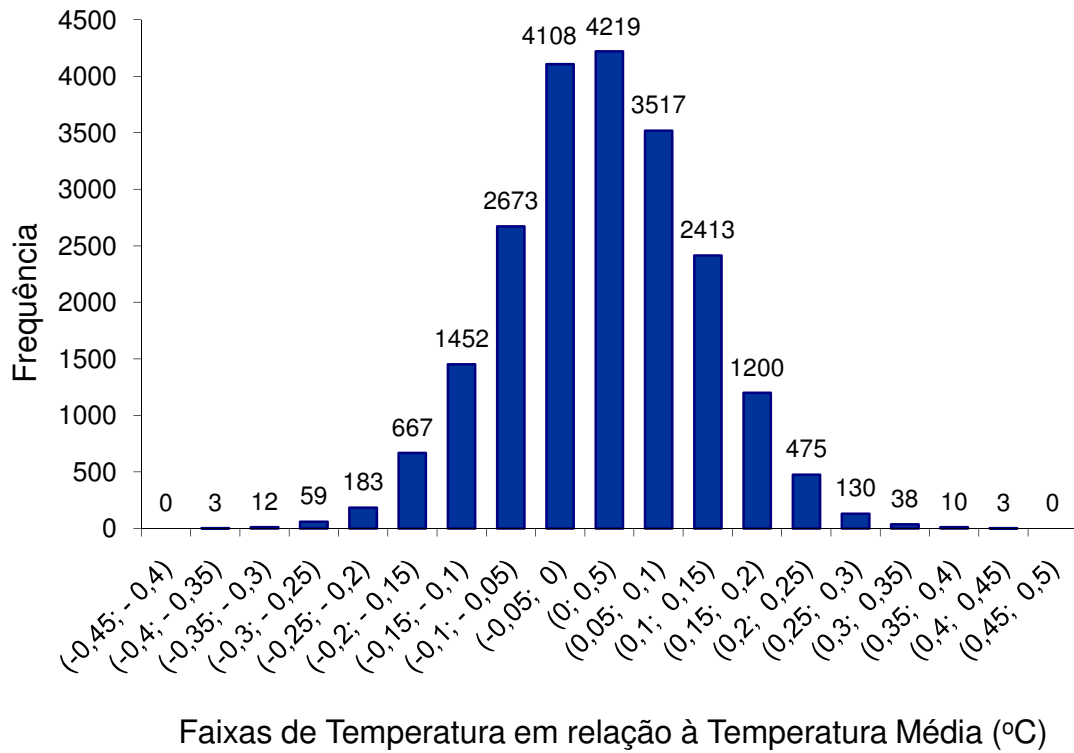


Figura 4.14 - Histograma do ruído de medição

O modelo apresentado no Capítulo 5 adiciona o sinal de ruído ao transiente numérico como parte da incerteza associada à medição de temperatura. Outra fonte de incerteza incorporada é a resolução do sistema de medição, descrita no próximo item.

4.5.3 Resolução do Sistema de Medição de Temperatura, RSMT

A resolução em temperatura do sistema de medição é determinada pela capacidade de transporte e distinção de informação do conversor de sinal analógico para digital (A/D). O conversor utilizado, modelo CIO-DAS16/330 da Computer Boards, utiliza 12 bits para conversão, logo, $2^{12} = 4096$ divisões da faixa de tensão ou corrente de trabalho (no caso ± 10 V). O sinal emitido pelo sensor é de 0 V a 5 V correspondendo de 0 °C a 500 °C. Uma pré-amplificação e condicionamento do sinal (ganho de 10 vezes) é realizada por uma placa de condicionamento de sinais, modelo SSH-16 também da Computer Boards.

A incerteza de medição gerada pela resolução limitada do sistema de digitalização do sinal foi calculada, segundo Chrzanowski (2001), como um desvio padrão de uma distribuição retangular dentro de uma faixa determinada pelo bit menos significativo do conversor A/D, sendo:

$$u_{RSMT} = \frac{S_{\max} - S_{\min}}{2^k \sqrt{12}} \quad (4.29)$$

onde S_{\max} e S_{\min} são os níveis máximos e mínimos de tensão ou temperatura correspondente do sinal analógico fornecidos ao conversor A/D (+10 V e -10 V ou +100 °C e -100 °C para a faixa de medição de até 100 °C, ou +1000 °C e -1000 °C para faixa de até 1000 °C sem amplificação do sinal) e k o número de bits do conversor A/D.

A RSMT para medições com amplificação do sinal é de 0,049 °C, com uma incerteza padrão associada de 0,014 °C, assumindo-se FDP Retangular para esta grandeza. Tal grandeza foi adicionada como componente de incerteza da grandeza temperatura, como mostrado na Tabela A.2 do Apêndice A.

5 MODELAGEM ESTOCÁSTICA: APLICAÇÃO À DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS

O Comitê Conjunto para Guias em Metrologia, JCGM (Joint Committee for Guides in Metrology), criado em 1997 e formado por representantes das organizações: BIPM, IEC, ISO, OIML, IFCC, IUPAC e IUPAP; publicou em 2007 a versão final do Suplemento 1 do Guia para Expressão de Incerteza de Medição: Propagação de Distribuições usando o Método de Monte Carlo (JCGM, 2007). Tal documento visa avaliar as propriedades estatísticas de modelos com uma grandeza de saída usando o Método de Monte Carlo. Para modelos com várias grandezas de saída está sendo desenvolvido pelo JCGM o Suplemento 2 do Guia para Expressão de Incerteza de Medição: Modelos com qualquer número de grandezas de saída. Ambos os suplementos citados se baseiam em modelos estocásticos para propagação de incertezas.

Neste Capítulo será focado o desenvolvimento de modelos estocásticos a partir de modelos determinísticos, visando a propagação de incertezas em processos de medição diversos. Tal metodologia apresenta grande aplicabilidade a modelos implícitos, modelos não-lineares, modelos dinâmicos e modelos com múltiplos parâmetros de entrada e de saída.

Para facilitar o entendimento e exemplificar a estrutura de Modelagem Estocástica desenvolvida, tomou-se como referência o modelo físico do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, LMPT - CDTN que se baseia no Método Flash Laser. A metodologia adotada consiste na implementação do Método de Monte Carlo (MMC) à Solução do Problema Inverso de difusão térmica aplicado ao Método Flash Laser, utilizando o Método de Volumes Finitos. Tal aplicação estabelece um modelo estocástico onde são avaliadas as incertezas associadas aos múltiplos parâmetros de saída de uma modelagem implícita de um processo dinâmico de medição. As grandezas avaliadas no Capítulo 4 e

sumarizadas na Tabela A.5 serão tratadas como parâmetros de entrada da modelagem, sendo suas incertezas e FDPs propagadas através da estrutura do modelo.

Além do caráter estocástico, implícito e dinâmico da modelagem com múltiplos parâmetros de entrada e de saída, considerou-se como justificativa da aplicação do MMC a não linearidade do modelo (onde a expansão de primeira ordem da série de Taylor para propagação de incertezas nem sempre é uma aproximação aceitável). Como segunda justificativa relevante está o fato de que as estimativas das grandezas de saída são obtidas somente a partir de soluções numéricas (modelagem implícita, solução de problemas inversos) com base nos valores das grandezas de entrada.

Os itens a seguir apresentam as estruturas do modelo estocástico desenvolvido, enfatizando a modelagem determinística do processo real de difusão térmica na amostra, a modelagem determinística da dinâmica do sistema de medição de temperatura e a estruturação do modelo estocástico baseado no Método de Monte Carlo.

5.1 Modelo Determinístico do Processo de Difusão Térmica aplicado ao Método Flash Laser

A modelagem determinística, apresentada neste item, se baseia na modelagem proposta por Grossi (2003), entretanto considerando um maior número de grandezas de influência no processo de difusão térmica.

Desta forma, foi desenvolvido um modelo determinístico baseado na solução do problema inverso de difusão térmica com aplicação na determinação de propriedades termofísicas de materiais baseada no método flash laser, considerando como parâmetros de entrada as grandezas avaliadas no Capítulo 4.

A modelagem proposta consiste em duas etapas:

1 - Obtenção das soluções numéricas diretas para o processo de difusão térmica em regime transiente, por meio do Método dos Volumes Finitos. Tais soluções são obtidas

considerando as faixas de valores dos parâmetros do modelo que retratam condições próximas das encontradas experimentalmente. Isso diminui o grau de simplificação do modelo, conferindo maior consistência física aos resultados e diminuição das incertezas (Grossi *et al.*, 2002).

2 - Obtenção de soluções inversas por meio da aplicação de um algoritmo de otimização, baseado no Método das Coordenadas Descendentes (Luenberger, 1984) e no Método da Seção Áurea (Press *et al.*, 1988). Desta forma, é minimizada a função objetivo caracterizada pelo desvio entre os transientes de temperatura experimentais e as soluções numéricas, considerando faixas de valores para as condições iniciais, de contorno e experimentais que mais se adaptem ao modelo físico de aplicação do Método Flash Laser. Uma solução inversa ótima para o problema é obtida para determinados parâmetros de entrada, gerando como saída principal os valores de Difusividade Térmica (α), Capacidade Calorífica Volumétrica (ρc_p) e Condutividade Térmica (k), caracterizando as propriedades termofísicas do material analisado.

5.1.1 Solução Direta

A Figura 5.1 mostra esquematicamente o domínio matemático de análise do problema de difusão térmica em uma amostra submetida a um pulso de energia radiante intenso e de curta duração em sua face frontal, condições que caracterizam o processo de medição em regime transiente conhecido como Método Flash Laser (item 2.3).

Adotando o sistema de coordenadas cilíndricas, a equação diferencial parcial bidimensional de segunda ordem, que rege a difusão em regime transiente para este caso experimental é dada por:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (5.1)$$

onde r a distância radial da amostra e x a distância axial a partir da face frontal.

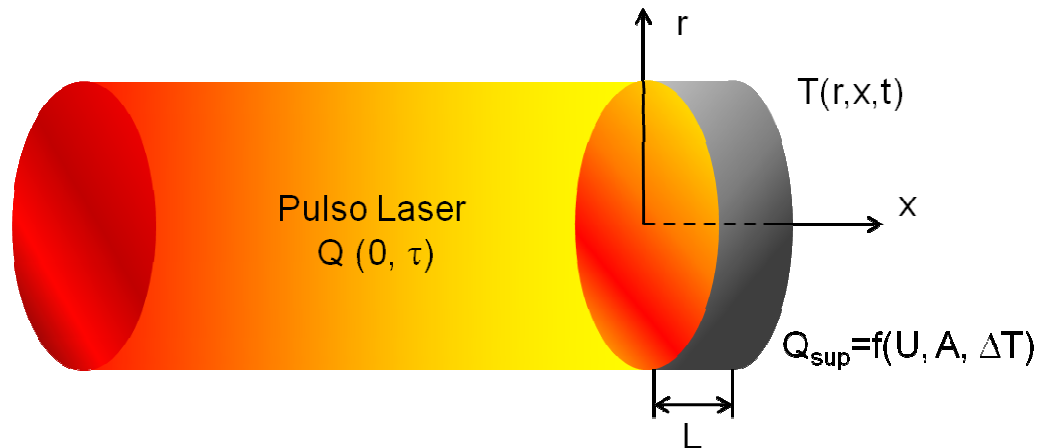


Figura 5.1 - Esquema do domínio matemático de análise do processo de difusão térmica aplicado ao Método Flash Laser.

A condição inicial é:

$$T(r, x, 0) = T_0 \quad (5.2)$$

onde T_0 é a temperatura inicial da amostra.

Sendo τ o tempo de aplicação do pulso de laser em uma pequena espessura da face frontal $0 < x \leq g$, as condições de contorno, no intervalo de tempo $0 < t \leq \tau$, são dadas por:

$$T(r, x, t) \Big|_{\substack{x \leq g \\ t \leq \tau}} = \frac{Q(r, x, t)}{\rho c_p g} \quad \text{e} \quad T(r, x, \tau) \Big|_{\substack{x > g \\ t \leq \tau}} = T_0 \quad (5.3)$$

onde a energia radiante absorvida pela amostra por unidade de área é expressa como:

$$Q = \frac{P \alpha_{\text{abs}} \tau}{\pi R^2} \quad (5.4)$$

onde g é a pequena espessura da amostra [m] na qual é absorvida a energia emitida pelo laser, P é a potência da emissão laser [W], α_{abs} a absorvidade da face frontal da amostra e R o seu raio [m].

Para o tempo acima de τ , as superfícies trocam calor com o ambiente, conforme a condição de contorno:

$$-k \nabla T_{\text{sup}} = Q_{\text{sup}} \quad (5.5)$$

onde T_{sup} é a temperatura da superfície da amostra e Q_{sup} é o fluxo de calor perdido pelas superfícies da amostra por convecção natural e por radiação.

A Equação (5.1) foi discretizada segundo a Equação (2.22), utilizando os termos definidos pelas Equações (2.23) a (2.29). Os resultados das soluções numéricas obtidas foram tratados como mostrado no item 5.1.2, permitindo substituir, de uma só vez, todas as técnicas utilizadas para correção dos resultados experimentais (itens de 2.5.1 a 2.5.4).

5.1.2 Solução do Problema Inverso

Uma análise inversa do processo de difusão térmica foi utilizada para estimar as propriedades térmicas difusividade, condutividade e calor específico de sólidos a partir de medições de transientes de temperatura.

Os problemas diretos clássicos consistem em determinar a distribuição de temperatura no interior de um corpo quando as condições iniciais e de contorno, a taxa de geração de energia e as propriedades termofísicas do meio são especificadas. Os problemas inversos de condução de calor (IHCPs) realizam exatamente o caminho contrário, determinando as condições iniciais, condições de contorno, taxas de geração de energia ou propriedades termofísicas a partir de medições de históricos de temperatura em um ou mais pontos do sólido. Diversos métodos são utilizados para obtenção das soluções inversas²⁵.

²⁵ Como citado por Beck (1970), soluções inversas lineares podem ser obtidas usando método exato (Burggraf, 1964), método integral (Stolz, 1960; Sparrow, Haji-Sheikh e Lundgren, 1964; Beck, 1965; Beck, 1968) ou o método de diferenças finitas / volumes finitos (Frank, 1963; Beck e Wolf, 1965; Davies, 1966; Patankar, 1980, Patankar, 1991). A determinação da solução inversa ótima pode ser obtida através de uma série de algoritmos de programação lineares e não lineares, como apresentado por Luenberger (1984).

Neste trabalho a solução do problema inverso consistiu em minimizar a seguinte função objetivo:

$$\text{Min } f(x) \quad (5.6)$$

onde

$$x = [k, \rho, c_p, L, \tau, \phi, \Omega, P, \varepsilon, \tau_{\text{meios}}, \alpha_{\text{abs}}, U, \text{FRE}, k^*, \rho^*, c_p^*, L^*, \varepsilon^*]^T \quad (5.7)$$

é o vetor que contém as variáveis de busca do problema, caracterizadas no Capítulo 4 e sumarizadas na Tabela A.5. Tais variáveis de busca ou grandezas envolvidas na medição foram tratadas como parâmetros de modelagem neste Capítulo.

Para viabilização desta avaliação, a função objetivo $f(x)$ foi tratada como uma função discreta no tempo, definida como:

$$f(x) = \sum_{t=0}^{t=t_{\infty}} [T_E(t) - T_{SN}(t)]^2 \quad (5.8)$$

onde t é que se comporta como uma variável discreta (sendo o incremento temporal definido pela frequência de amostragem do sistema de medição), T_E representa os valores de temperatura observados experimentalmente e armazenados pelo sistema de medição e T_{SN} representa os valores de temperatura obtidos pelas soluções numéricas considerando todo o processo térmico (fornecimento de energia, difusão térmica e medição dinâmica de transientes de temperatura).

A minimização de $f(x)$ está sujeita a restrições que são impostas para conferir consistência física aos resultados. Sendo assim, uma estimativa inicial da faixa mais provável para os valores das grandezas (variáveis do problema) possibilita uma convergência mais rápida e garante que os resultados sejam significativos do ponto de vista físico. O número de faixas e o tamanho de cada uma dependerão da quantidade de informações que se tem a respeito da grandeza e do tipo de grandeza/parâmetro (de entrada ou de saída do modelo). De acordo com o método da Seção Áurea, a faixa de

busca é dividida em 4 pontos para os quais são realizadas as soluções numéricas diretas da equação de difusão térmica: limites máximos e mínimos de faixa de busca e dois pontos intermediários correspondentes a 38,2 % e 61,8%).

Desta forma, faz-se necessária a distinção entre os dois tipos de parâmetros envolvidos nesta modelagem. Todas as grandezas caracterizadas e avaliadas no Capítulo 4 são consideradas como parâmetros de entrada (preferencialmente), sendo que seus limites de probabilidade de existência (restrições) são avaliados em função de suas FDPs. São consideradas como parâmetros de saída do modelo (preferencialmente), as propriedades termofísicas do material: condutividade térmica (k) calor específico (c_p) massa específica (ρ) e conseqüentemente a difusividade térmica do material, α . Apesar da definição prévia de parâmetros preferenciais de entrada e de saída, o modelo determinístico está estruturado para obtenção de 1 ou mais parâmetros quaisquer da Equação (5.7) em função de todos os outros demais²⁶.

A implementação computacional do modelo determinístico do processo de difusão térmica (baseado no método Flash Laser) foi realizada em linguagem Fortran acoplando, sob a forma de uma sub-rotina, o programa CONDUCT (Patankar, 1991) a um programa principal de Otimização que visa a minimização da função objetivo dada pela Equação (5.8).

A Figura 5.2 apresenta um fluxograma do programa desenvolvido.

Este programa foi adaptado ao Método Flash Laser por meio do ajuste de suas variáveis de busca ao comportamento das grandezas avaliadas no Capítulo 4. Tal modelo vem sendo utilizado no LMPT - CDTN, para a correção dos efeitos de tempo de pulso finito, forma de pulso, trocas térmicas, influência do sistema de medição de temperatura, além de ser a base para a propagação das incertezas associadas aos parâmetros de saída do modelo estocástico apresentado no item 5.3 deste Capítulo.

²⁶ Estruturação necessária para validação e ajuste do modelo desenvolvido ao aparato experimental do LMPT - CDTN.

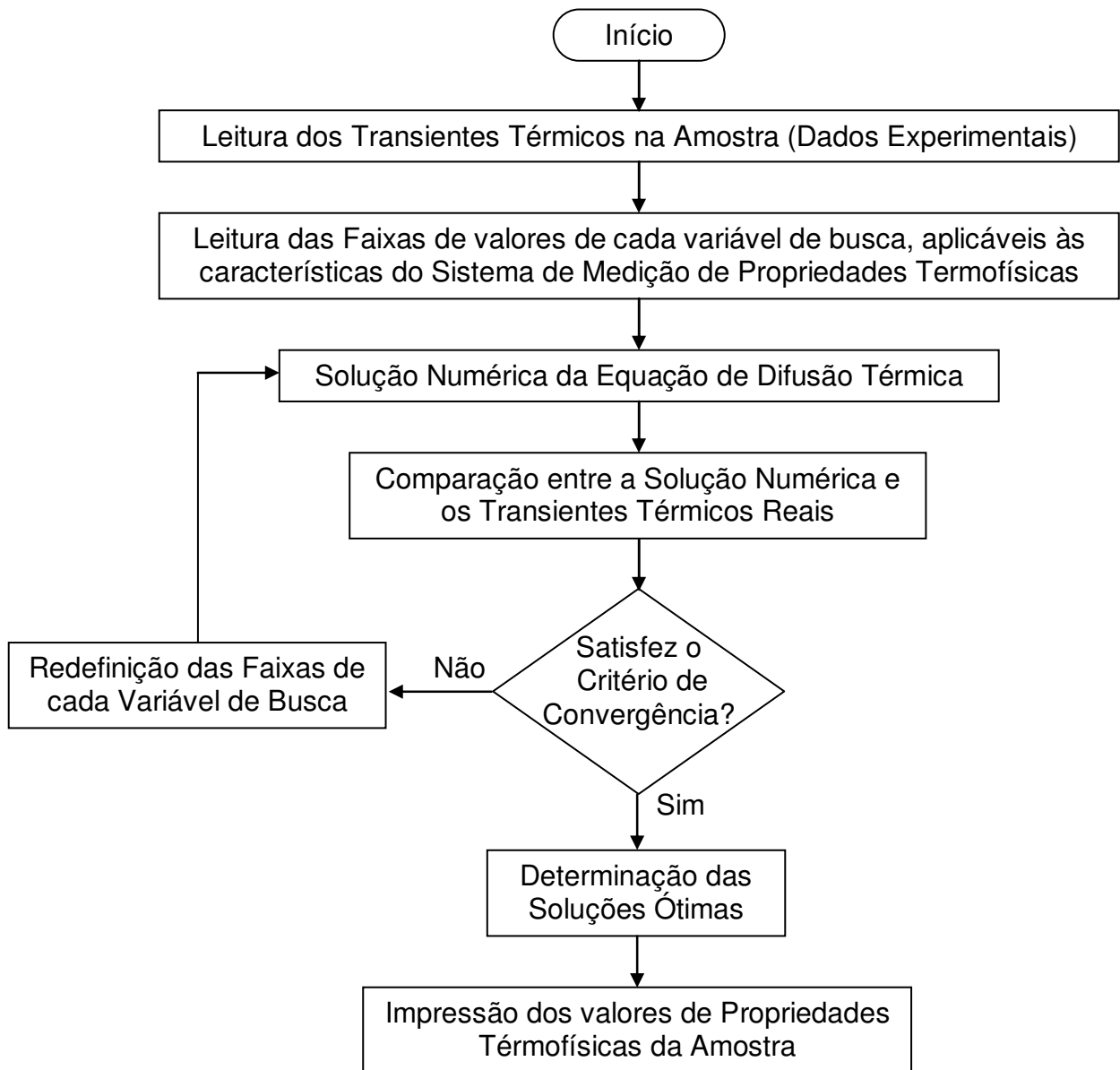


Figura 5.2 - Fluxograma de obtenção de soluções inversas ótimas do modelo determinístico proposto para o processo de difusão térmica.

O tempo necessário para a obtenção da solução numérica direta da equação de difusão térmica para cada um dos 4 pontos de busca é em média 10 s e depende do tamanho da janela de dados (instantes de tempo amostrados). Cada solução inversa exige algumas dezenas de grupos de 4 soluções diretas para cada uma das variáveis de busca até que seja alcançada a convergência da solução do problema inverso.

5.1.3 Avaliação de Coeficientes de Sensibilidade / Contribuição Relativa

A avaliação dos coeficientes de sensibilidade, e as respectivas contribuições percentuais nos valores de incerteza associadas aos valores das propriedades termofísicas de amostras de Ferro Puro BSC e Pyroceram 9606, foram obtidas por meio de simulações numéricas excitando individualmente cada parâmetro de entrada. A metodologia adotada foi puramente numérica. Os resultados obtidos foram apresentados por Grossi *et al.* (2007).

O modelo determinístico desenvolvido foi aplicado considerando alguns dos parâmetros de entrada apresentados na

Tabela 5.1, tanto para as simulações numéricas realizadas para o Ferro Puro BSC quanto para o Pyroceram 9606.

Tabela 5.1 - Estimativa das grandezas de entrada da modelagem matemática

Símbolo	Grandeza	Estimativa	Unidade
τ	Tempo de pulso	$0,100 \pm 0,01$	s
P	Potência do laser	$20,0 \pm 2,3$	W
U	Coeficiente global de calor	$43,0 \pm 5,8$	$W m^{-2} K^{-1}$
α_{abs}	Absortividade da amostra	$0,95 \pm 0,06$	-
L	Espessura da amostra	$3,000 \pm 0,003$	mm
ρ	Massa específica: Ferro Puro	7870 ± 262	$kg m^{-3}$
	Massa específica: Pyroceram 9606	2600 ± 87	$kg m^{-3}$

Tais valores correspondem à caracterização inicial do aparato experimental do LMPT – CDTN (a caracterização atualizada e completa está apresentada no Capítulo 4 e Tabela A.5). As estimativas associadas à massa específica foram tomadas de acordo com Incropera (1992). Os valores de incerteza apresentados na

Tabela 5.1 correspondem à incerteza expandida para um intervalo de confiança de aproximadamente 95 %, assumindo-se como retangulares as FDPs associadas a tais parâmetros. Os limites superiores e inferiores associados aos parâmetros foram tomados como restrições do programa de busca do ponto ótimo.

As Tabelas do Apêndice B apresentam a influência de cada parâmetro de entrada (considerados como componentes de incerteza) na estimativa da incerteza padrão combinada da difusividade térmica (Tabela B.1), condutividade térmica (Tabela B.2) e calor específico (Tabela B.3) à temperatura de 20°C.

Para os casos apresentados, o tempo de pulso foi o principal componente de incerteza das propriedades termofísicas. Entretanto, apresentou valores de contribuições percentuais diferentes para cada amostra e propriedade analisada. Uma exceção foi a estimativa da difusividade térmica do material Pyroceram 9606 cujo principal componente de incerteza é devido à espessura da amostra.

A incerteza da potência do laser também apresentou influência significativa na estimativa da incerteza estimada para a condutividade térmica e calor específico dos materiais avaliados.

A avaliação das Tabelas do Apêndice B mostrou que a influência dos componentes de incerteza é distribuída de maneira não homogênea entre as propriedades termofísicas (neste caso, consideradas como parâmetros de saída da simulação) e em função do material analisado. Desta forma, ficou evidenciado o comportamento não linear do modelo.

Um efeito interessante foi observado na relação entre as propriedades termofísicas avaliadas. Por definição, a condutividade térmica e o calor específico apresentam proporção direta e inversa respectivamente em relação à difusividade térmica ($\alpha = k \rho^{-1} c_p^{-1}$). A avaliação das soluções numéricas inversas mostrou uma correlação direta entre os resultados estimados para condutividade térmica e calor específico²⁷. Desta forma, um efeito compensatório de anulação parcial das incertezas resultantes

²⁷ Em especial para as grandezas de entrada com maior contribuição nas incertezas padrão combinadas associadas a tais propriedades termofísicas.

na difusividade térmica dos materiais foi observado, reduzindo o seu valor percentual final (Tabela B.1), em relação às incertezas combinadas percentuais associadas às outras duas propriedades termofísicas (Tabela B.2 e Tabela B.3).

5.1.4 Validação

A validação do modelo descrito acima foi realizada com base em 3 amostras padrão: Inconel 600, Ferro Puro BSC e Pyroceram 9606.

As amostras padrão foram fornecidas pela Netzsch com seus respectivos certificados, sendo indicadas como padrões secundários de calibração. A Tabela 5.2 apresenta seus valores de propriedades termofísicas.

Tabela 5.2 – Propriedades termofísicas das amostras padrão a 25 °C.

Amostras Padrão	$\alpha \cdot 10^6$ / (m ² s ⁻¹)	k / (W m ⁻¹ K ⁻¹)	ρ / (kg m ⁻³)	C_p / (J kg ⁻¹ K ⁻¹)
Inconel 600	3,458	12,805	8340	444
Ferro Puro BSC	21,6	76,60	7870	450
Pyroceram 9606	1,926	4,009	2602	800

Segundo o fabricante, as propriedades termofísicas foram medidas no Laboratório de Aplicações da Netzsch (equipamento modelo LFA 457 para difusividade térmica e equipamento modelo DSC 404 C para calor específico), avaliadas em programas de intercomparação entre laboratórios (difusividade térmica do Pyroceram 9606), obtidas a partir de tabela de referência do NIST (NIST SEM 8421 Series para condutividade térmica do Ferro Puro BSC). Nos certificados das amostras padrão não estavam descritos os níveis de incerteza associados às propriedades termofísicas apresentadas.

A metodologia adotada para a validação consistiu em realizar uma seqüência de medições (>10) sob condições de estabilidade e repetitividade da bancada experimental

do LMPT - CDTN para cada uma das amostras da Tabela 5.2. Foram observados todos os critérios e procedimentos estabelecidos no Capítulo 4 com respeito à avaliação das grandezas de entrada do sistema (agora tratadas como parâmetros de entrada do modelo).

