



LABORATÓRIO NACIONAL
DE ENGENHARIA CIVIL

CENTRO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA
Núcleo de Qualidade Metrológica

Proc. 1104/11/17804

PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO DE DILATÓMETROS DIFERENCIAIS

Estudo realizado no âmbito do Projeto de Investigação
“Desenvolvimento da Qualidade Metrológica de
Instrumentação Científica Aplicada em Engenharia Civil”

Lisboa • Janeiro de 2012

I&D INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO 1/2012 – NQM

Procedimento de Calibração de Dilatómetros Diferenciais

Resumo

O presente relatório apresenta um procedimento de calibração de dilatómetros diferenciais desenvolvido no Centro de Instrumentação Científica do LNEC e realizado pelo Laboratório Central de Apoio Metrológico (LCAM/LNEC) nas instalações do cliente. Este tipo de equipamento de medição é aplicado em ensaios de materiais visando a determinação do respetivo coeficiente de dilatação térmica.

Calibration Procedure of Differential Dilatometers

Abstract

This report presents a calibration procedure of differential dilatometers developed at LNEC's Scientific Instrumentation Centre and performed by the Central Laboratory for Metrological Support (LCAM/LNEC) at the customer's facilities. This measuring equipment is applied on material testing aiming the determination of its thermal expansion coefficient.

Procédure d'Étalonnage des Dilatomètres Différentiels

Résumé

Ce rapport présente une procédure pour l'étalonnage des dilatomètres différentiels développée au Centre d'Instrumentation Scientifique du LNEC et réalisée par le Laboratoire Central de Soutien Métrologique (LCAM/LNEC) chez le client. Ce type d'équipement de mesure est utilisé dans les tests de détermination du coefficient de dilatation thermique des matériaux.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO	1
2. CONTEÚDO DO RELATÓRIO	3
Anexo 1 Procedimento de Calibração de Dilatómetros Diferenciais	5

PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO DE DILATÓMETROS DIFERENCIAIS

1 INTRODUÇÃO

No âmbito do processo “Desenvolvimento da Qualidade Metrológica de Instrumentação Científica Aplicada em Engenharia Civil”, o Núcleo de Qualidade Metrológica (NQM) do Centro de Instrumentação Científica tem promovido, entre outros estudos, a elaboração de procedimentos aplicáveis à calibração de instrumentos de medição e ao ensaio metrológico de equipamentos laboratoriais.

Esta atividade foi inicialmente orientada para a satisfação das necessidades do Laboratório Central de Apoio Metrológico (LCAM/LNEC), inserido no NQM, dos laboratórios de ensaio acreditados do LNEC e, ainda, de clientes externos ao LNEC. No entanto, a vocação natural de serviço transversal do NQM tem conduzido a uma crescente solicitação deste tipo de atividade por parte de outros setores do LNEC bem como de entidades externas que desenvolvem ações fora do ambiente laboratorial comum, nomeadamente, realizando a medição e monitorização de grandezas em ambiente industrial e em ensaios de campo.

No presente caso, trata-se da calibração de um equipamento cuja importância decorre do facto de ser utilizado frequentemente como referência em laboratórios de ensaios de materiais, sendo aplicado em ensaios de determinação do coeficiente de expansão térmica de materiais. A rastreabilidade é estabelecida com base em padrões de referência dimensionais (designadamente, coleções de blocos-padrão) e padrões de referência de temperatura (termómetros de resistência de platina ou termopares, consoante os intervalos de medição aplicáveis).

Os procedimentos de calibração e ensaio metrológico desenvolvidos no NQM são, regra geral, baseados em normas portuguesas ou, na ausência destas, em normas estrangeiras ou internacionais. No presente caso, porém, dada a inexistência de normas aplicáveis, o LCAM/LNEC desenvolveu um procedimento interno suportado numa caracterização metrológica do equipamento em causa que assegura a qualidade da sua função, considerada crítica para assegurar o bom desempenho instrumental, na identificação dos padrões de

referência apropriados, na seleção dos métodos de ensaio adequados à avaliação do nível de exatidão da escala e na descrição detalhada das etapas do procedimento de calibração.

