



LABORATÓRIO NACIONAL  
DE ENGENHARIA CIVIL

CENTRO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA  
Núcleo de Qualidade Metrológica

Proc. 1104/11/16134

## **PROCEDIMENTO DE ENSAIO METROLÓGICO DE CALORÍMETROS SEMI-ADIABÁTICOS DE LANGAVANT NO LCAM/LNEC (VERSÃO 1)**

Estudo realizado no âmbito do Projecto de Investigação "Reforço das Capacidades Metrológicas nos Domínios das Grandezas Comprimento, Massa, Pressão e Temperatura"

Lisboa • Fevereiro de 2008

**I&D** INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

**RELATÓRIO 26/2008 – NQM**



**Procedimento de Ensaio Metrológico de Calorímetros Semi-adiabáticos de Langavant  
no LCAM/LNEC**

**Resumo**

O presente relatório apresenta um procedimento para o ensaio metrológico de calorímetros semi-adiabáticos de Langavant elaborado no LCAM/LNEC.

**Metrological Testing Procedure of Semi-adiabatic Langavant Calorimeters at  
LCAM/LNEC**

**Abstract**

This report presents a procedure for the metrological testing of semi-adiabatic Langavant calorimeters developed at LCAM/LNEC.

**Procédure d'Éssai Métrologique de Calorimètres Semi-adiabatiques de Langavant  
au LCAM/LNEC**

**Résumé**

Ce rapport présente une procédure pour l'essai métrologique de calorimètres semi-adiabatiques de Langavant élaborée au LCAM/LNEC.



## ÍNDICE

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2. CONTEÚDO DO RELATÓRIO .....</b>	<b>3</b>
<b>Anexo 1</b> Procedimento de ensaio metrológico de calorímetros semi-adiabáticos de Langavant no LCAM/LNEC .....	5



# PROCEDIMENTO DE ENSAIO METROLÓGICO DE CALORÍMETROS SEMI-ADIABÁTICOS DE LANGAVANT NO LCAM/LNEC (VERSÃO 1)

## 1 INTRODUÇÃO

No âmbito do processo “Reforço das Capacidades Metrológicas nos domínios das grandezas Comprimento, Massa, Pressão e Temperatura” 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 de equipamentos laboratoriais.

Esta actividade, considerada de significativo interesse para o Laboratório Central de Apoio Metrológico (LCAM/LNEC), inserido no NQM, está orientada, principalmente, para a satisfação das necessidades dos laboratórios de ensaio do LNEC ou de clientes externos.

Os referidos procedimentos, embora baseados, sempre que tal seja possível, em normas portuguesas, estrangeiras ou internacionais, têm, em regra, uma componente específica estudada em função das capacidades metrológicas do LCAM/LNEC e das tipologias dos instrumentos ou equipamentos a calibrar ou ensaiar.

Neste contexto, foram até agora preparados e revistos em versões melhoradas cerca de 40 procedimentos diferentes, contendo indicações pormenorizadas, tais como a descrição do equipamento de referência a utilizar, a descrição dos ensaios a realizar, a identificação dos resultados e dos desvios de calibração a quantificar e o conteúdo dos certificados a emitir.

O interesse da publicação periódica deste tipo de documentos resulta da introdução de novos procedimentos, situação que ocorre neste caso, ou da necessidade de introdução de revisões periódicas destes documentos ditada pela evolução dos processos operativos e pela adopção de normas mais exigentes, encontrando-se associados ao âmbito de acreditação do LCAM/LNEC no quadro do Sistema Português da Qualidade.

O objectivo desta iniciativa é divulgar a informação actualizada, ainda que de uma forma reservada, aos utentes do LCAM/LNEC, que assim poderão interpretar melhor os resultados das calibrações ou ensaios realizados.





## 2 CONTEÚDO DO RELATÓRIO

No presente relatório divulga-se, em anexo, o Procedimento E0116 designado por “Procedimento de Ensaio Metrológico de Calorímetros Semi-Adiabáticos de Langavant no LCAM/LNEC” (Versão 1), o qual constitui um procedimento baseado na norma de referência NP EN 196-9 aplicável a este tipo de ensaio.