O Apêndice C apresenta os resultados da validação do modelo determinístico acoplado (itens 5.1 e 5.2) aplicado ao LMPT – CDTN.

5.2 Modelo Determinístico do Sistema de Medição de Temperatura

A modelagem do fenômeno de difusão térmica pode adotar uma estrutura matemática que considera a resposta dinâmica (transiente térmico) de um sistema (LMPT - CDTN) quando excitado por um sinal de entrada (pulso de energia aplicado pelo Laser). Assim, a estrutura matemática de modelagem (identificação em caixa preta ou modelos baseados em soluções de problemas inversos) deve estabelecer, a partir de dados coletados de um sistema real, modelos matemáticos capazes de explicar tais dados (sinais de entrada e saída). Uma das suas características é que pouco ou nenhum conhecimento prévio do sistema é necessário.

Considerando que o sistema de medição de temperatura (SMT) é composto por uma seqüência de processos físicos, envolvendo processos térmicos e elétricos, muitas vezes mal determinados ou totalmente desconhecidos, foi proposto um modelo composto por estágios térmicos e elétricos para o SMT, descrito no item 4.5.

No estágio de conversão térmica, a temperatura do meio que se deseja medir é transferida ao sensor. A temperatura do sensor é então convertida em sinal de saída elétrico no estágio de conversão elétrica. Este segundo estágio fornece meramente um ganho ao sinal como representado na Figura 5.3.

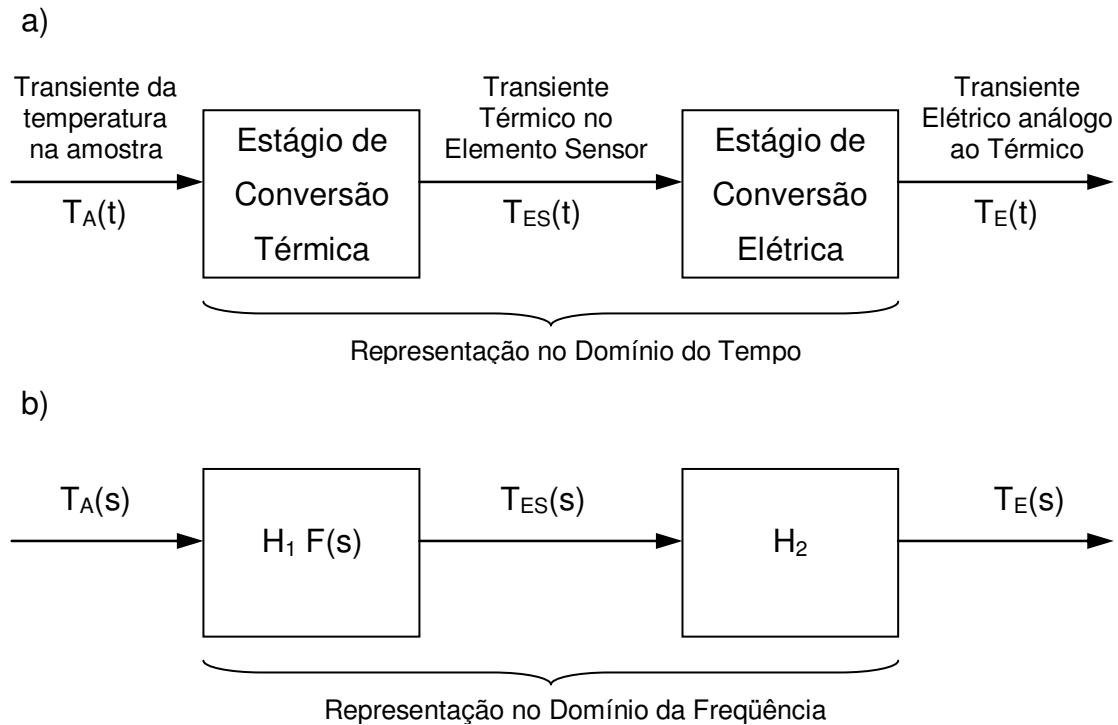


Figura 5.3 – Diagrama em blocos de um sensor de temperatura. (a) representação no domínio do tempo, (b) representação no domínio da freqüência.

O estágio de conversão térmica foi expresso sob a forma de equações diferenciais descrevendo o balanço de energias do sistema (Michalski, Eckersdorf e McGhee, 1991). Considerando o ganho H introduzido no estágio de amplificação do sensor, o acoplamento dos estágios térmicos e elétricos pôde ser descrito pela seguinte Função de Transferência:

$$G(s) = H_1 F(s) H_2 = \frac{H}{1 + \tau s} \quad (5.9)$$

De acordo com a Equação (5.9), a resposta de um sensor de temperatura ideal pode ser associada a um sistema de primeira ordem. Entretanto, a FT de um sistema de medição real pode ter ordem superior à de um sistema ideal (ex: 2ª ordem ou ordens mais elevadas). Isto se deve a fatores que induzem comportamentos não ideais ao sistema tanto no estágio térmico quanto no elétrico como complexidade das trocas

térmicas envolvidas, interferências externas do ambiente, componentes elétricos não ideais e influência de estágios posteriores de amplificação, transmissão de sinal, efeitos capacitivos e indutivos do circuito de transmissão, ruído e filtragem do sinal.

No próximo item será apresentado o Modelo (Análogo Térmico) baseado nas técnicas de volumes finitos e solução de problemas inversos para identificar os processos dinâmicos que envolvem o sistema de medição de temperatura. Esta metodologia de identificação favoreceu a interface computacional com modelo estocástico²⁸ de difusão térmica apresentado no item 5.3, favorecendo ainda a metodologia de avaliação das incertezas.

5.2.1 Análogo Térmico do SMT

Em muitos casos práticos, o acoplamento entre modelos desenvolvidos em plataformas de programação diferentes torna-se extremamente trabalhoso, envolvendo um esforço computacional que pode inviabilizar este tipo de implementação. Este processo de interfaceamento de modelos torna-se ainda mais árduo quando aplicado na solução de problemas inversos envolvendo etapas iterativas, como é o caso das estruturas dos modelos apresentados neste Capítulo.

Desta forma, este item apresenta o Modelo Análogo Térmico similar ao modelo ARX/MQ identificado para o sistema de medição de temperatura no item 4.5. A estrutura de um Modelo Térmico foi adotada para modelar a dinâmica do SMT (processo térmico e elétrico) que reflete basicamente uma dinâmica de segunda ordem, característica também dos processos de difusão térmica.

Com base nesta possibilidade de interconversão, os efeitos produzidos pelo sistema de medição de temperatura são abordados de duas maneiras:

- Por meio de técnicas de identificação de sistemas (apresentada pelo modelo ARX / MQ, item 4.5);

²⁸ Todos os modelos apresentados neste Capítulo foram desenvolvidos em linguagem Fortran e acoplados sob a forma de sub-rotinas que utilizaram como base a estruturação numérica do método matemático de Volumes Finitos, implementado pelo programa CONDUCT (Patankar, 1991).

- Por meio do desenvolvimento de um Modelo Térmico com uma estruturação matemática que permita representar e explicar as características e comportamento térmico / elétrico do sistema de medição de temperatura por meio dos parâmetros termofísicos análogos, k^* , ρ^* , c_p^* e L^* .

O Modelo Análogo Térmico baseou-se nas técnicas de volumes finitos e solução de problemas inversos, para identificar o SMT (item 5.2.3). Considerou-se como sinal de saída (ou resposta) do SMT uma média de transientes de temperatura obtidos para amostras padrão com propriedades termofísicas conhecidas (Inconel 600, Ferro Puro BSC e Pyroceram 9606). O Sinal de entrada real (ou excitação) foi obtido (com elevada confiabilidade) a partir da solução numérica do processo de difusão térmica utilizando o modelo apresentado no item 5.1. Para as simulações numéricas, foram considerados os valores das grandezas do sistema de medição de propriedades termofísicas apresentados no Capítulo 4, sendo os valores das propriedades termofísicas dados pelos certificados das amostras padrão. O ruído de medição foi implementado de forma aditiva ao modelo, com base em suas propriedades estatísticas avaliadas no item 4.5.2.

Em análise final, o Modelo Análogo Térmico do SMT é conectado como um bloco ou módulo adicional ao modelo de difusão térmica aplicado ao LMPT - CDTN (item 5.1). Com isto, os módulos de “difusão térmica real na amostra” e “influência do sistema de medição de temperatura” são simulados em um único ambiente de programação, facilitando o desenvolvimento do modelo estocástico apresentado no item 5.3, cuja estrutura central é definida pelo acoplamento dos modelos determinísticos dos itens 5.1 e 5.2, como mostrado mais claramente na Figura 5.6.

5.2.2 Estruturação do Modelo

Em essência, a modelagem análoga térmica do sistema de medição de temperatura consistiu em adicionar uma espessura de material à amostra. Assim, o processo de difusão térmica passa a ser analisado para um material composto pela amostra propriamente dita e pela espessura adicional de material que irá modelar o SMT (similar

a uma análise de materiais compósitos). As propriedades termofísicas da espessura adicional podem apresentar duas características, definindo a estrutura do modelo:

Estrutura 1 – serem iguais às propriedades termofísicas da amostra, não sendo necessário alterar as propriedades do material durante a simulação, que é então tratado como um meio homogêneo. Ao se alterar a amostra a ser medida, tem-se como inconveniente que os parâmetros do modelo do SMT também são alterados, sendo diferentes para cada tipo e faixa de valores das propriedades termofísicas do material. Assim, cada processo de identificação é um sistema único capaz de representar corretamente a dinâmica do sistema de medição de temperatura. Tal forma de modelagem é indicada quando se observa ou se prevê um comportamento fortemente não-linear para o comportamento do sistema de medição de temperatura em função dos transientes térmicos a serem medidos (amplitude, dinâmica, etc).

Estrutura 2 – serem sempre as propriedades termofísicas ótimas obtidas a partir de uma solução inversa (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*): Nesta estrutura o processo de difusão térmica é caracterizado pela difusão em um material composto de duas camadas: camada 1 avaliada pelo modelo da amostra considerando suas propriedades termofísicas e camada 2 avaliada pelo modelo análogo térmico do SMT, considerando (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*): Como vantagem, após a identificação da dinâmica do SMT (modelagem) não é necessário alterar ou revalidar os parâmetros identificados para qualquer que seja a próxima amostra a ser medida. Tal forma de modelagem é indicada quando se observa ou se prevê um comportamento linear ou levemente não-linear para o SMT.

A escolha da estrutura do modelo foi dada em função da capacidade do modelo em explicar o comportamento dinâmico do sistema de medição de temperatura em diferentes faixas de temperatura e para as diversas faixas de valores das propriedades termofísicas dos materiais. Outro fator de escolha foi relacionado ao comportamento linear (estrutura 2) ou fortemente não-linear (estrutura 1) deste sistema quando submetido às condições reais de ensaio.

Como esperado e relatado pelos fabricantes do pirômetros infravermelho e placas de condicionamento e conversão A/D, características de linearidade foram comprovadas

experimentalmente em medições realizadas nas amostras padrão. Desta forma, foi escolhida a Estrutura de modelagem 2 (como mostrado no próximo item, sendo os resultados da avaliação apresentados na Tabela 5.3).

5.2.3 Metodologia, Resultados e Validação da Modelagem

Por se tratar de um processo de simulação numérica, foi necessário escolher um sinal de teste (ou sinal de entrada) real ou simulado, que represente de maneira adequada a dinâmica de variação de temperatura na face oposta de amostras submetidas a ensaios para determinação de suas propriedades termofísicas. A potência espectral e a magnitude do sinal de teste (entrada) são parâmetros de fundamental importância para uma adequada excitação da dinâmica do sistema de medição de temperatura e, conseqüentemente, a sua correta identificação.

Uma excitação ideal do sistema é fornecida por uma amostra com elevada condutividade térmica (excitação temporal da dinâmica ou excitação em frequência) e baixa capacidade calorífica volumétrica (excitação em magnitude).

O sinal de entrada / excitação utilizado foi obtido a partir da média de 10 transientes de temperatura medidos no LMPT - CDTN para um grupo de amostras padrão (Inconel 600, Ferro Puro BSC e Pyroceram 9606).

A metodologia utilizada para a identificação do sistema é apresentada a seguir:

- 1 – Utilizar uma amostra padrão, com propriedades termofísicas conhecidas (preferencialmente com elevada condutividade térmica e baixa capacidade calorífica volumétrica);
- 2 – Obter n transientes térmicos reais medidos na amostra padrão, sob condições de repetitividade de todo o sistema (aparato experimento do LMPT - CDTN);
- 3 – Obter um transiente médio e/ou FDP a partir dos n transientes experimentais do passo 2. Este transiente médio representa o sinal de saída ou resposta do sistema de medição de temperatura a um sinal de teste (entrada) que é o transiente de

temperatura real ocorrido na face oposta da amostra padrão gerado no próximo passo;

4 – Gerar uma solução numérica que representa o transiente de temperatura real na face oposta da amostra, utilizando como parâmetros de modelagem as propriedades termofísicas da amostra padrão e os parâmetros da bancada caracterizados no Capítulo 4;

5 – Identificar o sistema a partir dos sinais de entrada (passo 4) e de saída (passo 3), obtendo uma solução inversa para o processo de difusão térmica que ocorre no sensor. Os parâmetros a serem identificados são as propriedades térmicas do material acionado (k^* , ρ^* , c_p^*) e sua espessura (L^*).

A metodologia descrita acima foi aplicada à bancada experimental do LMPT – CDTN com base em medições das amostras padrão de Inconel 600, Ferro Puro BSC e Pyroceram 9606, sob condições de repetitividade e estabilidade do sistema.

A identificação da dinâmica do sistema de medição de temperatura por infravermelho utilizou soluções inversas (conforme passo 5 descrito acima). Os valores das propriedades termofísicas ótimas para o material adicionado (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*), em função de cada amostra padrão, são apresentados na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 - Valores dos parâmetros (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*) ótimos estimados para o SMT, avaliadas com base em amostras padrão de Inconel 600, Ferro Puro e Pyroceram 9606.

Amostras Padrão	L^* / (mm)	k^* / ($W m^{-1} K^{-1}$)	ρ^* / ($kg m^{-3}$)	c_p^* / ($J kg^{-1} K^{-1}$)
Inconel 600	0,850	0,00809	353,78	29,65
Ferro Puro BSC	0,884	0,00808	349,11	29,75
Pyroceram 9606	0,796	0,00840	334,02	28,52

Os valores médios apresentados acima validam a metodologia utilizada para identificação do SMT (conforme convergência apresentada nas Figuras C.3, C.6 e C.9).

A Tabela 5.4 apresenta os valores médios, incertezas padrão e limites para um I. C. 95% associados parâmetros (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*), considerados como representativos da variabilidade e da dinâmica dos SMT para qualquer que seja a amostra a ser medida.

Tabela 5.4 – Caracterização estocástica dos parâmetros (L^* , k^* , ρ^* , c_p^*).

	L^* / (mm)	k^* / ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	ρ^* / ($kg\ m^{-3}$)	c_p^* / ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$)
\bar{x}	0,84	0,0080	350	30
$u(x)$	0,021	0,00020	8,75	0,75
I. C. 95 %	[0,798 - 0,882]	[0,0076 – 0,0084]	[332,5 - 367,5]	[28,5 – 31,5]

Associou-se a tais parâmetros um desvio padrão igual a 2,5 %, através de uma avaliação Tipo B, e uma FDP normal. Os valores de incerteza padrão combinada e expandida a intervalo de confiança de 95 % são apresentados na Tabela A.5.

A Figura 5.4 ilustra a dinâmica de todo o processo de difusão térmica na amostra, comparando os transientes de temperatura obtidos experimentalmente e os transientes de temperatura numéricos para as faces frontal e oposta da amostra, e o transiente obtido após o SMT, ficando evidenciados os efeitos dinâmicos associados ao SMT.

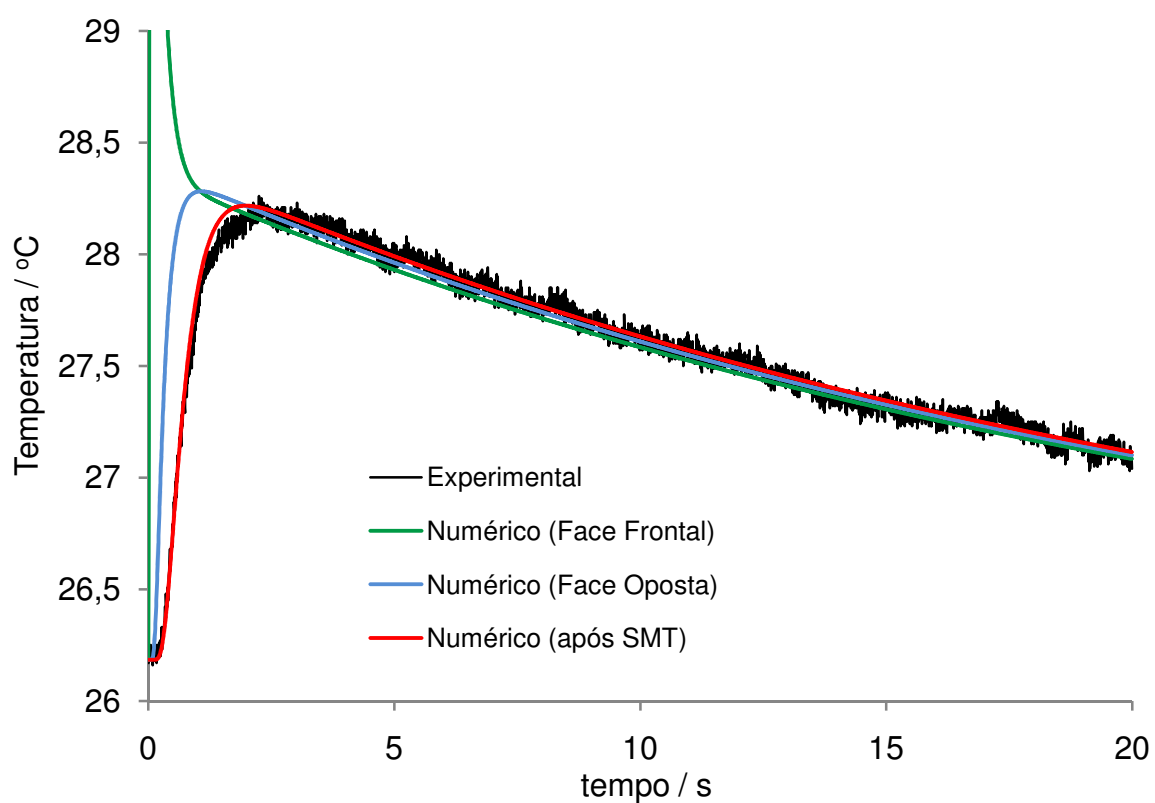


Figura 5.4 – Comparação entre Transientes de temperatura experimental e gerados numericamente (acoplamento dos modelos dos itens 5.1 e 5.2) para faces frontal e oposta da amostra (Inconel 600) e após o SMT considerando valores ótimos de L^* , k^* , ρ^* , c_p^* (Tabela 5.3).

5.3 Modelo Estocástico do Sistema de Determinação de Propriedades Termofísicas baseado no Método Flash Laser

Como citado no início deste Capítulo, modelos estocásticos são adotados como metodologias eficazes para propagação de incertezas (JCGM, 2007). Entretanto, não se tem estabelecida ainda uma metodologia para propagação de incertezas em modelos com múltiplos parâmetros de entrada e múltiplos parâmetros de saída (em desenvolvimento pelo JCGM).

Este item irá focar o desenvolvimento de uma modelagem estocástica a partir do acoplamento dos modelos determinísticos apresentados nos itens 5.1 e 5.2. O objetivo desta modelagem é realizar a propagação das fontes de incertezas, caracterizadas no Capítulo 4 e sumarizadas no Apêndice A (relativas ao aparato experimental do LMPT - CDTN), tratando-as como parâmetros de entrada. As propriedades termofísicas do material analisado (k , c_p , ρ e α) são os múltiplos parâmetros de saída do modelo.

Adotou-se o Método de Monte Carlo para propagação de incertezas. A estruturação estocástica desenvolvida teve por base a Solução do Problema Inverso de difusão térmica através do Método de Volumes Finitos com aplicação ao Método Flash Laser. O modelo final obtido é caracterizado como estocástico, implícito, dinâmico, não linear, com múltiplos parâmetros de entrada e de saída.

Os itens a seguir abordam aspectos importantes, metodologias, validação e resultados associados ao modelo estocástico desenvolvido.

5.3.1 Número de Simulações de Monte Carlo

O número de simulações de Monte Carlo é um parâmetro de entrada quando se implementa numericamente, podendo ser tão grande quanto se queira (usualmente 10^6) visando uma efetiva e substancial representação / amostragem dos resultados do modelo estocástico.

Entretanto, os modelos apresentados neste Capítulo são considerados como complexos do ponto de vista computacional, pois a obtenção de soluções ótimas requer uma seqüência de simulações prévias para a busca do ponto de mínimo, como mostrado na Figura 5.2 e mais à frente na Figura 5.6. Devido a tal característica, foi considerado computacionalmente inviável tomar um número elevado de simulações de Monte Carlo.

Com base na análise acima, definiu-se como 15 o número de simulações de Monte Carlo a serem realizadas, visando uma intercomparação entre os transientes numéricos do modelo estocástico e os transientes experimentais obtidos para as amostras padrão (apresentados graficamente no item 5.1.4)

O número relativamente pequeno de simulações não permite estabelecer um intervalo de confiança realmente significativo. Porém, assumiu-se uma FDP Gaussiana para o comportamento dos transientes numéricos (por decorrência do Teorema Central do Limite e do Princípio da Máxima Entropia). Desta forma, uma estimativa da média dos transientes numéricos e dos valores dos parâmetros de saída, desvios padrão e incertezas associadas a um determinado intervalo de confiança puderam ser expressos segundo uma distribuição t de Student (Apêndice D).

5.3.2 Amostragem Numérica das FDPs associadas às Grandezas de Entrada

A tarefa de gerar um vetor contendo uma seqüência aleatória para cada parâmetro do modelo segundo seu valor médio, desvio padrão e FDP associada, foi realizada a partir da aplicação de métodos de amostragem numérica baseados em seqüências numéricas pseudo-aleatórias. A amostragem numérica das FDPs associadas às grandezas de entrada é o procedimento inicial a ser realizado em implementações do MMC.

Neste trabalho, a geração de números pseudo-aleatórios²⁹ foi realizada a partir de uma semente (seed) escolhida de maneira aleatória, sendo reavaliada pelo algoritmo de geração dos números pseudo-aleatórios para cada nova seqüência de amostragem. Assim, foi possível obter seqüências pseudo-aleatórias diferentes e não correlacionadas com características estatísticas padronizadas em função de cada FDP das grandezas de entrada.

As seqüências pseudo-aleatórias apresentaram características de fenômenos puramente estocásticos, sendo sua função de autocorrelação nula para qualquer atraso diferente de zero. Já suas propriedades estatísticas (ou seja, distribuição em amplitude) foram obtidas através de métodos matemáticos utilizando distribuições Uniformes para gerar FDPs Gaussianas e Triangulares.

As técnicas utilizadas neste trabalho para geração de funções de densidade de probabilidade Uniformes, Normais (Gaussianas) ou Triangulares quaisquer são apresentadas no item 5.3.2.1. Tais técnicas foram implementadas como uma sub-rotina do programa desenvolvido em plataforma Compaq Visual Fortran para a modelagem estocástica apresentada neste Capítulo.

5.3.2.1 Geração de FDPs quaisquer a partir de Números Pseudo-Aleatórios

A estrutura para geração de FDPs quaisquer a partir de números pseudo-aleatórios se baseou na esperança matemática ou valor médio esperado para a grandeza. A esta estimativa se adicionou o desvio padrão associado à distribuição da grandeza analisada, sendo este multiplicado por uma FDP padrão de média zero e desvio padrão unitário:

$$FDP(x) = E(x) + \sigma(x) FDP(0, 1) \quad (5.10)$$

Com esta estrutura puderam ser implementadas FDPs Gaussianas, Uniformes ou Triangulares, usualmente associadas às grandezas de medição. Funções assimétricas

²⁹ O termo pseudo-aleatório se refere ao fato de ser computacionalmente inviável a geração de dados puramente aleatórios. Em outras palavras, valores pseudo-aleatórios se aproximam de valores aleatórios, porém são periódicos (portanto determinísticos), mas com período relativamente longo.

como distribuição Gama, Poisson, Exponencial, etc, podem utilizar uma estrutura semelhante de implementação (entretanto tais distribuições não serão tratadas neste trabalho).

A Equação (5.10) gera FDPs discretas representando uma amostra pseudo-aleatória da função de distribuição da grandeza analisada. As considerações práticas sobre a geração de FDPs padrão com distribuições Uniforme, Gaussiana e Triangular em ambiente computacional são descritas a seguir.

Distribuições Uniformes pseudo-aleatórias

As distribuições Uniformes (ou Retangulares) pseudo-aleatórias foram geradas pro meio da função RANDOM_NUMBER (Compaq Visual Fortran). Tal função utiliza um gerador congruencial linear multiplicativo M de módulo primário (“Prime Modulus M Multiplicative Linear Congruential Generator”), uma versão modificada do gerador de números aleatórios proposto por Park e Miller (1988).

Uma sub-rotina foi desenvolvida em plataforma Compaq Visual Fortran visando a geração de valores com distribuição Uniforme, distribuídos aleatoriamente entre 0 e 1, ($U_{0 \rightarrow 1}$). A distribuição padrão Uniforme (média 0 e desvio padrão 1) foi obtida a partir da seguinte transformação realizada pela sub-rotina:

$$U(0, 1) = \sqrt{3} \left\{ \left[2 (U_{0 \rightarrow 1}) \right] - 1 \right\} \quad (5.11)$$

Distribuições Gaussianas pseudo-aleatórias

Método de Box-Muller

Este método foi implementado visando obter um par de variáveis aleatórias Gaussianas (distribuição normal), G_1 e G_2 , a partir de um par de variáveis aleatórias distribuídas uniformemente (distribuição retangular) entre 0 e 1, U_1 e U_2 . As transformações de Box-Muller são dadas por:

$$G_1 = \sqrt{-2\log U_1} \cos 2\pi U_2 \quad (5.12)$$

$$G_2 = \sqrt{-2\log U_1} \sin 2\pi U_2 \quad (5.13)$$

onde G_1 e G_2 são variáveis aleatórias Gaussianas, independentes, de média nula e variância unitária. A aplicação da transformação de Box-Muller não se mostrou eficiente do ponto de vista computacional devido à necessidade do cálculo das funções trigonométricas seno e cosseno.

Método de Marsaglia e Brax

Este método foi adotado por propor uma substituição das variáveis, U_1 e U_2 , tomadas em um quadrado unitário (distribuição Retangular entre 0 e 1).

Foram consideradas as variáveis, V_1 e V_2 , como ordenada e abscissa de um ponto aleatório tomado dentro do círculo unitário trigonométrico, podendo ser expressas por:

$$V_1 = 2U_1 - 1 \quad \text{e} \quad V_2 = 2U_2 - 1 \quad \Leftrightarrow \quad H^2 = V_1^2 + V_2^2 \leq 1 \quad (5.14)$$

Neste caso a soma dos seus quadrados, $H^2 = V_1^2 + V_2^2$, apresenta variação uniforme, podendo ser usada no lugar de U_1 na transformação original de Box-Muller, enquanto o ângulo definido por (V_1, V_2) pode ser usado como o ângulo aleatório $2\pi U_2$. A partir da aplicação de relações trigonométricas, tem-se que o seno e cosseno da equação original de Box-Miller podem ser dados respectivamente por $V_1/\sqrt{H^2}$ e $V_2/\sqrt{H^2}$, logo:

$$G_1 = \sqrt{\frac{-2\log(H^2)}{H^2}} V_1 = \sqrt{\frac{-2\log(V_1^2 + V_2^2)}{V_1^2 + V_2^2}} V_1 \quad (5.15)$$

e

$$G_2 = \sqrt{\frac{-2\log(H^2)}{H^2}} V_2 = \sqrt{\frac{-2\log(V_1^2 + V_2^2)}{V_1^2 + V_2^2}} V_2 \quad (5.16)$$

As variáveis acima foram então utilizadas para gerar a distribuição Gaussiana padrão $FDP_{\text{normal}}(0, 1)$ ou $N(0, 1)$ com média = 0 e variância = 1 a ser aplicada na Equação (5.10).