Num contexto mais amplo refira-se que o procedimento que é objeto do presente relatório faz parte do acervo de mais de 60 procedimentos de calibração e de ensaio metrológico desenvolvidos pelo NQM, os quais contêm indicações pormenorizadas dos diferentes aspetos que suportam os serviços prestados pelo LCAM/LNEC constituindo uma parte importante do Sistema de Gestão (da Qualidade) deste laboratório, que se encontra acreditado desde 1994.

A publicação deste tipo de documentos resulta da necessidade de consolidação e disseminação de conhecimento associado à introdução de novos procedimentos (situação que ocorre neste caso), bem como, da necessidade de introdução de revisões periódicas dos documentos previamente editados, ditada quer pela evolução dos processos operativos e das capacidades técnicas quer pela adoção de requisitos mais exigentes.

Esta iniciativa serve também para divulgar informação relevante e atualizada, ainda que de uma forma reservada, aos clientes do LCAM/LNEC, que assim poderão interpretar melhor os resultados das calibrações ou dos ensaios metrológicos realizados e apresentados nos certificados emitidos pelo LCAM/LNEC.

2 CONTEÚDO DO RELATÓRIO

No presente relatório é divulgado, em Anexo, o Procedimento E0230 designado por “Procedimento de Calibração de Dilatómetros Diferenciais”, o qual foi elaborado com base num procedimento interno visando efetuar a avaliação de um conjunto de requisitos metrológicos que pretendem assegurar a qualidade das medições neste equipamento de medição laboratorial.

O procedimento de calibração é constituído por cinco seções que incluem:

- a avaliação do nível de exatidão da escala de medição dimensional;
- a avaliação do nível de exatidão da escala de medição de temperatura;
- a avaliação da repetibilidade do ensaio;
- o método de avaliação das incertezas de medição tendo em conta as contribuições associadas aos padrões de referência, ao equipamento a ensaiar, ao método de calibração e à influência do operador (quando aplicável);
- e o conteúdo informativo do certificado de calibração.

A concretização destes ensaios é efetuada pelo LCAM/LNEC nas instalações do cliente, com recurso a padrões de referência deste laboratório, rastreados aos padrões primários das grandezas comprimento e temperatura.

LNEC, Lisboa, Janeiro de 2012

VISTOS

O Diretor do CIC,




Carlos Oliveira Costa

AUTORIA



Álvaro Silva Ribeiro

Lic.º em Física Tecnológica, Doutor
Investigador Auxiliar, Chefe do NQM



Luís Filipe Lages Martins

Lic.º em Engenharia Mecânica
Bolsheiro de Doutoramento

ANEXO 1

Procedimento de Calibração de Dilatómetros Diferenciais



Laboratório Nacional de Engenharia Civil
Centro de Instrumentação Científica
Laboratório Central de Apoio Metrológico



Procedimento LCAM/LNEC E0320 – V.01

Dilatómetro Diferencial

INDICE

1 - ÂMBITO E EQUIPAMENTO DE REFERÊNCIA	3
2 - PRINCÍPIOS DE MEDIÇÃO	3
3 - MÉTODOS DE CALIBRAÇÃO	4
4 - PROCEDIMENTOS DE CALIBRAÇÃO	4
4.1 - Introdução	4
4.2 - Capacidade do LCAM/LNEC para Calibrar um Dilatômetro Diferencial ...	4
4.3 - Preparação da Calibração da Cadeia de Medição de Comprimento	5
4.4 - Procedimento de Calibração da Cadeia de Medição de Comprimento	7
4.5 - Procedimento de Calibração da Cadeia de Medição de Temperatura	9
4.6 - Determinação das Incertezas de Medição	11
4.7 - Certificado de Calibração	11
5 - DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA	11

1 – ÂMBITO E EQUIPAMENTO DE REFERÊNCIA

O Laboratório Central de Apoio Metrológico do LNEC (LCAM/LNEC) realiza a calibração de dilatómetro diferencial *in situ*, de forma a avaliar a sua conformidade relativamente aos requisitos metrológicos expostos nas suas especificações de ensaio.

