

ISSN on-line: 2237-2113 http://periodicos.estacio.br/index.php/destarte DESTARTE, v.11, n.2, p. 77-94, dez. 2022.

ARTIGO ORIGINAL

ANÁLISE DE ESTABILIDADE E HOMOGENEIDADE TÉRMICA EM BANHO TERMOSTÁTICO DE SAL

ORIGINAL ARTICLE

THERMICAL STABILITY AND HOMOGENEITY ANALISYS OF A SALT THERMOSTATIC BATH

Yan Silva Borel¹ Alice Viviane Leles² Faculdade Estácio de Vitória – FESV, Brasil

RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo de homogeneidade e estabilidade térmica de um banho termostático de sal utilizado em laboratórios de calibração de instrumentos industriais. A ideia do estudo é estimar as contribuições de incerteza de medição que o banho, objeto deste estudo, fornece ao meio metrológico, além de avaliar a possibilidade de utilização do método em outras oportunidades. Os ensaios realizados são baseados em métodos normatizados e em boas práticas de medição. As medições de homogeneidade utilizam um método de comparação entre dois sensores e o ensaio de estabilidade trata-se de um método de medição com um sensor. Os resultados encontrados divergem ligeiramente em relação àqueles declarados pelo fabricante, porém mostram-se satisfatórios quando tratados para a melhor capacidade de medição de um laboratório de calibração de instrumentos industriais. Ainda, com os resultados encontrados, o método se mostrou sólido e de fácil aplicação a outros equipamentos que seguem o mesmo princípio de funcionamento.

Palavras-chave: homogeneidade, estabilidade, medição, incerteza expandida.

ABSTRACT

This work presents a study of homogeneity and thermal stability of a thermostatic salt bath used in laboratories for the calibration of industrial instruments. The idea of the study is to estimate the contributions of measurement uncertainty that the bath, object of this study, provides to the metrological environment, in addition to evaluating the possibility of using the method in other opportunities. The tests performed are based on standardized methods and good measurement practices. Homogeneity measurements use a method of comparing two sensors and the stability test is a measurement method with one sensor. The results found differ slightly from those declared by the manufacturer, but they are satisfactory when treated for the best measurement capacity of an industrial instrument calibration laboratory. Still, with the results found, the method proved to be solid and easy to apply to other equipment that follow the same principle of operation.

Keywords: homogeneity, stabilty, measurement, uncertainty.

1 INTRODUÇÃO

Quando o assunto é calibração de instrumentos no escopo de temperatura, há sempre a preocupação com a capacidade de medição dos equipamentos que

¹ Bacharel em Engenharia de Produção pela FES. Email: kyborel@gmail.com.

² Bacharel em Engenharia de Produção e Engenharia Ambiental; Mestre em Física pelo IFES e professora da Faculdade Estácio de Sá de Vitória/ES.

compõe o conjunto metrológico em que será realizada a atividade. Os meios termostáticos são parte integrante desse conjunto e fazem parte do grupo de geração e simulação térmica de alta estabilidade e homogeneidade. Estas características garantem uma melhor incerteza de medição ao fim do processo, uma vez que as contribuições serão relativamente baixas.

Os laboratórios de calibração em geral devem declarar a incerteza de medição em relação ao processo de calibração de um determinado instrumento, utilizando as ferramentas estatísticas aplicáveis. Como as contribuições de incerteza relativas aos banhos termostáticos são enquadradas em contribuições do tipo B (INMETRO, 2020) elas devem ser avaliadas e posteriormente declaradas como parte integrante da incerteza expandida do processo de calibração de um elemento sensor, por exemplo.

As contribuições de incerteza de medição que os meios térmicos fornecem ao conjunto em calibração são, em sua grande maioria, estimadas por um outro laboratório com emissão de certificado de calibração ou relatório de ensaio destes equipamentos. Essas estimativas são usadas pelo laboratório proprietário do equipamento como contribuições de incerteza de medição do processo de calibração. No entanto, a Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (2016) divulgou um documento orientativo onde especifica que os laboratórios que utilizem equipamentos apenas como meio térmico podem realizar estudos próprios a fim de determinar a distribuição e a estabilidade térmica de seus equipamentos. Os resultados encontrados possuem contribuições relevantes quanto a incerteza expandida e a declaração da capacidade de medição do laboratório.

Na busca por um laboratório de metrologia, seja qual for o escopo, deve-se atentar em oferecer termos de confiabilidade da medição. A capacidade de medição é a menor incerteza de medição que um laboratório de calibração pode obter quando realiza calibrações ou medições dentro do escopo de sua acreditação (INMETRO, 2020).

As contribuições de incerteza relacionadas à instabilidade e não homogeneidade térmica de um banho termostático são as principais vertentes que compõe a capacidade de medição de um laboratório do escopo de temperatura.