Este procedimento engloba um conjunto de operações que visam avaliar o grau de exactidão de um calorímetro semi-adiabático de Langavant relativamente à determinação da sua dissipação e capacidade térmica.

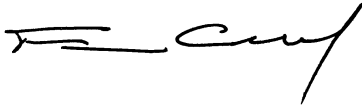
Como equipamento de referência para este ensaio, o LCAM/LNEC dispõe de termómetros de resistência de platina, de um multímetro e de um cronómetro, que permitem a medição de temperaturas, tensão eléctrica, resistência eléctrica e tempo, determinando a obtenção das grandezas mensuráveis por via indirecta. Este processo decorre num espaço laboratorial onde as condições ambientais são mantidas em valores de referência.

O processamento dos dados para elaboração dos certificados é efectuado usando uma aplicação informática específica, desenvolvida no LCAM/LNEC.

O presente documento enumera as particularidades dos resultados obtidos nos ensaios e indica a informação a inserir nos certificados de ensaio metrológico, nomeadamente, a informação que consta das tabelas de resultados.

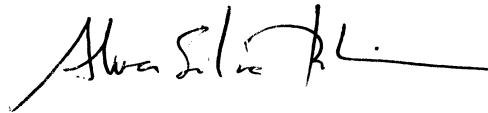
**VISTOS**

O Director do CIC



Francisco Carvalhal  
Investigador Coordenador

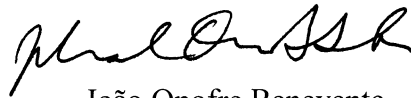
**AUTORIA**



Álvaro Silva Ribeiro  
Lic.º Física Tecnológica, Doutor  
Investigador Auxiliar



Luís Filipe Lages Martins  
Eng.º Mecânico  
Bolsheiro de Iniciação à Investigação Científica



João Onofre Benevente  
Eng.º Técnico  
Técnico Especialista Principal

## **ANEXO 1**

### **Procedimento de ensaio metrológico de calorímetros semi-adiabáticos de Langavant no LCAM/LNEC**





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

---

**Procedimento LCAM/LNEC E0116 – V.01**

**Calorímetro semi-adiabático Langavant**



**INDICE**

---

<b>1 - ÂMBITO E EQUIPAMENTO DE REFERÊNCIA.....</b>	<b>3</b>
<b>2 - PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO.....</b>	<b>3</b>
<b>3 - MÉTODO DE ENSAIO.....</b>	<b>4</b>
<b>4 - PROCEDIMENTO DE ENSAIO .....</b>	<b>4</b>
4.1 - Introdução.....	4
4.2 - Capacidade do LCAM/LNEC para determinar o coeficiente de dissipação térmica e a capacidade térmica de um calorímetro semi-adiabático Langavant .....	4
4.3 - Preparação do ensaio.....	5
4.4 - Inspeção visual .....	6
4.5 - Montagem experimental do ensaio.....	6
4.6 - Procedimento de ensaio .....	6
4.7 - Determinação dos resultados e da incerteza.....	7
4.8 - Certificado de ensaio .....	9
<b>5 - DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA.....</b>	<b>11</b>
<b>Anexo 1 – Esquema da montagem experimental.....</b>	<b>12</b>
<b>Anexo 2 – Modelos matemáticos e cálculo de incertezas.....</b>	<b>12</b>





## **1 – ÂMBITO E EQUIPAMENTO DE REFERÊNCIA**

---

O Laboratório Central de Apoio Metrológico (LCAM/LNEC) executa o ensaio para determinação do coeficiente de dissipação térmica e da capacidade térmica de um calorímetro semi-adiabático Langavant. Este equipamento é utilizado na determinação do calor de hidratação de amostras de argamassa definida pela norma NP EN 196-9:2006 Métodos de ensaio de cimentos – Parte 9: Calor de hidratação – Método semi-adiabático [1], a qual estabelece também o método de ensaio para a determinação das duas grandezas características do calorímetro mencionadas anteriormente.