Este documento descreve os princípios, os métodos e os procedimentos associados à calibração das grandezas mensuráveis comprimento e temperatura que permitem obter a grandeza coeficiente de dilatação térmica linear de materiais cerâmicos. Os valores obtidos permitem efectuar uma avaliação, pelo cliente, da adequação deste equipamento de ensaio à utilização pretendida.

Para realizar o ensaio de calibração referido, o LCAM/LNEC dispõe do seguinte equipamento de referência para as diversas grandezas de interesse (rastreado aos respectivos padrões primários):

- grandeza comprimento: *coleções de blocos-padrão de grau 0;*
- grandeza temperatura: *termómetros de resistência de platina com ponte de medida dedicada, usando o forno incorporado no dilatómetro como meio de geração passiva da temperatura de ensaio.*

2 - PRINCÍPIOS DE MEDIÇÃO

O princípio de medição associado à grandeza comprimento consiste na determinação da dilatação linear de um material cerâmico mediante o contacto com uma sonda de extensão de vidro que transmite directamente o deslocamento linear ao núcleo móvel de um transdutor de deslocamento do tipo LVDT (Linear Variable Displacement Transducer) - e condicionador ligados a uma placa de aquisição de um computador. Neste último elemento dispõe-se de uma aplicação computacional que, com base no sinal eléctrico recebido, o converte no respectivo valor de deslocamento linear.

O princípio de medição associado à grandeza temperatura é suportado na utilização de um termopar associado a uma placa de aquisição de um computador recorrendo-se, igualmente, à mesma aplicação computacional referida anteriormente. O ensaio ocorre no interior de um tubo porta-amostras de vidro onde se coloca o provete a ensaiar, sendo o conjunto instalado no interior de um forno com regulação térmica que permite atingir temperaturas até cerca de 90 °C.

3 - MÉTODOS DE CALIBRAÇÃO

O método de calibração do transdutor de deslocamento LVDT e da restante cadeia de medição linear de comprimento de que é parte constituinte, consiste na colocação de um bloco-padrão que simula a dimensão inicial dos provetes (no caso de 100 mm) em contacto com a sonda de extensão de vidro ligada ao núcleo do LVDT de modo a realizar o “zero” do ensaio. Em seguida, associam-se ao bloco-padrão inicial, sucessivamente, blocos-padrão cujas dimensões são estabelecidas previamente, de modo a se proceder à avaliação do comportamento da parte positiva da escala do transdutor de deslocamento (de interesse no contexto da aplicação dos ensaios realizados com o dilatómetro diferencial), até se atingir o valor limite de 2,5 mm.

O método de calibração em temperatura consiste no estabelecimento de uma sequência de rampas de aquecimento seguidas de períodos de estabilização térmica, de acordo com a especificação técnica associada à realização de ensaios usando o dilatómetro. Procede-se, então, à comparação entre os resultados obtidos com aquisição pelo termopar e aplicação computacional dedicada do dilatómetro e os valores de referência obtidos recorrendo a dois termómetros de resistência de platina e ponte dedicada.

4 - PROCEDIMENTOS DE CALIBRAÇÃO

4.1 - Introdução

Apresenta-se, em seguida, o procedimento elaborado pelo LCAM/LNEC para calibração de um dilatómetro diferencial.

4.2 - Capacidade do LCAM/LNEC para Calibrar um Dilatómetro Diferencial

Quando solicitado para efectuar a calibração de um dilatómetro diferencial, o LCAM/LNEC avaliará a sua capacidade para efectuar esta operação tendo em conta as dimensões do equipamento em causa, as mensurandas e os níveis de exactidão requeridos. Relativamente a este último ponto, a realização da referida calibração poderá efectuar-se se os níveis de exactidão requeridos pelo cliente não ultrapassarem uma melhor resolução de 0,001 mm na medição do comprimento e de 0,1 °C na medição da temperatura.