Tendo em vista a nova possibilidade de estudo próprio dos banhos, a ideia central deste estudo é identificar as contribuições de incerteza de medição

referentes à estabilidade e a homogeneidade térmica de um banho termostático de sal e propor a possibilidade de replicá-lo a outros banhos termostáticos.

2 CONCEITUALIZAÇÃO TEÓRICA

2.1 CARTA DE CONTROLE

Um gráfico de carta de controle é utilizado para analisar como o processo muda com o tempo (AMERICAN SOCIETY FOR QUALITY, s.d.). Segundo Shewhart (1931), um gráfico de carta de controle consiste em 3 linhas paralelas, sendo a primeira dela de cima para baixo o limite superior de controle (LSC), a do meio o valor médio das variáveis (LC) e a última denominada como limite inferior de controle (LIC).

Assim sendo, em uma amostra cuja distribuição normal dos resultados das medições tenha média μ e desvio padrão σ , então os limites de controle são:

$$LSC = \mu + L\sigma \tag{1}$$

$$LC = \mu \tag{2}$$

$$LIC = \mu - L\sigma \tag{3}$$

Onde *L* é a quantidade de unidades de desvios padrão que determinam os *offsets* dos limites de controle em relação a linha central (Oliveira, Granato, Caruso, & Sakuma, 2013).

De acordo com o que diz Shewhart (1931), os limites de controle são definidos por 3σ , ou seja, *L*=3 acima e abaixo da linha média de controle. Sedo assim, um sistema é considerado estável se as variáveis da amostra estiverem dentro dos limites superior e inferior de controle.

2.2 ESTIMATIVA DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO

A utilização de incerteza em medições como um atributo quantificável na área da ciência ou metrologia é considerado novo, tendo em vista a ampla utilização de erros e análise de erro no decorrer do tempo (INMETRO, 2008).

Quando há uma medição de uma determinada grandeza física deve-se sempre indicar algum resultado quantitativo que garanta confiabilidade da medição aos usuários. Diante disto, se faz necessária a apresentação da estimativa de incerteza para uma determinada medição, seguindo procedimentos de fácil aplicação e entendimento para caracterizar a qualidade da medição (INMETRO, 2008).

Ainda, de acordo com o que diz o guia para expressão de incerteza de medição do Inmetro (2008), as estimativas de incerteza de medição se dão basicamente em dois grandes grupos: a incerteza do tipo A e a incerteza do tipo B. A primeira é fundamentada em distribuições de frequência (ou normal), enquanto a segunda é fundamentada em distribuições *a priori*.

2.3 INCERTEZA PADRÃO TIPO A

Uma avaliação de incerteza padrão tipo A se dá quando existem observações suficientes para uma grandeza sob as mesmas condições de medição (INMETRO, ABNT, 1999)

A estimativa de uma grandeza Q é dada pela média aritmética \bar{q} das repetidas medições individuais X_i observadas ao longo do processo.

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^{n} X_i \tag{4}$$

A incerteza padrão para a estimativa \bar{q} em uma distribuição normal é dada pelo desvio padrão experimental σ dividido pela raiz do número de observações. Sendo:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^{n} (X_i - \bar{q})^2}{1 - n}} \tag{5}$$

$$u_{(\bar{q})} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \tag{6}$$

2.4 INCERTEZA PADRÃO TIPO B

A avaliação de incerteza padrão do tipo B é obtida por outros meios que não a análise estatística de repetidas observações (INMETRO, ABNT, 1999). Dentre uma infinidade de possibilidades de contribuições, destacam-se algumas:

- Especificações de fabricante;
- Resolução de instrumentos de medição;
- Histerese de calibração;
- Incerteza da curva de calibração do instrumento de medição

A distribuição retangular é uma descrição razoável para as incertezas padrão tipo B, pois na ausência de qualquer outra informação, é conhecido pelo menos os limites de variabilidade. Entretanto, se é sabido que os valores da grandeza tenham seus limites de variabilidade mais próximas do centro, uma distribuição triangular se faz mais aplicável. A distribuição U, por sua vez, é aplicável quando os limites de variabilidade tendem a se concentrar nos limites (INMETRO, ABNT, 1999).

A distribuição retangular possui média de uma entrada X_i igual a x_i dada por:

$$x_i = \frac{(X_{i-} + X_{i+})}{2} \tag{7}$$

A sua variância é dada por:

$$U^{2}(x_{i}) = \frac{(X_{i+} - X_{i-})^{2}}{12}$$
(8)

Se a diferença entre os limites é igual a $2X_i$, então temos a sua contribuição de incerteza-padrão dada por:

$$U^2(x_i) = \frac{X_i^2}{3}$$
(9)

$$U(x_i) = \frac{X_i}{\sqrt{3}} \tag{10}$$

Em situação análoga, a distribuição triangular tem a sua variância determinada por:

$$U^2(x_i) = \frac{X_i^2}{3}$$
(11)

E a sua contribuição de incerteza padrão dada por:

$$U(x_i) = \frac{X_i}{\sqrt{6}} \tag{12}$$

A distribuição U, embora mencionada em parágrafos anteriores, não se aplica a este estudo e, portanto, não será descriminada nesta etapa.