Para realizar o ensaio referido, o LCAM/LNEC dispõe do seguinte equipamento de referência:

- grandezas temperatura: *termómetros de resistência de platina com ponte de medição dedicada com rastreabilidade ao padrão primário da grandeza temperatura;*
- grandezas eléctricas (tensão e resistência eléctrica): *multímetro com rastreabilidade aos padrões primários das grandezas tensão e resistência eléctrica;*
- grandezas tempo: *cronómetro digital com rastreabilidade ao padrão primário da grandeza tempo.*

## **2 - PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO**

---

O coeficiente de dissipação térmica corresponde à potência térmica que é dissipada pelo calorímetro tendo em conta a sua temperatura interna, sendo expresso em  $J h^{-1} K^{-1}$ . Numa situação de regime estacionário verifica-se que, a energia libertada no interior do calorímetro é igual à energia dissipada para o ambiente circundante. Deste modo, recorrendo-se à medição em regime estacionário da potência térmica libertada no interior do calorímetro e à medição da diferença de temperatura entre o interior do calorímetro e o ambiente circundante, é possível determinar o coeficiente de dissipação térmica característico do calorímetro.

Por sua vez, a capacidade térmica corresponde à quantidade de energia necessária para originar o aumento unitário da temperatura do calorímetro, sendo expressa em  $J K^{-1}$ . A medição desta grandeza é efectuada posteriormente à determinação do coeficiente de dissipação térmica mediante a medição da diminuição da temperatura no interior do calorímetro ao longo do tempo e relativamente à temperatura ambiente.



### **3 - MÉTODO DE ENSAIO**

---

O método de ensaio para a determinação do coeficiente de dissipação térmica do calorímetro consiste no estabelecimento de diversos regimes estacionários de temperatura no seu interior, através de um cilindro normalizado de alumínio com dimensões semelhantes às do recipiente utilizado em ensaios de determinação de calor de hidratação de argamassas [1].

Este cilindro possui uma resistência eléctrica que permite, por aplicação de uma tensão eléctrica aos seus terminais, a libertação de energia por efeito de Joule. Deste modo, o coeficiente de dissipação térmica pode ser determinado com base na potência térmica libertada e na diferença de temperatura entre o calorímetro sujeito a ensaio e um calorímetro auxiliar colocado na sua proximidade, idêntico ao primeiro, mas não possuindo no seu interior qualquer tipo de fonte de energia térmica (apenas uma amostra inerte de argamassa). As medições de temperatura efectuadas no seu interior são assim representativas da temperatura ambiente.

Após a medição do último valor do coeficiente de dissipação térmica, procede-se à determinação da grandeza capacidade térmica do calorímetro. Para isso, recorre-se ao método de arrefecimento espontâneo segundo o qual, finaliza-se a aplicação da tensão eléctrica aos terminais da resistência do cilindro e promove-se o registo, em intervalos de tempo específicos, da temperatura em ambos os calorímetros durante o conseqüente arrefecimento.

### **4 - PROCEDIMENTO DE ENSAIO**

---

#### **4.1 - Introdução**

Apresenta-se a seguir, um procedimento para determinação do coeficiente de dissipação térmica e capacidade térmica de um calorímetro semi-adiabático Langavant elaborado pelo LNEC.

#### **4.2 - Capacidade do LCAM/LNEC para determinar o coeficiente de dissipação térmica e a capacidade térmica de um calorímetro semi-adiabático Langavant**

Quando solicitado para determinar o coeficiente de dissipação térmica e a capacidade térmica de um calorímetro semi-adiabático Langavant, o LCAM/LNEC avaliará a sua



capacidade para efectuar a operação tendo em conta o alcance e a resolução deste e a exactidão dos equipamentos de referência utilizados no ensaio.

No presente momento, o LCAM/LNEC dispõe de meios adequados ao ensaio em causa, designadamente:

- termómetros de resistência de platina com um nível de exactidão de  $\pm 0,15$  % para medições compreendidas entre 20 °C e 60 °C com uma resolução de 0,01 °C; a sua potência calorífica dissipada é inferior a 3 mW;
- multímetro com um nível de exactidão de  $\pm 0,1$  % para medições de tensão compreendidas entre 0 V e 100 V com uma resolução de 0,001 V e também com um nível de exactidão de  $\pm 0,2$  % para medições de resistência compreendidas entre 0  $\Omega$  a 20 000  $\Omega$  com uma resolução de 0,1  $\Omega$ ;
- fonte de alimentação com tensão eléctrica contínua regulável entre 0 V e 60 V tendo uma estabilidade em função da carga inferior a  $2 \times 10^{-4}$  e uma estabilidade em função da tensão principal inferior a  $1 \times 10^{-4}$ ;
- cilindro normalizado de alumínio com uma capacidade térmica mássica nominal de 900 J kg<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup> e resistência eléctrica nominal de 2074  $\Omega$  à temperatura ambiente.