Distribuições Triangulares pseudo-aleatórias

O método proposto e implementado neste trabalho considerou as distribuições U_1 e U_2 tomadas dentro de um quadrado unitário (distribuição uniforme entre 0 e 1).

Realizou-se uma substituição de variáveis onde V_1 e V_2 passaram a ser ordenada e abscissa de um ponto aleatório tomado dentro de um retângulo de base 2 e altura 1 com vértices A (-1, 0), B(1, 0), C(1, 1) e D(-1, 1), logo:

$$V_1 = U_1 \quad \text{e} \quad V_2 = 2U_2 - 1 \quad (5.17)$$

As variáveis acima representam uma função de distribuição de probabilidade Triangular desde que para cada par de valores aleatórios gerados, U_1 e U_2 , seja satisfeito o seguinte critério:

$$V_1 \geq |V_2| \quad (5.18)$$

onde o valor gerado para a ordenada deve ser sempre maior ou igual ao módulo do valor gerado para a abscissa. Não satisfeita esta hipótese, um novo par de valores aleatórios é gerado pelo algoritmo.

Como resultado, FDPs Triangular com limites -1 e 1 ($T_{-1 \rightarrow 1}$) foram geradas. Distribuições padrão Triangulares (média 0 e desvio padrão 1), foram obtidas por:

$$T(0, 1) = \sqrt{6} (T_{-1 \rightarrow 1}) \quad (5.19)$$

5.3.3 Estrutura do Modelo Estocástico

A estruturação estocástica do modelo consistiu em implementar numericamente o MMC para propagação das distribuições de probabilidade utilizando a estrutura dos modelos determinísticos apresentados nos itens 5.1 e 5.2.

Assim, os valores médios esperados e incertezas associadas aos múltiplos parâmetros de saída (k , c_p , ρ e α ,) foram obtidos como resultados finais da propagação das fontes de incertezas do aparato experimental do LMPT - CDTN (caracterizadas como grandezas de entrada no Capítulo 4 e sumarizadas no Apêndice A) através da estrutura estocástica do modelo.

O modelo estocástico foi implementado em linguagem Fortran utilizando um programa principal que implementa o MMC e a solução do problema inverso (FLASH.for) e sub-rotinas auxiliares para solução numérica do processo de difusão térmica (CONDUCT.for), avaliação e inserção das grandezas de entrada, condições iniciais e de contorno (ADAPT.for), reavaliação dos valores de busca das grandezas (ARRANJO.for) e geração de amostragens aleatórias com distribuições Uniformes, Gaussianas ou Triangulares (NORMAL.for), como mostrado esquematicamente na Figura 5.5.

Do ponto de vista dos tópicos já apresentados neste trabalho, as sub-rotinas da Figura 5.5 implementam os seguintes itens deste trabalho:

(FLASH.for) ► item 5.3.

(CONDUCT.for) ► itens 5.1 e 5.2.

(ADAPT.for) ► itens 4.3, 4.4 e 4.5 do Capítulo 4.

(ARRANJO.for) ► item 5.1.2.

(NORMAL.for) ► item 5.3.2.

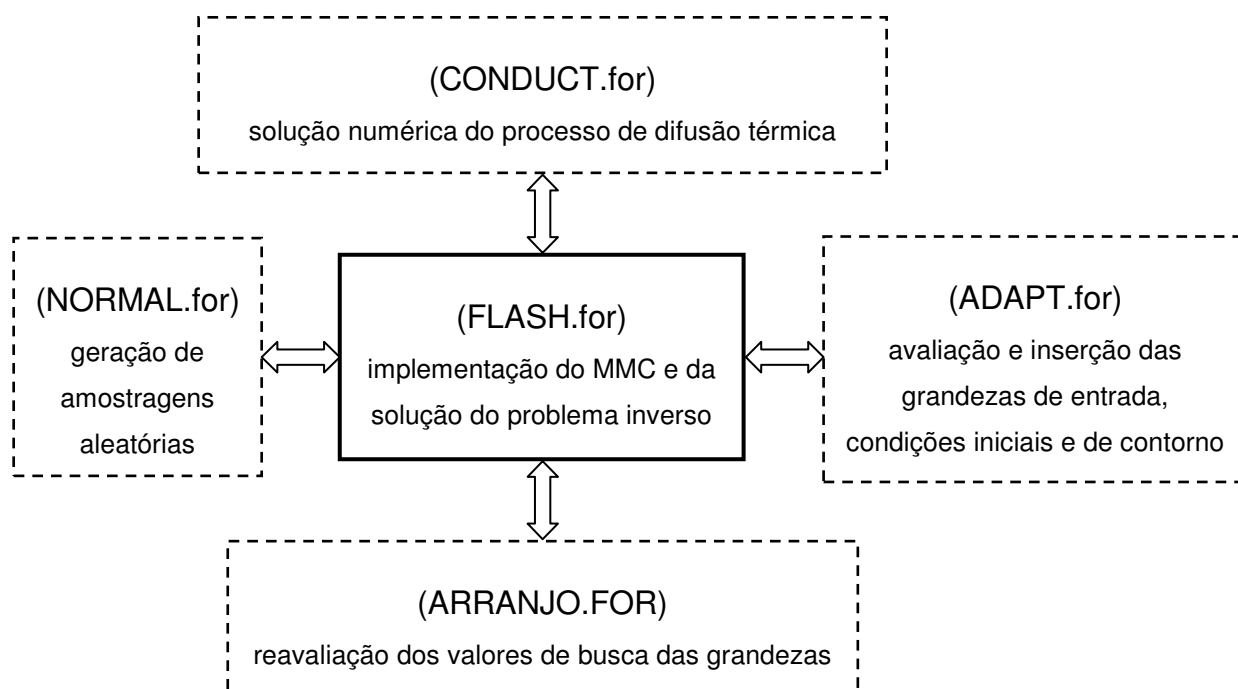


Figura 5.5 – Estrutura do modelo estocástico implementado em ambiente Compaq Visual Fortran: programa principal e sub-rotinas.

A estrutura detalhada do modelo estocástico de aplicação do Método de Monte Carlo para solução do Problema Inverso de Difusão Térmica é apresentada a seguir sob a forma de algoritmo. A Figura 5.6 apresenta o fluxograma do algoritmo desenvolvido e implementado computacionalmente em plataforma Visual Compaq Fortran.

(Inicialização do processo de simulação)

- 1 - Obter um conjunto (amostra) de transientes térmicos reais (transientes obtidos de medições pelo método Flash Laser sob condições de repetitividade);
- 2 - Definir e avaliar as N grandezas de entrada do modelo, estimando seus valores médios, incerteza padrão associada e tipo de FDP (Capítulo 4);
- 3 - Definir o número M de Simulações de Monte Carlo a serem realizadas (item 5.3.1);
- 4 - Definir a faixa de busca dos valores das R grandezas de saída, garantido a consistência física da solução do Problema Inverso de Difusão Térmica;

(Início do Loop1: Método de Monte Carlo)

5 - Gerar um vetor contendo um grupo de N valores aleatórios a partir da amostragem de cada um dos N parâmetros de entrada do modelo segundo seus valores médios, desvios padrão e FDP associadas (de acordo com o passo 2 e seguindo o item 5.3.2);³⁰

(Início do Loop2: Problema Inverso de Difusão Térmica)

6 - Tomar 4 valores dentro da faixa de busca para os parâmetros de saída (valores máximo, mínimo e dois pontos intermediários, 38,197 e 61,803 %, de acordo com o Método da Seção Áurea);

7 - Com os valores gerados nos passos 5 e 6, obter soluções numéricas diretas para o processo de difusão térmica na amostra, modelando ainda o sistema de medição de temperatura (utilizando os modelos dos itens 5.1 e 5.2);

8 - Para cada instante de tempo (valores discretos), calcular o valor médio dos transientes experimentais (amostrados no passo 1) e do conjunto de transientes numéricos (gerados no passo 7). Comparar os transientes médios (desvio médio quadrático entre as curvas) e verificar o critério de convergência³¹, utilizando a Equação (5.8);

(Fim do Loop2)

9 - Armazenar os valores ótimos (soluções numéricas e grandezas de saída do modelo). O número de soluções ótimas é igual ao número M de simulação de Monte Carlo a serem realizadas? Não: realizar uma nova iteração do Loop de Monte Carlo (ir para o passo 5). Sim: ir para o passo 10;

(Fim do Loop1)

³⁰ O passo 5 é repetido M vezes, de forma que para cada nova iteração do Loop de Monte Carlo, novos valores aleatórios para os N parâmetros de entrada são fornecidos.

³¹ Havendo convergência: obteve-se uma solução numérica ótima ou solução para o Problema Inverso de Difusão Térmica. Realizar o passo 9. Não havendo convergência: redefinir a faixa de busca das grandezas de saída (eliminando o valor extremo da faixa mais próximo do valor com maior desvio médio quadrático e redefinindo os 4 novos valores para a nova faixa) e retornar ao passo 6 em busca de novas soluções numéricas que possam atender o critério de convergência adotado.

- 10 - Estimar M valores para as R grandezas de saída como resposta do modelo quando excitado por cada um dos M valores aleatórios das N grandezas de entrada;
- 11 - Montar uma Matriz de Parâmetros Ótimos, MPO, agrupando os M vetores de entrada e suas respectivas grandezas de saída (respostas do modelo), para cada uma das simulações (iterações) do Método de Monte Carlo³², segundo a Equação (3.7);
- 12 - Estimar os valores médios das grandezas de saída e entrada do modelo;
- 13 - Montar uma Matriz de Parâmetros Ótimos Corrigida, MPO*, onde os M valores individuais de cada grandeza contidos na MPO são subtraídos por sua respectiva média (calculada no passo anterior). Assim, a MPO* representa os desvios dos valores utilizados ou obtidos em cada simulação ótima em relação aos valores médios de cada grandeza;
- 14 - Obter a Matriz de Covariância, MCOV³³, ou Matriz de Incerteza associada às estimativas das grandezas de saída (e também de entrada) através da Equação (3.8);
- 15 - Estimar o valor das grandezas de saída e incertezas padrão associada, segundo o item 5.3.5 (tomados como media aritmética, passo 12, e desvio padrão calculados a partir da matriz de covariância, passo 14);
- 16 - Ordenar de forma crescente e classificar os valores das grandezas de saída, obtendo uma representação discreta das FDPs, segundo o item 5.3.4;
- 17 - Estimar, para um intervalo de confiança de 95%, o valor médio e incerteza associada às grandezas de saída (mensurandos) a partir das FDPs discretas obtidas, segundo o item 5.3.6.

³² A dimensão da MPO é definida pelo número M de simulações do Método de Monte Carlo e pelo número de parâmetros envolvidos na modelagem.

³³ Esta matriz de incerteza contém geralmente uma estimativa mais real das informações que poderiam ser obtidas através de uma análise linear como baseada na lei de propagação de incertezas (nesta metodologia de análise consideram-se todos os termos da Série de Taylor na propagação das incertezas, e não somente os de primeira ordem como apresentado na metodologia para avaliação de incertezas do GUM). Na diagonal da matriz de covariância estão os valores de variância dos parâmetros modelados (grandezas de saída e de entrada).

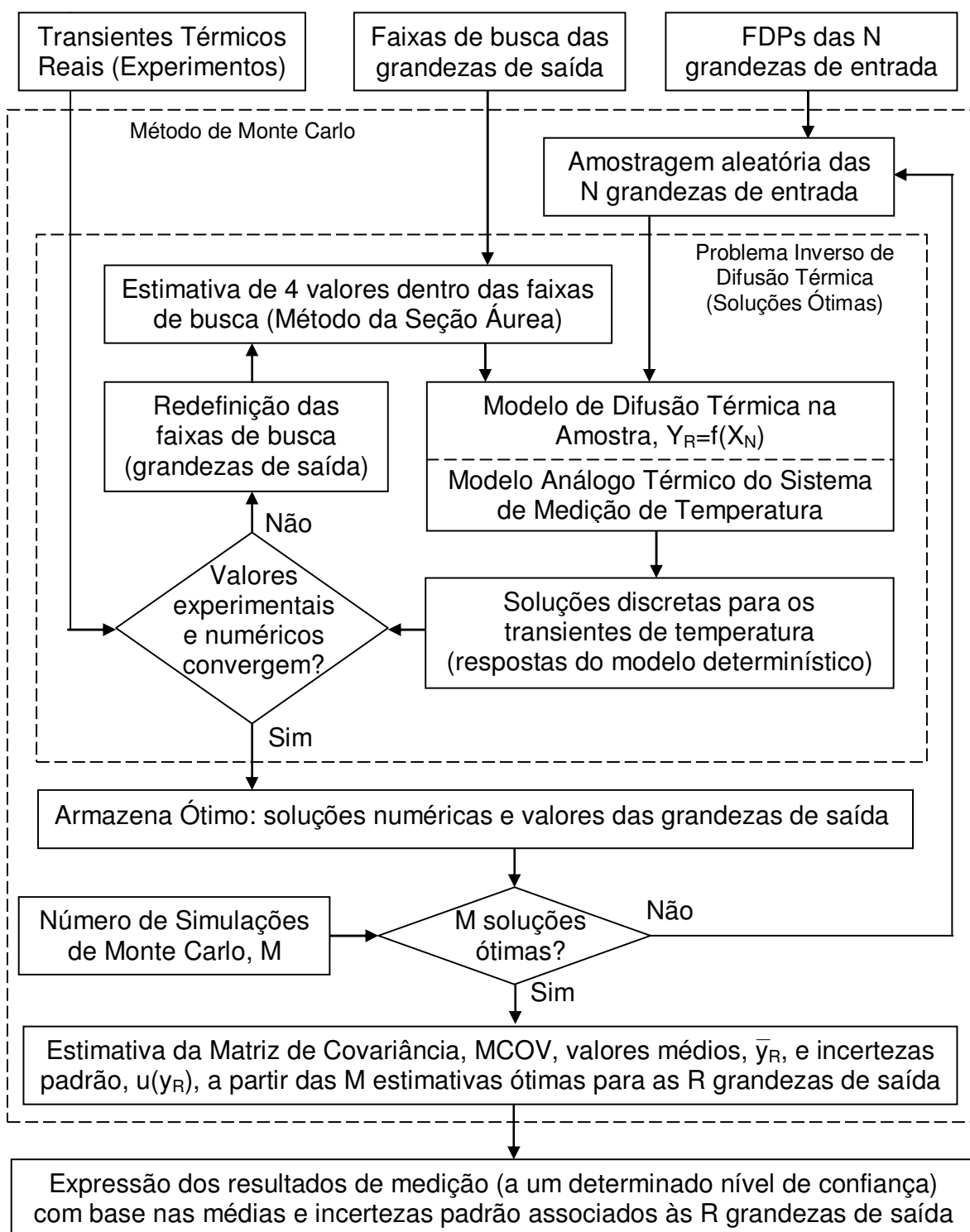


Figura 5.6 – Fluxograma de aplicação do MMC para solução do Problema Inverso.

5.3.4 Representação Discreta das FDPs associadas às saídas do Modelo

A representação discreta das FDPs associadas às R grandezas de saída do modelo foi obtida classificando os M resultados das simulações de Monte Carlo em ordem crescente, fornecendo representações discretas das FDPs associadas às R grandezas de saída (conforme Figura 5.7).

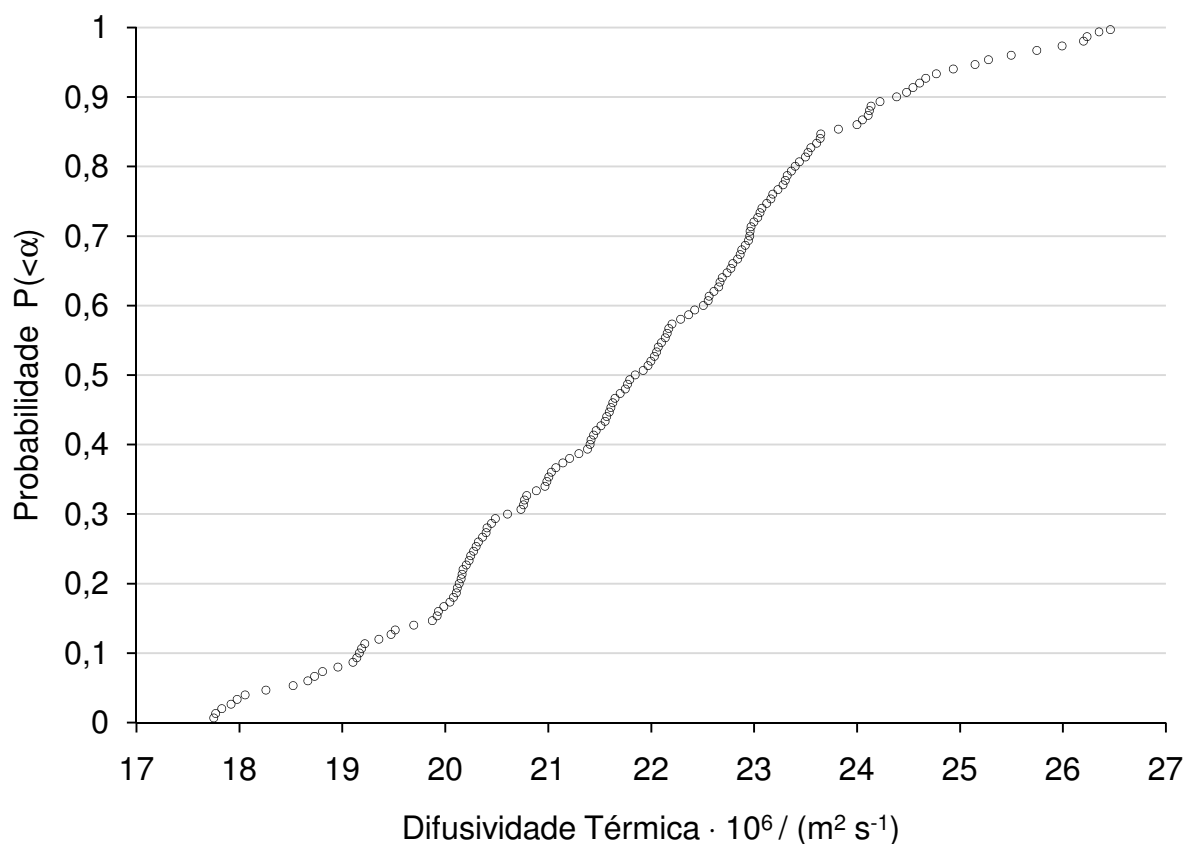


Figura 5.7 – Representação discreta da FDP associada à difusividade térmica avaliada para a amostra padrão de Ferro Puro BSC (considerando $M = 150$).

Tais representações discretas foram usadas como base para o cálculo do intervalo de confiança estimado para as grandezas de saída, sendo que uma distribuição contínua aproximada de tais FDPs pôde ser obtida usando:

$$\text{FDP}(\eta) = \frac{m-1/2}{M} + \frac{\eta - y(m)}{M[y(m+1) - y(m)]} \quad (5.20)$$

onde $m = 1, \dots, M - 1$ representa cada simulação de Monte Carlo e $y(m) \leq \eta \leq y(m+1)$. A FDP discreta é então transformada em contínua através da união linearizada de cada um dos seus M pontos.

A Figura 5.8 apresenta o histograma dos 150 valores estimados para difusividade térmica apresentados na Figura 5.7.

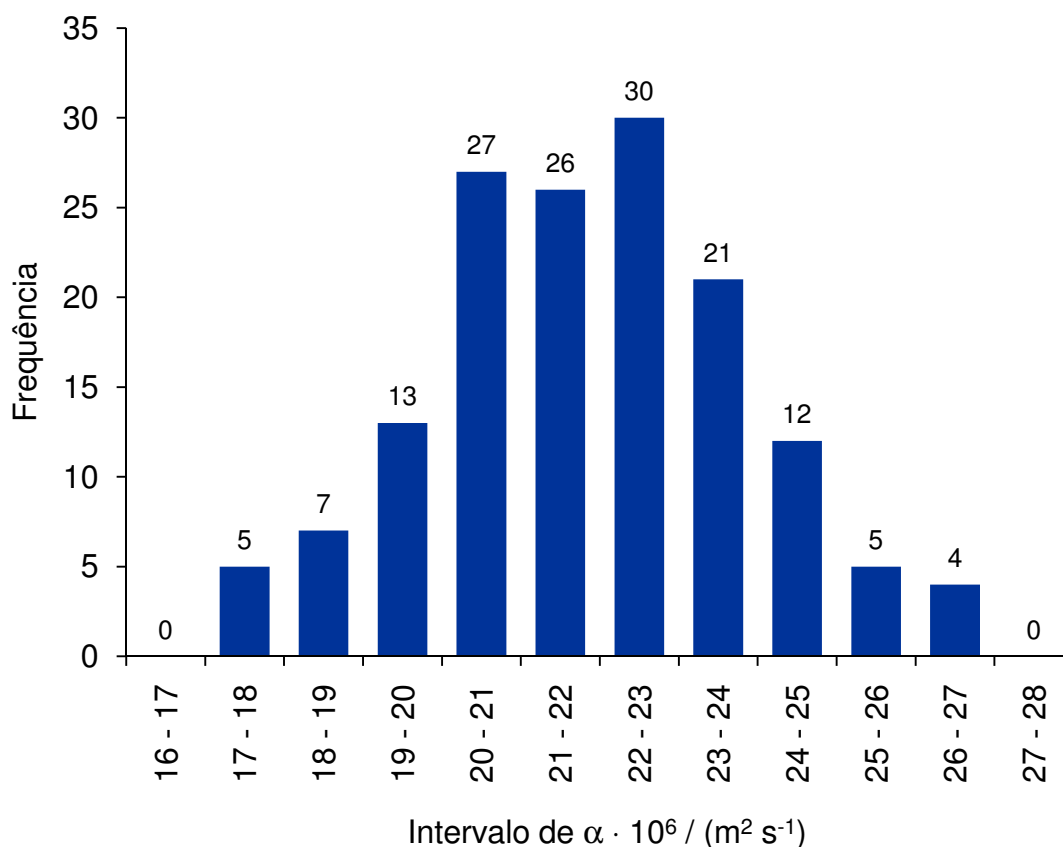


Figura 5.8 – Histograma dos valores estimados para difusividade térmica da amostra padrão de Ferro Puro BSC.

5.3.5 Estimativa das grandezas de saída e suas incertezas padrão

O valor esperado ou esperança matemática (μ_y) associado a cada uma das R grandezas de saída (y_R) e a variância (σ_y^2) são estimados, a partir dos M valores gerados pelas simulações de Monte Carlo, pelas equações a seguir:

$$\bar{y}_R = \frac{1}{M} \sum_{m=1}^M y_R(m) \quad (5.21)$$

$$s^2(y_R) = \frac{1}{M-1} \sum_{m=1}^M [y_R(m) - \bar{y}_R]^2 \quad (5.22)$$

A raiz quadrada positiva da estimativa da variância é denominada desvio padrão experimental. A matriz da Equação (3.8) forneceu os valores da estimativa da variância (na diagonal) e ainda as covariâncias entre os parâmetros modelados.

A incerteza padrão associada às saídas, $u(y_R)$ é definida pela estimativa do desvio padrão da média (ou raiz da variância da média) que, com base no Teorema do Limite Central, é dado por:

$$u(y_R) = s(\bar{y}_R) = \sqrt{\frac{1}{M(M-1)} \sum_{m=1}^M [y_R(m) - \bar{y}_R]^2} \quad (5.23)$$

As estimativas acima são válidas quando se considera que as grandezas de saída possuem distribuições Gaussianas de probabilidade (característica que pode ser freqüentemente atribuída a tais distribuições por decorrência do Teorema Central do Limite e do Princípio da Máxima Entropia). Sendo M um número finito, os resultados finais de incertezas padrão (68,27 %) ou expandida (p %) devem ser expressos segundo uma distribuição t-Student e considerando o número de graus de liberdade $\nu = M$ utilizando a seguinte transformação:

$$U_{p\%}(y_R) = t_{p\%}(\nu) s(\bar{y}_R) \quad (5.24)$$

Sendo $t_{p\%}$ o coeficiente de Student para um determinado $p\%$ intervalo de abrangência da distribuição, como apresentado na Tabela G.2 do ISO/BIPM-GUM (1995).

5.3.6 Intervalo de Confiança das grandezas de saída

Os limites do intervalo de confiança foram obtidos a partir das FDPs(η) associadas às grandezas de saída. Considerou-se ζ qualquer valor numérico entre zero e $1 - p$, onde p é a probabilidade desejada. A escolha de $\zeta = (1 - p) / 2$ fornece um intervalo de confiança igual a $100 p \%$ definido pelos limites $(1 + p) / 2$ e $(1 - p) / 2$, superiores e inferiores respectivamente.

Tomando $q = p M$, se $p M$ for um número inteiro ou então q como sendo a parte inteira de $p M + 1/2$ e então os limites superiores e inferiores para um intervalo de confiança $100 p \%$ são dados por $[y(m), y(m+q)]$ para qualquer $m = 1, \dots, M - q$. O intervalo de confiança para uma probabilidade simétrica $100 \cdot p \%$ é dado tomando $m = (M - q)/2$, quando m é um número inteiro, ou a parte inteira de $(M - q + 1)/2$.

Foram consideradas simétricas as FDPs associadas às saídas. Logo, o intervalo de confiança foi determinado pelo produto da incerteza padrão, $u(y_R)$, e do fator de abrangência apropriado à FDP considerada (idealmente Gaussianas, mas sendo finitos os graus de liberdade associados a $u(y_R)$, distribuição t de Student).

5.3.7 Validação

O processo de validação consistiu em duas fases:

1ª Fase: Obtenção dos valores médios e incertezas padrão (podendo incluir variâncias, covariâncias e FDPs) para todos os R parâmetros de saída do modelo estocástico de aplicação do Método de Monte Carlo para solução de um Problema Inverso de Difusão Térmica (conforme fluxograma detalhado na Figura 5.6). Esta fase realiza o ajuste fino dos parâmetros do modelo ao aparato experimental, utilizando materiais de referência ou padrões (Tabela 5.2), propagando as incertezas associadas aos parâmetros de entrada (avaliados no Capítulo 4) e obtendo como resultado os valores médios e incertezas padrão associados aos parâmetros de saída (propriedades termofísicas).

Nesta fase da validação foram avaliados 15 valores para cada parâmetro de saída do Modelo Estocástico, considerando as três amostras padrão. Os resultados de tal avaliação são apresentados nas Tabelas do Apêndice D (Tabela D.1, Tabela D.2 e Tabela D.3). Os elevados valores de incerteza expandida apresentados nas Tabelas deste Apêndice se devem à propagação das incertezas também elevadas associadas aos parâmetros de entrada da modelagem. Entretanto pode-se observar uma eficaz convergência dos valores médios aos valores médios apresentados nos certificados das amostras padrão.

2ª Fase: Considerando todos os parâmetros modelados como parâmetros de entrada (incluindo as propriedades termofísicas, até então consideradas como parâmetros de saída), gerar valores aleatórios segundo as FDPs identificadas para os parâmetros e obter como saída soluções numéricas diretas para os transientes térmicos utilizando apenas a estrutura determinística dos modelos dos itens 5.1 e 5.2 (obter um número de transientes numéricos Z maior ou igual a M). Desta forma, uma segunda aplicação do MMC é realizada com objetivo de validar numérica e graficamente os valores fornecidos na 1ª Fase. Como ferramenta de validação utilizou-se a comparação gráfica entre as Figuras apresentadas no item 5.1.4 e os transientes numéricos gerados nesta 2ª Fase.