2.5 FATOR DE ABRANGÊNCIA k E GRAUS DE LIBERDADE EFETIVOS v_{eff}

O fator de abrangência k tem seu valor escolhido baseado no nível de confiança requerido para o intervalo y - U a y + U (INMETRO, 2020). Uma medida adequada de confiança para uma determinada incerteza padrão é seu grau de liberdade efetivo v_{eff} (INMETRO, ABNT, 1999).

A fórmula de Welch-Satterhwaite permite a determinação do grau de liberdade efetivo para uma incerteza padrão de saída:

$$v_{eff} = \frac{u^{4}(y)}{\sum_{i=1}^{n} \frac{u_{i}^{4}(y)}{v_{i}}}$$
(13)

Onde os $u_i(y)$ são as contribuições de incerteza padrão de saída para uma estimativa de entrada x_i e v_i os graus de liberdade efetivo da contribuição da incerteza padrão $u_i(y)$ (INMETRO, ABNT, 1999).

Para uma incerteza padrão tipo A, os graus de liberdade são dados por $v_i = n - 1$. As contribuições de incerteza padrão tipo B, por outro lado, é mais complexo. Entretanto, é prática adotar $v_i \rightarrow \infty$, uma vez que os limites superior e inferior de variabilidade são escolhidos e a probabilidade de a grandeza estar fora destes limites é remota (INMETRO, ABNT, 1999).

Diante disto, há possibilidade de identificar o fator de abrangência k através da determinação dos graus de liberdade efetivos v_{eff} correlacionando-os na tabela 1 baseada na distribuição-t cuja probabilidade de abrangência se dá em 95,45% (INMETRO, ABNT, 1999).

| v_{eff} | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 10 | 20 | 50 | × |
|-----------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| k | 13,97 | 4,53 | 3,31 | 2,87 | 2,65 | 2,52 | 2,43 | 2,37 | 2,28 | 2,13 | 2,05 | 2,00 |

Tabela 1 - Correlação do fator de abrangência k com o grau de liberdade efetivo Veff

Fonte - NIT-DICLA-021 - Expressão de Incerteza de Medição por Laboratórios de Calibração

2.6 INCERTEZA EXPANDIDA

Incerteza expandida U é a medida adicional de incerteza de uma determinada medição. O resultado da medição é convenientemente expresso em $Y = y \pm U$ (INMETRO, ABNT, 1999).

A incerteza padrão combinada $u_c(y)$, como o nome já diz, é a combinação de incertezas padrão de vários mensurados que comporão a incerteza expandida e se dá pela raiz quadrada positiva da variância combinada. Isto é:

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} u^{2}(x_{i})}$$
(14)

Sendo, então, a incerteza expandida dada pela multiplicação do fator de abrangência k pela incerteza padrão combinada $u_c(y)$. Que segue:

$$U = k u_c(y) \tag{15}$$

3 CONCEPÇÃO DO ESTUDO

3.1 O ARTEFATO

O banho termostático estudado é um *Visomes Plus*, modelo VBCS 250, cujo fluido termostático é uma mistura de Nitrato de Sódio e Nitrito de Potássio, que a partir de 180 °C se torna líquido. De acordo com o manual do fabricante, este banho possui uma instabilidade máxima de 0,06 °C e uma não homogeneidade máxima de 0,02 °C quando operando em 200 °C.

3.2 COLETA DE DADOS

Os critérios utilizados na metodologia do estudo de homogeneidade e estabilidade de um banho termostático são definidos por normas nacionais e internacionais, as quais serão a base deste estudo. Embora a quantidade de amostras não seja claramente definida, será adotada uma metodologia por amostragem, para que possa atender todos os critérios necessários para a realização deste estudo.

A metodologia para a medição da estabilidade térmica do banho será a utilização de um sensor de temperatura, posicionado no centro da cuba termostática, para a coleta dos dados térmicos de 30 em 30 segundos por 15 minutos, em seguida a indicação de estabilização através do controlador do próprio banho. Nessa etapa será gerado uma amostra de 30 medições para cada *set point* de temperatura.

Em situação parecida, a medição das temperaturas para determinação da não homogeneidade, por sua vez, será dispor dois sensores em determinados pontos na cuba do banho ao passo que gerem a pior condição de homogeneidade térmica: o distanciamento, axial e radialmente, das faces dos sensores no fluido termostático.

Com a utilização de dois sensores é necessário o ensaio de zeragem deles a fim de descontar o erro proveniente de medição entre eles. Essa deve ser executada em cada *set point* com os sensores posicionados ao fundo e as faces dos sensores mais próximas possível. A coleta dos dados será de 1 em 1 minutos por 5 minutos, gerando uma amostra de 6 medições para cada *set point* de temperatura. Depois, o erro de leitura proveniente de cada sensor deve ser descontado das medições de homogeneidade axial e radial.