4.3 - Preparação da Calibração da Cadeia de Medição de Comprimento

Remover o painel de protecção do LVDT (*vide* Figura 1) e verificar as ligações mecânicas entre os vários elementos, nomeadamente, a ligação entre a sonda de vidro e o núcleo do LVDT, a ligação da cabeça micrométrica à fixação do LVDT e o movimento do núcleo relativamente ao corpo do LVDT. Verificar se existem impurezas que possam afectar as ligações e, dessa forma, influenciar a medição.

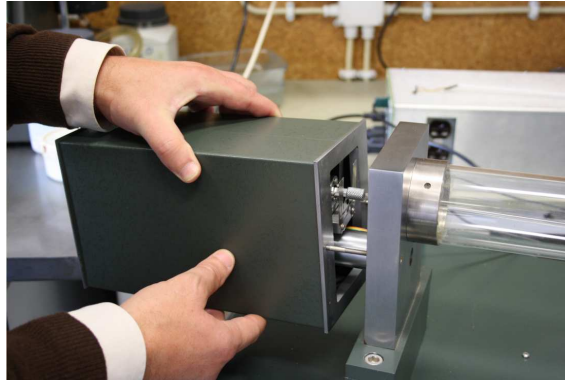


Figura 1 – Remoção do bloco de protecção dos sistemas de medição do dilatómetro

Afastar o forno do tubo porta-amostras de modo a permitir o acesso ao interior deste, conforme ilustrado na Figura 2.

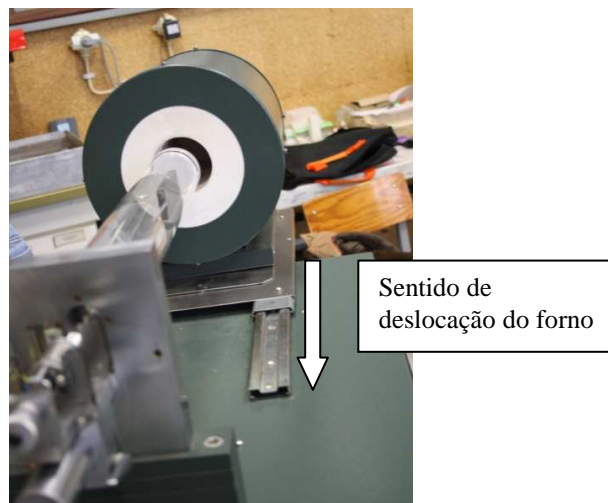


Figura 2 – Afastamento do forno relativamente ao tubo porta-amostras do dilatómetro

Iniciar a aplicação computacional de aquisição e apresentação de dados e verificar que a deslocação linear imposta, manualmente ou por acção da cabeça micrométrica, se reflecte nos resultados exibidos na interface computacional (*vide* Figura 3).

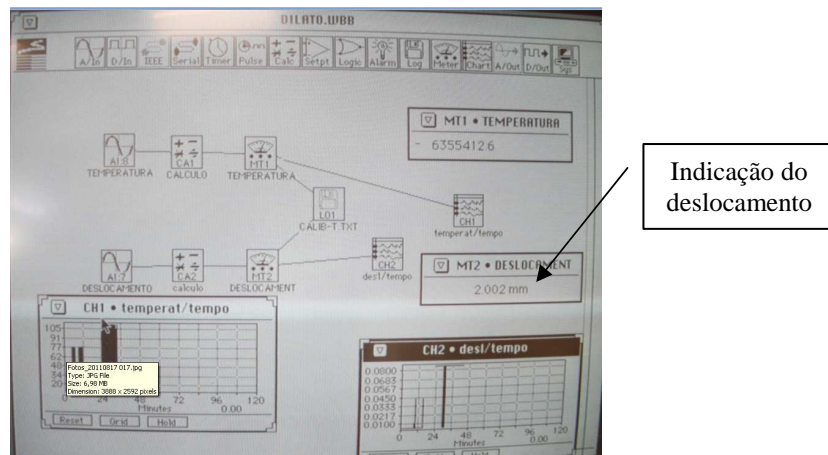


Figura 3 – Interface da aplicação computacional com indicação de deslocamento linear

Iniciar a medição das condições ambientais e promover a avaliação das mesmas ao longo da realização do ensaio.