### **4.3 - Preparação do ensaio**

A realização do ensaio descrito neste procedimento implica a utilização de uma fonte de alimentação com capacidade para fornecer tensões eléctricas de saída, em regime contínuo estável, numa gama operacional de 0 V a 60 V. A estabilidade desta grandeza eléctrica é avaliada previamente à realização do ensaio principal mediante dois ensaios: o ensaio em carga e o ensaio em circuito aberto.

O ensaio de estabilidade em carga implica a conexão da fonte de alimentação aos terminais do cilindro normalizado contido no interior do calorímetro de ensaio, promovendo-se o registo das tensões eléctricas em patamares estáveis sucessivos de 20 V, 30 V, 40 V e 50 V com uma duração de patamar de 1 hora. De acordo com a norma vigente, a variação máxima de tensão eléctrica nesse período de tempo em relação ao seu valor médio deve ser inferior a  $2 \times 10^{-4}$ .

O ensaio de estabilidade em circuito aberto distingue-se do anterior pelo facto da tensão eléctrica de saída na fonte de alimentação ser avaliada na ausência de qualquer



ligação com elementos exteriores. Neste caso, a norma menciona  $1 \times 10^{-4}$  como variação máxima de tensão relativa ao seu valor médio.

#### **4.4 – Inspeção visual**

Observar o aspecto exterior e interior dos calorímetros e anotar eventuais sinais de degradação que potencialmente possam evidenciar regiões de perdas térmicas acentuadas.

#### **4.5 – Montagem experimental do ensaio**

- a. Colocar no interior do calorímetro sujeito a ensaio, o cilindro normalizado em substituição do habitual recipiente de ensaio e assegurar a sua ligação eléctrica à fonte de alimentação e ao multímetro;*
- b. Colocar o recipiente contendo uma amostra inerte de argamassa, com pelo menos 12 meses de idade, no calorímetro auxiliar e efectuar o seu posicionamento a uma distância de, aproximadamente, 12 cm do calorímetro a ensaiar;*
- c. Inserir em cada um dos calorímetros, um termómetro de resistência de platina e efectuar as correspondentes ligações eléctricas com a ponte de medição;*
- d. Proceder ao fecho de ambos os calorímetros e assegurar o isolamento térmico na região do orifício de passagem de cabos.*

#### **4.6 – Procedimento de ensaio**

O ensaio para determinação do coeficiente de dissipação térmica e capacidade térmica de um calorímetro semi-adiabático Langavant é descrito em seguida.

A realização deste ensaio implica a manutenção da temperatura da sala laboratorial no intervalo  $(20,0 \pm 1,0)$  °C, sendo a velocidade do ar de ventilação envolvente dos calorímetros inferior a  $0,5 \text{ m s}^{-1}$ .

##### ***A – Ensaio de determinação do coeficiente de dissipação térmica***

- a. Regular a fonte de alimentação para uma tensão eléctrica de saída de, aproximadamente, 22 V;*





### Calorímetro semi-adiabático Langavant

- b. *Atingido o regime estacionário<sup>1</sup>, efectuar as seguintes leituras: temperatura no calorímetro de ensaio; temperatura no calorímetro auxiliar; tensão eléctrica e resistência eléctrica nos terminais da resistência do cilindro normalizado;*
- c. *Repetir os pontos anteriores para uma tensão eléctrica aplicada de, aproximadamente, 29 V, 35 V, 40 V e 45 V.*