A não homogeneidade radial pode ser obtida com o afastamento dos sensores radialmente na cuba e efetuando uma leitura de 1 em 1 minuto por 5 minutos, obtendo uma amostra de 6 medições. A não homogeneidade axial, por outro lado, pode ser obtida com o levantamento de um dos sensores de 15 em 15 cm a partir do fundo e realizando três medidas espaçadas por 1 minuto.

Tendo em vista os métodos citados nos parágrafos acima, se faz necessário, em primeiro lugar, o levantamento de campo realizando-se as medições necessárias das temperaturas que possam abranger todo o *range* de temperatura do banho termostático – neste caso de 180°C a 420°C. As temperaturas mais indicadas para maximização do *range* são o limite inferior, uma temperatura central e o limite superior, a saber: 180°C, 300°C e 420°C.

3.3 A INCERTEZA DE MEDIÇÃO

Após a verificação das temperaturas, tanto de estabilidade como de homogeneidade, os dados devem ser levados para tratativas de identificação de estabilidade em cartas de controle e, uma vez identificada a estabilidade térmica das medições, definir as contribuições de incerteza padrão de medição para cada ponto de temperatura.

Por fim, determinar a incerteza expandida através da multiplicação do fator de abrangência k pela incerteza padrão combinada $u_c(y)$. Sendo a probabilidade de abrangência de aproximadamente 95% para uma distribuição-t. (INMETRO, ABNT, 1999).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ENSAIO DE HOMOGENEIDADE RADIAL

A realização do ensaio de homogeneidade radial carece de utilização de dois sensores de modo que eles estejam com a face separada radialmente dentro da cuba termostática. Como a curva de calibração destes sensores não será levada em consideração como contribuição de incerteza de medição, houve a necessidade de se fazer a zeragem destes sensores para cada s*et point* de modo a eliminar o erro de medição entre eles.

| Tompo | 180 | [°C] | 300 [°C] | | 400 | [°C] |
|-----------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| rempo | Sensor A | Sensor B | Sensor A | Sensor B | Sensor A | Sensor B |
| 00:00:00 | 180,612 | 180,531 | 300,046 | 299,956 | 419,887 | 419,658 |
| 00:01:00 | 180,592 | 180,531 | 300,036 | 299,956 | 419,686 | 419,658 |
| 00:02:00 | 180,620 | 180,521 | 300,036 | 299,966 | 419,858 | 419,615 |
| 00:03:00 | 180,582 | 180,480 | 300,036 | 299,956 | 419,858 | 419,658 |
| 00:04:00 | 180,561 | 180,490 | 300,036 | 299,937 | 419,858 | 419,615 |
| 00:05:00 | 180,597 | 180,511 | 300,041 | 299,948 | 419,863 | 419,663 |
| Média | 180,594 | 180,511 | 300,039 | 299,953 | 419,835 | 419,645 |
| Δζ = médA - médB [°C] | 0,0 |)83 | 0,085 | | 0,191 | |

Tabela 2 – Resultados do ensaio de zeragem dos sensores A e B.

A tabela 2 acima mostra o resultado do ensaio de zeragem dos sensores e estes valores serão utilizados para descontar do erro encontrado no ensaio de não homogeneidade.

O ensaio de homogeneidade radial, depois de descontado o erro de zeragem, é o primeiro erro encontrado como resultado contribuinte em um sistema metrológico de temperatura.

| Tompo | 180 | [°C] | 300 | [°C] | 400 | [°C] | |
|---------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|--|
| rempo | Sensor A | Sensor B | Sensor A | Sensor B | Sensor A | Sensor B | |
| 00:00:00 | 180,582 | 180,551 | 299,818 | 299,652 | 419,599 | 419,369 | |
| 00:01:00 | 180,460 | 180,480 | 299,756 | 299,636 | 419,580 | 419,369 | |
| 00:02:00 | 180,432 | 180,432 | 299,766 | 299,618 | 419,615 | 419,329 | |
| 00:03:00 | 180,401 | 180,432 | 299,766 | 299,662 | 419,679 | 419,329 | |
| 00:04:00 | 180,452 | 180,452 | 299,766 | 299,628 | 419,719 | 419,369 | |
| 00:05:00 | 180,462 | 180,470 | 299,782 | 299,641 | 419,660 | 419,319 | |
| Média | 180,465 | 180,470 | 299,776 | 299,640 | 419,642 | 419,347 | |
| σ [°C] | 0,0617687 | 0,0444331 | 0,0223577 | 0,0159468 | 0,0529981 | 0,0240139 | |
| ∆ε [°C]: | 0,005 | | 0,136 | | 0,295 | | |
| Δρ = Δε–Δζ [° C] : | 0,0 |)79 | 0,051 | | 0,104 | | |

| abela 3 – Resultados | s do | ensaio | de | homogeneidade | radial. |
|----------------------|------|--------|----|---------------|---------|

Fonte: Autoria própria.