Como parte da 2ª Fase da validação do Modelo Estocástico, foram obtidos 15 transientes numéricos a partir de amostragens aleatórias baseadas nos valores de incerteza padrão apresentados na Tabela A.5 (parâmetros da bancada), Tabela D.1 (Inconel 600), Tabela D.2 (Ferro Puro BSC) e Tabela D.3 (Pyroceram 9606). As Figuras do Apêndice D apresentam tais transientes numéricos para cada amostra padrão e os respectivos limites superiores e inferiores associados às avaliações da modelagem. Fica clara a convergência entre os transientes numéricos do modelo estocástico e os transientes experimentais medidos no LMPT – CDTN para cada amostra padrão.

5.3.8 Aplicação do modelo a amostras desconhecidas

Os resultados do modelo estocástico ajustado às amostras padrão foram utilizados para definir os valores de incerteza associada às propriedades termofísicas de materiais

utilizando o aparato experimental do LMPT – CDTN. A fase de aplicação da modelagem a amostras desconhecidas não requer uma estruturação estocástica, tendo sido esta necessária apenas para avaliação das incertezas associadas às propriedades termofísicas. Desta forma, foram aplicados os modelos determinísticos apresentados nos itens 5.1 e 5.2 às medições dos transientes térmicos obtidos de amostras desconhecidas no LMPT – CDTN.

Assim como na 2ª Fase do processo de validação descrito no item 5.3.7, todos os parâmetros do modelo são considerados como parâmetros de entrada (incluindo as propriedades termofísicas desconhecidas). De acordo com a faixa de busca de tais parâmetros (definidas pelos seus valores médios e incertezas), são obtidas soluções ótimas através da comparação dos transientes térmicos numéricos (simulações) e experimentais (medições). A convergência da modelagem torna-se inevitável e sua não ocorrência indica necessidade de reavaliação do processo e valores de validação do modelo estocástico proposto.

Amostras dos seguintes materiais desconhecidos foram analisadas:

- Aço (composição exata desconhecida, origem ArcelorMittal Inox Brasil);
- Resina Epoxi utilizada como matriz de Compósitos de Nanotubos de Carbono (projeto em desenvolvimento no CDTN para produção de Nanocompósitos para uso aeroespacial pela AEB – Agência Espacial Brasileira);
- Dióxido de Urânio, UO_2 , (projeto de desenvolvimento no CDTN para estudo de parâmetros de combustíveis nucleares);
- Dentina Humana (resultados anteriores apresentados por Magalhães, Ferreira, Grossi e Andrade, 2008 e 2006).

Os valores médios e faixas esperadas para as propriedades termofísicas de tais materiais estão apresentados nas Tabelas do Apêndice E. Os resultados gráficos e valores de convergência são apresentados em seguida no mesmo Apêndice incluindo uma avaliação das incertezas expandidas associadas.

6 CONCLUSÕES

A Modelagem Estocástica desenvolvida no Capítulo 5 apresentou-se como uma metodologia eficaz de abordagem dos dois quesitos de maior relevância abordados neste trabalho:

- i) Propagação de distribuições de probabilidade associadas a parâmetros de entrada através de modelos estocásticos, dinâmicos com saída multivariável.
- ii) Avaliação das incertezas associadas às propriedades termofísicas determinadas no Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas - LMPT do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN.

O primeiro quesito abordado coincide com as atividades em desenvolvimento pelo Comitê Conjunto para Guias em Metrologia, JCGM (Joint Committee for Guides in Metrology): Suplemento 2 do Guia para Expressão de Incerteza de Medição: Modelos com qualquer número de grandezas de saída. Assim, os resultados obtidos mostraram sua relevância e ineditismo para a solução de problemas na fronteira do conhecimento.

Os Modelos Determinísticos dos itens 5.1 e 5.2, utilizados como base do Modelo Estocástico (item 5.3), mostraram-se eficientes para a avaliação do processo de difusão térmica aplicado ao Método Flash Laser (sob condições experimentais reais) e incorporação da dinâmica do sistema de medição de temperatura.

A robustez do modelo, com relação à consistência física das propriedades termofísicas (saídas), pôde ser comprovada para a amostra padrão de Pyroceram 9606 (Apêndice C), para a qual o modelo não obteve convergência ao utilizar os valores das propriedades termofísicas apresentadas pelo fabricante (Tabela 5.2). A convergência foi obtida utilizando faixas de valores apresentados na literatura para tal material de referência para propriedades térmicas (Hay et al., 2007; Kim e Kim, 2007; Gaal, Thermitus e Stroe, 2004; Salmon, Tye, Lockmuller e Zhang, 2008).

Os Modelos desenvolvidos neste trabalho foram validados por meio de medição das propriedades de amostras padrão, demonstrando uma excelente convergência entre as avaliações dos transientes de temperatura experimentais (medidos no LMPT - CDTN) e os transientes numéricos. Os resultados da validação são apresentados nos Apêndices C e D. O Apêndice E mostrou a aplicabilidade dos modelos na estimativa de propriedades termofísicas de materiais desconhecidos (Aço, origem ArcelorMittal Inox Brasil e Dentina Humana) e em fase de desenvolvimento no CDTN (Compósitos de Resina Epoxi e Nanotubos de Carbono e Dióxido de Urânio, UO_2).

A avaliação das Tabelas do Apêndice B mostrou que a influência dos componentes de incerteza é distribuída de maneira não homogênea entre as propriedades termofísicas, em função do material analisado. Desta forma ficou evidenciado o comportamento não linear do modelo apresentado no item 5.1.

Os valores de incerteza padrão associados às propriedades termofísicas (Tabelas D.1, D.2 e D.3) estimados pelo Modelo Estocástico variaram entre 1,37 % e 3,37 % e mostraram-se representativos do comportamento aleatório das grandezas envolvidas no processo de difusão térmica analisado. Tais valores foram obtidos da propagação das incertezas associadas às grandezas de entrada (avaliadas no Capítulo 4, sumarizadas no Apêndice A e resumidas na Tabela A.5), mostrando-se consistentes à realidade do processo de difusão térmica analisado, conforme análise das Figuras D.2, D.4 e D.6.

Os Modelos Determinísticos e Estocásticos se apresentaram como uma reavaliação atual do Método Flash Laser proposto por Parker (1961) e da padronização estabelecida pela norma ASTM-E-1461-07. Esta nova metodologia de abordagem de um processo já bem conhecido trouxe significativos avanços no tocante à estimativa simultânea de k , c_p e α , implementação efetiva de métodos para correção simultânea dos problemas experimentais observados para o Método Flash Laser e, finalmente, avaliação das incertezas associadas às propriedades termofísicas estimadas pelo método.

7 TRABALHOS FUTUROS

Os valores de incertezas associadas aos parâmetros de saída se devem à propagação das incertezas associadas às entradas, as quais são relativamente elevadas. Assim, para trabalhos futuros visando a minimização de tais valores, recomenda-se:

- Melhoria da fonte de excitação térmica (Laser CO₂) responsável por valores elevados de incerteza padrão combinada nos valores de potência emitida e duração do pulso. Sistemas mais modernos permitem a obtenção de feixes bem mais estáveis, com menor duração e maiores níveis de potência;
- Melhoria do sistema de medição de temperatura, responsável por elevados valores de incertezas dinâmicas e inércia térmica;
- Reavaliação da estrutura de interface dos três módulos da Figura 4.1, permitindo uma melhor avaliação do fator de redução de energia e coeficiente global de trocas térmicas;
- Utilização de um número maior de amostras padrão, fazendo com que a Modelagem Estocástica seja validada para um maior número de faixas de valores, os quais devem ser próximos das propriedades termofísicas a serem medidas. Isto leva à redução das incertezas associadas a diversos parâmetros de entrada, tratando de maneira mais efetiva efeitos não lineares associados ao comportamento do sistema.

A avaliação da robustez dos modelos a diferentes tamanhos de faixas de busca para a solução inversa ótima foi realizada. Observou-se que, devido ao comportamento físico similar da maioria dos parâmetros, faixas de busca muito amplas podem levar a falsos ótimos (perda de consistência física). Sugere-se utilizar um número maior de amostras padrão, validando a Modelagem Estocástica para um maior número de faixas de valores, garantindo assim a consistência física dos resultados apresentados.

Ainda como recomendações deste trabalho e sugestões para trabalhos futuros se ressaltam:

- Aplicação da metodologia apresentada neste trabalho para avaliação de incertezas em modelos com número arbitrário de grandezas de saída (metodologia ainda em fase de desenvolvimento pelo JCGM que será apresentada no Suplemento 2 do GUM);
- Incorporação de Modelos Determinísticos e Estocásticos aplicados ao Método Flash Laser na próxima revisão da norma ASTM-E-1461-07 de padronização do método para medição de difusividade térmica em sólidos. Isto irá permitir que a norma englobe a avaliação de condutividade térmica e calor específico, implementação eficiente e simultânea de correções para todos os problemas experimentais associados à implementação do Método Flash Laser e, finalmente, avaliação das incertezas associadas aos valores estimados para tais propriedades.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIRRE, L. A. **Introdução à Identificação de Sistemas, técnicas lineares e não-lineares aplicadas a sistemas reais**, Editora UFMG, 2. ed., 2004.

AKOSHIMA, M.; BABA, T. Thermal diffusivity measurements of candidate reference materials by the laser flash method. In: 15th Symposium on thermophysical properties (Boulder, CO, USA, June 22-27, 2003), **Int. J. Thermophys.**, 26, p. 151-163, 2005.

AKOSHIMA, M.; BABA, T. Study on a thermal diffusivity standard for the laser flash method measurements. **Int. J. Thermophys.**, 27, p. 1189-1203, 2006.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM-E-1461-07**: standard test method for thermal diffusivity of solids by the flash method. In: _____. Annual book of ASTM standards. Philadelphia: ASTM. v. 14.02, p. 750-757, 1992 (reapproved 2007).

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM-C-714-05**: standard test method for thermal diffusivity of carbon and graphite by a thermal pulse method. 1985 (reapproved 2005).

ANDRE, S.; DEGIOVANNI, A. A new way of solving transient radiative-conductive heat transfer problems. **Journal of heat transfer**, vol. 120, n.4, pp. 943-955 (30 ref.), 1998.

ÅNGSTRÖM, M. A., **Ann. Phys.** (Leipzig) 114, 513, 1861.

ÅNGSTRÖM, M. A., **Philos. Mag.** 25, 130, 1863.

AZUMI, T; TAKAHASHI, Y. Novel finite pulse-width correction in flash thermal diffusivity measurement. **Rev. Sci. Instrum.** 52(9), p. 1411-1413, 1981.

BABA, T.; ONO, A. Improvement of the laser flash method to reduce uncertainty in thermal diffusivity measurements, **Meas. Sci. Technol.** 12, p.2046-2057, 2001.

BARBOSA, W. M., **Estudo de um problema inverso de estimação de parâmetros – identificação da difusividade térmica através do método flash**. 2000. 68 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Escola de Engenharia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, p. 107, 2000.

BATSALE.J.C.; DEGIOVANNI, A., In: Recontre Societé Française Thermiciens, 88 (Limoges : Societé Française Thermiciens). **Proceedings...** p.CPM – 14 – 1, 1988.

BECK, J. V. Discussion to the inverse problem in transient heat conduction. **J. Appl. Mech.** v.87, p. 472-473,1965.

BECK, J. V. Surface heat flux determination using an integral method. **Nucl. Eng. Design.** v. 1, p. 170-178, 1968.

BECK, J. V. Nonlinear estimation applied to the nonlinear inverse heat conduction problem. **Int. J. Heat Mass Transfer** v. 13, p. 703-716, 1970.

BECK, J. V.; WOLF, H. The nonlinear inverse heat conduction problems. **ASME Paper** n. 65-HT 40, 1965.

BRAZ, D. C.; FONTELES, C. A. L.; BRANDIM, A. S. Calibração de vidrarias volumétricas com suas respectivas incertezas expandidas calculadas. In: II Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica, Anais. João Pessoa, PB: **CONNEPI** 2007.

BRITISH STANDARDS INSTITUTION. **BS7134**: section 4.2; method of determination of thermal diffusivity by the laser flash (or heat pulse) method. 1990.

BURGGRAF, O. R. An exact solution of the inverse problem in heat conduction theory and applications, **J. Heat Transfer**, v.86 C, p. 373-382, 1964.

CAPE, J. A.; LEHMAN, G. W. Temperature and finite pulse-time effects in the flash method for measuring thermal diffusivity. **J. Appl. Phys** v. 34, n.7, 1963.

CARSLAW, H. S.; JAEGER, J. C. **Conduction of heat in solids**. 2nd. ed. New York: Oxford University Press, 101 p. 1959.

CERNUSCHI, F.; BISON, P. G.; MARINETTI, S.; FIGARI, A.; LORENZONI, L.; GRINZATO, E. Comparison of thermal diffusivity measurement technique, **In: Proceedings of Quantitative InfraRed Thermography 6**, Dubrovnik, Croatia, September 24–27, 2002 (submetido a publicação).

CERNUSCHI, F.; BISON, P. G.; FIGARI, A.; MARINETTI, S.; GRINZATO, E. Thermal diffusivity measurements by photothermal and thermographic techniques. **Int. J. of Thermophysics**. v. 25, n. 2, p. 439-457, 2004.

CERNUSCHI, F.; LORENZONI, L.; BIANCHI, P.; FIGARI, A. The effects of sample surface treatments on laser flash thermal diffusivity measurements. **Infrared Physics & Technology**, 43, p. 133-138, 2002.

Churchill, S.W.; Chu H.H.S, Correlating Equations for Laminar and Turbulent Free Convection from a Vertical Plate. **Int. J. Heat Mass Transfer**, 18, 1323, 1975.

CHRZANOWSKI, K., **Non-contact thermometry measurement errors**. Warsaw, Poland, SPIE-PL, v. 7, RTD, 140 p, 2001.

CHU, E.L.; TAYLOR, R. E.; DONALDSON.A.B. **Appl. Phys.**, v. 51, p 336 – 341, 1980.

CIMERMAN, F.; BLAGOJEVIC, B.; BAJŠIĆ, I. Identification of the properties of temperature-sensors in natural and petroleum gas, **Sensors and Actuators**, A 96, p. 1 -13, 2002.

CLARK, L. M.; TAYLOR, R. E. Radiation loss in the flash method for thermal diffusivity. **J. Appl. Phys.** v. 46, n.2, p. 714-719, 1975.

COWAN, R. D. Pulse method of measuring thermal diffusivity at high temperatures. **J. Appl. Phys.**, v. 34, n.4, pt.1, p. 926-927, 1963.

COX, M. G.; HARRIS, P. M. **Software Support for Metrology** – Best Practice Guide no. 6 – Uncertainty Evaluation. Technical Report, National Physical Laboratory, UK, 2006.

COX, M. G.; DAINTON, M. P.; HARRIS, P. M. **Software Specifications for Uncertainty Calculation and Associated Statistical Analysis**. Disponível em: http://www.npl.co.uk/ssfm/download/documents/cmsc10_01.pdf, Acesso em: 03 out. 2007, UK, 2002.

DAVIES, J. M. Input power determined from temperatures in a simulated skin protected against thermal radiation. **J. Heat Transfer**, v. 88 C, p. 154-160, 1966.

DEEM, H.W.; WOOD, W. D. Flash thermal-diffusivity measurements using a laser. **Rev. Sci. Instrum.**, v.33, p.1107-1109, 1962.

DEGIOVANNI, A. **Int. J.Heat Mass Transfer**, v.31, p. 553 – 557, 1988.

DEGUELDRE, C., *et al.* Energy transfer and thermal conductivity through inert matrix and nuclear fuel analogous materials. In:_____ **Energy transfer and thermal conductivity through inert matrix and nuclear fuel analogous materials**. Ibaraki-Ken: JAERI, p.1-19. (JAERI-Resarch 97-087), 1997.

DÉNOS, R.; SIEVERDING, C. H. Assessment of the cold-wire resistance thermometer for high-speed turbomachinery applications, **J. Turbomach**, 119, p. 140-148, 1997.

DIETRICH, C. F., **Uncertainty, calibration and probability**, 2nd ed., Adam-Hilger (Bristol), 1991.

DONALDSON, A. B., **J. Appl. Phys.** v.43, p 4226 – 4228, 1972.

DURANSTANTI, J.F.; MARTIN, B.; KNEIP,C.; JEANMAIRE, A. Heat – Transfer by Conduction and radiation in semitransparent materials, **J.Ther. Analy**, v. 5, p. 1057 – 1065, 1995.

EOI: Material Emissivity Properties. Disponível em: <http://snap.fnal.gov/crshield/crs-mech/emissivity-eoi.html>. Acesso em: 29 de abril de 2008.

FEIT, E.; SHAW, H. Advances in thermal properties testing at oak ridge national laboratories. **Ceramic Bulletin**, v. 70, n. 1, p.125-28, 1991.

FERREIRA, R. A. N. **Relatório de missão do engenheiro Ricardo Alberto Neto Ferreira na Alemanha**. Belo Horizonte : CDTN, 1980. 123 p.(CDTN/DEST. PD- 02/80)

FERREIRA, R. A. N.; MIRANDA, O.; DUTRA NETO, A.; GROSSI, P. A., MARTINS, G. A. S.; REIS, S. C.; ALENCAR, D. A.; SOARES FILHO, J. G.; LOPES, C. C.; PINHO, M. G., Implantação no CDTN de Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas de Combustíveis Nucleares e Materiais através do Método Flash Laser. In: **INAC 2002 INTERNATIONAL NUCLEAR ATLANTIC CONFERENCE**, Rio de Janeiro. **Anais...**Rio de Janeiro: ABEN, 2002.

FRANK, I. An application of least squares method to the solution of the inverse problem of heat conduction, **J. Heat Transfer**, v.85 C, p.378-379, 1963.

GAAL, P. S.; THERMITUS, M. A.; STROE, D. E. Thermal conductivity measurements using the flash method, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 78, p. 185–189, 2004.

GAVER, D. P. Observing stochastic processes, and approximate transform inversion, **Oper. Res.**, 14(3), p. 444-459, 1966.

Gembarovic, J.; Gembarovic Jr. J. Nonlinear Effects in Laser Flash Thermal Diffusivity Measurements. **Inter. J. of Thermophysics**. v. 25, n. 4, p. 1253-1260, 2004.

GINNINGS, D. C. **Thermoelectricity**. New York : J. Wiley, 1960.

GRANET, I. **Termodinâmica e Energia Térmica**. 4. ed. Rio de Janeiro: Prentice Hall do Brasil, 1995. 354p.

GROSSI, P. A.; CAMARANO, D. M.; FERREIRA, R. A. N.; ANDRADE, R. M. Validation of mathematical model for thermal diffusivity measurements based on the laser flash method In: **18TH EUROPEAN CONFERENCE ON THERMOPHYSICAL PROPERTIES**, ECTP 2008.

GROSSI, P. A., CAMARANO, D. M.; FERREIRA, A. N., ANDRADE, R. M. Metodologia para a estimativa da incerteza de medição da difusividade térmica pelo método do flash de laser. In: **CONGRESSO IBERO-AMERICANO DE ENGENHARIA MECÂNICA**, 2007. Anais. Cusco: 8 CIBIM, 2007.

GROSSI, P. A., FERREIRA, R. A. N., ANDRADE, R. M. Estimativa Da Incerteza Na Medição Dinâmica De Temperatura Através Da Resposta Dinâmica A Sinais De Teste. In: **CONGRESSO IBERO-AMERICANO DE ENGENHARIA MECÂNICA**, 2005. Anais. Cidade do México: 7 CIBIM 2005a.

GROSSI, P. A., FERREIRA, R. A. N., ANDRADE, R. M. Uncertainty Estimate of the Temperature Dynamic Measurement by System Identification. In: **18th INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING** 2005. Anais. Ouro Preto: COBEM 2005b.

GROSSI, P. A., ANDRADE, R. M., FERREIRA, R. A. N.; Modelagem Físico-Matemática do Processo de Difusão Térmica aplicada ao Método Flash Laser, In: **CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA**, 3, 2004, Pará. Anais... Belém: CONEM, 2004.

GROSSI, P. A., FERREIRA, R. A. N., ANDRADE, R. M.; Review of the flash laser method. In: **BRAZILIAN CONGRESS OF THERMAL ENGINEERING AND SCIENCES**, 10, 2004. Anais...Rio de Janeiro: ENCIT, 2004.

GROSSI, P. A. **Modelagem físico-matemática de sistemas de determinação de propriedades termofísicas com aplicação ao método flash laser**. 2003. 107 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2003.

GROSSI, P. A., ANDRADE, R. M., FERREIRA, R. A. N., ZIVIANI, M. Solução da equação de difusão térmica, utilizando a técnica de volumes finitos, para otimização do método flash laser, In: **CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA**, 2, 2002, Paraíba. **Anais...** João Pessoa, 2002.

GROSSI, P. A., FERREIRA, R. A. N., ANDRADE, R. M. Bancada experimental para medição de propriedades termofísicas de sólidos pela técnica flash laser. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA MECÂNICA**, 16, 2001. **Anais...**Uberlândia, 2001.

GROSSI, P. A.; ANDRADE, R. M.; FERREIRA, R. A. N.; ZIVIANI, M. Determinação experimental de propriedades térmicas de materiais metálicos pelo método flash, In: **CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS**, 56, 2001. **Anais...** Belo Horizonte: ABM, 2001.

GUSTAFSSON, S. E. Transient Hot Strip techniques for measuring thermal conductivity and thermal diffusivity, **The Rigaku Journal**, v. 4, n.1 / 2, p.16-28, 1987.

HAHN, O.; RAETHER, F.; ARDUINI-SCHUSTER, M. C.; FRICKE, J. Transient coupled conductive/radiative heat transfer in absorbing, emitting and scattering media: application to laser-flash measurements on ceramic materials, **Int. J. Heat Mass Transfer**, v. 40, n. 3, p. 689-698, 1997.

HAY, B.; FILTZ, J. R.; HAMEURY, J.; RONGIONE, L. Uncertainty of thermal diffusivity measurements by laser flash method. **International Journal of Thermophysics**, v. 26, n. 6, 2005.

HAY, B.; RONGIONE, L.; FILTZ, J. R.; HAMEURY, J. **High Temperatures-High Pressures**, v. 37, pp. 13–20 (2007).

HECKMAN, R. C. Finite pulse-time and heat-loss effects in pulse thermal diffusivity measurements. **J. Appl. Phys.** v. 44, n. 4, p.1455-1460, 1973.

HOLMAN, J.P. **Experimental methods for engineers**. 6. ed. New York: McGraw-Hill, 616 p., 1994.

HOLOMETRIX: **Report on the Thermal Diffusivity, Specific Heat, and Thermal Conductivity of Aluminum Oxide and Pyroceram 9606**. Disponível em: http://mykonos.umd.edu/general/Facilities/laser_flash/Results.pdf. Acessado em 07 de agosto de 2008.

INCROPERA, F. P.; WITT, D. P. **Fundamentos de transferência de calor e massa** . 3. ed. Rio de Janeiro: LTC, 494p., 1992.

ISO/BIPM - GUM - GUIDE TO THE EXPRESSION OF UNCERTAINTY IN MEASUREMENT –, **International Organization for Standardization**, Geneva, Switzerland, 1995.

ISMAIL, K. A. R.; GONÇALVES, M. M.; BEVENUTO, F. J. **Instrumentação Básica para Engenharia**. 1. ed. Campinas: editora do autor, 369 p., 2000.

JACOVELLI, P. B.; ZINKE, O. H. Transient determinations of thermal diffusivities and dissipations of metal foils. **J. Appl. Phys.** v. 37, n. 11, p. 4117-4120, 1966.

JAPANESE STANDARDS ASSOCIATION. **JIS R 1611**: testing methods of thermal diffusivity, specific capacity and thermal conductivity for high performance ceramics by laser flash method. 1991.

JCGM. **Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” — Propagation of distributions using a Monte Carlo method**. Joint Committee for Guides in Metrology (BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, and OIML), Bureau International des Poids et Mesures, JCGM 101, p. 66, 2007.

JOO, Y.; PARK, H.; CHAE, H.; LEE, J.; BAIK, Y. Measurements of thermal diffusivity for thin slabs by a converging thermal wave technique. Disponível em: <http://www.symp14.nist.gov/PDF/THI01JOO.PDF> Acesso em: 21 jan. 2003, In____:SYMPOSIUM ON THERMOPHYSICAL PROPERTIES, 14, 2000, Boulder, **Proceedings...** Boulder, 19p., 2000.

KIM, K. J.; KIM, S. J. Improvement of specific heat measurement by the flash method, **Thermochimica Acta**, v. 455, p. 30–33, 2007.

KIM, S. J. An inverse filtering technique for the recursive digital filter model, **Department of Information & Communication Engineering**, Tongmyong University Technology, Busan, Korea, 608-711, ISIE, Pusan, p. 193-1940, 2001.

KOŠTIAL, P.; KOPAL, I.; HUTYRA, J.; NEMČEKOVÁ, K.; MOKRYŠOVÁ, M.; KLABNÍK, M.; ŽIAČIK, P., Quick, fully automatic flash test of thermal properties of rubber blends, **4th Youth Symposium on Experimental Solid Mechanics**, 2005.

KUBIČÁR, L.; BOHÁČ, V. **Development of Methods for Measuring Thermophysical Parameters of Materials**. Bratislava: Slovak University of Technology, 1999. (SEFI WGP Seminar EAPE 99)

LECHNER, T.; HAHNE, E. Finite pulse time effects in flash diffusivity measurements. **Thermochimica Acta**, 218, p. 341-350, 1993.

LEE, T. Y. R.; TAYLOR, R. E. Thermal diffusivity of dispersed materials, **Transactions of the ASME**, v. 100, p. 720 – 724, 1978.

LUENBERGER, D. G., **Linear and nonlinear programming**. 2d ed. 491 p. New.York: Addison-Wesley, 1984.

MAEDA, Y.; SAGARA, H.; TYE, R.P.; MASUDA, M.; OHTA, WASEDA, Y. A high-temperature system based on the Laser Flash Method to Measure the thermal Diffusivity of Melts, **Int. J. Thermophys.**, v. 1 p. 253 – 261, 1996.

MAGALHÃES, M. F.; FERREIRA, R. A. N.; GROSSI, P. A.; ANDRADE, R. M. Measurement of human dentin thermophysical properties: effect of open porosity. **Journal of Dentistry**. v.36, p. 588 - 594, 2008.

MAGALHÃES, M. F.; FERREIRA, R. A. N.; GROSSI, P. A.; ANDRADE, R. M. Human dentin thermal difusivity measurement by the flash laser method. In: **Brazilian Congress of Thermal Engineering and Sciences – ENCIT**, 2006.

MAIER, G. **Dichte und Porositätsmessung nach der Penetrations-Immersions Methode: Überprüfung und Möglichkeiten zur Verbesserung.** Erlangen: Kraftwerk Union, (Arbeits-Bericht), 22 p., 1978.

MAIER, G. **Round Robin - Dichtmeb - Programm - Abschließende Ergebnisse.** Erlangen: Kraftwerk Union, (Ergebnis-Bericht), 13p., 1976.

MAILLET, D.; ANDRÉ, S.; BATSALE, J. C.; DEGIOVANNI, A.; MOYNE, C. **Thermal Quadrupoles: Solving the Heat Equations through Integral Transforms.** 370 p. London, John Wiley & Sons, LTD, 2000.

MAILLET, D.; MOYNE, C.; REMY, B. Effect of a thin layer on the measurement of the thermal diffusivity of a material by a flash method. **Int. J. Heat Mass Transfer**, v. 43, p. 4057-4060, 2000.

MALISKA, C. R., **Transferência de calor e mecânica dos fluidos computacional.** 424p. Rio de Janeiro : Livros Técnicos e Científicos, 1995.