Deslocar o corpo do LVDT na direcção paralela ao seu eixo, no sentido indicado na Figura 4, de forma a ajustar a posição de contacto da sonda de vidro para uma distância de cerca de 100 mm da extremidade do tubo porta-amostras (correspondente à posição do zero no ensaio). Efectuar a fixação do corpo móvel ao eixo do dilatómetro usando o manípulo lateral que se mostra na Figura seguinte.

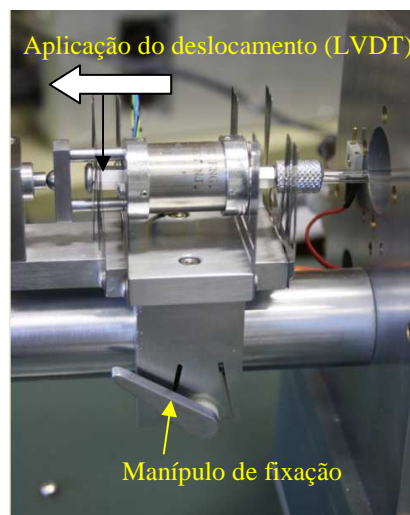


Figura 4 – Zona de aplicação do deslocamento do LVDT e manípulo de fixação do corpo

Efectuar, se necessário, a limpeza das superfícies de contacto entre os blocos-padrão e as paredes interiores do tubo porta-amostras.

4.4 – Procedimento de Calibração da Cadeia de Medição de Comprimento

A calibração do sistema de medição de deslocamento linear consta de um conjunto de operações enumerado em seguida:

- a. *deslocar o corpo de suporte do LVDT ao longo do eixo de modo que este, na sua posição central (equivalente ao zero do LVDT), desloque a ponta de contacto da vareta de contacto ligada ao núcleo do LVDT para uma posição em que o afastamento desta ponta relativamente à extremidade do tubo de vidro onde se realiza o ensaio de cerca de 100 mm;*
- b. *colocar um bloco-padrão de 100 mm entre a extremidade do tubo porta-amostras e a ponta da sonda de contacto deslocando, se necessário, o bloco de apoio do LVDT e fixar o bloco ao eixo nessa posição usando o manípulo de fixação exibido na Figura 4;*
- c. *efectuar o ajustamento da posição de zero do LVDT num valor determinado exibido na indicação de deslocamento da aplicação computacional (vide Figura 3), usando a cabeça micrométrica que se observa na figura seguinte;*

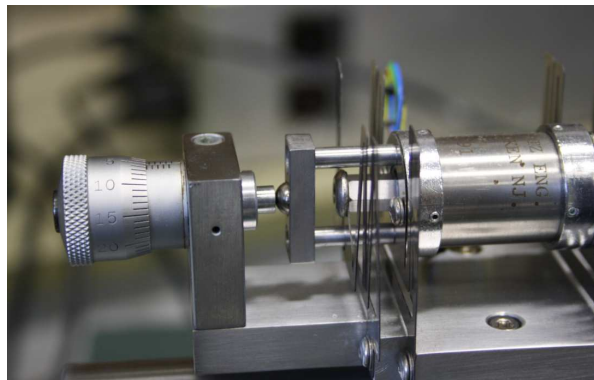


Figura 5 – Cabeça micrométrica de ajustamento da posição de zero do LVDT

- d. *seleccionar um conjunto de blocos-padrão que permitam realizar os patamares de calibração de 1,010 mm – 1,020 mm – 1,050 mm – 1,100 mm – 1,200 mm – 1,500 mm – 1,800 mm – 2,000 mm – 2,200 mm – 2,500 mm (dever-se-ão usar, preferencialmente, blocos-padrão que realizem individualmente estes partamares ou, na sua impossibilidade, que se utilize o menor conjunto possível de blocos-padrão);*
- e. *colocar um bloco-padrão de 100 mm em contacto com a sonda de contacto conforme se apresenta na Figura 6;*