Logo, o primeiro erro do sistema metrológico é $|\Delta \rho|$ e aplicando a equação (5) nos resultados das medições, encontramos o desvio padrão de cada amostra, que é a principal contribuição de incerteza padrão.

4.2 ENSAIO DE HOMOGENEIDADE AXIAL

A realização do ensaio de homogeneidade axial não carece de utilização de dois sensores, pois trata-se do deslocamento axial do sensor na cuba termostática.

Os resultados do ensaio de não homogeneidade axial da tabela 4 abaixo são obtidos a partir do módulo da amplitude entre as três medidas da amostra, isto é a diferença entre o valor máximo e o valor mínimo. Ainda, aplicando a equação (5), determinamos o desvio padrão para cada amostra.

| Altura | Leitura | 180 [°C] | 300 [°C] | 420 [°C] |
|-------------------------------|-----------|-----------|-----------|----------|
| | 1 | 180,521 | 300,135 | 419,756 |
| Fundo | 2 | 180,521 | 300,135 | 419,759 |
| | 3 | 180,521 | 300,132 | 419,772 |
| | 1 | 180,546 | 300,065 | 419,724 |
| 15 cm | 2 | 180,546 | 300,065 | 419,722 |
| | 3 | 180,549 | 300,070 | 419,727 |
| | 1 | 180,617 | 300,026 | 419,687 |
| 30 cm | 2 | 180,620 | 300,033 | 419,692 |
| | 3 | 180,617 | 300,026 | 419,700 |
| $ \Delta \alpha = max-min $ | 0,099 | 0,109 | 0,085 | |
| σ [°C] | 0,0435000 | 0,0464004 | 0,0305700 | |

Tabela 4 – Resultados do ensaio de homogeneidade radial.

4.3 ENSAIO DE ESTABILIDADE TÉRMICA

A primeira constatação em relação a estabilidade térmica do banho termostático de sal é a utilização da carta de controle para garantir que os resultados encontrados na amostra estejam dentro dos critérios de estabilidade. Sendo assim, aplicando as equações (1), (2) e (3) nos dados obtidos da tabela 5, obtém-se abaixo a sequência de gráficos 1,2 e 3 de carta de controle em relação a cada s*et point*.



Fonte: Autoria própria.



Fonte: Autoria própria.



Fonte: Autoria própria.

Depois, determina-se o segundo erro do sistema metrológico, causado pela não estabilidade térmica. Tal erro se dá através da amplitude da maior diferença de valores, ou seja, a diferença, em módulo, entre o valor máximo e o valor mínimo. Também, aplicando a equação (5) nos valores da amostra tem-se o desvio padrão para cada *set point*.

| Tempo | 180 °C | 300 °C | 420 °C |
|--|-----------|-----------|-----------|
| 00:00:00 | 180,480 | 301,917 | 419,719 |
| 00:00:30 | 180,500 | 301,958 | 419,708 |
| 00:01:00 | 180,511 | 301,958 | 419,719 |
| 00:01:30 | 180,511 | 301,958 | 419,730 |
| 00:02:00 | 180,521 | 301,958 | 419,738 |
| 00:02:30 | 180,521 | 301,958 | 419,738 |
| 00:03:00 | 180,521 | 301,958 | 419,748 |
| 00:03:30 | 180,521 | 301,958 | 419,748 |
| 00:04:00 | 180,521 | 301,966 | 419,759 |
| 00:04:30 | 180,521 | 301,958 | 419,759 |
| 00:05:00 | 180,521 | 301,966 | 419,759 |
| 00:05:30 | 180,521 | 301,958 | 419,759 |
| 00:06:00 | 180,531 | 301,966 | 419,759 |
| 00:06:30 | 180,531 | 301,966 | 419,759 |
| 00:07:00 | 180,521 | 301,966 | 419,759 |
| 00:07:30 | 180,531 | 301,966 | 419,748 |
| 00:08:00 | 180,521 | 301,958 | 419,748 |
| 00:08:30 | 180,531 | 301,966 | 419,748 |
| 00:09:00 | 180,521 | 301,966 | 419,748 |
| 00:09:30 | 180,521 | 301,966 | 419,738 |
| 00:10:00 | 180,521 | 301,966 | 419,738 |
| 00:10:30 | 180,521 | 301,958 | 419,738 |
| 00:11:00 | 180,521 | 301,966 | 419,719 |
| 00:11:30 | 180,531 | 301,966 | 419,719 |
| 00:12:00 | 180,521 | 301,966 | 419,719 |
| 00:12:30 | 180,531 | 301,977 | 419,719 |
| 00:13:00 | 180,521 | 301,977 | 419,730 |
| 00:13:30 | 180,521 | 301,977 | 419,730 |
| 00:14:00 | 180,521 | 301,977 | 419,730 |
| 00:14:30 | 180,521 | 301,977 | 419,738 |
| $ \Delta \varepsilon = max-min [°C]:$ | 0,051 | 0,060 | 0,051 |
| σ [°C] | 0,0100101 | 0,0109637 | 0,0155108 |

Tabela 5 – Resultados do ensaio de homogeneidade radial.