MEHLING, H.; HAUTZINGER, G.; NILSSON, O.; FRICKE, J.; HOFMANN, R. Thermal diffusivity of semitransparent materials determined by the laser flash method applying a new analytical model, **J. Thermophys.**, p. 941 – 949, 1998.

MICHALSKI, L.; ECKERSDORF, K.; MCGHEE, J. **Temperature measurement.** New York: J. Willey, p 152-349, 1991.

MIKRON: **Table Of Emissivity Of Various Surfaces For Infrared Thermometry.** Disponível em: <<http://www.transmetra.ch/pdf/publikationen/emissivity.pdf>>. Acesso em: 17 de jan. 2003.

MINATO, K.; AKANO, M.; FUKUDA, K.; SATO, S.; OHASHI, H. Thermal expansion and thermal conductivity of cesium molybdate. **J. Alloys and Compounds**, v. 255, p.18-23, 1997.

MITUTOYO: **Micrômetros Externos Mecânicos – Especificações Técnicas.**

Disponível em: <http://www.mitutoyo.com.br/produtos/instrumentos/index.html>. Acesso em: 28 de abril de 2008.

MOKSIN, M. M.; GROZESCU, I. V.; WAHAB, Z. A.; YUNUS, W. M. M. Thermal diffusivity measurement of black and metallic graphite paint coatings, **Meas. Sci. Technol.** 10, 7–10, 1999.

MOSER, J.B.; KRUGER, O. L. Heat pulse measurements on uranium compounds. **J. of Nuclear Materials**, v.17, p.153-158, 1965.

MOSER, J.B.; KRUGER, O. L. Thermal conductivity and heat capacity of the monocarbide, monophosphide, and monosulfide of uranium, **J. Applied Physics**, v. 38, n. 8, p. 3215-3222, 1967.

MOSER, J.B.; KRUGER, O. L. Thermal conductivity and heat capacity of the monophosphide and monosulfide of plutonium. **J. Amer. Ceram Soc.** v. 51, n. 7, p. 369-372, 1968.

MURABAYASHI, M.; NAMBA, S.; TAKAHASHI, Y; MUKAIBO, T. Thermal conductivity of ThO₂-UO₂ system. **J. Nucl. Sci. Technol.** v. 6, n.3, p. 22-25, 1969.

OGATA, K.; SEVERO, B. Engenharia de controle moderno. In:_____. **Modelagem matemática de sistemas dinâmicos**. 3. ed. Rio de Janeiro: Prentice-Hall, Cap. 2 a 4, p. 10-174, 1998.

ÖZİŞİK, M. N. **Heat conduction**. 2nd ed. Raleigh: Wiley-Interscience, p. 571-616, 1993.

PANIAGUA, G.; DÉNOS, R. Digital compensation of pressure sensors in the time domain. **Experiments in Fluids**, v 32, p 417-424, 2002.

PARKER, W. J.; JENKINS, R. J. Thermal conductivity measurements on bismuth telluride in the presence of a 2 Mev Electron Beam. **Advanced Energy Conversion**, v..2, p. 87-103, 1962.

PARKER, W. J.; JENKINS, R. J.; BUTLER, C. P.; ABBOTT, G. L. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity. **J. Appl. Phys.**, v..32, n. 9, p. 1679 - 84, 1961.

PARK; MILLER. Random Number Generators: Good Ones Are Hard to Find. **CACM** October, v. 31, n. 10, 1988.

PATANKAR, S. V., **Numerical heat transfer and fluid flow**. 354 p. New York: Hemisphere, 1980.

PATANKAR, S. V., **Computation of conduction and duct flow heat transfer**. 354p. Innovative Research Inc. Maple Grove, MN, 1991.

PENNIMAN, F. G. **Sol. Energy**, 9, 113, 1965.

PRESS, W. H.; FLANNERY, B. P.; TEUKOLSKY, S. A.; VETTERLING, W. T., **Numerical Recipes in C**, Cambridge University Press 1988.

RAGHU, O.; PHILIP, J. Thermal properties of paint coatings on different backings using a scanning photo acoustic technique. **Meas. Sci. Technol.**, 17, p 2945–2949, 2006.

RAINIERI, S.; PAGLIARINI, G. Data processing technique applied to the calibration of a high performance FPA infrared camera. **Infrared Physics & Technol.**, 43, p 345–351, 2002.

RAYTEK: **Teoria IR**. Disponível em: < http://www.raytek.com.br/tools/free_form_content/view.html?phase=show&id=1029508876&tool_id=38&cat_id=5.7>. Acesso em: 08 de julho de 2004.

REMY, B.; DEGIOVANNI, A. Parameters estimation and measurement of thermophysical properties of liquids. **Int. J. Heat Mass Transfer**, 48, p. 4103-4120, 2005.

SALMON, D. R.; TYE, R. P.; LOCKMULLER, N.; ZHANG, B: **The NPL Measurements Contribution to the Certification of Pyroceram 9606 as a Reference Material for**

Thermal Properties. Disponível em: < <http://64.233.169.104/search?q=cache:KHkD8tEjze4J:symp15.nist.gov/pdf/p413.pdf+The+NPL+Measurements+Contribution+to+the+Certification&hl=pt-BR&ct=clnk&cd=1&gl=br> >. Acesso em: 18 de junho de 2008.

SHIBATA, H.; OKUBO, K.; OHTA, H.; WASEDA, Y. A novel laser flash method for measuring thermal diffusivity of molten metals. **Journal of Non-Crystalline Solids**, 312-313 p. 172 – 176, 2002.

SIDLES, P. H. E DANIELSON, G. C. **J. appl. Phys.**, 38, 58. 1954.

SILVA, Z.E. Transferts Couplés Conduction/Rayonnement Application de la Méthode flash aux Milieux Semitransparents – Tese de Doutorado – INSA de Lion, 1997.

SPARROW, E. M.; HAJI-SHEIKH, A.; LUNDGREN, T. S. The Inverse problem in transiente heat conduction . **J. Appl. Mech** .v. 86 E, p. 369-375. 1964.

SRINIVASAN, N. S.; XIÃO, XG.; SEETHARAMAM, S. Radiation effects in High-Temperature Thermal-Diffusion measurements using the laser-flash Method, **J. Appl. Phys.**, v. 5, p. 2325 – 2331, 1994.

STARR, C. **Rev. scient. Instrum.**, 8, 64-1. 1937

STEHFEST, H., Algorithm 368. Numerical inversion of Laplace transforms, Commun. ACM, 13, 47-49, 1970a.

STEHFEST, H., Remarks on algorithm 368. Numerical inversion of Laplace transforms, Commun. ACM, 13, 624, 1970b.

STOECKER, W. F. **Design of thermal systems**. 3rd ed. 563 p. New York: McGraw-Hill. 1989.

STOLZ, G. JR. Numerical solutions to an inverse problem of heat conduction for simple shapes . **J. Heat Transfer**, v. 82.C, p. 20-26, 1960.

TAKAHASHI, Y. Heat capacity measurements of nuclear materials by laser flash method. **J. Nucl. Mater.** v. 51, p.17-23, 1974.

TAKAHASHI, Y.; MURABAYASHI, M. Measurement of thermal properties of nuclear materials by laser flash method. **Nucl. Sci. Technol.** v. 12, n. 3, p. 133-144, 1975.

TAKAHASHI, Y.; WESTRUM, E. F.; JR. Glassy carbon, low-temperature thermodynamic properties. **J. Chem. Thermodynamics.** v. 2, p. 847-54, 1970.

TAYLOR, R. E. **Heat pulse thermal diffusivity measurements.** 60p School of Mechanical Engineering, Purdue University, West Lafayette, Indiana - PRL 154 [s. n.], 1978.

TAYLOR, R. E.; CAPE, J. A. Finite pulse-time effects in the flash diffusivity technique. **J. Appl. Phys. Lett.** v. 5, n. 10, p. 212-213, 1964.

THERMITUS, M.; LAURENT, M., New logarithmic technique in the flash method. **Int. J. Heat Mass Transfer**, v. 40, n.17, p. 4183-4190, 1997.

TISCHLER, M.; KOHANOFF, J. J.; ROGUNGNI, G. A.; ONDRACEK, G. **Appl. Phys.** v. 63, p.1259 – 1264, 1988.

TOLEDO: **Explorer Pro – Precisão, Especificações Técnicas.** Disponível em: <http://www.toledobrasil.com.br/produtos/explorer/espec.php>. Acesso em: 28 de abril de 2008.

TYE, R. P. **Thermal conductivity.** London : Academic Press, v. 2, p.185 – 239, 1969.

VIM - **International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms**, 3rd edition, JCGM 200:2008. Disponível em: < <http://www.bipm.org/en/publications/guides/vim.html> >. Acesso em: 16 de julho de 2008.

VISAN, T.; SPOREA, D.; DUMITRU, G. Computing method for evaluating the absorption coefficient of infrared optical elements. **Infrared Physics & Technology**, 39, p. 335 – 346, 1998.

WANG, H.; HE, G. H.; ZHOU, BL.; CHEN, X.; LIU, W.M. Non contact flash method for measuring, thermal-expansion of foil specimens. **Rev. Sci. Instrum.**, v.12, p. 3617 - 3619, 1993.

WATT, D. A. Theory of thermal diffusivity by pulse technique. **Brit. J. Appl. Phys.** v..17, p. 231-39, 1966.

APÊNDICE A

Detalhamento das Incertezas associadas às grandezas de influência no LMPT - CDTN

Tabela A.1 – Sumário das componentes primárias e secundárias da incerteza padrão associada à Massa Específica.

Planilha dos componentes da Incerteza Padrão associada à Massa Específica da amostra									
Símbolo	Fonte de Incerteza	Unidade	Tipo	FDP	Incerteza Padrão		Coef. Sens.	Contrib. (%)	Graus de Liberdade
					escalar ^{max}	(%)			
ρ_{liq}	massa específica do líquido	kg m ⁻³	A	Normal	0,0018	0,181	10	40,70	4,05E+08
V	volume de líquido	mm ⁻³	A	Normal	0,018	0,0018	0,1	12	4
m_{liq}	massa de líquido	g	A	Normal	0,0014	0,014	0,1	88	∞
m	massa da amostra no ar	g	A	Normal	0,0014	0,7000	10	31,21	$\approx \infty$
LB	linearidade da balança	g	B	Retangular	0,0012	0,5838	1	52	∞
RB	resolução da balança	g	B	Retangular	0,00058	0,2919	1	26	∞
RMM	repetitividade das medições de massa	g	A	Normal	0,00050	0,2528	1	22	$\approx \infty$
m_{ap}	massa da amostra no líquido	g	A	Normal	0,0014	0,7000	9	28,09	$\approx \infty$
LB	linearidade da balança	g	B	Retangular	0,0012	0,5838	1	52	∞
RB	resolução da balança	g	B	Retangular	0,00058	0,2919	1	26	∞
RMM	repetitividade das medições de massa	g	A	Normal	0,00050	0,2528	1	22	$\approx \infty$
Incerteza Combinada									
ρ	(massa específica da amostra)	kg m ⁻³	A	Normal	0,02	1,805	-	-	4,05E+12

Legenda: [] componentes incerteza primárias, [] componentes incerteza secundárias.

Tabela A.2 – Sumário das componentes primárias e secundárias da incerteza padrão associada à Espessura da amostra.

Planilha dos componentes da Incerteza Padrão associada à Espessura da amostra									
Símbolo	Fonte de Incerteza	Unidade	Tipo	FDP	Incerteza Padrão		Coef. Sens.	Contrib. (%)	Graus de Liberdade
					escalar ^{max}	(%)			
L₀	espessura inicial da amostra	mm	A	Normal	0,0014	0,29	1,028	44	240
CM	calibração do micrômetro	mm	B	Retangular	0,0012	0,23	1	49	∞
RM	resolução do micrômetro	mm	B	Retangular	0,00058	0,12	1	24	∞
RML	repetitividade das medições	mm	A	Normal	0,0020	0,13	1	27	9
CET	coef. de expansão térmica	K ⁻¹	B	Retangular	4,62E-06	13,20	400	55	∞
T	temperatura de ensaio	K	A	Normal	3,40	0,42	1,8E-05	2	3,26E+10
CS	calibração do sensor de temp.	K	B	Retangular	2,31	0,29	1	88	∞
RMS	repetitividade das medições	K	A	Normal	0,095	0,012	1	4	19999
RSMT	res. do sist. de med. de temp.	K	A	Retangular	0,141	0,028	1	9	∞
T_{amb}	temperatura ambiente	K	A	Normal	0,054	0,30	1,8E-05	0,028	2065
CS	calibração do sensor de temp.	K	B	Retangular	0,052	0,29	1	32	∞
RMS	repetitividade das medições	K	A	Normal	0,095	0,53	1	59	19999
RSMT	res. do sist. de med. de temp.	K	A	Retangular	0,014	0,079	1	9	∞

Incerteza Combinada

L	(espessura da amostra)	mm	A	Normal	0,0024	0,47	-	-	1551
----------	------------------------	----	---	--------	--------	------	---	---	------

Legenda: [] componentes incerteza primárias, [] componentes incerteza secundárias.

Tabela A.3 – Sumário das componentes da incerteza padrão associada à Potência emitida pelo Laser.

Planilha dos componentes da Incerteza Padrão associada à Potência emitida pelo Laser									
Símbolo	Fonte de Incerteza	Unidade	Tipo	FDP	Incerteza Padrão		Coef. Sens.	Contrib. (%)	Graus de Liberdade
					escalar ^{max}	(%)			
CMP	calibração do medidor de pot.	W	B	Retangular	0,52	1,73	1	22	∞
ELP	erro de linearidade com a pot.	-	B	Retangular	0,17	0,58	1	7	∞
ELE	erro de linearidade com a energia	-	B	Retangular	0,26	0,87	1	11	∞
AP	incerteza do amostrador de pot.	-	B	Retangular	0,017	0,06	1	1	∞
RP	observações repetidas da pot.	W	A	Normal	0,45	1,50	1	60	9
Incerteza Combinada									
P	(Potência emitida pelo Laser)	W	A	Normal	0,42	1,40	-	-	13

Tabela A.4 – Sumário das componentes da incerteza padrão associada à Transmissividade total dos meios.

Planilha dos componentes da Incerteza Padrão associada à Transmissividade total dos meios									
Símbolo	Fonte de Incerteza	Unidade	Tipo	FDP	Incerteza Padrão		Coef. Sens.	Contrib. (%)	Graus de Liberdade
					escalar ^{max}	(%)			
τ_{ar}	transmissividade do ar	-	B	Retangular	0,0012	0,12	1	33	∞
τ_w	trans. da janela de seleneto	-	B	Retangular	0,0012	0,12	1	33	∞
τ_{atm}	trans. da atmosfera do forno	-	B	Retangular	0,0012	0,12	1	33	∞
Incerteza Combinada									
τ_{meios}	(trans. total dos meios)	-	B	Retangular	0,0020	0,20	-	-	∞

Tabela A.5 – Sumário das grandezas de influência no Sistema de Medição do LMPT – CDTN, suas componentes de incerteza padrão combinada, incertezas expandidas a 95%, graus de liberdade efetivos e tipo de FDP.

Planilha de Incerteza das Grandezas de influência no Sistema de Medição do LMPT - CDTN							
Símbolo	Fonte de Incerteza	Unidade	Tipo	FDP	$u_c(x_i)$ (%)	$U_{95\%}(x_i)$ (%)	ν_{eff}
ρ	(massa específica da amostra)	kg mm^{-3}	A	Normal	1,81	3,54	4,05E+12
L	(espessura da amostra)	mm	A	Normal	0,47	0,93	1551
τ	(duração do pulso)	s	A	Normal	1,42	3,22	9
ϕ	(forma de pulso)	-	-	-	-	-	-
P	(Potência emitida pelo Laser)	W	A	Normal	1,40	3,03	13
α_{abs}	(absortividade da amostra)	-	B	Retangular	1,37	2,69	∞
τ_{meios}	(transmissividade total dos meios)	-	B	Retangular	0,20	0,39	∞
ϵ	(emissividade da amostra)	-	B	Retangular	1,37	2,69	∞
U	(coef. global de transf. de calor)	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	B	Normal	2,00	3,92	∞
FRE	(fator de redução da energia)	-	A	Normal	2,18	4,55	21
L^*	(análogo térmico: espessura)	m	B	Retangular	1,44	2,83	∞
ρ^*	(análogo térmico: massa específica)	kg m^{-3}	B	Retangular	1,44	2,83	∞
c_p^*	(análogo térmico: calor específico)	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	B	Retangular	1,44	2,83	∞
k^*	(análogo térmico: condutividade)	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	B	Retangular	1,44	2,83	∞
ϵ^*	(ruído de medição)	K ou °C	A	Normal	0,53	1,03	19999

APÊNDICE B

Coefficientes de Sensibilidade dos Parâmetros de Entrada associados às estimativas das Propriedades Termofísicas

Tabela B.1 – Influência das grandezas de entrada na estimativa da incerteza padrão combinada da difusividade térmica do material à temperatura de 20 °C.

Grandeza	Ferro Puro					Pyroceram 9606				
	$u_i(\alpha) \cdot 10^6$	Contribuição (%)	$\alpha \cdot 10^6$ / m ² s ⁻¹	$u_c(\alpha) \cdot 10^6$		$u_i(\alpha) \cdot 10^6$	Contribuição (%)	$\alpha \cdot 10^6$ / m ² s ⁻¹	$u_c(\alpha) \cdot 10^6$	
				/m ² s ⁻¹	(%)				/m ² s ⁻¹	(%)
τ	0,98	95,71	22,80	1,00	4,41	0,03	20,01	1,89	0,07	3,49
P	0,06	0,37				0,02	9,26			
U	0,05	0,24				0,02	6,04			
α_{abs}	0,19	3,56				0,01	3,24			
L	0,03	0,07				0,05	61,44			
ρ	0,02	0,06				0,00	0,01			

Tabela B.2 – Influência das grandezas de entrada na estimativa da incerteza padrão combinada da condutividade térmica do material à temperatura de 20 °C.

Grandeza	Ferro Puro					Pyroceram 9606				
	$u_i(k)$	Contribuição (%)	k / W m ⁻¹ K ⁻¹	$u_c(k)$		$u_i(k)$	Contribuição (%)	k / W m ⁻¹ K ⁻¹	$u_c(k)$	
				/ W m ⁻¹ K ⁻¹	(%)				/ W m ⁻¹ K ⁻¹	(%)
τ	8,16	69,48	80,20	9,79	12,21	0,33	46,29	3,98	0,49	12,36
P	4,46	20,75				0,31	40,42			
U	0,20	0,04				0,06	1,68			
α_{abs}	3,05	9,69				0,17	11,59			
L	0,13	0,02				0,01	0,02			
ρ	0,13	0,02				0,00	0,00			

Tabela B.3 – Influência das grandezas de entrada na estimativa da incerteza padrão combinada do calor específico do material à temperatura de 20 °C.

Grandeza	Ferro Puro					Pyroceram 9606				
	$u_i(c_p)$	Contribuição (%)	c_p / J kg ⁻¹ K ⁻¹	$u_c(c_p)$		$u_i(c_p)$	Contribuição (%)	c_p / J kg ⁻¹ K ⁻¹	$u_c(c_p)$	
				/ J kg ⁻¹ K ⁻¹	(%)				/ J kg ⁻¹ K ⁻¹	(%)
τ	25,86	40,05	447,00	40,86	9,14	55,45	40,96	1,89	86,63	10,72
P	25,78	39,80				54,85	40,08			
U	0,16	0,00				6,03	0,49			
α_{abs}	13,29	10,58				28,95	11,16			
L	0,21	0,00				23,41	7,30			
ρ	12,64	9,57				0,30	0,00			

APÊNDICE C

Resultados de Validação do Modelo Determinístico Acoplado (Itens 5.1 e 5.2) aplicado ao LMPT - CDTN

Para a amostra de Inconel 600 foram consideradas 15 medições, sendo os transientes obtidos apresentados na Figura C.1.

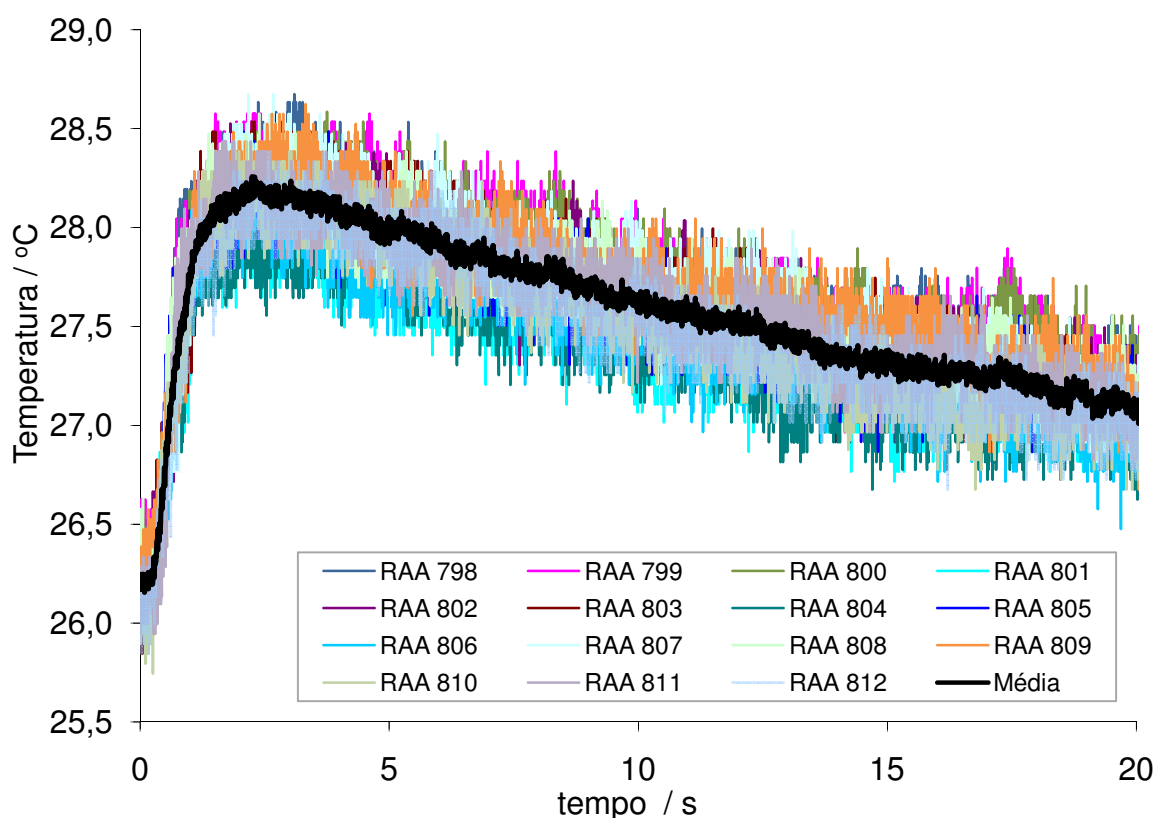


Figura C.1 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra padrão de Inconel 600 incluindo a média dos transientes.

A Figura C.2 apresenta os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes medidos. Tal avaliação utilizou o desvio padrão dos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 15 transientes experimentais) e considerou a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,13.

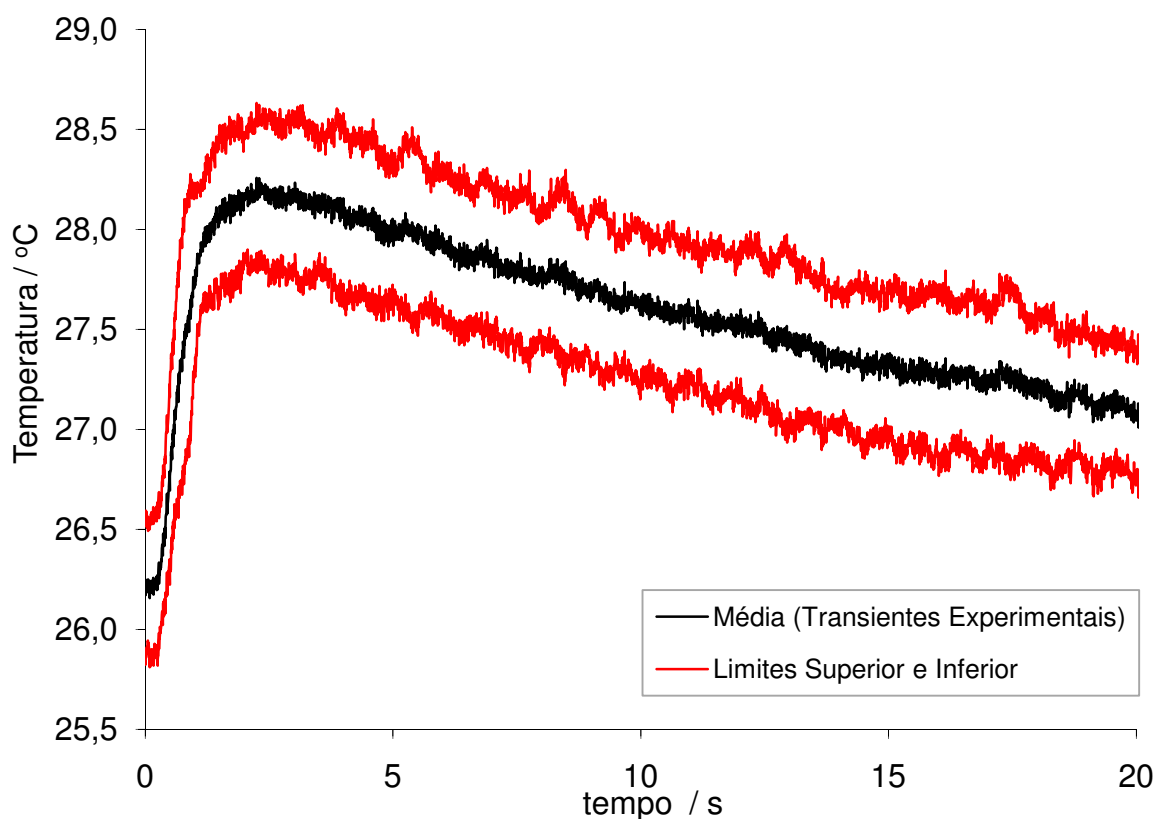


Figura C.2 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes medidos para amostra padrão de Inconel 600.

Visando a validação do modelo determinístico e seu ajuste aos parâmetros da bancada, utilizou-se a média dos transientes apresentada na Figura C.2 como transiente experimental de entrada para a solução do problema inverso (item 5.1.2).

A definição do critério de convergência da modelagem utilizou a Equação (5.8), sendo os resultados gráficos apresentados na Figura C.3.