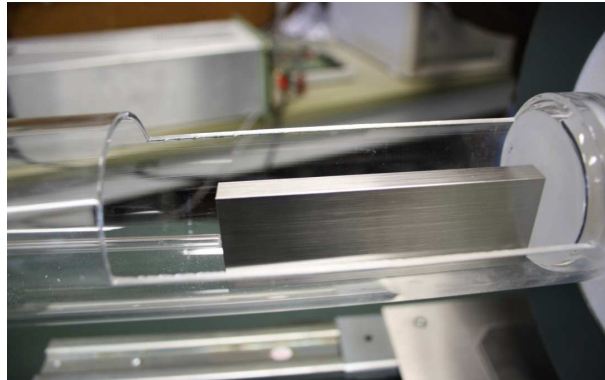


Figura 6 – Encosto da ponta de contacto da sonda com a superfície do bloco-padrão de 100 mm

- f. anotar a indicação correspondente ao valor de zero do LVDT (usando apenas o bloco-padrão de 100 mm);
- g. colocar o bloco-padrão correspondente a 1,010 mm entre a extremidade do bloco-padrão de 100 mm e a sonda de contacto, conforme ilustrado na Figura 7, e anotar o resultado obtido;

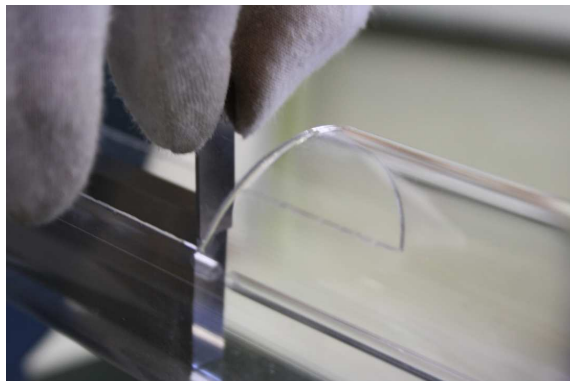


Figura 7 – Introdução de um bloco-padrão adicional entre o bloco-padrão de 100 mm e a ponta de contacto da sonda

- h. retirar o bloco-padrão adicional;
- i. repetir o procedimento descrito de f. a h. quatro vezes;
- j. repetir o processo descrito de f. a i. utilizando os restantes blocos-padrão ou combinações de blocos-padrão, realizando todos os patamares descritos em d.

4.5 – Procedimento de Calibração da Cadeia de Medição de Temperatura

- a. *Retirar o corpo de suporte do sistema de medição de comprimento do eixo do dilatômetro;*
- b. *seleccionar dois termómetros de resistência de platina e ponte de medição dedicada e introduzir os cabos pela abertura do tubo porta-amostras conforme exposto na Figura 8;*

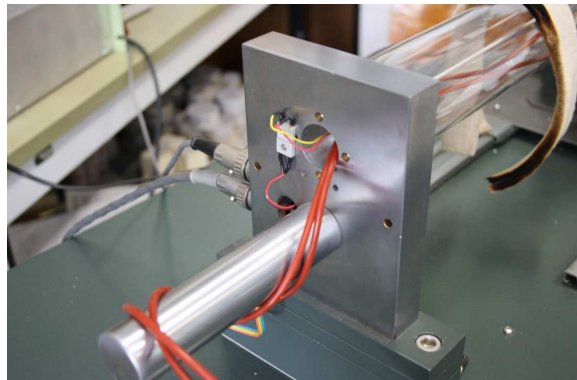


Figura 8 – Introdução dos cabos dos termómetros de resistência de platina no tubo porta-amostras do dilatômetro

- c. *instalar as extremidades dos sensores de temperatura de referência na proximidade do termopar do dilatômetro conforme se apresenta na Figura 9;*

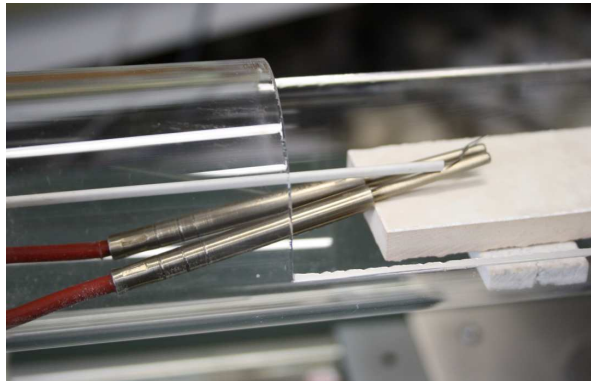


Figura 9 – Instalação dos sensores de temperatura de referência junto do termopar do dilatômetro