4.4 CÁLCULO DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO

Para cada *set point,* houve um ensaio de estabilidade e homogeneidade axial e radial. Então, haverá uma estimativa de incerteza de medição para cada ensaio produzido em cada *set point.*

Como o sistema metrológico é relativamente pequeno, as contribuições de incerteza em cada um dos ensaios são de resolução dos indicadores dos sensores de temperatura e a dispersão dos valores encontrados em cada amostra.

Abaixo segue a sequência de tabelas, onde utilizando a equação (13) e a tabela 1, conforme mencionada no item 2.5 deste artigo, quanto a correlação do fator k, obtém-se as incertezas devidamente estimadas, que são mostradas das tabelas de 6 até 14.

| Contribuição | Тіро | x_i | x _i Distribu Probab | | Divisor | $U(x_i)$ | <i>v</i> _i |
|--------------------|---------|--------------------|-----------------------------------|-----------------|------------|-------------|-----------------------|
| σ (SENSOR A) | А | 0,061768654 | No | ormal | $\sqrt{6}$ | 0,025216948 | 5 |
| σ (SENSOR B) | А | 0,044433096 | Normal | | $\sqrt{6}$ | 0,018139735 | 5 |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| Resolução sensor B | В | 0,001 | Reta | Ingular | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| $u_c(y) =$ | = 0,031 | 066237 °C | | Veff = 9 | | | |
| U = 0 | 0,0720 | 67751 °C | | <i>k</i> = 2,32 | | | |
| Incerteza expand | dida pa | ra um nível de cor | 95% | <i>U</i> = | 0,072 °C | | |

Tabela 6 – Cálculo de incerteza de medição do ensaio de homogeneidade radial à 180°C.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 7 - Cálculo de incerteza de medição do ensaio de homogeneidade radial à 300°C

| Contribuição | Тіро | x_i | x _i Distribut Probabi | | Divisor | $U(x_i)$ | Vi |
|--------------------|----------|--------------------|-------------------------------------|-----------------|------------|-------------|----------|
| σ (SENSOR A) | Α | 0,022357698 | No | ormal | $\sqrt{6}$ | 0,009127492 | 5 |
| σ (SENSOR B) | Α | 0,015946787 | Normal | | $\sqrt{6}$ | 0,006510248 | 5 |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| Resolução sensor B | В | 0,001 | Reta | ngular | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| $u_c(y) =$ | = 0,011 | 218784 °C | | <i>Veff</i> = 9 | | | |
| U = | 25441 °C | | <i>k</i> = 2,32 | | | | |
| Incerteza expand | lida pa | ra um nível de cor | 95% | <i>U</i> = | 0,026 °C | | |

Fonte: Autoria própria.

Tabela 8 – Cálculo de incerteza de medição do ensaio de homogeneidade radial à 420°C.

| Contribuição | Тіро | \boldsymbol{x}_i | Distribuição de Probabilidade | | Divisor | $U(x_i)$ | Vi |
|--------------------|----------|--------------------|----------------------------------|-----------------|------------|-------------|----------|
| σ (SENSOR A) | Α | 0,052998113 | Normal | | $\sqrt{6}$ | 0,021636389 | 5 |
| σ (SENSOR B) | Α | 0,024013885 | Normal | | √6 | 0,009803627 | 5 |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| Resolução sensor B | В | 0,001 | Reta | Ingular | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| $u_c(y) =$ | = 0,023 | 757338 °C | | <i>Veff</i> = 6 | | | |
| U = 0 | 86015 °C | <i>k</i> = 2,52 | | | | | |
| Incerteza expand | lida pa | ra um nível de cor | fiança = | 95% | <i>U</i> = | 0,060 °C | |

Fonte: Autoria própria.

| Contribuição | Тіро | x_i | Distribuição de Probabilidade | | Divisor | $U(x_i)$ | v _i |
|--------------------|----------|--------------------|----------------------------------|-----------------|----------|-------------|----------------|
| σ (SENSOR A) | А | 0,0435 | Normal | | 3 | 0,0145 | 8 |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| $u_c(y) =$ | = 0,014 | 502873 °C | | <i>Veff</i> = 8 | | | |
| <i>U</i> = | 19882 °C | | | k = 2,37 | | | |
| Incerteza expand | dida pa | ra um nível de cor | 95% | U = | 0,034 °C | | |

Tabela 9 – Cálculo de incerteza de medição do ensaio de homogeneidade axial à 180°C.