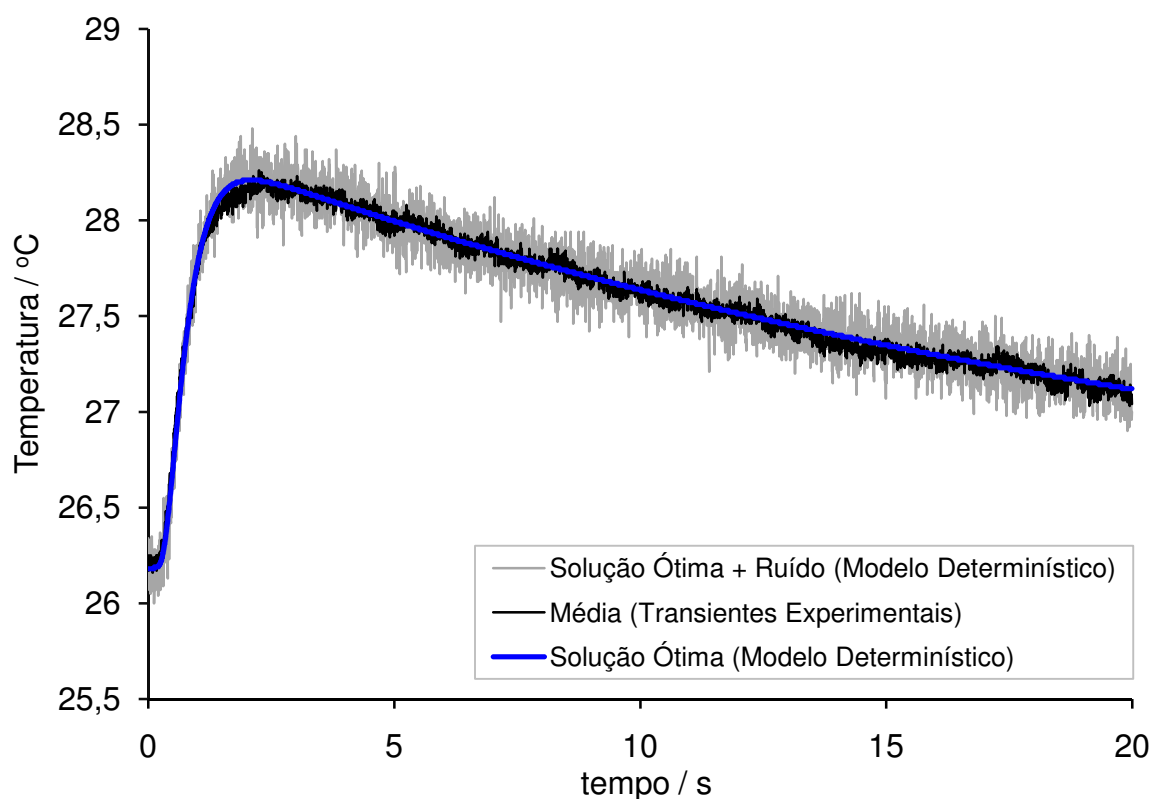


Figura C.3 - Resultados da convergência do modelo determinístico para amostra padrão de Inconel 600.

A Tabela C.1 apresenta uma planilha contendo os valores de convergência dos parâmetros do modelo ao se ajustar ao aparato experimental do LMPT – CDTN. Os valores ótimos encontrados estão dentro das faixas de incertezas estimadas para tais grandezas no Capítulo 4 para um intervalo de confiança de 95%.

Desta forma o modelo determinístico apresentado neste item pôde ser validado considerando a amostra padrão de Inconel 600.

Tabela C.1 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra padrão de Inconel 600.

Símbolo	Unidade	Valor após Convergência
α	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	$3,458 \times 10^{-6}$
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	12,805
c_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	444
ρ	kg m^{-3}	8340
L	mm	2,481
τ	s	0,1
ϕ	-	-
Ω	-	-
P	W	20,0
α_{abs}	-	0,84
τ_{meios}	-	1,00
ε	-	0,84
U	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	169,44
FRE	-	0,90
L^*	mm	0,850
ρ^*	kg m^{-3}	353,78
c_p^*	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	29,65
k^*	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,00809
ε^*	K ou °C	0,095

Para a amostra de Ferro Puro BSC foram consideradas 15 medições, sendo os transientes obtidos apresentados na Figura C.4.

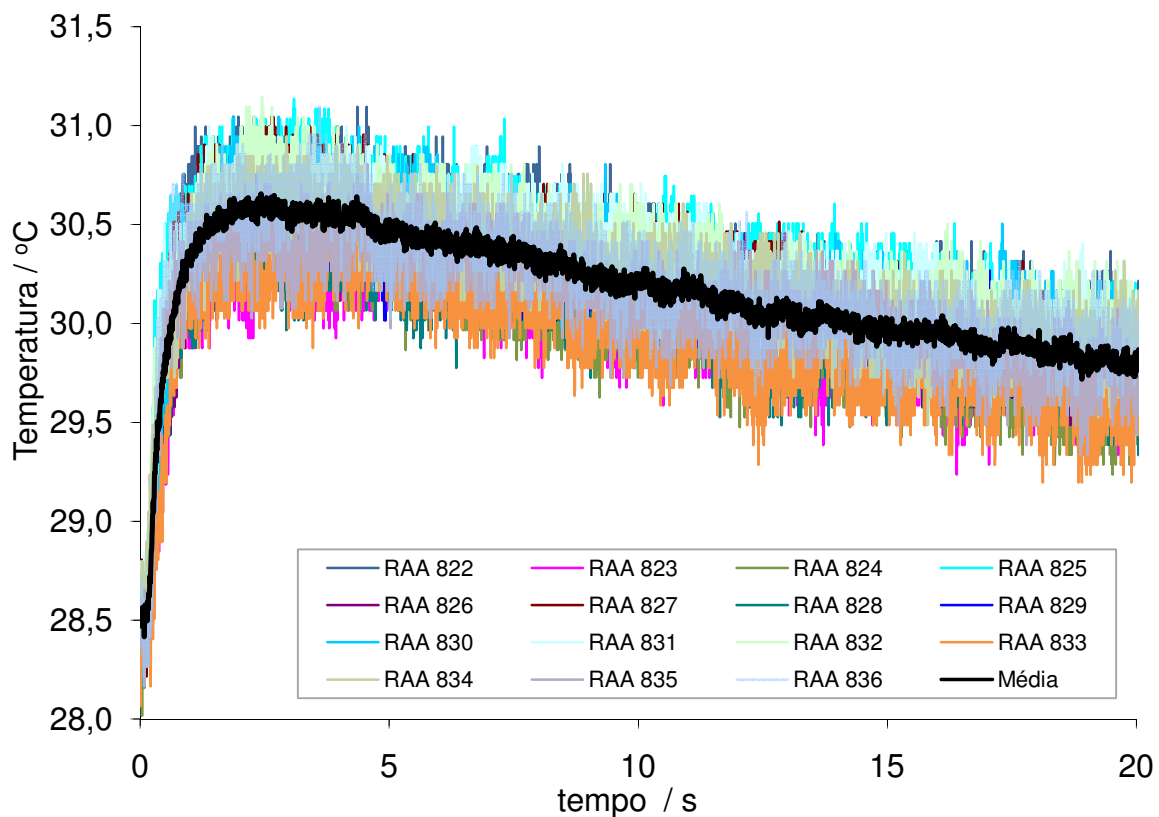


Figura C.4 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra padrão de Ferro Puro BSC incluindo a média dos transientes.

A Figura C.5 apresenta os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes medidos. Tal avaliação utilizou o desvio padrão dos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 15 transientes experimentais) e considerou a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,12.

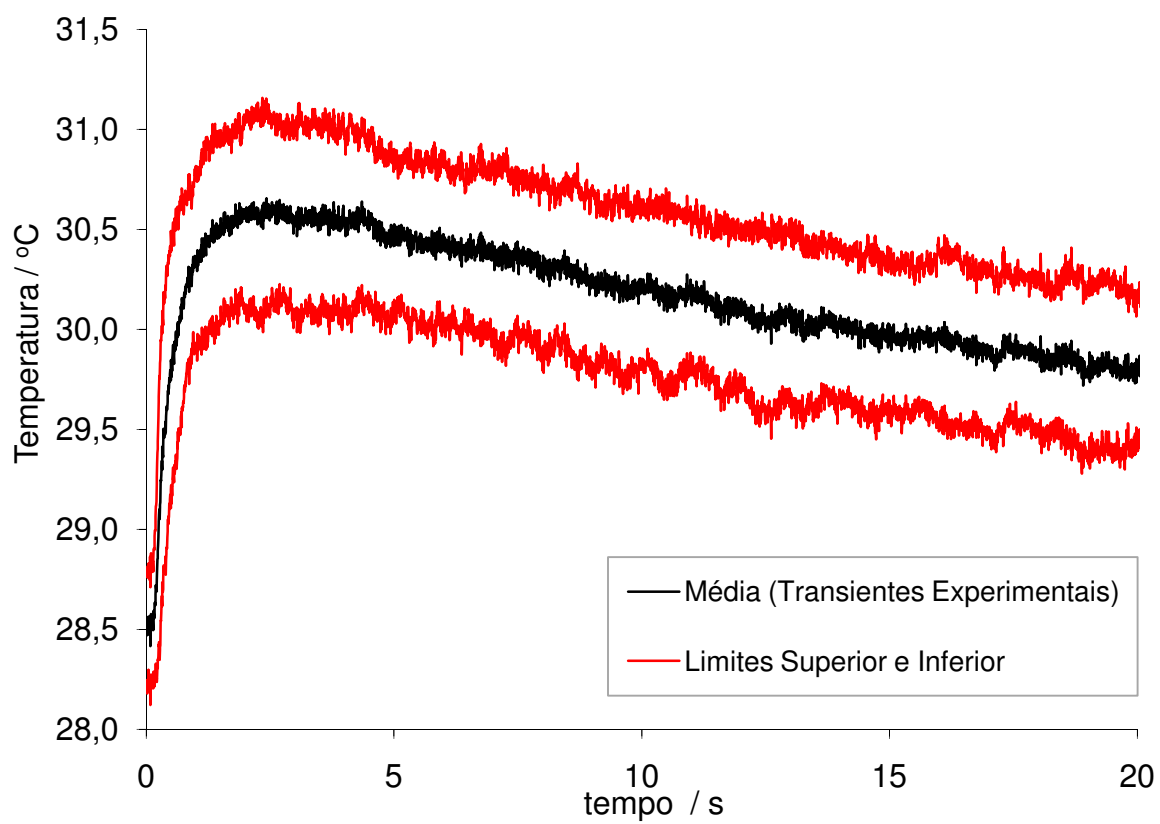


Figura C.5 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes medidos para amostra padrão de Ferro Puro BSC.

Os resultados gráficos da convergência do modelo são apresentados na Figura C.6.

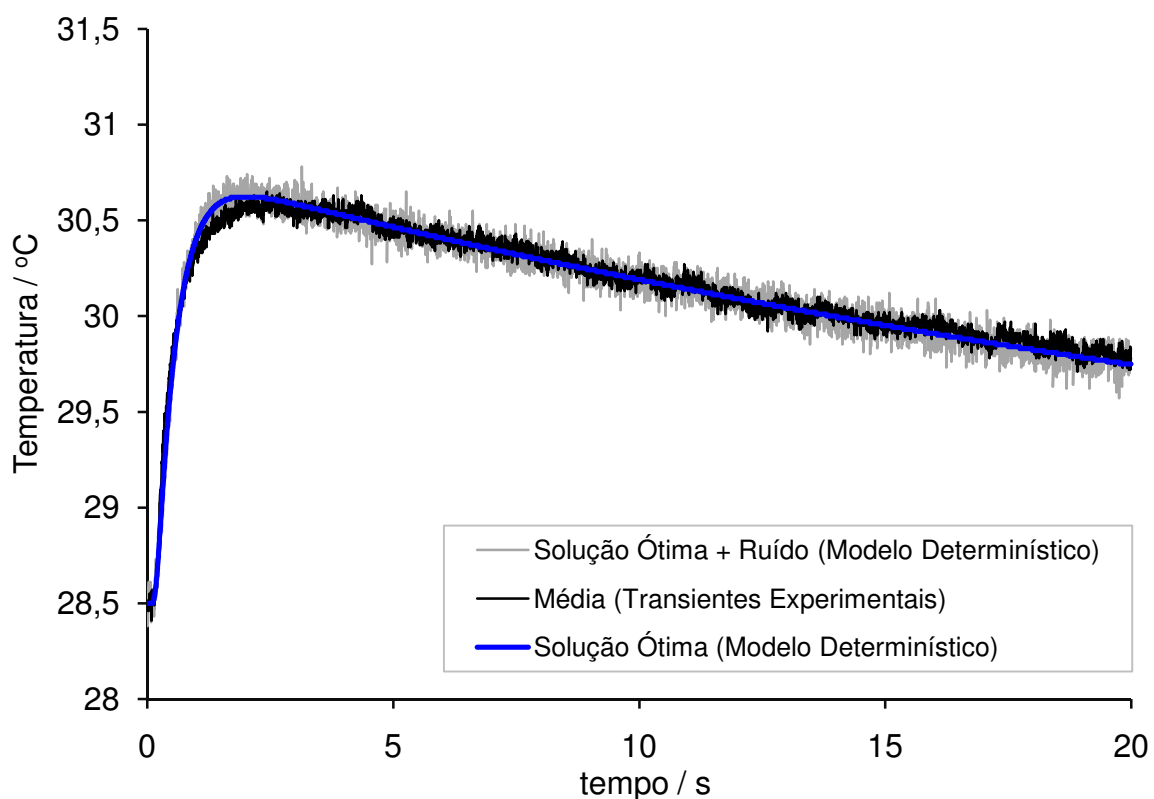


Figura C.6 - Resultados da convergência do modelo determinístico para amostra padrão de Ferro Puro BSC.

A Tabela C.2 apresenta a planilha contendo os valores de convergência. Os valores ótimos encontrados estão dentro das faixas de incertezas estimadas para tais grandezas considerando um intervalo de confiança de 95%.

Desta forma o modelo determinístico apresentado foi validado considerando a amostra padrão de Ferro Puro BSC.

Tabela C.2 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra padrão de Ferro Puro BSC.

Símbolo	Unidade	Valor após Convergência
α	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	$21,6 \times 10^{-6}$
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	76,6
c_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	450
ρ	kg m^{-3}	7870
L	mm	2,487
τ	s	0,1
ϕ	-	-
Ω	-	-
P	W	20,0
α_{abs}	-	0,84
τ_{meios}	-	1,00
ε	-	0,84
U	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	106,72
FRE	-	0,90
L^*	mm	0,884
ρ^*	kg m^{-3}	349,11
c_p^*	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	29,75
k^*	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,00808
ε^*	K ou °C	0,095

Para a amostra de Pyroceram 9606 foram consideradas 15 medições, sendo os transientes obtidos apresentados na Figura C.7.

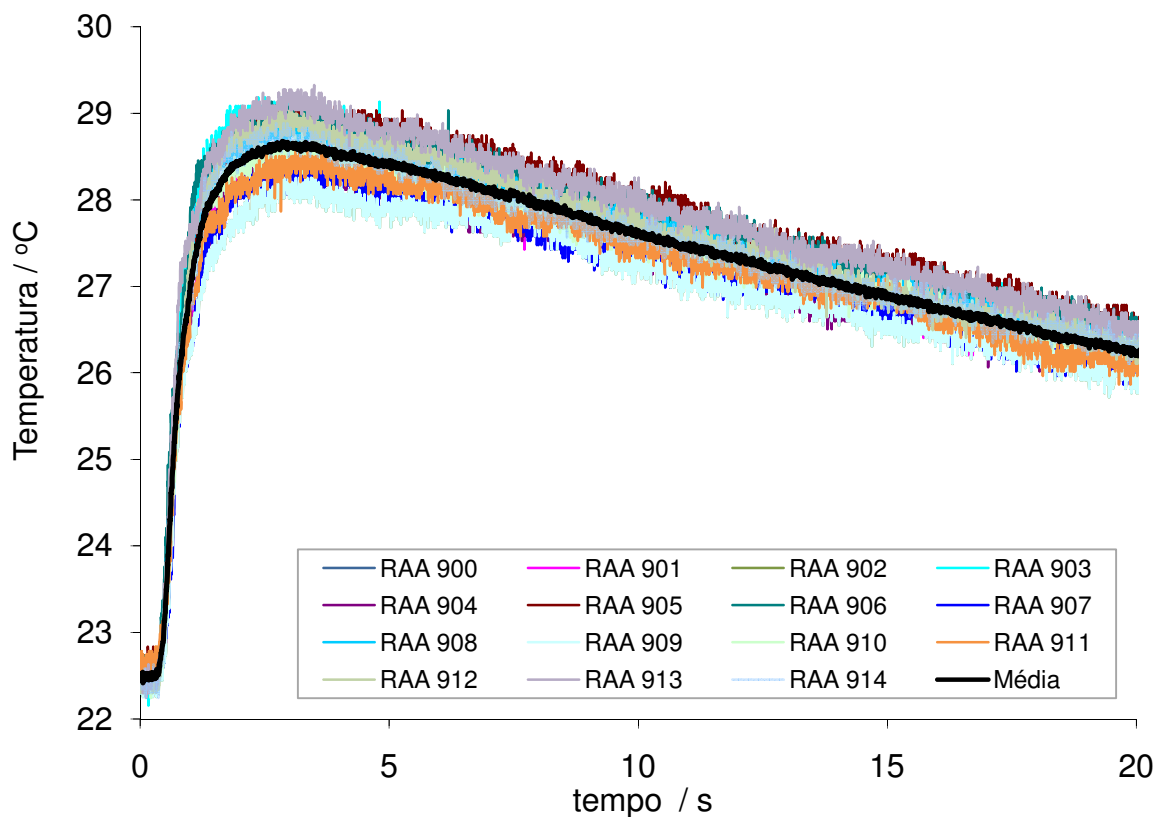


Figura C.7 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra padrão de Pyroceram 9606 incluindo a média dos transientes.

A Figura C.8 apresenta os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes medidos. Tal avaliação utilizou o desvio padrão dos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 15 transientes experimentais) e considerou a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,13.

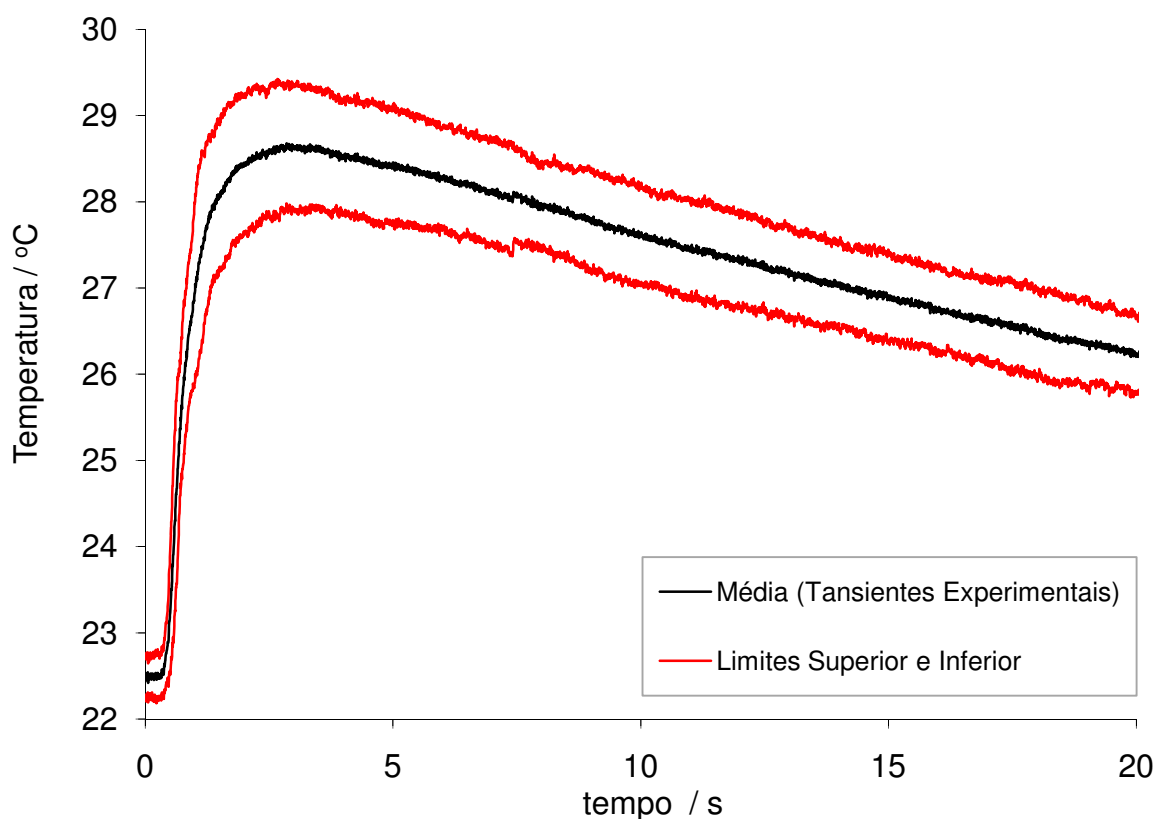


Figura C.8 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes medidos para amostra padrão de Pyroceram 9606.

Para esta amostra o modelo não obteve convergência ao utilizar os valores das propriedades termofísicas apresentadas pelo fabricante (Tabela 5.2). Sendo o Pyroceram 9606 um material de referência para propriedades térmicas, diferentes faixas de valores para tais propriedades são apresentadas por Hay et al. (2007), Kim e Kim (2007), Gaal, Thermitus e Stroe (2004), Salmon, Tye, Lockmuller e Zhang (2008) e Holometrix (2008). Desta forma, uma faixa mais ampla, contendo os valores reportados na literatura, foi utilizada pelo modelo para busca das propriedades ótimas (ponto ótimo). Os resultados gráficos da convergência do modelo são apresentados na Figura C.9.

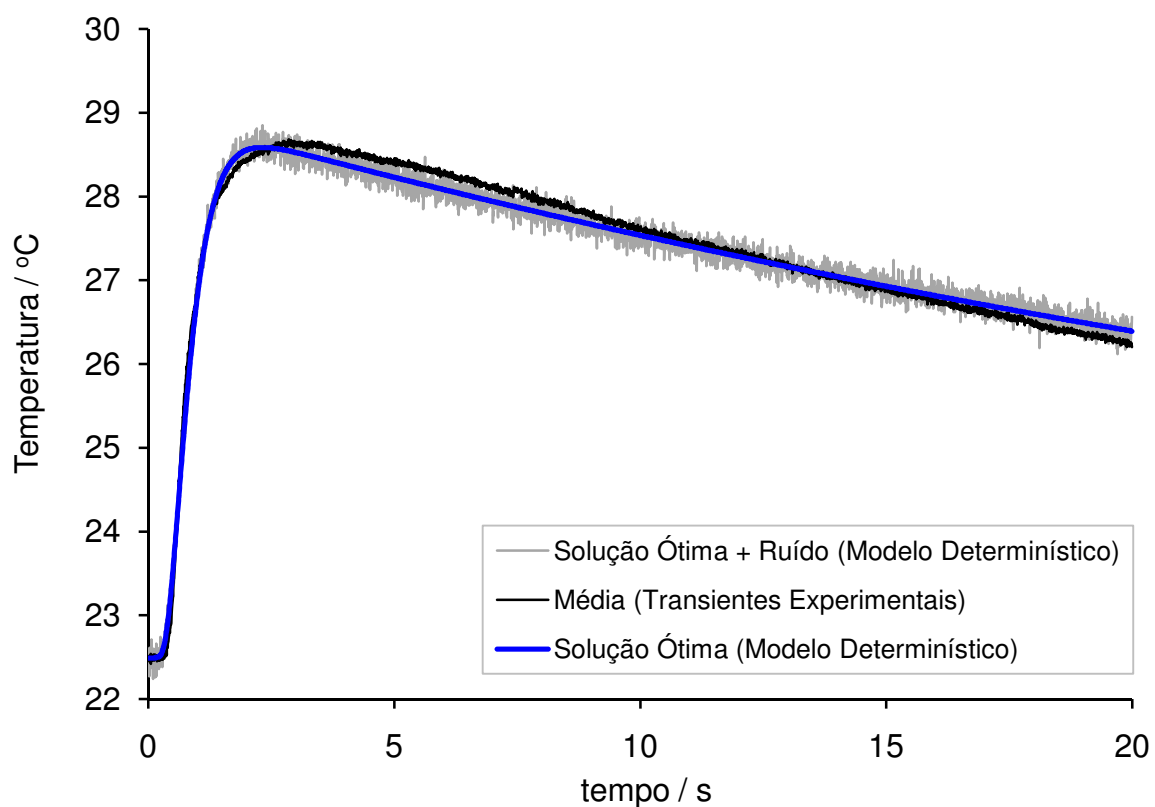


Figura C.9 - Resultados da convergência do modelo determinístico para amostra padrão de Pyroceram 9606.

A Tabela C.3 apresenta a planilha contendo os valores de convergência. Os valores ótimos encontrados estão dentro das faixas de incertezas estimadas para tais grandezas considerando um intervalo de confiança de 95%.

Desta forma o modelo determinístico apresentado foi validado considerando a amostra padrão de Pyroceram 9606.

Tabela C.3 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra padrão de Pyroceram 9606.

Símbolo	Unidade	Valor após Convergência
α	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	$2,157 \times 10^{-6}$
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	4,079
c_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	740
ρ	kg m^{-3}	2554
L	mm	2,460
τ	s	0,1
ϕ	-	-
Ω	-	-
P	W	22,06
α_{abs}	-	0,97
τ_{meios}	-	1,00
ε	-	0,97
U	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	40,64
FRE	-	0,94
L^*	mm	0,796
ρ^*	kg m^{-3}	334,02
c_p^*	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	28,52
k^*	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,00840
ε^*	K ou $^{\circ}\text{C}$	0,095

APÊNDICE D

Resultados de Validação do Modelo Estocástico (Item 5.3) aplicado ao LMPT - CDTN

As Tabelas e Figuras apresentadas neste apêndice foram obtidas da aplicação do Modelo Estocástico (item 5.3) ao aparato experimental do LMPT – CDTN com base em medições realizadas em amostras padrão de Inconel 600, Ferro Puro BSC e Pyroceram. A avaliação dos resultados do modelo mostrou que amplitudes de faixas de busca equivalentes a 10 % do valor médio da grandeza garantiram o significado físico dos resultados e permitiram a convergência eficaz exigida para a Solução do Problema Inverso.

Tabela D.1 – Valores médios, incertezas padrão e limites para um I. C. 95% associados às propriedades termofísicas estimadas pelo Modelo Estocástico considerando a amostra padrão de Inconel 600 a 25 °C.

Amostras Padrão		$\alpha \cdot 10^6$ / (m ² s ⁻¹)	k / (W m ⁻¹ K ⁻¹)	C _p / (J kg ⁻¹ K ⁻¹)
Inconel 600	\bar{x}	3,560	13,071	440,579
	u(x)	6,323 %	5,320 %	6,168 %
	I. C. 95 %	[3,11 - 4,01]	[11,7 – 14,5]	[386 - 494]
	Ref. Certif.	3,458	12,805	444

Como parte da 2ª Fase da validação do Modelo Estocástico para a amostra de Inconel 600, foram obtidos 15 transientes numéricos a partir de amostragens aleatórias baseadas nos valores de incerteza padrão apresentadas para as saídas (Tabela D.1 acima) e para as entradas (Tabela A.5). Os transientes obtidos são apresentados na Figura D.1.