#### **B – Ensaio de determinação da capacidade térmica**

- a. *Desligar a fonte de alimentação e realizar as seguintes leituras: temperatura no calorímetro de ensaio; temperatura no calorímetro auxiliar; a diferença entre as duas temperaturas medidas deve estar compreendida entre 35 K e 40 K;*
- b. *Proceder à leitura das temperaturas em ambos os calorímetros nos seguintes períodos de tempo após o fim da alimentação eléctrica: 24 h, 24,5 h, 25 h, 25,5 h, 26 h, 26,5 h, 27h, 27,5h, 28 h, 28,5h, 29 h, 29,5 h e 30 h.*

## **4.7 - Determinação dos resultados e da incerteza**

#### **A - Ensaio de determinação do coeficiente de dissipação térmica**

- a. *Para cada patamar de ensaio de determinação do coeficiente de dissipação térmica calcular:*
  - *a diferença de temperatura entre o calorímetro de ensaio e o calorímetro auxiliar;*
  - *o coeficiente de dissipação térmica através de*

$$\alpha = 3600 V^2 R^{-1} \Delta\theta_c^{-1}, \quad (1)$$

*onde*

*$\alpha$  – coeficiente de dissipação térmica (expresso em  $J h^{-1} K^{-1}$ );*

*V – tensão eléctrica (expressa em V);*

---

<sup>1</sup> Segundo a norma NP EN 196-6:2006 [1], o tempo necessário para o calorímetro atingir o equilíbrio térmico (regime estacionário) é, no mínimo, 8 dias. O tempo necessário para atingir-se um novo equilíbrio térmico quando se passa de uma temperatura para a seguinte por aplicação de nova tensão de alimentação é de, aproximadamente, 6 dias.



### Calorímetro semi-adiabático Langavant

$R$  – resistência eléctrica (expressa em  $\Omega$ );

$\Delta\theta_c$  – diferença de temperatura entre o calorímetro de ensaio e o calorímetro auxiliar (expressa em K).

b. A partir dos valores de coeficiente de dissipação obtidos no ponto anterior calcular, através do método dos mínimos quadrados, os coeficientes  $a$  e  $b$  da seguinte relação linear

$$\alpha = a + b \Delta\theta_c. \quad (2)$$

c. Verificar as seguintes condições de validação do ensaio:

- $\alpha(\Delta\theta_c = 20 \text{ K}) \leq 100 \text{ J h}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ;
- coeficiente de correlação linear igual ou superior a 0,97.

d. Determinar a incerteza de medição expandida para um intervalo de confiança de 95% de acordo com [3-4].

### **B - Ensaio de determinação da capacidade térmica**

a. Para cada patamar de ensaio de determinação da capacidade térmica calcular:

- a diferença de temperatura entre o calorímetro de ensaio e o calorímetro auxiliar;
- o coeficiente de dissipação térmica através de (2);
- a capacidade térmica do conjunto calorímetro de ensaio e cilindro através de

$$C_t = \frac{a t_d}{\ln\left(\frac{(a + b \Delta\theta_t) \Delta\theta_0}{(a + b \Delta\theta_0) \Delta\theta_t}\right)}, \quad (3)$$

em que

$a$  e  $b$  - coeficientes da equação (2) do coeficiente de dissipação térmica (expressos em  $\text{J h}^{-1} \text{ K}^{-1}$  e  $\text{J h}^{-1} \text{ K}^{-2}$ , respectivamente);



### Calorímetro semi-adiabático Langavant

$t_d$  - tempo decorrido desde o momento em que se desligou a alimentação eléctrica (expresso em horas);

$\Delta\theta_0$  - diferença de temperatura entre o calorímetro de ensaio e o calorímetro auxiliar no momento em que se desligou a alimentação eléctrica (expressa em K);

$\Delta\theta_t$  - diferença de temperatura entre o calorímetro de ensaio e o calorímetro auxiliar no instante  $t_d$  (expressa em K);

- a capacidade térmica do calorímetro de ensaio através de

$$C = C_t - C_e, \quad (4)$$

onde

$C$  - capacidade térmica do calorímetro de ensaio (expressa em  $J K^{-1}$ );

$C_t$  - capacidade térmica do conjunto formado pelo calorímetro de ensaio e pelo cilindro normalizado (expressa em  $J K^{-1}$ );

$C_e$  - capacidade térmica do cilindro normalizado (valor nominal igual a  $1851 J K^{-1}$ ).