Tabela 10 – Cálculo de incerteza de medição do ensaio de homogeneidade axial à 300°C.

| Тіро | x_i | Distribuição de Probabilidade | | Divisor | $U(x_i)$ | Vi | |
|---------|---|---|---|---|--|--|--|
| Α | 0,046400431 | No | ormal | 3 | 0,01546681 | 8 | |
| В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito | |
| = 0,015 | 469504 °C | <i>Veff</i> = 8 | | | | | |
| 0,0366 | 07336 °C | | | k = 2,37 | | | |
| lida pa | ra um nível de cor | 95% | U = | 0,037 °C | | | |
| | Tipo A B - 0,015 0,0366 lida pa | Tipo xi A 0,046400431 B 0,001 • 0,015469504 °C 0,036607336 °C Dida para um nível de cor 0 | Tipo x_i Distrib ProbaA0,046400431NoB0,001Reta c 0,015469504 °C0,036607336 °CD,036607336 °CIida para um nível de confiança = | Tipo x_i Distribuição de ProbabilidadeA0,046400431NormalB0,001Retangular c 0,015469504 °C0,036607336 °CD,036607336 °CIida para um nível de confiança = 95% | Tipo x_i Distribuição de ProbabilidadeDivisorA0,046400431Normal3B0,001Retangular $2\sqrt{6}$ $0,015469504 \ ^{\circ}C$ Veff $0,036607336 \ ^{\circ}C$ $k = 2$ Iida para um nível de confiança = 95% $U =$ | Tipo x_i Distribuição de Probabilidade Divisor $U(x_i)$ A 0,046400431 Normal 3 0,01546681 B 0,001 Retangular $2\sqrt{6}$ 0,000288675 c 0,015469504 °C Veff = 8 0,036607336 °C $k = 2,37$ lida para um nível de confiança = 95% $U =$ 0,037 °C | |

Fonte: Autoria própria.

| Tabela 11 – Cálculo | de incerteza | de medição d | lo ensaio de homoge | eneidade axial à 420°C. |
|---------------------|--------------|--------------|---------------------|-------------------------|
| | | <u>ر</u> | | |

| Contribuição | Тіро | Xi | Distribuição de Probabilidade | | Divisor | $U(x_i)$ | Vi |
|--|------|-------------|----------------------------------|-----------------|------------|-------------|----------|
| σ (SENSOR A) | А | 0,030570047 | Normal | | 3 | 0,010190016 | 8 |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| $u_c(y) = 0,010194104 \ ^{\circ}\mathrm{C}$ | | | | <i>Veff</i> = 8 | | | |
| <i>U</i> = 0,024123526 °C | | | | | k = 2 | 2,37 | |
| Incerteza expandida para um nível de confiança = | | | | 95% | <i>U</i> = | 0,024 °C | |

Fonte: Autoria própria.

| Tabela 12 - Cálculo de incerteza d | de medição do | o ensaio de estab | ilidade à 180°C. |
|------------------------------------|---------------|-------------------|------------------|
|------------------------------------|---------------|-------------------|------------------|

| Contribuição | Тіро | x_i | Distribuição de Probabilidade | | Divisor | $U(x_i)$ | <i>v</i> _i |
|--|------|------------|----------------------------------|------------------|-------------|-------------|-----------------------|
| σ (SENSOR A) | Α | 0,01001011 | Normal | | $\sqrt{30}$ | 0,001827588 | 29 |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito |
| $u_c(y) = 0,001850246 \ ^\circ C$ | | | | <i>Veff</i> = 30 | | | |
| <i>U</i> = 0,00386118 °C | | | | | k = 2 | 2,09 | |
| Incerteza expandida para um nível de confiança = | | | | 95% | U = | 0,0039 °C | |

Fonte: Autoria própria.

| Contribuição | Тіро | x_i | Distribuição de Probabilidade | | Divisor | $U(x_i)$ | Vi | |
|--|------|-------------|----------------------------------|------------------|-------------|-------------|----------|--|
| σ (SENSOR A) | Α | 0,010963681 | Normal | | $\sqrt{30}$ | 0,002001685 | 29 | |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito | |
| $u_c(y) = 0,002022394 \ ^{\circ}\text{C}$ | | | | <i>Veff</i> = 30 | | | | |
| <i>U</i> = 0,004220427 °C | | | | | k = 2 | 2,09 | | |
| Incerteza expandida para um nível de confiança = | | | | 95% | <i>U</i> = | 0,0042 °C | | |

Tabela 13 – Cálculo de incerteza de medição do ensaio de estabilidade à 300°C.