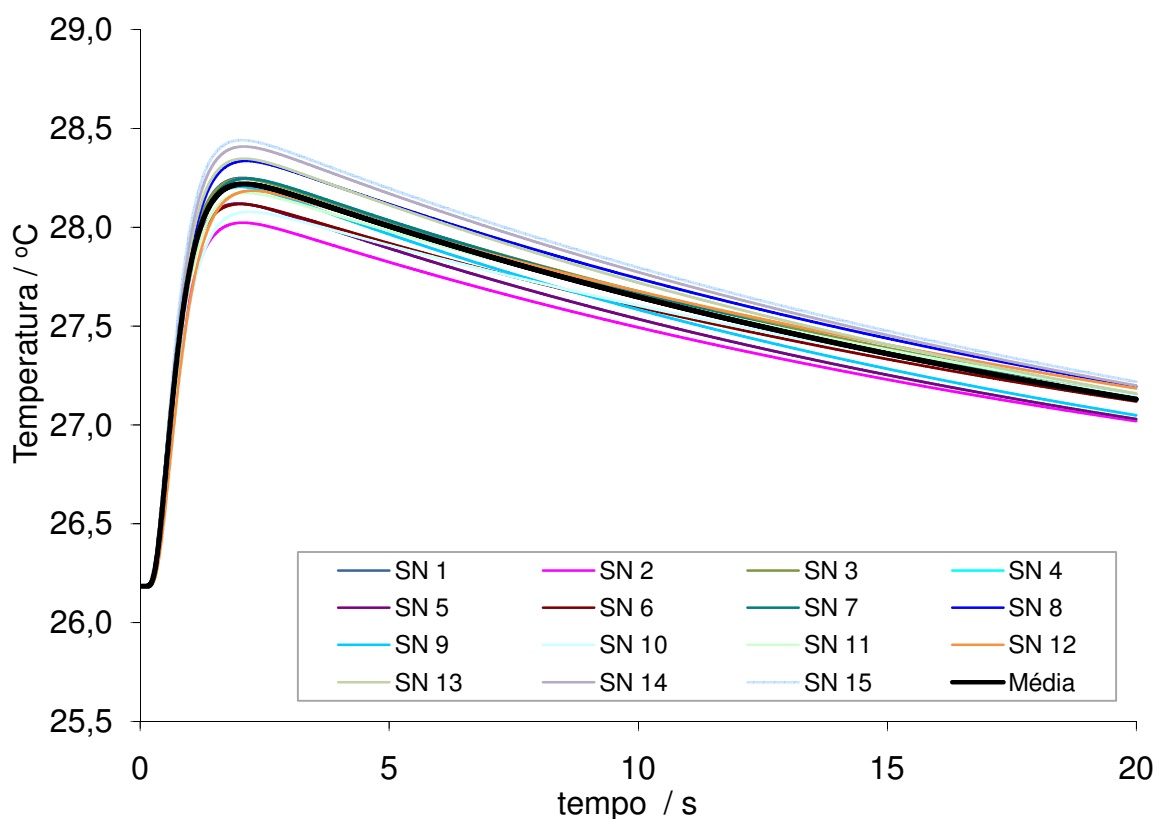


Figura D.1 - Transientes de temperatura numéricos para a amostra padrão de Inconel 600 considerando os valores de incerteza padrão apresentados na Tabela D.1 e na Tabela A.5.

A Figura D.2 apresenta os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes numéricos gerados pela modelagem estocástica (Figura D.1) e dos transientes experimentais medidos para a amostra de Inconel 600 no LMPT – CDTN (Figura C.1). Foram avaliados os desvios padrão associados aos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 15 transientes numéricos e experimentais) e considerou-se a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,13.

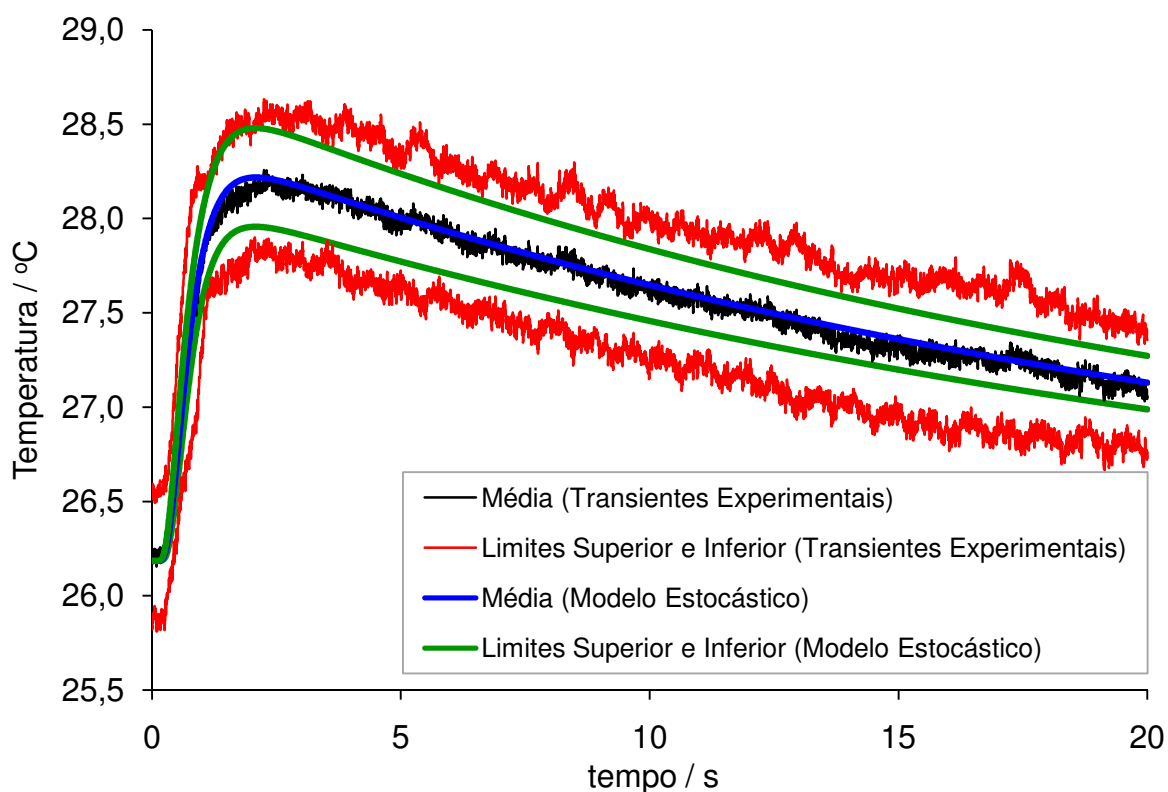


Figura D.2 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais (Figuras C.1 e C.2) e transientes da Modelagem Estocástica (Figura D.1) para a amostra padrão de Inconel 600.

Observou-se a convergência entre os transientes médios, sendo que os limites máximos e mínimos estabelecidos para o modelo estão contidos nos limites obtidos pelos transientes experimentais. Através da avaliação da Figura D.2 foi possível validar a convergência do Modelo Estocástico proposto aos transientes experimentais (medições) considerando a amostra padrão de Inconel 600.

Tabela D.2 – Valores médios, incertezas padrão e limites para um I. C. 95% associados às propriedades termofísicas estimadas pelo Modelo Estocástico considerando a amostra padrão de Ferro Puro BSC a 25 °C.

Amostras Padrão		$\alpha \cdot 10^6$ / (m ² s ⁻¹)	k / (W m ⁻¹ K ⁻¹)	C _p / (J kg ⁻¹ K ⁻¹)
Ferro Puro BSC	\bar{x}	21,257	76,499	457,742
	u(x)	8,912 %	6,774 %	5,362 %
	I. C. 95 %	[17,47 – 25,05]	[66,13 – 86,86]	[409 - 506]
	Ref. Certif.	21,6	76,60	450

Também para a amostra de Ferro Puro BSC, foram obtidos 15 transientes numéricos a partir de amostragens aleatórias baseadas nos valores de incerteza padrão apresentadas para as saídas (Tabela D.2 acima) e para as entradas (Tabela A.5). Os transientes obtidos são apresentados na Figura D.3.

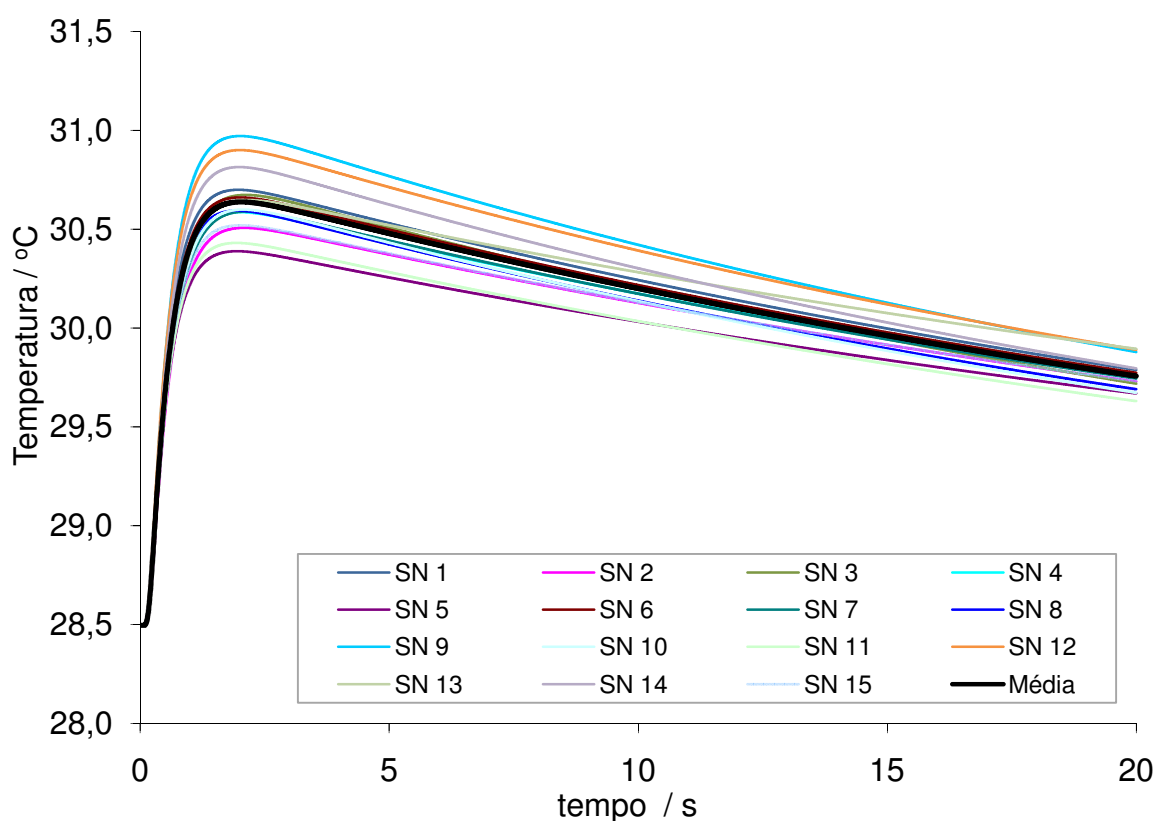


Figura D.3 - Transientes de temperatura numéricos para a amostra de Ferro Puro BSC considerando os valores de incerteza padrão apresentados na Tabela D.2 e Tabela A.5.

A Figura D.4 apresenta os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes numéricos gerados pela modelagem estocástica (Figura D.3) e dos transientes experimentais medidos para a amostra de Ferro Puro BSC no LMPT – CDTN (Figura C.3). Foram avaliados os desvios padrão associados aos valores de temperatura em cada instante de tempo e considerou-se a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,13.

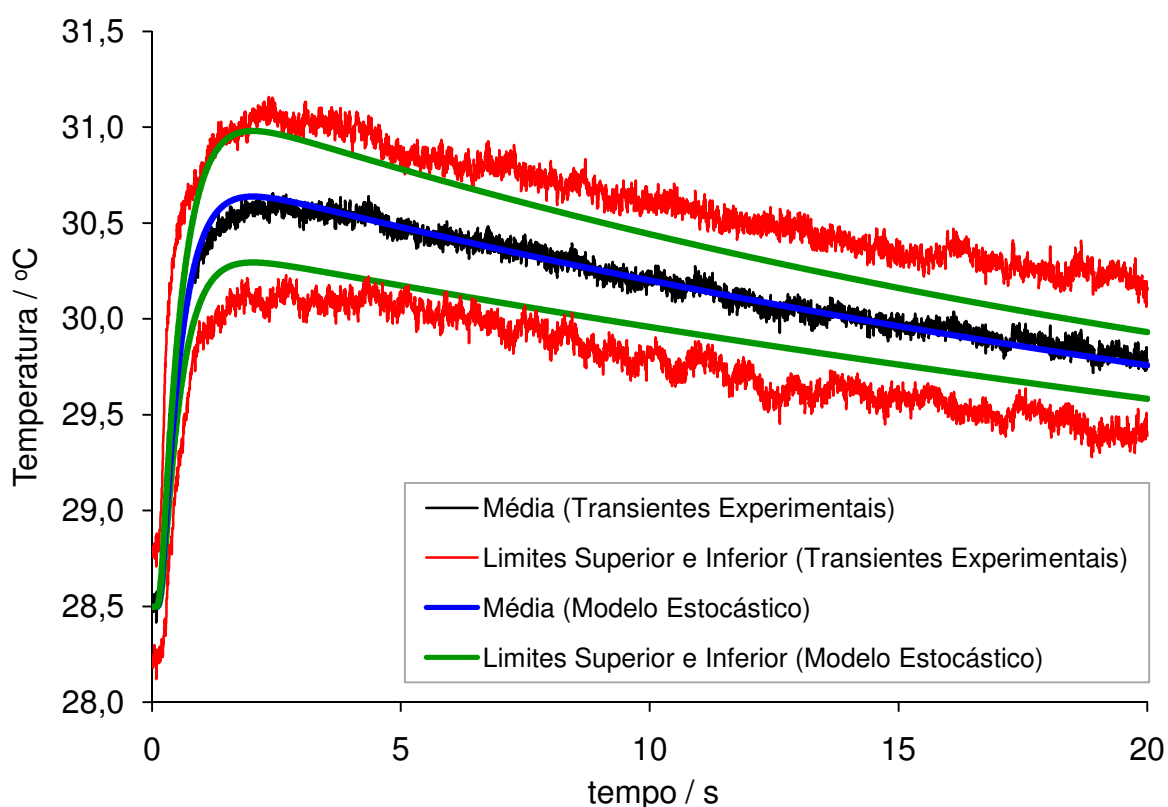


Figura D.4 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais (Figuras C.3 e C.4) e transientes da Modelagem Estocástica (Figura D.3) para a amostra padrão de Ferro Puro BSC.

A avaliação da Figura D.4 também torna clara a convergência do Modelo Estocástico proposto aos transientes experimentais (medições) considerando a amostra padrão de Ferro Puro BSC.

Tabela D.3 – Valores médios, incertezas padrão e limites para um I. C. 95% associados às propriedades termofísicas estimadas pelo Modelo Estocástico considerando a amostra padrão de Pyroceram 9606 a 25 °C.

Amostras Padrão		$\alpha \cdot 10^6$ / (m ² s ⁻¹)	k / (W m ⁻¹ K ⁻¹)	C _p / (J kg ⁻¹ K ⁻¹)
Pyroceram 9606	\bar{x}	2,309	4,184	731,186
	u(x)	8,911 %	6,134 %	7,684 %
	I. C. 95 %	[1,89 – 2,72]	[3,67 – 4,69]	[618 - 843]
	Ref. Certif.	1,926	4,009	800

Para a amostra de Pyroceram 9606 também foram obtidos 15 transientes numéricos a partir de amostragens aleatórias baseadas nos valores de incerteza padrão apresentadas para as saídas (Tabela D.3 acima) e para as entradas (Tabela A.5). Os transientes obtidos são apresentados na Figura D.5.

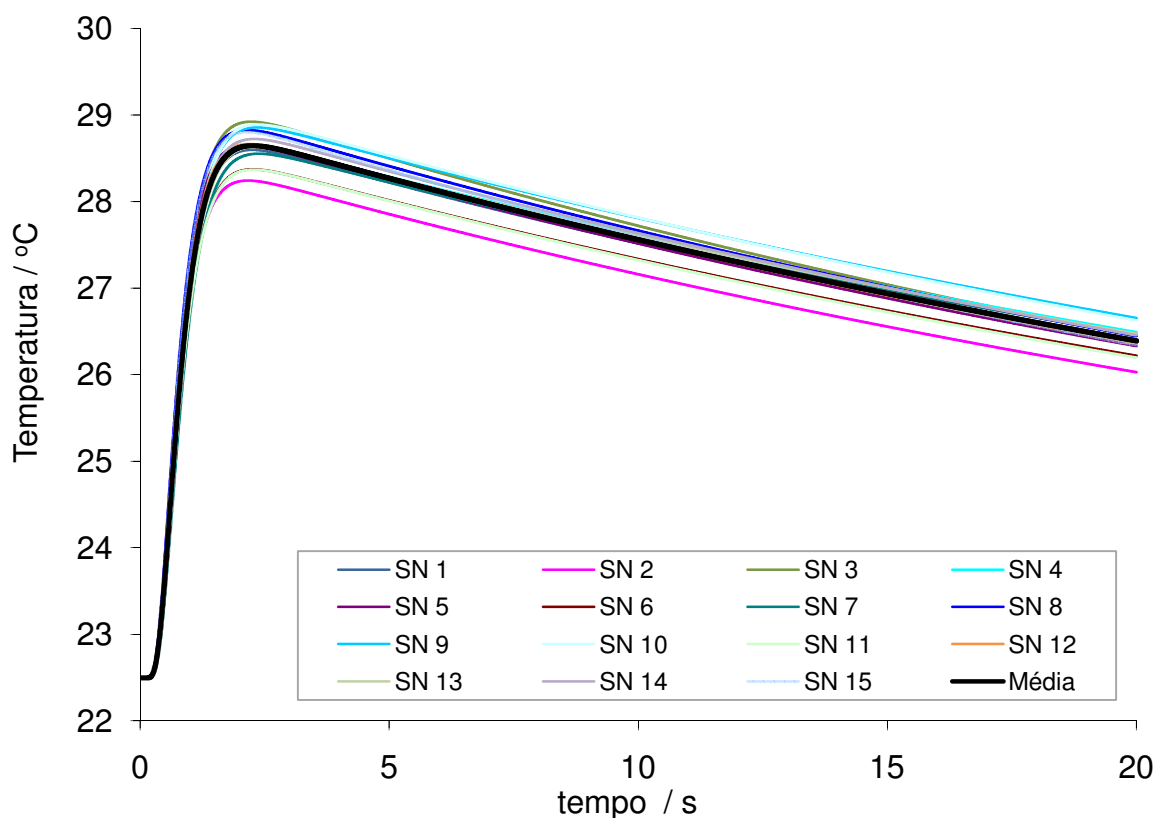


Figura D.5 - Transientes de temperatura numéricos para a amostra padrão de Pyroceram 9606 considerando os valores de incerteza padrão apresentados na Tabela D.3 e na Tabela A.5.

A Figura D.6 apresenta os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes numéricos gerados pela modelagem estocástica (Figura D.5) e dos transientes experimentais medidos para a amostra de Pyroceram 9606 no LMPT – CDTN (Figura C.5). Foram avaliados os desvios padrão associados aos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 15 transientes numéricos e experimentais) e considerou-se a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,13.

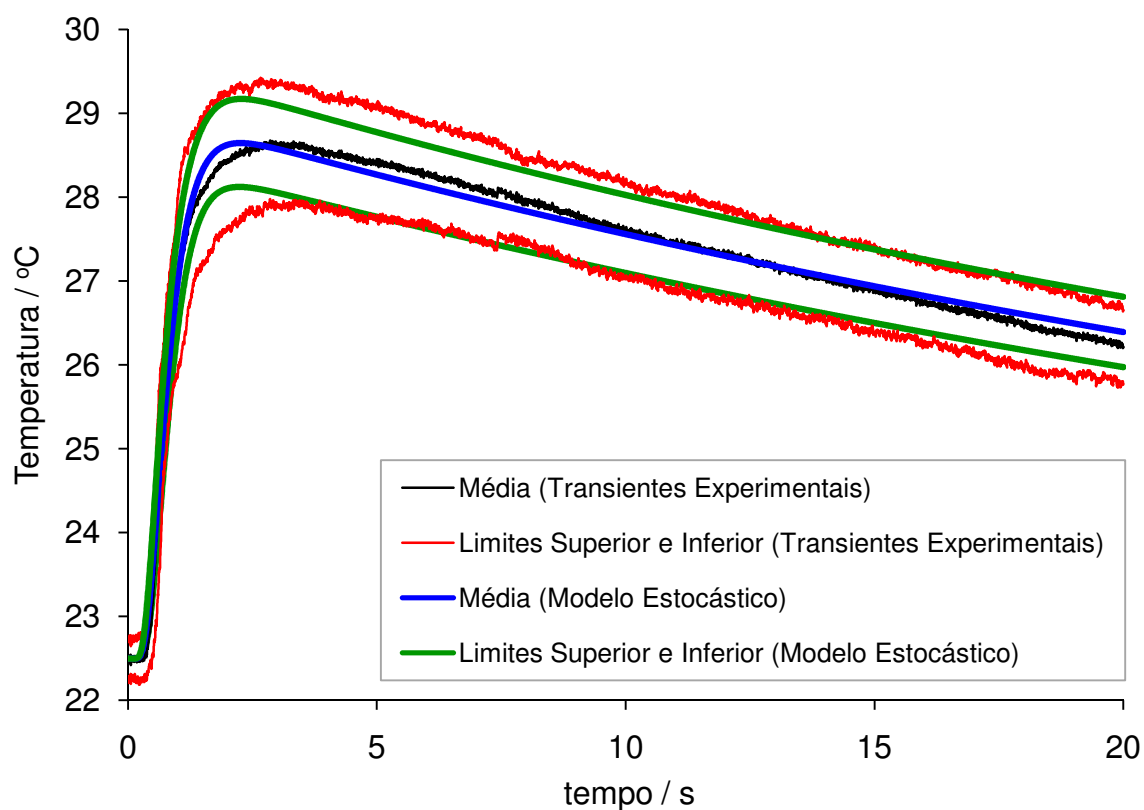


Figura D.6 - Limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais (Figuras C.5 e C.6) e transientes da Modelagem Estocástica (Figura D.5) para a amostra padrão de Pyroceram 9606.

A avaliação da Figura D.6 mostra a clara e eficaz convergência do Modelo Estocástico proposto aos transientes medidos considerando a amostra padrão de Pyroceram 9606.

APÊNDICE E

Resultados da Aplicação do Modelo a amostras desconhecidas

Para a amostra desconhecida de Aço foram consideradas 15 medições, sendo os transientes obtidos apresentados na Figura E.1.

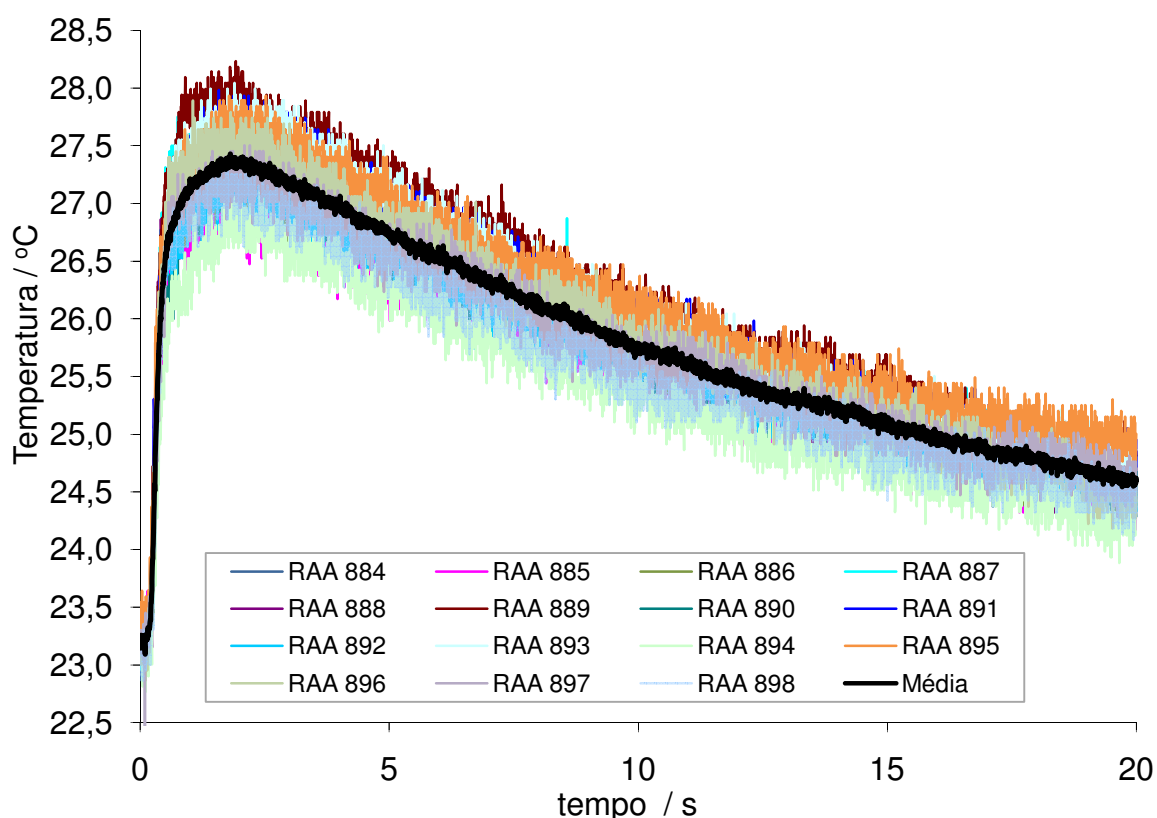


Figura E.1 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Aço incluindo a média dos transientes.

Visando a determinação das propriedades termofísicas da amostra, utilizou-se a média dos transientes apresentada na Figura E.1 como transiente experimental de entrada para a solução do problema inverso (item 5.1.2). A definição do critério de convergência da modelagem utilizou a Equação (5.8) sendo os resultados gráficos apresentados na Figura E.2 (numérico e numérico + ruído). Nesta Figura ainda são apresentados os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos

transientes medidos. Tal avaliação utilizou o desvio padrão dos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 15 transientes experimentais) e considerou a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,13.

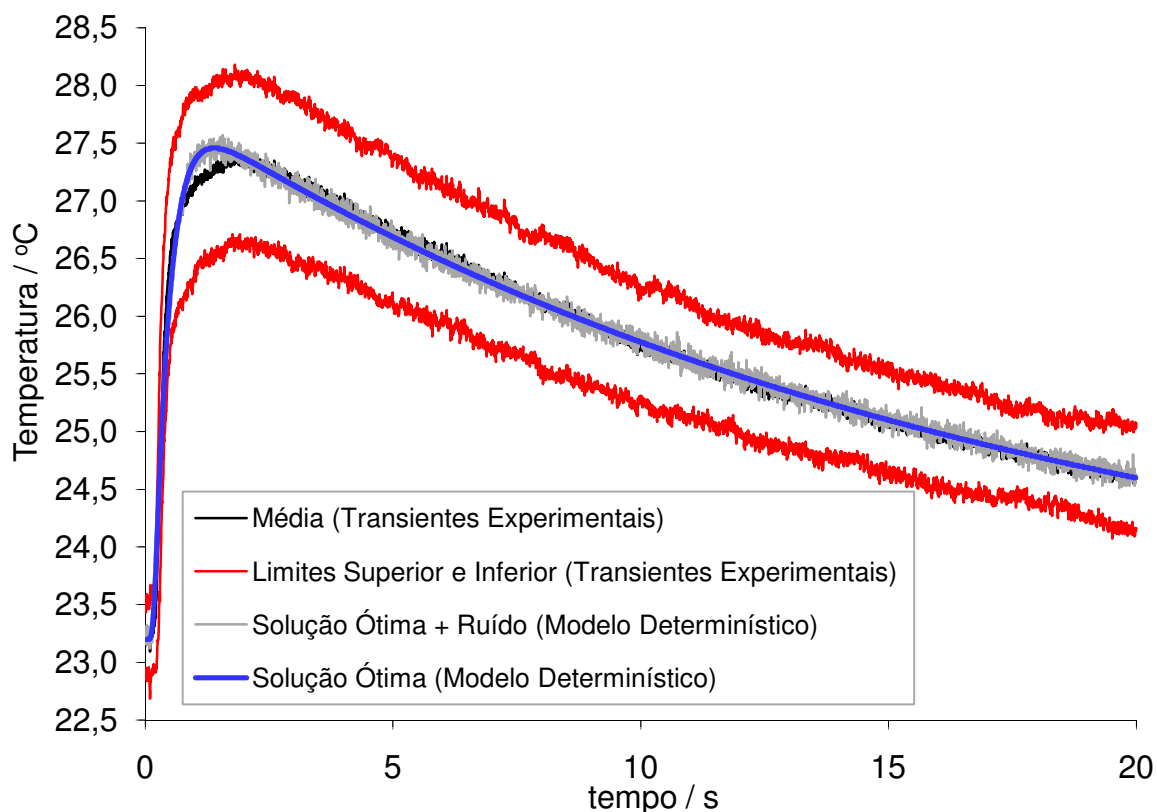


Figura E.2 – Resultado de convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os dados dos transientes experimentais para amostra desconhecida de Aço.