- d. *efectuar as ligações dos termómetros de resistência de platina à ponte de medida dedicada, verificando se as indicações dos dois termómetros são equivalentes e próximas da temperatura ambiente;*

Dilatómetro Diferencial

- e. introduzir o tubo porta-amostras do dilatómetro no interior do forno e proteger a superfície de interface entre ambos usando uma película de material isolante térmico apropriado (vide Figura 10), de modo a minimizar transferências indesejáveis de calor pela camada de ar intermédia;

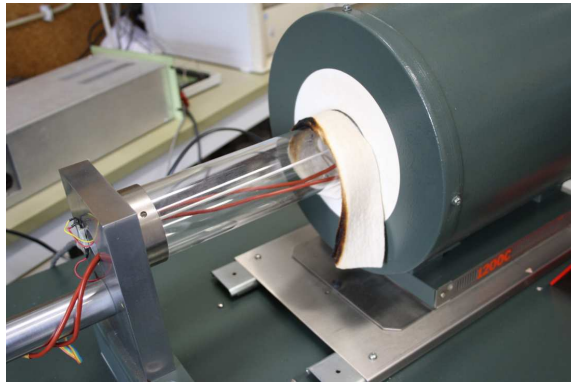


Figura 10 – Introdução do tubo porta-amostras com os sensores de medição de temperatura no forno do dilatómetro

- f. efectuar a programação dos ciclos de subida e de patamar de temperatura, de acordo com o seguinte esquema¹: patamares de temperatura compreendidos entre 30 °C e 70 °C, incluindo 40 °C, 50 °C e 60 °C; sequência individual de subida e de patamar com duração total de 30 minutos, sendo a duração da rampa de aquecimento próxima de 5 minutos; programação de período de aquisição de 1 minuto;
- g. promover o arrefecimento do sistema para a temperatura ambiente previamente à remoção do tubo porta-amostras do forno do dilatómetro e dos sensores de temperatura do interior do mesmo;
- h. verificar a qualidade dos resultados obtidos, nomeadamente no que se refere à aproximação entre os valores de referência da temperatura e a adequação dos patamares de temperatura obtidos em cada patamar de ensaio.

4.6 – Determinação das Incertezas de Medição

A incerteza de medição expandida apresentada, quer relativamente ao ensaio de calibração de comprimento quer ao de temperatura, incorpora as contribuições relativas aos padrões de referência utilizados, às cadeias de medição respectivas integradas no

¹ Admite-se o ajustamento dos patamares de medição de acordo com solicitações do cliente que visem aproximar o procedimento de calibração do procedimento de ensaio usual.

dilatómetro, ao método de medição e à repetibilidade do ensaio, sendo declarada para um intervalo de confiança de 95 % calculado de acordo com [1] e [2].

4.7 – Certificado de Calibração

Preencher o certificado de calibração de acordo com [3] referindo:

- *a identificação do cliente;*
- *a identificação do dilatómetro diferencial ensaiado;*
- *a identificação dos equipamentos de referência utilizados;*
- *os dados complementares (data e local de ensaio, condições ambientais, procedimento e norma adoptados);*
- *as observações (inspecção visual e observações gerais);*
- *os valores que compõem o quadro de resultados;*
- *as incertezas de medição expandidas declaradas para um intervalo de confiança de 95 %.*

5 – DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

- [1] *Guide for the expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*, Genève (Suíça): International Organization for Standardization (ISO), 1993 (re-editado em 1995).
- [2] *Guia para a expressão da incerteza de medição nos laboratórios de calibração*, Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), 1996.
- [3] *International vocabulary of metrology – basic and general concepts and associated terms (VIM)*, Sèvres (França): Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), 2008.