Tabela 14 – Cálculo de incerteza de medição do ensaio de estabilidade à 420°C.

| Contribuição | Тіро | x_i | Distribuição de Probabilidade | | Divisor | $U(x_i)$ | Vi | |
|--|------|-------------|----------------------------------|------------------|-------------|-------------|----------|--|
| σ (SENSOR A) | А | 0,015510805 | Normal | | $\sqrt{30}$ | 0,002831873 | 29 | |
| Resolução sensor A | В | 0,001 | Retangular | | 2√6 | 0,000288675 | infinito | |
| $u_c(y) = 0,002846548 \ ^\circ C$ | | | | <i>Veff</i> = 29 | | | | |
| <i>U</i> = 0,005949203 °C | | | | | k = 2 | 2,09 | | |
| Incerteza expandida para um nível de confiança = | | | | 95% | U = | 0,0059 °C | | |

Fonte: Autoria própria.

Os resultados encontrados nas tabelas de 6 a 14, nos fornecem contribuições de instabilidade e não homogeneidade axial e radial, além das incertezas geradas na determinação destes erros.

A tabela 15 abaixo, mostra os resultados compilados e os valores apresentados devem ser levados em consideração quando o banho termostático deste estudo esteja em uso em um sistema metrológico de temperatura.

| | 180°C | 300°C | 420°C |
|---|--------|--------|--------|
| Não Homogeneidade Axial [°C] | 0,099 | 0,109 | 0,085 |
| Incerteza Ensaio de Homogeneidade Axial [°C] | 0,034 | 0,037 | 0,024 |
| Não Homogeneidade Radial [°C] | 0,079 | 0,051 | 0,104 |
| Incerteza Ensaio de Homogeneidade Radial [°C] | 0,072 | 0,026 | 0,060 |
| Instabilidade Térmica [°C] | 0,051 | 0,060 | 0,051 |
| Incerteza Ensaio de Estabilidade Térmica [°C] | 0,0039 | 0,0042 | 0,0059 |
| Fonte: Autoria própria. | | | |

Tabela 15 – Resultado final: erros e incerteza expandida dos ensaios.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os dados enviados pelo fabricante para a instabilidade e não homogeneidade máxima do banho são de 0,06°C e 0,02°C em um *set point* de 200°C e os dados obtidos neste estudo podem ser verificados na tabela 15. Os resultados do ensaio de estabilidade foram completamente convergentes e esperados, uma vez que este ensaio envolve um sistema de medição muito mais simples e com pouca interferência externa.

Entretanto, os resultados obtidos nos ensaios de homogeneidade são um pouco divergentes do que foi estabelecido pelo fabricante e citado no parágrafo acima, sendo valores bem próximos, o que torna o processo de investigação da causa do desvio um pouco mais abrangente, no qual não será abordado neste estudo.

Embora desconhecidas, algumas possíveis causas podem ser pontuadas a fim de uma indagação futura, sendo elas o banho de sal já utilizado diversas vezes reduzindo seu rendimento, sensores utilizados neste estudo podem estar com um desvio não notado no ensaio de zeragem, frequente manuseio do sistema de medição para reposicionamento dos sensores dentro da cuba, entre outros.

A parte central deste estudo foi identificar a melhor capacidade de medição tendo em vista o sistema metrológico montado para este caso. Desta forma, atingiuse valores esperados e completamente satisfatórios para o propósito do laboratório – calibrações de instrumentos industriais, como foi evidenciado na tabela 15

Por fim, havia a necessidade de explorar a nova possibilidade de estudar outros banhos termostáticos a fim de otimizar o processo identificação da melhor capacidade de medição e reduzir os custos com laboratórios de terceira parte. Mesmo com resultados divergentes, porém muito próximos, confirmou-se que o estudo de homogeneidade e estabilidade térmica tem eficácia e pode ser aplicado a outros equipamentos, desde que respeitados os métodos adequados.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR QUALITY. *Control Chart - Statistical Processes*. Disponível em: https://asq.org/quality-resources/control-chart. Acesso em: 12 nov. 2021.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA - INMETRO. **DOQ-CGCRE-032** – Versão Brasileira do Documento EURAMET CG-13 – versão 3.0 – Calibração de Calibradores de Temperatura com Bloco. Rio de Janeiro, 2016.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA - INMETRO. **NIT-DICLA-021** – Expressão de Incerteza de Medição por Laboratórios de Calibração. Rio de Janeiro, 2020.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA - INMETRO. **Guia para Expressão de Incerteza de Medição** – Rio de Janeiro, 2008.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA – INMETRO; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Versão Brasileira do Documento de Referência EA-4/02** – Expressão da Incerteza de Medição na Calibração. Rio de Janeiro, 1999.

OLIVEIRA, Camila Cardoso de *et al.* Manual para elaboração de cartas de controle para monitoramento de processos de medição quantitativos em laboratório de ensaio. São Paulo, 2013.

SHEWHART, Walter Andrew. **Economic Control of Quality of Manufactured Product.** Nova lorque, 1931.