A Tabela E.1 apresenta uma planilha contendo os valores de convergência dos parâmetros do modelo. Os valores ótimos encontrados estão dentro das faixas de incertezas estimadas para tais grandezas no Capítulo 4 para um intervalo de confiança de 95%. Os valores de incerteza padrão apresentados foram baseados na Tabela A.5 e Tabela D.1. São apresentados ainda os limites inferiores e superiores para os parâmetros de saída do modelo, considerando um intervalo de confiança de 95 %.

Tabela E.1 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Aço.

Símbolo	Unidade	Valor após Convergência	u(x)	I. C. 95 %
α	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	$11,48 \times 10^{-6}$	6,323 %	$[10,03 \times 10^{-6} - 12,93 \times 10^{-6}]$
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	29,47	5,320 %	[26,33 – 32,60]
c_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	354	6,168 %	[310,33 – 397,67]
ρ	kg m^{-3}	7244	Tabela A.5	
L	mm	2,032	, ,	
τ	s	0,106	, ,	
ϕ	-	-	, ,	
Ω	-	-	, ,	
P	W	20,06	, ,	
α_{abs}	-	0,928	, ,	
τ_{meios}	-	1,00	, ,	
ε	-	0,928	, ,	
U	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	140,69	, ,	
FRE	-	0,908	, ,	
L^*	mm	0,796	, ,	
ρ^*	kg m^{-3}	334	, ,	
c_p^*	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	28,5	, ,	
k^*	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,0084	, ,	
ε^*	K ou °C	0,095	, ,	

Para a amostra desconhecida de Resina Epoxi foram consideradas 15 medições, sendo os transientes obtidos apresentados na Figura E.3.

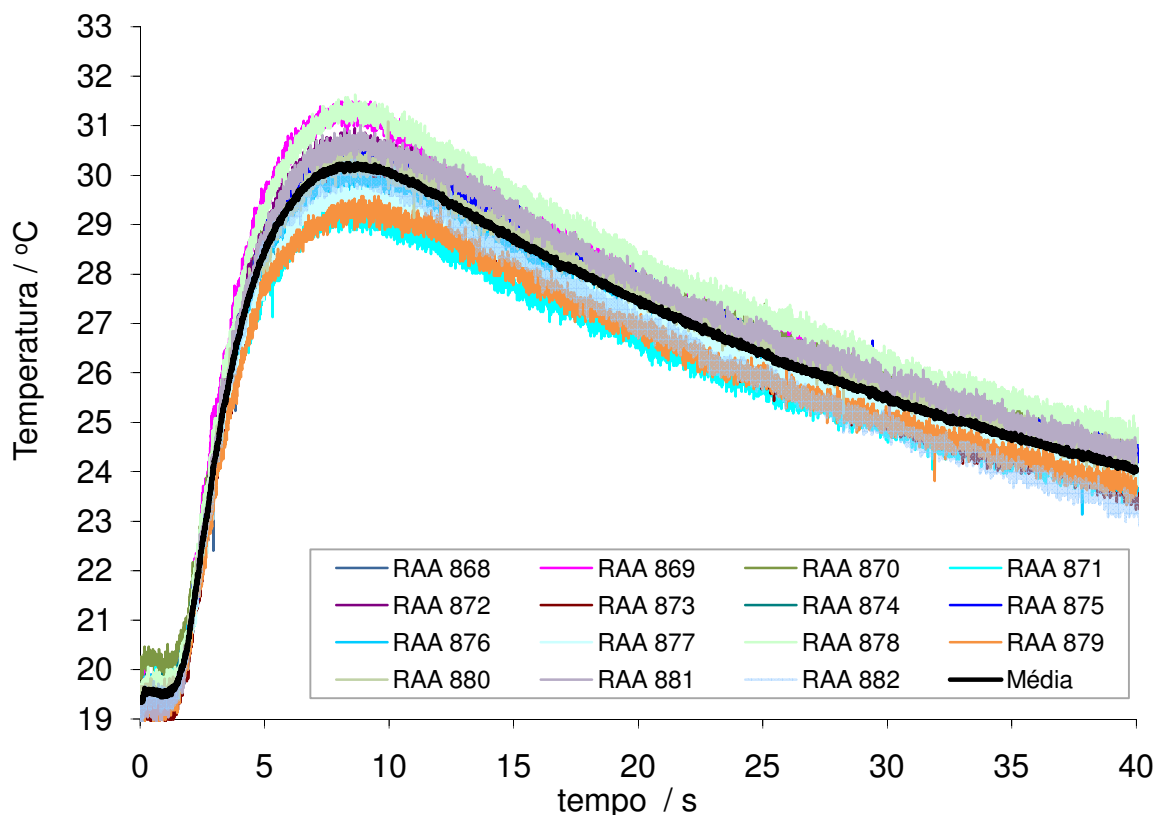


Figura E.3 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Resina Epoxi incluindo a média dos transientes.

Visando a determinação das propriedades termofísicas da amostra, utilizou-se a média dos transientes apresentada na Figura E.3 como transiente experimental de entrada para a solução do problema inverso (item 5.1.2).

A definição do critério de convergência da modelagem utilizou a Equação (5.8) sendo os resultados gráficos apresentados na Figura E.4 (numérico e numérico + ruído). Nesta Figura ainda são apresentados os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes medidos. Tal avaliação utilizou o desvio padrão dos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 15 transientes experimentais) e considerou a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,13.

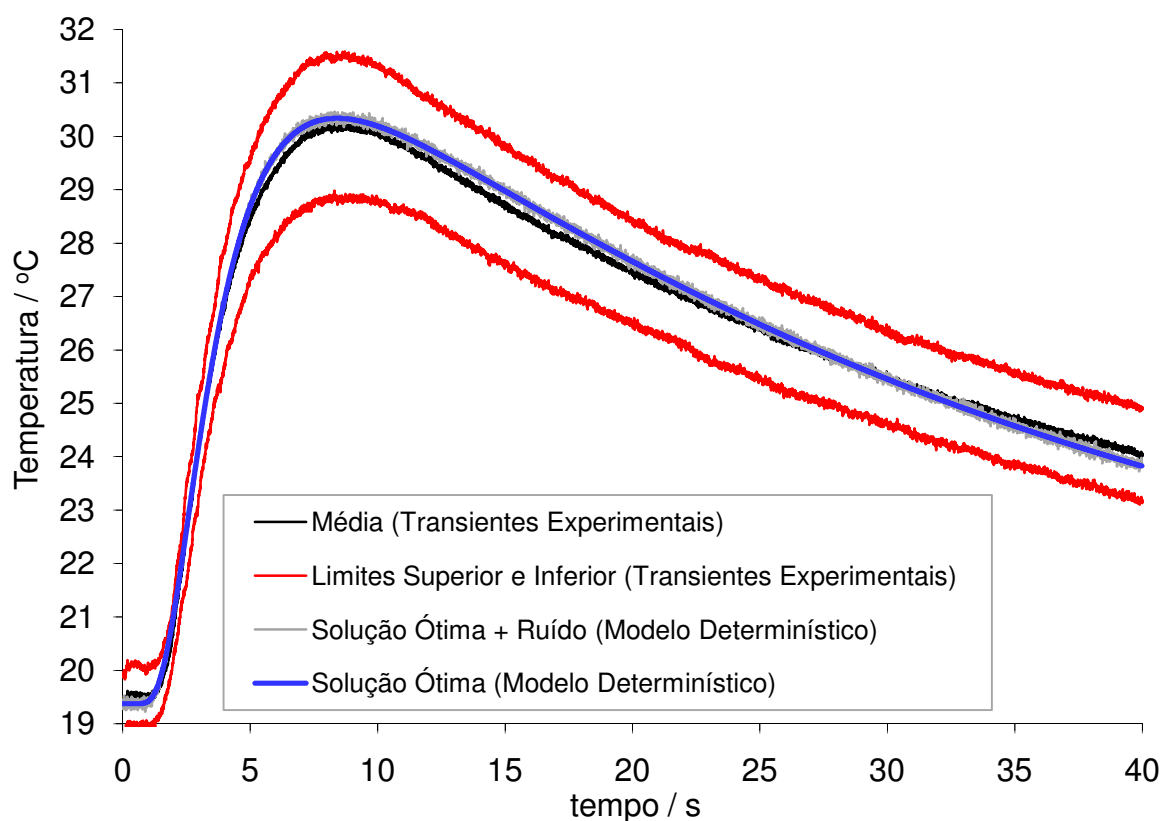


Figura E.4 – Resultado de convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais para amostra desconhecida de Resina Epoxi.

A Tabela E.2 apresenta uma planilha contendo os valores de convergência dos parâmetros do modelo. Os valores ótimos encontrados estão dentro das faixas de incertezas estimadas para tais grandezas no Capítulo 4 para um intervalo de confiança de 95%. Os valores de incerteza expendida apresentados foram baseados na Tabela A.5 e Tabela D.3. São apresentados ainda os limites inferiores e superiores para os parâmetros de saída do modelo, considerando um intervalo de confiança de 95 %.

Tabela E.2 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Resina Epoxi.

Símbolo	Unidade	Valor após Convergência	u(x)	I. C. 95 %
α	$m^2 s^{-1}$	$0,185 \times 10^{-6}$	8,911 %	$[0,15 \times 10^{-6} - 0,22 \times 10^{-6}]$
k	$W m^{-1} K^{-1}$	0,16	6,134 %	[0,14 – 0,18]
c_p	$J kg^{-1} K^{-1}$	628	7,684 %	[531,5 – 724,5]
ρ	$kg m^{-3}$	1381	Tabela A.5	
L	mm	2,032	, ,	
τ	s	0,106	, ,	
ϕ	-	-	, ,	
Ω	-	-	, ,	
P	W	20,06	, ,	
α_{abs}	-	0,928	, ,	
τ_{meios}	-	1,00	, ,	
ε	-	0,928	, ,	
U	$W m^{-2} K^{-1}$	140,69	, ,	
FRE	-	0,908	, ,	
L^*	mm	0,796	, ,	
ρ^*	$kg m^{-3}$	334	, ,	
c_p^*	$J kg^{-1} K^{-1}$	28,5	, ,	
k^*	$W m^{-1} K^{-1}$	0,0084	, ,	
ε^*	K ou °C	0,095	, ,	

Para a amostra desconhecida de Dióxido de Urânio (UO_2) foram consideradas 7 medições, sendo os transientes obtidos apresentados na Figura E.5.

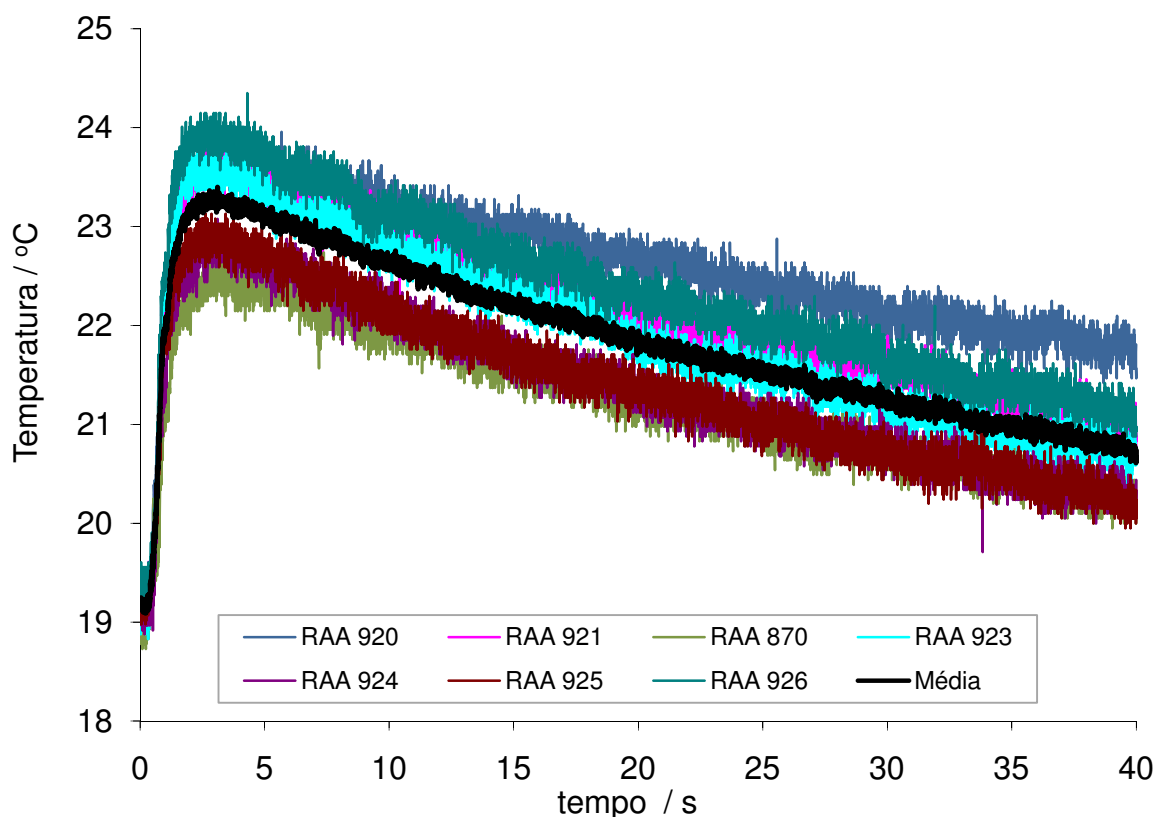


Figura E.5 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Dióxido de Urânio (UO_2) incluindo a média dos transientes.

Visando a determinação das propriedades termofísicas da amostra, utilizou-se a média dos transientes apresentada na Figura E.5 como transiente experimental de entrada para a solução do problema inverso (item 5.1.2).

A definição do critério de convergência da modelagem utilizou a Equação (5.8) sendo os resultados gráficos apresentados na Figura E.6 (numérico e numérico + ruído). Nesta Figura ainda são apresentados os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes medidos. Tal avaliação utilizou o desvio padrão dos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 7 transientes experimentais) e considerou a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,36.

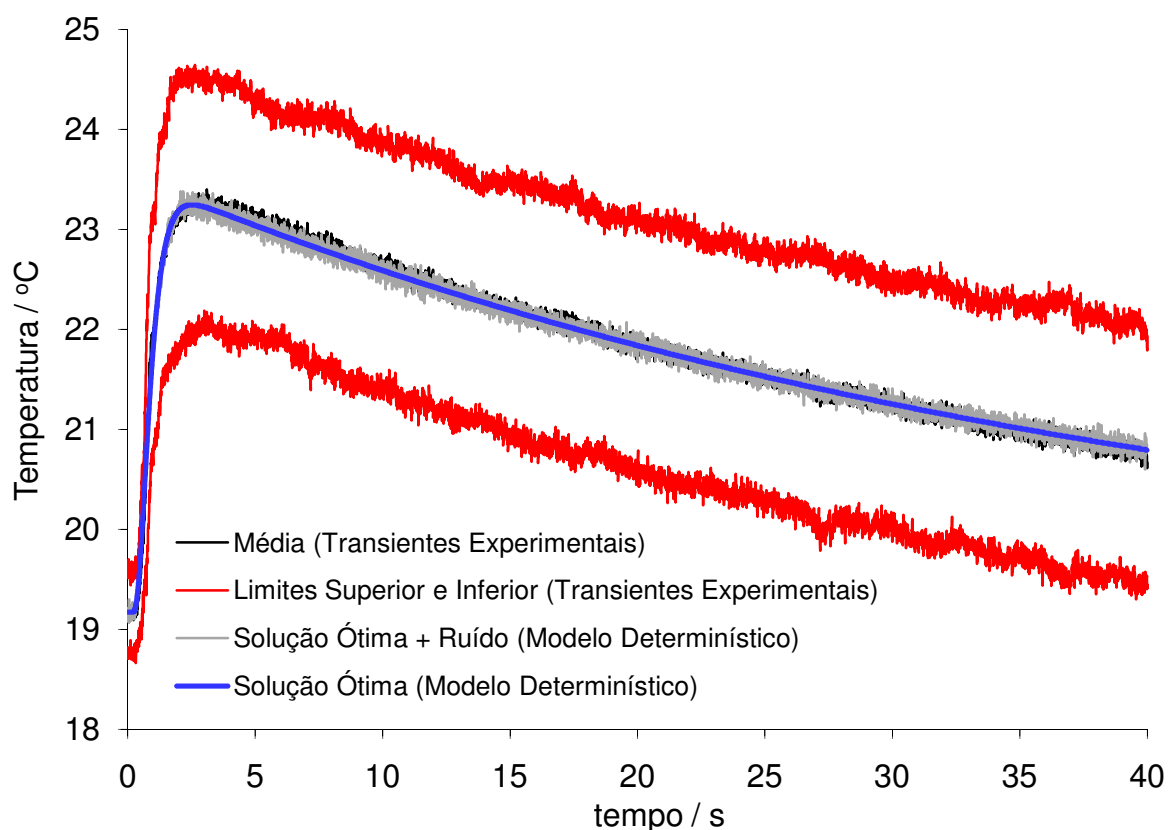


Figura E.6 – Resultados da convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais para amostra desconhecida de Dióxido de Urânio (UO₂).

A Tabela E.3 apresenta uma planilha contendo os valores de convergência dos parâmetros do modelo. Os valores ótimos encontrados estão dentro das faixas de incertezas estimadas para tais grandezas no Capítulo 4 para um intervalo de confiança de 95%. Os valores de incerteza expendida apresentados foram baseados na Tabela A.5 e Tabela D.3. São apresentados ainda os limites inferiores e superiores para os parâmetros de saída do modelo, considerando um intervalo de confiança de 95 %.

Tabela E.3 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Dióxido de Urânio (UO₂).

Símbolo	Unidade	Valor após Convergência	u(x)	I. C. 95 %
α	m ² s ⁻¹	2,767 x 10 ⁻⁶	8,911 %	[2,52 x 10 ⁻⁶ – 3,01 x 10 ⁻⁶]
k	W m ⁻¹ K ⁻¹	7,084	6,134 %	[6,65 – 7,51]
c _p	J kg ⁻¹ K ⁻¹	258,503	7,684 %	[238,64 – 278,37]
ρ	kg m ⁻³	9903	Tabela A.5	
L	mm	2,573	, ,	
τ	s	0,11	, ,	
ϕ	-	-	, ,	
Ω	-	-	, ,	
P	W	22,06	, ,	
α_{abs}	-	0,99	, ,	
τ_{meios}	-	1,00	, ,	
ϵ	-	0,99	, ,	
U	W m ⁻² K ⁻¹	60,91	, ,	
FRE	-	0,95	, ,	
L*	mm	0,837	, ,	
ρ^*	kg m ⁻³	349	, ,	
c _p *	J kg ⁻¹ K ⁻¹	30,5	, ,	
k*	W m ⁻¹ K ⁻¹	0,0084	, ,	
ϵ^*	K ou °C	0,095	, ,	

Para a amostra desconhecida de Dentina Humana foram consideradas 7 medições, sendo os transientes obtidos apresentados na Figura E.7.

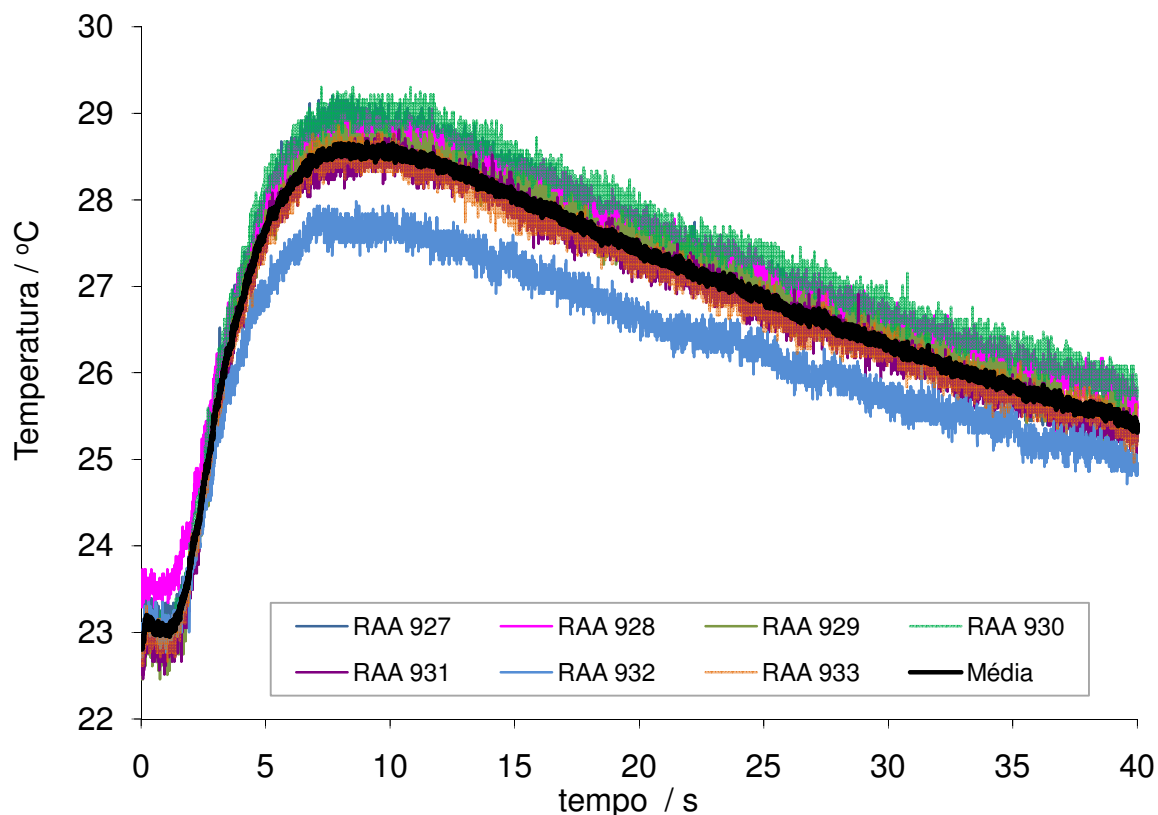


Figura E.7 - Transientes de temperatura experimentais para a amostra desconhecida de Dentina Humana incluindo a média dos transientes.

Visando a determinação das propriedades termofísicas da amostra, utilizou-se a média dos transientes apresentada na Figura E.7 como transiente experimental de entrada para a solução do problema inverso (item 5.1.2).

A definição do critério de convergência da modelagem utilizou a Equação (5.8) sendo os resultados gráficos apresentados na Figura E.8 (numérico e numérico + ruído). Nesta Figura ainda são apresentados os limites superior e inferior para os quais se considera que estejam 95 % dos dados dos transientes medidos. Tal avaliação utilizou o desvio padrão dos valores de temperatura em cada instante de tempo (para os 7 transientes experimentais) e considerou a FDP dos transientes como Normal e $k_{95\%}$ igual a 2,36.

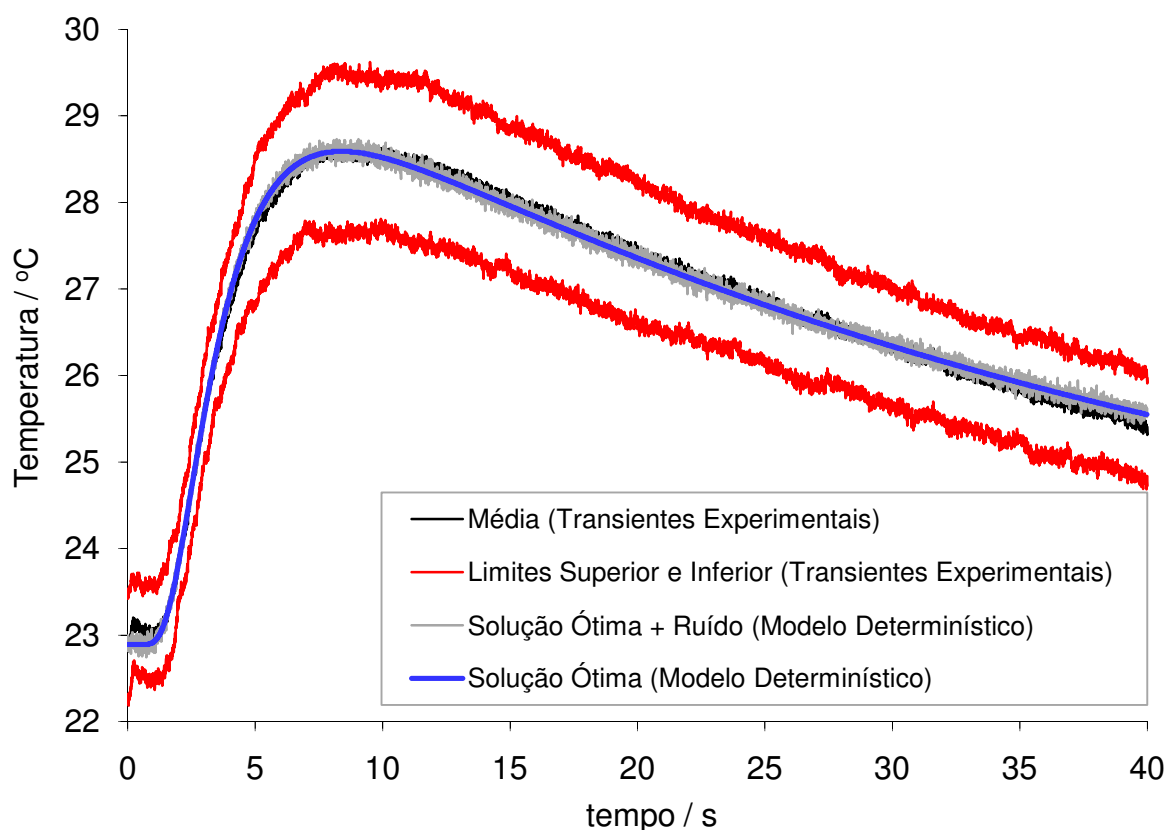


Figura E.8 – Resultados da convergência do modelo e limites superior e inferior para um intervalo de confiança de 95 % considerando os transientes experimentais para amostra desconhecida de Dentina Humana.

A Tabela E.4 apresenta uma planilha contendo os valores de convergência dos parâmetros do modelo. Os valores ótimos encontrados estão dentro das faixas de incertezas estimadas para tais grandezas no Capítulo 4 para um intervalo de confiança de 95%. Os valores de incerteza expendida apresentados foram baseados na Tabela A.5 e Tabela D.3. São apresentados ainda os limites inferiores e superiores para os parâmetros de saída do modelo, considerando um intervalo de confiança de 95 %.

Os valores médios e incertezas associadas às propriedades termofísicas encontrados para a amostra de Dentina Humana estão em concordância com os valores apresentados por Magalhães, Ferreira, Grossi e Andrade (2008) e (2006).

Tabela E.4 – Planilha de ajuste dos parâmetros de entrada do modelo às grandezas envolvidas no aparato experimental do LMPT – CDTN para amostra desconhecida de Dentina Humana.

Símbolo	Unidade	Valor após Convergência	u(x)	I. C. 95 %
α	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	$0,2516 \times 10^{-6}$	8,911 %	$[0,207 \times 10^{-6} - 0,296 \times 10^{-6}]$
k	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,4056	6,134 %	$[0,3558 - 0,4554]$
c_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	731,7	7,684 %	$[619,3 - 844,2]$
ρ	kg m^{-3}	2203,6	Tabela A.5	
L	mm	2,235	, ,	
τ	s	0,1	, ,	
ϕ	-	-	, ,	
Ω	-	-	, ,	
P	W	19,89	, ,	
α_{abs}	-	0,98	, ,	
τ_{meios}	-	1,00	, ,	
ε	-	0,98	, ,	
U	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	35,3	, ,	
FRE	-	0,889	, ,	
L^*	mm	0,884	, ,	
ρ^*	kg m^{-3}	366	, ,	
c_p^*	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	31,5	, ,	
k^*	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,0076	, ,	
ε^*	K ou °C	0,095	, ,	