- d. Determinar a incerteza de medição expandida para um intervalo de confiança de 95% de acordo com [3-4].

## 4.8 - Certificado de ensaio

Preencher o certificado de ensaio de acordo com [2], referindo:

- identificação da entidade requisitante (designação e respectivo endereço);
- identificação do equipamento ensaiado (designação, marca, modelo e número informático);
- identificação do equipamento utilizado (designação, marca, modelo, gama de medição ou valor nominal e número informático);
- rastreabilidade dos instrumentos de medição utilizados;
- data de ensaio;



Calorímetro semi-adiabático Langavant

- *procedimento e norma utilizados;*
- *indicação das condições ambientais registadas durante o ensaio;*
- *observações relativas à inspecção visual do equipamento ensaiado;*
- *observações gerais do ensaio;*
- *tabela relativa à determinação do coeficiente de dissipação térmica (vide exemplo seguinte) contendo os dados experimentais registados durante o ensaio e os valores obtidos por tratamento matemático;*

Tabela 1 – Ensaio de determinação do coeficiente de dissipação térmica

Temperatura do calorímetro de ensaio (°C)					
Temperatura do calorímetro auxiliar (°C)					
Diferença de temperatura (K)					
Tensão eléctrica (V)					
Resistência eléctrica ( $\Omega$ )					
Coeficiente de dissipação térmica ( $J h^{-1}K^{-1}$ )					
Coeficiente $a$ ( $J h^{-1}K^{-1}$ )					
Coeficiente $b$ ( $J h^{-1}K^{-2}$ )					
Equação do coeficiente de dissipação térmica ( $J h^{-1}K^{-1}$ )					
Validação ( $\Delta\theta_c = 20 K, \alpha < 100 J h^{-1} K^{-1}$ )					
Validação do coeficiente de correlação linear ( $R^2 \geq 0,97$ )					

- *tabela relativa à determinação da capacidade térmica do calorímetro de ensaio (vide exemplo seguinte) contendo os dados experimentais registados durante o ensaio e os valores obtidos por tratamento matemático;*

Tabela 2 – Ensaio de determinação da capacidade térmica

Duração (h)					
Temperatura do calorímetro de ensaio (°C)					
Temperatura do calorímetro auxiliar (°C)					
Diferença de temperatura (K)					
Coeficiente de dissipação térmica ( $J h^{-1} K^{-1}$ )					
Capacidade térmica do conjunto calorímetro de ensaio e cilindro ( $J K^{-1}$ )					
Capacidade térmica do cilindro ( $J K^{-1}$ )					
Capacidade térmica do calorímetro de ensaio ( $J K^{-1}$ )					
Capacidade térmica média do calorímetro ( $J K^{-1}$ )					





- *indicação conformidade / não-conformidade do equipamento relativamente à norma NP EN 196-9;*
- *as incertezas de medição expandidas para um intervalo de confiança de 95%.*

## **5 - DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA**

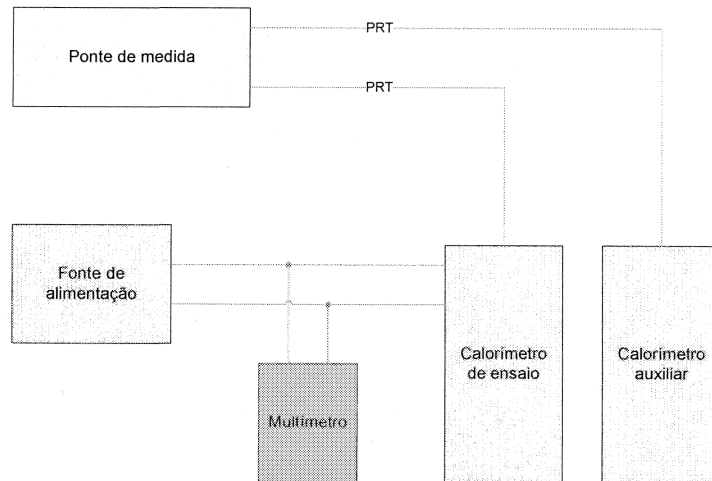
---

- [1] Norma NP EN 196-9: “*Métodos de ensaio de cimentos. Parte 9: Calor de hidratação. Método semi-adiabático*”, Instituto Português da Qualidade (IPQ), Lisboa (Portugal), 2006.
- [2] *Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM)*, 3ª Edição, Instituto Português da Qualidade (IPQ), Lisboa (Portugal), 1996.
- [3] *Guide for the expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*, International Organization for Standardization (ISO), Genève (Suíça), 1993 (re-editado em 1995).
- [4] *Guia para a Expressão da Incerteza de Medição nos Laboratórios de Calibração*, Instituto Português da Qualidade (IPQ), Lisboa (Portugal), 1996.

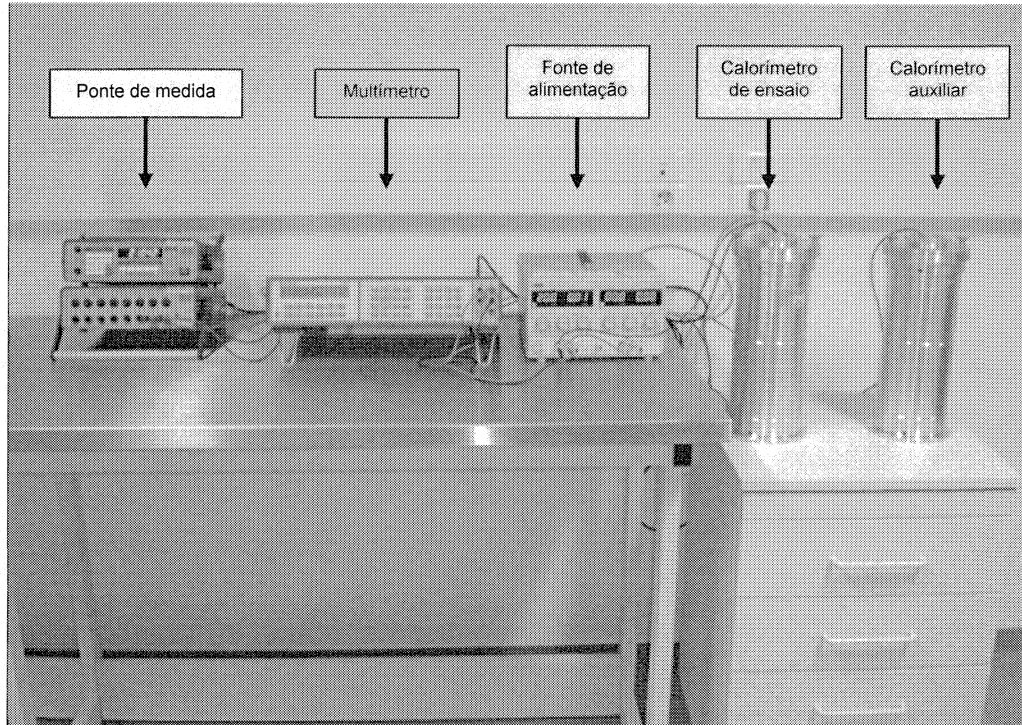


**ANEXO 1 – Esquema da montagem experimental**

---



*Figura 1: Diagrama esquemático da montagem experimental*



*Figura 2: Montagem experimental*



**ANEXO 2 – Modelos matemáticos e cálculo de incertezas**

A determinação da relação linear existente entre os coeficientes de dissipação térmica (obtidos pela equação 1 a partir dos dados experimentais) e as diferenças de temperatura entre o calorímetro de ensaio e o calorímetro auxiliar (observadas experimentalmente) implica o recurso ao método dos mínimos quadrados, de modo a obter a equação (2) referida anteriormente. Os coeficientes  $a$  e  $b$  da equação (2) são obtidos com base nas seguintes expressões

$$a = \frac{\sum_{k=1}^n \alpha_k \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}^2 - \sum_{k=1}^n (\alpha_k \Delta\theta_{c_k}) \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}}{n \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}^2 - \left( \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k} \right)^2}, \quad (5)$$

$$b = \frac{n \sum_{k=1}^n (\alpha_k \Delta\theta_{c_k}) - \sum_{k=1}^n \alpha_k \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}}{n \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}^2 - \left( \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k} \right)^2}, \quad (6)$$

sendo  $n$  o número de observações realizadas.

O coeficiente de correlação entre  $a$  e  $b$ ,  $r(a,b)$ , é obtido através da seguinte expressão:

$$r(a,b) = \frac{\sum_{k=1}^n (\Delta\theta_{c_k} - \overline{\Delta\theta_c})(\alpha_k - \overline{\alpha})}{\left[ \sum_{k=1}^n (\Delta\theta_{c_k} - \overline{\Delta\theta_c})^2 \right] \left[ \sum_{k=1}^n (\alpha_k - \overline{\alpha})^2 \right]}^{1/2}. \quad (7)$$

A equação (2) resultante da aplicação do método dos mínimos quadrados constitui uma relação funcional

$$\alpha = f(a,b,\Delta\theta_c) \quad (8)$$

na qual as incertezas padrão dos coeficientes  $a$  e  $b$  constituem incertezas do tipo A, sendo obtidas através das expressões seguintes:

$$u^2(a) = \frac{\sum_{k=1}^n [\alpha_k - \alpha(\Delta\theta_{c_k})]^2 \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}^2}{(n-2) \left[ n \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}^2 - \left( \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k} \right)^2 \right]}, \quad (9)$$



$$u^2(b) = \frac{n \sum_{k=1}^n [\alpha_k - \alpha(\Delta\theta_{c_k})]^2}{(n-2) \left[ n \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k}^2 - \left( \sum_{k=1}^n \Delta\theta_{c_k} \right)^2 \right]}. \quad (10)$$

Deste modo, a incerteza combinada referente ao coeficiente de dissipação térmica,  $\alpha$ , associado a uma dada diferença de temperatura,  $\Delta\theta_c$ , corresponde a

$$u_c^2[\alpha(\Delta\theta_c)] = c_a^2 u^2(a) + c_b^2 u^2(b) + c_{\Delta\theta_c}^2 u^2(\Delta\theta) + 2c_a c_b u(a)u(b)r(a,b), \quad (11)$$

onde os coeficientes de sensibilidade são iguais a

$$c_a = \frac{\partial\alpha}{\partial a} = 1, \quad (12)$$

$$c_b = \frac{\partial\alpha}{\partial b} = \Delta\theta_c, \quad (13)$$

$$c_{\Delta\theta_c} = \frac{\partial\alpha}{\partial\Delta\theta_c} = b. \quad (14)$$

Deste modo, a equação (11) pode ser expressa como

$$u_c^2[\alpha(\Delta\theta_c)] = u^2(a) + \Delta\theta_c^2 u^2(b) + b^2 u^2(\Delta\theta_c) + 2 \Delta\theta_c u(a)u(b)r(a,b), \quad (15)$$

ou seja,

$$u_c[\alpha(\Delta\theta_c)] = \sqrt{u^2(a) + \Delta\theta_c^2 u^2(b) + b^2 u^2(\Delta\theta_c) + 2 \Delta\theta_c u(a)u(b)r(a,b)}. \quad (16)$$

A incerteza expandida é dada por

$$U = k u_c[\alpha(\Delta\theta_c)], \quad (17)$$

onde  $k$  é definido para um intervalo de confiança de 95 %, consoante o número de graus de liberdade,  $\nu$ .

A regressão linear é caracterizada por um número de graus de liberdade igual a

$$\nu = n - 2, \quad (18)$$

sendo  $n$  o número de observações realizadas.





**Calorímetro semi-adiabático Langavant**

A incerteza padrão da capacidade térmica do calorímetro é obtida com base numa avaliação do tipo A, a partir das  $n$  observações realizadas no ensaio. A incerteza expandida será então dada por

$$U = k u(C), \quad (19)$$

onde  $k$  é definido para um intervalo de confiança de 95 %, consoante o número de graus de liberdade,  $\nu$ .

Dado que a estimativa da capacidade térmica do calorímetro é obtida a partir da média aritmética das  $n$  observações realizadas no ensaio, o número de graus de liberdade será igual a

$$\nu = n - 1. \quad (20)$$

